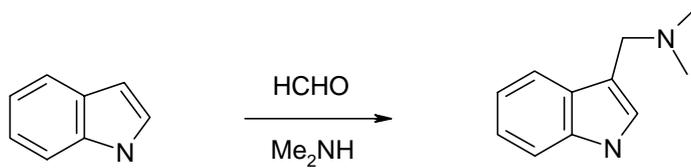


Mannich-Reaktion: **Gramin**

Macroscale



Rk. unter
Kühlung

Umkrist.

Chemikalien:

Durchführung der Reaktion

Man löst in einem 150 ml Becherglas mit Magnetührstab 1.0 g Indol in 20 ml Eisessig und fügt 3.0 ml einer 40 %igen wässrigen Lösung von Dimethylamin zu. Das Gemisch bildet dabei Nebel und erwärmt sich deutlich. Man kühlt das Gemisch auf ca. 30 °C, gibt unter gutem Rühren 2.0 ml einer 35 %igen Formalinlösung zu und lässt das Gemisch 60 Minuten stehen. Dann gießt man das Gemisch auf 100 g Eis und macht es unter gutem Rühren durch vorsichtige Zugabe von ca. 45 ml 30 %iger Natronlauge basisch. Dabei achtet man darauf, dass sich das Gemisch nicht erwärmt und immer Eis vorhanden ist, sonst scheidet sich Gramin als gummiartiger Feststoff ab.

Isolierung und Reinigung

Zuletzt lässt man alles Eis schmelzen, saugt das Gramin ab und wäscht es mit destilliertem Wasser bis das Waschwasser neutral ist. Man trocknet das Produkt so gut wie möglich durch Durchsaugen von Luft, danach in einem Exsikkator über Trockenmittel bis zur Gewichtskonstanz. Man bestimmt Rohausbeute und Schmelzpunkt.

Man kristallisiert einen Teil des Rohprodukts um, indem man ihn in der minimalen Menge heißen Acetons löst und dann abkühlen lässt. Das Gramin sollte in Nadeln auskristallisieren. Nach dem Trocknen bestimmt man den Schmelzpunkt des umkristallisierten Produkts.

Literaturausbeute: ca. 90 % der Theorie (Rohausbeute)

Lit.-Smp.: 132 - 134 °C