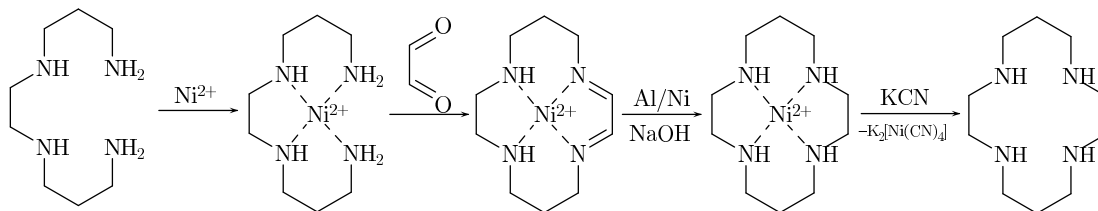


Teória



Cyclam bol pripravený templátovou syntézou z 3,2,3-amínu a glyoxalu, vzniknutá dvojité väzba bola redukovaná Raneyovým niklom a nikel bol následne z komplexu extrahovaný kyanidom. Cyclam je rozpustný v chloroforme, ale takmer nerozpustný v acetonitrile, čo umožňuje jeho izoláciu od vedľajších produktov (napr. polymérov) v čistom stave. Teoretický výťažok:

$$m_{\text{teor}} = n \cdot M = 0,115 \cdot 200,3 = 23,03 \text{ g}$$

Čistotu produktu som overil ^1H NMR spektrom.

Chemikálie

N,N'-bis(3-aminopropyl)etyléndiamín (3,2,3-amín; $M = 174,3 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$)

glyoxalhydrát-trimér ($M = 210,1 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$)

$\text{NiCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ($M = 237,7 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$), NaOH p.a., Raneyov nikel (prášok), KCN p.a.
chloroform p.a., acetonitril p.a.

Aparatúra

magnetická miešačka s miešadlom, ľadový kúpeľ, rotačná vákuová odparka, membránová výveva, 2 l, 1 l a 100 ml kadička, 250 ml Erlenmayerova banka, 2 l a 250 ml zábrusová banka s okrúhlym dnom, 2 l oddeľovací lievnik, spätný chladič NZ 29, 2 l topné hniezdo, 250 ml odmerný valec, frity S2 a S3

Pracovný postup

Reakcia 3,2,3-amínu s Ni^{2+} glyoxalom

Do 250 ml Erlenmayerovej banky som odvážil 12 g glyoxalhydrát-triméru (171 mmol glyoxalu) a rozpustil v 120 ml vody pri 70°C . Do 2 litrovej kadičky som odvážil 20 g 3,2,3-amínu (115 mmol) a pridal 500 ml vody. V malom množstve vody som rozpustil 27,3 g $\text{NiCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (115 mmol) a za miešania pridal k roztoku 3,2,3-amínu. Kadičku som vložil do kúpeľa ľad-soľ, vložil magnetické miešadlo a ochladil na 3°C . Pri $2-4^\circ\text{C}$ a za intenzívneho miešania som Pasteurovou pipetou prikvapkal roztok glyoxalu, čo trvalo asi pol hodinu. Reakčnú zmes žltohnedej farby som miešal cez noc pri laboratónej teplote.

Príprava komplexu Ni-cyclam

Do miešanej reakčnej zmesi som pridal 500 ml 2M roztoku NaOH (pripravený z 40 g NaOH) a postupne 25 g Raneyovho niklu. Zmes som nechal miešať cez noc a potom som ju odsal do 2 l zábrusovej banky s okrúhlym dnom cez fritu S2, na ktorej bola vytvorená asi 5 mm

vrstva z filtračného papiera predtým rozmočeného vo vode na hustú kašu. Po spomalení filtrácie na asi na 1 kvapku za 5 sekúnd som vyčistil fritu a pokryl novou vrstvou papiera, čo som potom ešte raz zopakoval. Získal som tmavofialový roztok.

Izolácia cyclamu

Pridal som 50 g KCN, zamiešal a nechal stáť cez noc. Potom som nasadil spätný chladič a roztok 3 h refluxoval na topnom hniezde. Po ochladení som extrahoval cyclam 2×125 ml a 3×250 ml dávkami chloroformu v 2 l oddeľovacom lieviku. K organickej fáze v 1 l kadičke som na dosušenie pridal 15 g bezvodého Na₂SO₄ a miešal 30 minút na magnetickej miešačke. Roztok som postupne odparil v 250 ml zábrusovej banke s okrúhlym dnom na rotačnej vákuovej odparke do konzistencie hustej kaše (asi 50 ml). Pridal som 200 ml acetonitrilu, zamiešal a nechal stáť cez noc. Vylúčený produkt som odsal na frite S3 a premyl 2×30 ml acetonitrilu, sušil prúdom vzduchu asi 10 minút a potom v kadičke vo vákuovom exsikátore nad KOH cez noc. Výťažok bol 6,02 g (26,1 % teórie).

Charakterizácia

¹H NMR (300 MHz) v CDCl₃:

δ [ppm]: 1.70 (4H, m, CH₂), 2.12 (4H, s, NH₂), 2.66 (8H, s, CH₂), 2.73 (8H, t, CH₂, ³J_{HH} = 5.4 Hz)

CH₂ skupiny v poradí: stredová v C₃ mostíku, C₂ mostík, krajná v C₃ mostíku

Záver

Bol získaný čistý produkt, ale v malom výťažku. Problém môže byť v niektorej z východzích chemikálií. Na konci druhého kroku bol totiž získaný tmavofialový roztok namiesto oranžového.

Literatúra

[1] Laboratórne poznámky doc. Petra Hermanna