

II Experimenteller Teil

1. Allgemeine Anmerkungen

Zur Bestimmung der Schmelzpunkte wurde das Heitzischmikroskop "Reichert Thermovar" benutzt. Die Schmelzpunkte sind nicht korrigiert.

Die IR-Spektren wurden mit dem "983 IR Spectrometer" der Firma Perkin Elmer durchgeführt. Flüssigkeiten wurden als Film vermessen. Für die Wellenzahlen wird das Symbol $\tilde{\nu}$ verwendet. Für die Protokollierung der Bandenintensitäten gelten folgende Abkürzungen: vs (very strong), s (strong), m (medium), w (weak).

UV-Spektren wurden mit dem "554 Spectrometer" bzw. dem "Lambda 40" der Firma Perkin Elmer gemessen. Fluoreszenz-Spektren wurden mit dem "LS50B" der Firma Perkin Elmer gemessen. Zur genaueren Beschreibung der Absorptionen bei verschiedenen Wellenlängen (λ) werden "Schultern" im Spektrum mit "sh" gekennzeichnet.

Die Aufnahmen der NMR-Spektren erfolgte in der Zentralen Analytik der Gerhard-Mercator-Universität-Gesamthochschule-Duisburg mit den Spektrometern "Bruker WM 300" und "Bruker DRX 500". Alle in CDCl_3 aufgenommenen ^1H -NMR-Spektren wurden mit Tetramethylsilan (TMS) als internem Standard aufgenommen (δ (TMS) = 0.00 ppm). Für Messungen in $[\text{D}_6]\text{DMSO}$ wird das Lösemittel als interner Standard benutzt (δ ($[\text{D}_6]\text{DMSO}$) = 2.50 ppm). Soweit nicht anders gekennzeichnet wurden alle Spektren bei Raumtemperatur aufgenommen. Die Signalmultiplizitäten werden durch s (Singulett), d (Dublett), t (Triplett), q (Quartett), quint (Quintett) und m (Multiplett) symbolisiert. Spektren höherer Ordnung werden mit folgenden Symbolen näher charakterisiert: "d" (Dublett, dessen Feinaufspaltung nicht mehr erkennbar ist), "dd" (Dublett vom Dublett mit nicht erkennbarer Feinaufspaltung), "t" (Triplett ohne erkennbare Feinaufspaltung), "dt" (Dublett vom Triplett ohne erkennbare Feinaufspaltung), usw. "br" kennzeichnet sehr breite Signale ohne erkennbare Fein- und Grobstruktur.

Die ^1H -Breitband-entkoppelten ^{13}C -NMR-Spektren wurden in CDCl_3 als Lösungsmittel und internem Standard aufgenommen (δ (CDCl_3) = 77.05 ppm). Für Messungen in $[\text{D}_6]\text{DMSO}$ wird das Lösemittel als interner Standard benutzt (δ ($[\text{D}_6]\text{DMSO}$) = 39.51 ppm).

Die Kreuzpeaksignale der ^1H - ^1H -COSY-, ^{13}C - ^1H -COSY-, der NOESY- sowie der ^1H - ^{13}C -COLOC-Experimente sind tabellarisch im Anhang wiedergegeben.

Die Massenspektren wurden in der Zentralen Analytik der Gerhard-Mercator-Universität-Gesamthochschule-Duisburg mit dem Spektrometer "MAT 311A" mit der Elektronenstoß-Ionisationsmethode (EI, 70 eV) aufgenommen. GC-MS-Kopplungen, sowie Liquid-SIMS-Messungen und FD-Messungen wurden mit dem "AMD 604" aufgenommen. Als Säule wurde die "30 m x 0.32 mm x 0.25 μm HP5" der Firma Hewlett Packard verwendet.

Die Elementaranalysen wurden ebenfalls in der Zentralen Analytik der Gerhard-Mercator-Universität-Gesamthochschule-Duisburg mit einem Carlo Erba Elemental Analyser, Modell 1106, durchgeführt.

Die Drehwerte wurden mit dem "241 Polarimeter" der Firma Perkin Elmer gemessen.

Für die Dünnschichtchromatographie wurden DC-Plastikfolien "Polygram SIL G/UV₂₅₄" (Art.-Nr. 805021) der Firma Macherey-Nagel & Co. (Düren) verwendet. Für die Flash Chromatographie (FC)^[118] wurde Kieselgel 60 (Korngröße 0.040-0.063 mm) der Firma Merck, neutrales oder basisches Aluminiumoxid (Korngröße 0.050-0.200 mm, Aktivitätsstufe 1) der Firma Woelm bzw. Riedel de Haën benutzt.

Für die HPLC wurde eine "Lichrograph® L-6200A" Gradienten Pumpe und ein "D-2500 Chromato-Integrator" der Firma Merck, sowie eine "Li Chrospher 100 RP 18"-Säule verwendet. Für chirale Trennungen im analytischen Maßstab wurden die Säulen Serva CHIRAL DNDPG-C=Si 100 Polyol (Diol *trans*-**24b**) und DAICEL Chiralpak OT(+) (Biisochinoline **9c** und **10**).

Die präparative Trennung von **9c** wurde mit Hilfe einer Anlage der Firma Shimadzu (Pumpe: LC10A; Detektor: SPD-10A; Ofen: CTO10A) mit einer Säule von DAICEL (Chiralcel OD-H) am Max-Planck-Institut für Kohlenforschung, Mülheim/Ruhr, durchgeführt.

Basis zur Benennung der Phane und Cyclophane dieser Arbeit ist der entsprechende Nomenklaturentwurf der IUPAC: Phane Nomenclature, International Union of Pure and

Applied Chemistry, Organic Chemistry Division, Commission on Nomenclature of Organic Chemistry, Herausgeber E. W. Godley, New Malden, Surrey **1993**.

Für die Mitwirkung bei dieser Arbeit danke ich allen Damen und Herren, die Spektren aufgenommen und Analysen durchgeführt haben: Frau R. Brülls für die Elementaranalysen, Herrn M. Zähres, Herrn D. Teilmans, Herrn Dipl.-Chem M. Hagel für die Aufnahme der NMR-Spektren, sowie Herrn W. van Hoof für die MS-Spektren. Herrn R. Knierim danke ich für die Aufnahme der CD-Spektren und für die analytische HPLC-Trennung des Biisochinolinderivate **9c** und **10**, Herrn A. Deege und Frau H. Hinrichs für die präparative HPLC-Trennung des Biisochinolins **9c**. Für die Röntgenstrukturanalysen danke Herrn Prof. Dr. G. Henkel, Herrn Dr. M. Köckerling sowie Herrn Dipl. Chem. J. Schneider.

Lösungsmittel werden nach den allgemein üblichen Methoden getrocknet^[119] 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.

Folgende Chemikalien wurden wie in der Literatur beschrieben synthetisiert: 2-Ethinylfuran (**72d**)^[77a], 2-Brom-5-hydroxybenzaldehyd (**71**)^[120], 1,4(1,3)-Dibenzena-5,12-dioxacyclododecaphan-2-en (**145b**) und 1,4(1,3)-Dibenzena-5,12-dioxacyclododecaphan-2,3-dion (**33**)^[27], *N*-Propenylisochinolin-1(2H)-on (**66**)^[65], Dimethyldioxiran^[67].