

ULRICH SCHRÄPLER und KLAUS RÜHLMANN

Notiz zur Darstellung von Cycloeicosan-diol-(2.11)-dion-(1.12)

Über die Umsetzung von Säurederivaten und Halogensilanen mit Alkalimetallen, IV¹⁾

Aus dem Institut für Organische Chemie der Universität Halle (Saale)
und dem II. Chemischen Institut der Humboldt-Universität zu Berlin

(Eingegangen am 12. Oktober 1964)

Bei der Cyclisierung von Sebacinsäure-diäthylester nach dem Acyloin-Ringschluß-Verfahren von V. L. HANSLEY, V. PRELOG und M. STOLL¹⁾ wurde von P. D. GARDNER, G. R. HAYNES und R. L. BRANDON²⁾ und von D. MACTINGER^{3,4)} das Cycloeicosan-diol-(2.11)-dion-(1.12) (bzw. das isomere Diol-(2.12)-dion-(1.11)) isoliert. Das gleiche Produkt wurde nunmehr durch Hydrolyse des 1.2.11.12-Tetrakis-trimethylsiloxy-cycloeicosadiens-(1.11) erhalten, das bei der Synthese von 1.2-Bis-trimethylsiloxy-cyclodecen-(1) als Nebenprodukt entsteht¹⁾.

BESCHREIBUNG DER VERSUCHE

Die Bedingungen der Hydrolyse wurden wie in der vorhergehenden Mitteilung¹⁾ gewählt. Als Lösungsmittel diente Tetrahydrofuran. Die Hydrolysedauer mit 1 *n* HCl betrug 15 Min., die Neutralisationsdauer ebenfalls 15 Min., das Molverhältnis 1.2.11.12-Tetrakis-trimethylsiloxy-cycloeicosadien-(1.11):Wasser war gleich 1:3. Vor der Neutralisation mit CaCO₃ wurde die wäbr. Schicht abgetrennt. Das nach Filtrieren und Eindampfen der organischen Lösung erhaltene gelbliche Rohprodukt wurde aus Äther/Tetrahydrofuran und dann aus Äther umkristallisiert. Ausb. danach etwa 90%.

Die reine Substanz bildet farblose Nadeln mit dem Schmp. 125–125.5° (Lit.: 125–126.5°²⁾, 117°³⁾). Das Produkt reduziert FEHLINGSche Lösung in der Wärme.

C₂₀H₃₆O₄ (340.5) Ber. C 70.54 H 10.65 Gef. C 70.42 H 10.62

¹⁾ III. Mittel.: U. SCHRÄPLER und K. RÜHLMANN, Chem. Ber. **97**, 1383 [1964].

²⁾ J. org. Chemistry **22**, 1206 [1957].

³⁾ Bull. Soc. chim. France **1961**, 1341.

⁴⁾ J. Rech. Centre nat. Rech. sci. **59–60**, 231 [1962].