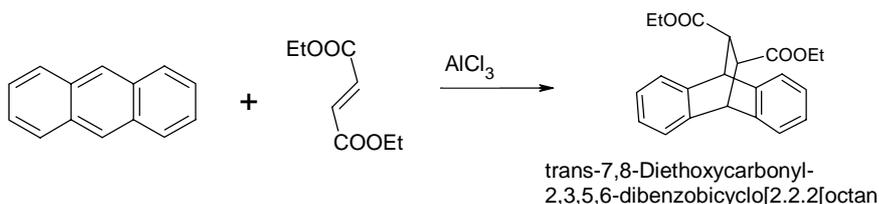


Cycloaddition nach Diels-Alder:

Fumarsäureester mit Anthracen

Macroscale



Rk. unter
Kühlung
Umkristall.

Chemikalien:

Anthracen 20 mmol
AlCl₃ wasserfrei 20 mmol

Fumarsäurediethylester 20 mmol
Dichlormethan 250 ml

Durchführung der Reaktion:

In einem trockenen 250 ml Rundkolben werden in 60 ml Methylenchlorid (vorher über Calciumchlorid getrocknet und dekantiert) unter Rühren mit dem Magnetrührer 20 mmol Anthracen und 20 mmol Fumarsäurediethylester gelöst. Man stellt jetzt das Reaktionsgefäß in ein Eisbad und rührt weiter. In einem tarierten, trockenen und gut verschlossenen Reagenzglas werden jetzt möglichst schnell (Vorratsflasche und Reagenzglas sofort nach Entnahme bzw. Einfüllen wieder schließen) 20 mmol wasserfreies Aluminiumchlorid (muss hellgelb aussehen, nicht weißlich) eingewogen und auf einmal zur Methylenchlorid-Lösung hinzugegeben. Nach der Zugabe rührt man 2 Stunden bei Raumtemperatur weiter.

Isolierung und Reinigung

Man versetzt mit weiteren 140 ml Dichlormethan und gießt auf etwa 200 g Eis in einem Becherglas. In einem Scheidetrichter wird die wäßrige Phase abgetrennt, nochmals mit 50 ml Dichlormethan extrahiert und die vereinigten organischen Phasen zweimal mit je 100 ml Wasser gründlich gewaschen. Nach dem Trocknen über Natriumsulfat wird das Lösungsmittel in einer Destillationsapparatur mit aufgesetztem Tropftrichter aus einem 50 ml Spitzkolben abdestilliert, zum Schluß unter Anlegen eines schwachen Vakuums. Falls vorzeitig Feststoff ausfällt (nicht umgesetztes Anthracen), so wird er abfiltriert und verworfen. Der Rückstand kristallisiert in der Kälte beim Anreiben mit wenig Methanol. Man saugt in der Kälte ab, bestimmt Ausbeute und Schmelzpunkt des Rohproduktes und kristallisiert aus Hexan um.

Literaturausbeute: ca. 70 % der Theorie

Lit.-Smp: 100-104 °C