

Б. Этиловый эфир α -бромизомасляной кислоты

Остаток реакционной массы после отгонки избытка брома охлаждают до комнатной температуры и выливают тонкой струей, при хорошем перемешивании, в 300 мл (около 5 молей) безводного этилового спирта. Происходит бурная экзотермическая реакция этерификации, причем появляется характерный запах, напоминающий запах камфары. После охлаждения к реакционной смеси добавляют 500 мл воды; при этом эфир отделяется в виде тяжелого оранжевого масла. Его отделяют, дважды промывают 5%-ным раствором карбоната натрия (по 200 мл) и два раза водой, тщательно отделяют от воды и сушат над 20 г безводного сульфата натрия или магния. Прозрачный желто-оранжевый эфир перегоняют при обычном давлении или в вакууме. Т. кип. 162—164°/760 мм, 92—94°/74 мм, 70°/20 мм рт. ст. Выход составляет 150—155 г (80 % от теоретического).

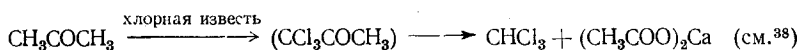
Примечание

1. Изомасляную кислоту получают из изобутилового спирта путем каталитического дегидрирования до альдегида и каталитического окисления в кислоту или окислением изобутилового спирта перманганатом калия.

Другие методы получения

Этиловый эфир α -бромизомасляной кислоты можно получить путем насыщения газообразным хлористым водородом спиртового раствора α -бромизомасляной кислоты³⁷.

3. ХЛОРОФОРМ*



Реактивы

Ацетон
Хлорная известь
Едкий натр
Хлористый кальций, безводный

25 г
200 г

Аппаратура

Колба круглодонная емк. 2 л
Воронка капельная емк. 100 мл
Холодильник Либиха
Колба Бунзена емк. 300 мл
Воронка делительная емк. 150 мл
Колба перегонная емк. 100 мл
Ступка
Баня водяная

Прибор для получения хлороформа собирают следующим образом. Круглодонную колбу емкостью 2 л закрывают пробкой с двумя отверстиями. В одно отверстие вставляют капельную воронку емкостью 100 мл. Конечный конец капельной воронки должен быть ниже уровня жидкости в колбе. В капельную воронку наливают 65 мл (0,45 моля) 50%-ного водного раствора ацетона.

Во второе отверстие пробки вставляют форштос холодильника Либиха. Противоположный конец форштоса холодильника соединяют с колбой Бунзена, служащей сборником; в колбу Бунзена заливают 30 мл воды, слой которой предохраняет отогнанный хлороформ от испарения.

200 г (около 0,5 моля) хлорной извести тщательно растирают в ступке с 500 мл воды (примечание 1) и помещают в реакционную колбу. Затем из капельной воронки в колбу по каплям приливают около 5 мл раство-

* Проверила А. Chodkowska.