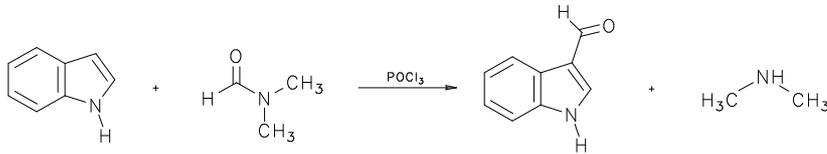


## 6.3.2. Indol-3-carbaldehyd

Reaktion:



Ansatz:

3,9 g Indol

17 mL N,N-Dimethylformamid (wasserfrei)

5,1 g Phosphorylchlorid

Kaliumhydroxid, Ethanol,

Vorschrift: Es soll unter Feuchtigkeitsausschluss gearbeitet werden!

Nachdem eine Lösung von 3,9 g Indol in 17 mL N,N-Dimethylformamid auf ca. 0 °C abgekühlt wurde, werden unter kräftigem Rühren und Kühlen 5,1 g frisch destilliertes Phosphorylchlorid (1) so zugetropft, dass die Innentemperatur 10°C nicht übersteigt. Ca. 1 h ist erforderlich. Während des Zutropfens wandelt sich das Reaktionsgemisch in einen beigefarbenen Brei (4) um. Anschließend wird das Eisbad entfernt und eine Stunde bei Raumtemperatur gerührt, wobei die Temperatur der Reaktionslösung auf ca. 30°C ansteigt. Es wird weitere 1,5 Stunden bei 35 °C gerührt. Nach Abkühlung auf unter 5 °C werden unter Kühlung und Rühren zur Hydrolyse insgesamt ca. 150 g Eis portionsweise in den Reaktionskolben gegeben. Dabei besonders am Anfang nur kleine Portionen zugeben und warten bis sich die Mischung wieder abgekühlt hat. Es entsteht eine klare Lösung. Durch Zugabe von 10%-iger Kalilauge wird die Lösung alkalisch eingestellt, wobei das Produkt ausfällt. Es wird saugfiltriert und aus Ethanol umkristallisiert.

Bemerkungen:

- (1) Verwenden Sie frisch oder am Vortag destilliertes Phosphorylchlorid.
- (2) Bedenken Sie bei der Wahl des Reaktionskolbens, dass im Verlauf der Reaktion 150 g Eis bzw. Natronlauge zugegeben werden.
- (3) Die Reaktion soll dünnschichtchromatographisch verfolgt werden. In entsprechenden Abständen (Reaktionsbeginn-Edukte, 30, 60, 90 Minuten) sind Proben zu nehmen. Bedingungen: Silicagelfolien; Laufmittel: Diethylether; Detektion: UV-Licht oder Jodkammer. Die DCs sind ins Laborjournal einzukleben!
- (4) Die vorgeschriebenen Temperaturen sind einzuhalten um zu verhindern, dass die Reaktion unkontrolliert heftig verläuft. Allerdings führt das vorsichtige Handeln oft dazu, dass sie nicht „anspringt“. Sie müssen ein gutes Gefühl entwickeln zügig und vorsichtig zu arbeiten. Bei einem starken Anstieg über 35°C ist das Reaktionsgefäß zu kühlen. Falls der beigefarbene Brei nicht entsteht, ist die Reaktion nicht angesprungen. In dem Fall erhitzen Sie das Reaktionsgemisch langsam auf 60-80 °C bis der beigefarbene Brei ausfällt. Manchmal ist ein vorsichtiges Anreiben mit dem Glasstab hilfreich. (Gerne auch Rücksprache mit Dr. Werner)

Mechanismus: elektrophile Substitution an Aromaten - Vilsmeier-Formylierung

Produkt: Indol-3-carbaldehyd: Schmp.: 192°C

Literatur:

- [1] Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, **1999**, 20. Auflage, 364;
- [2] Th. Eicher, L. F. Tietze, *Organisch-chemisches Grundpraktikum*, Verlag Thieme 1.Auflage, **1993**, 116

Gefährdung: Phosphorylchlorid und Kaliumhydroxid wirken ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. N,N-Dimethylformamid ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Indol ist gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Ethanol ist leichtentzündlich (F), von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen, Abzug schließen

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für Laugen und Laugengemische. Diethylether und Ethanol in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Betriebsanweisung

1.Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Indol-3-carbaldehyd	145,16	192-195				
N,N-Dimethylformamid	73,10	-61	153	T	H312, H319, H332, H360D	P201, P202, P261, P264, P280, P281, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P308+P313, P312, P322, P337+P313, P363, P405, P501
Indol	117,16	52-54	254	Xn, N	H302, H312, H315, H318, H335, H410	P261, P264, P273, P280, P301+P312, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P330, P332+P313, P362, P391, P403+P233, P405, P501
Phosphorylchlorid	153,33	1,25	105	C, T+	EUH014, EUH029, H302, H314, H330, H372	P260, P264, P280, P284, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P314, P320, P403+P233, P405, P501
Kaliumhydroxid	56,11	361	1320	C	H302, H314	P260, P264, P280, P301+P312, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P405, P501
Ethanol	46,07	-114	78,2	F	H225	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P303+P361+P353, P370+P378, P403+P235, P501

## 2. Schutzmaßnahmen sowie Anweisungen zur Ersten Hilfe und Verhaltensregeln bei kleinen Unfällen

Substanz	Schutzmaßnahmen allgemein	Schutzmaßnahmen Körper	Anweisungen zur ersten Hilfe Haut	Anweisungen zur ersten Hilfe Augen	Anweisungen zur ersten Hilfe Inhalation	Anweisungen zur ersten Hilfe Verschlucken	Störverhalten bei kleinen Unfällen
Indol-3-carbaldehyd	KD	BK	WK	W	L	WEA	WCSchP
N,N-Dimethylformamid	DLK	BHK	WK	WA	L	A	WschPF Feuerlöscher P, CO <sub>2</sub> ; W
Indol	DTK	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Phosphorylchlorid	ADL	BHK	WKA	WA	L	WA	
Kaliumhydroxid	TD	BHK	WK	WA	LA	WA	
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP

### Kürzel

Allgemeine Schutzmaßnahmen		Körperschutzmaßnahmen		Störverhalten/ Maßnahmen bei kleinen Unfällen	
A	Arbeiten nur unter dem Abzug	A	Atemschutzmaske mit Filter	T	Trockenlöscher verwenden
D	Behälter dicht verschlossen halten	B	Schutzbrille	W	mit Wasser löschen
K	Behälter kühl aufbewahren	G	Gesichtsschutzschirm	F	mit flüssigkeitsbindendem Mittel aufnehmen
L	Aufbewahrung und Verarbeitung an gut belüfteten Ort	H	Schutzhandschuhe	C	CO <sub>2</sub> -Löscher verwenden
S	Sichern mit Schutzscheibe	K	Schutzkittel oder Schürze	S	Mit Sand löschen
T	Behälter trocken halten			Sch	Schaumlöscher
G	Behälter im Gefrierschrank lagern			P	Pulverlöscher

Anweisungen zur Ersten Hilfe							
bei Hautkontakt		bei Augenkontakt		bei Inhalation		bei Verschlucken	
K	Kontaminierte Kleidung sofort entfernen	T	gesondert aufgeführte Augentropfen benutzen	L	Frischlucht zuführen	F	gesondert aufgeführte Flüssigkeit trinken
F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	F	mit gesondert aufgeführter Flüssigkeit waschen oder spülen	B	Atmung kontrollieren, künstliche Beatmung	W	Wasser trinken
W	mit Wasser spülen, waschen oder duschen	W	mit Wasser spülen	A	Arzt aufsuchen	A	Arzt aufsuchen
V	Verband als Infektionsschutz erforderlich	V	Augenverband erforderlich	D	Dexamethason-Spray anwenden	E	Erbrechen auslösen
A	Arzt aufsuchen	A	Augenarzt aufsuchen			K	Aktivkohleschlammung trinken