

α -Aminoalkylierung

Reaktionstyp: Mannich-Reaktion

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- Indol (5.8 g)
- 40%ige wässrige Dimethylaminlösung (6.3 mL)
- Formalin (37%ige wässrige Formaldehydlösung) (3.4 mL)
- Eisessig (7.0 mL)
- NaOH-Plätzchen
- Ca(OH)₂-Plätzchen

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.

Das Produkt wirkt ätzend auf die Haut, die Augen und die Atemwege. Es ist lichtempfindlich und sollte kühl gelagert werden.

Ausführung:

In einem kleinen Erlenmeyerkolben werden unter Kühlung im Eis/Wasserbad 40%ige wässrige Dimethylamin-Lösung (6.3 mL), Eisessig (7.0 mL) und 37%ige Formalin-Lösung (3.4 mL) gemischt (*Halten Sie die Einwaagen genau ein und rechnen Sie bei anderen Gehalten der Lösungen entsprechend um!*).

Die eiskalte Lösung wird in einem Guss zum Indol (5.8 g) gegeben. Nach ca. 3 h Rühren bei Raumtemperatur wird mit 2 M Natronlauge alkalisch gemacht (*Warum? Welcher pH-Wert muss dabei überschritten werden?*).

Der Niederschlag wird abgesaugt, mit Wasser gewaschen und über Kalziumchlorid getrocknet.

Ausbeute (roh): g Schmelzpunkt.: °C

Es wird aus Aceton umkristallisiert.

Ausbeute (rein): g Schmelzpunkt.: °C

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an. Welche Nebenreaktionen sind denkbar?
2. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
3. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.
4. Wie unterscheiden sich Edukte und Produkt im IR- und ¹H-NMR-Spektrum?
5. Tritt Indol bei der aufgeführten Reaktion als Aminkomponente oder als CH-acide Komponente auf? Erklären Sie seine Reaktionsweise!

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

6. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!
7. Eine Reihe von Substanzen wie bspw. 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:

Organikum.