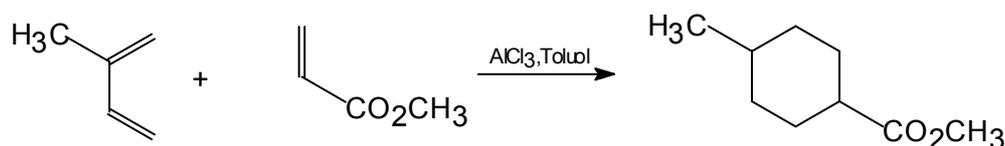


2. Synthese: 4-Methylcyclohex-3-en-1-carbonsäuremethylester

1. Reaktionsgleichung und Berechnung:¹



Isopren
carbonsäuremethylester

Acrylsäuremethylester

4-Methylcyclohex-3-en-1-

1. Berechnung:

darzustell. Produktmenge: 10 g $\frac{10\text{g}}{0,77} = 13\text{ g}$ entsprechen 0,084

mol

Literatur-Ausbeute: 77 %

Isopren	Acrylsäuremethylester	Produkt
68,1 g/mol	86,1 g/mol	154,2 g/mol
5,7 g (0,084 mol) = 8,4 ml	7,3 g (0,084 mol) = 7,6 ml	13 g

2. Durchführung der Reaktion:¹

In einen 250 ml Dreihalskolben mit Rückflußkühler, Tropftrichter und Innenthermometer wurden 70 ml wasserfreies Toluol und 1.2 g AlCl_3 (0,009 mol) gegeben. Unter Rühren wurde innerhalb von 15 Minuten eine Lösung aus 7,3 g frisch destilliertem Acrylsäuremethylester ($K_p = 78-81^\circ\text{C}$) und 10 ml wasserfreiem Toluol zugegeben, wobei die Temperatur auf 25°C anstieg und sich das AlCl_3 auflöste. Dann wurde innerhalb von 60 Minuten eine Lösung von 5,7 g Isopren und 14 ml Toluol dazu getropft, wobei die Temperatur durch gelegentliches Kühlen bei $15-20^\circ\text{C}$ gehalten wurde.

Dann wurde noch 3 Stunden bei Raumtemperatur nachgerührt. Am Ende wurde es über 140 ml einer mit Natriumchlorid gesättigten ca. 2 molaren Salzsäure-Lösung gegeben, die Toluolphase wurde abgetrennt, mit 70 ml Wasser gewaschen und über Na_2SO_4 getrocknet. Das Lösungsmittel wurde am Rotationsverdampfer abrotiert, und der Rückstand im Wasserstrahlvakuum fraktioniert. Der Ester ging im Wasserstrahlvakuum als farbloses Öl bei 90°C über.

3. Auswertung:

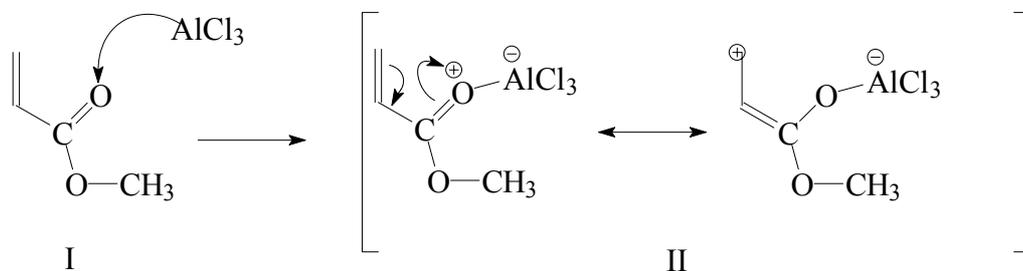
1. *Ausbeute:* 4,75 g (47,5 %) Literatur¹-Ausbeute: 77 %
 2. *Siedepunkt:* 90 °C/Wasserstrahlvakuum Literatur¹-Kp.: 80-82 °C/17 Torr
 3. *Brechungsindex:* $n_D^{20} = 1,4636$ Literatur¹: $n_D^{20} = 1,4630$
 4. *IR:* Flüssigkeit

Wellenzahl cm^{-1}	Schwingungstyp	Verbindungsart
2900	CH ₃ -Valenz	Kohlenwasserstoffreste
1750	C=O-Valenz	Carbonsäurealkylester
1450, 1150	C-O-C-Valenz	Ester
1010, 770	=C-H-Deformation	monosubstituierte Benzene

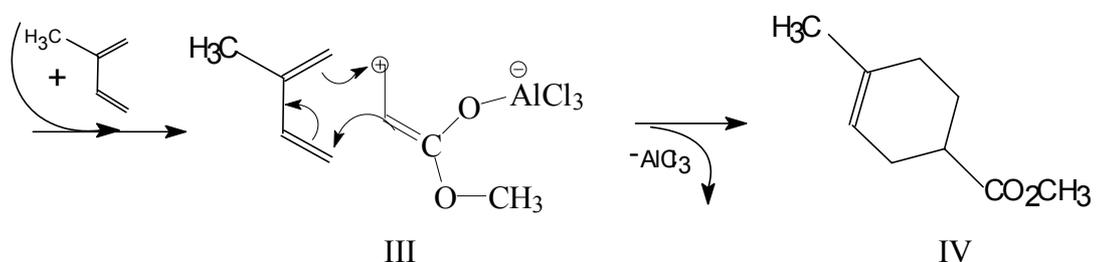
4. Reaktionsmechanismus der Diels-Alder-Reaktion² [4+2]-Cycloaddition:

Die Diels-Alder-Reaktion ist ein wichtiges Beispiel für eine Cycloaddition von Dienen an Alkene (=Dienophile).

In diesem Beispiel wird das Dienophil Acrylsäuremethylester zunächst katalytisch von der Lewisäure AlCl₃ am Carbonylsauerstoff koordiniert, wobei sich die Elektrophilie und die Reaktivität des Dienophils erhöhen.



Das zugegebene Isopren (Dien) lagert sich vermutlich in einer konzertierten Reaktion an das Dienophil an. Es entsteht ein cyclischer Übergangszustand (III), aus dem der 4-Methylcyclohex-3-en-1-carbonsäure-methylester entsteht



Literatur:

1. Tietze/Eicher: Reaktionen und Synthesen im org.-chem. Praktikum, S.437. Georg Thieme Verlag, Stuttgart-New York (1981)
2. Vollhardt: Organische Chemie, S.595 ff. VCH Weinheim (1990), 2. Auflage