15.12.2000 Christian Schmolke

# 4-Aminoazobenzol-N-5-(5-Oxy-pentansäure)

Nucleophile Addition

#### **Reaktion:**

$$\begin{array}{c|c}
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\
 & & \\$$

### Mechanismus:

#### Literatur:

Henbest, Owen, J. Chem. Soc. 1955, 2968-2969

# Durchführung:

Man löst 2,1g (18,4mmol) Glutarsäureanhydrid in so wenig wie möglich Chloroform und gibt diese Lösung auf einmal, unter starkem rühren in einen 100ml Rundkolben in dem eine Lösung aus 3,92g (19,9mmol) 4-Aminoazobenzol in 40ml Chloroform vorgegeben ist. Diese Mischung wird bei 65°C 30 Minuten unter Rückfluß erhitzt. Die orangerote Lösung wird dabei sehr zähflüssig, weshalb unbedingt auf gutes rühren geachtet werden muß! Nach dem Abkühlen saugt man vom Feststoff ab und löst in in warmem Aceton, woraus man das Produkt durch Zugabe von Wasser ausfällt. Das orangefarbene Produkt wird wiederum

abgesaugt und über P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> im Vakuum getrocknet. Nach einigen Tagen ist es trocken. Zur Analyse wurde ein NMR aufgenommen und der Schmelzpunkt gemessen.

# <u>Identifizierung:</u>

Das erhaltene Produkt wurde durch NMR und Schmelzpunktanalyse identifiziert.

Das NMR enthält einen sehr großen Wasser Peak, der vom verwässerten DMSO kommt.

Der Schmelzbereich beträgt 191,7-192,3°C. (Literaturwert: 190-192°C)

<sup>1</sup>H-NMR (DMSO, 300MHz):  $\delta$  = 1,86 (p, 2H, CH<sub>2</sub>); 2,32 (t, 2H, CH<sub>2</sub>); 2,44 (t, 2H, CH<sub>2</sub>); 7,54-7,91 (m, 9H, aromatisch, 2\*Benzolring); 10,30 (s, 1H, COOH) <sup>13</sup>C-NMR (DMSO, 300MHz):  $\delta$  = 20,7 (1C, CH<sub>2</sub>); 33,3 (1C, CH<sub>2</sub>); 35,8 (1C, CH<sub>2</sub>); 119,6-152,4 (12C, aromatisch, 2\*Benzol); 171,7 (1C, C=O); 174,6 (1C, C=O)

# Ausbeute:

maximale Ausbeute: 18,4mmol = 5,73g

erhaltene Ausbeute:  $4.8g = 15.4mmol \Rightarrow 83.8\%$  Ausbeute