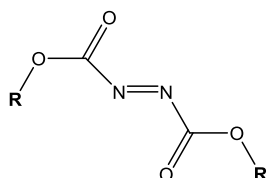


Untersuchungen zur thermischen Zersetzung von Azodicarboxylaten mittels STA-FTIR-MS

A. Berger, K.-D. Wehrstedt, P. Klack


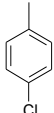
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
Unter den Eichen 87, 12205 Berlin

Azodicarboxylate, bekannt als reaktive Reagenzien, werden in der chemischen Industrie in gängigen Mitsunobu-Reaktionen, in elektrophilen Aminierungen, in pericyclischen Reaktionen und in der medizinischen Chemie verwendet [1-3]. Insbesondere Diethylazodicarboxylat (DEAD) findet unter den Azodicarboxylaten eine breite Anwendung. In Abwesenheit von Lösungsmitteln ist es jedoch sehr empfindlich bei Erwärmung unter definiertem Einschluss, stoßempfindlich und weist somit explosive Eigenschaften auf. Daher werden in der Synthesechemie seit Jahren große Anstrengungen unternommen, neue alternative Azo-Reagenzien zu entwickeln [4,5]. Im Jahr 2010 berichteten wir über die explosiven Eigenschaften und thermischen Gefahren einiger ausgewählter Azodicarboxylate [6].



Grundstruktur der Azodicarboxylate

Substituenten R1 bis R7

R = R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆	R ₇
-CH ₂ -CH ₃	-CH-(CH ₃) ₂	-C-(CH ₃) ₃	-C-(Cl) ₃	-(CH ₂) ₂ -O-CH ₃		
DEAD	DIAD	Di- <i>tert</i> -butyl-AD	TCEAD	DMEAD	DBAD	Di(4-chloro-benzyl)-AD

Das Ziel der vorliegenden Arbeit besteht darin, ausgewählte Azodicarboxylate mit Hilfe der Simultanen Thermischen Analyse (STA) gekoppelt mit der FTIR (Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie) und der Massenspektroskopie (MS) im Hinblick auf das thermische Zersetzungsverhalten zu untersuchen. Die Ergebnisse führen zu einem besseren Verständnis des Reaktionsmechanismus bei der thermischen Zersetzung in Abhängigkeit von der Struktur. Die Ergebnisse werden in dieser Arbeit vorgestellt und diskutiert.

Literatur:

1. Mitsunobu, O., *Synthesis* **1981**, 1-28.
2. Lanning, M. E., Fletcher, S., *Tetrahedron Letters* **2013**, 54, 4624-4628.
3. Dandapani S., Curran D.P., *Tetrahedron* **2002**, 58, 3855-3864.
4. Hagiya, K., Muramoto N., Misaki T., Sugimura T., *Tetrahedron*. **2009**, 65, 6109-6114.
5. Yang, J., Dai, L., Wang, X., Chen, Y., *Tetrahedron* **2011**, 67, 1456-1462.
6. Berger, A., Wehrstedt, K.D., *Journal of Loss Prevention Industries* **2010**, 23, 734-739.