

Условия получения

Синтез холинхлорида. Холинхлорид получают взаимодействием 33%-ного абсолютного спиртового раствора триметиламина с этиленхлоргидрином (см. примечание).

Реакцию проводят в залаянных ампулах при температуре бани 80—90° в течение 2 часов. В реакцию вводят эквимолярные количества реагентов: 266 г (1,48 M, считая на триметиламин) 33%-ного абсолютного спиртового раствора триметиламина и 120 г (1,48 M) этиленхлоргидрина.

Каждую ампулу заполняют реакционной смесью на половину ее объема.

По окончании реакции ампулы вскрывают, этиловый спирт удаляют на водяной бане в вакууме водоструйного насоса и получают кристаллический холинхлорид, который пригоден для следующей реакции без предварительной очистки.

Выход холинхлорида равен 132,7 г, что составляет 63% от теоретического.

Получение (2-хлорэтил)-триметиламмонийхлорида. В круглодонную двугорлую колбу, снабженную обратным ходильником и капельной воронкой, помещают 132,7 г (0,095 M) холинхлорида и к нему добавляют по каплям 141 г, (84,9 мл 1,1 M) свежеперегнанного хлористого тионила. Реакция сопровождается бурным выделением сернистого газа и хлористого водорода.

После прибавления всего количества хлористого тионила, реакционную смесь кипятят в течение 1 часа, после чего избыточный хлористый тионил отгоняют от реакционного продукта, который дважды перекристаллизовывают из смеси метанол-эфир. Осадок выпадает при охлаждении раствора в бане метанол-сухой лед. (2-Хлорэтил)-триметиламмонийхлорид по внешнему виду представляет собой кристаллическое вещество белого цвета, сильно гигроскопичное, хорошо растворимое в воде.

Выход равен 112,5 г, что составляет 75% от теоретического.

Найдено, %: N—8,88.

$\text{C}_5\text{H}_{13}\text{NCl}_2$. Вычислено, %: N—8,86.

Примечание.

Получение спиртового раствора триметиламина из солянокислого триметиламина см. [2].

ЛИТЕРАТУРА

1. S. L. Friss, W. J. McCawille. J. Amer. Chem. Soc., **76**, 8, 226 (1954)
2. Сб. «Синтезы орг. препаратов», вып. 1, М., ИЛ, 1949, стр. 401.
3. К. А. Нюфман. Chem., Berg., **44**, 1766 (1911).

Поступила в декабре 1961 г.

Институт химии природных соединений АН СССР
Биологический факультет МГУ

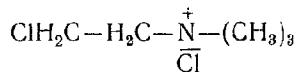
12 Зак. 266

177

УДК 547.233.4'113.1.07

(2-ХЛОРЕТИЛ)-ТРИМЕТИЛАММОНИЙХЛОРИД

Г. Н. НАЛЕЦКАЯ, А. П. ДУБРОВ, Г. Н. КОШЕЛЕВА



$\text{C}_5\text{H}_{13}\text{NCl}_2$

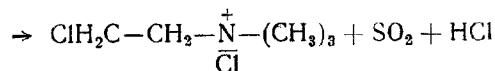
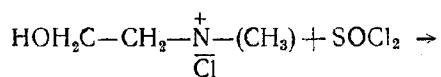
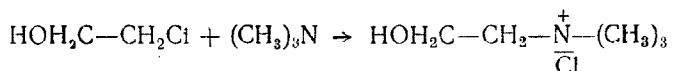
М. в. 158,07

(2-Хлорэтил)-триметиламмонийхлорид применяется в качестве антигидбериллина в биохимических исследованиях.

В литературе описано получение этого вещества взаимодействием холинхлорида с хлористым тионилом [1]. Холинхлорид может быть синтезирован из этиленхлоргидрина и спиртового раствора триметиламина [2, 3].

Нами была воспроизведена литературная пропись и уточнены некоторые условия синтеза.

СХЕМА СИНТЕЗА (2-ХЛОРЕТИЛ)-ТРИМЕТИЛАММОНИЙХЛОРИДА



Характеристика основного сырья

Этиленхлоргидрин, ч., ТУ ОРУ 66—56.

Триметиламин солянокислый, ч., ВТУ МХП 2939—51.

Хлористый тионил, ч., ВТУ МХП 3591—62.