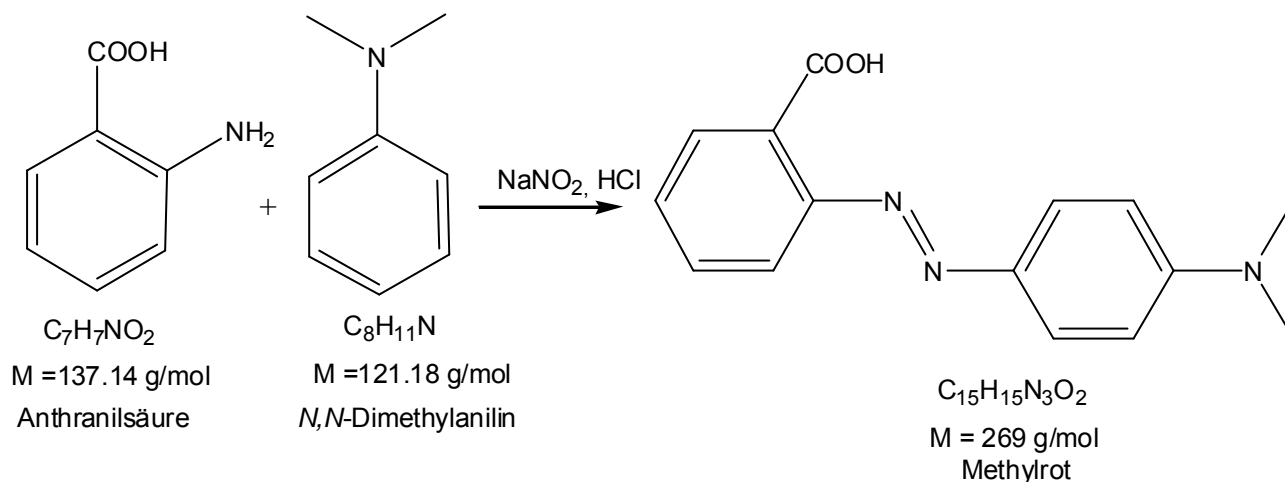


Darstellung von Methylrot Präparat 12

- 1. Reaktionstyp:** Azokupplung, Darstellung eines Farbstoffs, elektrophile aromatische Substitution
- 2. Reaktionsgleichung:**



3. Durchführung der Reaktion:

3.1 Berechnung des Ansatzes:

Der Literaturansatz^[1] wurde auf eine Ausbeute von 5 g umgerechnet. Die Literatúrausbeute^[1] beträgt 80 %.

	Anthranilsäure	<i>N,N</i> -Dimethylanilin	1 N HCl	halbkonz. HCl	2.5 M NaNO ₂
Literatur ^[1]	13.71 g (0.1 mol)	12.12 g (0.1 mol)	83.3 ml (0.1 mol)	58.8 ml (0.3 mol)	40 ml (0.1 mol)
eigener Ansatz	3.19 g (23.24 mmol)	2.82 g (23.24 mmol)	20 ml (23.24 mmol)	13.7 ml (70 mmol)	9.3 ml (23.24 mmol)

3.2 Durchführung:

In einem 100 ml Dreihalsrundkolben mit Tropftrichter, Thermometer und Magnetührstab wurden 3.19 g (23.24 mmol) Anthranilsäure in 13.7 ml (70 mmol) halbkonzentrierter Salzsäure gelöst, wobei die Temperatur unter 50 °C gehalten wurde. Nach Abkühlen der Mischung auf 0 °C wurden 9.3 ml (23.24 mmol) einer 2.5 M NaNO₂ Lösung zugetropft, so dass die Temperatur 5 °C nicht überstieg. Die so hergestellte Diazoniumsalzlösung wurde in eine Lösung aus 2.82 g (23.24 mmol) *N,N*-Dimethylanilin und 20 ml (23.24 mmol) einer 1 N HCl getropft. Dabei wurde darauf geachtet, dass die Temperatur 10 °C nicht überschritt. Die so erhaltene Lösung wurde mit Natriumacetat nahezu neutralisiert. Das so abgeschiedene Farbsalz wurde abfiltriert und mit Wasser gewaschen. Der Rückstand wurde bis zur Massenkonstanz im Exsikkator getrocknet.

Ausbeute:

6.25 g (23.24 mmol) = 100 %

5.58 g (20.74 mmol) = 89 % (Literatur^[1] 80 %)

4. Physikalische Daten des Produktes

Methylrot:

Schmelzpunkt (Fp):

Lit.^[2]: 181 °C

Exp.: 178-179 °C

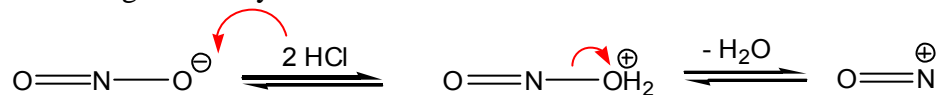
5. Spektrenerwertung:

IR-Spektrum (KBr, fest):

Exp. Wellenzahl [cm ⁻¹]	Lit. ^[3] Wellenzahl [cm ⁻¹]	Schwingungs typ ^[3]
3429.50	3600-3200	OH-Valenz
3075	3100-3000	=C-H-Valenz
2925.96	2960-2870	-CH ₃ -Valenz
1728.70	1720-1690	-C=O-Valenz
1604.60	1610-1590	Ringschwingung
1369.76	1360-1030	-C-N-Valenz
1145.33	1150-1100	-C-O-Valenz
818.31	840-810	=C-H-Deformation

6. Mechanismus:

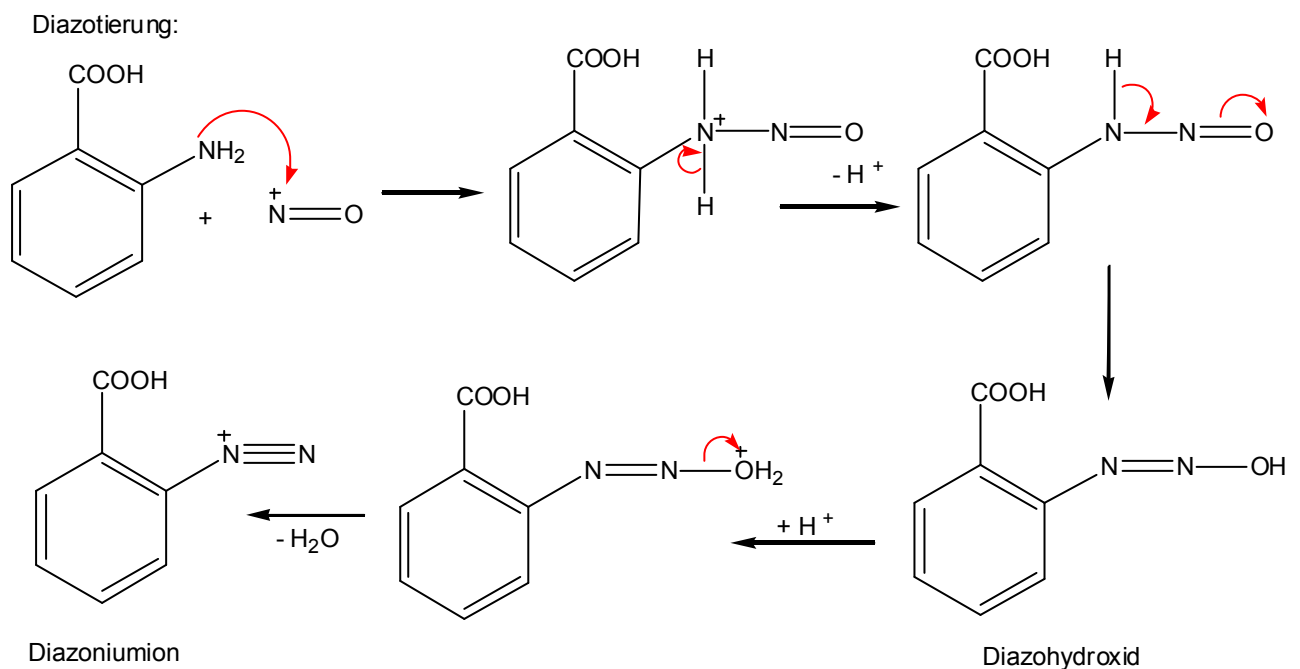
In einer Gleichgewichtsreaktion wird das Natriumnitrit durch die zugegebene Säure (Protonen) unter Wasserabspaltung angegriffen, wobei sich die für die weitere Reaktion wichtigen Nitrosyl Kationen bilden.



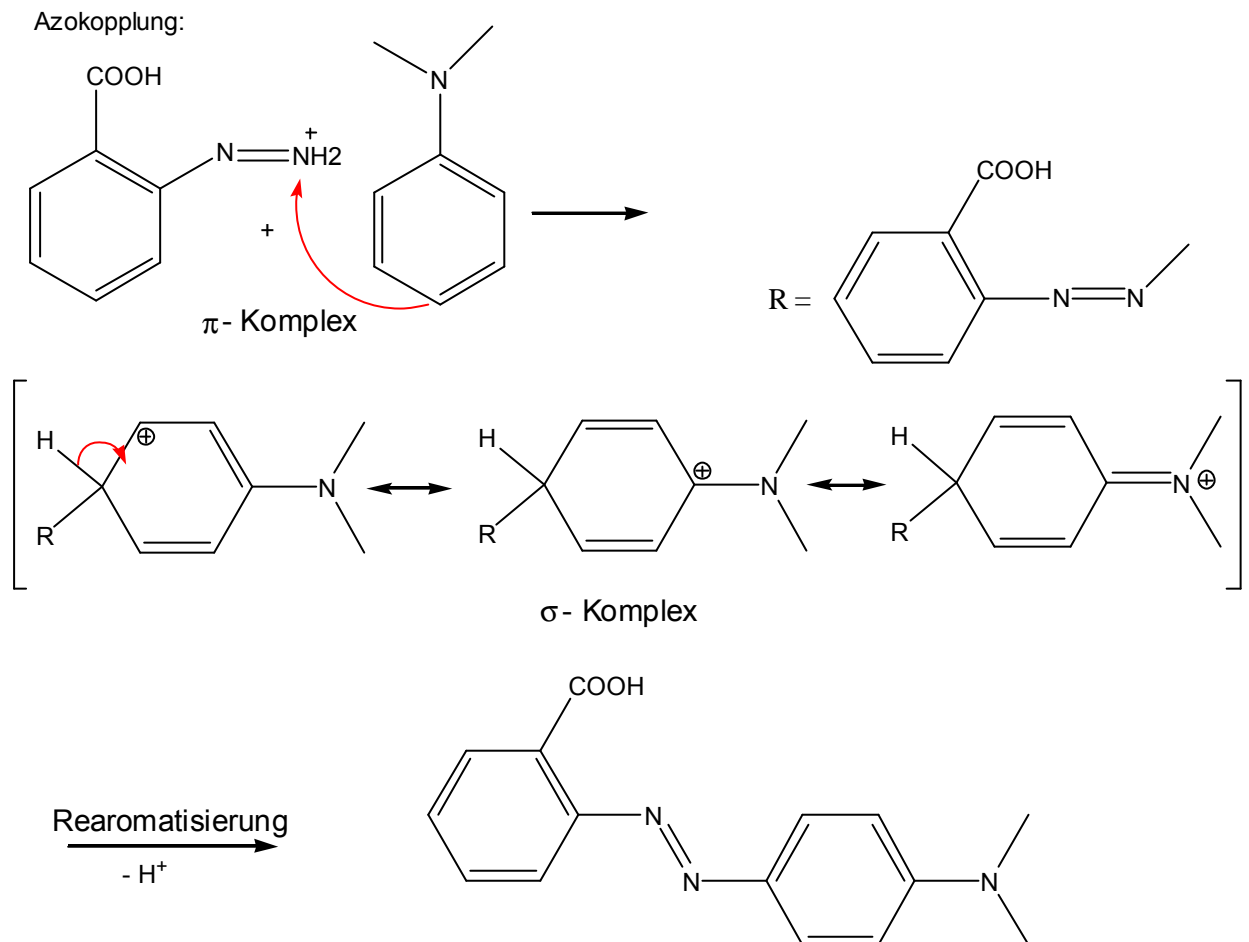
Dieses Nitrosyl Kation greift nun die Anthranilsäure elektrophil am freien Elektronenpaar der Aminogruppe an.

Unter Protonenabspaltung und -wanderung bildet sich ein Diazohydroxid.

Dieses wird durch ein Proton aktiviert und bildet unter Wasserabspaltung das Diazoniumion.



Das Diazoniumion reagiert nun mit dem p-Elektronensystem des *N,N*-Dimethylanilin unter elektrophiler aromatischer Substitution. Der hieraus entstehende p-Komplex reagiert zu einem s-Komplex mit einem über fünf Kohlenstoffatome delokalisierten p-Elektronensystem. Durch Abspaltung eines Protons erfolgt die Rearomatisierung. Der Angriff wird von dem vorhandenen *N*-Dimethoxy-Substituenten in para-Stellung dirigiert, da so die unten dargestellten mesomeren Grenzstrukturen möglich sind, den s-Komplex stabilisieren. Durch Abspaltung eines Protons wird das Produkt Methylrot gebildet.



7. Abfallentsorgung:

Waschwasser	wässriger saurer Abfall
-------------	-------------------------

Literatur:

- [1] Autorenkollektiv, *Organikum*, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, **2000**, 21. Auflage S.645.
- [2] Slotta, Franke, *Chem.Ber.*, **1933**, 66, 104-105.
- [3] Autorenkollektiv, *Organikum*, Wiley-VCH-Verlag, Weinheim, **2000**, 21. Auflage S.92-94.