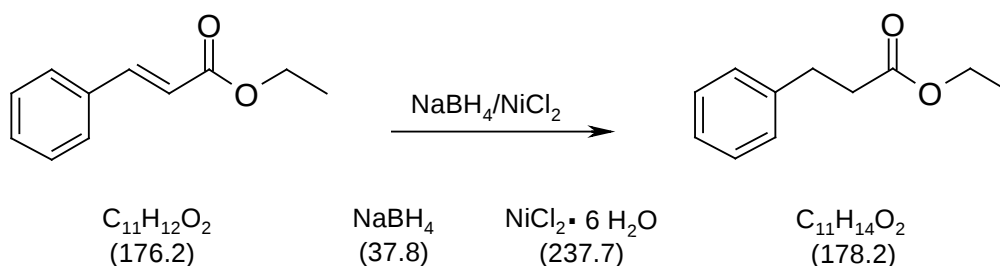


3023 3-ფენილპროპიონმჟავა ეთილის ეთერის მიღება დარიჩინის მჟავას ეთილის ეთერის ჰიდრირებით



ლიტერატურა

S.-K. Chung, *J. Org. Chem.* **1979**, 44, 1014

კლასიფიკაცია

რეაქციის ტიპები და ნაერთთა კლასები

ჰიდრირება, ალდგენა, ალკენებთან მიერთება

კარბონმჟავას ეთერი, ალკენი, მეტალთა ჰიდრიდების კომპლექსები

სამუშაოს მეთოდები

მორევა მაგნიტურ სარეველაზე, ექსტრაქცია, გაფილტვრა, აორთქლება როტაციულ ამორთქლებელზე, გამოხდა შემცირებულ წნევაზე, გაცივება ყინულის აბაზანაზე, გაცხელება ზეთის აბაზანაზე

მეთოდика (განკუთვნილია 100 მმოლი ნივთიერებისათვის)

ხელსაწყო

500 მლ—იანი სამყელა კოლბა, უკუმაცივარი, მაგნიტური სარეველა გამათბობლით, მაგნიტური ბარბაცა, თერმომეტრი, ჭურჭელი გამოყოფილი აირის კონტროლისათვის, გამყოფი ძაბრი, ძაბრი, ბიუხნერის ძაბრი და კოლბა, გამოსახდელი აპარატი, როტაციული ამორთქლებელი, ვაკუუმტუმბო, ყინულის აბაზანა, ზეთის აბაზანა

რეაქტივები

დარიჩინის მჟავას ეთილის ეთერი (დუღ. ტ. 271 °C) 17.6 გ (16.8 მლ, 100 მმოლი)

ნატრიუმბორჰიდრიდი 7.56 გ (200 მმოლი)

ნიკელ(II)-ქლორიდის-ჰექსაჰიდრატი 2.38 გ (10.0 მმოლი)

ეთანოლი (დუღ. ტ. 78 °C) 410 მლ

მეს-ბუთილმეთილეთერი (დულ. ტ. 55 °C)	350 მლ
წყალი	220 მლ

ცელიტი-გაფილტვრის გასაადვილებლად
ნატრიუმის სულფატი გამშრობად

რეაქციის მიმდინარეობა

500 მლ—იან სამყელა კოლბაში, რომელსაც მორგებული აქვს თერმომეტრი და უკუმაცივარი ჭურჭლით გამოყოფილი აირის კონტროლისათვის, ათავსებენ 17.6 გ (16.8 მლ, 100 მმოლი) დარიჩინის მჟავას ეთილის ეთერს, 2.38 გ (10.0 მმოლი) ნიკელ(II)-ქლორიდის-ჰექსაჰიდრატს და 360 მლ ეთანოლს. თავისუფალი ყელიდან მცირე პორციობით უმატებენ 7.56 გ (200 მმოლი) ნატრიუმის ბოროჰიდრიდს, ამასთან, სარეაქციო ნარევის ტემპერატურა უნდა იყოს 20°C. ნატრიუმის ბორჰიდრიდის მთლიანად დამატების შემდეგ სარეაქციო ნარევს ურევვენ კიდევ 90 წუთის განმავლობაში 50°C ტემპერატურაზე. რეაქცია ჩაითვლება დამთავრებულად, როცა შეწყდება აირების გამოყოფა.

დამუშავება

სარეაქციო ნარევს აცივებენ ოთახის ტემპერატურამდე, ბიუხნერის ძაბრში გაფილტვრის გასაადვილებლად ათავსებენ ცელიტს. სარეაქციო ნარევს ფილტრავენ და რეცხავენ 50 მლ ეთანოლით. ფილტრატს აშორებენ გამხსნელს. ნაშთს უმატებენ 150 მლ წყალს და ხუთჯერ წვლილავენ 70 მლ მეს-ბუთილმეთილეთერით. ორგანულ ფაზას რეცხავენ 70 მლ წყლით და აშრობენ ნატრიუმის სულფატზე. გამშრობს აშორებენ და ფილტრატს აორთქლებენ როტაციულ ამორთქლებელზე. ნედლი პროდუქტის გამოსავლიანობა: 16.4 გ

ნედლი პროდუქტს ხდიან ვაკუუმზე.

გამოსავლიანობა: 13.4 გ (75.2 მმოლი, 75%); უფერო სითხე, დულ. ტ. 118 °C (12 ჰპა)

შენიშვნა

ჰარბი ნატრიუმის ბორჰიდრიდის მოშორების მიზნით, სარეაქციო ნარევის დამუშავება უნდა მოხდეს ჰიდრირების დამთავრებისთანავე, წინააღმდეგ შემთხვევაში მიიღება 3-ფენილპროპანოლი, როგორც შემდგომი ჰიდრირების პროდუქტი.

ნარჩენების შეგროვება და უტილიზაცია**რეციკლიზაცია**

როტორზე გადადენილ ეთანოლს და მეს-ბუთილმეთილეთერს აგროვებენ და ხდიან.

უტილიზაცია

ნაშთი	უტილიზაცია
ფილტრზე დარჩენილი ნაშთი	მყარი ნაშთი, არ შეიცავს ვერცხლისწყალს
წყლიანი ფაზა	წყლის ნარევი გამხსნელებთან, შეიცავს ჰალოგენებს და მძიმე მეტალებს
ნაშთი გამოხდის შემდეგ	ორგანული გამხსნელი, არ შეიცავს ჰალოგენებს
ნატრიუმის სულფატი	მყარი ნაშთი, არ შეიცავს ვერცხლისწყალს

დრო

4 –5 საათი

შესვენება

მეს-ბუთილმეთილეთერთან შერევის შემდეგ

სირთულის ხარისხი

საშუალო

მეთოდика (განკუთვნილია 100 მმოლი ნივთიერებისათვის)**ხელსაწყო**

100 მლ–იანი სამყელა კოლბა, უკუმაცივარი, მაგნიტური სარეველა გამათბობლით, მაგნიტური ბარბაცა, თერმომეტრი, ჭურჭელი გამოყოფილი აირის კონტროლისათვის, გამყოფი ძაბრი, ძაბრი, ბიუხნერის ძაბრი და კოლბა, გამოსახდელი აპარატი, როტაციული ამორთქლებელი, ვაკუუმტუმბო, ყინულის აბაზანა, ზეთის აბაზანა

რეაქტივები

დარიჩინის მჟავას ეთილისეთერი (დუღ. ტ. 271 °C)	1.76 გ (1.68 მლ, 10.0 მმოლი)
ნატრიუმბორჰიდრიდი	0.756 გ (20.0 მმოლი)
ნიკელ(II)-ქლორიდის-ჰექსაჰიდრატი	0.238 გ (1.00 მმოლი)
ეთანოლი (დუღ. ტ. 78 °C)	45 მლ
მეს-ბუთილმეთილეთერი (დუღ. ტ. 55 °C)	50 მლ
წყალი	20 მლ
ცელიტი-გაფილტვრის გასაადვილებლად	
ნატრიუმის სულფატი გამშრობად	

რეაქციის მიმდინარეობა

100 მლ–იან სამყელა კოლბაში, რომელსაც მორგებული აქვს თერმომეტრი და უკუმაცივარი ჭურჭლით გამოყოფილი აირის კონტროლისათვის, ათავსებენ 1.76 გ (1.68 მლ, 10.0 მმოლი) დარიჩინის მჟავას ეთილის ეთერს, 0.238 გ (1.00 მმოლი) ნიკელ(II)-ქლორიდის-ჰექსაჰიდრატს და 35 მლ ეთანოლს. თავისუფალი ყელიდან მცირე პორციობით უმატებენ 0.756 გ (20.0 მმოლი) ნატრიუმის ბორჰიდრიდს, ამასთან, სარეაქციო ნარევის ტემპერატურა უნდა იყოს 20 °C. ნატრიუმის ბორჰიდრიდის მთლიანად დამატების შემდეგ სარეაქციო ნარევს ურევენ კიდევ 90 წუთის განმავლობაში 50°C ტემპერატურაზე. რეაქცია ჩაითვლება დამთავრებულად, როცა შეწყდება აირების გამოყოფა.

დამუშავება

სარეაქციო ნარევს აცივებენ ოთახის ტემპერატურამდე, ბიუხნერის ძაბრში გაფილტვრის გასაადვილებლად ათავსებენ ცელიტს. სარეაქციო ნარევს ფილტრავენ და რეცხავენ 10 მლ ეთანოლით. ფილტრატს აშორებენ გამხსნელს. ნაშთს უმატებენ 10 მლ წყალს და ხუთჯერ წვლილავენ 10 მლ მეს-ბუთილმეთილეთერით. ორგანულ ფაზას რეცხავენ 10 მლ წყლით და აშრობენ ნატრიუმის სულფატზე. გამშრობს აშორებენ და ფილტრატს აორთქლებენ როტაციულ ამორთქლებელზე. ნედლი პროდუქტის გამოსავლიანობა: 1.69 გ

ნედლი პროდუქტს ხდიან ვაკუუმზე.

გამოსავლიანობა: 1.35 გ (7.58 მმოლი, 76%); უფერო სითხე, დუღ. ტ. 118 °C (12 ჰპა)

შენიშვნა

ჭარბი ნატრიუმის ბორჰიდრიდის მოშორების მიზნით, სარეაქციო ნარევის დამუშავება უნდა მოხდეს ჰიდრირების დამთავრებისთანავე, წინააღმდეგ შემთხვევაში მიიღება 3-ფენილპროპანოლი, როგორც შემდგომი ჰიდრირების პროდუქტი.

ნარჩენების შეგროვება და უტილიზაცია

რეციკლიზაცია

როტორზე გადადენილ ეთანოლს და მეს-ბუთილმეთილეთერს აგროვებენ და ხდიან.

უტილიზაცია

ნაშთი	უტილიზაცია
ფილტრზე დარჩენილი ნაშთი	მყარი ნაშთი, არ შეიცავს ვერცხლისწყალს
წყლიანი ფაზა	წყლის ნარევი გამხსნელებთან, შეიცავს ჰალოგენებს და მძიმე მეტალებს
ნაშთი გამოხდის შემდეგ	ორგანული გამხსნელი, არ შეიცავს ჰალოგენებს
ნატრიუმის სულფატი	მყარი ნაშთი, არ შეიცავს ვერცხლისწყალს

დრო

4 –5 საათი

შესვენება

მეს-ბუთილმეთილეთერთან შერევის შემდეგ

სირთულის ხარისხი

საშუალო

ანალიზი

გაზური ქრომატოგრაფია

სინჯის მომზადება:

ერთ წვეთ სინჯს უმატებენ 1 მლ მეს-ბუთილმეთილეთერს, იყენებენ ხსნარის 1 მკლ.

პირობები:

სვეტი: Macherey und Nagel, SE-54, 326-MN-30705-9, სიგრძე 25 მ, დიამეტრი 0.32 მმ, შიგა დიამეტრი 0.25 მკმ

ინჟექტირება: Gerstel KAS , ინჟექტირების ტემპერატურა 270 °C;
გავრცობითი ინჟექტირება 1:20, მოცულობა 1 µL

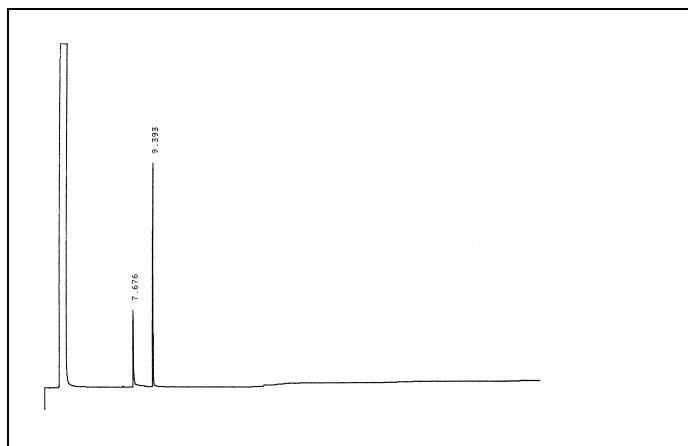
აირმატარებელი: აზოტი, წნევა 62 კპა, ნაკადი 1.04 მლ/წთ

ღუმელი: საწყისი ტემპერატურა 100 °C, 1 წთ, 10 °C/წთ, საბოლოო ტემპერატურა 250 °C, გაცხელების ხანგრძლივობა 30 წთ

დეტექტორი: FID, 275 °C

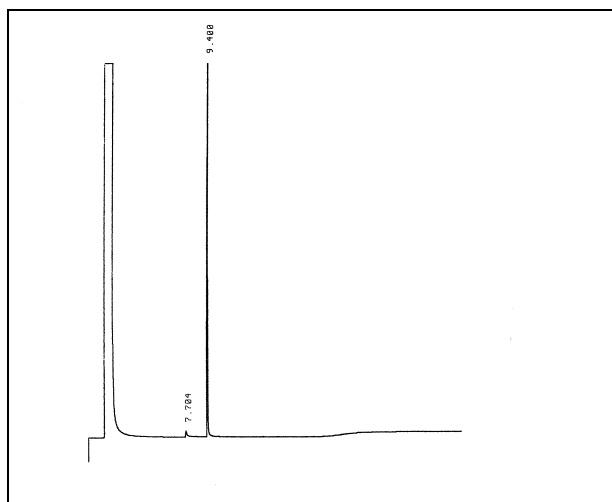
პროცენტული თანაფარდობა გამოთვლილია პიკის ფართობის საფუძველზე

ნედლი პროდუქტის ქრომატოგრამა



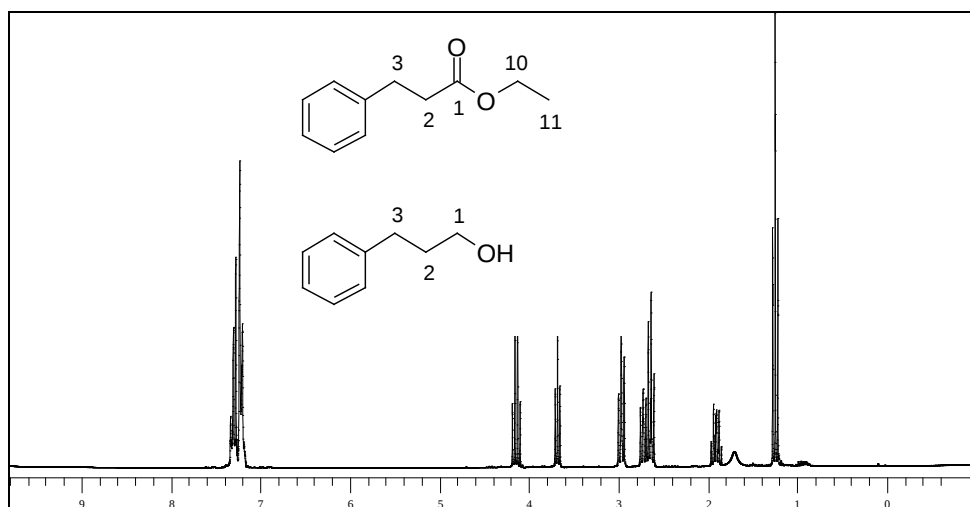
შეკვების დრო (წთ)	ნაერთი	პიკის ფართობი, %
9.39	პროდუქტი (3-ფენილპროპიონმჟავას ეთილის ეთერი)	74
7.68	თანაური პროდუქტი (3-ფენილპროპანოლი)	26

სუფთა პროდუქტის ქრომატოგრამა

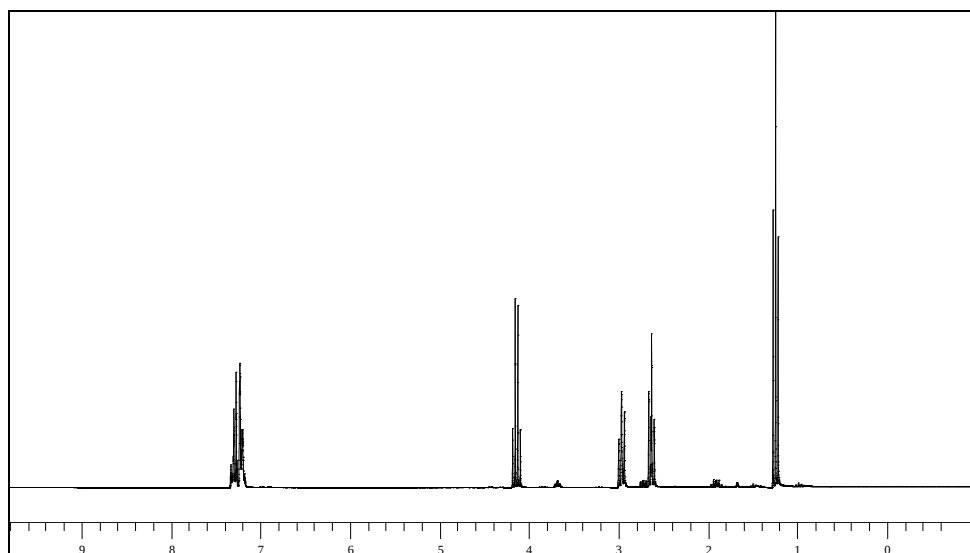


შეკვების დრო (წთ)	ნაერთი	პიკის ფართობი, %
9.40	პროდუქტი (3-ფენილპროპიონმჟავას ეთილის ეთერი)	98
7.70	თანაური პროდუქტი (3-ფენილპროპანოლი)	2

ნედლი პროდუქტის ^1H ზმრ სპექტრი (250 მჰც, CDCl_3)

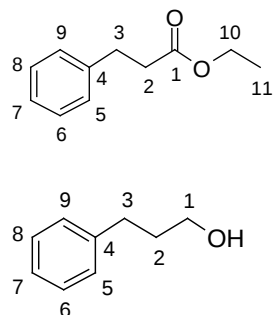
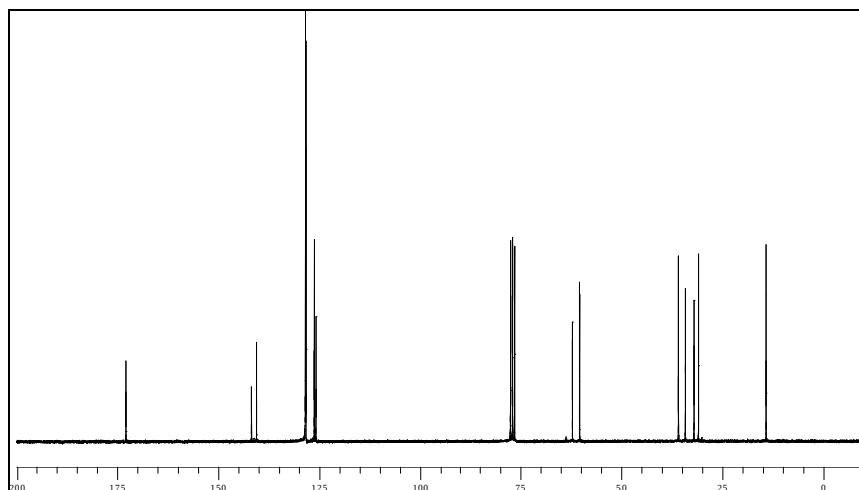


სუფთა პროდუქტის ^1H ზმრ სპექტრი (250 მჰც, CDCl_3)

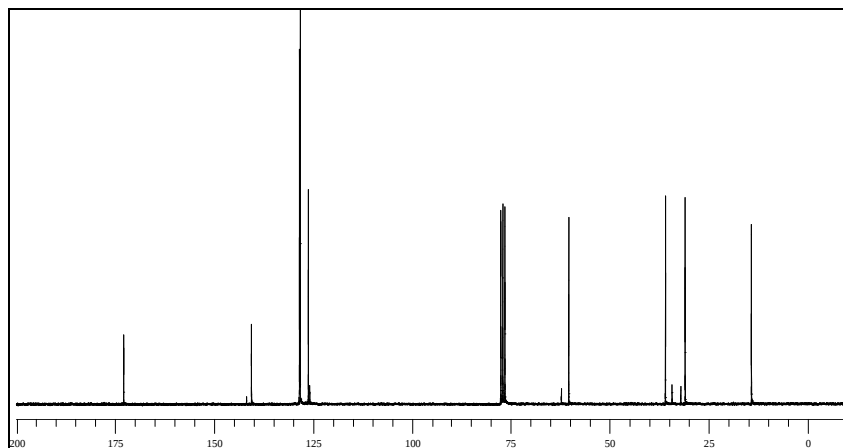


δ (ვმნ)	მულტიპლეტობა	3-ფენილპროპიონმჟავას ეთილის ეთერი		3-ფენილპროპანოლი	
		H რაოდენობა	შესაბამისობა	H რაოდენობა	შესაბამისობა
1.25	t, $^3J=7.1$	3	11-H		
1.91	m			2	2-H
2.63	m	2	2-H		
2.73	m			2	3-H
2.97	m	2	3-H		
3.68	t, $^3J=6.4$			2	1-H
4.14	q, $^3J=7.1$	2	10-H		
7.17-7.35	m	5	CH არომატ.	5	CH არომატ.

ნედლი პროდუქტის ^{13}C ბმრ სპექტრი (62.5 მჰც, CDCl_3)

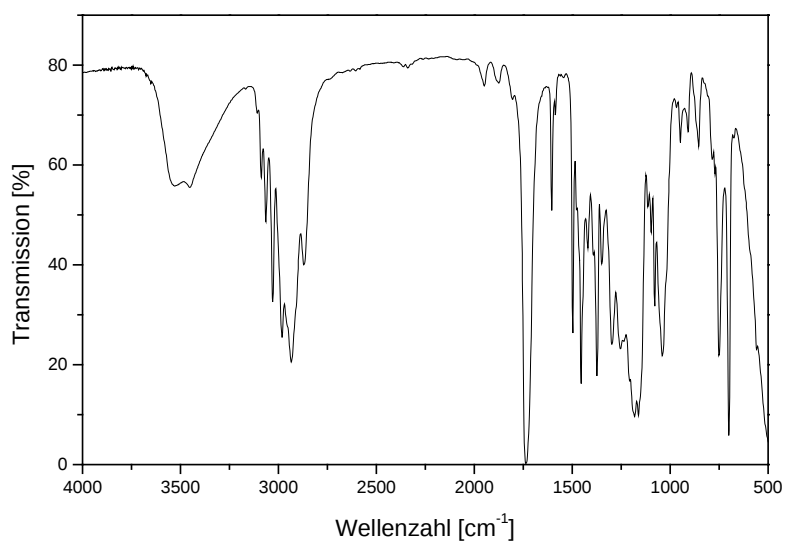


სუფთა პროდუქტის ^{13}C ბმრ სპექტრი (62.5 მჰც, CDCl_3)

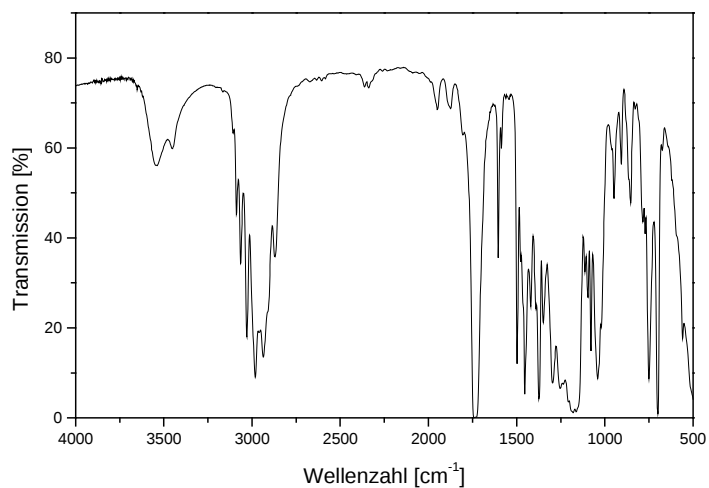


δ (მმნ)	შესაბამისობა	
	3-ფენილპროპიონმჟვას ეთილის ეთერი	3-ფენილპროპანოლი
14.1	C-11	
30.9	C-3	
32.0		C-2
34.1		C-3
35.9	C-2	
60.3	C-10	
62.1		C-1
125.8		C-7
126.2	C-7	
128.2–128.4	C-5/C-9, C-6/C-8	C-5/C-9, C-6/C-8
140.5	C-4	
141.8		C-4
172.9	C-1	
76.5-77.5	გამხსნელი	

ნედილი პროდუქტის იწ სპექტრი (ფირი)



სუფთა პროდუქტის იწ სპექტრი (ფირი)



სმ ⁻¹	შესაბამისობა
3554, 3464	O-H-ბმა
3088, 3064, 3030	C-H-ბმა, არომატ.
2983, 2873, 2939	C-H-ბმა, ალკანი
1745	C=O-ბმა, ეთერი
1604, 1496	C=C-ბმა, არომატ.