

2. Циклопропан (III). К смеси 1,5 л спирта и 150 мл воды прибавляют при перемешивании 1 кг (15,38 мол) цинковой пыли, нагревают до кипения и прибавляют 1 кг (4,94 мол) II. Выделяющийся в процессе реакции III пропускают через трубку с хлористым кальцием и конденсируют в ловушке, охлаждаемой сухим льдом с ацетоном (-70°). Выход III (содержащего 18,4% пропилена) 98%.

Б. Получение циклопропана (III) из хлористого аллила (Ia)

1. Триметиленхлорбромид (1-хлор-3-бромпропан) (IIa). Реакция проводится аналогично получению II, за исключением освещения кварцевой лампой, которое в данном случае не требуется. В смесь 421 г (5,5 мол) Ia и 2 г (0,008 мол) перекиси бензоила пропускают хлористый водород в течение 8—10 часов. Получают 700 г (80%) IIa, т. кип. $140-142^{\circ}$.

2. Циклопропан (III). Получение III из IIa проводят так же, как и из II. В реакцию берут 112 мл спирта, 11 мл воды, 75 г (1,15 мол) цинковой пыли и 60 г (0,37 мол) IIa. Длительность реакции 1 час. Выход III (содержащего 6,4% пропилена) 86%.

Очистка циклопропана (III). Очистку III осуществляют низкотемпературной разгонкой на насадочной реакционной колонке.

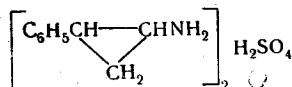
Предварительно колонку откачивают форвакуумным насосом до остаточного давления $1,5 \cdot 10^{-2}$ мм. Под куб подставляют сосуд Дьюара с жидким азотом. Циклопропан (III) из баллона через осушительные трубки с хлористым кальцием и твердой щелочью поступает в куб, где конденсируется. Несконденсировавшиеся газы откачиваются насосом. В то же время конденсатор охлаждается до -70° . После этого из сосуда Дьюара удаляют жидкий азот и включают подогреватель.

Нагрузка колонки составляет 800—900 мл/час. Колонка работает 4 часа без отбора, затем из верхней части колонки отбирают 6—8 л, через 1—2 часа — 4—5 л и через 1—2 часа еще 4—5 л газа, содержащего более летучие примеси. После 6—8 часов работы колонки концентрация пропилена в III достигает 0,1—0,15%. Средний выход III с содержанием 0,1% пропилена составляет 80% на исходный III, взятый для ректификации. Эффективность колонки — 30—35 теоретических ступеней разделения.

Циклопропан огнеопасен. Смесь его с кислородом или воздухом взрывается при соприкосновении с пламенем или другими источниками, которые могут вызвать воспламенение. Применяется только медицинским персоналом, прошедшим соответствующий инструктаж. Хранят в прохладном месте.

ТРАНСАМИН

Сульфат транс-2-фенилциклопропиламина.



$(\text{C}_9\text{H}_{11}\text{N})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$

М. в. 364,47

Синонимы: транилципроминсульфат, паранат.

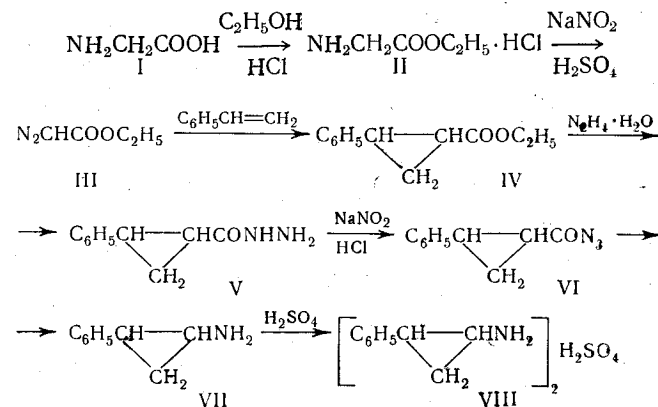
Белый кристаллический порошок, горького вкуса, растворим в воде, трудно растворим в этиловом спирте, эфире, ацетоне, бензоле, т. пл. $217-220^{\circ}$ (разл.).

Испытания на подлинность, чистоту и количественное определение регламентируются временными МРТУ 42 № 3173-63.

Трансамин — активный ингибитор моноаминоксидазы, применяется при различных видах депрессий.

Выпускается в таблетках по 0,005 г (список Б).

Исходным соединением в синтезе трансамина (VIII) является смесь цис- и транс-изомеров этилового эфира 2-фенилциклопропанкарбоновой кислоты (IV) [1, 2], которую получают, исходя из гликокола (I) [3, 4]. Последний этерифицируют спиртовым раствором хлористого водорода, гидрохлорид этилового эфира гликокола (II) превращают в этиловый эфир диазоуксусной кислоты (III), который со стирилом дает IV. Последний подвергают взаимодействию с гидразингидратом, а образовавшуюся смесь цис- и транс-гидразидов обрабатывают таким образом, что в качестве основного продукта реакции получают транс-гидразид 2-фенилциклопропилкарбоновой кислоты (V). Последний с помощью нитрита натрия переводят в азид транс-2-фенилциклопропанкарбоновой кислоты (VI) и подвергают перегруппировке Курциуса. Образующийся транс-2-фенилциклопропиламин (VII) с серной кислотой дает VIII [1, 5].



1. Гидрохлорид этилового эфира гликокола (II). Смесь 0,5 кг (6,5 мол) I и 2,5 л безводного спирта нагревают до кипения и пропускают через нее в течение 4—5 часов сухой хлористый водород. Реакционную массу охлаждают и оставляют на 12 часов. Осадок отфильтровывают и промывают безводным спиртом (0,3 л). Получают 0,78 кг (84,4%) II, т. пл. $139-143^{\circ}$.

2. Этиловый эфир диазоуксусной кислоты (III). К смеси 0,78 кг (5,6 мол) II, 0,85 л воды и 11 г ацетата натрия при перемешивании и температуре $0-(+2)^{\circ}$ прибавляют 0,45 кг (6,5 мол) нитрита натрия, 0,55 л воды и 0,85 л стирила, затем 1,1 л 10% серной кислоты в течение 30—40 минут при перемешивании и температуре $-5-(+2)^{\circ}$. Стирольный слой отделяют, а водный экстрагируют стирилом (3×2 л). Сти-