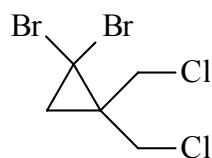


## Protokoll

### Präparat



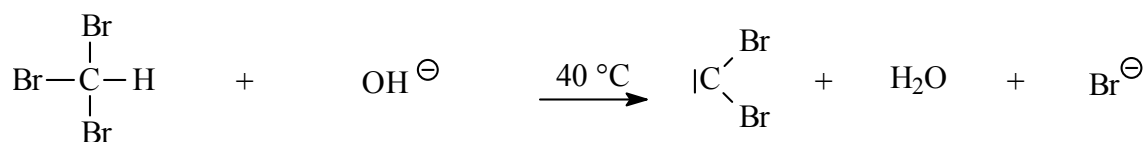
### 1,2-Dibrom-2,2-bis(chlormethyl)cyclopropan

FW 296,8 g · mol<sup>-1</sup>

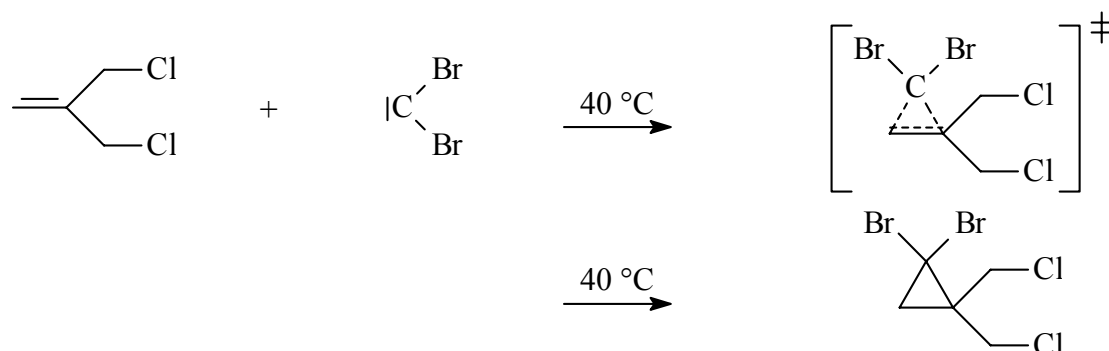
Fp / Kp 45 °C / 60 °C (2 · 10<sup>-3</sup> pa)

### elektrophile Carbenaddition

1. α-Elementierung (Carbenerzeugung) – Phasentransferkatalyse mit Bibenzo[18]krone[6]



2. Carbenaddition



### Ansatzgröße

Bromoform	1,20 mol (318, g / 112,5 ml)	FW: 252,7 g · mol <sup>-1</sup>
3-Chlor-2-(chlormethyl)-1-propen	0,60 mol (81,2 g / 75 ml)	FW: 124,9 g · mol <sup>-1</sup>

Erwartete Ausbeute (37 %)

1,2-Dibrom-2,2-bis(chlormethyl)cyclopropan	0,22 mol (65,9 g)
--	-------------------

## Versuchsdurchführung

81,2 g (0,60 mol) 3-Chlor-2-(chloromethyl)-1-propen, 318 g (1,20 mol) Bromoform, 2,7 g Pinakol und 2,8 g Bibenzo[18]krone[6] werden vermischt und bei 0°C innerhalb von 30 min 468g 50 %iger Natriumhydroxid-Lösung zugetropft. Anschließend wird bei 40 °C 5d lang gerührt.

Zur Aufarbeitung wird mit 500 ml Wasser versetzt, die Suspension über Celite filtriert, das Filtrat verworfen. Der feste Rückstand wird in Aceton/Pentan (1:1) aufgenommen und erneut über Celite filtriert. Das Filtrat wird mit MgSO<sub>4</sub> getrocknet, einrotiert und bei 10<sup>-3</sup> pa destilliert, wobei der Vorlauf (Bromoform) verworfen wird. Abschließend wird in wenig Ether umkristallisiert.

Die Anfangs leicht gelbe Mischung verfärbte sich über die Versuchsdauer nach Schwarz. Nach Filtration wird ein schwarzer Feststoff erhalten. Die Aceton/Pentanlösung war tiefbraun. Abschließend wurde ein weißer kristalliner Feststoff erhalten.

## Ausbeute

Erhalten wurden 91,5 g Produkt (100 % entsprechen 178,08 g)  
Ausbeute 51,4 % (Literatur 37 %)

Die Ausbeute liegt deutlich über den Erwartungen der Literatur. Die Ausbeute wurde nach dem Umkristallisieren berechnet.

## Analytik

<sup>1</sup>H – NMR (CDCl<sub>3</sub>), vgl. Anlage

$\delta_{\text{Präparat}}$	$\delta_{\text{Literatur}}$
1,76	1,80
3,90	3,91

<sup>13</sup>C – NMR siehe Anlage

$\delta_{\text{Präparat}}$	$\delta_{\text{Literatur}}$
32,05	32,02
33,96	33,89
35,25	35,20
47,67	47,58

## Literatur

K. M. Lynch, W. P. Dailey – J. Org. Chem. 1995, 60, 4666 – 4668  
Benzler, Bunz, Semmler, Szeimies, Opitz, Schlüter – Chem. Ber. 1989, 122, 397 – 398  
Acros Organics Feinchemikalien Katalog  
Aldrich Feinchemikalien Katalog