

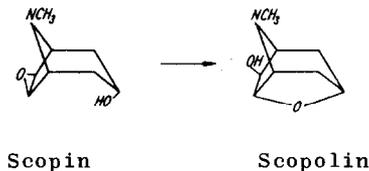
DIE DARSTELLUNG VON SCOPIN AUS SCOPOLAMIN

G. Werner und K.-H. Schmidt

Max-Planck-Institut für Hirnforschung, Arbeitsgruppe
Neurochemie, Frankfurt/M.-Niederrad, Deutschordenstr. 46

(Received 10 December 1966)

Scopin verwandelt sich beim Erhitzen sowie unter der Einwirkung von Säuren oder Alkalien in das isomere Scopolin.



Die Reindarstellung des Scopins aus Scopolamin durch saure oder alkalische Hydrolyse stösst somit auf Schwierigkeiten.

Wir haben deshalb früher Scopolamin (^{14}C -markiert) mit (-)-Hyoscyaminacyl-hydrolase-haltigem Kaninchenserum ¹⁾ fermentativ bei pH 7 verseift und so Scopin gewinnen können. Willstätter und Berner ²⁾ benutzten zur Hydrolyse des Scopolamins ein Gemisch von $2\text{ n NH}_4\text{Cl} + \text{n}/2\text{ NH}_3$ und erhielten nach 9 Tagen Einwirkungszeit bei 30°C Scopin.

Mit nachfolgend beschriebener Methode liess sich in ca. 100 mal kürzerer Zeit in einfacher Weise Scopin darstellen:

Zu einer Lösung von 2 g Scopolamin·HBr in 300 ccm H_2O werden 5 g $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ (gelöst in 600 ccm H_2O) gegeben und die Mischung (ca. pH 12) 140 Min. bei 23°C gerührt. Anschliessend wird das $\text{Ba}(\text{OH})_2$ durch Einleiten von CO_2 oder Zugabe von fester Kohlensäure als Karbonat gefällt, dieses durch Zentrifugation, gegebenenfalls Ultrafiltration abgetrennt und die restliche Lösung auf 100 ccm eingeengt. Nach Zugabe von 40 g K_2CO_3 extrahiert man 4mal mit je 100 ccm peroxydfreiem Äther. Nach Trocknung des Extraktes mit Na_2SO_4

dampft man zur Trockne und erhält ein schwach gelbliches Öl. Mittels Dünnschichtchromatographie (Laufmittel: Methylacetat/Isopropanol/NH₃=45:35:15 Vol.) lassen sich darin neben hauptsächlich Scopin geringe Mengen von Scopolin und Scopolamin nachweisen. Nach mehrmaliger Extraktion des öligen, teilweise kristallisierten Gemisches mit siedendem Petroläther (K_p 30-40°C), erhält man 340 mg kristallisiertes Scopin (42% d. Th.) vom Smp. 75-76°C.

C ₈	H ₁₃	N	O ₂	(155,19)	Ber.	C	61.9	H	8.45	N	9.0
					Gef.		61.75		8.06		9.01

LITERATUR

- 1) H.-L. SCHMIDT, G. WERNER u. G. KUMPE, Liebigs Ann. Chem. 688, 228 (1965).
- 2) R. WILLSTÄTTER u. E. BERNER, Chem. Ber. 56, 1079 (1923).