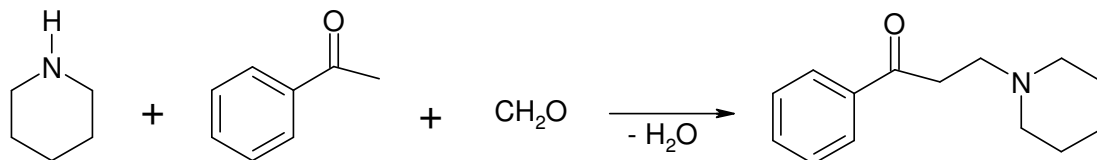


9.5.3. β -(N-Piperidyl)propiophenon (1-Piperidino-3-phenyl-propanon) (Hydrochlorid)

Reaktion:



Ansatz: 15,0 g (0,125 mol) Acetophenon
15,2 g (0,125 mol) Piperidiniumchlorid
5,0 g feingepulverter Paraformaldehyd
40 ml absoluter Ethanol,
Salzsäure, Aceton

Vorschrift: Das Gemisch aus Acetophenon, Piperidiniumchlorid, Paraformaldehyd und Ethanol wird zum Sieden erhitzt. Nach etwa einer Stunde werden 0,5 mL konz. Salzsäure hinzugefügt. Bisher noch ungelöster Paraformaldehyd geht dann in Lösung. Es wird nochmals eine halbe Stunde zum Rückfluss erhitzt und danach für den Fall, dass ein Niederschlag zu beobachten ist, die gelbliche Lösung heiß filtriert. Anschließend wird abgekühlt, bereits ausgefallenes Hydrochlorid abgetrennt und die Mutterlauge im Vakuum eingeeengt. Durch Zugabe von Aceton kann das restliche Hydrochlorid ausgefällt werden. Gereinigt wird das Rohprodukt durch Lösen in heißem Ethanol (ca. 20 mL) und nachfolgendem langsamen Zutropfen von etwa 125 - 150 mL Aceton.

Literatur: nach Autorenkollektiv, *Organikum*, 20. Auflage, 1999, 510 sowie Hünig, Märkel, Sauer, *Integriertes organisches Praktikum*, Verlag Chemie, 1973, 200

Produkt: 1-Piperidino-3-phenylpropanonhydrochlorid: Schmp.: 193 °C

Ausbeute:

Mechanismus: Kondensation eines sekundärenamins mit Formaldehyd und einer α -CH-aciden Verbindung (Mannich-Reaktion)

Bemerkungen: Das Piperidinhydrochlorid muss durch Zugabe von Salzsäure zu Piperidin hergestellt werden. Die freie Base - 1-Piperidino-3-phenylpropanon - kann durch Eintragen des 3-Dimethylaminopropio-phenonhydrochlorids unter Rühren und Eiskühlung in konz. Kalilauge. Die Temperatur soll dabei nicht über +5 °C ansteigen. Nach Abtrennung und Trocknung über wenig festem Ätzkali wird über eine kleine Destillierbrücke destilliert.

Gefährdung: Piperidin, Piperidinhydrochlorid und Paraformaldehyd sind giftig (T), jeglichen Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Dimethylammoniumchlorid und Acetophenon sind gesundheitsschädlich (Xn), Kontakt mit dem menschlichen Körper und Einatmen der Dämpfe vermeiden. Salzsäure wirkt ätzend (C), Dämpfe nicht einatmen und Berührung mit Haut, Augen und Kleidung vermeiden. Aceton und Ethanol sind leichtentzündlich (F), beide von offenen Flammen, Wärmequellen und Funken fernhalten.

Entsorgung: Reaktionslösung in Sammelbehälter für Spül- und Waschwasser (neutral). Aceton und Ethanol in Sammelbehälter für halogenfreie, organische Lösungsmittel.

Zeitaufwand: Apparaturaufbau: 1,0 h ; Reaktionsdauer: 2,0 h ; Aufarbeitung: 3,0 h.

Betriebsanweisung

1. Umgang mit gefährlichen Stoffen

Substanz	Molmasse g/mol	Schmelz- punkt °C	Siede- punkt °C	Gefahrstoff- symbol	H-Sätze	P-Sätze
β-(N-Piperidyl)propio- phenon (1-Piperidino-3- phenylpropanon)hydro- chlorid	253,81	193				
Acetophenon	120,17	19-20	202	Xn	H302, H319	P264, P280, P301+P312, P305+P351+P338, P330, P337+P313, P501
Piperidin	85,15	-11	106,2	F, T	H225, H311, H314, H331	P210, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P301+P330+P331, P302+P352, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P370+P378, P403+P233, P403+P235, P405, P501
Piperidiniumchlorid	121,61	142		T	H301, H335	P261, P264, P301+P310, P304+P340, P321, P330, P403+P233, P405, P501
Paraformaldehyd		160-165		Xn	H302, H315, H317, H318, H332, H335, H351	P201, P202, P261, P264, P280, P281, P301+P312, P302+P352, P304+P340, P305+P351+P338, P308+P313, P310, P321, P330, P333+P313, P362, P403+P233, 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
Salzsäure, >25 %		-70	107	C	H314, H335	P260, P264, P280, P301+P330+P331, P303+P361+P353, P304+P340, P305+P351+P338, P310, P321, P403+P233, P405, P501
Aceton	58,08	-96	56	F, Xi	EUH066, H225, H319, H336	P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P280, P303+P361+P353, P305+P351+P338, P337+P313, 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
β-(N-Piperidyl)propiofenon (1-Piperidino-3-phenylpropanon)hydrochlorid							
Acetophenon	DL	BK	WK	WA	L	WEA	WCSchP
Piperidin	ADL	BK	WKPolyethylenglycol400	WA	LA	WA	CSchP
Piperidiniumchlorid	ADL	BK	WKPolyethylenglycol400	WA	LA	WEA	WCSchP
Paraformaldehyd	ADL	BK	WK	WA	L	WKA	WCSchP
Ethanol	DKL	BHK	WK	WA	L	WA	CSchP
Salzsäure > 25 %	ADL	BHK	WFK	WA	LA	WA	
Aceton	AD	BHK	WK	WA	LAB	WK	CT