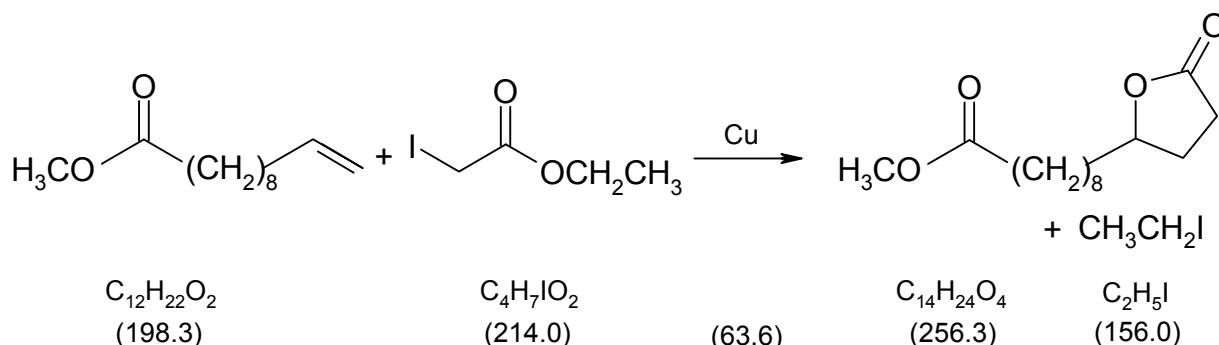


## 4005 تحضير 9-(5-أوكسوتتراهيدروفوران-2-يل)نوناويك أسيد الميثيل إستر 005 Synthesis of 9-(5-oxotetrahydrofuran-2-yl)nonanoic acid methyl ester



### التصنيف

أنواع التفاعلات وأصناف المواد  
الإضافة إلى الألكين، التفاعل الجذري، تفاعل إغلاق الحلقة،  
ألكين، ملح إستر الهلوجين كاربوكسيل الحامضي، لاكتون

### طرق العمل

العمل بالغاز الوقائي، التحريك باستخدام الحركة المغناطيسية، تسخين تحت التكتيف، تبخير بالمبخّر الدوّار، ترشيح، إعادة بلورة، تسخين باستخدام حمام النفط

### التعليمات (دفعة بمقياس 10 ملمول)

### الأجهزة

قارورة برقبتين بسعة 50 مليلتر، تجهيز الغاز الوقائي، المكثف الجزري، مُسخن حراري بمحرك مغناطيسي، قطعه مغناطيسيه مستطيله مفاطحه، مبخّر دوّار، قمع بخنر، قارورة إمتصاص، مجفّف، حمام زيتي.

### المواد

1,98 غرام (2,23 مليلتر، 10,0 ملمول)	ملح إستر ميثيل undecenoic الحامضي (درجة الغليان 248 م°)
2,78 غرام (1,54 مليلتر، 13,0 ملمول)	ملح إستر أنيل حامض يودو الخليك ( درجة الغليان 73-74 م° 21 hPa)
05,3 غرام (0,48 ملمول)	المسحوق النحاسي (مطحون بشكل رفيع، < 230 شبكة ASTM)
50 مليلتر	أيثر ميثيل ثلاثي - البيوتيل (درجة الغليان 55 م°)
150 مليلتر	أيثر النفط (درجة الغليان 60 - 80 م°)

## التفاعل

في قارورة ذات رقبتين بسعة 50 مليلتر فيها قطعه مغناطيسييه مستطيله مفلطحه مُركب عليها مكثفُ جَزْرِي و مربوطه بأنابيب غاز وقائية، يتم مزج 1،98 (2،23 مليلتر، 0،10 ملمول) ملح إستر ميثيل undecenoic الحامضي و ملح إستر أثيل حامض يودو الخليك 2،78 غرام (1،54 مليلتر، 0،13 ملمول) مع 3،05 غرام (48،0 ملمول) من المسحوق النحاسي تحت جوّ الغاز الوقائي. بعد ذلك، يُحرَكُ خَلِيطُ التفاعل بمحرك مغناطيسي بدرجة حرارة 130 م° باستخدام حمّام نطف تحت الغاز الوقائي ل4 ساعات. (مراقبة التفاعل شاهد علم التحليل).

## العمل بعد التفاعل

يُبرَدُ خَلِيطُ التفاعل إلى درجة حرارة الغرفة، ثم يُضاف أيثر ميثيل ثلاثي - البيوتيل، بعد ذلك يُحرَكُ خَلِيطُ التفاعل ل 5 دقائق ثم ترشّح. يُغسلُ المسحوق النحاسي على المرشّح 3 مرات ب10 مليلتر tert butyl أيثر ميثيل ثلاثي البيوتيل. في كل مره يتم مزج محلول المرشّح ومحلول الغسيل، يُبخّرُ المُذيب في المبخر الدوّار. يَبْقَى الزيت الأصفر كمنتج خامّ. المحصول الخامّ: 2،5 غرام

يُدَوَّبُ المُنْتَجَ الخامّ في 150 مليلتر أيثر نطف تحت التكتيف. يُسَمَحُ للمحلول للتبريد إلى درجة حرارة الغرفة، ثم يُخزّنُ في الثلاجة ليلاً للبلورة الكاملة. يُمَصُّ المُنْتَجُ البلوري على قمع بخنر ويُجفّف في مجفّف الفراغ. يُخزّنُ المحلول الكحولي ثانية في الثلاجة لمراقبة البلورة الكاملة. المحصول: 1،84 غرام (7،20 ملمول، 72%)؛ ماده صلبه بيضاء، درجة الإنصهار 33 - 34 م°

## التعليقات

لكي يُنجزَ التفاعل كمياً خلال 4 ساعات، يُستعمل خمسة أضعاف من النحاس زيادة.

## إدارة النفاية

### التكرار

يُمْكِنُ أَنْ يُسْتَعْمَلَ المسحوق النحاسي ثلاث مرات.

## التخلص من النفايات

النفايات	التخلص
أيثر ميثيل ثلاثي - البيوتيل المبخر (قدّ يحتوي إيثان اليود)	المذيبات العضويه محتويه الهلوجين

المذيبات العضوية محتوية الهلوجين	المحلول الكحولي من إعادة البلورة
النفائية الصلبة، خالية من الزئبق، تحتوي المعادن الثقيلة	المسحوق النحاسي

## الوقت

6 - 7 ساعات

## الإستراحة

بعد التسخين وقبل إعادة البلورة

## درجة الصعوبة

سهل

## التعليمات ( خطه بمقياس 100 ملمول )

### الأجهزة

قارورة برقتين بسعة 250 مليلتر، تجهيز الغاز الوقائي، المكثف الجزري، مُسخن حراري بمحرك مغناطيسي، قطعه مغناطيسييه مستطيله مفطحه، مبخّر دوّار، قمع بخنر، قارورة إمتصاص، مجفّف، حمام زيتي.

### المواد

ملح إستر ميثيل undecenoic الحامضي (درجة الغليان 248 م°) 19,8 غرام (22,3 مليلتر، 100 ملمول)  
 ملح إستر أثيل حامض يودو الخليك ( درجة الغليان 73-74 م° 21 hPa) 27,8 غرام (15,4 مليلتر، 130 ملمول)  
 المسحوق النحاسي (مطحون بشكل رفيع، < 230 شبكة ASTM) 30,5 غرام (480 ملمول)  
 أثير ميثيل ثلاثي - البيوتيل (درجة الغليان 55 م°) 130 مليلتر  
 أثير النفط (درجة الغليان 60 - 80 م°) 300 مليلتر

### التفاعل

في قارورة ذات رقتين بسعة 250 مليلتر فيها قطعه مغناطيسييه مستطيله مفطحه مُركب عليها مكثفُ جَزْرِي و مربوطه بأنايبب غاز وقائية، يتم مزج 19,8 (22,3 مليلتر، 100,0 ملمول) ملح إستر ميثيل undecenoic الحامضي و ملح إستر أثيل حامض يودو الخليك 27,8 غرام (15,4 مليلتر، 130 ملمول) مع 30,5 غرام (480 ملمول) من المسحوق النحاسي تحت جوّ الغاز الوقائي. بعد ذلك، يُحرَكُ

خَلِيطُ التفاعل بمحرك مغناطيسي بدرجة حرارة 130 م° بإستخدام حمّام نَفَطٍ تحت الغاز الوقائي ل4 ساعات. (مراقبة التفاعل شاهد عِلْمِ التحليل).

## العمل بعد التفاعل

يُبْرَدُ خَلِيطُ التفاعل إلى درجة حرارة الغرفة، ثم يُضَافُ 30 مليلتر من الأيثر ميثيل ثلاثي - البيوتيل، بعد ذلك يُحْرَكُ خَلِيطُ التفاعل ل 5 دقائق ثم تُرَشَّحَ. يُعَسَلُ المسحوق النحاسي على المُرشِّح 3 مرات ب25 مليلتر إيثر ميثيل ثلاثي البيوتيل. في كل مره يتم مزج محلول المُرشِّح ومحلول الغسيل، يُيَخَّرُ المُذِيب على المبخّر الدوّار. يَبْقَى الزيت الأصفر كَمُنْتَجٍ خَامٍ.

المحصول الخام: 25،4 غرام

يُدَوَّبُ المُنْتَجُ الخام في 300 مليلتر إيثر نَفَطٍ تحت التكتيف. يُسَمَّحُ للمحلول للتبريد إلى درجة حرارة الغرفة، ثم يُخَزَّنُ في الثلاجة ليلاً للبلورة الكاملة. يُمَصُّ المُنْتَجُ البلوري على قمع بخنر ويُجَفَّفُ في مجفّف الفراغ. يُخَزَّنُ المحلول الكحولي ثانية في الثلاجة لمراقبة البلورة الكاملة.

المحصول: 19،5 غرام ( 76،1 ملمول، 76%)؛ مادّه صلبه بيضاء، درجة الإنصهار 34 م°

## التعليقات

لكي يُنَجَزَ التفاعل كمياً خلال 4 ساعات، يُسْتَعْمَلُ خمسة أضعاف من النحاس زيادة.

## إدارة النفاية

### التكرار

يُمْكِنُ أَنْ يُسْتَعْمَلَ المسحوق النحاسي ثلاث مرات.

## التخلص من النفايات

النفايات	التخلص
أيثر ميثيل ثلاثي - البيوتيل المبخّر (قَدْ يَحْتَوِي إيثان اليود)	المذيبات العضويه محتويه الهلوجين
المحلول الكحولي من إعادة البلورة	المذيبات العضويه محتويه الهلوجين
المسحوق النحاسي	النفاية الصلبة، خالية من الزئبق، تحتوي المعادن الثقيلة

## الوقت

6 - 7 ساعات

**الإستراحة**

بعد التسخين وقبل إعادة البلورة

**درجة الصعوبة**

سهل

**علم التحليل**

مراقبة التفاعل بطبقة الكروموتجرافيا النحيفة (تي إل سي: TLC)

تحضير العينة:

باستعمال ماصة Pasteur، تؤخذ قطرتان من خليط التفاعل ويُخفّفان بـ 0,5 مليلتر من إيثر ثنائي الإيثيل.

**شروط TLC:**

الماده الممتزه:	TLC- ورق قصدير ألمنيوم، هلام سيليكيا Merck 60 F <sub>254</sub>
eluent:	أيثر نفط (80/60): ملح إستر أثيل حامض خليك = 3 : 7
التصوّر	يُغمس ورق القصدير ألمنيوم تي إل سي في 2 N H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> وبعد ذلك يُجفّف بمجفف جوي حار.

**مراقبة التفاعل ب GC**

تحضير العينة:

باستعمال ماصة Pasteur، تؤخذ قطره واحده من خليط التفاعل وتُخفّف بـ 10 مليلتر من مُذيب ميثان ثنائي الكلور. يُحقن 0,2 ميكروليتر من هذا المحلول.

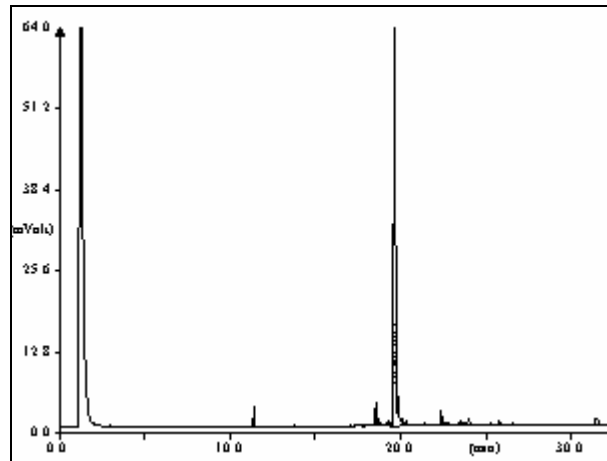
يُدوَّب 10 مليغرام من المُنتج الصلب في 10 مليلتر من مُذيب ميثان ثنائي الكلور. يُحقن 0,2 ميكروليتر من هذا المحلول.

**شروط GC:**

DB-1, 28 m, internal diameter 0.32 mm, film 0.25 $\mu$ m	العمود
حقن على عمود	الفتحة
بن (40 سنتيمتر /ثانيه)	غاز ناقل
90 °C (5 min), 10 °C/min to 240 °C (40 min)	الفرن
FID, 270 °C	الكاشف
حُسيب التركيز بالمائة من المناطق البالغة الذروة.	

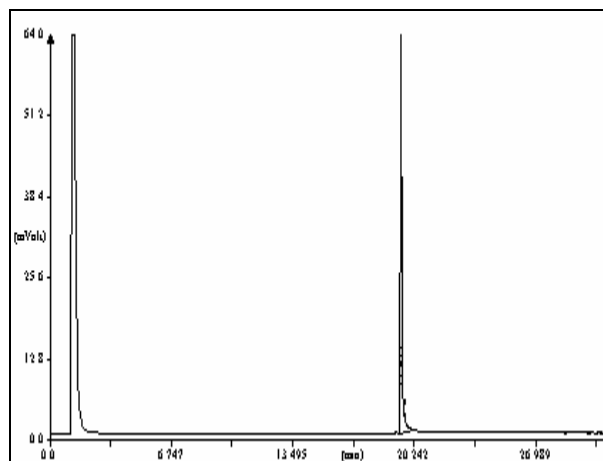
**جي سي المُنْتَج الخام**

شروط جي سي تماماً مثل مراقبة التفاعل



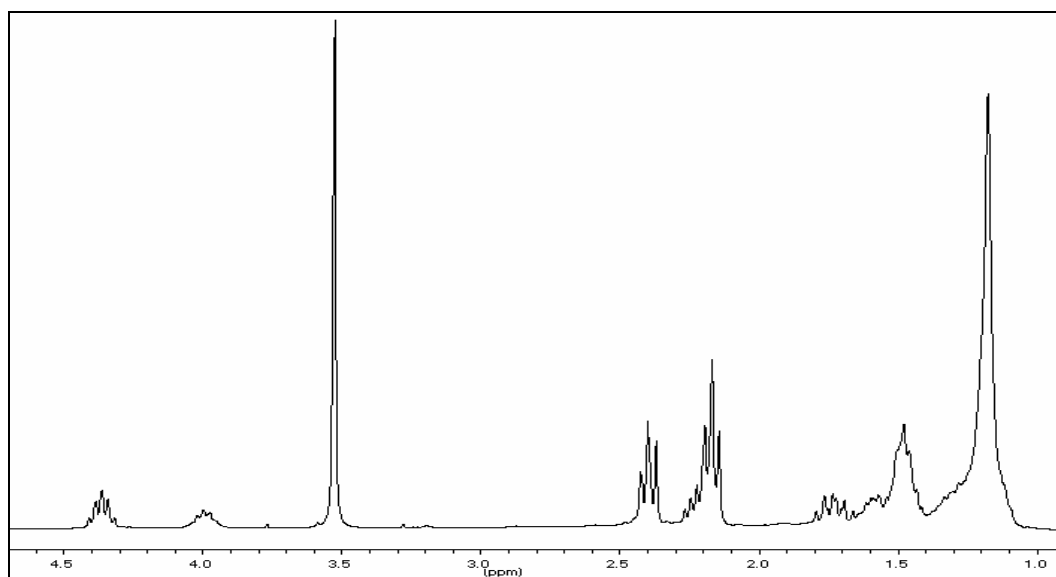
المنطقة البالغة % الذروة	المادة	وقت الإحتفاظ (بالدقيقه)
86.1	المُنْتَج	19.63
each < 2	الشوائب	

## جي سي المنتج الصافي

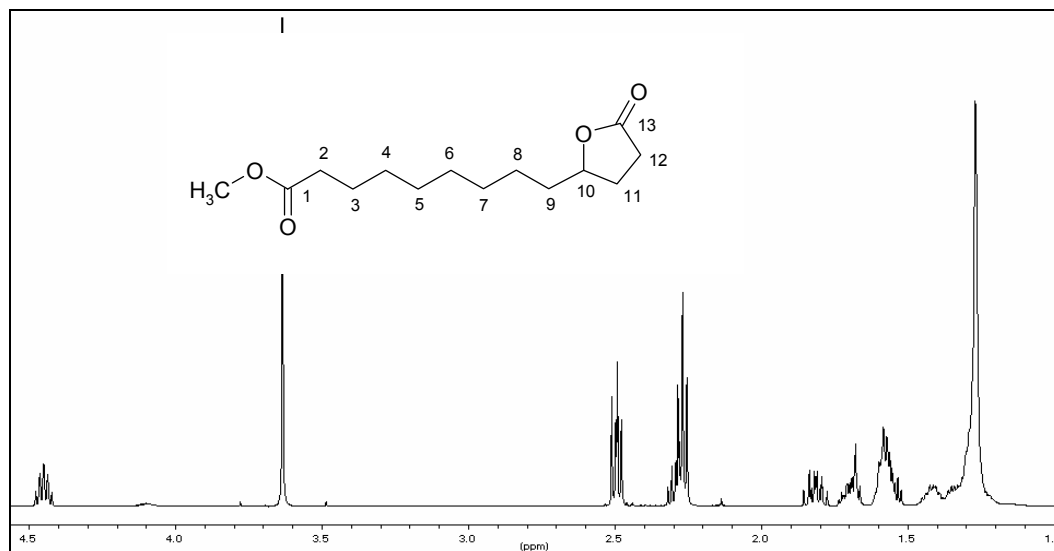


المنطقة البالغة الذروة %	المادة	وقت الإحتفاظ (بالدقيقة)
99.7	product	19.54

## الطيف الهيدروجيني ( $^1\text{H}$ NMR ) للمنتج الخام ( 500 MHz, $\text{CDCl}_3$ )

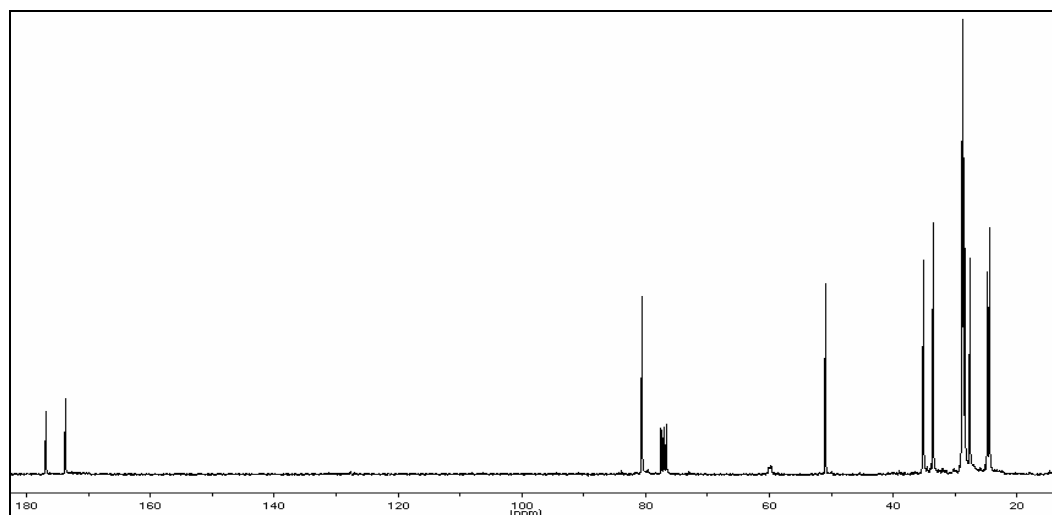


الطيف الهيدروجيني ( $^1\text{H NMR}$ ) للمنتج الصافي. (500 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )

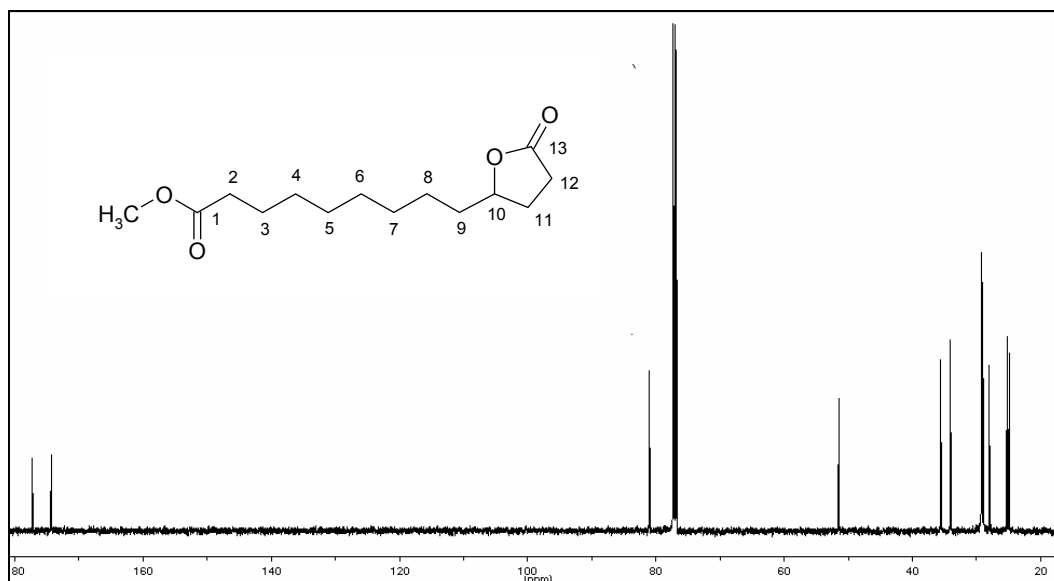


يعزى ل	عدد الهيدروجين	التعداد	$\delta$ (ppm)
10-H	1	M	4,48
O-CH <sub>3</sub>	3	S	3,67
12-H	2	M	2,50
11-H	2	M	2,30
2-H	2	T	2,27
9-H	1	M	1,82
9-H	1	M	1,70
3-H	2	M	1,57
4-H to 8-H	10	M	1,24-1,45

الطيف الكربوني ( $^{13}\text{C NMR}$ ) للمنتج الخام (125.7 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )

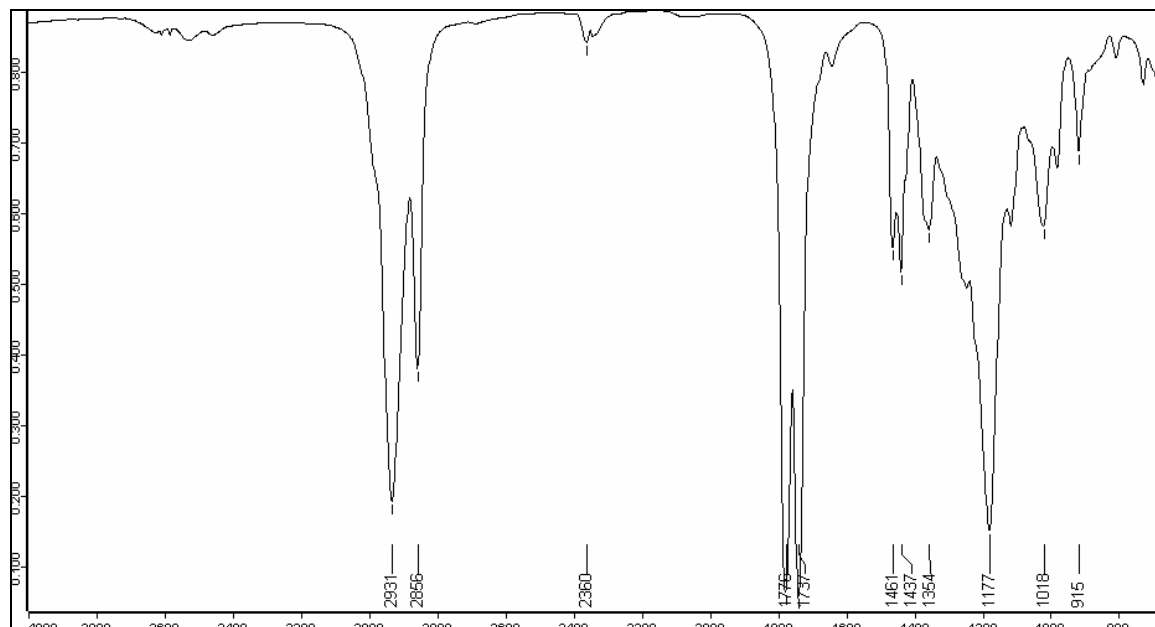




الطيف الكربوني ( $^{13}\text{C}$  NMR) للمنتج الصافي (125.7 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )

يعزى ل	$\delta$ (ppm)
C-13	177,2
C-1	174,2
C-10	81,0
O-CH <sub>3</sub>	51,4
C-12	35,5
C-2	34,0
C-4 to C-8, C-11	28,0-29,2
C-9	25,2
C-3	24,9
المذيب	76,5-77,5

## طيف تحت الحمراء (IR) للمنتج الصافي (فيلم)



يعزى ل	(سم <sup>-1</sup> )
C-H-valence, alkane	2931
C-H-valence, alkane	2856
C=O-valence, lactone	1776
C=O-valence, ester	1737