

LSD, eine chemische Substanz

Quelle: Informationsreihe Drogen: "LSD"

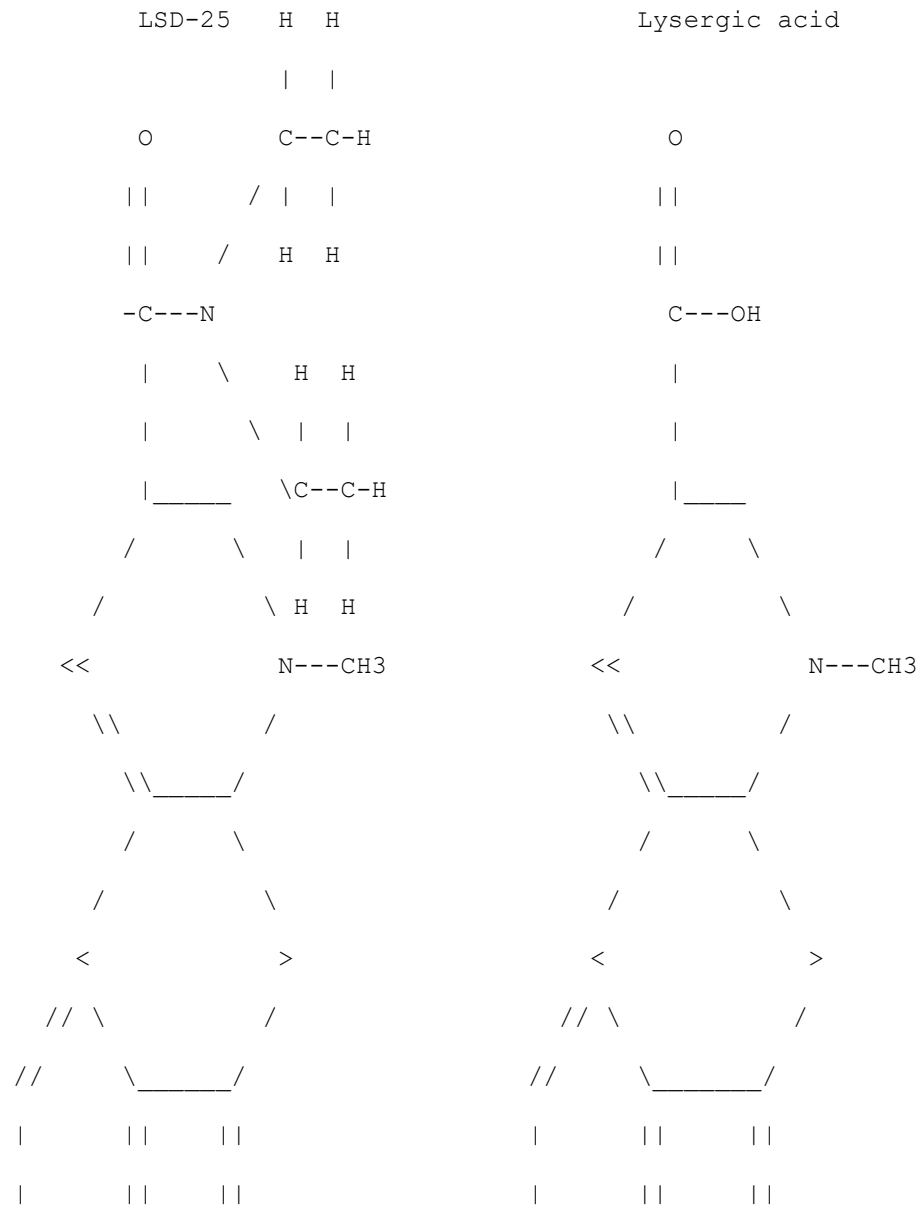
FIDO-Net: drogen.de

Brockhaus Biologie

Psychedelic Guide to the Preparation of the Eucharist

Wie alle Dokumente dieser Veröffentlichung soll auch dieses und die zugehörigen Dokumente nicht zu einer strafbaren Handlung oder einer mißbräuchlichen Verwendung irgendwelcher Substanzen aufrufen oder verleiten. Es soll lediglich Informationen bereitstellen, die gewöhnlicherweise in solcher Zusammenstellung nur schwer zugänglich sind. Die Nutzung dieser Informationen liegt außerhalb des Einflußbereiches des Autors der Webseiten.

LSD, oder richtiger LSD-25 wurde zum ersten mal 1938 aus dem natürlich im [Mutterkorn](#) vorkommenden Alkaloid hergestellt wurde. Ausgesprochen ist LSD-25 Lysergsäurediäthylamid mit folgender Struktur:





Links sehen wir also LSD-25 und rechts Lysergsäure, das Ausgangsprodukt der LSD-25. Lysergsäure wird aus dem **Mutterkorn**, einem Pilz der des öfteren auf Getreidekörnern vorkommt, gewonnen.

Doch LSD-25 ist nur eine Substanz aus einer sehr großen Gruppe von Chemikalien, von denen einige psychoaktiv wirken, den Lysergsäureamiden. Die wohl populärste Pflanze mit einem solchen Inhaltsstoff sind wohl die amerikanische **Morning Glory**, oder Himmelblaue Trichterwinde (*Ipomoea violacea*) und die **Baby Hawaiian Woodrose** (*Argyrea nervosa*), letztere enthält pro Samenkapsel 4 Samen, die eine normale Dosis darstellen. Diese Samen haben auch ein weißes Häutchen, welches vor dem Zermahlen für den Verzehr zu entfernen ist, da sich darin eine strychninartige Substanz befinden soll, die unangenehme Nebeneffekte erzeugt. Doch zurück zur Substanz selbst: LSD ist von der Struktur her sehr ähnlich den anderen Psychedelika, mit Ausnahme von **Meskalin** und den Cannabinolen. Es hat eine Indolstruktur, also eine Struktur, die der des Serotonins sehr ähnlich ist. Serotonin wird als wichtiger Überträgerstoff von Reizen zwischen bestimmten Synapsen erachtet. Da man die Struktur und die Zusammensetzung des LSD kennt, hat man sich auch nicht gescheut dieses vollsynthetisch herzustellen, und mögliche Abwandlungen vorzunehmen. Dies brachte eine ganze Reihe von Lysergsäureamiden hervor, die auch erforscht wurden. Viele davon sind psychedelisch inaktiv, andere entfalten verschiedene Formen und Grade einer Aktivität, jedoch ist keine dieser Substanzen so wirkungsvoll wie das LSD-25.

Der Brockhaus Biologie schreibt folgendes zu den Mutterkornalkaloiden:

Mutterkornalkaloide, Klavizepsalkaloide, Ergotalkaloide, Ergolinalkaloide, eine Gruppe von Alkaloiden des Indoltyps, die sich im **Mutterkorn**, den Sklerotien (1 bis 3 cm lange, dunkelviolette Körner in Getreideähren) des Mutterkornpilzes, *Claviceps purpureae*, und in denen weiterer Spezies findet.

Mutterkornalkaloide wurden auch in verschiedenen Windengewächsen (*Ipomea*) nachgewiesen. Charakteristischer Bestandteil der Mutterkornalkaloide ist die *Lysergsäure*, die mit verschiedenen Aminen oder zyklischen Tripeptiden (Zyklolstrukturen) verknüpft ist (Mutterkornalkaloid vom Peptidtyp). Zu den Hauptvertretern gehören z.B. *Agro-* und *Elymoklavin*. Die meisten Mutterkornalkaloide sind physiologisch hoch wirksam und verursachen Uteruskontraktion, Gefäßverengung und Dämpfung der vegetativen Nervensystems. Gegenwärtig wird ein Teil der Mutterkornalkaloide bereits durch Fermentation erzeugt. Lit.: E. Mühle und K. Breuel: Das Mutterkorn (Wittenberg 1977).



Späteres Stadium (x 4)

Da jetzt einiges über die Struktur und die chemischen Eigenschaften des LSD-25 berichtet wurde, sollte es nun an der Zeit sein, mal den Herstellungsprozess des LSD-25 zu umreißen. Zu diesem Zwecke ist eine vollständige Darstellung einer LSD-25 Synthese angebracht:

LSD-25 Synthese

Zusammenstellung der Synthesemethoden

Startmaterial kann jedes Lysergsäurederivat, z.B. aus dem [Mutterkorn](#) oder der Morning Glory gewonnen, sowie synthetisch hergestellt, sein. Das Syntheseverfahren #1 nutzt jedes Lysergsäureamid, oder reine Lysergsäure als Ausgangsmaterial. Die Varianten #2 und #3 nutzen nur Lysergsäure, die wie folgt aus den Amiden gewonnen werden muß, wenn keine Lysergsäure vorhanden ist.

Die Lysergsäuresynthese

10g Lysergsäureamid aus jedweder natürlichen Quelle wird in 200ml Methanol - KOH Lösung aufgelöst. Das Methanol wird dann sofort unter Vakuum entfernt. Das was dann übrig bleibt wird mit einer 8% KOH enthaltenden Wasserlösung vermischt und eine Stunde lang in einem Dampfbad erhitzt. Ein Stickstoffgasstrom wird während des Erhitzens durch das Reaktionsgefäß geleitet, wobei das entstehende NH₃, der Reaktion folgend, zu HCl titriert. Die resultierende alkalische Lösung wird, mit Congo-Rot als Indikator, durch Weinsäure neutralisiert, gefiltert, durch extraktion mit Ether gesäubert und die verbleibende wässrige Lösung erneut gefiltert und dann verdunstet. Das ganze mit MeOH vermischen, um den größten Teil der Indikatorfarbe aus den Lysergsäurekristallen zu ziehen. Die Lichtverhältnisse sollten so wie in einer fotografischen Dunkelkammer sein. Benutzt werden photographische rote und gelbe Sicherheitslampen, da Lysergsäurederivate unter Lichteinwirkung zerfallen. Es ist unbedingt nötig, daß während der gesamten Arbeit Gummihandschuhe getragen werden, da die verwendeten Alkaloide sehr giftig sind. Ein Fön (Haartrockner) oder etwas vergleichbares sollte vorhanden sein, damit Produktionsschritte, welche eine Verdunstung verlangen, schneller ablaufen können.

Synthesemethode #1

Schritt I, es ist gelbes Licht zu nutzen: Man schütte einen Teil pulverisierte Mutterkornalkaloide in einen kleinen Erlenmeyerkolben und gibt dazu zwei Teile anhydrierten Hydrazins (original: anhydrous hydrazine, sollte das falsche Mittel genommen werden, so kann das ganze zu einer sehr explosiven Angelegenheit werden). Eine alternative Prozedur verwendet eine dicht verschlossene Röhre, in der die Reagentien auf 112 °C erhitzt werden. Die vorhin genannte Mixtur wird 30 Minuten lang erhitzt. Nun werden 1.5 Teile Wasser hinzugegeben und das ganze 15 Minuten lang gekocht. Während des Abkühlens im Gefrierschrank (oder Kühlschranks) kristallisiert Isolysergsäurehydrazid aus.

Schritt II, es wird rotes Licht genutzt: Alle Reagentien sollen kühl sein, es ist alles in Eis aufzubewahren. Löse 2.82 g Hydrazin sehr schnell in 100 ml 0.1 N eis-kalter HCl wobei ein Eisbad genutzt wird, um das Reaktionsgefäß auf 0 °C zu halten. 100 ml eis-kalter 0.1 N NaNO₂ wird noch hinzugetan und nach 2 bis 3 Minuten kräftigen Rührens werden weitere 130 ml HCl tropfenweise unter kräftigem Rühren in einem Eisbade hinzugefügt. Nach weiteren 5 Minuten ist die Lösung mit gesättigter NaHCO₃ Lösung zu neutralisieren und mit ether zu extrahieren. Entferne die wässrige Lösung und versuche die gummiartige Substanz in Ether zu lösen. Die Etherlösung wird durch Zugabe von 3 g Diethylamin auf 300 ml Etherextrakt geregelt. Laß sich das Ganze im Dunkeln über 24 Stunden langsam auf 20 °C erwärmen. Das ganze dann noch im Vakuum trocknen (verdunstung durch Unterdruck, also keine Wärme nötig) und fahre wie im Abschnitt über die Reinigung bei der Umwandlung von Isolysergamiden zu Lysergsäureamiden beschrieben fort.

Synthesemethode #2

Schritt I, es wird gelbes Licht genutzt: 5.36 g d-Lysergsäure werden mit 125 ml Azetonitril vermischt und die Suspension auf unter -20 °C in einem Bad aus Azeton gekühlt mit Trockeneis abgekühlt. Zu dieser Suspension wird eine kalte (-20 °C) Lösung aus 8.82 g "Trifluoroacetic anhydride" in 75 ml Acetonitrile. Diese Mixtur soll bei -20 °C für über 1.5 Stunden in denen sich die Suspensionsmaterialien auflösen, und die d-Lysergsäure sich zu einem vermischten Anhydrid der Lyserg- und Trifluoroacetic Säure konvertiert. Das vermischte Anhydrid kann in Form eines Öles durch Verdunstung des Lösungsmittels im Vacuum bei einer Temperatur unterhalb 0°C separiert werden, doch dies ist nicht nötig.

Alles muß wasserfrei bleiben.

Schritt II, es wird gelbes Licht genutzt: Die Lösung aus vermischten Anhydriden in Acetonitril aus Schritt I wird zu 150 ml einer zweiten Lösung aus Acetonitril und 7.6 g Diethylamin gegeben. Diese Mixtur wird bei Raumtemperatur für etwas über 2 Stunden dunkel gestellt. Das Acetonitril wird im Vacuum verdunstet, was einen Rückstand aus LSD-25 und einige Unreinheiten hinterläßt. Dieser Rückstand wird in 150 ml Chloroform und 20 ml Eiswasser aufgelöst. Die Chloroformschicht wird entfernt, und die Wasserschicht wird mit einigen Teilen des Chloroforms extrahiert. Die Chloroformanteile werden zusammengefasst und der Reihe nach mit vier 50 ml Portionen eiskalten Wassers gewaschen. Die Chloroformlösung wird dann über anhydriertem Na₂SO₄ getrocknet und im Vacuum verdunstet.

Synthesemethode #3

Diese Prozedur bringt gute Ergebnisse und ist sehr schnell, wobei jedoch auch ein wenig Isolysergsäure erzeugt wird, deren Effekte leicht unangenehm sind. Wie dem auch sei, die Massenverhältnisse Ausgangsstoffe müssen exakt eingehalten werden, oder die Ausbeute wird gegen Null sinken.

Schritt I, man arbeitet bei weißem Licht: Schwefeltrioxid wird in einem trockenen Verfahren hergestellt indem man wasserfreies Eisensulfat sorgfältig bei ungefähr 480 °C umwandelt. Es extrem trocken gelagert.

Schritt II, man arbeitet bei weißem Licht: Eine sorgfältig getrocknete 22 Liter Rundbodenflasche, die in ein Eisbad gebracht wird und mit einer Kondensationsspirale, einem Abtropftrichter und einem mechanischen Rührer ausgestattet ist, wird mit 10 bis 11 Litern Dimethylformamid (Unter Vakuum frisch destilliert) gefüllt. Die Kondensationsspirale und der Abtropftrichter sind gegen Luftfeuchtigkeit geschützt anzubringen. 2 lb Schwefeltrioxid (sulfur trioxide (Sulfan B)) werden unter sehr vorsichtigem Rühren über 4 bis 5 Stunden verteilt tropfenweise hinzugegeben. Die Temperatur wird während der Hinzugabe bei 0 bis 5 °C gehalten. Wenn die Hinzugabe vollständig ist, so wird noch 1 bis 2 Stunden gerührt bis die möglicherweise vorhandenen kristallinen Schwefeltrioxid-dimethylformamid Komplexe aufgelöst sind. Das Reagenz wird in eine luftdichte Automatikpipette verbracht, um es später besser handhaben zu können. Es wird an einen kalten Platz (Kühlschrank, Gefrierfach,...) gestellt. Obwohl das Reagenz, das gewöhnlich farblos ist, seine Farbe von Gelb bis Rot ändern kann sollte seine Wirksamkeit drei bis vier Monate nicht beeinträchtigt werden, solange es an einem kalten Orte verwahrt wird. Ein ?? (aliquot) wird in Wasser aufgelöst und mit normalem NaOH (Standard) auf einen Phenolphthalein Endstatus titriert.

Schritt III, man arbeitet bei rotem Licht: Eine Lösung aus 7.15g d-Lysergsäuremonohydrat (25 mmol) und 1.06g Lithiumhydroxidhydrat (25 mmol) in 200 ml MeOH wird erzeugt. Das Lösungsmittel wird über einem Dampfbad unter reduziertem Druck herausdestilliert. Der Rückstand aus glasähnlichem Lithiumlysergat wird in 400 ml dehydriertem Dimethylformamid gelöst. Aus dieser Lösung werden etwas mehr als 200 ml des Dimethylformamides bei 15 ml Druck durch eine 12 Zoll Destillationsspirale herausdestilliert. Die übrigbleibende dehydrierte Lösung Lithiumlysergat wird unter Rühren auf 0 °C gekühlt und wird dann schlagartig mit 500 ml der SO₃-DMF Lösung (1.00 molar) behandelt (Schwefeltrioxid-dimethylformamid). Die Mixtur wird in der Kälte 10 Minuten gerührt und dann werden ihr 9.14g (125.0 mmol) Diethylamin zugegeben. Das Rühren und Kühlen wird noch weitere 10 Minuten weitergeführt, während 400 ml Wasser hinzugegeben werden um den Reaktionskomplex zu zerlegen. Nach gründlicher Vermischung werden 200 ml gesättigter Salzlösung hinzugegeben. Das Amideprodukt wird durch wiederholte Extraktion mit 500ml großen Portionen von Ethylendichlorid isoliert. Das kombinierte Extract wird dann unter verringertem Druck zu einem Sirup getrocknet. Auf keinen Fall den Sirup während des Anreicherungsprozesses erhitzen. Das LSD kann auskristallisieren, doch die Kristalle und die Mutterflüssigkeit können chromatografisch getrennt werden, wie es im Abschnitt über die Reinheitserhöhung beschrieben wird.

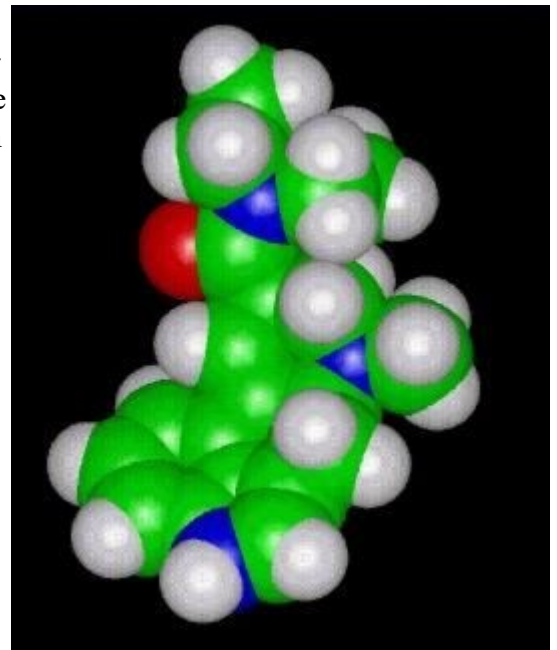
Reinigung (Reinheitserhöhung) des LSD 25

Das Material, welches bei den obigen Verfahren erzeugt wird, enthält sowohl Lysergsäure, als auch

Isolysergsäureamide. Synthesemethode #1 enthält das meiste Isolysergdiethylamid und muß erst umgewandelt werden bevor es separiert werden kann. Für diese Material muß erst Schritt II dieses Abschnittes abgearbeitet werden.

Schritt I, es wird in einer Dunkelkammer unter

langwelligem UV-Licht gearbeitet: Das Material wird in einer 3:1 Mischung auf Benzen und Chloroform aufgelöst. Belege die Chromatographieplatte mit einer einem Gemisch aus basischem Aluminium und Benzen, so daß eine 1 Zoll breite Platte 6 Zoll lang ist. Leite die Lösung sorgfältig an das obere Ende der Aluminiumplatte und füge einen ??? (aliquot) der LSD-Lösungsmittel Lösung, die 50 ml des Lösungsmittels und 1 g LSD enthält hinzu. Laß dies über die Chromatographieplatte laufen und folge dem schnellsten sich bewegenden Chromatographieband. Nachdem es sich gesammelt hat wird das verbleibende Material von der Chromatographieplatte entfernt, indem diese mit MeOH gewaschen wird. Nutze das UV-Licht sparsam, um die Zerstörung der Chemikalien weitgehend zu verhindern. Trockne die zweite Abteilung durch Verdunstung im Vakuum und leg sie für Schritt zwei beiseite. Die Abteilung (Fraction), welche das pure LSD enthält wird in Vakuum konzentriert, der Sirup wird langsam kristallisieren. Dieses Material könnte durch Weinsäure zum Tartrat konvertiert werden, das LSD-tartrat kristallisiert günstig. MP 190-196 °C.



Schritt II, es wird rotes Licht genutzt: Löse den Rückstand, der von der Platte durch das Methanol getrennt wurde in einer minimalen Menge Alkohol auf. Tue das doppelte Volumen an 4 N alkoholischer KOH Lösung hinzu und laß die Mixtur für einige Stunden bei Raumtemperatur stehen. Neutralisiere das ganze mit verdünntem HCl (Salzsäure), mache es etwas basisch mit NH₄OH und extrahiere mit Chloroform oder Ethylendichlorid wie in Synthesemethode #1 or #2. Verdunste das Lösungsmittel unter Vacuum und chromatographiere es wie in Schritt I.

Denke daran: Lysergsäurebestandteile sind Instabil unter Einwirkung von Hitze, Licht und Sauerstoff. Es kann helfen ein wenig Ascorbinsäure als Antioxidationsmittel beizufügen, während man den Behälter dicht geschlossen, dunkel (lichtundurchlässig z.B. durch Aluminiumfolie), und im Gefrierfach aufbewahrt.

Ich denke die obigen Ausführungen dürften zur Chemie des LSD genügen, und auch keine Fragen zum Thema der Herstellung im "Heimlabor" lassen. Daß LSD nicht, wie es von einigen Medien des öfteren behauptet wird, zu Hause in der Badewanne zusammengerührt werden kann, dürfte nun auch dem letzten klar sein.

