Logo folgt

Stand: 24.11.2026 | Quelle: DEGINTU

N-Methylierung von Prolin

DEGINTU-ID: 181804 | Nr: 632 | Institut für Chemieinformation

Schülerversuch ab Jahrgangsstufe 5

Kategorie: Nachweise

Reaktionsgleichung

3 Prolin ($C_5H_9NO_{2\ (s)}$) + Trioxan ($C_3H_6O_{3\ (s)}$) + 3 Oxalsäure ($C_2O_4H_{2\ (s)}$) → 3 N-Methylprolin ($C_6H_{11}NO_{2\ (s)}$) + 6 Kohlenstoffdioxid ($CO_{2\ (g)}$) + 3 Wasser ($H_2O_{(l)}$)

Nachweisreaktion von Prolin mit Ninhydrin;

https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/2/24/Ninhydrin_Reaktionsmechanismus-mit-Prolin.svg/960px-Ninhydrin_Reaktionsmechanismus-mit-Prolin.svg.pn

Durchführung

1. Ansatz herstellen (Verreiben): Im Mörser werden 405 mg 1,3,5 Trioxan (4,5 mmol) und 756 mg Oxalsäuredihydrat (6,0 mmol) innig verreiben, bis ein homogenes Pulvergemisch vorliegt.
2. Überführen in das Reaktionsgefäß: Zunächst werden 345 mg Prolin (3,0 mmol) in das RG vorgelegt. Anschließend wird das feste Gemisch aus dem Mörser mithilfe eines Feststofftrichters quantitativ in dasselbe RG überführt; anhaftende Reste werden durch ein leichtes Klopfen gelöst und ggf. mit einem Spatel nachgeführt. Achtung: Wird das Prolin nicht vorgelegt, sondern mit den anderen Komponeneten im Mörser verrieben entsteht ein pastöses Gemisch, das schwer in das RG überführen lässt.
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 170°C (oder einer anderen vergleichbar kontrollierten Wärmequelle) vorsichtig erhitzt, bis sich im Steigrohr sichtbaes 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 8 ml Wasser zugegeben. Es bildet sich eine orangerot 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 des Reaktionsgemisches 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 dem Reaktionsgemisch vermengt. Die Bildung das Niederschlages läßt sich in der Projektion beobachten.
9. Optional - Dünnschichtchromatographie: Auf einer DC-Platte werden 200 µl der Reaktionsmischung und als Vergleich Prolin-Lösung aufgetragen und mit einem 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 gelber Fleck auf der Prolin-Spur => sekundäres Amin
10. Nun wird die Platte flächig mit Dragendorff-Reagenz besprüht. Bei der Reaktionsmischung zeigt kurz oberhalb der Startlinie ein orangeroter Fleck Methylprolin 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 (CO2) 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. Das Reaktionsgemisch (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: Methylprolin 0,1xx; Rf: Prolin 0,47

Geräte und Material

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

Gefahrstoffe

Name	Formel	CAS-Nr.	H-Sätze	P-Sätze	Piktogramme
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
1,3,5-Trioxan	$C_3H_6O_3$	110-88-3	H228 H335 H361d	P202 P210 P240 P241 P261 P308+P313	GHS02, GHS07, GHS08
Prolin	$C_5H_9NO_2$	609-36-9			
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
N-Methylprolin	$C_6H_{11}NO_2$	475-11-6	H315 H319 H335		GHS07

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 im 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-Methylprolin

https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/1/13/1-Methylproline.png

Literatur

Versuchsvorschrift: N-Methylierung von Prolin: Krause, A und Klemeyer, H (2026) DOI: 10.5281/zenodo.22807136

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)

Grassmann, W. et al. *Justus Liebigs Annalen der Chemie 519(1), 192-208 (1935*), *Über neue Farbreaktionen des Pyrrolidins und des Prolins II*; DOI: 10.1002/jlac.19355190116

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