

Условия получения

В трехгорлую колбу емкостью 1 л, снабженную трехфорштоссом, мешалкой, пропущенной через обратный ходильник, термометром, водоотделителем с обратным ходником и помещенную в парафиновую баню, загружают (0,25 M) малеинового ангидрида, 76,6 г (0,75 M) гексилового спирта, 2,45 г смолы КУ-2, 150 мл бензола и нагревают 10 часов при хорошем перемешивании до прекращения кипения воды (6 мл), при этом реакционная масса имеет рН 7 на универсальной индикаторной бумаге.

Из массы за 1,5 часа отгоняют бензол и избыточный спирт (всего 130 мл), повышая температуру массы до 120°. Очищенную реакционную массу отделяют декантацией от осадка и перегоняют при пониженном давлении (см. приведенные), собирая фракцию с т. кип. 198—200°/30 мм.

Выход дигексилового эфира малеиновой кислоты 57—59 г (80—83%) в расчете на малеиновый ангидрид составляет 98,5%, кислотность (в плавлении на малеиновую кислоту) 0,1%.

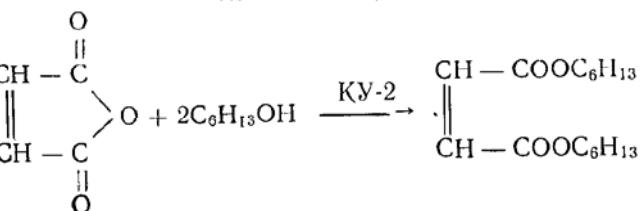
По литературным данным [1, 2], т. кип. 127°/7 мм, 116°/10 мм.

При мечание. Предполагают, что собранный от нескольких синтезов, получают вакуум-перегонку и получают дополнительно к основному продукту 3—5% продукта в расчете на один синтез.

ЛИТЕРАТУРА

1. V. Sottan et al. J. Amer. Soc., 75, 4101 (1953).
2. G. Kloban, S. Hudecek. Collect., 25, 2307 (1960).

СХЕМА СИНТЕЗА



Характеристика основного сырья

Малеиновый ангидрид, ГОСТ 5854—68, ч.
Гексиловый спирт, МРТУ 6—09—5532—68, ч., пл. 0,8186.
Бензоль, ГОСТ 5955—68, ч.д.а.
КУ-2, Н⁺-форма, МРТУ 6—09—903—63.