

SYNTHESE VON 2-METHYL-8-NITRO-6-(TRIFLUORMETHYL)CHINOLIN (ODER 2-ME-5-F-CHINOLIN BZW. 2-ME-5-SF5-CHINOLIN) MIT HILFE DER SKRAUPREAKTION

VERMITTELTE ARBEITSTECHNIKEN:

- Umgang mit sehr giftigen und carcinogenen Substanzen
- Verwendung einer Spritzenpumpe zur Geschwindigkeitskontrolle
- Dünnschichtchromatographie, Säulenchromatographie
- Charakterisierung mittels NMR-Spektroskopie (¹H, ¹⁹F), ESI-Massenspektrometrie

CHEMIKALIEN

- Verwendung verschiedener Aniline als Edukte für die Skraupreaktion
- Verwendung von Tris(arsenpentoxid)-Pentahydrat bzw. Arsensäure als Oxidationsmittel

SYNTHESEVORSCHRIFT

Tris(arsenpentoxid)-Pentahydrat und 2-Nitro-4-(trifluormethyl)anilin werden in 70% iger Schwefelsäure gelöst. Die Schwefelsäure muss dafür zunächst aus konzentrierter Schwefelsäure durch Verdünnen mit Wasser hergestellt werden.

Die Lösung wird auf 80 °C erwärmt. Bei konstanter Temperatur wird Crotonaldehyd mittels Spritzenpumpe über 2 Stunden zur Lösung hinzugegeben. Nach erfolgter Zugabe wird für 1.5 Stunden bei 120 °C gerührt. Die Reaktionsmischung wird mit Wasser verdünnt, filtriert und der Filterkuchen wiederholt mit verdünnter Schwefelsäure gewaschen. Das Filtrat wird mit wässrigem Ammoniak neutralisiert, mit Ethylacetat extrahiert und anschließend säulenchromatographisch aufgereinigt.

Zur Kontrolle werden NMR- und ESI-Massenspektren von dem Produkt aufgenommen.