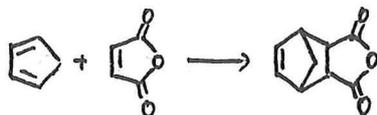


## 2.3.1. endo-Bicyclo[2.2.1]hept-2-en-5,6-dicarbonsäureanhydrid

Reaktion:

Ansatz: 2,45g Maleinsäureanhydrid;  
2,5 g Cyclopentadien;  
20 mL Toluol; Petrolether

Vorschrift: Unter Rühren und Außenkühlung mit Eiswasser trägt man innerhalb von 10 Minuten das Cyclopentadien in eine Suspension von gepulvertem Maleinsäureanhydrid in Toluol ein. Dabei geht das Maleinsäureanhydrid in Lösung. Meist beginnt schon während der Umsetzung die Abscheidung des Adduktes in farblosen Nadeln. Nach anschließendem Rühren (30 min) ohne Kühlung ist die Reaktion beendet. Man verdünnt mit 20 mL Petrolether (50 - 70°C) und läßt das Reaktionsgemisch bis zur vollständigen Kristallisation im Kühlschrank stehen. Dann wird saugfiltriert und mit eiskaltem Petrolether gewaschen. In der Regel erhält man so ein reines, farbloses Addukt. Falls der Schmelzpunkt nicht erreicht wird, löst man in wenig heißem Toluol, setzt vorsichtig Petrolether zu und läßt erkalten oder kristallisiert aus einem 1:1 Gemisch von Toluol: Petrolether (50-70°C) um.

Literatur: nach GATTERMANN und WIELAND "Praxis des organischen Chemikers" de Gruyter (43.Auflage) 1982, S.201; HÜNIG, MÄRKEL, SAUER "Integriertes organisches Praktikum" Verlag Chemie 1979, S.83)

Produkt: endo-Bicyclo[2.2.1]hept-2-en-5,6-dicarbonsäureanhydrid: Schmp.: 162-163°C

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

Bemerkungen: Cyclopentadien bereitet man durch die thermische Spaltung des technischen Dicyclopentadiens. Dazu destilliert man etwa 20 g des Dimeren über eine kleine Kolonne, wobei man das Ölbad auf 170-180°C heizt. Das Monomere siedet bei 40-41°C. Diese Destillation ist unbedingt erforderlich!

Gefährdung: Dicyclopentadien, Cyclopentadien, Maleinsäureanhydrid und Toluol 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. Cyclopentadien und Petrolether sind leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

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

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 1,0 h; Reaktionsdauer, inklusive Destillation des Cyclopentadiens: 5,0 h; Aufarbeitung: 2,5 h.

Endo - Bicyclo[2.2.1]hept-2-en-5,6-dicarbon-  
säure anhydrid

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	R-Sätze	S-Sätze
endo-Bicyclo[2.2.1]hept-2-en-5,6-dicarbon-säureanhydrid						
Maleinsäureanhydrid	98,06	51-53	202	C	22-34-42/43	22-26-36/37/39-45
Cyclopentadien	66,10	-97	40	F	11	16-29-33
Dicyclopentadien	132,21	11-13	164-168	F, Xn, N	11-20/22-36/37/38-51/53	36/37-61
Petrolether	>-80	50 - 70		F, Xn, N	11-38-48/20-51/53-62-65-67	9-16-33-36/37-61-62
Toluol	92,14	-95	111	Xn, F	11-20	16-25-29-33

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
endo-Bicyclo[2.2.1]hept-2-en-5,6-dicarbon-säureanhydrid							
Maleinsäureanhydrid	D	BK	WKF	WA	LA	WA	SchWFeuerlöscherK
Cyclopentadien	DKL	BHK	WK	WA	LA	WA	WPC
Dicyclopentadien	DKL	BHK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Petrolether	ADL	BHK	WK	WA	LA	A	PSch
Toluol	ADKL	BHK	WK	W	LA	A	PSch

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 <sub>2</sub> -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	Frischlufzt 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