

## 8-4 Reduktion von Anthracen

Reaktionstyp: Birch-Reduktion

Arbeitstechniken und Methoden: Standardverfahren

Geräte: Standardgeräte

Chemikalien:

Anthracen (6 g), Ethanol (200 ml), Natrium (20 g)

Warnhinweise:

Anthracen ist gesundheitsschädlich. Das Gefährdungspotential von Natrium und Ethanol sollte Ihnen bereits bekannt sein.

Hinweis:

Der Versuch gelingt nur mit absolutem Ethanol. Beachten Sie, dass das nicht absolute Ethanol nur 96%ig ist, also 4 % Wasser enthält. Mit käuflichem Ethanol hätten Sie somit etwa 250 mMol Wasser in Ihrem Reaktionsansatz! Abs. Ethanol ist im Raum 31.05 erhältlich.

- **Achten Sie darauf dass die Säule nicht trockenläuft!**

- **Füllen Sie nur vorgetrocknetes Ethanol nach!**

Abs. Ethanol ist sehr hygroskopisch und verdirbt daher leicht, indem es wiederum wasserhaltig wird. Vermeiden Sie daher, dass das abs. Ethanol unnötig offen an der Luft stehen bleibt!

Ausführung:

In einem 500-ml-Dreihalskolben mit Rückflusskühler, Rührer und Innenthermometer wird Anthracen (6 g) mit abs. Ethanol (100 ml) übergossen. Auf den Kühler wird ein Gasableitungsrohr aufgesetzt, von dem die bei dem Versuch entstehenden Reaktionsgase (*Welche sind das?*) direkt in den Abzugschacht geleitet werden. Die Suspension wird im PEG-Bad auf etwa 50 °C erwärmt. Zu der kräftig gerührten Mischung wird im Verlaufe von 5 Min. entkrustetes Natrium in zwei Portionen à 5 g zugegeben. Die zu Beginn sehr heftige Reaktion (*Wird sie zu stürmisch, kann das Heizbad vorübergehend abgesenkt werden*) wird allmählich träge. Es wird längere Zeit abgewartet, bis sich das gesamte Natrium aufgelöst hat und darauf - zu Beginn äußerst vorsichtig und tropfenweise - mit Wasser (125 ml) versetzt. Der erhaltene Niederschlag wird abgesaugt, mit Wasser gewaschen und über Nacht im Vakuum getrocknet.

Entsorgungshinweis:

Das basische Filtrat kann für vielfältige Desaktivierungen verwendet werden und ist deshalb zum Wegwerfen zu schade. Fragen Sie Ihren Assistenten nach dem Sammelgefäß!

Das völlig trockene Produkt wird ein zweites Mal in der gleichen Weise mit Natrium und Ethanol umgesetzt. Das danach erhaltene Produkt wird aus Ethanol umkristallisiert. Bestimmen Sie Ausbeute und Schmelzpunkt.

Vergleichen Sie den von Ihnen erhaltenen Schmelzpunkt mit den Literaturwerten für Edukt und Produkt. Ist dabei auf eine unvollständige Umsetzung zu schließen, so ist die Substanz ein weiteres Mal mit Natrium/Ethanol umzusetzen.

Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion an! Woher stammen die in die Verbindung eintretenden Wasserstoffatome?
2. Das eingesetzte Natrium reagiert außer in der erwünschten Weise hier zu einem beträchtlichen Teil in einer unerwünschten Nebenreaktion. Welche ist das?
3. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit des Produkts und zu dessen Struktursicherung! Warum haben Sie hier kaum Chancen, die Einheitlichkeit Ihres Produkts durch Dünnschichtchromatographie nachzuweisen? Warum können im UV-Spektrum schon kleinste Spuren des Edukts sicher neben dem Produkt nachgewiesen werden? Schauen Sie sich die Spektren an, wenn Ihnen die Erklärung dazu nicht spontan einfällt.
4. Natrium wird zur Entsorgung bekanntlich mit Ethanol versetzt. Gibt man dazu das Natrium in überschüssiges Ethanol oder versetzt man das Natrium tropfenweise mit dem Lösungsmittel? Sind bei der Desaktivierung weitere Vorsichtsmaßnahmen zu beachten?

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

5. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!
6. Wird bei dem vorliegenden Versuch Anisol statt Anthracen eingesetzt, so wird nur ein einziges Reaktionsprodukt gebildet. Nennen Sie seinen Namen und geben Sie eine Erklärung!

Lit.: Synthese: Org.Synth. **42**,48-49

UV-Spektrum: Bull.Soc.Chim.Fr (1958) 164-172