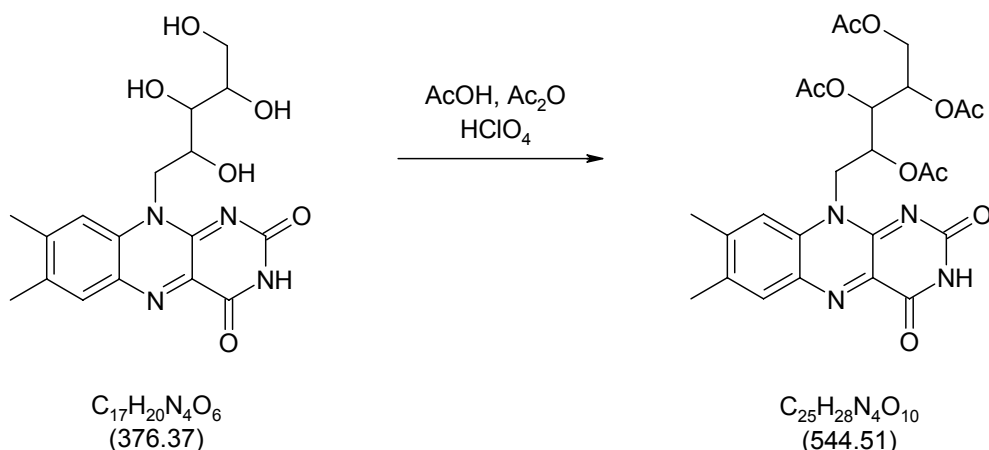


6021 Acetylierung von Riboflavin zu Riboflavintetraacetat



Klassifizierung

Reaktionstypen und Stoffklassen

Veresterung
Flavin, Ester

Arbeitsmethoden

Organische Synthese: Rühren mit Magnetrührer, Flüssig-flüssig-Extraktion (Scheidetrichter), Abfiltrieren

Versuchsvorschrift zur Synthese des Katalysators

Geräte

250 mL Rundkolben, Kühler, Magnetrührer, Magnetrührstab, Thermometer, Scheidetrichter, Büchnertrichter, Absaugflasche, Rotationsverdampfer, Wasserbad, Eisbad

Chemikalien

Riboflavin	1.0 g (2.7 mmol)
Essigsäure (Sdp. 118 °C)	40 mL
Essigsäureanhydrid (Sdp. 140 °C)	40 mL
Perchlorsäure (Spd. 203 °C)	0.2 mL
Essigsäureethylester (Sdp. 77 °C)	120 mL
Magnesiumsulfat (Trockenmittel)	ca. 5 g

Durchführung der Reaktion

In einem 250 mL Rundkolben wird 1.0 g Riboflavin (2.7 mmol) in 40 mL Essigsäure und 40 mL Essigsäureanhydrid suspendiert. Anschließend werden langsam 0.2 mL Perchlorsäure

zur gelben Suspension zugegeben. Dabei geht der Feststoff in Lösung und die Farbe verändert sich nach braun-grün. Der Reaktionsansatz wird für 60 min. bei 40 °C gerührt.

Aufarbeitung

Die entstehende gelbe Lösung wird in einem Eisbad gekühlt und mit 80 mL Wasser verdünnt. Die Lösung wird zweimal mit Essigsäureethylester (je 60 mL) extrahiert. Die gesammelten organischen Phasen werden mit 30 mL Wasser gewaschen, anschließend über Magnesiumsulfat getrocknet und über einen Büchnertrichter abgesaugt. Nach Entfernung des Lösungsmittels im Vakuum wird ein gelber Feststoff erhalten, der ohne weitere Reinigung verwendet werden kann.

Ausbeute: 1.47 g (2.7 mmol, 100 %)

Abfallbehandlung

Entsorgung

Abfall	Entsorgung
Wässrige Phasen	Lösungsmittel-Wasser-Gemische, halogenhaltig
Essigsäureethylester	Lösungsmittel, halogenfrei

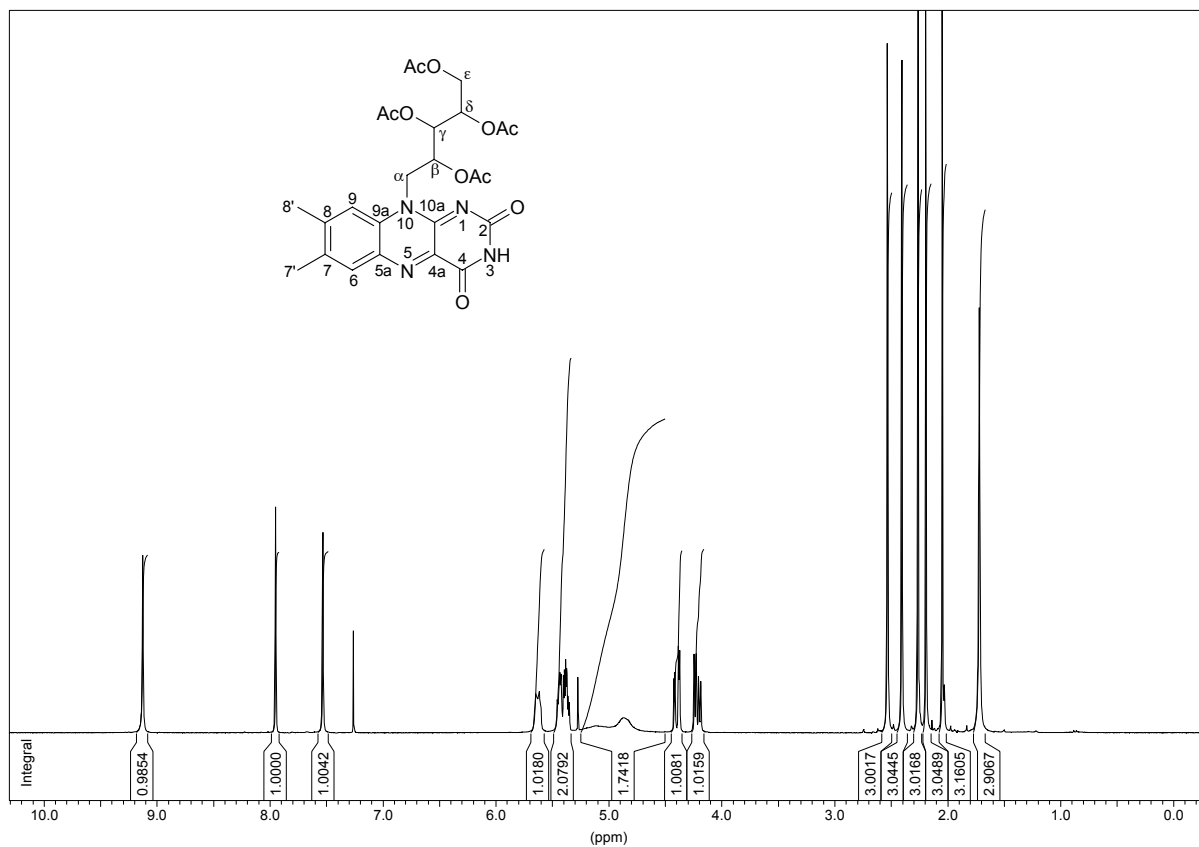
Zeitbedarf

2.5 Stunden

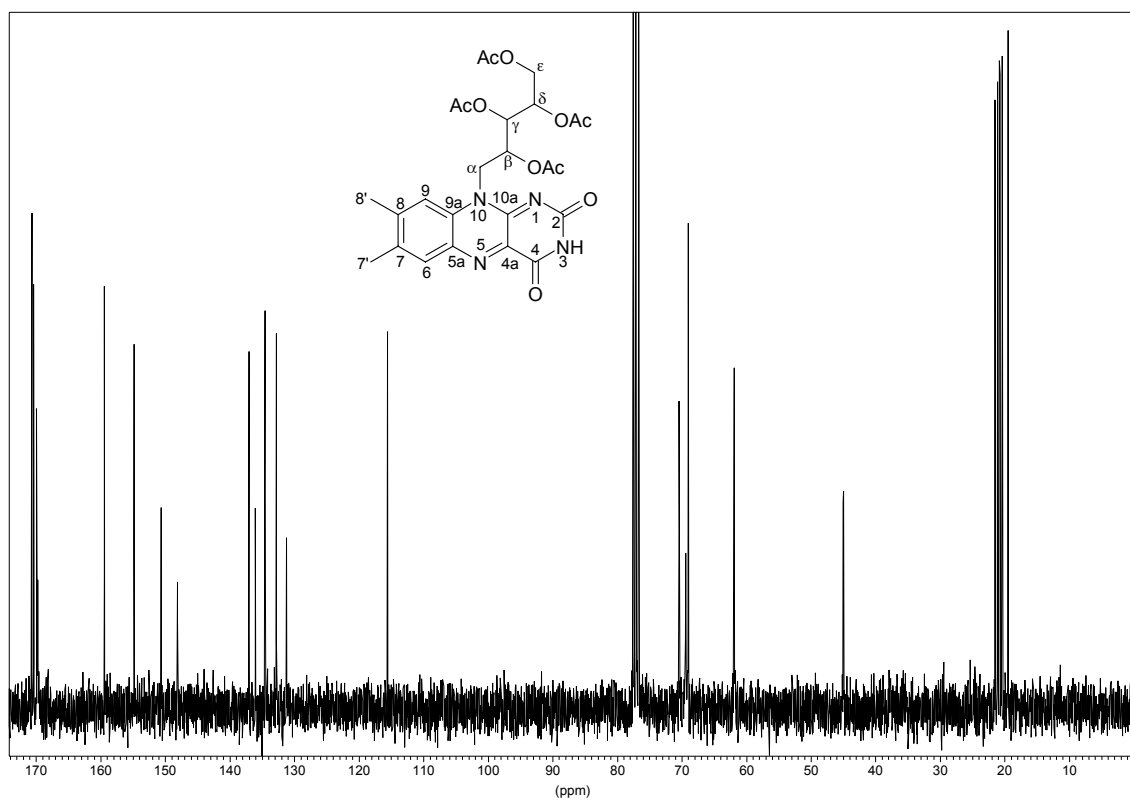
Schwierigkeitsgrad

Leicht

Analytik

¹H NMR-Spektrum vom Produkt (300 MHz, CDCl₃)

δ (ppm)	Multiplizität	Anzahl H	Zuordnung
1.59	br s	3	Ac-CH ₃
2.01	s	3	
2.19	s	3	
2.20	s	3	
2.40	s	3	Ar-CH ₃ (H-7', H-8')
2.53	s	3	
4.18-4.24	m	1	Ribityl-H (α , β , γ , δ , ϵ)
4.38	dd	1	
4.86	m	2	
5.34-5.45	m	2	
5.62	br d	1	
7.53	s	1	Ar-H (H-6, H-9)
7.95	s	1	
9.12	s	1	NH

^{13}C NMR-Spektrum vom Produkt (75 MHz, CDCl_3)

δ (ppm)	Zuordnung	δ (ppm)	Zuordnung
19.5	Ac- CH_3	134.6	C-5a
20.4		136.0	C-4a
20.7		137.0	C-7
20.8		148.1	C-8
21.0	C-7', C-8'	150.6	C-10a
21.5		154.8	C-2
45.0	Ribityl-C (α , β , γ , δ , ϵ)	159.4	C-4
61.9		169.8	CO
69.0		169.9	
69.4		170.0	
70.4		170.4	
115.6	C-9	170.7	
131.2	C-6	170.8	
132.8	C-9a		