

吊扇型结构的卡宾催化剂中间体分子设计

章塑塑* 姚又月

中国人民大学化学系，北京 100872，中国

内容

| | |
|----------------|---|
| 1 原料和试剂····· | 2 |
| 2 合成方法和表征····· | 3 |
| 2.1 表征····· | 3 |
| 2.2 合成方法····· | 3 |
| 3 附图····· | 4 |

1 原料和试剂

邻二甲苯，苯甲醇， AlCl_3 ，盐酸，乙酸乙酯，碳酸氢钠，碳酸亚乙烯酯购自上海麦克林生化科技有限公司，氮气购自 Sigma-Aldrich 西格玛奥德里奇(上海)贸易有限公司，甲醇购自北京百灵威科技有限公司。除非另有说明，所有市售的化学制品都是未经进一步纯化而使用的。

2 合成方法和表征

2.1 表征

¹H-NMR and ¹³C-NMR

2.2 合成方法

(1) **2,3,7,8-四甲基蒽的合成**: 在 250 mL 洁净、干燥的三口烧瓶中, 于冰浴搅拌下加入 80.0 mL 邻二甲苯和 8.0 mL (0.075 mol) 苯甲醇, 混合均匀后, 再加入 35.0 g (0.26 mol) 的 AlCl₃; 加料完毕, 撤去冰浴, 常温下反应 3 h, 之后油浴中慢慢升温至 115 °C, 并在该温度下反应 4 h, 停止反应后, 撤去油浴, 稍冷, 于冰盐酸中沉降, 充分搅拌, 静置, 待溶液全黄且明显分层后开始抽滤。最后, 经 50 mL 水洗, 100 mL 乙酸乙酯洗, 50 mL 饱和碳酸氢钠洗, 再用 50 mL 水洗, 在真空烘箱中烘干, 得浅黄色固体 8.5 g. 实验测得其产率为 43%, 熔点为 299~300°C。

2,3,7,8-四甲基蒽

¹H NMR δ 2.36 (12H, s), 7.68 (4H, dt, J = 1.8, 0.5 Hz), 8.11 (2H, ddq, J = 1.9, 1.7, 0.5 Hz).

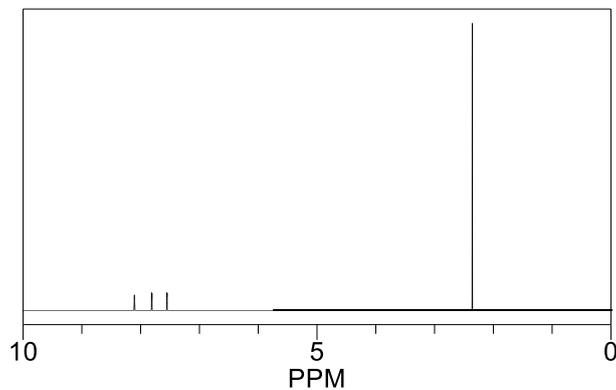
¹³C NMR δ 20.0 (12H, s), 124.5 (4C, s), 126.0 (2H, s), 130.7 (4H, s), 134.3 (4H, s).

(2) **吊扇型催化剂 (3,4) 的合成**: 氮气保护下, 往 100 mL 厚壁瓶中依次加入反应物 1 (2,3,7,8-四甲基蒽) (1.78 g, 10.0 mmol) 和反应物 2 (碳酸亚乙烯酯) (8.60 g, 100.0 mmol), 180 °C 下回流反应 8 小时。反应结束后, 将反应液冷却至室温, 向反应液中加入甲醇搅拌。待反应体系析出大量固体后, 抽滤。用甲醇反复洗涤固体, 真空干燥得到产物, 产率 82%。

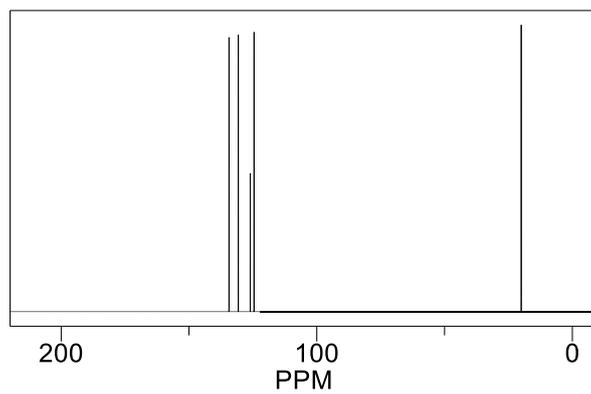
吊扇型催化剂 (3,4)

3 附图

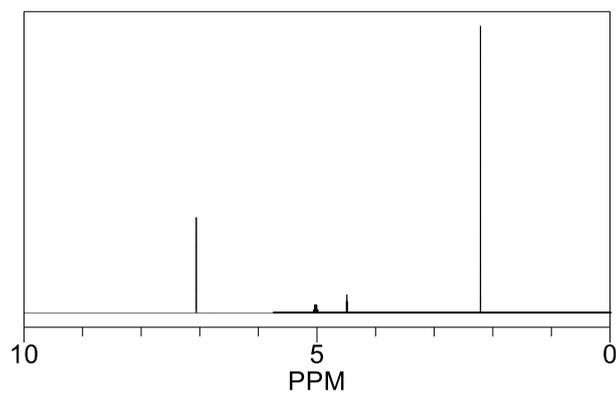
2,3,7,8-四甲基萘
1H NMR



13C NMR



吊扇型催化剂 (3,4)
1H NMR



13C NMR

