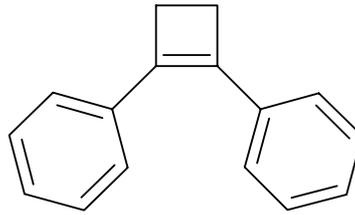


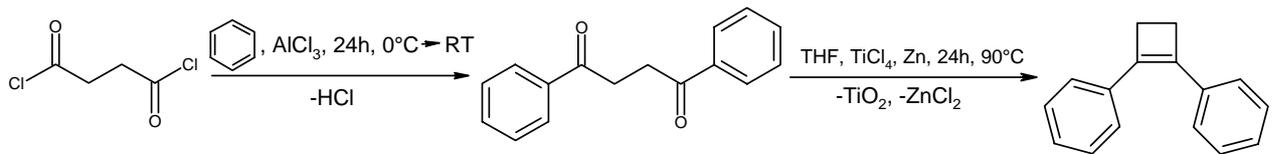
1,2 Diphenyl Cyclobut-1-en



1. Friedel-Crafts-Acylierung

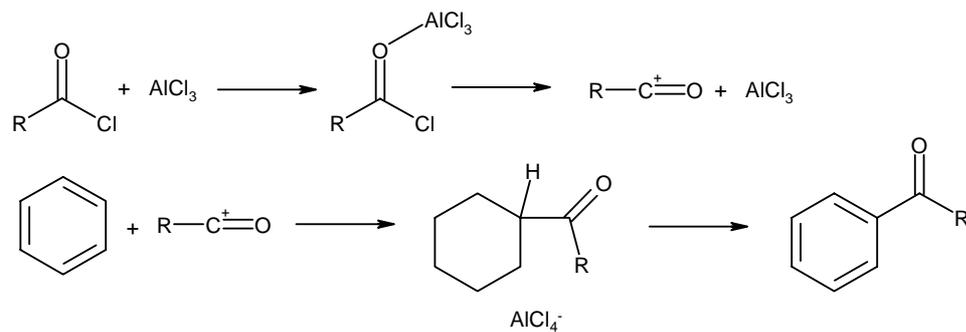
2. McMurry-Reaktion

Reaktion:

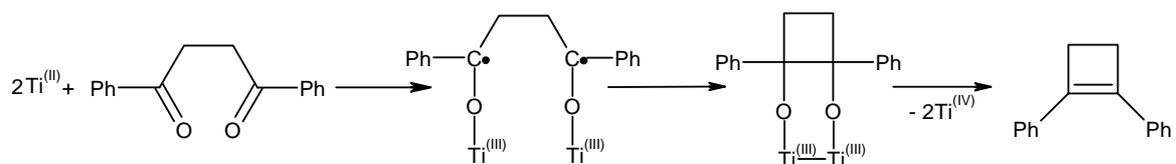
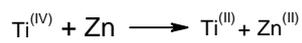


Mechanismus:

1. Friedel-Crafts-Acylierung:



2. Mc-Murry-Reaktion



Literatur:

J. Chem. Soc. Chem. Commun. 1984; 1234-1235

Durchführung:

(9.1.01) Man heizt einen mit Argon gespülten und anschließend evakuierten Kolben aus, gibt 16g (2,4eq) AlCl_3 und 50ml Benzol in den Kolben. Man gibt 7,75g (50mmol) Butandisäuredichlorid hinzu, und zwar unter Eiskühlung. Dann läßt man auf Raumtemperatur kommen und über Nacht rühren. (10.1.01) Am nächsten Tag quencht man die Lösung mit Eis. Dann schüttelt man mit Ether aus, wäscht mit gesättigter Kochsalzlösung und trocknet über MgSO_4 . Nach dem abfiltrieren destilliert man das Lösungsmittel ab und kristallisiert aus Ether um. Man erhält 6g einer hellbeigen, pulvrigen Verbindung. Es wurde ein GCMS und ein NMR aufgenommen um die Verbindung zu überprüfen. (11.1.01) Nun bereitet man die McMurry-Reaktion vor. Dazu gibt man 50ml THF unter Argon in einen ausgeheizten Kolben, in den man bei -20°C sehr vorsichtig 3,55ml (6,1g; 1,5eq) TiCl_4 gibt. Die Lösung färbt sich gelb. Dann gibt man 6,54g (2eq) Zn hinzu, wodurch die Lösung grau wird. Nun fügt man das beige Zwischenprodukt hinzu und läßt bei 90°C unter Rückfluß 24h rühren. (15.1.01) Man erhält eine schwarze zähe Masse, aus der man das Endprodukt mit Ether extrahiert. Dazu rührt man mehrmals mit 100ml Ether für einige Minuten, wäscht die erhaltene organische Phase mit Wasser, gesättigter NaHCO_3 -Lösung und mit gesättigter NaCl -Lösung. Dann trocknet man über MgSO_4 und destilliert nach dem filtrieren das Lösungsmittel ab. Man erhält 0,6g einer klaren Flüssigkeit.

Identifizierung:

$^1\text{H-NMR}$ (300MHz): $\delta = 2,738$ (4H, 2- CH_2); 7,218-7,523 (10H, aromatisch)

$^{13}\text{C-NMR}$ (300MHz): $\delta = 26,76$ (2C, 2- CH_2); 123,68-138,69 (viele C, aromatisch, olefinisch)

Ausbeute:

theoretische Ausbeute: 50mmol = 10,3g

erhaltene Ausbeute: 0,60g = 5,8%

Die Ausbeute ist sehr gering, vermutlich da das THF beim letzten Schritt über Nacht verdampft ist. Daraufhin war es schwer das gesamte Produkt zu isolieren.