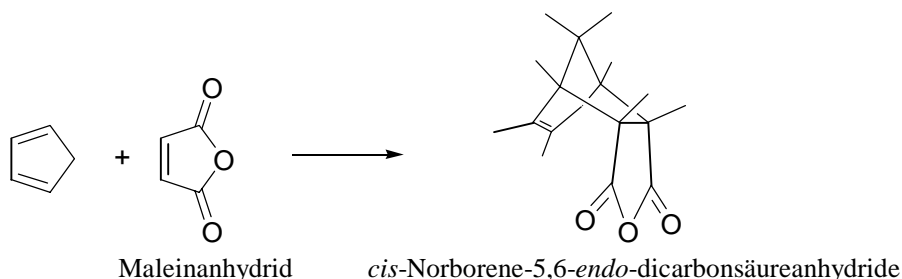


Cycloaddition nach Diels-Alder:

## cis-Norbornen-5,6-endo-dicarbonsäureanhydrid

Macroscale



Dest. ND,  
Vigreuxkol.

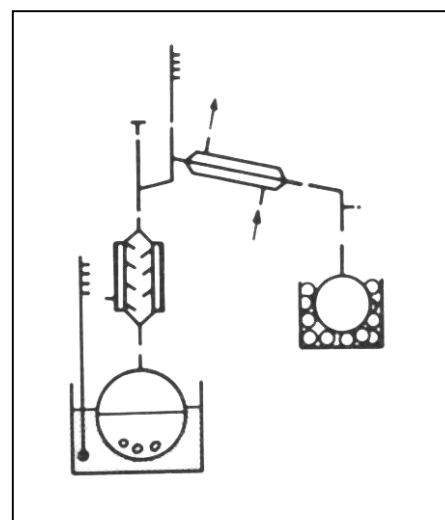
Umkristall.

### Chemikalien:

Dicyclopentadien: 12 ml  
Maleinsäureanhydrid: 0.20 g  
Essigsäureethylester: 1.0 ml  
Hexan: 1.0 ml  
Cyclopentadien: 0.20 ml

### Monomerisieren von Cyclopentadien:

In der nebenstehenden Apparatur, deren Vorstoß zusätzlich mit einem Trockenrohr verbunden ist, werden in einen 100 ml Spitzkolben 12 ml Dicyclopentadien gegeben und der Vorlagekolben mit Eis gekühlt. Das Dicyclopentadien wird so stark erhitzt, dass es kräftig siedet (ca. 170 °C). Nach wenigen Minuten beginnt das monomere Cyclopentadien bei ca. 41-42 °C zu destillieren; diese Temperatur soll allerdings nicht überschritten werden. Nach ca. 30 Minuten sollte genug Cyclopentadien für die nachfolgende Diels-Alder-Reaktion überdestilliert sein.



Die Destillation wird dann abgebrochen, der Kolben mit Cyclopentadien dicht verschlossen und eisgekühlt aufbewahrt; das Produkt muß noch am gleichen Tag weiterverwendet werden!  
Die Destillationsapparatur muß im Abzug ausgespült werden!

### Durchführung der Reaktion:

In einem 500ml Dreihalskolben mit Rückflußkühler und Tropftrichter werden 6.0 g Maleinsäureanhydrid in der Wärme in einer Mischung aus 16 ml Essigsäureethylester und 16 ml Ligroin gelöst. Zum Rühren kann ein Magnetrührer mit Magnetrührstab verwendet werden. Dann wird die Lösung in einem Eisbad abgekühlt, wobei ein Teil des Anhydrids eventuell wieder auskristallisiert. Von dem frisch destillierten Cyclopentadien werden 6.0 ml während 5 Minuten in die eisgekühlte Anhydridlösung getropft. Die Reaktionsmischung wird für einige Minuten gerührt bis die exotherme Reaktion vorüber ist. Beim Abkühlen kristallisiert das weiße Produkt aus.

### Isolierung und Reinigung:

Zur Gewinnung sauberer Kristalle erwärmt man die Mischung, bis sich das Produkt wieder gelöst hat, dann läßt man langsam bis auf Raumtemperatur abkühlen. Die entstandenen Kristalle werden mit einem Büchnertrichter abgesaugt und an der Luft getrocknet.  
Nach dem Trocknen der Kristalle wird der Schmelzpunkt bestimmt

Literaturausbeute: 75-80 % der Theorie

Lit.-Smp: 164-165 °C