

The Wayback Machine - <https://web.archive.org/web/20020609075352/http://vintclub.ru:80/vcref.htm>



Химический раздел - для продвинутых варщиков.

В данном разделе описаны некоторые методы получения чистых (кристаллических) первитина, фенамина и меткатинона, предназначенные в первую очередь для людей, имеющие некоторые знания и опыт в области органического синтеза и условия (простейшее оборудование и простейшие реактивы) для его проведения, а также дана информация по выделению (отбиванию) эфедрина из различных препаратов.

I. Альтернативные методы выделения эфедрина

- 1. Бронхолитин (сироп).**
- 2. Рекофаст.**
- 3. Актифед и Судафед (таблетки).**
- 4. Терафлю.**

II. Синтез эфедрина методом брожения

- 1. Стадия: брожение и очистка ФАК.**
- 2. Стадия: получение и очистка эфедрина.**

III. Кристаллический первитин (ака метамфетамин)

- 1. Выделение из винта**
- 2. Синтез первитина из эфедрина в ледяной уксусной кислоте.**
- 3. Синтез первитина из бензилметилкетона (БМК ака фенилацетон)**
 - а). Синтез БМК из фенилуксусной кислоты и соли свинца.**
 - б). Синтез фенилуксусной кислоты из стирола.**
 - с). Синтез из бензола и ацетата марганца.**
 - д). Синтез ацетата марганца (III).**
 - е). Синтез метиламина из сухого горючего (уротропина)**

IV. Кристаллический фенамин (ака амфетамин)

- 1. Выделение фенамина из "Колдакта"**
- 2. Синтез фенамина из БМК**
 - а). Метод с использованием формиата аммония.**
 - б). Метод с использованием формамида.**

V. Кристаллический меткатинон (ака эфедрон)

- 1. Синтез меткатинона из эфедрина.**
- 2. Синтез меткатинона из пропиофенона.**

VI. Наиболее полный список эфедринсодержащих препаратов.

VII. Коллекция ссылок (для сильно продвинутых)

I. Альтернативные методы выделения эфедрина.

1. Бронхолитин (сироп)

На одного человека: 3 банки Бронхолитина, бутылку бензина "Калоша" (Бензин 76 можно, но с него кресты ну очень грязные выходят) - 0,5 л. пачку столовой соды (соды столько сыплю, потому как если меньше засыпать, то при тряске липкая срань облепляет стенки сосуда и отлепляется с трудом, а пачка - нормаль, бензин чистый, сода комочками перекатывается и никаких наливов).

В 1.5 л бутылку заливаю Бронхолитин, весь бензин, соду жарю 20 минут, засыпаю всю пачку. Стучу 3 раза по 20 минут, кислоты (Кислота соляная концентрированная должна быть, не менее 37 %) капаю капли по 3, в итоге получаю на тарелке кристаллы такого коричневого цвета, заливаю безводным ацетоном, мойкой чищу кристаллы, ацетон меняю раза 2 иногда даже 3, выпариваю его, опять растворяю водой - буквально куба 3, выпариваю, соскребаю, в рюмку, воды кубов 20, уксус, марганец по вкусу (ну примерно марганца кладу 1 резиновую крышечку с горкой), фильтрую и ставлюсь. Раствор будет слегонца желтоват, если хошь совсем прозрачный то перегоняй, только это жуткий гимор, но чище гораздо.

Попытки сварить винта привели к взрыву фурика.

Вместо "Бронхолитина" можно брать "Бронхотуссен" упаковка точно такая же, различия в составе такая: в Бр-не используется масло шалфея, а в "Бронхотуссене" масло базилика, остальное одинаково, на весь заторч уходит примерно часа полтора, особого гимора нет, всё терпимо.

2. Рекофаст

"Рекофаст" (псЭФ 60 мг, парацетамол б.ф. 500 мг, трипролидин 2.5 мг, Плетхико Индия).

Экстракция такова. Толчешь колеса, заливаешь щелочным раствором (шт.12 плюшек на 20-25 кубов воды), Растворитель (в смысле бенз/эфир). Солянки ~1.5 куба, с каждым проходом уменьшай. Тряска, пляска и прочие акробатические движения. Добавляешь кубов 5 воды, выбираешь через бабочку, или трубочку от капельницы, образовавшуюся водную фракцию (если работаешь эфиром, можно без добавления воды, весь осажденный псэф собирается в симпотный густой шарик). Если бенз/эфир попадет - хуйня, выливаешь прям через канюлю машины, т.к. он в баяне уходит на верх в отдельную фракцию .

Далее баня, газета, ацетон, фурики... Бензом максимум в три прохода вышибай.

Я всегда эфиром хуярю в два раза почти 90% вышибается:) Этим методом я вышибаю из Актифеда, от Рекофаста он отличается лишь наличием парацетамола.

Последний теоритически должен погибнуть при экстракции.. если не уверен - Парацетамол плохо растворим в холодной воде и если не запарит, то для подстраховки можно растолочь колеса, развести водой и в холодильник до ~0 градусов, потери минимальны. Отфильтровать, а дальше щеолчь и т.д. Щелочи 10-15 гранул или 1/3 чайной ложки.. эфир/бензин.. солянка. Лучше экстракция.. Перегонка херова тем, что выходы маловаты да и долго. Было проведено масса опытов (Актифед, Судафед колеса), но больше 60% выковырить не смогли, но слышал, что из реальных 2.1 г добывали 1.7

3. Актифед и Судафед (таблетки)

Берешь колёса актифеда, измельчаешь их в пыль, понятно чем мельче тем лучше:) заливаешь все это дело охлажденным спиртом ~15 кубов на пачку, хорошо размешиваешь, и через выборку. потом ставишь на баню, промываешь ацетоном на всякий случай! но я выбираю не через питуха а вставляю в 20ку фильтровочный поршень из ваты и туалетно бумаги. отжимаю все это дело, а дальше как сказано выше. да.. не суши порошок на ГАЗЕТЕ имел печальный опыт, весь эф окрасился от букв. видимо спирт все это дело впитывает. лучше на обычном тетрадном листе!

Судафед: все предельно просто: колеса в пыль, чем мельче, тем лучше, залить пыль раствором щелочи (гранул 10 на 20

кубов воды на один пласт - 12 колес), бензин 92, болтаешь, в холодильник на 15 мин, отделяешь бензин, 2-3 куба кислоты, отбиваешь, в холодильник 10-15 мин, отделяешь осадок - розоватую жидкость кисельного типа, повторяешь процедуру 2-3 раза, жидкость упариваешь, чистишь ацетоном, разбавляешь водой, упариваешь, в сухую старую бумагу, тщательно сушишь - кристаллы. Из сиропа пробовал, но неудачно

4. Терафлю

Технология приготовления винта из "Терфалю" в принципе такая же, как из тефы.

В расчете на 1 пачку "Терафлю":

1. Щелочь (можно взять 0,5 пачки сухого "крота") разводим с водой ~1:5 и выливаем в бутылку, туда же высыпав содержимое 6-ти пакетиков и напоследок заливаем бензином ~ 700 мл (лучше 76-ым, на худой конец 92-ым, чем меньше содержание октанового числа, тем лучше).

Хорошенько трясем и оставляем отстояться на 20 минут.

2. Сливаем бензин, желательно через фильтр, а то, что останется в воронке - в мусор

3. Добавляем к очищенному бензину 5 капель к-ты и интенсивно начинаем выбивать. Если в бутылке что-то начинает пузыриться или какая-нибудь шняга летит (отличительная особенность хренафлю), то добавь еще 5 капель к-ты (максим.~ 1,5 куба), доливаем 10-15 кубов воды, пробиваем. Процедуру, желательно, не жадничать и провести не больше 2-х раз. На 3-ий раз одна "бьяка" летит, хотя чем больше всякой херни, тем винт крепче:)) А чем крепче винт, тем меньше здоровья. Какая альтернатива для выбора, что больше нравится:)

4. Выпаривать лучше на водяной бане или на слабом огне. В идеале, можно пробить выпаренный на тарелочке порох, ацетоном.

5. Пропорции - красного и черного, как обычно. Реакция идет моментально (слаб.огонь) ~3-5 мин, так, что здесь будь внимателен, главное не передержать.

Проставляться только щелочным.

II. Синтез эфедрина методом брожения

1. Стадия: брожение и очистка ФАК.

Внимание: Метод находится пока еще в стадии отработки. Некоторые моменты могут быть неправильными. Любые предложения и информация приветствуется.

ПРИЛОЖЕНИЕ:

Полный минимальный список реактивов для получения эфедрина из бензальдегида

1. Вода
2. Сахар
3. Дрожжи
4. Соль поваренная (NaCl)
5. Кислота (соляная!!)
6. Щелочь (NaOH или KOH)
7. Изопропиловый спирт (жидкость для мытья окон из хозмага) (ИПС)
8. Растворитель (возможно, бензин сойдет, но лучше низкокипящий: эфир или дихлорметан).
9. Алюминиевая фольга (рулон, бытовая)
10. Метиламин 40% водный или сухое горючее (сухой спирт, уротропин).
11. Любая растворимая соль ртути (чуть-чуть)
12. Бензальдегид (C₆H₅CHO)

I-гидрокси-1-фенилацетон (ФАК) из бензальдегида.

400 г сахара растворяют в большой бутылке с 10 л воды, добавляют 500 г дрожжей, тщательно размешивают, дают постоять 15 мин, далее туда добляют медленно тонкой струйкой 100 мл бензальдегида при интенсивном перемешивании. Затем жидкость оставляют бродить в теплом месте трое суток. После этого верхний слой отсифонивают с помощью трубки или переливают в другую бутылку, добавляют поваренной соли (1-2 кг) и тщательно перемешивают до полного растворения. ФАК всплывает вверх в виде густого желтого масла. Дополнительно можно отбить легкокипящим растворителем еще некоторое количество ФАКа.

2. Стадия: получение и очистка эфедрина.

эфедрин из I-гидрокси-1-фенилацетона (ФАКа).

30 г бытовой алюминиевой фольги рвется на квадраты со стороной 2-3 см, помещается в 2 л колбу, заливается водой, туда добавляется сотка любой растворимой соли ртути и перемешивается, пока не начнется реакция амальгамирования (примерно 7-10 мин). Далее раствор соли ртути сливается, алюминий в колбе промывается 2 раза водой, и затем туда немедленно поочередно наливается следующие заранее приготовленные 2 смеси:

1. Метиламина гидрохлорид - 10г, вода - 50 мл, изопропиловый спирт (ИПС) - 400 мл, соль - 10 г, щелочь - 5 г.

2. 50 г неочищенного ФАКа с ПЕРВОЙ ЧАСТИ в 100 мл ИПС.

Далее реакция медленно начинает разогреваться. На протяжении всей реакции колбу необходимо часто встряхивать и перемешивать, и периодически охлаждать снаружи холодной водой, чтобы не допустить перегрева. Реакция идет примерно 1,5 - 2 часа. После ее окончания раствор фильтруют от пепельно-серого алюминиевого говна, отфильтрованную жидкость разбавляют немного водой и добавляют кислоты до хорошей кислой реакции.

Полученную смесь промывают бензином (его после этого нужно выкинуть!!!), водный слой потом хорошенько защелачиваютю.

Далее, все как обычно при отбивании из солутана (кислота, бензин).

III. Кристаллический первитин (ака метамфетамин)

1. Выделение из "винта"

Методика 1:

Короче, кому интересно - рецепт 1989 года. Варка винта как обычно. Далее разбавляют реакцию смесь 1 к 1 водой, фильтруют от хлопьев. Нужна маленькая делительная воронка (с краном, кто не знает). Полученный раствор щелочат любой сильной щелочью, заливают в делительную воронку. Экстрагируют серным эфиром, 4-5 раз, маленькими порциями эфира, где-то на 5 частей р-ра винта 1 часть эфира. (Пробовалось экстрагировать толуолом - не выходит, не будет высаждаться кристаллический первитин). Все эфирные экстракты объединяют в одну баночку. Важный момент - засыпают в оную баночку твердую свежую КОН (и только ее). Количество КОН - где-то 1 к 6 по объему. КОН сушит эфирный экстракт первитина около 20-30 минут. Затем берут обычную коническую воронку, кладут на дно кусок ваты и насыпают на нее немного той же твердой КОН. Эфирный экстракт осторожно сливают через такую воронку

в другой сухой сосуд. Если проскочит с эфиром хоть капля воды - первитин гидрохлорид не осадится, вода вытянет его из эфира. Ну а дальше - как обычно. Продувают эфирный экстракт амина газообразной HCL, полученной из пов.соли и конц.серной кислоты, до кислой реакции. Не переокислить! Фильтруют на фильтре Шотта, сушат. Из практики следует, что на 1 гр белого, запущенного в реакцию, получается 500 мг кристаллического первитина, т.пл. 171-175 гр С. Можно еще очистить. Перекристаллизацией из изопропанола. Кому интересно - действие кристаллического первитина мягче, чем собственно винта. Приход чуть слабее, но тяга мощнее. Ну как говорит та поговорка - "Грязь на сердце не влияет, грязь влияет на приход". Дополнение: Можно обойтись без газообразного HCl Я растворял основание в небольшом количестве ИПС, добавлял конц. водную солянку и высаживал хлоридат эфира. Потери минимальны.

Методика 2:

За комментарии и поправки спасибо Баяну Ширянову.

Сразу скажу - вещь почти бесприходная, безотходняковая, наличествует голая долгая тяга.

БШ: Ну, приход-то какой-то есть. Но он не отличается от тяги. А она охуительная. Тебя всего распирает, на языке приятный горьковатый привкус.

В общем, с простым винтом мет несравним по силе действия. В принципе - добыча мало чем отличается от процесса вышибания эфа из Солутыги.

Схема - отбой через бензин с поташем, потом кислота и высадка. А вот собственно и сам процесс.

1. Варится винт (ну тут я промолчу, говорить тут нечего)

БШ: Ан есть. Винт должен быть чуток переварен. То есть - чем белее - тем лучше. На последней фазе - не жалеть воды. Лить в реактор куб. По 4-5 капель за раз и доводить до совершенно белого. Желтизны быть не должно. Почему? Так остается меньше йодпервитина. Он нам здесь не нужен.

2. Готовый продукт сливается в бутылку или в баклажку для тряски.

3. Туда добавляется стакан-полтора бензина, Зипповский не катит, лучше брать простую "галошу".

БШ: Зиппо - катит. Еще лучше - мед. или петролейный эфир.

4. Добавляется поташ, из расчета полстоловой ложки на грамм эфедрин

БШ: Щелочь тоже рулит.

5. Тщательная тряска.

6. Сливаются бензин в отдельную тару (оттуда можно вышибать до трех проходов, не более, как и с солутыгой)

7. В ход идет кислота - полкуба, можно больше

8. Тряска по новой, до появления осадка.

БШ: Его может и не быть. Тяга становится мутной и в нем плавают ОЧЕНЬ мелкие кристаллы.

9. Появился осадок - добавляется вода, 5 кубов к примеру. В воде осадок растворится и вместе с ней уйдет отдельной фракцией под бензин.

10. Со дна добывается осадок (рекомендуется через трубочку это делать, хотя кто как привык, можно бензин убирать баяном)

БШ: Воды - кубов 10. Хорошо протрясти И В МОРОЗИЛКУ. Когда раствор замерзнет - слить тягу, дать нагретца. Раствор - на водяную баню. Без морозилки - потери до 0.3 грамма!!!

11. Появляется тарелка, осадок идет туда, водяная баня.

12. С тарелки - по стандартной схеме - в книгу, пресс в виде чего угодно, просушить, снять.

БШ: Теперь об употреблении. Мет хорош тем, что его можно и в мышцу. Если веревки кончились. Кристалл можно на нюх. И еще такая феня - ректально (клизма) тоже рулит. И еще тонкость: когда в мышцу ставишь - неплохо было бы раствор мета немного почистить от кислоты. Для этого закрываешь пузырек резиновой крышкой и высасываешь воздух декой 4-5 раз. Потом трясешь чуток, можно какпельку поднагреть.

Выход - с грамма эфа выходит 0.3 гр. метамфетамина гидрохлорида, разводится эта прелесть на 10 кубов, в ложке по типу, как героин.

БШ: Это при недопустимых потерях. Нормально - 40-50-60%. Но лучше все же запастись весами. Раз на раз не приходится. Дозняк мерить лучше не на глаз, а по весу. И еще - бутор, тот исходный винт из которого выбили мет - тоже рулит. Там остается тот самый йодпервитин, но он достаточно быстро разлагается. Гидролизом (когда на бане выпариваешь). Но надо не забыть, что там раствор ЩЕЛОЧЕНый. Перед выпариванием на бане - надо подкислить. Доза - в зависимости от кол-ва полученного мета. Доза - опять таки - как и с простого винта, от куба и больше.

БШ: И по моим наблюдениям - его не бывает много. Спокойно ставится дозняк в 2 раза больше обычного. И,

самое важное: раствор мета не рекомендуется хранить больше суток. При гидролизе получается какая-то хрень. От нее прихода-тяги почти нет, но морочит после такого перестоя - не по детски.

Порошок мета следует хранить в герметичном пузырьке.

2. Синтез первитина из эфедрина в ледяной уксусной кислоте.

В 500мл круглодонную колбу помещается 150мл ледяной уксусной кислоты, 15г красного фосфора и 33.50г иода. Смесь реагирует 15-20мин пока весь иод не израсходуется. Затем добавляется 10мл дистиллированной воды, перемешивается и д

обавляется 8.07г (0.04 моль) эфедрина гидрохлорида. На колбу устанавливается обратный холодильник и смесь кипятится при небольшом нагреве 2 с половиной часа.

Горячая смесь фильтруется от избытка красного фосфора (Следует держать наготове немного горячей ледяной уксусной к-ты для споласкивания колбы от красного фосфора). Фильтрат не охлаждая выливается в раствор 20г бисульфита натрия в 1л дистиллированной воды, доводится до щелочной реакции и экстрагируется двумя порциями эфира по 100мл, промывается, сушится затем растворитель упаривают в вакууме.

Полученное масло состоит из метамфетамина, иодоэфедрина и небольшого количества уксусного эфира эфедрина.

3. Синтез из бензилметилкетона (БМК aka фенилацетон)

5,5 г алюминиевой бытовой фольги, (можно попробовать даже взять побольше. Тут кашу маслом не испортишь, а недостаток фольги снизит выход) порезанной (а лучше порванной, чтобы не слипалась) квадратами примерно 2x2 см и помещенные в 250 мл коническую колбу с широким горлом заливают раствором 100 мг любой соли ртути в 150 мл воды. Через 4-5 мин начинается экзотермическая реакция. Где-то через 6-8 мин поверхность кусочков станет блестящей, и начнет образовываться серый осадок, раствор осторожно сливают с алюминия и промывают 2 раза по 150 мл дист. воды. (Тут главное не передержать, а то фольга иначе быстро и активно растворится). К полученному активированному алюминию быстро добавляют ЗАРАНЕЕ приготовленные растворы и смеси:

· 7,6 мл водного 40% метиламина (или смесь из 6,5 г метиламина гидрохлорида, 10 мл воды и 4 г NaOH (с

метиламина ХГ я не пробовал, но вроде бы количества должны быть такие..))

· 18 мл изопропанола

· суспензию, состоящую из 5 г NaCl, 16 мл воды, 0,6 г NaOH и 6 мл метилбензилкетона.

· 35 мл изопропанола.

Происходит экзотермическая реакция, при этом температура поднимается примерно до 60°C. Реакционную массу периодически помешивают палочкой или качая колбой. Не давать перегреваться. Первые полчаса колбу периодически надо охлаждать, засовывая ее в миску со льдом и водой. Потом (через час примерно) ее, возможно, придется немного подогреть, опуская в горячую воду. Реакция проходит где-то за часа полтора. (до прекращения выделения газа и превращения алюминия в серый шлам-осадок. Полученную смесь фильтруют на воронке Бюхнера, промывают метанолом, фильтрат упаривают на роторном испарителе (желательно до исчезновения запаха метиламина), разбавляют 100 мл воды, добавляют HCl до кислой реакции, промывают 3x50 мл хлороформа или дихлорметана, подщелачивают раствором NaOH, основание экстрагируют 3x50 мл хлороформа или дихлорметана и затем осторожно упаривают на роторе. Полученное масло, подкисляют конц. HCl до строго нейтральной реакции и осторожно упаривают на фарфоровой чашке на водяной бане. Полученные кристаллы тщательно промывают эфиром. Т.пл. 170-175°C. Выход около 6 г. (80%).

NMR-1H (for base) (CDCl₃) ppm: 1.05, 1.07 (3H, d, CH₃); 1.54 (1H, br.s, NH); 2.39 (3H, s, NHMe); 2.57-2.86 (3H, m, CH₂, CH); 7.17-7.30 (5H, m, Ph).

а). Синтез БМК из фенилуксусной, уксусной кислоты и карбоната свинца..

Ангидрид субстанция стремная. Это грустная правда жизни.

Чтобы изготовить кетон без кипячения с ангидридом в присутствии ацетата или еще чего-то, обильно кстати говоря рассмотренные в литературе, мы поступим с вами следующим образом:

Смешаем фенилуксусную с уксусной кислотой в пропорции моль на два моля. Добавим немного воды, нагреем до растворения и тихонько начнем гасить расчетным количеством карбоната свинца. Перетираем бережно при небольшом нагреве. Вбивши весь свинец начнем бережно

упаривать. Рекомендуем в стеклянной кастрюле. Имеем в виду тот факт, что может вспениться и убежать, как молоко или манная каша.

Пользуемся вульгарной столовой ложкой из нержавеющей стали. Мешаем интенсивно. Постепенно, но далеко не сразу масса станет консистенции густой масляной краски, а при вылитии на что-то плоское и холодное будет трескаться. Если не будет трескаться, а будет гнуться - греем еще. Пробуем разумеется маленькую капельку. Долго ли, коротко ли, но искомая масса у нас есть. Выливаем ее на одноразовую тарелочку. Долго ждем, чтобы остыло это все. Сгибаем тарелочку - тяжелый блин у нас в руках. Ломаем ее на кусочки и загружаем в колбу. Собираем вульгарный прибор для перегонки, устанавливаем его на мощную электроплитку лучше все-таки с закрытым элементом и укутываем до самого изгиба в стекловату. Отвод алонжа на который мы иногда надеваем трубку от вакуумного насоса (а что делать - мы взрослые люди, приходится иногда пользоваться и вакуумом, нету тут ничего стыдного :)) так вот на этот отвод надеваем трубочку и пускаем через промывалку с холодной водой. Надо это для улавливания еще дещела кетона, а то он улетит белым дымком, напрасно вас волнует. Если вы не волнуетесь от запаха этого кетона - вы поразительно толстокожие бесчувственные бегемоты, а никак уж не бобы. Однако я отвлекся молодые люди.

Плитка включена. Можете курить. Когда в приемник перестанет капать в промывалке плавают белые капельки а в приемнике красноватое масло. Промывалку на экстракцию, чем вы там у себя привыкли это делать, объединяем с маслом, бисульфитный метод, тут не мне вас батеньки и матушки (если имеются) учить. Вауля. Из 70 г ф/у кислоты надо получить около 20 г перегнаного кетона. Если меньше - вы огорчите папочку. Если чуть побольше - вы молодцы.

Фридель, Крафтс, Бюхнер и Клайзен отдыхают...

в). Синтез фенилуксусной кислоты из стирола.

Стирол

Получается путем сухой перегонки полистирола (пенопласта)

Фенилуксусная кислота.

Смесь стирола (104 г, 1,0 моль), серы (80 г 2,5 моля) и морфолина (174 г) кипятят с обратным холодильником 2

часа (при этом внутренняя температура постепенно повышается до 175°C). Охлажденную реакционную смесь промывают хлороформом, а хлороформ затем промывают водой, разбавленной соляной кислотой и опять водой. Затем хлороформ упаривают, а полученный фенилтилацетилморфолид кипятят 10 часов с 1200 мл 50% (по весу) серной кислотой. Охлажденную реакционную массу трижды экстрагируют эфиром, эфирные вытяжки объединяют и промывают 100 мл 12% раствора NaOH. Щелочной слой подкисляют солянкой и экстрагируют эфиром. Упаривание всех эфирных вытяжек дает 114 г (84%) чистой кристаллической фенилуксусной кислоты (Т.пл. 72-74°C).

с). Синтез БМК из бензола и ацетата марганца

15 мл бензола, 15 мл ацетона, 25 мл ледяной уксусной кислоты и 1,34 г (5 ммоль) коричневого ацетата марганца (III) кипятят в атмосфере азота 1,5 часа (пока окраска смеси из коричневой не превратится в темно-розовую (ацетат марганца (II))). Смесь разбавляют 40 мл эфира, промывают 25 мл воды и 2x25 мл 5% раствора карбоната натрия, орг. слой сушат и упаривают. Выход около 40%.

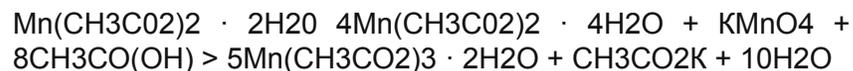
ЛИТЕРАТУРА: Bull.Acad.Sci.USSR Div.Chem.Sci. (Engl.Transl.); EN; 31; 1982; 1760-1765; (Изв. Акад. Наук СССР, сер. Хим. 9; 1982; 1994-1999) J.Org.Chem.; EN; 49; 9; 1984; 1603-1607;

d). Синтез ацетата марганца (III).

Ацетат марганца (III) $Mn(CH_3CO_2)_3 \cdot nH_2O$

1 способ:

Из ацетата марганца (II).



19,6 г (80 ммоль) растертого в порошок $Mn(CH_3CO_2)_2 \cdot 4H_2O$ всыпают при кипячении в 200 мл ледяной уксусной кислоты и перемешивают до полного растворения. Затем добавляют небольшими порциями 3,1 г (20 ммоль) растертого в порошок $KMnO_4$ и нагревают смесь при непрерывном перемешивании в течение короткого времени. По охлаждению к темно-коричневому раствору добавляют 3 мл воды, смесь перемешивают и дают ей постоять до следующего дня. В том случае, если выделится лишь незначительное количество соли, добавляют еще 3 мл воды; смесь перемешивают (частое потирание стенок сосуда стеклянной палочкой способствует образованию зародышей кристаллизации). Как правило, в этом случае через час

наступает обильная кристаллизация. В случае необходимости смеси дают постоять при частом помешивании еще в течение нескольких суток до тех пор, пока маточный раствор не сделается почти бесцветным. Соль затем отсасывают, промывают небольшим количеством ледяной уксусной кислоты и перекристаллизовывают. Для этого 30 г соли растворяют в 200 мл ледяной уксусной кислоты при нагревании, раствор фильтруют, а чтобы вызвать кристаллизацию, поступают как описано выше. Наконец, соль сушат над СаО. Свойства. Бурые кристаллы (по цвету похожие на корицу) с шелковистым блеском, при действии холодной воды тотчас же подвергаются гидролитическому разложению.

2 способ:

Из нитрата марганца (II). $Mn(NO_3)_2$ и уксусного ангидрида.

Смесь 20 г $Mn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ и 80 г уксусного ангидрида слабо нагревают при встряхивании до тех пор, пока не начнется бурная экзотермическая реакция, сопровождающаяся выделением большого количества газообразных продуктов. По окончании реакции при охлаждении однородной маслянистой жидкости выделяется безводный ацетат в виде коричневого кристаллического порошка. Его отфильтровывают на стеклянном фильтре, промывают сначала уксусным ангидридом, затем небольшим количеством эфира до исчезновения запаха уксуса и хранят в закрытом сосуде без доступа влаги. Выход 85 % (в расчете на марганец).

ЛИТЕРАТУРА.

1. Christensen O. T., Z. Anorg. Chem. 27, 325 (1901).
2. Weinland R. F., Fischer G., Z. Anorg. Allgem. Chem., 120, 161 (1921).
3. Chretien A., Varga G; Bull. Soc. Chim. France, [5], 3, 2387 (1936).

е). Синтез метиламина из сухого горючего (уротропина).

В плоскодонную колбу 2000 мл поместили 400 г измельченных таблеток сухого горючего, залили 400 мл воды и растворили почти полностью при небольшом нагреве и периодическом встряхивании. В колбу влили 1100 мл соляной кислоты и начали кипятить отгоняя воду. Через несколько часов отогналось 500 мл жидкости. Рm перелили в стакан и поставили на холод. Было отфильтровано 340 г сырого хлорида аммония. Жидкость продолжили кипятить, отгоняя воду. После отгона еще 600 мл жидкости Rm

оставили на ночь на холоде, к утру содержимое стакана полностью закристаллизовалось. Содержимое измельчили ножом, растерли в стеклянной миске с 500 мл горячего iPrOH и отфильтровали на воронке Бюхнера. Содержимое воронки промыли 500 мл горячего iPrOH (осторожно, горячий спирт вскипает в вакууме, колбу Бунзена поставить в миску со льдом, при вскипании ненадолго отключить вакуум). Фильтрат оставили на ночь на холоде, получив утром первую порцию метиламина гидрохлорида в виде тонких белых пластинок. Кристаллы промыли небольшим кол-вом сухого ацетона, недолго посушили на листе бумаги и поместили в герметичную посуду. Выход после первой кристаллизации *** г белоснежных легких кристаллов. Объединенные спирто-ацетоновые фильтраты упарили до небольшого объема (около 300 мл) и оставили на ночь на холоде. Утром получили вторую порцию продукта, промыли ацетоном, высушили, получив *** г слегка желтоватых кристаллов. Общий выход метиламина гидрохлорида *** г, общий вес высушенного хлорида аммония около *** г. С продуктом рекомендуется работать при уличной температуре 5С и ниже. В этом случае его можно сушить от ацетона на листе бумаги. При уличной температуре 0С и выше оставленный в открытом виде продукт быстро расплывается

IV. Кристаллический фенамин (ака амфетамин).

1. Выделение фенамина из Колдакта.

Промыл пачку колдакта, измельчил. Залил 10 кубами дистиллированной воды, размешал.

Выбрал через обычную переборку. 2 раза добавлял по 5 кубов воды и снова выбирал.

Получилась прозрачная жидкость. Перебрал ее еще раз.

Выпаривал на водяной бане (раньше уже пытался действовать описываемым методом, но при выпаривании на эл.плитке без бани стало сильно пригорать и я забил). Получилась странная субстанция: пока еще горячая - мягкая как пластилин, остынет - почти кристалл. Больше всего она мне напоминает сахар, расплавленный с децлом воды (леденцы в детстве делали? тут то же самое).

Стал пытаться ее в нормальный кристалл превратить. На соляной бане не рискнул (все-таки пластик гранул не полностью отфильтровался). Растворил в вышеиспользованной водяной обычной соль, чтобы повысить температуру, долго нагревал. Результата - почти никакого, немного погуще стало. Ладно, соскреб это со дна стакана. Получившееся еще больше напоминало сахар леденцов - цвет желто-оранжевый и липкое. Нагреваю настольной лампой - размягчается, остывает - застывает. После остывания удается частично раскатать бутылкой в

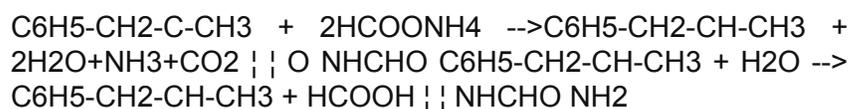
пыль. Снова нагреваю, остужаю, раскатываю оставшиеся комки. Нагрел лампой получившийся порошок и не остужая раскатал (думал уже высохло, не будет липким). В результате все слиплось в одну лепешку, пришлось повторять нелегкое измельчение снова. Взвесил - ровно 0.5 грамм!

Кристалл получился липкий, из-за чего в нем появлялись комки. Поэтому нормально перемешать с красным и черным не удалось. :(Фен получился послабее, чем обычно. Но, это был только первый эксперимент, теперь буду улучшать технологию. Если кто-то попробует этот метод, просьба написать мне как получилось.

PS: Кстати, при варке у меня иногда пластиковая пробка снизу оплавляется (не там где соприкасается с фуриком, а вроде от горячих паров). Перегреваю, мало воды? Вообще, кто сколько добавляет воды за всю варку?

2. Синтез фенамина из БМК:

а) с использованием формиата аммония. (Реакция Лейкарта).



Реактивы:

Формиат аммония 25г
 Метилбензилкетон (БМК) 16г
 Бензол 20мл
 Соляная кислота, конц. 15мл
 Едкий натр 15г

В 50-100 мл колбу помещают 25 г (400 ммоль) формиата аммония и 16 г (120 ммоль) БМК. Полученную смесь медленно нагревают с нисходящим холодильником. Сначала она разжижается и распадается на два слоя. Потом, при 150 град она становится однородной и начинает пениться.

Смесь кипятят до повышения температуры паров до 185 град, из собравшийся в приемнике двухслойной жидкости отделяют непрореагировавший БМК и возвращают его в колбу. Потом кипячение возобновляют. Так повторяют несколько раз, в течении 4 часов. Потом холодильник заменяют на обратный, и кипятят еще 3 часа, охлаждают,

добавляют 20 мл воды. Образовавшееся масло отделяют, а водный слой экстрагируют 6 мл бензола. Объединенные органические фазы гидролизуют путем 1 часового кипячения с 15 мл конц. соляной кислоты с обратным холодильником. Далее смесь опять охлаждают, разбавляют 20 мл воды, промывают бензолом или эфиром, водный слой сильно защелачивают, основание фенамина тянут растворителем и переводят в сульфат осторожным прикапыванием серной кислоты. Внимание! Фенамин, в отличие от первитина, используют в виде сульфата, а не хлоргидрата. Последний нестойк и расплывается на воздухе!

б) с использованием формамида.

В 25мл колбу загружаются по 10г метилбензилкетон и технический формамид (уд. в. 1.130 - 1.133 при 15С). Затем колбу медленно нагревают до 145 град, пока не начнется выделение пузырьков газа. Далее, в течении 2,5-3 часов колбу медленно нагревают до 180-185 град, одновременно отгоняя непрореагировавший БМК с водой. Его собирают из приемника и переносят обратно в колбу. Далее колбу кипятят с обратным холодильником при 185-190 3-4 часа.

Реакционную массу охлаждают, переносят в делительную воронку с 5 мл хлороформа. (или другого растворителя) и 10 мл воды. Водный слой отделяют, к органическому слою добавляют 20 мл 40% серной кислоты и осторожно кипятят 5-6 часов. Далее очистку фенамина производят также, как и в предыдущем методе.

V. Кристаллический меткатион.

1. Синтез меткатиона из эфедрина.

1 г эфедрина растворяют в 15 мл дист. воды, добавляют 0,62 г бихромата калия, затем медленно по каплям, не допуская разогрева выше 30-40 ОС 3 мл конц. серной кислоты. Полученную смесь перемешивают при комнатной температуре 1-2 часа, при этом она становится темно-зеленой, затем медленно по каплям добавляют конц. раствор щелочи пока смесь не изменит свою окраску на светло-зеленую. При этом должен выпасть осадок. (не допускать переизбытка щелочи!!!). Полученную смесь экстрагируют эфиром дважды. Эфирный вытяжки сушат сульфатом натрия потом фильтруют и к фильтрату добавляют по каплям раствор HCl в органическом растворителе (не допускать переизбытка соли!!!). Сначала выпадает осадок, который затем превращается в масло. Затем эфир упаривают (или сливают) , остаток промывают небольшим количеством эфира и сушат в высоком вакууме (или эксикаторе). Масло превращают в

кристаллы путем растирания с СУХИМ ацетоном и фильтруют.

NMR-1H (for base) (CDCl₃) ppm: 1,30 and 1,33 (d, 3H, CHMe), 2;23 (s, 1H, NH), 2;39 (s, 3H, NHMe), 4,23 (q, 1H, CH), 7,46-7,60 (m, 3H, Ph), 7,96-8,80 (m, 2H, Ph).

2. Синтез меткатинона из пропиофенона.

Внимание: лично я пытался делать эту реакцию 2 раза, и не смог ничего получить кроме небольшого количества коричневого масла, которое хоть и было похожем по данным ПМР-спектра на меткатинон, вмазывать я его не рискнул.

В водной HBr растворяют оксид или карбонат меди, до насыщения (перестает растворяться). Досуха отгоняют воду, заливают четыреххлористым углеродом и из этой суспензии отгоняют половину растворителя. Снова добавляют сухого CCl₄ и пол-эквивалента пропиофенона (цвет - буро-черный). Затем кипятят при перемешивании с обратным холодильником часов 8-10, под тягой (!!! выделяется бромистый водород), в конце реакции суспензия светлеет и по завершении процесса становится чисто белой (черный бромид меди(II) превращается в белый бромид меди(I)). Охлаждают, и быстро с предосторожностями отфильтровывают (слезогонка). Полученный раствор альфа-бромкетона в CCl₄ прикапывают при охлаждении в избыток спиртового метиламина, перемешивают пару часов при охлаждении, затем отгоняют растворитель под вакуумом. Остаток разбалтывают в воде, подкисляют, промывают эфиром, затем воду сильно подщелачивают и экстрагируют продукт дихлорметаном. Сушат экстракт сульфатом натрия, и насыщают хлористым водородом. Высаживают гидрохлорид меткатинона-рацемата сухим ацетоном.

VI. Наиболее полный список эфедринсодержащих препаратов (в алфавитном порядке).

Активед
таблетки

АнтиФлу

парацетамол 650 мг, псевдоэфедрин 60 мг, хлорфенамин 4 мг
порошок для приготовления раствора для приема внутрь - пакетики (6 шт.) - пачки

Бронхолитин

сироп

Бронхотуссин

сироп

Дайнафед плюс

парацетамол 500 мг, псевдоэфедрин 30 мг
таблетки, 30 шт. - флаконы пластиковые

Детский Тайленол от простуды

парацетамол 160 мг, хлорфенамин 1 мг, декстрометорфан 5 мг, псевдоэфедрин 15 мг
5 мл сироп, 120 мл - флаконы

Диксафен

Диметпрамид 30 мг, кофеин 20 мг, эфедрина гидрохлорид 10 мг
раствор для инъекций, 1 мл - шприц - тьюбики

Клариназе

Лоратадин 5 мг, псевдоэфедрин 120 мг
Таблетки ретард, 7 шт. - упаковки контурные (2) - пачки

Мульсинекс

парацетамол 500 мг, декстрометорфан 15 мг, хлорфенамин 2 мг, псевдоэфедрин 30 мг
таблетки, 12 шт. - упаковки контурные - пачки

Наш выбор - средство от гриппа и простуды

парацетамол 650 мг, псевдоэфедрин 60 мг, хлорфенамин 4 мг
порошок для приема внутрь - пакетики (6 шт.) - пачки

Нео-Теофедрин

Теофиллин 0.1 г, кофеин 50 мг, эфедрина гидрохлорид 20 мг, парацетамол 0.3 г, фенобарбитал 30 мг, белладонны экстракт 3 мг
таблетки, 10 шт. - упаковки контурные (1 и 2) - пачки

Нова фигура капли

пузырчатки экстракт 6 мг, боярышника плодов настойка 2 мг, березы листьев настойка 2 мг, крушины коры настойка 0.2 мг, ландыша настойка 0.2 мг, хвойника хвощевого травы экстракт (эфедрина гидрохлорид 2 мг), чистотела травы экстракт 0.2 мг, млечный сок 0.002 мг - 1 мл
капли для приема внутрь, 50 мл - флаконы

Норэфедрин**Нурофен Стопколд**

Ибупрофен 200 мг, псевдоэфедрин 30 мг
таблетки, покрытые оболочкой, 6 шт. - упаковки контурные (2) - пачки

Пиранол плюс

парацетамол 650 мг, декстрометорфан 20 мг, хлорфенамин 4 мг, псевдоэфедрин 60 мг.

порошок для приготовления раствора для приема внутрь, 17 г - пакеты (10) - пачки

Рекофаст

псевдоэфедрин 60 мг, парацетамол б.ф. 500 мг, трипролидин 2.5 мг, таблетки

Ринодекс

Ринопронт

карбиноксамин 4 мг, фенилэфрин 20 мг - капсула; карбиноксамин 24 мг, норэфедрин 30 мг

1 мл сироп, 90 мл - флаконы капсулы, 10 шт. - упаковки контурные (1 и 2) - пачки

Солвин плюс

бромгексина гидрохлорид 8 мг, псевдоэфедрин 60 мг - таблетка; бромгексина гидрохлорид 4 мг, псевдоэфедрин 30 мг

раствор для приема внутрь, 60, 100, 120 мл - флаконы таблетки, 10 шт. - упаковки (10) - пачки

Сольвин экспекторант

Бромгексина гидрохлорид 8 мг, псевдоэфедрин 60 мг раствор для приема внутрь, таблетки

Солутан

радобелин 0.1 мг, укропное масло 0.4 мг, прокаин 4 мг, эфедрина гидрохлорид 17.5 мг, натрия йодид 0.1 г (калия йодид 111 мг), толуанского бальзама экстракт 25 мг, горькоминдальная вода 30 мг - 1 мл

капли для приема внутрь, 50 мл - флаконы

Судафед

псевдоэфедрин 30 мг, гвайфенезин 100 мг - 5 мл сироп, 100 мл - флаконы, таблетки.

Сунорэф

сульфаниламид 5 г, сульфатиазол 5 г, сульфадимидин 5 г, эфедрина гидрохлорид 1 г, камфора 0.3 г, эвкалиптовое масло 0.39 г, вазелиновое масло 100 г - 100 г

мазь назальная, 15 г - банки, тубы.

Теофедрин

Теофедрин-Н

теофиллин 100 мг, кофеин 50 мг, эфедрина гидрохлорид 20 мг, парацетамол 200 мг, фенобарбитал 20 мг, белладонны экстракт 3 мг, цитизин 0.1 мг

таблетки

Терафлю

парацетамол 650 мг, хлорфенамин 4 мг, псевдоэфедрин 60

мг
порошок для приготовления раствора для приема внутрь -
саше (6 шт.) - пачки

VII. Коллекция ссылок

1. Первитин из эфедрина.

Helv.Chim.Acta; 12; 1929; 365-384;
(Надо: HI, P. Также много полезных ссылок и инфы про
оптические изомеры эфедрина)

Justus Liebigs Ann. Chem.; 560; 1948; 215,219;
Chem.Ber.; 75; 1942; 1850,1854;
(Надо: Pd, HI, acetic acid, sulfuric acid)

Chem.Ber.; 75; 1942; 1850,1854;
(Надо: Pd, acetic acid, aqueous perchloric acid)

J.Amer.Chem.Soc.; EN; 103; 20; 1981; 6157-6163;
(Надо: Pd, HCl, PBr5, H2)

Anal.Chem.; EN; 58; 8; 1986; 1643-1648;
(Надо: Pd, H2, SOCl2, NaOAc, AcOH.)

2. Первитин из фенамина

Chem.Ber.; 65; 1932; 660,666;
(Надо еще: KOH, эфир, иодметан)

J.Amer.Chem.Soc.; 62; 1940; 922;
(Надо еще: Бензальдегид, этанол)

Patent; Temmler-Werke; DE 871155; 1938;
(Надо: Формальдегид, активный алюминий (Al foil + Hg
- salt))

3. Первитин из бензилметилкетона (далее БМК) он же фенилацетон.

Yakugaku Zasshi; 451; 1919; 751; Chem.Abstr.; 14; 1920;
745;
(Надо еще: метиламин)

Yakugaku Zasshi; 70; 1950; 520,522,523; Chem.Abstr.;
1951; 5640;
(Надо еще: метилформаид)

Tetrahedron Lett.; EN; 1979; 4183-4184;
(Надо еще: бензилметиламин, H2, Pd/C)

4. Прочие методы получения первитина.

Helv.Chim.Acta; 25; 1942; 528;

(Из 4-метил-5-фенилтиазола и этилата натрия)

Yakugaku Zasshi; 76; 1956; 1227; Chem.Abstr.; 1957;
4304

(Из МУЛИ!!! И: Pd/C, AcOH...)

Gazz.Chim.Ital.; 77; 1947; 320,323;

(Интересный метод: Из бензилмагнийбромида,
метиламина и ацетальдегида)

J.Amer.Chem.Soc.; 68; 1946; 1009;

(Из 2-хлоро-1-фенилпропана и метиламина.)

J.Org.Chem.; EN; 42; 1977; 2637-2639;

(Из 1-methyl-2-phenyl-ethyl)-formamide и LiAlH₄)

5. Фенамин

J.Amer.Chem.Soc.; 68; 1946; 1009;

(из 2-Хлор-1-фенилпропана и аммиака)

ЖОХ; 11; 1941; 339,341,342; Chem.Abstr.; 1941; 5868;

(из БМК и формамида)

J.Chem.Soc.Perkin Trans.2; EN; 2; 1997; 249-256;

(из фенилацетоноксида и этилата натрия. выход -
90%)

Hebd.Seances Acad.Sci.; 213; 1941; 304;

(из фенилацетоноксида, аммиака, цинка, или БМК,
аммиака, цинка)

Журн. Прикл. химии; 14; 1941; 410,413; Chem.Abstr.;
1942; 2532;

(из БМК и формиата аммония)

Bull.Soc.Chim.Fr.; 1950; 1045,1046;

(из БМК, никеля Ренея и аммиака)

6. Бензилметилкетон ака фенилацетон

J.Amer.Chem.Soc.; 81; 1959; 1169, 1171;

(также нужен амид Na, выход 35%)

J.Chem. Soc. Chem. Commun.; EN; 7; 1983; 344-345;

(из бромбензола и ацетона)

J.Chem.Soc.; 105; 1914; 1124;

Ann.Chim.(Paris); <8> 28; 1913; 319;

Bull.Soc.Chim.Fr.; <4> 7; 1910; 655;

(из фенилуксусной и уксусной кислоты)

ЖОХ 18; 1948; 2000, 2006; Chem.Abstr.; 1949; 4632;

(из фенилпропионового альдегида и серной кислоты)

J.Amer.Chem.Soc.; 55; 1933; 2589, 2591;

J.Amer.Chem.Soc.; 58; 1936; 1240;

(из фенилуксусной кислоты, ацетата калия и уксусного ангидрида. Выход 16%).

ЖОХ; 28; 1958; 3323, 3325; engl. Ausg. S. 3349, 3350;

(из фенилуксусной, и уксусной кислот, MgO – катализатор)

Ann.Chim.(Paris); <8> 10; 1907; 180, 367;

(из хлорацетона и фенилмагнибромид)

J.Amer.Chem.Soc.; 62; 1940; 1622;

(из хлорацетона, хлорида алюминия и бензола. Выход 32%, Требуется вакуумная перегонка)

Chem.Ber.; 58; 1925; 341;

Chem.Ber.; 5; 1872; 500;

(из фенилацетилхлорида и хлорида цинка)

J. Amer.Chem.Soc.; 64; 1942; 2968;

(из бензилмагнихлорида и ацетамида. Выход 41%)

to be continued ...

[[Лицевая](#) | [винт-FAQ](#) | [Дополнения к FAQ-у](#) | [Галерея](#) | [Инфа](#) | [Ссылки](#) | [Форум](#) | [Чат](#)
| [Следы](#) | [Почта](#) | [Наверх](#)]

