

Die polytope Markierung von Mezcalin und von 2.3.4-Trimethoxy- β -phenäthylamin mit Tritium

(eingegangen am 22. Oktober 1965)

Für die Markierung von Mezcalin (3.4.5-Trimethoxy- β -phenäthylamin) und von 2.3.4-Trimethoxy- β -phenäthylamin mit Tritium schien uns die von YAVORSKY und GORIN ⁽¹⁾ eingeführte Austauschreaktion besonders geeignet, weil von den drei Methoxylgruppen eine kationoide Substitution begünstigt wird. Allerdings war die partielle Abspaltung der labilen Methoxylgruppen in diesen beiden Substanzen zu erwarten.

Eine Mischung von 0,5 ml Tritiumwasser (5000 mC/ml) und 1,3 g P_2O_5 , die bei Raumtemperatur mit BF_3 gesättigt worden war, wurde mit 450 mg Mezcalinsulfat 60 Stdn. lang bei 25° geschüttelt. Dann verdünnten wir den Reaktionsansatz mit 25 ml Wasser, versetzten ihn mit einer Lösung von 25 g K_2CO_3 in 30 ml Wasser und extrahierten die Mezcalinbase mit 3×100 ml Äthylacetat. Durch ätherische HCl wandelten wir die Base in das Hydrochlorid um und reinigten dieses durch Kristallisieren aus Alkohol-Äthylacetat. Das Produkt wanderte auf dem Dünnschicht-Chromatogramm (250 μ Kieselgel G-Schicht, n-Butanol + Eisessig + Wasser = 4 + 1 + 5) einheitlich.

Ausbeute : 165 mg Mezcalin $\cdot$ HCl (41,2 % d.Th.) mit einer Aktivität von 68 mC/mMol.

In analoger Weise setzten wir 250 mg 2.3.4-Trimethoxy- β -phenäthylamin $\cdot$ HCl um, jedoch wurde Tritiumwasser einer Aktivität von nur 200 mC/ml verwendet.

Ausbeute : 130 mg 2.3.4-Trimethoxy- β -phenäthylamin $\cdot$ HCl (52 % d.Th.) mit einer Aktivität von 2 mC/mMol.

Die Beobachtung von YAVORSKY und GORIN ⁽¹⁾, daß im wesentlichen nur aromatisch-gebundener Wasserstoff gegen Tritium mit dem $TH_2PO_4 \cdot BF_3$ -Komplex austauschbar ist, bestätigte sich bei dem Versuch, mit der gleichen Methode Tropin (3 α -Tropanol) polytop zu markieren. Das Tropin, das wir aus dem schwach aktiven Reaktionsprodukt (0,03 mC/mg) unter den geschilderten Bedingungen (mit Tritiumwasser der Aktivität 200 mC/ml) erhielten, erwies sich als nahezu frei von Tritium. Die geringe Aktivität entsprach hauptsächlich einer mit DRAGENDORFF-Reagens ⁽²⁾ anfärbbaren Verunreinigung, die

vom Tropin durch Dünnschichtchromatographie (250 μ Kieselgel G — Schicht, Propanol-(2) + Methylacetat + konz. Ammoniak = 45 + 35 + 15) abgetrennt werden konnte.

N. SEILER

G. WERNER

K.-H. SCHMIDT

Max-Planck-Institut für Hirnforschung, Arbeitsgruppe Neurochemie,
Frankfurt/Main, Deutschordenstrasse 46, Deutschland.

LITERATURVERZEICHNIS

1. YAVORSKY, P. M. and GORIN, E. — *J. Amer. chem. Soc.*, **84** : 1071 (1962).
2. HAJI, I. M. und MACEK, K. — Handbuch der Papierchromatographie, Bd. I, S. 758, Gustav Fischer Verlag, Jena (1958).