

Darstellung von α -Azidoessigsäure

Reaktionstyp: Nukleophile Substitution am gesättigten C-Atom

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standgeräte, Kontaktthermometer

Ansatz:

- Bromessigsäure (4.65 g)
- Natriumhydroxid (1.2 g)
- Natriumazid (2.15 g)
- 1 M H_2SO_4 (20 mL)
- Diethylether (200 mL)

Warnhinweise:

Bromessigsäure ist sehr giftig beim Einatmen, Verschlucken und Berührung mit der Haut. Verursacht schwere Verätzungen. Sehr giftig für Wasserorganismen.

Natriumazid ist sehr giftig beim Verschlucken. Entwickelt bei Berührung mit Säure sehr giftige Gase (*Welches?*). Sehr giftig für Wasserorganismen. Zerfällt unter Schlageinwirkung explosionsartig!

Über die Gefährdungspotenziale der restlichen Substanzen siehe „Allgemeine Gefahrstoffliste“.

Ausführung:

Lösen Sie die 1.2 g Natriumhydroxid in ca. 10 mL Wasser. Geben Sie nacheinander die 4.65 g Bromessigsäure und 2.1 g Natriumazid unter Rühren dazu.

Die Reaktionsmischung wird dann auf *maximal* 70-80 °C (*Warum?*) erwärmt und über Nacht gerührt.

Aufarbeitung:

Versetzen Sie die Reaktionslösung mit 20 mL 1 M H_2SO_4 , überführen Sie die Mischung in einen Scheidetrichter und extrahieren Sie zehnmal mit je 15-20 mL Diethylether. Die vereinten organischen Phasen werden einmal mit 15 mL Brine gewaschen und anschließend über MgSO_4 getrocknet. Das Lösungsmittel wird

mit Hilfe des ROTIs abdestilliert. Die Suspension wird filtriert, um das überschüssige Phthalamidsalz zu entfernen.

Ausbeute: g entsprechen% d.Th.

Nachdem Sie die Ausbeute bestimmt haben geben Sie wenig Produkt in ein NMR-Röhrchen, lösen es in CDCl_3 und lassen zur Struktur- und Reinheitsüberprüfung ein ^1H -NMR anfertigen.

(Lassen Sie sich beim NMR-Röhrchen Befüllen vom Assistenten helfen!).

Hinweis:

Die Waschlösungen werden erst dann verworfen, wenn sicher ist, das darin kein Produkt gelöst ist.

Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an.
2. Welches Edukt könnten Sie anstelle der Bromessigsäure für diese Reaktion verwenden?
3. Wie könnte die vorliegende Austauschreaktion allgemein bezeichnet werden?
4. Welche Möglichkeiten haben Sie um das Reaktionsende festzustellen?
5. Warum wird im vorliegenden Fall auf Standardreinigungsoptionen verzichtet?
6. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung
7. Wie werden aus Aziden Amine freigesetzt?

Aufgaben nach Durchführung des Versuchs:

8. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 6!

Literatur:

T. Wieland, H.J. Hennig, Chem. Ber. **1960**, 93, 1236 f.
J. M. Dyke et al., J. Amer. Chem. Soc. **1997**, 119, 6883-6887.
Friedmann, Zap. Inst. Chim. Ukr., **1937**, 4, 351-357.