

SYNTHESE VON 1.2.3.4-TETRAPHENYL-5.6-BENZO-PENTALEN

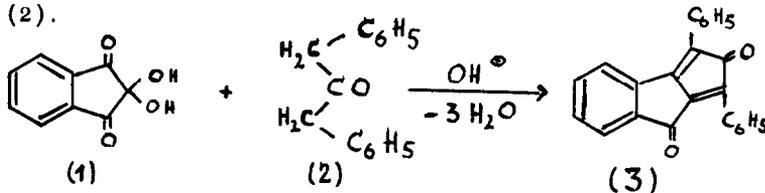
Von W. Ried und D. Freitag

Institut für Organische Chemie der Universität Frankfurt a.M.

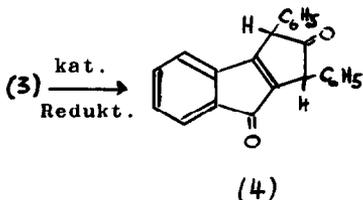
Herrn Professor Dr. R.Criegee zum  
65. Geburtstag freundlich zugeeignet.

(Received 25 April 1967)

Die Versuche zur Darstellung des Pentalens verliefen bisher erfolglos, einige substituierte Pentalene <sup>1)</sup> sind jedoch bekannt. 2.8-Dioxo-1.3-diphenyl-2.8-dihydro-cyclopent[a]inden (3), kurz auch "Indanocyclon" genannt, entsteht in 80 proz. Ausbeute bei der Umsetzung von Ninhydrin (1) mit Dibenzylketon (2).



Die katalytische Reduktion von (3) mit CO-aktivem Raney-Nickel in Essigester bei Raumtemperatur führt in 75-80 proz. Ausbeute zum 1.3-Diphenyl-2.8-dioxo-1.2.3.8-tetrahydro-cyclopent[a]inden (4).

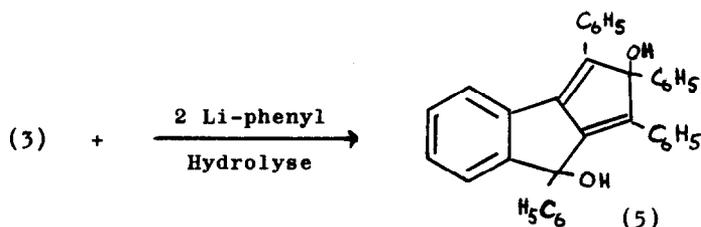


Das IR-Spektrum von (4) zeigt 2 Carbonylfunktionen bei  $1720\text{ cm}^{-1}$  und  $1730\text{ cm}^{-1}$ , das NMR-Spektrum ein feinaufgespaltenes (nicht gekoppeltes) Signal für 2 aliph. Protonen und ein Multiplett für 14 arom. Protonen.

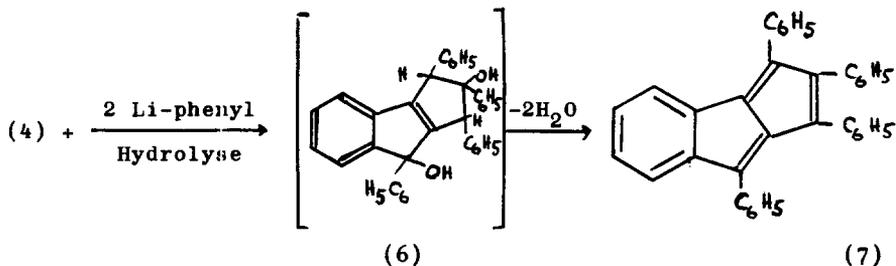
(4) kristallisiert aus Chloroform/Benzol in farblosen Spießen, die beim Trocknen 1 Mol Kristallchloroform verlieren, Fp  $171-174^{\circ}\text{ C}$  (ab  $164^{\circ}\text{ C}$  erweichend). Die Verbindung zeigt in 20 proz.

meth. KOH violette Halochromie, in heißer conc.  $H_2SO_4$  orange-rote Fluoreszenz. In Acetanhydrid ist (4) acetylierbar.

Bei der Umsetzung von (3) mit Li-phenyl entsteht nach Hydrolyse 1.2.3.8-Tetraphenyl-2.8-dihydroxy-2.8-dihydro-cylopent[a]inden (5) in 50-55 Proz. Ausbeute, Fp 203-205° C (ab 176° C unter Grünfärbung erweichend). (5) kristallisiert aus Benzol in gelben Blättchen. Die Verbindung fluoresziert in Substanz und in organ. Lösungsmitteln blaugrün.



Analog dieser Umsetzung reagiert (4) mit Li-phenyl zu (6); in Acetanhydrid mit einem Tropfen conc.  $H_2SO_4$  wird das Rohprodukt (6) direkt zum 1.2.3.4-Tetraphenyl-5.6-benzopentalen (7) dehydratisiert.



(7) kristallisiert aus Benzol in grünen Nadeln, Fp 276-279° C (ab 270° C erweichend). Die Ausbeute beträgt 50 Proz., bezogen auf (4). Das Massenspektrum zeigt ein Molekularion bei 456, berechnet für  $M = 456.25$ .

- 1) C.T.Blood u. R.P.Linstead, J.chem.Soc. London 1952, 2263;  
K.Hafner u. J.Schneider, Liebigs Ann.Chem. 624, 37 (1959);  
E.Le Goff, J.Am.chem.Soc. 84, 1505 (1962) u. 84, 3975 (1962)
- 2) W.Ried u. D.Freitag, Chem.Ber. 99, 2675 (1966)