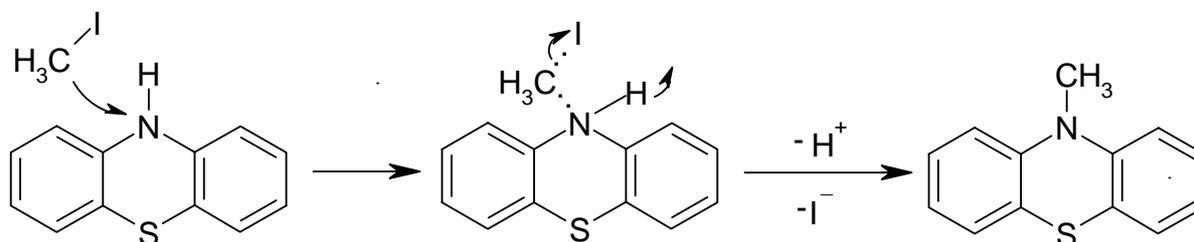


**N-Methylphenothiazin**

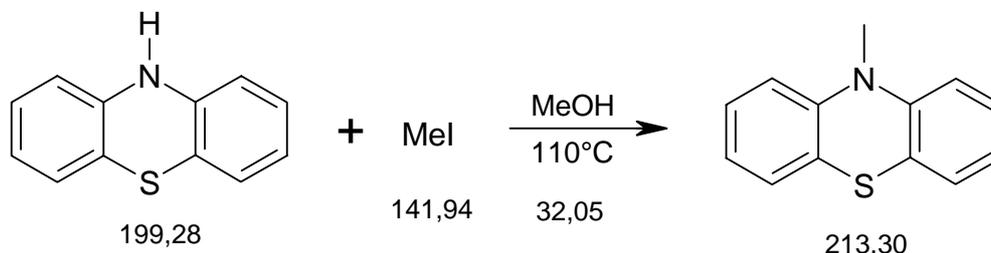
Durch Methylierung von Phenothiazin mit Methyljodid wird 10-Methylphenothiazin dargestellt. Hierbei wird das Methylierungsmittel im Überschuß zugeetzt, um eine vollständige Abreaktion des Phenothiazins sicherzustellen.

Mechanismus:

Hier liegt eine  $S_N2$ -Reaktion vor, bei der ein fünfbindiger Kohlenstoff im Übergangszustand auftritt. Der Vorgang läuft konzertiert ab.



Die Reaktion wird in Methanol als Lösungsmittel durchgeführt:



Lit.: J. Chem. Soc. Perkin Trans. 1; Ebdrup, Sören; EN; 6; 1998; 1147-1150  
(modifiziert von Christa Krämer)

Eingesetzte Substanzen:

- 1.: 18,00 g = 84,39 mmol Phenothiazin
- 2.: 7 ml = 110 mmol Methyljodid
- 3.: 8 ml Methanol (trocken)

Durchführung:

In ein dickwandiges Glasgefäß mit Schraubverschluß gibt man 18,00 g Phenothiazin, 8 ml Methanol und einen Rührfisch. Zuletzt tropft man 7 ml des leichtflüchtigen Methyljodids hinzu und verschließt das Reaktionsgefäß. Dieses führt man in ein Aluminiumrohr ein und schraubt es mit einem Metalldeckel zu.

Dann erhitzt man das Metallgefäß auf einer Heizplatte mind. 30 Std. lang auf 110°C (Beginn: 6.10.00, 13.30h; Ende: 8.11.00, 11.30h).

Man läßt das Rohr abkühlen und öffnet vorsichtig, da ein leichter Überdruck im Glasgefäß herrscht. Zu der dunkelbraunen Lösung gibt man ein paar Milliliter Diethylether, worauf ein weißlichgrüner Niederschlag ausfällt. Dieser wird durch portionsweise Zugabe von Ether in Lösung gebracht. Das gelöste Produkt wird adsorptiv über eine Säule filtriert („Flash-Chromatographie“; l = 20 cm, Ø = 4,5 cm; Kieselgel; Laufmittel Ether:Pentan = 1:1).

Die stark polaren dunkelbraunen Verunreinigungen werden an der stationären Phase zum Großteil adsorbiert, das Produkt wird vom Laufmittel durchgespült.

Um zu testen, ob der Trennvorgang abgeschlossen ist, macht man eine DC (Dünnschichtchromatographie) von der herastropfenden Flüssigkeit (Laufmittel: Ether:Pentan = 1:10).

Schließlich dampft man das Lösemittel am Rotationsverdampfer bei Atmosphärendruck und Badtemperatur = 40°C bis fast zur Trockne ein und macht vom Rückstand noch eine DC. Die Aufspaltung des aufgetragenen Tropfens, bedingt durch unterschiedliche Laufgeschwindigkeiten, zeigt, daß das Produkt noch nicht rein ist. Man kristallisiert um, indem man die weißgrünen Kristalle in ca. 30 ml Methanol aufnimmt. Dann kühlt man die Lösung im Kühlschrank ab, bis das N-Methylphenothiazin wieder ausfällt. Es wird mit einer Nutsche abgesaugt und mit etwas Methanol gewaschen. Die schwach bräunlichen Kristalle werden über Nacht an der Hochvakuumanlage ( $p \approx 1.6 \cdot 10^{-1}$  bar) getrocknet.

Ausbeute: 14,64 g = 68,64 mmol (= 81,34 % in Bezug auf Phenothiazin)

#### Identifizierung des Produkts:

$^1\text{H-NMR-Spektrum (CDCl}_3, 300 \text{ MHz): } \delta = 3,35 \text{ (s, N-CH}_3\text{)}$   
6,70-7,20 (m, je 4 versch. aromat.  
H-Atome an den beiden Benzolringen)

IR:  $\tilde{\nu} \approx 2960\text{-}3080 \text{ cm}^{-1}$  (-CH<sub>3</sub>; C-H-Valenzschwingung)  
1580  $\text{cm}^{-1}$  (-C=C-Valenzschwingung im Aromaten)  
1460  $\text{cm}^{-1}$  (Amid neben aromat. Ring) (?)  
1260  $\text{cm}^{-1}$  (C-N-Valenzschwingung) (?)  
760  $\text{cm}^{-1}$  (vier benachbarte H-Atome (aromat. Ringe))