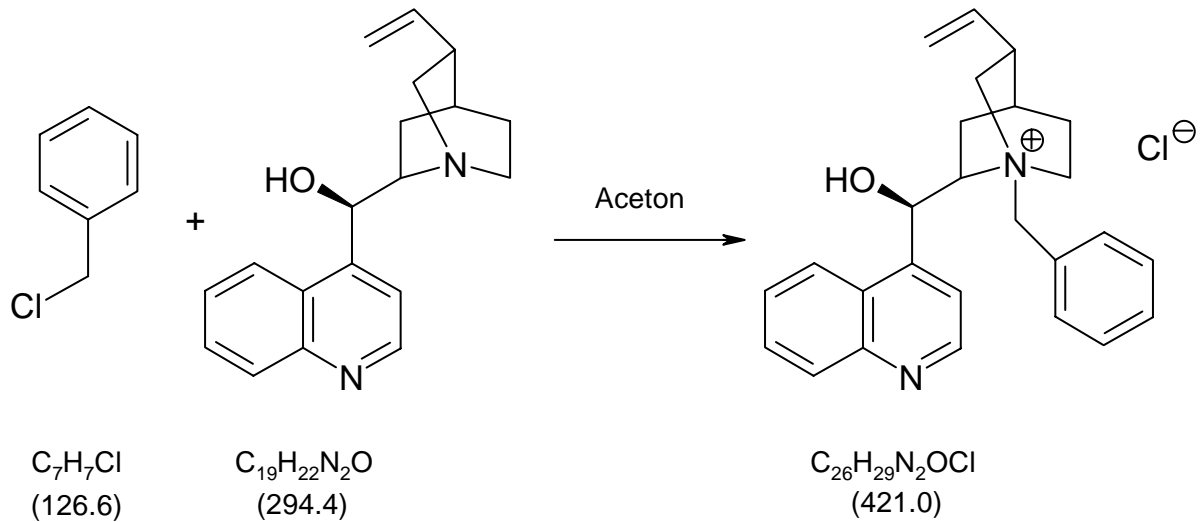


**4012 Synthese von (-)-N-Benzylcinchonidiniumchlorid****Klassifizierung****Reaktionstypen und Stoffklassen**

Nukleophile Substitution

Chloralkan, Amin, Naturstoff

**Arbeitsmethoden**

Erhitzen unter Rückfluss, Rühren mit Magnetrührer, Abfiltrieren, Heizen mit Ölbad

**Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 10 mmol)****Geräte**100 mL Rundkolben, Rückflusskühler, Trockenrohr, heizbarer Magnetrührer, Magnetrührstab, Absaugflasche, Büchnertrichter ( $\varnothing = 5.5$  cm), elektronischer Temperaturregler, Ölbad**Chemikalien**

Cinchonidin (Schmp. 199-202 °C)	2.94 g (10.0 mmol)
Benzylchlorid (Sdp. 49 °C/ 4 hPa)	1.90 g (1.57 mL, 15.0 mmol)
Aceton absolut (Sdp. 56 °C)	70 mL
Aceton (Sdp. 56 °C)	40 mL

**Durchführung der Reaktion**

In einem 100 mL Rundkolben mit Magnetrührstab und aufgesetztem Rückflusskühler mit Trockenrohr werden 2.94 g (10.0 mmol) Cinchonidin und 1.90 g (1.57 mL, 15.0 mmol) Benzylchlorid in 70 mL absolutem Aceton 2 Tage unter Rückfluss erhitzt.

**Aufarbeitung**

Die gelbliche Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt. Das ausgefallene Produkt wird über einen Büchnertrichter ( $\varnothing = 5.5$  cm) abgesaugt, auf dem Filter zweimal mit je 20 mL Aceton gewaschen und dann getrocknet.

Ausbeute: 3.15 g (7.48 mmol, 75%);  $[\alpha]_D^{20} = -175.1^\circ$  ( $\text{H}_2\text{O}$ ,  $c = 0.4$ )

**Anmerkungen**

Das Produkt wird in Versuch 4014 als Edukt eingesetzt.

**Abfallbehandlung****Entsorgung**

Abfall	Entsorgung
Mutterlauge	Lösungsmittel, halogenhaltig

**Zeitbedarf**

2-3 Stunden

Zusätzlich 2 Tage Erhitzen unter Rückfluss

**Unterbrechungsmöglichkeit**

Nach dem Erhitzen unter Rückfluss

**Schwierigkeitsgrad**

Leicht

**Versuchsvorschrift (Ansatzgröße 100 mmol)****Geräte**

1 L Rundkolben, Rückflusskühler, Trockenrohr, heizbarer Magnetprüher, Magnetprüherstab, Absaugflasche, Büchnertrichter ( $\varnothing = 10$  cm), elektronischer Temperaturregler, Ölbad

**Chemikalien**

Cinchonidin (Schmp. 199-202 °C)	29.4 g (100 mmol)
Benzylchlorid (Sdp. 49 °C/ 4hPa)	19.0 g (15.7 mL, 150 mmol)
Aceton absolut (Sdp. 56 °C)	400 mL
Aceton (Sdp. 56 °C)	310 mL

**Durchführung der Reaktion**

In einem 1 L Rundkolben mit Magnetprüherstab und aufgesetztem Rückflusskühler mit Trockenrohr werden 29.4 g (100 mmol) Cinchonidin und 19.0 g (15.7 mL, 150 mmol) Benzylchlorid in 400 mL absolutem Aceton 3 Tage unter Rückfluss erhitzt.

**Aufarbeitung**

Die gelbliche Lösung wird auf Raumtemperatur abgekühlt. Das ausgefallene Produkt wird über einen Büchnertrichter ( $\varnothing = 10$  cm) abgesaugt. Anschließend wird es mit 150 mL Aceton

eine Stunde bei Raumtemperatur gerührt und erneut abgesaugt. Es wird noch zweimal mit je 80 mL Aceton gewaschen und dann getrocknet.

Ausbeute: 31.1 g (73.8 mmol, 74%);  $[\alpha]_D^{20} = -174^\circ$  (H<sub>2</sub>O, c = 0.4)

### Anmerkungen

Das Produkt wird in Versuch 4014 als Edukt eingesetzt.

### Abfallbehandlung

### Entsorgung

Abfall	Entsorgung
Mutterlauge	Lösungsmittel, halogenhaltig

### Zeitbedarf

3-4 Stunden

Zusätzlich 3 Tage Erhitzen unter Rückfluss

### Unterbrechungsmöglichkeit

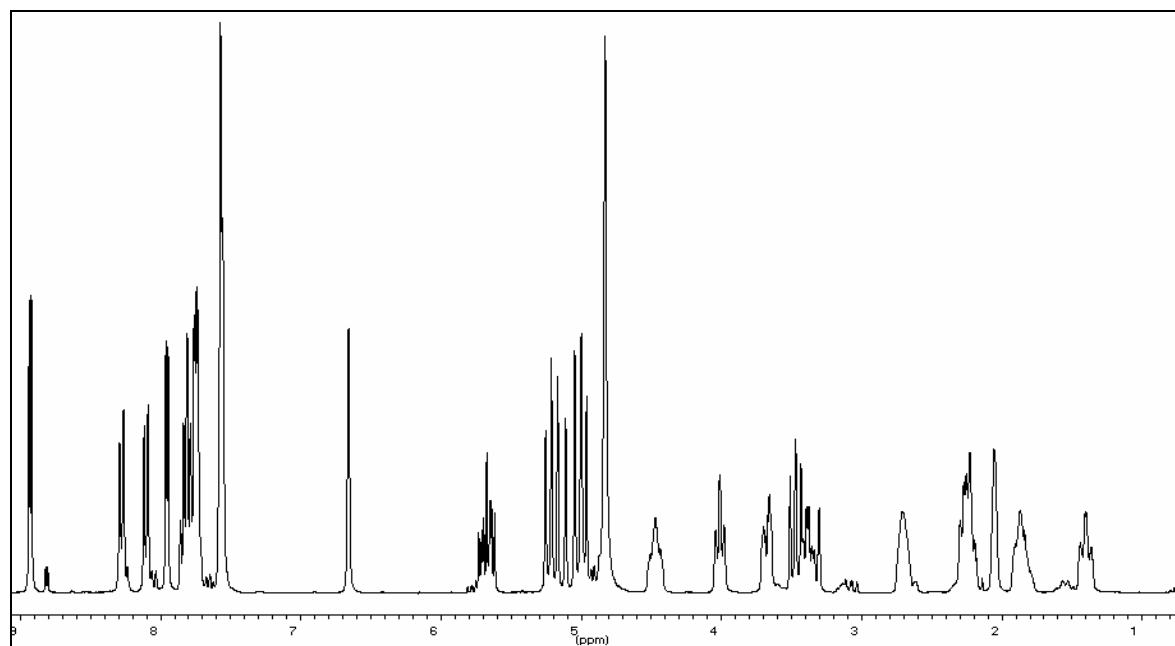
Nach dem Erhitzen unter Rückfluss

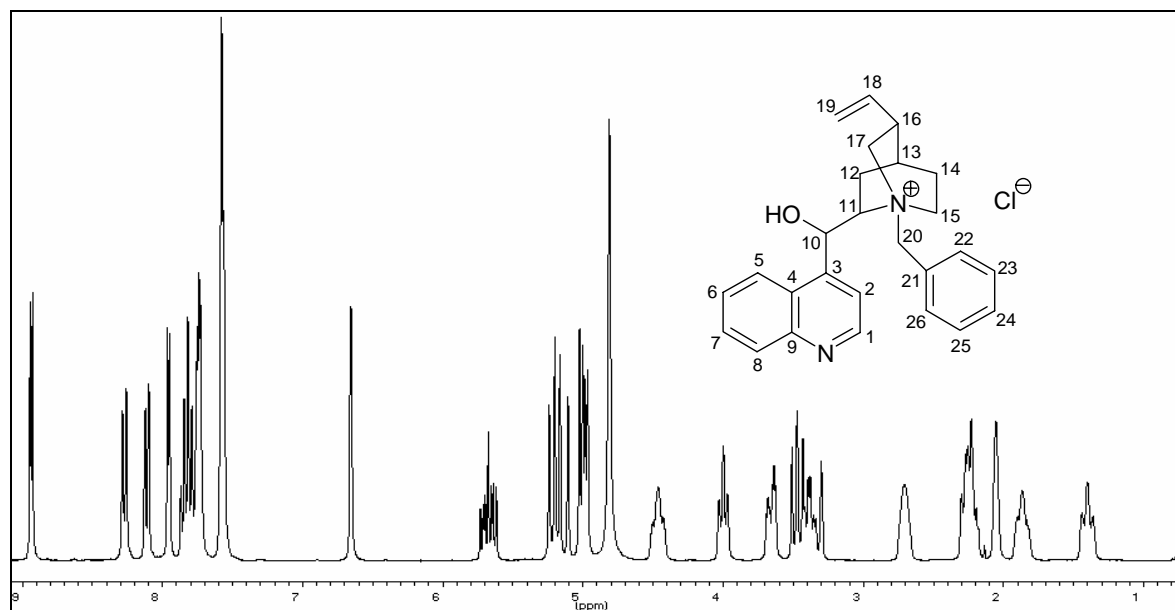
### Schwierigkeitsgrad

Leicht

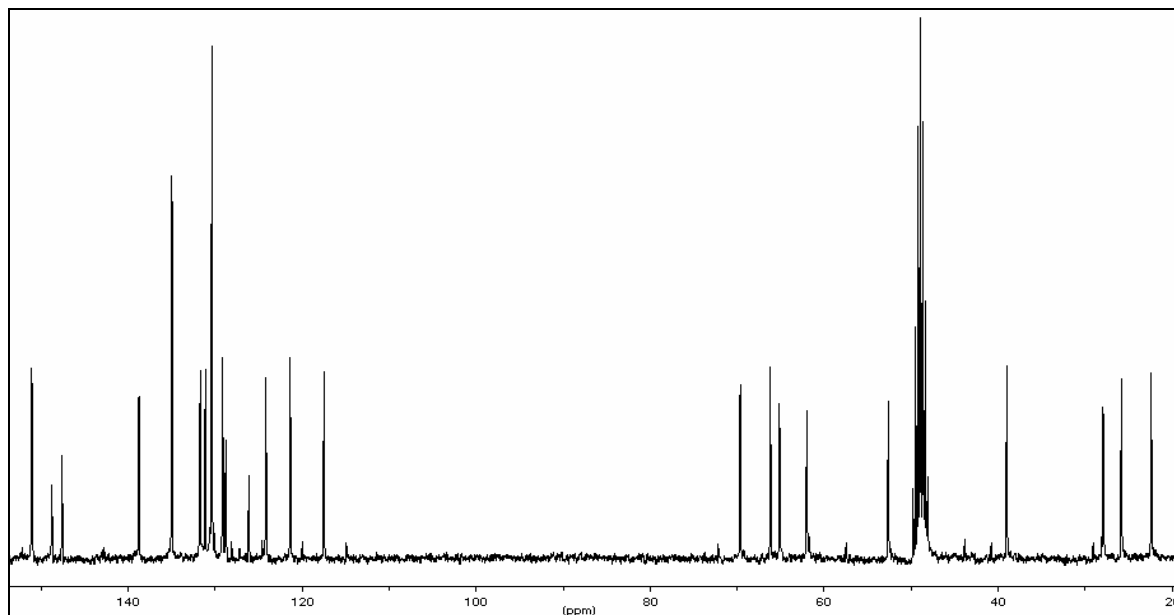
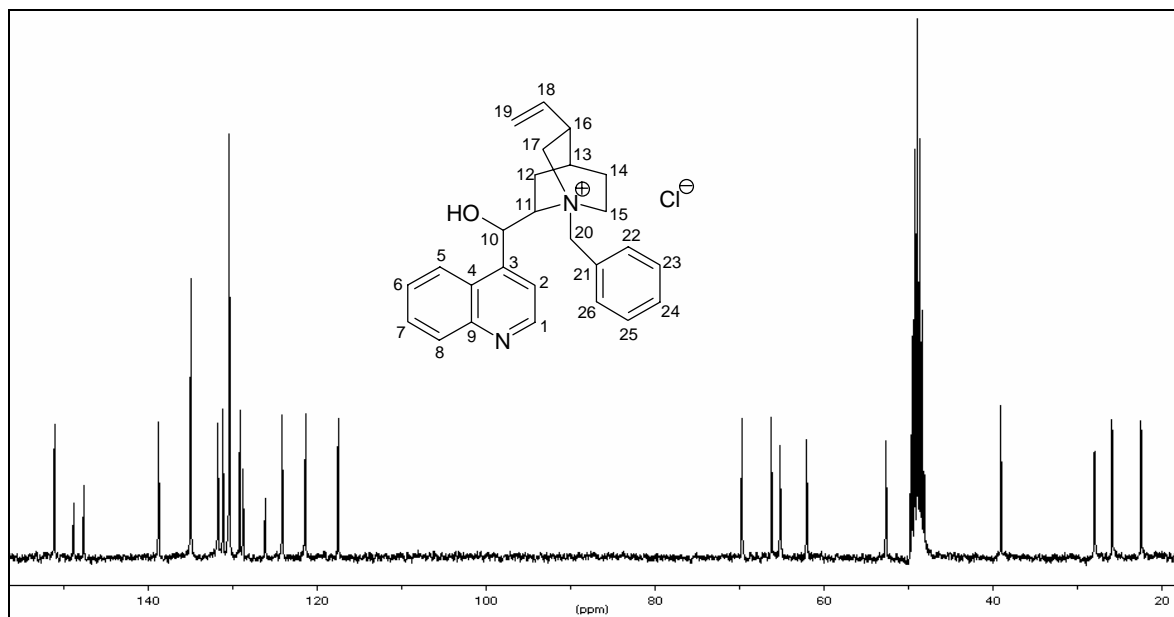
### Analytik

<sup>1</sup>H NMR-Spektrum vom Rohprodukt (300 MHz, MeOD)

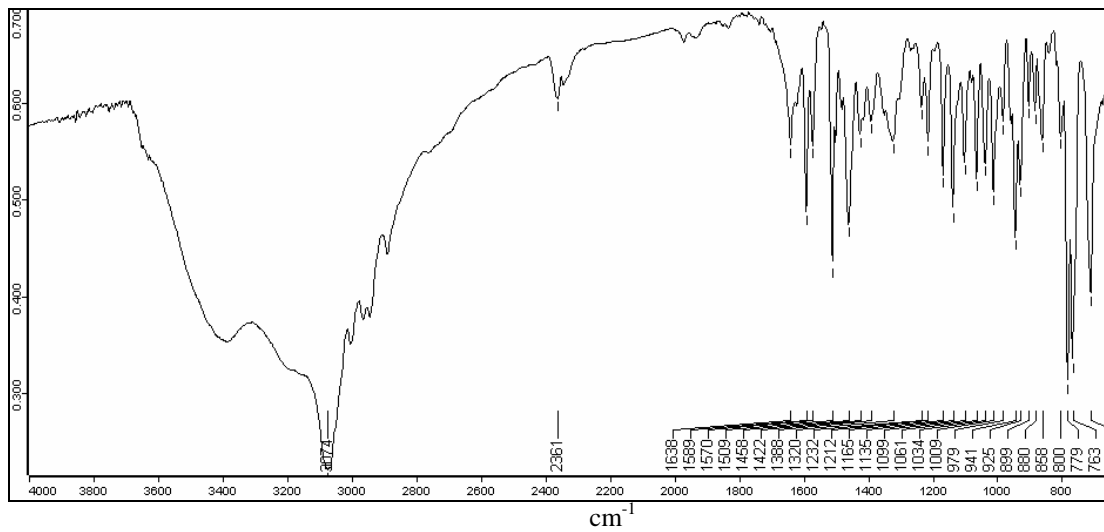


**<sup>1</sup>H NMR-Spektrum vom Reinprodukt (300 MHz, MeOD)**

$\delta$ (ppm)	Multiplizität	Anzahl H	Zuordnung
1.42	m	1	12-H
1.89	m	1	13-H
2.07	m	1	12-H
2.26	m	2	14-H
2.75	m	1	16-H
3.40	m	1	15-H
3.49	m	1	17-H
3.69	m	1	17-H
4.04	m	1	11-H
4.49	m	1	15-H
4.83	s	1	-OH
5.0	m	1	19-H
5.04	d	1	20-H
5.15	m	1	19-H
5.24	d	1	20-H
5.70	m	1	18-H
6.68	m	1	10-H
7.59	m	3	23-H, 24-H, 25-H
7.76	m	3	6-H, 22-H, 26-H
7.84	m	1	7-H
7.97	d	1	2-H
8.12	m	1	8-H
8.29	m	1	5-H
8.95	d	1	1-H

**$^{13}\text{C}$  NMR-Spektrum vom Rohprodukt (75.5 MHz, MEOD)** **$^{13}\text{C}$  NMR-Spektrum vom Reinprodukt (75.5 MHz, MeOD)**

$\delta = 151.0, 148.7, 147.6, 138.7, 134.9, 131.7, 131.1, 130.3, 129.1, 128.8, 126.1, 124.2, 121.4, 117.5, 69.7, 66.2, 65.2$  (C20), 62.0, 52.7, 39.1, 28.0, 25.9, 22.5, 47-50 (Lsgm.)

**IR-Spektrum vom Reinprodukt (KBr)**

Wellenzahl (cm <sup>-1</sup> )	Zuordnung
3600-2800	O-H-Valenz, H-Brücken, überlagert von C-H-Valenz
3075	C-H-Valenz, Aromat
1640	C=C-Valenz, Alken
1590, 1570, 1510	C=C-Valenz, Aromat