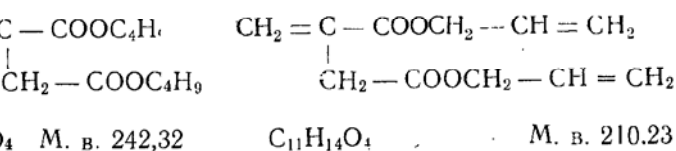


ДИ-Н-БУТИЛОВЫЙ И ДИАЛЛИЛОВЫЙ ЭФИРЫ ИТАКОНОВОЙ КИСЛОТЫ

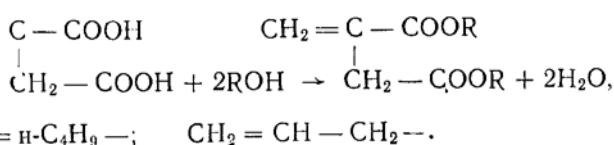
Е. И. ТАРАСЮК, Е. Ф. ЦЕБРИЕНКО



В литературе описано получение эфиров итаконовой кислоты этерификацией итаконовой кислоты соответствующим спиртом в присутствии серной кислоты и ионообменной смолы [1].

Установлено, что применение в качестве катализатора *n*-толуолсульфокислоты увеличивает выход продукта.

СХЕМА СИНТЕЗА



Характеристика основного сырья

Итаконовая кислота, МРТУ 6—09—749—63, ч.
n-Бутиловый спирт, ГОСТ 6006—51, ч.
 Аллиловый спирт, ТУ МХП 1880—48, ч.
 Бензол, ГОСТ 5955—68, ч. д. а.
n-Толуолсульфокислота, ТУ МХП ОРУ 73—56, техн.

Условия получения

Получение ди-*n*-бутилового эфира итаконовой кислоты.
 В трехгорлую колбу емкостью 0,5 л, снабженную мешалкой, термометром, водоотделителем с нижним спуском и обратным холодильником и помещенную в парафиновую баню, закладывают 52 г (0,4 М) итаконовой кислоты, 88,9 г (1,2 М) *n*-бутилового спирта, 40 мл бензола, 10 г *n*-толуолсульфокислоты. Смесь нагревают, энергично перемешивая 3 часа при 120°C до полного отделения воды (14,5 мл). Затем температуру медленно поднимают до 130°C и выдерживают 0,5 часа, отгоняя избыток *n*-бутилового спирта и бензола (около 30 мл) через нижний спуск водоотделителя. Содержимое колбы охлаждают до 40°C и выливают в раствор 6,6 г карбоната натрия в 300 мл воды. Смесь хорошо взбалтывают, эфирный слой отделяют, промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции. Промывных вод (рН 6) по универсальной индикаторной бумаге. Эфирный слой сушат над свежепрокаленным сернистым натрием в течение 1 часа, фильтруют и перегоняют при пониженном давлении, собирая фракцию с т. кип. 175°/25 мм.

Выход ди-*n*-бутилового эфира итаконовой кислоты 63,7 г (65,7%); содержание основного вещества 97,0%; плотность 0,5%.

Получение диаллилового эфира итаконовой кислоты.
 В круглодонную колбу емкостью 0,75 л, снабженную мешалкой, водоотделителем, обратным холодильником и помещенную в глицериновую баню, загружают 116,2 г (2 М) аллилового спирта, 32,5 г (0,25 М) итаконовой кислоты, 6 г *n*-толуолсульфокислоты, 200 мл бензола. Смесь нагревают, перемешивая 9—10 часов при температуре бани 108—110°C до полного отделения воды (около 14 мл). Затем через водоотделитель отгоняют бензол и избыток аллилового спирта (около 135 мл), повышая температуру в бане до 120°C. Массу в колбе охлаждают до 25—30°C и за 0,5 часа при перемешивании добавляют 10 г свежепрокаленной кальцинированной соды. Реакционный раствор фильтруют и перегоняют при пониженном давлении, собирая фракцию, кипящую при 141—142°/25 мм.

Выход диаллилового эфира итаконовой кислоты равен 64,8% (64,8%); содержание основного вещества 97,0%; кислотность 0,5%.

ЛИТЕРАТУРА

1. Пат. США 3056829 (1961).