

II. Experimenteller Teil

1. Allgemeine Anmerkungen

Für die Dünnschichtchromatographie werden Plastikfolien "Polygram SIL G/UV₂₅₄" der Firma Macherey-Nagel & Co. verwendet. Substanzen, die nur schwache Absorptionen im Bereich von 254 nm zeigen, werden durch Anfärben mit KMnO₄-Lösung^[45] sichtbar gemacht. Für die Flash-Chromatographie^[46] wird Kieselgel 60 (Korngröße 0.030-0.060 mm) der Firma Merck eingesetzt.

Für die HPLC-Trennungen werden eine Säule der Firma Merck (HIBAR LiChrospher 100, RP-18, 5 µm) und Apparate der Firma Merck-Hitachi (Intelligent Pump Modell L 6200 A, UV-Dectector Modell L 4000 A, Integrator Modell D 7500) verwendet.

Zur Bestimmung der Schmelzpunkte wird ein Kofler Heizmikroskop Reichert Thermovar benutzt. Die angegebenen Werte sind nicht korrigiert.

Die IR-Spektren werden mit einem Perkin-Elmer Spektrophotometer 983 als Flüssigkeitsfilm oder als KBr-Preßling aufgenommen.

Zur Aufnahme der UV-Spektren werden ein Perkin-Elmer 554 bzw. ein Perkin-Elmer Lambda 40 Spektrophotometer eingesetzt.

¹H-NMR und ¹³C-NMR Spektren werden mit den Spektrometern WM 300 (Meßfrequenzen 300.1 MHz bzw. 75.5 MHz) und DRX 500 (Meßfrequenzen 500.1 MHz bzw. 125.8 MHz) der Firma Bruker aufgenommen. Die chemischen Verschiebungen der ¹H-NMR Spektren in CDCl₃ und C₆D₆ sind mit Tetramethylsilan (TMS) als internen Standard angegeben. In den ¹H-NMR Spektren in DMSO-d₆ wird das Lösungsmittel (δ = 2.40 ppm) als Standard benutzt. Die chemischen Verschiebungen der ¹³C-Spektren sind auf das Lösungsmittel als sekundären Standard bezogen: CDCl₃: δ = 77.05 ppm bzw. C₆D₆: δ = 128.00 ppm. ¹³C-Signalmultiplizitäten werden durch DEPT-Spektren zugeordnet.

Die Massenspektren werden mit einem Spektrometer Varian MAT 311 aufgenommen.

Die Elementaranalysen werden mit einem Carlo Erba Elemental Analyser, Modell 1106, bestimmt.

Lösungsmittel werden nach den allgemein üblichen Methoden getrocknet^[47] und über aktiviertem Molekularsieb unter trockenem N₂ oder Ar gelagert. DMF (Wassergehalt < 1%) wird von der Firma Baker gekauft und durch Lagern über Molekularsieb 3 Å weiter getrocknet.

3-Buten-1-ol (**2a**), Z-Buten-1,4-diol (**9**), 2-Brombenzaldehyd (**4**) und 2-Bromacetophenon (**22a**) werden von den Firmen Aldrich und Fluka bezogen. Palladiumacetat ist eine Spende der Degussa AG. Die Homoallylalkohole 4-Penten-2-ol (**4a**)^[48], 5-Hexen-3-ol (**4b**)^[49] und 3-Methyl-4-penten-2-ol (**4c**)^[50] sind durch eine Barbier-Reaktion^[51] zugänglich. 2-Methyl-3-buten-1-ol (**2b**)^[52] als auch die Ketone 2-Allylcyclohexanon (**36**)^[41], 4-(2-Bromphenyl)-3-buten-2-on (**6b**)^[8, 18], und 2-Iodacetophenon (**22b**)^[53] werden entsprechend der Literatur hergestellt.