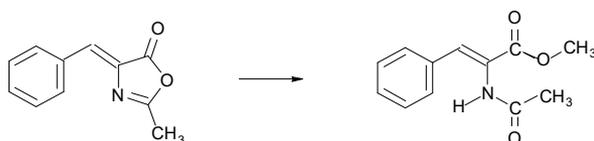


8.1.14 N-Acetyl- α -aminozimtsäuremethylester

ist Teil eines Dreistufenpräparates:

1. Stufe: N-Acetylglycin (8.1.13)
2. Stufe: 2-Methyl-4-(phenylmethyl)-4H-oxazol-5-on (9.3.5.)
3. Stufe: N-Acetyl- α -aminozimtsäuremethylester

Reaktion:



Ansatz:

9,36 g 2-Methyl-4-(phenylmethyl)-4H-oxazol-5-on;
90 mL absolutes Methanol;
0,15 g Natrium;

Vorschrift: Zu 90 mL absolutem Methanol wird das Natrium in kleinen Portionen gegeben. Nach dem Abreagieren erfolgt die Zugabe von 9,36 g 2-Methyl-4-(phenylmethyl)-4H-oxazol-5-on und anschließend ein sechs stündiges Erhitzen der Reaktionsmischung unter Rückfluss. Nach dem Abkühlen wird das Methanol mit Hilfe des Rotationsverdampfers vollständig abgetrennt und dann der Rückstand über Nacht in den Kühlschrank gestellt.

Am nächsten Tag wird die Mischung auf Raumtemperatur erwärmt und mit 75 mL heißem Wasser sowie einer Spatelspitze pulverisierter Aktivkohle versetzt. Sie soll unter Rückfluss gekocht werden bis sich alles (nicht die Aktivkohle) gelöst hat. Dann wird die noch heiße Lösung über einen doppelten Faltenfilter vorsichtig dekantiert, so dass der ölige Bodensatz im Kolben verbleibt. Das Filtrat wird über Nacht zum Auskristallisieren in den Kühlschrank gestellt. Der Rückstand im Faltenfilter wird mit dem öligen Bodensatz im Kolben vereinigt und mit etwas Wasser erneut unter Rückfluss gekocht bis alles gelöst ist. Eventuell muss noch etwas Wasser zugefügt werden. Die noch heiße Lösung wird ebenfalls über einen doppelten Faltenfilter vorsichtig dekantiert. Auch dieses Filtrat wird über Nacht zum Auskristallisieren in den Kühlschrank gestellt.

Die weiß-gelben Kristalle werden jeweils saugfiltriert, vereinigt und getrocknet.

Literatur: A.VOGEL, *Practical Organic Chemistry*, Third Edition, S. 909

Produkt: N-Acetyl- α -aminozimtsäuremethylester, Schmp.: 124-125 °C

Mechanismus Reaktion einer Carbonylverbindung mit einer Base

Bemerkungen:

- (1) Es ist unter Ausschluss der Luftfeuchtigkeit zu arbeiten sowie unter Verwendung eines Metallkühlers.
- (2) Zum Trocknen von 100 mL Methanol werden 0,5 g Magnesiumspäne zugesetzt. Nach Abklingen der Reaktion wird drei Stunden unter Rückfluss erhitzt und anschließend destilliert. Nach Autorenkollektiv, *Organikum*, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften der DDR, 1999, 20. Auflage, 650
- (3) Aktivkohle muss auf jeden Fall zugegeben werden! Es ist darauf zu achten, dass beim Filtrieren jeweils keine Aktivkohle in das Filtrat gelangt.

Gefährdung: Methanol ist giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper sowie Einatmen der Dämpfe vermeiden. Methanol und Natrium sind leicht entzündlich (F) und von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernzuhalten. Natrium wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen, Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden

Notfallregelung/ Abschaltanweisung:

Heizbad entfernen, Stecker ziehen, evtl. Notausschalter bedienen, abkühlen lassen, Abzug schließen, bei Kontakt mit der Säure mit viel Wasser spülen

Entsorgung: Die Reaktionslösung ist vor der Entsorgung zu neutralisieren und danach in den Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel zu entsorgen. Die Kristallisationslaugen sind vor der Entsorgung zu neutralisieren und danach in den Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral) zu entsorgen.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelzpunkt °C	Siedepunkt °C	Gefahrstoffsymbol	H-Sätze	P-Sätze
Methanol	32,04	-98	64,5	T, F	H225, H301, H311, H331, H370	P210, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P310, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P307+P311, P321, P330, P370+P378, P403+P233, P403+P235, P405, P501
Natrium	22,99	97,8	889	F, C	EUH014, H260, H314	P223, P231+P232, P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P335+P334, P370+P378, P402+P404, P405, P501
N-Acetyl- α -aminozimtsäuremethylester						
2-Methyl-4-(phenylmethyl)-4H-oxazol-5-on						
Magnesium, (Späne)	24,31	651	1107	F	H228, H251, H261	P210, P223, P231+P232, P235+P410, P240, P241, P242, P243, P280, P335+P334, P370+P378, P402+P404, P407, P413, P420, 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
Methanol	ADL	BHK	WK	WA	LB	EFA	PSch
Natrium	DLParaffin	BHK	WFK	WA	LA	WA	Smetallbrandpulver, Zement
N-Acetyl- α -aminozimtsäuremethylester							
2-Methyl-4-(phenylmethyl)-4H-oxazol-5-on							
Magnesium, (Späne)	TD	BK		W	L	WEA	Smetallbrandpulver, Feuerlöscher PM

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 ₂ -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