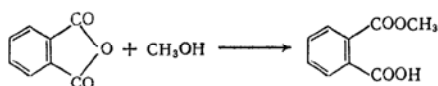
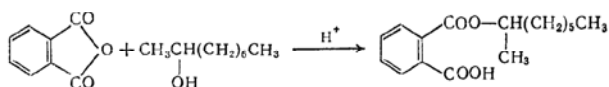


Монометилфталат



В круглодонную колбу емкостью 50 мл, снабженную обратным холодильником, вносят 7,4 г фталевого ангидрида и 5 мл абсолютного метилового спирта и кипятят смесь в течение 2 ч. Затем заменяют обратный холодильник на нисходящий, помещают колбу на глицириновую баню (правила работы с нагретыми до высокой температуры банями см. стр. 260) и отгоняют избыток метанола. К остатку добавляют 3 мл сухого бензола и продолжают перегонку до полного удаления метанола. Остаток фильтруют через стеклянную вату; к фильтрату приливают сначала 30 мл бензола, а затем петролейный эфир (т. кип. 40—60 °С) до общего объема 60 мл (бензол и петролейный эфир легко воспламеняются, пары бензола ядовиты; правила работы см. стр. 262). Колбу ставят на ночь в холодильник, затем отфильтровывают выпавший осадок, промывают его чистым петролейным эфиром (2 раза по 5 мл) и высушивают на воздухе. Выход 7,5 г (83% от теоретического); т. пл. 82—83 °С.

(Октил-2)-фталат



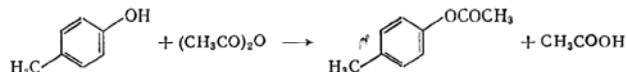
В конической колбе емкостью 150 мл смешивают 16,3 г сухого октанола-2, 18,5 г фталевого ангидрида, свободного от примеси фталевой кислоты (см. примечание), и 10 г пиридина, высушенного над ВаО. Смесь нагревают 1 ч на масляной бане при 120 °С (правила работы с нагретыми до высокой температуры банями см. стр. 260) с обратным холодильником, снабженным хлоркальциевой трубкой (хлоркальцевая трубка должна свободно пропускать воздух, см. стр. 287). Полученную вязкую массу растворяют в равном объеме ацетона и медленно, при перемешивании добавляют к смеси 14 мл концентрированной HCl и 15 г измельченного льда. Если масло начинает выпадать, когда еще не вся кислота прибавлена, его растворяют добавлением небольшого количества ацетона. Реакционную смесь выливают в колбу для перегонки с водяным паром емкостью 500 мл и добавляют воду до выделения масла. Перегонку с водяным паром (рис. 4 в Приложении I) продолжают до тех пор, пока дистиллят не станет прозрачным. Содержимое перегонной колбы выливают в стакан. Выпавший после охлаждения осадок отфильтровывают на воронке

Бюхнера, промывают на фильтре холодной водой, а затем небольшими количествами спирта и эфира и высушивают на воздухе. Выход около 25 г (75—80% от теоретического). Т. пл. 54—55 °С.

Аналогично получают кислые фталаты циклогексанола (выход 80% от теоретического; т. пл. 99 °С) и бутанола-2 (выход 80% от теоретического; т. пл. 59—60 °С).

Примечание. Технический или хранившийся продолжительное время фталевый ангидрид растворяют в хлороформе. Остаток, представляющий собой фталевую кислоту, отбрасывают. Фталевый ангидрид выделяют, отгоняя хлороформ из колбы Вюрца на водяной бане (рис. 7 в Приложении I).

n-Толилацетат*

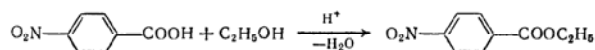


В круглодонной колбе емкостью 50 мл смешивают 10 г *n*-крезола и 12 г уксусного ангидрида. К смеси (термометр в колбе) при охлаждении ледяной водой прибавляют небольшими порциями смесь из 5 г уксусного ангидрида и 0,5 г ортофосфорной кислоты, приготовленную за 2 ч до начала синтеза. Как только реакция начнется (разогревание реакционной смеси), прибавление затравки прекращают. Реакция заканчивается за 15—20 мин. Реакционную смесь выливают в воду. Выпавшее масло отделяют, промывают 3%-ным раствором NaOH (3 раза по 5 мл) и водой, высушивают над плавленым CaCl₂ и перегоняют (рис. 7 в Приложении I). Выход 11 г (30% от теоретического); т. кип. 210—212 °С при 760 мм рт. ст.; n_D^{20} 1,5000.

Более чистое вещество получается при перегонке в вакууме (рис. 5 в Приложении I). Т. кип. 85—86 °С при 10 мм рт. ст.

Аналогичным путем может быть получен бензилацетат*. Выход 50—60% от теоретического; т. кип. 110 °С при 26 мм рт. ст. или 92—93 °С при 10 мм рт. ст.; n_D^{20} 1,5230.

Этиловый эфир *n*-нитробензойной кислоты



В круглодонную колбу емкостью 500 мл помещают 20 г *n*-нитробензойной кислоты, 100 мл этилового спирта и 13,5 мл концентрированной H₂SO₄. Полученную смесь кипятят с обратным холодильником в течение 8 ч на водяной бане. Затем полученный раствор нейтрализуют 25%-ным водным раствором аммиака (аммиак ядовит; правила работы и первая помощь при отравлении см. стр. 250, 252) и на водяной бане отгоняют спирт. Остаток разбавляют пятикратным количеством воды и выпавший осадок