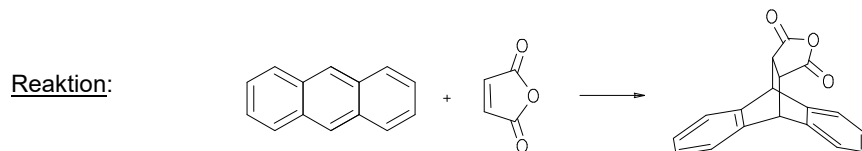


2.3.2. Bicyclo[2.2.2]-2,3;5,6-dibenzoocta-2,5-dien-7,8-dicarbonsäureanhydrid



Ansatz: 1,0 g Maleinsäureanhydrid;
2,0 g Anthracen;
25 mL abs. Xylol
Xylol zur Umkristallisation, Molsieb

Vorschrift: Die Suspension aus 1 g Maleinsäureanhydrid, 2 g Anthracen und 25 mL Xylol wird 60 min unter Rückfluss zum Sieden erhitzt. Während des Erhitzens verschwindet die anfänglich gelbe Farbe der Reaktionslösung fast vollkommen. Die Reaktionsmischung wird auf Raumtemperatur abgekühlt und danach zur Vervollständigung der Kristallisation maximal 10 min (ansonsten wird Xylol fest) in ein Eisbad gestellt. Anschließend wird das Rohprodukt saugfiltriert und getrocknet und mit Xylol umkristallisiert.

Bemerkungen:

(1) Anthracen und Maleinsäureanhydrid müssen mit hohem Reinheitsgrad verwendet werden!
Anthracen wird vor Verwendung aus 95%-igen Ethanol umkristallisiert! Maleinsäureanhydrid wird durch Sublimation gereinigt.

Hinweis zur Sublimation: Zur Sublimation gibt es spezielle Sublimationsapparaturen. Sie können sich eine im Glaslager oder eine selbstgebaute einfachere bei Frau Dr. Werner ausleihen. Möglich ist aber ebenfalls ein eigener Aufbau. Meine Empfehlung ist, die Substanz im Kolben mit 29er Schliff vorzulegen und im Ölbad zu erhitzen. Entweder versehen Sie den Kolben direkt mit einem Luftkühler oder Dimrothkühler, so dass die Substanz dahineinsublimiert oder sie „bauen“ darüber ein von oben gekühltes Gefäß wie z.B. Rundkolben oder Kristallisierschale, wo sich die sublimierten Kristalle abscheiden können. (Nicht erschrecken! Sublimieren macht Spaß!)

(2) Xylol ist über zuvor aktiviertes Molekularsieb zu trocknen!

Mechanismus: [4+2]-Cycloaddition - Diels-Alder-Reaktion

Produkt: Bicyclo[2.2.2]-2,3;5,6-dibenzoocta-2,5-dien-7,8-dicarbonsäureanhydrid (*cis*-9,10-Dihydro-9,10-ethano-anthracen-11,12-dicarbonsäureanhydrid): Schmp.: 262°C

Literatur: nach K. L. Williamson, *Macroscale and microscale organic experiments*, Heath 2.Auflage, **1989**, S. 189

Gefährdung: Anthracen, Maleinsäureanhydrid und Xylol sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Maleinsäureanhydrid wirkt reizend (Xi), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Augen und Haut vermeiden

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen
Abzug schließen

Entsorgung: Die Reaktionslösung sowie die Kristallisationslaugen in den Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Maleinsäureanhydrid	98,06	54-56	202	C	H302, H314, H317, H334	P260, P264, P280, P285, P301+P312, P301+P330+P331, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P333+P313, P342+P311, P405, P501
Bicyclo[2.2.2]-2.3;5.6-dibenzoocta-2,5-dien-7,8-dicarbonsäureanhydrid						
Anthracen	178,23	216-217	340	Xi, N	H315, H319, H335, H410	P261, P264, P273, P280, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P312, P321, P332+P313, P337+P313, P362, P391, P403+P233, P405, P501
Xylol	106,17	<-25	137-144	Xn	H226, H312, H315, H332	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P261, P264, P280, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P312, P321, P332+P313, P370+P378, P403+P235, P501

2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
Maleinsäureanhydrid	D	BK	WKF	WA	LA	WA	SchWFeuerlöscherK
Bicyclo[2.2.2]-2.3;5.6-dibenzoocta-2,5-dien-7,8-dicarbonsäureanhydrid							
Anthracen	ADL	BK	WK	W	L	WEA	WCSchP
Xylol	ADL	BHK	WK	W	LB	KA	CSchP

Kürzel

Allgemeine Schutzmaßnahmen		Körperschutzmaßnahmen		Störverhalten/ Maßnahmen bei kleinen Unfällen	
A	Arbeiten nur unter dem Abzug	A	Atemschutzmaske mit Filter	T	Trockenlöscher verwenden
D	Behälter dicht verschlossen halten	B	Schutzbrille	W	mit Wasser löschen
K	Behälter kühl aufbewahren	G	Gesichtsschutzschirm	F	mit flüssigkeitsbindendem Mittel aufnehmen
L	Aufbewahrung und Verarbeitung an gut belüfteten Ort	H	Schutzhandschuhe	C	CO ₂ -Löscher verwenden
S	Sichern mit Schutzscheibe	K	Schutzkittel oder Schürze	S	Mit Sand löschen
T	Behälter trocken halten			Sch	Schaumlöscher
G	Behälter im Gefrierschrank lagern			P	Pulverlöscher

Anweisungen zur Ersten Hilfe							
bei Hautkontakt		bei Augenkontakt		bei Inhalation		bei Verschlucken	
K	Kontaminierte Kleidung sofort entfernen	T	gesondert aufgeführte Augentropfen benutzen	L	Frischluft zuführen	F	gesondert aufgeführte Flüssigkeit trinken
F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	B	Atmung kontrollieren, künstliche Beatmung	W	Wasser trinken
W	mit Wasser spülen, waschen oder duschen	W	mit Wasser spülen	A	Arzt aufsuchen	A	Arzt aufsuchen
V	Verband als Infektionsschutz erforderlich	V	Augenverband erforderlich	D	Dexamethason-Spray anwenden	E	Erbrechen auslösen
A	Arzt aufsuchen	A	Augenarzt aufsuchen			K	Aktivkohleschlammung trinken