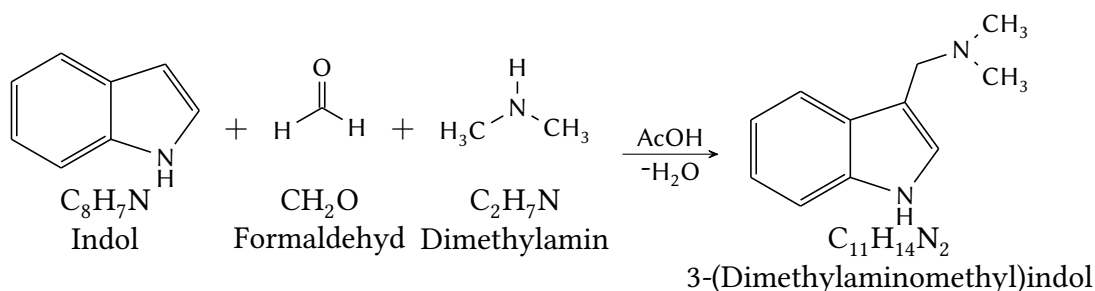


1. Reaktionstyp: Mannich Reaktion



2. Berechnung des Ansatzes:

Es sollten 5.000 g (28.70 mmol) 3(Dimethylaminomethyl)indol hergestellt werden. Die Umrechnung des Literaturansatzes^[1] ergab folgenden Ansatz:

Indol	1.00 eq	29.28 mmol	3.430 g	
Dimethylamin*	1.00 eq	29.28 mmol	1.320 g	3.28 ml
Formaldehyd	1.00 eq	29.28 mmol	0.880 g	1.07 ml
Essigsäure	2.33 eq	68.23 mmol	4.100 g	3.98 ml

* 50%ige wässrige Lösung

3. Durchführung^[1]

Zur Darstellung des Imminiums wurde in einem 100 ml-Dreihalskolben, ausgestattet mit Thermometer und Rückflusskühler, 1.07 ml (0.880 g, 29.28 mmol) Formaldehyd und 3.28 ml (1.320 g, 29.28 mmol) Dimethylamin vorgelegt und mittels eines Eisbads auf 0 °C gekühlt. Dazu wurde 4.28 ml (4.100 g, 68.23 mmol) Essigsäure und 3.430 g (29.28 mmol) Indol gegeben. Das entstandene trübe braune Reaktionsgemisch wurde nach einigen Minuten klarer. Das Reaktionsgemisch wurde über Nacht im Eisbad gerührt. Im Anschluss wurde zwei Stunden bei Raumtemperatur weitergerührt. Zur Freisetzung des freien Amins aus seinem Salz wurde das Reaktionsgemisch in einem 500 ml-Rundkolben mit 100 ml Natronlauge (10 %) umgesetzt. Es fiel dabei eine Feststoff aus. Der voluminöse farblose Niederschlag wurde über einen Büchnertrichter abgesaugt und aus Aceton/Hexan umkristallisiert. Das Produkt wurde in Form eines rosa farbenen Feststoffs erhalten.

4. Ausbeute

5.100 g (29.28 mmol) = 100 %

1.980 g (11.36 mmol) = 38 % (Lit.^[1] : 98 %)

5. Physikalische Daten des Produktes

Gramin

Schmelzpunkt

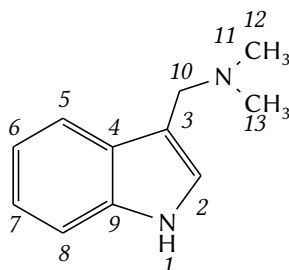
Lit.^[1] : 134 °C

Exp. : 136 °C

6. Spektrenauswertung

IR-Spektrum (KBr, fest): $\tilde{\nu}$ = 3490 (-N-H-Valenzschwingung), 3097 (-C-H-Valenzschwingung, Aromat), 2962 (-C-H-Valenzschwingung, Alkan), 1450 (-C=C-Valenzschwingung, Aromat), 1239 (-C-N-Valenzschwingung, Amin) cm^{-1} .

300 MHz: δ = 2.29 (s, 6, -12, -13), 3.63 (s, 2, -10), 7.12–7.39 (m, 5, -2, -5, -6, -7, -8), 7.73 (d, 3J = 6.6 Hz, 1, -1) ppm.



7. Mechanismus^[2]

Die Reaktion läuft in zwei Schritten ab. Im ersten Schritt der Reaktion bildet sich aus Formaldehyd (**1**) und dem Dimethylamin (**2**) ein Iminiumion **6**. In diesem Schritt erfolgt zunächst ein nucleophiler Angriff des Dimethylamins (**2**) am Carbonyl-C-Atom des Formaldehyds (**1**). Hierbei bildet sich eine dipolare Zwischenstufe **3** und daraus ein geminaler Aminoalkohol **4**. Letztere Verbindung wird protoniert. Es entsteht durch Abspaltung von Wasser das Iminiumion **6**. Im zweiten Schritt der Reaktion findet eine

elektrophile Substitution am Indol statt. Das elektrophile Iminiumion **6** addiert sich dementsprechend am Indol (**7**). Das entstandene Carbeniumion **8** wird im Anschluss unter der Abspaltung des Protons in 3(Dimethylaminomethyl)indol (**9**) umgewandelt, wobei das Aromatensystems des Indolringes zurückgesetzt wird.

8. Abfallentsorgung

Die nach dem Waschen mit verdünnter Natronlauge und Wasser verbleibenden wässrigen Phasen wurden im Behälter für basische wässrige Lösungsmittelabfälle entsorgt. Die nach Umkristallisation aus Aceton/Hexan verbleibenden Lösungen wurde im Behälter für halogenfreie Kohlenwasserstoffe entsorgt.

9. Literatur

- [1] H. Becker, W. Berger, G. Domschke, E. Fanghänel, J. Faust, M. Fischer, F. Gentz, K. Gewalt, R. Gluch, R. Mayer, K. Müller, D. Pavel, H. Schmidt, K. Schollberg, K. Schwetlick, E. Seiler, G. Zeppenfeld, R. Beckert, G. Domschke, W. Habicher, P. Metz, *Organikum*, 21. Aufl., Wiley-VCH, Weinheim **2009**, S. 532.
- [2] J. Buddrus, *Grundlagen der Organische Chemie*, 4. Aufl., De Gruyter, Berlin **2011**, S. 489.