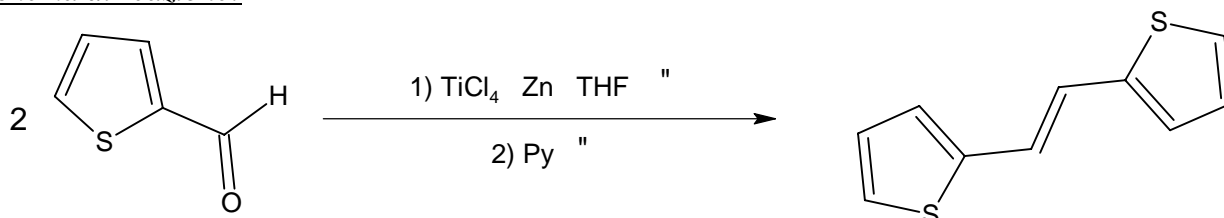


Sigla di reazione: SSV-10

Reazione di coupling di McMurry

Schema di reazione:



Reagente	PM [g/mol]	mmol	mg	eq	d [g/ml]	ml	R	S
TiCl_4	189,7	3,19	605,5	1,5	1,73	0,35	R14-34-36/37	S26-45-7/8
Zinco	65,4	5,82	380,7	2,7			R15-17	S43.11-7/8
THF anidro	72,11					15	R11-19-36/37	S16-29-33
Piridina	79,1	2,48	196	1,2	0,98	0,2	R11-20/21/22	S26-28
2-tiofencarbaldeide	112,2	2,14	240	1	1,2	0,2	R22-36/37/38	S36/37/38
HCl conc.	36,5					5	R34-37	S26-36-45

Descrizione della reazione:

- Riduzione del Ti(IV) a Ti(0)

A 0°C, mediante bagno in acqua e ghiaccio, si pongono in un pallone a tre colli anidrificato munito di ricadere a bolle, setto poroso e valvola a CaCl_2 , sotto agitazione magnetica e in atmosfera di azoto, 15 ml di THF anidro a cui si aggiungono 0,35 ml di TiCl_4 e 380,7 mg di zinco in polvere ottenendo una sospensione colorata che passa dal verde chiaro al verde scuro con riflessi smeraldo.

Si sostituisce il bagno freddo con uno caldo e si porta la sospensione a riflusso per 2 ore: la sospensione diventa via via più scura. A questo punto si raffredda il tutto.

- Reazione di coupling

Alla soluzione fredda si aggiungono 0,2 ml di piridina e 0,2 ml di 2-tiofencarbaldeide e si riporta il tutto a riflusso per altre 3 ore.

Si fa una TLC per verifica di avvenuta reazione

Eluente : ETP/MTBE 6:4

R_f aldeide: 0,5

R_f prodotto: 0,92

Si raffredda il tutto e si versa tutto in un pallone ad un collo recuperando il residuo della sospensione con del cloruro di metilene: si tira a secco con rotavapor ottenendo un olio nero denso.

All'olio si aggiungono 20 ml di acqua e ghiaccio e 5 ml di HCl conc., arrivando ad pH 1.

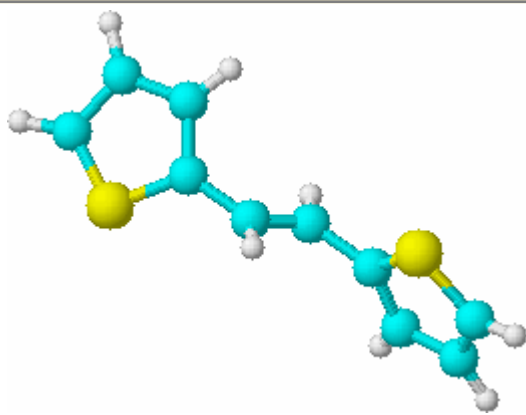
Si filtra la sospensione su hirsh e si lava il solido giallino con acqua fino a pH neutro.

Si asciuga il prodotto in stufa e si registrano un spettro IR in nujol ed uno ^1H NMR in CDCl_3 .

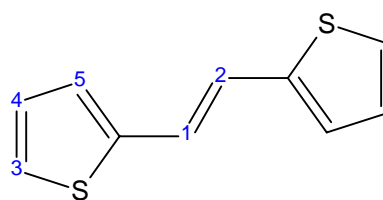
Risultati:

Sono stati ottenuti 0,3091 g di alchene pari a $\frac{309,1 \text{ mg}}{192 \text{ mg/mmol}} = 1,61 \text{ mmol}$.

La resa si calcola rispetto alla 2-tiofencarbaldeide ed è $\frac{1,61 \text{ mmol}}{2,14 \text{ mmol}} \cdot 100 = 75,2\%$.



1,2-ditienilene



Interpretazione spettri:

- Spettro IR

943	Bending C=C-H alchene trans
697	Monosostituzione anello tiofenico

- Spettro $^1\text{HNMR}$

6,97	CH (1, 2)
7,05	CH (3)
7,11	CH (4)
7,22	CH (5)