

Syntetyczna kokaina.

Otrzymana tym sposobem kokaina jest około 2 razy słabsza od kokainy naturalnej, poza tym wiele się nie różni.

Synteza:

Etap 1: Przygotowanie bezwodnika kwasu acetonodwukarboksylowego.

Materiały:	1. 130 ml lodowatego kwasu octowego
	2. 22 ml bezwodnika octowego 3. 20 gramów kwasu acetonodwukarboksylowego () 4. 100 ml benzenu

Procedura: Do zlewki umieszczonej w łaźni lodowej, dodajemy 30 mililitrów lodowatego kwasu octowego i 22 mililitry bezwodnika octowego. Dodajemy następnie powoli i małymi porcjami 20 gramów kwasu acetonodwukarboksylowego ciągle mieszając w temperaturze 10 stopni C.

Uwaga: Temperatura nie może przekroczyć 12 stopni Celsjusza.

Po dodaniu kwasu, produkt nie wytrącał się przez 3 godziny, indukujemy jego wytrącenie za pomocą benzenu. Wytrącony produkt sączymy, przemywamy za pomocą 100 mililitrów lodowatego kwasu octowego, a następnie 100 mililitrami benzenu. Wyszuszony produkt powinien ważyć 14,8 gramów.

Etap 2: Przygotowanie dwualdehydu bursztynowego.

Materiały:	1. 400 ml kwasu siarkowego 98%
	2. 44.2 gramów 2,5-dwumetoksytetrahydrofuranu

Procedura: Do 400 mililitrów kwasu siarkowego o stężeniu 98%, dodajemy powoli, małymi porcjami i ciągle mieszając 44,2 gramów 2,5-dwumetoksytetrahydrofuranu. Mieszaninę ciągle mieszamy przez 15 minut, a następnie wyłączamy mieszanie i pozostawiamy ją do odstania na 4 godziny.

Etap 3: Przygotowanie esteru monometylowego kwasu acetonodwukarboksylowego.

Materiały:	1. 41 gramów bezwodnika kwasu acetonodwukarboksylowego
	2. 160 ml suchego metanolu

Procedura: Do zlewki dodajemy 160 mililitrów suchego zimnego metanolu, a następnie dodajemy 41 gramów bezwodnika kwasu acetonodwukarboksylowego i wszystko dokładnie mieszamy. Roztwór pozostawiamy do odstania na jedną godzinę i następnie go filtrujemy.

Etap 4: Przygotowanie (+,-)-2-karbometoksytropinonu.

Materiały:	1. 35.3 gramów kwasu cytrynowego
	2. 38.8 gramów dwuwodzianu cytrynianu sodu 3. 32 gramów chlorowodorku metyloaminy 4. 12.8 gramów wodorotlenku sodu 5. Roztwór dwualdehydu bursztynowego (otrzymany w etapie 2) 6. Roztwór esteru monometylowego (otrzymany w etapie 3) 7. 500 ml stężonego roztworu wodorotlenku amonu 8. 800 ml chloroformu 9. 200 ml suchego eteru dwuetylowego 10. 200 ml eteru naftowego

Procedura: W zlewce robimy roztwór buforowy cytrynianu o pH 4.4 poprzez rozpuszczenie 35.3 gramów kwasu cytrynowego i 38.8 gramów dwuwodzianu cytrynianu sodu do objętości 6 litrów. Do roztworu buforowego dodajemy następnie 32 gramy chlorowodorku metyloaminy i 12.8 gramów wodorotlenku sodu. Następnie przez okres 10 minut dodajemy kroplami roztwór dwualdehydu bursztynowego ciągle mieszając mieszaninę. Następnie przez okres kolejnych 10 minut dodajemy roztwór esteru monometylowego kwasu acetonodwukarboksylowego kroplami, ciągle mieszając. Po dodaniu roztworów, mieszamy mieszaninę reakcyjną przez 48 godzin w temperaturze pokojowej. Po 48 godzinach, wyłączamy mieszanie a następnie mieszaninę reakcyjną ekstrahujemy porcjami po 250 mililitrów stężonego roztworu wodorotlenku amonu do uzyskania pH 12, następnie ekstrakty łączymy w jedną porcję a potem ekstrahujemy ją jeszcze raz 4 krotnie porcjami po 200 ml chloroformu. Ekstrakty suszymy i odparowujemy najlepiej w próżni. Powstały żółty olej rozpuszczamy w 200 mililitrach suchego eteru dwuetylowego i następnie przesączamy. Przesącz następnie odparowano w próżni, a pozostały olej rozpuszczono w 200 mililitrach eteru naftowego i przesączono. Przesącz odparowano jeszcze raz, a olej pozostawiono do odstania by mógł się uwodnić. Surowy wodzian jest czystości 95% i został dalej oczyszczony poprzez sublimację do otrzymania śnieżnobiałych płatków. Wydajność 58.9 gramów (86%).

Etap 5: Rozdzielenie (+,-)-2-karbometoksytropinonu (2-CMT).

Materiały:	1. 26.60 gramów 2-CMT (Produkt otrzymany w etapie 4)
	2. 226 ml absolutnego etanolu 3. roztwór 18.57 gramów kwasu winowego w 133 ml absolutnego etanolu 4. 200 ml suchego metanolu 5. 100 ml acetonu 6. węglan sodu 7. 1000 ml chlorku metylenu 8. siarczan sodu 9. roztwór 12 gramów kwasu winowego w 86 ml absolutnego etanolu

Procedura: Do zlewki dodajemy 26.60 gramów 2-CMT i 106 mililitrów absolutnego etanolu i mieszamy do rozpuszczenia. Następnie dodajemy kroplami roztwór 18.57 gramów kwasu winowego rozpuszczonego w 133 mililitrach absolutnego etanolu, ciągle mieszając. Po 48 godzinach ciecz macierzystą zdekantowano i odstawiono do krystalizacji. Wytrącone kryształy przemywamy 50 mililitrami absolutnego etanolu a następnie je rozpuszczamy w małej ilości (200 ml) gorącego suchego metanolu. Roztwór przesączamy na gorąco do kolby Erlenmayera, a następnie zakrywamy ją od góry szkiełkiem zegarowym i odstawiamy ją na 72 godziny. Po 72 godzinach, roztwór dekantujemy i łączymy z pierwszą cieczą macierzystą. Kryształy 2-CMT przemywamy 100 mililitrami suchego acetonu a następnie je suszymy otrzymując 6.8 gramów produktu. Ciecze macierzyste odparowujemy do sucha a następnie rozpuszczamy je w 200 mililitrach wody demineralizowanej/destylowanej, pH tych roztworów doprowadzamy do 8 za pomocą węglanu sodu. Roztwory ekstrahujemy 5 krotnie porcjami po 200 mililitrów chlorku metylenu. Ekstrakty suszymy nad siarczanem sodu i odparowujemy w próżni. 2-CMT uwodniono otrzymując 17.5 gramów produktu.

Następnie, do osobnej zlewki dodajemy 17.2 gramów 2-CMT i 70 mililitrów absolutnego etanolu, i mieszamy do rozpuszczenia. Dodajemy następnie roztwór 12 gramów kwasu winowego rozpuszczonego w 86 mililitrach absolutnego etanolu. Dalsze rekrytalizacje dały 6.95 gramów bezwodnego winianu 2-CMT. Wolno zasadowe ciecze macierzyste zostały poddane ponownej obróbce roztworem kwasu winowego co dało nam kolejne 6 gramów bezwodnego winianu 2-CMT.

Etap 6: Przygotowanie esteru metylowego ekgoniny.

Materiały:	1. 7.70 gramów wodzianu 2-CMT (Otrzymany w etapie 5)
	2. 51 ml kwasu siarkowego 10% 3. wskaźnik błękitu bromofenolowego

	4. 1028 gramów amalgamatu sodu 1.5% 5. wodorotlenek sodu 6. 600 ml chloroformu 7. siarczan sodu 8. 200 ml eteru naftowego 9. 500 ml suchego eteru dwuetylowego 10. eterowy HCL 11. suchy metanol 12. 120 ml suchego chloroformu
--	---

Procedura: Do kolby kulistej 3 szyjnej o pojemności 500 mililitrów dodajemy 7.70 gramów wodzianu 2-CMT, oraz 51 mililitrów lodowatego kwasu siarkowego 10%. Dodajemy w przybliżeniu 2 miligramy wskaźnika błękitu bromofenolowego. Ciągłe mieszamy roztwór i w ciągu 2.5 godziny dodajemy 1028 gramów amalgamatu sodu 1.5%.

Uwaga: Temperaturę utrzymuj poniżej 5 stopni C, a pH kontroluj za pomocą wskaźnika i lodowatego kwasu siarkowego 30%, pH powinno wynosić 3-4.

Dla rozpuszczenia soli siarczanu sodu potrzebne by było okresowe dodawanie wody. Po dodaniu amalgamatu, mieszaninę reakcyjną mieszamy dodatkowo przez 45 minut. Roztwór oddzielamy od rtęci, a następnie doprowadzamy jego pH do 12 za pomocą wodorotlenku sodu. Roztwór następnie ekstrahujemy trzykrotnie porcjami po 200 mililitrów chloroformu. Ekstrakty suszymy nad siarczanem sodu, i odparowujemy w próżni do uzyskania jasnozielonego oleju składającego się z EME i PEME w stosunku 3:1. Olej rozpuszczamy w 200 mililitrach eteru naftowego i przesączamy a następnie odparowujemy w próżni. Powstały olej rozpuszczamy w 500 mililitrach suchego eteru dietylowego i następnie roztwór wysalamy za pomocą eterowego kwasu solnego, wytrącają się wtedy sole chlorowodorków. Sole odsączamy i natychmiast je rozpuszczamy w minimalnej ilości suchego metanolu. Metanol odparowujemy w próżni i do kryształów dodajemy 120 mililitrów chloroformu, zawiesinę kryształów przesączamy i suszymy otrzymując 2.28 gramów chlorowodorku estru metylowego ekgoniny. Produkt rekrytalizujemy z mieszaniny metanolu-eteru dwuetylowego do otrzymania 2.2 gramów czystego produktu.

Etap 7: Otrzymywanie kokainy.

Materiały:	1. 1 gramów produktu otrzymanego w etapie 6
	2. 7 ml suchej pirydyny 3. argon 4. roztwór 0.8 ml chlorku benzoilu w 5 ml pirydyny 5. 300 ml suchego acetonu 6. roztwór wodorotlenku amonu 5%

	7. 200 ml chlorku metylenu 8. siarczan sodu
--	--

Procedura: W suchej kolbie o pojemności 100 mililitrów, umieszczamy 1 gram produktu otrzymanego w etapie 6, i dodajemy 7 mililitrów pirydyny. Kolbę umieszczamy w łaźni lodowej i włączamy mieszadło magnetyczne. Mieszaninę reakcyjną zabezpieczono przed wilgocią za pomocą argonu. W ciągu okresu 5 minut, do mieszaniny reakcyjnej dodajemy kroplami roztwór chlorku benzoilu/pirydyny. Po zakończeniu dodawania, wyciągamy kolbę z łaźni lodowej i mieszaninę reakcyjną mieszamy przez 24 godziny pod argonem. Dodajemy następnie 200 mililitrów suchego acetonu, zawiesinę przesączamy. Surowy chlorowodorek kokainy przemywamy następnie 100 mililitrami suchego acetonu a następnie suszymy otrzymując 1.28 grama produktu. Nasz chlorowodorek kokainy następnie rozpuszczamy w 20 mililitrach wody, doprowadzamy pH do wartości 8 za pomocą roztworu wodorotlenku amonu 5%, i ekstrahujemy 4 krotnie porcjami po 50 mililitrów chlorku metylenu. Rozpuszczalnik suszymy nad siarczanem sodu i odparowujemy w próżni. Wolną zasadę rekrytalizujemy z mieszaniny eteru etylowego/eteru naftowego otrzymując 1.01 grama czystej zasady kokainy.

Napisane przez: Fudes