



Präparat 2: 3-Dimethylaminomethylindol (Gramin) (Mannich-Reaktion)

Darstellung von Gramin

Literatur: H. G. O. Becker et al., *Organikum*, Wiley-VCH, Weinheim, 23. Auflage, **2009**, S. 538.

Eine eisgekühlte Mischung aus 0.05 mol Dimethylamin (40-50%ige Lösung), 7 g Eisessig und 0.05 mol Formaldehyd (als wässrige Lösung) wird auf einmal zu 0.049 mol Indol unter Rühren gegeben. Unter Erwärmung bildet sich eine klare Lösung, die man über Nacht bei Raumtemperatur stehen lässt.

Man alkalisiert mit verdünnter Natronlauge (ca. 50 mL, 10%ige Lösung), saugt den Kristallbrei ab, wäscht mit Wasser neutral und kristallisiert aus Aceton um. Danach wird abgesaugt, mit kaltem Petrolether (60/90) nachgewaschen und im Exsikkator getrocknet.

Ausgangsverbindung: Indol.

Produkt: Gramin; Ausbeute: 98 %; Smp. 134°C (Aceton).

Betriebsanweisung (nach § 14 GefStoffV (Gefahrstoffverordnung) vom 26.11.2010, geändert durch Artikel 2 der Verordnung vom 03.02.2015)

1. Verwendete Chemikalien

Bezeichnung	H-Sätze	P-Sätze	Gefahrenpiktogramme + Signalwort
Aceton	225 319 336 EU066	210 261 305+351+338	  Gefahr
Dimethylamin (40%ige Lösung in Wasser)	225 302 315 318 335	210 261 305+351+338	   Gefahr
3-Dimethylaminomethylindol (Gramin)	—	—	—
Essigsäure (100%; Eisessig)	226 314	280 305+351+338 310	  Gefahr
Formaldehyd (37%)	301+311+331 314 317 335 341 350 370	201 260 280 301+310+330 303+361+353 304+340+310 305+351+338 308+311 403+233	   Gefahr
Indol	302 311 315 318 335 400	261 273 280 305+351+338 312	   Gefahr
Natriumhydroxid	290 314	280 303+361+353 304+340+310 305+351+338	 Gefahr
Petrolether (60/90)	225 304 315 336 361 373 411	210 261 273 281 301+310 331	    Gefahr

2. Gefahren für Mensch und Umwelt

eingesetzte Stoffe	Anmerkungen
Aceton	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. Verursacht schwere Augenreizung. Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. Wiederholter Kontakt kann zu spröder oder rissiger Haut führen.
Dimethylamin (40%ige Lösung in Wasser)	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. Verursacht Hautreizungen. Verursacht schwere Augenschäden. Kann die Atemwege reizen.
3-Dimethylaminomethylindol (Gramin)	–
Essigsäure (100%; Eisessig)	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
Formaldehyd (37%)	Giftig bei Verschlucken, Hautkontakt oder Einatmen. Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden. Kann allergische Hautreaktionen verursachen. Kann die Atemwege reizen, Kann vermutlich genetische Defekte verursachen. Kann Krebs erzeugen. Schädigt die Organe.
Indol	Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. Giftig bei Hautkontakt. Verursacht Hautreizungen. Verursacht schwere Augenschäden. Kann die Atemwege reizen. Sehr giftig für Wasserorganismen.
Natriumhydroxid	Kann gegenüber Metallen korrosiv sein. Verursacht schwere Verätzungen der Haut und schwere Augenschäden.
Petrolether (60/90)	Flüssigkeit und Dampf leicht entzündbar. Kann bei Verschlucken und Eindringen in die Atemwege tödlich sein. Verursacht Hautreizungen. Kann Schläfrigkeit und Benommenheit verursachen. Kann vermutlich die Fruchtbarkeit beeinträchtigen oder das Kind im Mutterleib schädigen. Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition durch Einatmen. Giftig für Wasserorganismen, mit langfristiger Wirkung.

3. Schutzmaßnahmen und Verhaltensregeln

eingesetzte Stoffe	Anmerkungen
Aceton	Von Hitze/Funken/offener Flamme/heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen. Einatmen von Dampf vermeiden. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
Dimethylamin (40%ige Lösung in Wasser)	Von Hitze/Funken/offener Flamme/heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen. Einatmen von Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol vermeiden. Schutzhandschuhe/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.

3-Dimethylaminomethylindol (Gramin)	–
Essigsäure (100%; Eisessig)	Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. Sofort GIFTINFORMATIPONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
Formaldehyd (37%)	Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen. Staub/Rauch/Gas/Nebel/Dampf/Aerosol nicht einatmen. Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. Mund ausspülen. BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit viel Wasser abwaschen/duschen. BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. BEI Exposition oder falls betroffen: GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. Behälter dicht verschlossen an einem gut belüfteten Ort aufbewahren.
Indol	Einatmen von Staub vermeiden. Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen. Bei Unwohlsein: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen.
Natriumhydroxid	Schutzhandschuhe/Schutzkleidung/Augenschutz/Gesichtsschutz tragen. BEI BERÜHRUNG MIT DER HAUT (oder dem Haar): Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit viel Wasser abwaschen/duschen. BEI EINATMEN: Die Person an die frische Luft bringen und für ungehinderte Atmung sorgen. Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. BEI KONTAKT MIT DEN AUGEN: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser spülen. Vorhandenen Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter spülen.
Petrolether (60/90)	Von Hitze/Funken/offener Flamme/heißen Oberflächen fernhalten. Nicht rauchen. Einatmen von Dampf vermeiden. Freisetzung in die Umwelt vermeiden. Vorgeschriebene persönliche Schutzausrüstung verwenden. BEI VERSCHLUCKEN: Sofort GIFTINFORMATIONSZENTRUM oder Arzt anrufen. KEIN Erbrechen herbeiführen.

4. Verhalten im Gefahrfall

Verschüttetes Aceton und verschütteter Petrolether (60/90) vorsichtig mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen (Schutzhandschuhe!) und im vorgesehenen Behälter entsorgen. Dabei sollte Einatmung vermieden werden. Zündquellen sind fernzuhalten. Im Brandfall Pulver- oder Kohlendioxidlöscher verwenden.

Verschüttetes Gramin und Indol mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen und im vorgesehenen Behälter entsorgen.

Verschüttete Dimethylamin- und Formaldehyd-Lösung vorsichtig mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen (Schutzhandschuhe!) und im vorgesehenen Behälter entsorgen.

Verschüttete Essigsäure mit Wasser verdünnen, mit Natriumhydrogencarbonat- oder Natriumcarbonat-Lösung neutralisieren und anschließend mit einem Lappen (o.ä.) aufnehmen und im vorgesehenen Behälter entsorgen.

Verschüttetes Natriumhydroxid vorsichtig in Wasser lösen (exotherm!), mit verdünnter Salzsäure neutralisieren und im vorgesehenen Behälter entsorgen (Schutzhandschuhe!).

Nach dem Verschütten von Substanzen ist die Laboraufsicht/der Assistent zu benachrichtigen!

5. Erste Hilfe-Maßnahmen

Aceton

Nach Hautkontakt: Mit Seife und Wasser abwaschen. Arzt konsultieren.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Augenarzt hinzuziehen.

Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser gründlich ausspülen. Arzt konsultieren.

Nach Inhalation: Frischluft. Arzt konsultieren.

Dimethylamin (40%ige Lösung in Wasser)

Nach Hautkontakt: Mit Seife und Wasser abwaschen. Arzt konsultieren.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Augenarzt hinzuziehen.

Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser gründlich ausspülen. Arzt konsultieren. Dem behandelnden Arzt Sicherheitsdatenblatt vorzeigen.

Nach Inhalation: Frischluft. Arzt konsultieren.

3-Dimethylaminomethylindol (Gramin)

Nach Hautkontakt: Mit Seife und viel Wasser abwaschen.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen.

Nach Verschlucken: Mund mit Wasser ausspülen.

Nach Inhalation: Frischluft.

Essigsäure (100%; Eisessig)

Nach Hautkontakt: Kontaminierten Kleidung sofort ausziehen. Mit Seife und Wasser abwaschen. Evtl. Arzt konsultieren.

Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen.

Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren.

Nach Inhalation: Frischluft. Evtl. Arzt konsultieren.

Formaldehyd (37%)
Nach Hautkontakt: Alle kontaminierten Kleidungsstücke sofort ausziehen. Haut mit Seife und Wasser abwaschen. Arzt konsultieren. Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen. Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren. Nach Inhalation: Frischluft. Arzt konsultieren.
Indol
Nach Hautkontakt: Mit Seife und Wasser waschen. Kontaminierte Kleidung sofort entfernen. Arzt konsultieren. Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Augenarzt hinzuziehen. Nach Verschlucken: Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren Nach Inhalation: Frischluft. Arzt hinzuziehen.
Natriumhydroxid
Nach Hautkontakt: Mit Seife und viel Wasser abwaschen. Arzt konsultieren. Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Augenarzt hinzuziehen. Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren. Nach Inhalation: Frischluft. Arzt hinzuziehen.
Petrolether (60/90)
Nach Hautkontakt: Kontaminierte Kleidung sofort entfernen. Mit Seife und viel Wasser abwaschen. Arzt konsultieren. Nach Augenkontakt: Mit reichlich Wasser bei geöffnetem Lidspalt ausspülen (mindestens 15 Minuten). Ggf. Augenarzt hinzuziehen. Nach Verschlucken: KEIN Erbrechen herbeiführen. Mund mit Wasser ausspülen. Arzt konsultieren. Nach Inhalation: Frischluft. Arzt hinzuziehen.

6. Entsorgung

Alle <u>halogenhaltigen</u> , <u>organischen</u> Lösungen (nur organische Halogenide, z.B. Chloroform, Brombenzol; keine anorganischen Salze, wie z.B. NaCl, KI, CaCl ₂) werden in den Behälter für Lösemittel und Lösemittelgemische halogenhaltig gegeben. Alle <u>halogenfreien</u> , <u>organischen</u> Lösungen werden in den Behälter für Lösemittel und Lösemittelgemische halogenfrei gegeben. Alle <u>wässrigen</u> Lösungen (pH-Wert sollte zwischen 6 und 8 liegen) werden in den Behälter für Sonstige Konzentrate schwermetallhaltig, organisch gegeben. Dies gilt auch für wässrige Lösungen bzw. Phasen, die in Kontakt mit organischen Halogeniden waren! Aufsaug- und Filterpapiermaterial, Lappen, Wischtücher und Schutzkleidung die mit Gefahrstoffen verunreinigt sind, werden in den Behälter für Chemisch verunreinigte Betriebsmittel, Aufsaug- und Filtermaterialien gegeben.
