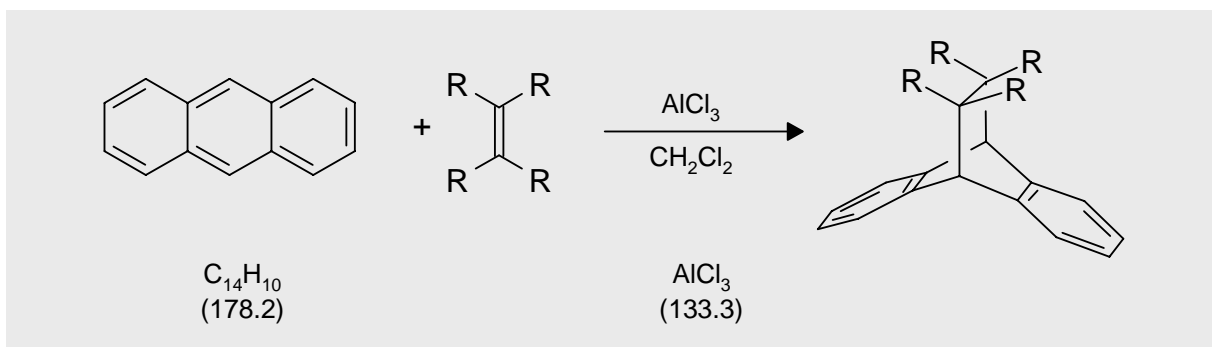


3.4.4 Allgemeine Arbeitsvorschrift für [4+2]-Cycloadditionen von Anthracen mit Dienophilen unter Aluminiumchlorid-Katalyse

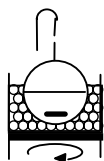


Arbeitsmethoden: Arbeiten unter Feuchtigkeitsausschluss

Chemikalien

Anthracen	Schmp. 216 °C.
Dichlormethan	Sdp. 40 °C, $d = 1.33 \text{ g/ml}$, Dampfdruck bei 20 °C: 453 hPa. Cancerogen.
Aluminiumchlorid, wasserfrei	Stark hygroskopisch, sublimiert ab ca. 180 °C. Durch Spuren von Eisenchlorid meist gelblich gefärbt. Verursacht Verätzungen .
Natriumcarbonatdecahydrat	$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$.
Natriumcarbonat	Na_2CO_3 .

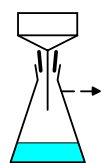
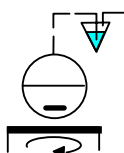
Durchführung



Vor Beginn **Betriebsanweisung** erstellen!

In einem trockenen, geklammerten 250-ml-Schliff-Erlenmeyerkolben oder 250-ml-Rundkolben mit Trockenrohr werden zu 50 ml Dichlormethan (über wasserfreiem Calciumchlorid getrocknet) unter Rühren 20.0 mmol (3.56 g) Anthracen und 20.0 mmol Dienophil zugegeben, dann wird in einem Eisbad weitergerührt. In einem tarierten, gut verschlossenen Reagenzglas werden jetzt möglichst schnell (Vorratsflasche und Reagenzglas sofort nach Entnahme bzw. Einfüllen wieder schließen)¹ 20 mmol (2.70 g) wasserfreies, sublimiertes Aluminiumchlorid eingewogen und auf einmal zur Dichlormethan-Lösung zugegeben. Nach der Zugabe rührt man die Mischung bei Raumtemperatur weiter (Zeitangabe steht bei den speziellen Versuchen). Die Ausbeuten hängen stark von der Qualität des Aluminiumchlorids ab.²

Isolierung und Reinigung



Die Mischung wird im Reaktionskolben mit 30 mmol (8.58 g) kristallwasserhaltigem ($10 \cdot \text{H}_2\text{O}$) Natriumcarbonat³ versetzt. Man tauscht das Trockenrohr gegen einen Blasenähler aus und rührt die Mischung, bis keine Gasentwicklung mehr erkennbar ist (ca. 10–20 min). Nach Zugabe von ca. 5 g wasserfreiem Natriumcarbonat³ wird noch 10 min weitergerührt und dann über einen Büchnertrichter bei schwachem Unterdruck von den Salzen abgesaugt (Abzug!). Man wäscht mit ca. 100 ml Dichlormethan in mehreren Portionen nach ($\rightarrow \text{E}_1$). Das Filtrat wird in einen tarierten 250 ml Rundkolben überführt und am Rotationsverdampfer eingengt ($\rightarrow \text{R}_1$). Der feste Rückstand wird im Vakuumexsikkator getrocknet. Die Rohausbeute (g, %) und der Schmelzpunkt werden bestimmt. Die Reinigung richtet sich nach den jeweiligen Produkten.

¹ Warum ist diese Vorsichtsmaßnahme erforderlich?

² Was zeigt die gelbliche Farbe an?

³ Welchen Sinn hat diese Maßnahme?

Hinweise zur Entsorgung (E), Recycling (R) der Lösungsmittel

E₁: Filtrerrückstand → Entsorgung (Anorg. Festprodukte).

R₁: Abdestilliertes Lösungsmittel- → Recycling (Dichlormethan).

Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Nach dieser allgemeinen Vorschrift kann Anthracen mit Maleinsäureanhydrid, Fumarsäurediethylester ([Versuch 3.4.5](#)) und *p*-Benzochinon ([Versuch 3.4.6](#)) umgesetzt werden.