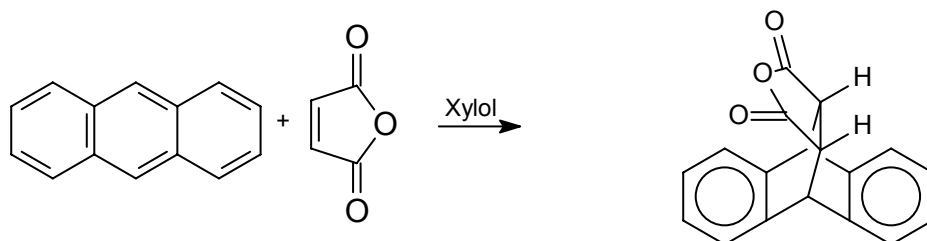


Präparat 2: Darstellung von *cis*-9,10-Dihydro-9,10-ethanoanthracen-11,12-dicarbonsäureanhydrid



Anthracen

Maleinsäureanhydrid

cis-9,10-Dihydro-9,10-ethano-
anthracen-11,12-dicarbonsäureanhydrid

(C₁₄H₁₀)

M = 178,23 g/mol

K_P = 340 °C

F_P = 218 °C

(C₂H₂O₃)

M = 74,036 g/mol

K_P = 197 – 199 °C

F_P = 53 °C

(C₁₆H₁₂O₃)

M = 252,27 g/mol

F_P = 262 °C

K_P (Xylol) = 137 – 140 °C

F_P (Xylol) = 26 – 27 °C

1. Ansatz

Es sollen 10 g Produkt hergestellt werden.

Literaturausbeute [1]: 90%

$$\begin{array}{lcl} 10\text{g} & = & 90\% \\ x & = & 100\% \end{array} \rightarrow x = 11,11\text{g}$$

$$11,11\text{g Produkt entsprechen } n = \frac{m}{M} = \frac{11,11}{252,27} \text{ mol} = 0,044 \text{ mol}$$

	Anthracen	Maleinsäureanhydrid	Xylol	Produkt
Literatur	0,1 mol	0,1 mol	---	0,1 mol
Ansatz	0,044 mol	0,044 mol	---	0,044 mol
Eingesetzte Masse [g]	7,84 g	3,26 g	---	
ρ [g/ml]	1,25 g/ml	1,48 g/ml	Ca. 0,86 g/ml	
Eingesetztes Volumen [ml]	6,3 ml	2,2 ml	Ca. 250 ml	

2. Durchführung:

6,3 ml des Diens Anthracen wurden in ca. 180 ml Xylol zur Suspension gebracht und mit 2,2 ml des Dienophils Maleinsäureanhydrid, gelöst in ca. 75 ml Xylol, zur Reaktion gebracht.

Mit dem Zutropfen des farblos klaren Dienophils zum farblos klaren Dien wurde die Lösung im Reaktionskolben klar gelb. Es folgte eine 10 minütige Siedephase am Rückflusskühler bei 140 °C. Im nächsten Schritt wurde das Lösemittel Xylol des abgekühlten Reaktionsgemisches mithilfe des Rotationsverdampfers im Vakuum abgedampft und der dabei ausfallende Rückstand anschließend aus Xylol umkristallisiert.

Nach zweimaliger Umkristallisation aus Xylol war das Produkt kristallin- blättchenartig und farblos weiß schimmernd.

3. Ausbeute:

7,1 g 9,10-Dihydroxy-9,10-ethanoanthracen-11,12-dicarbonsäureanhydrid (64 %);
Literaturausbeute [1]: 90 %

4. Charakterisierung:

a) Schmelztemperatur

Literaturwert [1]: 262 °C
Gemessener Wert: 262 °C

b) IR- Spektrum

Feststoff-IR in KBr

Wellenzahl [cm^{-1}]	Schwingungstyp	Verbindungen
3080, 3030	=C-H-Valenz	Aromaten
1850, 1770	-C=O-Valenz	Carbonsäureanhydride
1470	Ringschwingung	Aromaten
1210	-C-O-C-Valenz	Ester, Anhydride
740	=C-H-Deformation	1,2 disubstituierte Benzole

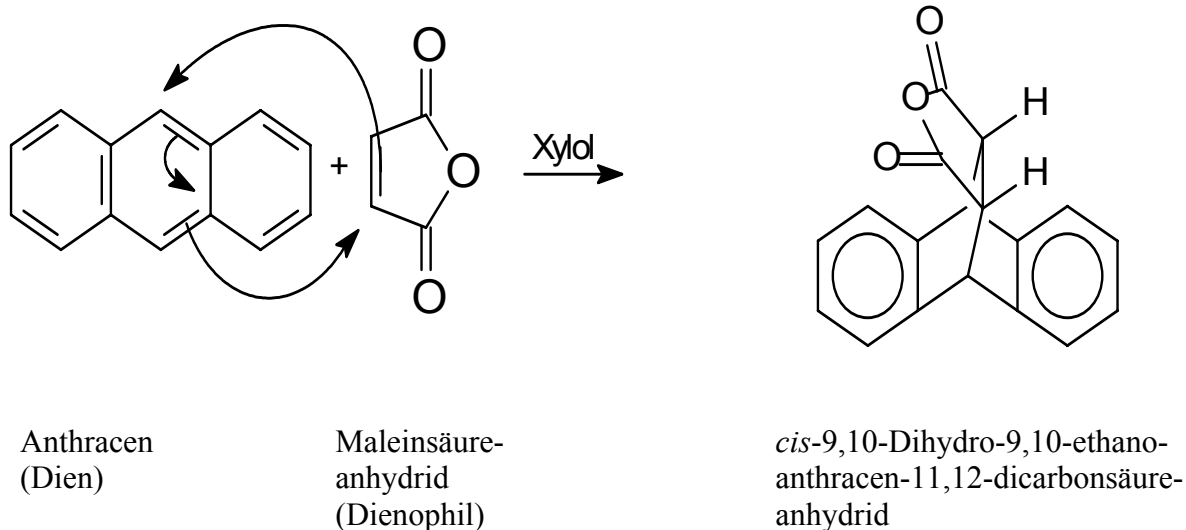
5. Mechanismus:

Bei der Reaktion von Anthracen mit Maleinsäureanhydrid handelt es sich um eine Diels- Alder- Reaktion. Sie ist ein Spezialfall der allgemeinen Klasse der Cycloadditionsreaktionen.

In der Diels-Alder-Reaktion reagiert eine Einheit aus vier Atomen und vier konjugierten π - Elektronen mit einer Doppelbindung mit zwei π - Elektronen. Man bezeichnet die Reaktion deshalb auch als [4+2]- Cycloaddition.

Die Diels-Alder-Reaktion läuft in einem Schritt ab. Beide neuen Kohlenstoff- σ -Bindungen und die neue π -Bindung werden simultan mit dem Brechen der drei π -Bindungen in den Edukten gebildet.

Reaktionen, in denen Bindungsbruch und Bindungsbildung gleichzeitig erfolgen, werden als *konzertierte Reaktionen* bezeichnet.



6. Literatur:

- [1] Becker, H./ Domschke, G./ Fanghärnel, E.: Organikum. Organisch-chemisches Grundpraktikum 16., bearb. Aufl. Berlin: VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften 1986, S. 279-282.
- [2] Falbe, J./ Regitz, M.: CD Römpp Chemie Lexikon auf CD-Rom, Version 1.0.. 9. korrigierte und verbesserte Aufl.. Stuttgart; New York: Georg Thieme Verlag, 1995
- [3] Vollhardt, K. P. C./ Schore, N. E.: Organische Chemie. 2. Aufl.. Weinheim; New York; Basel; Cambridge; Tokyo: VCH; 1995, S.571-574.
- [4]] Sadtler Research Laboratories Inc. 1967, 15221 K

7. Anhang

- 1) IR-Spektrum der Synthesesubstanz
- 2) Vergleichs-IR-Spektrum

Anthracen – GIFTIG!

farblose od. schwach gelbliche, sublimierende krist. Blättchen., Schmp. 218°, Sdp. 340°, in Wasser nicht, in Alkohol, Ether, Chloroform u. kaltem Benzol wenig, in siedendem Benzol ziemlich leicht löslich; nicht carcinogen; leicht oxidierbar u. in Anthrachinon übergeführt.

In Dien-Synthesen reagiert A. in 9, 10-Stellung mit Dienophilen wie Maleinsäureanhydrid;

Maleinsäureanhydrid – reizend, ätzend, Lungenvergiftung möglich

Farblose, orthorhomb. Nadeln, Schmp. 53°, Sdp. 197–199°, in Wasser (unter Bldg. von Maleinsäure) u. in den meisten org. Lsgm. lösl., in Alkoholen unter Bldg. von Estern. Der Staub bzw. der feste Stoff u. die Dämpfe reizen die Augen, die Atmungsorgane u. die Haut. Bei anhaltender Einwirkung kommt es zu Verätzungen, Feuchtigkeit verstärkt die Wirkung. Bei schweren Vergiftungen Lungenödem möglich

Xylen – aromat. Riechend, brennfähig, reizend

(Dimethylbenzole). MG. 106,16. Techn. X. liegt als Gemisch aus den 3 Isomeren vor (o-X. 10–25%, m-X. ca. 60%, p-X. 10–25%) Es ist eine farblose, stark lichtbrechende, charakterist. aromat. riechende, brennfähige Flüssigkeit, die mit stark rußender Flamme verbrennt, D. ca. 0,86, Sdp. 137–140°, FP. 26–27°; Zündgrenzen für explosionsfähige X.-Luftgemische ca. 1–7 Vol.-%. Die X. sind in Wasser unlösl., leichtlösl. in Alkohol, Ether, Benzol, Benzin usw.

Die Flüssigkeit wirkt haut- u. schleimhautreizend, die Dämpfe reizen Augen u. Nase u. erzeugen Benommenheit

Cis-9,10-dihydroxy-9,10-ethanoanthracen-11,12-dicarbonsäureanhydrid