

Das *Rohprodukt* wird in 80 ml Wasser suspendiert und langsam unter Rühren und Zugabe von etwa 0.9 g Natriumcarbonat in Lösung gebracht. Man filtriert, fällt durch Zugabe von 50 ml 5proz. Salzsäure wieder aus und saugt ab¹ (→ **E₂**).

Zur Umkristallisation prüfe man folgende Lösungsmittel und protokolliere die Löslichkeit:

- Ethanol (Sdp. 78 °C, DK 24.3) (→ **E₃**)
- Essigsäureethylester (Sdp. 77 °C, DK 6.0) (→ **E₃**)
- Eisessig (Sdp. 118 °C, DK 6.1) (→ **E₃**)
- Eisessig/Wasser (→ **E₄**)

Das Rohprodukt wird aus Eisessig/Wasser umkristallisiert (→ **E₄**). Man bestimmt Ausbeute und Schmelzpunkt des Reinprodukts. Ausbeute an **5**: 55–65%, Schmp. 192.5–194.5 °C.

¹ Welchen Zweck hat diese Operation?

Hinweise zur Entsorgung (E)

- E₁**: Wässriges Destillat → Entsorgung (H₂O mit RHal/Halogenid).
- E₂**: Wässriges, saures Filtrat: Neutralisation mit Natronlauge → Entsorgung (H₂O mit RHal/Halogenid).
- E₃**: Wasserfreie Mutterlaugen → Entsorgung (RHal).
- E₄**: Wässrige Mutterlauge der Umkristallisation → Entsorgung (H₂O mit RHal/Halogenid).

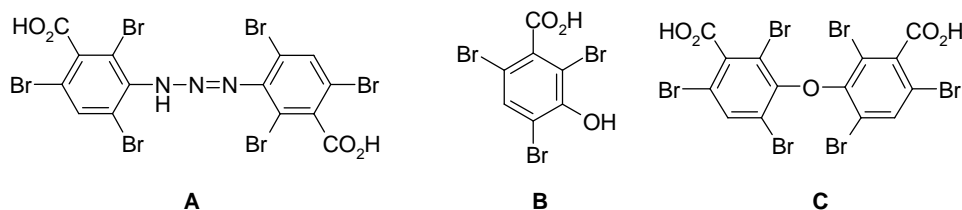
Auswertung des Versuchs

¹H-NMR-Spektrum von **5** (250 MHz, Aceton-d₆): δ = 7.93 (s, 2 H), 11.0 (s, 1 H).

¹³C-NMR Spektrum von **5** (62.9 MHz, Aceton-d₆): δ = 120.34 (C), 124.12 (C), 134.98 (CH), 138.68 (C), 166.29 (C).

* Formulieren Sie den zu **5** führenden Reaktionsmechanismus mit allen Zwischenstufen.

Weitere denkbare Reaktionsprodukte:



- * Mit welchen spektroskopischen Daten lassen sich A–C ausschließen?
- * Diskutieren Sie die denkbaren Reaktionsmechanismen mit allen Zwischenstufen.

Literatur, allgemeine Anwendbarkeit der Methode

Die Reaktion von Diazoniumsalzen mit Reduktionsmitteln unter Austritt von Stickstoff ist als reduktive Desaminierung bekannt. Formal handelt es sich um eine nucleophile aromatische Substitution mit Hydridionen. Als Reduktionsmittel können unter anderem eingesetzt werden: Ethanol, unterphosphorige Säure, alkalische Formaldehyd- oder Glucose- Lösung.