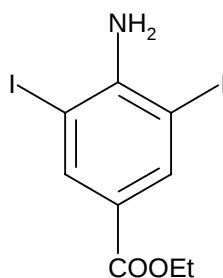
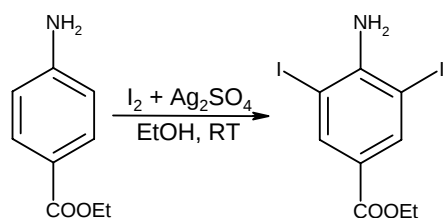


4-Amino 3,5-Diiod Benzoessäureethylester

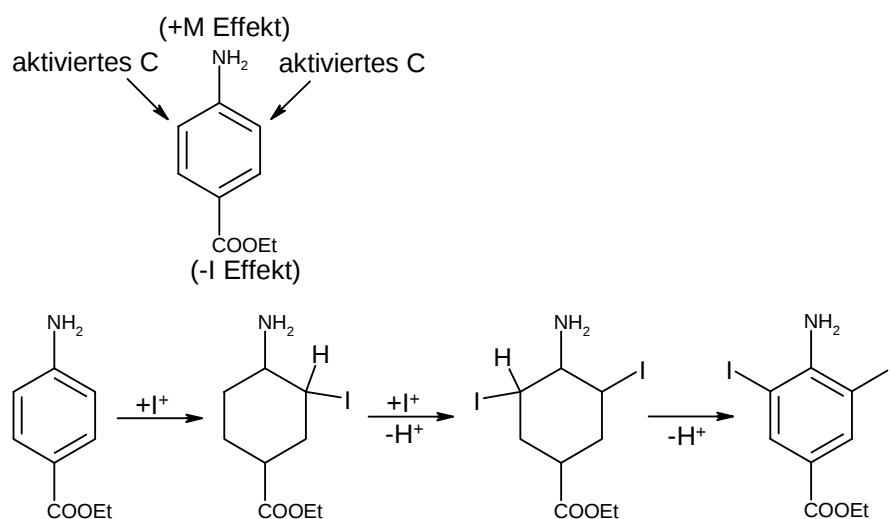


1. Elektrophile Substitution

Reaktion:



Mechanismus:



Literatur:

Synth. Commun. 1992, 22, 3215f

Durchführung:

(15.01.01) Man gibt in einen 1000ml Rundkolben 12,68g (50mmol; 2,08eq) Iod, 15,59g (50mmol; 2,08eq) Silbersulfat und löst sie in 750ml Ethanol. Dann gibt man 4g (24mmol) 4-Amino Benzoessäureethylester hinzu und rührt kräftig. Der Fortlauf der Reaktion wird mit DC's überprüft. Dazu macht man ein DC mit den Ausgangssubstanzen, und macht alle 5 Minuten ein weiteres DC. Nach 15 Minuten ist vom 4-Amino Benzoessäureethylester nichts mehr vorhanden, stattdessen ist ein höher laufender Punkt vorhanden. Die Farbe der Reaktionslösung hat sich von dunkelbraun nach gelb geädert. Man filtriert die Lösung und wäscht den Rückstand mit 4-100ml Ethylacetat. Dann destilliert man das Lösungsmittel im Vakuum ab und nimmt den Rückstand in 500ml Dichlormethan auf. Man wäscht die Lösung mit 200ml einer wässrigen 5%igen NaOH und mit 200ml Wasser. Die organische Phase wird über Na_2SO_4 getrocknet. (16.01.01) Man filtriert vom Trockenmittel ab und destilliert dann das Lösungsmittel unter Vakuum ab. Der Rückstand wird in 250ml Ethanol aufgenommen, und umkristallisiert. (17.01.01) Dazu wurde die Lösung auf 80°C erhitzt, bis sich das gesamte Produkt gelöst hat, dann wurde heiß filtriert und dann zum Abkühlen stehen gelassen. Die abgekühlte Lösung wurde noch mit Eis/NaCl gekühlt, und dann abgesaugt. Das hellbeige Produkt ist Watte sehr ähnlich, wurde aber zusammengedrückt, durch das absaugen. Aus der restlichen Mutterlösung wurde durch Zugabe von Wasser weiteres Produkt zum Ausfallen gebracht (deshalb auch zwei Aufnahmen beim GC). Nachdem man im GC gesehen hat, das beide Produkte rein waren, wurden sie vereinigt und unter Hochvakuum getrocknet. Zur Identifizierung wurde ein NMR aufgenommen.

Identifizierung:

^1H -NMR (300MHz): $\delta = 1,294$ (t, 3H, $-\text{CH}_3$, $j=7,2$); $4,248$ (q, 2H, $-\text{O}-\text{CH}_2-$, $j=7,2$); $4,974$ (s, 2H, $-\text{NH}_2$); $8,227$ (s, 2H, aromatisch)

^{13}C -NMR (300MHz): $\delta = 14,8$ (1C, $-\text{CH}_3$); $61,4$ (1C, $-\text{O}-\text{CH}_2-$); $79,8-150,0$ (6C, aromatisch); $164,3$ (1C, $-\text{COO}-$)

Ausbeute:

Max. theoretische Ausbeute: $0,024\text{mol} = 9,984\text{g}$

Erhaltene Ausbeute: $8,01\text{g} = 80,1\%$

Die Ausbeute beträgt 80% der Theorie.