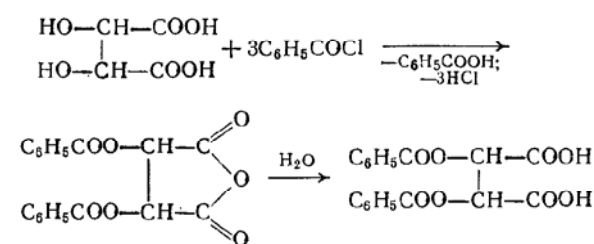


и 9,6 г свежеперегнанного фурфурола. Затем отставляют реакционную смесь на водяную баню и дают реакционной смеси нагреться до 35°C. После того как температура понизится до комнатной (около 20 мин), добавляют 100 мг безводного ацетата натрия и перемешивают еще 10 мин. Затем переливают реакционную смесь в колбу Кляйне-Фемматора и перегоняют в вакууме (рис. 5 в Приложении). Собирая фракцию, перегоняющуюся при 140—142°C (при 20 мм рт. ст.). Чтобы препарат не темнел при хранении, его подвергают повторной перегонке, тщательно отделяя фракцию с температурой кипения 140—142°C при 20 мм рт. ст. Выход 11—12 г (60% от теоретического); т. пл. 52—53°C; закристаллизовывается при

Изоилвинная кислота

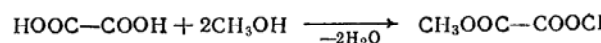


в круглодонной колбе, снабженной обратным холодильником, смешивают 10 г (+)-винной кислоты и 30 г хлорбензоила и медленно нагревают на масляной бане до температуры кипения (см. стр. 262). Выдерживают при этой температуре 2 ч, охлаждают до комнатной температуры, осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают на фильтре бензолом, отфильтровывают маточный раствор и затем перекристаллизовывают из дихлорэтана для удаления избытка хлорбензоила и бензойной кислоты. Все операции надо проводить осторожно, так как реакционная смесь содержит избыток хлорбензоила, обладающего сильным слезоточивым действием (см. стр. 259).

К чистому дибензоилвинному ангидриду добавляют воды и нагревают 30 мин. Дибензоилвинная кислота на дне колбы и после охлаждения закристаллизовывается. После высушивания на воздухе получают 20 г (85% от теоретического) дибензоилвинной кислоты; т. пл. 90°C; $[\alpha]_D^{20}$ +14,415.

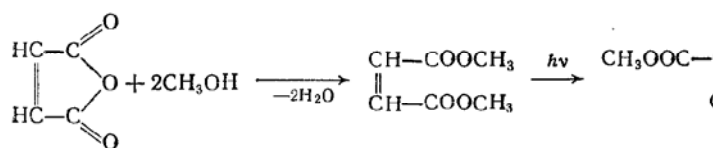
Дибензоилвинная кислота находит применение как реактив для расщепления сложных эфиров на оптические антиподы.

Диметилосалят *



Обезвоживают 10 г щавелевой кислоты (дигидрат) на водяной бане в сушильном шкафу при 110°C в течение 1 ч. Полноту обезвоживания проверяют взвешиванием: потеря в массе должна составить 2,7—2,8 г. Полученную безводную щавелевую кислоту помещают в круглодонную колбу емкостью 50 мл, добавляют 10 мл абсолютного метилового спирта и кипятят смесь с обратным холодильником, снабженным хлоркальциевой трубкой (хлоркальциевая трубка должна свободно пропускать воздух), в течение 1 ч. Реакционную смесь в горячем состоянии переливают в воронку с обратным оттоком, снабженную обратным холодильником, и отгоняют фракцию с т. кип. до 110°C, затем заменяют приемник фарфоровой чашкой и собирают фракцию, перегоняющуюся при 120—165°C. При охлаждении кристаллы закристаллизовываются в чашке. Кристаллы отфильтровывают на воронке с фильтрующим дном и перекристаллизовывают из 50%-ного водного спирта. Выход 4 г (40% от теоретического); т. пл. 54°C.

Диметилфумарат *



Диметилмалеат *. В круглодонную колбу емкостью 100 мл помещают 15 г малеинового ангидрида, 100 мл метилового спирта и 0,5 мл концентрированной H_2SO_4 . Присоединяют к колбе обратный холодильник, закрывают ее асбестом (доступ света не должен привести к изомеризации продукта реакции в *транс*-изомер). Колбу нагревают в течение 1 ч таким образом, чтобы реакция кипела не сильно, но равномерно. Затем нейтрализуют Na_2CO_3 , отгоняют спирт и перегоняют остаток в вакууме. Выход 13 г (60% от теоретического); т. кип. 89°C при 12 мм рт. ст. n_D^{20} 1,4415.

Диметилфумарат *. В пробирку или маленькую круглодонную колбу вносят 10 г диметилового эфира малеиновой кислоты. Добавляют 10 капель 5%-ного раствора брома в четыреххлористом углероде, присоединяют обратный холодильник и на 15 мин помещают в стакан с кипящей водой, освещаемый лампой (250 Вт). Реакционный сосуд охлаждают в бане со льдом, отфильтровывают на воронке Бюхнера кристаллы диметилового эфира