

α -Aminoalkylierung

Reaktionstyp: Mannich-Reaktion

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- 1,3-Diphenylacetone (Dibenzylketon) (10.5 g)
- Paraformaldehyd (7.6 g)
- Ethanol (30 mL)
- Ammoniumacetat (20.0 g)

Warnhinweise:

Paraformaldehyd setzt Formaldehyd frei und riecht danach. Beide sind giftig, allergen und carcinogen verdächtig.

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

Durchführung:

In einem 100-mL-Kolben mit Rückflusskühler wird 1,3-Diphenylacetone (10.5 g) in Ethanol (30 mL) gelöst. Zu der Lösung werden Ammoniumacetat (10.0 g) und Paraformaldehyd (7.6 g) hinzugefügt, das bei leichtem Erwärmen größtenteils in Lösung geht.

Nach etwa 2 h beginnt aus der inzwischen dunkelrot gewordenen Mischung die Abscheidung eines kristallinen Niederschlages. Nach insgesamt 3 h wird dieser Niederschlag aus der noch warmen Reaktionslösung abfiltriert und das Filtrat nach Versetzen mit weiterem Ammoniumacetat (10.0 g) für weitere 2 h zum Sieden erhitzt.

Die nach dem Abfiltrieren der warmen Mischung erhaltene zweite Kristallfraktion wird mit der ersten vereinigt und getrocknet.

Ausbeute (roh): g Schmelzpunkt.: °C

Es wird aus Ethanol oder Toluol (oder auch aus einem Gemisch beider Lösungsmittel) umkristallisiert.

Ausbeute (rein): g Schmelzpunkt.: °C

Fragen vor Ausführung des Versuchs:

1. Formulieren Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus!
2. Welche Nebenreaktionen sind denkbar?
3. Wie können Sie das Reaktionsende feststellen?
4. Wie können Sie die Einheitlichkeit der Produkte feststellen?
5. Welche Unterschiede zwischen Edukte und Produkt erwarten Sie in den ^1H -NMR- und IR-Spektren?

Aufgaben nach Ausführung des Versuchs:

6. Interpretieren Sie das NMR-Spektrum!
7. Eine Reihe von Substanzen wie beispielsweise Dimethylamin wird 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:

Chem. Ber., **1958**, 91, 598-604.