

# **Liganden- und Struktur-basiertes Design und Entwicklung potentieller eIF4A-Inhibitoren**

Dissertation  
zur  
Erlangung des Doktorgrades  
der Naturwissenschaften  
(Dr. rer. nat.)

dem  
Fachbereich Pharmazie der  
Philipps-Universität Marburg  
vorgelegt von

**Thi Lan Phuong Pham, M. Sc.  
aus Salzgitter**

Marburg/Lahn, 2021

Erstgutachter: Prof. Dr. Martin Schlitzer  
Zweitgutachter: Prof. Dr. Arnold Grünweller  
eingereicht am: 05.10.2021  
Tag der mündlichen Prüfung: 16.11.2021  
Hochschulziffer: 1180

## Band 2

### Experimenteller Teil



# Inhaltsverzeichnis

<b>1 Experimenteller Teil</b>	<b>1</b>
1.1 Material und Methoden . . . . .	1
1.1.1 Lösungsmittel und Reagenzien . . . . .	1
1.1.2 Dünnschichtchromatographie (DC) . . . . .	1
1.1.3 Säulenchromatographische Reinigung . . . . .	2
1.1.4 <i>Medium Pressure Liquid Chromatography (MPLC)</i> . . . . .	2
1.1.5 Analytische Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) . . . .	2
1.1.6 Präparative Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC) . . . .	3
1.1.7 Kernspinresonanzspektroskopie (NMR) . . . . .	3
1.1.8 Massenspektrometrie (MS) . . . . .	4
1.1.9 Lyophilisierung . . . . .	4
1.1.10 Infrarotspektroskopie . . . . .	4
1.1.11 Schmelzpunktbestimmung . . . . .	4
1.2 Definition einer Nomenklatur für die <i>N</i> -Acylaminosäureamide . . . . .	5
1.3 Allgemeine Arbeitsvorschrift . . . . .	6
1.3.1 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Reduktion einer Nitrogruppe . . . . .	6
1.3.2 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Acylierung von Aminen mit Benzoylchlorid-Derivaten mit Kaliumcarbonat . . . . .	6
1.3.3 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Acylierung von Aminen mit Benzoylchlorid-Derivaten in Pyridin . . . . .	6
1.3.4 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Acylierung von Aminen mit substituierten Benzoësäuren . . . . .	7
1.3.5 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Acylierung von Aminen ohne Base in DCM . . . . .	7
1.3.6 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Acylierung von Aminen in Dichlormethan mit Triethylamin als Base . . . . .	7
1.3.7 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Acylierung von Aminen in Tetrahydrofuran mit Natriumhydrid als Base . . . . .	8

---

1.3.8	Allgemeine Arbeitsvorschrift: Sulfonamid-Bildung mit Triethylamin als Base . . . . .	8
1.3.9	Allgemeine Arbeitsvorschrift: Amidkupplung mit HATU als Kupplungsreagenz . . . . .	8
1.3.10	Allgemeine Arbeitsvorschrift: Amidkupplung mit EDC als Kupplungsreagenz . . . . .	9
1.3.11	Allgemeine Arbeitsvorschrift: Abspaltung der Boc-Schutzgruppe mit 4 M HCl in Dioxan . . . . .	9
1.3.12	Allgemeine Arbeitsvorschrift: Darstellung von Rhodaninen . . . . .	9
1.3.13	Allgemeine Arbeitsvorschrift: Kondensation von Rhodaninen mit Aldehyden . . . . .	10
1.3.14	Allgemeine Arbeitsvorschrift: DIELS-ALDER-Reaktion . . . . .	10
1.3.15	Allgemeine Anmerkung . . . . .	10
1.4	Darstellung der linearen Sulfonamid-Derivate . . . . .	11
1.4.1	Modifikation des Strukturelements III der linearen Sulfonamide . . . . .	11
1.4.2	Modifikation der funktionellen Gruppen . . . . .	42
1.4.3	Darstellung der Sulfonylbenzamid-Derivate . . . . .	53
1.4.4	Modifikation des Strukturelements I der linearen Sulfonamide . . . . .	60
1.4.5	Modifikation des Strukturelements I der linearen Sulfonamide durch die Verwendung und Variation eines <i>N</i> -Phenylrests . . . . .	116
1.5	Darstellung der propellerartigen Sulfonamide . . . . .	146
1.6	Darstellung der propellerartigen Carbonsäureamide . . . . .	165
1.7	Darstellung der DIELS-ALDER-Addukte . . . . .	185
1.8	Darstellung der Rhodanin-Derivate . . . . .	191
1.9	Darstellung der <i>N</i> -Acylaminosäureamide . . . . .	204
1.9.1	Synthese der Zwischenstufen mit verschiedenen Strukturelementen in den Subtaschen B und C . . . . .	204
1.9.2	Modifikation des Molekülteil A durch verschiedene aromatische Ringsysteme . . . . .	254

1.9.3	Phenylsuccinsäure-Derivate mit Modifikationen in den Molekülteilen A, B und C . . . . .	284
1.9.4	Phenylpropionsäure-Derivate mit Modifikationen in den Molekülteilen A, B und C . . . . .	354
1.9.5	Zimtsäure-Derivate mit Modifikationen in den Molekülteilen A, B und C	410
1.10	Darstellung nicht-proteinogener Aminosäuren . . . . .	490
1.11	Darstellung der verzweigten Sulfonamid-Derivate . . . . .	504
1.12	Biologische Testungen auf die Hemmung von eIF4A . . . . .	546
1.12.1	WST-1-Assay . . . . .	546
1.12.2	Dual-Luciferase-Assay . . . . .	547
1.12.3	Thermal Shift Assay (TSA) . . . . .	549
1.13	Biologische Testungen auf eine antischistosomal Aktivität . . . . .	550
<b>2</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>551</b>
<b>3</b>	<b>Eidesstattliche Erklärung</b>	<b>552</b>

# 1 Experimenteller Teil

## 1.1 Material und Methoden

### 1.1.1 Lösungsmittel und Reagenzien

Die verwendeten Chemikalien und Reagenzien wurden von den Firmen *ABCR*, *Acros Organics*, *Carbolution*, *Carl Roth*, *Chempur*, *Fisher Scientific*, *Fluorochem*, *Merck*, *Sigma-Aldrich*, *TCI* oder *VWR* kommerziell erworben und direkt eingesetzt. Alle Lösungsmittel wurden nach Standardverfahren gereinigt. Absolutiertes Lösungsmittel wurde über Molsieb der Porenweite 3 Å und Schutzgasatmosphäre aufbewahrt. Für chromatographische Trennungen an der HPLC wurde Acetonitril mit HPLC *grade* bei *VWR* erworben und Reinstwasser aus einer NOWA pure select-Anlage der Firma *KSN Wassertechnik* (Nistertal, Deutschland) verwendet.

### 1.1.2 Dünnschichtchromatographie (DC)

Für die Dünnschichtchromatographie wurden käuflich erworbene Aluminium-DC-Fertigplatten (Alugram SIL G/UV254) der Firma *Macherey-Nagel* verwendet. Hierbei wurden zwei verschiedene Methoden zur Detektion der Spots verwendet. Zum einen erfolgte die Detektion durch Fluoreszenzlösung mithilfe einer UV-Lampe bei einer Wellenlänge von 254 nm. Zum anderen wurde ein Ninhydrin- oder Cer-Reagenz genutzt. Hier kam es nach dem Erwärmen der DC-Platten zu einer Farbreaktion, die die zu detektierenden Spots aufzeigte.

Ninhydrin-Reagenz:

0.35 g Ninhydrin, 100 mL Butan-1-ol, 4.00 mL Eisessig

Cer-Reagenz:

28.0 g  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{ H}_2\text{O}$ , 0.50 g  $\text{Ce}(\text{NH}_4)_2(\text{NO}_3)_6$  und

28 mL konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  in 160 mL Wasser.

Kaliumpermanganat-

Reagenz:

3.00 g  $\text{KMnO}_4$ , 20.0 g  $\text{NaHCO}_3$ , 5 mL NaOH (5 %) in 240 mL

Wasser.

### 1.1.3 Säulenchromatographische Reinigung

Zur Reinigung der dargestellten Produkte wurde eine Säulenchromatographie mit leichtem Überdruck durchgeführt. Als stationäre Phase wurde Kieselgel 60 mit einer Korngröße von 0.040 – 0.063 mm der Firma *Macherey-Nagel* verwendet.

### 1.1.4 Medium Pressure Liquid Chromatography (MPLC)

Die präparative Trennung erfolgte an der MPLC-Anlage BÜCHI Pure C-810 Flash, der Firma *BÜCHI*. Es wurden verschiedene Kartuschen (FP ID Si oder FP SELECT Si) derselben Firma verwendet und entsprechend für das zu reinigen Rohprodukt und die Ansatzgröße ausgewählt. Die Detektion erfolgte bei vier Wellenlängen (254 nm, 265 nm, 280 nm, 320 nm). Bei Bedarf konnte dies angepasst werden. Das Lösungsmittelverhältnis und der Gradient wurden individuell eingestellt und sind in den Synthesevorschriften zu finden.

### 1.1.5 Analytische Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC)

Die analytischen Chromatogramme wurden mit einer *Primade Hitachi* Anlage (Hitachi Europe GmbH, Düsseldorf, Deutschland) bestehend aus einem Hitachi Primaide 1110 Pumpenkopf, 1210 Autoinjektor, 1310 Säulenofen, 1430 Diodenarray-Detektor und einer C18-Trennsäule (EC Nucleodur, 5 µM, 100 Å, 4.6 mm × 250 mm) der Firma *Macherey-Nagel GmbH & Co. KG*, Düren, Deutschland, aufgenommen. Als mobile Phase wurde ein Gemisch aus Reinstwasser + 0.1 % TFA (LM A) und Acetonitril + 0.1 % TFA (LM B) eingesetzt. Die chromatographische Trennung erfolgte durch Gradientenelution bei einer Flussrate von 1 mL/min und einem linearen Gradienten von 1 % LM B/min. Die Detektion erfolgte in einem Wellenlängenbereich von 220 nm bis 300 nm. Für die Auswertung wurde in der Regel das Signal bei 220 nm genutzt.

### 1.1.6 Präparative Hochleistungsflüssigkeitschromatographie (HPLC)

Präparative Trennungen erfolgten an einer HPLC-Anlage der Firma *Varian*, bestehend aus zwei Varian Prep Star Modell 218 Pumpen, einem Varian Modell 701 Fraktionskollektor und einem Varian Pro Star Modell 320 Detektor. Als stationäre Phase diente eine C18-Säule (Nucleodur, 5 µm, 100 Å, 32×250 mm, *Macherey-Nagel GmbH & Co. KG*, Düren, Deutschland). Es wurden dieselben Laufmittel (LM A und LM B) verwendet, die bei der analytischen HPLC bereits beschrieben wurden. Die chromatographische Trennung erfolgte durch Gradientenelution bei einer Flussrate von 20 mL/min und einem linearen Gradienten von 0.5 % LM B/min. Die Startkonzentration des Laufmittels B sowie der Gradient richteten sich nach der Retentionszeit des Produkts und dem Trennproblem. Die Detektion erfolgte bei einer Wellenlänge von 220 nm.

### 1.1.7 Kernspinresonanzspektroskopie (NMR)

Die NMR-Spektren wurden mit einer JEOL ECX-400, JEOL ECZ400S oder JEOL ECA-500 (*JEOL Ltd.*, Tokio, Japan) am Fachbereich Pharmazie der Philipps-Universität Marburg aufgenommen. Die Auswertung erfolgte mit der Software Delta 5.0.4.4 der Firma *Jeol Inc.*

Die chemische Verschiebung  $\delta$  in den NMR-Spektren wurde in ppm (*parts per million*) angegeben. Für die  $^1\text{H}$ - und  $^{13}\text{C}$ -NMR-Spektren wurde das jeweilige Lösungsmittelsignal als interner Standard verwendet ( $\text{CDCl}_3$   $^1\text{H}$ :  $\delta = 7.26$  ppm,  $^{13}\text{C}$ :  $\delta = 77.2$  ppm;  $\text{DMSO-d}_6$   $^1\text{H}$ :  $\delta = 2.5$  ppm,  $^{13}\text{C}$ :  $\delta = 39.52$  ppm;  $\text{D}_2\text{O}$   $^1\text{H}$ :  $\delta = 4.79$  ppm). Die chemische Verschiebung wurde in der Mitte des Signals abgelesen und die Kopplungskonstanten wurden in Hertz angegeben. Die Temperatur bei der Messung der Spektren betrug 303 K. Die Multiplizitäten wurden nach ihrem Erscheinungsbild hin interpretiert und entsprechen somit nicht immer den erwarteten Signalen. Bei Unklarheiten in der Zuordnung der  $^1\text{H}$ - sowie  $^{13}\text{C}$ -Signale wurden 2D-Spektren (HSQC, HMBC, COSY) aufgenommen. Es wurden folgende Abkürzungen für die Multiplizitäten verwendet: s (Singulett), bs (breites Singulett), d (Dublett), dd (Dublett vom Dublett), ddd (doppeltes Dublett vom Dublett), t (Triplet), dt (Dublett vom Triplet), q (Quartett), dq (Dublett vom Quartett), quint. (Quintett) und m (Multiplett).

### 1.1.8 Massenspektrometrie (MS)

Die Massenspektren wurden mit einem QTrap 2000 ESI-Massenspektrometer der Firma *Life Technologies GmbH* (Darmstadt, Deutschland) in der massenspektrometrischen Abteilung des Fachbereichs Pharmazie in Marburg aufgenommen. Die Proben wurden in Methanol gelöst. Einige Proben, die direkt aus den HPLC-Trennungen entnommen wurden, waren in H<sub>2</sub>O/ACN + 0.1 % TFA gelöst. Die angegebene Intensität des Massenpeaks der erhaltenen Produkte wurde auf den höchsten Peak normiert und ist in Klammern nach dem gefundenen Massenpeak in Prozent angegeben.

### 1.1.9 Lyophilisierung

Die synthetisierten Verbindungen wurden je nach Löslichkeit in Reinstwasser oder einer Lösung von *tert*-Butanol in Reinstwasser (w = 80 %) gelöst und an einer Gefriertrocknungsanlage Alpha 2-4 LDplus (*Martin Christ Gefriertrocknungsanlagen GmbH*, Osterode am Harz, Deutschland) lyophilisiert.

### 1.1.10 Infrarotspektroskopie

Die Infrarotspektren wurden mit einem Spektrometer des Typs *Alpha-P ATR-FTIR* der Firma *Bruker* aufgenommen. Die Lage der charakteristischen Banden wurde in Wellenzahlen cm<sup>-1</sup> angegeben und deren Intensität wurde wie folgt eingestuft.

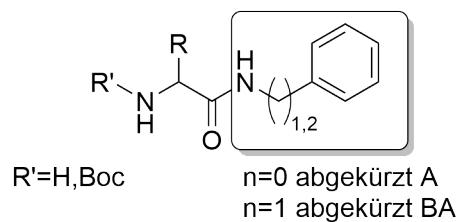
vs (very strong):	sehr stark ab ca. 75% der Transmisionsintensität
s (strong):	stark von ca. 50 - 75% der Transmisionsintensität
m (medium):	mittel von ca. 25 - 50% der Transmisionsintensität
w (weak):	schwach bis ca. 25% der Transmisionsintensität

### 1.1.11 Schmelzpunktbestimmung

Die Schmelzpunkte wurden mithilfe des Schmelzpunktgerätes (Typ Mel-Temp® II) der Firma *Laboratory Devices Inc., USA*, bestimmt.

## 1.2 Definition einer Nomenklatur für die *N*-Acylaminosäureamide

In dieser Arbeit wurden verschiedene *N*-Acylaminosäureamide synthetisiert, die für die Subtaschen A, B und C optimiert wurden. Die Benennung der die unterschiedlichen Subtaschen adressierenden Molekülteile erfolgte, wie im Folgenden beschrieben, um die Bezeichnung der Zwischenstufen zu erleichtern. Das Molekülteil C bestand aus Aminosäuren und wurden dementsprechend danach bezeichnet: Phenylglycin (Phg), Leucin (Leu), Isoleucin (Ile) und Valin (Val). Dabei wurde zwischen den D- und L-Enantiomeren unterschieden. Teil B war entweder ein Anilin- (A) oder Benzylamin-Rest (BA), die verschiedene Substituenten enthielten. Diese wurden zu der Abkürzung entsprechend ergänzt. Beispielhaft steht (4-OMe)A für einen 4-Methoxyanilin-Rest.



335

Abbildung 1: Definition der Abkürzung für die Edukte der *N*-Acylaminosäureamide.

## 1.3 Allgemeine Arbeitsvorschrift

### 1.3.1 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Reduktion einer Nitrogruppe

Die Nitroverbindung (1.0 eq) wurde in Ethylacetat (ca. 20 mL/mmol) gelöst und mit Zinn(II)-chlorid Dihydrat (5.0 eq) versetzt. Das Reaktionsgemisch wurde 2-4 h unter Rückfluss gerührt und nach vollständigem Umsatz, welcher durch Reaktionskontrollen mittels DC ermittelt wurde, auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Suspension wurde mit einer ges. NaHCO<sub>3</sub>-Lösung auf einen pH-Wert von 7-8 eingestellt. Der ausgefallene Feststoff wurde über Celite filtriert. Nach Abtrennung der organischen Phase wurde die wässrige Phase dreimal mit Ethylacetat extrahiert. Die vereinten organischen Phasen wurden über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach Filtration wurde das Lösungsmittel unter verminderterem Druck entfernt. Die erhaltene Aminverbindung wurde im Vakuum getrocknet.

### 1.3.2 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Acylierung von Aminen mit Benzoylchlorid-Derivaten mit Kaliumcarbonat

Das Amin (1.0 eq) wurde in abs. Dichlormethan (ca. 10 mL/mmol) gelöst und mit Kaliumcarbonat (3.5 eq) versetzt. Das Benzoylchlorid-Derivat (2.0 eq) wurde langsam zugetropft und das Reaktionsgemisch 24-48 h bei RT gerührt. Nach vollständigem Umsatz wurde die Suspension mit demin. Wasser versetzt und der Feststoff filtriert. Nach Abtrennung der organischen Phase wurde die wässrige Phase dreimal mit Dichlormethan extrahiert. Die vereinten organischen Phasen wurden über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach Filtration wurde das Lösungsmittel unter verminderterem Druck entfernt. Der erhaltene Rückstand wurde säulenchromatographisch gereinigt und im Vakuum getrocknet.

### 1.3.3 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Acylierung von Aminen mit Benzoylchlorid-Derivaten in Pyridin

Das Amin (1.0 eq) wurde in wenig Pyridin (ca. 5 mL/mmol) gelöst und bei 0 °C mit dem Benzoylchlorid-Derivat versetzt. Die Reaktionslösung wurde 24 h bei RT gerührt. Pyridin wurde unter verminderterem Druck entfernt und der erhaltene Rückstand in einem Gemisch

aus Ethylacetat und demin. Wasser aufgenommen. Die wässrige Phase wurde abgetrennt und dreimal mit Ethylacetat extrahiert. Die vereinten organischen Phasen wurden dreimal mit demin. Wasser und einmal mit einer gesättigten NaCl-Lösung gewaschen. Die organische Phase wurde über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach Filtration wurde das Lösungsmittel unter verminderem Druck entfernt. Der erhaltene Rückstand wurde säulenchromatographisch gereinigt und das Produkt im Vakuum getrocknet.

#### **1.3.4 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Acylierung von Aminen mit substituierten Benzoesäuren**

Das Benzoesäure-Derivat (1.1 eq) wurde in Toluol (ca. 10 mL/mmol) suspendiert und bei RT mit Oxalylchlorid (1.5 eq) versetzt. Die Suspension wurde 4.5 h bei 110 °C gerührt. Das Amin (1.0 eq) und Kaliumcarbonat (3.5 eq) wurden hinzugefügt und das Reaktionsgemisch wurde 24 h bei RT gerührt. Der Feststoff wurde mittels Filtration erhalten, mit demin. Wasser gewaschen und säulenchromatographisch gereinigt und das Produkt im Vakuum getrocknet.

#### **1.3.5 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Acylierung von Aminen ohne Base in DCM**

Das Amin (1.0 eq) wurde in abs. Dichlormethan (ca. 10 mL/mmol) gelöst und das Carbonsäurechlorid (2.0 eq) langsam zugetropft. Das Reaktionsgemisch wurde 24 h bei RT gerührt. Nach vollständigem Umsatz wurde das Lösungsmittel unter verminderem Druck entfernt. Das Rohprodukt säulenchromatographisch gereinigt und das erhaltene Produkt im Vakuum getrocknet.

#### **1.3.6 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Acylierung von Aminen in Dichlormethan mit Triethylamin als Base**

Das Amin (1.0 eq) wurde in Dichlormethan (ca. 10 mL/mmol) gelöst und mit Triethylamin (1.5 eq) versetzt. Die Reaktionslösung wurde 10 min bei 0 °C gerührt. Anschließend wurde das Säurechlorid (1.0 eq) langsam zugetropft und das Reaktionsgemisch 24 h bei RT gerührt. Nach vollständigem Umsatz wurde die organische Phase dreimal mit 1 M HCl-Lösung, dreimal mit einer gesättigten NaHCO<sub>3</sub>-Lösung und einmal mit einer gesättigten NaCl-Lösung

gewaschen. Die organische Phase wurde über MgSO<sub>4</sub> getrocknet und nach der Filtration das Lösungsmittel unter verminderem Druck entfernt. Anschließend erfolgte eine säulenchromatographische Aufreinigung. Das erhaltene Produkt wurde im Vakuum getrocknet.

### **1.3.7 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Acylierung von Aminen in Tetrahydrofuran mit Natriumhydrid als Base**

Das Amin (1.0 eq) wurde in abs. Tetrahydrofuran (ca. 10 mL/mmol) gelöst und mit Natriumhydrid (1.5 eq) versetzt. Die Reaktionslösung wurde 10 min bei 0 °C gerührt. Anschließend wurde das Säurechlorid (1.0 eq) langsam zugetropft und das Reaktionsgemisch 24 h bei RT gerührt. Nach vollständigem Umsatz wurde das Reaktionsgemisch mit demin. Wasser versetzt. Die wässrige Phase wurde dreimal mit Dichlormethan extrahiert. Die vereinten organischen Phasen wurden einmal mit einer gesättigten NaCl-Lösung gewaschen und über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach Filtration wurde das Lösungsmittel unter verminderem Druck entfernt. Der erhaltene Rückstand wurde säulenchromatographisch gereinigt und im Vakuum getrocknet.

### **1.3.8 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Sulfonamid-Bildung mit Triethylamin als Base**

Das Amin (1.0 eq) wurde in Dichlormethan (ca. 10 mL/mmol) gelöst. Die Lösung wurde mit Triethylamin (1.5 eq) versetzt und 30 min bei 0 °C gerührt. Das Sulfonsäurechlorid (1.0 eq) wurden in abs. Dichlormethan gelöst und langsam zur Reaktionslösung getropft. Es wurde 24 h bei RT gerührt. Nach vollständiger Umsetzung wurde die organische Phase dreimal mit 1 M HCl-, ges. NaHCO<sub>3</sub>- und zweimal mit ges. NaCl-Lösung gewaschen und über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach Filtration wurde das Lösungsmittel unter verminderem Druck entfernt. Das Produkt wurde bei Bedarf aus Ethanol umkristallisiert oder säulenchromatographisch gereinigt und im Vakuum getrocknet.

### **1.3.9 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Amidkupplung mit HATU als Kupplungsreagenz**

Das Amin (1.0 eq) wurde in DMF (ca. 5 mL/mmol) gelöst und mit DIPEA (2.0 eq) versetzt. Die Reaktionslösung wurde 10 min bei 0 °C gerührt. Anschließend wurden die Säure (1.0 eq) und HATU (1.2 eq) hinzugefügt. Das Reaktionsgemisch wurde 24 h bei RT gerührt und nach

vollständigem Umsatz in Dichlormethan aufgenommen. Die organische Phase wurde dreimal mit 1 M HCl-Lösung, dreimal mit 1 M NaOH-Lösung und einmal mit gesättigter NaCl-Lösung gewaschen. Anschließend wurde die organische Phase über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach der Filtration wurde das Lösungsmittel unter verminderterem Druck entfernt. Der erhaltene Rückstand wurde säulenchromatographisch gereinigt und das Produkt im Vakuum getrocknet.

### **1.3.10 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Amidkupplung mit EDC als Kupplungsreagenz**

Das Amin (1.0 eq) wurde in Dichlormethan (ca. 10 mL/mmol) gelöst und mit Triethylamin (2.0 eq) versetzt. Die Reaktionslösung wurde 10 min bei 0 °C gerührt. Anschließend wurden die Säure (1.0 eq), EDC · HCl (1.5 eq) und HOBr (1.5 eq) hinzugefügt. Das Reaktionsgemisch wurde 24 h bei RT gerührt. Nach vollständigem Umsatz wurde das Lösungsmittel unter verminderterem Druck entfernt. Das Rohprodukt direkt säulenchromatographisch gereinigt und das Produkt im Vakuum getrocknet.

### **1.3.11 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Abspaltung der Boc-Schutzgruppe mit 4 M HCl in Dioxan**

Die Boc-geschützte Verbindung wurde in einem Überschuss einer 4 M HCl-Lösung in Dioxan gerührt. Mittels Dünnschichtchromatographie wurde der Umsatz beobachtet und der ausgefallene Feststoff nach der vollständigen Abspaltung abfiltriert und im Vakuum getrocknet.

### **1.3.12 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Darstellung von Rhodaninen**

Kohlenstoffdisulfid (1.5 eq) und das Amin (1.0 eq) wurden in wenig Isopropanol (ca. 2 mL/mmol) gelöst und 6 h bei RT gerührt. Anschließend wurde 2-Brom-2-phenylessigsäure (1.0 eq), gelöst in 1 mL Isopropanol, hinzugefügt. Die Reaktionslösung wurde 24 h bei RT gerührt. Nach vollständigem Umsatz wurde sie mit einer NH<sub>4</sub>Cl-Lösung versetzt. Die wässrige Phase wurde dreimal mit Diethylether extrahiert. Die vereinten organischen Phasen wurden über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach Filtration wurde das Lösungsmittel unter verminderterem Druck entfernt. Der erhaltene Rückstand wurde säulenchromatographisch gereinigt und das Produkt im Vakuum getrocknet.

**1.3.13 Allgemeine Arbeitsvorschrift: Kondensation von Rhodaninen mit Aldehyden**

Das Rhodanin (1.0 eq) wurde in Methanol (ca. 10 mL/mmol) gelöst. Die Lösung wurde mit Ethyldiamin-Diacetat (EDA) (0.6 eq) und dem Aldehyd (1.2 eq) versetzt und 24 h bei RT gerührt. Der gebildete Feststoff wurde über Filtration erhalten und mittels Säulenchromatographie oder Umkristallisation aus Methanol gereinigt. Das erhaltene Produkt wurde im Vakuum getrocknet.

**1.3.14 Allgemeine Arbeitsvorschrift: DIELS-ALDER-Reaktion**

Das Dien (1.0 eq) wurde in Xylen (Isomerengemisch, ca. 12 mL/mmol) suspendiert und das Dienophil (1.0 eq) hinzugefügt. Das Reaktionsgemisch wurde 2 h unter Rückfluss und anschließend 24 h bei RT gerührt. Das Lösungsmittel wurde unter verminderter Druck entfernt. Der erhaltene Rückstand wurde aus Xylen umkristallisiert.

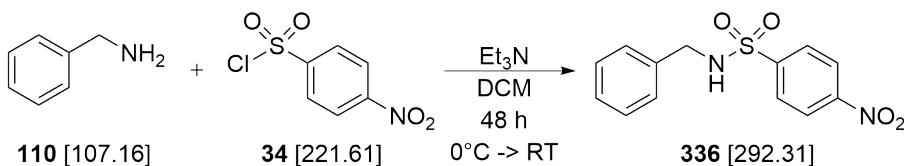
**1.3.15 Allgemeine Anmerkung**

Beim Waschen und Extrahieren der Phasen wurde mind. dasselbe Volumen des Lösungsmittels wie das in der vorliegenden Phase verwendet. Bei der säulenchromatografischen Reinigung der Produkte wurde teilweise das Verhältnis des Lösungsmittelgemisches im Verlauf geändert. Dies ist im Folgenden durch einen Pfeil ( $\rightarrow$ ) symbolisiert.

## 1.4 Darstellung der linearen Sulfonamid-Derivate

### 1.4.1 Modifikation des Strukturelements III der linearen Sulfonamide

#### N-Benzyl-4-nitrobenzensulfonamid



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	22.6	5.004	-
Benzylamin	107.16	0.98	1.0	22.6	2.418	2.46
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	33.9	3.430	4.72

#### Versuchsdurchführung

2.46 mL (22.6 mmol, 1.0 eq) Benzylamin wurden in Dichlormethan gelöst. Die Lösung wurde mit 4.72 mL (33.9 mmol, 1.5 eq) Triethylamin versetzt und 30 min bei 0 °C gerührt. 5.004 g (22.6 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid wurden in abs. Dichlormethan gelöst und langsam zur Reaktionslösung getropft. Die rot-braune Lösung wurde 24 h bei RT gerührt. Nach vollständiger Umsetzung wurde die organische Phase dreimal mit 1 M HCl-, ges. NaHCO<sub>3</sub>- und zweimal mit ges. NaCl-Lösung gewaschen und über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach Filtration wurde das Lösungsmittel unter verminderterem Druck entfernt. Das Produkt wurde aus Ethanol umkristallisiert und im Vakuum getrocknet. Es konnten 4.903 g (16.8 mmol, 74 %) des Produkts als rot-braune Kristalle erhalten werden.

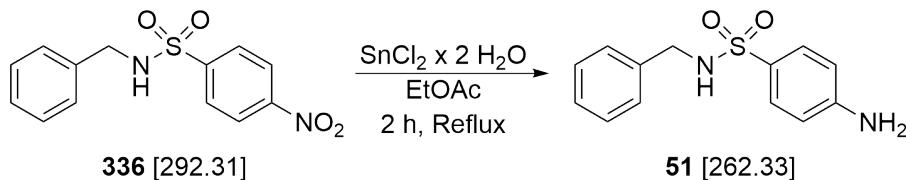
#### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 292.05, gef.: 293.12 [M+H]<sub>+</sub> (30), 310.03 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.84 (t, 1H, <sup>3</sup>J = 6.2 Hz, NH), 8.37-8.34 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.02-7.99 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.20 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 4.07 (d, 2H, <sup>3</sup>J = 6.2 Hz, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C}$ -NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 149.4$  ( $C_{\text{arom}}$ ), 146.4 ( $C_{\text{arom}}$ ), 137.1 ( $C_{\text{arom}}$ ), 128.2 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.0 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 127.6 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 127.2 ( $C_{\text{arom}}$ ), 124.4 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 46.1 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.72 (Pantan/EtOAc 1:1 +1 % Et<sub>3</sub>N).

**4-Amino-N-benzylbenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
<i>N</i> -Benzyl-4-nitrobenzenesulfonamid	292.31	1.0	6.91	2.020
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	34.3	7.740

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 2.020 g (6.91 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzyl-4-nitrobenzenesulfonamid. Es konnten 1.418 g (5.65 mmol, 82 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

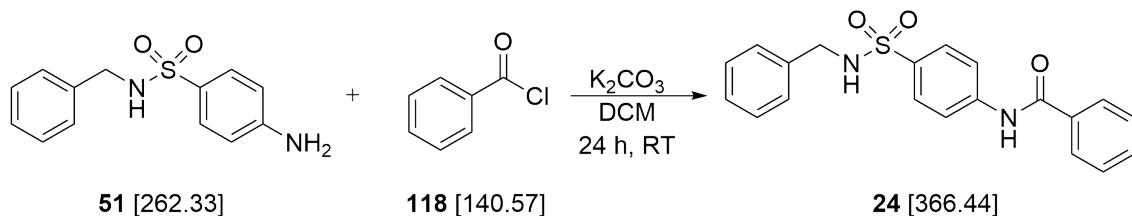
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 262.08, gef.: 263.05 [M+H]<sup>+</sup> (100), 280.03 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (30).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.60 (t, 1H, <sup>3</sup>J = 6.4 Hz, NH), 7.46-7.43 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.29-7.23 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 6.63-6.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.90 (s, 2H, NH<sub>2</sub>), 3.88 (d, 2H, <sup>3</sup>J = 6.4 Hz, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 152.5 (C<sub>arom</sub>), 138.1 (C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (C<sub>arom</sub>), 125.6 (C<sub>arom</sub>), 112.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 46.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Pantan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-Benzylsulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-35-061)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzensulfonamid	262.33	-	1.0	1.14	0.300	-
Benzoylchlorid	140.57	1.21	2.0	2.28	0.320	0.26
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.21	-	3.5	3.99	0.551	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.300 g (1.14 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzensulfonamid und 0.26 mL (2.28 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM → DCM/MeOH 50:1) gereinigt. Es konnten 0.269 g (0.73 mmol, 64 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 366.10, gef.: 367.01 [M+H]<sup>+</sup> (100), 384.01 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (50), 388.98 [M+Na]<sup>+</sup> (75).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 367.1087, gef.: 367.1109 [M+H]<sup>+</sup>.

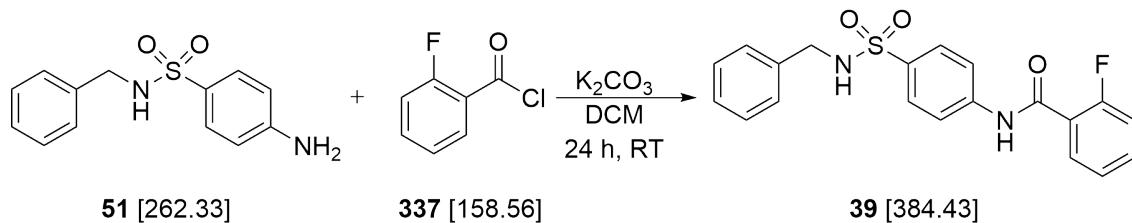
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.57 (bs, 1H, NH), 8.00-7.97 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.81-7.79 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.65-7.61 (m, 1H, NH), 7.58-7.53 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.25 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 3.98 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.0 (*C=O*), 142.7 (*C<sub>arom</sub>*), 137.8 (*C<sub>arom</sub>*), 135.0 (*C<sub>arom</sub>*), 134.5 (*C<sub>arom</sub>*), 131.9 (*C<sub>arom</sub>*), 128.4 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.8 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.1 (*C<sub>arom</sub>*), 119.9 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 46.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3341 (w), 3169 (w), 1663 (m), 1590 (m), 1579 (m), 1527 (m), 1494 (w), 1464 (w), 1454 (w), 1441 (w), 1401 (m), 1336 (m), 1316 (m), 1265 (w), 1158 (s), 1085 (w), 1026 (w), 896 (w), 836 (m), 794 (w), 737 (m), 712 (m), 692 (m), 653 (s), 573 (s), 541 (s), 510 (w), 500 (w), 462 (w), 415 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 202 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.38 (Pentan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-Benzylsulfamoyl)phenyl)-2-fluorbenzamid (Schl-38-006)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	-	1.0	0.76	0.200	-
2-Fluorobenzoylchlorid	158.56	1.33	2.0	1.52	0.241	0.18
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.21	-	3.5	2.66	0.368	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid und 0.18 mL (1.52 mmol, 2.0 eq) 2-Fluorbenzoylchlorid. Das erhaltene Rohprodukt wurde mehrmals säulenchromatographisch (DCM → DCM/MeOH 20:1) gereinigt. Es konnten 0.122 g (0.32 mmol, 42 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 384.09, gef.: 385.08 [M+H]<sup>+</sup> (70), 402.08 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (5), 407.00 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 385.0993, gef.: 385.1019 [M+H]<sup>+</sup>.

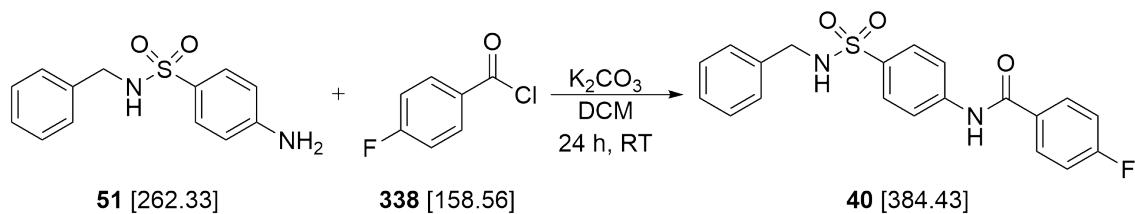
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.77 (s, 1H, NH), 8.04 (t, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 1H, NH), 7.92-7.89 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.81-7.79 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.72-7.68 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.58 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.34 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.23 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 3.97 (d, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 162.4 ( $\text{C=O}$ ), 158.9 (d,  $^1\text{J} = 249.2$  Hz,  $C_{\text{arom}}$ ), 142.1 ( $C_{\text{arom}}$ ), 137.7 ( $C_{\text{arom}}$ ), 135.3 ( $C_{\text{arom}}$ ), 132.9 (d,  $^3\text{J} = 8.2$  Hz,  $C_{\text{arom}}$ ), 129.9 (d,  $^3\text{J} = 2.8$  Hz,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.2 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 127.7 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 127.6 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 127.1 ( $C_{\text{arom}}$ ), 124.6 (m, 2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 119.5 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 116.2 (d,  $^2\text{J} = 21.6$  Hz,  $C_{\text{arom}}$ ), 46.1 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3252 (w), 2921 (w), 1648 (m), 1611 (w), 1592 (m), 1528 (m), 1495 (w), 1482 (m), 1454 (m), 1421 (w), 1398 (m), 1316 (s), 1281 (m), 1254 (w), 1224 (w), 1209 (w), 1181 (w), 1148 (s), 1091 (m), 1059 (m), 1026 (w), 902 (w), 830 (w), 815 (m), 782 (w), 750 (s), 706 (m), 695 (s), 642 (s), 629 (s), 600 (s), 579 (s), 536 (s), 517 (s), 452 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 175 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.26 (DCM/MeOH 20:1).

**N-(4-(N-Benzylsulfamoyl)phenyl)-4-fluorbenzamid (Schl-38-008)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzensulfonamid	262.33	-	1.0	0.95	0.250	-
4-Fluorobenzoylchlorid	158.56	1.33	2.0	1.91	0.303	0.23
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.21	-	3.5	3.33	0.460	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.250 g (0.95 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzensulfonamid und 0.23 mL (1.91 mmol, 2.0 eq) 4-Fluorbenzoylchlorid. Es konnten 0.315 g (0.82 mmol, 86 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 384.09, gef.: 385.07 [M+H]<sup>+</sup> (100), 402.06 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (20), 406.96 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 385.1017, gef.: 385.1020 [M+H]<sup>+</sup>.

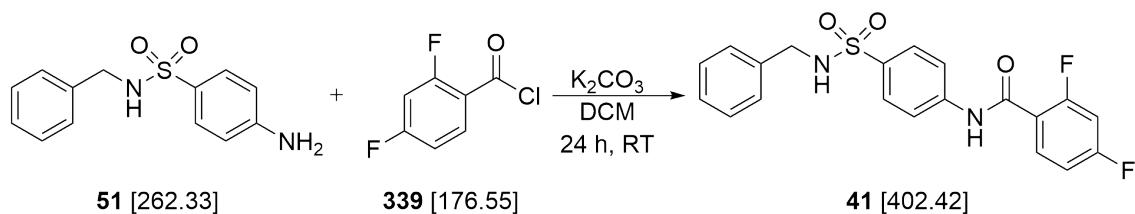
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.08-8.05 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.98-7.95 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.81-7.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.41-7.37 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.23 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 3.98 (bs, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C}$ -NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 165.2 (d,  $^1\text{J}$  = 249.6 Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 164.9 ( $C=O$ ), 142.6 ( $C_{arom}$ ), 137.8 ( $C_{arom}$ ), 135.1 ( $C_{arom}$ ), 130.9 (d,  $^4\text{J}$  = 2.9 Hz,  $C_{arom}$ ) 130.6 (d,  $^3\text{J}$  = 9.1 Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.1 ( $C_{arom}$ ), 120.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 115.4 (d,  $^2\text{J}$  = 21.8 Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 46.1 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3340 (w), 3167 (w), 1662 (m), 1590 (m), 1530 (m), 1503 (m), 1455 (w), 1398 (w), 1333 (m), 1317 (m), 1264 (w), 1233 (m), 1151 (s), 1094 (w), 1053 (m), 899 (w), 853 (w), 835 (s), 760 (m), 728 (m), 704 (s), 687 (m), 666 (m), 608 (s), 593 (s), 570 (m), 542 (m), 528 (s), 500 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 223 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.64 (DCM/MeOH 50:1).

**N-(4-(N-Benzylsulfamoyl)phenyl)-2,4-difluorbenzamid (Schl-38-005)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	-	1.0	0.76	0.200	-
2,4-Difluorobenzoylchlorid	176.55	1.44	2.0	1.52	0.268	0.19
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.21	-	3.5	2.66	0.368	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid und 0.19 mL (1.52 mmol, 2.0 eq) 2,4-Difluorbenzoylchlorid. Es konnten 0.179 g (0.44 mmol, 58 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>16</sub>F<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 402.08, gef.: 403.02 [M+H]<sup>+</sup> (100), 420.07 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (20), 425.15 [M+Na]<sup>+</sup> (25).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>16</sub>F<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 403.0922, gef.: 403.0926 [M+H]<sup>+</sup>.

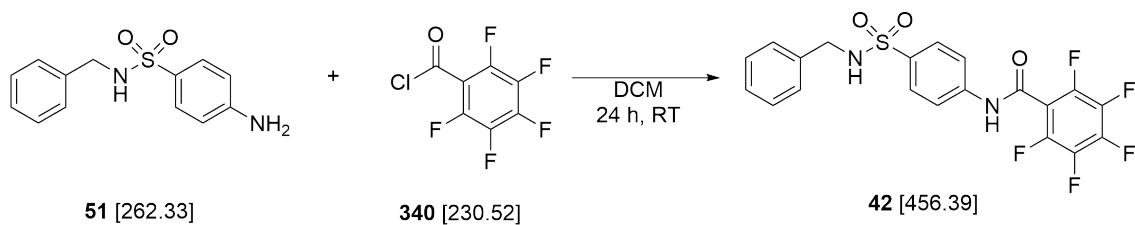
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.76 (s, 1H, NH), 8.04 (t, 1H, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, NH), 7.90-7.88 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.82-7.76 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.47-7.42 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.22 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 3.97 (d, 2H, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 163.6 (d,  $^1\text{J}$  = 228.5 Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 162.4 ( $C=O$ ), 159.7 (d,  $^1\text{J}$  = 252.8 Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 142.1 ( $C_{arom}$ ), 137.7 ( $C_{arom}$ ), 135.3 ( $C_{arom}$ ), 131.8 (dd,  $J$  = 10.2, 4.4 Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.1 ( $C_{arom}$ ), 121.2 (dd,  $J$  = 14.9, 3.6 Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 119.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 111.9 (dd,  $J$  = 21.7, 3.5 Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 104.7 (m, 1C,  $C_{arom}$ ), 46.1 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3252 (w), 1648 (m), 1612 (w), 1594 (m), 1532 (m), 1498 (m), 1421 (m), 1398 (m), 1310 (m), 1263 (m), 1147 (s), 1086 (m), 1060 (m), 972 (m), 901 (w), 873 (w), 863 (w), 827 (m), 761 (w), 749 (m), 736 (w), 697 (s), 610 (s), 598 (s), 585 (s), 543 (s), 530 (s), 465 (w), 454 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 199 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.59 (Pantan/EtOAc 1:1).

**N-(4-(N-Benzylsulfamoyl)phenyl)-2,3,4,5,6-pentafluorbenzamid (Schl-38-029)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	-	1.0	0.95	0.250	-
Pentafluorobenzoylchlorid	230.52	1.601	2.0	1.91	0.439	0.27

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.250 g (0.95 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid und 0.27 mL (1.52 mmol, 2.0 eq) Pentafluorbenzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.234 g (0.51 mmol, 54 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>13</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 456.06, gef.: 457.13 [M+H]<sup>+</sup> (20), 479.02 [M+Na]<sup>+</sup> (25).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>13</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 457.0640, 479.0459, gef.: 457.0635 [M+H]<sup>+</sup>, 479.0456 [M+Na]<sup>+</sup>.

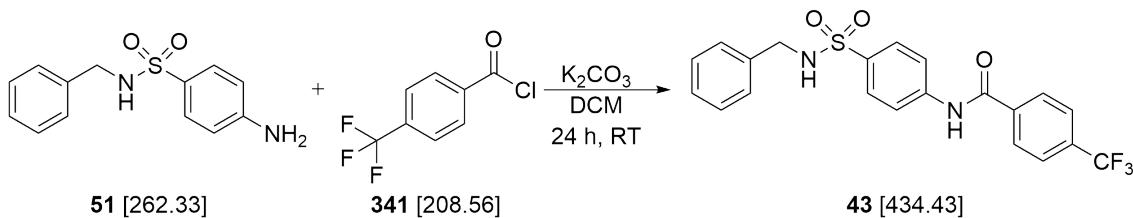
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 11.35 (bs, 1H, NH), 8.10 (t, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 1H, NH), 7.84 (s, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.23 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 3.98 (d, <sup>3</sup>J = 6.2 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C}$ -NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 155.4 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 143.3 (dm,  $^1\text{J}$  = 248.6 Hz, 2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 141.8 (dm,  $^1\text{J}$  = 254.3 Hz,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 141.0 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 137.6 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 137.1 (dm,  $^1\text{J}$  = 253.0 Hz, 2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 136.3 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.2 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.9 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.6 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.1 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 119.6 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 112.0 (m,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 46.1 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3312 (w), 3249 (m), 1668 (m), 1650 (m), 1594 (m), 1539 (m), 1519 (m), 1488 (vs), 1455 (w), 1422 (m), 1399 (s), 1361 (w), 1321 (vs), 1300 (m), 1257 (m), 1209 (w), 1150 (s), 1104 (m), 1093 (s), 1055 (m), 1029 (w), 997 (vs), 983 (s), 898 (m), 868 (w), 833 (m), 816 (w), 803 (w), 779 (w), 746 (m), 693 (s), 678 (s), 660 (s), 599 (s), 585 (m), 569 (m), 539 (vs), 529 (vs), 499 (m), 451 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 210 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.31 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-Benzylsulfamoyl)phenyl)-4-(trifluormethyl)benzamid (Schl-38-009)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	-	1.0	0.95	0.250	-
4-Trifluormethylbenzoylchlorid	208.56	1.40	2.0	1.91	0.398	0.28
$\text{K}_2\text{CO}_3$	138.21	-	3.5	3.33	0.460	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.250 g (0.95 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid und 0.28 mL (1.91 mmol, 2.0 eq) 4-Trifluormethylbenzoylchlorid. Es konnten 0.386 g (0.89 mmol, 94 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{17}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$  ber.: 434.09, gef.: 435.05  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (50), 452.17  $[\text{M}+\text{NH}_4]^+$  (10), 457.00  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (50).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{17}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$  ber.: 435.0985, 473.0558, gef.: 435.0980  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 473.0558  $[\text{M}+\text{K}]^+$ .

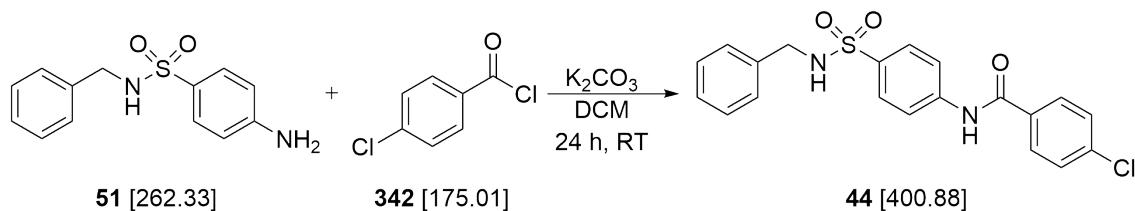
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.18 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.98-7.92 (m, 4H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.81 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.30-7.23 (m, 5H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 3.98 (bs, 2H,  $\text{CH}_2$ ) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 164.9 (*C=O*), 142.7 (*C<sub>arom</sub>*), 138.5 (m, *C<sub>arom</sub>*), 137.8 (*C<sub>arom</sub>*), 135.2 (*C<sub>arom</sub>*), 131.5 (q, <sup>2</sup>J = 31.8 Hz, *C<sub>arom</sub>*), 128.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*) 128.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.1 (*C<sub>arom</sub>*), 125.4 (q, <sup>3</sup>J = 3.8 Hz, 2C, *C<sub>arom</sub>*), 123.9 (q, <sup>1</sup>J = 272.3 Hz, CF<sub>3</sub>) 122.5 (*C<sub>arom</sub>*), 120.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 46.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3346 (w), 3259 (w), 1666 (m), 1590 (m), 1528 (s), 1510 (w), 1411 (w), 1324 (s), 1312 (s), 1264 (w), 1183 (w), 1157 (s), 1123 (s), 1114 (s), 1104 (m), 1065 (m), 1047 (m), 1029 (w), 899 (w), 861 (m), 850 (w), 838 (m), 818 (w), 769 (w), 754 (w), 720 (m), 700 (m), 674 (s), 638 (w), 622 (w), 604 (m), 577 (m), 544 (s), 525 (m), 501 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 244 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.75 (DCM/MeOH 30:1).

**N-(4-(N-Benzylsulfamoyl)phenyl)-4-chlorobenzamid (Schl-38-002)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	-	1.0	1.13	0.297	-
<i>p</i> -Chlorobenzoylchlorid	175.01	1.37	2.0	2.26	0.396	0.29
$\text{K}_2\text{CO}_3$	138.21	-	3.5	3.96	0.546	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.297 g (1.13 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid und 0.29 mL (2.26 mmol, 2.0 eq) *p*-Chlorbenzoylchlorid. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulenchromatographisch ( $\text{DCM} \rightarrow \text{DCM}/\text{MeOH}$  50:1) gereinigt. Es konnten 0.402 g (1.00 mmol, 88 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(-) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{17}\text{ClN}_2\text{O}_3\text{S}$  ber.: 400.06, gef.: 399.24  $[\text{M}-\text{H}]^-$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{17}\text{ClN}_2\text{O}_3\text{S}$  ber.: 401.0721, 439.0280, gef.: 401.0720  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 439.0288  $[\text{M}+\text{K}]^+$ .

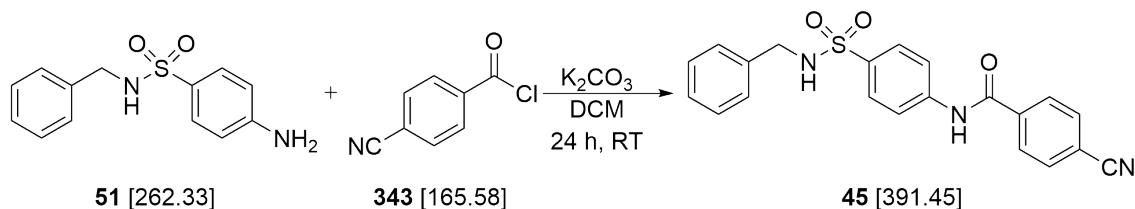
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K,  $\text{DMSO-d}_6$ ;  $\delta = 9.32$  (bs, 1H,  $\text{NH}$ ), 8.04-8.02 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.94-7.92 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.77-7.75 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.61-7.59 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.29-7.22 (m, 5H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 3.96 (s, 2H,  $\text{CH}_2$ ) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 165.0 ( $C=O$ ), 143.6 ( $C_{arom}$ ), 138.2 ( $C_{arom}$ ), 136.4 ( $C_{arom}$ ), 135.0 ( $C_{arom}$ ), 133.9 ( $C_{arom}$ ), 129.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.9 ( $C_{arom}$ ), 120.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 46.4 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3250 (w), 1664 (s), 1590 (m), 1523 (s), 1494 (w), 1420 (w), 1401 (m), 1357 (w), 1321 (s), 1261 (w), 1159 (s), 1103 (w), 1090 (m), 1051 (m), 1011 (w), 924 (w), 900 (w), 843 (m), 834 (m), 816 (w), 751 (m), 737 (m), 696 (s), 680 (m), 638 (m), 622 (m), 603 (s), 579 (s), 545 (s), 533 (m), 524 (m), 502 (w), 480 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 225 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.32 (Pantan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-Benzylsulfamoyl)phenyl)-4-cyanbenzamid (Schl-38-004)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	1.0	0.76	0.200
4-Cyanbenzoylchlorid	165.58	2.0	1.52	0.252
$\text{K}_2\text{CO}_3$	138.21	3.5	2.66	0.368

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid und 0.252 g (1.52 mmol, 2.0 eq) 4-Cyanbenzoylchlorid. Es konnten 0.131 g (0.33 mmol, 43 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$  ber.: 391.10, gef.: 392.05  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (100), 409.06  $[\text{M}+\text{NH}_4]^+$  (10), 414.02  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (5).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{17}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$  ber.: 392.1063, 414.0879, gef.: 392.1050  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 414.0879  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

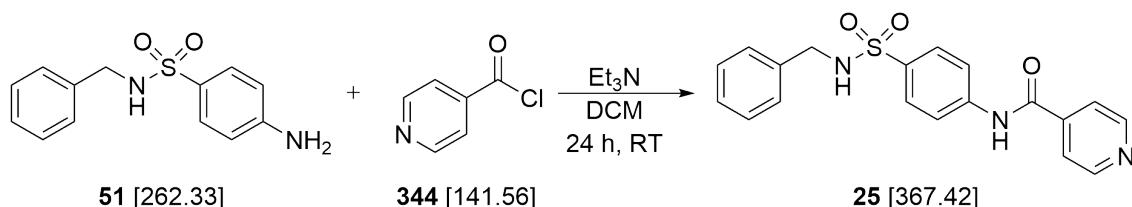
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K,  $\text{DMSO-d}_6$ ;  $\delta = 8.14\text{-}8.12$  (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 8.05-8.03 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.98-7.96 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.82-7.80 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.30-7.23 (m, 5H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 3.98 (s, 2H,  $\text{CH}_2$ ) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K,  $\text{DMSO-d}_6$ ;  $\delta = 164.7$  ( $\text{C=O}$ ), 142.5 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 138.6 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 137.7 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 135.3 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 132.5 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.6 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.2 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.5 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.5 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.1 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 120.1 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 118.2 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 114.05 (CN), 46.1 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu = 3338$  (w),  $3289$  (w),  $2357$  (w),  $2232$  (w),  $1653$  (m),  $1590$  (m),  $1524$  (m),  
 $1499$  (m),  $1450$  (w),  $1432$  (w),  $1396$  (m),  $1331$  (s),  $1319$  (s),  $1263$  (m),  $1157$  (s),  
 $1106$  (w),  $1091$  (m),  $1063$  (m),  $1029$  (w),  $1020$  (w),  $902$  (w),  $856$  (m),  $829$  (s),  
 $755$  (s),  $701$  (s),  $684$  (s),  $658$  (m),  $637$  (m),  $597$  (s),  $585$  (s),  $571$  (m),  $547$  (m),  
 $540$  (m),  $529$  (s),  $496$  (w),  $452$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**R<sub>f</sub>:** 0.20 (Pantan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-Benzylsulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-012)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	1.0	0.38	0.100
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	0.76	0.135

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.100 g (0.38 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid und 0.135 g (0.76 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 50:1 → 20:1) gereinigt. Es konnten 0.078 g (0.21 mmol, 55 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 367.10, gef.: 368.09 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 368.1063, gef.: 368.1074 [M+H]<sup>+</sup>.

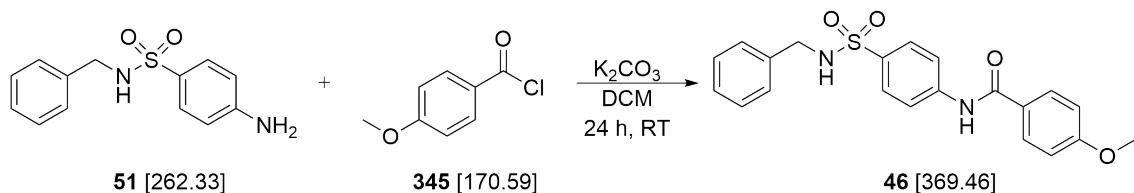
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.80 (s, 1H, NH), 8.82-8.81 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.06 (t, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 1H, SO<sub>2</sub>-NH), 7.98-7.96 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.89-7.87 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.84-7.81 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.21 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 3.98 (d, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 164.5 (C=O), 150.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 142.0 (C<sub>arom</sub>), 141.5 (C<sub>arom</sub>), 137.7 (C<sub>arom</sub>), 135.6 (C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (4C, C<sub>arom</sub>), 127.1 (C<sub>arom</sub>), 121.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 46.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3265$  (w), 1668 (m), 1589 (m), 1524 (s), 1496 (w), 1421 (w), 1399 (m), 1318 (m), 1269 (w), 1251 (w), 1156 (s), 1092 (w), 1051 (m), 903 (w), 837 (m), 818 (w), 753 (m), 720 (w), 701 (m), 662 (s), 629 (m), 601 (m), 575 (s), 544 (s), 526 (m), 491 (w), 455 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 216 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.14 (DCM/MeOH 20:1).

**N-(4-(N-Benzylsulfamoyl)phenyl)-4-methoxybenzamid (Schl-38-019)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	-	1.0	0.76	0.200	-
4-Methoxybenzoylchlorid	170.59	1.26	2.0	1.52	0.259	0.21
$\text{K}_2\text{CO}_3$	138.21	-	3.5	2.66	0.368	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid und 0.21 mL (1.52 mmol, 2.0 eq) 4-Methoxybenzoylchlorid. Es konnten 0.218 g (0.55 mmol, 72 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$  ber.: 396.11, gef.: 397.00  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$  ber.: 397.1217, gef.: 397.1217  $[\text{M}+\text{H}]^+$ .

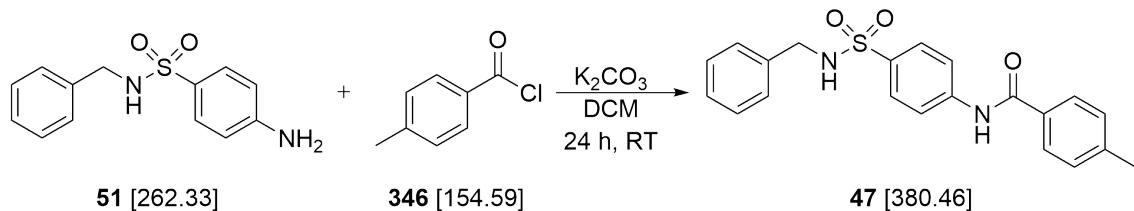
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.41 (bs, 1H, NH), 8.00-7.96 (m, 5H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ , NH), 7.79-7.77 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.30-7.23 (m, 5H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.10-7.08 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 3.98 (s, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 3.85 (s, 2H,  $\text{CH}_3$ ) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 165.3 ( $\text{C=O}$ ), 162.2 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 142.9 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 137.7 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 134.7 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 129.8 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.2 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.5 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.4 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.1 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 126.4 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 119.8 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 113.7 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 55.5 ( $\text{CH}_3$ ), 46.1 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu = 3363$  (w), 3166 (w), 1654 (m), 1606 (w), 1589 (m), 1530 (m), 1509 (m), 1456 (w), 1401 (m), 1316 (m), 1270 (w), 1258 (m), 1247 (m), 1182 (w), 1153 (w), 1130 (m), 1094 (w), 1042 (w), 1023 (m), 898 (w), 867 (w), 849 (w), 832 (m), 821 (w), 763 (m), 725 (m), 715 (m), 700 (m), 635 (m), 626 (m), 611 (m), 592 (m), 571 (m), 539 (m), 527 (m), 499 (w), 459 (w), 415 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 215 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.27 (Pantan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-Benzylsulfamoyl)phenyl)-4-methylbenzamid (Schl-38-001)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzensulfonamid	262.33	-	1.0	1.57	0.413	-
4-Methylbenzoylchlorid	154.59	1.17	2.0	3.14	0.485	0.42
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.21	-	3.5	5.50	0.759	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.413 g (1.57 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzensulfonamid und 0.42 mL (3.14 mmol, 2.0 eq) 4-Methylbenzoylchlorid. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1 → 10:1) gereinigt. Es konnten 0.504 g (1.32 mmol, 84 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 380.12, gef.: 381.14 [M+H]<sup>+</sup> (100), 397.90 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (5), 403.07 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 381.1267, gef.: 381.1276 [M+H]<sup>+</sup>.

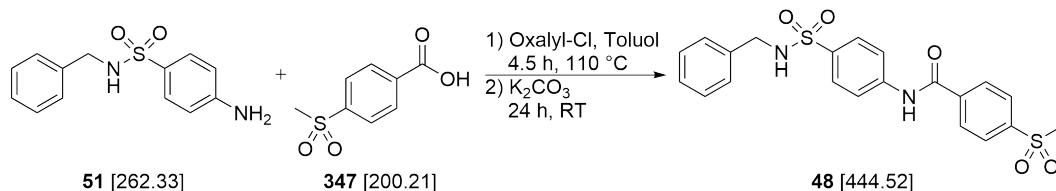
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.48 (s, 1H, NH), 8.03-7.97 (m, 3H, NH, CH<sub>arom</sub>), 7.91-7.89 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.80-7.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.23 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 3.98 (d, 2H, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, CH<sub>2</sub>), 2.40 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 165.8 ( $C=O$ ), 142.7 ( $C_{arom}$ ), 142.0 ( $C_{arom}$ ), 137.7 ( $C_{arom}$ ), 134.8 ( $C_{arom}$ ), 131.5 ( $C_{arom}$ ), 129.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.1 ( $C_{arom}$ ), 119.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 46.1 (CH<sub>2</sub>), 21.0 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3328 (w), 3191 (w), 1658 (m), 1589 (m), 1530 (m), 1507 (m), 1494 (m), 1451 (m), 1399 (m), 1361 (m), 1351 (s), 1265 (m), 1247 (m), 1183 (m), 1148 (s), 1090 (s), 1066 (m), 1026 (w), 1018 (w), 897 (w), 832 (s), 792 (w), 748 (m), 734 (s), 689 (s), 632 (m), 605 (s), 589 (m), 573 (m), 551 (s), 531 (s), 493 (m), 451 (m), 420 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 204 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.32 (Pantan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-Benzylsulfamoyl)phenyl)-4-(methylsulfonyl)benzamid (Schl-38-013)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	-	1.0	0.38	0.100	-
4-Methylsulfonylbenzoic acid	200.21	-	1.1	0.42	0.084	-
Oxalylchlorid	126.93	1.48	1.5	0.57	0.072	0.05
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.21	-	3.5	1.90	0.263	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.4 aus 0.100 g (0.38 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid und 0.084 g (0.42 mmol, 1.1 eq) 4-Methylsulfonylbenzoic acid. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 50:1) gereinigt. Es konnten 0.026 g (0.06 mmol, 16 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub> ber.: 444.08, gef.: 445.09 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S<sub>2</sub> ber.: 445.0886, 467.0706, gef.: 445.0868 [M+H]<sup>+</sup>, 467.0709 [M+Na]<sup>+</sup>.

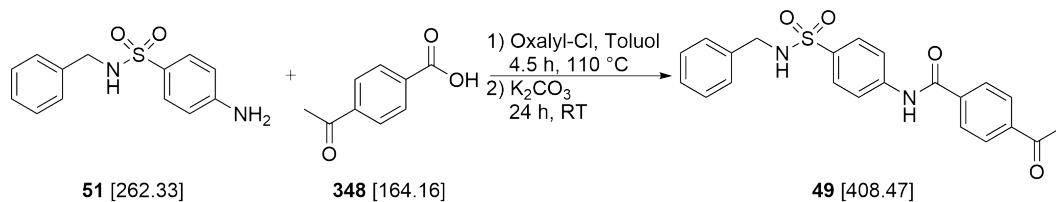
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.81 (s, 1H, NH), 8.21-8.19 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.12-8.10 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.05 (t, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 1H, NH), 7.99-7.97 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.83-7.81 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.23 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 3.98 (d, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.30 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 164.8 ( $C=O$ ), 143.4 ( $C_{arom}$ ), 142.2 ( $C_{arom}$ ), 139.0 ( $C_{arom}$ ), 137.7 ( $C_{arom}$ ), 135.4 ( $C_{arom}$ ), 128.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (3C,  $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 120.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 46.1 ( $\text{CH}_2$ ), 43.3 ( $\text{CH}_3$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3368 (w), 3295 (w), 1672 (m), 1590 (w), 1526 (m), 1403 (w), 1314 (m), 1296 (m), 1257 (w), 1151 (s), 1090 (w), 1042 (w), 856 (w), 836 (m), 782 (m), 746 (m), 732 (w), 693 (m), 683 (m), 633 (w), 597 (m), 577 (w), 558 (m), 544 (m), 524 (m), 498 (m), 443 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 252 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.58 (DCM/MeOH 50:1).

**4-Acetyl-N-(4-(N-benzylsulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-014)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	-	1.0	0.38	0.100	-
4-Acetylbenzoic acid	164.16	-	1.1	0.42	0.069	-
Oxalylchlorid	126.93	1.48	1.5	0.57	0.072	0.05
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.21	-	3.5	1.90	0.263	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.4 aus 0.100 g (0.38 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid und 0.069 g (0.42 mmol, 1.1 eq) 4-Acetylbenzoic acid. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1 → 10:1) gereinigt. Es konnten 0.033 g (0.08 mmol, 21 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 408.11, gef.: 409.06 [M+H]<sup>+</sup> (100), 426.13 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (70), 431.10 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 409.1217, 431.1020, gef.: 409.1203 [M+H]<sup>+</sup>, 431.1040 [M+Na]<sup>+</sup>.

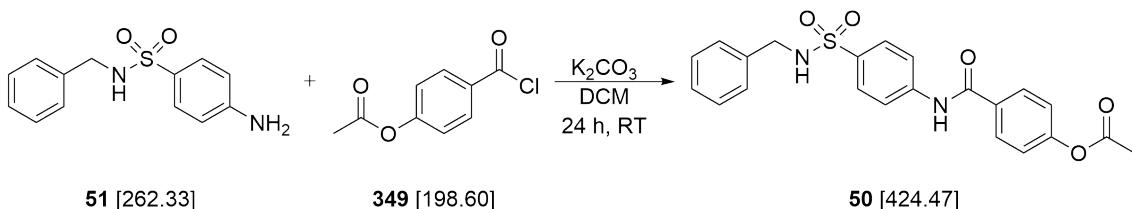
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.74 (s, 1H, NH), 8.10 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 8.04 (t, <sup>3</sup>J = 6.2 Hz, 1H, NH), 8.00-7.98 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.82-7.80 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.22 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 3.98 (d, <sup>3</sup>J = 6.2 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.66 (m, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 197.7 ( $C=O$ ), 165.2 ( $C=O$ ), 142.4 ( $C_{arom}$ ), 139.1 ( $C_{arom}$ ), 138.2 ( $C_{arom}$ ), 137.7 ( $C_{arom}$ ), 135.3 ( $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.1 ( $C_{arom}$ ), 120.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 46.1 ( $\text{CH}_2$ ), 27.0 ( $\text{CH}_3$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3321 (w), 3264 (w), 1682 (m), 1650 (s), 1591 (w), 1527 (m), 1498 (w), 1421 (w), 1401 (w), 1358 (w), 1320 (m), 1264 (w), 1158 (s), 1091 (w), 1056 (w), 906 (w), 860 (w), 842 (w), 832 (w), 755 (w), 701 (m), 6585 (m), 664 (m), 631 (w), 603 (m), 590 (w), 580 (m), 543 (s), 527 (w), 510 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 268 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.32 (DCM/MeOH 20:1).

**Methyl-4-((4-(N-benzylsulfamoyl)phenyl)carbamoyl)benzoat (Schl-38-015)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	1.0	0.38	0.100
4-Acetoxybenzoylchlorid	198.60	2.0	0.76	0.151

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.100 g (0.38 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid und 0.151 g (0.76 mmol, 2.0 eq) 4-Acetoxybenzoylchlorid. Das erhaltene Rohprodukt wurde mehrfach säulenchromatographisch (DCM/MeOH 100:1) gereinigt. Danach wurde der Feststoff aus Isopropanol umkristallisiert. Es konnten 0.028 g (0.07 mmol, 18 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 424.11, gef.: 425.09 [M+H]<sup>+</sup> (100), 442.14 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (50), 447.20 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 425.1166, 447.0985, gef.: 425.1163 [M+H]<sup>+</sup>, 447.0985 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.59 (s, 1H, NH), 8.04-7.96 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.81-7.79 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.25 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>, NH), 3.98 (d, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.32 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.9 (C=O), 165.3 (C=O), 153.2 (C<sub>arom</sub>), 142.6 (C<sub>arom</sub>), 137.7 (C<sub>arom</sub>), 135.0 (C<sub>arom</sub>), 132.0 (C<sub>arom</sub>), 129.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.1 (C<sub>arom</sub>), 121.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 46.1 (CH<sub>2</sub>), 20.9 (CH<sub>3</sub>) ppm.

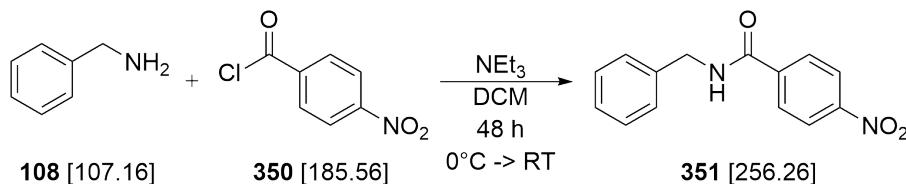
**IR:**  $\nu = 3315$  (w),  $3257$  (w),  $1752$  (w),  $1643$  (m),  $1592$  (w),  $1524$  (w),  $1502$  (m),  
 $1420$  (w),  $1396$  (w),  $1363$  (w),  $1319$  (m),  $1308$  (m),  $1265$  (w),  $1217$  (m),  $1199$   
(s),  $1173$  (m),  $1150$  (s),  $1092$  (w),  $1055$  (m),  $1013$  (w),  $905$  (m),  $857$  (w),  $828$   
(w),  $815$  (w),  $750$  (m),  $696$  (s),  $660$  (s),  $629$  (m),  $602$  (m),  $587$  (s),  $568$  (m),  $537$   
(s),  $526$  (s),  $495$  (w),  $458$  (w),  $412$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $215$  °C.

**R<sub>f</sub>:**  $0.39$  (DCM/MeOH 50:1).

### 1.4.2 Modifikation der funktionellen Gruppen

#### *N*-Benzyl-4-nitrobenzamid



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzoylchlorid	185.56	-	1.0	16.2	3.011	-
Benzylamin	107.16	0.98	1.0	16.2	1.733	1.76
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	24.3	2.459	3.39

#### Versuchsdurchführung

1.76 mL (16.2 mmol, 1.0 eq) Benzylamin wurden in Dichlormethan gelöst. Die Lösung wurde mit 3.39 mL (24.3 mmol, 1.5 eq) Triethylamin versetzt und 30 min bei 0 °C gerührt. 3.011 g (16.2 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrobenzoylchlorid wurden in abs. Dichlormethan gelöst und langsam zur Reaktionslösung getropft. Die rot-braune Lösung wurde 24 h bei RT gerührt. Nach vollständiger Umsetzung wurde die organische Phase dreimal mit 1 M HCl-, ges. NaHCO<sub>3</sub>- und zweimal mit ges. NaCl-Lösung gewaschen und über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach Filtration wurde das Lösungsmittel unter vermindertem Druck entfernt. Das Produkt wurde aus Ethanol umkristallisiert und im Vakuum getrocknet. Es konnten 3.505 g (13.7 mmol, 85 %) des Produkts als gelbliche, nadelförmige Kristalle erhalten werden.

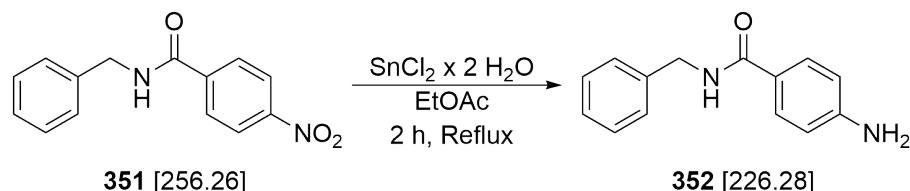
#### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 256.08, gef.: 257.07 [M+H]<sup>+</sup> (100), 274.06 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (60).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.35 (t, <sup>3</sup>J = 5.8 Hz, 1H, NH), 8.33-8.31 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.13-8.11 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.33 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.24 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.52 (d, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 164.6$  ( $C=O$ ), 149.0 ( $C_{arom}$ ), 140.0 ( $C_{arom}$ ), 139.1 ( $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.9 ( $C_{arom}$ ), 123.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 42.8 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**$\mathbf{R}_f$ :** 0.66 (Pantan/EtOAc 1:1 + 1 % Et<sub>3</sub>N).

**4-Amino-N-benzylbenzamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
<i>N</i> -Benzyl-4-nitrobenzamid	256.26	1.0	5.90	1.511
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	29.4	6.637

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 1.511 g (5.90 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzyl-4-nitrobenzensulfonamid. Es konnten 1.146 g (5.06 mmol, 86 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

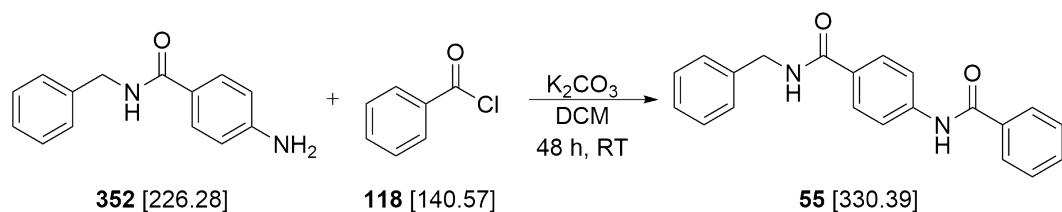
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O ber.: 226.11, gef.: 227.05 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.53 (t, 1H, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, NH), 7.63-7.61 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.20 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 6.56-6.54 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.58 (s, 2H, NH<sub>2</sub>), 4.42 (d, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.2 (C=O), 151.7 (C<sub>arom</sub>), 140.4 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.6 (C<sub>arom</sub>), 121.0 (C<sub>arom</sub>), 112.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 42.4 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Pentan/EtOAc 2:1).

**4-Benzoylamino-N-benzylbenzamid (Schl-38-003)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzamid	226.28	-	1.0	1.18	0.268	-
Benzoylchlorid	140.57	1.21	2.0	2.37	0.333	0.28
$\text{K}_2\text{CO}_3$	138.21	-	3.5	4.13	0.571	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.268 g (1.18 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzamid und 0.28 mL (2.37 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM → DCM/MeOH 50:1) gereinigt. Es konnten 0.402 g (1.00 mmol, 88 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 330.14, gef.: 331.08  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (100), 353.07  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (30).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 331.1441, gef.: 331.1445  $[\text{M}+\text{H}]^+$ .

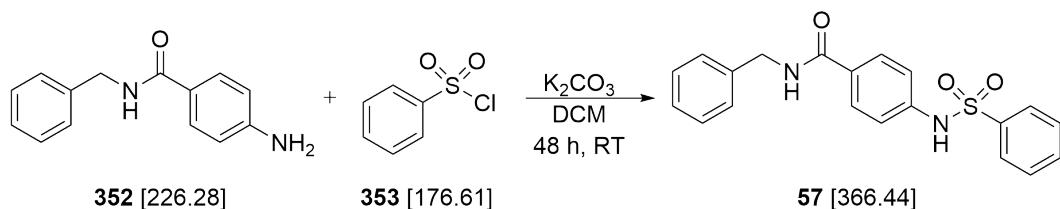
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.44 (s, 1H, NH), 8.94 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 7.98-7.96 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.93-7.87 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.63-7.52 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.33 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.23 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.49 (d, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 165.8 (C=O), 165.7 (C=O), 141.8 (C<sub>arom</sub>), 139.8 (C<sub>arom</sub>), 134.7 (C<sub>arom</sub>), 131.7 (C<sub>arom</sub>), 129.2 (C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.7 (C<sub>arom</sub>), 119.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 42.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3317$  (w), 1654 (m), 1631 (s), 1607 (w), 1600 (w), 1589 (m), 1504 (s), 1455 (w), 1428 (w), 1407 (w), 1360 (w), 1318 (m), 1297 (m), 1265 (m), 1233 (w), 1182 (w), 840 (m), 769 (w), 742 (w), 716 (m), 689 (s), 656 (m), 631 (m), 598 (w), 537 (w), 496 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 261 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.25 (Pantan/EtOAc 2:1).

**N-Benzyl-4-((phenylsulfonyl)amino)benzamid (Schl-38-007)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzamid	226.28	-	1.0	0.88	0.200	-
Benzensulfonylchlorid	176.61	1.38	2.0	1.77	0.312	0.23
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.21	-	3.5	3.08	0.426	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.200 g (0.88 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzamid und 0.23 mL (1.77 mmol, 2.0 eq) Benzensulfonylchlorid. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM → DCM/MeOH 50:1) gereinigt. Es konnten 0.028 g (0.08 mmol, 11 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

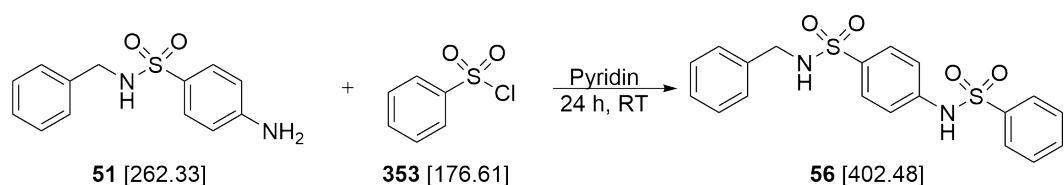
**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 366.10, gef.: 367.08 [M+H]<sup>+</sup> (100), 389.04 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 367.1111, gef.: 367.1118 [M+H]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.63 (s, 1H, NH), 8.86 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 7.82-7.79 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.76-7.74 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.62-7.60 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.53 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.26 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.24-7.21 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.18-7.16 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.42 (d, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 165.5 (C=O), 140.4 (C<sub>arom</sub>), 139.6 (C<sub>arom</sub>), 139.3 (C<sub>arom</sub>), 133.1 (C<sub>arom</sub>), 129.2 (C<sub>arom</sub>), 129.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.6 (C<sub>arom</sub>), 126.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 118.43 (2C, C<sub>arom</sub>), 42.5 (CH<sub>2</sub>) ppm.

- IR:**  $\nu = 3427$  (w), 3142 (w), 3055 (w), 2933 (w), 2867 (w), 1634 (m), 1605 (m), 1578 (w), 1535 (w), 1498 (m), 1474 (m), 1445 (w), 1430 (w), 1401 (w), 1334 (m), 1292 (m), 1222 (w), 1153 (s), 1090 (m), 1023 (w), 999 (w), 919 (m), 848 (m), 765 (w), 752 (m), 717 (m), 699 (m), 686 (m), 633 (w), 580 (m), 566 (s), 516 (m), 498 (m), 469 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .
- Smp.:** 183 °C.
- R<sub>f</sub>:** 0.21 (DCM/MeOH 50:1).

**N-Benzyl-4-(phenylsulfonyl)amino)benzensulfonamid (Schl-38-010)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	-	1.0	0.38	0.100	-
Benzensulfonylchlorid	176.61	1.38	1.0	0.38	0.067	0.05

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.100 g (0.38 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid und 0.05 mL (0.38 mmol, 1.0 eq) Benzensulfonylchlorid. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 1:1 + 1 % Ameisensäure) gereinigt. Es konnten 0.119 g (0.30 mmol, 79 %) des Produkts als leicht gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub> ber.: 402.07, gef.: 403.10 [M+H]<sup>+</sup> (100), 420.07 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (20), 424.99 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S<sub>2</sub> ber.: 403.0781, 425.0600, gef.: 403.0774 [M+H]<sup>+</sup>, 425.0600 [M+Na]<sup>+</sup>.

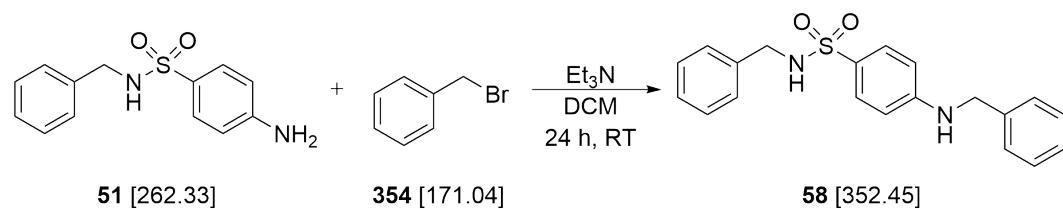
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.87 (s, 1H, NH), 7.99 (t, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 1H, NH), 7.86-7.83 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.66-7.59 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.25-7.22 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.21-7.15 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 3.92 (d, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 141.3 (C<sub>arom</sub>), 139.2 (C<sub>arom</sub>), 137.5 (C<sub>arom</sub>), 135.3 (C<sub>arom</sub>), 133.3 (C<sub>arom</sub>), 129.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (C<sub>arom</sub>), 126.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 118.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 46.0 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3255$  (m), 1593 (w), 1492 (w), 1463 (w), 1446 (w), 1424 (w), 1397 (w), 1348 (w), 1324 (m), 1289 (w), 1229 (w), 1152 (s), 1093 (m), 1032 (w), 1026 (w), 926 (m), 895 (w), 843 (m), 756 (m), 735 (w), 719 (m), 699 (m), 684 (s), 630 (m), 609 (s), 590 (s), 578 (s), 556 (m), 536 (s), 516 (m), 487 (w), 450 (w), 417 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 123 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.56 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**N-Benzyl-4-(benzylamino)benzensulfonamid (Schl-38-011)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid	262.33	-	1.0	0.38	0.100	-
Benzylbromid	171.04	1.44	4.0	1.52	0.260	0.18
Triethylamin	101.19	0.726	3.5	1.33	0.135	0.19

**Versuchsdurchführung**

0.100 g (0.38 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzylbenzenesulfonamid wurde in Dichlormethan gelöst und mit 0.19 mL (1.33 mmol, 3.5 eq) Triethylamin versetzt. Die Lösung wurde 30 min bei 0 °C gerührt. 0.18 mL (1.52 mmol, 4.0 eq) Benzylbromid wurden langsam zur Reaktionslösung getropft und es wurde 24 h bei RT gerührt. Nach vollständigem Umsatz wurde das Lösungsmittel unter vermindertem Druck entfernt und der erhaltene Rückstand wurde säulenchromatographisch (DCM → DCM/MeOH 50:1) gereinigt. Es konnten 0.064 g (0.18 mmol, 47 %) des Produkts als leicht gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 352.12, gef.: 353.15 [M+H]<sup>+</sup> (100), 375.05 [M+Na]<sup>+</sup> (5).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 353.1318, gef.: 353.1330 [M+H]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 7.63 (t, <sup>3</sup>J = 6.5 Hz, 1H, NH), 7.48-7.46 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.34 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.21 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.07 (t, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 1H, NH), 6.66-6.64 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.34 (d, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.87 (d, <sup>3</sup>J = 6.4 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 151.7$  ( $C_{\text{arom}}$ ), 139.3 ( $C_{\text{arom}}$ ), 138.0 ( $C_{\text{arom}}$ ), 128.4 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.3 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.1 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 127.5 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 127.1 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 126.9 ( $C_{\text{arom}}$ ), 126.8 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 126.0 ( $C_{\text{arom}}$ ), 111.3 ( $C_{\text{arom}}$ ), 46.0 (CH<sub>2</sub>), 45.9 (CH<sub>2</sub>) ppm.

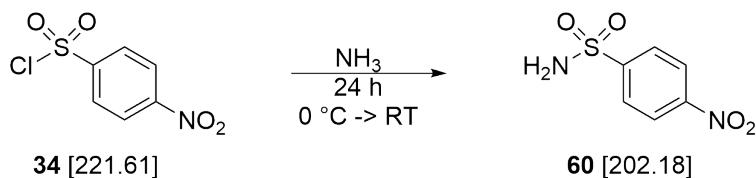
**IR:**  $\nu = 3407$  (m), 3314 (w), 1594 (s), 1516 (m), 1495 (w), 1454 (m), 1407 (m), 1324 (m), 1301 (m), 1290 (m), 1143 (s), 1095 (m), 1038 (m), 1028 (m), 985 (w), 965 (w), 873 (w), 815 (m), 754 (m), 729 (m), 694 (s), 668 (s), 640 (w), 600 (m), 559 (m), 533 (m), 523 (m), 451 (m)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 125 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.55 (DCM/MeOH 50:1).

### 1.4.3 Darstellung der Sulfonylbenzamid-Derivate

#### 4-Nitrobenzensulfonamid



#### Versuchsdurchführung

0.350 g (1.58 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrobenzensulfonylchlorid wurden in 20 mL 25 %-igem Ammoniak bei 0 °C gelöst. Die Lösung wurde 24 h bei RT gerührt. Nach vollständigem Umsatz wurde die wässrige Lösung dreimal mit Ethylacetat extrahiert. Die organische Phase wurde über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach Filtration wurde das Lösungsmittel unter verminderter Druck entfernt. Es konnten 0.277 g (1.37 mmol, 87 %) des Produkts als rötlich brauner Feststoff erhalten werden.

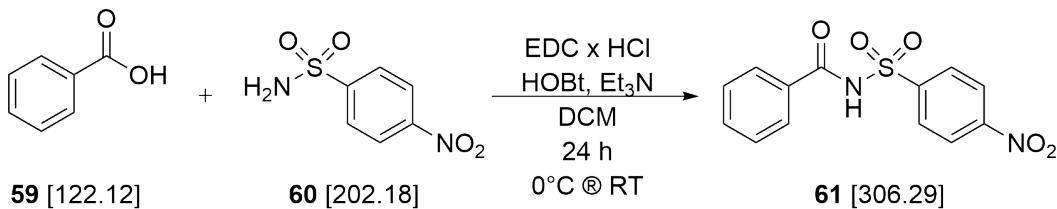
#### Analytik

**MS:** ESI(-) für C<sub>6</sub>H<sub>6</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 202.00, gef.: 201.06 [M-H]<sup>-</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.42-8.40 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.08-8.06 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.71 (bs, 2H, NH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 149.4 (C<sub>arom</sub>), 149.2 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.4 (2C, C<sub>arom</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.56 (DCM/MeOH 50:1).

**N-((4-Nitrophenyl)sulfonyl)benzamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzensulfonamid	202.18	-	1.0	0.49	0.099	-
Benzoesäure	122.12	1.27	1.7	0.82	0.100	-
EDC · HCl	191.70	-	2.5	1.23	0.236	-
HOBT	135.12	-	2.5	1.23	0.166	-
Triethylamin	101.19	0.0726	3.3	1.64	0.166	0-23

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.099 g (0.49 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrobenzensulfonamid und 0.100 g (0.82 mmol, 1.7 eq) Benzoesäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 50:1) gereinigt. Es konnten 0.113 g (0.34 mmol, 69 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

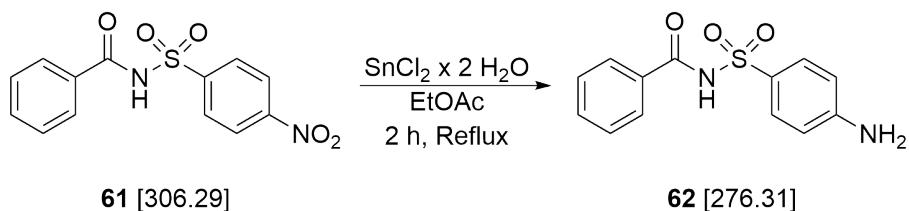
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 306.03, gef.: 307.05 [M+H]<sup>+</sup> (40), 324.10 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (20), 329.10 [M+Na]<sup>+</sup> (5).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.46-8.43 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.27-8.23 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.88-7.86 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.66-7.62 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.52-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 165.9 (C=O), 150.2 (C<sub>arom</sub>), 144.9 (C<sub>arom</sub>), 133.43 (C<sub>arom</sub>), 131.3 (C<sub>arom</sub>), 129.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.4 (2C, C<sub>arom</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.13 (DCM/MeOH 50:1).

**N-((4-Aminophenyl)sulfonyl)benzamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
<i>N</i> -(4-Nitrophenyl)sulfonyl)benzamid	306.29	1.0	1.82	0.558
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	9.10	2.053

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.558 g (1.82 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Nitrophenyl)sulfonyl)benzamid. Es konnten 0.251 g (0.91 mmol, 50 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

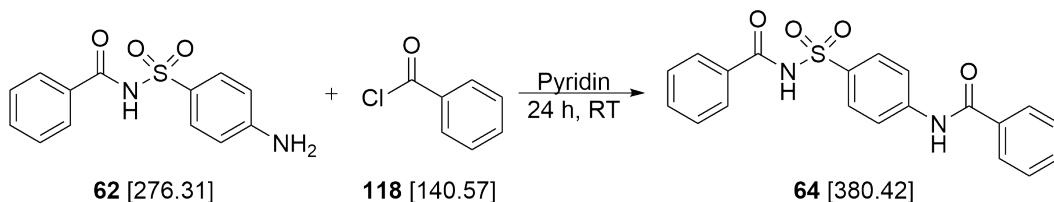
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 276.06, gef.: 277.02 [M+H]<sup>+</sup> (100), 299.05 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 12.05 (bs, 1H, NH), 7.85-7.83 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.58 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.48-7.44 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.63-6.61 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.11 (bs, 2H, NH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 165.2 (C=O), 153.6 (C<sub>arom</sub>), 132.8 (C<sub>arom</sub>), 132.2 (C<sub>arom</sub>), 130.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.1 (C<sub>arom</sub>), 112.2 (2C, C<sub>arom</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.39 (DCM/MeOH 20:1).

**N-((4-Benzoylaminophenyl)sulfonyl)benzamid (Schl-38-017)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>N</i> -((4-Aminophenyl)sulfonyl)benzamid	276.31	-	1.0	0.36	0.100	-
Benzoylchlorid	140.57	1.21	2.0	0.72	0.101	0.08

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.100 g (0.36 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Aminophenyl)sulfonyl)benzamid und 0.08 mL (0.72 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Es konnten 0.087 g (0.23 mmol, 64 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 380.08, gef.: 381.08 [M+H]<sup>+</sup> (100), 403.22 [M+Na]<sup>+</sup> (5).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 381.0904, 403.0707, gef.: 381.0910 [M+H]<sup>+</sup>, 403.0734 [M+Na]<sup>+</sup>.

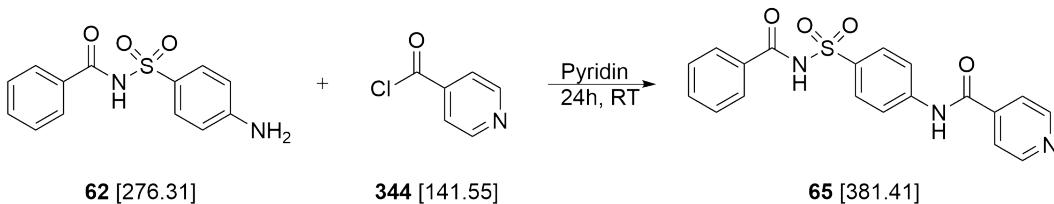
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 12.44 (bs, 1H, NH), 10.65 (s, 1H, NH), 8.05-7.96 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.88-7.86 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.61 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.57-7.53 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.51-7.47 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.2 (C=O), 165.4 (C=O), 143.9 (C<sub>arom</sub>), 134.4 (C<sub>arom</sub>), 133.4 (C<sub>arom</sub>), 133.3 (C<sub>arom</sub>), 132.1 (C<sub>arom</sub>), 131.6 (C<sub>arom</sub>), 129.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.7 (2C, C<sub>arom</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3355$  (w), 3115 (w), 1700 (w), 1665 (m), 1590 (m), 1530 (m), 1494 (w), 1453 (m), 1437 (m), 1402 (w), 1346 (m), 1319 (m), 1266 (w), 1239 (m), 1186 (w), 1164 (s), 1082 (w), 1061 (m), 1024 (w), 900 (w), 890 (w), 847 (w), 831 (m), 791 (w), 709 (s), 644 (s), 614 (w), 575 (s), 553 (s), 503 (w), 474 (w), 447 (w), 406 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 264 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.23 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**N-(4-(N-Benzoylsulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-028)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
<i>N</i> -(4-Aminophenyl)sulfonylbenzamid	276.31	1.0	0.62	0.413
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	1.24	0.221

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.171 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Aminophenyl)sulfonylbenzamid und 0.221 g (1.24 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1 → 10:1) gereinigt. Es konnten 0.188 g (0.49 mmol, 79 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 381.08, gef.: 382.01 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>15</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 382.0856, gef.: 382.0855 [M+H]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 12.48 (bs, 1H, NH), 10.89 (s, 1H, NH), 8.82-8.80 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.03 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.88-7.86 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.60 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.51-7.47 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 165.5 (C=O), 164.7 (C=O), 150.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 143.3 (C<sub>arom</sub>), 141.5 (C<sub>arom</sub>), 134.0 (C<sub>arom</sub>), 133.3 (C<sub>arom</sub>), 131.6 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 121.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.0 (2C, C<sub>arom</sub>) ppm.

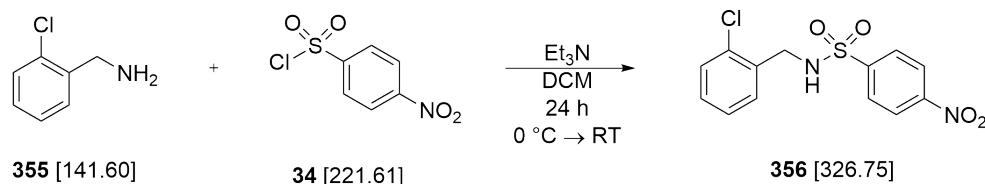
**IR:**  $\nu = 3343$  (w),  $3273$  (m),  $1693$  (m),  $1681$  (s),  $1592$  (m),  $1554$  (w),  $1525$  (m),  $1498$  (w),  $1456$  (m),  $1436$  (m),  $1410$  (m),  $1401$  (m),  $1347$  (m),  $1318$  (m),  $1266$  (m),  $1242$  (m),  $1188$  (w),  $1161$  (s),  $1131$  (w),  $1085$  (m),  $1069$  (m),  $1030$  (w),  $900$  (w),  $879$  (w),  $850$  (m),  $836$  (m),  $793$  (w),  $752$  (w),  $713$  (s),  $690$  (w),  $670$  (m),  $655$  (s),  $630$  (m),  $612$  (m),  $582$  (m),  $554$  (s),  $518$  (w),  $506$  (w),  $486$  (w),  $402$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $249$  °C.

**R<sub>f</sub>:**  $0.14$  (DCM/MeOH 20:1).

#### 1.4.4 Modifikation des Strukturelements I der linearen Sulfonamide

##### *N*-(2-Chlorbenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	4.51	1.000	-
2-Chlorbenzylamin	141.60	1.73	1.0	4.51	0.639	0.37
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	6.77	0.685	0.94

#### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.37 mL (4.51 mmol, 1.0 eq) 2-Chlorbenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.724 g (2.22 mmol, 49 %) des Produkts als leicht gelblicher, kristalliner Feststoff erhalten werden.

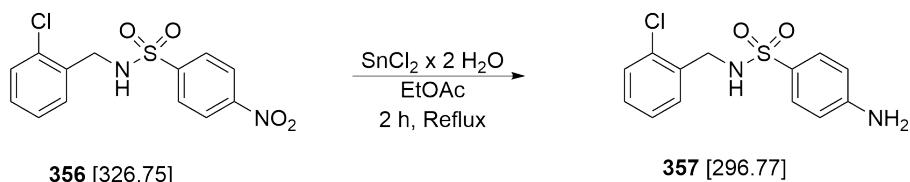
#### Analytik

**MS:** ESI(-) für  $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{ClN}_2\text{O}_4\text{S}$  ber.: 326.01, gef: 325.13 [ $\text{M}-\text{H}$ ]<sup>-</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.61 (bs, 1H, NH), 8.38-8.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.04-8.01 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.28-7.26 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.16 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 149.5 (C<sub>arom</sub>), 146.1 (C<sub>arom</sub>), 134.3 (C<sub>arom</sub>), 132.2 (C<sub>arom</sub>), 130.0 (C<sub>arom</sub>), 129.2 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (C<sub>arom</sub>), 124.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 43.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.31 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**4-Amino-N-(2-chlorbenzyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (356)	326.75	1.0	2.22	0.724
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	11.1	2.504

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.724 g (2.22 mmol, 1.0 eq) *N*-(2-Chlorbenzyl)-4-nitrobenzenesulfonamid. Es konnten 0.657 g (2,22 mmol, 100 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

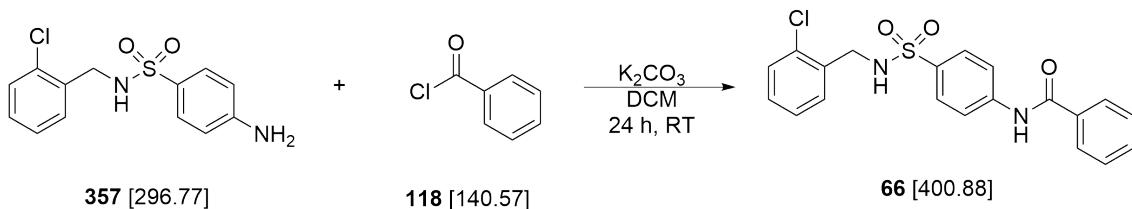
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>13</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 296.04, gef.: 297.01 [M+H]<sup>+</sup> (10), 319.07 [M+Na]<sup>+</sup> (5).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.70-7.66 (m, 1H, NH), 7.46-7.43 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.37 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.25 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.62-6.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.92 (bs, 2H, NH<sub>2</sub>), 3.96-3.94 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 152.5 (C<sub>arom</sub>), 135.3 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 129.6 (C<sub>arom</sub>), 129.0 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (C<sub>arom</sub>), 125.3 (C<sub>arom</sub>), 112.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 43.5 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.15 (Cyclohexan/EtOAc 3:1 + 1% Et<sub>3</sub>N).

**N-(4-(N-(2-Chlorbenzyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-030)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (357)	296.77	-	1.0	0.50	0.149	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	1.00	0.141	0.12
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.21	-	3.5	2.49	0.343	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.212 g (0.71 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(2-chlorbenzyl)benzensulfonamid und 0.17 mL (1.43 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.198 g (0.49 mmol, 69 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 400.06, gef.: 401.02 [M+H]<sup>+</sup> (100), 422.95 [M+Na]<sup>+</sup> (90).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 401.0697, 423.0500, gef.: 401.0719 [M+H]<sup>+</sup>, 423.0539 [M+Na]<sup>+</sup>.

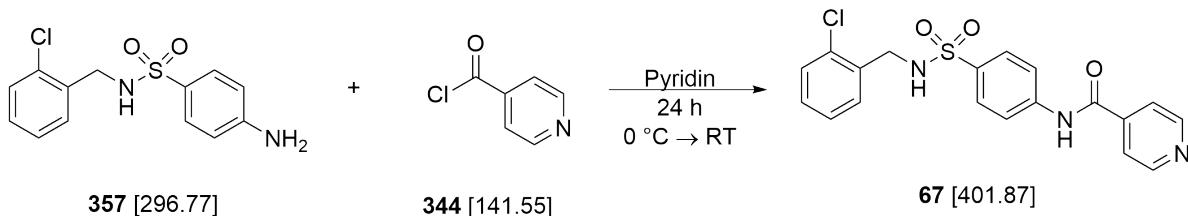
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.58 (s, 1H, NH), 8.10 (t, <sup>3</sup>J = 6.1 Hz, 1H, NH), 8.00-7.97 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.82-7.80 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.61 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.54 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.46-7.44 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.39 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.26 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.07-4.05 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 165.9 ( $C=O$ ), 142.7 ( $C_{arom}$ ), 134.9 ( $C_{arom}$ ), 134.6 ( $C_{arom}$ ), 134.4 ( $C_{arom}$ ), 132.0 ( $C_{arom}$ ), 131.9 ( $C_{arom}$ ), 129.7 ( $C_{arom}$ ), 129.0 ( $C_{arom}$ ), 128.9 ( $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.0 ( $C_{arom}$ ), 119.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 43.5 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3335 (w), 3161 (w), 1657 (m), 1589 (m), 1578 (w), 1529 (m), 1498 (w), 1444 (m), 1402 (m), 1317 (vs), 1265 (m), 1248 (m), 1185 (w), 1153 (s), 1088 (m), 1041 (m), 1035 (m), 1024 (w), 897 (w), 872 (w), 851 (w), 833 (s), 804 (w), 790 (w), 760 (s), 706 (m), 683 (s), 665 (s), 651 (vs), 628 (m), 615 (w), 594 (w), 573 (s), 560 (s), 541 (vs), 494 (w), 432 (m), 412 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 247 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.39 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(2-Chlorbenzyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-031)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Amin (357)	296.77	1.0	0.84	0.250
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	1.6	1.33	0.237

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.250 g (0.84 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(2-chlorbenzyl)benzenesulfonamid und 0.237 g (1.33 mmol, 1.6 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1) gereinigt. Es konnten 0.280 g (0.70 mmol, 83 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}_3\text{S}$  ber.: 401.06, gef.: 402.02  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (55).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{ClN}_3\text{O}_3\text{S}$  ber.: 402.0674, gef.: 402.0677  $[\text{M}+\text{H}]^+$ .

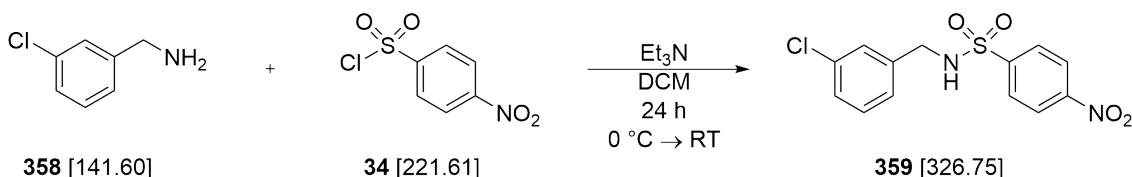
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 10.82$  (bs, 1H, NH), 8.82-8.81 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.14 (bs, 1H, NH), 7.99-7.97 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.91-7.87 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.84-7.82 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.46-7.44 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.38 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.26 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.07 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 164.6$  (C=O), 150.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 142.2 (C<sub>arom</sub>), 141.5 (C<sub>arom</sub>), 135.3 (C<sub>arom</sub>), 134.9 (C<sub>arom</sub>), 132.1 (C<sub>arom</sub>), 129.8 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (C<sub>arom</sub>), 127.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.2 (C<sub>arom</sub>), 121.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 43.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3508$  (w),  $3325$  (w),  $3152$  (w),  $1670$  (m),  $1590$  (m),  $1531$  (s),  $1500$  (w),  $1444$  (m),  $1406$  (m),  $1319$  (s),  $1268$  (m),  $1187$  (w),  $1154$  (s),  $1097$  (s),  $1086$  (s),  $1064$  (w),  $1042$  (m),  $1035$  (w),  $874$  (w),  $836$  (s),  $823$  (m),  $762$  (s),  $714$  (m),  $690$  (m),  $654$  (vs),  $628$  (m),  $598$  (m),  $574$  (s),  $561$  (s),  $541$  (vs),  $495$  (m),  $433$  (m),  $414$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $198$  °C.

**R<sub>f</sub>:**  $0.14$  (DCM/MeOH 20:1).

***N-(3-Chlorbenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid***

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	4.51	1.000	-
3-Chlorbenzylamin	141.60	-	1.0	4.51	0.639	-
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	6.77	0.685	0.94

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.94 mL (4.51 mmol, 1.0 eq) 3-Chlorbenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 6:1 → 1:1) gereinigt. Es konnten 1.015 g (3.11 mmol, 69 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

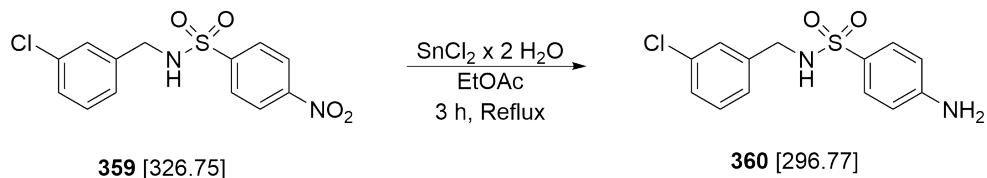
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 326.01, gef: 349.06 [M+H]<sup>+</sup> (45).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.61 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 8.36-8.34 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.99-7.97 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.23 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.19-7.17 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.11 (d, <sup>3</sup>J = 5.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 149.4 (C<sub>arom</sub>), 146.4 (C<sub>arom</sub>), 139.7 (C<sub>arom</sub>), 132.9 (C<sub>arom</sub>), 130.1 (C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.4 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (C<sub>arom</sub>), 126.3 (C<sub>arom</sub>), 124.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 45.4 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.33 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**4-Amino-N-(3-chlorbenzyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (359)	326.75	1.0	3.08	1.006
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	15.4	3.473

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 1.006 g (3.08 mmol, 1.0 eq) *N*-(3-Chlorbenzyl)-4-nitrobenzenesulfonamid. Es konnten 0.900 g (3.03 mmol, 98 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

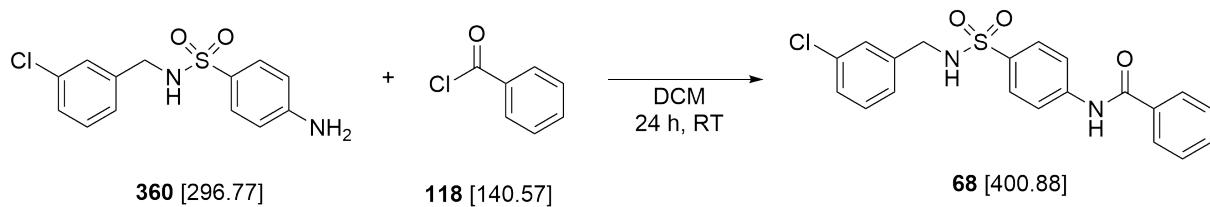
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{13}\text{H}_{13}\text{ClN}_2\text{O}_2\text{S}$  ber.: 296.04, gef.: 297.00  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (40).

**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 7.69$  (t,  $^3\text{J} = 6.2$  Hz, 1H, NH), 7.43-7.41 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.26 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.21-7.19 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.61-6.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.91 (s, 2H, NH<sub>2</sub>), 3.91-3.90 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 152.5$  ( $C_{arom}$ ), 140.8 ( $C_{arom}$ ), 132.8 ( $C_{arom}$ ), 130.0 ( $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.3 ( $C_{arom}$ ), 126.8 ( $C_{arom}$ ), 126.1 ( $C_{arom}$ ), 125.5 ( $C_{arom}$ ), 112.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 45.3 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.06 (Cyclohexan/EtOAc 3:1 + 1% Et<sub>3</sub>N).

**N-(4-(N-(3-Chlorbenzyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-032)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (360)	296.77	-	1.0	0.50	0.149	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	1.00	0.141	0.12

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.149 g (0.50 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(3-chlorbenzyl)benzensulfonamid und 0.12 mL (1.00 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.151 g (0.38 mmol, 76 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 400.06, gef.: 401.01 [M+H]<sup>+</sup> (100), 423.09 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 401.0697, 423.0500, gef.: 401.0712 [M+H]<sup>+</sup>, 423.0530 [M+Na]<sup>+</sup>.

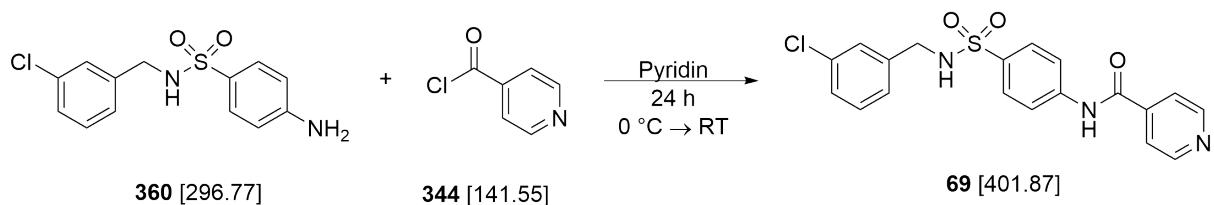
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.58 (s, 1H, NH), 8.13-8.10 (m, 1H, NH), 8.00-7.97 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.80-7.77 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.65-7.61 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.54 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.21 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 4.01 (d, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 166.0 ( $C=O$ ), 142.8 ( $C_{arom}$ ), 140.4 ( $C_{arom}$ ), 134.9 ( $C_{arom}$ ), 134.5 ( $C_{arom}$ ), 132.9 ( $C_{arom}$ ), 131.9 ( $C_{arom}$ ), 130.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 ( $C_{arom}$ ), 127.3 ( $C_{arom}$ ), 127.0 ( $C_{arom}$ ), 126.2 ( $C_{arom}$ ), 119.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 45.4 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3359 (w), 3146 (w), 2871 (w), 1653 (m), 1590 (m), 1579 (m), 1527 (m), 1498 (m), 1454 (w), 1432 (w), 1402 (w), 1348 (m), 1315 (vs), 1268 (m), 1246 (w), 1147 (s), 1094 (s), 1076 (m), 1062 (m), 1028 (w), 897 (w), 876 (w), 863 (m), 828 (m), 816 (m), 791 (m), 779 (w), 707 (s), 690 (s), 675 (m), 658 (m), 639 (s), 626 (s), 572 (s), 543 (vs), 517 (s), 485 (s), 438 (w), 424 (w), 414 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 198 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.29 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(3-Chlorbenzyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-033)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Amino-N-(3-chlorobenzyl)benzenesulfonamid	296.77	1.0	0.67	0.200
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	1.33	0.237

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.200 (0.67 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(3-chlorbenzyl)benzenesulfonamid und 0.237 g (1.33 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1) gereinigt. Es konnten 0.228 g (0.57 mmol, 85 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 401.06, gef.: 402.03 [M+H]<sup>+</sup> (80).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>ClN<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 402.0674, gef.: 402.0675 [M+H]<sup>+</sup>.

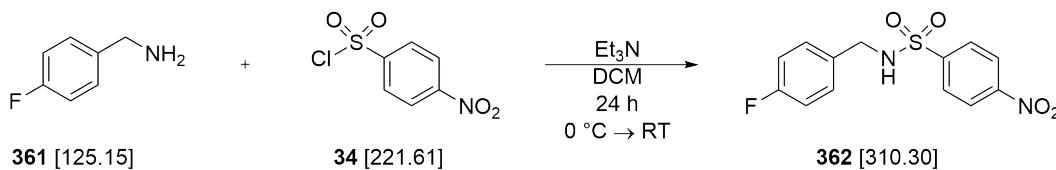
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.82 (bs, 1H, NH), 8.82-8.81 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.16 (bs, 1H, NH), 7.99-7.97 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.89-7.88 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.81-7.79 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.21 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 4.02 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 164.6 (C=O), 150.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 142.2 (C<sub>arom</sub>), 141.5 (C<sub>arom</sub>), 140.4 (C<sub>arom</sub>), 135.5 (C<sub>arom</sub>), 132.9 (C<sub>arom</sub>), 130.1 (C<sub>arom</sub>), 127.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.4 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (C<sub>arom</sub>), 126.2 (C<sub>arom</sub>), 121.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 45.4 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3361$  (w),  $3127$  (w),  $2855$  (w),  $1661$  (m),  $1588$  (w),  $1556$  (w),  $1523$  (m),  
 $1496$  (w),  $1466$  (w),  $1443$  (w),  $1429$  (w),  $1400$  (m),  $1316$  (s),  $1269$  (w),  $1246$   
(w),  $1208$  (w),  $1153$  (w),  $1129$  (s),  $1091$  (w),  $1076$  (w),  $1046$  (m),  $994$  (w),  $947$   
(w),  $905$  (w),  $862$  (w),  $822$  (m),  $785$  (w),  $754$  (w),  $725$  (w),  $710$  (m),  $695$  (w),  
 $681$  (m),  $652$  (m),  $681$  (m),  $601$  (s),  $570$  (s),  $556$  (m),  $532$  (vs),  $495$  (m),  $472$  (w),  
 $435$  (w),  $423$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $244$  °C.

**R<sub>f</sub>:**  $0.21$  (DCM/MeOH 20:1).

**N-(4-Fluorbenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	4.51	1.000	-
4-Fluorbenzylamin	121.15	1.09	1.0	4.51	0.564	0.52
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	6.77	0.685	0.94

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.52 mL (4.51 mmol, 1.0 eq) 4-Fluorbenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1 → 2:1) gereinigt. Es konnten 0.939 g (3.03 mmol, 67 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

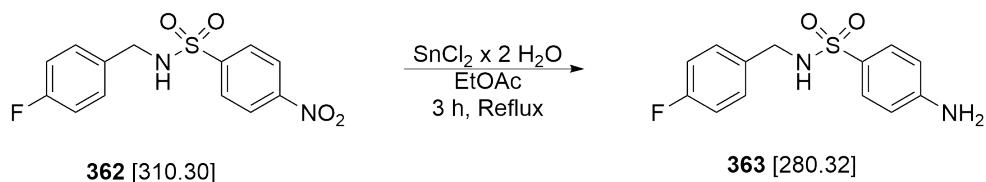
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 310.04, gef: 311.15 [M+H]<sup>+</sup> (5), 333.09 [M+Na]<sup>+</sup> (45), 350.89 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (5).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.55 (t, <sup>3</sup>J = 6.2 Hz, 1H, NH), 8.37-8.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.01-7.99 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.22 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.10-7.05 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.07-4.05 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 161.4 (d, <sup>1</sup>J = 243.1 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 149.4 (C<sub>arom</sub>), 146.4 (C<sub>arom</sub>), 133.4 (C<sub>arom</sub>), 129.7 (d, <sup>3</sup>J = 8.2 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 115.0 (d, <sup>2</sup>J = 21.5 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 45.4 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.43 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**4-Amino-N-(4-fluorbenzyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (362)	310.30	1.0	2.96	0.919
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	14.8	3.339

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.919 g (2.96 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Fluorbenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid. Es konnten 0.777 g (2.77 mmol, 94 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

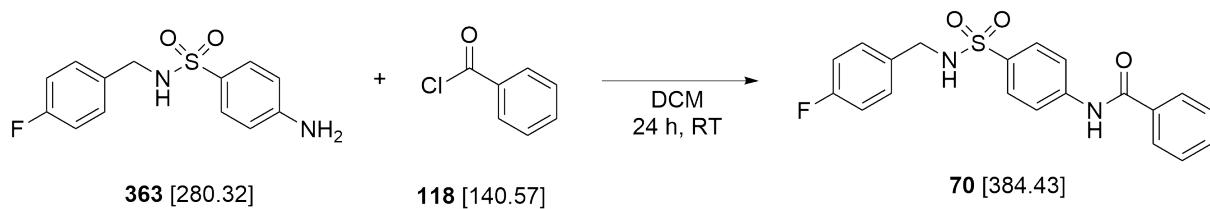
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>13</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 280.07, gef.: 281.07 [M+H]<sup>+</sup> (30), 303.05 [M+Na]<sup>+</sup> (25).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.62 (m, 1H, NH), 7.43-7.41 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.29-7.25 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.12-7.08 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.61-6.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.90 (bs, 2H, NH<sub>2</sub>), 3.87-3.86 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 161.3 (d, <sup>1</sup>J = 242.4 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 152.5 (C<sub>arom</sub>), 134.3 (d, <sup>4</sup>J = 2.9 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 129.5 (d, <sup>3</sup>J = 8.2 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.5 (C<sub>arom</sub>), 114.9 (d, <sup>2</sup>J = 21.3 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 112.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 45.3 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.11 (Cyclohexan/EtOAc 2:1 + 1% Et<sub>3</sub>N).

**N-(4-(N-(4-Fluorbenzyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-034)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (363)	280.32	-	1.0	0.53	0.149	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	1.00	0.149	0.12

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.149 g (0.53 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-fluorbenzyl)benzensulfonamid und 0.12 mL (1.06 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.081 g (0.21 mmol, 40 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 384.09, gef.: 385.05 [M+H]<sup>+</sup> (100), 407.04 [M+Na]<sup>+</sup> (70).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 385.1017, 407.0836, gef.: 385.1009 [M+H]<sup>+</sup>, 407.0821 [M+Na]<sup>+</sup>.

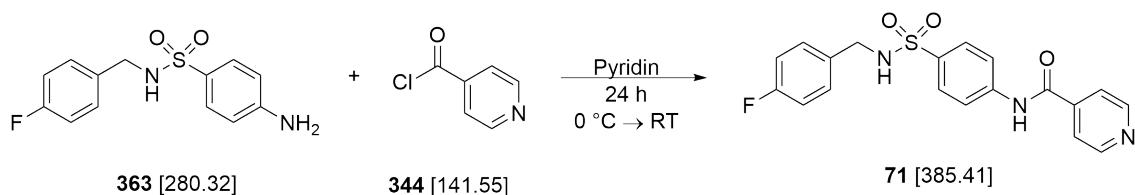
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.58 (s, 1H, NH), 8.05 (t, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 1H, NH), 8.00-7.97 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.80-7.77 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.61 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.54 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.27 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.13-7.09 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 3.98 (d, <sup>3</sup>J = 6.2 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 166.0 ( $C=O$ ), 161.3 (d,  $^1\text{J} = 242.8$  Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 142.7 ( $C_{arom}$ ), 134.9 ( $C_{arom}$ ), 134.5 ( $C_{arom}$ ), 134.0 (d,  $^4\text{J} = 3.1$  Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 131.9 ( $C_{arom}$ ), 129.5 (d,  $^3\text{J} = 8.3$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 119.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 114.9 (d,  $^2\text{J} = 21.3$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 45.3 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3296 (w), 3247 (m), 1654 (s), 1588 (m), 1509 (vs), 1471 (m), 1449 (w), 1426 (m), 1397 (s), 1354 (w), 1313 (s), 1265 (m), 1247 (w), 1219 (s), 1181 (w), 1150 (vs), 1090 (s), 1054 (s), 1028 (w), 1015 (w), 995 (w), 903 (s), 822 (s), 796 (w), 761 (s), 721 (m), 691 (vs), 657 (vs), 585 (s), 561 (vs), 533 (m), 515 (vs), 497 (m), 479 (vs), 420 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 222 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.24 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(4-Fluorbenzyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-035)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Amino-N-(4-fluorobenzyl)benzenesulfonamid	280.32	1.0	0.54	0.150
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	1.07	0.190

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.150 g (0.54 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-fluorobenzyl)benzenesulfonamid und 0.190 g (1.07 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1) gereinigt. Es konnten 0.150 g (0.39 mmol, 72 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $C_{19}H_{16}FN_3O_3S$  ber.: 385.09, gef.: 386.05  $[M+H]^+$  (100), 408.03  $[M+Na]^+$  (5).

**HRMS:** ESI(+) für  $C_{19}H_{16}FN_3O_3S$  ber.: 386.0969, gef.: 386.0973  $[M+H]^+$ .

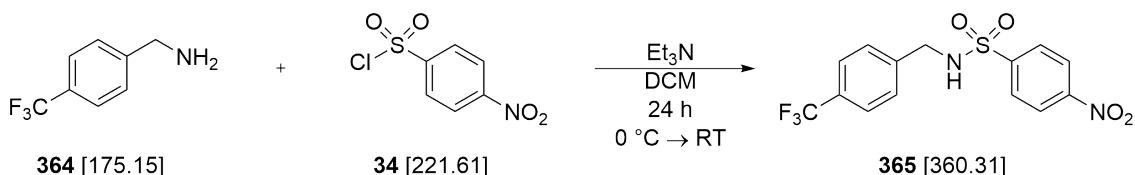
**$^1H$ -NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 10.81$  (bs, 1H, NH), 8.82-8.81 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 8.09-8.08 (bs, 1H, NH), 7.98-7.96 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 7.88-7.87 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 7.81-7.80 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 7.30-7.27 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 7.13-7.09 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 3.97 (m, 2H,  $CH_2$ ) ppm.

**$^{13}\text{C}$ -NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 164.5 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 161.3 (d,  $^1\text{J}$  = 242.8 Hz,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 150.3 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 142.0 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 141.5 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 135.6 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 133.9 (d,  $^4\text{J}$  = 3.0 Hz,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 129.5 (d,  $^3\text{J}$  = 8.1 Hz, 2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.5 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 121.6 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 120.1 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 114.9 (d,  $^2\text{J}$  = 21.4 Hz, 2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 45.3 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3355 (w), 3144 (w), 3051 (w), 2852 (w), 1660 (m), 1588 (m), 1522 (m), 1511 (s), 1499 (m), 1464 (w), 1438 (w), 1401 (m), 1316 (s), 1269 (w), 1245 (w), 1222 (m), 1151 (s), 1093 (m), 1047 (m), 908 (w), 826 (m), 763 (s), 741 (m), 705 (m), 665 (w), 652 (m), 616 (s), 579 (m), 560 (vs), 536 (m), 512 (m), 485 (s), 473 (m), 416 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 240 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.61 (DCM/MeOH 20:1).

**4-Nitro-N-(4-(trifluormethyl)benzyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	4.51	1.000	-
4-Trifluormethylbenzylamin	175.15	1.229	1.0	4.51	0.790	0.64
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	6.77	0.685	0.94

**Versuchsdurchführung**

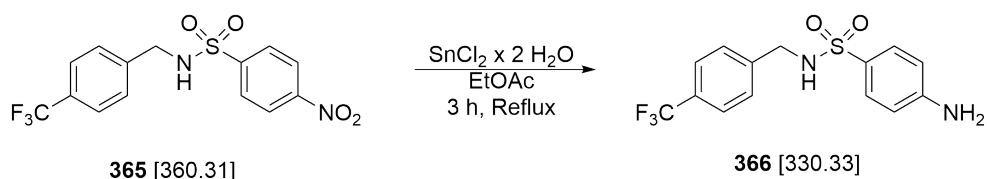
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.64 mL (4.51 mmol, 1.0 eq) 4-Trifluormethylbenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 6:1 → 2:1) gereinigt. Es konnten 0.535 g (1.48 mmol, 33 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>11</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 360.04, gef: 383.09 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.69 (t, 1H, <sup>3</sup>J = 6.2 Hz, NH), 8.34-8.31 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.99-7.96 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.60-7.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.43-7.41 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.20-4.18 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.41 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**4-Amino-N-(4-(trifluormethyl)benzyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (365)	360.31	1.0	1.45	0.522
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	7.25	1.636

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.522 g (1.45 mmol, 1.0 eq) 4-Nitro-N-(4-(trifluormethyl)benzyl)benzen sulfonamid. Es konnten 0.380 g (1.15 mmol, 79 %) des Produkts als grüner Feststoff erhalten werden.

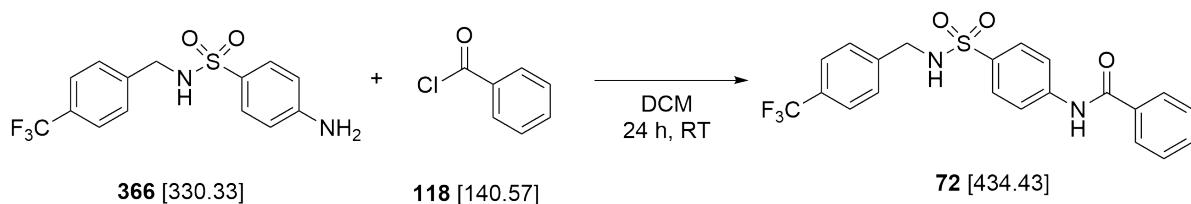
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{14}\text{H}_{13}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$  ber.: 330.06, gef.: 331.11  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (30).

**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 7.75$  (t,  $^3\text{J} = 6.4$  Hz, 1H, NH), 7.66-7.64 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.49-7.41 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 6.61-6.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.91 (bs, 2H, NH<sub>2</sub>), 3.99-3.97 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 152.5$  ( $C_{arom}$ ), 143.2 (q,  $^4\text{J} = 1.4$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 ( $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.6 (d,  $^2\text{J} = 31.7$  Hz,  $C_{arom}$ ), 125.4 ( $C_{arom}$ ), 125.0 (q,  $^3\text{J} = 3.9$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 124.3 (q,  $^1\text{J} = 271.9$  Hz, CF<sub>3</sub>) 112.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 45.5 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(4-(Trifluormethyl)benzyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-036)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (366)	330.33	-	1.0	0.36	0.120	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	0.72	0.102	0.08

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.102 g (0.36 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-(trifluormethyl)benzyl)benzensulfonamid und 0.08 mL (0.76 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.193 g (0.21 mmol, 40 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>17</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 434.09, gef.: 435.06 [M+H]<sup>+</sup> (60), 457.32 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>17</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 435.0985, 457.0764, gef.: 435.0980 [M+H]<sup>+</sup>, 457.0795 [M+Na]<sup>+</sup>.

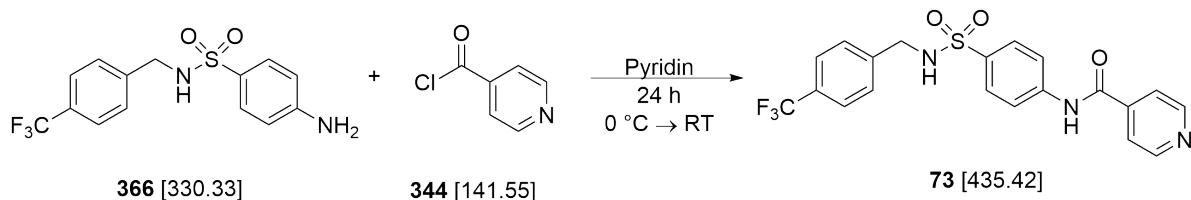
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.57 (s, 1H, NH), 8.18 (t, <sup>3</sup>J = 6.4 Hz, 1H, NH), 7.98-7.96 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.79-7.77 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.65-7.61 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.54 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.49-7.47 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.10 (d, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.0 (C=O), 142.8 (C<sub>arom</sub>), 142.7 (q, <sup>4</sup>J = 1.3 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 134.8 (C<sub>arom</sub>), 134.5 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (d, <sup>2</sup>J = 31.6 Hz, C<sub>arom</sub>), 127.5 (C<sub>arom</sub>), 125.0 (q, <sup>3</sup>J = 3.8 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 124.2 (q, <sup>1</sup>J = 271.9 Hz, CF<sub>3</sub>), 119.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 45.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3289 (m), 1654 (s), 1590 (m), 1515 (m), 1422 (w), 1401 (m), 1324 (vs), 1266 (m), 1250 (m), 1154 (vs), 1110 (vs), 1092 (m), 1067 (vs), 1016 (m), 999 (w), 876 (w), 856 (m), 838 (m), 821 (m), 797 (m), 720 (m), 691 (s), 667 (s), 628 (m), 592 (m), 544 (vs), 520 (w), 506 (w), 491 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 251 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.20 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(4-(Trifluormethyl)benzyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-037)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Amin (366)	330.33	1.0	0.36	0.120
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	0.73	0.129

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.120 g (0.36 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-(trifluormethyl)benzyl)benzensulfonamid und 0.129 g (0.73 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1) gereinigt. Es konnten 0.086 g (0.20 mmol, 56 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{16}\text{F}_3\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$  ber.: 435.09, gef.: 436.07  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{16}\text{F}_3\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$  ber.: 436.0937, gef.: 436.0945  $[\text{M}+\text{H}]^+$ .

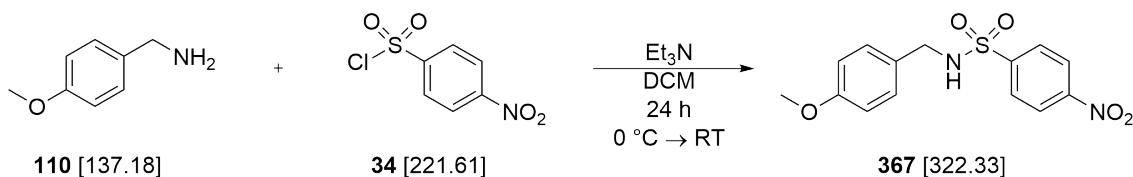
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 8.82\text{-}8.81$  (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.96-7.94 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.88-7.86 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.80-7.78 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.65-7.63 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.49-7.47 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 4.10 (s, 2H,  $\text{CH}_2$ ) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 164.5$  ( $\text{C=O}$ ), 150.4 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 142.7 (q,  $^4\text{J} = 1.4$  Hz, 2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 142.2 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 141.5 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 135.4 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.3 (4C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.6 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 125.1 (q,  $^3\text{J} = 3.9$  Hz, 2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 124.2 (q,  $^1\text{J} = 271.8$  Hz,  $\text{CF}_3$ ), 121.7 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 120.1 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 45.6 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu = 3359$  (w), 3137 (w), 2862 (w), 1661 (m), 1590 (m), 1526 (m), 1496 (w), 1449 (w), 1402 (m), 1316 (vs), 1270 (w), 1248 (w), 1153 (s), 1110 (s), 1093 (s), 1064 (s), 1050 (s), 1018 (m), 923 (w), 906 (w), 850 (w), 823 (m), 756 (w), 727 (m), 707 (m), 652 (m), 637 (m), 614 (s), 573 (m), 546 (vs), 508 (m), 475 (w), 422 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 280 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.29 (DCM/MeOH 20:1).

**N-(4-Methoxybenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzensulfonylchlorid	221.61	-	1.0	4.51	1.000	-
4-Methoxybenzylamin	137.18	1.05	1.0	4.51	0.619	0.59
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	6.77	0.685	0.94

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzensulfonylchlorid und 0.59 mL (4.51 mmol, 1.0 eq) 4-Methoxybenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1 → 2:1) gereinigt. Es konnten 1.450 g (4.50 mmol, 100 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

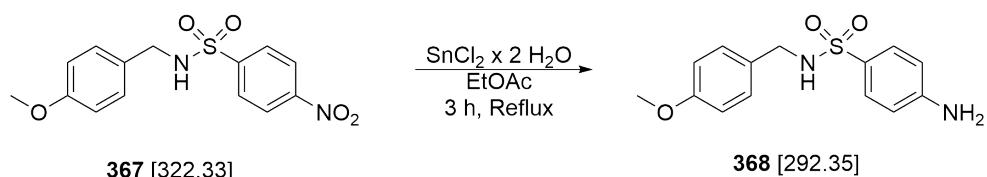
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 322.06, gef: 345.12 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.44 (t, <sup>3</sup>J = 6.2 Hz, 1H, NH), 8.36-8.33 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.99-7.96 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.08 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.81-6.77 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.01-3.99 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.69 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 158.5 (C<sub>arom</sub>), 149.3 (C<sub>arom</sub>), 146.5 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.3 (C<sub>arom</sub>), 113.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 45.7 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.38 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**4-Amino-N-(4-methoxybenzyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (367)	322.33	1.0	4.50	1.450
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	22.5	5.077

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 1.450 g (4.50 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Methoxybenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid. Es konnten 0.98 g (3.35 mmol, 74 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

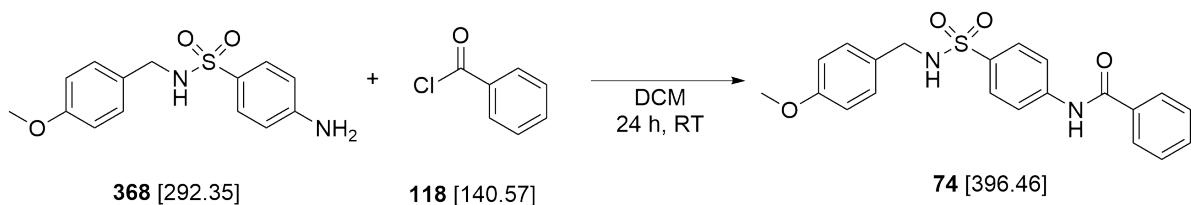
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 292.09, gef.: 315.06 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.52-7.49 (m, 1H, NH), 7.45-7.41 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.15-7.12 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.86-6.82 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.62-6.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.89 (bs, 2H, NH), 3.80-3.79 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.72-3.71 (m, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 158.3 (C<sub>arom</sub>), 152.4 (C<sub>arom</sub>), 129.9 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.7 (C<sub>arom</sub>), 113.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 45.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.13 (Cyclohexan/EtOAc 2:1 + 1% Et<sub>3</sub>N).

**N-(4-(N-(4-Methoxybenzyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-038)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (368)	292.35	-	1.0	0.43	0.125	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	0.86	0.102	0.10

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.125 (0.43 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-methoxybenzyl)benzenesulfonamid und 0.10 mL (0.86 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.100 g (0.25 mmol, 58 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 396.11, gef.: 397.10 [M+H]<sup>+</sup> (70), 419.06 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 419.1036, gef.: 419.1036 [M+Na]<sup>+</sup>.

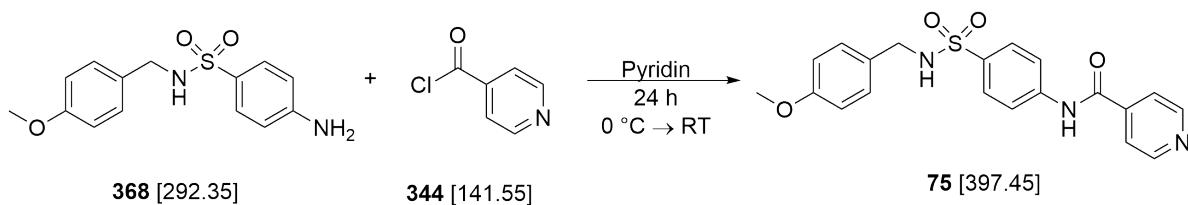
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.57 (s, 1H, NH), 7.99-7.97 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.94-7.92 (m, 1H, NH), 7.79-7.77 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.61 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.57-7.54 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.16-7.15 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.85-6.83 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 3.91 (d, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.0 (C=O), 158.4 (C<sub>arom</sub>), 142.6 (C<sub>arom</sub>), 135.0 (C<sub>arom</sub>), 134.5 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 129.5 (C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 45.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3362$  (w),  $3135$  (w),  $2841$  (w),  $1657$  (m),  $1611$  (w),  $1587$  (m),  $1525$  (m),  $1513$  (s),  $1498$  (m),  $1439$  (w),  $1400$  (m),  $1312$  (s),  $1265$  (w),  $1244$  (s),  $1203$  (w),  $1186$  (w),  $1177$  (w),  $1151$  (s),  $1107$  (w),  $1092$  (m),  $1041$  (m),  $1028$  (m),  $918$  (w),  $897$  (w),  $825$  (s),  $792$  (w),  $751$  (s),  $706$  (s),  $686$  (m),  $655$  (m),  $622$  (m),  $612$  (m),  $582$  (m),  $565$  (vs),  $538$  (s),  $526$  (vs),  $503$  (m),  $482$  (w),  $445$  (w),  $418$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $205$  °C.

**R<sub>f</sub>:**  $0.19$  (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(4-Methoxybenzyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-039)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Amino-N-(4-methoxybenzyl)benzensulfonamid	292.35	1.0	0.51	0.150
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	1.02	0.182

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.150 (0.51 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-methoxybenzyl)benzensulfonamid und 0.182 g (1.02 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1) gereinigt. Es konnten 0.138 g (0.35 mmol, 69 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $C_{20}H_{19}N_3O_4S$  ber.: 397.11, gef.: 398.12  $[M+H]^+$  (40), 420.06  $[M+Na]^+$  (10).

**HRMS:** ESI(+) für  $C_{20}H_{19}N_3O_4S$  ber.: 398.1169, gef.: 398.1182  $[M+H]^+$ .

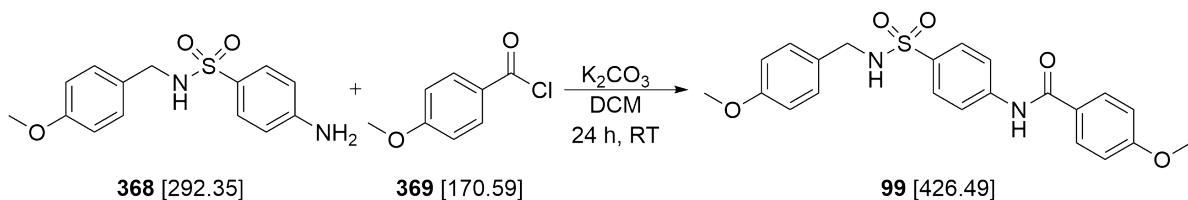
**$^1H$ -NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.86 (s, 1H, NH), 8.82-8.80 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.99-7.97 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, NH), 7.9-7.89 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.81-7.79 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.16-7.14 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.85-6.83 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 3.91 (d,  $^3J$  = 6.2 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}C$ -NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 164.5 (C=O), 158.4 (C<sub>arom</sub>), 150.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 142.0 (C<sub>arom</sub>), 141.5 (C<sub>arom</sub>), 135.6 (C<sub>arom</sub>), 129.5 (C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 121.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 45.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3357$  (w),  $3149$  (w),  $2849$  (w),  $1664$  (m),  $1610$  (w),  $1588$  (m),  $1556$  (w),  
 $1526$  (s),  $1513$  (s),  $1499$  (m),  $1437$  (m),  $1402$  (m),  $1312$  (vs),  $1270$  (w),  $1244$  (s),  
 $1205$  (w),  $1183$  (m),  $1151$  (vs),  $1110$  (w),  $1094$  (m),  $1068$  (w),  $1038$  (m),  $1022$   
(s),  $993$  (w),  $979$  (w),  $917$  (w),  $906$  (w),  $823$  (s),  $753$  (s),  $738$  (m),  $704$  (m),  $653$   
(s),  $613$  (s),  $582$  (m),  $564$  (vs),  $540$  (s),  $524$  (vs),  $507$  (s),  $482$  (m),  $444$  (w),  $418$   
(w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $253$  °C.

**R<sub>f</sub>:**  $0.32$  (DCM/MeOH 20:1).

**4-Methoxy-N-(4-(4-methoxybenzyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-213)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (368)	292.35	-	1.0	1.03	0.333	-
4-Methoxybenzoylchlorid	170.21	1.260	2.0	2.07	0.353	0.28
$\text{K}_2\text{CO}_3$	138.21	-	3.5	3.62	0.500	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.333 (1.03 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-methoxybenzyl)benzenesulfonamid und 0.28 mL (2.07 mmol, 2.0 eq) 4-Methoxybenzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 42 min) gereinigt. Es konnten 0.079 g (0.19 mmol, 18 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{22}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$  ber.: 426.12, gef.: 427.17  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (100), 449.06  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (80).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{22}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$  ber.: 427.1322, 449.1142, gef.: 427.1326  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 449.1144  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

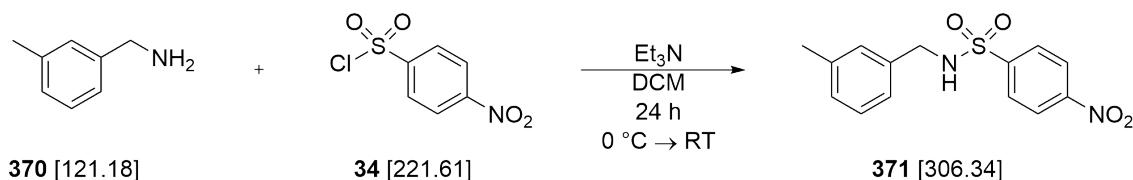
**$^1\text{H-NMR}$ :** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 10.40$  (s, 1H, NH), 7.99-7.92 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.91 (t,  $^3\text{J} = 6.3$  Hz, 1H, NH), 7.77-7.75 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.16-7.14 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.10-7.08 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.85-6.83 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 3.90 (d,  $^3\text{J} = 6.3$  Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.85 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 165.3 ( $C=O$ ), 162.2 ( $C_{arom}$ ), 158.4 ( $C_{arom}$ ), 142.8 ( $C_{arom}$ ), 134.7 ( $C_{arom}$ ), 129.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 129.5 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.4 ( $C_{arom}$ ), 119.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 113.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 113.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 55.4 (CH<sub>3</sub>), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 45.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3329 (w), 3159 (w), 1656 (m), 1602 (m), 1590 (s), 1531 (m), 1507 (s), 1456 (m), 1444 (m), 1398 (m), 1308 (vs), 1248 (vs), 1180 (s), 1147 (vs), 1094 (s), 1070 (s), 1024 (s), 959 (w), 897 (w), 871 (w), 830 (vs), 758 (s), 740 (s), 704 (m), 689 (s), 675 (s), 636 (m), 610 (vs), 577 (s), 567 (vs), 530 (vs), 499 (s), 458 (w), 416 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 227-230 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.64 (DCM/MeOH 30:1).

**N-(3-Methylbenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzensulfonylchlorid	221.61	-	1.0	4.51	1.000	-
3-Methylbenzylamin	149.24	0.966	1.0	4.51	0.547	0.57
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	6.77	0.685	0.94

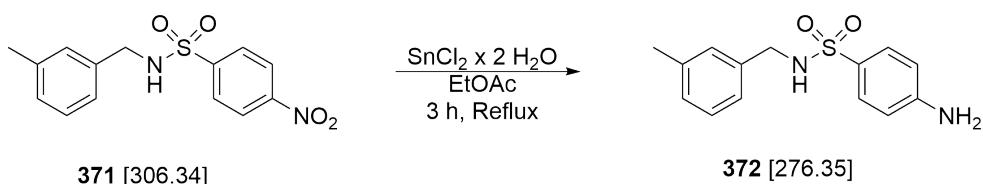
**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.57 mL (4.51 mmol, 1.0 eq) 3-Methylbenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 6:1 → 1:1) gereinigt und leicht verunreinigt, ohne weitere Analytik weiter umgesetzt. Es konnten 0.728 g (2.38 mmol, 53 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 306.07, gef: 329.11 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**R<sub>f</sub>:** 0.38 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**4-Amino-N-(3-methylbenzyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (371)	334.39	1.0	2.38	0.728
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	11.9	2.685

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.728 g (2.38 mmol, 1.0 eq) *N*-(3-Methylbenzyl)-4-nitrobenzenesulfonamid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 1:1) gereinigt. Es konnten 0.451 g (1.63 mmol, 68 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

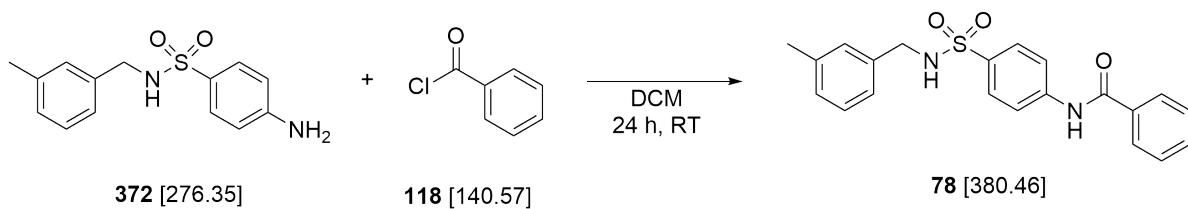
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 276.09, gef.: 277.08 [M+H]<sup>+</sup> (25), 299.05 [M+Na]<sup>+</sup> (25).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.55 (t, <sup>3</sup>J = 6.4 Hz, 1H, NH), 7.44-7.42 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.18-7.14 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.04-7.01 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 6.61-6.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.89 (bs, 2H, NH<sub>2</sub>), 3.83 (d, <sup>3</sup>J = 6.4 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.25 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 152.4 (C<sub>arom</sub>), 137.9 (C<sub>arom</sub>), 137.2 (C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (C<sub>arom</sub>), 128.0 (C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 125.7 (C<sub>arom</sub>), 124.6 (C<sub>arom</sub>), 112.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 46.1 (CH<sub>2</sub>), 20.9 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.48 (DCM/MeOH 50:1).

**N-(4-(N-(3-Methylbenzyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-040)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (372)	276.35	-	1.0	0.47	0.131	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	0.94	0.133	0.11

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.131 g (0.47 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(3-methylbenzyl)benzenesulfonamid und 0.11 mL (0.94 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.109 g (0.29 mmol, 62 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 380.12, gef.: 381.11 [M+H]<sup>+</sup> (100), 403.06 [M+Na]<sup>+</sup> (95).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 381.1267, 403.1087, gef.: 381.1256 [M+H]<sup>+</sup>, 403.1086 [M+Na]<sup>+</sup>.

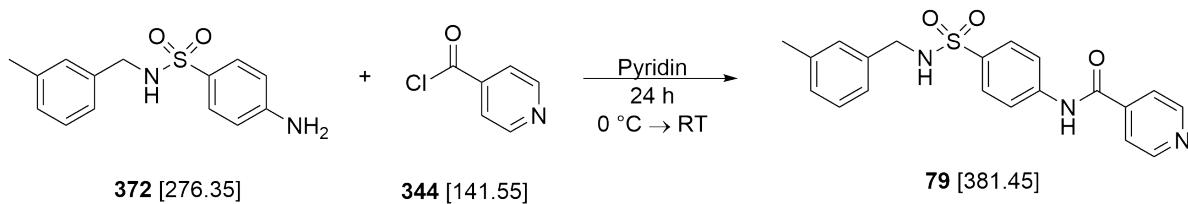
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.57 (s, 1H, NH), 8.00-7.97 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.79-7.77 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.65-7.61 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.54 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.19-7.15 (m, 1H, NH), 7.04-7.02 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 3.95-3.93 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.24 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 166.0 ( $C=O$ ), 142.6 ( $C_{arom}$ ), 137.5 ( $C_{arom}$ ), 137.2 ( $C_{arom}$ ), 135.0 ( $C_{arom}$ ), 134.5 ( $C_{arom}$ ), 131.9 ( $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 ( $C_{arom}$ ), 128.1 ( $C_{arom}$ ), 127.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 ( $C_{arom}$ ), 127.5 ( $C_{arom}$ ), 124.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 119.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 46.1 (CH<sub>2</sub>), 20.9 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3359 (w), 3144 (w), 2862 (w), 1664 (s), 1590 (m), 1528 (s), 1503 (m), 1494 (m), 1445 (m), 1402 (m), 1316 (vs), 1266 (m), 1248 (m), 1153 (vs), 1108 (w), 1098 (m), 1065 (s), 1021 (w), 894 (m), 834 (m), 776 (s), 712 (m), 691 (s), 653 (vs), 630 (m), 602 (s), 575 (s), 543 (vs), 522 (m), 499 (m), 435 (m), 423 (w), 407 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 200 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.25 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(3-Methylbenzyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-041)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Amino-N-(3-methylbenzyl)benzenesulfonamid	276.35	1.0	0.54	0.150
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	1.09	0.193

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.150 g (0.54 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(3-methylbenzyl)benzenesulfonamid und 0.193 g (1.09 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1) gereinigt. Es konnten 0.198 g (0.52 mmol, 96 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$  ber.: 381.11, gef.: 382.12  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (50).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$  ber.: 382.1220, gef.: 382.1229  $[\text{M}+\text{H}]^+$ .

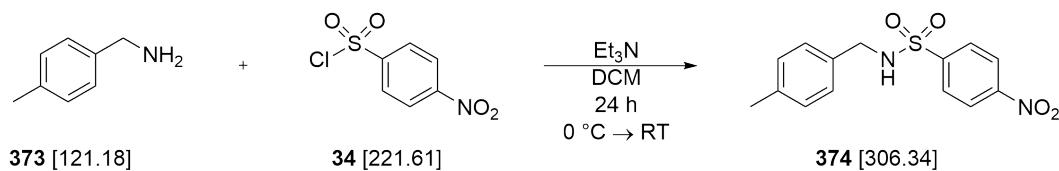
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 10.84$  (s, 1H, NH), 8.82-8.81 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.99-7.88 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.82-7.80 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.19-7.15 (m, 1H, NH), 7.04-7.02 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 3.95 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.24 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 164.6$  (C=O), 150.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 142.1 (C<sub>arom</sub>), 141.5 (C<sub>arom</sub>), 137.5 (C<sub>arom</sub>), 137.3 (C<sub>arom</sub>), 135.6 (C<sub>arom</sub>), 128.2 (C<sub>arom</sub>), 128.2 (C<sub>arom</sub>), 127.8 (C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 124.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 121.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 46.2 (CH<sub>2</sub>), 21.0 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3270$  (w), 1667 (m), 1588 (m), 1522 (s), 1494 (m), 1399 (m), 1345 (w), 1314 (s), 1268 (w), 1249 (w), 1153 (vs), 1108 (w), 1091 (m), 1067 (w), 1043 (m), 900 (w), 836 (m), 789 (w), 752 (w), 720 (w), 702 (m), 659 (s), 629 (m), 615 (s), 573 (s), 551 (s), 539 (vs), 522 (m), 494 (w), 472 (w), 434 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 193 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.27 (DCM/MeOH 20:1).

**N-(4-Methylbenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	4.51	1.000	-
4-Methylbenzylamin	121.18	0.952	1.0	4.51	0.547	0.57
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	6.77	0.685	0.94

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.57 mL (4.51 mmol, 1.0 eq) 4-Methylbenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1 → 2:1) gereinigt. Es konnten 1.099 g (3.58 mmol, 79 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

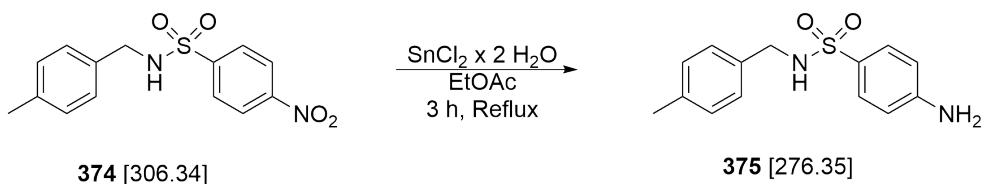
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 306.07, gef: 329.10 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.47 (t, <sup>3</sup>J = 6.2 Hz, 1H, NH), 8.35-8.33 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.99-7.96 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.09-7.03 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 4.02-4.01 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.23 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 149.3 (C<sub>arom</sub>), 146.5 (C<sub>arom</sub>), 136.4 (C<sub>arom</sub>), 134.0 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 46.0 (CH<sub>2</sub>), 20.5 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.54 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**4-Amino-N-(4-methylbenzyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (374)	306.34	1.0	3.50	1.072
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	17.5	3.948

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 1.072 g (3.50 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Methylbenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid. Es konnten 0.908 g (3.29 mmol, 94 %) des Produkts als gelblicher Feststoff erhalten werden.

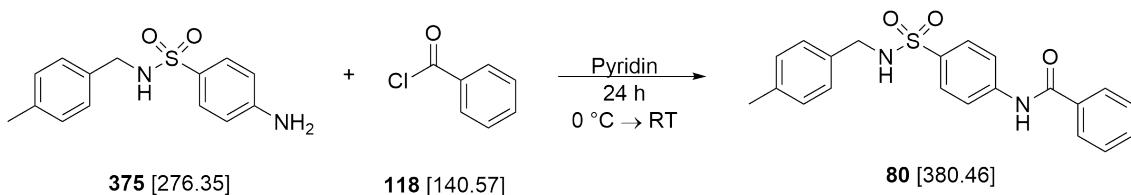
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 276.09, gef.: 277.08 [M+H]<sup>+</sup> (65), 299.03 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.53 (t, <sup>3</sup>J = 6.4 Hz, 1H, NH), 7.45-7.43 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.13-7.07 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 6.62-6.60 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.89 (bs, 2H, NH<sub>2</sub>), 3.83-3.81 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.26 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 152.4 (C<sub>arom</sub>), 136.0 (C<sub>arom</sub>), 135.0 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.6 (C<sub>arom</sub>), 112.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 45.8 (CH<sub>2</sub>), 29.4 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.01 (Cyclohexan/EtOAc 2:1 + 1% Et<sub>3</sub>N).

**N-(4-(N-(4-Methoxybenzyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-042)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (375)	276.35	-	1.0	0.72	0.200	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	1.45	0.203	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.200 g (0.72 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-methylbenzyl)benzenesulfonamid und 0.17 mL (1.45 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1) gereinigt. Es konnten 0.085 g (0.22 mmol, 31 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 380.12, gef.: 381.11 [M+H]<sup>+</sup> (80), 403.08 [M+Na]<sup>+</sup> (75).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 381.1227, 403.1047, gef.: 381.1258 [M+H]<sup>+</sup>, 403.1085 [M+Na]<sup>+</sup>.

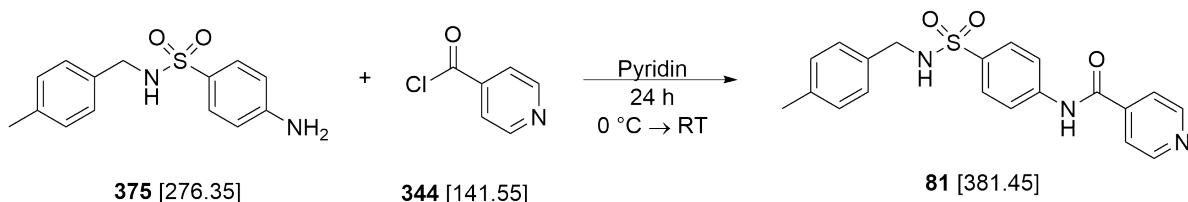
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 10.57$  (s, 1H, NH), 7.99-7.95 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.79-7.77 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.65-7.61 (m, 1H, NH), 7.58-7.54 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.14-7.08 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 3.92 (d, <sup>3</sup>J = 6.2 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.26 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 166.0$  (C=O), 142.6 (C<sub>arom</sub>), 136.2 (C<sub>arom</sub>), 135.0 (C<sub>arom</sub>), 134.6 (C<sub>arom</sub>), 134.5 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 45.9 (CH<sub>2</sub>), 20.6 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3359$  (w),  $3149$  (w),  $2920$  (w),  $2850$  (w),  $1658$  (m),  $1587$  (m),  $1525$  (m),  $1498$  (m),  $1437$  (w),  $1400$  (m),  $1312$  (s),  $1264$  (m),  $1251$  (m),  $1208$  (w),  $1182$  (w),  $1151$  (s),  $1092$  (m),  $1045$  (m),  $1024$  (w),  $896$  (w),  $828$  (m),  $811$  (m),  $791$  (m),  $754$  (m),  $704$  (s),  $683$  (m),  $655$  (m),  $624$  (s),  $613$  (m),  $581$  (s),  $560$  (vs),  $533$  (m),  $508$  (s),  $485$  (s),  $460$  (m),  $416$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $216\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**R<sub>f</sub>:** 0.26 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(4-Methylbenzyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-043)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Amino-N-(4-methylbenzyl)benzenesulfonamid	276.35	1.0	0.72	0.200
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	1.44	0.256

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.200 g (0.72 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-methylbenzyl)benzenesulfonamid und 0.256 g (1.44 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1) gereinigt. Es konnten 0.133 g (0.35 mmol, 49 %) des Produkts als gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 381.11, gef.: 382.09 [M+H]<sup>+</sup> (40).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 382.1220, gef.: 382.1230 [M+H]<sup>+</sup>.

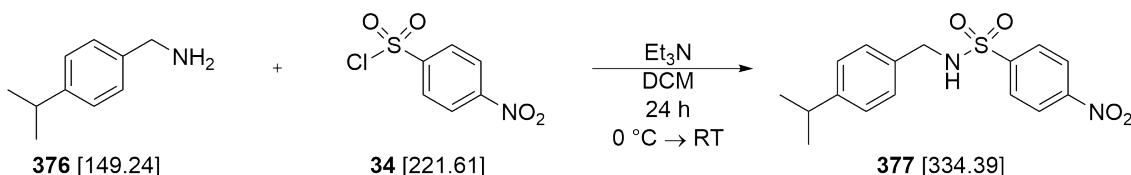
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.82 (bs, 1H, NH), 8.82-8.81 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.98-7.96 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, NH), 7.89-7.87 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.82-7.80 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.14-7.08 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 3.93 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.25 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 164.6 (C=O), 150.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 142.1 (C<sub>arom</sub>), 141.6 (C<sub>arom</sub>), 136.3 (C<sub>arom</sub>), 135.6 (C<sub>arom</sub>), 134.6 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 121.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 46.0 (CH<sub>2</sub>), 20.7 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3357$  (w),  $3159$  (w),  $1665$  (m),  $1589$  (m),  $1525$  (s),  $1498$  (m),  $1435$  (w),  
 $1401$  (m),  $1312$  (s),  $1269$  (w),  $1248$  (w),  $1149$  (s),  $1130$  (w),  $1093$  (m),  $1042$   
(m),  $906$  (w),  $824$  (m),  $811$  (m),  $754$  (m),  $733$  (w),  $709$  (m),  $699$  (m),  $653$  (m),  
 $614$  (s),  $579$  (m),  $559$  (vs),  $535$  (m),  $510$  (s),  $485$  (s),  $460$  (m),  $427$  (w),  $414$  (w)  
 $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $254$  °C.

**R<sub>f</sub>:**  $0.33$  (DCM/MeOH 20:1).

**N-(4-Isopropylbenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	3.20	0.709	-
4-Isopropylbenzylamin	149.24	-	1.0	3.20	0.478	-
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	4.80	0.486	0.67

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.709 g (3.20 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.478 g (3.20 mmol, 1.0 eq) 4-Isopropylbenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 6:1 → 1:1) gereinigt. Es konnten 0.791 g (2.37 mmol, 74 %) des Produkts als gelblicher Feststoff erhalten werden.

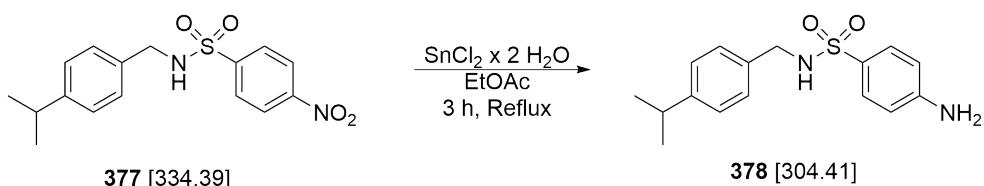
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 334.10, gef: 357.17 [M+Na]<sup>+</sup> (25).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.50 (t, <sup>3</sup>J = 5.4 Hz, 1H, NH), 8.31-8.29 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.94-7.92 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07 (s, 4H, CH<sub>arom</sub>), 4.04 (d, <sup>3</sup>J = 5.4 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.84-2.73 (m, 1H, Isopropyl-CH), 1.13-1.11 (m, 6H, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 149.2 (C<sub>arom</sub>), 147.5 (C<sub>arom</sub>), 146.6 (C<sub>arom</sub>), 134.2 (C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 46.0 (CH<sub>2</sub>), 33.0 (CH), 24.5 (2C, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.59 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**4-Amino-N-(4-isopropylbenzyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (377)	334.39	1.0	2.34	0.782
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	11.7	2.639

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.782 g (2.34 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Isopropylbenzyl)-4-nitrobenzenesulfonamid. Es konnten 0.690 g (2.27 mmol, 97 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

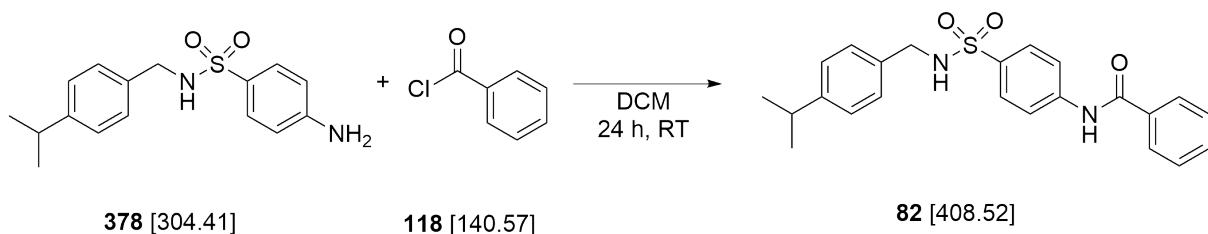
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>16</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 304.12, gef.: 305.13 [M+H]<sup>+</sup> (20), 327.17 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.53 (s, 1H, NH), 7.45-7.41 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.14 (s, 4H, CH<sub>arom</sub>), 6.62-6.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.89 (s, 2H, NH<sub>2</sub>), 3.83 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.89-2.79 (m, 1H, Isopropyl-CH), 1.18-1.16 (m, 6H, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 152.4 (C<sub>arom</sub>), 147.2 (C<sub>arom</sub>), 135.3 (C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.6 (C<sub>arom</sub>), 112.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 45.9 (CH<sub>2</sub>), 42.8 (CH), 33.1 (2C, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.07 (Cyclohexan/EtOAc 3:1 + 1% Et<sub>3</sub>N).

**N-(4-(N-(4-Isopropylbenzyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-044)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (378)	304.41	-	1.0	0.49	0.148	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	0.98	0.137	0.11

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.148 g (0.49 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-isopropylbenzyl)benzenesulfonamid und 0.11 mL (0.98 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.106 g (0.26 mmol, 53 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 408.15, gef.: 409.09 [M+H]<sup>+</sup> (50), 431.06 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 409.1580, 431.1400, gef.: 409.1573 [M+H]<sup>+</sup>, 431.1401 [M+Na]<sup>+</sup>.

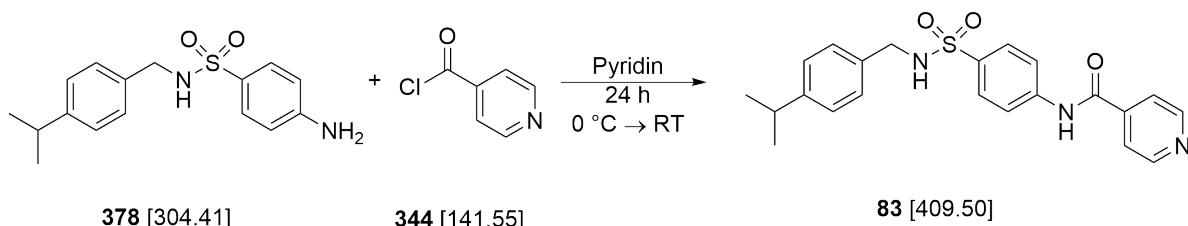
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.56 (s, 1H, NH), 7.98-7.96 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.78-7.75 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.62-7.61 (m, 1H, NH), 7.58-7.54 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.16-7.12 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 3.95-3.94 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.86-2.79 (m, 1H, CH), 1.16-1.14 (m, 6H, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 166.0 ( $C=O$ ), 147.3 ( $C_{arom}$ ), 142.6 ( $C_{arom}$ ), 135.0 ( $C_{arom}$ ), 134.9 ( $C_{arom}$ ), 134.5 ( $C_{arom}$ ), 131.9 ( $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 119.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 46.0 ( $\text{CH}_2$ ), 33.0 (CH), 23.8 (2C, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3370 (w), 3148 (w), 2959 (w), 2864 (w), 1657 (m), 1588 (m), 1525 (m), 1497 (m), 1440 (w), 1400 (m), 1312 (s), 1265 (w), 1249 (w), 1150 (s), 1092 (m), 1041 (m), 912 (w), 897 (w), 828 (m), 793 (w), 749 (w), 727 (m), 704 (s), 684 (m), 656 (m), 621 (m), 611 (m), 595 (w), 578 (m), 553 (vs), 526 (m), 478 (w), 420 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 190 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.29 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(4-Isopropylbenzyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-045)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Amino-N-(4-isopropylbenzyl)benzenesulfonamid	304.41	1.0	0.66	0.200
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	1.32	0.235

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.200 g (0.66 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-isopropylbenzyl)benzenesulfonamid und 0.235 g (1.32 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1) gereinigt. Es konnten 0.233 g (0.57 mmol, 86 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$  ber.: 409.15, gef.: 410.12  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (60), 432.20  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (3).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$  ber.: 410.1533, gef.: 410.1547  $[\text{M}+\text{H}]^+$ .

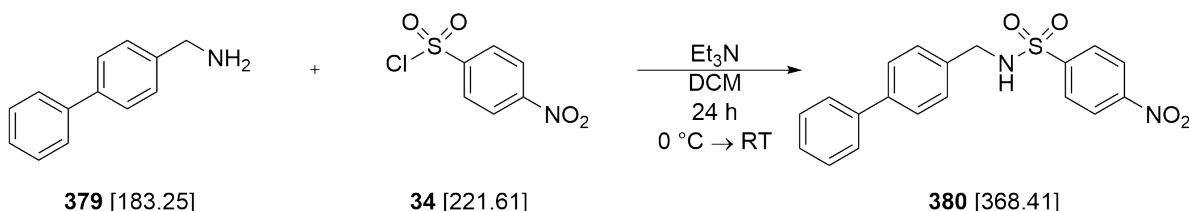
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.80 (bs, 1H, NH), 8.82-8.81 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 8.01 (bs, 1H, NH), 7.97-7.95 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.88-7.87 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.80-7.78 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.16-7.11 (m, 4H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 3.95 (s, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 2.85-2.78 (m, 1H, CH), 1.16-1.14 (m, 6H, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 164.6 ( $\text{C=O}$ ), 150.4 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 147.4 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 142.1 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 141.6 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 135.6 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 134.9 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.7 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.6 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 126.1 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 121.7 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 120.1 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 46.1 ( $\text{CH}_2$ ), 33.2 (CH), 23.9 (2C, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3364$  (w),  $3162$  (w),  $2964$  (w),  $2871$  (w),  $1665$  (m),  $1590$  (m),  $1527$  (m),  
 $1498$  (w),  $1436$  (w),  $1402$  (m),  $1312$  (s),  $1269$  (w),  $1248$  (w),  $1149$  (s),  $1093$  (m),  
 $1066$  (w),  $1041$  (m),  $912$  (w),  $845$  (w),  $821$  (m),  $750$  (w),  $717$  (m),  $698$  (m),  
 $665$  (w),  $653$  (m),  $612$  (m),  $578$  (m),  $553$  (vs),  $528$  (s),  $505$  (m),  $481$  (m),  $430$  (w),  $420$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $217$  °C.

**R<sub>f</sub>:**  $0.28$  (DCM/MeOH 20:1).

**N-([1,1'-Biphenyl]-4-ylmethyl)-4-nitrobenzen sulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzen sulfonylchlorid	221.61	-	1.0	5.48	1.214	-
4-Phenylbenzylamin	183.25	-	1.0	5.48	1.005	-
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	8.23	0.833	1.15

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 1.214 g (5.48 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzen sulfonylchlorid und 1.005 g (5.48 mmol, 1.0 eq) 4-Phenylbenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1 → 2:1) gereinigt. Es konnten 1.493 g (4.05 mmol, 74 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

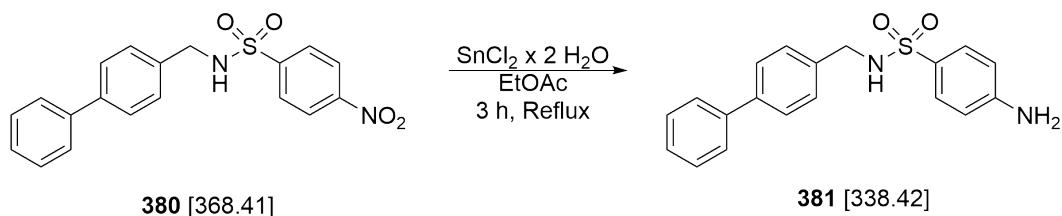
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 368.08, gef: 391.17 [M+H]<sup>+</sup> (20).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.59 (t, <sup>3</sup>J = 6.2 Hz, 1H, NH), 8.36-8.34 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.0-7.99 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.60-7.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.54-7.52 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.46-7.42 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.33 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.28 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.13-4.12 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 149.4 (C<sub>arom</sub>), 146.5 (C<sub>arom</sub>), 139.8 (C<sub>arom</sub>), 139.3 (C<sub>arom</sub>), 136.3 (C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (C<sub>arom</sub>), 126.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 45.9 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.46 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

***N*-([1,1'-Biphenyl]-4-ylmethyl)-4-aminobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (380)	368.41	1.0	3.91	1.441
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	19.6	4.413

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 1.441 g (3.91 mmol, 1.0 eq) *N*-([1,1'-Biphenyl]-4-ylmethyl)-4-nitrobenzenesulfonamid. Es konnten 1.217 g (3.60 mmol, 92 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

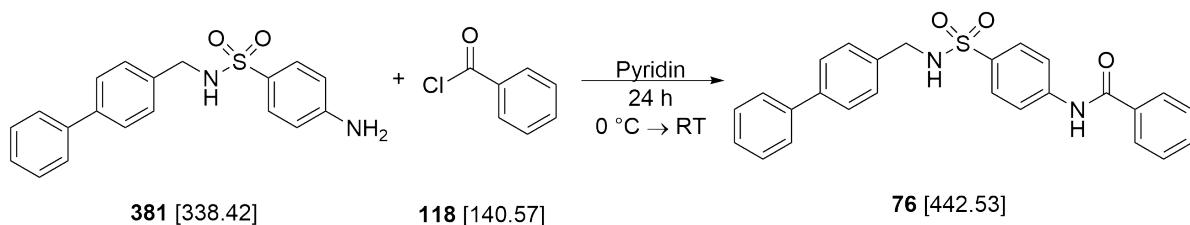
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 338.11, gef.: 339.19 [M+H]<sup>+</sup> (50), 361.17 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.65-7.57 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>, NH), 7.47-7.43 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.32 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 6.63-6.61 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.91 (m, 2H, NH<sub>2</sub>), 3.93-3.91 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 152.5 (C<sub>arom</sub>), 139.9 (C<sub>arom</sub>), 139.0 (C<sub>arom</sub>), 137.3 (C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.3 (C<sub>arom</sub>), 126.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.6 (C<sub>arom</sub>), 112.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 45.8 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 2:1 + 1% Et<sub>3</sub>N).

**N-(4-(N-([1,1'-Biphenyl]-4-ylmethyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-046)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (381)	338.42	-	1.0	0.59	0.200	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	1.18	0.166	0.14

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.200 g (0.59 mmol, 1.0 eq) *N*-([1,1'-Biphenyl]-4-ylmethyl)-4-aminobenzensulfonamid und 0.14 mL (1.18 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.155 g (0.35 mmol, 59 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>26</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 442.14, gef.: 443.22 [M+H]<sup>+</sup> (80), 465.01 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>26</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 443.1384, 465.1227, gef.: 443.1414 [M+H]<sup>+</sup>, 465.1246 [M+Na]<sup>+</sup>.

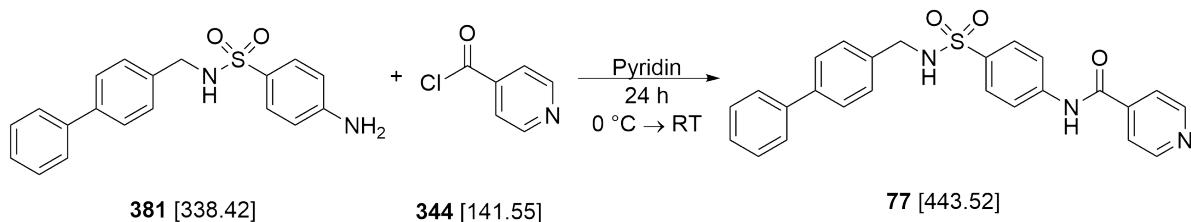
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.56 (s, 1H, NH), 8.08 (t, <sup>3</sup>J = 6.3 Hz, 1H, NH), 7.98-7.95 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.80-7.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.65-7.61 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.57-7.54 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.44-7.40 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.32 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 4.04-4.03 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.1 (*C=O*), 142.7 (*C<sub>arom</sub>*), 139.9 (*C<sub>arom</sub>*), 139.1 (*C<sub>arom</sub>*), 136.9 (*C<sub>arom</sub>*), 135.0 (*C<sub>arom</sub>*), 134.5 (*C<sub>arom</sub>*), 132.0 (*C<sub>arom</sub>*), 128.9 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.8 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.4 (*C<sub>arom</sub>*), 126.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 126.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 119.9 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 45.9 (*CH<sub>2</sub>*) ppm.

**IR:** ν = 3295 (w), 1650 (s), 1592 (m), 1579 (w), 1512 (m), 1484 (m), 1419 (w), 1399 (m), 1364 (w), 1324 (s), 1310 (s), 1266 (m), 1153 (vs), 1092 (m), 1072 (m), 1026 (w), 1004 (w), 853 (w), 843 (w), 826 (s), 793 (w), 755 (m), 717 (m), 703 (m), 688 (vs), 658 (vs), 627 (w), 616 (w), 601 (s), 585 (m), 544 (s), 519 (m), 496 (m), 474 (w), 406 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 228 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.23 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

***N-(4-(*N*-([1,1'-Biphenyl]-4-ylmethyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-047)***

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
<i>N</i> -([1,1'-Biphenyl]-4-ylmethyl)-4-aminobenzensulfonamid	338.42	1.0	0.72	0.244
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	1.44	0.256

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.244 g (0.72 mmol, 1.0 eq) *N*-([1,1'-Biphenyl]-4-ylmethyl)-4-aminobenzensulfonamid und 0.256 g (1.44 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1) gereinigt. Es konnten 0.221 g (0.50 mmol, 69 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 443.13, gef.: 444.12 [M+H]<sup>+</sup> (70), 466.12 [M+Na]<sup>+</sup> (5).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 444.1376, gef.: 444.1382 [M+H]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.79 (bs, 1H, NH), 8.82-8.81 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.11 (bs, 1H, NH), 7.97-7.95 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.87-7.85 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.82-7.80 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.63-7.60 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.57-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.44-7.40 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.31 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 4.04 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 164.6 ( $\text{C=O}$ ), 150.4 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 142.1 ( $C_{\text{arom}}$ ), 141.5 ( $C_{\text{arom}}$ ), 139.9 ( $C_{\text{arom}}$ ), 139.1 ( $C_{\text{arom}}$ ), 136.8 ( $C_{\text{arom}}$ ), 135.6 ( $C_{\text{arom}}$ ), 128.9 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.3 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 127.6 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 127.4 ( $C_{\text{arom}}$ ), 126.6 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 126.6 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 121.7 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 120.1 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 45.9 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

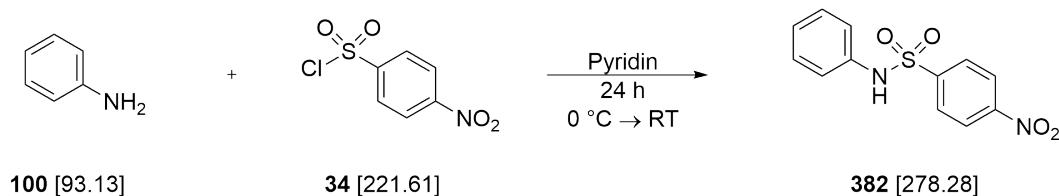
**IR:**  $\nu$  = 3353 (w), 3154 (w), 3033 (w), 1663 (m), 1588 (m), 1522 (m), 1498 (w), 1431 (w), 1401 (m), 1316 (s), 1269 (w), 1247 (w), 1151 (s), 1129 (w), 1092 (m), 1051 (m), 992 (w), 911 (w), 830 (m), 820 (m), 754 (m), 741 (m), 727 (m), 706 (m), 693 (m), 621 (m), 601 (m), 574 (m), 558 (w), 543 (s), 513 (m), 500 (m), 471 (m), 418 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 245 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.36 (DCM/MeOH 20:1).

### 1.4.5 Modifikation des Strukturelements I der linearen Sulfonamide durch die Verwendung und Variation eines N-Phenylrests

#### 4-Nitro-N-phenylbenzensulfonamid



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	4.51	1.000	-
Anilin	93.13	1.02	1.0	4.51	0.420	0.41

#### Versuchsdurchführung

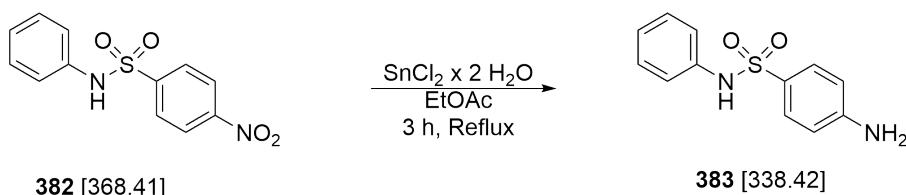
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.41 mL (4.51 mmol, 1.0 eq) Anilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1 → 2:1) gereinigt. Es konnten 0.818 g (2.94 mmol, 65 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

#### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>12</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 278.04, gef: 279.01 [M+H]<sup>+</sup> (10), 301.00 [M+Na]<sup>+</sup> (60).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.57 (bs, 1H, NH), 8.37-8.34 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.00-7.97 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.23 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.05 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.55 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**4-Amino-N-phenylbenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (382)	278.28	1.0	2.90	0.807
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	14.5	3.272

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.807 g (2.90 mmol, 1.0 eq) 4-Nitro-N-phenylbenzenesulfonamid. Es konnten 0.667 g (2.69 mmol, 93 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

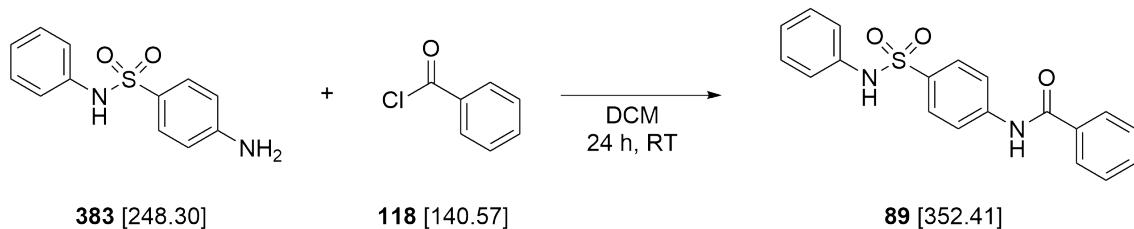
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>12</sub>H<sub>12</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 248.06, gef.: 249.07 [M+H]<sup>+</sup> (60), 271.04 [M+Na]<sup>+</sup> (45).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.81 (s, 1H, NH), 7.39-7.36 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.21-7.17 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.04 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.98-6.94 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.53-6.50 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.92 (s, 2H, NH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 152.8 (C<sub>arom</sub>), 138.5 (C<sub>arom</sub>), 129.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.4 (C<sub>arom</sub>), 123.3 (C<sub>arom</sub>), 119.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.6 (2C, C<sub>arom</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-Phenylsulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-048)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Amino-N-phenylbenzenesulfonamid	248.30		1.0	0.81	0.200	
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	1.61	0.226	0.19

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.200 g (0.68 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-phenylbenzenesulfonamid und 0.19 mL (1.61 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.163 g (0.46 mmol, 57 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 352.09, gef.: 353.12 [M+H]<sup>+</sup> (100), 375.14 [M+Na]<sup>+</sup> (60).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 353.0930, 375.0774, gef.: 353.0961 [M+H]<sup>+</sup>, 375.0782 [M+Na]<sup>+</sup>.

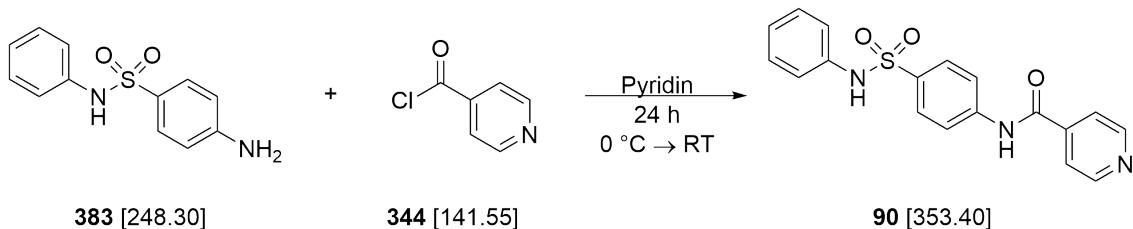
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.55 (s, 1H, NH), 10.17 (s, 1H, NH), 7.94-7.91 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.76-7.73 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.63-7.59 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.55-7.51 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.25-7.21 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.09 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.04-6.99 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.0 (C=O), 143.0 (C<sub>arom</sub>), 137.8 (C<sub>arom</sub>), 134.4 (C<sub>arom</sub>), 133.7 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.91 (C<sub>arom</sub>), 120.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.8 (2C, C<sub>arom</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3351$  (w),  $3152$  (w),  $3084$  (w),  $2904$  (w),  $1659$  (s),  $1589$  (m),  $1577$  (m),  $1532$  (s),  $1494$  (s),  $1427$  (w),  $1401$  (m),  $1345$  (m),  $1317$  (s),  $1296$  (m),  $1265$  (m),  $1219$  (m),  $1183$  (w),  $1148$  (vs),  $1107$  (m),  $1093$  (m),  $1000$  (w),  $921$  (s),  $896$  (m),  $834$  (m),  $792$  (w),  $751$  (s),  $718$  (s),  $700$  (s),  $689$  (s),  $649$  (s),  $624$  (s),  $603$  (m),  $574$  (vs),  $552$  (vs),  $503$  (m),  $437$  (w),  $420$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $226$  °C.

**R<sub>f</sub>:**  $0.24$  (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-Phenylsulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-049)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Amino-N-phenylbenzenesulfonamid	248.30	1.0	0.68	0.170
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	1.37	0.214

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.170 g (0.68 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-phenylbenzenesulfonamid und 0.214 g (1.37 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 30:1 → 20:1) gereinigt. Es konnten 0.196 g (0.55 mmol, 81 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $C_{18}H_{15}N_3O_3S$  ber.: 353.08, gef.: 354.15  $[M+H]^+$  (100), 376.16  $[M+Na]^+$  (5).

**HRMS:** ESI(+) für  $C_{18}H_{15}N_3O_3S$  ber.: 354.0907, gef.: 354.0915  $[M+H]^+$ .

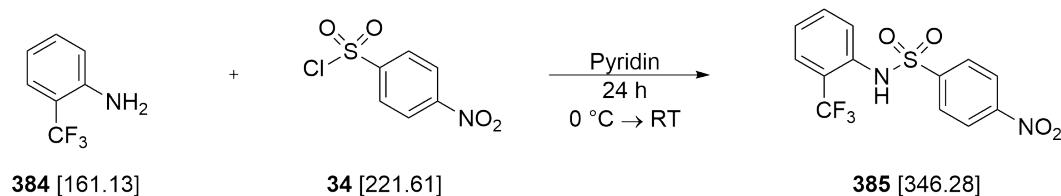
**$^1H$ -NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.78 (bs, 1H, NH), 10.20 (bs, 1H, NH), 8.80-8.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.92-7.89 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.84-7.82 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.78-7.74 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.24-7.20 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.08 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.03-6.99 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>) ppm.

**$^{13}C$ -NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 164.6 (C=O), 150.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 142.5 (C<sub>arom</sub>), 141.5 (C<sub>arom</sub>), 137.9 (C<sub>arom</sub>), 134.2 (C<sub>arom</sub>), 129.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.0 (C<sub>arom</sub>), 121.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.1 (2C, C<sub>arom</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3320$  (w), 2473 (w), 1662 (m), 1589 (w), 1519 (m), 1491 (w), 1406 (m),  
1338 (m), 1318 (m), 1270 (w), 1160 (s), 1090 (w), 922 (w), 901 (w), 842 (w),  
829 (m), 754 (m), 724 (m), 713 (w), 697 (s), 652 (s), 626 (m), 602 (m), 578 (m),  
553 (vs), 489 (m), 447 (w), 412 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 222 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.30 (DCM/MeOH 20:1).

**4-Nitro-N-(2-(trifluormethyl)phenyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	4.51	1.000	-
2-Trifluormethylanilin	161.13	1.282	1.0	4.51	0.727	0.57

**Versuchsdurchführung**

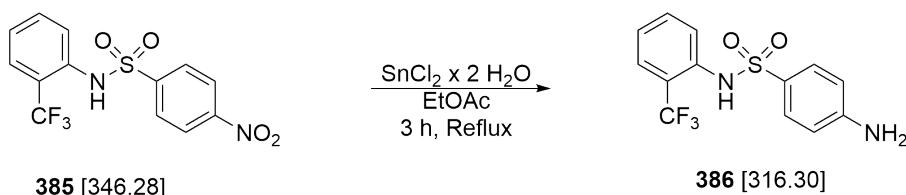
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.57 mL (4.51 mmol, 1.0 eq) 2-Trifluormethylanilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1) gereinigt. Es konnten 0.726 g (2.10 mmol, 47 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>9</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 346.02, gef: 347.20 [M+H]<sup>+</sup> (45), 369.08 [M+Na]<sup>+</sup> (55).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.42 (bs, 1H, NH), 8.46-8.43 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.05-8.02 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.75-7.74 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.62-7.58 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.52-7.48 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.03 (d, 1H, CH<sub>arom</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.56 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**4-Amino-N-(2-(trifluormethyl)phenyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (385)	346.28	1.0	1.82	0.631
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	9.11	2.055

**Versuchsdurchführung**

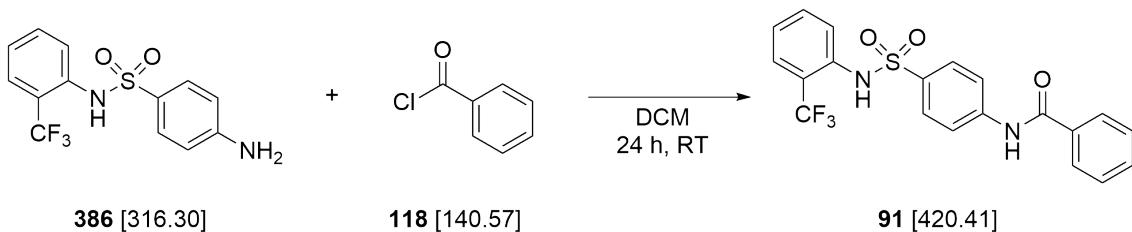
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.631 g (1.82 mmol, 1.0 eq) 4-Nitro-N-(2-(trifluormethyl)phenyl)benzenesulfonamid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 1:1 + 0.1 % Et<sub>3</sub>N) gereinigt. Es konnten 0.374 g (1.18 mmol, 65 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 316.05, gef.: 317.08 [M+H]<sup>+</sup> (40), 339.10 [M+Na]<sup>+</sup> (45).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.31 (s, 1H, NH), 7.68-7.66 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.54 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.41-7.37 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.14-7.12 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.60-6.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.00 (bs, 2H, NH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.70 (DCM/MeOH 20:1).

**N-(4-(N-(2-(Trifluormethyl)phenyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-050)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (386)	316.30		1.0	0.47	0.150	
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	0.95	0.133	0.11

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.150 g (0.47 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(2-(trifluormethyl)phenyl)benzen sulfonamid und 0.11 mL (0.95 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.048 g (0.11 mmol, 23 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>15</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 420.08, gef.: 421.03 [M+H]<sup>+</sup> (85), 438.30 [M+NH<sub>4</sub>]<sup>+</sup> (25), 443.04 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>15</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 421.0828, 443.0648, gef.: 421.0820 [M+H]<sup>+</sup>, 443.0640 [M+Na]<sup>+</sup>.

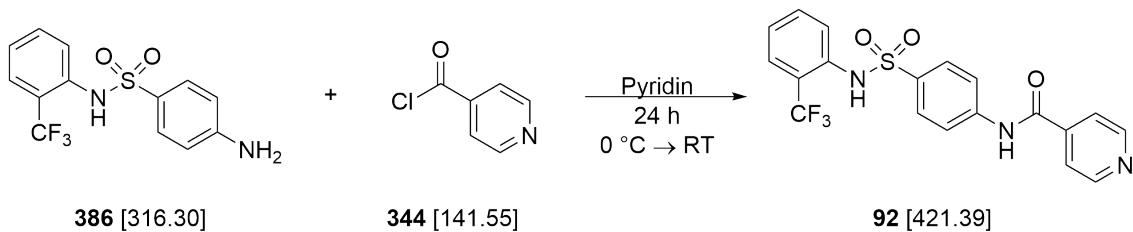
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.61 (s, 1H, NH), 9.84 (s, 1H, NH), 8.02-7.96 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.78-7.76 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.72-7.71 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.54 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.47-7.44 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.09-7.08 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 166.1 (*C=O*), 143.1 (*C<sub>arom</sub>*), 135.2 (*C<sub>arom</sub>*), 134.4 (*C<sub>arom</sub>*), 134.2 (q, <sup>4</sup>J = 1.8 Hz, *C<sub>arom</sub>*), 133.2 (*C<sub>arom</sub>*), 131.9 (*C<sub>arom</sub>*), 128.4 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.3 (*C<sub>arom</sub>*), 127.8 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.3 (*C<sub>arom</sub>*), 127.0 (q, <sup>3</sup>J = 5.2 Hz, *C<sub>arom</sub>*), 126.1 (q, <sup>2</sup>J = 29.4 Hz, *C<sub>arom</sub>*), 123.2 (q, <sup>1</sup>J = 273.7 Hz, CF<sub>3</sub>), 119.8 (2C, *C<sub>arom</sub>*) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3349 (w), 3073 (w), 2922 (w), 2826 (w), 1651 (m), 1588 (m), 1528 (m), 1497 (m), 1458 (w), 1402 (m), 1331 (m), 1312 (s), 1266 (m), 1249 (w), 1227 (w), 1184 (w), 1154 (s), 1131 (s), 1109 (s), 1092 (m), 1059 (m), 1035 (m), 923 (w), 898 (w), 882 (w), 827 (m), 791 (w), 757 (m), 726 (m), 710 (s), 682 (m), 647 (s), 608 (m), 577 (s), 548 (vs), 511 (m), 493 (w), 484 (w), 440 (w), 412 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 240 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.41 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(2-(Trifluormethyl)phenyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-051)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Amin (386)	316.30	1.0	0.38	0.120
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	0.76	0.135

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.120 g (0.38 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(2-(trifluormethyl)phenyl)benzensulfonamid und 0.135 g (0.76 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1 → 10:1) gereinigt. Es konnten 0.108 g (0.26 mmol, 53 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>14</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 421.07, gef.: 422.05 [M+H]<sup>+</sup> (100), 444.10 [M+Na]<sup>+</sup> (5).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>14</sub>F<sub>3</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 422.0781, gef.: 422.0789 [M+H]<sup>+</sup>.

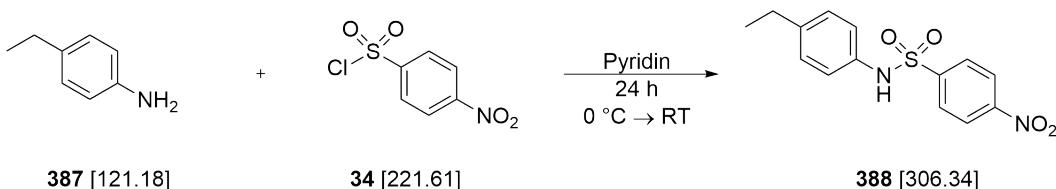
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.85 (s, 1H, NH), 9.88 (bs, 1H, NH), 8.82-8.81 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.01-7.99 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.88-7.87 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.81-7.79 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.71 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.59 (t, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.45 (t, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.08 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 164.6 (C=O), 150.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 142.5 (*C<sub>arom</sub>*), 141.5 (*C<sub>arom</sub>*), 135.8 (*C<sub>arom</sub>*), 134.2 (m, *C<sub>arom</sub>*), 133.2 (*C<sub>arom</sub>*), 128.4 (*C<sub>arom</sub>*), 127.8 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.3 (*C<sub>arom</sub>*), 127.0 (q, <sup>3</sup>J = 5.0 Hz, *C<sub>arom</sub>*), 126.1 (d, <sup>2</sup>J = 29.3 Hz, *C<sub>arom</sub>*), 123.2 (d, <sup>1</sup>J = 273.7 Hz, CF<sub>3</sub>), 121.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 120.1 (2C, *C<sub>arom</sub>*) ppm.

**IR:** ν = 3346 (w), 3103 (w), 1663 (m), 1590 (m), 1532 (m), 1496 (w), 1456 (w), 1404 (w), 1323 (m), 1312 (s), 1265 (w), 1250 (w), 1226 (w), 1154 (s), 1131 (m), 1113 (s), 1093 (m), 1056 (m), 1036 (w), 904 (w), 881 (w), 851 (w), 825 (m), 755 (m), 726 (w), 711 (m), 667 (m), 650 (s), 578 (s), 548 (vs), 518 (m), 493 (w), 440 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 242 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.34 (DCM/MeOH 20:1).

**N-(4-Ethylphenyl)-4-nitrobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	4.51	1.000	-
4-Ethylanilin	121.18	0.975	1.0	4.51	0.547	0.56

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.57 mL (4.51 mmol, 1.0 eq) 4-Ethylanilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.934 g (3.05 mmol, 68 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

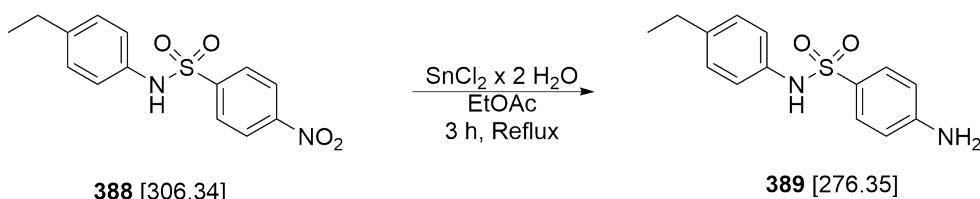
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 306.07, gef: 306.87 [M+H]<sup>+</sup> (20), 329.12 [M+Na]<sup>+</sup> (70).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.43 (bs, 1H, NH), 8.38-8.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.98-7.95 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.10-7.07 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.01-6.99 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 2.49-2.47 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.10 (t, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 149.8 (C<sub>arom</sub>), 145.0 (C<sub>arom</sub>), 140.4 (C<sub>arom</sub>), 134.4 (C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 121.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 27.4 (CH<sub>2</sub>), 15.7 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.62 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**4-Amino-N-(4-ethylphenyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (388)	306.34	1.0	1.45	0.445
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	7.26	1.639

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.445 g (1.45 mmol, 1.0 eq) der Nitroverbindung. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 1:1 + 0.1 % Et<sub>3</sub>N) gereinigt. Es konnten 0.380 g (1.38 mmol, 95 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

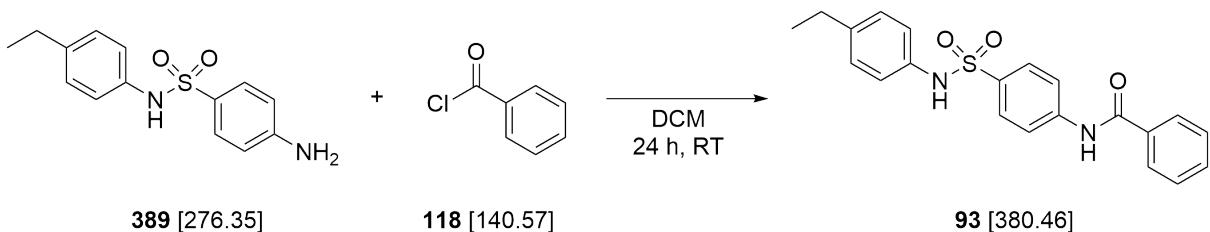
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 276.09, gef.: 277.11 [M+H]<sup>+</sup> (35), 299.04 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.66 (s, 1H, NH), 7.37-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.04-7.01 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.97-6.95 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.53-6.51 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.91 (s, 2H, NH<sub>2</sub>), 2.47-2.45 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.12-1.08 (m, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 152.7 (C<sub>arom</sub>), 138.8 (C<sub>arom</sub>), 136.0 (C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.6 (C<sub>arom</sub>), 119.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 27.4 (CH<sub>2</sub>), 15.4 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.48 (DCM/MeOH 20:1).

***N-(4-(*N*-(4-Ethylphenyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-052)***

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (389)	276.35	-	1.0	0.74	0.204	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	1.48	0.208	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.204 g (0.74 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-*N*-(4-ethylphenyl)benzensulfonamid und 0.17 mL (1.48 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.220 g (0.58 mmol, 78 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 380.12, gef.: 381.09 [M+H]<sup>+</sup> (100), 403.04 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 381.1243, 403.1057, gef.: 381.1264 [M+H]<sup>+</sup>, 403.1092 [M+Na]<sup>+</sup>.

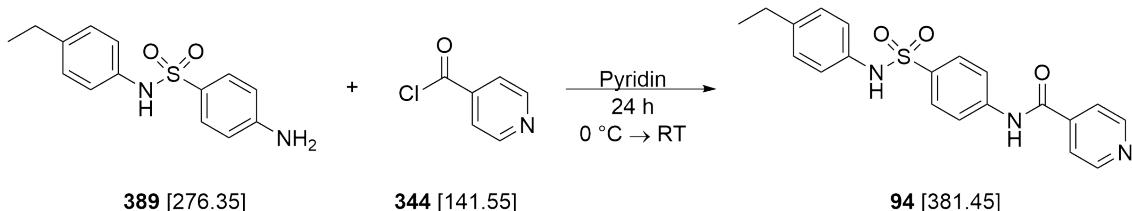
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.54 (s, 1H, NH), 10.02 (s, 1H, NH), 7.94-7.90 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.73-7.71 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.62-7.59 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.56-7.52 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.05 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.01-7.00 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 2.50-2.47 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.10 (t, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 166.0 ( $C=O$ ), 142.9 ( $C_{arom}$ ), 139.5 ( $C_{arom}$ ), 135.3 ( $C_{arom}$ ), 134.4 ( $C_{arom}$ ), 133.8 ( $C_{arom}$ ), 131.9 ( $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 120.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 119.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 27.3 (CH<sub>2</sub>), 15.4 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3335 (w), 3154 (w), 3058 (w), 2958 (w), 2930 (w), 2872 (w), 1662 (s), 1588 (m), 1528 (s), 1508 (m), 1475 (w), 1401 (m), 1316 (s), 1265 (m), 1218 (w), 1183 (w), 1151 (vs), 1127 (w), 1092 (m), 925 (m), 896 (w), 835 (s), 794 (w), 761 (w), 716 (s), 693 (m), 680 (s), 616 (w), 589 (m), 571 (vs), 543 (s), 501 (m), 416 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 231 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.25 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(4-Ethylphenyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-053)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Amino-N-(4-ethylphenyl)benzenesulfonamid	276.35	1.0	0.43	0.120
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	2.0	0.87	0.155

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.120 g (0.43 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-ethylphenyl)benzenesulfonamid und 0.155 g (0.87 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 30:1) gereinigt. Es konnten 0.142 g (0.37 mmol, 86 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$  ber.: 381.11, gef.: 382.08  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (80), 403.99  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (5).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{19}\text{N}_3\text{O}_3\text{S}$  ber.: 382.1220, gef.: 382.1225  $[\text{M}+\text{H}]^+$ .

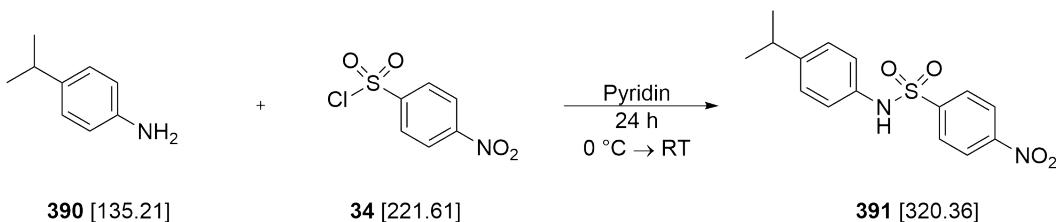
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.78 (bs, 1H, NH), 10.06 (bs, 1H, NH), 8.80-8.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.93-7.90 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.84-7.83 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.76-7.74 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-6.99 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 2.50-2.45 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.11-1.07 (m, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 164.6 (C=O), 150.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 142.4 (C<sub>arom</sub>), 141.5 (C<sub>arom</sub>), 139.6 (C<sub>arom</sub>), 135.3 (C<sub>arom</sub>), 134.4 (C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 121.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 27.4 (CH<sub>2</sub>), 15.5 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3350$  (w), 3263 (w), 2968 (w), 2923 (w), 1670 (m), 1589 (m), 1555 (w), 1523 (s), 1509 (w), 1459 (w), 1443 (w), 1397 (m), 1316 (s), 1269 (w), 1217 (w), 1182 (w), 1156 (vs), 1109 (w), 1090 (m), 1068 (w), 1016 (w), 948 (w), 911 (m), 842 (m), 832 (m), 752 (m), 721 (m), 702 (w), 666 (vs), 642 (m), 630 (m), 605 (s), 575 (s), 544 (s), 501 (m), 450 (w), 416 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 239-240 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.42 (DCM/MeOH 20:1).

***N-(4-Isopropylphenyl)-4-nitrobenzensulfonamid***

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	4.51	1.000	-
4-Isopropylanilin	135.21	0.98	1.0	4.51	0.610	0.62

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.62 mL (4.51 mmol, 1.0 eq) 4-Isopropylanilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt und wurde leicht verunreinigt weiter umgesetzt. Es konnten 1.136 g (3.55 mmol, 79 %) des Produkts als oranger Feststoff erhalten werden.

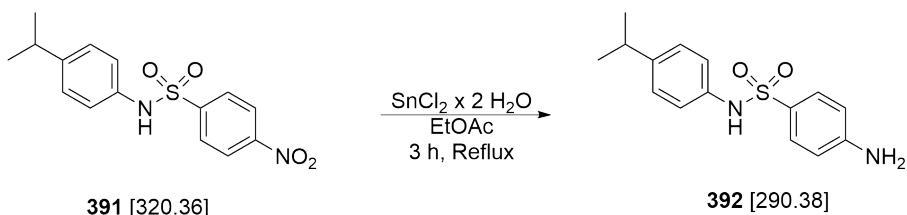
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 320.08, gef: 321.07 [M+H]<sup>+</sup> (5), 343.18

[M+Na]<sup>+</sup> (25).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.45 (bs, 1H, NH), 8.38-8.36 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.00-7.97 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.13-7.11 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.02-7.00 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 2.82-2.75 (m, 1H, CH), 1.12-1.11 (m, 6H, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.60 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**4-Amino-N-(4-isopropylphenyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (391)	320.36	1.0	3.43	1.098
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	17.1	3.865

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 1.098 g (3.43 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Isopropylphenyl)-4-nitrobenzenesulfonamid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 1:1 + 0.1 % Et<sub>3</sub>N) gereinigt. Es konnten 0.944 g (3.25 mmol, 95 %) des Produkts als oranger Feststoff erhalten werden.

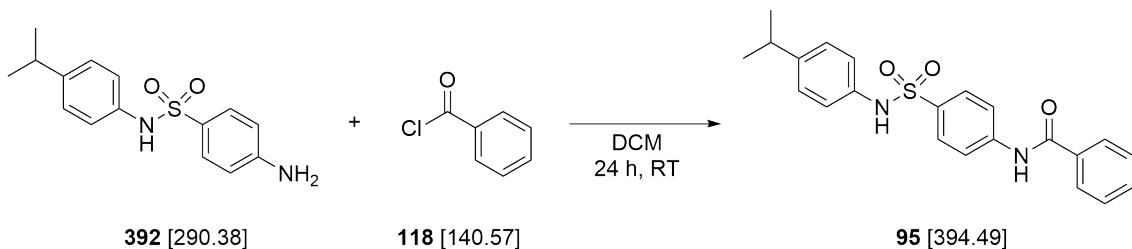
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>15</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 290.11, gef.: 291.07 [M+H]<sup>+</sup> (50), 313.12 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.69 (s, 1H, NH), 7.39-7.37 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.05 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.98-6.87 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.54-6.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.91 (s, 2H, NH<sub>2</sub>), 2.79-2.70 (m, 1H, CH), 1.13-1.11 (m, 6H, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 152.8 (C<sub>arom</sub>), 143.4 (C<sub>arom</sub>), 136.1 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.7(C<sub>arom</sub>), 119.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 32.7 (CH), 23.9 (2C, CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.55 (DCM/MeOH 20:1).

***N-(4-(*N*-(4-Isopropylphenyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-054)***

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (392)	290.38	-	1.0	0.52	0.150	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	1.04	0.145	0.12

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.150 g (0.52 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-*N*-(4-isopropylphenyl)benzensulfonamid und 0.12 mL (1.04 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.097 g (0.25 mmol, 48 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 394.14, gef.: 395.09 [M+H]<sup>+</sup> (100), 417.11 [M+Na]<sup>+</sup> (85).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 395.1400, 417.1203, gef.: 395.1418 [M+H]<sup>+</sup>, 417.1243 [M+Na]<sup>+</sup>.

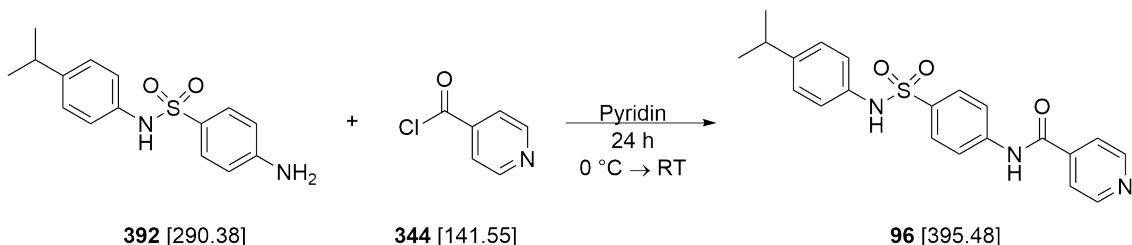
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.55 (s, 1H, NH), 10.05 (s, 1H, NH), 7.94-7.92 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.75-7.72 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.63-7.59 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.55-7.51 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.09 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.02-7.00 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 2.81-2.74 (m, 1H, CH), 1.13-1.11 (m, 6H, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 166.0 ( $C=O$ ), 144.0 ( $C_{arom}$ ), 143.0 ( $C_{arom}$ ), 135.6 ( $C_{arom}$ ), 134.4 ( $C_{arom}$ ), 133.9 ( $C_{arom}$ ), 131.9 ( $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 120.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 119.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 32.6 (CH), 23.7 (2C, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3341 (w), 3313 (m), 2959 (w), 2923 (w), 2864 (w), 1659 (s), 1591 (m), 1579 (w), 1514 (vs), 1488 (w), 1462 (m), 1448 (w), 1401 (s), 1377 (w), 1349 (w), 1328 (m), 1316 (m), 1297 (m), 1261 (m), 1224 (m), 1185 (w), 1115 (vs), 1104 (w), 1090 (m), 1056 (m), 998 (w), 937 (s), 900 (w), 829 (s), 814 (s), 793 (w), 716 (s), 702 (w), 689 (w), 656 (vs), 638 (m), 597 (s), 573 (s), 549 (s), 536 (vs), 510 (m), 495 (s), 473 (m), 403 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 214 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.41 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(4-Isopropylphenyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-055)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Amino-N-(4-isopropylphenyl)benzenesulfonamid	290.38	1.0	0.45	0.200
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	3.0	1.38	0.245

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 0.200 g (0.45 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-isopropylphenyl)benzenesulfonamid und 0.245 g (1.38 mmol, 3.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 30:1) gereinigt. Es konnten 0.168 g (0.42 mmol, 93 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $C_{21}H_{21}N_3O_3S$  ber.: 395.13, gef.: 396.10  $[M+H]^+$  (80), 418.07  $[M+Na]^+$  (5).

**HRMS:** ESI(+) für  $C_{21}H_{21}N_3O_3S$  ber.: 396.1376, gef.: 396.1377  $[M+H]^+$ .

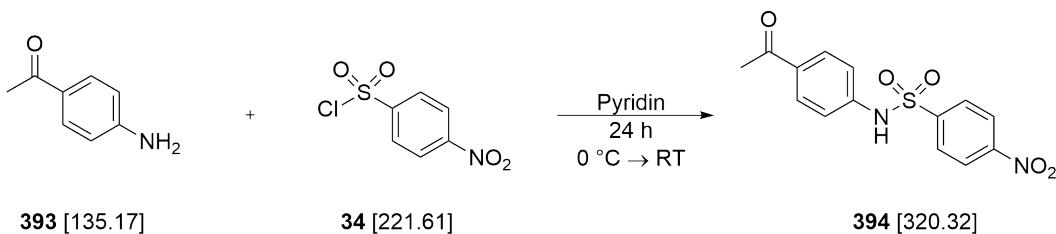
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.78 (s, 1H, NH), 10.08 (s, 1H, NH), 8.80-8.79 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.94-7.91 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.85-7.83 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.78-7.75 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.09 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.02-7.00 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 2.80-2.73 (m, 1H, CH), 1.12-1.10 (m, 6H, Isopropyl-CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 164.6 (C=O), 150.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 144.2 (C<sub>arom</sub>), 142.4 (C<sub>arom</sub>), 141.5 (C<sub>arom</sub>), 135.4 (C<sub>arom</sub>), 134.5 (C<sub>arom</sub>), 127.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 121.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 32.7 (CH), 23.8 (2C, CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3357$  (w),  $3264$  (w),  $3032$  (w),  $2964$  (w),  $2927$  (w),  $1671$  (m),  $1588$  (m),  
 $1523$  (s),  $1510$  (s),  $1495$  (m),  $1440$  (w),  $1396$  (m),  $1361$  (w),  $1315$  (s),  $1289$  (m),  
 $1266$  (m),  $1218$  (m),  $1184$  (w),  $1154$  (vs),  $1107$  (w),  $1089$  (w),  $1066$  (m),  $1015$   
(w),  $991$  (w),  $963$  (w),  $948$  (w),  $915$  (m),  $843$  (m),  $832$  (m),  $817$  (m),  $749$  (m),  
 $718$  (m),  $711$  (m),  $665$  (vs),  $643$  (m),  $629$  (s),  $601$  (s),  $588$  (s),  $875$  (s),  $547$  (vs),  
 $475$  (w),  $448$  (w),  $412$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $227\text{-}229$  °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.18 (DCM/MeOH 30:1).

***N*-(4-Acetylphenyl)-4-nitrobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	1.0	4.51	1.000
4'-Aminoacetophenon	135.17	1.0	4.51	0.790

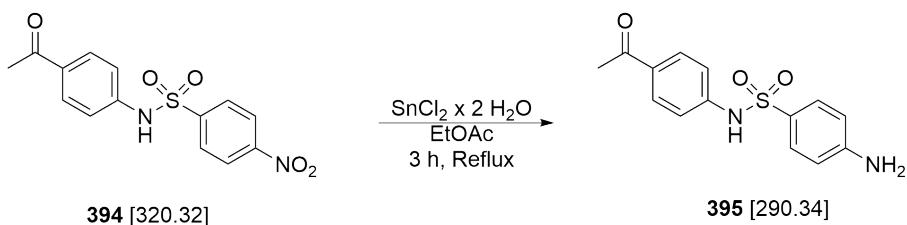
**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.3 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.00 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.790 (4.51 mmol, 1.0 eq) 4'-Aminoacetophenon. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1 → 2:1) gereinigt und wurde leicht verunreinigt, ohne weitere Analytik umgesetzt. Es konnten 1.144 g (3.57 mmol, 79 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$  ber.: 320.05, gef: 321.07  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (5), 343.15  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (4).

**R<sub>f</sub>:** 0.27 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-Acetylphenyl)-4-aminobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (394)	320.32	1.0	2.55	0.817
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	5.0	12.8	2.876

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.817 g (2.55 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Acetylphenyl)-4-nitrobenzenesulfonamid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 1:1 + 0.1 % Et<sub>3</sub>N) gereinigt. Es konnten 0.702 g (2.42 mmol, 95 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

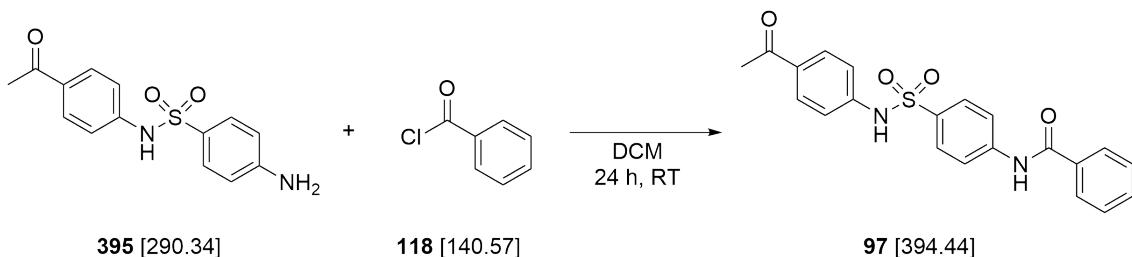
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 290.07, gef.: 291.02 [M+H]<sup>+</sup> (100), 313.08 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.43 (s, 1H, NH), 7.82-7.80 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.47-7.45 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.18-7.15 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.56-6.54 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.02 (bs, 2H, NH<sub>2</sub>), 2.46 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 196.4 (Keton-C), 153.2 (C<sub>arom</sub>), 143.1 (C<sub>arom</sub>), 131.3 (C<sub>arom</sub>), 129.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.8 (C<sub>arom</sub>), 117.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 26.4 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.37 (Cyclohexan/EtOAc 1:1 + 0.1 % Et<sub>3</sub>N).

**N-(4-(N-(4-Acetylphenyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-056)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (395)	290.34	-	1.0	0.48	0.140	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	0.98	0.136	0.11

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.140 g (0.52 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Acetylphenyl)-4-aminobenzensulfonamid und 0.11 mL (1.04 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.157 g (0.40 mmol, 83 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 394.10, gef.: 395.06 [M+H]<sup>+</sup> (30), 417.00 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 417.0839, gef.: 417.0872 [M+Na]<sup>+</sup>.

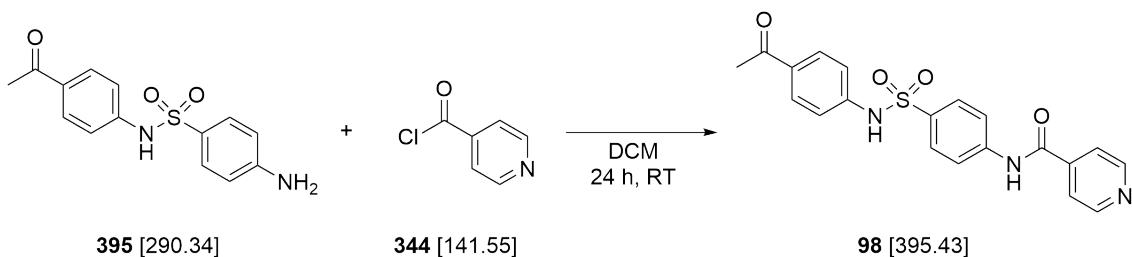
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.77 (s, 1H, NH), 10.58 (s, 1H, NH), 7.97-7.91 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.85-7.82 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.63-7.59 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.55-7.51 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.23-7.21 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 2.46 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 196.4 (Keto-C=O), 166.1 (Amid-C=O), 143.4 (C<sub>arom</sub>), 142.3 (C<sub>arom</sub>), 134.4 (C<sub>arom</sub>), 133.3 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 129.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 117.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 26.3 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3290$  (w),  $3112$  (w),  $3048$  (w),  $2937$  (w),  $2873$  (w),  $1653$  (s),  $1588$  (s),  $1528$  (s),  $1510$  (m),  $1493$  (m),  $1447$  (w),  $1400$  (m),  $1363$  (w),  $1344$  (s),  $1322$  (m),  $1310$  (m),  $1297$  (m),  $1274$  (s),  $1242$  (m),  $1186$  (w),  $1154$  (vs),  $1088$  (m),  $961$  (w),  $919$  (s),  $898$  (m),  $834$  (s),  $789$  (w),  $714$  (m),  $692$  (m),  $652$  (vs),  $631$  (m),  $591$  (s),  $577$  (vs),  $565$  (vs),  $514$  (m),  $502$  (w),  $478$  (m),  $445$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $241$  °C.

**R<sub>f</sub>:**  $0.13$  (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-(N-(4-Acetylphenyl)sulfamoyl)phenyl)isonicotinamid (Schl-38-057)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
<i>N</i> -(4-Acetylphenyl)-4-aminobenzensulfonamid	290.34	1.0	0.45	0.125
Isonicotinoylchlorid · HCl	178.02	3.0	0.88	0.156

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.5 aus 0.125 g (0.44 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Acetylphenyl)-4-aminobenzensulfonamid und 0.156 g (0.88 mmol, 2.0 eq) Isonicotinoylchlorid · HCl. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH von 35:1 auf 10:1) gereinigt. Es konnten 0.085 g (0.21 mmol, 48 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 395.09, gef.: 396.03 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 396.1013, gef.: 396.1017 [M+H]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.81 (s, 1H, NH), 10.79 (s, 1H, NH), 8.80-8.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.96-7.94 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.86-7.82 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.23-7.21 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 2.46 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 196.4 (Keto-C=O), 164.6 (Amid-C=O), 150.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 142.7 (C<sub>arom</sub>), 142.3 (C<sub>arom</sub>), 141.4 (C<sub>arom</sub>), 133.9 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 129.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 121.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 117.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 26.3 (CH<sub>3</sub>) ppm.

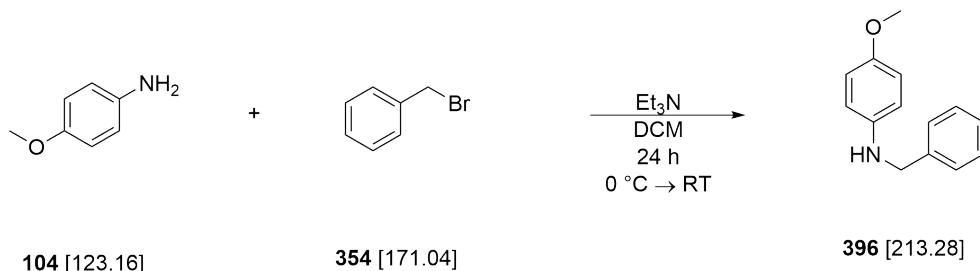
**IR:**  $\nu = 3363$  (w),  $3128$  (w),  $3035$  (w),  $2925$  (w),  $2856$  (w),  $1668$  (s),  $1592$  (s),  $1530$  (s),  $1504$  (m),  $1471$  (m),  $1400$  (s),  $1360$  (m),  $1334$  (s),  $1322$  (s),  $1301$  (m),  $1268$  (s),  $1236$  (m),  $1184$  (w),  $1156$  (vs),  $1129$  (m),  $1113$  (w),  $1094$  (m),  $1071$  (w),  $963$  (w),  $920$  (m),  $908$  (m),  $856$  (w),  $836$  (m),  $827$  (s),  $761$  (m),  $749$  (m),  $728$  (w),  $712$  (w),  $687$  (s),  $651$  (m),  $632$  (m),  $598$  (s),  $587$  (s),  $562$  (s),  $519$  (m),  $489$  (w),  $478$  (m),  $446$  (w),  $405$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $258$  °C.

**R<sub>f</sub>:**  $0.39$  (DCM/MeOH 20:1).

## 1.5 Darstellung der propellerartigen Sulfonamide

### *N*-Benzyl-4-methoxyanilin



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
p-Anisidin	123.16	-	1.0	8.12	1.000	-
Benzylbromid	171.04	1.44	1.1	8.93	1.528	1.06
Triethylamin	101.19	0.726	3.5	28.4	2.876	3.96

### Versuchsdurchführung

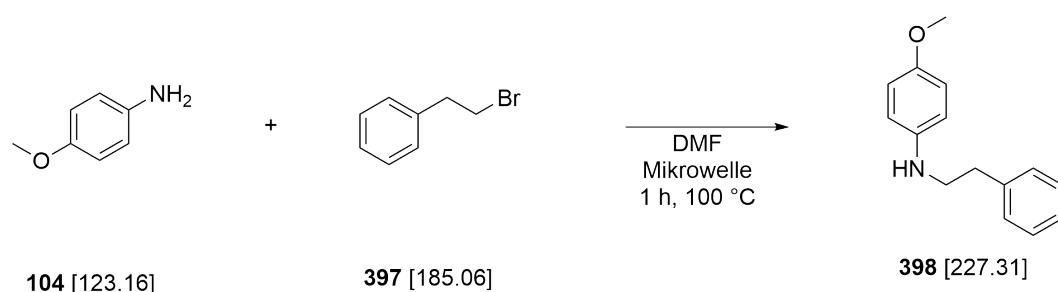
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 1.000 g (8.12 mmol, 1.0 eq) *p*-Anisidin und 1.06 mL (8.93 mmol, 1.1 eq) Benzylbromid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 9:1) gereinigt. Es konnten 0.138 g (0.65 mmol, 8 %) des Produkts als gelbes Öl erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>15</sub>NO ber.: 213.12, gef.: 214.08 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 7.36\text{-}7.28$  (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.19 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.68-6.65 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.53-6.51 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.20 (bs, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.61 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.69 (Cyclohexan/EtOAc 4:1).

**4-Methoxy-N-phenethylanilin**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
p-Anisidin	123.16	-	1.0	4.06	0.500	-
(2-Brommethyl)benzen	185.06	1.355	1.0	4.06	0.751	0.56
DIPEA	129.25	0.742	2.0	8.12	1.050	1.42

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte mithilfe der Mikrowelle. 0.500 g (4.06 mmol, 1.0 eq) *p*-Anisidin und 0.56 mL (4.06 mmol, 1.0 eq) (2-Brommethyl)benzen wurden in DMF gelöst und mit 1.42 mL (8.12 mmol, 2.0 eq) DIPEA versetzt. Die Reaktion wurde in der Mikrowelle 1 h bei 100 °C und 30 mbar erhitzt. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 8:1) gereinigt. Es konnten 0.615 g (2.71 mmol, 67 %) des Produkts als gelbe Flüssigkeit erhalten werden.

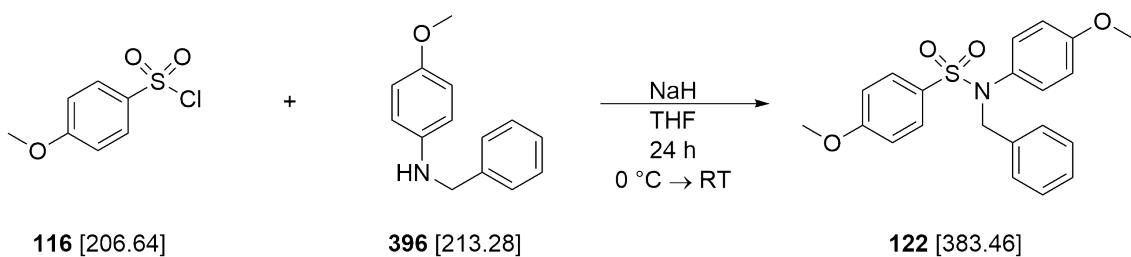
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>NO ber.: 227.13, gef.: 228.01 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.31-7.25 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.21-7.18 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.73-6.70 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.56-6.54 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 3.64 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.20-3.16 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.83-2.80 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 150.6 (C<sub>arom</sub>), 143.0 (C<sub>arom</sub>), 140.0 (C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.9 (C<sub>arom</sub>), 114.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.3 (CH<sub>3</sub>), 45.5 (CH<sub>2</sub>), 35.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.55 (Cyclohexan/EtOAc 4:1).

**N-Benzyl-4-methoxy-N-(4-methoxyphenyl)benzensulfonamid (Schl-38-059)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
<i>N</i> -Benzyl-4-methoxyanilin	213.28	1.0	0.63	0.135
4-Methoxybenzenesulfonylchlorid	206.64	1.0	0.63	0.131
NaH	23.997	1.5	0.95	0.023

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.7 aus 0.135 g (0.63 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzyl-4-methoxyanilin und 0.131 g (0.63 mmol, 1.0 eq) 4-Methoxybenzenesulfonylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 8:1) gereinigt. Es konnten 0.127 g (0.33 mmol, 52 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $C_{21}H_{21}NO_4S$  ber.: 383.12, gef.: 384.04  $[M+H]^+$  (15), 406.05  $[M+Na]^+$  (40).

**HRMS:** ESI(+) für  $C_{21}H_{21}NO_4S$  ber.: 406.1083, gef.: 406.1088  $[M+Na]^+$ .

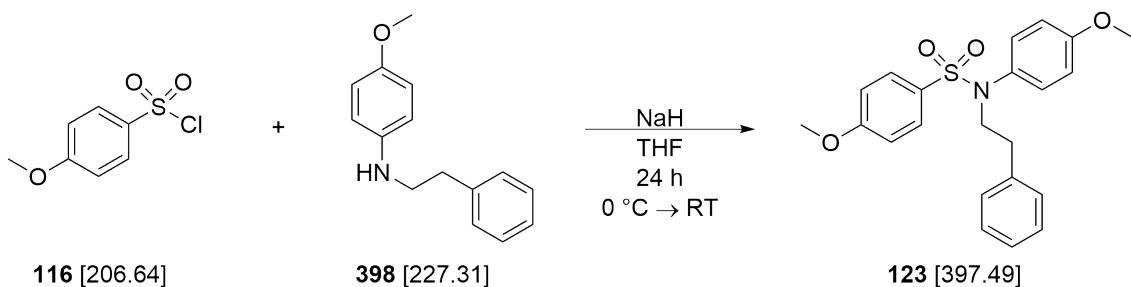
**$^1H$ -NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 7.58-7.56 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 7.25-7.16 (m, 5H,  $CH_{arom}$ ), 7.13-7.12 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 6.93-6.91 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 6.79-6.77 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 4.70 (s, 2H,  $CH_2$ ), 3.86 (s, 3H,  $CH_3$ ), 3.68 (s, 3H,  $CH_3$ ) ppm.

**$^{13}C$ -NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 162.6 ( $C_{arom}$ ), 158.2 ( $C_{arom}$ ), 136.4 ( $C_{arom}$ ), 131.2 ( $C_{arom}$ ), 129.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 129.5 ( $C_{arom}$ ), 129.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.3 ( $C_{arom}$ ), 114.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 113.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 55.7 ( $CH_3$ ), 55.1 ( $CH_3$ ), 53.7 ( $CH_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu = 2952$  (w), 2923 (w), 2852 (w), 1593 (w), 1575 (w), 1507 (m), 1495 (m), 1457 (m), 1438 (w), 1341 (s), 1304 (m), 1247 (s), 1214 (w), 1178 (w), 1155 (vs), 1113 (w), 1091 (m), 1046 (m), 1034 (m), 1024 (s), 878 (m), 829 (m), 804 (m), 791 (m), 758 (m), 727 (m), 701 (m), 687 (s), 652 (w), 600 (s), 560 (vs), 544 (vs), 506 (w), 484 (w), 463 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 138 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.18 (Cyclohexan/EtOAc 8:1).

**4-Methoxy-N-(4-methoxyphenyl)-N-phenethylbenzensulfonamid (Schl-38-060)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
4-Methoxy-N-phenethylanilin	227.31	1.0	0.95	0.217
4-Methoxybenzenesulfonylchlorid	206.64	1.0	0.95	0.197
NaH	23.997	1.5	1.43	0.034

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.7 aus 0.217 g (0.95 mmol, 1.0 eq) 4-Methoxy-N-phenethylanilin und 0.197 g (0.95 mmol, 1.0 eq) 4-Methoxybenzenesulfonylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 8:1) gereinigt. Es konnten 0.212 g (0.53 mmol, 56 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{NO}_4\text{S}$  ber.: 397.13, gef.: 398.05  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (20), 420.07  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (85).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{22}\text{H}_{23}\text{NO}_4\text{S}$  ber.: 398.1421, 420.1240, gef.: 398.1411  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 420.1239  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

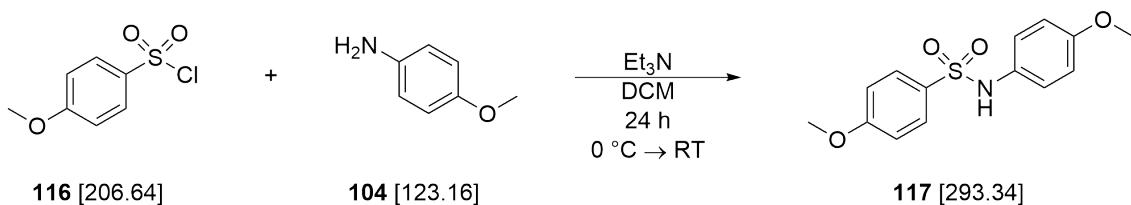
**$^1\text{H-NMR}$ :** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 7.46\text{-}7.44$  (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.28-7.25 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.21-7.20 (m, 1H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.14-7.12 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.07-7.05 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 6.94-6.88 (m, 4H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 3.83 (s, 3H,  $\text{CH}_3$ ), 3.76 (s, 3H,  $\text{CH}_3$ ), 3.73-3.70 (m, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 2.64-2.61 (m, 2H,  $\text{CH}_2$ ) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 162.5 (*C<sub>arom</sub>*), 158.5 (*C<sub>arom</sub>*), 138.2 (*C<sub>arom</sub>*), 131.1 (*C<sub>arom</sub>*), 129.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 129.4 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 129.3 (*C<sub>arom</sub>*), 128.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 126.3 (*C<sub>arom</sub>*), 114.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 114.1 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 55.6 (CH<sub>3</sub>), 55.2 (CH<sub>3</sub>), 51.3 (CH<sub>2</sub>), 34.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 2930 (w), 2839 (w), 1595 (m), 1578 (w), 1507 (m), 1495 (s), 1455 (m), 1413 (w), 1343 (s), 1297 (m), 1249 (s), 1204 (w), 1177 (m), 1152 (s), 1109 (m), 1091 (s), 1046 (m), 1026 (s), 1008 (m), 959 (w), 940 (w), 899 (s), 830 (s), 803 (m), 775 (s), 747 (m), 729 (m), 716 (m), 701 (m), 687 (s), 657 (m), 628 (w), 596 (vs), 551 (vs), 506 (m), 483 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 113 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.32 (Cyclohexan/EtOAc 8:1).

**4-Methoxy-N-(4-methoxyphenyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>p</i> -Anisidin	123.16	-	1.0	4.84	0.596	-
4-Methoxybenzensulfonylchlorid	206.64	-	1.0	4.84	1.000	-
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	7.26	0.735	1.01

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.596 g (4.84 mmol, 1.0 eq) *p*-Anisidin und 1.000 g (4.84 mmol, 1.0 eq) 4-Methoxybenzensulfonylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 1.049 g (3.58 mmol, 74 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

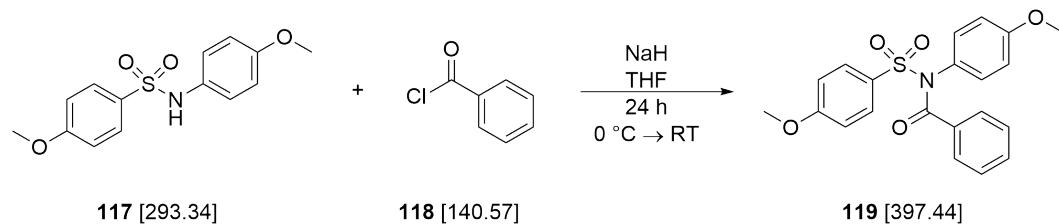
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>15</sub>NO<sub>4</sub>S ber.: 293.07, gef.: 294.03 [M+H]<sup>+</sup> (25), 316.10 [M+Na]<sup>+</sup> (70).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 9.72 (s, 1H, NH), 7.61-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.04-7.02 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.97-6.95 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.80-6.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 3.79 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.66 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 162.2 (C<sub>arom</sub>), 156.4 (C<sub>arom</sub>), 131.2 (C<sub>arom</sub>), 130.3 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 114.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 114.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.5 (CH<sub>3</sub>), 55.1 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.32 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-Methoxyphenyl)-N-((4-methoxyphenyl)sulfonyl)benzamid (Schl-38-058)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Sulfonamid (117)	293.34	-	1.0	1.03	0.301	-
Benzoylchlorid	140.57	1.21	1.0	1.03	0.144	0.12
NaH	23.997	-	1.5	1.55	0.037	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.7 aus 0.301 g (1.03 mmol, 1.0 eq) 4-Methoxy-N-(4-methoxyphenyl)benzen sulfonamid und 0.12 mL (1.03 mmol, 1.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.272 g (0.68 mmol, 66 %) des Produkts als farbloser Schaum erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>5</sub>S ber.: 397.10, gef.: 398.05 [M+H]<sup>+</sup> (75), 420.03 [M+Na]<sup>+</sup> (80).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>5</sub>S ber.: 398.1057, 420.0876, gef.: 398.1057 [M+H]<sup>+</sup>, 420.0889 [M+Na]<sup>+</sup>.

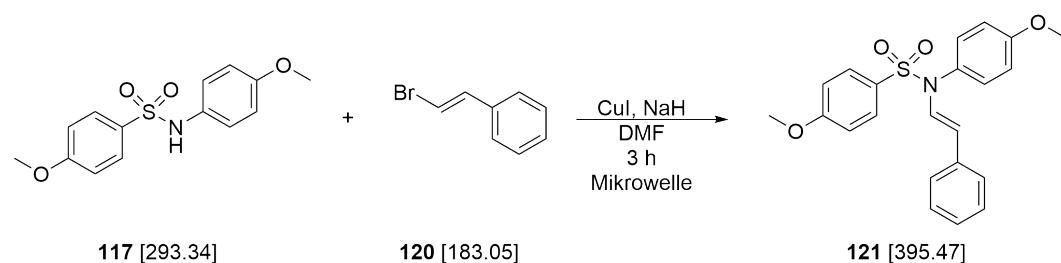
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.83-7.81 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.43 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.34 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.24 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.18-7.13 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 6.87-6.85 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 3.88 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 169.4 (*C=O*), 163.5 (*C<sub>arom</sub>*), 159.4 (*C<sub>arom</sub>*), 133.8 (*C<sub>arom</sub>*), 131.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 131.6 (*C<sub>arom</sub>*), 131.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 129.1 (*C<sub>arom</sub>*), 129.0 (*C<sub>arom</sub>*), 128.8 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.1 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 114.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 114.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 55.8 (CH<sub>3</sub>), 55.3 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3101 (w), 2964 (w), 2929 (w), 2836 (w), 1681 (m), 1591 (w), 1576 (w), 1499 (m), 1445 (w), 1436 (w), 1418 (w), 1364 (m), 1304 (w), 1270 (m), 1252 (s), 1190 (w), 1178 (w), 1165 (s), 1108 (m), 1086 (s), 1025 (m), 1015 (m), 949 (w), 925 (w), 849 (w), 836 (m), 802 (m), 772 (m), 714 (s), 693 (m), 677 (m), 662 (m), 627 (w), 610 (w), 577 (vs), 556 (vs), 533 (m), 525 (m), 507 (m), 484 (w), 443 (w), 402 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 125 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.38 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(4-Methoxyphenyl)-N-((4-methoxyphenyl)sulfonyl)benzamid (Schl-38-061)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Sulfonamid (117)	293.34	-	1.0	1.19	0.350	-
(2-Bromomethyl)benzen	183.05	1.427	1.1	1.31	0.240	0.17
NaH	23.997	-	2.0	2.38	0.057	-
CuI	190.45	-	0.2	0.24	0.045	-
<i>N,N'</i> -Dimethylethylendiamin	88.15	0.807	0.4	0.48	0.042	0.05

**Versuchsdurchführung**

0.350 g (1.19 mmol, 1.0 eq) 4-Methoxy-N-(4-methoxyphenyl)benzenesulfonamid wurde in wenig DMF gelöst und mit 0.17 mL (1.31 mmol, 1.1 eq) (2-Bromomethyl)benzen, 0.057 g (2.38 mmol, 2.0 eq) NaH, 0.045 g (0.24 mmol, 0.2 eq) CuI und 0.05 mL (0.48 mmol, 0.4 eq) *N,N'*-Dimethylethylendiamin versetzt. Das Reaktionsgemisch wurde 3 h bei 100 °C und 30 mbar in der Mikrowelle erhitzt. Anschließend wurde das rötliche Gemisch mit Ethylacetat verdünnt und über Celite filtriert. Das Lösungsmittel des Filtrats wurde unter verminderter Druck entfernt und der erhaltene Rückstand säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 6:1) gereinigt. Es konnten 0.079 g (0.20 mmol, 17 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub>S ber.: 395.12, gef.: 396.09 [M+H]<sup>+</sup> (100), 418.01 [M+Na]<sup>+</sup> (5).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub>S ber.: 396.1264, 418.1083, gef.: 396.1261 [M+H]<sup>+</sup>, 418.1077 [M+Na]<sup>+</sup>.

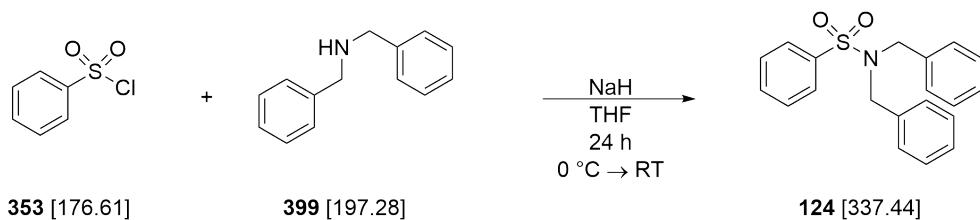
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 7.74 (d, <sup>3</sup>J = 14.3 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.70-7.68 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.22 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.14-7.12 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.02-7.00 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.90-6.88 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.23 (d, <sup>3</sup>J = 14.3 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 3.85 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.79 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 163.1 (C<sub>arom</sub>), 159.5 (C<sub>arom</sub>), 135.7 (C<sub>arom</sub>), 130.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.7 (C<sub>arom</sub>), 129.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.4 (C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 126.2 (C<sub>arom</sub>), 125.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 115.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 114.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 111.0 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 55.7 (CH<sub>3</sub>), 55.3 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3076 (w), 3007 (w), 2967 (w), 2929 (w), 2838 (w), 1642 (w), 1594 (m), 1574 (w), 1498 (m), 1460 (w), 1451 (w), 1439 (w), 1356 (m), 1337 (m), 1310 (w), 1265 (m), 1241 (s), 1177 (w), 1161 (s), 1110 (m), 1088 (s), 1023 (s), 1007 (w), 974 (m), 943 (m), 931 (m), 837 (m), 804 (m), 795 (w), 754 (m), 733 (w), 719 (w), 697 (m), 666 (s), 606 (s), 552 (vs), 512 (w), 501 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 134 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.59 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N,N-Dibenzylbenzensulfonamid (Schl-38-062)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Benzensulfonylchlorid	176.61	1.384	1.0	0.75	0.132	0.10
Dibenzylamin	197.28	1.026	1.0	0.75	0.148	0.14
NaH	23.997	-	1.5	1.13	0.027	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.7 aus 0.10 mL (0.75 mmol, 1.0 eq) Benzensulfonylchlorid und 0.14 mL (0.75 mmol, 1.0 eq) Dibenzylamin. Es konnten 0.045 g (0.13 mmol, 17 %) des Produkts als Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

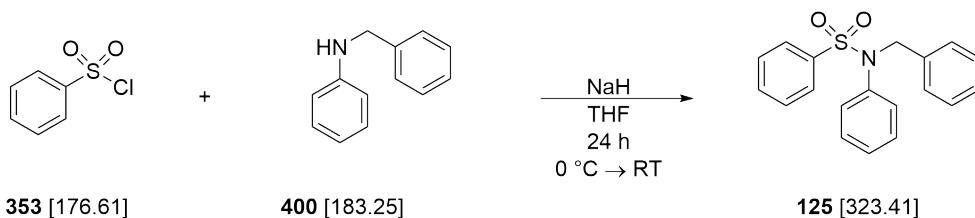
**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>2</sub>S ber.: 337.11, gef.: 338.21 [M+H]<sup>+</sup> (30), 360.14 [M+Na]<sup>+</sup> (35).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>2</sub>S ber.: 360.1029, gef.: 360.1031 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.89-7.87 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.73-7.70 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.61 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.21-7.19 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.05 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 4.30 (s, 4H, 2x CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 139.6 (C<sub>arom</sub>), 136.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 132.9 (C<sub>arom</sub>), 129.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (4C, C<sub>arom</sub>), 127.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 51.0 (2C, 2x CH<sub>2</sub>) ppm.

- IR:**  $\nu = 3271$  (w),  $3059$  (w),  $3030$  (w),  $2929$  (w),  $1493$  (w),  $1448$  (w),  $1425$  (w),  $1358$  (w),  $1322$  (s),  $1310$  (m),  $1284$  (w),  $1258$  (w),  $1202$  (w),  $1152$  (s),  $1095$  (m),  $1082$  (w),  $1065$  (w),  $1025$  (w),  $949$  (w),  $933$  (m),  $891$  (w),  $801$  (w),  $778$  (m),  $746$  (m),  $736$  (s),  $727$  (m),  $695$  (vs),  $684$  (vs),  $629$  (m),  $616$  (w),  $589$  (vs),  $564$  (s),  $538$  (s),  $528$  (vs),  $460$  (m),  $422$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .
- Smp.:**  $59$  °C.
- R<sub>f</sub>:**  $0.54$  (Cyclohexan/EtOAc 4:1).

**N-Benzyl-N-phenylbenzensulfonamid (Schl-38-063)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Benzensulfonylchlorid	176.61	1.384	1.0	0.75	0.132	0.10
<i>N</i> -Benzylanilin	183.25	1.061	1.0	0.75	0.137	-
NaH	23.997	-	1.5	1.13	0.027	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.7 aus 0.10 mL (0.75 mmol, 1.0 eq) Benzensulfonylchlorid und 0.137 g (0.75 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzylanilin. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 5 % EtOAc auf 100 % in 66 min) gereinigt. Es konnten 0.064 g (0.20 mmol, 27 %) des Produkts als Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

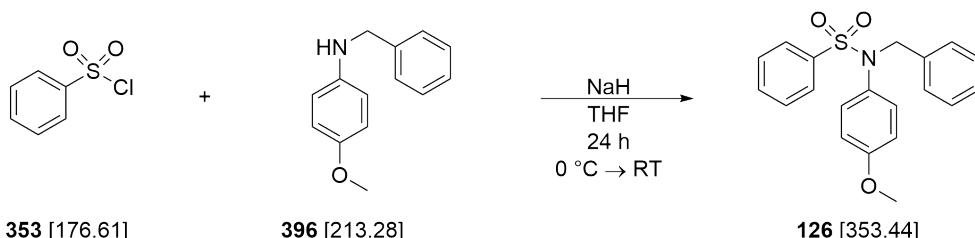
**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>S ber.: 323.10, gef.: 324.15 [M+H]<sup>+</sup> (50), 346.18 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>17</sub>NO<sub>2</sub>S ber.: 346.0872, gef.: 346.0875 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.74-7.70 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.67-7.59 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.18 (m, 8H, CH<sub>arom</sub>), 7.05-7.03 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.81 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 138.5 (C<sub>arom</sub>), 137.9 (C<sub>arom</sub>), 136.2 (C<sub>arom</sub>), 133.2 (C<sub>arom</sub>), 129.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 127.4 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 53.5 (CH<sub>2</sub>) ppm.

- IR:**  $\nu = 3056$  (w),  $3029$  (w),  $1594$  (w),  $1585$  (w),  $1487$  (m),  $1453$  (m),  $1443$  (m),  $1347$  (s),  $1314$  (m),  $1305$  (m),  $1292$  (m),  $1269$  (m),  $1212$  (m),  $1177$  (m),  $1152$  (vs),  $1091$  (s),  $1073$  (m),  $1061$  (vs),  $1024$  (m),  $1008$  (m),  $973$  (w),  $926$  (w),  $872$  (s),  $810$  (w),  $780$  (m),  $761$  (m),  $753$  (m),  $727$  (vs),  $705$  (vs),  $686$  (vs),  $618$  (m),  $605$  (vs),  $589$  (vs),  $569$  (vs),  $546$  (vs),  $477$  (m),  $447$  (m),  $427$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .
- Smp.:**  $115$  °C.
- R<sub>f</sub>:**  $0.54$  (Cyclohexan/EtOAc 4:1).

**N-Benzyl-N-(4-methoxyphenyl)benzensulfonamid (Schl-38-064)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Benzensulfonylchlorid	176.61	1.384	1.0	0.75	0.132	0.10
<i>N</i> -Benzyl-4-methoxyanilin	213.28	-	1.0	0.75	0.160	-
NaH	23.997	-	1.5	1.13	0.027	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.7 aus 0.10 mL (0.75 mmol, 1.0 eq) Benzen sulfonylchlorid und 0.160 g (0.75 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzyl-4-methoxyanilin. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 8 % EtOAc auf 100 % in 27 min) gereinigt. Es konnten 0.085 g (0.24 mmol, 32 %) des Produkts als leicht gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

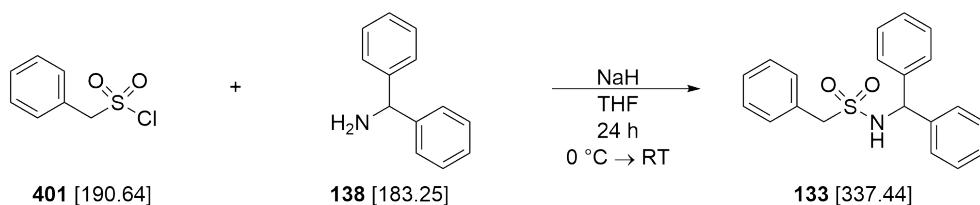
**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>S ber.: 353.11, gef.: 354.16 [M+H]<sup>+</sup> (5), 376.08 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>3</sub>S ber.: 376.0978, gef.: 376.0977 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 7.74-7.71 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.66-7.60 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.19 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 6.92-6.90 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.78-6.76 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.74 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.68 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 158.3 (C<sub>arom</sub>), 138.0 (C<sub>arom</sub>), 136.3 (C<sub>arom</sub>), 133.0 (C<sub>arom</sub>), 130.9 (C<sub>arom</sub>), 129.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.3 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.1 (CH<sub>3</sub>), 53.9 (CH<sub>2</sub>) ppm.

- IR:**  $\nu = 3062$  (w), 2967 (w), 2841 (w), 1507 (w), 1443 (w), 1366 (w), 1309 (w), 1298 (w), 1246 (w), 1214 (m), 1181 (w), 1161 (w), 1153 (m), 1090 (m), 1053 (m), 1026 (m), 877 (w), 865 (w), 834 (w), 798 (m), 760 (w), 722 (m), 702 (m), 688 (m), 666 (w), 603 (s), 575 (vs), 561 (s), 548 (s), 527 (m), 475 (w), 458 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .
- Smp.:** 113 °C.
- R<sub>f</sub>:** 0.51 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**N-Diphenylmethyl-1-phenylmethansulfonamid (Schl-38-065)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Phenylmethansulfonylchlorid	190.64	-	1.0	0.75	0.142	-
(Diphenylmethyl)amin	183.25	1.063	1.0	0.75	0.137	0.13
NaH	23.997	-	1.5	1.13	0.027	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.7 aus 0.142 g (0.75 mmol, 1.0 eq) Phenylmethansulfonylchlorid und 0.13 mL (0.75 mmol, 1.0 eq) (Diphenylmethyl)amin. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc, Start bei 0 % EtOAc auf 90 % EtOAc in 30 min) gereinigt. Es konnten 0.095 g (0.28 mmol, 37 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>2</sub>S ber.: 337.11, gef.: 355.21 [M+NH<sub>4</sub><sup>+</sup>]<sup>+</sup> (5), 360.16 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>NO<sub>2</sub>S ber.: 360.1029, gef.: 360.1026 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.37 (d, <sup>3</sup>J = 9.5 Hz, 1H, NH), 7.39-7.32 (m, 8H, CH<sub>arom</sub>), 7.28-7.22 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.09-7.07 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.63 (m, 1H, CH), 4.12 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 142.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 130.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.9 (C<sub>arom</sub>), 128.3 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (4C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 60.4 (CH), 58.7 (CH<sub>2</sub>) ppm.

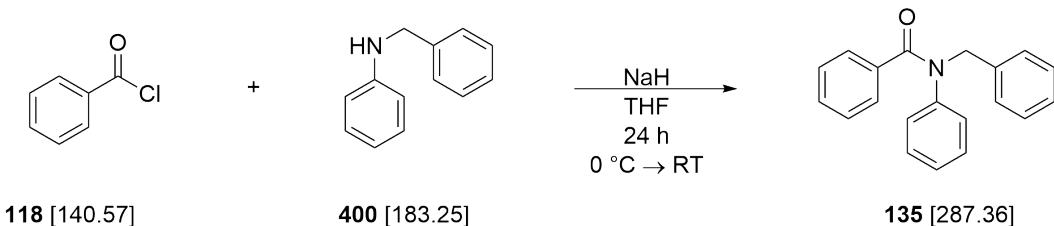
**IR:**  $\nu = 3274$  (w), 1493 (w), 1450 (w), 1431 (w), 1326 (m), 1148 (w), 1088 (w), 1027 (w), 1001 (w), 932 (w), 905 (w), 833 (w), 779 (w), 761 (w), 746 (m), 727 (w), 694 (vs), 652 (w), 605 (s), 545 (m), 533 (m), 516 (m), 476 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 127 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.53 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

## 1.6 Darstellung der propellerartigen Carbonsäureamide

### *N*-Benzyl-*N*-phenylbenzamid (Schl-38-082)



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Benzoylchlorid	140.57	1.21	1.0	1.07	0.150	0.12
<i>N</i> -Benzylanilin	183.25	1.061	1.0	1.07	0.196	0.18
NaH	24.00	-	1.5	1.60	0.038	-

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.7 aus 0.12 mL (1.07 mmol, 1.0 eq) Benzoylchlorid und 0.18 mL (1.07 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzylanilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1) gereinigt. Es konnten 0.285 g (0.99 mmol, 93 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>NO ber.: 287.13, gef.: 288.12 [M+H]<sup>+</sup> (100), 310.18 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>NO ber.: 288.1383, 310.1202, gef.: 288.1381 [M+H]<sup>+</sup>, 310.1210 [M+Na]<sup>+</sup>.

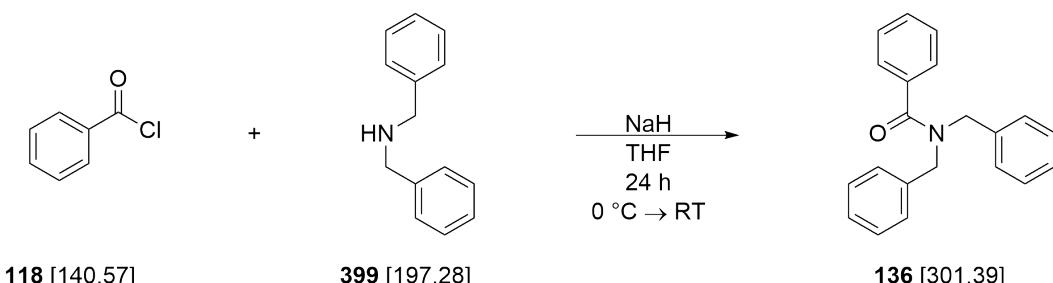
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.32- 7.15 (m, 12H, CH<sub>arom</sub>), 7.09-7.02 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 5.10 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 169.7 (C=O), 142.8 (C<sub>arom</sub>), 137.4 (C<sub>arom</sub>), 136.1 (C<sub>arom</sub>), 129.4 (C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (C<sub>arom</sub>), 126.4 (C<sub>arom</sub>), 52.7 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3058$  (w), 2952 (w), 1627 (s), 1592 (w), 1572 (m), 1491 (m), 1453 (w), 1444 (w), 1434 (w), 1389 (s), 1330 (w), 1305 (w), 1291 (m), 1277 (m), 1214 (w), 1202 (w), 1144 (w), 1074 (w), 1030 (w), 963 (w), 773 (m), 757 (m), 722 (m), 697 (vs), 655 (w), 616 (s), 564 (m), 519 (w), 489 (w), 443 (w), 431 (w), 407 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 100 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.44 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**N,N-Dibenzylbenzamid (Schl-38-083)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Benzoylchlorid	140.57	1.21	1.0	1.07	0.150	0.12
Dibenzylamin	197.28	1.026	1.0	1.07	0.211	0.21
NaH	24.00	-	1.5	1.60	0.038	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.7 aus 0.12 mL (1.07 mmol, 1.0 eq) Benzoylchlorid und 0.21 mL (1.07 mmol, 1.0 eq) Dibenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1) gereinigt. Es konnten 0.307 g (1.02 mmol, 95 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>19</sub>NO ber.: 301.15, gef.: 302.21 [M+H]<sup>+</sup> (100), 324.21 [M+Na]<sup>+</sup> (45).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>19</sub>NO ber.: 302.1539, 324.1359, gef.: 302.1538 [M+H]<sup>+</sup>, 324.1361 [M+Na]<sup>+</sup>.

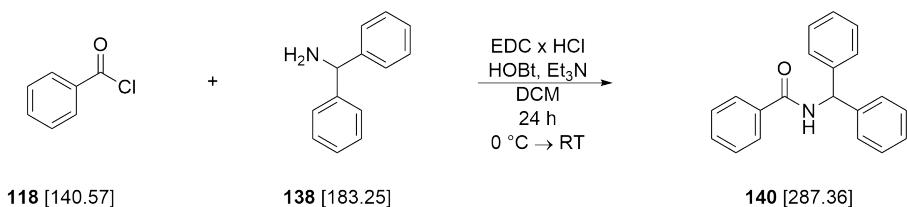
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.48-7.43 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.36-7.16 (m, 10H, CH<sub>arom</sub>), 4.59-4.40 (m, 4H, 2x CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, CDCl-d<sub>3</sub>; δ = 172.4 (C=O), 137.1 (bs, C<sub>arom</sub>), 136.6 (bs, C<sub>arom</sub>), 136.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.0 (bs, 2C, C<sub>arom</sub>), 128.8 (bs, 2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.6 (bs, 2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (bs, C<sub>arom</sub>), 127.7 (bs, C<sub>arom</sub>), 127.2 (bs, 2C, C<sub>arom</sub>), 126.9 (4C, C<sub>arom</sub>), 51.7 (CH<sub>2</sub>), 47.0 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3062 (w), 3028 (w), 2915 (w), 1633 (s), 1597 (m), 1494 (w), 1446 (m), 1417 (s), 1360 (w), 1314 (w), 1303 (w), 1290 (w), 1277 (w), 1251 (s), 1164 (w), 1143 (w), 1081 (w), 1029 (w), 995 (m), 955 (w), 936 (w), 791 (m), 743 (m), 725 (vs), 696 (vs), 657 (m), 613 (w), 587 (m), 552 (w), 484 (m), 461 (w), 402 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 90 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.30 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**N-Diphenylmethylbenzamid (Schl-38-084)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Benzoylchlorid	140.57	1.21	1.0	1.07	0.150	0.12
(Diphenylmethyl)amin	183.25	1.063	1.0	1.07	0.196	0.18
NaH	24.00	-	1.5	1.60	0.038	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.7 aus 0.12 mL (1.07 mmol, 1.0 eq) Benzoylchlorid und 0.18 mL (1.07 mmol, 1.0 eq) (Diphenylmethyl)amin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1) gereinigt. Es konnten 0.240 g (0.84 mmol, 79 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

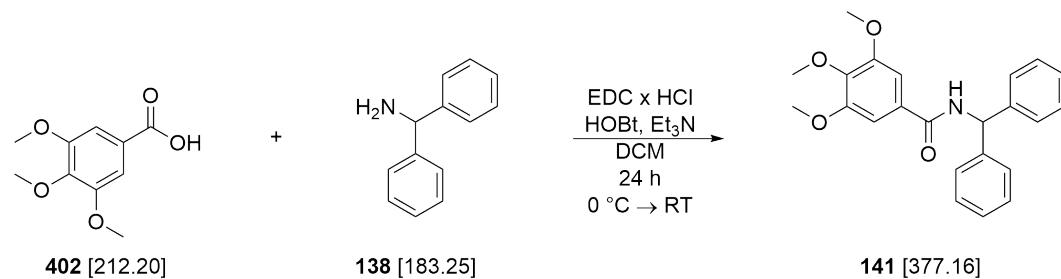
**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>NO ber.: 287.13, gef.: 288.12 [M+H]<sup>+</sup> (70), 310.18 [M+Na]<sup>+</sup> (65).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>NO ber.: 288.1383, 310.1202, gef.: 288.1378 [M+H]<sup>+</sup>, 310.1210 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.24 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, NH), 7.94-7.92 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.55-7.52 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.48-7.45 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.30 (m, 8H, CH<sub>arom</sub>), 7.28-7.25 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.42 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, CH) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 165.9 (C=O), 142.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 134.3 (C<sub>arom</sub>), 131.2 (C<sub>arom</sub>), 128.3 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (4C, C<sub>arom</sub>), 126.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 56.3 (CH) ppm.

- IR:**  $\nu = 3310$  (w), 1636 (s), 1601 (w), 1578 (w), 1518 (s), 1494 (m), 1485 (m), 1455 (w), 1444 (m), 1358 (w), 1311 (m), 1260 (w), 1244 (w), 1180 (w), 1087 (w), 1050 (w), 1029 (w), 939 (w), 852 (w), 753 (m), 738 (s), 705 (vs), 690 (vs), 670 (vs), 640 (m), 617 (w), 599 (s), 575 (s), 499 (w), 463 (m), 409 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .
- Smp.:** 165 °C.
- R<sub>f</sub>:** 0.33 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**N-Diphenylmethyl-3,4,5-trimethoxybenzamid (Schl-38-085)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
3,4,5-Trimethoxybenzoesäure	212.20	-	1.0	1.12	0.238	-
(Diphenylmethyl)amin	183.25	1.063	1.0	1.12	0.205	0.19
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.68	0.322	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.68	0.227	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.24	0.227	0.31

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.238 g (1.12 mmol, 1.0 eq) 3,4,5-Trimethoxybenzoesäure und 0.19 mL (1.12 mmol, 1.0 eq) (Diphenylmethyl)amin. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 33 min) gereinigt. Es konnten 0.135 g (0.36 mmol, 32 %) des Produkts als farblose Kristalle erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>4</sub> ber.: 377.16, gef.: 378.15 [M+H]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>4</sub> ber.: 378.1700, 400.1519, gef.: 378.1691 [M+H]<sup>+</sup>, 400.1515 [M+Na]<sup>+</sup>.

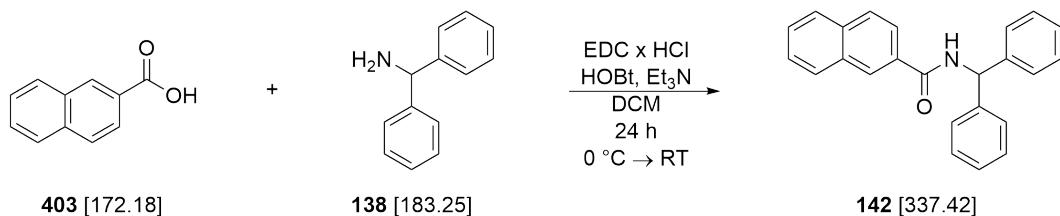
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.89 (d, <sup>3</sup>J = 8.2 Hz, 1H, NH), 7.44 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.38-7.35 (m, 8H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.25 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.91 (d, <sup>3</sup>J = 8.9 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.30 (d, <sup>3</sup>J = 8.2 Hz, 1H, CH), 3.84 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.81 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.77 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 164.0 (*C=O*), 155.6 (*C<sub>arom</sub>*), 151.5 (*C<sub>arom</sub>*), 142.4 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 141.5 (*C<sub>arom</sub>*), 128.5 (4C, *C<sub>arom</sub>*), 127.1 (4C, *C<sub>arom</sub>*), 127.0 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 124.8 (*C<sub>arom</sub>*), 120.7 (*C<sub>arom</sub>*), 107.9 (*C<sub>arom</sub>*), 61.6 (CH<sub>3</sub>), 60.5 (CH<sub>3</sub>), 56.5 (CH), 56.0 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3380 (w), 3059 (w), 3024 (w), 2931 (w), 2844 (w), 1647 (m), 1593 (m), 1506 (m), 1484 (s), 1451 (s), 1408 (m), 1347 (w), 1287 (s), 1213 (m), 1181 (m), 1155 (w), 1091 (s), 1061 (m), 1028 (m), 1002 (m), 947 (m), 902 (w), 863 (w), 838 (w), 819 (w), 781 (m), 757 (m), 744 (m), 695 (s), 658 (w), 637 (m), 617 (w), 608 (m), 588 (s), 563 (m), 537 (s), 470 (w), 430 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 75 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.38 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-Diphenylmethyl-2-naphthamid (Schl-38-086)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
2-Naphthoësäure	172.18	-	1.0	1.12	0.193	-
(Diphenylmethyl)amin	183.25	1.063	1.0	1.12	0.205	0.19
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.68	0.322	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.68	0.227	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.24	0.227	0.31

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.193 g (1.12 mmol, 1.0 eq) 2-Naphthoësäure und 0.19 mL (1.12 mmol, 1.0 eq) (Diphenylmethyl)amin. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 34 min) gereinigt. Es konnten 0.304 g (0.90 mmol, 80 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>19</sub>NO ber.: 337.15, gef.: 338.16 [M+H]<sup>+</sup> (10), 360.14 [M+Na]<sup>+</sup> (12).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>19</sub>NO ber.: 360.1359, gef.: 360.1358 [M+Na]<sup>+</sup>.

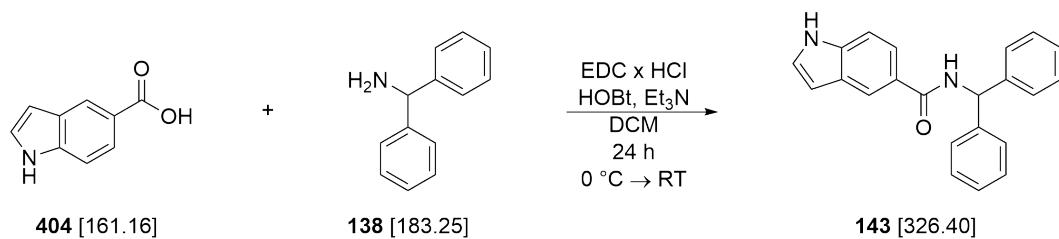
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 9.42 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 1H, NH), 8.58 (s, 1H, CH<sub>arom</sub>), 8.05-7.97 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.62-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.44-7.41 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.35 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.26 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.50 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 1H, CH) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 166.0 ( $C=O$ ), 142.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 134.2 ( $C_{arom}$ ), 132.1 ( $C_{arom}$ ), 131.6 ( $C_{arom}$ ), 128.8 ( $C_{arom}$ ), 128.3 (4C,  $C_{arom}$ ), 127.8 ( $C_{arom}$ ), 127.7 ( $C_{arom}$ ), 127.6 (4C,  $C_{arom}$ ), 127.6 ( $C_{arom}$ ), 127.5 ( $C_{arom}$ ), 127.0 ( $C_{arom}$ ), 126.6 ( $C_{arom}$ ), 124.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 56.5 (CH) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3310 (w), 1636 (s), 1625 (s), 1598 (w), 1521 (vs), 1494 (s), 1455 (w), 1445 (w), 1357 (w), 1309 (w), 1234 (w), 1202 (w), 865 (w), 826 (w), 817 (w), 778 (m), 764 (w), 751 (s), 734 (s), 701 (vs), 648 (w), 632 (w), 606 (w), 576 (m), 563 (w), 481 (s), 471 (m)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 189 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.58 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**N-Diphenylmethyl-1H-indol-5-carboxamid (Schl-38-087)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
1H-Indol-5-carbonsäure	161.16	-	1.0	1.12	0.180	-
(Diphenylmethyl)amin	183.25	1.063	1.0	1.12	0.205	0.19
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.68	0.322	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.68	0.227	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.24	0.227	0.31

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.180 g (1.12 mmol, 1.0 eq) 1H-Indol-5-carbonsäure und 0.19 mL (1.12 mmol, 1.0 eq) (Diphenylmethyl)amin. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 18 min) gereinigt. Es konnten 0.216 g (0.66 mmol, 59 %) des Produkts als gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O ber.: 326.14, gef.: 327.18 [M+H]<sup>+</sup> (20), 349.16 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O ber.: 327.1492, gef.: 327.1496 [M+H]<sup>+</sup>.

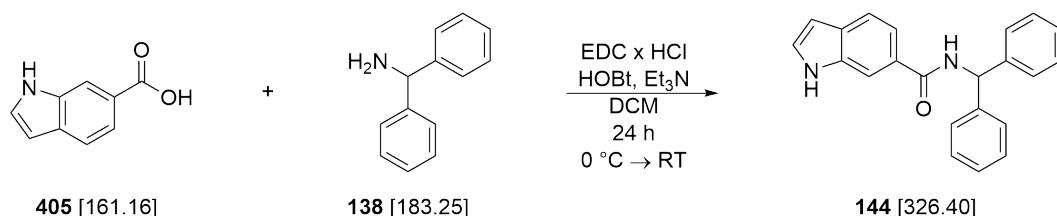
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 11.29 (s, 1H, NH), 9.06 (d, <sup>3</sup>J = 8.9 Hz, 1H, NH), 8.26-8.25 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.72-7.70 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.43-7.40 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.36-7.33 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.24 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.55-6.53 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.47-6.45 (m, 1H, CH) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.9 (*C=O*), 142.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 137.4 (*C<sub>arom</sub>*), 128.2 (4C, *C<sub>arom</sub>*), 127.6 (4C, *C<sub>arom</sub>*), 126.9 (*C<sub>arom</sub>*), 126.8 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 126.6 (*C<sub>arom</sub>*), 125.3 (*C<sub>arom</sub>*), 120.9 (*C<sub>arom</sub>*), 120.3 (*C<sub>arom</sub>*), 110.8 (*C<sub>arom</sub>*), 102.1 (*C<sub>arom</sub>*), 56.2 (CH) ppm.

**IR:** ν = 3264 (w), 1618 (w), 1600 (m), 1576 (w), 1520 (m), 1505 (m), 1492 (m), 1469 (w), 1447 (w), 1424 (w), 1348 (w), 1312 (m), 1299 (w), 1261 (w), 1243 (w), 1201 (w), 1157 (w), 1132 (w), 1115 (w), 1093 (w), 1080 (w), 1027 (w), 877 (w), 854 (w), 823 (w), 777 (w), 752 (s), 740 (m), 730 (s), 695 (vs), 628 (w), 611 (m), 558 (s), 483 (w), 466 (w), 427 (m), 416 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 210-213 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.21 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-Diphenylmethyl-1H-indol-6-carboxamid (Schl-38-088)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
1H-Indol-6-carbonsäure	161.16	-	1.0	1.12	0.180	-
(Diphenylmethyl)amin	183.25	1.063	1.0	1.12	0.205	0.19
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.68	0.322	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.68	0.227	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.24	0.227	0.31

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.180 g (1.12 mmol, 1.0 eq) 1H-Indol-6-carbonsäure und 0.19 mL (1.12 mmol, 1.0 eq) (Diphenylmethyl)amin. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 32 min) gereinigt. Es konnten 0.079 g (0.24 mmol, 21 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O ber.: 326.14, gef.: 327.16 [M+Na]<sup>+</sup> (20).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O ber.: 327.1492, 349.1311, gef.: 327.1490 [M+H]<sup>+</sup>, 349.1310 [M+Na]<sup>+</sup>.

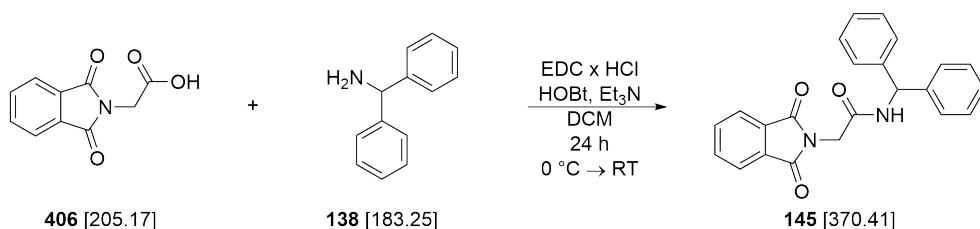
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 11.4 (s, 1H, NH), 9.14 (d, <sup>3</sup>J = 8.9 Hz, 1H, CO-NH), 8.04 (s, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.51-7.49 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.42-7.39 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.33 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.28-7.24 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.49-6.45 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>, CH) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.9 (*C=O*), 142.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 135.1 (*C<sub>arom</sub>*), 129.9 (*C<sub>arom</sub>*), 128.2 (4C, *C<sub>arom</sub>*), 128.0 (*C<sub>arom</sub>*), 127.6 (4C, *C<sub>arom</sub>*), 127.2 (*C<sub>arom</sub>*), 126.8 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 119.3 (*C<sub>arom</sub>*), 118.4 (*C<sub>arom</sub>*), 111.6 (*C<sub>arom</sub>*), 101.2 (*C<sub>arom</sub>*), 56.3 (CH) ppm.

**IR:** ν = 3404 (w), 3303 (w), 1630 (m), 1620 (m), 1523 (m), 1490 (w), 1448 (w), 1405 (w), 1351 (m), 1327 (w), 1308 (w), 1232 (w), 1204 (w), 887 (w), 824 (w), 780 (w), 766 (w), 753 (w), 737 (w), 726 (m), 695 (vs), 660 (w), 641 (w), 624 (w), 609 (w), 599 (w), 576 (w), 554 (m), 502 (s), 489 (m), 469 (w), 425 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 203 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.21 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-Diphenylmethyl-2-(1,3-dioxoisoindolin-2-yl)acetamid (Schl-38-089)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>N</i> -Phthaloylglycin	205.17	-	1.0	1.12	0.230	-
(Diphenylmethyl)amin	183.25	1.063	1.0	1.12	0.205	0.19
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.68	0.322	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.68	0.227	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.24	0.227	0.31

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.230 g (1.12 mmol, 1.0 eq) *N*-Phthaloylglycin und 0.19 mL (1.12 mmol, 1.0 eq) (Diphenylmethyl)amin. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 43 min) gereinigt. Es konnten 0.054 g (0.15 mmol, 13 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

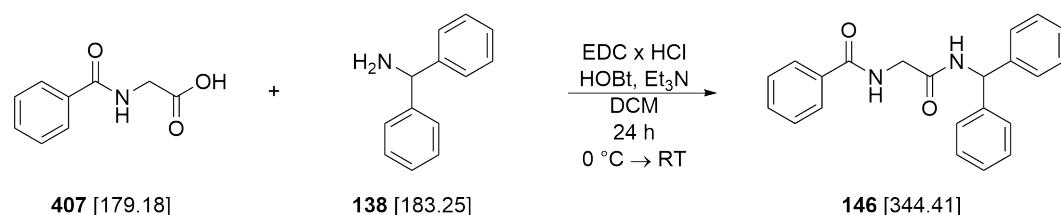
**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 370.13, gef.: 393.05 [M+Na]<sup>+</sup> (20).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 393.1210, gef.: 393.1215 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.17 (d, <sup>3</sup>J = 8.4 Hz, 1H, NH), 7.92-7.85 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.33 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.25 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 6.11 (d, <sup>3</sup>J = 8.4 Hz, 1H, CH), 4.36 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 167.5 (2C, C=O), 165.4 (C=O), 142.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 134.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 131.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (4C, C<sub>arom</sub>), 127.2 (4C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 56.3 (CH), 40.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

- IR:**  $\nu = 3296$  (w), 1771 (w), 1722 (vs), 1659 (s), 1614 (w), 1542 (m), 1492 (w), 1467 (w), 1453 (w), 1415 (s), 1391 (s), 1318 (w), 1287 (w), 1258 (w), 1241 (m), 1195 (w), 1118 (m), 1086 (w), 1029 (w), 1016 (w), 994 (w), 947 (s), 861 (w), 738 (s), 711 (s), 693 (vs), 633 (w), 606 (m), 575 (w), 545 (w), 528 (w), 513 (s), 467 (w), 433 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .
- Smp.:** 240-244 °C.
- R<sub>f</sub>:** 0.50 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-(2-(Diphenylmethylamino)-2-oxoethyl)benzamid (Schl-38-090)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Hippursäure	179.18	-	1.0	1.12	0.200	-
(Diphenylmethyl)amin	183.25	1.063	1.0	1.12	0.205	0.19
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.68	0.322	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.68	0.227	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.24	0.227	0.31

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (1.12 mmol, 1.0 eq) Hippursäure und 0.19 mL (1.12 mmol, 1.0 eq) (Diphenylmethyl)amin. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 44 min) gereinigt. Es konnten 0.272 g (0.79 mmol, 71 %) des Produkts als gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

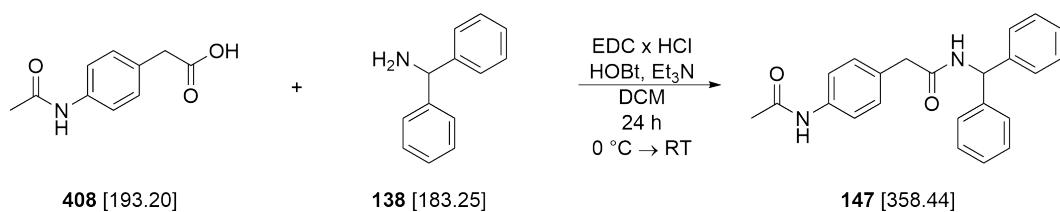
**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 344.15, gef.: 367.10 [M+Na]<sup>+</sup> (75).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 367.1417, gef.: 367.1431 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.85 (d, <sup>3</sup>J = 8.6 Hz, 1H, NH), 8.68 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 7.8-7.86 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.53-7.45 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.24 (m, 10H, CH<sub>arom</sub>), 6.15 (d, <sup>3</sup>J = 8.6 Hz, 1H, CH), 4.02 (d, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.2 (C=O), 166.4 (C=O), 142.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 134.1 (C<sub>arom</sub>), 131.2 (C<sub>arom</sub>), 128.3 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.3 (4C, C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.9 (CH), 42.5 (CH<sub>2</sub>) ppm.

- IR:**  $\nu = 3394$  (w),  $3296$  (w),  $1666$  (m),  $1645$  (s),  $1599$  (w),  $1577$  (w),  $1532$  (s),  $1487$  (m),  $1454$  (w),  $1444$  (w),  $1397$  (w),  $1367$  (w),  $1320$  (w),  $1299$  (w),  $1273$  (w),  $1251$  (w),  $1231$  (m),  $1190$  (w),  $1162$  (w),  $1076$  (w),  $1035$  (w),  $993$  (w),  $966$  (w),  $754$  (w),  $739$  (m),  $723$  (m),  $701$  (s),  $690$  (s),  $671$  (m),  $637$  (w),  $613$  (w),  $559$  (m),  $501$  (m),  $466$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .
- Smp.:**  $193$  °C.
- R<sub>f</sub>:**  $0.14$  (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**2-(4-Acetamidophenyl)-N-diphenylmethylacetamid (Schl-38-091)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
[4-(Acetamido)phenyl]essigsäure	179.18	-	1.0	1.12	0.201	-
(Diphenylmethyl)amin	183.25	1.063	1.0	1.12	0.205	0.19
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.68	0.322	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.68	0.227	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.24	0.227	0.31

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.201 g (1.12 mmol, 1.0 eq) [4-(Acetylamino)phenyl]essigsäure und 0.19 mL (1.12 mmol, 1.0 eq) (Diphenylmethyl)amin. Das Rohprodukt wurde zweimal mittels MPLC (DCM/MeOH; Start bei 0 % MeOH auf 50 % MeOH in 25 min) gereinigt. Es konnten 0.154 g (0.43 mmol, 38 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{23}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 358.17, gef.: 359.22  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (30), 381.14  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (40).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{23}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 359.1754, 381.1573, gef.: 359.1758  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 381.1579  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 9.18$  ( $d, {}^3J = 8.8$  Hz, 1H, NH), 8.37 ( $t, {}^3J = 5.9$  Hz, 1H, NH), 7.89-7.88 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.24 (m, 12H, CH<sub>arom</sub>), 6.41 ( $d, {}^3J = 8.8$  Hz, 1H, CH), 4.29 ( $d, {}^3J = 6.0$  Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.88 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 169.1 ( $C=O$ ), 165.7 ( $C=O$ ), 143.1 ( $C_{arom}$ ), 142.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 132.8 ( $C_{arom}$ ), 128.3 (4C,  $C_{arom}$ ), 127.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.6 (4C,  $C_{arom}$ ), 126.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 56.3 (CH), 41.8 (CH<sub>2</sub>), 22.5 (CH<sub>3</sub>) ppm.

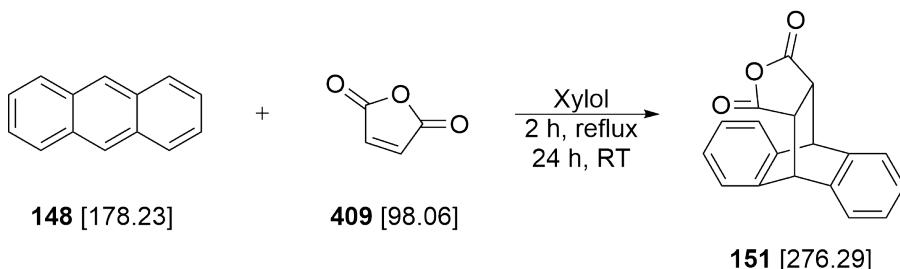
**IR:**  $\nu$  = 3323 (w), 3284 (w), 1649 (m), 1632 (vs), 1528 (s), 1492 (s), 1444 (w), 1427 (m), 1370 (w), 1360 (m), 1309 (m), 1287 (m), 1264 (w), 1248 (w), 1022 (w), 937 (w), 726 (w), 749 (m), 735 (s), 726 (s), 697 (vs), 686 (vs), 668 (s), 642 (w), 632 (w), 602 (m), 589 (m), 578 (s), 504 (m), 464 (w), 422 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 215 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.22 (DCM/MeOH 30:1).

## 1.7 Darstellung der DIELS-ALDER-Addukte

(9*R*,10*S*,11*R*,15*S*)-9,10-Dihydro-9,10-[3,4]furanoanthracen-12,14-dion (Schl-38-021)



Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Anthracen	178.23	1.0	4.40	0.784
Maleinsäureanhydrid	74.04	1.0	4.40	0.326

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.14 aus 0.784 g (4.40 mmol, 1.0 eq) Anthracen und 0.326 g (4.40 mmol, 1.0 eq) Maleinsäureanhydrid. Es konnten 0.156 g (0.56 mmol, 13 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>18</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub> ber.: 276.08, gef.: 277.08 [M+H]<sup>+</sup> (20).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>18</sub>H<sub>12</sub>O<sub>3</sub> ber.: 277.0859, gef.: 277.0854 [M+H]<sup>+</sup>.

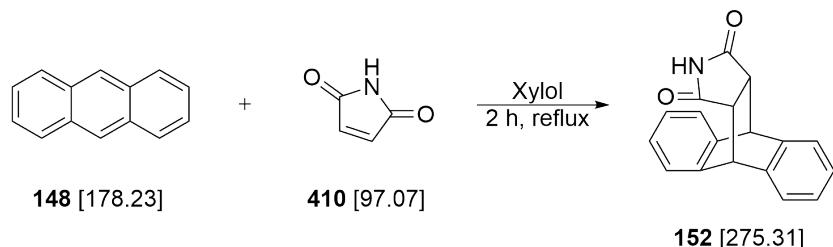
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.49-7.46 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.33 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.20-7.17 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 4.87 (m, 2H, CH<sub>ali</sub>), 3.66-3.65 (m, 2H, CH<sub>ali</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 171.6 (2C, C=O), 141.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 139.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 47.9 (2C, C<sub>ali</sub>), 44.3 (2C, C<sub>ali</sub>) ppm.

**IR:** ν = 1861 (w), 1780 (s), 1460 (m), 1226 (m), 1210 (m), 1067 (m), 971 (w), 921 (s), 899 (m), 754 (s), 714 (w), 702 (m), 633 (m), 606 (m), 542 (w), 531 (s), 404 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 265-267 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.64 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**(9*R*,10*S*,11*R*,15*S*)-9,10-Dihydro-9,10-[3,4]epipyrroloanthracen-12,14-dion (Schl-38-022)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Anthracen	178.23	1.0	4.00	0.713
Maleinimid	97.07	1.0	4.00	0.388

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.14 aus 0.713 g (4.00 mmol, 1.0 eq) Anthracen und 0.388 g (4.00 mmol, 1.0 eq) Maleinimid. Es konnten 0.808 g (2.93 mmol, 73 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>18</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub> ber.: 275.09, gef.: 276.10 [M+H]<sup>+</sup> (50), 298.05 [M+Na]<sup>+</sup> (20).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>18</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>2</sub> ber.: 298.0838, gef.: 298.0839 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.74 (s, 1H, NH), 7.45-7.43 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.25 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.15-7.12 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 4.72-4.71 (m, 2H, CH<sub>ali</sub>), 3.20-3.19 (m, 2H, CH<sub>ali</sub>) ppm.

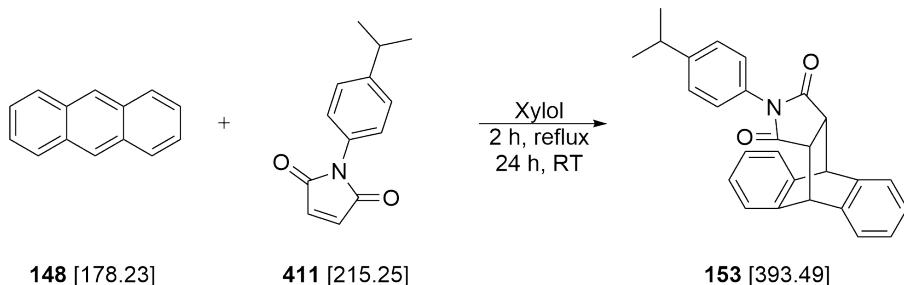
**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 178.1 (2C, C=O), 142.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 139.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 47.6 (2C, C<sub>ali</sub>), 44.4 (2C, C<sub>ali</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3346 (m), 1785 (w), 1716 (m), 1457 (w), 1337 (m), 1315 (m), 1288 (w), 1189 (m), 1177 (m), 1152 (m), 1132 (w), 1114 (w), 989 (w), 953 (w), 931 (w), 896 (w), 848 (w), 799 (w), 783 (w), 767 (m), 756 (m), 717 (w), 696 (w), 676 (s), 627 (m), 605 (m), 532 (s), 445 (w), 428 (w), 401 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 319-320 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.64 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**(9*R*,10*S*,11*R*,15*S*)-13-(4-Isopropylphenyl)-9,10-dihydro-9,10-[3,4]epipyrroloanthracen-12,14-dion**  
**(Schl-38-023)**



Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Anthracen	178.23	1.0	0.93	0.166
1-(4-Isopropylphenyl)-1 <i>H</i> -pyrrol-2,5-dion	215.25	1.0	0.93	0.200

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.14 aus 0.166 g (0.93 mmol, 1.0 eq) Anthracen und 0.200 g (0.93 mmol, 1.0 eq) 1-(4-Isopropylphenyl)-1*H*-pyrrol-2,5-dion. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/DCM 10:1) gereinigt. Es konnten 0.129 g (0.33 mmol, 35 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>27</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>2</sub> ber.: 393.17, gef.: 394.18 [M+H]<sup>+</sup> (100), 416.11 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>27</sub>H<sub>23</sub>NO<sub>2</sub> ber.: 394.1802, 416.1605, gef.: 394.1802 [M+H]<sup>+</sup>, 416.1630 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.52-7.50 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.28 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.18 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>arom</sub>), 6.35-6.33 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.85 (m, 2H, CH<sub>ali</sub>), 3.40-3.39 (m, 2H, CH<sub>ali</sub>), 2.88-2.81 (m, 1H, CH-(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>), 1.16-1.14 (m, 6H, 2x CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 176.1 (2C, C=O), 148.8 (C<sub>arom</sub>), 141.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 139.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.5 (C<sub>arom</sub>), 126.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 46.6 (2C, C<sub>ali</sub>), 44.9 (2C, C<sub>ali</sub>), 33.1 (CH), 23.7 (2C, CH<sub>3</sub>) ppm.

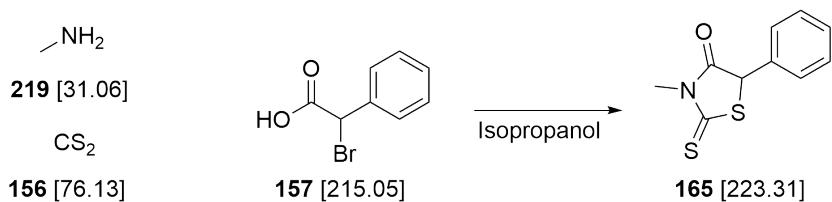
**IR:**  $\nu$  = 2964 (w), 1711 (s), 1517 (w), 1457 (w), 1390 (m), 1360 (w), 1255 (w), 1212 (w), 1197 (m), 1184 (m), 1163 (m), 1105 (w), 1050 (w), 1021 (w), 947 (w), 837 (w), 779 (w), 768 (m), 762 (m), 753 (m), 717 (w), 634 (w), 623 (m), 611 (w), 563 (w), 547 (m), 435 (w), 400 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 240-242 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.64 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

## 1.8 Darstellung der Rhodanin-Derivate

### 3-Methyl-5-phenyl-2-thioxothiazolidin-4-on (Schl-38-016)



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
2-Brom-2-phenylessigsäure	215.04	-	1.0	0.47	0.100	-
Methylamin-Lsg. in H <sub>2</sub> O (40 %)	31.06	0.897	1.0	0.47	-	0.04
Kohlenstoffdisulfid	76.14	1.26	1.5	0.71	0.054	0.04

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.12 aus 0.100 g (0.47 mmol, 1.0 eq) 2-Brom-2-phenylessigsäure, 0.04 mL (0.47 mmol, 1.0 eq) mono-Methylamin und 0.04 mL (0.71 mmol, 1.5 eq) Kohlenstoffdisulfid. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulen-chromatographisch (DCM/MeOH 50:1) gereinigt. Es konnten 0.078 g (0.35 mmol, 49 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>NOS<sub>2</sub> ber.: 223.01, gef.: 223.99 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>10</sub>H<sub>9</sub>NOS<sub>2</sub> ber.: 261.9967, gef.: 261.9964 [M+K]<sup>+</sup>.

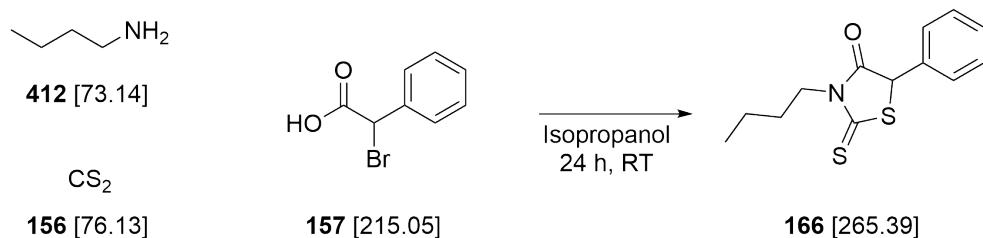
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 7.42-7.37 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 5.87 (s, 1H, CH), 3.34 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 201.3 (C=S), 175.2 (C=O), 134.72 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.8 (C<sub>arom</sub>), 53.4 (CH), 31.5 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 1733 (s), 1421 (m), 1346 (m), 1273 (s), 1237 (m), 1102 (s), 1070 (s), 1032 (m), 975 (m), 853 (m), 746 (m), 720 (m), 689 (s), 625 (m), 608 (m), 495 (s), 480 (s) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 84 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.29 (Cyclohexan/EtOAc 20:1).

**3-Butyl-5-phenyl-2-thioxothiazolidin-4-on (Schl-38-020)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
2-Brom-2-phenylessigsäure	215.04	-	1.0	0.93	0.200	
Butylamin	73.14	0.74	1.5	1.42	0.104	0.14
Kohlenstoffdisulfid	76.14	1.26	1.5	1.42	0.108	0.08

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.12 aus 0.200 g (0.93 mmol, 1.0 eq) 2-Brom-2-phenylessigsäure, 0.14 mL (1.42 mmol, 1.5 eq) Butylamin und 0.08 mL (1.42 mmol, 1.5 eq) Kohlenstoffdisulfid. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH von 50:1 auf 20:1) gereinigt. Es konnten 0.136 g (0.51 mmol, 55 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>15</sub>NOS<sub>2</sub> ber.: 265.06, gef.: 266.15 [M+H]<sup>+</sup> (60), 288.12 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.44-7.33 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 5.87 (s, 1H, CH), 3.95 (t, 2H, <sup>3</sup>J = 7.4 Hz, CH<sub>2</sub>), 1.61-1.57 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.36-1.24 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 0.90 (t, 2H, <sup>3</sup>J = 7.3 Hz, CH<sub>3</sub>) ppm.

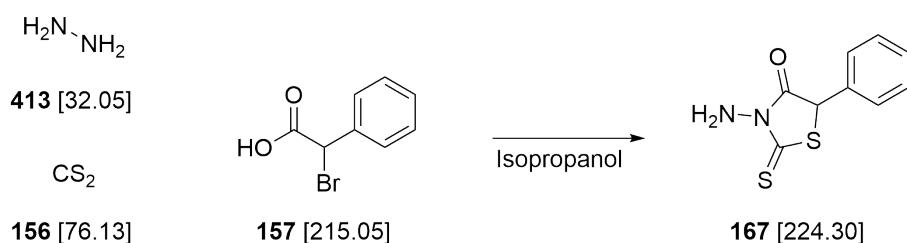
**<sup>13</sup>C-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 201.1 (C=S), 175.2 (C=O), 134.8 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 53.5 (CH), 44.1 (CH<sub>2</sub>), 28.4 (CH<sub>2</sub>), 19.4 (CH<sub>2</sub>), 13.5 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 2955$  (w), 2926 (w), 1733 (s), 1495 (w), 1453 (w), 1427 (w), 1378 (w), 1355 (m), 1340 (m), 1326 (m), 1290 (m), 1262 (m), 1249 (m), 1190 (s), 1125 (s), 1105 (m), 1084 (m), 1073 (m), 1028 (w), 1017 (w), 997 (w), 971 (w), 937 (w), 858 (w), 811 (w), 784 (w), 761 (m), 742 (w), 719 (m), 691 (m), 647 (w), 626 (w), 581 (w), 553 (w), 545 (w), 524 (w), 505 (w), 493 (m), 463 (w), 419 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 55 °C.

**R<sub>f</sub>:** (DCM/MeOH 10:1).

### **3-Amino-5-phenyl-2-thioxothiazolidin-4-on (Schl-38-027)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
2-Brom-2-phenylessigsäure	215.04	-	1.0	0.93	0.200	
Hydrazin Monohydrat-Lsg. (98 %)	50.08	1.027	1.5	1.40	0.070	0.07
Kohlenstoffdisulfid	76.14	1.26	1.5	1.40	0.108	0.08

## **Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.12 aus 0.200 g (0.93 mmol, 1.0 eq) 2-Brom-2-phenylessigsäure, 0.07 mL (1.40 mmol, 1.5 eq) Hydrazin Monohydrat und 0.08 mL (1.40 mmol, 1.5 eq) Kohlenstoffdisulfid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/Ethylacetat 2:1) gereinigt. Es konnten 0.122 g (0.54 mmol, 58 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 224.01, gef.: 225.09 [M+H]<sup>+</sup> (30), 247.10 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>9</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 246.9970, gef.: 246.9961 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.42-7.35 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 5.83 (s, 1H, CH), 5.79 (bs, 2H, NH<sub>2</sub>) ppm.

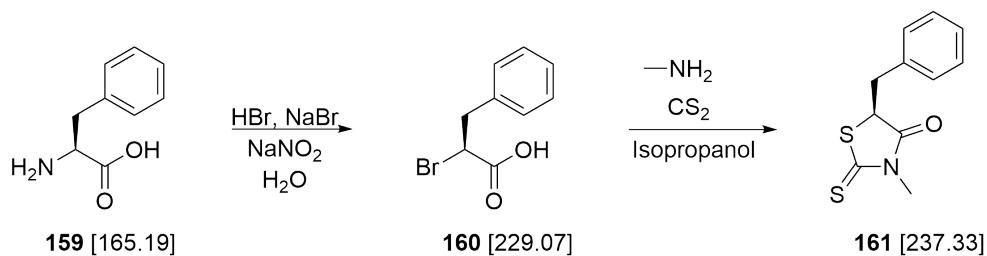
**<sup>13</sup>C-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 196.3 (C=S), 171.7 (C=O), 134.7 (*C<sub>arom</sub>*), 129.0 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.7 (*C<sub>arom</sub>*), 128.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 50.9 (CH) ppm.

**IR:**  $\nu = 3259$  (w),  $3138$  (w),  $3105$  (w),  $1757$  (m),  $1741$  (m),  $1453$  (w),  $1353$  (w),  $1228$  (s),  $1096$  (m),  $1068$  (m),  $1028$  (w),  $948$  (s),  $898$  (w),  $853$  (w),  $765$  (w),  $722$  (m),  $691$  (s),  $627$  (w),  $610$  (w),  $512$  (w),  $489$  (m),  $418$  (w),  $404$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 115 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.44 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

## (S)-5-Benzyl-3-methyl-2-thioxothiazolidin-4-on (Schl-38-018)



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
L-Phenylalanin	165.19	-	1.0	5.00	0.826	-
Bromwasserstoff-Lsg. in H <sub>2</sub> O (48 %)	80.91	3.65	17.3	86.6	14.6	4.0
NaBr	102.89	-	4.2	21.0	2.160	-
NaNO <sub>2</sub>	69.00	-	2.0	10.0	0.690	-
mono-Methylamin (40 %)	31.06	0.897	1.0	5.20	0.404	0.45
Kohlenstoffdisulfid	76.14	1.26	1.5	7.50	0.571	0.45

**Versuchsdurchführung**

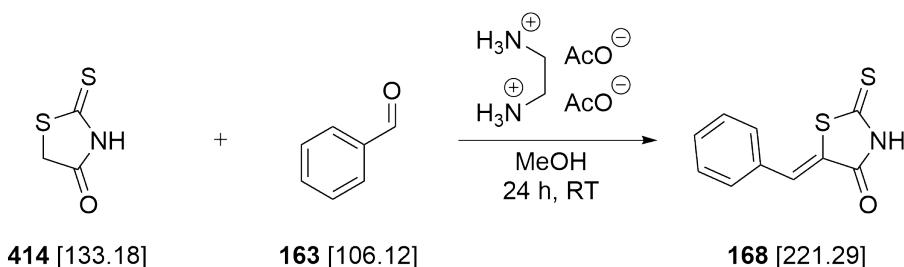
2.160 g (21.0 mmol, 4.2 eq) NaBr wurden in 10.0 mL demin Wasser gelöst und mit 4.0 mL (86.6 mmol, 17.3 eq) Bromwasserstoff-Lsg. versetzt. Das Reaktionsgemisch wurde 10 min bei 0 °C gerührt. Anschließend wurde 0.826 g (5.00 mmol, 1.0 eq) L-Phenylalanin hinzugefügt. 0.690 g (10.0 mmol, 2.0 eq) NaNO<sub>2</sub> wurde in 2 mL demin. Wasser gelöst und langsam zur Reaktionslösung getropft. Die Lösung wurde 2 d bei RT gerührt. Die wässrige Phase wurde dreimal mit Diethylether extrahiert. Die organische Phase wurde über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach Filtration wurde das Lösungsmittel unter vermindertem Druck entfernt. Das erhaltene gelb-orange Öl wurde als Zwischenstufe XX erhalten und ohne weitere Analytik direkt weiter umgesetzt. 0.45 mL (7.50 mmol, 1.5 eq) Kohlenstoffdisulfid und 0.45 mL (5.20 mmol, 1.0 eq) mono-Methylamin (40 %) wurden in 1.5 mL Isopropanol gelöst und 6 h bei RT gerührt. Die Zwischenstufe XX wurde in 2 mL Isopropanol gelöst und langsam zur Reaktionslösung getropft. Die Lösung wurde 24 h bei RT gerührt und anschließend mit 3 mL einer NH<sub>4</sub>Cl-Lösung versetzt. Die wässrige Phase wurde dreimal mit Diethylether extrahiert. Die organische Phase wurde über MgSO<sub>4</sub> getrocknet. Nach Filtration wurde das Lösungsmittel unter vermindertem Druck entfernt. Der erhaltene Rückstand wurde säulenchromatographisch

(Cyclohexan/Ethylacetat 10:1) gereinigt. Es konnten 0.256 g (1.08 mmol, 22 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

### Analytik

- MS:** ESI(-) für C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>NOS<sub>2</sub> ber.: 237.03, gef.: 236.16 [M-H]<sup>-</sup> (100).
- HRMS:** ESI(+) für C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>NOS<sub>2</sub> ber.: 260.0198, 276.0123, gef.: 260.0167 [M+H]<sup>+</sup>, 276.0116 [M+K]<sup>+</sup>.
- <sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.34-7.23 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 4.98 (dd, J = 9.2, 4.7 Hz, 1H, CH), 3.45 (dd, J = 14.0, 4.7 Hz, 1H, CH<sub>2</sub>), 3.21 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.17 (dd, J = 14.0, 9.2 Hz, 1H, CH<sub>2</sub>) ppm.
- <sup>13</sup>C-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 201.5 (C=S), 175.7 (C=O), 136.5 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.1 (C<sub>arom</sub>), 52.3 (CH), 36.7 (CH<sub>3</sub>), 31.0 (CH<sub>2</sub>) ppm.
- IR:** ν = 1718 (s), 1454 (w), 1416 (w), 1349 (w), 1313 (w), 1280 (s), 1207 (w), 1117 (s), 1073 (m), 1017 (m), 977 (w), 888 (w), 759 (m), 730 (m), 694 (m), 607 (w), 537 (w), 485 (m), 473 (m) cm<sup>-1</sup>.
- Smp.:** 53 °C.
- R<sub>f</sub>:** 0.40 (Cyclohexan/EtOAc 10:1).

## (Z)-5-Benzyliden-2-thioxothiazolidin-4-on (Schl-38-025)



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
2-Thioxothiazolidin-4-on	133.18	-	1.0	1.35	0.180	-
Benzaldehyd	106.12	1.04	1.2	1.62	0.172	0.17
EDA	62.11	-	0.6	0.81	0.050	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.13 aus 0.180 g (1.35 mmol, 1.0 eq) 2-Thioxothiazolidin-4-on und 0.17 mL (1.62 mmol, 1.2 eq) Benzaldehyd. Es konnten 0.200 g (0.90 mmol, 67 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>NOS<sub>2</sub> ber.: 221.00, gef.: 221.97 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>NOS<sub>2</sub> ber.: 222.0042, gef.: 222.0034 [M+H]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 13.83 (bs, 1H, NH), 7.64 (s, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.61-7.48 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>) ppm.

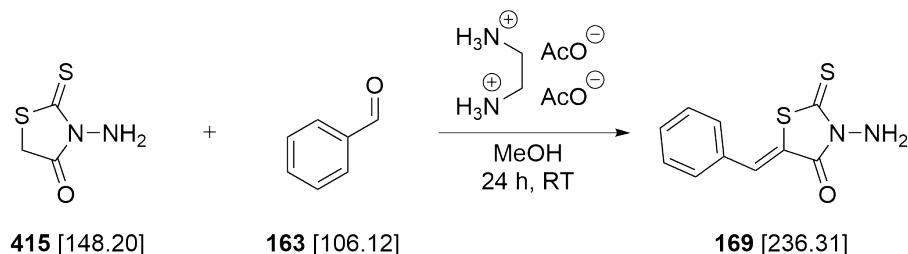
**<sup>13</sup>C-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 195.8 (C=S), 169.4 (C=O), 133.0 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 131.7 (C<sub>arom</sub>), 130.8 (C<sub>arom</sub>), 130.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.5 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>) ppm.

**IR:** ν = 3136 (w), 3034 (w), 2841 (w), 1697 (m), 1670 (m), 1599 (w), 1586 (m), 1567 (w), 1490 (w), 1433 (m), 1340 (w), 1311 (w), 1287 (w), 1232 (m), 1191 (m), 1057 (w), 1007 (w), 994 (w), 973 (w), 920 (w), 896 (w), 849 (w), 808 (m), 760 (m), 709 (w), 672 (s), 635 (m), 550 (w), 526 (s), 517 (s), 426 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 206 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.59 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(Z)-3-Amino-5-benzyliden-2-thioxothiazolidin-4-on (Schl-38-024)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
3-Amino-2-thioxothiazolidin-4-on	148.20	-	1.0	1.35	0.200	-
Benzaldehyd	106.12	1.04	1.2	1.62	0.172	0.17
EDA	62.11	-	0.6	0.81	0.050	-

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.13 aus 0.200 g (1.35 mmol, 1.0 eq) 3-Amino-2-thioxothiazolidin-4-on und 0.17 mL (1.62 mmol, 1.2 eq) Benzaldehyd. Das erhaltene Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/Ethylacetat von 4:1 auf 2:1) gereinigt. Es konnten 0.268 g (1.13 mmol, 84 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>OS<sub>2</sub> ber.: 236.01, gef.: 237.01 [M+H]<sup>+</sup> (100), 258.98 [M+Na]<sup>+</sup> (20).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>10</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>OS<sub>2</sub> ber.: 258.9970, gef.: 258.9973 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 7.86 (s, 1H, C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.66-7.64 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.52 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 5.94 (s, 2H, NH<sub>2</sub>) ppm.

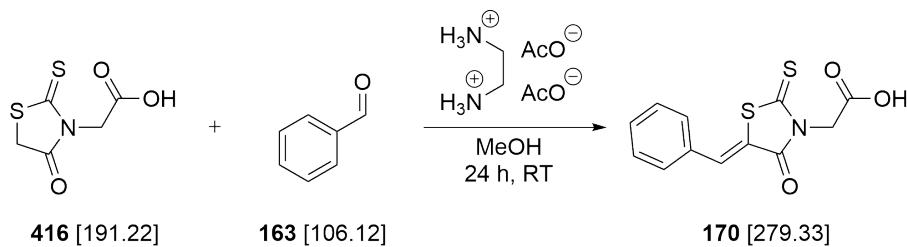
**<sup>13</sup>C-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 187.8 (C=S), 163.8 (C=O), 133.4 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 133.0 (C<sub>arom</sub>), 131.1 (C<sub>arom</sub>) 130.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.3 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3295$  (w), 3213 (w), 3159 (w), 1719 (m), 1703 (m), 1581 (m), 1570 (m), 1487 (w), 1446 (w), 1377 (w), 1355 (w), 1338 (w), 1243 (m), 1120 (m), 1060 (w), 1025 (w), 999 (w), 984 (w), 913 (s), 750 (s), 719 (w), 673 (s), 612 (w), 580 (w), 548 (w), 515 (m), 495 (s), 430 (w), 421 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 192 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.54 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

## (Z)-2-(5-Benzyliden-4-oxo-2-thioxothiazolidin-3-yl)essigsäure (Schl-38-026)



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
2-(4-Oxo-2-thioxothiazolidin-3-yl)essigsäure	191.23	-	1.0	1.35	0.258	-
Benzaldehyd	106.12	1.04	1.2	1.62	0.172	0.17
EDA	62.11	-	0.6	0.81	0.050	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.13 aus 0.258 g (1.35 mmol, 1.0 eq) 2-(4-Oxo-2-thioxothiazolidin-3-yl)essigsäure und 0.17 mL (1.62 mmol, 1.2 eq) Benzaldehyd. Es konnten 0.238 g (0.85 mmol, 63 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>S<sub>2</sub> ber.: 279.00, gef.: 280.02 [M+H]<sup>+</sup> (100), 302.01 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>NO<sub>3</sub>S<sub>2</sub> ber.: 301.9916, gef.: 301.9924 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 13.44 (bs, 1H, OH), 7.90 (s, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.69-7.66 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.60-7.52 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 4.75 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 193.3 (C=S), 167.3 (C=O), 166.39 (C=O), 134.0 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 132.8 (C<sub>arom</sub>), 131.3 (C<sub>arom</sub>), 130.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.60 (2C, C<sub>arom</sub>), 121.9 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 45.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3142$  (w),  $3015$  (w),  $2993$  (w),  $2954$  (w),  $1731$  (m),  $1682$  (s),  $1587$  (s),  $1569$  (m),  $1489$  (w),  $1446$  (w),  $1409$  (m),  $1394$  (m),  $1369$  (w),  $1340$  (s),  $1311$  (m),  $1289$  (w),  $1229$  (w),  $1189$  (s),  $1179$  (s),  $1120$  (m),  $1076$  (w),  $1060$  (m),  $1028$  (w),  $997$  (w),  $982$  (w),  $955$  (m),  $932$  (m),  $887$  (w),  $835$  (w),  $801$  (m),  $759$  (s),  $734$  (m),  $696$  (m),  $682$  (s),  $662$  (m),  $611$  (w),  $603$  (m),  $558$  (m),  $543$  (m),  $528$  (m),  $514$  (m),  $430$  (w),  $419$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

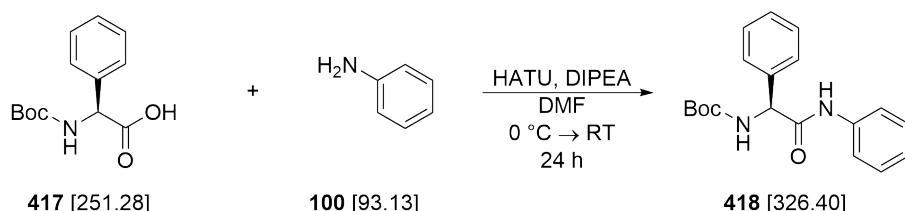
**Smp.:**  $244$  °C.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

## 1.9 Darstellung der N-Acylaminosäureamide

### 1.9.1 Synthese der Zwischenstufen mit verschiedenen Strukturelementen in den Subtaschen B und C

#### *tert*-Butyl (S)-(2-oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)carbamat



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Phg-OH	251.28	-	1.0	0.99	0.250	-
Anilin	93.13	1.02	1.0	0.99	0.092	0.09
HATU	380.23	-	1.2	1.19	0.452	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	1.98	0.256	0.34

#### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.250 g (0.99 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-OH und 0.09 mL (0.99 mmol, 1.0 eq) Anilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1) gereinigt. Es konnten 0.312 g (0.96 mmol, 97 %) des Produkts als farbloser Schaum erhalten werden.

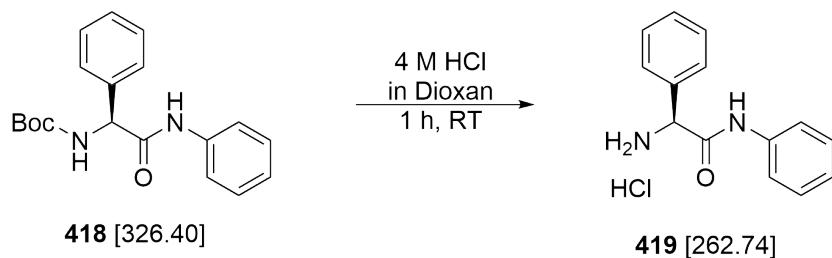
#### Analytik

**MS:** ESI(+) für  $C_{19}H_{22}N_2O_3$  ber.: 326.16, gef.: 327.20  $[M+H]^+$  (40), 349.18  $[M+Na]^+$  (50).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 10.20$  (bs, 1H, NH), 7.58-7.56 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 7.51-7.49 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 7.46-7.44 (m, 1H, Phg-NH), 7.37-7.33 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 7.31-7.27 (m, 3H,  $CH_{arom}$ ), 7.06-7.02 (m, 1H,  $CH_{arom}$ ), 5.37-5.35 (m, 1H,  $\alpha$ -Phg), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 169.0 ( $C=O$ ), 155.1 ( $C=O$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 138.1 ( $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 ( $C_{arom}$ ), 127.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 119.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 78.4 ( $C_q$ ), 58.4 ( $\alpha\text{-Phg}$ ), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.27 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**(S)-2-Amino-N,2-diphenylacetamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 4.691 g (14.4 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-A. Es konnten 3.282 g (12.5 mmol, 87 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

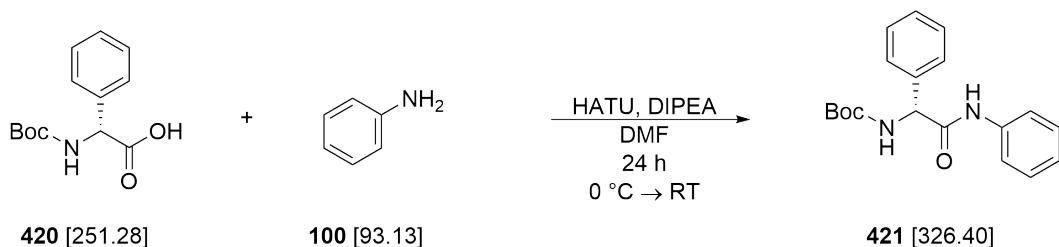
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $C_{14}H_{14}N_2O$  ber.: 226.11, gef.: 227.06  $[M+H]^+$  (100), 249.12  $[M+Na]^+$  (20).

**$^1H$ -NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 11.09 (s, 1H, NH), 8.88 (bs, 3H,  $NH_3^+$ ), 7.69-7.61 (m, 4H,  $CH_{arom}$ ), 7.48-7.42 (m, 3H,  $CH_{arom}$ ), 7.34-7.30 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 7.11-7.07 (m, 1H,  $CH_{arom}$ ), 5.27 (s, 1H,  $\alpha$ -Phg) ppm.

**$^{13}C$ -NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 165.9 ( $C=O$ ), 138.2 ( $C_{arom}$ ), 133.8 ( $C_{arom}$ ), 129.3 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 124.1 ( $C_{arom}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 55.9 ( $\alpha$ -Phg) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

***tert*-Butyl (R)-(2-oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-D-Phg-OH	251.28	-	1.0	3.98	1.000	-
Anilin	93.13	1.02	1.0	3.98	0.371	0.36
HATU	380.23	-	1.2	4.78	1.817	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	7.96	1.029	1.39

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 1.000 g (3.98 mmol, 1.0 eq) Boc-D-Phg-OH und 0.36 mL (3.98 mmol, 1.0 eq) Anilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1) gereinigt. Es konnten 1.247 g (3.82 mmol, 96 %) des Produkts als farbloser Schaum erhalten werden.

**Analytik**

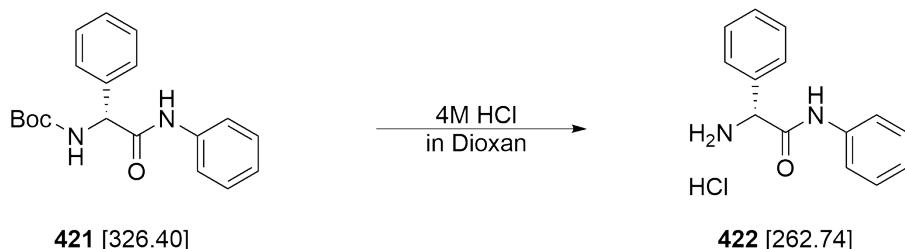
**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 326.16, gef.: 327.23 [M+H]<sup>+</sup> (100), 349.22 [M+Na]<sup>+</sup> (70).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.20 (bs, 1H, NH), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.51-7.49 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.44 (m, 1H, NH), 7.37-7.34 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.27 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.02 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.36 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 1.40-1.39 (m, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 169.0 (C=O), 155.0 (C=O), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.1 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (C<sub>arom</sub>), 127.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.4 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 78.4 (C<sub>q</sub>), 58.4 ( $\alpha$ -Phg), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.26 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**(R)-2-Amino-N,2-diphenylacetamid Hydrochlorid**



**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 1.247 g (3.82 mmol, 1.0 eq) Boc-D-Phg-A. Es konnten 0.916 g (3.49 mmol, 91 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

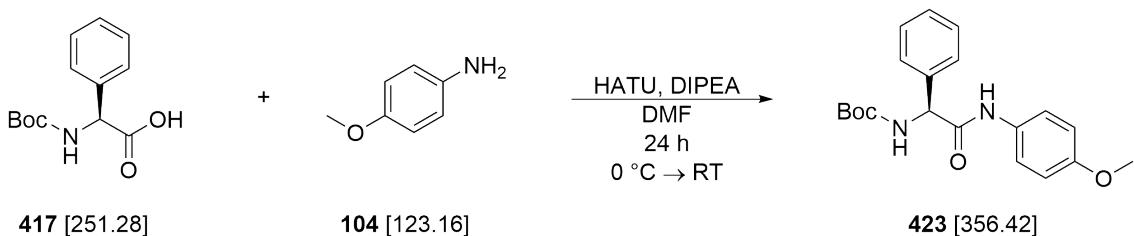
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>O ber.: 226.11, gef.: 227.09 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 11.09 (s, 1H, NH), 8.88 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.69-7.61 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.48-7.42 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.30 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.07 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.27 (s, 1H, α-Phg) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 165.9 (C=O), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 133.8 (C<sub>arom</sub>), 129.3 (C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.1 (C<sub>arom</sub>), 119.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.9 (α-Phg) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

***tert*-Butyl (S)-(2-((4-methoxyphenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Phg- <i>OH</i>	251.28	-	1.0	8.12	2.040	-
<i>p</i> -Anisidin	123.16	-	1.0	8.12	1.000	-
HATU	380.23	-	1.2	9.74	3.703	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	16.2	2.099	2.83

**Versuchsdurchführung**

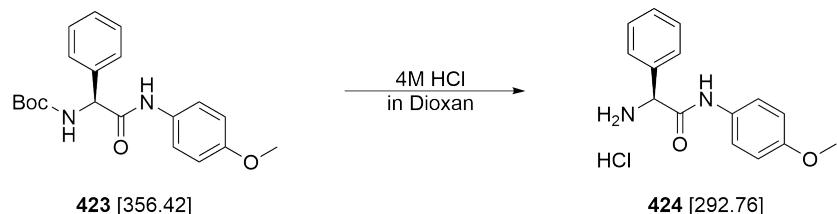
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 2.040 g (8.12 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-*OH* und 1.000 g (8.12 mmol, 1.0 eq) *p*-Anisidin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1) gereinigt. Es konnten 1.489 g (4.18 mmol, 51 %) des Produkts als oranger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 356.17, gef.: 357.24 [M+H]<sup>+</sup> (30), 379.16 [M+Na]<sup>+</sup> (70).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.08 (bs, 1H, NH), 7.49-7.46 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.41-7.39 (m, 1H, Phg-NH), 7.37-7.33 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.27 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.88-6.85 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.32 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.70 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.57 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**(S)-2-Amino-N-(4-methoxyphenyl)-2-phenylacetamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 1.489 g (4.18 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-(4-OMe)A. Es konnten 0.989 g (3.38 mmol, 81 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

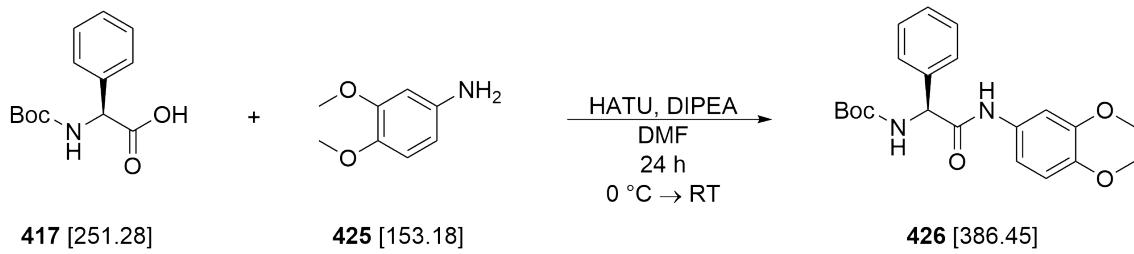
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 256.12, gef.: 257.13  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (100), 279.10  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (15).

**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 10.98$  (s, 1H, NH), 8.86 (bs, 3H,  $\text{NH}_3^+$ ), 7.68-7.66 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.55-7.52 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.46-7.42 (m, 3H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 6.90-6.87 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 5.23 (m, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.71 (m, 3H,  $\text{CH}_3$ ) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 165.5$  ( $\text{C=O}$ ), 155.8 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 134.0 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 131.3 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 129.3 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.9 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.8 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 120.8 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 114.0 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 55.8 ( $\alpha$ -Phg), 55.2 ( $\text{CH}_3$ ) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**tert-Butyl (S)-(2-((3,4-dimethoxyphenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Phg-OH	251.28	-	1.0	9.95	2.500	-
3,4-Dimethoxyanilin	153.18	-	1.0	9.95	1.524	-
HATU	380.23	-	1.2	11.9	4.540	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	19.9	2.572	3.47

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 2.500 g (9.95 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-OH und 1.524 g (9.95 mmol, 1.0 eq) 3,4-Dimethoxyanilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → 2:1) gereinigt. Es konnten 2.750 g (7.12 mmol, 72 %) des Produkts als rotbrauner Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

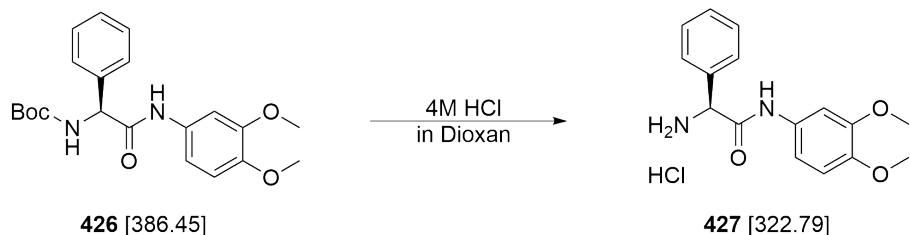
**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ber.: 386.18, gef.: 387.18 [M+H]<sup>+</sup> (20), 409.17 [M+Na]<sup>+</sup> (15).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.07 (bs, 1H, NH), 7.49-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.33 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, Phg-NH), 7.30-7.26 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.10 (dd, J = 8.7, 2.4 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.87 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.32-5.31 (m, 1H, α-Phg), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.70 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.5 (C=O), 155.0 (C=O), 148.6 (C<sub>arom</sub>), 145.0 (C<sub>arom</sub>), 138.5 (C<sub>arom</sub>), 132.4 (C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.1 (C<sub>arom</sub>), 111.0 (C<sub>arom</sub>), 104.3 (C<sub>arom</sub>), 78.4 (C<sub>q</sub>), 58.4 (α-Phg), 55.7 (CH<sub>3</sub>), 55.3 (CH<sub>3</sub>), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.17 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-2-Amino-N-(3,4-dimethoxyphenyl)-2-phenylacetamid Hydrochlorid**



### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 2.750 g (7.12 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-(3,4-OMe)A. Es konnten 2.106 g (6.52 mmol, 92 %) des Produkts als dunkelblau, grauer Feststoff erhalten werden.

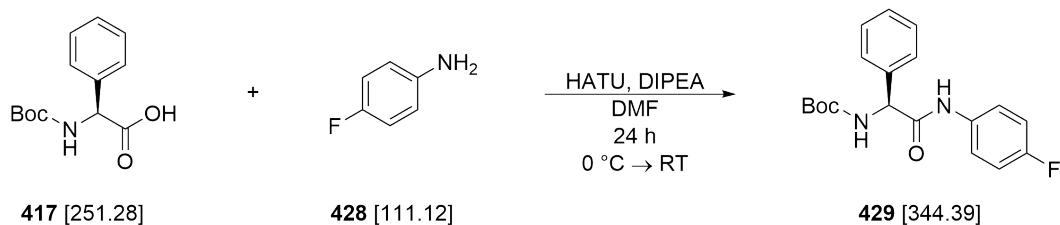
### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 286.13, gef.: 287.08 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 11.07 (s, 1H, NH), 8.91 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.70-7.68 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.48-7.42 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.32 (d, <sup>3</sup>J = 2.4 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.19 (dd, J = 8.7, 2.4 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.89 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.25 (s, 1H, α-Phg), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.70 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 165.3 (C=O), 148.5 (C<sub>arom</sub>), 145.3 (C<sub>arom</sub>), 133.8 (C<sub>arom</sub>), 131.7 (C<sub>arom</sub>), 129.0 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.0 (C<sub>arom</sub>), 111.2 (C<sub>arom</sub>), 104.2 (C<sub>arom</sub>), 55.7 (α-Phg), 55.6 (CH<sub>3</sub>), 55.3 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

***tert*-Butyl (S)-(2-((4-fluorophenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Phg-OH	251.28	-	1.0	5.97	1.500	-
4-Fluoranilin	111.12	1.173	1.0	5.97	0.663	0.57
HATU	380.23	-	1.2	7.16	2.722	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	11.9	1.538	2.07

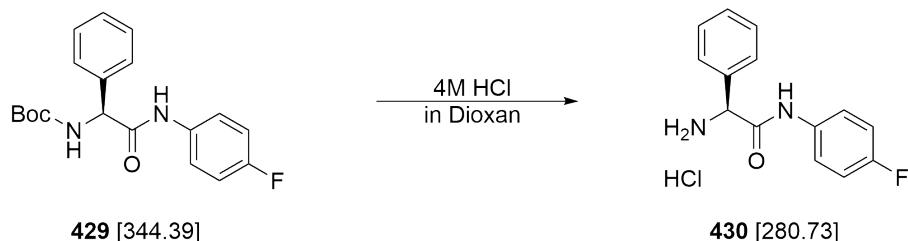
**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 1.500 g (5.97 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-OH und 0.57 mL (5.97 mmol, 1.0 eq) 4-Fluoranilin. Der erhaltene Feststoff wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 2.405 g (6.98 mmol) des Rohprodukts als brauner, viskoser Feststoff erhalten werden, der direkt weiter umgesetzt wurde.

**Analytik**

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.27 (bs, 1H, NH), 7.60-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.47 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.33 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.27 (m, 1H, NH), 7.15-7.11 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.34-5.32 (m, 1H,  $\alpha$ -Phg), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.41 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-2-Amino-N-(4-fluorophenyl)-2-phenylacetamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 2.405 g (6.98 mmol) des Rohprodukts Boc-L-Phg-(4-F)A. Es konnten 1.639 g (5.57 mmol, 93 % über zwei Stufen) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

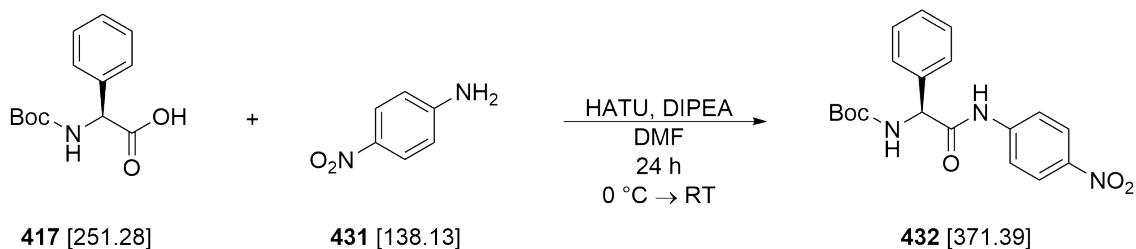
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $C_{14}H_{13}FN_2O$  ber.: 244.10, gef.: 245.01  $[M+H]^+$  (100), 267.07  $[M+Na]^+$  (10).

**$^1H$ -NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 11.21 (s, 1H, NH), 8.87 (bs, 3H,  $NH_3^+$ ), 7.68-7.64 (m, 4H,  $CH_{arom}$ ), 7.49-7.43 (m, 3H,  $CH_{arom}$ ), 7.19-7.15 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 5.26 (m, 1H,  $\alpha$ -Phg) ppm.

**$^{13}C$ -NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 166.0 ( $C=O$ ), 158.1 (d,  $^1J = 176.5$  Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 134.6 (d,  $^4J = 2.6$  Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 133.8 ( $C_{arom}$ ), 129.4 ( $C_{arom}$ ), 129.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 121.2 (d,  $^3J = 8.0$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 115.6 (d,  $^2J = 22.3$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 55.9 ( $\alpha$ -Phg) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

***tert*-Butyl (S)-(2-((4-nitrophenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Phg- <i>OH</i>	251.28	-	1.0	9.95	2.500	-
4-Nitroanilin	138.13	-	1.0	9.95	1.374	-
HATU	380.23	-	1.2	11.9	4.540	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	19.9	2.572	3.47

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 2.500 g (9.95 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-*OH* und 1.374 g (9.95 mmol, 1.0 eq) 4-Nitroanilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.788 g (2.12 mmol, 21 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

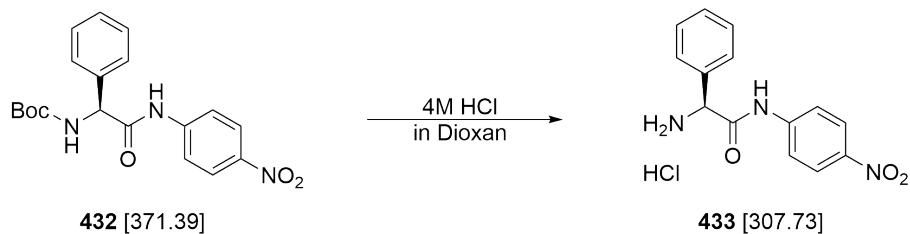
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{19}\text{H}_{21}\text{N}_3\text{O}_5$  ber.: 371.15, gef.: 372.12  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (20), 394.15  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (70).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.81 (s, 1H, NH), 8.22-8.20 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.84-7.82 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.62 (d, <sup>3</sup>J = 7.2 Hz, 1H, Phg-NH), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.38-7.31 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 5.38-5.37 (m, 1H,  $\alpha$ -Phg), 1.40 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.3 (C=O), 155.2 (C=O), 144.9 (C<sub>arom</sub>), 142.4 (C<sub>arom</sub>), 128.5 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 125.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 118.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 78.5 (C<sub>q</sub>), 58.8 ( $\alpha$ -Phg), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.44 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-2-Amino-N-(4-nitrophenyl)-2-phenylacetamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 0.788 g (2.12 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-(4-NO<sub>2</sub>)A. Es konnten 0.513 g (1.89 mmol, 89 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

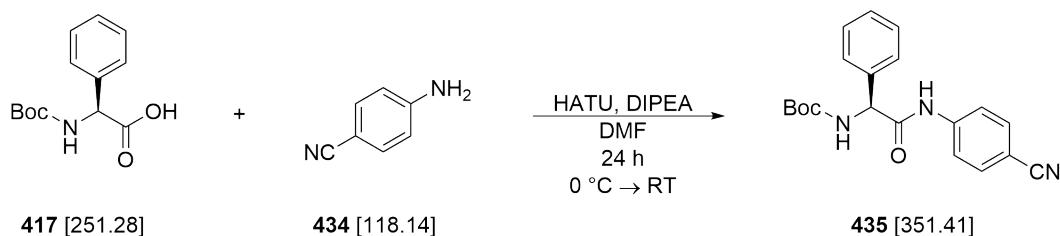
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 271.10, gef.: 272.07 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 12.01 (s, 1H, NH), 8.97 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 8.24-8.22 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.94-7.92 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.73-7.71 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.47-7.43 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 5.43 (bs, 1H, α-Phg) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.9 (C=O), 144.2 (C<sub>arom</sub>), 142.8 (C<sub>arom</sub>), 133.1 (C<sub>arom</sub>), 129.3 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.9 (α-Phg) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

***tert*-Butyl (S)-(2-((4-cyanophenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Phg-OH	251.28	-	1.0	9.95	2.500	-
4-Aminobenzonitril	118.14	-	1.0	9.95	1.175	-
HATU	380.23	-	1.2	11.9	4.540	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	19.9	2.572	3.47

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 2.500 g (9.95 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-OH und 1.175 g (9.95 mmol, 1.0 eq) 4-Aminobenzonitril. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 1.741 g (4.95 mmol, 50 %) des Produkts als leicht gelblicher Feststoff erhalten werden.

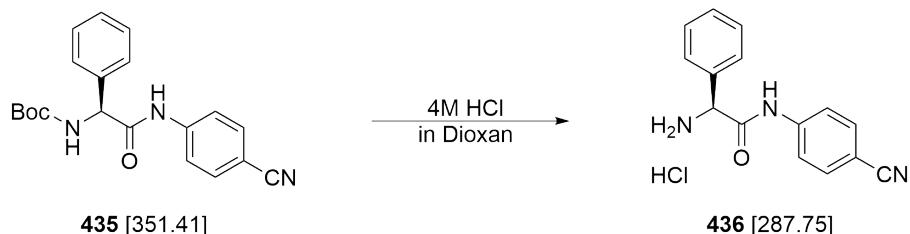
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 351.16, gef.: 352.19 [M+H]<sup>+</sup> (30), 374.08 [M+Na]<sup>+</sup> (40).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.64 (bs, 1H, NH), 7.76 (s, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.59 (d, <sup>3</sup>J = 7.7 Hz, 1H, Phg-NH), 7.49-7.47 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.30 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 5.35 (d, <sup>3</sup>J = 7.7 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.0 (C=O), 155.17 (C=O), 142.9 (C<sub>arom</sub>), 133.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.93 (C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.15 (C<sub>arom</sub>), 118.9 (C<sub>arom</sub>), 105.2 (CN), 78.5 (C<sub>q</sub>), 58.7 ( $\alpha$ -Phg), 28.1 (Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.24 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-2-Amino-N-(4-cyanophenyl)-2-phenylacetamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 1.741 g (4.95 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-(4-CN)A. Es konnten 1.178 g (4.69 mmol, 95 %) des Produkts als hellblauer Feststoff erhalten werden.

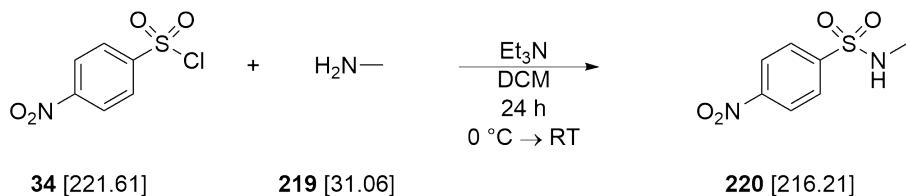
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>15</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O ber.: 251.11, gef.: 252.02 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 11.77 (s, 1H, NH), 8.93 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.86-7.84 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.81-7.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.71-7.68 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.47-7.43 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 5.37 (s, 1H, α-Phg) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.8 (C=O), 142.3 (C<sub>arom</sub>), 133.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 133.2 (C<sub>arom</sub>), 129.4 (C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 118.8 (C<sub>arom</sub>), 105.9 (CN), 56.0 (α-Phg) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**N-Methyl-4-nitrobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	9.03	2.000	-
Methylamin in EtOH (33 wt%)	31.06	0.756	1.0	9.03	0.280	1.11
Triethylamin	216.21	0.726	2.0	18.1	1.826	2.52

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.8 aus 2.000 g (9.03 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 1.11 mL (9.03 mmol, 1.0 eq) Methylamin-Lösung. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → 1:1) gereinigt. Es konnten 1.378 g (6.37 mmol, 71 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

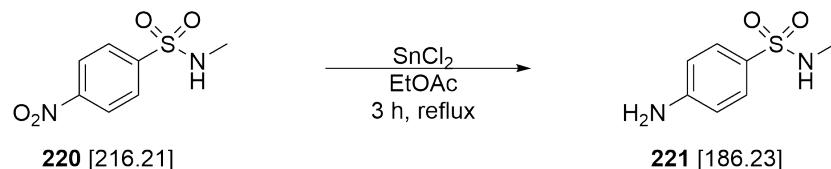
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 216.02, gef.: 217.05 [M+H]<sup>+</sup> (50), 239.04 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.44-8.42 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.04-8.02 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.83-7.80 (q, <sup>3</sup>J = 4.8 Hz, 1H, NH), 2.48 (d, <sup>3</sup>J = 4.9 Hz, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 150.0 (C<sub>arom</sub>), 145.3 (C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 28.9 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.50 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**4-Amino-N-methylbenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
<i>N</i> -Methyl-4-nitrobenzenesulfonamid	216.21	1.0	6.37	1.378
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.63	1.0	31.9	7.186

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 1.378 g (6.37 mmol, 1.0 eq) *N*-Methyl-4-nitrobenzenesulfonamid. Es konnten 1.208 g (5.67 mmol, 65 %) des Produkts als brauner Feststoff erhalten werden.

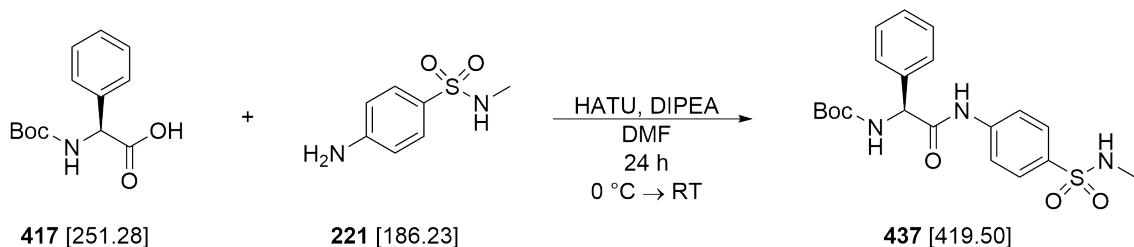
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$  ber.: 186.05 gef.: 187.03  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (20), 208.99  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**$^1\text{H-NMR}$ :** 500 MHz, 303 K,  $\text{DMSO-d}_6$ ;  $\delta = 7.40\text{-}7.38$  (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 6.91 (bs, 1H, NH), 6.62-6.61 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 5.90 (s, 2H,  $\text{NH}_2$ ), 2.32 (s, 3H,  $\text{CH}_3$ ) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K,  $\text{DMSO-d}_6$ ;  $\delta = 152.8$  ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.9 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 124.6 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 113.0 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 29.0 ( $\text{CH}_3$ ) ppm.

**$R_f$ :** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

***tert*-Butyl (S)-(2-((4-(*N*-methylsulfamoyl)phenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Phg-OH	251.28	-	1.0	5.67	1.425	-
4-Amino-N-methylbenzenesulfonamid	222.69	-	1.0	5.67	1.208	-
HATU	380.23	-	1.2	6.80	2.597	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	11.3	1.466	1.98

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 1.425 g (5.67 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-OH und 1.208 g (5.67 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-methylbenzenesulfonamid. Das Rohprodukt wurde zweimal säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → 1:1) gereinigt. Es konnten 1.044 g (2.49 mmol, 44 %) des Produkts als leicht gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

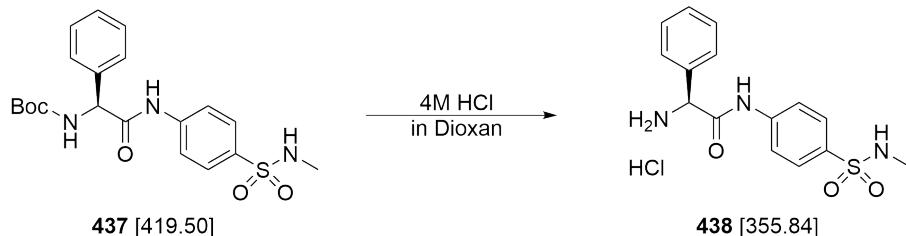
**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 419.15, gef.: 420.15 [M+H]<sup>+</sup> (40).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.58 (s, 1H, NH), 7.81-7.66 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.56-7.49 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, NH), 7.37-7.28 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, NH), 5.36 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 1H, α-Phg), 2.37 (d, <sup>3</sup>J = 5.1 Hz, 3H, CH<sub>3</sub>), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.2 (C=O), 155.6 (C=O), 142.6 (C<sub>arom</sub>), 133.9 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (C<sub>arom</sub>), 127.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 78.9 (C<sub>q</sub>), 59.1 (α-Phg), 28.9 (CH<sub>3</sub>), 28.5 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.29 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-2-Amino-N-(4-(N-methylsulfamoyl)phenyl)-2-phenylacetamid Hydrochlorid**



### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 0.878 g (2.09 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-(4-SO<sub>2</sub>NHCH<sub>3</sub>)A. Es konnten 0.485 g (1.36 mmol, 65 %) des Produkts leicht verunreinigt als rosa Feststoff erhalten werden.

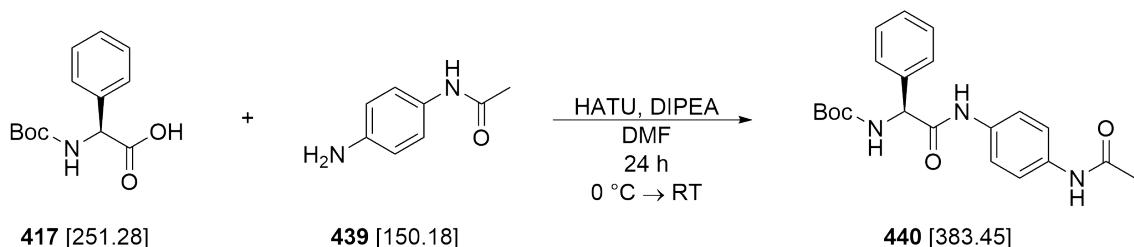
### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 319.10, gef.: 320.15 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 11.43 (s, 1H, NH), 8.87 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.83-7.81 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.75-7.73 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.67-7.66 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.43 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.35 (q, <sup>3</sup>J = 5.0 Hz, 1H, NH), 5.30-5.29 (m, 1H, α-Phg), 2.37 (d, <sup>3</sup>J = 5.0 Hz, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 167.0 (C=O), 141.9 (C<sub>arom</sub>), 134.6 (C<sub>arom</sub>), 133.7 (C<sub>arom</sub>), 129.8 (C<sub>arom</sub>), 129.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 56.5 (α-Phg), 28.9 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

***tert*-Butyl (S)-(2-((4-acetamidophenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Phg-OH	251.28	-	1.0	5.97	1.500	-
4'-Aminoacetanilid	150.18	-	1.0	5.97	0.897	-
HATU	380.23	-	1.2	7.16	2.723	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	11.9	1.543	2.08

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 1.500 g (5.97 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-OH und 0.897 g (5.97 mmol, 1.0 eq) 4'-Aminoacetanilid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → DCM/MeOH 10:1) gereinigt. Es konnten 2.141 g (5.58 mmol, 93 %) des Produkts leicht verunreinigt als gelber Feststoff erhalten werden.

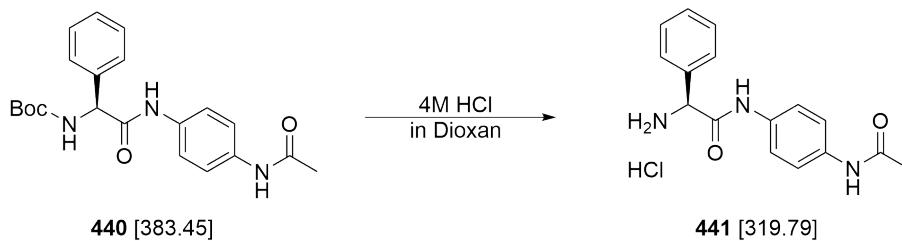
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 383.18, gef.: 384.23 [M+H]<sup>+</sup> (5), 406.21 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.13 (s, 1H, NH), 9.83 (s, 1H, NH), 7.51-7.44 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.41-7.40 (m, 1H, NH), 7.36-7.33 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.27 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.33 (d, <sup>3</sup>J = 8.3 Hz, 1H, α-Phg), 2.00 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.6 (C=O), 167.9 (C=O), 155.0 (C=O), 138.2 (*C<sub>arom</sub>*), 135.1 (*C<sub>arom</sub>*), 133.9 (*C<sub>arom</sub>*), 128.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.7 (*C<sub>arom</sub>*), 127.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 119.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 119.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 78.4 (*C<sub>q</sub>*), 58.3 (α-Phg), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>), 23.8 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.56 (EtOAc).

**(S)-N-(4-Acetamidophenyl)-2-amino-2-phenylacetamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 2.141 g (5.58 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-(4-NHCOCH<sub>3</sub>)A. Es konnten 2.576 g (8 mmol, 65 %) des leicht verunreinigten Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

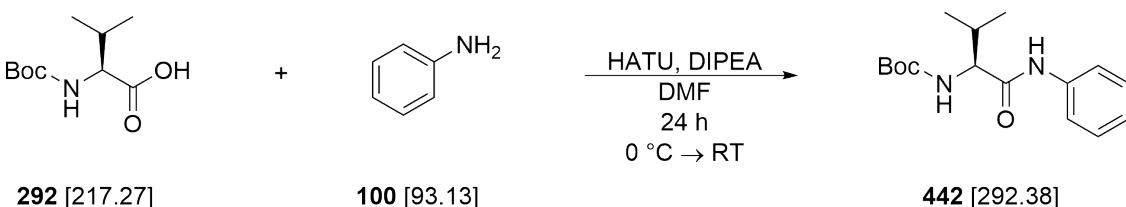
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>16</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 283.13, gef.: 284.13 [M+H]<sup>+</sup> (100), 306.19 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 11.06 (s, 1H, NH), 9.99 (s, 1H, NH), 8.88 (d, <sup>3</sup>J = 4.6 Hz, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.69-7.67 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.53 (s, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.47-7.42 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 5.27-5.24 (m, 1H, α-Phg), 2.01 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.0 (C=O), 165.5 (C=O), 135.6 (C<sub>arom</sub>), 133.9 (C<sub>arom</sub>), 133.3 (C<sub>arom</sub>), 129.2 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.8 (α-Phg), 23.8 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (EtOAc).

***tert*-Butyl (S)-(3-methyl-1-oxo-1-(phenylamino)butan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Val- <i>OH</i>	217.26	-	1.0	10.7	2.325	-
Anilin	93.13	1.02	1.0	10.7	1.000	0.98
HATU	380.23	-	1.2	12.8	4.867	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	21.4	2.766	3.73

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 2.325 g (10.2 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-*OH* und 0.98 mL (10.2 mmol, 1.0 eq) Anilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1) gereinigt. Es konnten 2.894 g (9.90 mmol, 93 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

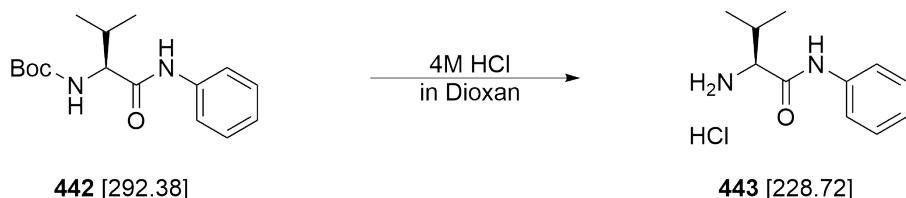
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 292.18, gef.: 293.17 [M+H]<sup>+</sup> (60), 315.20 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 9.93 (s, 1H, NH), 7.61-7.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.27 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.02 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.82 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 1H, Val-NH), 3.92 (t, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.01-1.96 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>), 0.89 (d, <sup>3</sup>J = 6.7 Hz, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.8 (C=O), 155.6 (C=O), 138.9 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.3 (C<sub>arom</sub>), 119.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 78.0 (Boc-C<sub>q</sub>), 60.6 ( $\alpha$ -Val), 42.9 ( $\beta$ -Val), 30.4 (2C,  $\gamma$ -Val), 28.2 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.36 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**(S)-2-Amino-3-methyl-N-phenylbutanamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 2.894 g (9.90 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-A. Es konnten 1.766 g (7.72 mmol, 78 %) des Produkts als hygroskopischer, gelblicher Schaum erhalten werden.

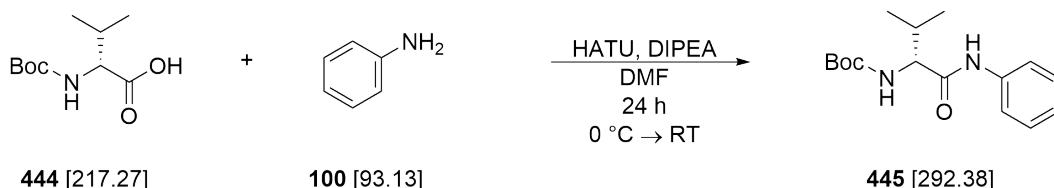
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>11</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O ber.: 192.13, gef.: 193.09 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.90 (s, 1H, NH), 8.40 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.68-7.65 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.36-7.32 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.12-7.10 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 3.91-3.90 (m, 1H, α-Val), 2.24-2.19 (m, 1H, β-Val), 1.00 (d, <sup>3</sup>J = 6.9 Hz, 6H, γ-Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.8 (C=O), 138.1 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.0 (C<sub>arom</sub>), 119.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 58.0 (α-Val), 29.9 (β-Val), 18.4 (γ-Val), 17.9 (γ-Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**tert-Butyl (R)-(3-methyl-1-oxo-1-(phenylamino)butan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Val-OH	217.26	-	1.0	0.92	0.200	-
Anilin	93.13	1.02	1.0	0.92	0.086	0.08
HATU	380.23	-	1.2	1.11	0.420	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	1.84	0.238	0.32

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.200 g (0.92 mmol, 1.0 eq) Boc-D-Val-OH und 0.08 mL (0.92 mmol, 1.0 eq) Anilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.262 g (0.90 mmol, 97 %) des Produkts als gelblicher Feststoff erhalten werden.

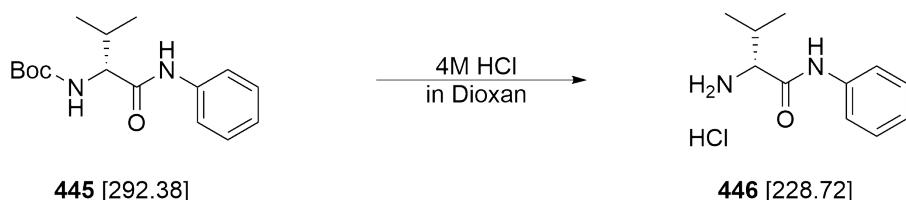
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>16</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 292.18, gef.: 293.14 [M+H]<sup>+</sup> (50), 315.14 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.93 (s, 1H, NH), 7.61-7.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.27 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.02 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.82 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 1H, Val-NH), 3.92 (t, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, α-Val), 2.01-1.96 (m, 1H, β-Val), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>), 0.89 (d, <sup>3</sup>J = 6.7 Hz, 6H, γ-Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.8 (C=O), 155.6 (C=O), 138.9 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.3 (C<sub>arom</sub>), 119.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 78.0 (Boc-C<sub>q</sub>), 60.6 (α-Val), 42.9 (β-Val), 30.4 (2C, γ-Val), 28.2 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.65 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-2-Amino-3-methyl-N-phenylbutanamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 0.262 g (0.90 mmol, 1.0 eq) Boc-D-Val-A. Es konnten 0.201 g (0.88 mmol, 98 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

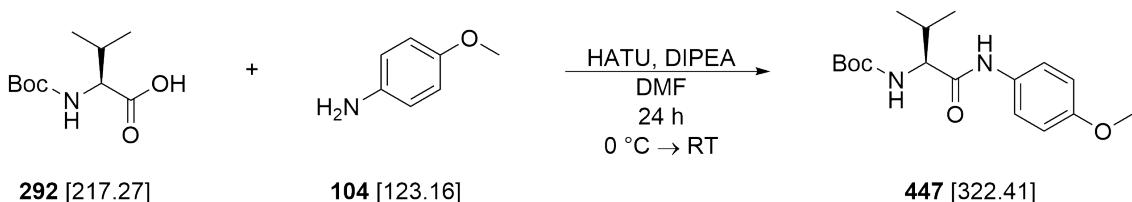
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>11</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O ber.: 192.13, gef.: 193.13 [M+H]<sup>+</sup> (80).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.90 (s, 1H, NH), 8.40 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.68-7.65 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.36-7.32 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.12-7.10 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 3.91-3.90 (m, 1H, α-Val), 2.24-2.19 (m, 1H, β-Val), 1.00 (d, <sup>3</sup>J = 6.9 Hz, 6H, γ-Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.8 (C=O), 138.1 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.0 (C<sub>arom</sub>), 119.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 58.0 (α-Val), 29.9 (β-Val), 18.4 (γ-Val), 17.9 (γ-Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

***tert*-Butyl (S)-(1-((4-methoxyphenyl)amino)-3-methyl-1-oxobutan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Val- <i>OH</i>	217.26	-	1.0	9.95	2.161	-
<i>p</i> -Anisidin	123.16	-	1.0	9.95	1.225	-
HATU	380.23	-	1.2	11.9	4.540	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	19.9	2.572	3.47

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 2.161 g (9.95 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-*OH* und 1.225 g (9.95 mmol, 1.0 eq) *p*-Anisidin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → 2:1) gereinigt. Es konnten 2.212 g (6.86 mmol, 69 %) des Produkts als gelblicher Feststoff erhalten werden.

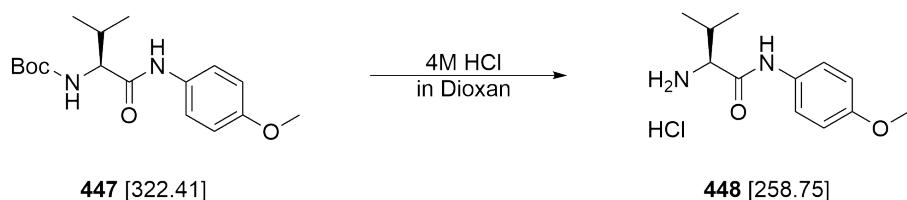
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>17</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 322.19, gef.: 323.23 [M+H]<sup>+</sup> (40), 345.20 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.78 (s, 1H, NH), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.89-6.86 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.76 (d, <sup>3</sup>J = 8.6 Hz, 1H, Val-NH), 3.91-3.87 (m, 1H, α-Val), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 1.99-1.93 (m, 1H, β-Val), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>), 0.89 (d, <sup>3</sup>J = 6.7 Hz, 6H, γ-Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.0 (C=O), 155.4 (C=O), 155.1 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 120.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 77.9 (C<sub>q</sub>), 60.3 (α-Val), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 30.3 (β-Val), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>), 19.0 (γ-Val), 18.3 (γ-Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.31 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-2-Amino-N-(4-methoxyphenyl)-3-methylbutanamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 2.212 g (6.86 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-(4-OMe)A. Es konnten 1.418 g (5.48 mmol, 80 %) des Produkts als beiger Schaum erhalten werden.

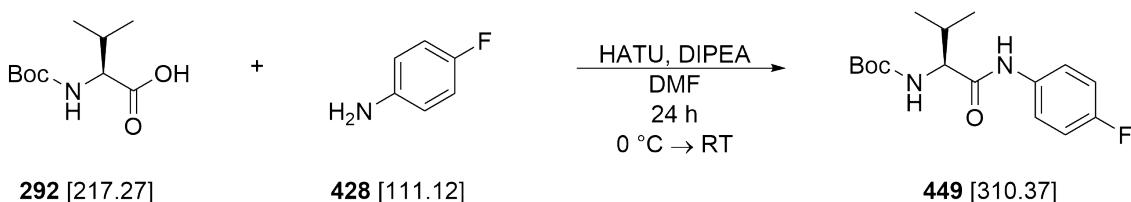
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 222.14, gef.: 223.09 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.74 (s, 1H, NH), 8.37 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.57-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.92-6.90 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 3.85-3.83 (m, 1H, α-Val), 3.73 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 2.23-2.14 (m, 1H, β-Val), 1.00 (d, J = 2.4 Hz, 3H, γ-Val), 0.99 (d, J = 2.4 Hz, 3H, γ-Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.2 (C=O), 155.7 (C<sub>arom</sub>), 131.3 (C<sub>arom</sub>), 121.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 114.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 57.9 (α-Val), 55.2 (CH<sub>3</sub>), 29.9 (β-Val), 18.4 (γ-Val), 18.0 (γ-Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

***tert*-Butyl (S)-(1-((4-fluorophenyl)amino)-3-methyl-1-oxobutan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Val- <i>OH</i>	217.26	-	1.0	11.5	2.500	-
4-Fluoranilin	93.13	1.173	1.0	11.5	1.278	1.09
HATU	380.23	-	1.2	13.9	5.247	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	23.0	2.973	4.00

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 2.500 g (11.5 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-*OH* und 1.09 mL (11.5 mmol, 1.0 eq) 4-Fluoranilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 3.323 g (10.7 mmol, 93 %) des Produkts als leicht oranger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

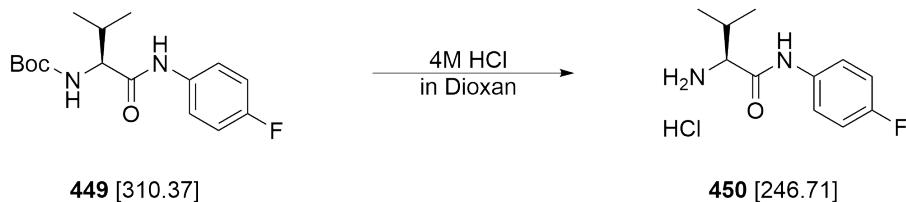
**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{16}\text{H}_{23}\text{FN}_2\text{O}_3$  ber.: 310.17, gef.: 311.20  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (65), 333.20  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (60).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.00 (s, 1H, NH), 7.65-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.18-7.09 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.83 (d,  $^3\text{J}$  = 8.5 Hz, 1H, Val-NH), 3.90 (t,  $^3\text{J}$  = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.00-1.96 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 1.38 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>), 0.89 (d,  $^3\text{J}$  = 6.7 Hz, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.5 (C=O), 158.0 (d,  $^1\text{J}$  = 239.6 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 155.5 (C=O), 135.2 (d,  $^4\text{J}$  = 2.6 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 120.9 (d, 2C,  $^3\text{J}$  = 7.8 Hz, C<sub>arom</sub>), 115.2 (d,  $^2\text{J}$  = 22.2 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 78.0 (C<sub>q</sub>), 60.5 ( $\alpha$ -Val), 30.3 ( $\beta$ -Val), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>), 19.1 ( $\gamma$ -Val), 18.4 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.56 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

### (S)-2-Amino-N-(4-fluorophenyl)-3-methylbutanamid Hydrochlorid



### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 3.323 g (10.7 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-(4-F)A. Es konnten 2.448 g (9.92 mmol, 93 %) des Produkts als beiger Schaum erhalten werden.

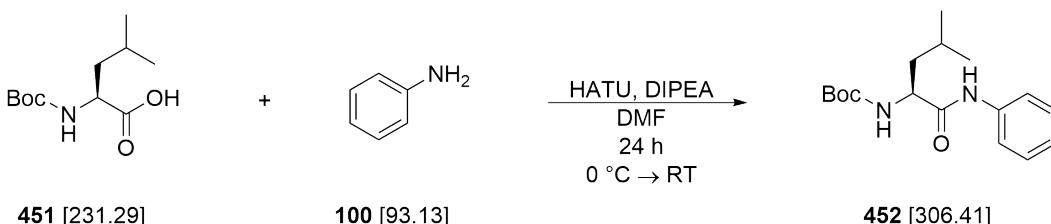
### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>11</sub>H<sub>15</sub>FN<sub>2</sub>O ber.: 210.12, gef.: 211.05 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 11.03 (s, 1H, NH), 8.39 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.71-7.68 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.20-7.17 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 3.89-3.88 (m, 1H, α-Val), 2.24-2.17 (m, 1H, β-Val), 1.00 (d, <sup>3</sup>J = 6.9 Hz, 6H, γ-Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 167.1 (C=O), 158.8 (d, <sup>1</sup>J = 240.7 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 134.9 (d, <sup>4</sup>J = 2.5 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 121.7 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 115.8 (d, <sup>2</sup>J = 22.3 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 58.3 (α-Val), 30.3 (β-Val), 18.8 (γ-Val), 18.3 (γ-Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**tert-Butyl (S)-(4-methyl-1-oxo-1-(phenylamino)pentan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Leu-OH	231.29	-	1.0	10.7	2.475	-
Anilin	93.13	1.02	1.0	10.7	1.000	0.98
HATU	380.23	-	1.2	12.8	4.867	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	21.4	2.766	3.73

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 2.325 g (10.2 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Leu-OH und 0.98 mL (10.2 mmol, 1.0 eq) Anilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1) gereinigt. Es konnten 2.723 g (8.89 mmol, 83 %) des Produkts als gelblicher Feststoff erhalten werden.

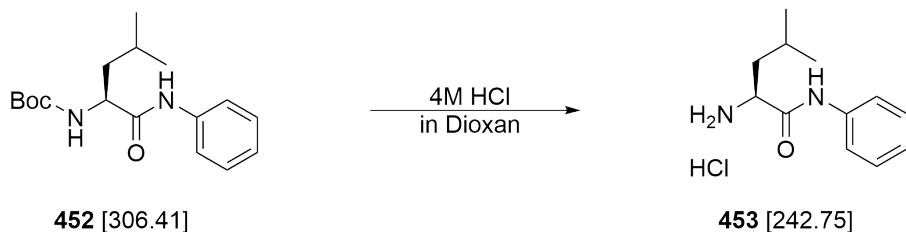
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>17</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 306.19, gef.: 307.26 [M+H]<sup>+</sup> (80), 329.25 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 9.90 (s, 1H, NH), 7.61-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.27 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.02 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.98 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Leu-NH), 4.15-4.09 (m, 1H,  $\alpha$ -Leu), 1.66-1.63 (m, 1H,  $\beta$ -Leu), 1.56-1.49 (m, 1H,  $\beta$ -Leu), 1.46-1.33 (m, 10H,  $\gamma$ -Leu, Boc-CH<sub>3</sub>), 0.91-0.88 (m, 6H,  $\delta$ -Leu) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.8 (C=O), 155.5 (C=O), 139.1 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.2 (C<sub>arom</sub>), 119.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 78.0 (C<sub>q</sub>), 53.5 ( $\alpha$ -Leu), 42.9 ( $\beta$ -Leu), 40.7 ( $\gamma$ -Leu), 28.2 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>), 24.4 (2C,  $\delta$ -Leu) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.44 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**(S)-2-Amino-4-methyl-N-phenylpentanamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

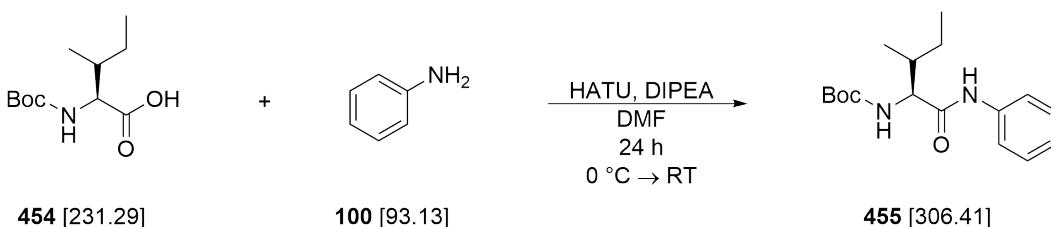
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 2.723 g (8.89 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Leu-A. Es konnten 1.148 g (4.73 mmol, 53 %) des Produkts als hygroskopischer, farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.79 (s, 1H, NH), 8.38 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.66-7.64 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.33 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.13-7.10 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.01 (bs, 1H, α-Leu), 1.68 (bs, 3H, β-Leu, γ-Leu), 0.95-0.92 (m, 6H, δ-Leu) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 167.8 (C=O), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.0 (C<sub>arom</sub>), 119.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 51.7 (α-Leu), 23.7 (β-Leu), 22.6 (γ-Leu), 22.2 (2C, δ-Leu) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

***tert*-Butyl ((2*S*,3*R*)-3-methyl-1-oxo-1-(phenylamino)pentan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Ile-OH	231.29	-	1.0	4.32	1.000	-
Anilin	93.13	1.02	1.0	4.32	0.402	0.39
HATU	380.23	-	1.2	5.18	1.970	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	8.64	1.117	1.51

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 1.000 g (4.32 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Ile-OH und 0.39 mL (4.32 mmol, 1.0 eq) Anilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1) gereinigt. Es konnten 1.308 g (4.27 mmol, 99 %) des Produkts als leicht gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

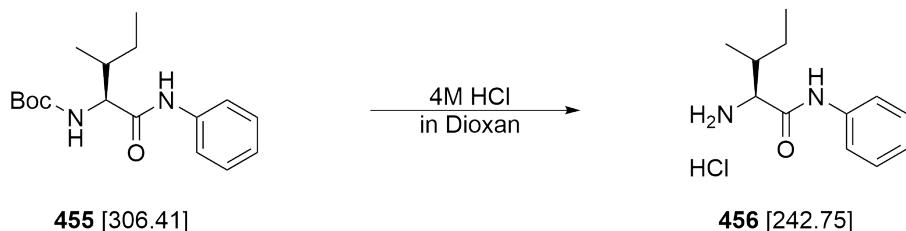
**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{17}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_3$  ber.: 306.19, gef.: 307.25 [ $\text{M}+\text{H}]^+$  (50), 329.23 [ $\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 9.93$  (bs, 1H, NH), 7.61-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.28 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.02 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.86 (d,  $^3\text{J} = 8.4$  Hz, 1H, Ile-NH), 3.95 (t,  $^3\text{J} = 8.2$  Hz, 1H,  $\alpha$ -Ile), 1.76-1.74 (m, 1H,  $\beta$ -Ile), 1.48-1.34 (m, 10H,  $\gamma$ -Ile, Boc-CH<sub>3</sub>), 1.19-1.12 (m, 1H,  $\gamma$ -Ile), 0.86-0.82 (m, 6H, Ile-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 170.8$  ( $\text{C=O}$ ), 155.4 ( $\text{C=O}$ ), 138.8 ( $\text{C}_{arom}$ ), 128.6 (2C,  $\text{C}_{arom}$ ), 123.2 ( $\text{C}_{arom}$ ), 119.2 (2C,  $\text{C}_{arom}$ ), 78.0 ( $\text{C}_q$ ), 59.4 ( $\alpha$ -Ile), 36.4 ( $\beta$ -Ile), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>), 24.5 ( $\gamma$ -Ile), 15.3 (Ile-CH<sub>3</sub>), 10.8 (Ile-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.42 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

### (2S,3R)-2-Amino-3-methyl-N-phenylpentanamid Hydrochlorid



### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 1.308 g (4.27 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Ile-A. Es konnten 1.036 g (4.27 mmol, 100 %) des Produkts als hygroskopischer, farbloser Feststoff erhalten werden.

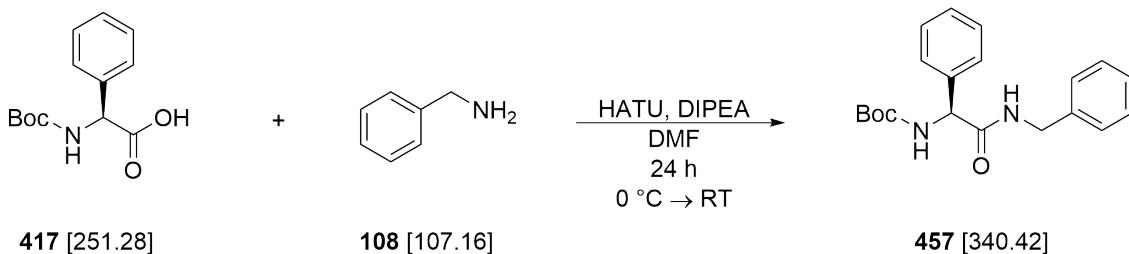
### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>12</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O ber.: 206.14, gef.: 207.09 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.83 (s, 1H, NH), 8.40 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.67-7.64 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.36-7.32 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.13-7.09 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 3.92 (bs, 1H, α-Ile), 1.97-1.94 (m, 1H, β-Ile), 1.64-1.60 (m, 1H, γ-Ile), 1.19-1.16 (m, 1H, γ-Ile), 0.98-0.96 (m, 3H, Ile-CH<sub>3</sub>), 0.90-0.87 (m, 3H, Ile-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.8 (C=O), 138.1 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.0 (C<sub>arom</sub>), 119.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 57.1 (α-Ile), 36.2 (β-Ile), 24.0 (γ-Ile), 14.5 (Ile-CH<sub>3</sub>), 11.0 (Ile-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

***tert*-Butyl (S)-(2-(benzylamino)-2-oxo-1-phenylethyl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Phg-OH	251.28	-	1.0	3.79	0.952	-
Benzylamin	107.15	0.981	1.0	3.79	0.406	0.41
HATU	380.23	-	1.2	4.55	1.729	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	7.58	0.980	1.32

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.952 g (3.79 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-OH und 0.41 mL (3.79 mmol, 1.0 eq) Benzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1) gereinigt. Es konnten 0.891 g (2.62 mmol, 69 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

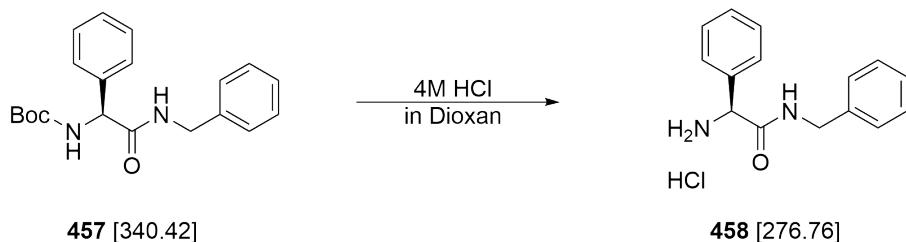
**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 340.18, gef.: 341.22 [M+H]<sup>+</sup> (85), 363.19 [M+Na]<sup>+</sup> (20).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.61 (t, <sup>3</sup>J = 5.8 Hz, 1H, NH), 7.44-7.42 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.20 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>, NH), 7.15-7.13 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.21 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 4.27-4.26 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.2 (C=O), 155.0 (C=O), 139.1 (C<sub>arom</sub>), 138.8 (C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 127.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.8 (C<sub>arom</sub>), 78.4 (C<sub>q</sub>), 58.0 ( $\alpha$ -Phg), 42.1 (CH<sub>2</sub>), 28.2 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.21 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

### (S)-2-Amino-N-benzyl-2-phenylacetamid Hydrochlorid



### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 0.891 g (2.62 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Phg-BA. Es konnten 0.593 g (2.15 mmol, 82 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

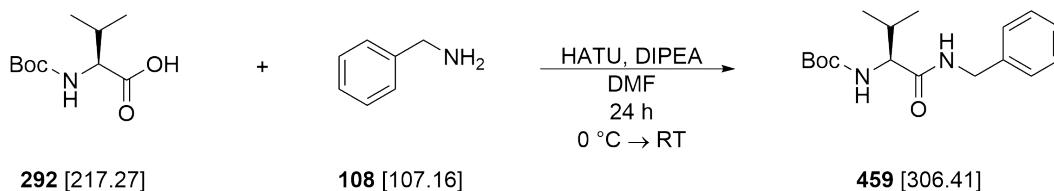
### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O ber.: 240.13, gef.: 241.12 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.19-9.17 (m, 1H, NH), 8.82 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.5-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.42 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.22 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.17-7.15 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.04 (m, 1H, α-Phg), 4.32-4.29 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 167.4 (C=O), 138.5 (C<sub>arom</sub>), 134.2 (C<sub>arom</sub>), 129.2 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (C<sub>arom</sub>), 55.5 (α-Phg), 42.2 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

***tert*-Butyl (S)-(1-(benzylamino)-3-methyl-1-oxobutan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Val- <i>OH</i>	217.27	-	1.0	3.77	0.819	-
Benzylamin	107.15	0.981	1.0	3.77	0.404	0.41
HATU	380.23	-	1.2	4.52	1.719	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	7.54	0.974	1.31

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.819 g (3.77 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-*OH* und 0.41 mL (3.77 mmol, 1.0 eq) Benzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1) gereinigt. Es konnten 0.993 g (3.24 mmol, 86 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

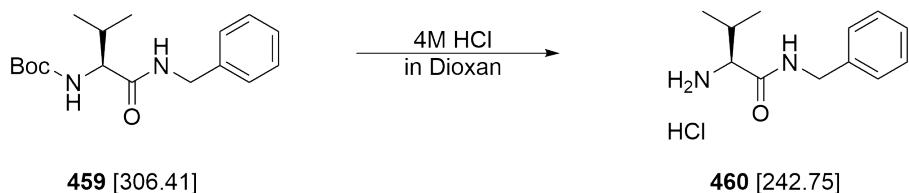
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>17</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 306.19, gef.: 307.23 [M+H]<sup>+</sup> (70), 329.24 [M+Na]<sup>+</sup> (40).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.32-8.30 (m, 1H, NH), 7.3-7.20 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 6.66 (d, <sup>3</sup>J = 9.0 Hz, 1H, Val-NH), 4.28 (d, <sup>3</sup>J = 5.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.79 (t, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 1.96-1.91 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>), 0.83 (t, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.5 (C=O), 155.5 (C=O), 139.5 (C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.7 (C<sub>arom</sub>), 78.0 (C<sub>q</sub>), 60.1 ( $\alpha$ -Val), 42.0 (CH<sub>2</sub>), 30.2 ( $\beta$ -Val), 28.2 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>), 19.3 ( $\gamma$ -Val), 18.3 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.22 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**(S)-2-Amino-N-benzyl-3-methylbutanamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 0.993 g (3.24 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-BA. Es konnten 0.760 g (3.13 mmol, 97 %) des Produkts als farbloser Schaum erhalten werden.

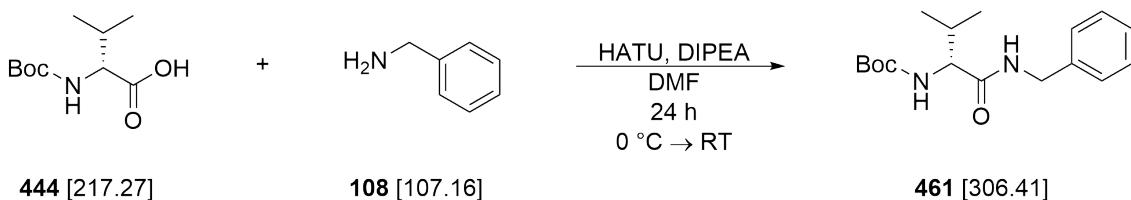
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}$  ber.: 206.14, gef.: 207.01 [ $\text{M}+\text{H}]^+$  (100).

**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 9.06-9.03 (m, 1H, NH), 8.28 (bs, 3H,  $\text{NH}_3^+$ ), 7.36-7.24 (m, 5H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 4.41-4.28 (m, 2H,  $\text{CH}_2$ ), 3.64-3.62 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.14-2.07 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.94-0.90 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 167.8 ( $\text{C=O}$ ), 138.6 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.4 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.6 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.1 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 57.5 ( $\alpha$ -Val), 42.3 ( $\text{CH}_2$ ), 29.8 ( $\beta$ -Val), 18.4 ( $\gamma$ -Val), 18.0 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

***tert*-Butyl (R)-(1-(benzylamino)-3-methyl-1-oxobutan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-D-Val- <i>OH</i>	217.27	-	1.0	4.60	1.000	-
Benzylamin	107.15	0.981	1.0	4.60	0.493	0.50
HATU	380.23	-	1.2	5.52	2.100	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	9.20	1.190	1.57

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 1.000 g (4.60 mmol, 1.0 eq) Boc-D-Val-*OH* und 0.50 mL (4.60 mmol, 1.0 eq) Benzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 1.121 g (3.66 mmol, 80 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

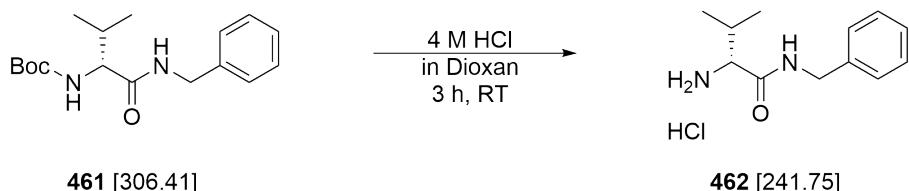
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>17</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 306.19, gef.: 307.15 [M+H]<sup>+</sup> (40), 329.18 [M+Na]<sup>+</sup> (90).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.31 (t, <sup>3</sup>J = 5.6 Hz, 1H, NH), 7.30-7.22 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 6.65 (d, <sup>3</sup>J = 8.9 Hz, 1H, Val-NH), 4.29 (d, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.80-3.77 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 1.94-1.92 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>), 0.84-0.82 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.4 (C=O), 155.4 (C=O), 139.4 (C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.6 (C<sub>arom</sub>), 77.9 (C<sub>q</sub>), 60.0 ( $\alpha$ -Val), 41.9 (CH<sub>2</sub>), 30.1 ( $\beta$ -Val), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>), 19.2 ( $\gamma$ -Val), 18.2 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.57 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(R)-2-Amino-N-benzyl-3-methylbutanamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

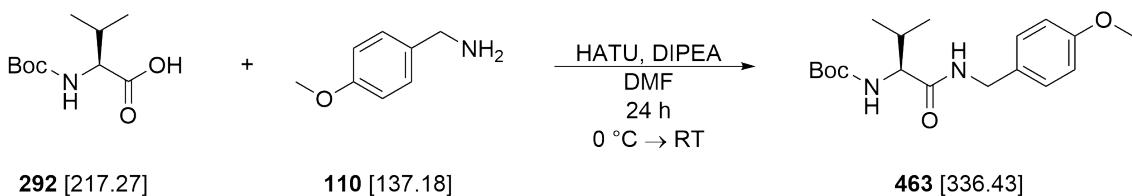
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 1.121 g (3.66 mmol, 1.0 eq) Boc-D-Val-BA. Es konnten 0.753 g (3.11 mmol, 85 %) des Produkts als gelber Schaum erhalten werden.

**Analytik**

**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 9.04 (t,  $^3\text{J}$  = 5.7 Hz, 1H, NH), 8.28 (bs, 3H,  $\text{NH}_3^+$ ), 7.36-7.30 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.28-7.24 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.37-4.32 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.63 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.14-2.09 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.94 (s, 3H,  $\gamma$ -Val), 0.92 (s, 3H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 167.7 (C=O), 138.5 (C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (C<sub>arom</sub>), 57.4 ( $\alpha$ -Val), 42.3 (CH<sub>2</sub>), 29.7 ( $\beta$ -Val), 18.3 ( $\gamma$ -Val), 17.9 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

***tert*-Butyl (S)-(1-((4-methoxybenzyl)amino)-3-methyl-1-oxobutan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Val- <i>OH</i>	217.27	-	1.0	9.21	2.000	-
4-Methoxybenzylamin	137.18	1.05	1.0	9.21	1.263	1.20
HATU	380.23	-	1.2	11.1	4.221	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	18.4	2.378	3.20

**Versuchsdurchführung**

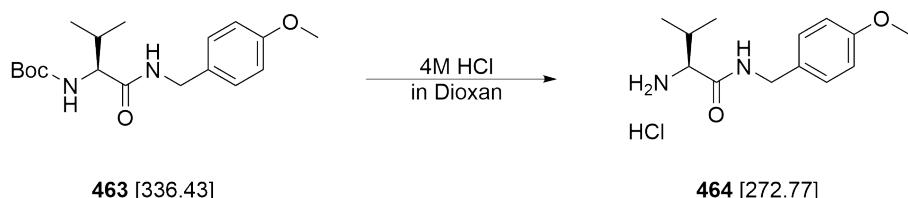
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 2.000 g (9.21 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-*OH* und 1.20 mL (9.21 mmol, 1.0 eq) 4-Methoxybenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 1.843 g (5.48 mmol, 60 %) des Produkts als gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>18</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 336.20, gef.: 337.26 [M+H]<sup>+</sup> (40), 359.23 [M+Na]<sup>+</sup> (45).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.22-8.21 (m, 1H, NH), 7.18-7.16 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.86-6.85 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.62-6.60 (m, 1H, Val-NH), 4.21 (t, <sup>3</sup>J = 6.5 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.77-3.69 (m, 4H,  $\alpha$ -Val, CH<sub>3</sub>), 1.95-1.90 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 1.38 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>), 0.83-0.81 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.28 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-2-Amino-N-(4-methoxybenzyl)-3-methylbutanamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

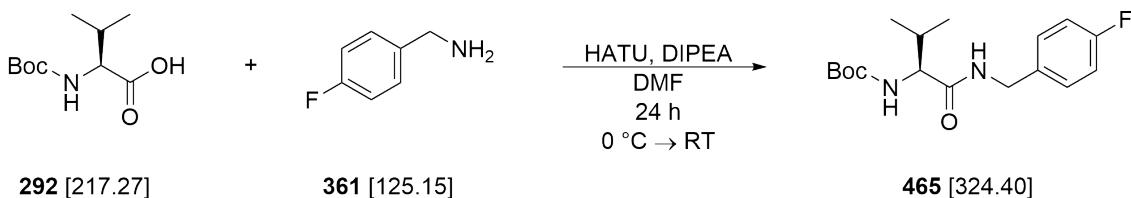
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 1.843 g (5.48 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-(4-OMe)BA. Es konnten 1.372 g (5.03 mmol, 92 %) des Produkts als orangefarbener Schaum erhalten werden.

**Analytik**

**$^1\text{H-NMR}$ :** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 9.16 (t,  $^3\text{J} = 5.9$  Hz, 1H, NH), 8.36 (bs, 3H,  $\text{NH}_3^+$ ), 7.23-7.22 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.85-6.84 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.31-4.17 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.69 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.53 (s, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.17-2.10 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.92-0.90 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.1 (C=O), 158.8 (C<sub>arom</sub>), 131.2 (C<sub>arom</sub>), 129.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 114.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 58.0 ( $\alpha$ -Val), 55.6 (CH<sub>3</sub>), 42.2 (CH<sub>2</sub>), 30.3 ( $\beta$ -Val), 18.8 ( $\gamma$ -Val), 18.6 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

***tert*-Butyl (S)-(1-((4-fluorobenzyl)amino)-3-methyl-1-oxobutan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Val- <i>OH</i>	217.27	-	1.0	9.21	2.000	-
4-Fluorbenzylamin	107.15	0.981	1.0	9.21	1.153	1.05
HATU	380.23	-	1.2	11.1	4.221	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	18.4	2.378	3.20

**Versuchsdurchführung**

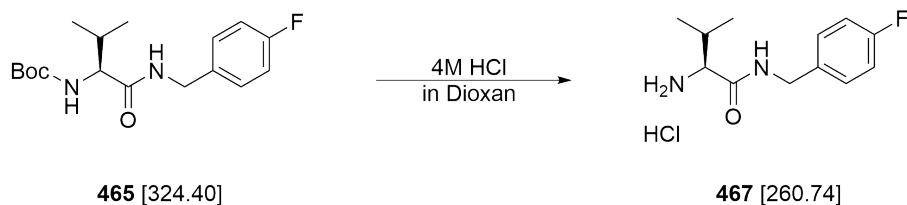
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 2.000 g (9.21 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-*OH* und 1.05 mL (9.21 mmol, 1.0 eq) 4-Fluorbenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 2.195 g (6.77 mmol, 74 %) des Produkts als gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{17}\text{H}_{25}\text{FN}_2\text{O}_3$  ber.: 324.18, gef.: 325.25  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (50), 347.22  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (55).

**$^1\text{H-NMR:}$**  500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.33 (t,  $^3\text{J}$  = 5.6 Hz, 1H, NH), 7.30-7.28 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.14-7.09 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.66 (d,  $^3\text{J}$  = 8.7 Hz, 1H, Val-NH), 4.26 (d,  $^3\text{J}$  = 6.0 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.78-3.75 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 1.95-1.91 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>), 0.82 (d,  $^3\text{J}$  = 7.8 Hz, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.38 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-2-Amino-N-(4-fluorobenzyl)-3-methylbutanamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

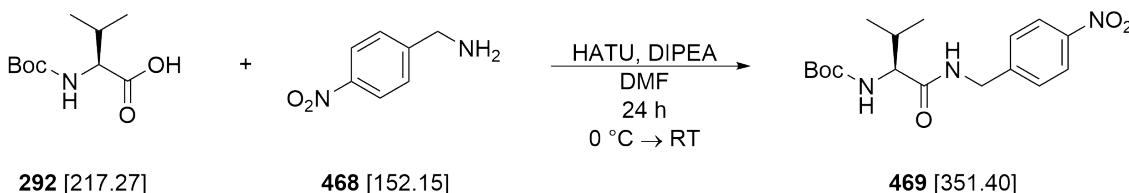
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 2.195 g (6.77 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-(4-F)BA. Es konnten 1.378 g (5.28 mmol, 78 %) des Produkts als oranger Schaum erhalten werden.

**Analytik**

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.24-9.21 (m, 1H, NH), 8.35 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.37-7.34 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.15-7.11 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.31 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.67-3.66 (m, 1H, α-Val), 2.14-2.11 (m, 1H, β-Val), 0.93-0.90 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.2 (C=O), 161.7 (d, <sup>1</sup>J = 242.6 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 135.3 (d, <sup>4</sup>J = 3.0 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 130.0 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 115.4 (d, <sup>2</sup>J = 21.2 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 57.8 (α-Val), 41.9 (CH<sub>2</sub>), 30.1 (β-Val), 18.7 (γ-Val), 18.4 (γ-Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

***tert*-Butyl (S)-(3-methyl-1-((4-nitrobenzyl)amino)-1-oxobutan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Val- <i>OH</i>	217.27	-	1.0	6.90	1.500	-
4-Nitrobenzylamin	107.15	-	1.0	6.90	1.049	-
HATU	380.23	-	1.2	8.28	3.148	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	13.8	1.784	2.40

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 1.500 g (6.90 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-*OH* und 1.049 g (6.90 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrobenzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 1.928 g (5.49 mmol, 80 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

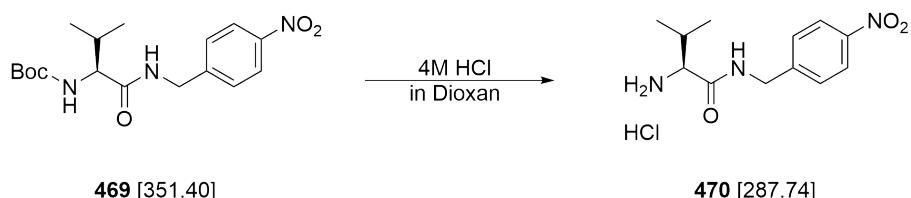
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>17</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>5</sub> ber.: 351.18, gef.: 352.25 [M+H]<sup>+</sup> (25), 374.18 [M+Na]<sup>+</sup> (20).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.52 (t, <sup>3</sup>J = 5.6 Hz, 1H, NH), 8.16 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.53 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.76 (d, <sup>3</sup>J = 8.4 Hz, 1H, NH), 4.41 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.80-3.76 (m, 1H, α-Val), 1.98-1.93 (m, 1H, β-Val), 1.40 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>), 0.84 (d, <sup>3</sup>J = 6.8 Hz, 6H, γ-Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 171.8 (C=O), 155.6 (C=O), 147.7 (C<sub>arom</sub>), 146.4 (C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 78.0 (C<sub>q</sub>), 60.1 (α-Val), 41.6 (CH<sub>2</sub>), 29.9 (β-Val), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>), 19.2 (γ-Val), 18.3 (γ-Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.08 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-2-Amino-3-methyl-N-(4-nitrobenzyl)butanamid Hydrochlorid****Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 1.928 g (5.49 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Val-(4-NO<sub>2</sub>)BA. Es konnten 1.276 g (5.40 mmol, 98 %) des Produkts als gelber Schaum erhalten werden.

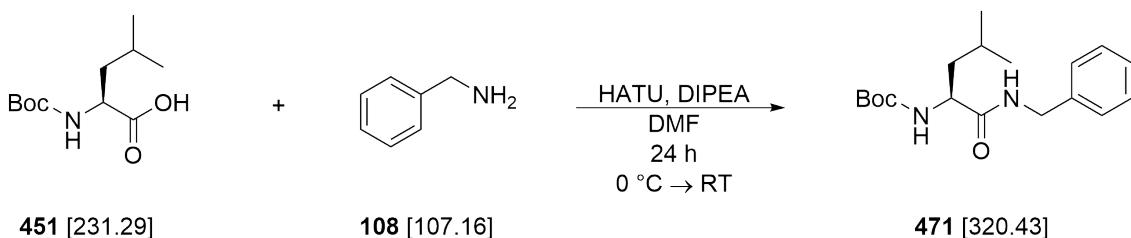
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>12</sub>H<sub>17</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 251.13, gef.: 252.07 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.35 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 8.35 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 8.21-8.19 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.62-7.60 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.48 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.69 (bs, 1H, α-Val), 2.17-2.12 (m, 1H, β-Val), 0.95-0.93 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.1 (C=O), 146.7 (C<sub>arom</sub>), 146.6 (C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 57.4 (α-Val), 41.7 (CH<sub>2</sub>), 29.7 (β-Val), 18.3 (γ-Val), 17.9 (γ-Val) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

***tert*-Butyl (S)-(1-(benzylamino)-4-methyl-1-oxopentan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Leu- <i>OH</i>	231.29	-	1.0	4.32	1.000	-
Benzylamin	107.15	0.981	1.0	4.32	0.463	0.47
HATU	380.23	-	1.2	5.18	1.970	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	8.64	1.117	1.51

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 1.000 g (4.32 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Leu-*OH* und 0.47 mL (4.32 mmol, 1.0 eq) Benzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1) gereinigt. Es konnten 0.908 g (2.83 mmol, 66 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

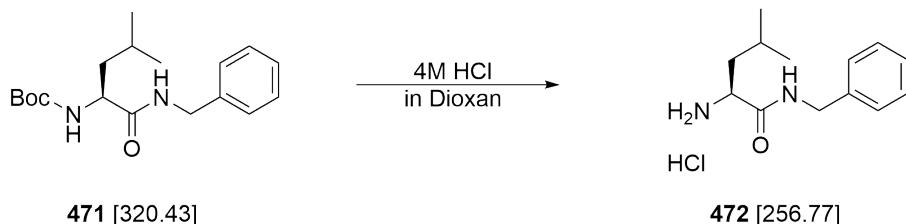
**MS:** ESI(+) für C<sub>18</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 320.21, gef.: 321.26 [M+H]<sup>+</sup> (70), 343.25 [M+Na]<sup>+</sup> (40).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.27 (t, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 1H, NH), 7.31-7.28 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.24-7.20 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 6.84 (d, <sup>3</sup>J = 8.3 Hz, 1H, Leu-NH), 4.27 (d, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 4.04-3.97 (m, 1H,  $\alpha$ -Leu), 1.61-1.58 (m, 1H,  $\beta$ -Leu), 1.49-1.42 (m, 2H,  $\beta$ -Leu,  $\gamma$ -Leu), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>), 0.88 (d, <sup>3</sup>J = 6.6 Hz, 3H,  $\delta$ -Leu), 0.86 (d, <sup>3</sup>J = 6.6 Hz, 3H,  $\delta$ -Leu) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 172.5 (C=O), 155.3 (C=O), 139.5 (C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.6 (C<sub>arom</sub>), 77.9 (C<sub>q</sub>), 52.9 ( $\alpha$ -Leu), 41.9 (CH<sub>2</sub>), 40.7 ( $\beta$ -Leu), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>), 24.3 ( $\gamma$ -Leu), 22.9 ( $\delta$ -Leu), 21.5 ( $\delta$ -Leu) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.21 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

### (S)-2-Amino-N-benzyl-4-methylpentanamid Hydrochlorid



### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 0.908 g (2.83 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Leu-BA. Es konnten 0.719 g (2.80 mmol, 99 %) des Produkts als farbloser Schaum erhalten werden.

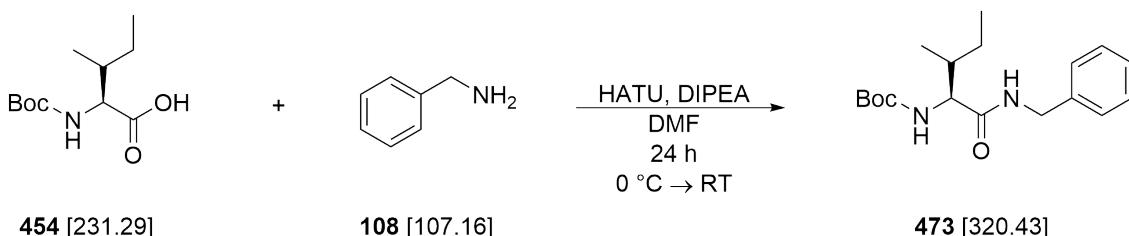
### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O ber.: 220.16, gef.: 221.11 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.12 (t, <sup>3</sup>J = 5.7 Hz, 1H, NH), 8.32 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.36-7.26 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 4.34 (d, <sup>3</sup>J = 5.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.81-3.78 (m, 1H, α-Leu), 1.68-1.58 (m, 3H, β-Leu, γ-Leu), 0.89 (2x d, J = 8.4, 6.2 Hz, 6H, δ-Leu) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.8 (C=O), 138.5 (C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (C<sub>arom</sub>), 51.0 (α-Leu), 42.3 (CH<sub>2</sub>), 23.6 (β-Leu), 22.4 (γ-Leu), 22.1 (2C, δ-Leu) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

***tert*-Butyl ((2*S*,3*R*)-1-(benzylamino)-3-methyl-1-oxopentan-2-yl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-L-Ile- <i>OH</i>	231.29	-	1.0	4.32	1.000	-
Benzylamin	107.15	0.981	1.0	4.32	0.463	0.47
HATU	380.23	-	1.2	5.18	1.970	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	8.64	1.117	1.51

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 1.000 g (4.32 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Ile-*OH* und 0.47 mL (4.32 mmol, 1.0 eq) Benzylamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1) gereinigt. Es konnten 1.143 g (3.57 mmol, 83 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

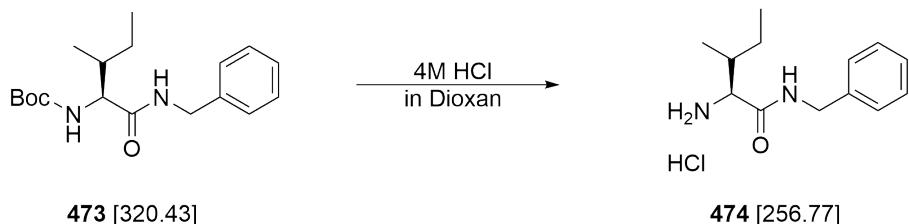
**MS:** ESI(+) für C<sub>18</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 320.21, gef.: 321.26 [M+H]<sup>+</sup> (40), 343.24 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.34-8.31 (m, 1H, NH), 7.31-7.20 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 6.69 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, Ile-NH), 4.28 (d, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.82 (m, 1H,  $\alpha$ -Ile), 1.70-1.68 (m, 1H,  $\beta$ -Ile), 1.45-1.39 (m, 10H,  $\gamma$ -Ile, Boc-CH<sub>3</sub>), 1.12-1.07 (m, 1H,  $\gamma$ -Ile), 0.82-0.79 (m, 6H, Ile-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.5 (C=O), 155.3 (C=O), 139.4 (C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.6 (C<sub>arom</sub>), 77.9 (Boc-C<sub>q</sub>), 58.9 ( $\alpha$ -Ile), 41.9 (CH<sub>2</sub>), 36.2 ( $\beta$ -Ile), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>), 24.4 ( $\gamma$ -Ile), 15.4 (Ile-CH<sub>3</sub>), 10.9 (Ile-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.42 (Cyclohexan/EtOAc 4:1).

### (2S,3R)-2-Amino-N-benzyl-3-methylpentanamid Hydrochlorid



### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 1.143 g (3.57 mmol, 1.0 eq) Boc-L-Ile-BA. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.843 g (3.47 mmol, 97 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O ber.: 220.16, gef.: 221.11 [M+H]<sup>+</sup> (100).

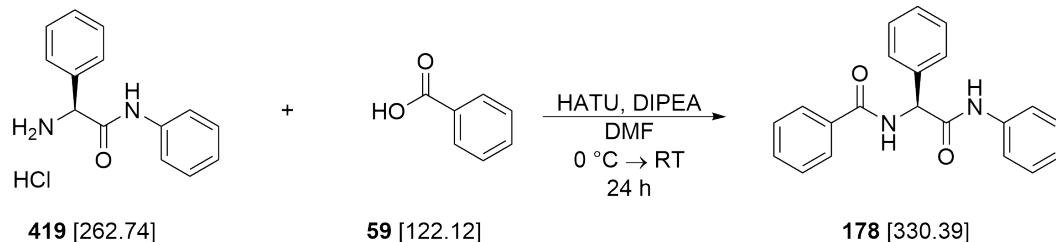
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.03 (m, 1H, NH), 8.29 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 7.34-7.25 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 4.37-4.32 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.67 (m, 1H, α-Ile), 1.85 (m, 1H, β-Ile), 1.52-1.48 (m, 1H, γ-Ile), 1.13-1.10 (m, 1H, γ-Ile), 0.9-0.83 (m, 6H, Ile-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 167.7 (C=O), 138.5 (C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (C<sub>arom</sub>), 56.5 (α-Ile), 42.3 (CH<sub>2</sub>), 36.1 (β-Ile), 24.1 (γ-Ile), 14.6 (Ile-CH<sub>3</sub>), 11.1 (Ile-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

### 1.9.2 Modifikation des Molekülteil A durch verschiedene aromatische Ringsysteme

#### (S)-N-(2-Oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)benzamid (Schl-38-092)



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.76	0.200	-
Benzoësäure	122.12	-	1.2	0.88	0.107	-
HATU	380.23	-	1.4	1.06	0.403	-
DIPEA	129.25	0.742	2.3	1.77	0.229	0.30

#### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.107 g (1.04 mmol, 2.0 eq) Benzoësäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.218 g (0.66 mmol, 87 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

#### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 330.14, gef.: 331.19 [M+H]<sup>+</sup> (25), 353.19 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 353.1260, gef.: 353.1258 [M+Na]<sup>+</sup>.

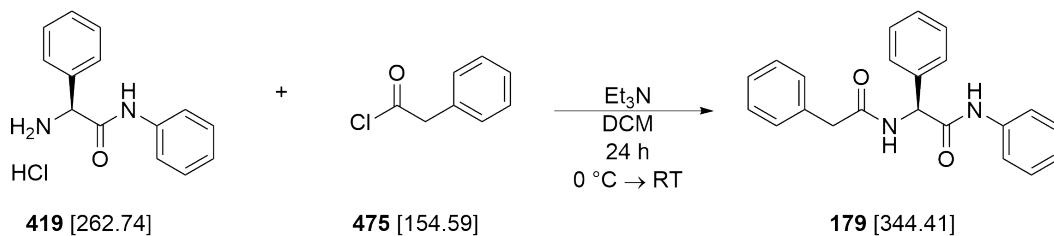
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.35 (s, 1H, NH), 8.94 (d, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 1H, Phg-NH), 7.96-7.93 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.62-7.58 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.56-7.53 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.48-7.45 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.41-7.38 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.29 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.87 (d, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.7 ( $C=O$ ), 166.4 ( $C=O$ ), 138.8 ( $C_{arom}$ ), 137.7 ( $C_{arom}$ ), 133.8 ( $C_{arom}$ ), 131.4 ( $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.8 ( $C_{arom}$ ), 127.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 119.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.8 ( $\alpha\text{-Phg}$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3291 (w), 3059 (w), 1668 (w), 1629 (s), 1599 (m), 1577 (w), 1523 (s), 1488 (m), 1444 (m), 1364 (m), 1310 (w), 1283 (w), 1245 (w), 1178 (w), 752 (m), 723 (m), 690 (vs), 659 (s), 639 (m), 614 (w), 556 (w), 536 (m), 502 (w), 489 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 229 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.25 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-N,2-Diphenyl-2-(2-phenylacetamido)acetamid (Schl-38-093)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.57	0.150	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.17	1.0	0.57	0.088	0.08
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	0.86	0.087	0.12

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.150 g (0.57 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.08 mL (0.57 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.154 g (0.45 mmol, 79 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{22}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 344.15, gef.: 345.19  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (50), 367.12  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{22}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 367.1401, gef.: 367.1427  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

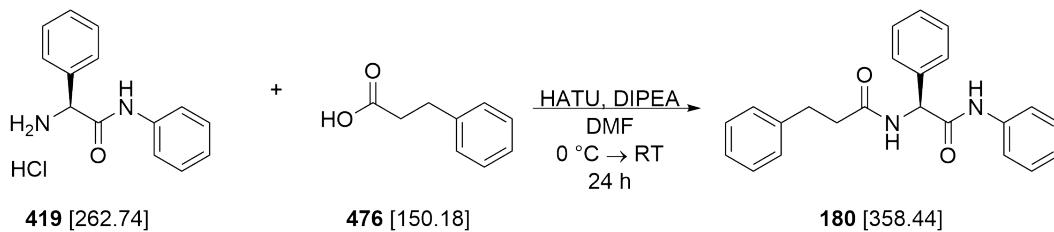
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.33 (s, 1H, NH), 8.86 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.51-7.49 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.27 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.19 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.65 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.60 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.0 (C=O), 168.7 (C=O), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 136.3 (C<sub>arom</sub>), 129.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.2 (C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 57.0 ( $\alpha$ -Phg), 41.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3276$  (w),  $3028$  (w),  $1636$  (s),  $1598$  (m),  $1522$  (s),  $1493$  (s),  $1443$  (m),  $1366$  (w),  $1341$  (w),  $1241$  (w),  $1196$  (w),  $1177$  (w),  $751$  (m),  $730$  (m),  $692$  (vs),  $644$  (m),  $590$  (w),  $565$  (m),  $532$  (w),  $492$  (m),  $450$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $224\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**R<sub>f</sub>:** 0.32 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-Oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)benzamid (Schl-38-094)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.57	0.150	-
3-Phenylpronionsäure	150.18	-	1.0	0.57	0.086	-
HATU	380.23	-	1.2	0.69	0.260	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	1.14	0.147	0.19

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.150 g (0.57 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.086 g (0.57 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropionsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.187 g (0.52 mmol, 91 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 358.17, gef.: 359.19 [M+H]<sup>+</sup> (60), 381.12 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 359.1754, 381.1573, gef.: 359.1744 [M+H]<sup>+</sup>, 381.1585 [M+Na]<sup>+</sup>.

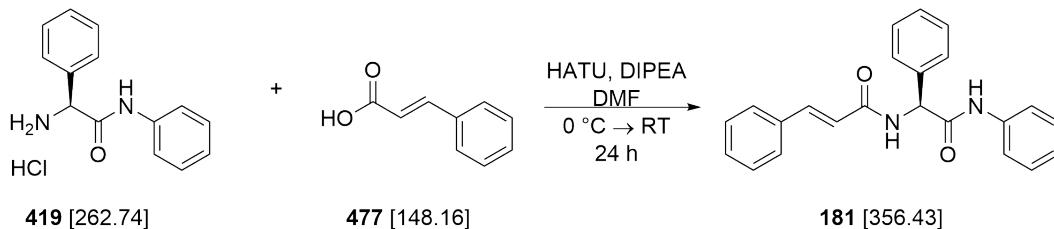
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.35 (s, 1H, NH), 8.65 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.61-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.47-7.45 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.34 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.28 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.21 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.18-7.15 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.69 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg), 2.86-2.81 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.63-2.52 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.4 ( $C=O$ ), 168.8 ( $C=O$ ), 141.2 ( $C_{arom}$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 138.3 ( $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.6 ( $C_{arom}$ ), 127.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 125.8 ( $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 119.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 56.9 ( $\alpha$ -Phg), 36.4 (CH<sub>2</sub>), 31.0 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3277 (w), 3058 (w), 3026 (w), 1664 (w), 1637 (vs), 1598 (m), 1529 (s), 1493 (s), 1443 (s), 1378 (m), 1354 (m), 1309 (w), 1246 (w), 1213 (w), 1180 (w), 1156 (w), 1075 (w), 1028 (w), 962 (w), 748 (s), 719 (m), 691 (vs), 642 (m), 581 (w), 547 (w), 519 (w), 487 (m), 468 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 201 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.22 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-Oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)cinnamamid (Schl-38-095)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.76	0.200	-
Zimtsäure	148.16	-	1.2	0.88	0.130	-
HATU	380.23	-	1.4	1.06	0.403	-
DIPEA	129.25	0.742	2.3	1.77	0.229	0.30

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.130 g (0.04 mmol, 1.2 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → 2:1) gereinigt. Es konnten 0.135 g (0.38 mmol, 50 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 356.15, gef.: 357.22 [M+H]<sup>+</sup> (40), 379.12 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 379.1417, gef.: 379.1428 [M+Na]<sup>+</sup>.

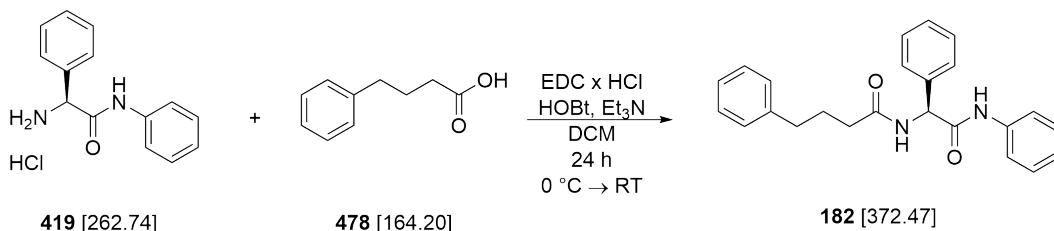
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.42 (s, 1H, NH), 8.89 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Phg-NH), 7.62-7.53 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.47 (d, <sup>3</sup>J = 15.9 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.44-7.38 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.29 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.98 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.81 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg) ppm.

**$^{13}\text{C}$ -NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 168.7$  ( $C=O$ ), 164.7 ( $C=O$ ), 139.3 ( $C_{sp^2}$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 138.2 ( $C_{arom}$ ), 134.9 ( $C_{arom}$ ), 129.5 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.8 ( $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.6 ( $C_{arom}$ ), 121.8 ( $C_{sp^2}$ ), 119.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.1 ( $\alpha$ -Phg) ppm.

**IR:**  $\nu = 3270$  (w), 3031 (w), 1663 (m), 1650 (vs), 1615 (vs), 1598 (s), 1537 (s), 1495 (m), 1445 (m), 1365 (m), 1312 (w), 1246 (w), 1214 (m), 1181 (w), 1157 (w), 1073 (w), 1027 (w), 1001 (w), 976 (m), 865 (w), 790 (w), 750 (s), 692 (vs), 667 (m), 642 (m), 617 (w), 572 (w), 551 (w), 538 (m), 502 (w), 482 (w), 419 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 268 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.39 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-Oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)-4-phenylbutanamid (Schl-38-096)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	1.12	0.294	-
4-Phenylbutansäure	164.20	-	1.0	1.12	0.184	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.68	0.322	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.68	0.227	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.24	0.227	0.31

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.294 g (1.12 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.184 g (1.12 mmol, 1.0 eq) 4-Phenylbutansäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 15 min) gereinigt. Es konnten 0.147 g (0.39 mmol, 35 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 372.18, gef.: 373.20 [M+H]<sup>+</sup> (80), 395.16 [M+Na]<sup>+</sup> (70).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 395.1730, gef.: 395.1730 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.30 (s, 1H, NH), 8.59 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 7.59-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.48-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.25 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.18-7.15 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.02 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.66 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 2.57-2.54 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.28-2.25 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.80 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

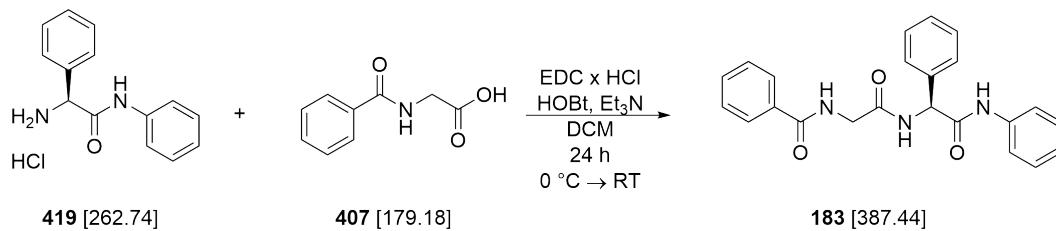
**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 171.9 (C=O), 168.9 (C=O), 141.8 (C<sub>arom</sub>), 138.8 (C<sub>arom</sub>), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (C<sub>arom</sub>), 127.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.7 (C<sub>arom</sub>), 123.4 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 57.0 (α-Phg), 34.6 (CH<sub>2</sub>), 34.4 (CH<sub>2</sub>), 27.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3318 (w), 3293 (w), 1666 (m), 1641 (vs), 1600 (m), 1531 (s), 1495 (m), 1441 (m), 1378 (w), 1358 (m), 1210 (w), 756 (s), 748 (s), 695 (vs), 603 (w), 572 (w), 491 (m), 476 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 191 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.27 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-Oxo-2-((2-oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)amino)ethyl)benzamid  
(Schl-38-101)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.76	0.200	-
Hippursäure	179.17	-	1.0	0.76	0.136	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.14	0.219	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.14	0.154	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.52	0.154	0.21

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.136 g (0.76 mmol, 1.0 eq) Hippursäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 1:1) gereinigt. Es konnten 0.117 g (0.30 mmol, 39 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 387.16, gef.: 388.19 [M+H]<sup>+</sup> (10), 410.13 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 410.1475, gef.: 410.1477 [M+Na]<sup>+</sup>.

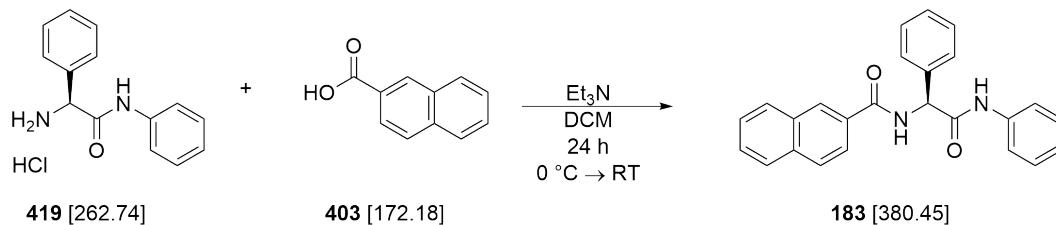
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.33 (s, 1H, NH), 8.74-8.69 (m, 2H, 2x NH), 7.88-7.86 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.60-7.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.54-7.45 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.36 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.28 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.68 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 4.03-4.02 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.7 (C=O), 168.5 (C=O), 166.5 (C=O), 138.6 (*C<sub>arom</sub>*), 138.2 (*C<sub>arom</sub>*), 134.0 (*C<sub>arom</sub>*), 131.3 (*C<sub>arom</sub>*), 128.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.4 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.8 (*C<sub>arom</sub>*), 127.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.1 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 123.6 (*C<sub>arom</sub>*), 119.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 56.8 (α-Phg), 42.4 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3262 (w), 1649 (s), 1628 (s), 1600 (m), 1576 (w), 1530 (s), 1493 (m), 1444 (m), 1391 (w), 1355 (w), 1343 (w), 1297 (w), 1230 (w), 1178 (w), 749 (m), 717 (s), 688 (vs), 640 (m), 590 (w), 573 (w), 556 (w), 493 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 215-220 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.41 (Cyclohexan/EtOAc 1:2).

**(S)-N-(2-Oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)naphthalen-2-carbamid (Schl-38-097)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.57	0.150	-
2-Naphthoic acid	172.18	-	1.0	0.57	0.098	-
HATU	380.23	-	1.2	0.69	0.260	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	1.14	0.147	0.19

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.150 g (0.57 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.107 g (0.57 mmol, 1.0 eq) 2-Naphthoic acid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.189 g (0.50 mmol, 88 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 380.15, gef.: 381.10 [M+H]<sup>+</sup> (40), 403.08 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 403.1417, gef.: 403.1422 [M+Na]<sup>+</sup>.

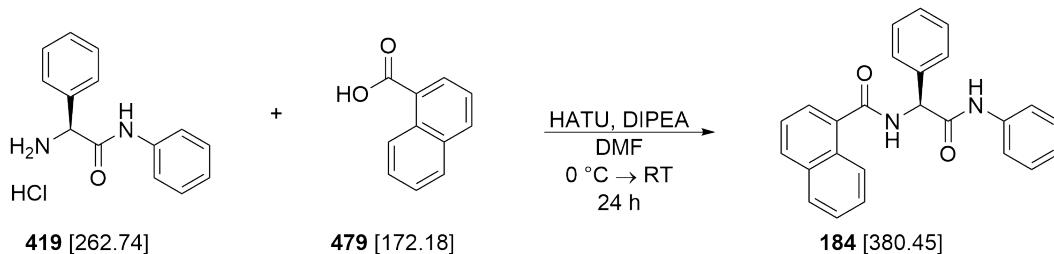
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.39 (s, 1H, NH), 9.12 (d, <sup>3</sup>J = 7.5 Hz, 1H, Phg-NH), 8.61 (s, 1H, CH<sub>arom</sub>), 8.0-7.97 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.59 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.43-7.40 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.36-7.29 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.08-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.93 (d, <sup>3</sup>J = 7.5 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.8 ( $C=O$ ), 166.5 ( $C=O$ ), 138.8 ( $C_{arom}$ ), 137.8 ( $C_{arom}$ ), 134.2 ( $C_{arom}$ ), 132.0 ( $C_{arom}$ ), 131.0 ( $C_{arom}$ ), 128.9 ( $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 ( $C_{arom}$ ), 127.9 ( $C_{arom}$ ), 127.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 ( $C_{arom}$ ), 127.6 ( $C_{arom}$ ), 127.6 ( $C_{arom}$ ), 126.6 ( $C_{arom}$ ), 124.6 ( $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 119.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.9 ( $\alpha$ -Phg) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3302 (w), 3055 (w), 1684 (w), 1636 (s), 1623 (vs), 1599 (m), 1576 (w), 1533 (vs), 1495 (s), 1442 (s), 1362 (m), 1329 (m), 1313 (w), 1297 (w), 1283 (w), 1270 (w), 1241 (w), 1205 (w), 1172 (w), 897 (w), 861 (w), 820 (w), 785 (w), 776 (w), 748 (s), 727 (s), 649 (vs), 633 (m), 612 (w), 585 (w), 563 (w), 539 (w), 508 (w), 491 (s), 474 (s), 461 (m), 408 (m)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 189-192 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.65 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-Oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)naphthalen-1-carbamid (Schl-38-098)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.57	0.150	-
1-Naphthoësäure	172.18	-	1.0	0.57	0.098	-
HATU	380.23	-	1.2	0.69	0.260	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	1.14	0.147	0.19

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.150 g (0.57 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.098 g (0.57 mmol, 1.0 eq) 1-Naphthoësäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.185 g (0.49 mmol, 86 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 380.15, gef.: 381.13 [M+H]<sup>+</sup> (40), 403.08 [M+Na]<sup>+</sup> (60).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 381.1598, 403.1441, gef.: 381.1591 [M+H]<sup>+</sup>, 403.1423 [M+Na]<sup>+</sup>.

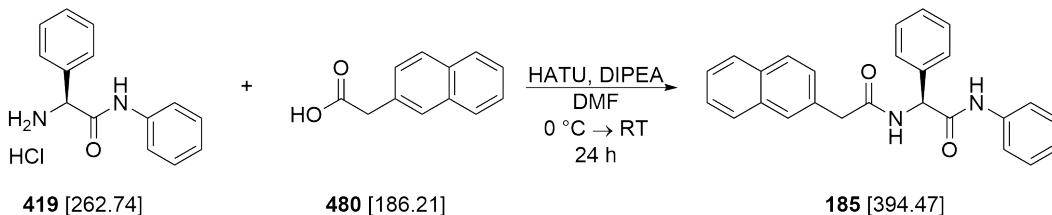
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.40 (s, 1H, NH), 9.22 (d, <sup>3</sup>J = 7.5 Hz, 1H, NH), 8.22-8.20 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 8.03-8.01 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.99-7.96 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.68-7.61 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.56-7.52 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.42-7.38 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.30 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.09-7.05 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.93 (d, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.7 ( $C=O$ ), 168.6 ( $C=O$ ), 138.9 ( $C_{arom}$ ), 137.6 ( $C_{arom}$ ), 134.0 ( $C_{arom}$ ), 133.0 ( $C_{arom}$ ), 129.9 ( $C_{arom}$ ), 129.8 ( $C_{arom}$ ), 128.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 ( $C_{arom}$ ), 127.9 ( $C_{arom}$ ), 127.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.6 ( $C_{arom}$ ), 126.1 ( $C_{arom}$ ), 125.7 ( $C_{arom}$ ), 125.4 ( $C_{arom}$ ), 124.9 ( $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 119.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.9 ( $\alpha$ -Phg) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3283 (w), 3058 (w), 1683 (w), 1665 (w), 1632 (vs), 1620 (s), 1592 (m), 1531 (s), 1495 (s), 1444 (s), 1354 (m), 1340 (m), 1310 (w), 1254 (w), 1209 (w), 1176 (w), 1154 (w), 795 (w), 783 (m), 752 (s), 734 (m), 716 (s), 691 (vs), 652 (m), 616 (w), 571 (w), 556 (w), 530 (w), 507 (w), 495 (m), 469 (w), 457 (w), 419 (w), 402 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 194 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.42 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-2-(2-(naphthalen-2-yl)acetamido)-N,2-diphenylacetamid (Schl-38-099)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.57	0.150	-
2-Naphthylessigsäure	186.21	-	1.0	0.57	0.106	-
HATU	380.23	-	1.2	0.69	0.260	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	1.14	0.147	0.19

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.150 g (0.57 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.107 g (0.57 mmol, 1.0 eq) 2-Naphthylessigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.196 g (0.50 mmol, 88 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>26</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 394.17, gef.: 395.24 [M+H]<sup>+</sup> (25), 417.10 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>26</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 395.1754, 417.1573, gef.: 395.1753 [M+H]<sup>+</sup>, 417.1576 [M+Na]<sup>+</sup>.

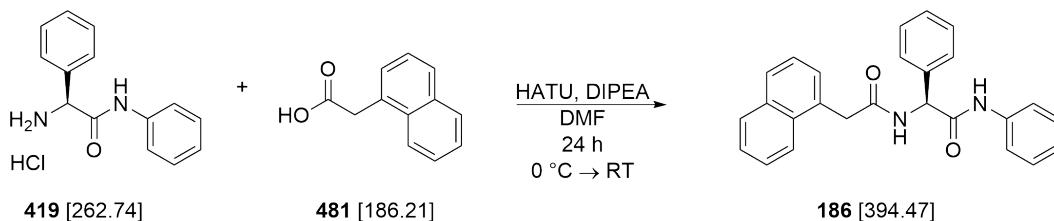
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.35 (s, 1H, NH), 8.96 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 7.87-7.82 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.78 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.59-7.57 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.53-7.51 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.45 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.36 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.27 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.69 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, α-Phg), 3.78 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.0 (C=O), 168.7 (C=O), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 134.0 (C<sub>arom</sub>), 132.9 (C<sub>arom</sub>), 131.7 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (C<sub>arom</sub>), 127.7 (C<sub>arom</sub>), 127.5 (C<sub>arom</sub>), 127.4 (C<sub>arom</sub>), 127.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.0 (C<sub>arom</sub>), 125.4 (C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 57.1 (α-Phg), 41.8 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3320 (w), 3287 (w), 3051 (w), 1666 (w), 1647 (vs), 1599 (m), 1525 (s), 1494 (m), 1443 (m), 1410 (w), 1362 (m), 1339 (w), 1245 (w), 1225 (w), 1207 (w), 1174 (w), 861 (w), 823 (w), 795 (w), 778 (w), 751 (s), 735 (s), 695 (vs), 581 (m), 498 (w), 475 (s), 433 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 258 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.40 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-2-(2-(naphthalen-1-yl)acetamido)-N,2-diphenylacetamid (Schl-38-100)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.57	0.150	-
1-Naphthylessigsäure	186.21	-	1.0	0.57	0.106	-
HATU	380.23	-	1.2	0.69	0.260	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	1.14	0.147	0.19

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.150 g (0.57 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.106 g (0.57 mmol, 1.0 eq) 1-Naphthylessigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.050 g (0.13 mmol, 23 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>26</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 394.17, gef.: 395.11 [M+H]<sup>+</sup> (5), 417.17 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>26</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 395.1754, 417.1573, gef.: 395.1749 [M+H]<sup>+</sup>, 417.1585 [M+Na]<sup>+</sup>.

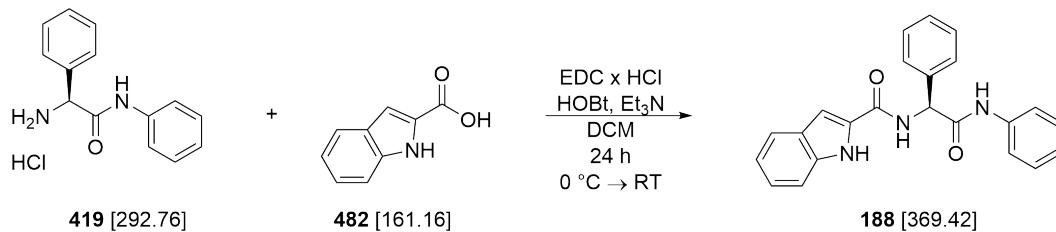
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.34 (s, 1H, NH), 9.02 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 8.13-8.11 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.91-7.89 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.81-7.79 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.59-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.53-7.42 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.36 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.28 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.67 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 4.10 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.0 (*C=O*), 168.6 (*C=O*), 138.7 (*C<sub>arom</sub>*), 138.2 (*C<sub>arom</sub>*), 133.3 (*C<sub>arom</sub>*), 132.8 (*C<sub>arom</sub>*), 131.9 (*C<sub>arom</sub>*), 128.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.4 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.2 (*C<sub>arom</sub>*), 127.8 (*C<sub>arom</sub>*), 127.7 (*C<sub>arom</sub>*), 127.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.0 (*C<sub>arom</sub>*), 125.8 (*C<sub>arom</sub>*), 125.5 (*C<sub>arom</sub>*), 125.4 (*C<sub>arom</sub>*), 124.4 (*C<sub>arom</sub>*), 123.5 (*C<sub>arom</sub>*), 119.1 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 57.0 (α-Phg), 38.8 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3286 (w), 3060 (w), 2921 (w), 1666 (m), 1639 (vs), 1598 (m), 1531 (s), 1495 (m), 1444 (m), 1412 (w), 1367 (m), 1244 (w), 1214 (m), 1179 (w), 780 (s), 748 (s), 725 (m), 692 (vs), 643 (w), 577 (w), 537 (w), 516 (w), 500 (w), 486 (w), 443 (w), 415 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 272 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.29 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-Oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)-1*H*-indol-2-carboxamid (Schl-38-102)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.76	0.200	-
Indol-2-carbonsäure	161.16	-	1.0	0.76	0.122	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.14	0.219	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.14	0.154	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.52	0.154	0.21

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.122 g (0.76 mmol, 1.0 eq) Indol-2-carbonsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.233 g (0.63 mmol, 83 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 369.15, gef.: 370.19 [M+H]<sup>+</sup> (40), 392.12 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 392.1369, gef.: 392.1370 [M+Na]<sup>+</sup>.

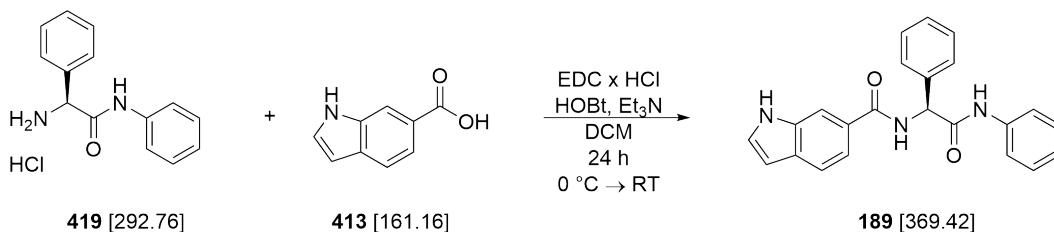
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 11.64 (s, 1H, NH), 10.40 (s, 1H, NH), 8.93 (d, <sup>3</sup>J = 7.7 Hz, 1H, Phg-NH), 7.63-7.59 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.29 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.18 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.08-7.02 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.92 (d, <sup>3</sup>J = 7.7 Hz, 1H, α-Phg) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.7 (C=O), 160.8 (C=O), 138.8 (C<sub>arom</sub>), 137.8 (C<sub>arom</sub>), 136.6 (C<sub>arom</sub>), 130.9 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.9 (C<sub>arom</sub>), 127.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (C<sub>arom</sub>), 123.6 (C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 121.6 (C<sub>arom</sub>), 119.7 (C<sub>arom</sub>), 119.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.2 (C<sub>arom</sub>), 104.5 (C<sub>arom</sub>), 57.3 ( $\alpha$ -Phg) ppm.

**IR:** ν = 3267 (w), 1672 (w), 1621 (s), 1598 (m), 1531 (vs), 1488 (s), 1442 (s), 1417 (m), 1377 (m), 1340 (m), 1306 (m), 1231 (w), 1176 (w), 743 (vs), 690 (s), 549 (w), 489 (m), 430 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 220 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.21 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-Oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)-1*H*-indol-6-carboxamid (Schl-38-103)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.76	0.200	-
1 <i>H</i> -Indol-6-carbonsäure	161.16	-	1.0	0.76	0.122	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.14	0.219	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.14	0.154	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.52	0.154	0.21

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.122 g (0.76 mmol, 1.0 eq) 1*H*-Indol-6-carbonsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.185 g (0.49 mmol, 86 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 369.15, gef.: 370.14 [M+H]<sup>+</sup> (30), 392.08 [M+Na]<sup>+</sup> (25).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 370.1550, 392.1369, gef.: 370.1545 [M+H]<sup>+</sup>, 392.1371 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 11.35 (s, 1H, NH), 10.34 (s, 1H, NH), 8.76 (d, <sup>3</sup>J = 7.7 Hz, 1H, Phg-NH), 8.05-8.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.63-7.57 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.51-7.50 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.41-7.38 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.29 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.50-6.49 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.90 (d, <sup>3</sup>J = 7.7 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg) ppm.

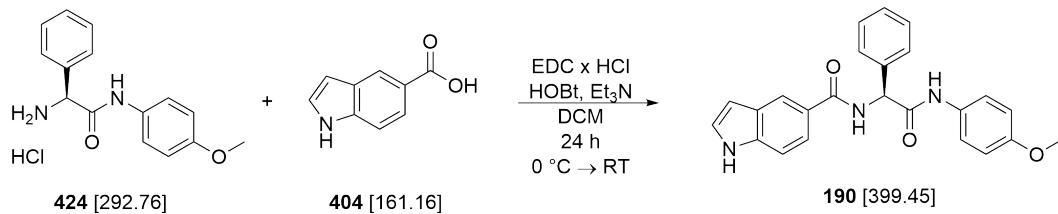
**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 169.0 ( $C=O$ ), 167.3 ( $C=O$ ), 138.8 ( $C_{arom}$ ), 138.1 ( $C_{arom}$ ), 135.1 ( $C_{arom}$ ), 130.0 ( $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 ( $C_{arom}$ ), 127.7 ( $C_{arom}$ ), 127.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.5 ( $C_{arom}$ ), 123.4 ( $C_{arom}$ ), 119.3 ( $C_{arom}$ ), 119.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 118.4 ( $C_{arom}$ ), 111.7 ( $C_{arom}$ ), 101.2 ( $C_{arom}$ ), 57.7 ( $\alpha$ -Phg) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3276 (m), 3185 (m), 3058 (w), 3032 (w), 1660 (m), 1625 (s), 1604 (s), 1566 (w), 1519 (vs), 1494 (s), 1444 (m), 1413 (w), 1354 (m), 1305 (w), 1231 (m), 1207 (w), 1182 (w), 1101 (w), 1029 (w), 822 (w), 778 (w), 746 (m), 720 (m), 691 (vs), 661 (m), 637 (w), 614 (w), 557 (w), 545 (w), 524 (w), 499 (m), 472 (w), 441 (w), 425 (m), 414 (w), 404 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 226 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.08 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-((4-Methoxyphenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)-1H-indol-5-carboxamid  
(Schl-38-104)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl	262.74	-	1.0	0.62	0.182	-
Indol-5-carbonsäure	161.16	-	1.0	0.62	0.100	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.126	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.182 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl und 0.100 g (0.62 mmol, 1.0 eq) Indol-5-carbonsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 34 min) gereinigt. Es konnten 0.163 g (0.41 mmol, 66 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 399.16, gef.: 400.24 [M+H]<sup>+</sup> (70), 422.12 [M+Na]<sup>+</sup> (95).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 400.1656, 422.1475, gef.: 400.1661 [M+H]<sup>+</sup>, 422.1478 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 11.31 (s, 1H, NH), 10.21 (s, 1H, NH), 8.64 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 8.26 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.72-7.69 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.62-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.54-7.51 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.44-7.37 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.30 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.90-6.87 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.55-6.54 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.87 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

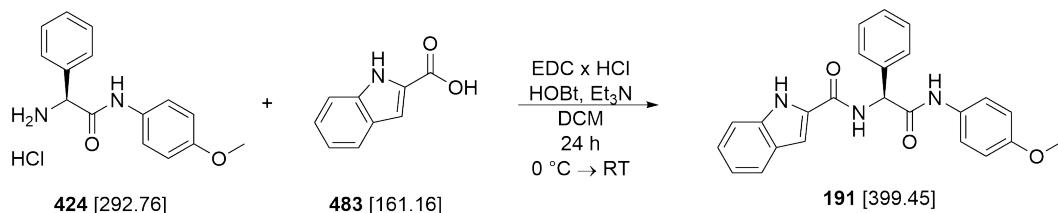
**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.5 (C=O), 167.2 (C=O), 155.4 (C<sub>arom</sub>), 138.4 (C<sub>arom</sub>), 137.5 (C<sub>arom</sub>), 132.0 (C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 127.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.9 (C<sub>arom</sub>), 126.6 (C<sub>arom</sub>), 124.7 (C<sub>arom</sub>), 120.9 (C<sub>arom</sub>), 120.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.5 (C<sub>arom</sub>), 113.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 110.8 (C<sub>arom</sub>), 102.2 (C<sub>arom</sub>), 57.6 ( $\alpha$ -Phg), 55.1 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3275 (m), 1653 (s), 1598 (vs), 1576 (m), 1545 (s), 1524 (vs), 1510 (vs), 1496 (s), 1471 (m), 1452 (m), 1427 (m), 1414 (m), 1365 (m), 1350 (m), 1297 (m), 1247 (vs), 1204 (m), 1180 (m), 1167 (m), 1134 (w), 1030 (m), 826 (s), 782 (w), 756 (vs), 722 (vs), 702 (s), 694 (s), 673 (m), 639 (m), 629 (m), 569 (w), 541 (m), 520 (vs), 482 (w), 430 (s), 419 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 234-236 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.30 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-N-(2-((4-Methoxyphenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)-1H-indol-2-carboxamid  
(Schl-38-105)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl	292.76	-	1.0	0.62	0.182	-
Indol-2-carbonsäure	161.16	-	1.0	0.62	0.100	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.126	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.182 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl und 0.100 g (0.62 mmol, 1.0 eq) Indol-2-carbonsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 15 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 32 min) gereinigt. Es konnten 0.165 g (0.41 mmol, 66 %) des Produkts als leicht gelblicher Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 399.16, gef.: 400.17 [M+H]<sup>+</sup> (80), 422.16 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 400.1656, 422.1475, gef.: 400.1665 [M+H]<sup>+</sup>, 422.1484 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 11.65 (s, 1H, NH), 10.28 (s, 1H, NH), 8.90 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.63-7.59 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.54-7.52 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.34 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.18 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.90-6.88 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.90 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

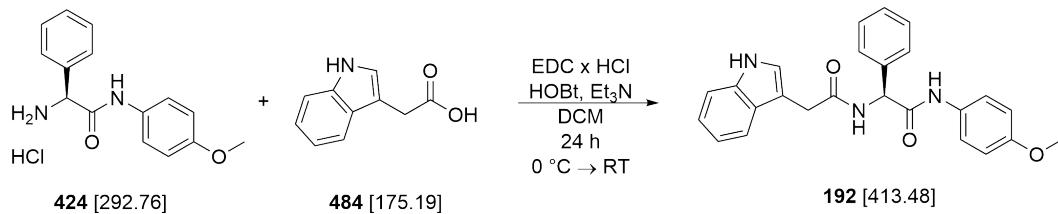
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.1 (C=O), 160.7 (C=O), 155.4 (C<sub>arom</sub>), 138.0 (C<sub>arom</sub>), 136.6 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 130.9 (C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (C<sub>arom</sub>), 127.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.0 (C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 121.6 (C<sub>arom</sub>), 120.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.7 (C<sub>arom</sub>), 113.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.2 (C<sub>arom</sub>), 104.4 (C<sub>arom</sub>), 57.1 ( $\alpha$ -Phg), 55.1 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3383 (w), 3306 (m), 1665 (m), 1631 (vs), 1600 (m), 1530 (vs), 1509 (vs), 1447 (m), 1414 (s), 1376 (m), 1340 (m), 1311 (m), 1302 (m), 1231 (vs), 1202 (m), 1170 (s), 1150 (m), 1108 (w), 1091 (w), 1065 (w), 1024 (m), 971 (w), 829 (s), 805 (s), 745 (vs), 718 (s), 707 (m), 695 (s), 653 (s), 629 (m), 606 (m), 571 (w), 536 (m), 511 (vs), 436 (s), 405 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 226-228 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.56 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-2-(2-(1H-Indol-3-yl)acetamido)-N-(4-methoxyphenyl)-2-phenylacetamid  
(Schl-38-106)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-(4-OMe)A · HCl	292.76	-	1.0	0.62	0.182	-
2-(1 <i>H</i> -Indol-3-yl)essigsäure	175.19	-	1.0	0.62	0.109	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.126	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.182 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-(4-OMe)A · HCl und 0.109 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 2-(1*H*-Indol-3-yl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 29 min) gereinigt. Es konnten 0.221 g (0.53 mmol, 85 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 413.17, gef.: 414.25 [M+H]<sup>+</sup> (60), 436.26 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 414.1812, 436.1632, gef.: 414.1820 [M+H]<sup>+</sup>, 436.1647 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.84 (s, 1H, NH), 10.20 (s, 1H, NH), 8.64 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Phg-NH), 7.56 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.48-7.45 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.27 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.21 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.96-6.92 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.88-6.84 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.64 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.70-3.68 (m, 5H, CH<sub>3</sub>, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.5 (C=O), 168.2 (C=O), 155.4 (C<sub>arom</sub>), 138.6 (C<sub>arom</sub>), 136.0 (C<sub>arom</sub>), 131.8 (C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.8 (C<sub>arom</sub>), 120.9 (C<sub>arom</sub>), 120.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 118.8 (C<sub>arom</sub>), 118.2 (C<sub>arom</sub>), 113.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 111.2 (C<sub>arom</sub>), 108.8 (C<sub>arom</sub>), 56.8 ( $\alpha$ -Phg), 55.1 (CH<sub>3</sub>), 32.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

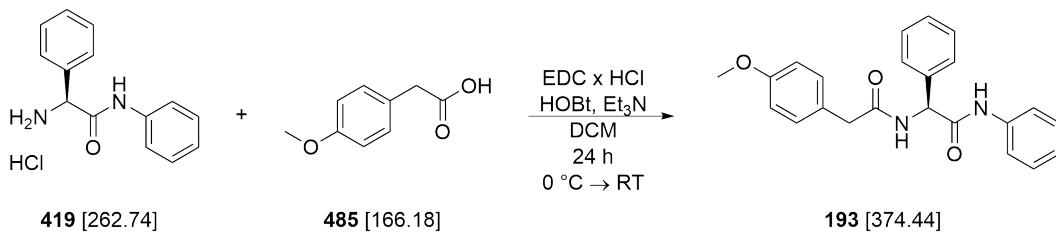
**IR:**  $\nu$  = 3277 (w), 1636 (vs), 1529 (m), 1508 (vs), 1455 (m), 1440 (w), 1412 (m), 1373 (w), 1337 (w), 1300 (w), 1240 (s), 1170 (m), 1108 (w), 1093 (w), 1028 (m), 1009 (w), 829 (m), 797 (w), 740 (s), 695 (s), 627 (w), 613 (w), 592 (w), 543 (m), 523 (m), 492 (m), 474 (m), 452 (m), 424 (s), 402 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 215 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.20 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

### 1.9.3 Phenylessigsäure-Derivate mit Modifikationen in den Molekülteilen A, B und C

#### ((S)-2-(2-(4-Methoxyphenyl)acetamido)-N,2-diphenylacetamid (Schl-38-115)



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.76	0.200	-
2-(4-Methoxyphenyl)essigsäure	166.18	-	1.0	0.76	0.126	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.15	0.220	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.15	0.155	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.53	0.154	0.22

#### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.126 g (0.76 mmol, 1.0 eq) 2-(4-Methoxyphenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 90 % EtOAc in 58 min) gereinigt. Es konnten 0.090 g (0.24 mmol, 32 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

#### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 374.16, gef.: 375.22 [M+H]<sup>+</sup> (50), 397.17 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 375.1703, 397.1523, gef.: 375.1700 [M+H]<sup>+</sup>, 397.1526 [M+Na]<sup>+</sup>.

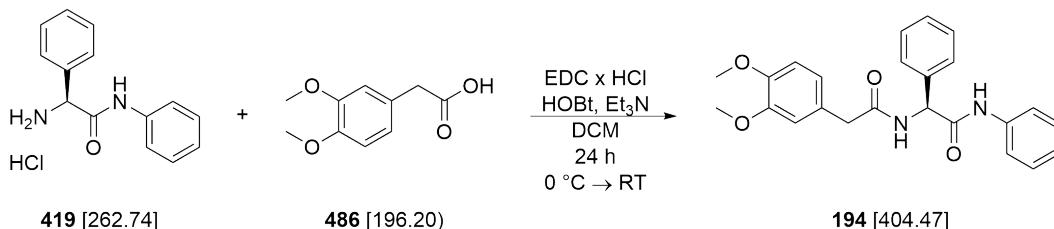
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.33 (s, 1H, NH), 8.78 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.38-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.27 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.21-7.19 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.86-6.84 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.64 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.51 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.3 (C=O), 168.7 (C=O), 157.8 (C<sub>arom</sub>), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 130.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (C<sub>arom</sub>), 127.7 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 56.9 ( $\alpha$ -Phg), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 40.8 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3284 (w), 1664 (m), 1633 (vs), 1598 (m), 1529 (s), 1513 (vs), 1497 (m), 1444 (m), 1365 (m), 1301 (w), 1254 (s), 1180 (m), 1152 (m), 1025 (m), 816 (m), 794 (w), 745 (s), 735 (m), 714 (m), 689 (vs), 645 (w), 636 (w), 593 (m), 556 (m), 525 (m), 477 (w), 429 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 209 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.16 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-2-(2-(3,4-Dimethoxyphenyl)acetamido)-N,2-diphenylacetamid (Schl-38-116)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.76	0.200	-
(3,4-Dimethoxyphenyl)essigsäure	196.20	-	1.0	0.76	0.149	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.15	0.220	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.15	0.155	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.53	0.154	0.22

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.149 g (0.76 mmol, 1.0 eq) (3,4-Dimethoxyphenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 100:1) gereinigt. Es konnten 0.165 g (0.41 mmol, 54 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 404.17, gef.: 405.28 [M+H]<sup>+</sup> (30), 427.19 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 405.1809, 427.1628, gef.: 405.1818 [M+H]<sup>+</sup>, 427.1638 [M+Na]<sup>+</sup>.

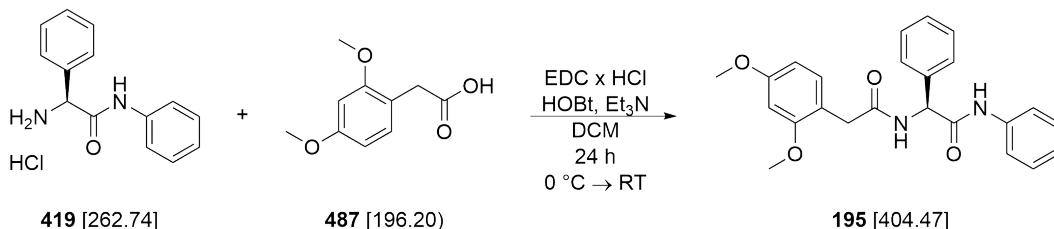
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.34 (s, 1H, NH), 8.80 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.58-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.51-7.49 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.38-7.34 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.28 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.93-6.92 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.86-6.78 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.80-6.78 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.66 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.71 (s, 6H, 2x CH<sub>3</sub>), 3.50 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.2 (C=O), 168.7 (C=O), 148.4 (C<sub>arom</sub>), 147.4 (C<sub>arom</sub>), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 121.0 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.9 (C<sub>arom</sub>), 111.9 (C<sub>arom</sub>), 56.9 (α-Phg), 55.5 (CH<sub>3</sub>), 55.3 (CH<sub>3</sub>), 41.3 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3274 (w), 1638 (s), 1598 (w), 1535 (m), 1512 (s), 1494 (m), 1464 (w), 1443 (m), 1419 (w), 1366 (w), 1340 (w), 1310 (w), 1262 (m), 1228 (m), 1177 (w), 1155 (m), 1138 (m), 1074 (w), 1027 (m), 963 (w), 907 (w), 860 (w), 818 (w), 793 (w), 755 (s), 733 (s), 713 (m), 693 (vs), 640 (w), 627 (w), 608 (m), 580 (m), 554 (m), 538 (w), 496 (m), 469 (m), 454 (m), 434 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 196-199 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.28 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-2-(2-(2,4-Dimethoxyphenyl)acetamido)-N,2-diphenylacetamid (Schl-38-117)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.76	0.200	-
(2,4-Dimethoxyphenyl)essigsäure	196.20	-	1.0	0.76	0.149	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.15	0.220	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.15	0.155	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.53	0.154	0.22

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.149 g (0.76 mmol, 1.0 eq) (2,4-Dimethoxyphenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.135 g (0.33 mmol, 43 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 404.17, gef.: 405.22 [M+H]<sup>+</sup> (40), 427.17 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 405.1809, 427.1628, gef.: 405.1814 [M+H]<sup>+</sup>, 427.1634 [M+Na]<sup>+</sup>.

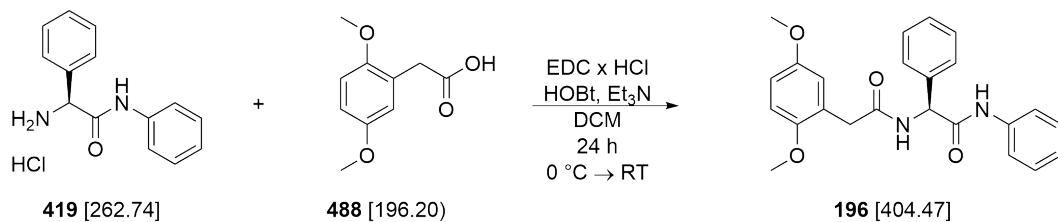
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.33 (s, 1H, NH), 8.40 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Phg-NH), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.49-7.47 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.38-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.28 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.08-7.03 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.53-6.52 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.46-6.44 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.66 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, α-Phg), 3.74 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.72 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.47 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.2 (C=O), 168.7 (C=O), 159.4 (C<sub>arom</sub>), 158.0 (C<sub>arom</sub>), 138.6 (C<sub>arom</sub>), 138.5 (C<sub>arom</sub>), 131.0 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 127.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 119.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 116.5 (C<sub>arom</sub>), 104.4 (C<sub>arom</sub>), 98.3 (C<sub>arom</sub>), 56.8 (α-Phg), 55.3 (CH<sub>3</sub>), 55.1 (CH<sub>3</sub>), 35.9 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3327 (w), 3261 (w), 1687 (w), 1639 (vs), 1614 (s), 1598 (s), 1547 (s), 1523 (s), 1506 (vs), 1494 (vs), 1463 (m), 1443 (vs), 1419 (m), 1375 (m), 1331 (m), 1289 (m), 1264 (s), 1241 (m), 1207 (vs), 1177 (m), 1155 (vs), 1130 (s), 1033 (s), 1004 (w), 932 (w), 905 (m), 838 (m), 793 (m), 752 (vs), 728 (s), 716 (s), 692 (vs), 633 (s), 605 (m), 592 (m), 559 (m), 511 (m), 493 (s), 461 (m), 408 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 142-145 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.38 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-2-(2-(2,5-Dimethoxyphenyl)acetamido)-N,2-diphenylacetamid (Schl-38-118)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.76	0.200	-
(2,5-Dimethoxyphenyl)essigsäure	196.20	-	1.0	0.76	0.149	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.15	0.220	-
HOEt	135.12	-	1.5	1.15	0.155	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.53	0.154	0.22

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.149 g (0.76 mmol, 1.0 eq) (2,5-Dimethoxyphenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.089 g (0.22 mmol, 29 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 404.17, gef.: 405.24 [M+H]<sup>+</sup> (30), 427.19 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 405.1809, 427.1628, gef.: 405.1812 [M+H]<sup>+</sup>, 427.1636 [M+Na]<sup>+</sup>.

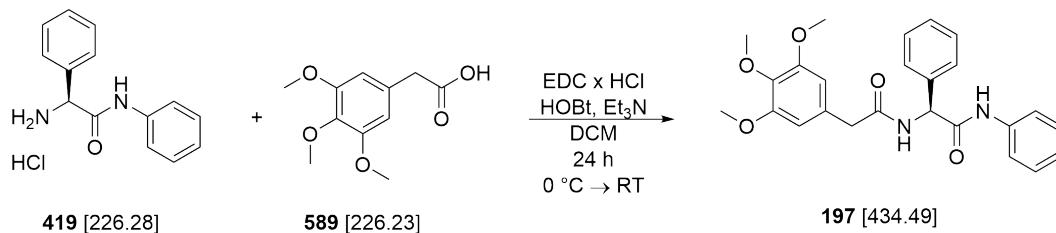
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.34 (s, 1H, NH), 8.57 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, NH), 7.59-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.49 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.36 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.28 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.88-6.86 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.82-6.81 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.77-6.75 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.67 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.68 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.66 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.54-3.53 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 169.8 (C=O), 168.7 (C=O), 152.9 (C<sub>arom</sub>), 151.3 (C<sub>arom</sub>), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.4 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.6 (C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 116.7 (C<sub>arom</sub>), 112.1 (C<sub>arom</sub>), 111.7 (C<sub>arom</sub>), 56.9 ( $\alpha$ -Phg), 55.9 (CH<sub>3</sub>), 55.3 (CH<sub>3</sub>), 36.5 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3280 (w), 2928 (w), 2833 (w), 1667 (w), 1643 (vs), 1598 (w), 1524 (s), 1501 (s), 1463 (w), 1444 (m), 1429 (m), 1399 (w), 1369 (m), 1327 (w), 1310 (w), 1284 (w), 1230 (vs), 1177 (m), 1158 (w), 1127 (w), 1075 (w), 1053 (m), 1027 (m), 958 (w), 935 (w), 921 (w), 902 (w), 873 (w), 806 (w), 791 (w), 748 (s), 712 (s), 691 (s), 646 (w), 592 (m), 574 (w), 544 (w), 505 (w), 489 (w), 446 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 193 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.40 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-N,2-Diphenyl-2-(2-(3,4,5-trimethoxyphenyl)acetamido)acetamid (Schl-38-119)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.28	-	1.0	1.33	0.349	-
2-(3,4,5-Trimethoxyphenyl)essigsäure	180.20	-	1.0	1.33	0.301	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	2.00	0.383	-
HOBT	135.12	-	1.5	2.00	0.270	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.66	0.269	0.37

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.349 g (1.33 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.301 g (1.33 mmol, 1.0 eq) 2-(3,4,5-Trimethoxyphenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.324 g (0.83 mmol, 62 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ber.: 434.18, gef.: 435.34 [M+H]<sup>+</sup> (85), 457.20 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ber.: 435.1914, 457.1734, gef.: 435.1913 [M+H]<sup>+</sup>, 457.1743 [M+Na]<sup>+</sup>.

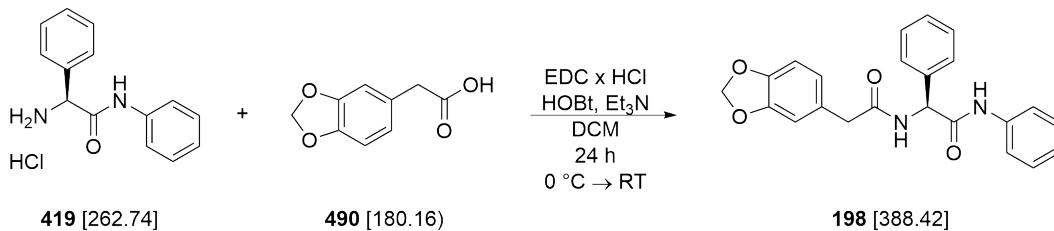
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.35 (s, 1H, NH), 8.88 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.59-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.52-7.50 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.36 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.28 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.61 (s, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.67 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg), 3.73 (s, 6H, 2x CH<sub>3</sub>), 3.62 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.51 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 169.9 (C=O), 168.7 (C=O), 152.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 136.1 (C<sub>arom</sub>), 132.0 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 106.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 59.9 (CH<sub>3</sub>), 56.9 (α-Phg), 55.7 (2C, CH<sub>3</sub>), 42.0 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3344 (w), 3265 (w), 3198 (w), 2937 (w), 2836 (w), 1637 (s), 1590 (m), 1524 (m), 1505 (m), 1493 (m), 1443 (m), 1421 (m), 1376 (w), 1327 (m), 1234 (m), 1175 (w), 1149 (w), 1124 (vs), 1077 (w), 1004 (w), 751 (m), 723 (m), 691 (s), 605 (w), 566 (w), 491 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 162 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.39 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-2-(2-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)acetamido)-N,2-diphenylacetamid (Schl-38-120)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.76	0.200	-
2-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)essigsäure	180.20	-	1.0	0.76	0.137	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.15	0.220	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.15	0.155	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.53	0.154	0.22

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.137 g (0.76 mmol, 1.0 eq) 2-(Benzo[d][1,3]dioxol-5-yl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → DCM/MeOH 50:1) gereinigt. Es konnten 0.054 g (0.14 mmol, 18 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 388.14, gef.: 389.17 [M+H]<sup>+</sup> (40), 411.14 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 389.1496, 411.1299, gef.: 389.1492 [M+H]<sup>+</sup>, 411.1319 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.33 (s, 1H, NH), 8.80 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.27 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.85 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.82-6.80 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.74-6.72 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.96-5.95 (m, 2H, O-CH<sub>2</sub>-O), 5.64 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg), 3.49 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

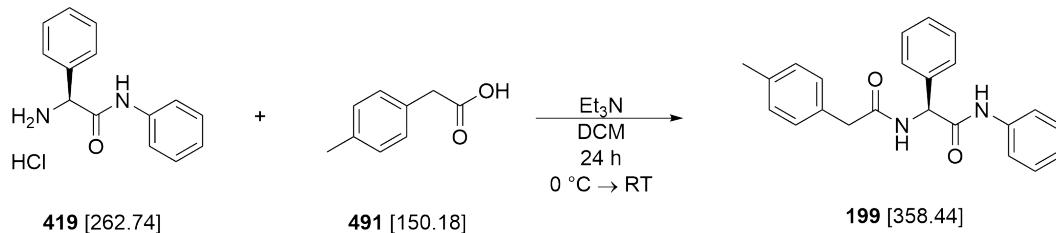
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.1 (C=O), 168.7 (C=O), 147.0 (C<sub>arom</sub>), 145.7 (C<sub>arom</sub>), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 129.9 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 122.0 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 109.4 (C<sub>arom</sub>), 107.9 (C<sub>arom</sub>), 100.6 (O-CH<sub>2</sub>-O), 56.9 (α-Phg), 41.2 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3306 (m), 2918 (w), 1661 (m), 1639 (vs), 1598 (m), 1523 (s), 1501 (vs), 1487 (s), 1444 (vs), 1413 (m), 1372 (m), 1360 (m), 1332 (m), 1310 (w), 1291 (w), 1250 (vs), 1180 (s), 1101 (w), 1074 (w), 1035 (s), 1007 (w), 945 (w), 927 (m), 908 (w), 860 (w), 812 (w), 789 (w), 780 (m), 755 (s), 742 (s), 722 (s), 695 (vs), 645 (m), 618 (m), 590 (m), 573 (m), 549 (w), 536 (w), 502 (m), 490 (s), 443 (m), 423 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 219-221 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.53 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

### (S)-N,2-Diphenyl-2-(2-(*p*-tolyl)acetamido)acetamid (Schl-38-121)



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	1.12	0.294	-
p-Tolylessigsäure	150.18	-	1.0	1.12	0.168	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.68	0.322	-
HOBt	135.12	-	1.5	1.68	0.227	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.24	0.227	0.31

## **Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.294 g (1.12 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.168 g (1.12 mmol, 1.0 eq) *p*-Tolylessigsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 61 min) gereinigt. Es konnten 0.170 g (0.47 mmol, 42 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 358.17, gef.: 359.18 [M+H]<sup>+</sup> (50), 381.13 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 359.1754, 381.1573, gef.: 359.1761 [M+H]<sup>+</sup>, 381.1579 [M+Na]<sup>+</sup>.

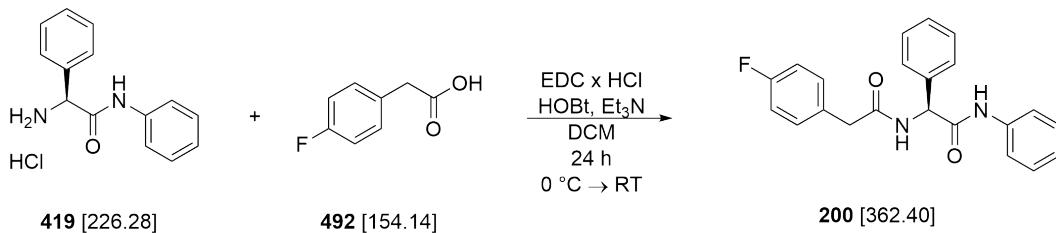
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.33 (s, 1H, NH), 8.81 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.38-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.27 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.17-7.15 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.13-7.03 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 5.65 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg), 3.53 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.25 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.1 ( $C=O$ ), 168.7 ( $C=O$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 138.2 ( $C_{arom}$ ), 135.2 ( $C_{arom}$ ), 133.2 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 ( $C_{arom}$ ), 127.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 119.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 56.9 ( $\alpha\text{-Phg}$ ), 41.3 (CH<sub>2</sub>), 20.6 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3331 (w), 3299 (w), 1667 (w), 1644 (vs), 1598 (m), 1532 (m), 1519 (s), 1496 (m), 1445 (m), 1424 (w), 1361 (m), 1314 (w), 1239 (m), 1210 (w), 1196 (w), 1173 (w), 1160 (m), 773 (m), 753 (s), 737 (m), 713 (m), 703 (s), 690 (m), 670 (m), 588 (s), 546 (w), 526 (w), 504 (m), 482 (w), 436 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 227-30 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.26 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-2-(2-(4-Fluorphenyl)acetamido)-N,2-diphenylacetamid (Schl-38-122)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.28	-	1.0	1.33	0.349	-
2-(4-Fluorophenyl)essigsäure	154.14	-	1.0	1.33	0.205	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	2.00	0.383	-
HOBT	135.12	-	1.5	2.00	0.270	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.66	0.269	0.37

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.349 g (1.33 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.205 g (1.33 mmol, 1.0 eq) 2-(4-Fluorophenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.239 g (0.66 mmol, 50 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 362.14, gef.: 363.20 [M+H]<sup>+</sup> (30), 385.14 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 363.1503, 385.1323, gef.: 363.1498 [M+H]<sup>+</sup>, 385.1330 [M+Na]<sup>+</sup>.

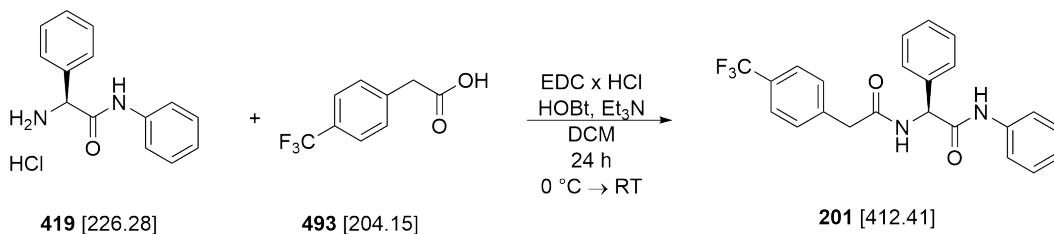
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.34 (s, 1H, NH), 8.88 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.3-7.27 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.12-7.09 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.64 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, α-Phg), 3.59 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 169.90 (C=O), 168.6 (C=O), 161.0 (d, <sup>1</sup>J = 241.8 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.1 (C<sub>arom</sub>), 132.5 (d, <sup>4</sup>J = 3.0 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 130.8 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 114.8 (d, <sup>2</sup>J = 21.1 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 57.0 (α-Phg), 40.7 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3290 (w), 1663 (m), 1635 (vs), 1599 (m), 1531 (s), 1505 (s), 1444 (m), 1368 (w), 1224 (m), 1153 (m), 824 (w), 800 (w), 750 (m), 691 (s), 639 (w), 557 (w), 520 (m), 490 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 223 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.66 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-N,2-Diphenyl-2-(2-(4-(trifluormethyl)phenyl)acetamido)acetamido (Schl-38-123)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.28	-	1.0	0.76	0.200	-
2-(4-(Trifluormethyl)phenyl)essigsäure	204.15	-	1.0	0.76	0.155	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.14	0.218	-
HOEt	135.12	-	1.5	1.14	0.154	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.52	0.153	0.21

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) *H-L-Phg-A · HCl* und 0.155 g (0.76 mmol, 1.0 eq) 2-(4-(Trifluormethyl)phenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.236 g (0.57 mmol, 75 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 412.14, gef.: 413.14 [M+H]<sup>+</sup> (30), 435.41 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 413.1471, 435.1315, gef.: 413.1461 [M+H]<sup>+</sup>, 435.1292 [M+Na]<sup>+</sup>.

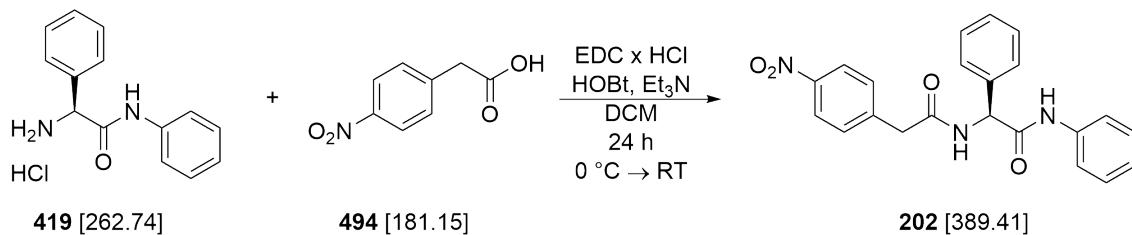
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.34 (s, 1H, NH), 8.99 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 7.66-7.64 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.51-7.49 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.36 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.27 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.65 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, α-Phg), 3.72 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 169.3 (C=O), 168.6 (C=O), 141.2 (d, <sup>4</sup>J = 1.6 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.0 (C<sub>arom</sub>), 129.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.1 (d, <sup>2</sup>J = 31.7 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 124.9 (q, <sup>3</sup>J = 3.8 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 124.4 (q, <sup>1</sup>J = 271.9 Hz, CF<sub>arom</sub>), 123.3 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (C<sub>arom</sub>), 57.1 (α-Phg), 41.3 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3328 (w), 3292 (w), 1650 (s), 1599 (w), 1523 (s), 1494 (m), 1444 (m), 1419 (w), 1364 (w), 1320 (s), 1240 (w), 1166 (s), 1120 (vs), 1065 (s), 1020 (w), 867 (w), 839 (w), 820 (w), 779 (w), 753 (s), 729 (s), 691 (s), 645 (w), 623 (w), 597 (w), 570 (s), 500 (w), 486 (w), 465 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 222 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.30 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-2-(2-(4-Nitrophenyl)acetamido)-N,2-diphenylacetamid (Schl-38-124)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	1.00	0.226	-
(4-Nitrophenyl)essigsäure	181.15	-	1.0	1.00	0.181	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.50	0.288	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.50	0.203	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.00	0.203	0.28

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.226 g (1.00 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.181 g (1.00 mmol, 1.0 eq) (4-Nitrophenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.194 g (0.50 mmol, 50 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 389.14, gef.: 390.13 [M+H]<sup>+</sup> (25), 412.10 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 390.1448, 412.1268, gef.: 390.1440 [M+H]<sup>+</sup>, 412.1264 [M+Na]<sup>+</sup>.

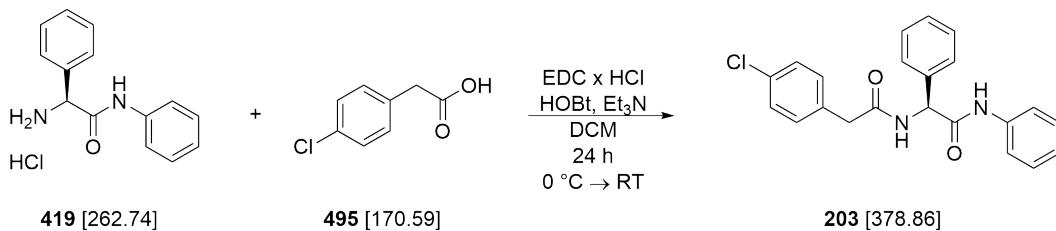
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.35 (s, 1H, NH), 9.04 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 8.18-8.16 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.55 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.51-7.49 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.33 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.27 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.04 (t, <sup>3</sup>J = 7.4 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.65 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, α-Phg), 3.78 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.9 ( $C=O$ ), 168.5 ( $C=O$ ), 146.2 ( $C_{arom}$ ), 144.4 ( $C_{arom}$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 138.0 ( $C_{arom}$ ), 130.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.8 ( $C_{arom}$ ), 127.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 123.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 119.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.1 ( $\alpha$ -Phg), 41.3 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3328 (w), 3294 (m), 1669 (w), 1650 (vs), 1598 (m), 1514 (vs), 1495 (s), 1444 (s), 1419 (m), 1362 (m), 1341 (vs), 1314 (m), 1238 (m), 1201 (m), 1172 (m), 1104 (w), 876 (w), 860 (w), 817 (w), 753 (s), 735 (s), 704 (vs), 689 (vs), 668 (m), 654 (m), 630 (m), 573 (vs), 518 (w), 492 (m), 468 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 227 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.20 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**((S)-2-(2-(4-Chlorophenyl)acetamido)-N,2-diphenylacetamid (Schl-38-125)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	0.76	0.200	-
(4-Chlorophenyl)essigsäure	170.59	-	1.0	0.76	0.130	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.15	0.220	-
HOEt	135.12	-	1.5	1.15	0.155	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.53	0.154	0.22

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.130 g (0.76 mmol, 1.0 eq) (4-Chlorophenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 20:1) gereinigt. Es konnten 0.139 g (0.37 mmol, 49 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 378.11, gef.: 379.15 [M+H]<sup>+</sup> (50), 401.15 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>ClN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 379.1208, 401.1027, gef.: 379.1199 [M+H]<sup>+</sup>, 401.1026 [M+Na]<sup>+</sup>.

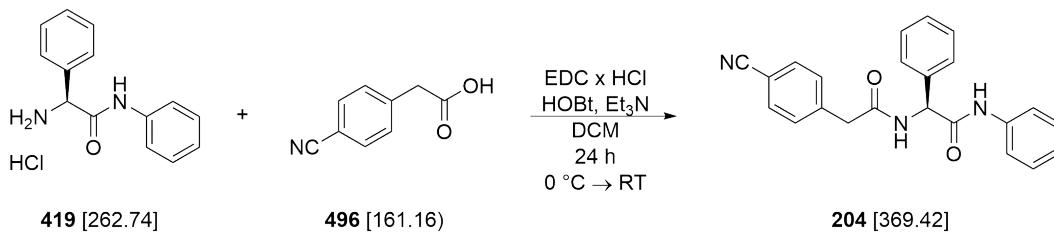
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.34 (s, 1H, NH), 8.91 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.27 (m, 9H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.64 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.60-3.58 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 169.6 ( $C=O$ ), 168.6 ( $C=O$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 138.1 ( $C_{arom}$ ), 135.3 ( $C_{arom}$ ), 131.0 ( $C_{arom}$ ), 130.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.8 ( $C_{arom}$ ), 127.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 119.13 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.0 ( $\alpha$ -Phg), 40.8 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3284 (m), 1638 (vs), 1596 (s), 1525 (vs), 1491 (vs), 1443 (s), 1407 (m), 1364 (s), 1233 (s), 1198 (m), 1176 (m), 1088 (s), 1015 (m), 954 (m), 859 (w), 805 (s), 749 (vs), 720 (vs), 691 (vs), 678 (vs), 630 (s), 574 (vs), 518 (m), 497 (s), 472 (m), 438 (m), 415 (s) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 227 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.21 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-2-(2-(4-Cyanphenyl)acetamido)-N,2-diphenylacetamid (Schl-38-126)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H-L-Phg-A · HCl</i>	262.74	-	1.0	0.76	0.200	-
(4-Cyanphenyl)essigsäure	161.16	-	1.0	0.76	0.123	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.15	0.220	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.15	0.155	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.53	0.154	0.22

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) *H-L-Phg-A · HCl* und 0.123 g (0.76 mmol, 1.0 eq) (4-Cyanphenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → DCM/MeOH 100:1) gereinigt. Es konnten 0.060 g (0.16 mmol, 21 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 369.15, gef.: 370.21 [M+H]<sup>+</sup> (50), 392.17 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 370.1590, 392.1369, gef.: 370.1552 [M+H]<sup>+</sup>, 392.1361 [M+Na]<sup>+</sup>.

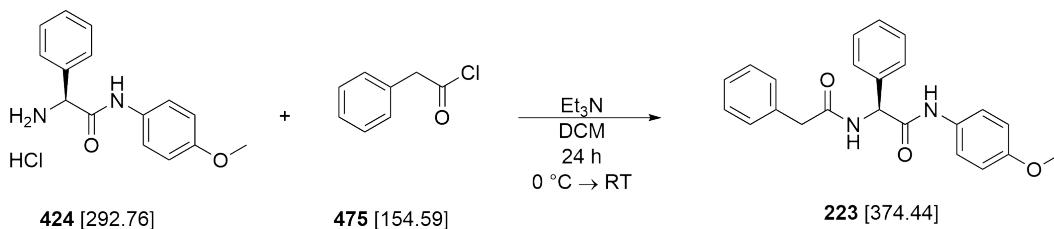
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.34 (s, 1H, NH), 8.99 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 7.77-7.75 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.47 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.36 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.28 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.64 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, α-Phg), 3.72 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 169.0 (C=O), 168.5 (C=O), 142.2 (C<sub>arom</sub>), 138.6 (C<sub>arom</sub>), 138.0 (C<sub>arom</sub>), 132.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 130.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 118.9 (C<sub>arom</sub>), 109.2 (CN), 57.1 (α-Phg), 41.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3328 (w), 3300 (w), 2227 (w), 1669 (w), 1647 (vs), 1599 (m), 1520 (s), 1495 (m), 1444 (m), 1416 (w), 1363 (m), 1240 (m), 1198 (w), 1171 (m), 870 (w), 822 (w), 776 (w), 753 (s), 733 (s), 703 (s), 689 (s), 580 (s), 554 (s), 518 (w), 495 (w), 481 (w), 449 (w), 412 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 210-212 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.40 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-N-(4-Methoxyphenyl)-2-phenyl-2-(2-phenylacetamido)acetamid (Schl-38-127)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl	292.31	-	1.0	1.29	0.377	-
2-Phenylacetylchlorid	154.59	-	1.0	1.29	0.200	0.17
Triethylamin	101.29	0.726	1.5	1.94	0.196	0.27

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.377 g (1.29 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl und 0.17 mL (1.29 mmol, 1.0 eq) 2-Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.345 g (0.92 mmol, 71 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 374.16, gef.: 375.21 [M+H]<sup>+</sup> (50), 397.17 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 375.1703, 397.1523, gef.: 375.1693 [M+H]<sup>+</sup>, 397.1524 [M+Na]<sup>+</sup>.

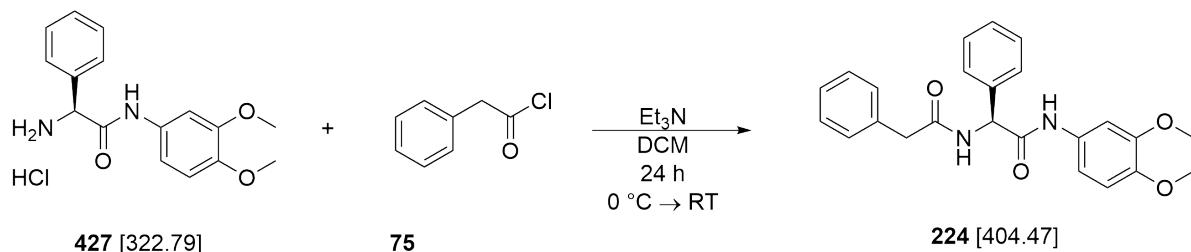
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.21 (s, 1H, NH), 8.83 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Phg-NH), 7.49-7.47 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.38-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.27 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.19 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.88-6.86 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.62 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, α-Phg), 3.70 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.59 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 169.9 ( $C=O$ ), 168.1 ( $C=O$ ), 155.4 ( $C_{arom}$ ), 138.4 ( $C_{arom}$ ), 136.3 ( $C_{arom}$ ), 131.8 ( $C_{arom}$ ), 129.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.6 ( $C_{arom}$ ), 127.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.2 ( $C_{arom}$ ), 120.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 113.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 56.8 ( $\alpha$ -Phg), 55.1 (CH<sub>3</sub>), 41.7 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3296 (w), 2967 (w), 1681 (w), 1636 (vs), 1539 (m), 1509 (vs), 1495 (m), 1464 (w), 1453 (w), 1413 (w), 1373 (w), 1303 (w), 1246 (s), 1171 (w), 1159 (w), 1031 (w), 828 (s), 803 (w), 763 (w), 731 (s), 719 (s), 696 (s), 647 (w), 547 (w), 526 (m), 507 (m), 494 (w), 469 (w), 450 (w), 439 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 210 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.27 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(3,4-Dimethoxyphenyl)-2-phenyl-2-(2-phenylacetamido)acetamid (Schl-38-128)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(3,4-Dimethoxy)A · HCl	322.79	-	1.0	0.62	0.200	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.17	1.0	0.62	0.096	0.09
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.200 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(3,4-Dimethoxy)A · HCl und 0.09 mL (0.62 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 1:1) gereinigt. Es konnten 0.020 g (0.05 mmol, 8 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 404.17, gef.: 405.17 [M+H]<sup>+</sup> (60), 427.15 [M+Na]<sup>+</sup> (60).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 405.1809, 427.1628, gef.: 405.1818 [M+H]<sup>+</sup>, 427.1643 [M+Na]<sup>+</sup>.

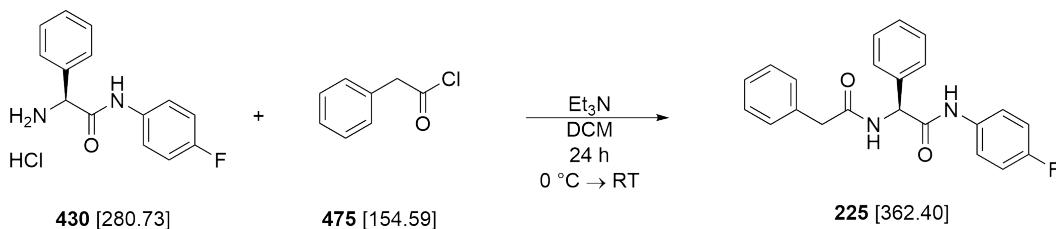
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.21 (s, 1H, NH), 8.82 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.49-7.47 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.38-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.27 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.21-7.20 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.08 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.88-6.86 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.60 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.70 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.59 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.3 (C=O), 168.6 (C=O), 149.0 (C<sub>arom</sub>), 145.4 (C<sub>arom</sub>), 138.8 (C<sub>arom</sub>), 136.7 (C<sub>arom</sub>), 132.7 (C<sub>arom</sub>), 129.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.7 (C<sub>arom</sub>), 112.5 (C<sub>arom</sub>), 111.4 (C<sub>arom</sub>), 104.7 (C<sub>arom</sub>), 57.4 (α-Phg), 56.1 (CH<sub>3</sub>), 55.7 (CH<sub>3</sub>), 42.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3263 (w), 1661 (w), 1638 (s), 1602 (w), 1513 (s), 1495 (w), 1464 (w), 1451 (w), 1406 (m), 1368 (w), 1330 (w), 1261 (m), 1236 (s), 1222 (m), 1195 (w), 1154 (w), 1131 (m), 1023 (m), 848 (w), 798 (w), 738 (w), 694 (vs), 635 (w), 614 (w), 600 (w), 559 (m), 489 (w), 451 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 198 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.49 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(4-Fluorphenyl)-2-phenyl-2-(2-phenylacetamido)acetamid (Schl-38-129)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-(4-F)A · HCl	280.73	-	1.0	1.29	0.361	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.169	1.0	1.29	0.200	0.17
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.94	0.196	0.27

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.361 g (1.29 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-(4-F)A · HCl und 0.17 mL (1.29 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.281 g (0.78 mmol, 60 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 362.14, gef.: 363.24 [M+H]<sup>+</sup> (50), 385.13 [M+Na]<sup>+</sup> (80).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 363.1503, 385.1323, gef.: 363.1501 [M+H]<sup>+</sup>, 385.1333 [M+Na]<sup>+</sup>.

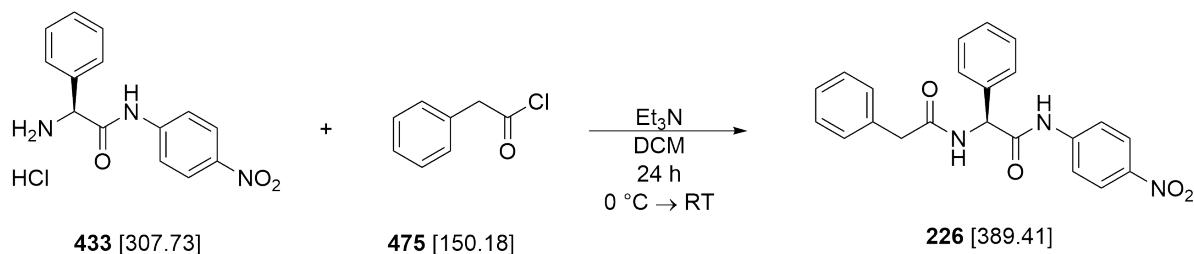
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.40 (s, 1H, NH), 8.87 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.61-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.47 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.27 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.19 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.15-7.11 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.62 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, α-Phg), 3.59 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.0 (C=O), 168.6 (C=O), 158.1 (d, <sup>1</sup>J = 240.2 Hz, 1C, *C<sub>arom</sub>*), 138.1 (*C<sub>arom</sub>*), 136.3 (*C<sub>arom</sub>*), 135.1 (d, <sup>4</sup>J = 2.6 Hz, 1C, *C<sub>arom</sub>*), 129.0 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.1 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.8 (*C<sub>arom</sub>*), 127.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 126.3 (*C<sub>arom</sub>*), 120.9 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 2C, *C<sub>arom</sub>*), 115.3 (d, <sup>2</sup>J = 22.3 Hz, 2C, *C<sub>arom</sub>*), 57.0 (α-Phg), 41.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3271 (w), 1638 (vs), 1531 (m), 1505 (vs), 1453 (w), 1408 (m), 1369 (w), 1345 (w), 1212 (m), 1175 (w), 1156 (w), 834 (m), 809 (w), 762 (w), 729 (m), 694 (vs), 644 (w), 541 (w), 519 (m), 503 (w), 470 (w), 440 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 225-229 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.21 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(4-Nitrophenyl)-2-phenyl-2-(2-phenylacetamido)acetamid (Schl-38-130)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
$H\text{-L-Phg-(4-NO}_2\text{)A} \cdot \text{HCl}$	307.73	-	1.0	0.62	0.168	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.169	1.0	0.62	0.096	0.09
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.168 g (0.62 mmol, 1.0 eq)  $H\text{-L-Phg-(4-NO}_2\text{)A} \cdot \text{HCl}$  und 0.09 mL (0.62 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.166 g (0.43 mmol, 69 %) des Produkts als Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $C_{22}H_{19}N_3O_4S$  ber.: 389.14, gef.: 390.16  $[M+H]^+$  (100), 412.15  $[M+Na]^+$  (80).

**HRMS:** ESI(+) für  $C_{22}H_{19}N_3O_4S$  ber.: 390.1448, 412.1268, gef.: 390.1449  $[M+H]^+$ , 412.1273  $[M+Na]^+$ .

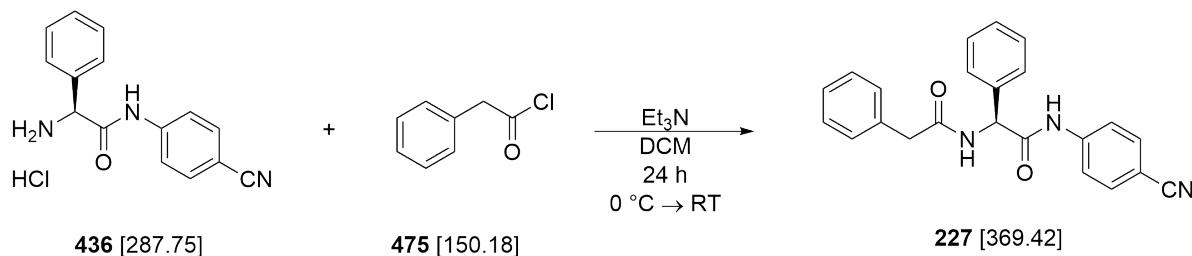
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.93 (s, 1H, NH), 8.95 (d,  $^3J$  = 7.4 Hz, 1H, Phg-NH), 8.22-8.20 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.84-7.82 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.51-7.49 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.41-7.20 (m, 8H, CH<sub>arom</sub>), 5.65 (d,  $^3J$  = 7.4 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.60 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.2 ( $C=O$ ), 169.7 ( $C=O$ ), 144.8 ( $C_{arom}$ ), 142.4 ( $C_{arom}$ ), 137.1 ( $C_{arom}$ ), 136.2 ( $C_{arom}$ ), 129.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 ( $C_{arom}$ ), 127.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.3 ( $C_{arom}$ ), 125.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 119.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.4 ( $\alpha\text{-Phg}$ ), 41.5 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 1707 (w), 1651 (s), 1617 (w), 1596 (w), 1561 (m), 1506 (vs), 1493 (vs), 1452 (w), 1410 (w), 1367 (w), 1333 (s), 1301 (m), 1258 (m), 1233 (w), 1206 (w), 1179 (w), 1164 (m), 1110 (m), 857 (s), 752 (w), 740 (m), 712 (m), 700 (m), 692 (vs), 619 (w), 607 (m), 582 (s), 527 (s), 515 (m), 494 (s), 474 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 246-249 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.15 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(4-Cyanphenyl)-2-phenyl-2-(2-phenylacetamido)acetamid (Schl-38-131)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-CN)A · HCl	287.75	-	1.0	0.62	0.178	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.169	1.0	0.62	0.096	0.09
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.178 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(4-CN)A · HCl und 0.09 mL (0.62 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.206 g (0.56 mmol, 90 %) des Produkts als Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 369.15, gef.: 370.22 [M+H]<sup>+</sup> (80), 392.14 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 370.1550, 392.1369, gef.: 370.1545 [M+H]<sup>+</sup>, 392.1368 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.76 (s, 1H, NH), 8.93 (d, <sup>3</sup>J = 7.5 Hz, 1H, Phg-NH), 7.76 (s, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.37 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.19 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 5.63 (d, <sup>3</sup>J = 7.5 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.59 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

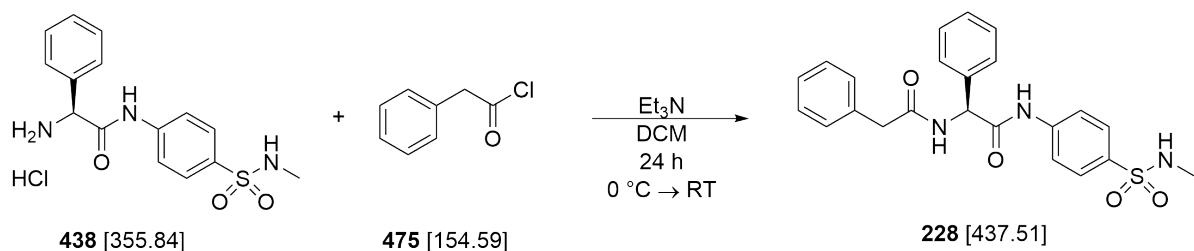
**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.2 ( $C=O$ ), 169.6 ( $C=O$ ), 142.8 ( $C_{arom}$ ), 137.3 ( $C_{arom}$ ), 136.2 ( $C_{arom}$ ), 133.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 129.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.0 ( $C_{arom}$ ), 127.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.3 ( $C_{arom}$ ), 119.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 118.9 ( $C_{arom}$ ), 105.3 (CN), 57.3 ( $\alpha$ -Phg), 41.5 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 2225 (s), 1646 (vs), 1617 (w), 1597 (m), 1535 (vs), 1509 (m), 1498 (w), 1408 (w), 1373 (m), 1251 (w), 1175 (m), 838 (m), 763 (w), 738 (m), 727 (m), 719 (m), 696 (s), 681 (w), 633 (w), 609 (w), 549 (m), 529 (w), 516 (w), 506 (w), 414 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 242 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.15 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(4-(N-Methylsulfamoyl)phenyl)-2-phenyl-2-(2-phenylacetamido)acetamid  
(Schl-38-132)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-(4-SO <sub>2</sub> NH-Me)A · HCl	355.84	-	1.0	0.46	0.162	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.169	1.0	0.46	0.071	0.06
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	0.92	0.093	0.13

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.162 g (0.46 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-(4-SO<sub>2</sub>NH-Me)A · HCl und 0.06 mL (0.46 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 24 min) gereinigt. Es konnten 0.146 g (0.33 mmol, 72 %) des Produkts als Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 437.14, gef.: 438.18 [M+H]<sup>+</sup> (60), 460.18 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 438.1482, 460.1301, gef.: 438.1489 [M+H]<sup>+</sup>, 460.1309 [M+Na]<sup>+</sup>.

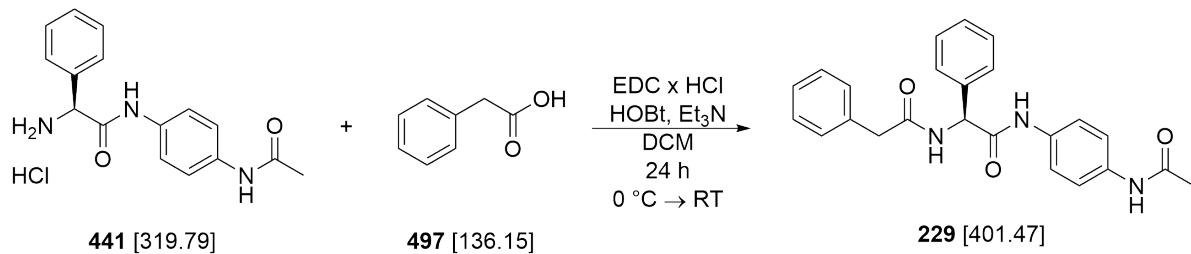
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.71 (s, 1H, NH), 8.90 (d, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 1H, Phg-NH), 7.78-7.76 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.71-7.69 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.51-7.49 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.37 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.28 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>, NH), 7.22-7.20 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.64 (d, <sup>3</sup>J = 7.5 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.59 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.37 (d, <sup>3</sup>J = 5.1 Hz, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.1 ( $C=O$ ), 169.4 ( $C=O$ ), 142.1 ( $C_{arom}$ ), 137.5 ( $C_{arom}$ ), 136.3 ( $C_{arom}$ ), 133.5 ( $C_{arom}$ ), 129.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.0 ( $C_{arom}$ ), 127.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.3 ( $C_{arom}$ ), 119.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.3 ( $\alpha\text{-Phg}$ ), 41.6 (CH<sub>2</sub>), 28.5 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3304 (w), 3263 (w), 1670 (w), 1642 (vs), 1593 (m), 1524 (s), 1494 (m), 1454 (w), 1420 (w), 1403 (m), 1363 (m), 1323 (s), 1250 (w), 1176 (w), 1158 (vs), 1133 (m), 1093 (m), 1064 (m), 838 (w), 828 (m), 731 (s), 696 (vs), 630 (m), 614 (m), 597 (m), 569 (w), 554 (s), 535 (m), 516 (m), 493 (m), 470 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 218-219 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.12 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-N-(4-Acetamidophenyl)-2-phenyl-2-(2-phenylacetamido)acetamid (Schl-38-133)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-NHCO-Me)A · HCl	319.79	-	1.0	0.94	0.300	-
Phenylessigsäure	136.15	-	1.0	0.94	0.128	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.41	0.270	-
HOEt	135.12	-	1.5	1.41	0.191	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.88	0.190	0.26

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.300 g (0.94 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-(4-NHCO-Me)A · HCl und 0.128 g (0.94 mmol, 1.0 eq) Phenyllessigsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 55 min) gereinigt. Es konnten 0.059 g (0.15 mmol, 16 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 401.17, gef.: 402.25 [M+H]<sup>+</sup> (40), 424.17 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 402.1812, 424.1632, gef.: 402.1811 [M+H]<sup>+</sup>, 424.1641 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.26 (s, 1H, NH), 9.83 (s, 1H, NH), 8.83 (d, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg-NH), 7.51-7.44 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.38-7.27 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.19 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.62 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.59 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.00 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

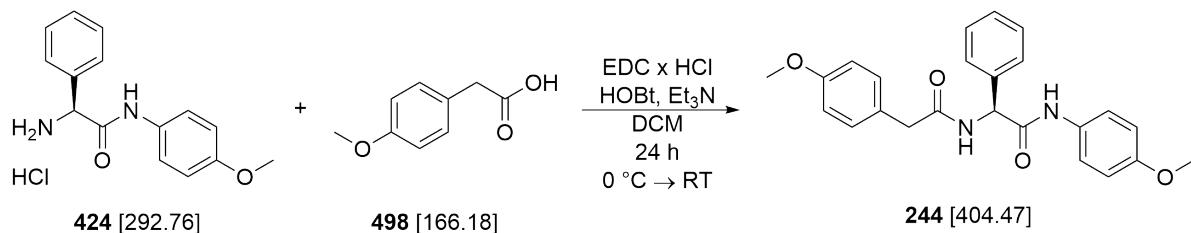
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.5 (C=O), 168.9 (C=O), 168.5 (C=O), 138.9 (C<sub>arom</sub>), 136.9 (C<sub>arom</sub>), 135.7 (C<sub>arom</sub>), 134.4 (C<sub>arom</sub>), 129.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (C<sub>arom</sub>), 127.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.8 (C<sub>arom</sub>), 120.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 57.5 (α-Phg), 42.2 (CH<sub>2</sub>), 24.4 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3292 (m), 1654 (s), 1633 (vs), 1534 (vs), 1512 (s), 1495 (m), 1453 (w), 1437 (w), 1403 (s), 1369 (s), 1340 (w), 1307 (m), 1295 (m), 1245 (m), 1199 (w), 1173 (w), 1162 (w), 1152 (w), 1031 (w), 854 (w), 812 (m), 788 (w), 731 (s), 707 (s), 695 (vs), 637 (m), 626 (w), 602 (m), 590 (m), 544 (m), 527 (m), 501 (m), 472 (w), 463 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 277-278 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.26 (EtOAc).

**(S)-N-(4-Methoxyphenyl)-2-(2-(4-methoxyphenyl)acetamido)-2-phenylacetamid  
(Schl-38-134)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl	292.76	-	1.0	0.62	0.159	-
(4-Methoxyphenyl)essigsäure	166.06	-	1.0	0.62	0.259	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.175	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.126	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.159 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-(4-OMe)A · HCl und 0.259 g (0.62 mmol, 1.0 eq) (4-Methoxyphenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde mehrfach mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 39 min) gereinigt. Es konnten 0.034 g (0.08 mmol, 13 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 404.17, gef.: 405.08 [M+H]<sup>+</sup> (40), 427.15 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 405.1809, 427.1628, gef.: 405.1808 [M+H]<sup>+</sup>, 427.1634 [M+Na]<sup>+</sup>.

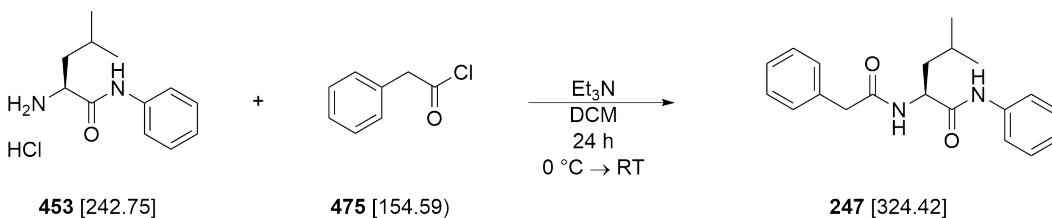
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.20 (s, 1H, NH), 8.76 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 7.48-7.18 (m, 9H, CH<sub>arom</sub>), 6.87-6.83 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 5.61 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.70 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.50 (bs, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.3 (C=O), 168.1 (C=O), 157.8 (C<sub>arom</sub>), 155.4 (C<sub>arom</sub>), 138.5 (C<sub>arom</sub>), 131.8 (C<sub>arom</sub>), 130.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 56.8 ( $\alpha$ -Phg), 55.1 (CH<sub>3</sub>), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 40.8 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3283 (m), 1661 (m), 1633 (vs), 1612 (m), 1586 (w), 1530 (vs), 1510 (vs), 1462 (m), 1438 (m), 1411 (m), 1377 (m), 1301 (m), 1245 (vs), 1198 (w), 1176 (s), 1151 (s), 1107 (m), 1031 (s), 825 (vs), 800 (m), 790 (s), 746 (m), 708 (s), 698 (vs), 685 (s), 621 (m), 588 (w), 544 (vs), 520 (m), 505 (s), 418 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 235-237 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.08 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**((S)-4-Methyl-N-phenyl-2-(2-phenylacetamido)pentanamid (Schl-38-165)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Leu-A · HCl	242.29	-	1.0	0.83	0.200	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.169	1.0	0.83	0.128	0.11
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.66	0.168	0.23

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.200 g (0.83 mmol, 1.0 eq) H-L-Leu-A · HCl und 0.11 mL (0.83 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 90 % EtOAc in 65 min) gereinigt. Es konnten 0.089 g (0.27 mmol, 33 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 324.18, gef.: 325.28 [M+H]<sup>+</sup> (35), 347.25 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 325.1911, 347.1730, gef.: 325.1908 [M+H]<sup>+</sup>, 347.1732 [M+Na]<sup>+</sup>.

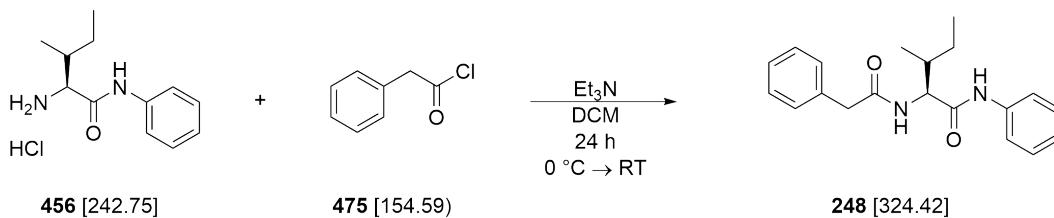
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.02 (s, 1H, NH), 8.33 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Leu-NH), 7.60-7.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.19 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 7.05-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.48-4.44 (m, 1H,  $\alpha$ -Leu), 3.53-3.46 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.6-1.49 (m, 3H,  $\beta$ -Leu,  $\gamma$ -Leu), 0.91-0.85 (m, 6H,  $\delta$ -Leu) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.2 ( $C=O$ ), 170.1 ( $C=O$ ), 138.9 ( $C_{arom}$ ), 136.4 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.2 ( $C_{arom}$ ), 123.2 ( $C_{arom}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 51.9 ( $\alpha$ -Leu), 41.9 (CH<sub>2</sub>), 41.0 ( $\beta$ -Leu), 24.3 ( $\gamma$ -Leu), 22.9 ( $\delta$ -Leu), 21.6 ( $\delta$ -Leu) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3260 (w), 3198 (w), 3140 (w), 3085 (w), 3062 (w), 2956 (w), 2926 (w), 2868 (w), 1677 (w), 1642 (vs), 1620 (m), 1601 (s), 1550 (vs), 1467 (s), 1445 (s), 1385 (w), 1367 (w), 1355 (w), 1341 (w), 1309 (s), 1250 (s), 1165 (m), 1139 (w), 1029 (w), 968 (w), 753 (s), 728 (s), 689 (vs), 590 (m), 524 (m), 512 (w), 498 (w), 470 (w), 454 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 177 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.30 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(2S,3R)-3-Methyl-N-phenyl-2-(2-phenylacetamido)pentanamid (Schl-38-166)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Ile-A · HCl	242.29	-	1.0	0.83	0.200	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.169	1.0	0.83	0.128	0.11
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.66	0.168	0.23

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.200 g (0.83 mmol, 1.0 eq) H-L-Ile-A · HCl und 0.11 mL (0.83 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 90 % EtOAc in 51 min) gereinigt. Es konnten 0.059 g (0.18 mmol, 22 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 324.18, gef.: 325.28 [M+H]<sup>+</sup> (30), 347.23 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 325.1911, 347.1730, gef.: 325.1898 [M+H]<sup>+</sup>, 347.1722 [M+Na]<sup>+</sup>.

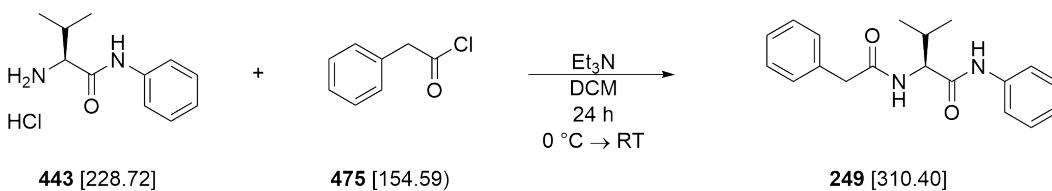
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.06 (s, 1H, NH), 8.26 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 1H, Ile-NH), 7.61-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.19 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.33 (t, <sup>3</sup>J = 8.4 Hz, 1H,  $\alpha$ -Ile), 3.58-3.47 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.82-1.77 (m, 1H,  $\beta$ -Ile), 1.50-1.46 (m, 1H,  $\gamma$ -Ile), 1.18-1.11 (m, 1H,  $\gamma$ -Ile), 0.87-0.80 (m, 6H, 2x Ile-CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.3 ( $C=O$ ), 170.1 ( $C=O$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 136.6 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.2 ( $C_{arom}$ ), 123.3 ( $C_{arom}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.5 ( $\alpha$ -Ile), 41.9 ( $CH_2$ ), 36.8 ( $\beta$ -Ile), 24.4 ( $\gamma$ -Ile), 15.3 (*iso*-Ile-CH<sub>3</sub>), 10.7 ( $\delta$ -Ile) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3290 (w), 2960 (w), 2930 (w), 2874 (w), 1661 (w), 1641 (vs), 1599 (m), 1531 (s), 1497 (m), 1445 (m), 1411 (w), 1373 (m), 1352 (w), 1311 (w), 1240 (m), 1197 (w), 114 (w), 1075 (w), 902 (w), 785 (w), 757 (m), 739 (m), 697 (vs), 691 (vs), 610 (w), 568 (m), 508 (w), 495 (w), 458 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 205 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.26 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-3-Methyl-N-phenyl-2-(2-phenylacetamido)butanamid (Schl-38-167)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-A · HCl	228.26	-	1.0	0.88	0.200	-
Phenylacetylchlorid	154.49	-	1.0	0.88	0.136	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.76	0.178	0.25

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.200 g (0.88 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-A · HCl und 0.136 g (0.76 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 43 min) gereinigt. Es konnten 0.070 g (0.23 mmol, 26 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 310.17, gef.: 311.26  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (30), 333.23  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 311.1754, 333.1573, gef.: 311.1748  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 333.1575  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

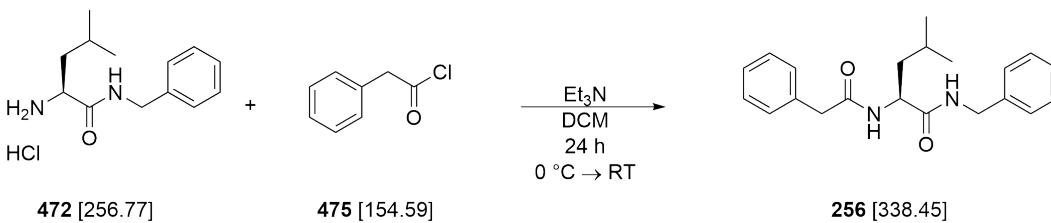
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 10.05$  (s, 1H, NH), 8.23 (d,  $^3\text{J} = 8.8$  Hz, 1H, Val-NH), 7.6-7.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.19 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.33-4.29 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 3.60-3.48 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.04-1.99 (m,  $\beta$ -Val), 0.89-0.88 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.2 ( $C=O$ ), 170.2 ( $C=O$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 136.6 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.2 ( $C_{arom}$ ), 123.3 ( $C_{arom}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 58.5 ( $\alpha$ -Val), 41.9 (CH<sub>2</sub>), 30.8 ( $\beta$ -Val), 19.1 ( $\gamma$ -Val), 18.3 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3281 (w), 2926 (w), 2925 (w), 1639 (vs), 1599 (m), 1531 (vs), 1495 (m), 1467 (w), 1444 (m), 1376 (m), 1351 (w), 1309 (w), 1277 (w), 1237 (m), 1199 (w), 1168 (w), 1141 (w), 1071 (w), 759 (m), 692 (vs), 612 (w), 580 (w), 550 (w), 513 (w), 488 (w), 476 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 214 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.21 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-N-Benzyl-4-methyl-2-(2-phenylacetamido)pentanamid (Schl-38-177)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Leu-BA · HCl	256.32	-	1.0	0.76	0.195	-
Phenylacetylchlorid	154.59	-	1.0	0.76	0.117	0.10
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	1.14	0.115	0.16

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.195 g (0.76 mmol, 1.0 eq) H-L-Leu-BA · HCl und 0.10 mL (0.76 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.209 g (0.62 mmol, 82 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 338.20, gef.: 339.25  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (60), 361.24  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 339.2067, 361.1884, gef.: 339.2060  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 361.1893  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

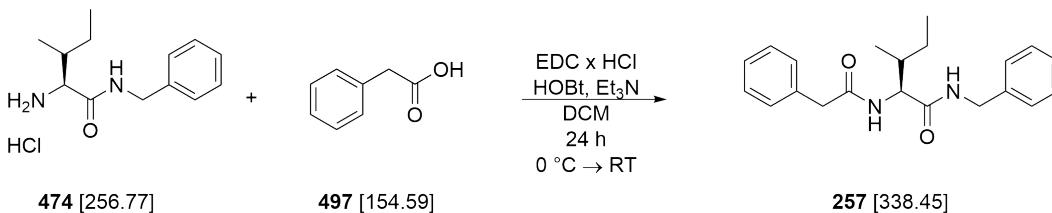
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.46 (t,  $^3\text{J}$  = 5.9 Hz, 1H, NH), 8.23 (d,  $^3\text{J}$  = 8.3 Hz, 1H, Leu-NH), 7.32-7.19 (m, 10H, CH<sub>arom</sub>), 4.38-4.31 (m, 1H,  $\alpha$ -Leu), 4.28-4.22 (m, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 3.48 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.61-1.53 (m, 1H,  $\gamma$ -Leu), 1.51-1.44 (m, 2H,  $\beta$ -Leu), 0.88-0.87 (m, 3H,  $\delta$ -Leu), 0.81-0.80 (m, 3H,  $\delta$ -Leu) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 172.2 ( $C=O$ ), 170.1 ( $C=O$ ), 139.4 ( $C_{arom}$ ), 136.6 ( $C_{arom}$ ), 129.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.7 ( $C_{arom}$ ), 126.3 ( $C_{arom}$ ), 51.1 ( $\alpha$ -Leu), 42.2 (CH<sub>2</sub>), 42.0 (CH<sub>2</sub>), 41.1 ( $\beta$ -Leu), 24.3 ( $\gamma$ -Leu), 23.0 ( $\delta$ -Leu), 21.6 ( $\delta$ -Leu) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3273 (m), 3061 (w), 3031 (w), 2951 (w), 2931 (w), 2868 (w), 1633 (vs), 1538 (s), 1494 (m), 1453 (w), 1436 (w), 1385 (w), 1351 (w), 1280 (w), 1248 (w), 1219 (w), 1158 (w), 1029 (w), 722 (m), 693 (vs), 622 (w), 602 (w), 526 (w), 481 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 125-130 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.33 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(2S,3R)-N-Benzyl-3-methyl-2-(2-phenylacetamido)pentanamid (Schl-38-178)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Ile-BA · HCl	256.32	-	1.0	0.76	0.195	-
Phenylacetylchlorid	154.59	-	1.0	0.76	0.117	0.10
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	1.14	0.115	0.16

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.195 g (0.76 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Ile-BA · HCl und 0.10 mL (0.76 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.155 g (0.46 mmol, 61 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 338.20, gef.: 339.23 [M+H]<sup>+</sup> (30), 361.19 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 339.2040, 361.1886, gef.: 339.2058 [M+H]<sup>+</sup>, 361.1882 [M+Na]<sup>+</sup>.

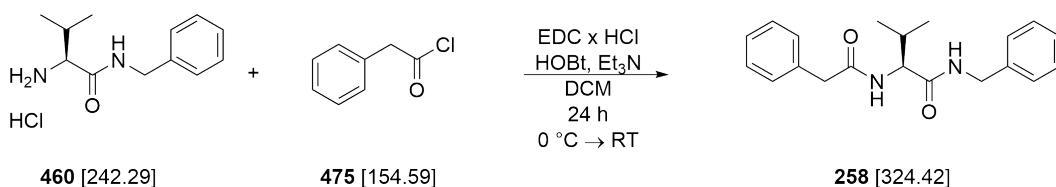
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.47 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 8.09 (d, <sup>3</sup>J = 8.9 Hz, 1H, Ile-NH), 7.30-7.20 (m, 10H, CH<sub>arom</sub>), 4.27 (d, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 4.20 (dd, J = 8.9, 7.7 Hz, 1H,  $\alpha$ -Ile), 3.55-3.45 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.77-1.72 (m, 1H,  $\beta$ -Ile), 1.41 (m, 1H,  $\gamma$ -Ile), 1.07 (m, 1H,  $\gamma$ -Ile), 0.80-0.77 (m, 6H, 2x CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.0 ( $C=O$ ), 170.0 ( $C=O$ ), 139.3 ( $C_{arom}$ ), 136.6 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.6 ( $C_{arom}$ ), 126.2 ( $C_{arom}$ ), 56.9 ( $\alpha$ -Ile), 42.0 (CH<sub>2</sub>), 41.9 (CH<sub>2</sub>), 36.6 ( $\beta$ -Ile), 24.3 ( $\gamma$ -Ile), 15.4 (*iso*-Ile-CH<sub>3</sub>), 10.9 ( $\delta$ -Ile) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3275 (m), 3030 (w), 2967 (w), 2930 (w), 2845 (w), 1632 (vs), 1536 (s), 1497 (w), 1454 (w), 1414 (w), 1380 (w), 1349 (w), 1314 (w), 1235 (w), 1218 (w), 1197 (w), 748 (m), 693 (vs), 609 (w), 570 (w), 489 (w), 479 (w), 460 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 207 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.17 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-Benzyl-3-methyl-2-(2-phenylacetamido)butanamid (Schl-38-179)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-BA · HCl	242.29	-	1.0	0.76	0.184	-
Phenylacetylchlorid	154.59	-	1.0	0.76	0.117	0.10
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	1.14	0.115	0.16

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.184 g (0.76 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-BA · HCl und 0.10 mL (0.76 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.152 g (0.47 mmol, 62 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 324.18, gef.: 325.25 [M+H]<sup>+</sup> (30), 347.29 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 325.1911, 347.1730, gef.: 325.1905 [M+H]<sup>+</sup>, 347.1734 [M+Na]<sup>+</sup>.

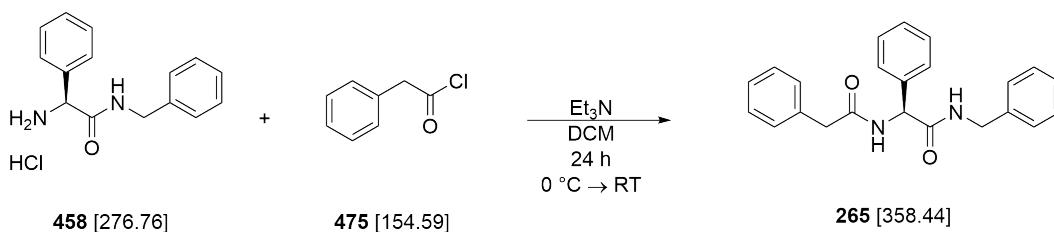
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.48 (t, <sup>3</sup>J = 5.8 Hz, 1H, NH), 8.10 (d, <sup>3</sup>J = 9.0 Hz, 1H, Val-NH), 7.33-7.18 (m, 10H, CH<sub>arom</sub>), 4.28 (d, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 4.19-4.15 (m, 1H, α-Val), 3.58-3.46 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.00-1.95 (m, 1H, β-Val), 0.83-0.80 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 171.0 (C=O), 170.1 (C=O), 139.3 (C<sub>arom</sub>), 136.6 (C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.7 (C<sub>arom</sub>), 126.2 (C<sub>arom</sub>), 57.8 (α-Val), 42.1 (CH<sub>2</sub>), 42.0 (CH<sub>2</sub>), 30.5 (β-Val), 19.2 (γ-Val), 18.1 (γ-Val) ppm.

**IR:**  $\nu = 3275$  (w), 1633 (vs), 1537 (s), 1495 (w), 1454 (w), 1423 (w), 1383 (w), 1350 (w), 1279 (w), 1235 (w), 1199 (w), 1169 (w), 1028 (w), 742 (m), 724 (m), 694 (vs), 627 (w), 607 (w), 569 (w), 551 (w), 527 (w), 517 (w), 487 (w), 474 (w), 422 (w), 407 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 211-213 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.11 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-Benzyl-2-phenyl-2-(2-phenylacetamido)acetamid (Schl-38-174)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-BA · HCl	276.31	-	1.0	1.29	0.356	-
Phenylacetylchlorid	154.59	-	1.0	1.29	0.200	0.17
Triethylamin	101.29	0.726	1.5	1.94	0.196	0.27

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.356 g (1.29 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-BA · HCl und 0.17 mL (1.29 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → DCM/MeOH 10:1) gereinigt. Es konnten 0.295 g (0.82 mmol, 64 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{23}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 358.17, gef.: 359.24  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (50), 381.17  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{23}\text{H}_{22}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 359.1754, 381.1573, gef.: 359.1751  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 381.1578  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

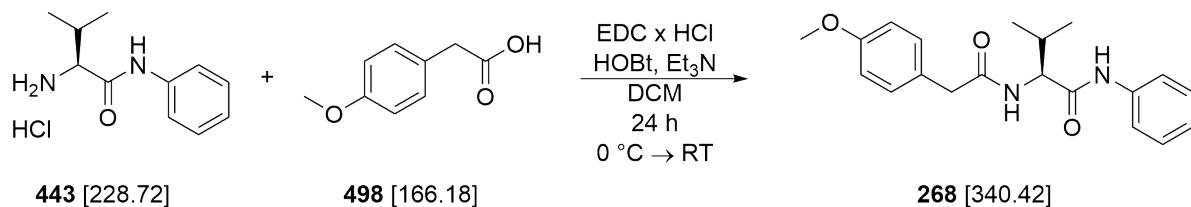
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 8.77$  (t,  ${}^3\text{J} = 6.0$  Hz, 1H, NH), 8.72 (d,  ${}^3\text{J} = 8.1$  Hz, 1H, Phg-NH), 7.44-7.42 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.32 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.19 (m, 9H, CH<sub>arom</sub>), 7.1-7.13 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.51 (d,  ${}^3\text{J} = 8.0$  Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 4.27 (d,  ${}^3\text{J} = 6.2$  Hz, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 3.57 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 169.8 ( $C=O$ ), 169.8 ( $C=O$ ), 139.0 ( $C_{arom}$ ), 138.8 ( $C_{arom}$ ), 136.4 ( $C_{arom}$ ), 129.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 ( $C_{arom}$ ), 127.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.7 ( $C_{arom}$ ), 126.2 ( $C_{arom}$ ), 56.3 ( $\alpha$ -Phg), 42.0 (CH<sub>2</sub>), 41.7 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3292 (w), 1633 (s), 1555 (w), 1527 (m), 1494 (m), 1453 (w), 1424 (w), 1372 (w), 1356 (w), 1224 (w), 1185 (w), 1029 (w), 732 (s), 695 (vs), 646 (w), 608 (w), 543 (w), 494 (w), 455 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 214 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.28 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-2-(2-(4-Methoxyphenyl)acetamido)-3-methyl-N-phenylbutanamid (Schl-38-201)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	1.00	0.226	-
(4-Methoxyphenyl)essigsäure	166.18	-	1.0	1.00	0.166	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.50	0.288	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.50	0.203	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.00	0.203	0.28

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.226 g (1.00 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-A · HCl und 0.166 g (1.00 mmol, 1.0 eq) (4-Methoxyphenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 38 min) gereinigt. Es konnten 0.118 g (0.35 mmol, 35 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 340.18, gef.: 341.24 [M+H]<sup>+</sup> (40), 363.21 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 341.1860, 363.1652, gef.: 341.1861 [M+H]<sup>+</sup>, 363.1689 [M+Na]<sup>+</sup>.

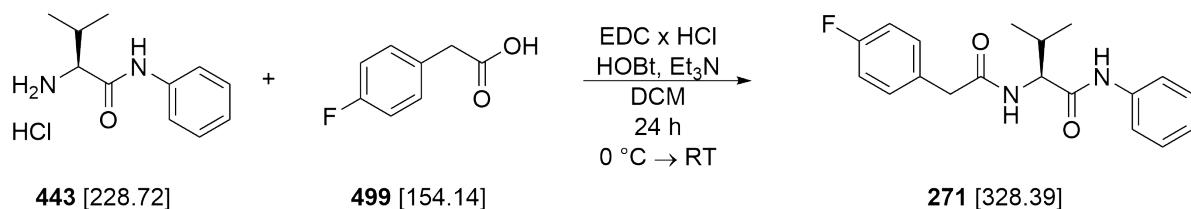
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.05 (s, 1H, NH), 8.16 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, Val-NH), 7.60-7.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.27 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.21-7.18 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.86-6.83 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.30 (dd, <sup>3</sup>J = 8.7, 7.4 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.48-3.39 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.04-1.97 (m,  $\beta$ -Val), 0.88 (d, <sup>3</sup>J = 6.8 Hz, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.6 ( $C=O$ ), 170.2 ( $C=O$ ), 157.8 ( $C_{arom}$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 129.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 ( $C_{arom}$ ), 128.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.3 ( $C_{arom}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 113.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 58.5 ( $\alpha$ -Val), 54.9 ( $\text{CH}_3$ ), 41.1 ( $\text{CH}_2$ ), 30.8 ( $\beta$ -Val), 19.1 ( $\gamma$ -Val), 18.3 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3288 (w), 2961 (w), 1661 (m), 1635 (vs), 1598 (m), 1534 (vs), 1509 (vs), 1467 (w), 1441 (s), 1376 (m), 1314 (w), 1300 (w), 1238 (vs), 1201 (w), 1175 (m), 1156 (m), 1031 (m), 814 (w), 792 (m), 777 (w), 746 (vs), 718 (m), 692 (s), 600 (w), 583 (m), 546 (w), 532 (w), 514 (m), 497 (m), 409 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 222 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.20 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-2-(2-(4-Fluorphenyl)acetamido)-3-methyl-N-phenylbutanamid (Schl-38-204)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	0.62	0.140	-
(4-Fluorophenyl)essigsäure	154.14	-	1.0	0.62	0.095	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBT	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.140 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-A · HCl und 0.095 g (0.62 mmol, 1.0 eq) (4-Fluorophenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.160 g (0.49 mmol, 79 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{19}\text{H}_{21}\text{FN}_2\text{O}_2$  ber.: 328.16, gef.: 329.25  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (95), 351.21  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{19}\text{H}_{21}\text{FN}_2\text{O}_2$  ber.: 351.1479, gef.: 351.1483  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

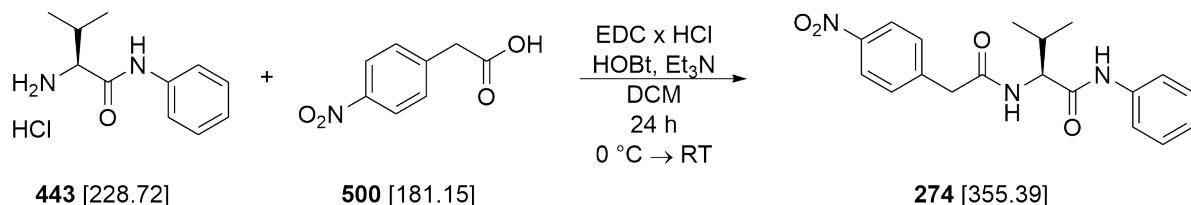
**$^1\text{H-NMR:}$**  400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 10.06$  (s, 1H, NH), 8.26 (d,  $^3\text{J} = 8.7$  Hz, 1H, Val-NH), 7.61-7.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.28 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.13-7.03 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 4.31 (dd,  $^3\text{J} = 8.7, 7.4$  Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 3.60-3.47 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.05-1.99 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.88 (d,  $^3\text{J} = 6.8$  Hz, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.2 (C=O), 170.2 (C=O), 160.9 (d,  $^1\text{J} = 241.7$  Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 132.7 (d,  $^4\text{J} = 3.2$  Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 130.7 (d,  $^3\text{J} = 8.1$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.3 ( $C_{arom}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 114.8 (d,  $^2\text{J} = 21.1$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 58.5 ( $\alpha$ -Val), 41.0 (CH<sub>2</sub>), 30.8 ( $\beta$ -Val), 19.1 ( $\gamma$ -Val), 18.3 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3288 (w), 1660 (w), 1635 (vs), 1600 (m), 1538 (s), 1507 (s), 1469 (w), 1443 (m), 1376 (m), 1223 (m), 1154 (m), 822 (w), 800 (w), 779 (w), 745 (s), 714 (m), 690 (s), 583 (w), 518 (w), 511 (w), 496 (m), 469 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 220 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.20 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-3-Methyl-2-(2-(4-nitrophenyl)acetamido)-N-phenylbutanamid (Schl-38-207)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	0.62	0.140	-
(4-Nitrophenyl)essigsäure	181.15	-	1.0	0.62	0.112	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.140 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-A · HCl und 0.112 g (0.62 mmol, 1.0 eq) (4-Nitrophenyl)essigsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.186 g (0.52 mmol, 85 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 355.15, gef.: 356.25 [M+H]<sup>+</sup> (20), 378.15 [M+Na]<sup>+</sup> (20).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 356.1605, 378.1424, gef.: 356.1598 [M+H]<sup>+</sup>, 378.1424 [M+Na]<sup>+</sup>.

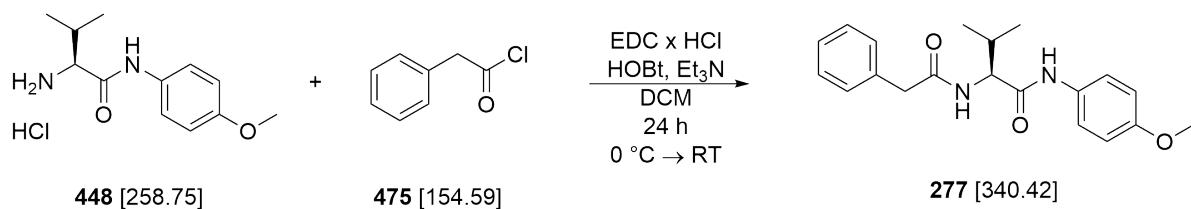
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.09 (s, 1H, NH), 8.43 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, Val-NH), 8.18-8.15 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.6-7.55 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.27 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.02 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.33 (dd, J = 8.6, 7.4 Hz, 1H, α-Val), 3.79-3.68 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.06-2.01 (m, 1H, β-Val), 0.91-0.88 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.1 ( $C=O$ ), 169.2 ( $C=O$ ), 146.2 ( $C_{arom}$ ), 144.7 ( $C_{arom}$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 130.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.4 ( $C_{arom}$ ), 123.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 58.7 ( $\alpha$ -Val), 41.6 ( $\text{CH}_2$ ), 30.9 ( $\beta$ -Val), 19.1 ( $\gamma$ -Val), 18.3 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3284 (w), 2962 (w), 1657 (m), 1633 (vs), 1598 (m), 1537 (s), 1519 (vs), 1498 (m), 1468 (w), 1444 (m), 1377 (m), 1344 (s), 1312 (w), 1277 (w), 1245 (w), 1200 (w), 1156 (w), 1108 (w), 1075 (w), 856 (w), 823 (w), 756 (m), 739 (s), 710 (m), 691 (s), 648 (w), 629 (w), 579 (w), 496 (m)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 240-242 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.13 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(4-Methoxyphenyl)-3-methyl-2-(2-phenylacetamido)butanamid (Schl-38-186)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-(4-OMe)A · HCl	258.75	-	1.0	0.62	0.160	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.169	1.0	0.62	0.096	0.09
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.160 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-(4-OMe)A · HCl und 0.09 mL (0.62 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.140 g (0.41 mmol, 66 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 340.18, gef.: 341.25 [M+H]<sup>+</sup> (35), 363.19 [M+Na]<sup>+</sup> (95).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 363.1679, gef.: 363.1682 [M+Na]<sup>+</sup>.

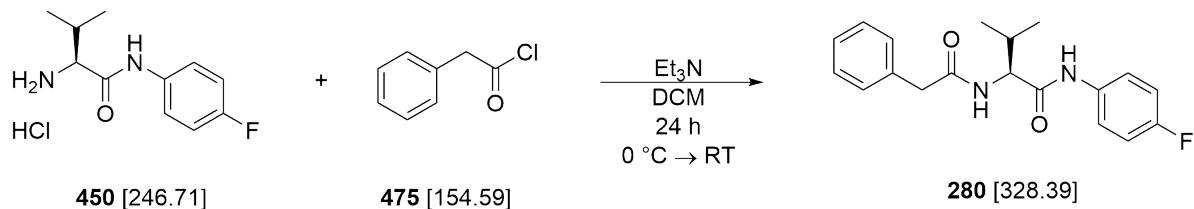
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 9.91 (s, 1H, NH), 8.20 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, Val-NH), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.25 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.19 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.88-6.86 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.27 (dd, J = 8.9, 7.1 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.59-3.48 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.03-1.98 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.88-0.87 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.6 ( $C=O$ ), 170.0 ( $C=O$ ), 155.7 ( $C_{arom}$ ), 137.0 ( $C_{arom}$ ), 132.3 ( $C_{arom}$ ), 129.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.6 ( $C_{arom}$ ), 121.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 114.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 58.8 ( $\alpha$ -Val), 55.5 (CH<sub>3</sub>), 42.4 (CH<sub>2</sub>), 31.2 ( $\beta$ -Val), 19.5 ( $\gamma$ -Val), 18.7 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3303 (w), 3287 (w), 1659 (w), 1636 (vs), 1601 (w), 1531 (s), 1512 (s), 1495 (w), 1454 (w), 1412 (w), 1379 (w), 1246 (s), 1151 (m), 1035 (m), 827 (m), 797 (m), 760 (w), 730 (m), 693 (m), 554 (w), 533 (m), 523 (w), 506 (m), 458 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 227 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.23 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(4-Fluorphenyl)-3-methyl-2-(2-phenylacetamido)butanamid (Schl-38-189)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-(4-F)A · HCl	246.71	-	1.0	0.62	0.153	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.169	1.0	0.62	0.096	0.09
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.153 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-(4-F)A · HCl und 0.09 mL (0.62 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 31 min) gereinigt. Es konnten 0.123 g (0.37 mmol, 60 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>21</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 328.16, gef.: 329.23 [M+H]<sup>+</sup> (60), 351.22 [M+Na]<sup>+</sup> (80).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>21</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 329.1660, 351.1479, gef.: 329.1653 [M+H]<sup>+</sup>, 351.1478 [M+Na]<sup>+</sup>.

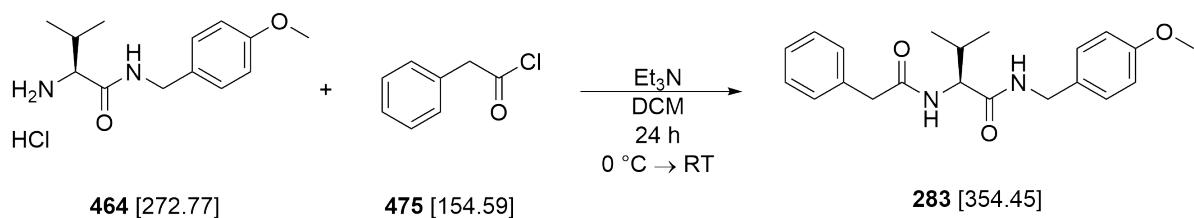
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.13 (s, 1H, NH), 8.25 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 1H, Val-NH), 7.63-7.60 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.12 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 4.28 (dd, J = 8.7, 7.4 Hz, 1H, α-Val), 3.59-3.48 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.04-2.00 (m, 1H, β-Val), 0.89-0.87 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.7 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 170.5 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 158.4 (d,  $^1\text{J} = 239.9$  Hz, 1C,  $C_{\text{arom}}$ ), 137.0 ( $C_{\text{arom}}$ ), 135.5 (d,  $^4\text{J} = 2.6$  Hz, 1C,  $C_{\text{arom}}$ ), 129.3 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.5 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 126.6 ( $C_{\text{arom}}$ ), 121.4(d,  $^3\text{J} = 7.8$  Hz, 2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 115.6 (d,  $^2\text{J} = 22.2$  Hz, 2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 58.9 ( $\alpha\text{-Val}$ ), 42.3 ( $\text{CH}_2$ ), 31.1 ( $\beta\text{-Val}$ ), 19.5 ( $\gamma\text{-Val}$ ), 18.7 ( $\gamma\text{-Val}$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3302 (w), 3271 (w), 1663 (m), 1637 (vs), 1612 (w), 1532 (vs), 1509 (vs), 1495 (m), 1455 (w), 1408 (w), 1375 (m), 1215 (s), 1150 (m), 833 (m), 802 (m), 758 (w), 730 (m), 696 (s), 540 (m), 531 (w), 518 (w), 483 (m)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 229 °C.

**$R_f$ :** 0.22 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-N-(4-Methoxybenzyl)-3-methyl-2-(2-phenylacetamido)butanamid (Schl-38-192)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-(4-OMe)BA · HCl	272.77	-	1.0	0.62	0.169	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.169	1.0	0.62	0.096	0.09
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.169 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-(4-OMe)BA · HCl und 0.09 mL (0.62 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 28 min) gereinigt. Es konnten 0.076 g (0.21 mmol, 34 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_3$  ber.: 354.19, gef.: 355.23  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (30), 377.17  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (80).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_3$  ber.: 355.2016, 377.1836, gef.: 355.2020  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 377.1846  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

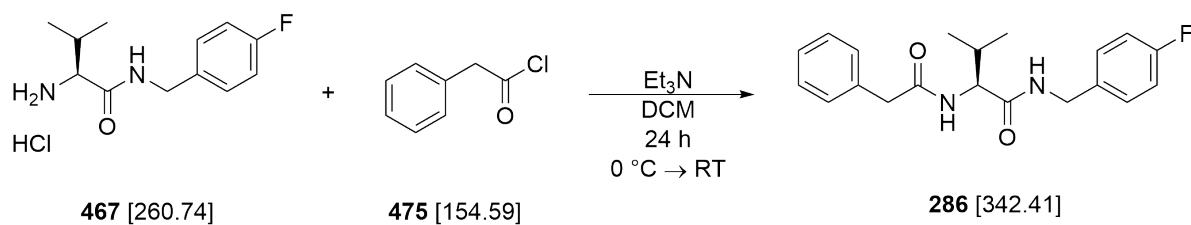
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.38 (t, <sup>3</sup>J = 5.8 Hz, 1H, NH), 8.06 (d, <sup>3</sup>J = 8.9 Hz, 1H, Val-NH), 7.30-7.25 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.19 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.17-7.13 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.87-6.83 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.20 (m, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 4.14 (dd, J = 9.0, 7.1 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 3.72 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.58-3.45 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.00-1.91 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.82-0.78 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.2 ( $C=O$ ), 170.4 ( $C=O$ ), 158.5 ( $C_{arom}$ ), 137.1 ( $C_{arom}$ ), 131.7 ( $C_{arom}$ ), 129.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.6 ( $C_{arom}$ ), 114.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 58.2 ( $\alpha$ -Val), 55.4 (CH<sub>3</sub>), 42.5 (CH<sub>2</sub>), 41.8 (CH<sub>2</sub>), 30.9 ( $\beta$ -Val), 19.6 ( $\gamma$ -Val), 18.5 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3282 (w), 1632 (vs), 1537 (m), 1514 (m), 1250 (m), 1236 (w), 1219 (w), 1029 (w), 819 (w), 756 (w), 728 (w), 713 (w), 694 (m), 562 (w), 526 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 199 °C.

**R<sub>f</sub>:** nicht detektierbar mit UV oder verschiedenen Bädern.

**(S)-N-(4-Fluorbenzyl)-3-methyl-2-(2-phenylacetamido)butanamid (Schl-38-195)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-(4-F)BA · HCl	260.74	-	1.0	0.62	0.160	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.169	1.0	0.62	0.096	0.09
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.160 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-(4-F)BA · HCl und 0.09 mL (0.62 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 21 min) gereinigt. Es konnten 0.119 g (0.35 mmol, 56 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>23</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 342.17, gef.: 343.25 [M+H]<sup>+</sup> (30), 365.20 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>23</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 365.1636, gef.: 365.1629 [M+Na]<sup>+</sup>.

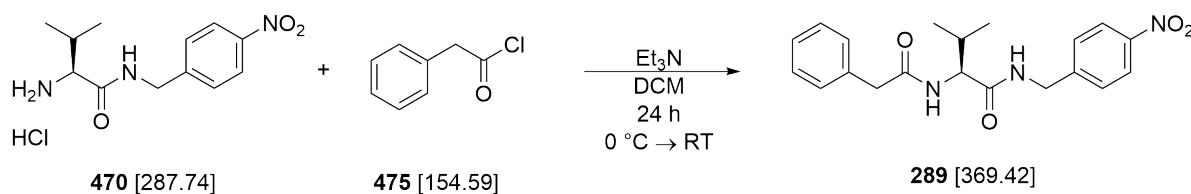
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.48 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 8.09 (d, <sup>3</sup>J = 8.9 Hz, 1H, Val-NH), 7.31-7.19 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 7.12-7.09 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.25 (d, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 4.15 (dd, J = 8.9, 7.1 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 3.58-3.46 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.99-1.95 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.82-0.79 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 171.4 (C=O), 170.5 (C=O), 161.5 (d, <sup>1</sup>J = 242.0 Hz, 1C, *C<sub>arom</sub>*), 137.0 (*C<sub>arom</sub>*), 135.9 (d, <sup>4</sup>J = 3.0 Hz, 1C, *C<sub>arom</sub>*), 129.5 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 2C, *C<sub>arom</sub>*), 129.3 (*C<sub>arom</sub>*), 128.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 126.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 115.3 (d, <sup>2</sup>J = 21.2 Hz, 2C, *C<sub>arom</sub>*), 58.3 (α-Val), 42.4 (CH<sub>2</sub>), 41.7 (CH<sub>2</sub>), 30.8 (β-Val), 19.6 (γ-Val), 18.5 (γ-Val) ppm.

**IR:** ν = 3283 (w), 1638 (vs), 1604 (w), 1536 (s), 1508 (m), 1494 (w), 1428 (w), 1376 (w), 1355 (w), 1254 (w), 1223 (m), 1156 (m), 821 (w), 766 (w), 727 (m), 696 (s), 616 (w), 577 (w), 546 (m), 489 (w), 455 (w), 418 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 198 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.32 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-3-Methyl-N-(4-nitrobenzyl)-2-(2-phenylacetamido)butanamid (Schl-38-198)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-(4-NO <sub>2</sub> )BA · HCl	260.74	-	1.0	0.62	0.178	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.169	1.0	0.62	0.096	0.09
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.178 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-(4-NO<sub>2</sub>)BA · HCl und 0.09 mL (0.62 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % in 44 min) gereinigt. Es konnten 0.173 g (0.47 mmol, 76 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 369.17, gef.: 370.22 [M+H]<sup>+</sup> (100), 392.19 [M+Na]<sup>+</sup> (80).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 370.1761, 392.1581, gef.: 370.1764 [M+H]<sup>+</sup>, 392.1586 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.65 (t, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 1H, NH), 8.15-8.14 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.49-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.28-7.27 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.20 (m, 1H, Val-NH), 4.40 (m, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 4.16 (dd, J = 8.7, 7.2 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 3.58-3.47 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.02-1.98 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.83 (dd, J = 9.5, 6.8 Hz, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.3 ( $C=O$ ), 170.2 ( $C=O$ ), 147.5 ( $C_{arom}$ ), 146.4 ( $C_{arom}$ ), 136.6 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.2 ( $C_{arom}$ ), 123.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 58.0 ( $\alpha$ -Val), 42.0 (CH<sub>2</sub>), 41.6 (CH<sub>2</sub>), 30.2 ( $\beta$ -Val), 19.2 ( $\gamma$ -Val), 18.1 ( $\gamma$ -Val) ppm.

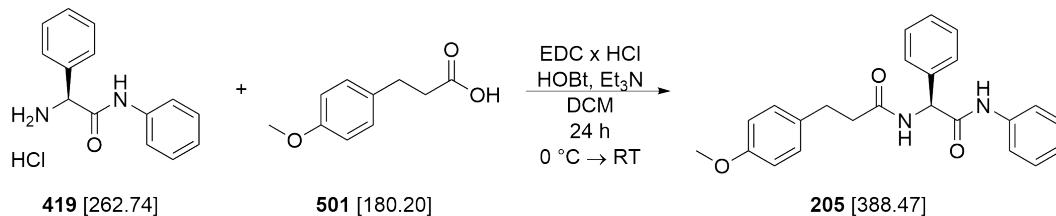
**IR:**  $\nu$  = 3287 (w), 3251 (w), 1635 (vs), 1607 (m), 1525 (vs), 1496 (m), 1467 (w), 1444 (w), 1416 (w), 1390 (m), 1346 (s), 1239 (w), 1213 (m), 1068 (w), 862 (w), 847 (m), 777 (w), 761 (w), 747 (m), 739 (m), 726 (m), 698 (s), 689 (m), 580 (w), 553 (w), 486 (w), 422 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 206 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.20 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

### 1.9.4 Phenylpropionsäure-Derivate mit Modifikationen in den Molekülteilen A, B und C

#### (S)-3-(4-Methoxyphenyl)-N-(2-oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)propanamid (Schl-38-135)



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H-L-Phg-A</i> · HCl	262.28	-	1.0	1.33	0.349	-
3-(4-Methoxyphenyl)propansäure	180.20	-	1.0	1.33	0.240	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	2.00	0.383	-
HOBT	135.12	-	1.5	2.00	0.270	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.66	0.269	0.37

#### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.349 g (1.33 mmol, 1.0 eq) *H-L-Phg-A* · HCl und 0.240 g (1.33 mmol, 1.0 eq) 3-(4-Methoxyphenyl)propansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → DCM/MeOH 100:1) gereinigt. Es konnten 0.324 g (0.83 mmol, 62 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

#### Analytik

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{24}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3$  ber.: 388.18, gef.: 389.20  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (70), 411.16  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{24}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_3$  ber.: 389.1860, 411.1679, gef.: 389.1857  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 411.1681  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

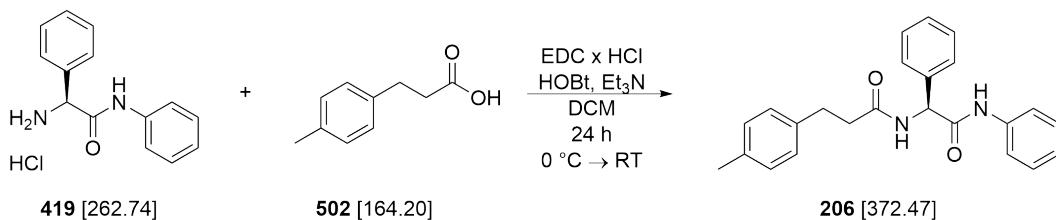
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.33 (s, 1H, NH), 8.61 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H NH), 7.60-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.43 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.36-7.33 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.28 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.13-7.11 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.81-6.80 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.68 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.70 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 2.78-2.75 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.54-2.51 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.4 (C=O), 168.8 (C=O), 157.5 (C<sub>arom</sub>), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.3 (C<sub>arom</sub>), 133.1 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 56.9 ( $\alpha$ -Phg), 54.9 (CH<sub>3</sub>), 36.8 (CH<sub>2</sub>), 30.2 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3287 (w), 1663 (w), 1635 (s), 1598 (m), 1530 (s), 1510 (s), 1494 (s), 1464 (m), 1442 (s), 1374 (m), 1355 (m), 1298 (m), 1243 (s), 1217 (m), 1176 (m), 1156 (w), 1033 (m), 822 (w), 750 (s), 723 (s), 691 (vs), 640 (m), 581 (w), 546 (m), 511 (m), 491 (s), 473 (w), 449 (w), 419 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 192 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.41 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-Oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)-3-(*p*-tolyl)propanamid (Schl-38-136)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.28	-	1.0	1.33	0.349	-
3-( <i>p</i> -Tolyl)propansäure	164.20	-	1.0	1.33	0.218	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	2.00	0.383	-
HOBT	135.12	-	1.5	2.00	0.270	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.66	0.269	0.37

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.349 g (1.33 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.218 g (1.33 mmol, 1.0 eq) 3-(*p*-Tolyl)propansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 5:1 → 2:1) gereinigt. Es konnten 0.176 g (0.47 mmol, 35 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 372.18, gef.: 373.22 [M+H]<sup>+</sup> (50), 395.20 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 373.1911, 395.1730, gef.: 373.1909 [M+H]<sup>+</sup>, 395.1738 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.33 (s, 1H, NH), 8.62 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.59-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.44-7.42 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.28 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.10-7.03 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 5.66 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg), 2.79-2.75 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.55-2.52 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.24 (m, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

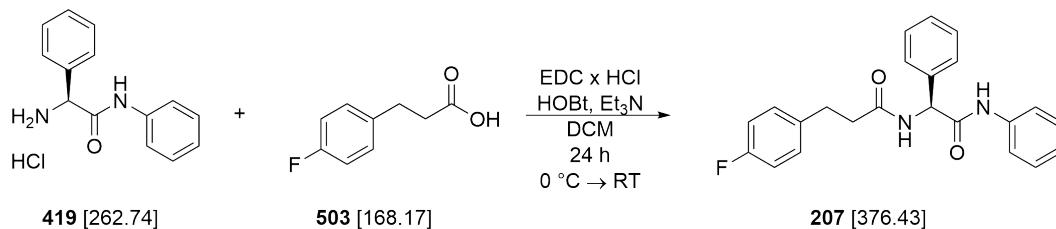
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 171.4 (C=O), 168.8 (C=O), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 138.1 (C<sub>arom</sub>), 134.6 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 56.9 (α-Phg), 36.5 (CH<sub>2</sub>), 30.6 (CH<sub>2</sub>), 20.5 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3295 (w), 3049 (w), 2931 (w), 1664 (m), 1634 (vs), 1598 (m), 1535 (s), 1495 (m), 1444 (m), 1380 (w), 1354 (m), 1309 (w), 1292 (w), 1248 (w), 1210 (w), 1183 (w), 961 (w), 811 (w), 751 (s), 727 (m), 710 (m), 693 (vs), 646 (w), 590 (w), 548 (w), 524 (m), 495 (m), 478 (m), 465 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 232 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.40 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-3-(4-Fluorphenyl)-N-(2-oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)propanamid  
(Schl-38-137)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.28	-	1.0	1.33	0.349	-
3-(4-Fluorophenyl)propansäure	168.17	-	1.0	1.33	0.224	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	2.00	0.383	-
HOBT	135.12	-	1.5	2.00	0.270	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.66	0.269	0.37

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.349 g (1.33 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.224 g (1.33 mmol, 1.0 eq) 3-(4-Fluorophenyl)propiansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 1:1) gereinigt. Es konnten 0.335 g (0.89 mmol, 67 %) des Produkts als leicht gelblicher Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>21</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 376.16, gef.: 377.19 [M+H]<sup>+</sup> (50), 399.15 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>21</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 377.1660, 399.1479, gef.: 377.1669 [M+H]<sup>+</sup>, 399.1484 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.34 (s, 1H, NH), 8.64 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.59-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.43-7.42 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.22 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.03 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 5.66 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 2.83-2.80 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.57-2.50 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

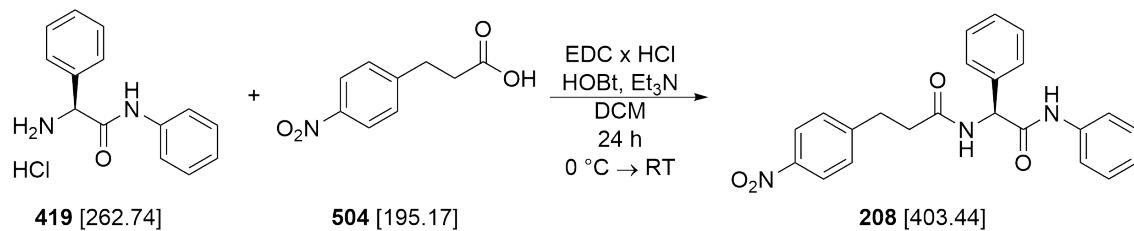
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 171.2 (C=O), 168.7 (C=O), 160.6 (d, <sup>1</sup>J = 241.2 Hz, 1C, *C<sub>arom</sub>*), 138.7 (*C<sub>arom</sub>*), 138.2 (*C<sub>arom</sub>*), 137.3 (d, <sup>4</sup>J = 3.0 Hz, 1C, *C<sub>arom</sub>*), 130.0 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.4 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.6 (*C<sub>arom</sub>*), 127.1 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 123.5 (*C<sub>arom</sub>*), 119.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 114.8 (d, <sup>2</sup>J = 21.0 Hz, 2C, *C<sub>arom</sub>*), 56.9 (α-Phg), 36.5 (CH<sub>2</sub>), 30.2 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3282 (w), 1664 (w), 1637 (vs), 1598 (m), 1531 (s), 1507 (s), 1494 (s), 1443 (m), 1377 (w), 1354 (w), 1216 (s), 1179 (w), 1155 (w), 824 (w), 749 (s), 724 (s), 691 (vs), 642 (w), 525 (w), 495 (w), 480 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 203-222 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.50 (Cyclohexan/EtOAc 1.5:1).

**(S)-3-(4-Nitrophenyl)-N-(2-oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)propanamid  
(Schl-38-138)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	1.00	0.226	-
(4-Nitrophenyl)propansäure	193.15	-	1.0	1.00	0.195	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.50	0.288	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.50	0.203	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.00	0.202	0.28

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.226 g (1.00 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.195 g (1.00 mmol, 1.0 eq) (4-Nitrophenyl)propansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.191 g (0.47 mmol, 47 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 403.15, gef.: 404.14 [M+H]<sup>+</sup> (60), 426.17 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 404.1605, 426.1424, gef.: 404.1610 [M+H]<sup>+</sup>, 426.1432 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.32 (s, 1H, NH), 8.68 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 8.11-8.09 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.43-7.41 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.27 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.65 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg), 2.97 (t, <sup>3</sup>J = 7.5 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.65-2.60 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

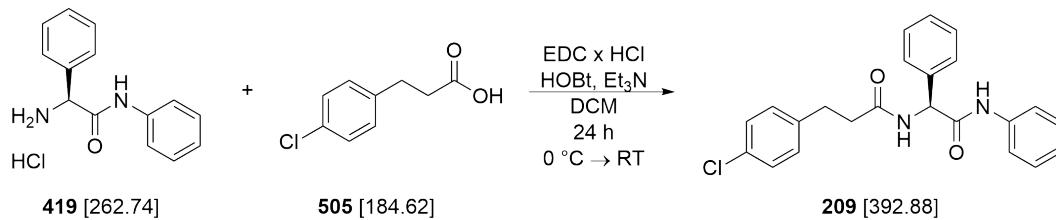
**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.8 ( $C=O$ ), 168.7 ( $C=O$ ), 149.6 ( $C_{arom}$ ), 145.9 ( $C_{arom}$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 138.2 ( $C_{arom}$ ), 129.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 ( $C_{arom}$ ), 127.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 123.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 119.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 56.9 ( $\alpha\text{-Phg}$ ), 35.6 ( $\text{CH}_2$ ), 30.8 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3297 (m), 1668 (m), 1636 (vs), 1600 (s), 1536 (s), 1515 (vs), 1494 (s), 1442 (s), 1370 (m), 1340 (vs), 1314 (m), 1247 (m), 1208 (w), 1179 (m), 1152 (w), 1106 (m), 857 (s), 772 (w), 752 (vs), 728 (s), 705 (s), 690 (vs), 639 (w), 617 (m), 551 (m), 521 (m), 513 (m), 491 (s), 474 (m)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 225 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.10 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-3-(4-Chlorphenyl)-N-(2-oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)propanamid  
(Schl-38-139)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-A · HCl	262.28	-	1.0	1.33	0.349	-
3-(4-Chlorphenyl)propansäure	184.62	-	1.0	1.33	0.246	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	2.00	0.383	-
HOBT	135.12	-	1.5	2.00	0.270	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.66	0.269	0.37

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.349 g (1.33 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.246 g (1.33 mmol, 1.0 eq) 3-(4-Chlorphenyl)propansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.178 g (0.45 mmol, 34 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{23}\text{H}_{21}\text{ClN}_2\text{O}_2$  ber.: 392.13, gef.: 393.19  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (50), 415.17  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{23}\text{H}_{21}\text{ClN}_2\text{O}_2$  ber.: 393.1364, 415.1184, gef.: 393.1372  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 415.1195  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.33 (s, 1H, NH), 8.64 (d,  $^3\text{J}$  = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 7.59-7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.42-7.40 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.36-7.22 (m, 9H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.65 (d,  $^3\text{J}$  = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 2.84-2.80 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.58-2.52 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

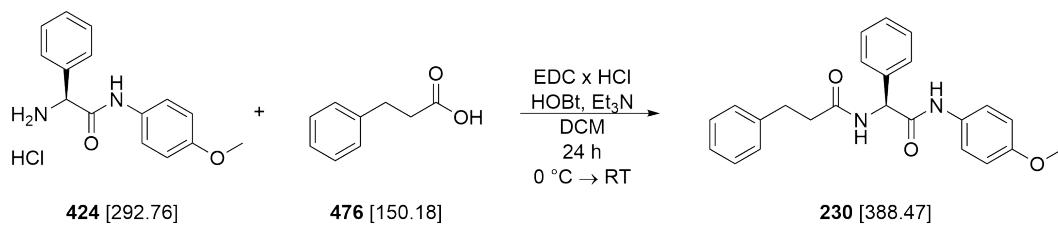
**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.1 ( $C=O$ ), 168.7 ( $C=O$ ), 140.2 ( $C_{arom}$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 138.2 ( $C_{arom}$ ), 130.4 ( $C_{arom}$ ), 130.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.6 ( $C_{arom}$ ), 127.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 119.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 56.8 ( $\alpha\text{-Phg}$ ), 36.1 (CH<sub>2</sub>), 30.3 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3322 (w), 3297 (w), 1668 (w), 1645 (vs), 1599 (m), 1534 (m), 1492 (m), 1442 (m), 1407 (w), 1380 (w), 1356 (m), 1310 (w), 1296 (w), 1245 (w), 1217 (w), 1179 (w), 1092 (w), 1016 (w), 817 (m), 750 (s), 716 (s), 694 (vs), 642 (w), 590 (w), 546 (w), 522 (w), 510 (w), 493 (s), 413 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 218 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.29 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-((4-Methoxyphenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)-3-phenylpropanamid  
(Schl-38-140)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl	292.31	-	1.0	0.75	0.220	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.75	0.113	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.13	0.217	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.13	0.153	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.50	0.152	0.21

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.220 g (0.75 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl und 0.113 g (0.75 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.159 g (0.41 mmol, 55 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 388.18, gef.: 389.18 [M+H]<sup>+</sup> (50), 411.11 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 389.1860, 411.1679, gef.: 389.1865 [M+H]<sup>+</sup>, 411.1688 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.20 (s, 1H, NH), 8.61 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Phg-NH), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.43-7.41 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.36-7.34 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.16 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 6.88-6.86 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.64 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 2.82 (t, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.58-2.53 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

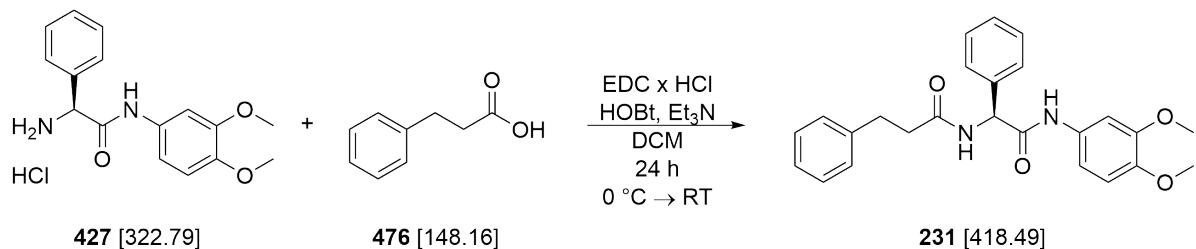
**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.3 ( $C=O$ ), 168.2 ( $C=O$ ), 155.4 ( $C_{arom}$ ), 141.2 ( $C_{arom}$ ), 138.5 ( $C_{arom}$ ), 131.9 ( $C_{arom}$ ), 128.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 ( $C_{arom}$ ), 127.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 125.8 ( $C_{arom}$ ), 120.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 113.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 56.7 ( $\alpha$ -Phg), 55.1 (CH<sub>3</sub>), 36.4 (CH<sub>2</sub>), 31.0 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3278 (w), 3060 (w), 3027 (w), 2930 (w), 2834 (w), 1660 (w), 1634 (vs), 1606 (m), 1531 (s), 1509 (vs), 1494 (s), 1463 (m), 1452 (m), 1412 (m), 1377 (m), 1358 (w), 1299 (w), 1241 (s), 1168 (m), 1106 (w), 1029 (m), 826 (m), 796 (w), 752 (w), 718 (m), 695 (vs), 625 (w), 536 (w), 516 (m), 491 (m), 446 (w), 420 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 203 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.47 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-((3,4-Dimethoxyphenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)-3-phenylpropanamid  
(Schl-38-141)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(3,4-Dimethoxy)A · HCl	322.79	-	1.0	0.62	0.200	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBT	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(3,4-Dimethoxy)A · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropionsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 1:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.186 g (0.44 mmol, 71 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 418.19, gef.: 419.20 [M+H]<sup>+</sup> (70), 441.24 [M+Na]<sup>+</sup> (70).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 419.1965, 441.1785, gef.: 419.1971 [M+H]<sup>+</sup>, 441.1791 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.20 (s, 1H, NH), 8.60 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.43-7.41 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.36-7.33 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.20 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.18-7.15 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.09 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.88 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.62 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.70 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 2.82 (t, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.59-2.55 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

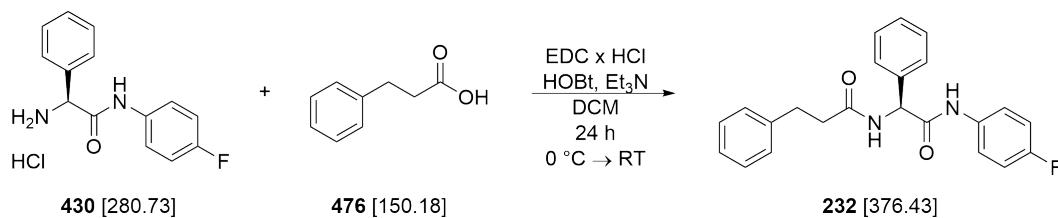
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.7 (C=O), 168.6 (C=O), 148.9 (C<sub>arom</sub>), 145.4 (C<sub>arom</sub>), 141.6 (C<sub>arom</sub>), 138.8 (C<sub>arom</sub>), 132.8 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.2 (C<sub>arom</sub>), 112.5 (C<sub>arom</sub>), 111.4 (C<sub>arom</sub>), 104.7 (C<sub>arom</sub>), 57.3 ( $\alpha$ -Phg), 56.1 (CH<sub>3</sub>), 55.7 (CH<sub>3</sub>), 36.8 (CH<sub>2</sub>), 31.4 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3288 (w), 1661 (w), 1638 (vs), 1610 (w), 1536 (m), 1514 (vs), 1496 (w), 1465 (w), 1449 (m), 1414 (w), 1382 (w), 1359 (w), 1289 (w), 1263 (w), 1236 (s), 1153 (w), 1135 (m), 1023 (m), 850 (w), 801 (w), 758 (w), 714 (m), 697 (vs), 634 (w), 611 (w), 550 (w), 488 (w), 462 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 192 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.59 (EtOAc).

**(S)-N-(2-((4-Fluorophenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)-3-phenylpropanamid  
(Schl-38-142)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-F)A · HCl	280.73	-	1.0	0.71	0.200	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.71	0.107	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.07	0.205	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.07	0.145	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.42	0.144	0.20

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.71 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(4-F)A · HCl und 0.107 g (0.71 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → 2:1) gereinigt. Es konnten 0.076 g (0.20 mmol, 28 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>21</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 376.16, gef.: 377.19 [M+H]<sup>+</sup> (50), 399.17 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>21</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 377.1660, 399.1479, gef.: 377.1658 [M+H]<sup>+</sup>, 399.1492 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.40 (s, 1H, NH), 8.64 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 7.62-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.43-7.42 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.34 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.29 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.20 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.16-7.12 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 5.64 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, α-Phg), 2.82 (t, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.61-2.53 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

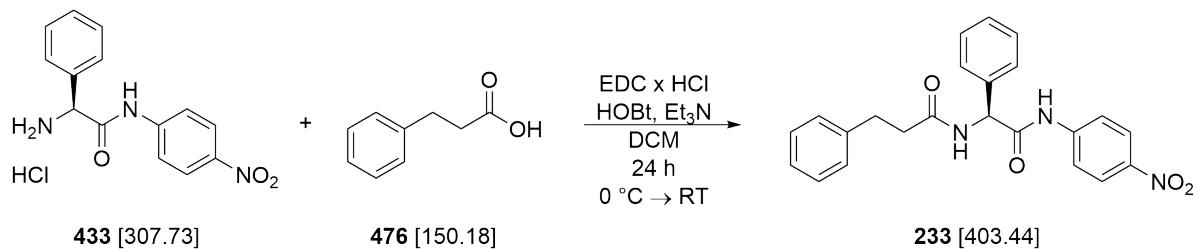
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 171.4 (C=O), 168.7 (C=O), 158.1 (d, <sup>1</sup>J = 239.9 Hz, 1C, *C<sub>arom</sub>*), 141.2 (*C<sub>arom</sub>*), 138.1 (*C<sub>arom</sub>*), 135.1 (d, <sup>4</sup>J = 2.7 Hz, 1C, *C<sub>arom</sub>*), 128.4 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.7 (*C<sub>arom</sub>*), 127.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 125.8 (*C<sub>arom</sub>*), 120.9 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 2C, *C<sub>arom</sub>*), 115.3 (d, <sup>2</sup>J = 22.3 Hz, 2C, *C<sub>arom</sub>*), 56.9 (α-Phg), 36.4 (CH<sub>2</sub>), 31.0 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3278 (w), 1662 (w), 1633 (s), 1603 (w), 1584 (w), 1532 (s), 1508 (s), 1495 (m), 1453 (w), 1410 (w), 1374 (w), 1213 (s), 1184 (w), 1156 (w), 832 (m), 804 (w), 748 (w), 727 (m), 698 (vs), 630 (w), 526 (w), 503 (m), 496 (m), 473 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 249 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.38 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-((4-Nitrophenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)-3-phenylpropanamid  
(Schl-38-143)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-(4-NO <sub>2</sub> )A · HCl	307.73	-	1.0	0.62	0.168	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOEt	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.168 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-(4-NO<sub>2</sub>)A · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropionsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.199 g (0.49 mmol, 79 %) des Produkts als Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 403.15, gef.: 404.09 [M+H]<sup>+</sup> (100), 426.06 [M+Na]<sup>+</sup> (95).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 404.1605, 426.1424, gef.: 404.1601 [M+H]<sup>+</sup>, 426.1422 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.93 (s, 1H, NH), 8.71 (d, <sup>3</sup>J = 7.3 Hz, 1H, Phg-NH), 8.23-8.20 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.86-7.82 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.43 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.30 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.14 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 5.65 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 2.83 (t, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.58-2.53 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

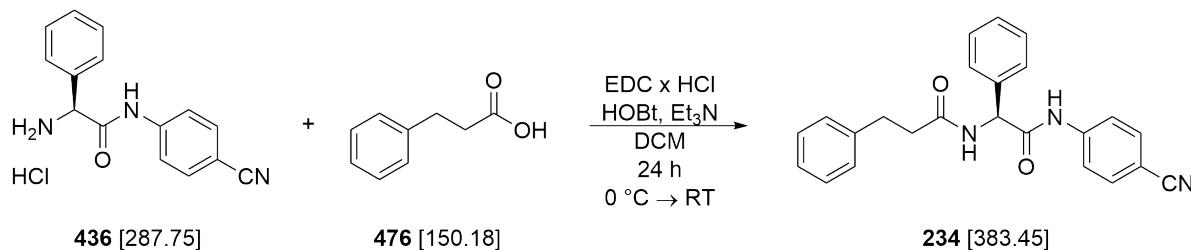
**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.6 (C=O), 169.8 (C=O), 144.8 (C<sub>arom</sub>), 142.4 (C<sub>arom</sub>), 141.2 (C<sub>arom</sub>), 137.2 (C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (C<sub>arom</sub>), 127.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.8 (C<sub>arom</sub>), 125.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 57.3 ( $\alpha$ -Phg), 36.3 (CH<sub>2</sub>), 31.0 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3265 (w), 1647 (s), 1613 (s), 1528 (s), 1509 (vs), 1494 (s), 1453 (w), 1447 (w), 1412 (w), 1361 (m), 1300 (w), 1240 (m), 1210 (m), 1178 (w), 1167 (m), 1031 (w), 974 (m), 826 (m), 799 (w), 752 (w), 700 (s), 668 (m), 629 (w), 535 (m), 520 (m), 484 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 254 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.16 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-((4-Cyanphenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)-3-phenylpropanamid  
(Schl-38-144)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-CN)A · HCl	287.75	-	1.0	0.62	0.178	-
3-Phenylpropionsäure	150.18	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBT	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.178 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(4-CN)A · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropionsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.233 g (0.61 mmol, 98 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 383.16, gef.: 384.16 [M+H]<sup>+</sup> (90), 406.15 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 384.1707, 406.1526, gef.: 384.1694 [M+H]<sup>+</sup>, 406.1521 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.76 (s, 1H, NH), 8.69 (d, <sup>3</sup>J = 7.5 Hz, 1H, Phg-NH), 7.77 (s, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.44-7.16 (m, 10H, CH<sub>arom</sub>), 5.65 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg), 2.83 (t, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.57-2.53 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

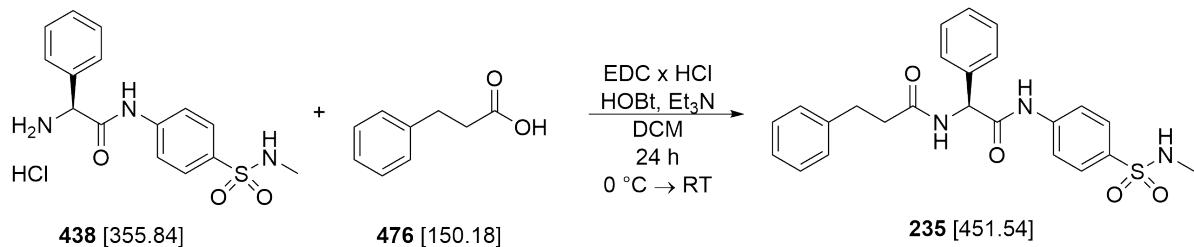
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.5 (*C=O*), 169.7 (*C=O*), 142.9 (*C<sub>arom</sub>*), 141.2 (*C<sub>arom</sub>*), 137.4 (*C<sub>arom</sub>*), 133.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.9 (*C<sub>arom</sub>*), 127.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 125.8 (*C<sub>arom</sub>*), 119.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 118.9 (*C<sub>arom</sub>*), 105.3 (CN), 57.2 ( $\alpha$ -Phg), 36.3 (CH<sub>2</sub>), 31.0 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3364 (w), 2222 (w), 1696 (w), 1638 (m), 1638 (m), 1538 (w), 1508 (s), 1453 (w), 1410 (w), 1381 (w), 1346 (w), 1311 (w), 1259 (w), 1222 (w), 1200 (w), 1175 (w), 830 (m), 749 (m), 730 (w), 698 (vs), 646 (w), 598 (m), 544 (m), 519 (m), 499 (m), 489 (w), 428 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 214 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.16 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-((4-(*N*-Methylsulfamoyl)phenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)-3-phenylpropanamid  
(Schl-38-145)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-A(4-SO <sub>2</sub> NH-Me) · HCl	355.84	-	1.0	0.46	0.162	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.46	0.069	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.69	0.132	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.69	0.093	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	0.92	0.093	0.13

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.162 g (0.46 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A(4-SO<sub>2</sub>NH-Me) · HCl und 0.069 g (0.46 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % in 30 min) gereinigt. Es konnten 0.185 g (0.41 mmol, 89 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 451.16, gef.: 452.25 [M+H]<sup>+</sup> (90), 474.19 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 452.1639, 474.1458, gef.: 452.1644 [M+H]<sup>+</sup>, 474.1468 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.70 (s, 1H, NH), 8.65 (d, <sup>3</sup>J = 7.5 Hz, 1H, Phg-NH), 7.79-7.77 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.72-7.70 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.43 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.38-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.16 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>, NH), 5.65 (d, <sup>3</sup>J = 7.5 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg) 2.83 (t, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.58-2.53 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.37 (d, <sup>3</sup>J = 5.0 Hz, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

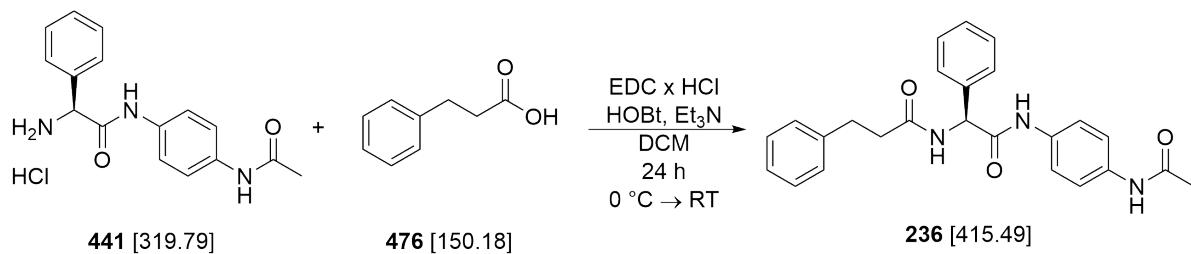
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.5 (C=O), 169.5 (C=O), 142.2 (C<sub>arom</sub>), 141.2 (C<sub>arom</sub>), 137.5 (C<sub>arom</sub>), 133.5 (C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.9 (C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.8 (C<sub>arom</sub>), 119.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 57.2 ( $\alpha$ -Phg), 36.4 (CH<sub>2</sub>), 31.0 (CH<sub>2</sub>), 28.5 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3300 (w), 1665 (m), 1643 (s), 1606 (m), 1593 (m), 1537 (s), 1498 (m), 1455 (w), 1432 (w), 1402 (m), 1383 (w), 1367 (w), 1308 (s), 1257 (m), 1180 (w), 1158 (s), 1100 (m), 1082 (w), 868 (w), 832 (m), 745 (m), 720 (m), 695 (vs), 661 (w), 607 (s), 569 (m), 502 (m), 475 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 201 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.15 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-N-(2-((4-Acetamidophenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)-3-phenylpropanamid  
(Schl-38-146)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-(4-NHCO-Me)A · HCl	319.79	-	1.0	0.62	0.198	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOEt	135.12	-	1.5	0.93	0.126	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.198 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-(4-NHCO-Me)A · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % in 34 min) gereinigt. Es konnten 0.069 g (0.17 mmol, 27 %) des Produkts als leicht gelblicher Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 415.19, gef.: 416.20 [M+H]<sup>+</sup> (60), 438.21 [M+Na]<sup>+</sup> (60).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 416.1969, 438.1788, gef.: 416.1967 [M+H]<sup>+</sup>, 438.1795 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.26 (s, 1H, NH), 9.84 (s, 1H, NH), 8.61 (d,  $^3J$  = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.49 (s, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.42 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.36-7.33 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.16 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 5.64 (d,  $^3J$  = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 2.82 (t,  $^3J$  = 7.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.58-2.53 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.01 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

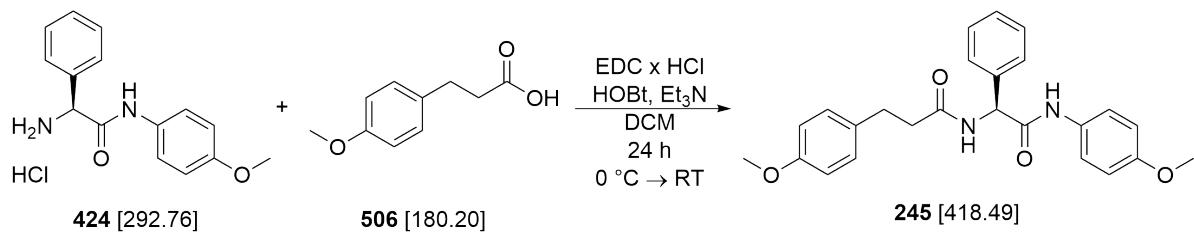
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.3 (C=O), 168.4 (C=O), 167.9 (C=O), 141.2 (C<sub>arom</sub>), 138.3 (C<sub>arom</sub>), 135.1 (C<sub>arom</sub>), 133.9 (C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.8 (C<sub>arom</sub>), 119.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 56.8 ( $\alpha$ -Phg), 36.4 (CH<sub>2</sub>), 31.0 (CH<sub>2</sub>), 23.8 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3291 (m), 1662 (vs), 1642 (vs), 1557 (s), 1535 (s), 1516 (s), 1495 (m), 1451 (w), 1404 (s), 1368 (m), 1317 (m), 1300 (w), 1250 (w), 1213 (w), 833 (w), 811 (w), 697 (vs), 604 (m), 514 (m), 491 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 274-275 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.32 (EtOAc).

**(S)-3-(4-Methoxyphenyl)-N-(2-((4-methoxyphenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)propanamid**  
**(Schl-38-147)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl	292.76	-	1.0	0.62	0.159	-
3-(4-Methoxyphenyl)propansäure	180.08	-	1.0	0.62	0.112	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.175	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.126	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.159 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl und 0.112 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-(4-Methoxyphenyl)propiansäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % in 70 min) gereinigt. Es konnten 0.139 g (0.33 mmol, 53 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 418.19, gef.: 419.18 [M+H]<sup>+</sup> (5), 441.13 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 419.1965, 441.1785, gef.: 419.1962 [M+H]<sup>+</sup>, 441.1801 [M+Na]<sup>+</sup>.

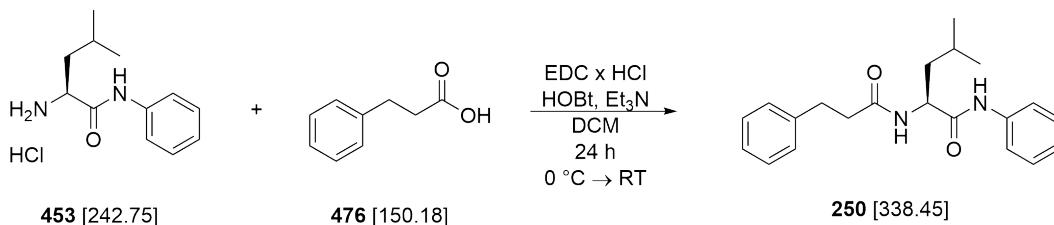
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.20 (s, 1H, NH), 8.58 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H Phg-NH), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.43-4.1 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.36-7.32 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.30-7.27 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.12-7.11 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.88-6.86 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.81-6.79 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.64 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.71 (s, 2H, CH<sub>3</sub>), 3.70 (s, 2H, CH<sub>3</sub>), 2.76 (t, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.53-2.47 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.3 (C=O), 168.2 (C=O), 157.5 (C<sub>arom</sub>), 155.4 (C<sub>arom</sub>), 138.5 (C<sub>arom</sub>), 133.1 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 56.7 ( $\alpha$ -Phg), 55.1 (CH<sub>3</sub>), 54.9 (CH<sub>3</sub>), 36.8 (CH<sub>2</sub>), 30.2 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3292 (w), 1659 (m), 1632 (vs), 1600 (m), 1583 (w), 1539 (s), 1510 (vs), 1474 (m), 1453 (m), 1416 (m), 1375 (m), 1354 (m), 1294 (m), 1267 (m), 1237 (vs), 1224 (s), 1173 (s), 1156 (w), 1109 (m), 1029 (s), 835 (m), 825 (m), 812 (m), 801 (m), 752 (w), 725 (m), 708 (s), 693 (s), 676 (m), 619 (m), 544 (m), 520 (m), 507 (s) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 237 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.03 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-4-Methyl-N-phenyl-2-(3-phenylpropanamido)pentanamid (Schl-38-168)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Leu-A · HCl	242.29	-	1.0	1.33	0.322	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	1.33	0.200	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	2.00	0.383	-
HOBT	135.12	-	1.5	2.00	0.270	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.66	0.269	0.37

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.322 g (1.33 mmol, 1.0 eq) H-L-Leu-A · HCl und 0.200 g (1.33 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1) gereinigt. Es konnten 0.260 g (0.77 mmol, 58 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 338.20, gef.: 339.28 [M+H]<sup>+</sup> (50), 361.22 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 339.2067, 361.1886, gef.: 339.2070 [M+H]<sup>+</sup>, 361.1892 [M+Na]<sup>+</sup>.

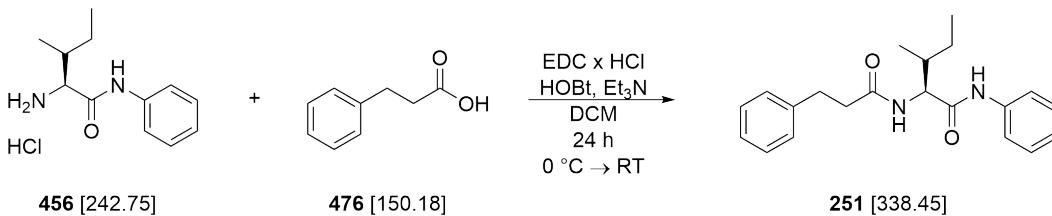
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 9.99 (s, 1H, NH), 8.08 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, Leu-NH), 7.62-7.60 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.28 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.25-7.19 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.17-7.14 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.50-4.45 (m, 1H,  $\alpha$ -Leu), 2.84-2.81 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.48-2.42 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.55-1.46 (m, 3H,  $\beta$ -Leu,  $\gamma$ -Leu), 0.89-0.84 (m, 6H,  $\delta$ -Leu) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.4 ( $C=O$ ), 171.2 ( $C=O$ ), 141.2 ( $C_{arom}$ ), 139.0 ( $C_{arom}$ ), 128.6 (2C, *arom*), 128.2 (2C, *arom*), 128.1 (2C, *arom*), 125.7 ( $C_{arom}$ ), 123.2 ( $C_{arom}$ ), 119.3 (2C, *arom*), 51.8 ( $\alpha$ -Leu), 40.9 ( $\beta$ -Leu), 36.6 (CH<sub>2</sub>), 31.0 (CH<sub>2</sub>), 24.1 ( $\gamma$ -Leu), 22.9 ( $\delta$ -Leu), 21.6 ( $\delta$ -Leu) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3258 (w), 3196 (w), 3140 (w), 3079 (w), 2956 (w), 2929 (w), 2868 (w), 1637 (vs), 1620 (m), 1601 (m), 1545 (vs), 1493 (m), 1466 (w), 1443 (s), 1386 (w), 1368 (w), 1339 (w), 1310 (m), 1251 (m), 1165 (w), 1077 (w), 965 (w), 902 (w), 750 (s), 690 (vs), 609 (w), 584 (w), 558 (w), 511 (w), 485 (w), 453 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 158 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.47 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(2S,3R)-3-Methyl-N-phenyl-2-(3-phenylpropanamido)pentanamid (Schl-38-169)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Ile-A · HCl	242.49	-	1.0	1.33	0.322	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	1.33	0.200	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	2.00	0.383	-
HOBT	135.12	-	1.5	2.00	0.270	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.66	0.269	0.37

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.322 g (1.33 mmol, 1.0 eq) H-L-Ile-A · HCl und 0.200 g (1.33 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.236 g (0.70 mmol, 53 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 338.20, gef.: 339.28 [M+H]<sup>+</sup> (40), 361.23 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 339.2067, 361.1886, gef.: 339.2065 [M+H]<sup>+</sup>, 361.1888 [M+Na]<sup>+</sup>.

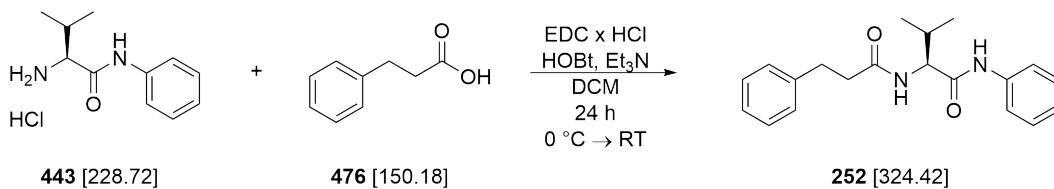
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.04 (s, 1H, NH), 8.03 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 1H, Ile-NH), 7.62-7.60 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.28 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.24-7.20 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.16-7.13 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.32 (t, <sup>3</sup>J = 8.5 Hz, 1H,  $\alpha$ -Ile), 2.84-2.80 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.56-2.51 (m, 1H, CH<sub>2</sub>), 2.48-2.41 (m, 1H, CH<sub>2</sub>), 1.76-1.74 (m, 1H,  $\beta$ -Ile), 1.44-1.39 (m, 1H,  $\gamma$ -Ile), 1.11-1.05 (m, 1H,  $\gamma$ -Ile), 0.84-0.78 (m, 6H, 2x Ile-CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.4 ( $C=O$ ), 170.4 ( $C=O$ ), 141.2 ( $C_{arom}$ ), 138.8 ( $C_{arom}$ ), 128.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 125.7 ( $C_{arom}$ ), 123.3 ( $C_{arom}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.5 ( $\alpha$ -Ile), 36.6 ( $\text{CH}_2$  oder  $\beta$ -Ile), 36.5 ( $\text{CH}_2$  oder  $\beta$ -Ile), 31.1 ( $\text{CH}_2$ ), 24.4 ( $\gamma$ -Ile), 15.2 ( $\text{CH}_3$ ), 10.7 ( $\text{CH}_3$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3286 (w), 3060 (w), 3026 (w), 2962 (w), 2927 (w), 2875 (w), 1660 (w), 1636 (vs), 1597 (m), 1537 (vs), 1497 (m), 1444 (m), 1381 (m), 1310 (w), 1292 (w), 1259 (w), 1240 (w), 1217 (w), 1198 (w), 1149 (w), 974 (w), 961 (w), 776 (w), 738 (s), 691 (vs), 601 (w), 587 (w), 528 (w), 502 (w), 470 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 230 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.47 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-3-Methyl-N-phenyl-2-(3-phenylpropanamido)butanamid (Schl-38-170)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	1.33	0.304	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	1.33	0.200	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	2.00	0.383	-
HOBr	135.12	-	1.5	2.00	0.270	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.66	0.269	0.37

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.304 g (1.33 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-A · HCl und 0.200 g (1.33 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1) gereinigt. Es konnten 0.283 g (0.87 mmol, 65 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 324.18, gef.: 325.27 [M+H]<sup>+</sup> (40), 347.24 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 325.1911, 347.1730, gef.: 325.1900 [M+H]<sup>+</sup>, 347.1724 [M+Na]<sup>+</sup>.

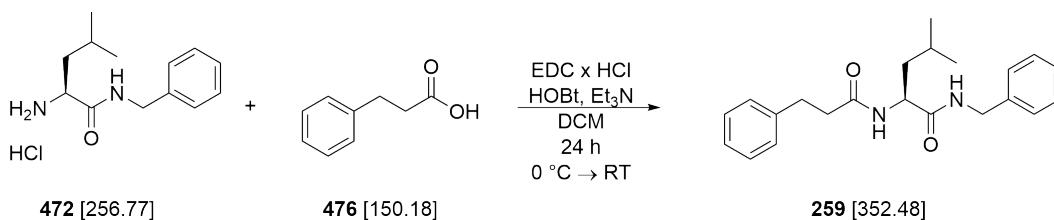
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.03 (s, 1H, NH), 8.02 (d, <sup>3</sup>J = 8.6 Hz, 1H, Val-NH), 7.61-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.28 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.20 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.17-7.14 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.31-4.28 (m, 1H, α-Val), 2.84-2.81 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.57-2.52 (m, 1H, CH<sub>2</sub>), 2.48-2.43 (m, 1H, CH<sub>2</sub>), 1.99-1.95 (m, 1H, β-Val), 0.87-0.84 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.5 ( $C=O$ ), 170.3 ( $C=O$ ), 141.2 ( $C_{arom}$ ), 138.8 ( $C_{arom}$ ), 128.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 125.7 ( $C_{arom}$ ), 123.3 ( $C_{arom}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 58.6 ( $\alpha$ -Val), 36.6 (CH<sub>2</sub>), 31.1 (CH<sub>2</sub>), 30.5 ( $\beta$ -Val), 19.1 ( $\gamma$ -Val), 18.4 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3287 (w), 2955 (w), 2869 (w), 1661 (w), 1638 (vs), 1598 (w), 1538 (s), 1498 (w), 1445 (m), 1421 (w), 1378 (w), 1249 (w), 1220 (w), 741 (s), 692 (s), 503 (w), 487 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 218 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.40 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-Benzyl-4-methyl-2-(3-phenylpropanamido)pentanamid (Schl-38-180)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Leu-BA · HCl	256.32	-	1.0	0.76	0.195	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.76	0.114	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.14	0.219	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.14	0.154	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.52	0.154	0.21

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.195 g (0.76 mmol, 1.0 eq) H-L-Leu-BA · HCl und 0.114 g (0.76 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.077 g (0.22 mmol, 29 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 352.22, gef.: 353.24 [M+H]<sup>+</sup> (80), 375.19 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 353.2224, 375.2043, gef.: 353.2220 [M+H]<sup>+</sup>, 375.2045 [M+Na]<sup>+</sup>.

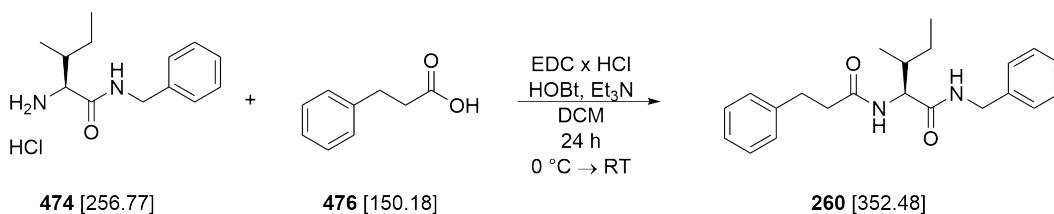
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.34 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 7.95 (d, <sup>3</sup>J = 8.3 Hz, 1H, Leu-NH), 7.32-7.29 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.15 (m, 8H, CH<sub>arom</sub>), 4.35-4.30 (m, 1H, α-Leu), 4.29-4.21 (m, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 2.82-2.79 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.48-2.42 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.50-1.43 (m, 3H, β-Leu, γ-Leu), 0.85-0.79 (m, 6H, δ-Leu) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 172.1 ( $C=O$ ), 171.2 ( $C=O$ ), 141.2 ( $C_{arom}$ ), 139.4 ( $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.6 ( $C_{arom}$ ), 125.7 ( $C_{arom}$ ), 50.9 ( $\alpha$ -Leu), 41.9 (BA-CH<sub>2</sub>), 40.9 ( $\beta$ -Leu), 36.7 (CH<sub>2</sub>), 31.0 (CH<sub>2</sub>), 24.1 ( $\gamma$ -Leu), 23.0 ( $\delta$ -Leu), 21.4 ( $\delta$ -Leu) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3270 (m), 3064 (w), 3032 (w), 2951 (w), 2928 (w), 2867 (w), 1673 (w), 1630 (vs), 1547 (s), 1495 (m), 1454 (m), 1427 (w), 1387 (w), 1357 (w), 1277 (w), 1247 (m), 1219 (w), 1168 (w), 1030 (w), 785 (w), 729 (m), 694 (vs), 611 (w), 587 (w), 564 (w), 495 (w), 475 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 117 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.36 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-Benzyl-3-methyl-2-(3-phenylpropanamido)butanamid (Schl-38-181)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Ile-BA · HCl	256.32	-	1.0	0.76	0.195	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.76	0.114	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.14	0.219	-
HOEt	135.12	-	1.5	1.14	0.154	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.52	0.154	0.21

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.195 g (0.76 mmol, 1.0 eq) H-L-Ile-BA · HCl und 0.114 g (0.76 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.077 g (0.22 mmol, 29 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 352.22, gef.: 353.25  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (50), 375.18  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 353.2224, 375.2043, gef.: 353.2216  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 375.2043  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

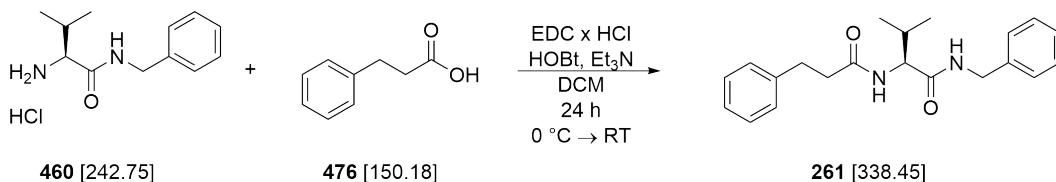
**$^1\text{H-NMR}$ :** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 8.42$  (t, 1H,  $^3\text{J} = 6.0$  Hz, NH), 7.86 (d, 1H,  $^3\text{J} = 8.9$  Hz, Ile-NH), 7.32-7.14 (m, 10H, CH<sub>arom</sub>), 4.27 (d, 2H,  $^3\text{J} = 6.0$  Hz, BA-CH<sub>2</sub>), 4.20 (dd, 1H, J = 8.8, 7.9 Hz,  $\alpha$ -Ile), 2.83-2.79 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.54-2.42 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.72-1.67 (m, 1H,  $\beta$ -Ile), 1.37-1.32 (m, 1H,  $\gamma$ -Ile), 1.05-0.99 (m, 1H,  $\gamma$ -Ile), 0.78-0.76 (m, 6H, 2x Ile-CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.2 ( $C=O$ ), 171.1 ( $C=O$ ), 141.2 ( $C_{arom}$ ), 139.4 ( $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (4C,  $C_{arom}$ ), 127.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.6 ( $C_{arom}$ ), 125.7 ( $C_{arom}$ ), 56.8 ( $\alpha$ -Phg), 41.9 (BA-CH<sub>2</sub>), 36.6 (CH<sub>2</sub> oder  $\beta$ -Ile), 36.4 (CH<sub>2</sub> oder  $\beta$ -Ile), 31.1 (CH<sub>2</sub>), 24.3 ( $\gamma$ -Ile), 15.4 (*iso*-Ile-CH<sub>3</sub>), 10.9 ( $\delta$ -Ile) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3283 (m), 3066 (w), 3030 (w), 2964 (w), 2929 (w), 2875 (w), 1632 (vs), 1537 (s), 1496 (w), 1454 (w), 1427 (w), 1383 (w), 1359 (w), 1257 (w), 1224 (w), 1150 (w), 1080 (w), 1029 (w), 727 (m), 695 (vs), 610 (w), 471 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 189 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.17 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-Benzyl-3-methyl-2-(3-phenylpropanamido)butanamid (Schl-38-182)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-BA · HCl	242.75	-	1.0	0.76	0.184	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.76	0.114	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.14	0.219	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.14	0.154	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.52	0.154	0.21

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.184 g (0.76 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-BA · HCl und 0.114 g (0.76 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.119 g (0.35 mmol, 46 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 338.20, gef.: 339.26 [M+H]<sup>+</sup> (70), 361.22 [M+Na]<sup>+</sup> (80).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 339.2067, 361.1886, gef.: 339.2070 [M+H]<sup>+</sup>, 361.1892 [M+Na]<sup>+</sup>.

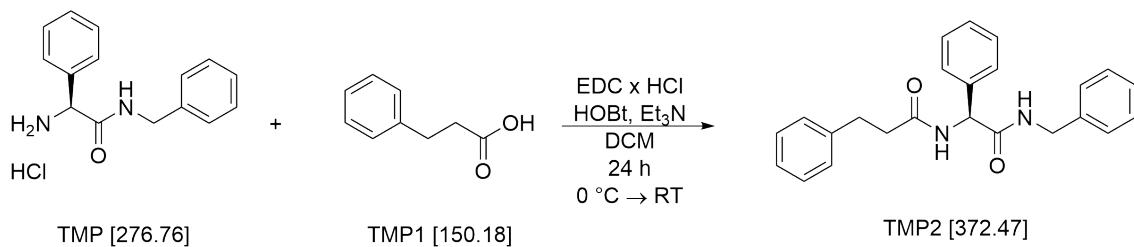
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.40 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 7.85 (d, <sup>3</sup>J = 8.9 Hz, 1H, Val-NH), 7.32-7.29 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.20 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 7.17-7.14 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.27 (d, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 4.18 (dd, J = 8.9, 7.1 Hz, 1H, α-Val), 2.83-2.80 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.56-2.52 (m, 1H, CH<sub>2</sub>), 2.48-2.42 (m, 1H, CH<sub>2</sub>), 1.96-1.92 (m, 1H, β-Val), 0.80-0.78 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 171.4$  ( $C=O$ ), 171.0 ( $C=O$ ), 141.3 ( $C_{arom}$ ), 139.4 ( $C_{arom}$ ), 128.1 (4C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.7 ( $C_{arom}$ ), 125.7 ( $C_{arom}$ ), 57.8 ( $\alpha$ -Val), 41.9 (BA-CH<sub>2</sub>), 36.6 (CH<sub>2</sub>), 31.1 (CH<sub>2</sub>), 30.3 ( $\beta$ -Val), 19.2 ( $\gamma$ -Val), 18.1 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu = 3273$  (w), 3064 (w), 3030 (w), 2963 (w), 2935 (w), 2871 (w), 1628 (vs), 1538 (s), 1496 (w), 1453 (w), 1386 (w), 1346 (w), 1227 (w), 1161 (w), 745 (w), 694 (s), 580 (w), 539 (w), 493 (w), 473 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 204 °C.

**R<sub>f</sub>:** keine Angabe möglich, da nicht detektierbar oder anfärbbar.

**(S)-N-(2-(Benzylamino)-2-oxo-1-phenylethyl)-3-phenylpropanamid (Schl-38-175)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-BA · HCl	276.76	-	1.0	1.12	0.310	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	1.12	0.168	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.68	0.322	-
HOEt	135.12	-	1.5	1.68	0.227	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.24	0.227	0.31

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.310 g (1.12 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-BA · HCl und 0.168 g (1.12 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.033 g (0.09 mmol, 8 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 372.18, gef.: 373.20 [M+H]<sup>+</sup> (100), 395.17 [M+Na]<sup>+</sup> (80).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 373.1911, 395.1730, gef.: 373.1918 [M+H]<sup>+</sup>, 395.1741 [M+Na]<sup>+</sup>.

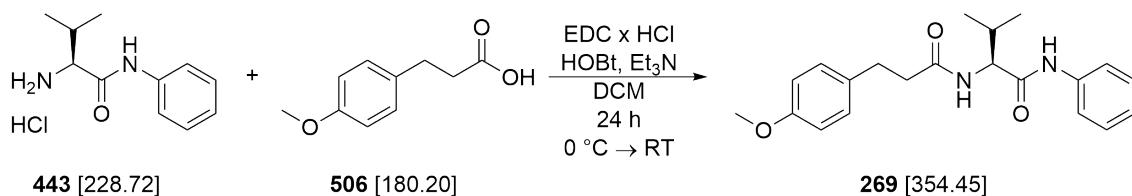
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.74 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 8.51 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Phg-NH), 7.39-7.15 (m, 15H, CH<sub>arom</sub>), 5.53 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 4.28 (m, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 2.81 (t, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.56-2.52 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.1 ( $C=O$ ), 169.9 ( $C=O$ ), 141.2 ( $C_{arom}$ ), 139.0 ( $C_{arom}$ ), 138.9 ( $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (4C,  $C_{arom}$ ), 127.4 ( $C_{arom}$ ), 127.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.7 ( $C_{arom}$ ), 125.8 ( $C_{arom}$ ), 56.2 ( $\alpha$ -Phg), 42.0 (BA-CH<sub>2</sub>), 36.5 (CH<sub>2</sub>), 31.0 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3308 (w), 1631 (vs), 1552 (w), 1524 (m), 1494 (w), 1452 (w), 1382 (w), 1347 (w), 1225 (w), 748 (m), 696 (vs), 648 (w), 596 (w), 517 (w), 495 (w), 466 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 206 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.13 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-2-(3-(4-Methoxyphenyl)propanamido)-3-methyl-N-phenylbutanamid (Schl-38-202)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	1.00	0.226	-
3-(4-Methoxyphenyl)propansäure	180.20	-	1.0	1.00	0.180	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.50	0.288	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.50	0.203	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.00	0.202	0.28

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.226 g (1.00 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-A · HCl und 0.180 g (1.00 mmol, 1.0 eq) 3-(4-Methoxyphenyl)propansäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % in 23 min) gereinigt. Es konnten 0.120 g (0.34 mmol, 34 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_3$  ber.: 354.19, gef.: 355.28  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (25), 377.20  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (50).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_3$  ber.: 355.2016, 377.1836, gef.: 355.2013  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 377.1832  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

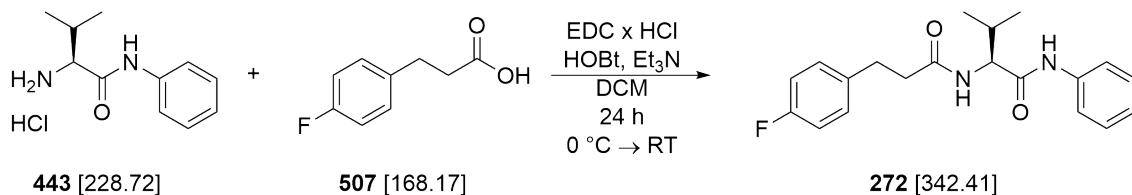
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.02 (s, 1H, NH), 7.99 (d,  $^3\text{J}$  = 8.6 Hz, 1H, Val-NH), 7.62-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.28 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.13-7.11 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.80-6.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.29 (dd, J = 8.5, 7.8 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 3.69 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 2.77-2.73 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.48-2.40 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.01-1.93 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.87-0.84 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.6 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 170.3 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 157.4 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 138.8 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 133.1 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 129.1 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.6 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 123.3 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 119.2 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 113.6 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 58.6 ( $\alpha$ -Val), 54.9 ( $\text{CH}_3$ ), 36.9 ( $\text{CH}_2$ ), 30.5 ( $\beta$ -Val), 30.3 ( $\text{CH}_2$ ), 19.1 ( $\gamma$ -Val), 18.4 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3278 (w), 1664 (w), 1638 (vs), 1599 (m), 1540 (s), 1512 (s), 1499 (w), 1468 (w), 1444 (m), 1381 (w), 1299 (w), 1247 (s), 1220 (w), 1175 (w), 1029 (w), 822 (w), 742 (s), 703 (w), 690 (m), 538 (w), 518 (w), 499 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 205 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.13 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-2-(3-(4-Fluorphenyl)propanamido)-3-methyl-N-phenylbutanamid (Schl-38-205)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	0.62	0.140	-
3-(4-Fluorophenyl)propansäure	168.17	-	1.0	0.62	0.104	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.140 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-A · HCl und 0.104 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-(4-Fluorphenyl)propansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.168 g (0.49 mmol, 79 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{23}\text{FN}_2\text{O}_2$  ber.: 342.17, gef.: 343.28  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (80), 365.19  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (95).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{23}\text{FN}_2\text{O}_2$  ber.: 343.1816, 365.1636, gef.: 343.1817  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 365.1643  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

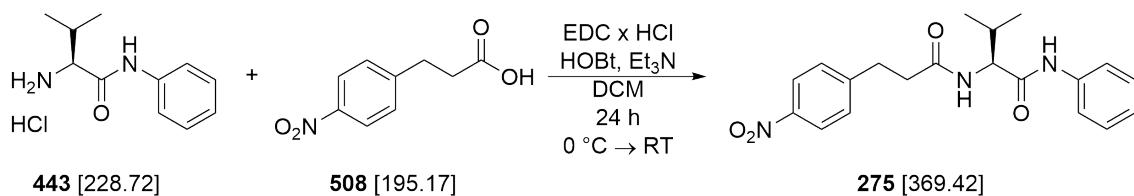
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 10.03$  (s, 1H, NH), 8.01 (d,  $^3\text{J} = 8.7$  Hz, 1H, Val-NH), 7.61-7.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.27 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.21 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.01 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 4.29-4.27 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.83-2.79 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.57-2.43 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.01-1.92 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.86-0.83 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.3 ( $C=O$ ), 170.3 ( $C=O$ ), 160.6 (d,  $^1J = 241.1$  Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 138.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 137.3 (d,  $^4J = 3.1$  Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 129.9 (d,  $^3J = 7.6$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 ( $C_{arom}$ ), 123.3 ( $C_{arom}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 114.8 (d,  $^2J = 21.1$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 58.6 ( $\alpha$ -Val), 36.6 (CH<sub>2</sub>), 30.5 ( $\beta$ -Val), 30.3 (CH<sub>2</sub>), 19.1 ( $\gamma$ -Val), 18.3 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu = 3280.32$  (w), 2962.83 (w), 1662.28 (w), 1634.43 (vs), 1599.81 (m), 1536.88 (vs), 1508.99 (vs), 1468.64 (w), 1444.25 (m), 1379.29 (m), 1310.32 (w), 1247.17 (w), 1219.33 (s), 1157.41 (w), 1140.93 (w), 1096.19 (w), 932.17 (w), 828.71 (m), 768.06 (w), 740.58 (s), 708.03 (m), 690.73 (s), 607.24 (w), 533.00 (m), 503.92 (w), 479.45 (m), 427.65 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 184 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.26 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-3-Methyl-2-(3-(4-nitrophenyl)propanamido)-N-phenylbutanamid (Schl-38-208)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	0.62	0.140	-
3-(4-Nitrophenyl)propansäure	181.15	-	1.0	0.62	0.121	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.140 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-A · HCl und 0.121 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-(4-Nitrophenyl)propansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.189 g (0.51 mmol, 83 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 369.17, gef.: 370.18 [M+H]<sup>+</sup> (20), 392.19 [M+Na]<sup>+</sup> (20).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 392.1581, gef.: 392.1577 [M+Na]<sup>+</sup>.

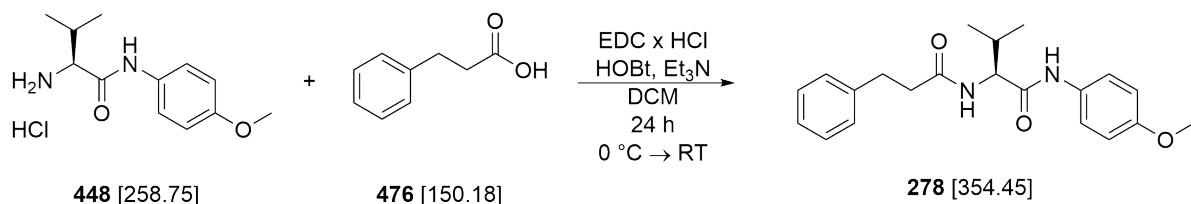
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.02 (s, 1H, NH), 8.11-8.06 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, Val-NH), 7.60-7.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.51-7.49 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.27 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.28 (dd, J = 8.5, 7.7 Hz, 1H, α-Val), 2.99-2.95 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.63-2.55 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.98-1.93 (m, 1H, β-Val), 0.85-0.82 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.4 ( $C=O$ ), 170.6 ( $C=O$ ), 150.1 ( $C_{arom}$ ), 146.3 ( $C_{arom}$ ), 139.1 ( $C_{arom}$ ), 130.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 129.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.7 ( $C_{arom}$ ), 123.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 119.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 59.0 ( $\alpha$ -Val), 36.1 ( $\text{CH}_2$ ), 31.3 ( $\beta$ -Val), 30.9 ( $\text{CH}_2$ ), 19.5 ( $\gamma$ -Val), 18.7 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3295 (w), 3255 (w), 1664 (m), 1634 (s), 1598 (m), 1536 (s), 1515 (vs), 1497 (m), 1475 (w), 1442 (m), 1377 (m), 1342 (vs), 1314 (w), 1277 (w), 1249 (w), 1207 (w), 1158 (w), 1108 (w), 938 (w), 856 (m), 771 (w), 739 (s), 715 (w), 703 (w), 690 (s), 617 (w), 533 (w), 512 (w), 503 (m)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 215-217 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.11 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(4-Methoxyphenyl)-3-methyl-2-(3-phenylpropanamido)butanamid (Schl-38-187)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-(4-OMe)A · HCl	258.75	-	1.0	0.62	0.160	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOEt	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.160 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-(4-OMe)A · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.150 g (0.42 mmol, 68 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_3$  ber.: 354.19, gef.: 355.27  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (50), 377.19  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (80).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_3$  ber.: 355.2016, 377.1836, gef.: 355.2018  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 377.1843  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

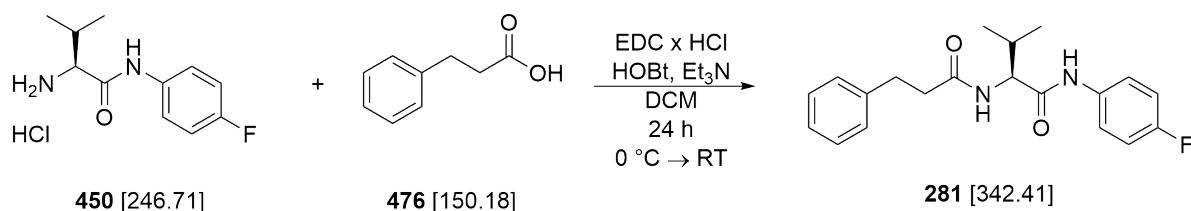
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 9.88$  (s, 1H, NH), 7.99 (d,  $^3\text{J} = 8.7$  Hz, 1H, Val-NH), 7.51-7.50 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.15 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 6.88-6.87 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.26 (dd, J = 8.5, 7.7 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 3.72 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 2.82-2.80 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.57-2.43 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.98-1.92 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.86-0.83 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.8 (*C=O*), 170.1 (*C=O*), 155.6 (*C<sub>arom</sub>*), 141.6 (*C<sub>arom</sub>*), 132.3 (*C<sub>arom</sub>*), 128.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 126.1 (*C<sub>arom</sub>*), 121.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 114.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 58.9 ( $\alpha$ -Val), 55.5 (CH<sub>3</sub>), 37.0 (CH<sub>2</sub>), 31.5 ( $\beta$ -Val), 31.0 (CH<sub>2</sub>), 19.5 ( $\gamma$ -Val), 18.8 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 1659 (w), 1634 (vs), 1538 (s), 1511 (s), 1466 (w), 1453 (w), 1414 (w), 1384 (w), 1244 (s), 1169 (w), 1031 (m), 825 (m), 792 (w), 747 (w), 698 (s), 522 (s) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 240-243 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.24 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(4-Fluorphenyl)-3-methyl-2-(3-phenylpropanamido)butanamid (Schl-38-190)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-(4-F)A · HCl	246.71	-	1.0	0.62	0.153	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.153 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-(4-F)A · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % in 22 min) gereinigt. Es konnten 0.172 g (0.50 mmol, 81 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{23}\text{FN}_2\text{O}_2$  ber.: 342.17, gef.: 342.25  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (40), 365.19  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{23}\text{FN}_2\text{O}_2$  ber.: 365.1636, gef.: 365.1634  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

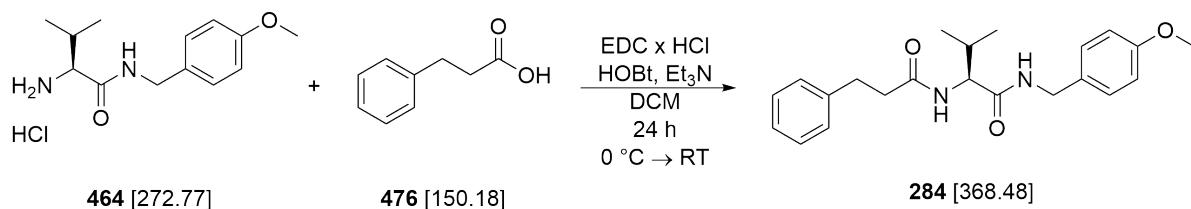
**$^1\text{H-NMR}$ :** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.10 (s, 1H, NH), 8.03 (d,  $^3\text{J}$  = 8.6 Hz, 1H, Val-NH), 7.64-7.61 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.12 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 4.27 (dd, J = 8.4, 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.84-2.81 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.57-2.45 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.99-1.95 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.86-0.84 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.9 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 170.6 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 158.4 (d,  $^1\text{J} = 239.9$  Hz, 1C,  $C_{\text{arom}}$ ), 141.6 ( $C_{\text{arom}}$ ), 135.6 (d,  $^4\text{J} = 2.5$  Hz, 1C,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.6 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.5 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 126.2 ( $C_{\text{arom}}$ ), 121.4 (d,  $^3\text{J} = 7.7$  Hz, 2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 115.6 (d,  $^2\text{J} = 22.2$  Hz, 2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 59.0 ( $\alpha$ -Val), 37.0 ( $\text{CH}_2$ ), 31.5 ( $\beta$ -Val), 30.9 ( $\text{CH}_2$ ), 19.5 ( $\gamma$ -Val), 18.8 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3287 (w), 3262 (w), 1662 (w), 1637 (s), 1612 (w), 1537 (s), 1510 (s), 1453 (w), 1409 (w), 1377 (w), 1217 (s), 830 (m), 797 (m), 747 (w), 698 (s), 520 (w), 503 (m), 480 (w), 413 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 218 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.22 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-N-(4-Methoxybenzyl)-3-methyl-2-(3-phenylpropanamido)butanamid (Schl-38-193)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-(4-OMe)BA · HCl	272.77	-	1.0	0.62	0.169	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.169 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-(4-OMe)BA · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % in 38 min) gereinigt. Es konnten 0.091 g (0.25 mmol, 40 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 368.21, gef.: 369.22 [M+H]<sup>+</sup> (30), 391.17 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 369.2173, 391.1992, gef.: 369.2169 [M+H]<sup>+</sup>, 391.2000 [M+Na]<sup>+</sup>.

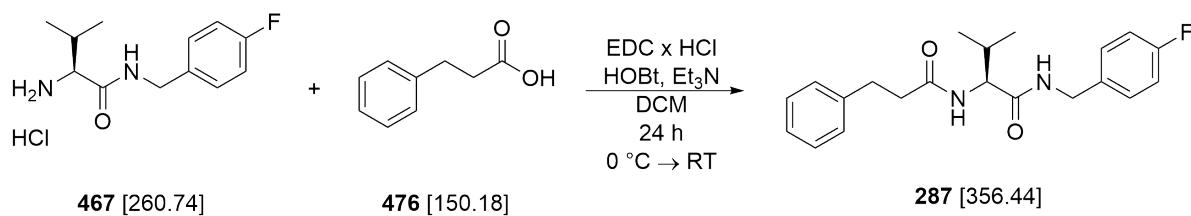
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.32 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 7.83 (d, <sup>3</sup>J = 8.9 Hz, 1H, Val-NH), 7.26-7.16 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 6.87-6.85 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.19 (d, <sup>3</sup>J = 6.1 Hz, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 4.15 (dd, J = 8.9, 7.1 Hz, 1H, α-Val), 3.72 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 2.83-2.79 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.57-2.43 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.94-1.90 (m, 1H, β-Val), 0.78-0.77 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.7 ( $\text{C=O}$ ), 171.3 ( $\text{C=O}$ ), 158.5 ( $C_{\text{arom}}$ ), 141.7 ( $C_{\text{arom}}$ ), 131.7 ( $C_{\text{arom}}$ ), 128.9 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.6 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.5 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 126.1 ( $C_{\text{arom}}$ ), 114.0 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 58.2 ( $\alpha$ -Val), 55.4 ( $\text{CH}_3$ ), 41.8 (BA- $\text{CH}_2$ ), 37.0 ( $\text{CH}_2$ ), 31.5 ( $\beta$ -Val), 30.7 ( $\text{CH}_2$ ), 20.0 ( $\gamma$ -Val), 18.5 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3283 (m), 1650 (w), 1630 (vs), 1541 (m), 1512 (m), 1442 (w), 1388 (w), 1235 (m), 1176 (w), 1028 (w), 811 (w), 747 (w), 704 (m), 590 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 213 °C.

**R<sub>f</sub>:** nicht detektierbar mit UV oder verschiedenen Bädern.

**(S)-N-(4-Fluorbenzyl)-3-methyl-2-(3-phenylpropanamido)butanamid (Schl-38-196)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-(4-F)BA · HCl	260.74	-	1.0	0.62	0.160	-
3-Phenylpropansäure	150.18	1.169	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOEt	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.160 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-(4-F)BA · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % in 22 min) gereinigt. Es konnten 0.136 g (0.38 mmol, 61 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 356.19, gef.: 357.25 [M+H]<sup>+</sup> (40), 379.17 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 379.1792, gef.: 379.1784 [M+Na]<sup>+</sup>.

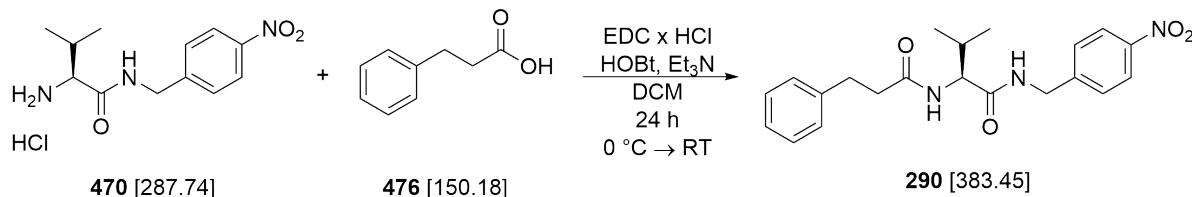
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.42 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 7.86 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, Val-NH), 7.30-7.10 (m, 9H, CH<sub>arom</sub>), 4.25 (d, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 1H, BA-CH<sub>2</sub>), 4.15 (dd, J = 8.8, 7.1 Hz, 1H, α-Val), 2.83-2.79 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.56-2.41 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.96-1.91 (m, 1H, β-Val), 0.79 (s, 3H, γ-Val), 0.77 (s, 3H, γ-Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.8 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 171.5 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 161.5 (d,  $^1\text{J} = 242.1$  Hz, 1C,  $C_{\text{arom}}$ ), 141.7 ( $C_{\text{arom}}$ ), 136.0 (d,  $^4\text{J} = 3.0$  Hz, 1C,  $C_{\text{arom}}$ ), 129.6 (d,  $^3\text{J} = 8.1$  Hz, 2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.6 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.5 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 126.2 ( $C_{\text{arom}}$ ), 115.3 (d,  $^2\text{J} = 21.2$  Hz, 2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 58.2 ( $\alpha$ -Val), 41.7 ( $\text{CH}_2$ ), 37.0 ( $\text{CH}_2$ ), 31.5 ( $\beta$ -Val), 30.7 ( $\text{CH}_2$ ), 19.6 ( $\gamma$ -Val), 18.5 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3289 (w), 1652 (w), 1629 (vs), 1538 (m), 1505 (m), 1449 (w), 1386 (w), 1227 (w), 1214 (m), 1155 (w), 827 (w), 777 (w), 697 (s), 575 (m), 489 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 184 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.29 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-3-Methyl-N-(4-nitrobenzyl)-2-(3-phenylpropanamido)butanamid (Schl-38-199)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-(4-NO <sub>2</sub> )BA · HCl	260.74	-	1.0	0.62	0.178	-
3-Phenylpropansäure	150.18	1.169	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.178 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-(4-NO<sub>2</sub>)BA · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % in 38 min) gereinigt. Es konnten 0.179 g (0.47 mmol, 76 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 383.18, gef.: 384.23 [M+H]<sup>+</sup> (100), 406.18 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 384.1918, 406.1737, gef.: 384.1917 [M+H]<sup>+</sup>, 406.1737 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.58 (t, <sup>3</sup>J = 6.1 Hz, 1H, NH), 8.19-8.16 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.90 (d, <sup>3</sup>J = 8.6 Hz, 1H, Val-NH), 7.52-7.50 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.14 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 4.40 (d, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 4.16 (dd, J = 8.6, 7.1 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.83-2.81 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.56-2.43 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.98-1.94 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.85-0.81 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.5 ( $C=O$ ), 171.4 ( $C=O$ ), 147.6 ( $C_{arom}$ ), 146.4 ( $C_{arom}$ ), 141.3 ( $C_{arom}$ ), 128.1 (4C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 125.7 ( $C_{arom}$ ), 123.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.9 ( $\alpha$ -Val), 41.6 (CH<sub>2</sub>), 36.5 (CH<sub>2</sub>), 31.1 (CH<sub>2</sub>), 30.1 ( $\beta$ -Val), 19.2 ( $\gamma$ -Val), 18.2 ( $\gamma$ -Val) ppm.

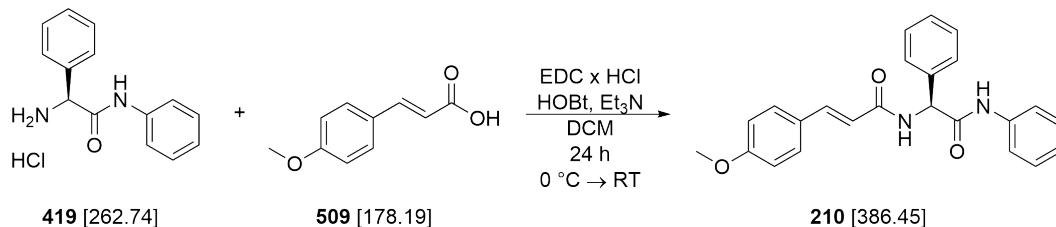
**IR:**  $\nu$  = 3287 (m), 3257 (m), 1659 (m), 1632 (vs), 1606 (m), 1531 (s), 1517 (vs), 1495 (m), 1456 (m), 1437 (m), 1419 (m), 1377 (m), 1343 (vs), 1277 (w), 1234 (m), 1176 (w), 1165 (w), 1062 (w), 1031 (w), 969 (w), 861 (w), 842 (m), 772 (m), 738 (s), 720 (s), 705 (s), 687 (s), 612 (w), 555 (m), 541 (m), 492 (w), 457 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 230 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.21 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

### 1.9.5 Zimtsäure-Derivate mit Modifikationen in den Molekülteilen A, B und C

**(S,E)-3-(4-Methoxyphenyl)-N-(2-oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)acrylamid  
(Schl-38-148)**



Edukte	M [g/mol]	ρ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.28	-	1.0	1.33	0.349	-
(E)-3-(4-Methoxyphenyl)acrylsäure	178.19	-	1.0	1.33	0.237	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	2.00	0.383	-
HOBT	135.12	-	1.5	2.00	0.270	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.66	0.269	0.37

#### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.349 g (1.33 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.237 g (1.33 mmol, 1.0 eq) (E)-3-(4-Methoxyphenyl)acrylsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.065 g (0.17 mmol, 13 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

#### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 386.16, gef.: 387.27 [M+H]<sup>+</sup> (40), 409.16 [M+Na]<sup>+</sup> (80).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 387.1679, 409.1523, gef.: 387.1702 [M+H]<sup>+</sup>, 409.1530 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.40 (s, 1H, NH), 8.77 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Phg-NH), 7.61-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.55-7.50 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.43-7.38 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.33-7.29 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.99-6.98 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.83 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.81-5.79 (m, 1H, α-Phg), 3.79 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

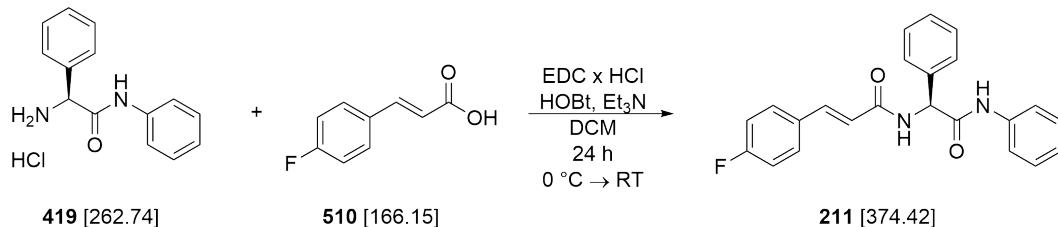
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.8 (C=O), 165.0 (C=O), 160.4 (C<sub>arom</sub>), 139.0 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 138.3 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (C<sub>arom</sub>), 127.5 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 119.3 (C<sub>arom</sub>), 119.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 114.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 57.0 (α-Phg), 55.2 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3271 (w), 1661 (w), 1644 (s), 1601 (vs), 1573 (w), 1532 (s), 1510 (s), 1495 (m), 1460 (w), 1445 (m), 1421 (w), 1364 (m), 1336 (w), 1305 (w), 1286 (w), 1256 (s), 1214 (m), 1174 (m), 1031 (w), 975 (m), 828 (s), 810 (w), 748 (s), 719 (m), 693 (vs), 671 (m), 642 (w), 552 (m), 539 (m), 519 (m), 499 (m), 479 (w), 411 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 248 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.23 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S,E)-3-(4-Fluorphenyl)-N-(2-oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)acrylamid  
(Schl-38-149)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-A · HCl	262.28	-	1.0	0.76	0.200	-
( <i>E</i> )-3-(4-Fluorophenyl)acrylic acid	166.15	-	1.0	0.76	0.126	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.14	0.218	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.14	0.154	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.52	0.153	0.21

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.126 g (0.76 mmol, 1.0 eq) (*E*)-3-(4-Fluorophenyl)-acrylic acid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.142 g (0.41 mmol, 38 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 374.14, gef.: 375.18 [M+H]<sup>+</sup> (40), 397.15 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 375.1479, 397.1323, gef.: 375.1499 [M+H]<sup>+</sup>, 397.1323 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.41 (s, 1H, NH), 8.86 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.64-7.59 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.55-7.53 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.47 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.41-7.38 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.24 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.92 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.81-5.80 (m, 1H, α-Phg) ppm.

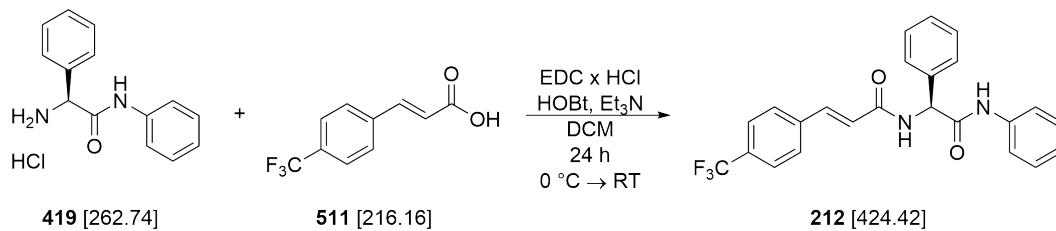
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.7 (C=O), 164.6 (C=O), 162.7 (d, <sup>1</sup>J = 247.2 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 161.7 (C<sub>arom</sub>), 138.7 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 138.1 (C<sub>arom</sub>), 131.5 (d, <sup>4</sup>J = 3.2 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 129.7 (d, <sup>3</sup>J = 8.6 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 121.7 (d, <sup>5</sup>J = 2.2 Hz, C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 119.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 115.9 (d, <sup>2</sup>J = 21.8 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 57.1 (α-Phg) ppm.

**IR:** ν = 3274 (w), 3028 (w), 1661 (m), 1649 (s), 1615 (s), 1599 (s), 1528 (s), 1506 (s), 1494 (s), 1444 (m), 1412 (w), 1368 (m), 1325 (w), 1224 (m), 1210 (s), 1156 (m), 1094 (w), 970 (m), 828 (s), 806 (w), 751 (m), 733 (m), 715 (m), 692 (vs), 665 (m), 640 (m), 554 (w), 537 (w), 522 (w), 497 (s), 481 (w), 432 (w), 415 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 244 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.38 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S,E)-N-(2-Oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)-3-(4-(trifluormethyl)phenyl)acrylamid  
(Schl-38-150)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-A · HCl	262.28	-	1.0	0.76	0.200	-
( <i>E</i> )-3-(4-(Trifluormethyl)phenyl)acrylsäure	216.16	-	1.0	0.76	0.164	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.14	0.219	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.14	0.154	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.52	0.154	0.21

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl und 0.164 g (0.76 mmol, 1.0 eq) (*E*)-3-(4-(Trifluormethyl)phenyl)-acrylic acid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.216 g (0.51 mmol, 67 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>19</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 424.14, gef.: 425.39 [M+H]<sup>+</sup> (20), 447.16 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>19</sub>F<sub>3</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 425.1471, 447.1291, gef.: 425.1467 [M+H]<sup>+</sup>, 447.1292 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.43 (s, 1H, NH), 8.99 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.78 (s, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.61-7.53 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.41-7.38 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.29 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.11 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.07-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.82-5.81 (m, 1H,  $\alpha$ -Phg) ppm.

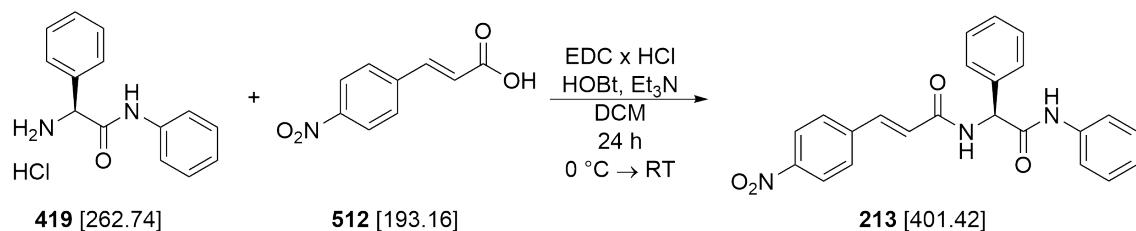
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.6 (C=O), 164.2 (C=O), 139.0 (q, <sup>5</sup>J = 1.2 Hz, 1C, *C<sub>arom</sub>*), 138.7 (*C<sub>sp</sub><sup>2</sup>*), 138.0 (*C<sub>arom</sub>*), 137.6 (*C<sub>arom</sub>*), 129.2 (d, <sup>2</sup>J = 31.9 Hz, 1C, *C<sub>arom</sub>*), 128.8 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.1 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.9 (*C<sub>arom</sub>*), 127.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 125.8 (q, <sup>3</sup>J = 3.8 Hz, 2C, *C<sub>arom</sub>*), 124.6 (*C<sub>sp</sub><sup>2</sup>*), 124.1 (q, <sup>1</sup>J = 272.0 Hz, CF<sub>3</sub>), 123.6 (*C<sub>arom</sub>*), 119.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 57.1 ( $\alpha$ -Phg) ppm.

**IR:** ν = 3269 (w), 3058 (w), 1652 (m), 1618 (s), 1599 (m), 1534 (m), 1495 (m), 1444 (m), 1413 (w), 1365 (w), 1321 (vs), 1245 (w), 1214 (w), 1165 (m), 1121 (s), 1107 (s), 1066 (s), 1015 (w), 973 (m), 955 (w), 830 (m), 749 (m), 692 (s), 643 (m), 620 (m), 593 (w), 551 (w), 536 (w), 495 (w), 408 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 252 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.26 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S,E)-3-(4-Nitrophenyl)-N-(2-oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)acrylamid  
(Schl-38-151)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	5.00	1.131	-
4-Nitrozimtsäure	193.15	-	1.0	5.00	0.966	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	7.50	1.438	-
HOBT	135.12	-	1.5	7.50	1.013	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	10.00	1.012	1.39

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 1.131 g (5.00 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-A · HCl und 0.966 g (5.00 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrozimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 1.207 g (3.01 mmol, 60 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 401.14, gef.: 402.11 [M+H]<sup>+</sup> (30), 424.15 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 402.1462, 424.1268, gef.: 402.1441 [M+H]<sup>+</sup>, 424.1263 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.43 (s, 1H, NH), 9.04 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 8.28-8.27 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.84-7.82 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.61-7.53 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.42-7.39 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.29 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.17 (d, <sup>3</sup>J = 15.9 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.07-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.81 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg) ppm.

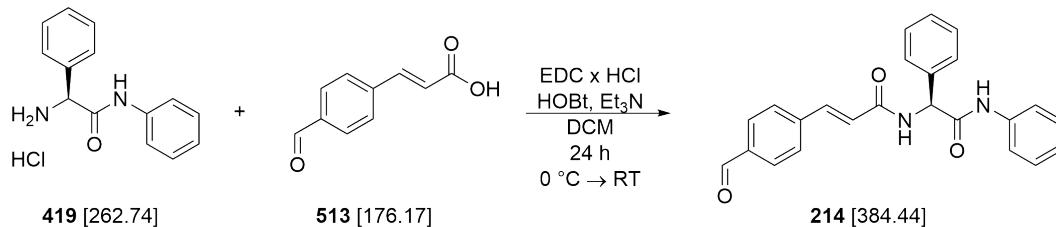
**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.5 ( $C=O$ ), 164.0 ( $C=O$ ), 147.5 ( $C_{arom}$ ), 141.5 ( $C_{arom}$ ), 138.7 ( $C_{sp^2}$ ), 138.0 ( $C_{arom}$ ), 137.0 ( $C_{arom}$ ), 128.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.5 (4C,  $C_{arom}$ ), 127.9 ( $C_{arom}$ ), 127.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.1 ( $C_{arom}$ ), 124.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.6 ( $C_{sp^2}$ ), 119.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.1 ( $\alpha$ -Phg) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3286 (w), 1651 (s), 1617 (s), 1597 (s), 1537 (s), 1515 (vs), 1496 (s), 1445 (m), 1368 (m), 1341 (vs), 1246 (w), 1211 (m), 1109 (w), 970 (m), 843 (m), 746 (s), 729 (s), 708 (s), 691 (vs), 665 (m), 647 (m), 629 (m), 555 (w), 540 (m), 494 (m)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 245 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.21 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S,E)-3-(4-Formylphenyl)-N-(2-oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)acrylamid  
(Schl-38-152)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-A · HCl	262.28	-	1.0	0.76	0.200	-
( <i>E</i> )-3-(4-Formylphenyl)acrylsäure	176.17	-	1.0	0.76	0.292	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.14	0.219	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.14	0.154	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.52	0.154	0.21

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.76 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-A · HCl *H*-L-Phg-A · HCl und 0.292 g (0.76 mmol, 1.0 eq) (*E*)-3-(4-Formylphenyl)acrylsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.087 g (0.23 mmol, 30 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 384.15, gef.: 385.17 [M+H]<sup>+</sup> (60), 407.21 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 385.1547, 407.1366, gef.: 385.1552 [M+H]<sup>+</sup>, 407.1368 [M+Na]<sup>+</sup>.

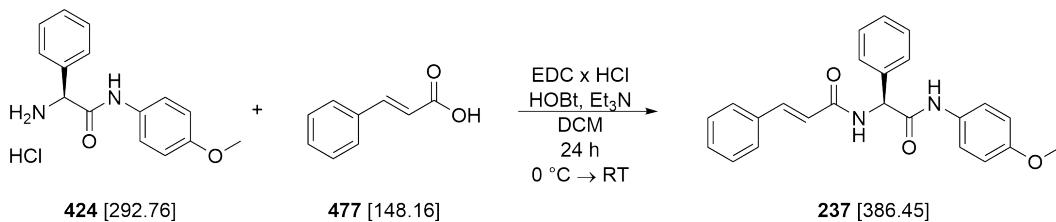
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.43 (s, 1H, NH), 10.02 (s, 1H, Aldehyd-H), 8.99 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.96-7.94 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.79-7.77 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.61-7.53 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.42-7.39 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.29 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.14 (d, <sup>3</sup>J = 15.9 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.07-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.81 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 192.4 (C=O), 168.5 (C=O), 164.2 (C=O), 140.6 (C<sub>arom</sub>), 138.7 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 138.0 (C<sub>arom</sub>), 138.0 (C<sub>arom</sub>), 136.4 (C<sub>arom</sub>), 130.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.9 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.0 (C<sub>arom</sub>), 123.6 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 119.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 57.1 (α-Phg) ppm.

**IR:** ν = 3267 (w), 3028 (w), 2925 (w), 2817 (w), 2727 (w), 1698 (m), 1649 (s), 1616 (s), 1599 (s), 1567 (w), 1531 (s), 1494 (s), 1443 (m), 1360 (m), 1326 (w), 1302 (w), 1245 (w), 1211 (m), 1166 (m), 972 (m), 819 (m), 745 (m), 692 (vs), 667 (m), 645 (m), 551 (w), 537 (m), 493 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 220 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.15 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-((4-Methoxyphenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)cinnamamid (Schl-38-153)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl</i>	292.31	-	1.0	0.75	0.220	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	0.75	0.111	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.13	0.217	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.13	0.153	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.50	0.152	0.21

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.220 g (0.75 mmol, 1.0 eq) *H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl* und 0.111 g (0.75 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.079 g (0.20 mmol, 27 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 386.16, gef.: 387.20[M+H]<sup>+</sup> (50), 409.19 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 387.1703, 409.1523, gef.: 387.1699 [M+H]<sup>+</sup>, 409.1525 [M+Na]<sup>+</sup>.

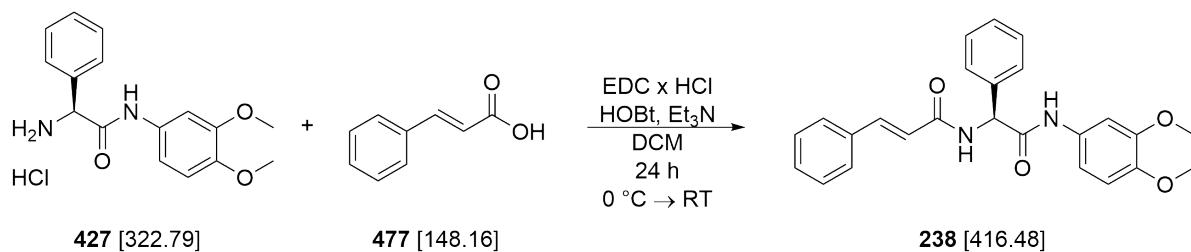
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.30 (s, 1H, NH), 8.87 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Phg-NH), 7.58-7.49 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.36 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.33-7.30 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.99 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 6.89-6.87 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.79 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, α-Phg), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.1 ( $C=O$ ), 164.6 ( $C=O$ ), 155.4 ( $C_{arom}$ ), 139.3 ( $C_{sp^2}$ ), 138.4 ( $C_{arom}$ ), 134.9 ( $C_{arom}$ ), 131.8 ( $C_{arom}$ ), 129.5 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 ( $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 121.9 ( $C_{sp^2}$ ), 120.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 113.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 56.9 ( $\alpha$ -Phg), 55.1 ( $\text{CH}_3$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3270 (w), 3027 (w), 2924 (w), 2834 (w), 1648 (s), 1613 (s), 1529 (s), 1509 (vs), 1495 (s), 1448 (m), 1412 (w), 1362 (m), 1299 (w), 1241 (m), 1210 (m), 1167 (m), 1106 (w), 1030 (m), 974 (m), 827 (m), 799 (w), 754 (w), 696 (s), 667 (m), 627 (w), 536 (m), 521 (m), 485 (m), 408 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 220 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.53 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-((3,4-Dimethoxyphenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)cinnamamid (Schl-38-154)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-(3,4-Dimethoxy)A · HCl	322.79	-	1.0	0.62	0.200	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOEt	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-(3,4-Dimethoxy)A · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 1:1) gereinigt. Es konnten 0.168 g (0.40 mmol, 65 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 416.17, gef.: 417.18 [M+H]<sup>+</sup> (40), 439.11 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 417.1809, 439.1628, gef.: 417.1815 [M+H]<sup>+</sup>, 439.1634 [M+Na]<sup>+</sup>.

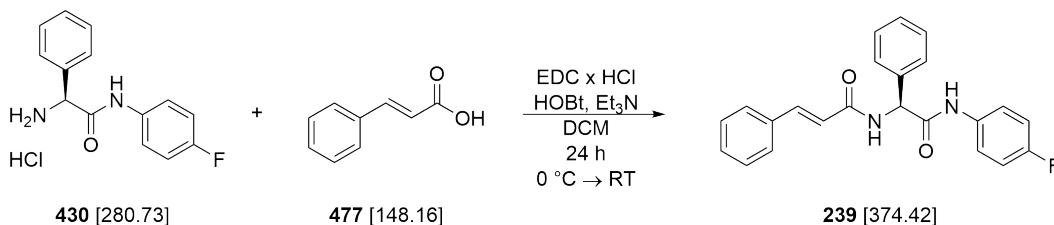
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.29 (s, 1H, NH), 8.85 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Phg-NH), 7.57-7.38 (m, 10H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.34-7.31 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.13-7.11 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.98 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 6.89-6.87 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.75 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg), 3.72 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.70 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C}$ -NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.6 ( $C=O$ ), 165.0 ( $C=O$ ), 149.0 ( $C_{arom}$ ), 145.4 ( $C_{arom}$ ), 139.7 ( $C_{sp^2}$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 135.3 ( $C_{arom}$ ), 132.8 ( $C_{arom}$ ), 129.9 ( $C_{arom}$ ), 129.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 ( $C_{arom}$ ), 127.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 122.3 ( $C_{sp^2}$ ), 112.6 ( $C_{arom}$ ), 111.5 ( $C_{arom}$ ), 104.7 ( $C_{arom}$ ), 57.5 ( $\alpha$ -Phg), 56.1 (CH<sub>3</sub>), 55.7 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3257 (w), 1649 (s), 1615 (s), 1535 (m), 1513 (vs), 1465 (w), 1447 (m), 1406 (m), 1366 (w), 1344 (w), 1262 (m), 1238 (m), 1211 (s), 1157 (w), 1129 (m), 1023 (m), 973 (w), 762 (w), 699 (s), 630 (w), 553 (w), 536 (m), 486 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 241-245 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.68 (EtOAc).

**(S)-N-(2-((4-Fluorophenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)cinnamamid (Schl-38-155)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-F)A · HCl	280.27	-	1.0	0.71	0.200	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	0.71	0.105	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.07	0.205	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.07	0.145	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.42	0.144	0.20

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.200 g (0.71 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(4-F)A · HCl und 0.105 g (0.71 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.199 g (0.53 mmol, 75 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 374.14, gef.: 375.22 [M+H]<sup>+</sup> (50), 397.15 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 375.1479, 397.1323, gef.: 375.1504 [M+H]<sup>+</sup>, 397.1330 [M+Na]<sup>+</sup>.

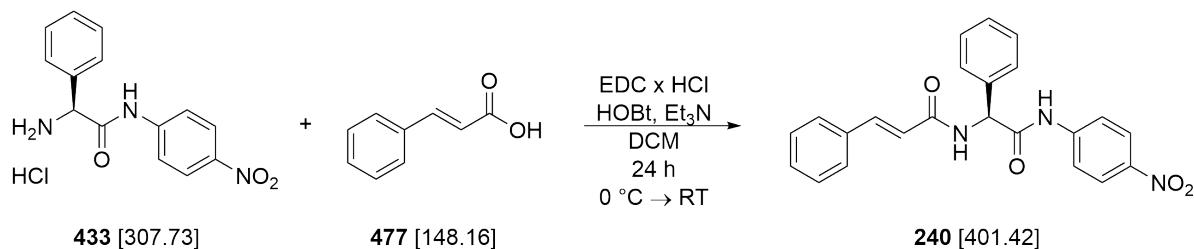
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.48 (s, 1H, NH), 8.88 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, Phg-NH), 7.63-7.61 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.57-7.52 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.47 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.44-7.38 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.34-7.31 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.16-7.13 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.97 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.79-5.77 (m, 1H, α-Phg) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.6 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 164.7 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 158.0 (d,  $^1\text{J} = 240.2$  Hz, 1C,  $C_{\text{arom}}$ ), 139.3 ( $C_{sp^2}$ ), 138.0 ( $C_{\text{arom}}$ ), 135.1 (d,  $^4\text{J} = 2.5$  Hz, 1C,  $C_{\text{arom}}$ ), 134.9 ( $C_{\text{arom}}$ ), 129.5 ( $C_{\text{arom}}$ ), 128.9 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 128.5 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 127.9 ( $C_{\text{arom}}$ ), 127.5 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 127.3 (2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 121.8 ( $C_{sp^2}$ ), 121.0 (d,  $^3\text{J} = 7.9$  Hz, 2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 115.3 (d,  $^2\text{J} = 22.3$  Hz, 2C,  $C_{\text{arom}}$ ), 57.1 ( $\alpha$ -Phg) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3275 (w), 3054 (w), 1662 (m), 1650 (vs), 1614 (vs), 1585 (w), 1537 (vs), 1508 (vs), 1449 (w), 1410 (w), 1362 (m), 1295 (w), 1214 (vs), 1183 (w), 1156 (w), 1095 (w), 1072 (w), 1029 (w), 1016 (w), 1000 (w), 977 (m), 865 (w), 833 (m), 807 (m), 763 (m), 727 (m), 710 (m), 697 (s), 672 (s), 629 (w), 572 (w), 539 (m), 517 (m), 497 (m), 489 (m), 410 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 273 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.33 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-((4-Nitrophenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)cinnamamid (Schl-38-156)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-(4-NO <sub>2</sub> )A · HCl	307.73	-	1.0	0.62	0.168	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.168 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-(4-NO<sub>2</sub>)A · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.094 g (0.23 mmol, 37 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 401.14, gef.: 402.04 [M+H]<sup>+</sup> (50), 424.18 [M+Na]<sup>+</sup> (55).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 402.1448, 424.1268, gef.: 402.1442 [M+H]<sup>+</sup>, 424.1265 [M+Na]<sup>+</sup>.

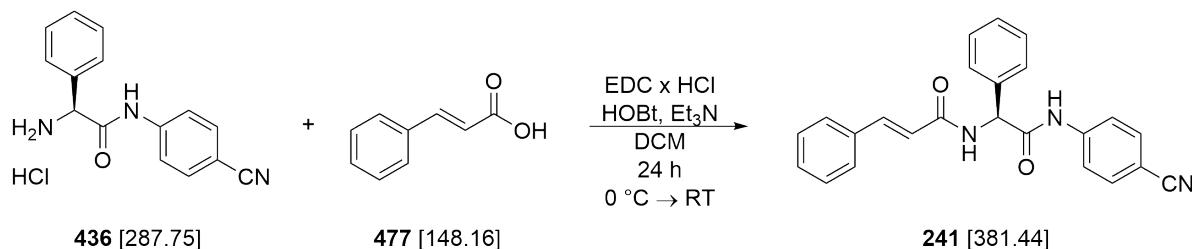
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 11.01 (s, 1H, NH), 8.95 (d, <sup>3</sup>J = 7.4 Hz, 1H, Phg-NH), 8.23-8.21 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.87-7.85 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.57-7.54 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.48 (d, <sup>3</sup>J = 15.9 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.43-7.35 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 6.95 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.80 (d, <sup>3</sup>J = 7.4 Hz, 1H, α-Phg) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.2 ( $C=O$ ), 165.3 ( $C=O$ ), 145.2 ( $C_{arom}$ ), 142.9 ( $C_{arom}$ ), 139.9 ( $C_{sp^2}$ ), 137.5 ( $C_{arom}$ ), 135.2 ( $C_{arom}$ ), 129.9 ( $C_{arom}$ ), 129.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 129.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.6 ( $C_{arom}$ ), 127.9 (4C,  $C_{arom}$ ), 125.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 122.0 ( $C_{sp^2}$ ), 119.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 58.0 ( $\alpha$ -Phg) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3274 (w), 1673 (w), 1655 (m), 1619 (m), 1595 (w), 1555 (m), 1506 (s), 1497 (s), 1449 (w), 1409 (w), 1367 (w), 1339 (vs), 1299 (w), 1253 (m), 1215 (m), 1174 (m), 1111 (w), 976 (w), 857 (m), 793 (w), 749 (m), 727 (m), 704 (m), 694 (m), 670 (m), 537 (w), 482 (m), 423 (w), 405 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 234-236 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.21 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-((4-Cyanphenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)cinnamamid (Schl-38-157)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-CN)A · HCl	287.75	-	1.0	0.62	0.178	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOEt	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.178 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(4-CN)A · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.188 g (0.49 mmol, 79 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 381.15, gef.: 382.15 [M+H]<sup>+</sup> (80), 404.10 [M+Na]<sup>+</sup> (70).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 382.1550, 404.1369, gef.: 382.1547 [M+H]<sup>+</sup>, 404.1370 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.85 (s, 1H, NH), 8.93 (d, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 1H, Phg-NH), 7.81-7.76 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.57-7.53 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.48 (d, <sup>3</sup>J = 15.9 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.42-7.34 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 6.95 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.79 (d, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg) ppm.

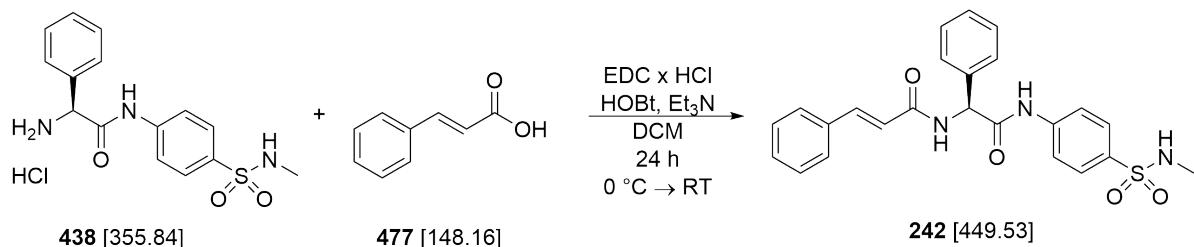
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 169.58 (C=O), 164.80 (C=O), 142.9 (C<sub>arom</sub>), 139.5 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 137.3 (C<sub>arom</sub>), 134.8 (C<sub>arom</sub>), 133.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.5 (C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 121.6 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 119.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 118.9 (C<sub>arom</sub>), 105.4 (CN), 57.4 (α-Phg) ppm.

**IR:** ν = 3266 (w), 2210 (s), 1670 (w), 1655 (m), 1620 (m), 1594 (s), 1533 (s), 1509 (m), 1498 (m), 1449 (w), 1407 (w), 1365 (m), 1349 (w), 1305 (w), 1252 (w), 1216 (m), 1183 (w), 976 (w), 852 (m), 841 (m), 829 (w), 756 (w), 729 (s), 703 (vs), 671 (m), 553 (w), 536 (s), 484 (m), 417 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 262-264 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.18 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-((4-(*N*-Methylsulfamoyl)phenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)cinnamamid  
(Schl-38-158)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-(4-SO <sub>2</sub> NH-Me)A · HCl	355.84	-	1.0	0.46	0.162	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	0.46	0.068	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.69	0.132	-
HOEt	135.12	-	1.5	0.69	0.093	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	0.92	0.093	0.13

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.162 g (0.46 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-(4-SO<sub>2</sub>NH-Me)A · HCl und 0.068 g (0.46 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 44 min) gereinigt. Es konnten 0.123 g (0.27 mmol, 59 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 449.14, gef.: 450.13 [M+H]<sup>+</sup> (60), 472.15 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 450.1482, 472.1301, gef.: 450.1491 [M+H]<sup>+</sup>, 472.1314 [M+Na]<sup>+</sup>.

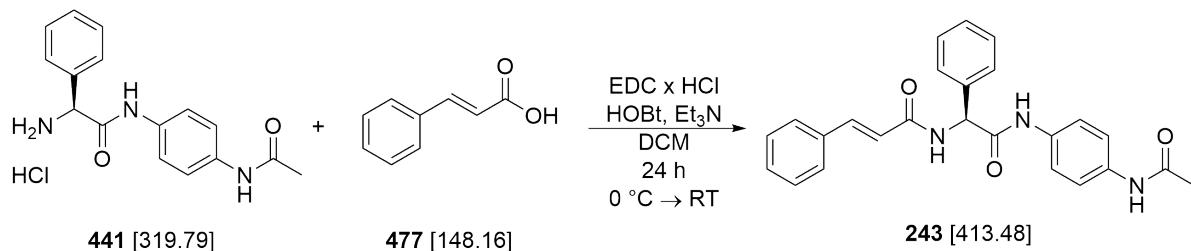
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.79 (s, 1H, NH), 8.91 (d, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 1H, Phg-NH), 7.81-7.79 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.73-7.71 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.53 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.47 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.44-7.29 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>, NH), 6.95 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.79 (d, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 2.38 (d, <sup>3</sup>J = 7.6 Hz, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 169.4 (C=O), 164.8 (C=O), 142.1 (C<sub>arom</sub>), 139.4 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 137.5 (C<sub>arom</sub>), 134.8 (C<sub>arom</sub>), 133.6 (C<sub>arom</sub>), 129.5 (C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (C<sub>arom</sub>), 127.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 121.7 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 119.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 57.4 ( $\alpha$ -Phg), 28.6 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3284 (m), 1655 (vs), 1620 (vs), 1592 (s), 1538 (vs), 1497 (s), 1450 (m), 1401 (m), 1366 (m), 1350 (m), 1316 (s), 1252 (m), 1214 (s), 1184 (m), 1159 (vs), 1105 (s), 977 (m), 868 (m), 848 (m), 834 (m), 762 (m), 721 (s), 699 (vs), 683 (vs), 666 (s), 622 (s), 610 (s), 575 (m), 559 (m), 538 (s), 512 (m), 480 (s), 420 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 274-275 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.14 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-N-(2-((4-Acetamidophenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)cinnamamid (Schl-38-159)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-NHCO-Me)A · HCl	319.79	-	1.0	0.62	0.198	-
Zimtsäure	150.18	-	1.0	0.62	0.092	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOEt	135.12	-	1.5	0.93	0.126	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.198 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(4-NHCO-Me)A · HCl und 0.092 g (0.62 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 30 min) gereinigt. Es konnten 0.058 g (0.14 mmol, 23 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 413.17, gef.: 414.19 [M+H]<sup>+</sup> (40), 436.14 [M+Na]<sup>+</sup> (40).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 414.1812, 436.1632, gef.: 414.1812 [M+H]<sup>+</sup>, 436.1638 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.35 (s, 1H, NH), 9.84 (s, 1H, NH), 8.85 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Phg-NH), 7.57-7.37 (m, 14H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.34-7.30 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.97 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.78 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 2.00 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

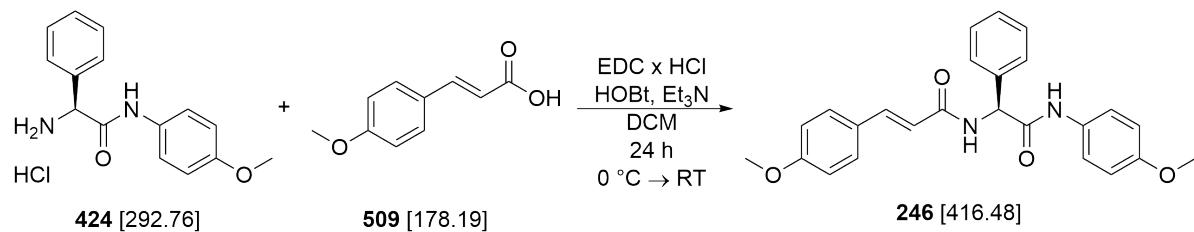
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.3 (C=O), 167.9 (C=O), 164.6 (C=O), 139.3 (*C<sub>sp</sub><sup>2</sup>*), 138.3 (*C<sub>arom</sub>*), 135.1 (*C<sub>arom</sub>*), 134.9 (*C<sub>arom</sub>*), 133.9 (*C<sub>arom</sub>*), 129.5 (*C<sub>arom</sub>*), 128.9 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.8 (*C<sub>arom</sub>*), 127.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 121.9 (*C<sub>sp</sub><sup>2</sup>*), 119.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 119.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 57.0 (α-Phg), 23.8 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3267 (m), 1661 (vs), 1651 (vs), 1618 (vs), 1552 (s), 1516 (vs), 1496 (m), 1449 (w), 1404 (s), 1366 (s), 1315 (m), 1299 (m), 1249 (w), 1212 (s), 975 (m), 843 (w), 809 (m), 760 (m), 721 (s), 702 (s), 693 (s), 671 (m), 602 (m), 539 (m), 515 (m), 486 (m), 415 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 305 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.29 (EtOAc).

**(S,E)-3-(4-Methoxyphenyl)-N-(2-((4-methoxyphenyl)amino)-2-oxo-1-phenylethyl)acrylamid  
(Schl-38-160)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl	292.76	-	1.0	0.62	0.159	-
3-(4-Methoxyphenyl)acrylsäure	180.08	-	1.0	0.62	0.110	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.175	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.126	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.159 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-(4-OMe)A · HCl und 0.110 g (0.62 mmol, 1.0 eq) 3-(4-Methoxyphenyl)acrylsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 88 min) gereinigt. Es konnten 0.189 g (0.45 mmol, 73 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 416.17, gef.: 417.25 [M+H]<sup>+</sup>, 439.18 [M+Na]<sup>+</sup>.

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 439.1628, gef.: 439.1640 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

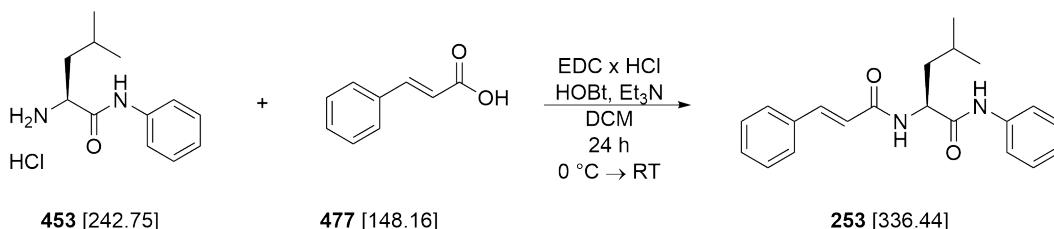
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.28 (s, 1H, NH), 8.75 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 1H, Phg-NH), 7.53-7.49 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.43-7.36 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.33-7.29 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.00-6.97 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.89-6.86 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.83 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.77 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.79 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.71 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.2 (C=O), 164.9 (C=O), 160.4 (C<sub>arom</sub>), 155.4 (C<sub>arom</sub>), 140.0 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 138.5 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (C<sub>arom</sub>), 127.5 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 119.4 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 114.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 56.9 ( $\alpha$ -Phg), 55.2 (CH<sub>3</sub>), 55.1 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3293 (m), 1658 (m), 1645 (vs), 1602 (vs), 1575 (m), 1531 (s), 1513 (vs), 1463 (m), 1441 (w), 1416 (m), 1366 (m), 1303 (m), 1287 (m), 1255 (s), 1238 (s), 1212 (s), 1173 (s), 1110 (w), 1030 (s), 978 (m), 828 (s), 806 (m), 753 (w), 696 (s), 657 (w), 637 (w), 625 (w), 540 (s), 518 (s), 403 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 253-257 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.05 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-2-Cinnamamido-4-methyl-N-phenylpentanamid (Schl-38-171)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Leu-A · HCl	256.77	-	1.0	1.03	0.265	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	1.03	0.153	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.55	0.297	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.55	0.209	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.06	0.209	0.29

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.250 g (1.03 mmol, 1.0 eq) H-L-Leu-A · HCl und 0.153 g (1.03 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.324 g (0.96 mmol, 93 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 336.18, gef.: 337.25 [M+H]<sup>+</sup> (60), 359.20 [M+Na]<sup>+</sup> (45).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 337.1911, 359.1730, gef.: 337.1920 [M+H]<sup>+</sup>, 359.1744 [M+Na]<sup>+</sup>.

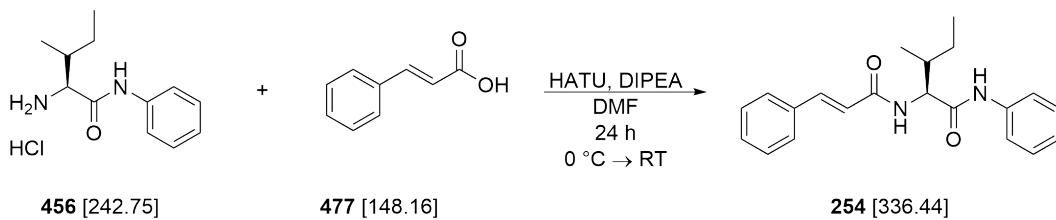
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.13 (s, 1H, NH), 8.36 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 1H, Leu-NH), 7.64-7.62 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.57-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.46-7.38 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.32-7.29 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.79 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.65-4.60 (m, 1H, α-Leu), 1.68-1.65 (m, 1H, γ-Leu), 1.63-1.56 (m, 2H, β-Leu), 0.95-0.91 (m, 6H, δ-Leu) ppm.

**$^{13}\text{C}$ -NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.1 ( $C=O$ ), 164.8 ( $C=O$ ), 139.0 ( $C_{sp^2}$ ), 138.9 ( $C_{arom}$ ), 134.9 ( $C_{arom}$ ), 129.4 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.3 ( $C_{arom}$ ), 122.0 ( $C_{sp^2}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 52.0 ( $\alpha$ -Leu), 41.1 ( $\beta$ -Leu), 24.4 ( $\gamma$ -Leu), 22.9 ( $\delta$ -Leu), 21.7 ( $\delta$ -Leu) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3196 (w), 1681 (w), 1650 (s), 1605 (s), 1543 (vs), 1493 (s), 1444 (s), 1385 (m), 1338 (m), 1307 (m), 1282 (w), 1237 (w), 1213 (m), 1194 (m), 1175 (m), 1144 (w), 1077 (w), 995 (w), 976 (w), 905 (w), 867 (w), 751 (vs), 711 (m), 689 (s), 671 (m), 601 (w), 569 (w), 534 (w), 514 (w), 488 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 228 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.39 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(2S,3R)-2-Cinnamamido-3-methyl-N-phenylpentanamid (Schl-38-172)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Ile-A · HCl	242.75	-	1.0	1.35	0.328	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	1.35	0.200	-
HATU	380.23	-	1.2	1.62	0.616	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	2.70	0.349	0.47

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.328 g (1.35 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Ile-A · HCl und 0.200 g (1.35 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.236 g (0.67 mmol, 50 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 336.18, gef.: 337.22 [ $\text{M}+\text{H}]^+$  (60), 359.21 [ $\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{24}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 337.1927, 359.1730, gef.: 337.1905 [ $\text{M}+\text{H}]^+$ , 359.1732 [ $\text{M}+\text{Na}]^+$ .

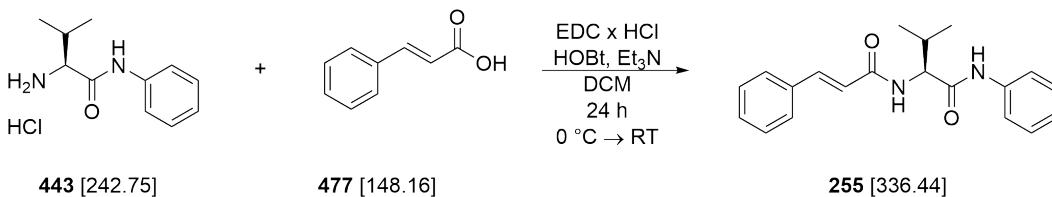
**$^1\text{H-NMR}$ :** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.16 (s, 1H, NH), 8.29 (d,  $^3\text{J}$  = 8.8 Hz, 1H, Ile-NH), 7.64-7.62 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.57-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.46-7.37 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.32-7.29 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.88 (d,  $^3\text{J}$  = 15.8 Hz, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.50-4.47 (m, 1H,  $\alpha$ -Ile), 1.87-1.82 (m, 1H,  $\beta$ -Ile), 1.57-1.52 (m, 1H,  $\gamma$ -Ile), 1.24-1.17 (m, 1H,  $\gamma$ -Ile), 0.92 (d,  $^3\text{J}$  = 7.4 Hz, 3H, iso-Ile-CH<sub>3</sub>), 0.87 (t,  $^3\text{J}$  = 7.4 Hz, 3H,  $\delta$ -Ile) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.3 (C=O), 164.9 (C=O), 139.0 (*C<sub>sp</sub><sup>2</sup>*), 138.7 (*C<sub>arom</sub>*), 134.9 (*C<sub>arom</sub>*), 129.4 (*C<sub>arom</sub>*), 128.9 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 123.3 (*C<sub>arom</sub>*), 122.1 (*C<sub>sp</sub><sup>2</sup>*), 119.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 57.7 ( $\alpha$ -Ile), 36.8 ( $\beta$ -Ile), 24.5 ( $\gamma$ -Ile oder *iso*-Ile-CH<sub>3</sub>), 15.3 ( $\gamma$ -Ile oder *iso*-Ile-CH<sub>3</sub>), 10.8 ( $\delta$ -Ile) ppm.

**IR:** ν = 3279 (m), 3063 (w), 2967 (w), 2930 (w), 2875 (w), 1661 (m), 1650 (vs), 1615 (s), 1597 (s), 1537 (vs), 1498 (m), 1464 (w), 1445 (s), 1370 (m), 1343 (m), 1312 (w), 1259 (w), 1238 (w), 1214 (s), 1196 (w), 976 (m), 865 (w), 782 (w), 749 (s), 720 (s), 692 (s), 667 (m), 618 (w), 542 (m), 501 (w), 479 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 250 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.27 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-2-Cinnamamido-3-methyl-N-phenylbutanamid (Schl-38-173)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	1.03	0.236	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	1.03	0.153	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.55	0.297	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.55	0.209	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.06	0.209	0.29

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.236 g (1.03 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-A · HCl und 1.53 g (1.03 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.193 g (0.60 mmol, 58 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 322.17, gef.: 323.21 [M+H]<sup>+</sup> (40), 345.21 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 345.1573, gef.: 345.1576 [M+Na]<sup>+</sup>.

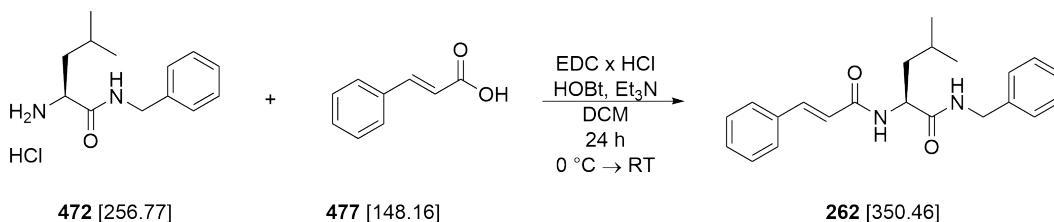
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.15 (s, 1H, NH), 8.28 (d, <sup>3</sup>J = 8.6 Hz, 1H, Val-NH), 7.63-7.61 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.561 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.46-7.38 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.33-7.29 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.91 (d, <sup>3</sup>J = 15.9 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.48-4.44 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.10-2.05 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.95 (d, <sup>3</sup>J = 6.7 Hz, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.2 ( $C=O$ ), 165.1 ( $C=O$ ), 139.1 ( $C_{sp^2}$ ), 138.8 ( $C_{arom}$ ), 135.0 ( $C_{arom}$ ), 129.5 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.4 ( $C_{arom}$ ), 122.1 ( $C_{sp^2}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 58.80 ( $\alpha$ -Val), 30.8 ( $\beta$ -Val), 19.2 ( $\gamma$ -Val), 18.4 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3282 (m), 3063 (w), 2967 (w), 2955 (w), 2924 (w), 2870 (w), 1660 (m), 1649 (vs), 1616 (s), 1598 (s), 1540 (vs), 1499 (m), 1468 (w), 1446 (s), 1376 (s), 1344 (m), 1314 (w), 1249 (w), 1214 (s), 988 (w), 973 (m), 931 (w), 867 (w), 749 (vs), 725 (s), 692 (s), 971 (s), 603 (w), 570 (w), 542 (m), 503 (w), 490 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 269 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.44 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-Benzyl-2-cinnamamido-4-methylpentanamid (Schl-38-183)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Leu-BA · HCl	256.77	-	1.0	1.03	0.265	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	1.03	0.153	-
HATU	380.23	-	1.2	1.24	0.469	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	2.06	0.266	0.36

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.265 g (1.03 mmol, 1.0 eq) H-L-Leu-BA · HCl und 0.153 g (1.03 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.259 g (0.74 mmol, 72 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 350.20, gef.: 351.23 [M+H]<sup>+</sup> (80), 373.16 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 351.2067, 373.1886, gef.: 351.2065 [M+H]<sup>+</sup>, 373.1889 [M+Na]<sup>+</sup>.

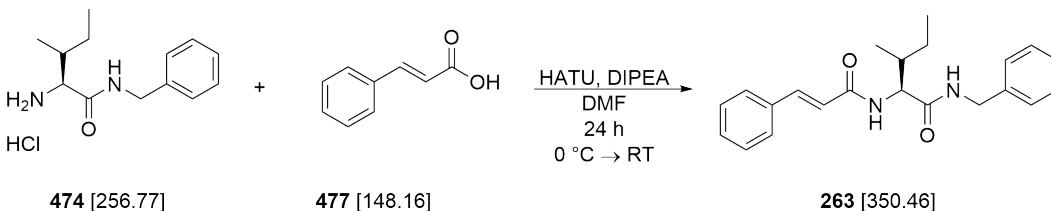
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.54 (t, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 1H, NH), 8.24 (d, <sup>3</sup>J = 8.3 Hz, 1H, Leu-NH), 7.57-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.36 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.32-7.30 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.21 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 6.76 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.52-4.47 (m, 1H, α-Leu), 4.28 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.64-1.58 (m, 1H, γ-Leu), 1.55-1.52 (m, 2H, β-Leu), 0.92-0.87 (m, 6H, δ-Leu) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 172.0 (C=O), 164.7 (C=O), 139.4 ( $C_{sp^2}$ ), 138.8 ( $C_{arom}$ ), 134.9 ( $C_{arom}$ ), 129.4 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.6 ( $C_{arom}$ ), 122.2 ( $C_{sp^2}$ ), 51.2 ( $\alpha$ -Leu), 42.0 (CH<sub>2</sub>), 41.20 ( $\beta$ -Leu), 24.3 ( $\gamma$ -Leu), 23.0 ( $\delta$ -Leu), 21.6 ( $\delta$ -Leu) ppm.

**IR:** ν = 3276 (m), 3059 (w), 3028 (w), 2954 (w), 2927 (w), 2870 (w), 1644 (vs), 1613 (vs), 1576 (w), 1535 (vs), 1495 (m), 1450 (m), 1385 (m), 1367 (w), 1341 (m), 1278 (w), 1246 (w), 1214 (s), 1171 (w), 1156 (w), 1143 (w), 1073 (w), 1028 (w), 971 (s), 864 (w), 765 (w), 726 (s), 694 (s), 619 (w), 611 (w), 583 (w), 556 (w), 510 (w), 481 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 160 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.23 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(2S,3R)-N-Benzyl-2-cinnamamido-3-methylpentanamid (Schl-38-184)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Ile-BA · HCl	256.77	-	1.0	1.35	0.347	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	1.35	0.200	-
HATU	380.23	-	1.2	1.62	0.616	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	2.70	0.349	0.47

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.347 g (1.35 mmol, 1.0 eq) H-L-Ile-BA · HCl und 0.200 g (1.35 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.236 g (0.67 mmol, 50 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 350.20, gef.: 351.28 [M+H]<sup>+</sup> (50), 373.22 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 351.2067, 373.1886, gef.: 351.2069 [M+H]<sup>+</sup>, 373.1894 [M+Na]<sup>+</sup>.

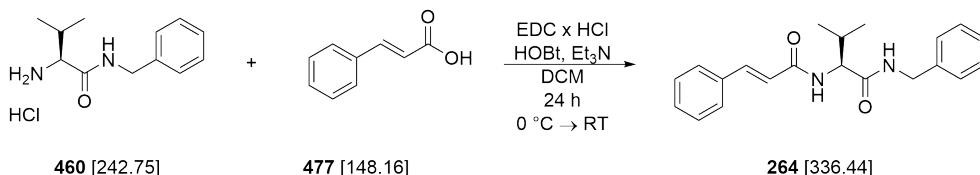
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.57 (t, <sup>3</sup>J = 5.8 Hz, 1H, NH), 8.13 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, Ile-NH), 7.57-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.44-7.20 (m, 9H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 6.89-6.85 (m, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.38-4.34 (m, 1H, α-Ile), 4.29-4.28 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.80-1.78 (m, 1H, β-Ile), 1.46-1.44 (m, 1H, γ-Ile), 1.16-1.04 (m, 1H, γ-Ile), 0.85-0.81 (m, 6H, 2x Ile-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 171.0 (C=O), 164.8 (C=O), 139.3 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 138.8 (C<sub>arom</sub>), 135.0 (C<sub>arom</sub>), 129.3 (C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.7 (C<sub>arom</sub>), 122.3 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 57.0 (α-Ile), 42.0 (BA-CH<sub>2</sub>), 36.8 (β-Ile), 24.4 (γ-Ile oder iso-Ile-CH<sub>3</sub>), 15.4 (γ-Ile oder iso-Ile-CH<sub>3</sub>), 11.0 (δ-Ile) ppm.

**IR:** ν = 3282 (m), 3066 (w), 3032 (w), 2960 (w), 2926 (w), 2875 (w), 1646 (vs), 1614 (vs), 1535 (s), 1495 (m), 1453 (m), 1426 (m), 1383 (m), 1354 (m), 1317 (w), 1282 (w), 1250 (w), 1225 (m), 1211 (s), 1149 (w), 1079 (w), 1027 (w), 999 (w), 973 (s), 934 (w), 866 (w), 790 (w), 762 (m), 726 (vs), 710 (vs), 694 (vs), 669 (s), 615 (m), 576 (w), 561 (m), 513 (m), 498 (w), 480 (m), 439 (w), 400 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 249 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.57 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-N-Benzyl-2-cinnamamido-3-methylbutanamid (Schl-38-185)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-BA · HCl	242.75	-	1.0	1.03	0.250	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	1.03	0.153	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.55	0.297	-
HOBT	135.12	-	1.5	1.55	0.209	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.06	0.209	0.29

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.250 g (1.03 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-BA · HCl und 0.153 g (1.03 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.178 g (0.53 mmol, 51 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 336.18, gef.: 337.25 [M+H]<sup>+</sup> (40), 359.22 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 337.1911, 359.1730, gef.: 337.1913 [M+H]<sup>+</sup>, 359.1740 [M+Na]<sup>+</sup>.

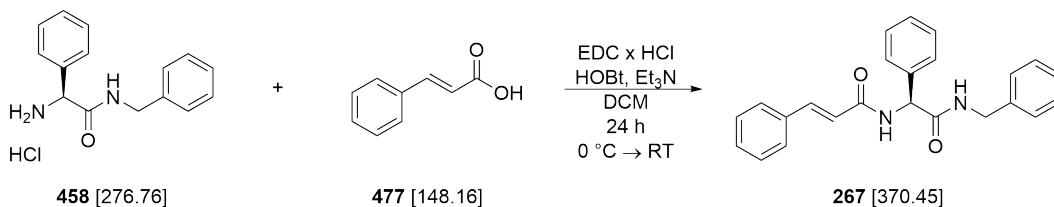
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.55 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 8.11 (d, <sup>3</sup>J = 9.0 Hz, 1H, Val-NH), 7.57-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.22 (m, 9H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 6.90 (d, <sup>3</sup>J = 15.9 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.36-4.32 (m, 1H, α-Val), 4.30-4.29 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.06-2.01 (m, 1H, β-Val), 0.89-0.87 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.0 ( $C=O$ ), 164.9 ( $C=O$ ), 139.4 ( $C_{sp^2}$ ), 138.8 ( $C_{arom}$ ), 135.0 ( $C_{arom}$ ), 129.4 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.7 ( $C_{arom}$ ), 122.3 ( $C_{sp^2}$ ), 58.0 ( $\alpha$ -Val), 42.0 ( $\text{CH}_2$ ), 30.6 ( $\beta$ -Val), 19.3 ( $\gamma$ -Val), 18.2 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3278 (m), 2963 (w), 2925 (w), 2870 (w), 1641 (s), 1613 (vs), 1577 (m), 1539 (vs), 1494 (m), 1453 (m), 1383 (m), 1347 (m), 1284 (w), 1213 (s), 1165 (w), 1156 (w), 1027 (w), 995 (w), 974 (s), 922 (w), 868 (w), 764 (m), 748 (m), 713 (s), 694 (vs), 664 (s), 619 (w), 590 (m), 559 (s), 509 (m), 484 (m), 454 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 263 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.26 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-N-(2-(Benzylamino)-2-oxo-1-phenylethyl)cinnamamid (Schl-38-176)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-BA · HCl	276.76	-	1.0	1.03	0.285	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	1.03	0.153	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.55	0.297	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.55	0.209	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.06	0.209	0.29

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.285 g (1.03 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-BA · HCl und 0.153 g (1.03 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.151 g (0.41 mmol, 40 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 370.17, gef.: 371.17 [M+H]<sup>+</sup> (60), 393.09 [M+Na]<sup>+</sup> (80).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>24</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 371.1754, 393.1573, gef.: 371.1763 [M+H]<sup>+</sup>, 393.1589 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.84 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 8.75 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 1H, Phg-NH), 7.57-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.49-7.26 (m, 11H, CH<sub>arom</sub>), 7.23-7.20 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.18-7.16 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 6.97 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.66 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 1H, α-Phg), 4.31-4.29 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

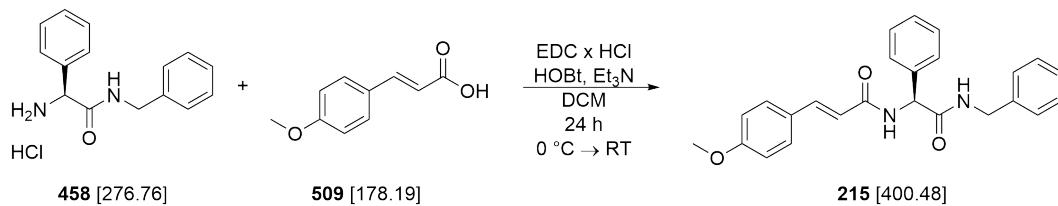
**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 169.8 ( $C=O$ ), 164.5 ( $C=O$ ), 139.1 ( $C_{arom}$ ), 139.0 ( $C_{sp^2}$ ), 138.8 ( $C_{arom}$ ), 134.9 ( $C_{arom}$ ), 129.4 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 ( $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.7 ( $C_{arom}$ ), 122.0 ( $C_{sp^2}$ ), 56.4 ( $\alpha$ -Phg), 42.1 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3291 (w), 1644 (s), 1619 (s), 1585 (w), 1535 (m), 1495 (w), 1453 (w), 1371 (w), 1353 (w), 1330 (w), 1228 (w), 1211 (m), 975 (m), 766 (w), 743 (m), 696 (vs), 679 (s), 642 (w), 596 (w), 569 (w), 537 (m), 496 (m), 472 (w), 401 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 245 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.25 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S,E)-N-(2-(Benzylamino)-2-oxo-1-phenylethyl)-3-(4-methoxyphenyl)acrylamid  
(Schl-38-161)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-BA · HCl	276.76	-	1.0	0.72	0.20	-
<i>trans</i> -4-Methoxyimtsäure	148.16	-	1.0	0.72	0.128	-
HATU	380.23	-	1.2	0.86	0.327	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	1.44	0.186	0.25

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.200 g (0.72 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-BA · HCl und 0.128 g (0.72 mmol, 1.0 eq) 4-Methoxyimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.064 g (0.16 mmol, 22 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 400.18, gef.: 401.23 [M+H]<sup>+</sup> (60), 423.15 [M+Na]<sup>+</sup> (65).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 401.1836, 423.1679, gef.: 401.1865 [M+H]<sup>+</sup>, 423.1690 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.82 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 8.64 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 1H, Phg-NH), 7.51-7.46 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.34 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.31-7.25 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.16 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 6.99-6.97 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.82 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.65 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 1H, α-Phg), 4.31-4.28 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.79 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C}$ -NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 169.9 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 164.8 ( $\text{C}=\text{O}$ ), 160.3 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 139.0 ( $\text{C}_{sp^2}$ ), 138.9 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 138.8 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 129.0 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.3 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.2 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.5 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.2 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.0 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 126.7 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 119.6 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 114.4 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 56.4 ( $\alpha$ -Phg), 55.2 ( $\text{CH}_3$ ), 42.1 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

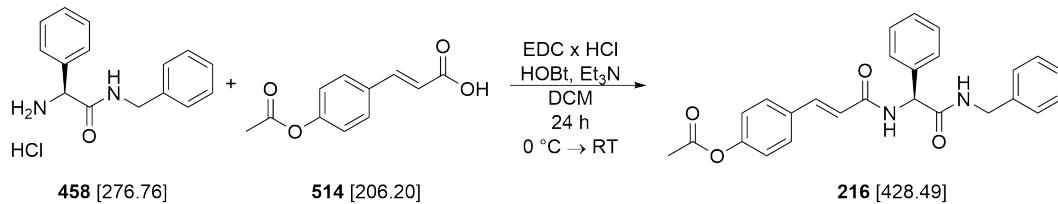
Das fehlende Signal von  $\text{C}_{sp^2}$  ist im NMR Spektrum nicht klar erkennbar.

**IR:**  $\nu$  = 3296 (w), 3065 (w), 3030 (w), 2918 (w), 2838 (w), 1643 (s), 1601 (vs), 1530 (s), 1511 (s), 1496 (m), 1451 (w), 1421 (w), 1373 (w), 1359 (w), 1329 (w), 1304 (w), 1284 (w), 1253 (s), 1227 (w), 1212 (m), 1197 (w), 1174 (m), 1030 (m), 974 (m), 827 (m), 751 (w), 716 (m), 695 (s), 693 (w), 598 (w), 550 (w), 534 (w), 521 (w), 499 (w), 455 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 245 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.19 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S,E)-4-(3-((2-(Benzylamino)-2-oxo-1-phenylethyl)amino)-3-oxoprop-1-en-1-yl)phenyl acetat (Schl-38-162)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Phg-BA · HCl	276.76	-	1.0	0.72	0.200	-
4-Acetoxyzimtsäure	206.20	-	1.0	0.72	0.148	-
HATU	380.23	-	1.2	0.86	0.327	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	1.44	0.186	0.25

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.200 g (0.72 mmol, 1.0 eq) H-L-Phg-BA · HCl und 0.148 g (0.72 mmol, 1.0 eq) 4-Acetoxyzimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 100:1) gereinigt. Es konnten 0.060 g (0.14 mmol, 19 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>26</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 428.17, gef.: 429.27 [M+H]<sup>+</sup> (10), 451.18 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>26</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 429.1809, 451.1628, gef.: 429.1799 [M+H]<sup>+</sup>, 451.1620 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.85 (t, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 1H, NH), 8.75 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 1H, Phg-NH), 7.61-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.48-7.42 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.39-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.21 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.19-7.16 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 6.94 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.66 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 1H, α-Phg), 4.30 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.28 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

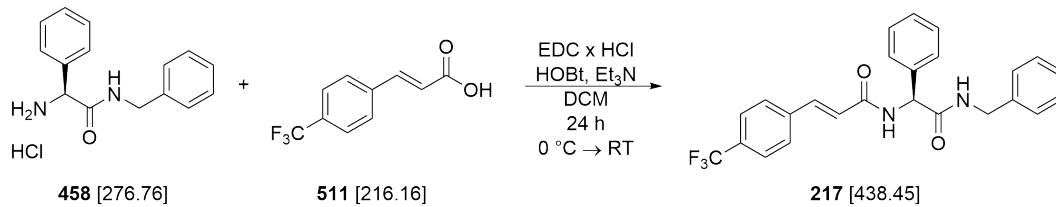
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 169.8 (C=O), 169.0 (C=O), 164.4 (C=O), 151.2 (C<sub>arom</sub>), 139.0 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 138.8 (C<sub>arom</sub>), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 132.6 (C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.8 (C<sub>arom</sub>), 122.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 122.2 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 56.5 (α-Phg), 42.1 (CH<sub>2</sub>), 20.8 (CH<sub>3</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3278 (m), 3030 (w), 1756 (m), 1646 (s), 1614 (s), 1585 (w), 1537 (s), 1505 (m), 1451 (w), 1414 (w), 1365 (m), 1208 (vs), 1191 (s), 1164 (m), 1009 (w), 971 (m), 942 (w), 914 (w), 871 (w), 860 (w), 845 (w), 746 (m), 696 (vs), 648 (m), 629 (w), 592 (w), 536 (m), 512 (m), 499 (m), 439 (w), 413 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 248 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.63 (DCM/MeOH 30:1).

**(S,E)-N-(2-(Benzylamino)-2-oxo-1-phenylethyl)-3-(4-(trifluormethyl)phenyl)acrylamid  
(Schl-38-163)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-BA · HCl	276.76	-	1.0	0.72	0.200	-
( <i>E</i> )-3-(4-(Trifluormethyl)phenyl)acrylsäure	216.16	-	1.0	0.72	0.156	-
HATU	380.23	-	1.2	0.86	0.327	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	1.44	0.186	0.25

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.200 g (0.72 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-BA · HCl und 0.156 g (0.72 mmol, 1.0 eq) (*E*)-3-(4-(Trifluormethyl)phenyl)acrylsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc von 3:1 auf 1:1) gereinigt. Es konnten 0.039 g (0.09 mmol, 13 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für  $C_{25}H_{21}F_3N_2O_2$  ber.: 438.16, gef.: 439.16  $[M+H]^+$  (40), 461.13  $[M+Na]^+$  (40).

**HRMS:** ESI(+) für  $C_{25}H_{21}F_3N_2O_2$  ber.: 439.1628, 461.1447, gef.: 439.1627  $[M+H]^+$ , 461.1455  $[M+Na]^+$ .

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.83-8.81 (m, 2H, NH, Phg-NH), 7.74 (s, 4H,  $CH_{arom}$ ), 7.49-7.42 (m, 3H,  $CH_{arom}$ ,  $CH_{sp^2}$ ), 7.35-7.31 (m, 2H,  $CH_{arom}$ ), 7.29-7.12 (m, 6H,  $CH_{arom}$ ), 7.07 (d,  $^3J$  = 15.8 Hz, 1H,  $CH_{sp^2}$ ), 5.63-5.61 (m, 1H,  $\alpha$ -Phg), 4.26 (m, 2H,  $CH_2$ ) ppm.

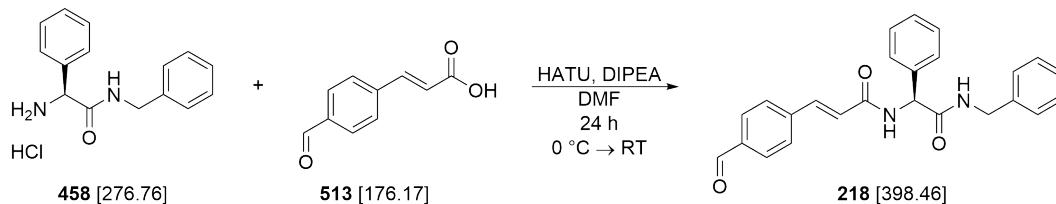
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 169.7 (C=O), 164.0 (C=O), 139.0 (q, <sup>4</sup>J = 2.8, 1.7 Hz, 2C, *C<sub>arom</sub>*), 139.0 (*C<sub>sp</sub><sup>2</sup>*), 138.7 (*C<sub>arom</sub>*), 137.4 (*C<sub>arom</sub>*), 128.9 (d, <sup>2</sup>J = 34.9 Hz, 1C, *C<sub>arom</sub>*), 128.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.1 (*C<sub>arom</sub>*), 127.6 (*C<sub>arom</sub>*), 127.2 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.0 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 126.8 (*C<sub>arom</sub>*), 125.8 (q, <sup>3</sup>J = 3.8 Hz, 2C, *C<sub>arom</sub>*), 124.9 (*C<sub>sp</sub><sup>2</sup>*), 124.1 (d, <sup>3</sup>J = 272.1 Hz, CF<sub>3</sub>), 56.5 (α-Phg), 42.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3293 (w), 1645 (m), 1614 (s), 1531 (m), 1496 (w), 1452 (w), 1322 (vs), 1212 (w), 1167 (m), 1120 (s), 1107 (s), 1067 (s), 1016 (w), 971 (w), 832 (s), 746 (w), 723 (w), 698 (s), 664 (w), 641 (m), 614 (w), 592 (w), 533 (w), 500 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 266 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.60 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S,E)-N-(2-(Benzylamino)-2-oxo-1-phenylethyl)-3-(4-formylphenyl)acrylamid  
(Schl-38-164)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Phg-BA · HCl	276.76	-	1.0	0.72	0.20	-
4-Formylzimtsäure	176.17	-	1.0	0.72	0.127	-
HATU	380.23	-	1.2	0.86	0.327	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	1.44	0.186	0.25

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.200 g (0.72 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Phg-BA · HCl und 0.127 g (0.72 mmol, 1.0 eq) 4-Formylzimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (DCM/MeOH 50:1) gereinigt. Es konnten 0.035 g (0.09 mmol, 13 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 398.16, gef.: 421.16 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>25</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 399.1703, 421.1523, gef.: 399.1700 [M+H]<sup>+</sup>, 421.1517 [M+Na]<sup>+</sup>.

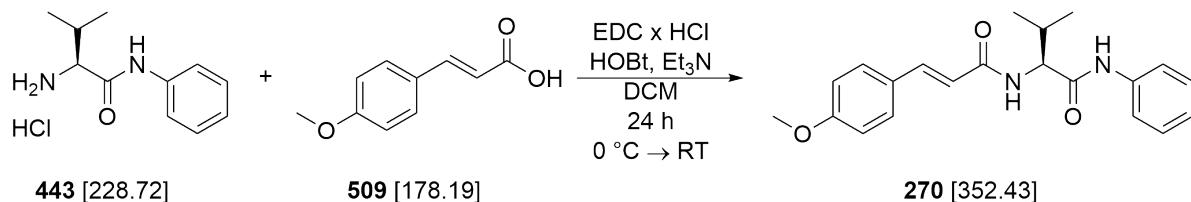
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.02 (s, 1H, Aldehyd-H), 8.87-8.84 (m, 2H, 2x NH), 7.96-7.94 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.78-7.77 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.53-7.47 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.38-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.26 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.23-7.16 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.13 (d, <sup>3</sup>J = 15.9 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.66 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 4.30 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 193.1 (Aldehyd-C), 170.3 (C=O), 164.6 (C=O), 141.3 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 139.6 (C<sub>arom</sub>), 139.3 (C<sub>arom</sub>), 138.4 (C<sub>arom</sub>), 137.0 (C<sub>arom</sub>), 130.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (C<sub>arom</sub>), 127.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.3 (C<sub>arom</sub>), 125.8 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 57.1 (α-Phg), 42.7 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3387 (w), 3313 (w), 2921 (w), 2852 (w), 1699 (s), 1659 (s), 1646 (vs), 1608 (vs), 1520 (vs), 1494 (s), 1454 (m), 1434 (w), 1419 (w), 1361 (m), 1330 (m), 1302 (m), 1210 (s), 1184 (m), 1163 (m), 1123 (w), 1080 (w), 1025 (w), 1010 (w), 967 (m), 958 (m), 827 (m), 812 (m), 750 (w), 722 (s), 695 (vs), 650 (w), 633 (m), 609 (m), 558 (m), 531 (m), 505 (s), 492 (s), 466 (w), 449 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 213-215 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.37 (DCM/MeOH 50:1).

**(S,E)-2-(3-(4-Methoxyphenyl)acrylamido)-3-methyl-N-phenylbutanamid (Schl-38-203)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	1.00	0.226	-
4-Methoxyzimtsäure	178.18	-	1.0	1.00	0.178	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.50	0.288	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.50	0.203	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.00	0.202	0.28

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.226 g (1.00 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-A · HCl und 0.178 g (1.00 mmol, 1.0 eq) 4-Methoxyzimtsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 14 min) gereinigt. Es konnten 0.055 g (0.16 mmol, 16 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 352.18, gef.: 353.29 [M+H]<sup>+</sup> (60), 375.19 [M+Na]<sup>+</sup> (70).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 375.1679, gef.: 375.1692 [M+Na]<sup>+</sup>.

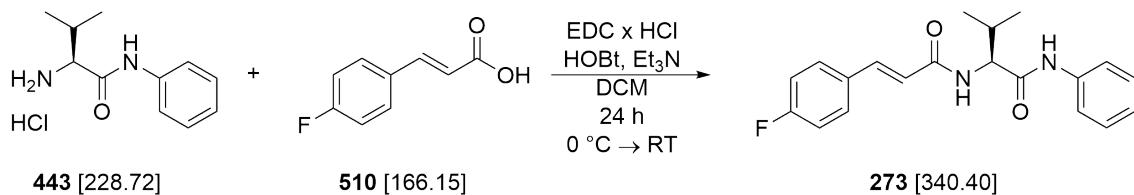
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.13 (s, 1H, NH), 8.16 (d, <sup>3</sup>J = 8.6 Hz, 1H, Val-NH), 7.63-7.61 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.52-7.50 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.39 (d, <sup>3</sup>J = 15.7 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.32-7.28 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.05 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.99-6.97 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.76 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.45 (dd, J = 8.6, 7.5 Hz, 1H, α-Val), 3.79 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 2.11-2.02 (m, 1H, β-Val), 0.94 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 6H, γ-Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.3 ( $C=O$ ), 165.3 ( $C=O$ ), 160.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 138.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 138.7 ( $C_{sp^2}$ ), 129.0 ( $C_{arom}$ ), 128.7 ( $C_{arom}$ ), 127.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.3 ( $C_{sp^2}$ ), 119.6 ( $C_{arom}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 114.4 ( $C_{arom}$ ), 58.7 ( $\alpha$ -Val), 55.2 (CH<sub>3</sub>), 30.8 ( $\beta$ -Val), 19.2 ( $\gamma$ -Val), 18.4 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3266 (w), 2968 (w), 1662 (m), 1645 (s), 1599 (vs), 1575 (w), 1536 (vs), 1512 (vs), 1466 (w), 1445 (m), 1421 (w), 1376 (m), 1342 (w), 1305 (w), 1286 (w), 1258 (s), 1213 (m), 1197 (m), 1174 (s), 1030 (w), 971 (w), 828 (m), 809 (w), 745 (s), 715 (m), 692 (s), 672 (m), 549 (w), 534 (w), 515 (w), 502 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 261 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.22 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S,E)-2-(3-(4-Fluorphenyl)acrylamido)-3-methyl-N-phenylbutanamid (Schl-38-206)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	0.62	0.140	-
( <i>E</i> )-3-(4-Fluorophenyl)acrylicsäure	166.15	-	1.0	0.62	0.103	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.140 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-A · HCl und 0.103 g (0.62 mmol, 1.0 eq) (*E*)-3-(4-Fluorophenyl)acrylicsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.169 g (0.50 mmol, 80 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{FN}_2\text{O}_2$  ber.: 340.16, gef.: 341.26 [ $\text{M}+\text{H}]^+$  (70), 363.23 [ $\text{M}+\text{Na}]^+$  (75).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{FN}_2\text{O}_2$  ber.: 363.1479, gef.: 363.1482 [ $\text{M}+\text{Na}]^+$ .

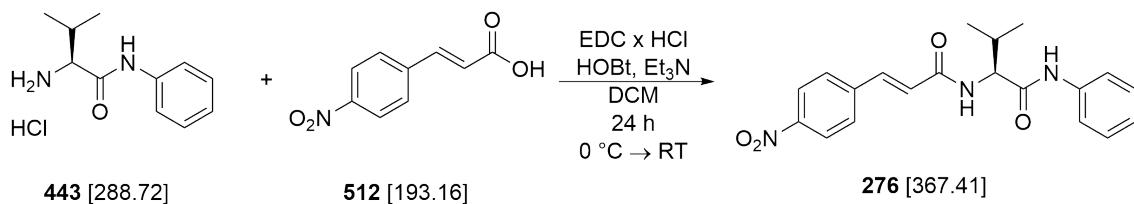
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.16 (s, 1H, NH), 8.27 (d,  $^3\text{J}$  = 8.7 Hz, 1H, Val-NH), 7.64-7.61 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.45 (d,  $^3\text{J}$  = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.32-7.22 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.86 (d,  $^3\text{J}$  = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.48 (dd, J = 8.6, 7.5 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.10-2.05 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.96-0.94 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.6 (C=O), 165.4 (C=O), 163.1 (d, <sup>1</sup>J = 247.0 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 139.2 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 138.2 (C<sub>arom</sub>), 132.0 (d, <sup>4</sup>J = 3.2 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 130.0 (d, <sup>3</sup>J = 8.5 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.7 (C<sub>arom</sub>), 122.4 (d, <sup>5</sup>J = 2.2 Hz, C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 119.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 116.3 (d, <sup>2</sup>J = 21.7 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 59.2 (α-Val), 31.2 (β-Val), 19.6 (γ-Val), 18.8 (γ-Val) ppm.

**IR:** ν = 3265 (w), 2962 (w), 1650 (vs), 1618 (s), 1598 (s), 1537 (vs), 1506 (s), 1468 (w), 1444 (s), 1412 (w), 1373 (m), 1344 (w), 1313 (w), 1226 (s), 1214 (s), 1157 (m), 1139 (w), 1095 (w), 971 (m), 932 (w), 828 (s), 805 (w), 776 (w), 741 (s), 711 (m), 690 (s), 668 (m), 598 (w), 543 (m), 522 (w), 500 (s), 453 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 258 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.32 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S,E)-3-Methyl-2-(3-(4-nitrophenyl)acrylamido)-N-phenylbutanamid (Schl-38-209)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	1.00	0.226	-
( <i>E</i> )-3-(4-Nitrophenyl)acrylsäure	193.16	-	1.0	1.00	0.193	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.50	0.288	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.50	0.203	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.00	0.203	0.28

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.226 g (1.00 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-A · HCl und 0.193 g (1.00 mmol, 1.0 eq) (*E*)-3-(4-Nitrophenyl)acrylsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 5 % EtOAc auf 50 % EtOAc in 39 min) gereinigt. Es konnten 0.036 g (0.01 mmol, 1 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 367.15, gef.: 368.17 [M+H]<sup>+</sup> (40), 390.21 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 368.1623, 390.1424, gef.: 368.1598 [M+H]<sup>+</sup>, 390.1421 [M+Na]<sup>+</sup>.

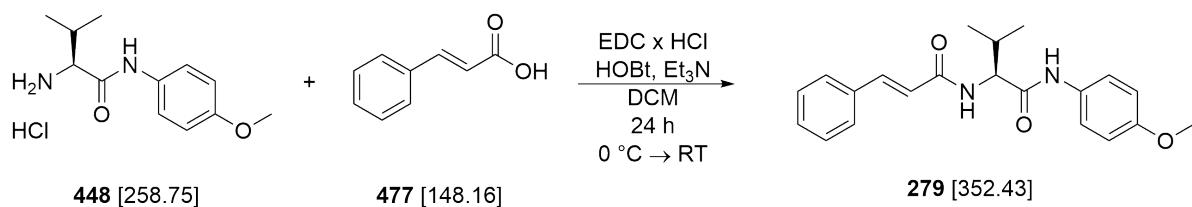
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.17 (s, 1H, NH), 8.44 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, Val-NH), 8.28-8.27 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.84-7.82 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.63-7.61 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.56 (d, <sup>3</sup>J = 15.9 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.32-7.29 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.11 (d, <sup>3</sup>J = 15.9 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.07-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.50-4.47 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.11-2.07 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.96 (s, 3H,  $\gamma$ -Val), 0.95 (s, 3H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.0 (C=O), 164.3 (C=O), 147.5 (C<sub>arom</sub>), 141.6 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 136.7 (C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.4 (C<sub>arom</sub>), 124.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.4 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 119.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 58.8 ( $\alpha$ -Val), 30.8 ( $\beta$ -Val), 19.1 ( $\gamma$ -Val), 18.3 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3266 (m), 3063 (w), 2960 (w), 2923 (w), 2870 (w), 1650 (s), 1621 (s), 1597 (s), 1537 (vs), 1514 (vs), 1443 (s), 1374 (m), 1341 (vs), 1245 (m), 1215 (s), 1178 (m), 1139 (w), 1108 (m), 1075 (w), 1013 (w), 971 (m), 931 (w), 840 (m), 745 (s), 720 (s), 690 (s), 665 (m), 630 (m), 595 (m), 542 (m), 504 (m), 488 (m), 452 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 239-241 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.26 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-2-Cinnamamido-N-(4-methoxyphenyl)-3-methylbutanamid (Schl-38-188)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-(4-OMe)A · HCl	258.75	-	1.0	0.62	0.160	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOEt	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.160 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-(4-OMe)A · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1) gereinigt. Es konnten 0.144 g (0.41 mmol, 66 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 352.18, gef.: 353.26 [M+H]<sup>+</sup> (40), 375.19 [M+Na]<sup>+</sup> (45).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 353.1893, 375.1713, gef.: 353.1868 [M+H]<sup>+</sup>, 375.1685 [M+Na]<sup>+</sup>.

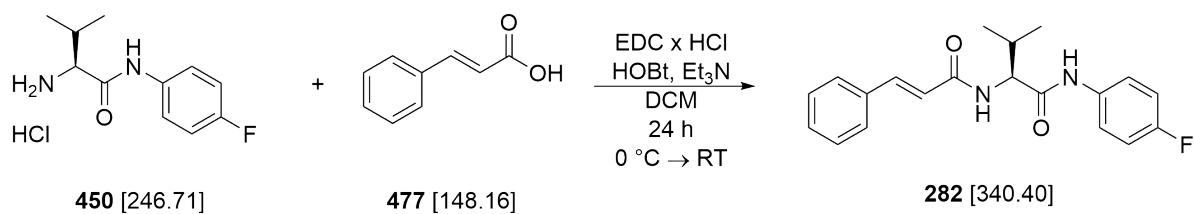
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.00 (s, 1H, NH), 8.24 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 1H, Val-NH), 7.58-7.52 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.46-7.37 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 6.92-6.87 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.43 (dd, J = 8.8, 7.5 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 3.72 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 2.08-2.04 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.95-0.93 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.0 ( $\text{C=O}$ ), 165.3 ( $\text{C=O}$ ), 155.7 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 139.3 ( $\text{C}_{\text{sp}^2}$ ), 135.4 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 132.3 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 129.8 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 129.3 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.9 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 122.6 ( $\text{C}_{\text{sp}^2}$ ), 121.2 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 114.2 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 59.0 ( $\alpha$ -Val), 55.5 ( $\text{CH}_3$ ), 31.2 ( $\beta$ -Val), 19.6 ( $\gamma$ -Val), 18.8 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3271 (w), 1648 (vs), 1615 (s), 1538 (vs), 1511 (vs), 1466 (w), 1446 (w), 1415 (w), 1377 (m), 1343 (w), 1246 (s), 1213 (s), 1169 (w), 1031 (m), 987 (w), 974 (m), 826 (m), 797 (w), 715 (s), 695 (m), 670 (m), 561 (w), 533 (m), 523 (m), 488 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 285-287 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.28 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(S)-2-Cinnamamido-N-(4-fluorophenyl)-3-methylbutanamid (Schl-38-191)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-(4-F)A · HCl	246.71	-	1.0	0.62	0.153	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.153 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-(4-F)A · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde zweimal säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.130 g (0.38 mmol, 61 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{FN}_2\text{O}_2$  ber.: 340.16, gef.: 341.24  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (40), 363.17  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (50).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{FN}_2\text{O}_2$  ber.: 363.1479, gef.: 363.1472  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

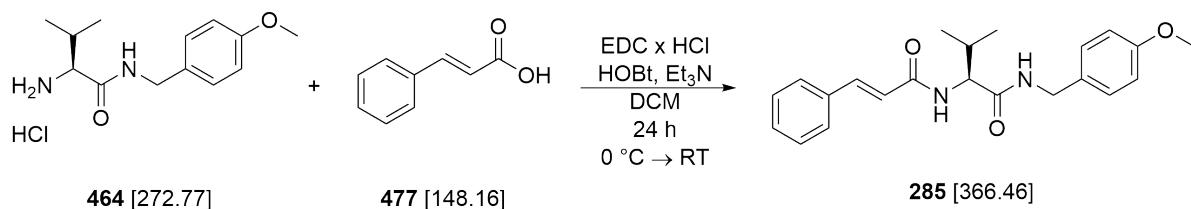
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.22 (s, 1H, NH), 8.29 (d,  $^3\text{J}$  = 8.7 Hz, 1H, Val-NH), 7.66-7.63 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.47-7.37 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.17-7.12 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.91 (d,  $^3\text{J}$  = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.46-4.42 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.10-2.05 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.96-0.94 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.5 (C=O), 165.4 (C=O), 158.4 (d,  $^1\text{J} = 239.9$  Hz,  $C_{arom}$ ), 139.4 ( $C_{sp^2}$ ), 135.5 (d,  $^4\text{J} = 2.5$  Hz,  $C_{arom}$ ), 135.3 ( $C_{arom}$ ), 129.8 ( $C_{arom}$ ), 129.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 122.5 ( $C_{sp^2}$ ), 121.4 (d,  $^3\text{J} = 7.8$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 115.7 (d,  $^2\text{J} = 22.2$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 59.2 ( $\alpha$ -Val), 31.2 ( $\beta$ -Val), 19.6 ( $\gamma$ -Val), 18.8 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3263 (w), 1661 (w), 1649 (vs), 1620 (vs), 1539 (vs), 1511 (vs), 1409 (w), 1376 (m), 1346 (w), 1216 (vs), 972 (m), 834 (m), 803 (w), 761 (w), 729 (m), 715 (m), 694 (m), 674 (m), 558 (w), 519 (m), 508 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 264 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.23 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(S)-2-Cinnamamido-N-(4-methoxybenzyl)-3-methylbutanamid (Schl-38-194)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-(4-OMe)BA · HCl	272.77	-	1.0	0.62	0.169	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBT	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.169 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-(4-OMe)BA · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 31 min) gereinigt. Es konnten 0.032 g (0.09 mmol, 15 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 366.19, gef.: 367.24 [M+H]<sup>+</sup> (60), 389.20 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ber.: 367.2016, 389.1836, gef.: 367.2009 [M+H]<sup>+</sup>, 389.1846 [M+Na]<sup>+</sup>.

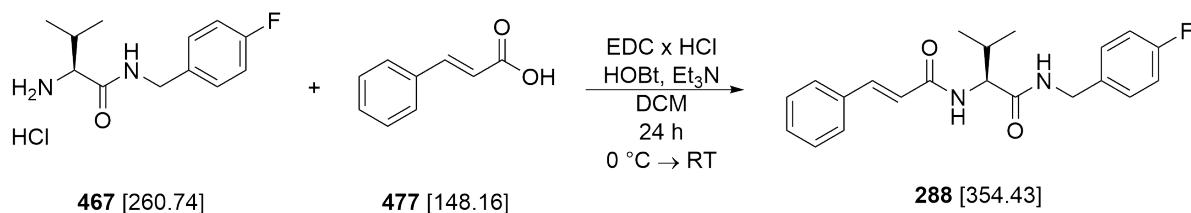
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.47 (t, <sup>3</sup>J = 5.8 Hz, 1H, NH), 8.09 (d, <sup>3</sup>J = 9.0 Hz, 1H, Val-NH), 7.57-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.44,-7.37 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.20-7.17 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.91-6.867 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.32 (dd, J = 8.8, 7.0 Hz, 1H, α-Val), 4.22 (m, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 3.73 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 2.05-2.00 (m, 1H, β-Val), 0.88-0.86 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.8 ( $C=O$ ), 164.9 ( $C=O$ ), 158.1 ( $C_{arom}$ ), 138.8 ( $C_{sp^2}$ ), 135.0 ( $C_{arom}$ ), 131.3 ( $C_{arom}$ ), 129.3 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 122.4 ( $C_{sp^2}$ ), 113.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.9 ( $\alpha$ -Val), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 41.5 (BA-CH<sub>2</sub>), 30.6 ( $\beta$ -Val), 19.2 ( $\gamma$ -Val), 18.2 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3272 (m), 1642 (vs), 1614 (vs), 1588 (m), 1546 (vs), 1513 (vs), 1462 (w), 1451 (m), 1385 (m), 1348 (m), 1306 (w), 1246 (s), 1216 (vs), 1178 (m), 1044 (m), 998 (w), 976 (s), 827 (w), 807 (m), 764 (m), 733 (m), 709 (s), 694 (m), 671 (m), 595 (m), 565 (m), 556 (m), 518 (m), 492 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 257 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.46 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-2-Cinnamamido-N-(4-fluorbenzyl)-3-methylbutanamid (Schl-38-197)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-L-Val-(4-F)BA · HCl	260.74	-	1.0	0.62	0.160	-
Zimtsäure	148.16	1.169	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOEt	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.160 g (0.62 mmol, 1.0 eq) H-L-Val-(4-F)BA · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 55 min) gereinigt. Es konnten 0.045 g (0.13 mmol, 21 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 354.17, gef.: 355.25 [M+H]<sup>+</sup> (50), 377.16 [M+Na]<sup>+</sup> (90).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 377.1636, gef.: 377.1632 [M+Na]<sup>+</sup>.

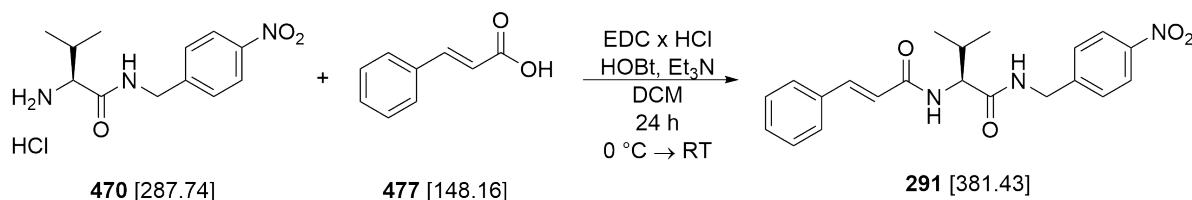
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.57 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 8.11 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, Val-NH), 7.57-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.37 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.32-7.28 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.15-7.11 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.89 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.32 (dd, J = 8.9, 6.9 Hz, 1H, α-Val), 4.27 (d, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 2.06-1.99 (m, 1H, β-Val), 0.88-0.86 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.4 (C=O), 165.3 (C=O), 161.5 (d,  $^1\text{J} = 242.1$  Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 139.2 ( $C_{sp^2}$ ), 136.0 (d,  $^4\text{J} = 3.0$  Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 135.4 ( $C_{arom}$ ), 129.8 ( $C_{arom}$ ), 129.6 (d,  $^3\text{J} = 8.1$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 129.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 122.7 ( $C_{sp^2}$ ), 115.3 (d,  $^2\text{J} = 22.3$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 58.4 ( $\alpha$ -Val), 41.7 (BA-CH<sub>2</sub>), 31.0 ( $\beta$ -Val), 19.6 ( $\gamma$ -Val), 18.6 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu = 3279$  (m), 1646 (vs), 1616 (vs), 1535 (s), 1509 (s), 1381 (w), 1344 (m), 1237 (m), 1228 (m), 1211 (s), 974 (m), 819 (m), 761. (m), 725 (m), 709 (m), 694 (m), 666 (w), 546 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 246 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.44 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(S)-2-Cinnamamido-3-methyl-N-(4-nitrobenzyl)butanamid (Schl-38-200)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -L-Val-(4-NO <sub>2</sub> )BA · HCl	260.74	-	1.0	0.62	0.178	-
Zimtsäure	148.16	1.169	1.0	0.62	0.093	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.93	0.178	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.93	0.125	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.24	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.178 g (0.62 mmol, 1.0 eq) *H*-L-Val-(4-NO<sub>2</sub>)BA · HCl und 0.093 g (0.62 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 38 min) gereinigt. Es konnten 0.026 g (0.07 mmol, 11 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 381.17, gef.: 382.16 [M+H]<sup>+</sup> (70), 404.17 [M+Na]<sup>+</sup> (60).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>23</sub>N<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ber.: 382.1777, 404.1581, gef.: 382.1761 [M+H]<sup>+</sup>, 404.1587 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.73 (t, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 1H, NH), 8.20-8.18 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.15 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, Val-NH), 7.58-7.53 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.46-7.37 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 6.89 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.42 (d, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 1H, BA-CH<sub>2</sub>), 4.33 (dd, <sup>3</sup>J = 8.7, 6.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.08-2.04 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.90-0.88 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.3 ( $C=O$ ), 165.0 ( $C=O$ ), 147.6 ( $C_{arom}$ ), 146.4 ( $C_{arom}$ ), 138.8 ( $C_{sp^2}$ ), 135.0 ( $C_{arom}$ ), 129.4 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 123.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 122.2 ( $C_{sp^2}$ ), 58.1 ( $\alpha$ -Val), 41.7 (BA-CH<sub>2</sub>), 30.4 ( $\beta$ -Val), 19.2 ( $\gamma$ -Val), 18.2 ( $\gamma$ -Val) ppm.

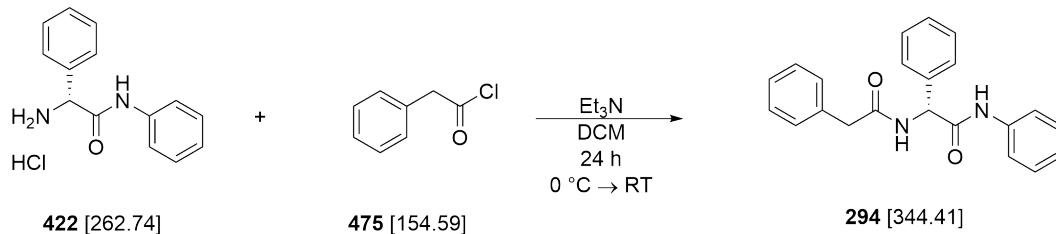
**IR:**  $\nu$  = 3256 (m), 1645 (vs), 1617 (vs), 1545 (s), 1526 (vs), 1494 (m), 1468 (w), 1445 (m), 1418 (w), 1385 (m), 1344 (vs), 1316 (w), 1239 (w), 1216 (s), 1065 (w), 1028 (w), 1000 (w), 977 (m), 861 (w), 846 (m), 778 (w), 765 (m), 737 (s), 729 (s), 714 (m), 687 (m), 678 (m), 591 (w), 561 (m), 484 (w), 418 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 262-264 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.34 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

## Darstellung der D-Enantiomere

### (R)-N,2-Diphenyl-2-(2-phenylacetamido)acetamid (Schl-38-107)



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-D-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	1.12	0.294	-
Phenylacetylchlorid	154.59	1.17	1.0	1.12	0.173	0.15
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.24	0.227	0.31

## Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.200 g (1.12 mmol, 1.0 eq) H-D-Phg-A · HCl und 0.15 mL (1.12 mmol, 1.0 eq) Phenylacetylchlorid. Das Rohprodukt wurde zweimal mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 34 min) gereinigt. Es konnten 0.090 g (0.26 mmol, 29 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

## Analytik

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{22}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 344.15, gef.: 345.23  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (85), 367.15  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (80).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{22}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 367.1417, gef.: 367.1416  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

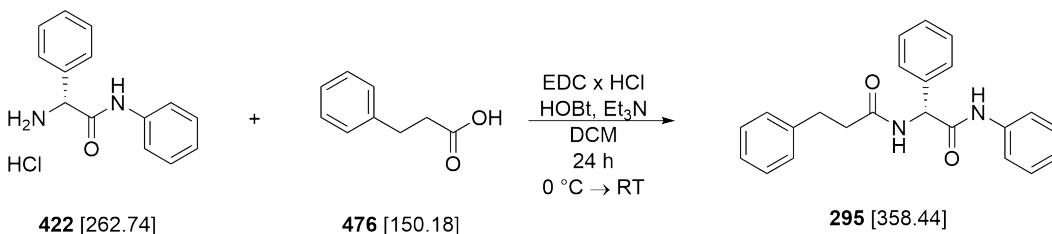
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.33 (s, 1H, NH), 8.86 (d,  $^3\text{J}$  = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.39-7.35 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.20 (m, 8H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.65 (d,  $^3\text{J}$  = 7.9 Hz, 1H,  $\alpha$ -Phg), 3.59 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.0 ( $C=O$ ), 168.7 ( $C=O$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 138.2 ( $C_{arom}$ ), 136.3 ( $C_{arom}$ ), 129.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.7 ( $C_{arom}$ ), 127.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.3 ( $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 119.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 57.0 ( $\alpha\text{-Phg}$ ), 41.7 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3280 (w), 1638 (s), 1598 (w), 1522 (m), 1493 (m), 1443 (m), 1367 (w), 1333 (w), 1235 (w), 1195 (w), 1177 (w), 1157 (w), 752 (m), 728 (m), 692 (vs), 643 (w), 591 (w), 564 (w), 492 (w), 449 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 225-232 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.30 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(R)-N-(2-Oxo-1-phenyl-2-(phenylamino)ethyl)-3-phenylpropanamid (Schl-38-108)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-D-Phg-A · HCl	262.74	-	1.0	1.12	0.294	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	1.12	0.168	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.68	0.322	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.68	0.227	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.24	0.227	0.31

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.294 g (1.12 mmol, 1.0 eq) H-D-Phg-A · HCl und 0.168 g (1.12 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 16 min) gereinigt. Es konnten 0.095 g (0.27 mmol, 24 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 358.17, gef.: 359.22 [M+H]<sup>+</sup> (80), 381.14 [M+Na]<sup>+</sup> (80).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>23</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 359.1754, 381.1573, gef.: 359.1760 [M+H]<sup>+</sup>, 381.1581 [M+Na]<sup>+</sup>.

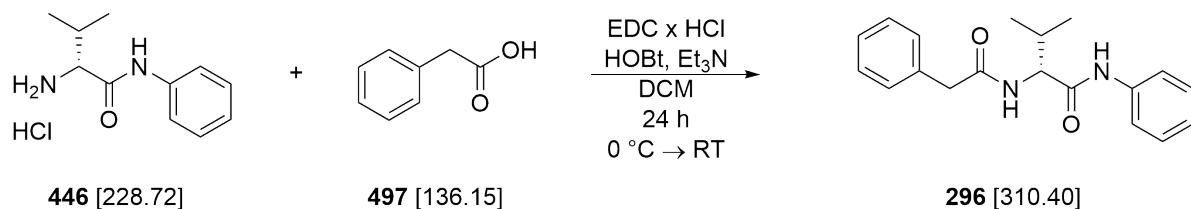
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.34 (s, 1H, NH), 8.65 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, Phg-NH), 7.61-7.58 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.46-7.44 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.37-7.14 (m, 10H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.68 (d, <sup>3</sup>J = 7.9 Hz, 1H, α-Phg), 2.83 (t, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.59-2.54 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.4 ( $C=O$ ), 168.8 ( $C=O$ ), 141.2 ( $C_{arom}$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 138.2 ( $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.6 ( $C_{arom}$ ), 127.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 125.8 ( $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 119.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 56.9 ( $\alpha$ -Phg), 36.4 (CH<sub>2</sub>), 31.0 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3274 (w), 1665 (w), 1639 (s), 1598 (w), 1530 (m), 1494 (m), 1443 (m), 1378 (w), 1354 (w), 1308 (w), 1291 (w), 1246 (w), 1212 (w), 1182 (w), 748 (m), 691 (vs), 641 (w), 581 (w), 548 (w), 482 (w), 469 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 223-225 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.27 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**(R)-3-Methyl-N-phenyl-2-(2-phenylacetamido)butanamid (Schl-38-109)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-D-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	0.87	0.196	-
Phenylessigsäure	136.15	-	1.0	0.87	0.118	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.30	0.249	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.30	0.176	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.73	0.175	0.24

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.196 g (0.87 mmol, 1.0 eq) H-D-Val-A · HCl und 0.118 g (0.87 mmol, 1.0 eq) Phenylsuccinsäure. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 → EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.233 g (0.75 mmol, 87 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 310.17, gef.: 311.26 [M+H]<sup>+</sup> (80), 333.25 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 333.1573, gef.: 333.1583 [M+Na]<sup>+</sup>.

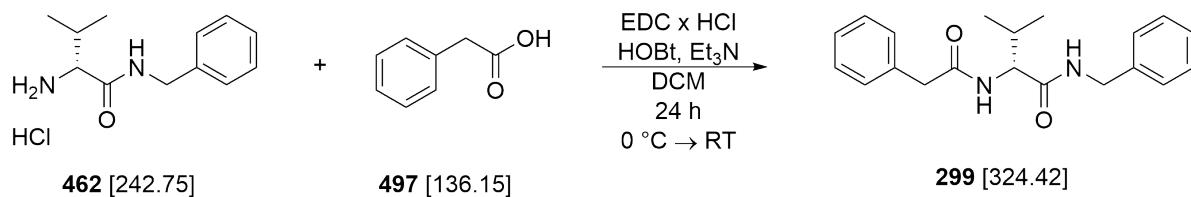
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.06 (s, 1H, NH), 8.25 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 1H, Val-NH), 7.61-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.28 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.19 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.32 (dd, J = 8.6, 7.5 Hz, 1H,  $\alpha$ -Val), 3.60-3.48 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.05-2.00 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.90-0.88 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.3 ( $C=O$ ), 170.2 ( $C=O$ ), 138.7 ( $C_{arom}$ ), 136.6 ( $C_{arom}$ ), 129.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.2 ( $C_{arom}$ ), 123.3 ( $C_{arom}$ ), 119.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 58.5 ( $\alpha$ -Val), 42.0 (CH<sub>2</sub>), 30.8 ( $\beta$ -Val), 19.1 ( $\gamma$ -Val), 18.3 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3289 (m), 2962 (w), 1662 (s), 1636 (vs), 1599 (s), 1532 (vs), 1494 (s), 1469 (w), 1442 (s), 1378 (s), 1339 (m), 1311 (w), 1296 (m), 1277 (w), 1248 (m), 1198 (w), 1149 (m), 928 (w), 903 (w), 784 (w), 759 (s), 742 (vs), 690 (vs), 626 (w), 615 (w), 585 (m), 532 (m), 516 (w), 496 (s), 475 (m), 419 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 218 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.29 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**(R)-3-Methyl-N-phenyl-2-(2-phenylacetamido)butanamid (Schl-38-112)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-D-Val-BA · HCl	228.72	-	1.0	0.87	0.196	-
Phenylessigsäure	136.15	-	1.0	0.87	0.118	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	1.30	0.249	-
HOBr	135.12	-	1.5	1.30	0.176	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.73	0.175	0.24

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.160 g (0.66 mmol, 1.0 eq) H-D-Val-BA · HCl und 0.090 g (0.66 mmol, 1.0 eq) Phenylsuccinsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 28 min) gereinigt. Es konnten 0.076 g (0.23 mmol, 35 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 324.18, gef.: 325.19 [M+H]<sup>+</sup> (20), 347.19 [M+Na]<sup>+</sup> (80).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 325.1911, 347.1730, gef.: 325.1903 [M+H]<sup>+</sup>, 347.1730 [M+Na]<sup>+</sup>.

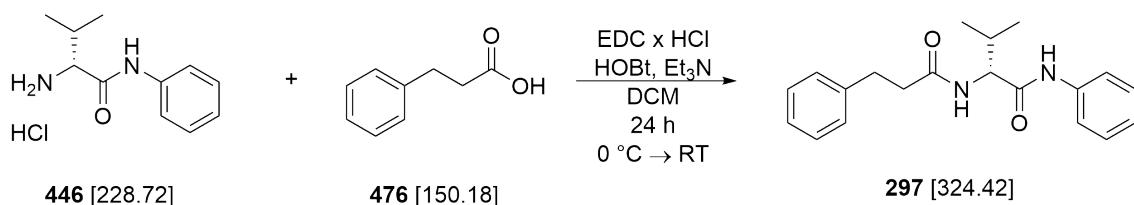
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.47 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 8.08 (d, <sup>3</sup>J = 8.8 Hz, 1H, Val-NH), 7.31-7.26 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.24-7.19 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 4.28 (d, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 4.19-4.15 (m, 1H, α-Val), 3.58-3.45 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.00-1.95 (m, 1H, β-Val), 0.83-0.80 (m, 6H, γ-Val) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.0 ( $C=O$ ), 170.1 ( $C=O$ ), 139.3 ( $C_{arom}$ ), 136.6 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.7 ( $C_{arom}$ ), 126.2 ( $C_{arom}$ ), 57.8 ( $\alpha$ -Val), 42.1 (CH<sub>2</sub>), 42.0 (CH<sub>2</sub>), 30.5 ( $\beta$ -Val), 19.2 ( $\gamma$ -Val), 18.1 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3284 (m), 2957 (w), 2924 (w), 1636 (vs), 1585 (w), 1536 (s), 1494 (m), 1467 (w), 1454 (m), 1423 (m), 1380 (m), 1358 (m), 1313 (w), 1278 (w), 1256 (m), 1234 (m), 1200 (w), 1167 (m), 1155 (m), 1028 (w), 971 (w), 764 (w), 741 (m), 723 (s), 694 (vs), 626 (m), 602 (w), 550 (m), 517 (w), 473 (m), 422 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 209 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.68 (EtOAc).

**(R)-3-Methyl-N-phenyl-2-(3-phenylpropanamido)butanamid (Schl-38-110)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-D-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	0.66	0.150	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.66	0.099	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.99	0.190	-
HOEt	135.12	-	1.5	0.99	0.134	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.32	0.134	0.18

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.150 g (0.66 mmol, 1.0 eq) H-D-Val-A · HCl und 0.099 g (0.66 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % in 43 min) gereinigt. Es konnten 0.060 g (0.18 mmol, 27 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 324.18, gef.: 325.22 [M+H]<sup>+</sup> (20), 347.21 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 325.1911, 347.1730, gef.: 325.1904 [M+H]<sup>+</sup>, 347.1732 [M+Na]<sup>+</sup>.

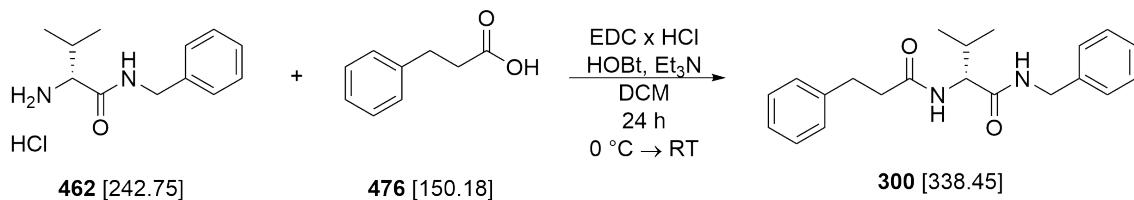
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.04 (s, 1H, NH), 8.02 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 1H, Val-NH), 7.62-7.59 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.15 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 4.32-4.28 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.84-2.80 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.56-2.42 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.00-1.95 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.87-0.84 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 171.5 (C=O), 170.3 (C=O), 141.2 (C<sub>arom</sub>), 138.8 (C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.8 (C<sub>arom</sub>), 123.3 (C<sub>arom</sub>), 119.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 58.6 (α-Val), 36.6 (CH<sub>2</sub>), 31.1 (CH<sub>2</sub>), 30.5 (β-Val), 19.1 (γ-Val), 18.4 (γ-Val) ppm.

**IR:** ν = 3288 (m), 2957 (w), 1663 (m), 1638 (vs), 1598 (m), 1537 (s), 1497 (m), 1468 (w), 1444 (s), 1382 (m), 1338 (w), 1310 (w), 1293 (w), 1248 (w), 1220 (m), 1202 (w), 932 (w), 781 (w), 742 (s), 690 (vs), 589 (w), 503 (m), 487 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 211-213 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.19 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(R)-N-Benzyl-3-methyl-2-(3-phenylpropanamido)butanamid (Schl-38-113)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-D-Val-BA · HCl	242.75	-	1.0	0.66	0.160	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.66	0.099	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.99	0.190	-
HOBT	135.12	-	1.5	0.99	0.134	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.32	0.134	0.18

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.160 g (0.66 mmol, 1.0 eq) H-D-Val-BA · HCl und 0.099 g (0.66 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % in 43 min) gereinigt. Es konnten 0.094 g (0.28 mmol, 42 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 338.20, gef.: 339.23  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (25), 361.20  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{21}\text{H}_{26}\text{N}_2\text{O}_2$  ber.: 339.2067, 361.1886, gef.: 339.2062  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 361.1893  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

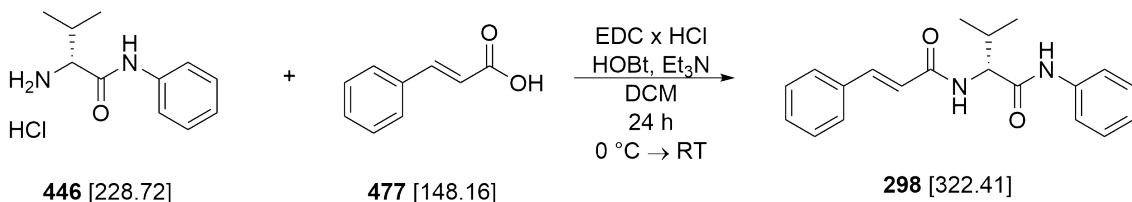
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 8.41$  (t,  ${}^3\text{J} = 5.8$  Hz, 1H, NH), 7.86 (d,  ${}^3\text{J} = 8.9$  Hz, 1H, Val-NH), 7.33-7.16 (m, 10 H, CH<sub>arom</sub>), 4.28 (d,  ${}^3\text{J} = 6.0$  Hz, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 4.20-4.16 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 3.31-2.80 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.51-2.41 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 1.97-1.92 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.80-0.78 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 171.4 (C=O), 171.1 (C=O), 141.3 (C<sub>arom</sub>), 139.4 (C<sub>arom</sub>), 128.2 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.7 (C<sub>arom</sub>), 125.8 (C<sub>arom</sub>), 57.8 (α-Val), 42.0 (BA-CH<sub>2</sub>), 36.6 (CH<sub>2</sub>), 31.1 (CH<sub>2</sub>), 30.3 (β-Val), 19.2 (γ-Val), 18.1 (γ-Val) ppm.

**IR:** ν = 3276 (m), 2963 (w), 1628 (vs), 1538 (s), 1496 (m), 1453 (m), 1386 (m), 1345.30 (w), 1315 (w), 1256 (w), 1225 (m), 1161 (w), 1077 (w), 1027 (w), 778 (w), 746 (m), 694 (vs), 635 (w), 580 (m), 561 (w), 539 (w), 493 (m), 474 (w), 427 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 196 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.64 (EtOAc).

**(R)-2-Cinnamamido-3-methyl-N-phenylbutanamid (Schl-38-111)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-D-Val-A · HCl	228.72	-	1.0	0.66	0.150	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	0.66	0.098	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.99	0.190	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.99	0.134	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.32	0.134	0.18

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.150 g (0.66 mmol, 1.0 eq) H-D-Val-A · HCl und 0.098 g (0.66 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 37 min) gereinigt. Es konnten 0.060 g (0.18 mmol, 27 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 322.17, gef.: 323.20 [M+H]<sup>+</sup> (35), 345.19 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 323.1754, 345.1573, gef.: 323.1753 [M+H]<sup>+</sup>, 345.1579 [M+Na]<sup>+</sup>.

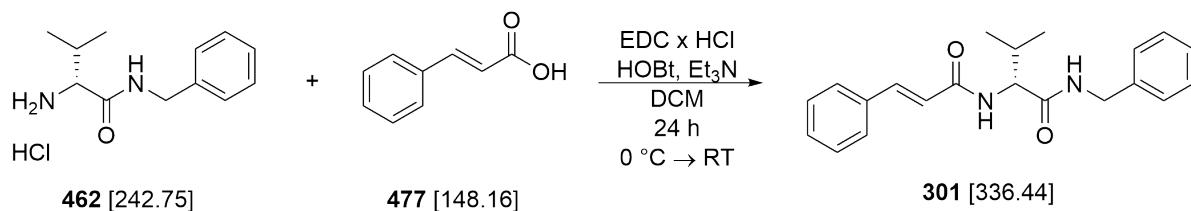
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.15 (s, 1H, NH), 8.28 (d, <sup>3</sup>J = 8.7 Hz, 1H, Val-NH), 7.63-7.61 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.46-7.37 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.33-7.29 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.03 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.91 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.49-4.45 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 2.12-2.03 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.96 (s, 3H,  $\gamma$ -Val), 0.94 (s, 3H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 170.2 (*C=O*), 165.0 (*C=O*), 139.0 (*C<sub>sp</sub><sup>2</sup>*), 138.8 (*C<sub>arom</sub>*), 135.0 (*C<sub>arom</sub>*), 129.4 (*C<sub>arom</sub>*), 128.9 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 123.3 (*C<sub>arom</sub>*), 122.1 (*C<sub>sp</sub><sup>2</sup>*), 119.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 58.7 ( $\alpha$ -Val), 30.8 ( $\beta$ -Val), 19.2 ( $\gamma$ -Val), 18.4 ( $\gamma$ -Val) ppm.

**IR:** ν = 3281 (m), 2967 (w), 1661 (s), 1649 (vs), 1617 (vs), 1598 (s), 1540 (vs), 1499 (m), 1468 (w), 1446 (s), 1377 (s), 1344 (m), 1313 (w), 1295 (w), 1249 (m), 1214 (s), 973 (m), 931 (w), 867 (w), 750 (vs), 726 (s), 693 (vs), 671 (s), 602 (w), 542 (m), 503 (m), 489 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 268 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.24 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**(R)-N-Benzyl-2-cinnamamido-3-methylbutanamid (Schl-38-114)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-D-Val-BA · HCl	242.75	-	1.0	0.66	0.160	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	0.66	0.098	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.99	0.190	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.99	0.134	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.32	0.134	0.18

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.160 g (0.66 mmol, 1.0 eq) H-D-Val-BA · HCl und 0.098 g (0.66 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 30 min) gereinigt. Es konnten 0.086 g (0.26 mmol, 39 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 336.18, gef.: 337.21 [M+H]<sup>+</sup> (60), 359.19 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 337.1911, 359.1730, gef.: 337.1901 [M+H]<sup>+</sup>, 359.1730 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.55 (t, <sup>3</sup>J = 5.9 Hz, 1H, NH), 8.11 (d, <sup>3</sup>J = 8.9 Hz, 1H, Val-NH), 7.57-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.45-7.37 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.31-7.22 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 6.90 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 4.36-4.33 (m, 1H,  $\alpha$ -Val), 4.31-4.29 (m, 2H, BA-CH<sub>2</sub>), 2.06-2.02 (m, 1H,  $\beta$ -Val), 0.89-0.87 (m, 6H,  $\gamma$ -Val) ppm.

**$^{13}\text{C}$ -NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.9 ( $C=O$ ), 164.9 ( $C=O$ ), 139.4 ( $C_{sp^2}$ ), 138.8 ( $C_{arom}$ ), 135.0 ( $C_{arom}$ ), 129.3 ( $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 126.7 ( $C_{arom}$ ), 122.3 ( $C_{sp^2}$ ), 57.9 ( $\alpha$ -Val), 42.0 (BA-CH<sub>2</sub>), 30.6 ( $\beta$ -Val), 19.2 ( $\gamma$ -Val), 18.1 ( $\gamma$ -Val) ppm.

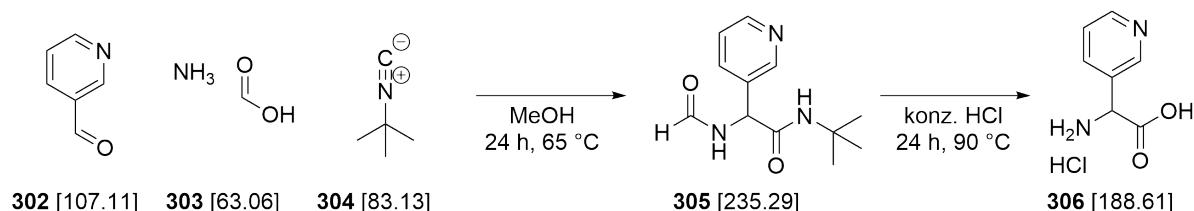
**IR:**  $\nu$  = 3280 (m), 2964 (w), 2870 (w), 1642 (s), 1615 (vs), 1576 (m), 1538 (vs), 1495 (m), 1453 (m), 1383 (m), 1347 (s), 1284 (w), 1213 (vs), 1165 (w), 1147 (w), 1076 (w), 1056 (w), 1027 (w), 996 (w), 974 (vs), 922 (w), 868 (m), 764 (m), 748 (m), 713 (s), 694 (vs), 663 (s), 619 (w), 591 (m), 559 (s), 509 (s), 483 (s), 453 (m), 400 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 268-269 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.79 (EtOAc).

## 1.10 Darstellung nicht-proteinogener Aminosäuren

### 2-Amino-2-(pyridin-3-yl)essigsäure Hydrochlorid



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Pyridin-3-carbaldehyd	107.11	1.141	1.0	10.0	1.071	0.94
Ammoniumformiat	63.06	-	3.0	30.0	1.892	-
<i>tert</i> -Butylisocyanid	83.13	0.735	1.5	15.0	1.247	1.70

### Versuchsdurchführung

0.94 mL (10.0 mmol, 1.0 eq) Pyridin-3-carbaldehyd wurde in 30 mL Methanol gelöst. 1.892 g (30.0 mmol, 3.0 eq) Ammoniumformiat und 1.70 mL (15.0 mmol, 1.5 eq) *tert*-Butylisocyanid wurden hinzugefügt und das Reaktionsgemisch bei 65 °C über Nacht gerührt. Anschließend wurde das Lösungsmittel unter verminderterem Druck entfernt und der erhaltene Rückstand in EtOAc/H<sub>2</sub>O aufgenommen. Die organische Phase wurde abgetrennt und dreimal mit demin. Wasser gewaschen. Das Lösungsmittel der organischen Phase wurde unter verminderterem Druck entfernt. Das gelbe Öl wurde in 30 mL konz. HCl gelöst und über Nacht bei 90 °C gerührt. Anschließend wurde das Lösungsmittel unter verminderterem Druck entfernt. Der erhaltene braun-schwarze Feststoff wurde mit einem Gemisch aus Diethylether und Methanol im Verhältnis 1:1 gewaschen. Es konnten 1.266 g (6.71 mmol, 67 %) des ockerfarbenen Feststoffs als Produkt erhalten.

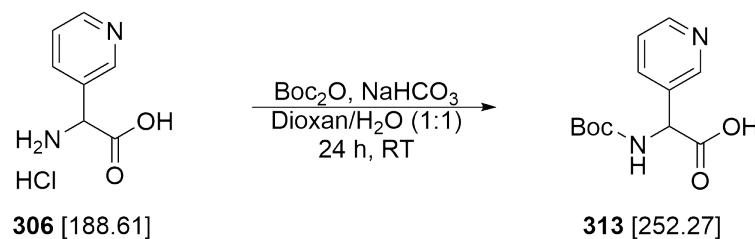
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ber.: 152.06, gef.: 153.06 [M+H]<sup>+</sup> (50).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 9.22 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 8.94 (d, J = 2.0 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 8.81 (dd, J = 5.2, 1.4 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 8.33 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.83 (dd, J = 8.1, 5.3 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.41 (s, 1H, α-Pyg) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 168.5 (C=O), 146.6 (C<sub>arom</sub>), 145.9 (C<sub>arom</sub>), 140.3 (C<sub>arom</sub>), 131.1 (C<sub>arom</sub>), 125.4 (C<sub>arom</sub>), 52.9 (α-Pyg) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**2-((tert-Butoxycarbonyl)amino)-2-(pyridin-3-yl)essigsäure**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
2-Amino-2-(pyridin-3-yl)essigsäure · HCl	188.61	1.0	6.52	1.229
Boc <sub>2</sub> O	218.25	1.2	7.82	1.707
NaHCO <sub>3</sub>	84.01	4.0	26.1	2.191

**Versuchsdurchführung**

1.229 g (6.52 mmol, 1.0 eq) 2-Amino-2-(pyridin-3-yl)essigsäure · HCl wurde in 10 mL Dioxan und 10 mL demin. Wasser gelöst. 2.191 g (26.1 mmol, 4.0 eq) NaHCO<sub>3</sub> und 1.707 g (7.82 mmol, 1.2 eq) Boc<sub>2</sub>O wurden hinzugefügt und das Reaktionsgemisch über Nacht bei RT gerührt. Anschließend wurde Dioxan unter verminderter Druck entfernt und die wässrige Phase zweimal mit Diethylether gewaschen. Die wässrige Phase wurde mit 3 M HCl auf einen pH-Wert von 3 eingestellt und dreimal mit Ethylacetat extrahiert. Das Lösungsmittel der organischen Phase wurde unter verminderter Druck entfernt. Es konnten 0.310 g (1.23 mmol, 19 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten.

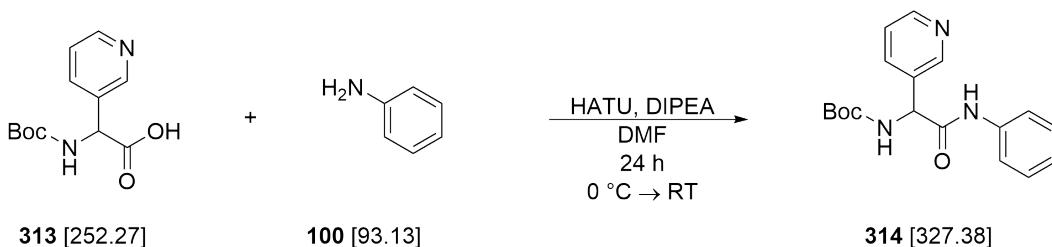
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>12</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub> ber.: 252.11, gef.: 253.16 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 13.03 (bs, 1H, COOH), 8.60 (d, J = 2.1 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 8.51 (dd, J = 4.8, 1.6 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.83-7.81 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.73 (d, <sup>3</sup>J = 8.1 Hz, 1H, NH), 7.39 (dd, J = 7.9, 4.8 Hz, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.20 (d, <sup>3</sup>J = 8.4 Hz, 1H, α-Pyg), 1.39 (s, 9H, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.6 ( $C=O$ ), 155.2 ( $C=O$ ), 148.8 ( $C_{arom}$ ), 148.7 ( $C_{arom}$ ), 135.4 ( $C_{arom}$ ), 133.4 ( $C_{arom}$ ), 123.5 ( $C_{arom}$ ), 78.5 ( $C_q$ ), 55.4 ( $\alpha$ -Pyg), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (DCM/MeOH 30:1).

***tert*-Butyl (2-oxo-2-(phenylamino)-1-(pyridin-3-yl)ethyl)carbamat**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Boc-Pyg-OH	252.27	-	1.0	1.07	0.270	-
Anilin	93.13	1.02	1.0	1.07	0.100	0.10
HATU	380.23	-	1.2	1.28	0.487	-
DIPEA	129.25	0.742	2.0	2.14	0.277	0.37

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.9 aus 0.270 g (1.07 mmol, 1.0 eq) Boc-Pyg-OH und 0.10 mL (1.07 mmol, 1.0 eq) Anilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 auf EtOAc) gereinigt. Es konnten 0.326 g (1.00 mmol, 93 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

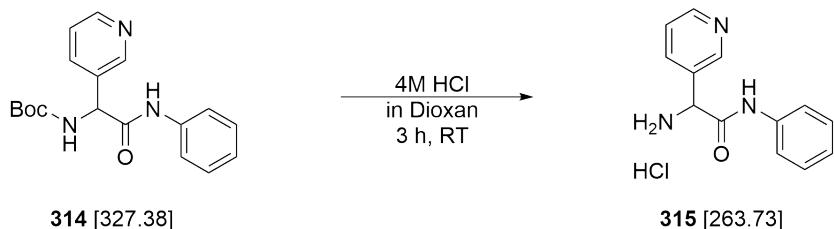
**MS:** ESI(+) für C<sub>18</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> ber.: 327.16, gef.: 328.12 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.34 (s, 1H, NH), 8.70 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H, Pyg-NH), 8.50 (dd, J = 4.8, 1.6 Hz, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.90-7.88 (m, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.68 (d, <sup>3</sup>J = 6.0 Hz, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.57 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.37 (m, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.31-7.28 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.06-7.04 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.41 (d, <sup>3</sup>J = 8.0 Hz, 1H,  $\alpha$ -Pyg), 1.39 (Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.4 (C=O), 155.1 (C=O), 148.9 (Pyg-C<sub>arom</sub>), 148.8 (Pyg-C<sub>arom</sub>), 138.6 (Pyg-C<sub>arom</sub>), 134.9 (C<sub>arom</sub>), 133.7 (Pyg-C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.6 (Pyg-C<sub>arom</sub>), 123.5 (C<sub>arom</sub>), 119.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 78.6 (C<sub>q</sub>), 56.4 ( $\alpha$ -Pyg), 28.1 (3C, Boc-CH<sub>3</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

### 2-Amino-N-phenyl-2-(pyridin-3-yl)acetamid Hydrochlorid



### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.11 aus 0.326 g (1.00 mmol, 1.0 eq) Boc-Pyg-A. Es konnten 0.260 g (1.00 mmol, 100 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

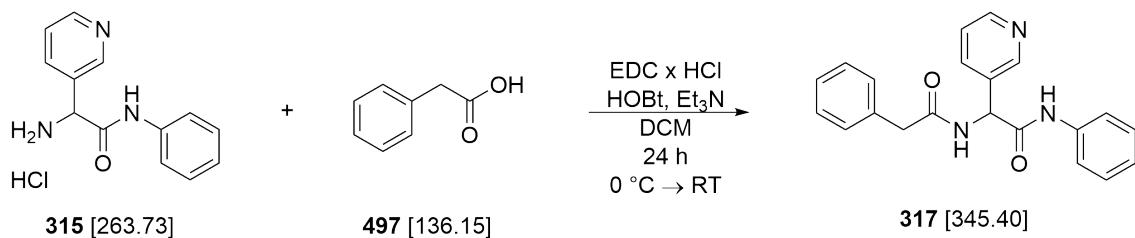
### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>13</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>O ber.: 227.11, gef.: 228.09 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 11.30 (s, 1H, NH), 9.06 (bs, 3H, NH<sub>3</sub><sup>+</sup>), 9.00 (s, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 8.74 (dd, J = 5.1, 1.5 Hz, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 8.29 (d, <sup>3</sup>J = 8.4 Hz, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.71 (dd, J = 7.9, 5.1 Hz, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.63 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.35-7.32 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.12-7.09 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.51 (s, 1H, α-Pyg) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 164.6 (C=O), 146.0 (C<sub>arom</sub>), 145.3 (C<sub>arom</sub>), 140.6 (C<sub>arom</sub>), 138.0 (C<sub>arom</sub>), 131.8 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 125.7 (C<sub>arom</sub>), 124.3 (C<sub>arom</sub>), 119.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 53.3 (α-Pyg) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**N-Phenyl-2-(2-phenylacetamido)-2-(pyridin-3-yl)acetamid (Schl-38-210)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -Pyg-A · HCl	263.73	-	1.0	0.66	0.174	-
Phenylessigsäure	136.15	-	1.0	0.66	0.090	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.99	0.190	-
HOBr	135.12	-	1.5	0.99	0.134	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.32	0.134	0.18

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.174 g (0.66 mmol, 1.0 eq) *H*-Pyg-A · HCl und 0.090 g (0.66 mmol, 1.0 eq) Phenylsäure. Das erhaltene Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 32 min) gereinigt. Es konnten 0.113 g (0.33 mmol, 50 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 345.15, gef.: 346.18 [M+H]<sup>+</sup> (100), 368.15 [M+Na]<sup>+</sup> (5).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 346.1550, 368.1369, gef.: 346.1550 [M+H]<sup>+</sup>, 368.1363 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.41 (s, 1H, NH), 9.01 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H, NH), 8.69 (d, J = 2.1 Hz, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 8.52 (dd, J = 4.8, 1.6 Hz, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.87-7.85 (m, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.57-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.43-7.40 (m, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.24 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.19 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.08-7.05 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.70 (d, <sup>3</sup>J = 7.7 hz, 1H,  $\alpha$ -Pyg), 3.59 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

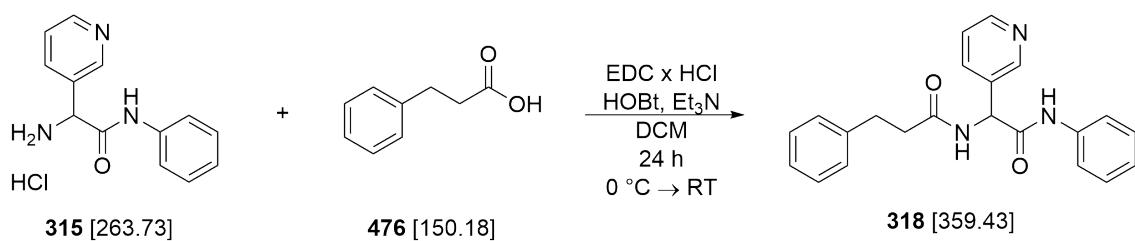
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 170.1 (C=O), 168.0 (C=O), 149.0 (C<sub>arom</sub>), 148.5 (C<sub>arom</sub>), 138.4 (C<sub>arom</sub>), 136.2 (C<sub>arom</sub>), 134.7 (C<sub>arom</sub>), 133.9 (C<sub>arom</sub>), 129.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.3 (C<sub>arom</sub>), 123.7 (C<sub>arom</sub>), 123.6 (C<sub>arom</sub>), 119.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.0 ( $\alpha$ -Pyg), 41.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3303 (w), 3276 (w), 1685 (m), 1636 (vs), 1607 (s), 1552 (s), 1528 (s), 1490 (s), 1475 (m), 1455 (w), 1443 (s), 1427 (m), 1365 (m), 1344 (m), 1328 (m), 1290 (w), 1246 (m), 1180 (w), 1151 (w), 1024 (w), 901 (w), 782 (w), 754 (s), 736 (vs), 710 (s), 701 (s), 686 (vs), 654 (w), 621 (w), 610 (m), 561 (m), 535 (w), 516 (w), 491 (s), 477 (w), 453 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 233 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.22 (EtOAc).

### **N-(2-Oxo-2-(phenylamino)-1-(pyridin-3-yl)ethyl)-3-phenylpropanamid (Schl-38-211)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
H-Pyg-A · HCl	263.73	-	1.0	0.66	0.174	-
3-Phenylpropansäure	150.18	-	1.0	0.66	0.099	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.99	0.190	-
HOEt	135.12	-	1.5	0.99	0.134	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.32	0.134	0.18

## **Versuchsdurchfhrung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.174 g (0.66 mmol, 1.0 eq) *H*-Pyg-A · HCl und 0.099 g (0.66 mmol, 1.0 eq) 3-Phenylpropansäure. Das erhaltene Rohprodukt wurde zweimal mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 26 min) gereinigt. Es konnten 0.102 g (0.28 mmol, 42 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

Analytik

MS: ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 359.16, gef.: 360.17 [M+H]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 360.1707, 382.1526, gef.: 360.1712 [M+H]<sup>+</sup>, 382.1521 [M+Na]<sup>+</sup>.

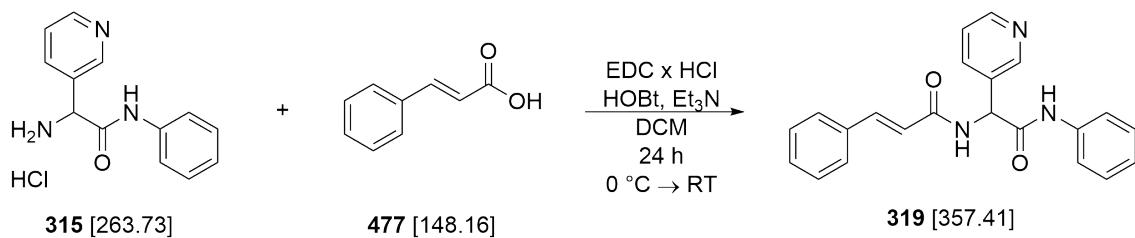
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.40 (s, 1H, NH), 8.77 (d, <sup>3</sup>J = 7.7 Hz, 1H, NH), 8.65 (d, J = 2.1 Hz, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 8.51 (dd, J = 4.8, 1.6 Hz, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.80-7.78 (m, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.56 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.40-7.38 (m, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.32-7.29 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.16 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.08-7.05 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 5.71 (d, <sup>3</sup>J = 7.7 Hz, 1H,  $\alpha$ -Pyg), 2.84-2.81 (m, 2H, CH<sub>2</sub>), 2.58-2.52 (m, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 171.5 (C=O), 168.1 (C=O), 148.9 (C<sub>arom</sub>), 148.6 (C<sub>arom</sub>), 141.1 (C<sub>arom</sub>), 138.5 (C<sub>arom</sub>), 134.7 (C<sub>arom</sub>), 133.9 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, CH<sub>arom</sub>), 128.2 (4C, CH<sub>arom</sub>), 125.8 (C<sub>arom</sub>), 123.7 (C<sub>arom</sub>), 123.6 (C<sub>arom</sub>), 119.3 (2C, CH<sub>arom</sub>), 54.9 ( $\alpha$ -Pyg), 36.4 (CH<sub>2</sub>), 30.9 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3296 (w), 3258 (w), 1663 (m), 1641 (vs), 1600 (s), 1535 (vs), 1495 (m), 1476 (m), 1448 (s), 1429 (m), 1382 (m), 1356 (m), 1310 (w), 1289 (w), 1252 (w), 1213 (m), 1187 (m), 1025 (m), 961 (w), 771 (m), 746 (vs), 708 (vs), 698 (vs), 689 (vs), 655 (m), 618 (w), 576 (w), 504 (m), 478 (m), 467 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 194 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.27 (EtOAc).

**N-(2-Oxo-2-(phenylamino)-1-(pyridin-3-yl)ethyl)cinnamamid (Schl-38-212)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
<i>H</i> -Pyg-A · HCl	263.73	-	1.0	0.66	0.174	-
Zimtsäure	148.16	-	1.0	0.66	0.098	-
EDC · HCl	191.70	-	1.5	0.99	0.190	-
HOBT	135.12	-	1.5	0.99	0.134	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	1.32	0.134	0.18

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.10 aus 0.174 g (0.66 mmol, 1.0 eq) *H*-Pyg-A · HCl und 0.098 g (0.66 mmol, 1.0 eq) Zimtsäure. Das erhaltene Rohprodukt wurde mittels MPLC zweimal (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 90 % EtOAc in 56 min) gereinigt. Es konnten 0.075 g (0.21 mmol, 32 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 357.15, gef.: 358.17 [M+H]<sup>+</sup> (80).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>2</sub> ber.: 358.1550, 380.1369, gef.: 358.1556 [M+H]<sup>+</sup>, 380.1372 [M+Na]<sup>+</sup>.

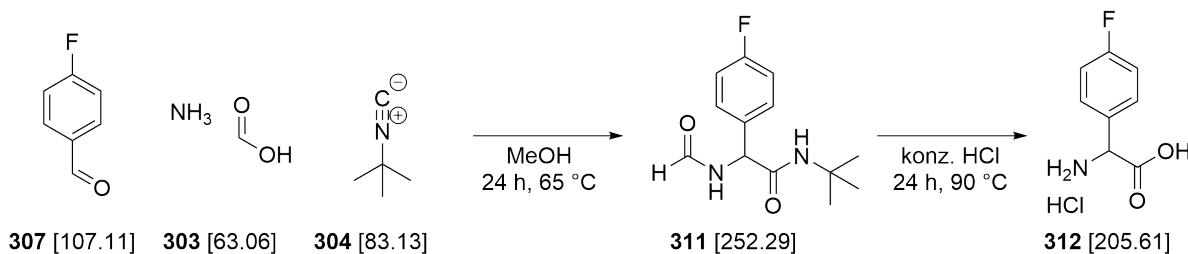
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.49 (s, 1H, NH), 9.01 (d, <sup>3</sup>J = 7.7 Hz, 1H, NH), 8.74 (d, J = 2.0 Hz, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 8.54 (dd, J = 4.8, 1.6 Hz, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.92-7.90 (m, 1H, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.60-7.56 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.48 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 7.45-7.38 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>, Pyg-CH<sub>arom</sub>), 7.33-7.30 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.09-7.06 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 6.93 (d, <sup>3</sup>J = 15.8 Hz, 1H, CH<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 5.85 (d, <sup>3</sup>J = 7.8 Hz, 1H,  $\alpha$ -Pyg) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 168.0 (C=O), 164.8 (C=O), 149.1 (C<sub>arom</sub>), 148.6 (C<sub>arom</sub>), 139.6 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 138.5 (C<sub>arom</sub>), 134.8 (C<sub>arom</sub>), 134.8 (C<sub>arom</sub>), 133.9 (C<sub>arom</sub>), 129.7 (C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 123.7 (C<sub>arom</sub>), 123.7 (C<sub>arom</sub>), 121.5 (C<sub>sp<sup>2</sup></sub>), 119.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.1 ( $\alpha$ -Pyg) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3276 (m), 1664 (m), 1650 (vs), 1615 (vs), 1600 (vs), 1577 (vs), 1537 (vs), 1496 (s), 1482 (m), 1446 (s), 1422 (m), 1364 (s), 1336 (m), 1290 (w), 1249 (w), 1214 (s), 1175 (m), 1023 (m), 973 (s), 863 (m), 777 (w), 745 (vs), 727 (s), 709 (vs), 691 (vs), 664 (s), 624 (s), 573 (w), 558 (w), 537 (s), 500 (w), 483 (s), 416 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 230 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.31 (EtOAc).

**2-Amino-2-(4-fluorphenyl)essigsäure Hydrochlorid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Fluorbenzaldehyd	124.11	1.15	1.0	1.00	0.124	0.11
Ammoniumformiat	63.06	-	3.0	3.00	0.189	-
<i>tert</i> -Butylisocyanid	83.13	0.735	1.5	1.50	0.125	0.17

**Versuchsdurchführung**

0.11 mL (1.00 mmol, 1.0 eq) 4-Fluorbenzaldehyd wurde in 10 mL Methanol gelöst. 0.189 g (3.00 mmol, 3.0 eq) Ammoniumformiat und 0.17 mL (1.50 mmol, 1.5 eq) *tert*-Butylisocyanid wurden hinzugefügt und das Reaktionsgemisch bei 65 °C über Nacht gerührt. Anschließend wurde das Lösungsmittel unter verminderterem Druck entfernt und der erhaltene Rückstand in EtOAc/H<sub>2</sub>O aufgenommen. Die organische Phase wurde abgetrennt und dreimal mit demin. Wasser gewaschen. Das Lösungsmittel der organischen Phase wurde unter verminderterem Druck entfernt. Das gelbe Öl wurde in 30 mL konz. HCl gelöst und über Nacht bei 90 °C gerührt. Anschließend wurde das Lösungsmittel unter verminderterem Druck entfernt. Der erhaltene braun-schwarze Feststoff wurde aus einem Gemisch aus Diethylether und Methanol im Verhältnis 1:1 umkristallisiert. Der bei der Umkristallisation nicht lösliche Feststoff wurde verworfen. Das Lösungsmittel des Filtrats wurde unter verminderterem Druck entfernt und der erhaltene Feststoff mit heißem Isopropanol extrahiert. Der ausgefallene Feststoff wurde verworfen und das Filtrat eingeengt. Es konnte ein beiger Feststoff als Rohprodukt erhalten werden. Um das reine Produkt zu erhalten wurde das Rohprodukt mit einem Gemisch aus demin. Wasser und Acetonitril im Verhältnis 1:1 mit 0.1 % TFA gewaschen. Es konnten 0.063 g (0.37 mmol, 37 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>FNO<sub>2</sub> ber.: 169.05, gef.: 170.08 [M+H]<sup>+</sup> (50).

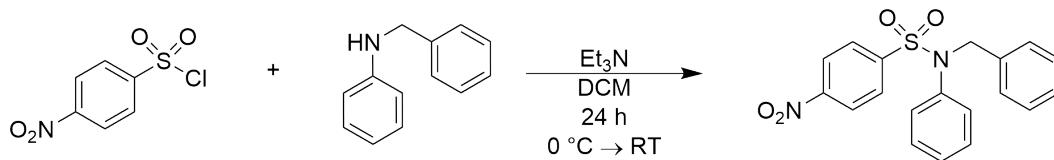
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, TFA-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 7.40-7.37 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.09-7.05 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 5.30 (s, 1H,  $\alpha$ -(4-F)Phg) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, TFA-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 174.6 (C=O), 167.1 (d, <sup>1</sup>J = 252.6 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 132.3 (d, <sup>3</sup>J = 9.1 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 126.8 (d, <sup>4</sup>J = 3.7 Hz, C<sub>arom</sub>), 119.4 (d, <sup>2</sup>J = 22.9 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 59.5 ( $\alpha$ -(4-F)Phg) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

## 1.11 Darstellung der verzweigten Sulfonamid-Derivate

### *N*-Benzyl-4-nitro-*N*-phenylbenzensulfonamid (Schl-38-066)



34 [221.61]

400 [213.28]

129 [368.41]

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.62	-	1.0	1.13	0.250	-
<i>N</i> -Benzylanilin	183.25	1.061	1.0	1.13	0.207	0.20
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	1.78	0.172	0.24

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.8 aus 0.250 g (1.13 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.20 mL (1.13 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzylanilin. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 29 min) gereinigt. Es konnten 0.167 g (0.45 mmol, 40 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 368.08, gef.: 391.04 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>16</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 391.0723, gef.: 391.0732 [M+Na]<sup>+</sup>.

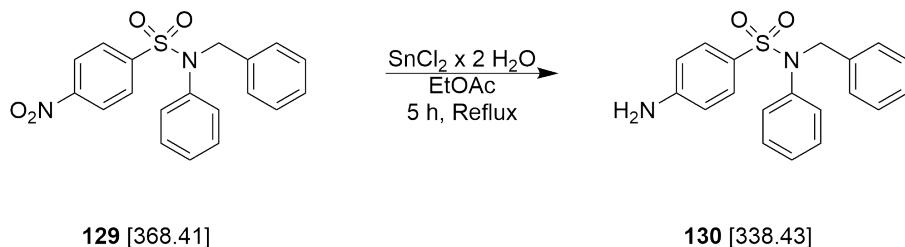
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.44-8.41 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.93-7.91 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.28-7.20 (m, 8H, CH<sub>arom</sub>), 7.08-7.06 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.85 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 150.0 ( $C_{arom}$ ), 143.2 ( $C_{arom}$ ), 137.9 ( $C_{arom}$ ), 135.7 ( $C_{arom}$ ), 129.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.5 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 ( $C_{arom}$ ), 127.5 ( $C_{arom}$ ), 124.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 53.9 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 2923 (w), 2853 (w), 1524 (s), 1489 (w), 1450 (w), 1399 (w), 1352 (s), 1344 (s), 1312 (m), 1303 (m), 1271 (w), 1209 (w), 1164 (s), 1105 (w), 1088 (m), 1071 (w), 1054 (m), 1027 (m), 1008 (w), 871 (m), 851 (s), 778 (m), 756 (w), 747 (m), 736 (s), 708 (m), 695 (vs), 681 (s), 601 (vs), 574 (m), 546 (vs), 499 (w), 478 (w), 464 (m), 448 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 190 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.44 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**4-Amino-N-benzyl-N-phenylbenzensulfonamid (Schl-38-067)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (129)	368.41	1.0	0.41	0.150
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.36	5.0	2.05	0.462

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.150 g (0.41 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzyl-4-nitro-*N*-phenylbenzensulfonamid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 2:1 + 0.1 % Et<sub>3</sub>N) gereinigt. Es konnten 0.133 g (0.39 mmol, 95 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 338.11, gef.: 339.14 [M+H]<sup>+</sup> (3), 361.08 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>19</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 339.1162, gef.: 339.1166 [M+H]<sup>+</sup>.

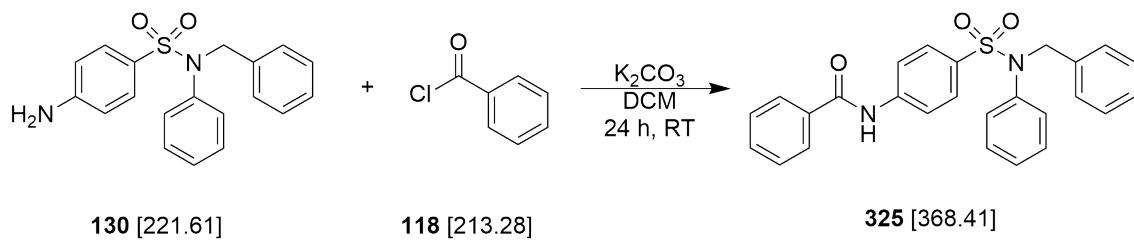
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.26-7.21 (m, 8H, CH<sub>arom</sub>), 7.18-7.15 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.05 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.62-6.60 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.06 (bs, 2H, NH<sub>2</sub>), 4.70 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 153.7 (C<sub>arom</sub>), 139.9 (C<sub>arom</sub>), 137.2 (C<sub>arom</sub>), 129.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.7 (C<sub>arom</sub>), 127.7 (C<sub>arom</sub>), 123.1 (C<sub>arom</sub>), 113.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 53.6 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3405$  (w), 3302 (w), 1627 (w), 1591 (m), 1493 (w), 1454 (w), 1336 (m), 1319 (m), 1303 (w), 1151 (s), 1088 (s), 1065 (m), 1028 (w), 922 (w), 857 (m), 827 (m), 772 (w), 723 (m), 693 (s), 671 (s), 606 (m), 582 (w), 557 (vs), 544 (vs), 451 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 158 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.00 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**N-(4-(N-Benzyl-N-phenylsulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-072)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (130)	338.43	-	1.0	0.44	0.150	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	0.89	0.125	0.10
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.20	-	3.5	1.55	0.210	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.150 g (0.44 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzyl-N-phenylbenzensulfonamid und 0.10 mL (0.89 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 53 min) gereinigt. Es konnten 0.123 g (0.28 mmol, 63 %) des Produkts als leicht gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>26</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 442.14, gef.: 443.10 [M+H]<sup>+</sup> (100), 465.05 [M+Na]<sup>+</sup> (40).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>26</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 443.1424, 465.1243, gef.: 443.1436 [M+H]<sup>+</sup>, 465.1258 [M+Na]<sup>+</sup>.

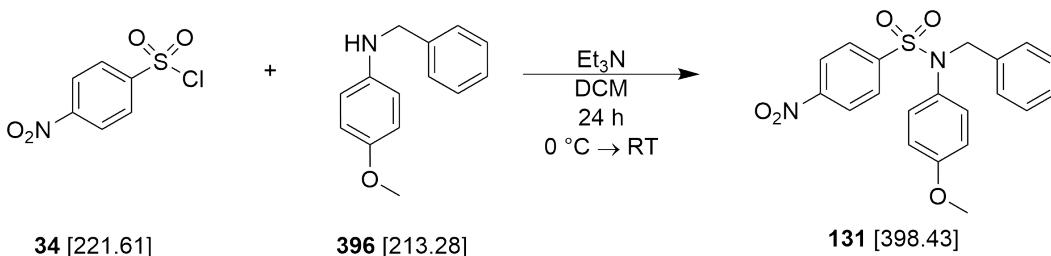
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.64 (s, 1H, NH), 8.03-7.97 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.65-7.56 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.21 (m, 8H, CH<sub>arom</sub>), 7.09-7.07 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.81 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.1 (C=O), 143.4 (C<sub>arom</sub>), 138.7 (C<sub>arom</sub>), 136.3 (C<sub>arom</sub>), 134.4 (C<sub>arom</sub>), 132.0 (C<sub>arom</sub>), 129.4 (C<sub>arom</sub>), 128.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (C<sub>arom</sub>), 127.3 (C<sub>arom</sub>), 119.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 53.4 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 2903 (w), 1652 (m), 1591 (m), 1534 (w), 1493 (m), 1399 (w), 1347 (m), 1318 (m), 1247 (w), 1157 (s), 1085 (m), 1064 (w), 1028 (w), 901 (w), 854 (w), 831 (m), 773.03 (m), 734 (m), 713 (m), 689 (s), 651 (s), 631 (w), 581 (s), 559 (vs), 514 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 186 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.38 (Cyclohexan/EtOAc 2:1).

**N-Benzyl-4-nitro-N-phenylbenzensulfonamid (Schl-38-068)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.62	-	1.0	4.51	1.000	-
N-Benzyl-4-methoxyanilin	213.28	-	1.0	4.51	0.962	-
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	6.77	0.685	0.94

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.8 aus 1.000 g (4.51 mmol,

1.0 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.962 mg (4.51 mmol, 1.0 eq) N-Benzyl-4-methoxyanilin.

Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 %

EtOAc in 29 min) gereinigt. Es konnten 0.481 g (1.21 mmol, 27 %) des Produkts als beiger

Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 398.09, gef.: 421.03 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 398.0918, 421.0829, gef.: 398.0916 [M+H]<sup>+</sup>, 421.0831 [M+Na]<sup>+</sup>.

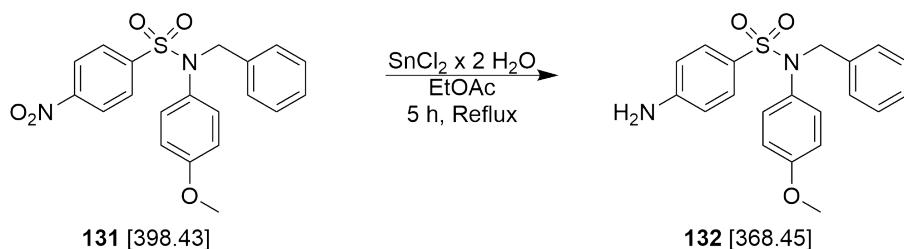
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.44-8.41 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.93-7.90 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.29-7.21 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 6.96-6.94 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.81-6.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.79 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.69 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 158.6 ( $C_{arom}$ ), 149.9 ( $C_{arom}$ ), 143.3 ( $C_{arom}$ ), 135.8 ( $C_{arom}$ ), 130.3 ( $C_{arom}$ ), 129.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.3 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.5 ( $C_{arom}$ ), 124.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 114.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 55.2 ( $\text{CH}_3$ ), 54.2 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3000 (w), 1611 (w), 1527 (s), 1507 (w), 1454 (w), 1447 (w), 1345 (s), 1307 (w), 1265 (w), 1249 (m), 1202 (w), 1162 (s), 1111 (w), 1084 (m), 1043 (m), 1032 (m), 1011 (w), 875 (m), 852 (s), 834 (w), 823 (w), 795 (w), 751 (m), 735 (s), 726 (m), 698 (s), 682 (s), 671 (m), 637 (w), 608 (vs), 594 (s), 567 (s), 542 (vs), 498 (w), 466 (s), 454 (m)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 137 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.33 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**4-Amino-N-benzyl-N-(4-methoxyphenyl)benzensulfonamid (Schl-38-069)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (131)	368.41	1.0	1.15	0.460
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.36	5.0	5.77	1.301

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.460 g (1.15 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzyl-4-nitro-*N*-phenylbenzensulfonamid. Es konnten 0.423 g (1.15 mmol, 100 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 368.12, gef.: 369.11 [M+H]<sup>+</sup> (30), 391.08 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 369.1267, 391.1087, gef.: 369.1272 [M+H]<sup>+</sup>, 391.1091 [M+Na]<sup>+</sup>.

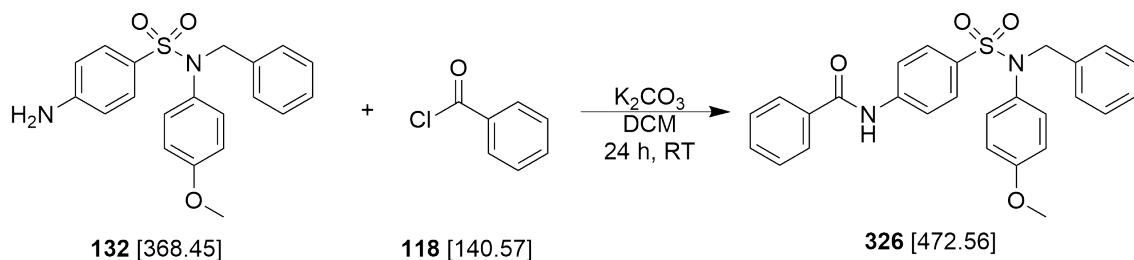
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.26-7.15 (m, 7H, CH<sub>arom</sub>), 6.93-6.91 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.77-6.75 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.62-6.60 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.04 (s, 2H, NH<sub>2</sub>), 4.64 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.67 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 158.0 (C<sub>arom</sub>), 153.0 (C<sub>arom</sub>), 136.7 (C<sub>arom</sub>), 131.8 (C<sub>arom</sub>), 129.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.1 (C<sub>arom</sub>), 122.6 (C<sub>arom</sub>), 113.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.1 (CH<sub>3</sub>), 53.5 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3484$  (w),  $3380$  (w),  $1626$  (w),  $1606$  (w),  $1589$  (m),  $1500$  (m),  $1461$  (w),  
 $1440$  (w),  $1336$  (w),  $1317$  (m),  $1299$  (w),  $1246$  (m),  $1203$  (w),  $1145$  (s),  $1107$   
(w),  $1088$  (m),  $1051$  (m),  $1027$  (m),  $1011$  (w),  $873$  (m),  $852$  (w),  $832$  (m),  $792$   
(m),  $759$  (m),  $729$  (w),  $715$  (w),  $704$  (m),  $691$  (s),  $602$  (s),  $569$  (w),  $552$  (vs),  $541$   
(vs),  $482$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $129$  °C.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

**N-(4-(N-Benzyl-N-(4-methoxyphenyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-073)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (132)	368.45	-	1.0	0.49	0.180	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	0.98	0.138	0.11
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.20	-	3.5	1.71	0.236	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.180 g (0.49 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzyl-N-(4-methoxyphenyl)benzensulfonamid und 0.11 mL (0.98 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 49 min) gereinigt. Es konnten 0.157 g (0.33 mmol, 66 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>27</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 472.15, gef.: 473.13 [M+H]<sup>+</sup> (25), 495.06 [M+Na]<sup>+</sup> (15).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>27</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 473.1530, 495.1349, gef.: 473.1540 [M+H]<sup>+</sup>, 495.1355 [M+Na]<sup>+</sup>.

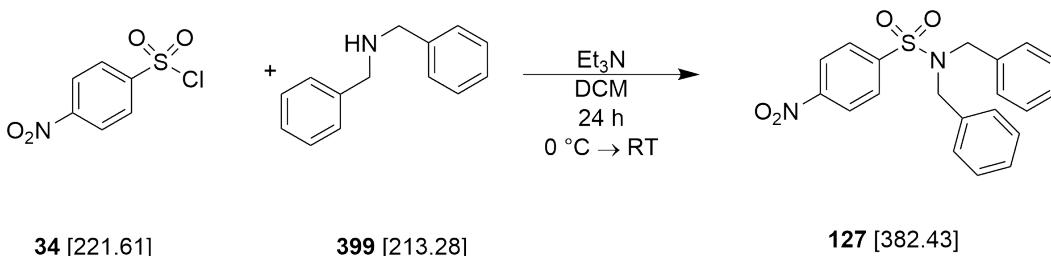
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.6 (s, 1H, NH), 8.04-7.97 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.65-7.55 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.19 (m, 5H, CH<sub>arom</sub>), 6.96-6.94 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.80-6.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.75 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.68 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.7 (*C=O*), 158.9 (*C<sub>arom</sub>*), 143.9 (*C<sub>arom</sub>*), 137.0 (*C<sub>arom</sub>*), 135.0 (*C<sub>arom</sub>*), 132.7 (*C<sub>arom</sub>*), 132.5 (*C<sub>arom</sub>*), 131.7 (*C<sub>arom</sub>*), 130.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 129.0 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 129.0 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.8 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.4 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.9 (*C<sub>arom</sub>*), 120.4 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 114.5 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 55.7 (*CH*<sub>3</sub>) , 54.4 (*CH*<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3200 (w), 2950 (w), 1655 (m), 1593 (m), 1523 (m), 1508 (m), 1455 (w), 1400 (m), 1324 (m), 1301 (w), 1266 (w), 1247 (m), 1215 (w), 1177 (w), 1156 (s), 1094 (m), 1061 (m), 1034 (m), 870 (m), 830 (m), 797 (m), 762 (w), 720 (m), 696 (s), 673 (s), 649 (m), 629 (w), 599 (s), 573 (s), 546 (vs) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 172 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.13 (Cyclohexan/EtOAc 5:1).

***N,N-Dibenzyl-4-nitrobenzensulfonamid (Schl-38-070)***

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzensulfonylchlorid	221.62	-	1.0	4.51	1.000	-
Dibenzylamin	213.28	1.03	1.0	4.51	0.962	0.93
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	6.77	0.685	0.94

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.8 aus 1.000 g (4.51 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrobenzensulfonylchlorid und 0.93 mL (4.51 mmol, 1.0 eq) Dibenzylamin. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 40 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 30 min) gereinigt. Es konnten 0.392 g (1.03 mmol, 23 %) des Produkts als leicht gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 382.10, gef.: 383.16 [M+H]<sup>+</sup> (30), 405.09 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 405.0879, gef.: 405.0880 [M+Na]<sup>+</sup>.

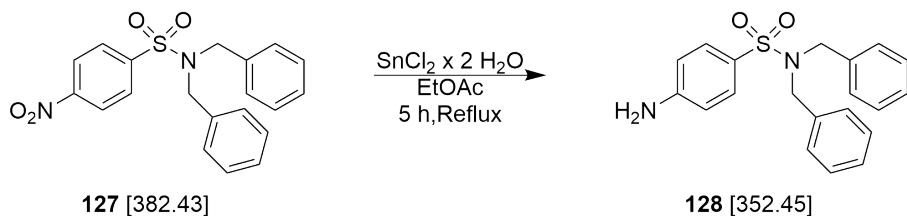
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.38-8.36 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.12-8.10 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.23-7.20 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.09 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 4.38 (s, 4H, 2x CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 149.7 (C<sub>arom</sub>), 145.1 (C<sub>arom</sub>), 135.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (4C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 124.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 51.3 (2C, 2x CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 2995$  (w), 1524 (m), 1494 (w), 1455 (w), 1357 (m), 1321 (m), 1310 (m), 1254 (w), 1152 (s), 1130 (m), 1098 (m), 1083 (w), 1058 (m), 1027 (w), 928 (m), 910 (m), 884 (w), 849 (m), 817 (w), 800 (m), 792 (m), 746 (s), 727 (s), 697 (vs), 691 (vs), 610 (s), 590 (s), 579 (s), 564 (m), 523 (vs), 474 (w), 453 (s)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 130 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.59 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**4-Amino-N,N-dibenzylbenzensulfonamid (Schl-38-071)**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (127)	382.10	1.0	0.95	0.364
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.36	5.0	4.76	1.073

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.364 g (0.95 mmol, 1.0 eq) *N,N*-Dibenzyl-4-nitrobenzensulfonamid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 31 min) gereinigt. Es konnten 0.335 g (0.95 mmol, 100 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$  ber.: 352.12, gef.: 353.18  $[\text{M}+\text{H}]^+$  (100), 375.11  $[\text{M}+\text{Na}]^+$  (100).

**HRMS:** ESI(+) für  $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$  ber.: 353.1318, 375.1138, gef.: 353.1317  $[\text{M}+\text{H}]^+$ , 375.1135  $[\text{M}+\text{Na}]^+$ .

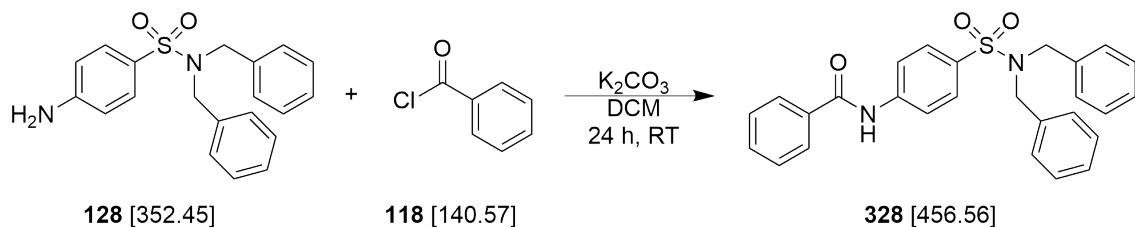
**$^1\text{H-NMR}$ :** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 7.52\text{-}7.49$  (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.22-7.17 (m, 6H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 7.09-7.06 (m, 4H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 6.66-6.64 (m, 2H,  $\text{CH}_{\text{arom}}$ ), 6.04-6.02 (m, 2H,  $\text{NH}_2$ ), 4.18 (s, 4H, 2x  $\text{CH}_2$ ) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta = 153.1$  ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 136.8 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 129.2 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.3 (4C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 128.2 (4C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 127.3 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 124.2 ( $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 113.0 (2C,  $\text{C}_{\text{arom}}$ ), 51.2 (2C, 2x  $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu = 3380$  (w), 1638 (w), 1591 (m), 1502 (w), 1494 (w), 1453 (w), 1440 (w), 1318 (m), 1290 (m), 1143 (vs), 1092 (m), 1054 (w), 1042 (w), 1027 (w), 926 (m), 888 (m), 831 (m), 773 (m), 744 (s), 729 (m), 713 (w), 694 (vs), 670 (s), 595 (s), 557 (w), 536 (vs), 522 (s), 493 (w), 458 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 90 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.19 (Cyclohexan/EtOAc 3:1 + 0.1 % Et<sub>3</sub>N).

**N-(4-(*N,N*-Dibenzylsulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-075)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (128)	352.45	-	1.0	0.43	0.150	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	2.0	0.85	0.120	0.10
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	138.20	-	3.5	1.49	0.206	-

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.2 aus 0.150 g (0.43 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-*N,N*-dibenzylbenzenesulfonamid und 0.10 mL (0.85 mmol, 2.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.127 g (0.28 mmol, 65 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>27</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 456.15, gef.: 457.14 [M+H]<sup>+</sup> (70), 479.15 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>27</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 457.1580, 479.1400, gef.: 457.1584 [M+H]<sup>+</sup>, 479.1405 [M+Na]<sup>+</sup>.

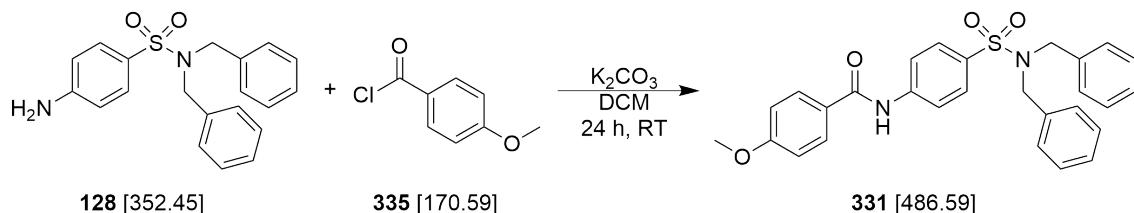
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.63 (s, 1H, NH), 8.06-7.99 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.89-7.87 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.62 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.24-7.19 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.09 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 4.29 (s, 4H, 2x CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.1 (C=O), 143.2 (C<sub>arom</sub>), 136.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 134.4 (C<sub>arom</sub>), 133.6 (C<sub>arom</sub>), 132.0 (C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 120.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 51.3 (2C, 2x CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3395 (w), 2923 (w), 1673 (m), 1590 (m), 1524 (s), 1494 (m), 1457 (w), 1448 (w), 1433 (w), 1396 (m), 1355 (w), 1305 (vs), 1248 (m), 1204 (w), 1144 (s), 1128 (s), 1098 (s), 1085 (m), 1056 (m), 1027 (w), 928 (m), 908 (w), 888 (m), 831 (m), 791 (s), 743 (m), 726 (m), 698 (s), 690 (s), 657 (s), 626 (w), 604 (m), 570 (s), 547 (s), 526 (s), 509 (s), 458 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 147 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.33 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**N-(4-(N,N-Dibenzylsulfamoyl)phenyl)-4-methoxybenzamid (Schl-38-077)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (128)	352.45	-	1.0	0.43	0.150	-
4-Methoxybenzoylchlorid	170.01	1.260	2.0	0.85	0.145	0.11
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	0.64	0.065	0.07

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.150 g (0.43 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N,N-dibenzylbenzensulfonamid und 0.11 mL (0.85 mmol, 2.0 eq) 4-Methoxybenzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 20 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 24 min) gereinigt. Es konnten 0.010 g (0.03 mmol, 7 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>28</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 486.16, gef.: 487.33 [M+H]<sup>+</sup> (25), 509.04 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>28</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 487.1686, 509.1505, gef.: 487.1691 [M+H]<sup>+</sup>, 509.1510 [M+Na]<sup>+</sup>.

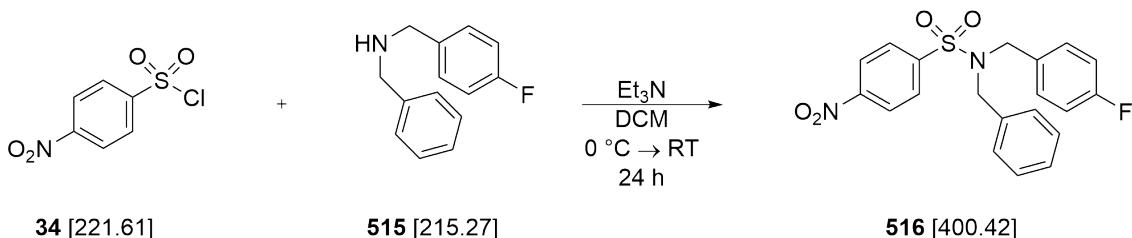
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.46 (s, 1H, NH), 8.04-8.00 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.87-7.85 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.20 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.09 (m, 6H, CH<sub>arom</sub>), 4.29 (s, 4H, 2x CH<sub>2</sub>), 3.86 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 165.3 (C=O), 162.2 (C<sub>arom</sub>), 143.4 (C<sub>arom</sub>), 136.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 133.2 (C<sub>arom</sub>), 129.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.4 (C<sub>arom</sub>), 119.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.5 (CH<sub>3</sub>), 51.2 (2C, 2x CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu = 3348$  (w),  $3062$  (w),  $3032$  (w),  $2999$  (w),  $2925$  (w),  $2836$  (w),  $1653$  (s),  $1603$  (s),  $1592$  (s),  $1531$  (s),  $1506$  (vs),  $1455$  (m),  $1397$  (m),  $1358$  (m),  $1336$  (s),  $1322$  (s),  $1257$  (s),  $1247$  (s),  $1181$  (m),  $1174$  (m),  $1155$  (vs),  $1092$  (m),  $1033$  (s),  $1025$  (s),  $889$  (m),  $830$  (m),  $793$  (m),  $781$  (s),  $755$  (s),  $745$  (m),  $726$  (s),  $711$  (s),  $695$  (vs),  $611$  (s),  $599$  (vs),  $571$  (vs),  $543$  (vs),  $534$  (vs),  $503$  (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:**  $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**R<sub>f</sub>:** 0.10 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**N-Benzyl-N-(4-fluorbenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.62	-	1.0	1.13	0.250	-
Amin (515)	215.27	-	1.0	1.13	0.243	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	2.26	0.229	0.32

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.8 aus 0.250 g (1.13 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.243 g (1.13 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzyl-1-(4-fluorphenyl)methanamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc von 5:1 auf 4:1) gereinigt. Es konnten 0.286 g (0.71 mmol, 63 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

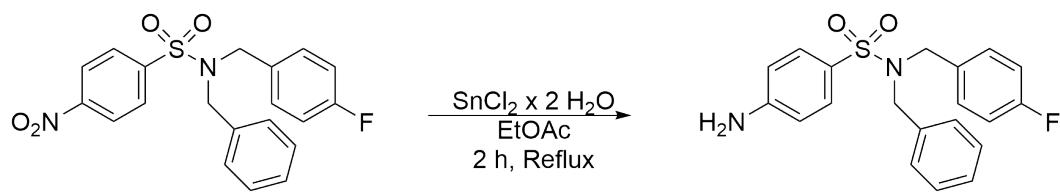
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>17</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 400.09, gef.: 401.09 [M+H]<sup>+</sup> (30), 423.08 [M+Na]<sup>+</sup> (60).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 8.39-8.38 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.13-8.12 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.01 (m, 9H, CH<sub>arom</sub>), 4.38-4.37 (m, 4H, 2x CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 161.4 (d, <sup>1</sup>J = 243.7 Hz, C<sub>arom</sub>), 149.7 (C<sub>arom</sub>), 144.9 (C<sub>arom</sub>), 135.7 (C<sub>arom</sub>), 132.0 (d, <sup>4</sup>J = 3.0 Hz, C<sub>arom</sub>), 130.3 (d, <sup>3</sup>J = 8.4 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (C<sub>arom</sub>), 124.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 115.0 (d, <sup>2</sup>J = 21.5 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 51.6 (CH<sub>2</sub>), 50.8 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.57 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**4-Amino-N-benzyl-N-(4-fluorbenzyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (516)	382.10	1.0	0.65	0.260
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.36	5.0	3.25	0.733

**Versuchsdurchführung**

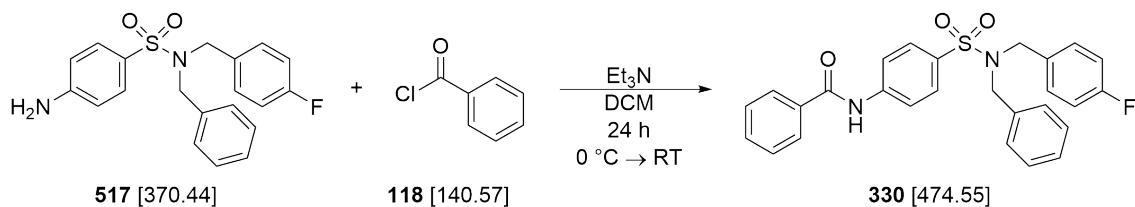
Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.260 g (0.65 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzyl-*N*-(4-fluorbenzyl)-4-nitrobenzenesulfonamid. Es konnten 0.111 g (0.30 mmol, 46 %) des Produkts als beiger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>19</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S ber.: 370.12, gef.: 371.17 [M+H]<sup>+</sup> (60), 393.10 [M+Na]<sup>+</sup> (100).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.51-7.49 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.20-7.17 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.12-7.06 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.02-6.97 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.67-6.65 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.06 (s, 2H, NH<sub>2</sub>), 4.18 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 4.16 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**N-(4-(N-Benzyl-N-(4-fluorbenzyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-078)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (517)	370.44	-	1.0	0.40	0.150	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	1.0	0.40	0.056	0.04
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	0.80	0.081	0.11

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.150 g (0.40 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzyl-N-(4-fluorbenzyl)benzensulfonamid und 0.04 mL (0.40 mmol, 1.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 27 min) gereinigt. Es konnten 0.119 g (0.25 mmol, 63 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>27</sub>H<sub>23</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 474.14, gef.: 475.03 [M+H]<sup>+</sup> (40), 497.18 [M+Na]<sup>+</sup> (25).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>27</sub>H<sub>23</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 475.1486, 497.1306, gef.: 475.1498 [M+H]<sup>+</sup>, 497.1319 [M+Na]<sup>+</sup>.

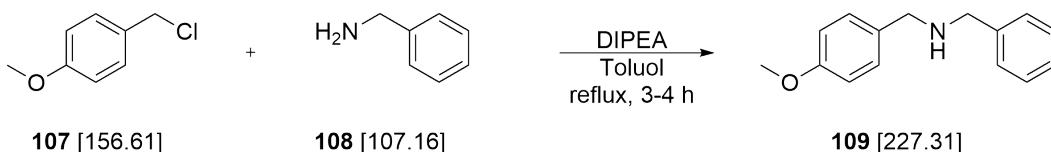
**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.64 (s, 1H, NH), 8.06-8.04 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.01-7.98 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.90-7.87 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.66-7.62 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.59-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.21-7.19 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.15-7.09 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.03-6.99 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.29 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 4.27 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C-NMR}$ :** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 166.1 ( $C=O$ ), 161.3 (d,  $^1\text{J} = 243.1$  Hz,  $C_{arom}$ ), 143.3 ( $C_{arom}$ ), 136.3 ( $C_{arom}$ ), 134.4 ( $C_{arom}$ ), 133.3 ( $C_{arom}$ ), 132.6 (d,  $^4\text{J} = 3.0$  Hz,  $C_{arom}$ ), 132.0 ( $C_{arom}$ ), 130.2 (d,  $^3\text{J} = 8.2$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 128.4 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.2 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.1 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.3 ( $C_{arom}$ ), 120.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 114.8 (d,  $^2\text{J} = 21.5$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 51.6 ( $\text{CH}_2$ ), 50.8 ( $\text{CH}_2$ ) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3386 (w), 1674 (m), 1587 (m), 1524 (s), 1508 (m), 1495 (s), 1447 (w), 1397 (m), 1307 (vs), 1248 (m), 1223 (m), 1214 (m), 1147 (vs), 1128 (m), 1102 (m), 1090 (s), 1061 (m), 1048 (m), 1028 (w), 938 (w), 920 (w), 900 (m), 830 (s), 791 (s), 775 (m), 758 (w), 742 (s), 700 (vs), 683 (s), 657 (vs), 626 (w), 596 (m), 568 (s), 556 (m), 544 (vs), 511 (m), 498 (m), 486 (m), 458 (w)  $\text{cm}^{-1}$ .

**Smp.:** 160 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.30 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**N-Benzyl-1-(4-methoxyphenyl)methanamin**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
1-(Chlormethyl)-4-methoxybenzen	156.61	1.115	1.0	2.00	0.214	0.22
Benzylamin	107.16	0.982	1.0	2.00	0.314	0.28
DIPEA	129.25	0.742	2.0	4.00	0.517	0.70

**Versuchsdurchführung**

0.22 mL (2.00 mmol, 1.0 eq) 1-(Chlormethyl)-4-methoxybenzen, 0.28 mL (2.00 mmol, 1.0 eq) Benzylamin wurden in 2 mL Toluol gelöst und mit 0.70 mL (4.00 mmol, 2.0 eq) DIPEA versetzt. Das Reaktionsgemisch wurde 5 h unter Rückfluss gerührt. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc 3:1 + 0.1 % Et<sub>3</sub>N in 21 min) gereinigt. Es konnten 0.120 g (0.53 mmol, 26 %) des Produkts als gelbe Flüssigkeit erhalten werden.

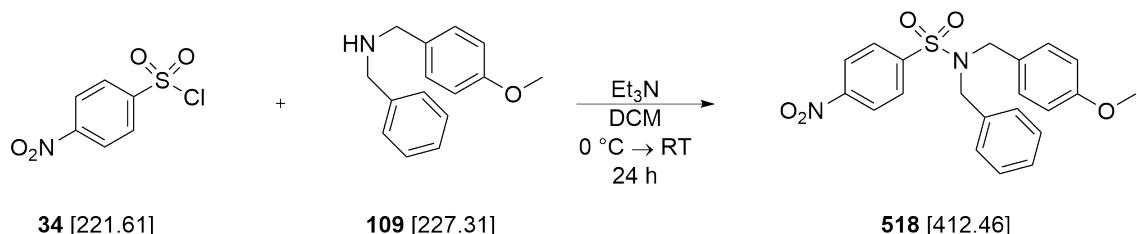
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>15</sub>H<sub>17</sub>NO ber.: 227.13, gef.: 228.32 [M+H]<sup>+</sup> (50).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 7.34-7.29 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.25-7.22 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 6.88-6.86 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 3.73 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.65 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.60 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 158.0 (C<sub>arom</sub>), 140.9 (C<sub>arom</sub>), 132.7 (C<sub>arom</sub>), 129.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 126.4 (C<sub>arom</sub>), 113.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 54.9 (CH<sub>3</sub>), 52.0 (CH<sub>2</sub>), 51.5 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.20 (Cyclohexan/EtOAc 3:1 + 0.1 % Et<sub>3</sub>N).

**N-Benzyl-N-(4-methoxybenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	1.62	0.359	-
<i>N</i> -Benzyl-1-(4-methoxyphenyl)methanamin	227.31	-	1.0	1.62	0.368	-
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	2.43	0.246	0.34

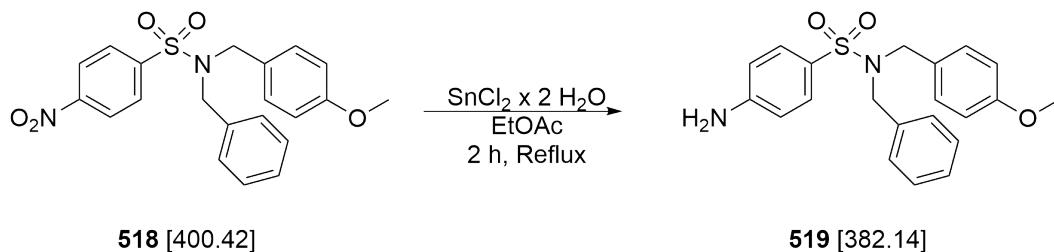
**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.8 aus 0.359 g (1.62 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.368 g (1.62 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzyl-1-(4-methoxyphenyl)methanamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.290 g (0.70 mmol, 43 %) des Produkts als leicht gelblicher Feststoff erhalten werden und wurde ohne weitere Analytik umgesetzt.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 412.11, gef.: 435.22 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**R<sub>f</sub>:** 0.54 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**4-Amino-N-benzyl-N-(4-methoxybenzyl)benzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (518)	412.46	1.0	0.70	0.290
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.36	5.0	3.51	0.792

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.290 g (0.70 mmol, 1.0 eq) *N*-Benzyl-*N*-(4-methoxybenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid. Es konnten 0.250 g (0.65 mmol, 93 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

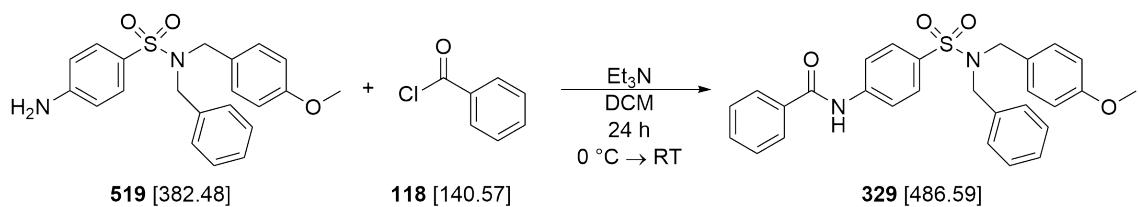
**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 382.14, gef.: 383.15 [M+H]<sup>+</sup> (10), 405.05 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 400 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.22-7.20 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.20, 7.09-7.06 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.99-6.97 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.77-6.75 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.66-6.64 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.03 (bs, 2H, NH<sub>2</sub>), 4.15 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 4.11 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.69 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 101 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 158.5 (C<sub>arom</sub>), 152.9 (C<sub>arom</sub>), 136.8 (C<sub>arom</sub>), 129.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.1 (C<sub>arom</sub>), 124.2 (C<sub>arom</sub>), 113.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 50.5 (CH<sub>2</sub>), 50.3 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**N-(4-(N-Benzyl-N-(4-methoxybenzyl)sulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-076)**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (519)	382.48	-	1.0	0.26	0.100	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	1.0	0.26	0.037	0.04
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	0.40	0.040	0.06

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.100 g (0.26 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-benzyl-N-(4-methoxybenzyl)benzensulfonamid und 0.04 mL (0.26 mmol, 1.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 35 min) gereinigt. Es konnten 0.105 g (0.22 mmol, 85 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>28</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 486.16, gef.: 509.09 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>28</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 487.1662, 509.1505, gef.: 487.1693 [M+H]<sup>+</sup>, 509.1514 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.62 (s, 1H, NH), 8.04-8.03 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.00-7.98 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.87-7.85 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.65-7.62 (m, 1H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.26-7.21 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.09 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.02-7.00 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.79-6.77 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.26 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 4.22 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.70 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

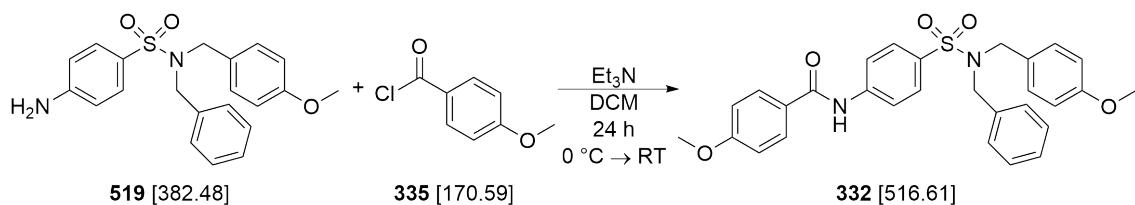
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.0 (C=O), 158.6 (C<sub>arom</sub>), 143.1 (C<sub>arom</sub>), 136.4 (C<sub>arom</sub>), 134.4 (C<sub>arom</sub>), 133.7 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 129.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.1 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.9 (C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.2 (C<sub>arom</sub>), 120.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 50.7 (CH<sub>2</sub>), 50.5 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3401 (w), 2924 (w), 1674 (m), 1585 (m), 1522 (s), 1507 (m), 1492 (m), 1454 (w), 1444 (w), 1399 (m), 1325 (s), 1308 (s), 1241 (s), 1204 (w), 1177 (m), 1148 (vs), 1125 (m), 1108 (m), 1089 (m), 1071 (w), 1048 (s), 1024 (m), 930 (w), 914 (m), 891 (s), 842 (m), 830 (m), 816 (m), 766 (s), 738 (vs), 699 (vs), 654 (vs), 629 (w), 607 (s), 566 (vs), 534 (vs), 491 (m), 448 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 126-130 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.36 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**N-(4-(N-Benzyl-N-(4-methoxybenzyl)sulfamoyl)phenyl)-4-methoxybenzamid  
(Schl-38-080)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (519)	382.48	-	1.0	0.26	0.100	-
<i>N</i> -Methoxybenzoylchlorid	170.59	1.260	1.0	0.26	0.045	0.05
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	0.39	0.040	0.06

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.100 g (0.26 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-*N*-benzyl-*N*-(4-methoxybenzyl)benzensulfonamid und 0.05 mL (0.49 mmol, 1.0 eq) *N*-Methoxybenzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 42 min) gereinigt. Es konnten 0.050 g (0.10 mmol, 38 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>29</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 516.17, gef.: 517.50 [M+H]<sup>+</sup> (3), 539.29 [M+Na]<sup>+</sup> (30).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>29</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 517.1792, 539.1611, gef.: 517.1804 [M+H]<sup>+</sup>, 539.1626 [M+Na]<sup>+</sup>.

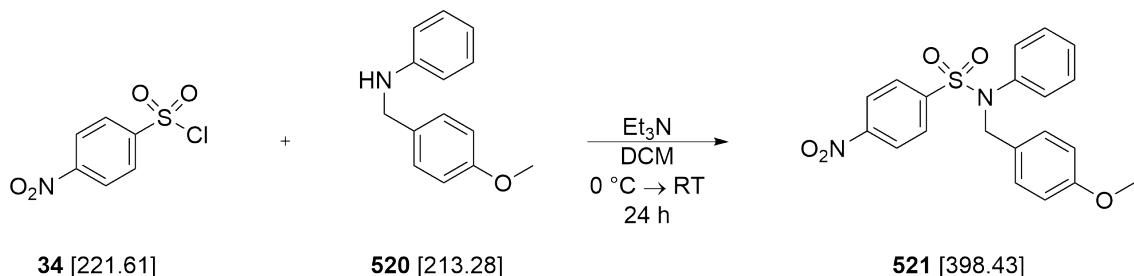
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.45 (s, 1H, NH), 8.03-7.99 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.85-7.83 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.24-7.22 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.09 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.01-7.00 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.78-6.77 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.26 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 4.21 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.86 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.69 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 165.3(C=O), 162.2 (*C<sub>arom</sub>*), 158.6 (*C<sub>arom</sub>*), 143.4 (*C<sub>arom</sub>*), 136.4 (*C<sub>arom</sub>*), 133.4 (*C<sub>arom</sub>*), 129.8 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 129.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.1 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.1 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.0 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 127.9 (*C<sub>arom</sub>*), 127.2 (*C<sub>arom</sub>*), 126.4 (*C<sub>arom</sub>*), 119.9 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 113.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 113.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 55.5 (CH<sub>3</sub>), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 50.7 (CH<sub>2</sub>), 50.5 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3370 (w), 1656 (m), 1593 (s), 1531 (m), 1507 (vs), 1454 (m), 1441 (w), 1398 (m), 1358 (w), 1336 (s), 1305 (s), 1247 (vs), 1175 (s), 1153 (vs), 1110 (m), 1090 (s), 1060 (m), 1028 (s), 939 (w), 913 (m), 893 (m), 836 (s), 820 (m), 791 (m), 780 (s), 762 (m), 750 (m), 736 (s), 709 (m), 695 (s), 670 (w), 632 (w), 610 (s), 598 (s), 583 (s), 572 (s), 533 (vs), 498 (w), 449 (w) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 117-122 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.33 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**N-(4-Methoxybenzyl)-4-nitro-N-phenylbenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.61	-	1.0	2.34	0.520	-
<i>N</i> -4-Methoxybenzylanilin	213.28	-	1.0	2.34	0.500	-
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	3.51	0.355	0.49

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.8 aus 0.520 g (2.34 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.500 g (2.34 mmol, 1.0 eq) *N*-4-Methoxybenzylanilin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 4:1) gereinigt. Es konnten 0.443 g (1.11 mmol, 47 %) des Produkts als oranger Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

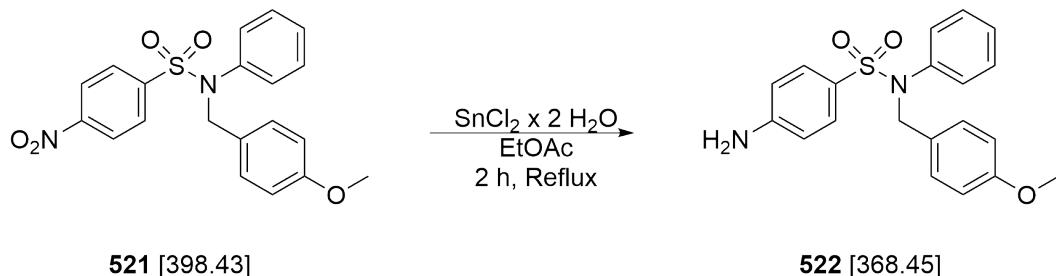
**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 398.09, gef.: 421.19 [M+Na]<sup>+</sup> (10).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.43-8.41 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.91-7.90 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.26 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.13-7.11 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.04-7.02 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.81-6.79 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.76 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.68 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 158.6 (C<sub>arom</sub>), 149.9 (C<sub>arom</sub>), 143.3 (C<sub>arom</sub>), 137.8 (C<sub>arom</sub>), 129.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.9 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.0 (C<sub>arom</sub>), 127.4 (C<sub>arom</sub>), 124.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 54.9 (CH<sub>3</sub>), 53.4 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.57 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

### 4-Amino-N-(4-methoxybenzyl)-N-phenylbenzensulfonamid



Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (521)	398.43	1.0	1.11	0.443
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.36	5.0	5.55	1.252

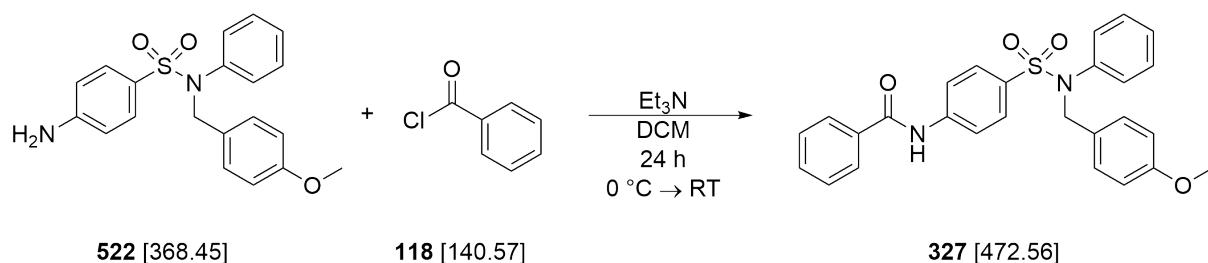
### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.443 g (1.11 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Methoxybenzyl)-4-nitro-*N*-phenylbenzenesulfonamid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1 + 0.1 % Et<sub>3</sub>N) gereinigt. Es konnten 0.189 g (0.49 mmol, 44 %) des Produkts als viskoser, gelblicher Feststoff erhalten werden und das Produkt wurde ohne weitere Analytik weiter umgesetzt.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>20</sub>H<sub>20</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 368.12, gef.: 391.07 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**N-(4-(N-(4-Methoxybenzyl)-N-phenylsulfamoyl)phenyl)benzamid (Schl-38-074)**

Edukte	M [g/mol]	ρ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (522)	382.48	-	1.0	0.41	0.150	-
Benzoylchlorid	140.57	1.211	1.0	0.41	0.057	0.05
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	0.61	0.062	0.09

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.150 g (0.41 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-methoxybenzyl)-N-phenylbenzensulfonamid und 0.05 mL (0.41 mmol, 1.0 eq) Benzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.123 g (0.26 mmol, 64 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>27</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 472.15, gef.: 495.11 [M+Na]<sup>+</sup> (40).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>27</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>O<sub>4</sub>S ber.: 473.1530, 495.1349, gef.: 473.1539 [M+H]<sup>+</sup>, 495.1356 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.64 (s, 1H, NH), 8.03-8.01 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.99-7.97 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.64-7.61 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.58-7.55 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.21 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.15-7.14 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.05-7.03 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.80-6.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.73 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.67 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

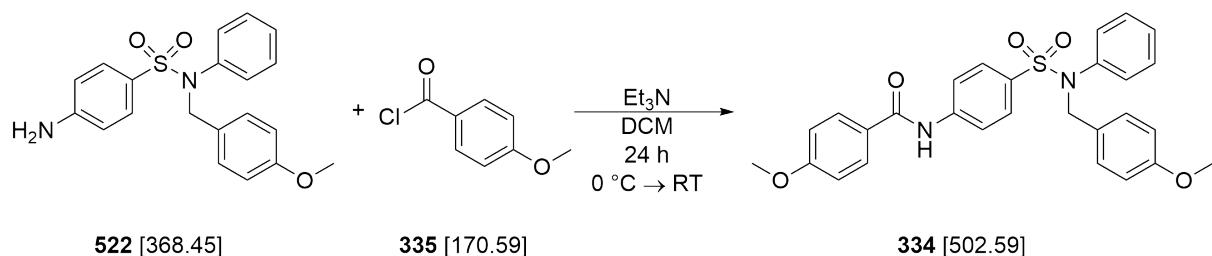
**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 166.1 (C=O), 158.5 (C<sub>arom</sub>), 143.4 (C<sub>arom</sub>), 138.6 (C<sub>arom</sub>), 134.4 (C<sub>arom</sub>), 132.0 (C<sub>arom</sub>), 131.9 (C<sub>arom</sub>), 129.4 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.4 (4C, C<sub>arom</sub>), 128.3 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.9 (C<sub>arom</sub>), 127.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.5 (C<sub>arom</sub>), 119.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 113.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 54.9 (CH<sub>3</sub>), 52.9 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:** ν = 3266 (w), 3067 (w), 1964 (w), 1655 (m), 1592 (s), 1526 (m), 1512 (s), 1491 (m), 1400 (m), 1344 (s), 1324 (s), 1301 (m), 1285 (w), 1250 (s), 1175 (m), 1155 (s), 1091 (m), 1067 (m), 1033 (m), 860 (m), 830 (m), 736 (s), 694 (vs), 655 (s), 600 (m), 581 (vs), 555 (vs), 519 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 157 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.18 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**4-Methoxy-N-(4-(N-(4-methoxybenzyl)-N-phenylsulfamoyl)phenyl)benzamid  
(Schl-38-079)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (522)	382.48	-	1.0	0.49	0.189	-
4-Methoxybenzoylchlorid	170.59	1.260	1.0	0.49	0.084	0.06
Triethylamin	101.19	0.726	2.0	0.98	0.099	0.14

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.189 g (0.49 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-methoxybenzyl)-N-phenylbenzenesulfonamid und 0.06 mL (0.49 mmol, 1.0 eq) 4-Methoxybenzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde mehrfach mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 10 % EtOAc auf 100 % EtOAc in 59 min) gereinigt. Es konnten 0.040 g (0.08 mmol, 16 %) des Produkts als farbloser Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>28</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 502.16, gef.: 503.18 [M+H]<sup>+</sup> (10), 525.22 [M+Na]<sup>+</sup> (15).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>28</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 503.1635, 525.1455, gef.: 503.1640 [M+H]<sup>+</sup>, 525.1468 [M+Na]<sup>+</sup>.

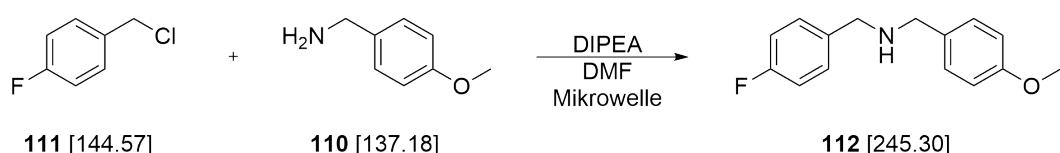
**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 10.47 (s, 1H, NH), 8.01-7.98 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.62-7.60 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.25-7.21 (m, 3H, CH<sub>arom</sub>), 7.15-7.13 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.10-7.08 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.05-7.03 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.80-6.78 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.72 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.86 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.67 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 165.4 (*C=O*), 162.2 (*C<sub>arom</sub>*), 158.5 (*C<sub>arom</sub>*), 143.6 (*C<sub>arom</sub>*), 138.6 (*C<sub>arom</sub>*), 131.7 (*C<sub>arom</sub>*), 129.8 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 129.4 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.4 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.3 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 128.0 (*C<sub>arom</sub>*), 127.5 (*C<sub>arom</sub>*), 126.4 (*C<sub>arom</sub>*), 119.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 113.7 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 113.6 (2C, *C<sub>arom</sub>*), 55.5 (CH<sub>3</sub>), 54.9 (CH<sub>3</sub>), 52.9 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3390 (w), 2753 (w), 1663 (m), 1604 (m), 1589 (s), 1525 (m), 1504 (vs), 1462 (m), 1441 (w), 1397 (m), 1341 (m), 1308 (s), 1242 (vs), 1173 (s), 1152 (vs), 1112 (m), 1089 (s), 1062 (m), 1026 (s), 865 (m), 832 (s), 760 (m), 732 (s), 694 (s), 608 (vs), 577 (vs), 559 (s), 541 (s), 522 (s) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 123 °C.

**R<sub>f</sub>:** 0.47 (Cyclohexan/EtOAc 1:1).

**N-(4-Fluorbenzyl)-1-(4-methoxyphenyl)methanamin**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
1-(Chlormethyl)-4-fluorbenzen	144.57	1.21	1.0	1.00	0.145	0.12
4-Methoxybenzylamin	137.18	1.05	1.0	1.00	0.137	0.13
DIPEA	129.25	0.742	2.0	2.00	0.259	0.35

**Versuchsdurchführung**

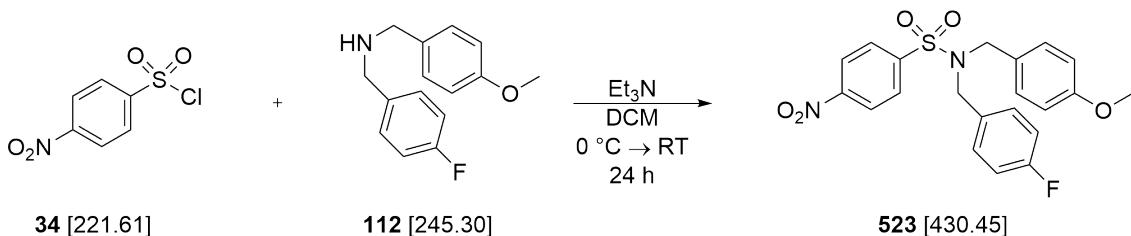
0.12 mL (1.00 mmol, 1 eq) 1-(Chlormethyl)-4-fluorbenzen, 0.12 mL (1.00 mmol, 1 eq) 4-Methoxybenzylamin und 0.35 mL (2.00 mmol, 2.0 eq) DIPEA wurden in 1 mL DMF gelöst. Das Reaktionsgemisch wurde in der Mikrowelle für 30 s vorgerührt und dann 1.5 h bei 100 °C, 30 mbar und 300 W gerührt. Das Rohprodukt wurde mittels MPLC (Cyclohexan/EtOAc; Start bei 0 % EtOAc auf 50 % EtOAc in 26 min) gereinigt. Es konnten 0.101 g (0.41 mmol, 41 %) des Produkts als farblose Flüssigkeit erhalten werden.

**Analytik**

**MS:** ESI(+) für C<sub>15</sub>H<sub>16</sub>FNO ber.: 245.12, gef.: 246.15 [M+H]<sup>+</sup> (40).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 7.39-7.36 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.27-7.25 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.15-7.12 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.90-6.88 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 3.75 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.65 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.61 (s, 2H, CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.27 (Cyclohexan/EtOAc 3:1 + 0.1 % Et<sub>3</sub>N).

**N-(4-Fluorbenzyl)-N-(4-methoxybenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid**

Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
4-Nitrobenzenesulfonylchlorid	221.62	-	1.0	1.74	0.428	-
Amin (112)	245.30	-	1.0	1.74	0.387	-
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	2.62	0.265	0.37

**Versuchsdurchführung**

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.8 aus 0.428 g (1.74 mmol, 1.0 eq) 4-Nitrobenzenesulfonylchlorid und 0.387 g (1.74 mmol, 1.0 eq) *N*-(4-Fluorbenzyl)-1-(4-methoxyphenyl)methanamin. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.312 g (0.72 mmol, 42 %) des Produkts als gelblicher Feststoff erhalten werden.

**Analytik**

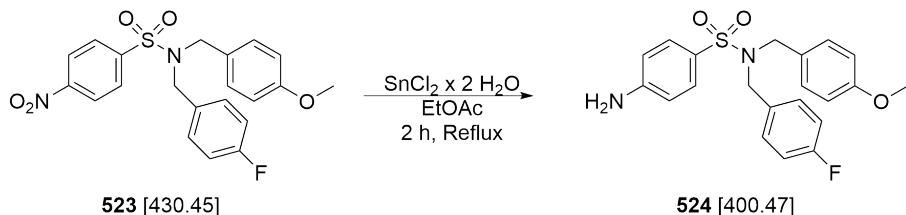
**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>19</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 430.10, gef.: 453.11 [M+Na]<sup>+</sup> (5).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 8.38-8.36 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 8.11-8.09 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.14-7.12 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.07-7.00 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 6.78-6.76 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.34 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 4.30 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.69 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 161.4 (d, <sup>1</sup>J = 243.5 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 158.7 (C<sub>arom</sub>), 149.7 (C<sub>arom</sub>), 145.1 (C<sub>arom</sub>), 132.2 (d, <sup>4</sup>J = 3.0 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 130.1 (d, <sup>3</sup>J = 8.4 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 129.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 127.3 (C<sub>arom</sub>), 124.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 115.0 (d, <sup>2</sup>J = 21.4 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 113.7 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 51.0 (CH<sub>2</sub>), 50.4 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0.20 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

### 4-Amino-N-(4-fluorbenzyl)-N-(4-methoxybenzyl)benzensulfonamid



Edukte	M [g/mol]	eq	n [mmol]	m [g]
Nitroverbindung (523)	430.45	1.0	0.69	0.296
Zinn(II)-chlorid Dihydrat	225.36	5.0	3.44	0.714

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.1 aus 0.296 g (0.69 mmol, 1.0 eq) N-Benzyl-N-(4-fluorbenzyl)-4-nitrobenzensulfonamid. Es konnten 0.175 g (0.44 mmol, 64 %) des Produkts als gelblicher Feststoff erhalten werden.

### Analytik

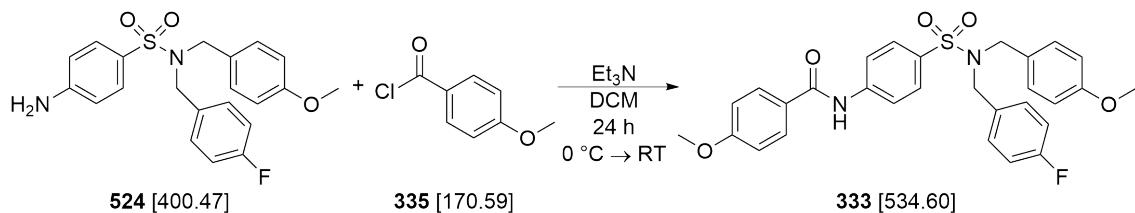
**MS:** ESI(+) für C<sub>21</sub>H<sub>21</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>3</sub>S ber.: 400.13, gef.: 455.63 [M+Na]<sup>+</sup> (25).

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 7.50-7.48 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.11-7.08 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.03-6.98 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 6.76-75 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.66-6.64 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 6.04 (s, 2H, NH<sub>2</sub>), 4.13 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 4.11 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.69 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**<sup>13</sup>C-NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>; δ = 161.2 (d, <sup>1</sup>J = 242.9 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 158.5 (C<sub>arom</sub>), 153.0 (C<sub>arom</sub>), 133.1 (d, <sup>4</sup>J = 3.0 Hz, 1C, C<sub>arom</sub>), 130.0 (d, <sup>3</sup>J = 8.3 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 129.6 (2C, C<sub>arom</sub>), 129.0 (2C, C<sub>arom</sub>), 128.2 (C<sub>arom</sub>), 123.9 (C<sub>arom</sub>), 114.7 (d, <sup>2</sup>J = 21.2 Hz, 2C, C<sub>arom</sub>), 113.5 (2C, C<sub>arom</sub>), 112.8 (2C, C<sub>arom</sub>), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 50.7 (CH<sub>2</sub>), 50.1 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**R<sub>f</sub>:** 0 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

**N-(4-(N-(4-Fluorbenzyl)-N-(4-methoxybenzyl)sulfamoyl)phenyl)-4-methoxybenzamid  
(Schl-38-081)**



Edukte	M [g/mol]	$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	eq	n [mmol]	m [g]	V [mL]
Amin (524)	400.47	-	1.0	0.79	0.316	-
4-Methoxybenzoylchlorid	170.59	1.260	1.0	0.79	0.140	0.11
Triethylamin	101.19	0.726	1.5	1.18	0.120	0.17

### Versuchsdurchführung

Die Darstellung erfolgte nach der allgemeinen Arbeitsvorschrift 1.3.6 aus 0.316 g (0.79 mmol, 1.0 eq) 4-Amino-N-(4-fluorbenzyl)-N-(4-methoxybenzyl)benzen sulfonamid und 0.11 mL (0.79 mmol, 1.0 eq) 4-Methoxybenzoylchlorid. Das Rohprodukt wurde säulenchromatographisch (Cyclohexan/EtOAc 3:1) gereinigt. Es konnten 0.153 g (0.29 mmol, 37 %) des Produkts als gelber Feststoff erhalten werden.

### Analytik

**MS:** ESI(+) für C<sub>29</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 534.16, gef.: 557.12 [M+Na]<sup>+</sup> (50).

**HRMS:** ESI(+) für C<sub>29</sub>H<sub>27</sub>FN<sub>2</sub>O<sub>5</sub>S ber.: 535.1697, 557.1517, gef.: 535.1708 [M+H]<sup>+</sup>, 557.1534 [M+Na]<sup>+</sup>.

**<sup>1</sup>H-NMR:** 500 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 10.46 (s, 1H, NH), 8.04-7.99 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.86-7.84 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 7.12-7.09 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 7.05-7.00 (m, 4H, CH<sub>arom</sub>), 6.78-6.76 (m, 2H, CH<sub>arom</sub>), 4.24 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 4.21 (s, 2H, CH<sub>2</sub>), 3.86 (s, 3H, CH<sub>3</sub>), 3.69 (s, 3H, CH<sub>3</sub>) ppm.

**$^{13}\text{C}$ -NMR:** 126 MHz, 303 K, DMSO-d<sub>6</sub>;  $\delta$  = 165.3 ( $C=O$ ), 161.3 (d,  $^1\text{J} = 243.0$  Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 162.2 ( $C_{arom}$ ), 158.6 ( $C_{arom}$ ), 143.4 ( $C_{arom}$ ), 133.2 ( $C_{arom}$ ), 132.8 (d,  $^4\text{J} = 3.0$  Hz, 1C,  $C_{arom}$ ), 130.1 (d,  $^3\text{J} = 8.3$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 129.8 (2C,  $C_{arom}$ ), 129.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 128.0 (2C,  $C_{arom}$ ), 127.88 ( $C_{arom}$ ), 126.4 ( $C_{arom}$ ), 119.9 (2C,  $C_{arom}$ ), 114.8 (d,  $^2\text{J} = 21.4$  Hz, 2C,  $C_{arom}$ ), 113.7 (2C,  $C_{arom}$ ), 113.6 (2C,  $C_{arom}$ ), 55.5 (CH<sub>3</sub>), 55.0 (CH<sub>3</sub>), 50.9 (CH<sub>2</sub>), 50.3 (CH<sub>2</sub>) ppm.

**IR:**  $\nu$  = 3313 (w), 2933 (w), 2836 (w), 1652 (s), 1604 (s), 1592 (s), 1536 (m), 1505 (vs), 1397 (m), 1336 (s), 1324 (s), 1247 (vs), 1223 (s), 1173 (s), 1152 (vs), 1109 (m), 1088 (s), 1031 (s), 897 (m), 833 (s), 772 (s), 747 (vs), 700 (m), 609 (vs), 583 (s), 573 (vs), 564 (vs), 532 (s), 498 (m), 488 (m), 480 (m) cm<sup>-1</sup>.

**Smp.:** 109 °C.

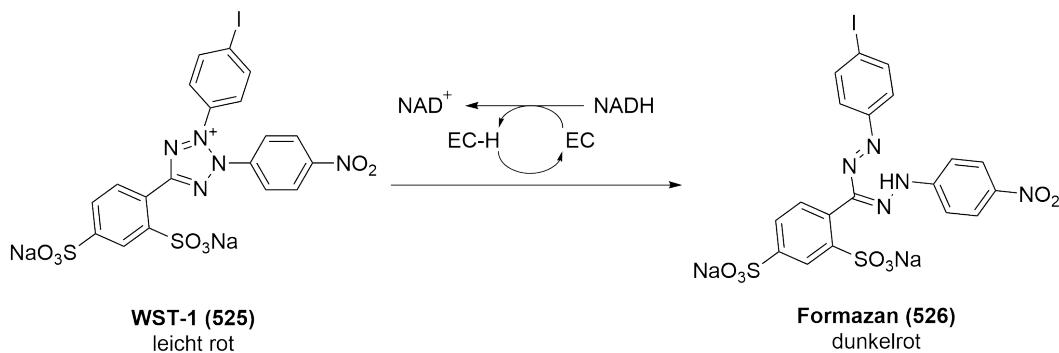
**R<sub>f</sub>:** 0.19 (Cyclohexan/EtOAc 3:1).

## 1.12 Biologische Testungen auf die Hemmung von eIF4A

Die *in vitro* Testungen wurden in Kooperation mit dem Arbeitskreis GRÜNWELLER und HARTMANN (Fachbereich Pharmazie, Philipps-Universität Marburg) von WIEBKE OBERMANN durchgeführt.

### 1.12.1 WST-1-Assay

Das *water soluble tetrazolium-1-Assay* (WST-1-Assay) wurde zur Bestimmung der Zytotoxizität der Substanzen genutzt. Bei diesem Assay wird das leicht rote Tetrazoliumsalz WST-1 (4-[3- (4-Iodophenyl)-2-(4-nitrophenyl)-2H-5-tetrazolio]-1,3-benzensulfonat) zum dunkelroten Formazan reduziert (Schema 1). Diese Farbänderung kann photometrisch detektiert werden und ermöglicht so die Quantifizierung des Formazans. Da die Reaktion nur von lebensfähigen Zellen durchgeführt werden kann, korreliert die Menge des Formazans folglich mit dem relativen Anteil der lebenden Zellen.<sup>[1]</sup>



Schema 1: Reduktion des WST-1 (leicht rot) zu Formazan (dunkelrot). In Anlehnung von [1] erstellt.

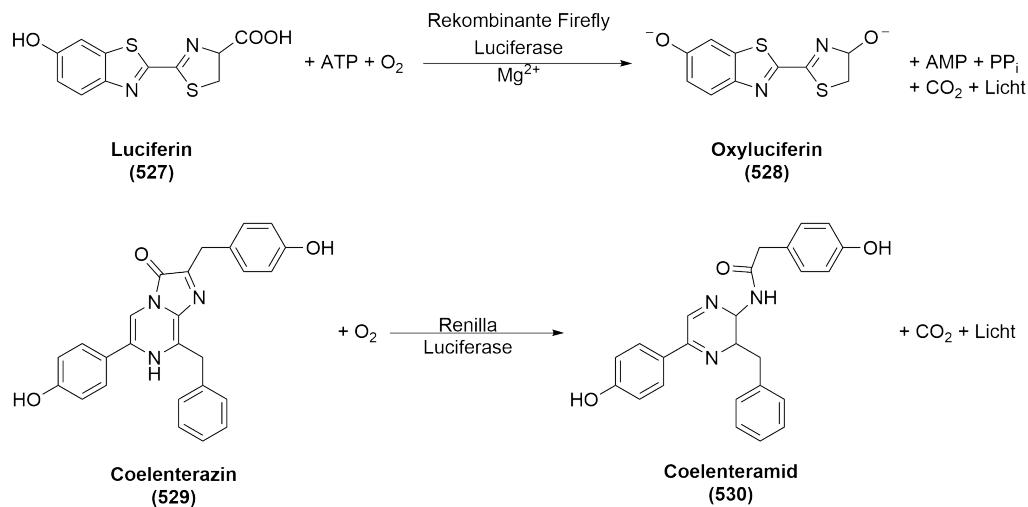
Für das WST-1-Assay wurden HepG2-Zellen verwendet. 20.000 Zellen wurden pro Well in einer 96er-Well-Platte ausgesät und für 48 h in Kulturmedium mit verschiedenen Konzentrationen der Testsubstanz, gelöst in DMSO, bei 37 °C und 5 % CO<sub>2</sub> inkubiert. Nach der Inkubationszeit wurde das Medium entfernt und das WST-1-Reagenz für 2 h zu den Zellen hinzugefügt. Die Bestimmung der Zellviabilität erfolgte durch Messung der Absorption mit Hilfe eines *Tecan Safire II*. Die Absorption wurde bei zwei verschiedenen Wellenlängen (450 nm, 600 nm) gemessen. Die Zellviabilität wurde aus dem Quotienten der Absorption der

Testsubstanz durch die Absorption der DMSO-Kontrolle bestimmt. Eine Proliferation liegt vor, wenn der Wert größer als eins ist, ein zytotoxischer Effekt, wenn der Wert kleiner als eins ist. Die detaillierte Versuchsdurchführung ist in der Dissertation von WIEBKE OBERMANN nachzulesen.<sup>[2]</sup>

### 1.12.2 Dual-Luciferase-Assay

Das Dual-Luciferase-Assay (DLA) wurde zur Bestimmung der Translationseffizienz von 5'-UTRs verwendet. Alle potentiellen eIF4A-Inhibitoren wurden mithilfe dieses Assays auf ihre inhibitorische Hemmung der Translation getestet. Bei diesem Assay wurden die Firefly- und Renilla-Luciferase genutzt. Die Messung der Luciferase-Aktivität erfolgte mit dem *Dual-Luciferase Reporter Assay System* von Promega und wurde gemäß Protokoll am *Tecan Plate Reader (Monochromator Microplate Reader, Tecan Austria GmbH)* durchgeführt. Detektiert wurde die Biolumineszenz der zwei Luciferasen. Deren Aktivität korreliert mit der Emission des Lichts. Luciferin wird unter Verbrauch von ATP, Sauerstoff und Magnesiumionen durch die Firefly-Luciferase zu Oxyluciferin oxidiert. Dabei wird Licht emittiert, welches als Lumineszenz detektiert werden kann. Die Renilla-Luciferase setzt Coelenterazin unter Verbrauch von Sauerstoff zu Coelenteramid um, wobei Kohlenstoffdioxid und Licht freigesetzt wird.<sup>[3],[4]</sup>

Die durch die Luciferasen katalysierten Biolumineszenzreaktionen sind in Schema 2 gezeigt.



Schema 2: Biolumineszenzreaktionen katalysiert durch die Firefly- und die Renilla-Luciferase. Übernommen aus <sup>[3]</sup>.

Die Translationseffizienz der 5'-UTR wird über die Aktivität der Firefly-Luciferase bestimmt. Diese Translation ist eIF4A-abhängig. Als Kontrolle dient eine Renilla-Luciferase, deren Translation durch eine HCV-IRES eIF4A-unabhängig initiiert wird.<sup>[2],[5]</sup>

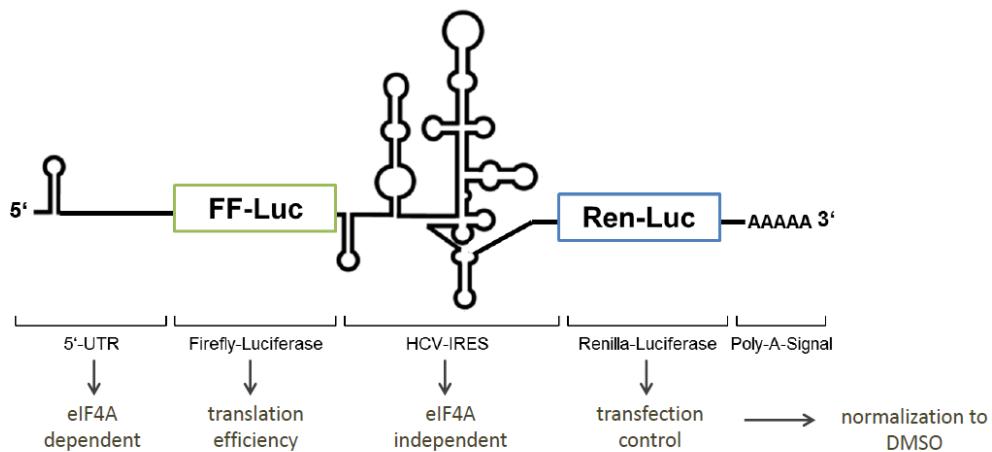


Abbildung 2: Schematische Darstellung des Dual-Luciferase-Assays. Leicht verändert übernommen aus <sup>[6]</sup>.

Die Translation der Renilla-Luciferase sollte durch potentielle Hemmstoffe nicht beeinflusst werden. Die Aktivität der Firefly-Luciferase wurde auf die der Renilla-Luciferase normalisiert. Neben den Testsubstanzen wurde darüber hinaus eine Kontrolle mit DMSO durchgeführt. Die Translationseffizienz wurde ebenfalls auf DMSO normalisiert. Für die Translation der viralen Proteine wurden repräsentativ PIM1 oder (AG)<sub>15</sub> als 5'-UTR verwendet, deren Translation eIF4A-abhängig ist. Die Translation des  $\beta$ -Globins dient zur Bestimmung der Selektivität. Die Translation des  $\beta$ -Globins sollte nicht beeinflusst werden, wenn die Testsubstanz selektiv eIF4A hemmt.

### 1.12.3 Thermal Shift Assay (TSA)

Eine weitere Methode zur Untersuchung der Verbindungen war das *Thermal Shift Assay* (TSA). Dieses Assay sollte die Protein-Ligand-Interaktion aufklären. Ein Vorteil dieser Methode ist die Möglichkeit, eine große Vielzahl an Substanzen mit wenig Materialverbrauch in kurzer Zeit zu testen. Das TSA verzeichnet eine Erhöhung der Schmelztemperatur bei einer Stabilisierung des Proteins durch die Bindung eines Liganden. Dabei kann eine thermische Verschiebung bestimmt werden. Die Detektion erfolgt mittels eines Fluoreszenz markierten Farbstoffs, der an hydrophobe Stellen den Proteins bindet. In einer polaren Umgebung wird eine weniger starke Fluoreszenz gemessen als in einer hydrophoben Umgebung. Da sich die Struktur des Proteins beim Erhitzen entfaltet und das Protein denaturiert, werden so hydrophobe Seitenketten freigesetzt und folglich das Fluoreszenzsignal stärker. Durch die Interaktion der hydrophoben Seitenketten mit dem Farbstoff kann die Schmelzkurve des Proteins gemessen werden.<sup>[7],[8]</sup> Im Folgenden wurden daraus der Schmelzpunkt  $T_m$ , bei dem die Hälfte des Proteins entfaltet ist, bestimmt. Bei Silvestrol konnte so eine Verschiebung der Schmelztemperatur von ca. 8 °C ermittelt werden.<sup>[2]</sup>

## 1.13 Biologische Testungen auf eine antischistosomale Aktivität

Die *in vitro* Testungen wurden in Kooperation mit dem Arbeitskreis GREVELDING (Institut für Parasitologie, Justus-Liebig-Universität Giessen) durchgeführt.

Alle Tierversuche wurden vom Regierungspräsidium Gießen (V54-19 c 20/15 h 02 GI 18/10 – Nr. A1/2014 und V54-19 c 20/15 h 02 GI 18/10 – Nr. 26/2018) genehmigt und stehen in Übereinstimmung mit der Europäischen Konvention zum Schutz von Wirbeltieren für Versuche und andere wissenschaftliche Zwecke (ETS 123; überarbeiteter Anhang A).

Im ersten Schritt wurden Süßwasserschnecken (*Biomphalaria glabrata*), die als Zwischenwirt dienen, mit Miracidien infiziert. Nach 30 Tagen wurden Zerkarien der Spezies *S. mansoni* aus den infizierten Schnecken entnommen. Im nächsten Schritt wurden Goldhamster (*Mesocrictetus auratus*), die als Endwirte fungieren, durch die Zerkarien infiziert. Nach 46 Tagen konnten durch hepatoportale Perfusion adulte Schistosomenpärchen erhalten werden. Bei dem *in vitro* Assay wurden zunächst 20 Paare in 60 mm große Petrischalen mit M199 Medium (*Gibco*) für 24 h bei 37 °C und 5 % CO<sub>2</sub> inkubiert, um paarungsinstabile Wurmpaare auszusortieren. Das Medium enthielt drei zusätzliche Komponenten: 10 % NCS (*Sigma Aldrich*), 1 % 1 M HEPES (*Roth*) und 1 % ABAM (*GE Healthcare*; 10 000 Einheiten Penicillin, 10 mg Streptomycin und 25 mg Amphotericin B pro mL). Für die Behandlung mit dem potentiellen Inhibitor wurden 6-Well-Plattn mit einem Gesamtvoolumen von 5 mL (Medium + Inhibitor) befüllt. Die zu testenden Verbindungen wurden in DMSO gelöst und es wurden 10 mM Stammlösungen hergestellt. Diese Stammlösungen wurden auf die entsprechenden Konzentrationen für die Testung verdünnt und zu der 6-Well-Platte gegeben. Nach der Zugabe des potentiellen Inhibitors wurden pro Well 10 Schistosomenpärchen aus unterschiedlichen Goldhamstern in das Well platziert. Es erfolgte eine weitere Inkubation für 24 h bei 37 °C und 5 % CO<sub>2</sub>. Als Negativkontrolle diente DMSO bei einer Konzentration von 25 µM und als Positivkontrolle Praziquantel bei 5 µM. Die zu testenden Verbindungen wurden bei Konzentrationen von 25 µM und 50 µM untersucht. Die Wurmpaare wurden in einem Zeitraum von 72 h beobachtet. Das Medium und der Inhibitor wurden hierbei jeweils nach 24 h erneuert. Die Würmer wurden jeweils nach 24 h im Lichtmikroskop auf ihre Eiproduktion, Paarungsstabilität, Motilität, Vitalität und weitere Phänotypen hin untersucht.

## 2 Literaturverzeichnis

- [1] <https://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/protocols/biology/roche/cell-proliferation-reagent-wst-1.html>, aufgerufen am 18.08.2021.
- [2] W. Obermann, Charakterisierung der antiviralen Aktivität von Rocaglamid-Derivaten und Validierung der humanen RNA-Helikase eIF4A als Target, Dissertation, Philipps-Universität Marburg, 2020.
- [3] <https://www.promega.de/-/media/files/resources/protocols/technical-manuals/0/dual-luciferase-reporter-assay-system-protocol.pdf>, aufgerufen am 18.08.2021.
- [4] <https://bpsbioscience.com/dual-luciferase-firefly-renilla-luciferase-assay-system-60683>, aufgerufen am 18.08.2021.
- [5] C. Müller et al, *Antivir. Res.* **2018**, *150*, 123-129.
- [6] C. Müller et al, *Antivir. Res.* **2021**, *186*, 105012.
- [7] M. K. Grøftehauge, N. R. Hajizadeh, M. J. Swann, E. Pohl, *Acta Crystallogr.* **2015**, *71*, 36-44.
- [8] K. Huynh, C. L. Partch, *Curr. Protoc. ProteinSci.* **2015**, *79*, 28.9.1-28.9.14.

### 3 Eidesstattliche Erklärung

Ich versichere, dass ich meine Dissertation

**,,Liganden- und Struktur-basiertes Design und Entwicklung potentieller  
eIF4A-Inhibitoren“**

selbständig ohne unerlaubte Hilfe angefertigt und mich dabei keiner anderen als der von mir ausdrücklich bezeichneten Quellen bedient habe. Alle vollständig oder sinngemäß übernommenen Zitate sind als solche gekennzeichnet.

Die Dissertation wurde in der jetzigen oder einer ähnlichen Form noch bei keiner anderen Hochschule eingereicht und hat noch keinen sonstigen Prüfungszwecken gedient.

Marburg an der Lahn, den 05. Oktober 2021

(Thi Lan Phuong Pham)