

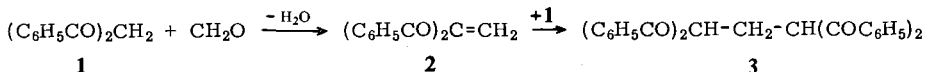
Theodor Wieland und Axel Sieber

Notiz über das 1.1-Dibenzoyl-äthylen¹⁾

Aus dem Institut für Organische Chemie der Universität Frankfurt/Main

(Eingegangen am 17. Februar 1969)

1.1-Dibenzoyl-äthylen (2) soll durch Einwirkung von 37proz. Formalinlösung auf eine eisgekühlte Lösung von Dibenzoylmethan (1) und Diäthylamin in Äther entstehen¹⁾. Wir erhielten so eine kristalline Substanz vom angegebenen Schmelzpunkt (178–179°) mit stimmender Analyse, die aber keine ungesättigten Eigenschaften aufwies. Im NMR-Spektrum fehlte das scharfe Signal der Protonen einer CH₂-Gruppe wie es beim Methylenmalonsäure-diäthylester auftritt²⁾, dafür waren die Triplets von jeweils 2 Protonen um $\tau = 4.25$ und 7.2 ppm zu finden. Aufklärung brachte die massenspektrometrische Analyse, bei der u. a. die Molekülmasse von $m/e = 460$ gefunden wurde. Dies entspricht der Formel des 1.1.3.3-Tetrabenzoyl-propans (3), das aus den erwähnten Bausteinen über die Methylenverbindung 2 entstehen dürfte.



Mit der angenommenen Formel stimmt auch das NMR-Spektrum sowie die Elementaranalyse überein. Im IR-Spektrum (in CCl₄, Werte durch Vergleich mit H₂O-Dampf-Banden korrigiert) treten u. a. zwei starke Banden bei 1697 (stärkere) und 1677/cm auf, die von den zu den Phenylresten konjugierten Carbonylgruppen herrühren. Die in l. c.¹⁾ erwähnte Bande bei 1667/cm, die dort der Methylen-doppelbindung zugeschrieben wird, könnte im Rahmen der Meßgenauigkeit der älteren IR-Spektrometer mit der Bande bei 1677/cm unseres Spektrums zusammenfallen.

Für 2: C₁₆H₁₂O₂ (236.3) Ber. C 81.34 H 5.12

Für 3: C₃₁H₂₄O₄ (460.5) Ber. C 80.85 H 5.25

Gef. C 81.39 H 5.30

Herrn Dr. W. Otting danken wir für die IR-Aufnahmen.

¹⁾ G. W. Cannon, A. A. Santilli und P. Shenian, J. Amer. chem. Soc. **81**, 1660 (1959).

²⁾ A. Sieber, Dissertat., Univ. Frankfurt a. M. 1969.