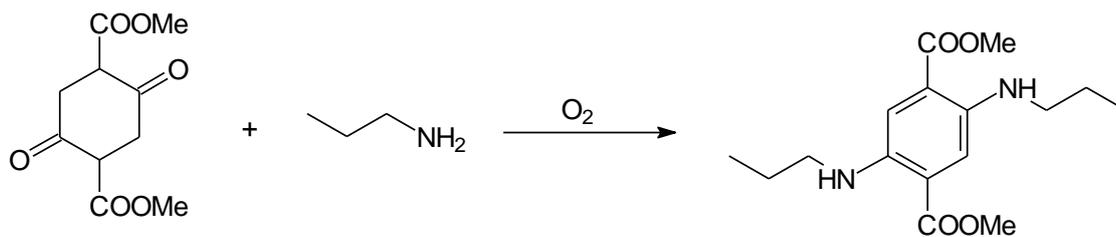


Erste Seite: Deckblatt mit

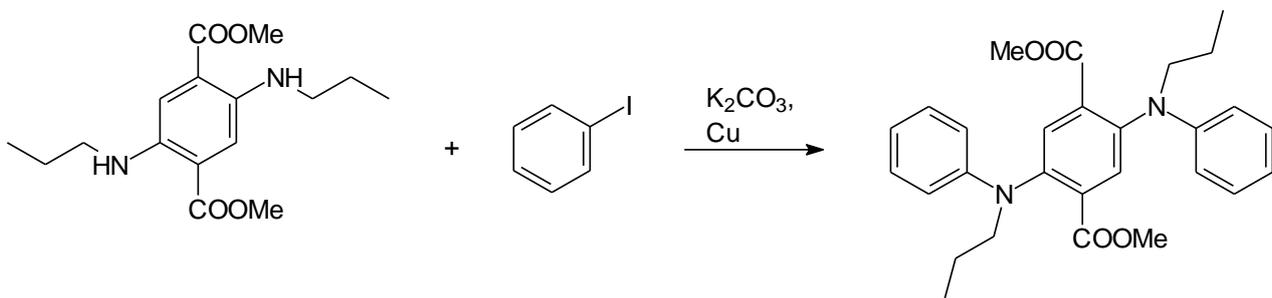
- Name d. Praktikanten
- Strukturformel / Name der letzten Stufe (= Name des Präparats)
- Anz. der Stufen
- Abgabe-Datum
- [eMail-Adresse]

Syntheschema:

1. Stufe: 2,5-Bis(propylamino)terephthalsäuredimethylester

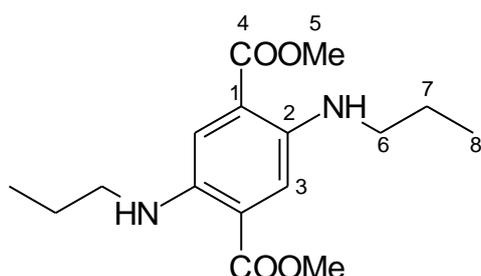


2. Stufe: 2,5-Bis(propylanilino)terephthalsäuredimethylester



...

1.Stufe: 2,5-Bis(propylamino)terephthalsäuredimethylester



Durchführung: **In eigenen Worten incl. Abweichungen von der Originalvorschrift!**

In einem Dreihalskolben mit KPG-Rührer, Rückflusskühler und Tropftrichter werden 700ml Ethanol, 240ml Eisessig und 30g (0.13mol) 1,4-Cyclohexandion-2,5-dicarbon-säuredimethylester vorgelegt und 24.5g (0.41mol) 1-Propylamin langsam und unter Rühren zugegeben. Nach vollständiger Zugabe wird 4 Stunden unter Rückfluss erhitzt, wobei die letzten 3 Stunden Luft durch die Reaktionslösung geleitet wird. Nach dem Abkühlen wird der auskristallisierte Feststoff abgesaugt, mit kaltem Ethanol gewaschen und erneut aus Ethanol umkristallisiert.

Mechanismus:

Hinweis: Die Charakterisierung der einzelnen Stufen sollte stets vollständig sein und beinhaltet:

Bei Feststoffen: Smp, IR, ..., ¹H-NMR (Drehwert, o.ä.) nach Absprache

Bei Flüssigkeiten: Sdp, IR, n_D, ..., ¹H-NMR (Drehwert, o.ä.) nach Absprache

Ausbeute/Charakterisierung:

24.0g (0.076mol \triangleq 59.9% d. Th., Lit.^[1] = 63%), Kristalliner hellroter Feststoff (Plättchen),

Smp.: 144.0°C (Lit.^[2] = 144.5°C).

¹H-NMR (400MHz, CDCl₃): δ (ppm) = 7.24 (s, 2H, H-3); 6.75 (s, 2H, NH); 3.86 (s, 6H, H-5); 3.10 (t, 4H, H-6); 1.68 (m, 4H, H-7); 1.01 (t, 6H, H-8).

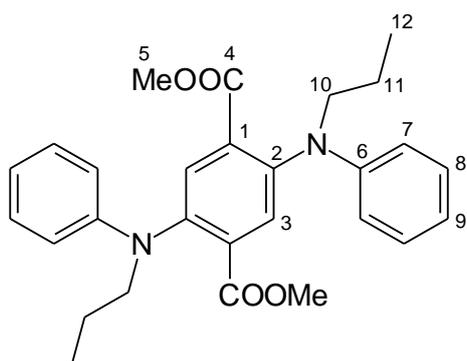
IR (KBr): $\bar{\nu}$ (cm⁻¹) = 2940 (C-H-Valenzschwingung), 2930 (C-H-Valenzschwingung), 2860, 2840, 1700 (C=O-Valenzschwingung), 1550 (N-H-Deformationsschwingung), 1475, 1440, 1200, 1130, 1100, 790.

Literatur:

¹ H. Liebermann; Über Succinylobernsteinsäureester; Lieb. Ann. 404; 1914; 272-321.

² H. Ulbricht et al.; Synthese [...] 2,5-Bis-alkylamino-terephthalsäureestern; J. prakt. Chem., 321; 6; 1979, 905-912.

2. Stufe: 2,5-Bis(propylanilino)terephthalsäuredimethylester (Ullmann-Reaktion)



Durchführung:

In einem Zweihalskolben mit KPG-Rührer und Rückflusskühler werden 7.5g (24.3mmol) 2,5-Bis(propylamino)terephthalsäuremethylester, 32.4g (0.16mol) Iodbenzol, 4.25g wasserfreies Kaliumcarbonat und 0,35g Kupferpulver vorgelegt und 48 Stunden unter Stickstoffatmosphäre bei 185°C gerührt. Nach dem Abkühlen löst man den entstandenen Feststoff in Dichlormethan, filtriert die Lösung und entfernt das Lösungsmittel. Den reinen 2,5-Bis(propylanilino)terephthalsäuredimethylester erhält man anschliessend durch Kristallisation aus Ethanol.

Mechanismus:

Ausbeute/Charakterisierung:

10.5g (22.8mmol \pm 93.8% d. Th., Lit. ^[3] = 94%), Orange leuchtender Feststoff,

Smp. 126.0°C (Lit. ^[3] = 127.0°C).

¹H-NMR (400MHz, CDCl₃): δ (ppm) = 7.60 (s, 2H, H-3); 7.18 (t, 4H, H-8); 6.77 (t, 2H, H-9); 6.68 (d, 4H, H-7); 3.64 (m, 4H, H-10); 3.54 (s, 6H, H-5); 1.75 (m, 4H, H-11); 0.98 (t, 6H, H-12).

IR (KBr): $\bar{\nu}$ (cm⁻¹) = 2950 (C-H-Valenzschwingung), 2920, 2860, 1720, 1590 (N-H-Deformationsschwingung), 1490, 1430, 1390, 1345, 1280, 1245, 1235, 1210, 1100, 750.

Literatur:

³ J. Shi, S. Zheng; Conjugated Polymers; Macromolecules 2001; 34; 6571-6576.

Original-Spektren bitte als Anhang beifügen!