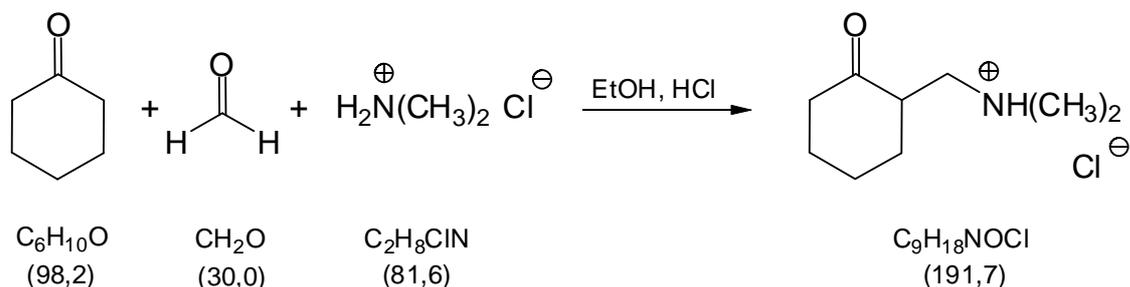


4008 Síntese de cloridrato de 2-dimetilaminometil-ciclohexanona**Classificação****Tipos de reações e classes de substâncias**

Reação do grupamento carbonila de aldeídos, reação de Mannich
cetona, aldeído, amina

Técnicas de trabalho

Aquecimento sob refluxo, agitação com agitador magnético, evaporação com rotaevaporador, filtração, recristalização, aquecimento em banho de óleo.

Instruções (escala em batelada de 10 mmol)**Materiais**

Balão de fundo redondo de 25 mL, condensador de refluxo, funil de Buechner ($\varnothing = 3$ cm), kitasato, aquecedor com agitador magnético, agitador magnético, rotaevaporador, dessecador, banho de óleo.

Substâncias de Partida

Ciclo-hexanona (pe 156 °C)	0,982 g (1,03 mL, 10,0 mmol)
Paraformaldeído (pf 120-170 °C)	0,360 g (12,0 mmol)
Cloridrato de dimetilamônio	0,816 g (10,0 mmol)
Ácido clorídrico (conc.)	2 gotas
Etanol (pe 78 °C)	16 mL
Acetona (pe 56 °C)	50 mL

Reação

0,982 g (1,03 mL, 10,0 mmol) ciclo-hexanona, 0,360 g (12,0 mmol) paraformaldeído, 0,816 g (10,0 mmol) de cloridrato de dimetilamônio e 4 mL etanol são colocados em um balão de fundo redondo de 25 mL, com condensador de refluxo e agitador magnético. 2 gotas de ácido clorídrico concentrado são adicionadas e a mistura é aquecida sob agitação por 4 horas, sob refluxo.

Etapa final

A solução é filtrada a quente em um balão de fundo redondo e o solvente é evaporado no rotaevaporador. O resíduo é solubilizado em 2 mL de etanol sob aquecimento. À temperatura ambiente, adicionar 20 mL de acetona à solução. Para a completa cristalização, a solução é estocada durante a noite em freezer. O produto bruto cristalizado é filtrado em funil de Büchner ($\varnothing = 3$ cm) e seco em dessecador com sílica.

Rendimento bruto: 1,64 g; pf 143-144 °C

Para purificação adicional, o produto bruto é novamente solubilizado em aproximadamente 10 mL de etanol sob refluxo e, à temperatura ambiente, 30 mL de acetona são adicionados. A cristalização é completada no freezer. O produto é filtrado e seco em dessecador.

Rendimento: 1,45 g (7,56 mmol, 76%); pf 157-158°C

Comentários

Para verificar se a cristalização foi completa, o líquido filtrado é estocado no freezer. Neste caso, o produto não deve aparecer mais na forma cristalina.

Gerenciamento dos resíduos**Disposição dos resíduos**

Resíduo	Disposição
Líquido da filtração	solventes orgânicos, contendo halogênios

Tempo

4-5 horas sem tempo para cristalização

Possível Intervalo

Após filtração da solução quente

Grau de dificuldade

Fácil

Instruções (escala em batelada de 100 mmol)**Materiais**

Balão de fundo redondo de 100 mL, condensador de refluxo, funil de Büchner ($\varnothing = 5,5$ cm), kitasato, aquecedor com agitador magnético, agitador magnético, rotaevaporador, dessecador, banho de óleo.

Substâncias de Partida

Ciclo-hexanona (pe 156 °C)	9,82 g (10,3 mL, 100 mmol)
Paraformaldeído (pf 120-170 °C)	3,60 g (120 mmol)
Cloridrato de dimetilamônio	8,16 g (100 mmol)
Ácido clorídrico (conc.)	0,4 mL
Etanol (bp 78 °C)	64 mL

Acetona (pe 56 °C)

180 mL

Reação

9,82 g (10,3 mL, 100 mmol) de ciclo-hexanona, 3,60 g (120 mmol) de paraformaldeído, 8,16 g (100 mmol) de cloridrato de dimetilamônio e 4 mL de etanol são colocados em um balão de fundo redondo de 100 mL, com condensador de refluxo e agitador magnético. 0,4 mL de ácido clorídrico concentrado são adicionados e a mistura é aquecida sob agitação por 4 horas, sob refluxo.

Etapa final

A solução é filtrada a quente em um balão de fundo redondo e o solvente é evaporado no rotaevaporador. O resíduo é solubilizado em 20 mL de etanol sob aquecimento. À temperatura ambiente, adicionar 70 mL de acetona à solução. Para a completa cristalização, a solução é estocada durante a noite em freezer. O produto bruto cristalizado é filtrado em funil de Büchner ($\varnothing = 5,5$ cm) e seco em dessecador com sílica.

Rendimento bruto: 15,6 g; pf 149-150 °C

Para purificação adicional, o produto bruto é novamente solubilizado em aproximadamente 40 mL de etanol sob refluxo e à temperatura ambiente, seguindo-se a adição de 30 mL de acetona. A cristalização é completada no freezer. O produto é filtrado e seco em dessecador.

Rendimento: 14,7 g (76,7 mmol, 77%); mp 156-157°C

Comentários

Para verificar se a cristalização foi completa, o líquido filtrado é estocado no freezer. Neste caso, o produto não deve aparecer mais na forma cristalina.

Gerenciamento dos resíduos**Disposição dos resíduos**

Resíduo	Disposição
Líquido da filtração	solventes orgânicos, contendo halogênios

Tempo

4-5 horas, sem o tempo para a cristalização

Possível Intervalo

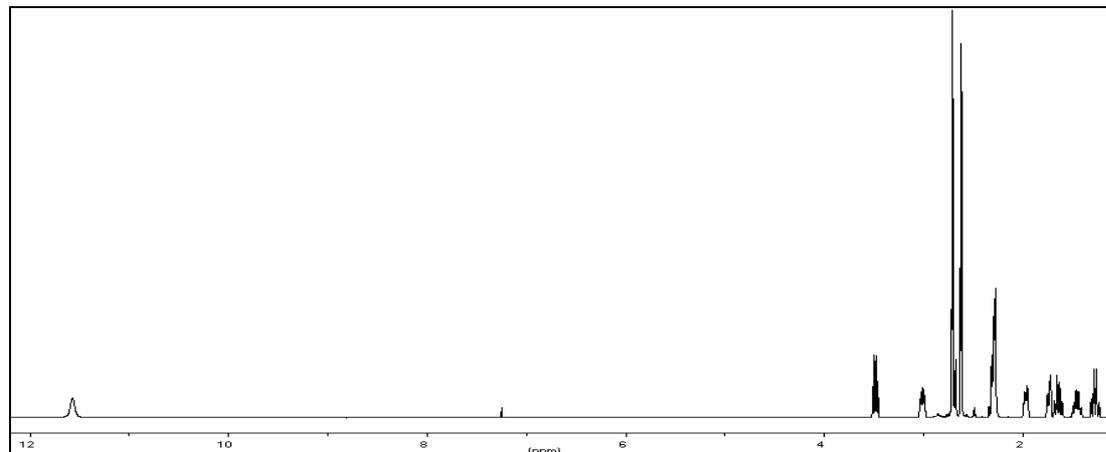
Após filtração da solução quente

Grau de dificuldade

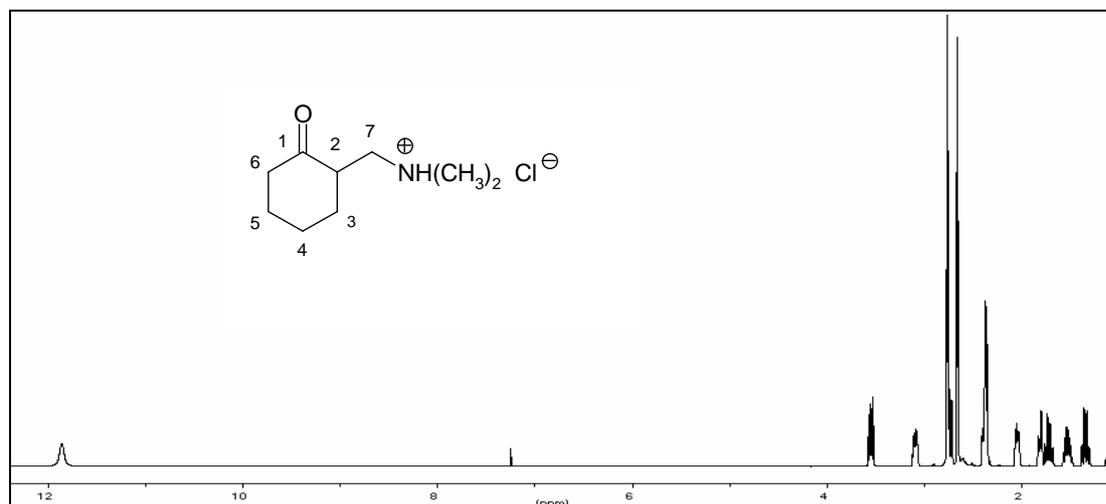
Fácil

Caracterização

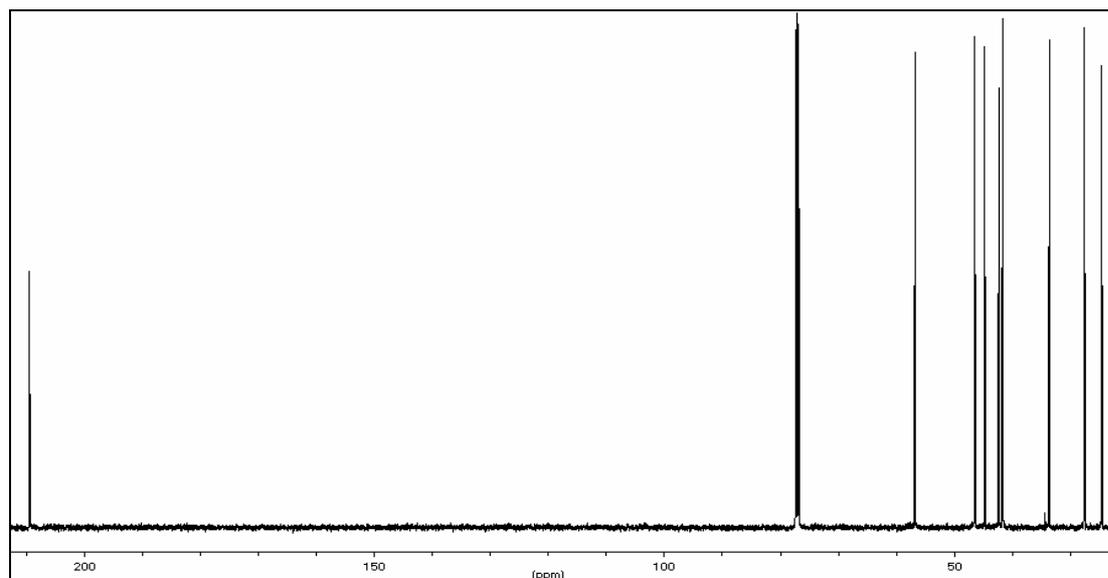
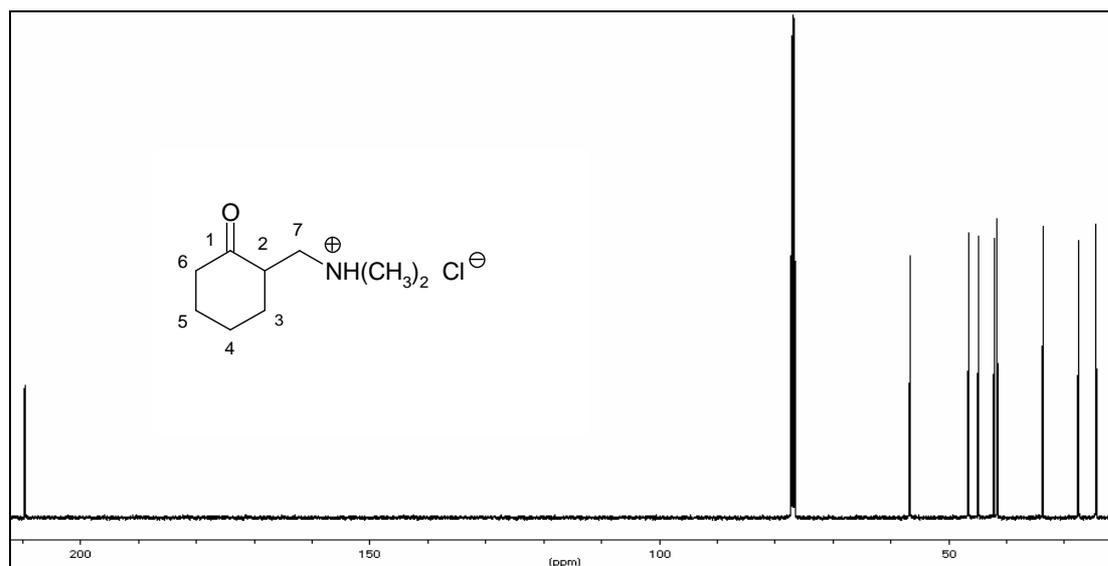
Espectro de RMN ^1H do produto bruto (500 MHz, CDCl_3)



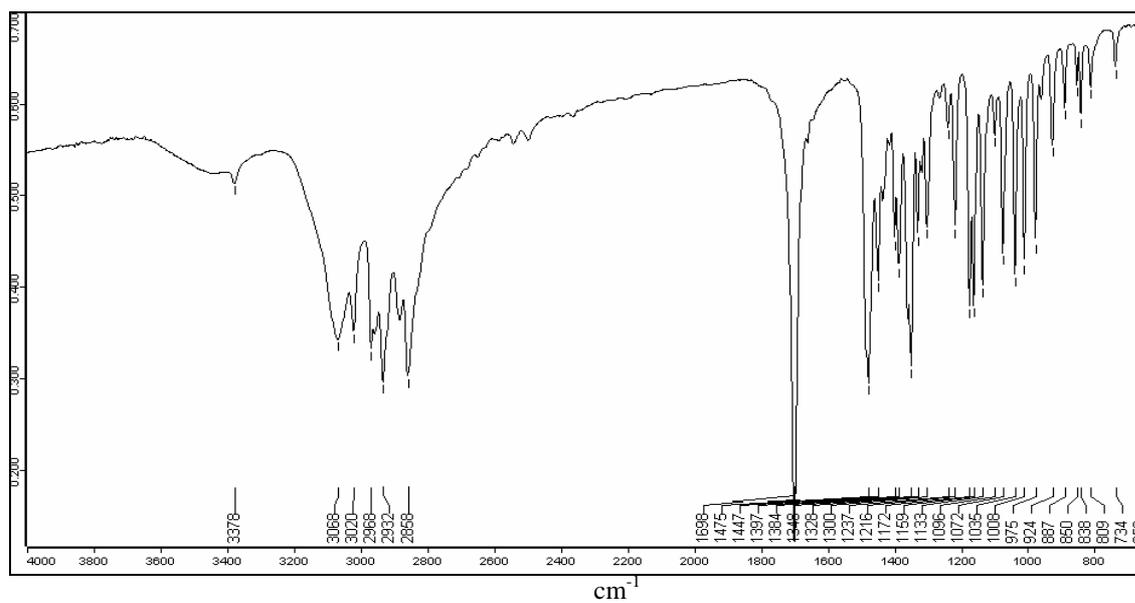
Espectro de RMN ^1H do produto puro (500 MHz, CDCl_3)



δ (ppm)	Multiplicidade	Número de H	Atribuição
1,35	m	1	
1,54	m	1	
1,73	m	1	
1,82	m	1	
2,05	m	1	
2,37	m	2	6-H
2,41	m	1	
2,67	d	3	NH- CH_3
2,74	m	1	
2,77	d	3	NH- CH_3
3,09	m	1	7-H
3,57		1	7-H
11,88	m	1	NH
7,26			solvente

Espectro de RMN ^{13}C do produto bruto (125 MHz, CDCl_3)**Espectro de RMN ^{13}C do produto puro (125 MHz, CDCl_3)**

δ (ppm)	Atribuição
209,58	C-1
56,80	C-7
46,69	C-2
44,99	C-6
42,26	CH_3
41,75	CH_3
33,88	C-4
27,70	C-3
24,70	C-5
76,5-77,5	solvente

Espectro de Infravermelho do produto puro (filme)

(cm ⁻¹)	Atribuição
3068	Estiramento N-H
3020	Estiramento N-H
2932	Estiramento C-H alcano
2858	Estiramento C-H, alcano
1698	Estiramento C=O, cetona