

Darstellung von Tropinon

Reaktionstyp: Mannich-Reaktion

Arbeitstechniken und Methoden:

Standardverfahren

Geräte:

Standardgeräte

Chemikalien:

- 2,5-Dimethoxytetrahydrofuran (6.61 g)
- Wasser (225 mL)
- konz. Salzsäure (5.5 mL)
- Methylaminhydrochlorid (5.00 g)
- Acetondicarbonsäure (8.00 g)
- Dinatrium-hydrogenphosphat-Dihydrat (4.43 g)
- NaOH (8.23 g)
- NaCl
- Dichlormethan (60 mL)

Warnhinweise:

2,5-Dimethoxytetrahydrofuran, Methylaminhydrochlorid und Acetondicarbonsäure wirken reizend. Bei Tropinon sollte der Kontakt mit der Haut und den Augen vermieden werden.

Ausführung:

In einem 500-mL-Zweihalskolben mit Tropftrichter und Rückflusskühler mit angebrachtem Schlauch, der hinter den Abzug führt, werden 2,5-Dimethoxytetrahydrofuran (6.61 g) und 20 mL Wasser vorgelegt. Unter Rühren werden 2.2 mL konz. Salzsäure zugegeben. Nach wenigen Sekunden entsteht eine homogene Lösung, die weitere 20 min bei RT gerührt wird.

Direkt danach werden zu dieser farblosen Lösung nacheinander 50 mL Wasser, eine Lösung von 5.00 g Methylaminhydrochlorid in 50 mL Wasser, eine Lösung von 8.00 g Acetondicarbonsäure in 75 mL Wasser und eine Lösung von 4.43 g Dinatriumhydrogenphosphat-Dihydrat sowie 0.73 g Natriumhydroxid in 20 mL Wasser gegeben. Die Mischung wird 8 h bei RT unter Stickstoff-Atmosphäre gerührt (der pH-Wert der Lösung steigt von 1.5 auf 4.5 und es ist eine

Gasentwicklung zu beobachten). Dann werden 3.3 mL Salzsäure zugeben und solange auf 120 °C erhitzt, bis keine Gasentwicklung mehr auftritt (ca. 30 min).

Die Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt, mit 7.5 g NaOH versetzt, mit NaCl gesättigt und sechsmal mit je 30 mL Dichlormethan extrahiert.

Die vereinigten organischen Phasen werden mit gesättigter NaCl-Lösung gewaschen und über Natriumsulfat getrocknet. Nach Abdampfen des Lösungsmittels wird der Rückstand zweimal sublimiert. Es werden farblose Kristalle erhalten.

Bemerkung:

Der Rückstand kann nach Abdampfen des Lösungsmittels unter Vakuum destillieren werden. Das Produkt fällt dann als kristalliner Feststoff im Kühler aus. Es kann dann mit Hilfe eines Heißluftföns in einen Kolben überführt werden.

Bei dieser Durchführung ist zu beachten, dass der kristalline Feststoff sofort aus der Brücke entfernt werden muss.

Fragen vor der Ausführung des Versuchs:

1. Geben Sie Reaktionsgleichung und Mechanismus der durchzuführenden Reaktion im Detail an.
2. Welche möglichen Nebenreaktionen können auftreten?
3. Wie kann das Reaktionsende festgestellt werden?
4. Unterbreiten Sie Vorschläge zur Überprüfung der Einheitlichkeit der Produkte und deren Struktursicherung.
5. Welche Unterschiede zwischen Edukte und Produkt erwarten Sie im IR- und ¹H-NMR-Spektrum?

Aufgaben nach der Durchführung des Versuchs:

6. Sichern Sie Einheitlichkeit und Struktur der erhaltenen Substanz entsprechend Frage 3!
7. Eine Reihe von Substanzen wird -wie hier das Methylamin- als Hydrochlorid in den Handel gebracht. Möglicherweise finden Sie sogar in Ihrer eigenen Hausapotheke Arzneien, auf deren Inhaltsliste das Wort "Hydrochlorid" vorkommt. Welchen Zweck hat dies? (Diese Frage zielt auf Ihr chemisches Basisverständnis! Durch Literaturstudium werden Sie schwerlich eine Antwort erhalten. Vergleichen Sie die Eigenschaften des freien Stoffs mit denjenigen des Hydrochlorids!).

Literatur:

L. F. Tietze und Th. Eicher, *Reaktionen und Synthesen*, 2. neubearb. Aufl., Seite 515.