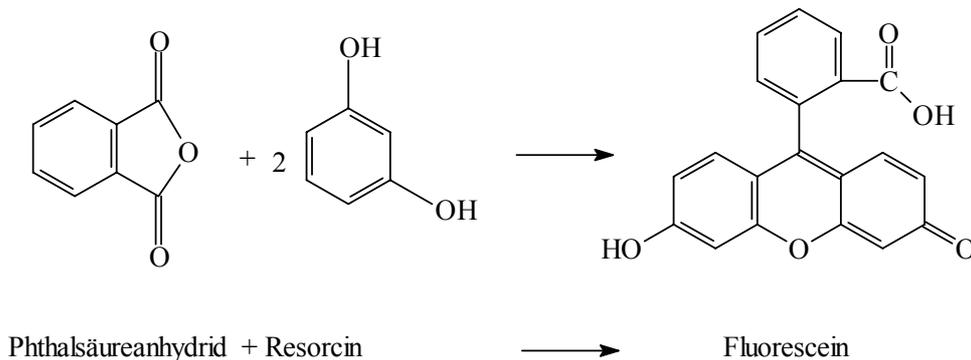


Darstellung von Fluorescein
(2 - (6 - Hydroxy - 3 - oxo - 3H - xenthen - 9 - yl) - benzoessäure)
Präparat 5

1. **Reaktionstyp:** Farbstoffsynthese: Friedel – Crafts – Acylierung und H₂O – Eliminierung

2. **Reaktionsgleichung:**



Verbindung	Summ.formel	M[g/mol]	Gef,Symb
Phthalsäureanhydrid	C ₈ H ₄ O ₃	148,11	Xi
Resorcin	C ₆ H ₆ O ₂	110,11	Xn
Fluorescein	C ₂₀ H ₁₂ O ₅	332,32	

Die Edukte reagieren im Molverhältnis M(PSA) : M(Resorcin) = 1:2.

3. **Durchführung:**

3.1 *Berechnung des Ansatzes:*

In der Literaturⁱ ist der Ansatz für 0,1 mol Fluorescein angegeben, also 33,23g. Die Ausbeute ist fast quantitativ. Um 10g Produkt herzustellen, entspricht 0,03 mol, müssen also 0,03mol PSA (=4,44g) und 0,06 mol (=6,61g) Resorcin eingesetzt werden.

3.2 *Durchführung:*

4,44 g (0,03 mol) Phthalsäureanhydrid wurden mit 6,61 g (0,06 mol) Resorcin gründlich in einer Reibschale verrieben und in einem Ölbad auf 180 °C erwärmt. Unterdessen entwässerte man 2,05 g (0,015 mol) Zinkchlorid durch Schmelzen. Dieses wurde im Laufe von 10 min unter Umrühren mit einem Glasstab in die geschmolzene Masse eingetragen. Dann steigerte man die Temperatur auf 210 °C und erhitzte solange, bis die Masse fest geworden ist, was ca. 2 Stunden dauert. Nach dem Erkalten wurde die spröde Schmelze mit Hilfe eines Spatels aus dem Gefäß gekratzt, fein pulverisiert und in einer Por-

zellenschale mit 60 ml Wasser unter Zusatz von 3 ml konz. Salzsäure 10 Minuten lang gekocht.

Anschließend filtrierte man das Fluorescein von der wässrigen Flüssigkeit ab und wusch so lange mit Wasser, bis das Filtrat nicht mehr sauer reagiert. Das Produkt im Trockenschrank wurde im Exsikator getrocknet.

4. Versuchsauswertung:

Ausbeute: 10 g = 100%
8,2 g = 82%

Literatur¹: fast quantitativ (100%)

5. Physikalische Daten des Produkts:

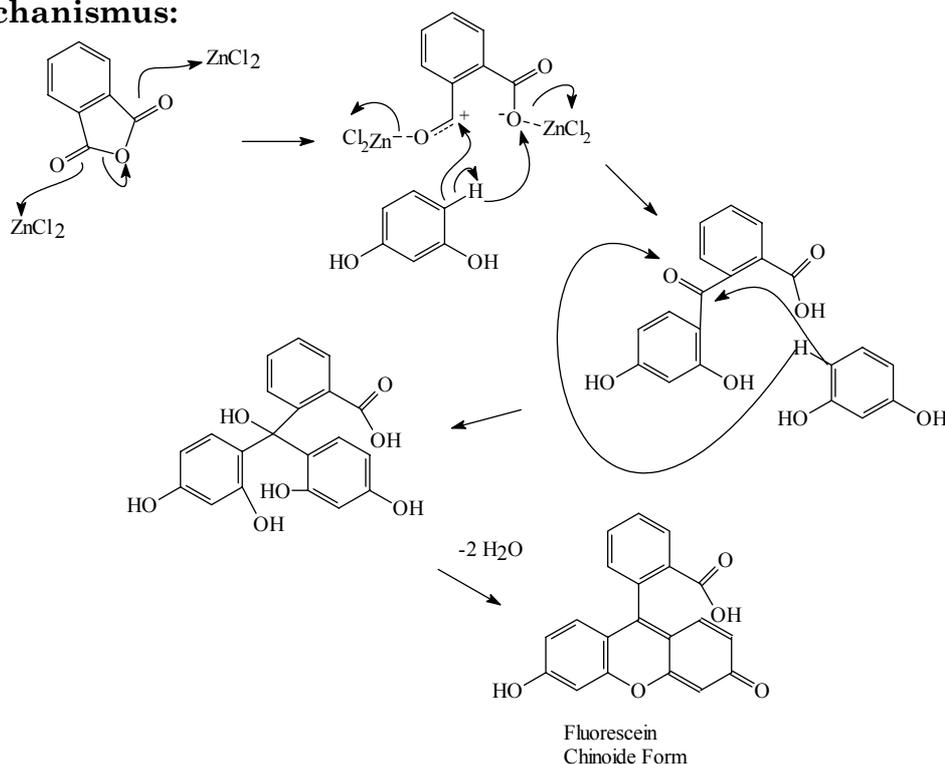
Fluorescein:

	Schmelzpunkt
Literatur ⁱⁱ	311 – 316 °C
exp.	310 – 318 °C

6. IR – Spektrenauswertung:

Wichtige Bande in [cm ⁻¹]		
Literatur ⁱⁱⁱ	exp.	
1590	1590	Ringschwingung
1380	1380	- O – H – Deformation
1110	1110	- C – O – Valenz
1260	1250	- C – O – Valenz
850	840	= C – H – Deformation

7. Mechanismus:



Zunächst wird im Verlauf einer Friedel – Crafts – Acylierung das Säureanhydrid aufgespalten. Das in ortho – und para – Stellung hoch aktive Resocin greift an nucleophil an dem positiven C – Atom an. Es spaltet sich an dieser Stelle vom Resorcin das Proton ab und lagert sich an dem negativ geladenen O – Atom an. Der Katalysator $ZnCl_2$ wird hierbei wieder freigesetzt. Nun greift das zweite resocin – Molekül nucleophil an dem C – Atom der Keto – Gruppe an, welches eine positive Teilladung aufweist. Die Doppelbindung zum Sauerstoff klappt zum Sauerstoff, an den sich das soeben abgespaltene Proton anlagert. Durch zweifache Eliminierung von Wasser bildet sich das Fluorescein in der chinoiden Form.

8. Abfallentsorgung:

<i>Abfall</i>	<i>Entsorgung</i>
salzsaures Wasser mit $ZnCl_2$ (aq), Reste von Edukten	H_3O^+ Schwermetalle

ⁱ Gattermann – Wieland, Die Praxis des organischen Chemikers, W.de Gruyter, Berlin – New York, 43. Auflage, 1982

ⁱⁱ Römpp Chemie Lexikon, Stuttgart/New York, G. Thieme Verlag, 1995

ⁱⁱⁱ Sadtler Reseach Laboratories, Inc., Subsidiary of Block Engeneering, Inc., Gratings, 1973, Tafel 28041K