



Organisch-Chemisches Grundpraktikum

Testpräparat 3: Triptycen

Gliederung:

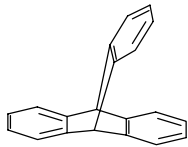
I. Literatur	1
II. Präparateigenschaften	1
III. Stöchiometrische Reaktionsgleichung	1
IV. Reaktionsmechanismus	1
V. Versuchsdurchführung	3
a) Ansatz.....	3
b) Durchführung	3
c) Aufarbeitung.....	3
d) Apparatur	3
e) Beobachtungen.....	3
VI. Meßergebnisse	4
a) Ausbeute.....	4
b) Reinheit (physikalische Eigenschaften)	4
Erklärung	4

I. Literatur

Durchführung: Skript „Organisch-chemisches Grundpraktikum 1999“

Reaktionsmechanismus: „Organikum“, 20. Auflage, VCH, S. 315ff.; Vollhardt/Schore: „Organische Chemie“, 2. Auflage, VCH, S. 628, 1001, ; 571ff. „Skript zur Vorlesung Organische Chemie II“, S. 82f.

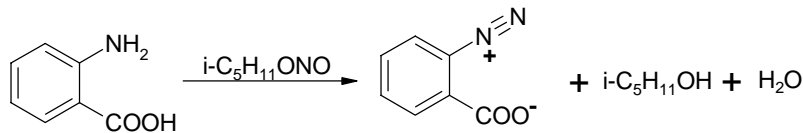
II. Präparateigenschaften



Triptycylidene (9, 10-Dihydro-9, 10-o-benzenoanthracen) bildet farblose Kristalle, die bei 256° C schmelzen.

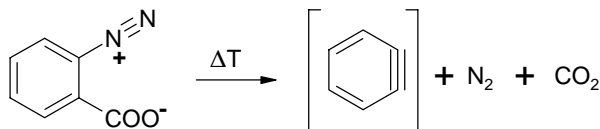
III. Stöchiometrische Reaktionsgleichung

a) Bildung des Benzoldiazoniumcarboxylats



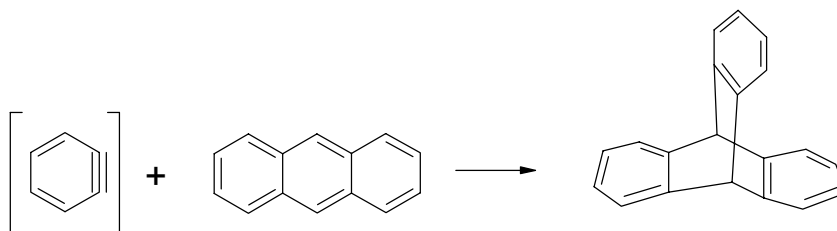
Mol-	137.12	117.01	148.08	88.07	18.02
masse					

b) Bildung des Arins



Mol-	148.08	76.07	28.00	44.01
masse				

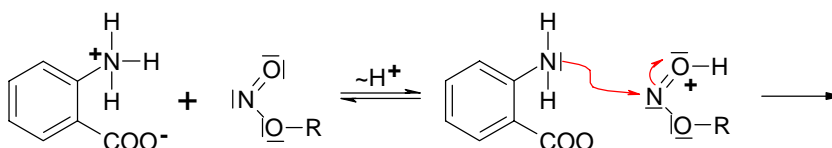
c) DIELS-ALDER-Addition

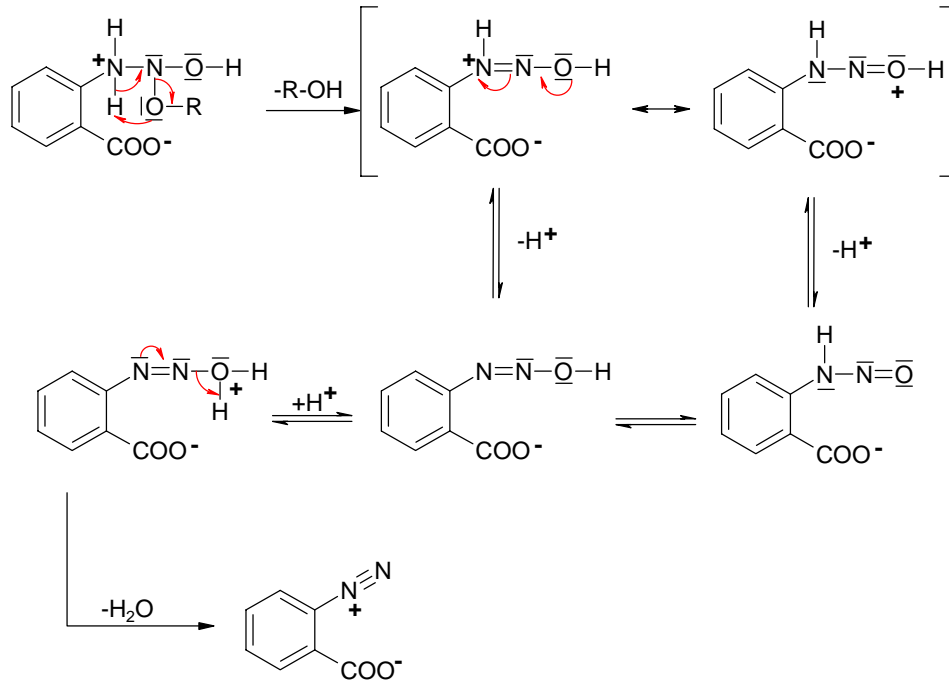


Mol-	178.24	76.07	254.31
masse			

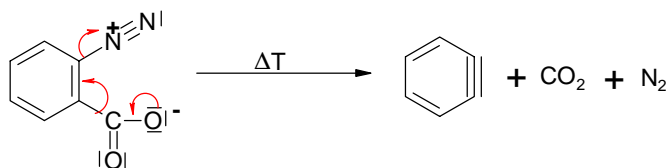
IV. Reaktionsmechanismus

a) Bildung des Benzoldiazoniumcarboxylats

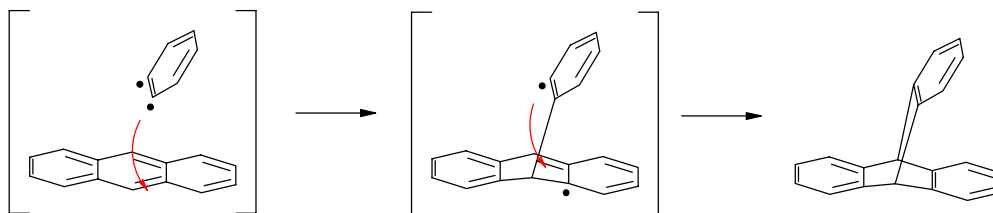




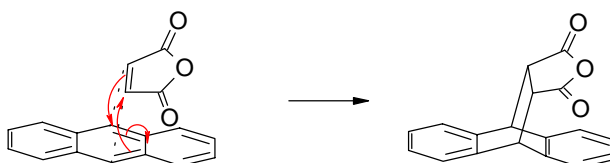
b) Benz-in als Zwischenstufe:



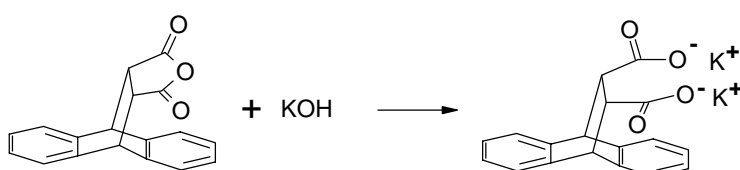
c) DIELS-ALDER-Addition:



Die Zugabe des Maleinsäureanhydrids bewirkt ebenfalls eine DIELS-ALDER-Addition:



Durch die Kalilauge findet eine Verseifung statt, die das Anthracen-Addukt wasserlöslich macht.



V. Versuchsdurchführung

a) Ansatz

Für die *Reaktion* werden folgende Mengen der Chemikalien benötigt:

- 12.5 g (0.07 mol) Anthracen
- 10.0 g (0.07 mol) Anthranilsäure
- 10.0 g (0.09 mol) iso-Amylnitrit

b) Durchführung

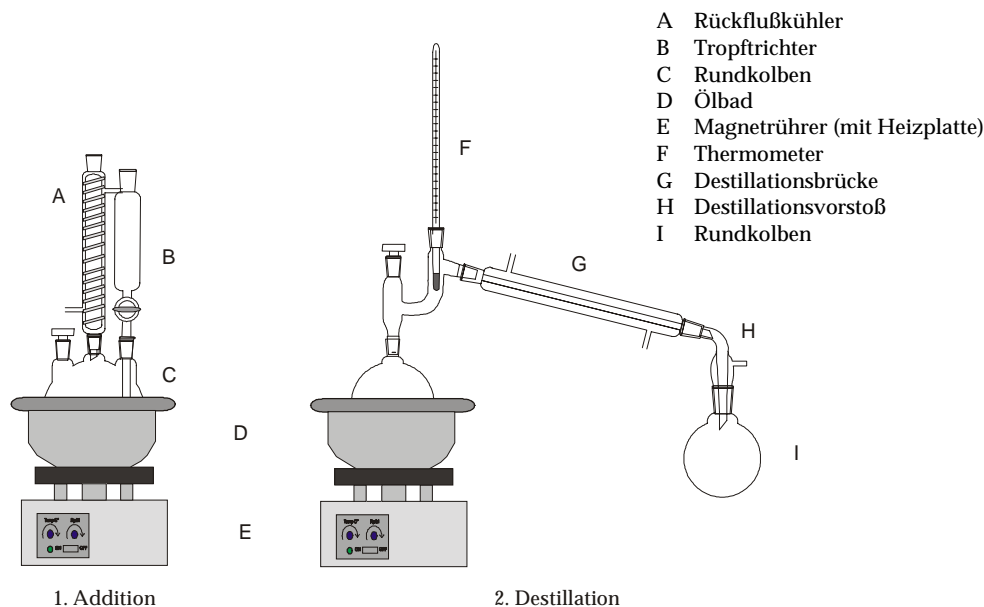
In einem Dreihalskolben wird das Amylnitrit zusammen mit dem Anthracen in 200 ml Methylenchlorid gelöst und unter Rückfluß und Rühren zum Sieden erhitzt (Badtemperatur 55-60° C). Dazu wird die in 55 ml Aceton gelöste Anthranilsäure getropft, was ca. anderthalb bis zwei Stunden dauern sollte. Danach läßt man eine halbe Stunde weiter sieden und destilliert anschließend die Lösungsmittel ab.

c) Aufarbeitung

Der Rückstand wird in 100 ml Xylol gelöst und mit 10 g Maleinsäureanhydrid für zwei Stunden zum Sieden erhitzt. Nach dem Abkühlen werden 300 ml Wasser und 200 ml Methylenchlorid in einem Scheidetrichter zugegeben und die Mischung geschüttelt.

Die organische Phase wird vier- bis fünfmal mit 15%iger Kalilauge extrahiert und dann über $MgSO_4$ getrocknet. Die Lösungsmittel werden anschließend im Vakuum halb abdestilliert und der Rückstand mit Eis gegossen. Der Niederschlag wird abgutscht und mit Methanol gewaschen.

d) Apparatur



e) Beobachtungen

An der Stelle des Kolbens, wo die Anthranilsäure eintropft, bildet sich eine schwarze Schicht. Die Lösung wird dunkelbraun bis schwarz. Beim Abtrennen der organischen Phase nach Zugabe des Wassers und des Methylenchlorids ergeben sich Probleme, da die Phasengrenze nur sehr schwer zu erkennen ist. Durch das Extrahieren mit der Kalilauge bilden sich Kristalle, die in beiden Phasen auftreten. Eine klare Trennung ist auch hier nicht möglich.

VI. Meßergebnisse

a) Ausbeute

Laut der Reaktionsgleichung unter III sind maximal $12.5 \text{ g} \cdot 254.31 \div 178.24 = 17.83 \text{ g}$ Triptycen darstellbar. Die Literatur gibt eine Ausbeute von 55% an, was 9.81 g entspricht. Für einen erfolgreichen Versuch sollten mindestens 25% davon (= 2.45 g) dargestellt werden. Ich erhielt **3.0 g** an Produkt, was 16.8% der Theorie oder 30.6% der Literatur entspricht.

b) Reinheit (physikalische Eigenschaften)

Als Kriterium für die Reinheit des Stoffes sollte der Schmelzpunkt herangezogen werden. Im Skript ist er mit 253-254° C angegeben, wobei ein Wert zwischen 250 und 254° C ausreichend ist. Die Kristalle meines Produktes weisen einen Schmelzpunkt von ca. **251° C** auf.

Erklärung

Das vorliegende Präparat habe ich selbst hergestellt und nicht käuflich erworben oder durch solche Substanzen verbessert.

Datum: _____

Unterschrift: _____