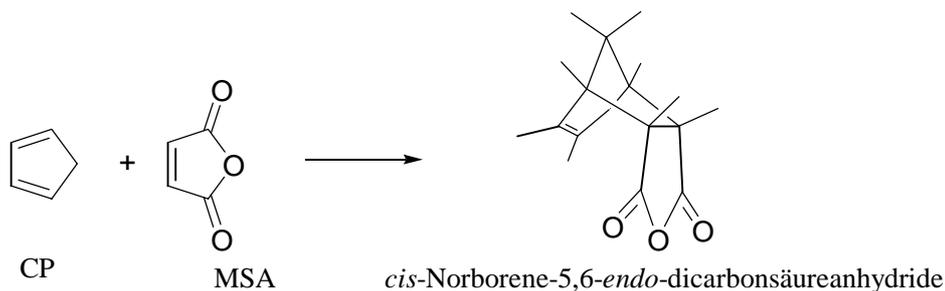


Cycloaddition nach Diels-Alder:

cis-Norbornen-5,6-endo-dicarbonsäureanhydrid

Microscale



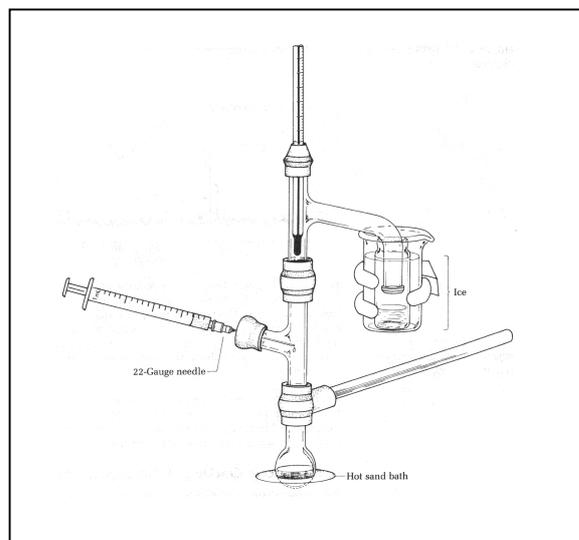
Spritze
Dest. ND,
Umkristall.

Chemikalien:

Paraffinöl: 2.0 ml
Dicyclopentadien: 0.60 ml
Maleinsäureanhydrid: 0.20 g
Essigsäureethylester: 1.0 ml
Hexan: 1.0 ml
Cyclopentadien: 0.20 ml

Monomerisieren von Cyclopentadien:

Der 5ml-Kolben der nebenstehenden Apparatur wird mit 2 ml Paraffinöl befüllt, das T-Stück seitlich mit einem Gummiseptum verschlossen und das leer gewogene Vorlagegläschen während der Destillation in Eis gekühlt. Das Paraffinöl wird im Sandbad auf etwa 250 °C erhitzt und bei dieser Temperatur mit einer Spritze insgesamt 0.60 ml Dicyclopentadien durch den seitlichen Ansatz tropfenweise während etwa 10 Minuten zugegeben; dabei muß die Siedetemperatur zwischen 40 und 45 °C gehalten werden (CP siedet bei 41 °C). Nach der vollständigen Zugabe wird die Spritze entfernt und im Abzug mit etwas Aceton ausgespült. Das Vorlagegläschen wird verschlossen und wieder gewogen, um die Menge an Cyclopentadien zu bestimmen. Falls dieses trüb sein sollte, wird eine geringe Menge Calciumchlorid zugegeben. Das Cyclopentadien muß eisgekühlt aufbewahrt und noch am gleichen Tag weiterverwendet werden!



Durchführung der Reaktion:

Im 10x100mm-Reaktionsrohr werden 0.20 g gepulvertes Maleinsäureanhydrid in einer Mischung aus 1 ml Essigsäureethylester und 1 ml Hexan gelöst. Nach Zugabe von 0.2 ml (0.16g) trockenem, frisch destiliertem Cyclopentadien werden die Edukte gemischt, wobei die Reaktion unter Erwärmung abläuft. Nach dem Ende der Reaktion läßt man erkalten, wobei das Produkt auskristallisieren sollte. Ist dies nicht der Fall, so reibt man mit einem Glasstab an der Rohrwand in Höhe des Flüssigkeitsspiegels.

Isolierung und Reinigung

Wenn die Kristallisation sehr schnell erfolgt, erhält man sehr kleine Kristalle. Man entnimmt einen Impfkristall und erwärmt die Mischung, bis sich das Produkt wieder gelöst hat. Dann fügt man den Impfkristall wieder hinzu und läßt langsam bis auf Raumtemperatur abkühlen. Man erhält große Kristallplättchen. Anschließend entfernt man das Lösungsmittel mit einer Pipette und wäscht die Kristalle mit einer kleinen Menge reinem Hexan. Nach dem Entfernen des Lösungsmittels läßt man die Kristalle auf einem Filterpapier an der Luft trocknen. Nach dem Trocknen der Kristalle wird der Schmelzpunkt bestimmt.