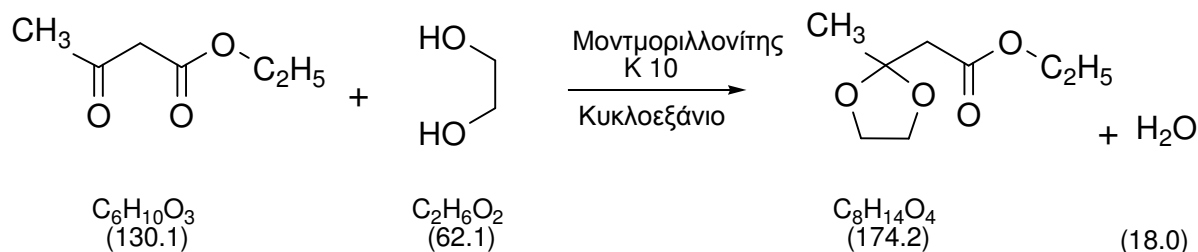


2002 Καταλυόμενη από οξέα ακεταλοποίηση του ακετοξικού αιθυλεστέρα με αιθανοδιόλη προς το αντίστοιχο 1,3-διοξολάνιο



Ταξινόμηση

Τύποι αντιδράσεων και τάξεις ουσιών

Αντίδραση του κετονικού καρβονυλίου, ακεταλοποίηση, Κετόνη, αλκοόλη, ομάδα προστασίας, όξινος καταλύτης.

Μέθοδοι εργασίας

Αζεotropic απομάκρυνση νερού, ανάδευση με αναδευτήρα KPG, διήθηση, εξάτμιση σε περιστρεφόμενο εξατμιστή, απόσταξη υπό ελαττωμένη πίεση, κλασματική απόσταξη μέσω κλασματικής στήλης, εμπλουτισμός, θέρμανση σε ελαιόλουτρο, ανάδευση με μαγνητική ράβδο ανάδευσης.

Εργασία σε κλίμακα 10 mmol:

ανάδευση με μαγνητική ράβδο ανάδευσης αντί με αναδευτήρα KPG, θέρμανση με ψυκτήρα επαναροής με εκχυλιστήρα Soxhlet αντί του επιθέματος διαχωρισμού νερού, όχι απόσταξη με κλασματική στήλη.

Οδηγία (κλίμακα 200 mmol)

Εξοπλισμός

Τρίλιμη φιάλη 500 mL, σφαιρική φιάλη 100 mL, διαχωριστής νερού, ψυκτήρας επαναροής, αναδευτήρας KPG, θερμαινόμενη πλάκα, θερμαινόμενος μαγνητικός αναδευτήρας με μαγνητική ράβδο ανάδευσης, συσκευή απόσταξης ή περιστρεφόμενος εξατμιστής, στήλη Vigreux 30 cm με χιτώνιο υπό κενό κατά προτίμηση NS29/32, επίθεμα απόσταξης κενού, αντλία κενού, ελαιόλουτρο.

Ουσίες

Αιθανοδιόλη (bp 198 °C)	14.9 g (13.5 mL, 240 mmol)
ακετοξικός αιθυλεστέρας (bp 180 °C)	26.0 g (25.2 mL, 200 mmol)
κυκλοεξάνιο (bp 81 °C)	220 mL
μοντμοριλλονίτης K 10	12.0 g

Για ένα παράγωγο:

2,4-Δινιτροφαινυλδραζίνη (mp 203 °C)	2.0 g
--------------------------------------	-------

πυκνό H_2SO_4
αιθανόλη (σ.ζ 78 °C)

10 mL
50 mL

Αντίδραση

Σε μια τρίλαιμη φιάλη των 500 mL απαλλαγμένη από υγρασία και εφοδιασμένη με αναδευτήρα KPG, διαχωριστή νερού και ψυκτήρα επαναρροής φέρονται 200 mL κυκλοεξανίου, 26.0 g (25.2 mL, 200 mmol) ακετοξικού αιθυλεστέρα, 14.9 g (13.4 mL, 240 mmol) αιθανοδιόλης και 12.0 g μοντμοριλονίτη K 10. Τα μίγμα θερμαίνεται υπό ανάδευση με τον αναδευτήρα KPG μέχρις ότου δεν συλλέγεται πλέον νερό στον διαχωριστή νερού (περίπου 3 ώρες, διαχωρισμένη υδατική φάση 6.8 mL)

Επεξεργασία

Το μίγμα της αντίδρασης ψύχεται σε θερμοκρασία δωματίου και διηθείται σε πτυχωτό ηθμό σε σφαιρική φιάλη των 500 mL και το υπόλειμμα πλένεται με 20 mL κυκλοεξάνιο. Ο διαλύτης αποστάζεται σε κανονική πίεση ή εξατμίζεται σε περιστρεφόμενο εξατμιστή σε ένα ασθενές κενό (235 hPa, θερμοκρασία λουτρού 50 °C). Παραμένει σαν ακάθαρτο προϊόν ένα ελαφρώς κίτρινο ελαιώδες υπόλειμμα.

Απόδοση ακάθαρτου προϊόντος : 26.1 g; καθαρότητα (GC) = 92% (βλέπε αναλυτικά δεδομένα)

Το υπόλειμμα μεταφέρεται σε σφαιρική φιάλη των 100 mL και αποστάζεται κλασματικά περίπου στα 14 hPa μέσω μιας στήλης Vigreux 30 cm με χιτώνιο κενού και κεφαλή απόσταξης κενού.

Πρωτόκολλο απόσταξης (παράδειγμα) :

Κλάσμα	Θερμοκρασία κεφαλής(°C)	Πίεση (hPa)	Θερμοκρασία ελαιόλουτρου (°C)	Μάζα (g)	Καθαρότητα - GC (%) ^{*)}
1	Μέχρι 77	8.1	122	0.453	41.6
2	78-85	12.0	130	0.823	48.9
3	85-86	9.1-11.0	133	1.611	75.1
4	86-87	9.0-11.0	137	4.179	90.4
5	86-87	9.0-10.0	137	7.001	93.8
6	86-87	8.0-9.0	140	8.815	98.7
7	86-76	8.0	140-160	1.314	98.7

^{*)} Εδώ καταχωρείται το επί τοις εκατό ποσοστό σε προϊόν του κάθε κλάσματος, το υπόλοιπο είναι κυρίως ακετοξικός αιθυλεστέρας.

Υπόλειμμα απόσταξης: 1.85 g

Απόδοση (Κλάσματα 4-7): 21.3 g (122 mmol, 61%); σ.ζ 86-87 °C (8-10 hPa); άχροο υγρό.

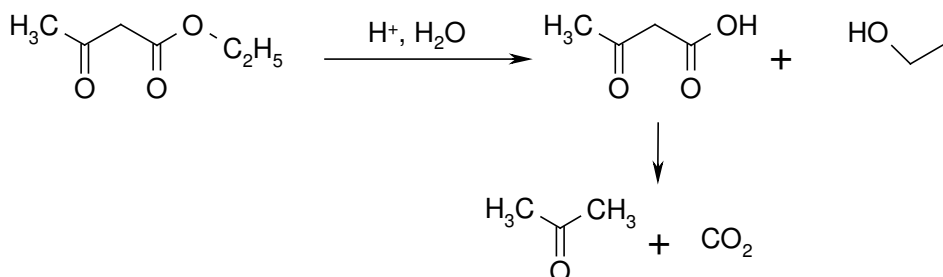
Σχόλια

Ο αναδευτήρας KPG δεν πρέπει να αντικατασταθεί από μαγνητικό αναδευτήρα γιατί στην αρχή της αντίδρασης ο Μοντμοριλονίτης K 10 με το υπάρχον νερό στο διάλυμα σχηματίζει

συσσωματώματα. Μια μη αποτελεσματική ανάδευση μπορεί να προκαλέσει μεγάλη καθυστέρηση στον βρασμό.

Η απόδοση της αντίδρασης δεν είναι μεγάλη. Σύμφωνα με το ισοζύγιο μάζας μεταξύ αντιδρώντων και απομονωθέντος προϊόντος είναι πιθανό ότι σχηματίζονται πτητικά παραπροϊόντα και αργότερα κατά την απόσταξη του διαλύτη συναποστώνται και χάνονται.

Πιθανή παράπλευρη αντίδραση:



Επιχειρηματολογία για την πιθανότητα αυτή:

Το CO_2 μπορεί να ανιχνευτεί εάν ο ψυκτήρας επαναρροής συνδεθεί με μια πλυντρίδα με κορεσμένο διάλυμα $\text{Ba}(\text{OH})_2$ και στη σειρά μια δεύτερη πλυντρίδα εξασφαλίσει ότι δεν θα εισέλθει CO_2 από το περιβάλλον στην πρώτη πλυντρίδα. Κατά την διάρκεια της αντίδρασης σχηματίζεται ίζημα ανθρακικού βαρίου.

Η υδατική φάση που συλλέγεται στο διαχωριστή νερού είναι σχεδόν διπλάσια από εκείνη που προβλέπεται από την αντίδραση ακεταλοποίησης (6.8 αντί 3.6 mL).

Στο φάσμα ^1H NMR δείγματος που προκύπτει από εκχύλιση με CDCl_3 της υδατικής φάσης του διαχωριστή νερού βρίσκονται σήματα που αντιστοιχούν στην ακετόνη και την αιθανόλη.

Στα πρώτα κλάσματα της απόσταξης του κυκλοεξανίου ανιχνεύονται με GC ακετόνη και αιθανόλη

Από την υδατική φάση του διαχωριστή νερού μπορεί να καταβυθισθεί η 2,4-δινιτροφαινυλδραζόνη της ακετόνης.

Διαδικασία:

Σε 2 g 2,4-δινιτροφαινυλδραζίνης προστίθενται 10 mL πυκνού H_2SO_4 και εν συνεχεία υπό ανακίνηση προστίθενται 14 mL H_2O . Το εισέτι θερμό διάλυμα αραιώνεται με 50 mL αιθανόλης. 50 mL του διαλύματος αυτού αναμιγνύονται με περίπου 2 mL από την υδατική φάση του διαχωριστή νερού. Ένα μικροκρυσταλλικό πορτοκαλόχρουν στερεό καταβυθίζεται μέσα σε λίγα λεπτά. Εάν όχι, προστίθεται κατά σταγόνες μια μικρή ποσότητα νερού μέχρις ότου αρχίσουν να σχηματίζονται κρύσταλλοι. Το ίζημα διηθείται και ξηραίνεται, σ.τ. 115-117 °C (χωρίς ανακρυστάλλωση).

Διαχείριση αποβλήτων**Ανακύκλωση**

Το κυκλοεξάνιο από την αντίδραση συλλέγεται και επαναποσάζεται, αν και μπορεί να περιέχει - ανάλογα με τις συνθήκες της απόσταξης - ακετόνη και αιθανόλη.

Ο μοντμοριλλονίτης K 10 μπορεί να ανακυκλωθεί μετά από ξήρανση.

Απόρριψη αποβλήτων

Απόβλητο	Απόρριψη
Κυκλοεξάνιο εάν δεν ανακυκλωθεί	Οργανικοί διαλύτες ελεύθεροι αλογόνου
Μοντμοριλλονίτης K 10	Στερεό απόβλητο ελεύθερο υδραργύρου
Υδατική φάση από τον διαχωριστή νερού	Μίγματα διαλύτη νερού ελευθέρως αλογόνου
Υπόλειμμα απόσταξης	Οργανικοί διαλύτες ελεύθεροι αλογόνου
Μητρικό υγρό της 2,4-δινιτροφαινυλδραζόνης	Μίγματα διαλύτη νερού ελευθέρως αλογόνου

Χρόνος

Περίπου 7 ώρες.

Διακοπή

Μετά την διήθηση και απομάκρυνση του Μοντμοριλλονίτη.

Μετά την απόσταξη του διαλύτη.

Βαθμός δυσκολίας

Μέτρια

Οδηγία (κλίμακα 1 mol)**Εξοπλισμός**

Τρίλιαιμη φιάλη 1 L, σφαιρική φιάλη 250 mL, διαχωριστής νερού, ψυκτήρας επαναρροής, αναδευτήρας KPG, θερμαινόμενη πλάκα, ελαιόλουτρο θερμαινόμενος μαγνητικός αναδευτήρας με μαγνητική ράβδο ανάδευσης, περιστρεφόμενος εξατμιστής, στήλη Vigreux 30 cm με χιτώνιο υπό κενό (κατά προτίμηση NS29/32), επίθεμα απόσταξης κενού, αντλία κενού.

Ουσίες

Αιθανοδιόλη (bp 198 °C)	74.5 g (67.7 mL, 1.20 mol)
ακετοξικός αιθυλεστέρας (bp 180 °C)	130 g (126 mL, 1.00 mol)
κυκλοεξάνιο (bp 81 °C)	650 mL
μοντμοριλλονίτης K 10	60 g

Για ένα παράγωγο:

2,4-Δινιτροφαινυλδραζίνη (mp 203 °C)	2.0 g
πυκνό H ₂ SO ₄	10 mL
αιθανόλη (σ.ζ 78 °C)	50 mL

Αντίδραση

Σε μια τρίλιμη φιάλη του 1 L απαλλαγμένη από υγρασία και εφοδιασμένη με αναδευτήρα KPG, διαχωριστή νερού και ψυκτήρα επαναρροής φέρονται 600 mL κυκλοεξανίου, 130 g (126 mL, 1.00 mol) ακετοξικού αιθυλεστέρα, 74.5 g (67.7 mL, 1.20 mol) αιθανοδιόλης και 60 g μοντοριλονίτη K 10. Τα μίγμα θερμαίνεται υπό ανάδευση με τον αναδευτήρα KPG μέχρις ότου δεν συλλέγεται πλέον νερό στον διαχωριστή νερού (περίπου 13 ώρες, διαχωρισμένη υδατική φάση 34 mL)

Επεξεργασία

Το μίγμα της αντίδρασης ψύχεται σε θερμοκρασία δωματίου και διηθείται σε πτυχωτό ηθμό σε σφαιρική φιάλη το 1 L και το υπόλειμμα πλένεται με 50 mL κυκλοεξάνιο. Ο διαλύτης εξατμίζεται σε περιστρεφόμενο εξατμιστή σε ένα ασθενές κενό (235 hPa, θερμοκρασία λουτρού 50 °C). Παραμένει σαν ακάθαρτο προϊόν ένα ελαφρώς κίτρινο ελαιώδες υπόλειμμα. Απόδοση ακάθαρτου προϊόντος: 132 g; καθαρότητα (GC) = 91% (βλέπε αναλυτικά δεδομένα)

Το υπόλειμμα μεταφέρεται σε σφαιρική φιάλη των 250 mL και αποστάζεται κλασματικά περίπου στα 14 hPa μέσω μιας στήλης Vigreux 30 cm με χιτώνιο κενού και κεφαλή απόσταξης κενού.

Πρωτόκολλο απόσταξης (παράδειγμα) :

Κλάσμα	Θερμοκρασία κεφαλής(°C)	Πίεση (hPa)	Θερμοκρασία ελαιόλουτρου (°C)	Μάζα (g)	Καθαρότητα - GC (%) ^{*)}
1	Μέχρι 80	9.7-10.0	μέχρι 126	1.29	53.6
2	77-82	8.4-10.0	126-130	2.43	61.1
3	83-88	12.0-13.0	125	6.71	71.1
4	88-89	11.0-12.0	125-130	5.15	79.6
5	87-88	9.4-11.0	132	14.16	87.7
6	86-87	8.9-9.1	132	6.78	92.3
7	86	8.4-8.6	133	11.15	95.5
8	86-89	8.4-10.0	133	9.72	97.5
9	87-88	8.1-8.5	133	14.88	98.4
10	89	9.1-9.5	133	15.22	98.9
11	86-88	8.3-9.1	133	15.37	99.2
12	89	9.0	133	14.70	99.0
13	89	9.0	133	9.52	98.2
14	87-88	8.4	133-155	1.94	96.4

*) Εδώ καταχωρείται το επί τοις εκατό ποσοστό σε προϊόν του κάθε κλάσματος, το υπόλοιπο είναι κυρίως ακετοξικός αιθυλεστέρας.

Υπόλειμμα απόσταξης : 2.35 g

Απόδοση (Κλάσματα 9-13): 69.7 g (400 mmol, 40%)

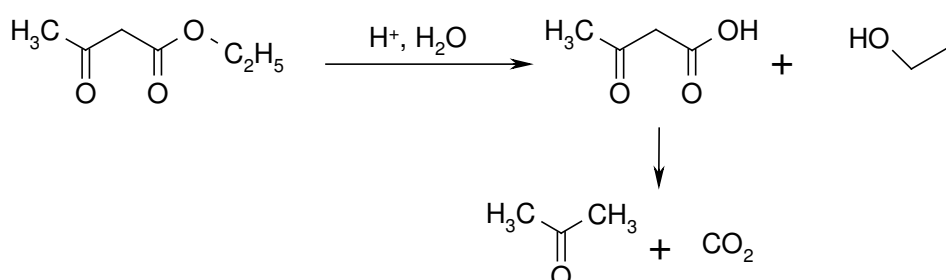
Απόδοση (Κλάσματα 5-8): 41.8 g (240 mmol, 24%)

Σχόλια

Ο αναδευτήρας KPG δεν πρέπει να αντικατασταθεί από μαγνητικό αναδευτήρα σ' αυτή την μεγάλης κλίμακας αντίδραση γιατί με τοστερεό στην φιάλη μια μη αποτελεσματική ανάδευση θα καθυστερήσει τον βρασμό.

Η απόδοση της αντίδρασης δεν είναι μεγάλη. Σύμφωνα με το ισοζύγιο μάζας μεταξύ αντιδρώντων και απομονωθέντος προϊόντος είναι πιθανό ότι σχηματίζονται πτητικά παραπροϊόντα και αργότερα κατά την απόσταξη του διαλύτη συναποσπάζονται και χάνονται.

Πιθανή παράπλευρη αντίδραση:



Επιχειρηματολογία για την πιθανότητα αυτή:

Το CO_2 μπορεί να ανιχνευτεί εάν ο ψυκτήρας επαναρροής συνδεθεί με μια πλυντρίδα με κορεσμένο διάλυμα $\text{Ba}(\text{OH})_2$ και στη σειρά μια δεύτερη πλυντρίδα εξασφαλίσει ότι δεν θα εισέλθει CO_2 από το περιβάλλον στην πρώτη πλυντρίδα. Κατά την διάρκεια της αντίδρασης σχηματίζεται ίζημα ανθρακικού βαρίου.

Η υδατική φάση που συλλέγεται στο διαχωριστή νερού είναι σχεδόν διπλάσια από εκείνη που προβλέπεται από την αντίδραση ακεταλοποίησης (34 αντί 18 mL).

Στο φάσμα ^1H NMR δείγματος που προκύπτει από εκχύλιση με CDCl_3 της υδατικής φάσης του διαχωριστή νερού βρίσκονται σήματα που αντιστοιχούν στην ακετόνη και την αιθανόλη.

Στα πρώτα κλάσματα της απόσταξης του κυκλοεξανίου ανιχνεύονται με GC ακετόνη και αιθανόλη

Από την υδατική φάση του διαχωριστή νερού μπορεί να καταβυθισθεί η 2,4-δινιτροφαινυλδραζόνη της ακετόνης. Διαδικασία:

Σε 2 g 2,4-δινιτροφαινυλδραζίνης προστίθενται 10 mL πυκνού H_2SO_4 και εν συνεχεία υπό ανακίνηση προστίθενται 14 mL H_2O . Το εισέτι θερμό διάλυμα αραιώνεται με 50 mL αιθανόλης. 50 mL του διαλύματος αυτού αναμιγνύονται με περίπου 2 mL από την υδατική φάση του διαχωριστή νερού. Ένα μικροκρυσταλλικό πορτοκαλόχρουν στερεό καταβυθίζεται μέσα σε λίγα λεπτά. Εάν όχι, προστίθενται κατά σταγόνες μια μικρή ποσότητα νερού μέχρις

ότου αρχίσουν να σχηματίζονται κρύσταλλοι. Το ίζημα διηθείται και ξηραίνεται, σ.τ. 115-117 °C (χωρίς ανακρυστάλλωση).

Διαχείριση αποβλήτων

Ανακύκλωση

Το κυκλοεξάνιο από την αντίδραση συλλέγεται και επαναποσάζεται, αν και μπορεί να περιέχει - ανάλογα με τις συνθήκες της απόσταξης – ακετόνη και αιθανόλη.

Ο μοντμοριλλονίτης K 10 μπορεί να ανακυκλωθεί μετά από ξήρανση.

Απόρριψη αποβλήτων

Απόβλητο	Απόρριψη
Κυκλοεξάνιο εάν δεν ανακυκλωθεί	Οργανικοί διαλύτες ελεύθεροι αλογόνου
Μοντμοριλλονίτης K 10	Στερεό απόβλητο ελεύθερο υδραργύρου
Υδατική φάση από τον διαχωριστή νερού	Μίγματα νερού διαλυτών ελευθέρων αλογόνου
Υπόλειμμα απόσταξης	Οργανικοί διαλύτες ελεύθεροι αλογόνου
Μητρικό υγρό της 2,4-δινιτροφαινυλδραζόνης	Μίγματα νερού διαλυτών ελευθέρων αλογόνου

Χρόνος

Περίπου 20 ώρες

Διακοπή

Μετά την διήθηση και απομάκρυνση του Μοντμοριλλονίτη

Μετά την απόσταξη του διαλύτη

Βαθμός δυσκολίας

Μέτρια

Οδηγία (κλίμακα 10 mmol)

Εξοπλισμός

Σφαιρική φιάλη 100 mL, εκχυλιστήρας Soxhlet με φύσιγγα εκχύλισης, ψυκτήρας επαναρροής, θερμαινόμενος μαγνητικός αναδευτήρας με μαγνητική ράβδο ανάδευσης, διαχωριστής νερού, ελαιόλουτρο, συσκευή μικροαπόσταξης, αντλία κενού.

Ουσίες

αιθανοδιόλη (bp 198 °C)	745 mg (0.677 mL, 12.0 mmol)
ακετοξικός αιθυλεστέρας (bp 180 °C)	1.30 g (1.26 mL, 10.0 mmol)
κυκλοεξάνιο(bp 81 °C)	60.0 mL
μοντμοριλλονίτης K 10	600 mg
μοριακά κόσκινα 4 Å	5.0 g

Αντίδραση

Σε μια τρίλαιμη φιάλη των 100 mL απαλλαγμένη από υγρασία και εφοδιασμένη με εκχυλιστήρα Soxhlet των 30 mL, ψυκτήρα επαναρροής και μαγνητική ράβδο ανάδευσης φέρονται 50 mL κυκλοεξανίου, 1.30 g (1.26 mL, 10.0 mmol) ακετοξικού αιθυλεστέρα, 1.30 g (1.26 mL, 10.0 mmol) αιθανοδιόλης και 600 mg μοντμοριλονίτη K 10. Στην φύσιγγα του εκχυλιστήρα Soxhlet φέρονται 5.0 g μοριακών κόσκινων για να δεσμεύσουν το παραγόμενο νερό που σχηματίζεται κατά την αντίδραση. Το μίγμα θερμαίνεται υπό ανάδευση για 3 ώρες με επαναρροή.

Επεξεργασία

Το μίγμα της αντίδρασης ψύχεται σε θερμοκρασία δωματίου και διηθείται σε πτυχωτό ηθμό σε σφαιρική φιάλη των 100 mL και το υπόλειμμα πλένεται με 10 mL κυκλοεξανίου. Ο διαλύτης αποστάζεται σε κανονική πίεση Παραμένει ένα άχροο ελαιώδες υπόλειμμα.

Απόδοση ακάθαρτου προϊόντος : 1.13 g;

Το υπόλειμμα αποστάζεται σε μια συσκευή μικροαπόσταξης περίπου στα 14 hPa.

Απόδοση: περίπου 1.0 g (5.7 mmol, 57%); Σ.ζ. 85-89 °C (12-14 hPa)

Η απόδοση εξαρτάται πολύ από το είδος της συσκευής απόσταξης και την επιδεξιότητα του πειραματιζόμενου.

Διαχείριση αποβλήτων**Ανακύκλωση**

Τα μοριακά κόσκινα μπορούν να αναγεννηθούν.

Απόρριψη αποβλήτων

Απόβλητο	Απόρριψη
Κυκλοεξάνιο	Οργανικοί διαλύτες, ελεύθεροι αλογόνου
Μοντμοριλλονίτης K 10	Στερεό απόβλητο, ελεύθερο υδραργύρου
Υπόλειμμα απόσταξης	Οργανικοί διαλύτες, ελεύθεροι αλογόνου

Χρόνος

Περίπου 20 ώρες.

Διακοπή

Μετά την διήθηση και απομάκρυνση του μοντμοριλλονίτη.

Μετά την απόσταξη του διαλύτη.

Βαθμός δυσκολίας

Μέτρια .

Αναλυτικά δεδομένα**Έλεγχος πορείας της αντίδρασης**

Η πορεία της αντιδρασης μπορεί να παρακολουθηθεί με αέριο χρωματογραφία και σε αντιδράσεις μεγάλης κλίμακας μπορεί επίσης να ελεγχθεί από τον όγκο της υδατικής φάσης που διαχωρίζεται.

Εάν έχει σχεδιαστεί να γίνεται ο έλεγχος της αντίδρασης με GC τότε θα πρέπει να χρησιμοποιηθεί μια δίλαιμη ή τρίλαιμη φιάλη αντίδρασης για την λήψη των δειγμάτων.

Για κάθε δείγμα το μίγμα της αντίδρασης αφήνεται να ψυχθεί (με υποστολή του υποστηλώματος του ελαιόλουτρου) μέχρις ότου σταματήσει ο βρασμός του διαλύματος. Με ένα σιφόνιο λαμβάνονται περίπου 3 mL διαλύματος και διηθούνται μέσα σε μια μικρή σφαιρική φιάλη. Ο διαλύτης εξατμίζεται σε περιστρεφόμενο εξατμιστή. Το υπόλειμμα αναλύεται χωρίς την προσθήκη διαλύτη για ακετοξικό αιθυλεστέρα και προϊόν, ενώ για ανίχνευση αιθανόλης και ακετόνης, λαμβάνεται ένα δείγμα όπως περιγράφηκε προηγουμένως, διηθείται και εισάγεται στον χρωματογράφο.

Αέρια χρωματογραφία (GC)

Συνθήκες GC:

στήλη: Zebron ZB-1, length 15 m, internal diameter 0.25 mm, film 0.25 μ m, (Phenomenex, Torrance, CA, USA)

είσοδος: injector temperature 250 °C; split injection; injected volume 0.02 μ L (without solvent)
A decomposition of the substances in the injector could be excluded through a test with an injector temperature of only 150 °C.

φέρον αέριο: He, pre-column pressure 90 kPa

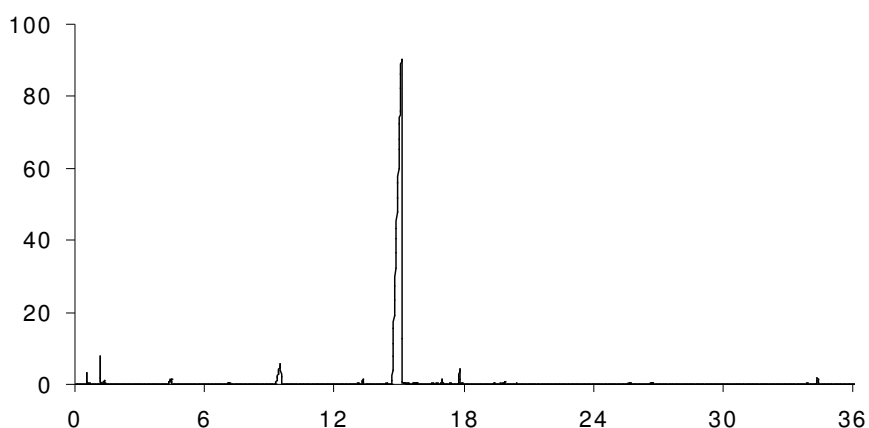
φούρνος: start temperature 30 °C (8 min), 10 °C/min at 150 °C (10 min), 10 °C/min at 200 °C (10 min).
The low start temperature is necessary to prove acetone and ethanol clearly.

ανιχνευτής: FID, 250 °C, H₂ 33.9 mL/min; synth. air 322 mL/min; make-up-gas N₂, flow 15.0 mL/min (59 kPa)

ολοκληρωτής: integrator 4290 (Thermo Separation Products)

Η επί τοις % συγκέντρωση υπολογίστηκε από το εμβαδόν των κορυφών

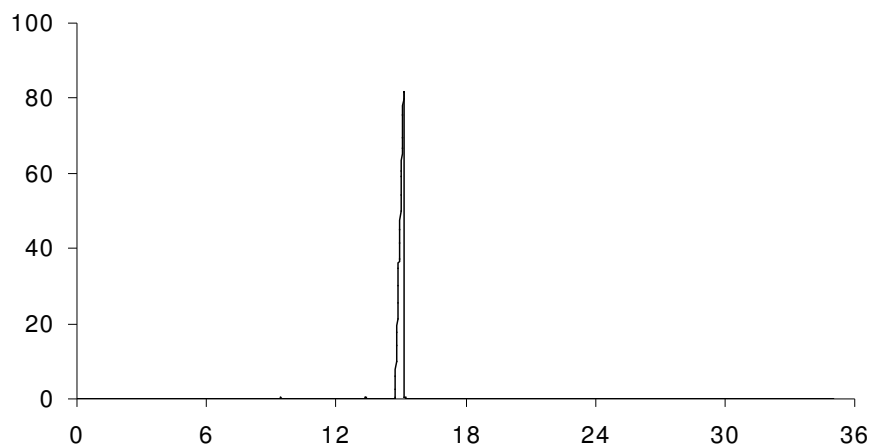
GC ακάθαρτου προϊόντος



Χρόνος συγκρατήσεως (min)	Ουσία	Εμβαδόν κορυφών %
0.5	αιθανόλη	0.4
0.6	ακετόνη	0.1
1.2	κυκλοεξάνιο	1.1
9.5	Ακετοξικός αιθυλεστέρας	3.2
15.1	προϊόν	91.7

άλλα	Μη ταυτοποιηθέντα	3.5
------	-------------------	-----

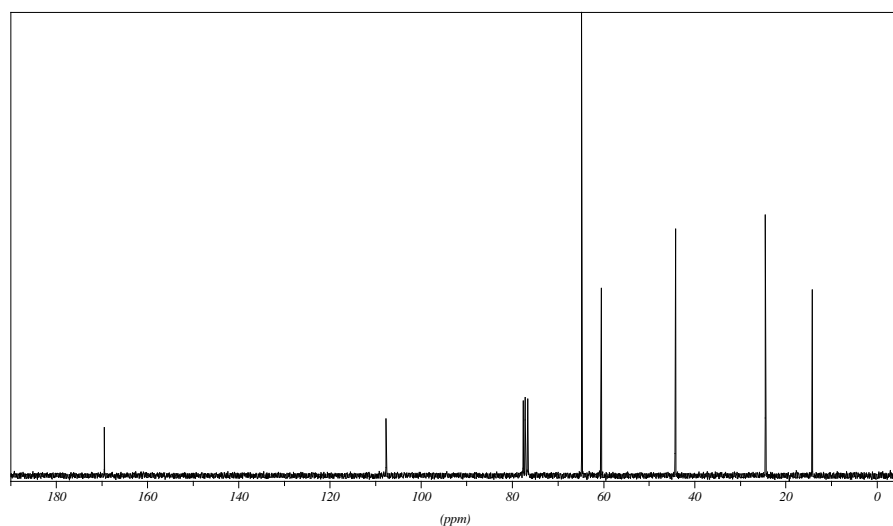
GC του καθαρού προϊόντος



Χρόνος συγκρατήσεως (min)	Ουσία	Εμβαδόν κορυφών %
15.1	προϊόν	99.6

Το υπόλειμμα απόσταξης δείχνει (GC) την παρουσία προϊόντος σε ποσοστό 41 % και άλλα μη ταυτοποιηθέντα παραπροϊόντα με υψηλότερους χρόνους συγκρατήσεως.

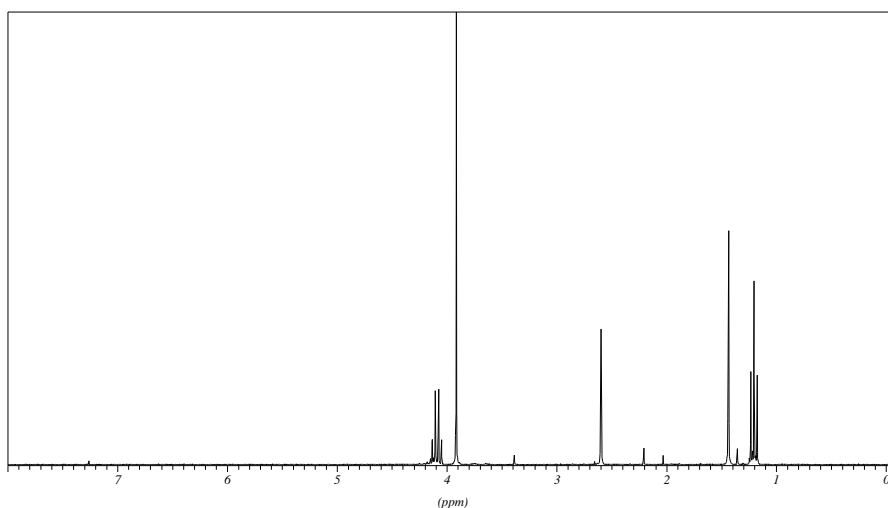
Φάσμα ^{13}C NMR καθαρού προϊόντος (62.5 MHz, CDCl_3)



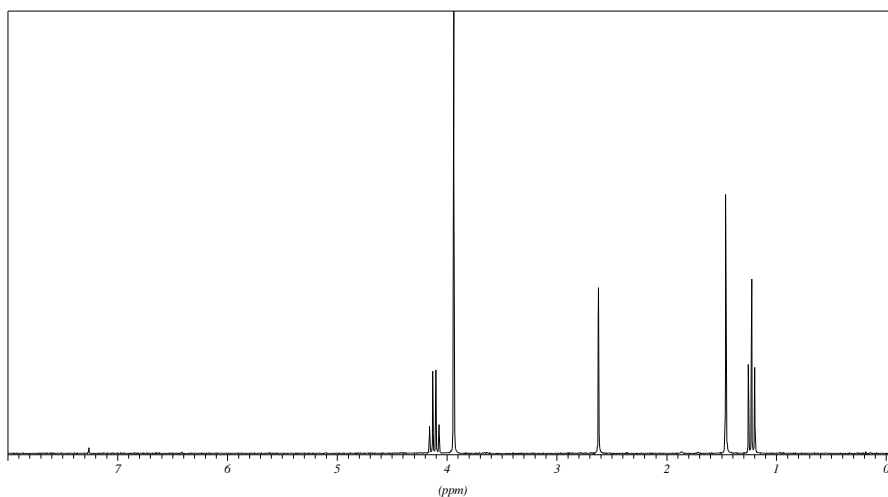
δ (ppm)	Απόδοση
14.1	$-\text{CH}_2 - \text{CH}_3$
24.5	$\text{CH}_3 - \text{C}(\text{διοξολάνιο})$

44.2	– CH ₂ – CO –
60.5	– O – CH ₂ – CH ₃
64.7	– O – CH ₂ – CH ₂ – O –
107.6	C (quart.) διοξολανικός δακτύλιος
169.4	CO – O –
76.5-77.5	διαλύτης

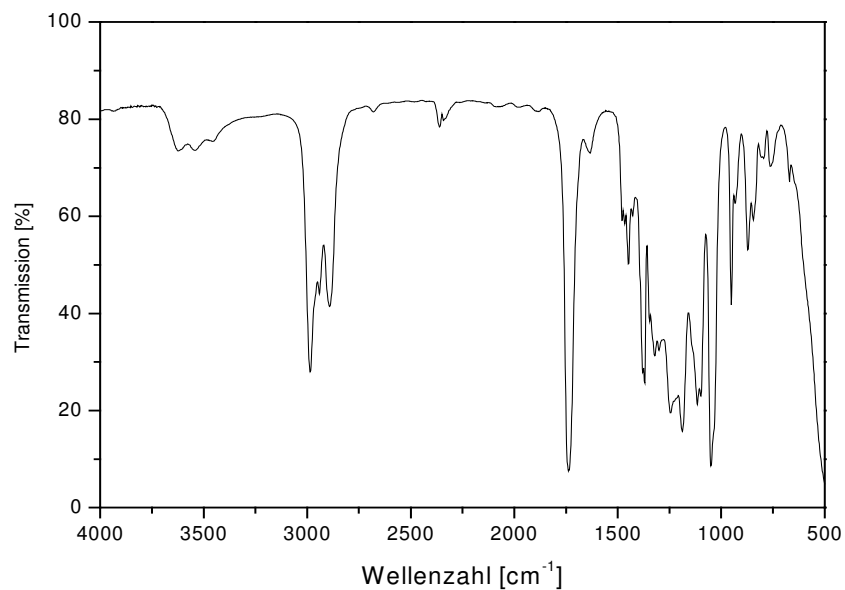
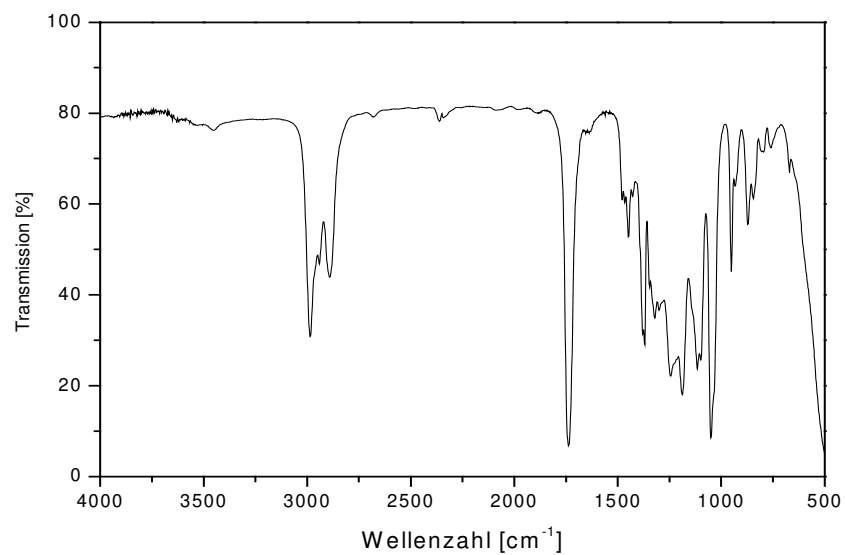
Φάσμα ¹H NMR ακάθαρτου προϊόντος (250 MHz, CDCl₃)



Φάσμα ¹H NMR καθαρού προϊόντος (250 MHz, CDCl₃)



δ (ppm)	Πολλαπλότητα	Αριθμός H	Απόδοση
1.22	t	3	– CH ₂ – CH ₃
1.46	s	3	CH ₃ – C(διοξολάνιο)
2.62	s	2	– CH ₂ – CO –
3.93	s	4	– O – CH ₂ – CH ₂ – O –
4.11	q	2	– O – CH ₂ – CH ₃

Φάσμα IR ακάθαρτου προϊόντος (film)**IR spectrum of the pure product (film)**

(cm ⁻¹)	απόδοση
2984	Δεσμός C – H αλκάνιο
1738	Δεσμός C = O εστέρας