Logo folgt

Stand: 24.11.2026 | Quelle: DEGINTU

N-Methylierung von Glycin

DEGINTU-ID: 181803 | Nr: 631 | Institut für Chemieinformation

Schülerversuch ab Jahrgangsstufe 5

Kategorie: Nachweise

Reaktionsgleichung

3 Glycin ($C_2H_5NO_{2\,(s)}$) + 2 Trioxan ($C_3H_6O_{3\,(s)}$) + 6 Oxalsäure ($C_2O_4H_{2\,(s)}$) → 3 Dimethylglycin ($C_4H_9NO_{2\,(s)}$) + 12 Kohlenstoffdioxid ($CO_{2\,(g)}$) + 6 Wasser ($H_2O_{(l)}$)

Reaktionsmechanismus:

1 Bildung des Aminols, 2 Protonierung des Aminols, 3/4 Wasserabspaltung zum Iminium, 5/6 Reduktion des Imins zum Sarcosin (sekundäres Amin). Wiederholung Reaktionskette mit höherer Reaktionsgeschwindigkeit bis zum Dimethylglycin (tertiäres Amin).

Durchführung

1. Ansatz herstellen (Verreiben): Im Mörser 225 mg Glycin (3,0 mmol), 810 mg 1,3,5 Trioxan (9,0 mmol) und 756 mg Oxalsäuredihydrat (6,0 mmol) sorgfältig und homogen innig verreiben, bis ein homogenes Pulvergemisch vorliegt.
2. Überführen in das Reaktionsgefäß: Das feste Gemisch wird mithilfe eines Feststofftrichters quantitativ in ein Reagenzglas (RG) überführt (ggf. mit Spatel nachführen; anhaftende Reste durch leichtes Klopfen lösen).
3. Aufbau: Das RG wird mittels Lochstopfen verschlossen in das ein Steigrohr als ein luftgekühlter Rückflusskühler gesteckt ist.
4. Erhitzen / Reaktionsführung: Das RG wird im Heißluftstrom bei 150°C (oder einer anderen vergleichbar kontrollierten Wärmequelle) vorsichtig erhitzt, bis sich im Steigrohr sichtbares Kondensat niederschlägt (ca. 10 min).
5. Das HG wird abgestellt und das Reaktionsgemisch auf ca. 50°C abgekühlt. Achtung: Längeres Erhitzen führt zur dunkelbrauner Färbung die auf die Bildung von Zersetzungsprodukte hindeuetet.
6. Zur erkalteten Reaktionsmischung werden 10 ml Wasser zugegeben. Es bildet sich eine orange gefärbte klare Lösung.
7. Die Hälfte der Mischung wird in ein Reagenzglas transferiert und mit 1 ml Dragendorff- Reagenz versetzt. Es bildet sich sofort ein orangeroter Niederschlag.=> Nachweis tert. Amin!
8. Optional: Ca. 0,5 ml der Reaktionsmischung werden mittig auf ein Uhrglas (auf Overhead-Projektor) gegeben. An den Rand des Uhrglases wird ein Tropfen Dragendorff-Reagenz plaziert.
Mittels Glasstab wird das Dragendorff-Reagenz mit der Reaktionsmischung vermengt. Die Bildung das Niederschlages läßt sich in der Projektion beobachten.
9. Optional - TLC: Auf einer DC-Platte werden 200 µl der Reaktionsmischung und als Vergleich Glycin-Lösung aufgetragen und mit einer mobilen Phase aus Aceton (5 ml) : Isopropanol (5 ml) : Essigessenz (25%-ig; 4 ml) chromatographiert.
Nach dem Trocknen (Föhn) wird die Platte zuerst mit Ninhydrin-Sprühreagenzlösung flächig besprüht. Beim Trockenföhnen entwickelt sich nur ein violetter Fleck auf der Glycin-Spur => primäres Amin
Ein eventuell auftretender leich gelblicher Fleck bei der Reaktionsmischung würde die Zwischenstufe Monomethylglycin (Sarcosin) anzeigen => sekundäres Amin.
10. Nun wird die Platte flächig mit Dragendorff-Reagenz besprüht. Bei der Reaktionsmischung zeigt kurz oberhalb der Startlinie ein orangeroter Fleck Dimethylglycin an. => tert. Amin

Beobachtungen während des Erhitzens (zur Prozesskontrolle):

- Nach ca. 2 min beginnt die Mischung zu sintern und kurz danach bildet sich eine klare Lösung unter Bläschenbildung (CO_2) und Kondensat an der RG-Wand.
- Die Lösung färbt sich langsam gelblich und ist nach ca. 5 min orangerot.
- Man erwärmt weiter bis nach ca. 10 min Gesamtzeit Kondensat im Steigrohr anfällt. Die Reaktionsmischung (Temp. ca. 105°C) ist nun dunkelrot.

DC auf Silicagel (2,5*7,5 cm); mobile Phase: 5 mL Aceton, 5 mL Isopropanol, 4 mL Essigessenz (25%-ig) : Rf: Dimethylglycin 0,14, Glycin 0,47 (Sarcosin 0,21)

Geräte und Material

Abzug, Mörser mit Pistill, Feststofftrichter, Reagenzglas (RG) 18 x180 mm mit Gummistopfen und Steigrohr, Reagenzgläser 16 x 160 mm regelbares Heißluftgebläse (HG), Becherglas, Reagenzglasständer, Reagenzglasklammer

Gefahrstoffe

Name	Formel	CAS-Nr.	H-Sätze	P-Sätze	Piktogramme
Aceton	CH_3COCH_3	67-64-1	H225 H319 H336 EUH066	P210 P233 P240 P241 P242 P305+P351+P338	GHS02, GHS07
Glycin	NH_2CH_2COOH	56-40-6			
Kohlendioxid	CO_2	124-38-9			

Oxalsäure-2-Hydrat	$(COOH)_2 \cdot 2H_2O$	6153-56-6	H318 H302+H312	P264 P270 P280 P501 P302+P352+P312 P305+P351+P338+P310	GHS05, GHS07
2-Propanol	C_3H_7OH	67-63-0	H225 H319 H336	P210 P233 P240 P241 P242 P305+P351+P338	GHS02, GHS07
1,3,5-Trioxan	$C_3H_6O_3$	110-88-3	H228 H335 H361d	P202 P210 P240 P241 P261 P308+P313	GHS02, GHS07, GHS08
Wasser, entionisiert	H_2O	7732-18-5			
Ninhydrin-Sprühlösung 0,5% in Ethanol	$C_9H_6O_4$	485-47-2	H225 H319	P210 P240 P403+P233 P305+P351+P338	GHS02, GHS07
Essigsäure 25%	$CH_3COOH \cdot aq$		H314	P280 P363 P308+P310 P303+P361+P353 P305+P351+P338	GHS05
N,N-Dimethylglycin	$C_4H_9NO_2$	1118-68-9	H302	P264 P270 P280 P301+P312	GHS07
Sarcosin	$C_3H_7NO_2$	107-97-1			
Dragendorff-Reagenz (Munier)			H318 H360 H373	P201 P260 P280 P308+P313 P305+P351+P338	GHS05, GHS08

Persönliche Schutzausrüstung

- Eine **Gestellschutzbrille** ist zu tragen.
- Als Spritzschutz dienen **Nitril-Einmalhandschuhe**.

Gefahren

- durch Einatmen
- durch Hautkontakt
- durch Augenkontakt

Weitere Gefahren und Hinweise

- **Entstehungsbrände:** Entstehungsbrände mit Feuerlöscher bekämpfen. Schülerinnen und Schüler halten sicheren Abstand. Können diese nicht sofort gelöscht werden, Raum unverzüglich verlassen und Feuerwehr sowie Schulleitung alarmieren. Personenbrände mit Handbrause oder ggf. Feuerlöscher unverzüglich bekämpfen, hier zählt jede Sekunde!

Besprühen der DC-Platten mit Sprühreagenz im Abzug durchführen. Karton als Rückwand verwenden.
Trockenföhnen der DC-Platten im Abzug durchführen.

Heiße Oberfläche der Düsen am Heißluftgebläse bei und kurz nach Betrieb beachten! Verbrennugnsgefahr.

Substitution

Substitution 1

Substitution von Gefahrstoffen, Verwendungsformen und -verfahren wurde geprüft. Der Versuch ist zur Vermittlung wesentlicher Lerninhalte nicht verzichtbar und kann unter Einhaltung der in der Versuchsvorschrift genannten Einschränkungen und mit den dort genannten Schutzmaßnahmen durchgeführt werden.
Gefährliche Stoffeigenschaften oder andere Gefährdungen, die eine Durchführung durch Schüler/innen oder Lehrkräfte grundsätzlich ausschließen würden, sind nicht bekannt. Die Stoffliste DGUV Information 213-098 in degintu.dguv.de wurde berücksichtigt.

Ja, die Substitution des Paraformaldehyds durch Trioxan und der Ameinsäure durch Oxalsäuredihydrat reduziert die Gefahren und macht die Reaktionsführerung sicherer

Die reduktive n-Methylierung ist die Voraussetzung die Aminosäure mittels Dragendorff-Reagenz nachweisen zu können.

Medien und Abbildungen

N,N-Dimethylglycin

https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/9/9d/N%2CN-Dimethyl_glycine_Structural_Formula_V1.svg/250px-N%2CN-Dimethyl_glycine_Structural_Formula_V

Literatur

Substitution des Paraformaldehyds: Proske W. und Klemeyer H. unveröffentlichte Mitteilung

Substitution der Ameisensäure: Rosenau T. et al. *SYNTHETIC COMMUNICATIONS, 32(3), 457–465 (2002) A SOLVENT-FREE AND FORMALIN-FREE ESCHWEILER-CLARKE METHYLATION FOR AMINES*; https://sl1nk.com/jxnxnwc (Substitution der Ameisensäure)

Hinweis: Diese PDF-Datei ersetzt nicht die Gefährdungsbeurteilung und deren Dokumentation z.B. mit der Datenbank DEGINTU (degintu.dguv.de).