

## $\alpha$ -Aminoalkylierung

Reaktionstyp: Mannich-Reaktion

### Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

### Geräte:

Standardgeräte

### Chemikalien:

- Acetophenon (10.0 g)
- Dimethylamin-hydrochlorid (8.7 g)
- Paraformaldehyd (3.3 g)
- 25%ige Salzsäure (1 mL)
- Ethanol
- Aceton

### Warnhinweise:

Dimethylamin ähnelt chemisch und physiologisch stark dem Ammoniak. Die ätzende Wirkung auf der Haut ist wegen der höheren Basizität noch stärker.

Wegen der niedrigen Geruchsschwelle besteht eine gute Warnwirkung. Lebensgefährliche Konzentrationen werden nicht freiwillig ertragen.

Freiwerdendes Dimethylamin ist leicht entzündlich.

Formaldehyd ist giftig, allergen und carcinogen verdächtig.

Acetophenon ist mindergiftig beim Verschlucken, ferner augen- und hautreizend. Auf Haut und Schleimhäuten hat es eine hohe Reizwirkung.

Zum Produkt sind keine Sicherheitshinweise verfügbar. Es sollte daher als gesundheitsschädlich eingestuft werden.

### Durchführung:

In einem 100-mL-Kolben mit Rückflusskühler werden Acetophenon (10.0 g), Dimethylamin-hydrochlorid (8.7 g) und Paraformaldehyd (3.3 g) in Ethanol (17 mL) aufgeschlämmt. Nach Zusatz von 25%iger Salzsäure (1 mL) (*Warum?*) wird 2 h unter Rückfluss gekocht.

Die Lösung wird heiß (Heißwassertrichter!) filtriert und in der Hitze mit Aceton (65 mL) versetzt. Es wird langsam auf Raumtemperatur abgekühlt und über Nacht im Eisschrank stehen gelassen. Das ausgefallene Produkt wird abgesaugt.

Ausbeute (roh): ..... g      Schmelzpunkt.: ..... °C

Es wird aus Ethanol Aceton umkristallisiert.

Ausbeute (rein): ..... g      Schmelzpunkt.: ..... °C

### Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Formulieren Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus! Welche Nebenreaktionen sind denkbar?
2. Wie können Sie das Ende der Reaktion feststellen?
3. Wie können Sie die Einheitlichkeit der Produkte feststellen?
4. Welche Unterschiede im IR- und  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum von den Edukten und dem Produkt erwarten Sie?

### Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

5. Interpretieren Sie das NMR-Spektrum!
6. Eine Reihe von Substanzen wird -wie hier das Dimethylamin- als Hydrochlorid in den Handel gebracht. Möglicherweise finden Sie sogar in Ihrer eigenen Hausapotheke Arzneien, auf deren Inhaltsliste das Wort "Hydrochlorid" vorkommt. Welchen Zweck hat dies? (Diese Frage zielt auf Ihr chemisches Basisverständnis! Durch Literaturstudium werden Sie schwerlich eine Antwort erhalten. Vergleichen Sie die Eigenschaften des freien Stoffs mit denjenigen des Hydrochlorids!).

### Literatur:

*Org. Synth.* Col. Vol. III, 305.