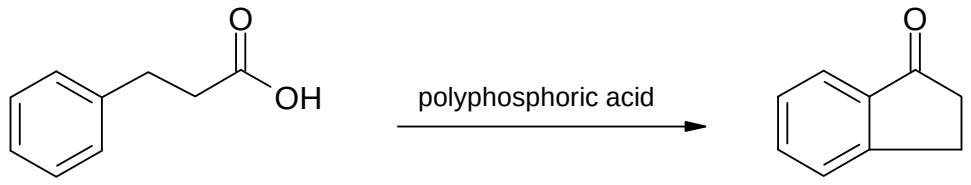
1010 الاسله ضمن الجزيء الواحد ،لحامض 3- فنيل بروبيونيك لتكوين 2,3 -دايهايدرواندين 1- اون (الفا- اندانون)



$C_9H_{10}O_2$
(150.2)

C_9H_8O
(132.2)

التصنيف :
انواع التفاعلات واصناف المواد :

الاحلال الاروماتي الالكتروفيلي ،تفاعل اغلاق الحلقه ، اسله فريديل كرافت ، تفاعل مجموعه الكاربونيل الموجوده في الحامض الكاربوكسيلي ، الاروماتيات (العطريات)، الكيتون .

طرق العمل :

الاستخلاص ، الرج ، التبخير بمبخر دوار ، الترشيح ، تنقيه بالتقطير ،عمود تقطير ، التقطير تحت ضغط منخفض ، التسخين باستخدام حمام زيتي ، كروماتوغرافيا العمود .
لاجراء التفاعل على نطاق 10 ملمول يستعمل كروماتوغرافيا العمود بدلا من التقطير .

التعليمات (بمستوى 100 ملمول)
المعدات :

دورق مخروطي ذو رقبه واسعه, سعه 500 مل ، قضيب زجاجي ،ثيرموميتر داخلي ، صفيحه تسخين ،قمع فصل سعه 1 ليتر ،عمود تجزئه طول 20 سم ،مبخر دوار ،جهاز تقطير أو رأس عمود فراغي ، مفرغه هواء ، حمام زيتي .

المواد :

حامض3-فنيل بروبيونيك درجه انصهار47-^{5}49م)	15,0 غم (100 مامول)
حامض بولي فوسفوريك 83%	110 غم
ثلاثي- بيوتيل مثيل ايثر (درجه غليان˚55 م)	150 مل

جليد مجروش	150 غم
محلول هيدروكسيد الصوديوم المائى 5 %	30 مل
$MgSO_4$ للتجفيف	حوالي 3 غم

التفاعل :

يثبت دورق مخروطي, سعه 500 مل, ذو رقبه واسعه بمشبك فوق حمام زيتي موضوع فوق صفيحه تسخين مع رافعه مختبر قابله للتحكم بحيث عند التحكم بارتفاع الرافعه يمكن تسخين الحمام او لا . يوضع 60 غم من حامض بولي فوسفوريك ويسخن في حمام زيتي الى درجة90 ^{5}م(حراره الحمام تساوي 100˚ م) وعندها يسيل الحامض .يسال .و15 غم (100 ملمول)من حامض3-فنيل بروبيونيك في دورق بالتسخين الى درجه60˚ م ثم يضاف السائل دفعه واحده الى حامض البولي فوسفوريك مع التحريك بقضيب زجاجي .ثم يخفض مستوى الزيت بحيث لا يبقى الدورق مغمورا فيه يحرك المخلوط لمده ثلاث دقائق اخرى بقضيب زجاجي بحيث تبقى درجه الحراره الداخليه عند 90 ^{5}م . ثم تضاف 50 غم في حامض بولي فوسفوريك اضافيه ويغمر الدورق ثانيه في الزيت الساخن (درجه حراره الحمام100˚ م) ثم الاستمرار بالتحريك لمده 4 دقائق . ثم يخفض مستوى الزيت ثانيه ويبرد خليط التفاعل الى 60˚ م ،ثم يضاف اليه 150 غم من الجليد المجروش مع الاستمرار بالتحريك حتى تتميه كامل كميه حامض بولي فوسفوريك ويترسب زيت اصفر .

اكمال العمل :

ينقل الخليط كليا الى قمع فصل سعته 1 لتر حيث يستخلص ثلاث مرات بكميه من ثلاثي بيوتيل مثيل ايثر 50 مل في كل مره .ثم تغسل الطبقه العضويه المجمعه مره بالماء 50 مل ومره بمحلول هيدروكسيد الصوديوم 30 مل 5 % وأخيرا بالماء 50 مل واذا لم يصبح ماء الغسل غير متعادل تغسل الطبقه عده مرات بالماء 30 مل حتى يصبح هذا الاخير متعادلا .ثم تجفف الطبقه العضويه فوق $MgSO_4$. وبعد ترشيح ماده التجفيف يبخر المذيب بالمبخر الدوار وتتخلف ماده زيتيه خام .

الناتج الخام 13.8 غم : يقطر الناتج الخام تقطيرا مجزأ تحت ضغط منخفض باستعمال عمود تجزئه طول 20 سم

الناتج : 9.32 غم (70.5 ملمول ، 71%) درحه غليان84˚ – 85˚م (2hPa)
سائل غير ملون يتبلور بسرعة درجة انصهار =40˚-41˚م.

اداره المخلفات :

التدوير :

ثلاثي- بيوتيل مثيل ايثر المبخر يجمع ويعاد تقطيره .

التخلص من الفضلات :

التخلص من الفضلات :

الفضلات	التخلص منها

الطبقه المائيه	عادلها ثم مخلوط المحلول المائي ، خال من الهالوجين
المتخلف من التقطير	المذيبات العضويه ، خال من الهالوجين
كبريتات المغنيسيوم	المخلفات الصلبه ، خال من الزئبق

الوقت :

ثلاث ساعات

استراحه:

قبل تبخير المذيب وقبل التقطير .

درجه الصعوبه:

سهله

التعليمات (مستوى 10 ملمول)

المعدات :

دورق مخروطي ذو رقبه واسعه سعه 250 مل ، قضيب تحريك زجاجي ، ثيرمومتر داخلي ، صفيحه تسخين قمع فصل سعه 250 مل ، مبخر دوار, عمود كروماتوغرافيا الغاز (طول 60 سم وقطر 4 سم), حمام زيتي .

المواد :

حامض 3-فنيل بروبيونيك درجه انصهار(49° – 51° م)	1.50 غم (10 ملمول)
حامض بولي فوسفوريك(83% P_2O_5)	11 غم
ثلاثي- بيوتيل مثيل ايثر (درجه غليان 55° م)	30 مل
جليد مجروش	30 غم
محلول هيدروكسيد الصوديوم 5 %	5 مل
$MgSO_4$ للتجفيف	حوالي1 غم
سليكا جل 60 لكروماتوغرافيا العمود	
هبتان عادي : اثيل استات = 9:1	حوالي 5 لتر

التفاعل :

يثبت دورق مخروطي سعه250 مل ذو رقبه واسعه بمشبك فوق حمام زيتي موضوع فوق صفيحه تسخين مع رافعه مختبر قابله للتحكم بحيث عند التحكم بارتفاع الرافعه يمكن تسخين الحمام او لا . يوضع 6.0 غم من حامض بولي فوسفوريك ويسخن في حمام زيتي الى درجه 90° م (حراره الحمام تساوي 100 ^{5}م) وعندها يسيل الحامض . يسال 1.50 غم (10 ملمول) من حامض3-فنيل بروبيونيك في دورق بالتسخين الى درجه 60ْ ^{5}م ثم يضاف السائل دفعه واحده الى حامض البولي فوسفوريك مع التحريك بقضيب زجاجي .ثم يخفض مستوى الزيت

بحيث لا يبقى الدورق مغمورا فيه يحرك المخلوط لمده 3 دقائق اخرى بقضيب زجاجي بحيث تبقى درجه الحراره الداخليه عند 90 ^{5}م . ثم تضاف 5 غم في حامض بولي فوسفوريك اضافيه ويغمر الدورق ثانيه في الزيت الساخن (درجه حراره الحمام 100 م) ثم الاستمرار بالتحريك لمده 4 دقائق . ثم يخفض مستوى الزيت ثانيه ويبرد خليط التفاعل الى 60 ^{5}م ،ثم يضاف اليه 30 غم من الجليد المجروش مع الاستمرار بالتحريك حتى تتميه كامل كميه حامض بولي فوسفوريك ويترسب زيت اصفر .

اكمال العمل :

ينقل الخليط كليا الى قمع فصل سعته250 مل حيث يستخلص ثلاث مرات بكميه من ثلاثي-بيوتيل مثيل ايثر 10 مل في كل مره .ثم تغسل الطبقه العضويه المجمعه مره بالماء, 30 مل, ومره بمحلول هيدروكسيد الصوديوم 5 مل 5% وأخيرا بالماء 20 مل واذا لم يصبح ماء الغسل متعادلأ تغسل الطبقه عده مرات بالماء, 20 مل, حتى يصبح هذا الاخير متعادلا .ثم تجفف الطبقه العضويه فوق $MgSO_4$. وبعد ترشيح ماده التجفيف يبخر المذيب بالمبخر الدوار وتتخلف ماده زيتيه خام .

الناتج الخام 1,51 غم

ينقى الناتج الخام خلال كروماتوغرافيا العمود:

يملا العمود بالسليكا جل . تضاف المادة الى العمود ثم يمرر عليها 4 لتر من المذيب (هبتان عادي ك اثيل استات 1:9) ثم تفحص الاجزاء بكروماتوغرافيا الطبقة الرفيعة rf للنـــــاتج يساوي 0.5 ثم تجمع الاجزاء التي تحتوي الناتج ، ثم يبخر عنها المذيب باستعمال المبخر الدوار وتبقى المادة الناتجة على شكل صلب غير ملون .

الناتج : 1.04غم (7.87ملمول , 79%) درجة انصهار 40-41 ^{5}م

اداره المخلفات :

ثلاثي بيوتيل مثيل ايثر المبخر يجمع ويعاد تقطيره .

يجمع مذيب كروماتوغرافيا العمود بعد تبخيرة واعادة تقطيرة حيث يستعمل كمذيب فصل لتجارب اخرى.

التخلص من الفضلات :

الفضلات	التخلص منها
الطبقه المائيه	عادلها ثم مخلوط المحلول المائي ، خال من الهالوجين
المتخلف من التقطير	المذيبات العضويه ، خال من الهالوجين
كبريتات المغنيسيوم	المخلفات الصلبه ، خال من الزئبق

الوقت :

يوم واحد

وقفه :
قبل تبخير المذيب وقبل الكروماتوغرافيا
درجه الصعوبه:
سهله
التحاليل :

كروماتوغرافياالطبقة الرقيقة(TLC)
شروط الطبقة الرفيعة

الممتز	سليكا جل / u.v سمك الطبقة 0.2 ملم
المذيب	هبتان : اثيل استان 1:9
Rf(3-فنيل بروبيونيك)	0.16
Rf(الفا – اندانون)	0.30

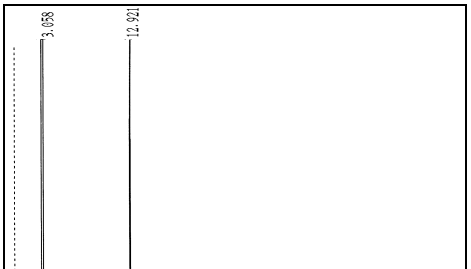
كروماتوغرافيا الغار GC
شروط كروماتوغرافيا الغاز

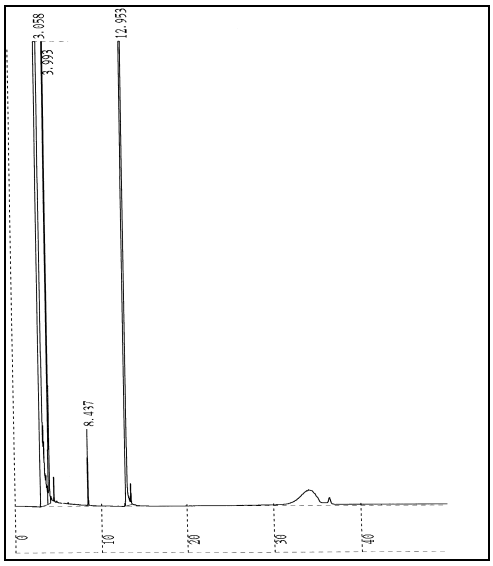
column:	5CB Low Blend/MS, length 30 m, internal diameter 0.32 mm, film 0.25 µm
inlet:	injector temperature 210 °C, split injection, injected volume 1 µL
carrier gas:	H_2, pre column pressure 50 kPa
oven:	60 °C (2 min), heating rate 10 °C/min, isotherme 240 °C (30 min)
detector:	FID, 310 °C
integrator:	Shimadzu

يحسب التركيز المئوي من مساحة المنحنى

كروماتوغرافيا الغاز للناتج النقي **GC**

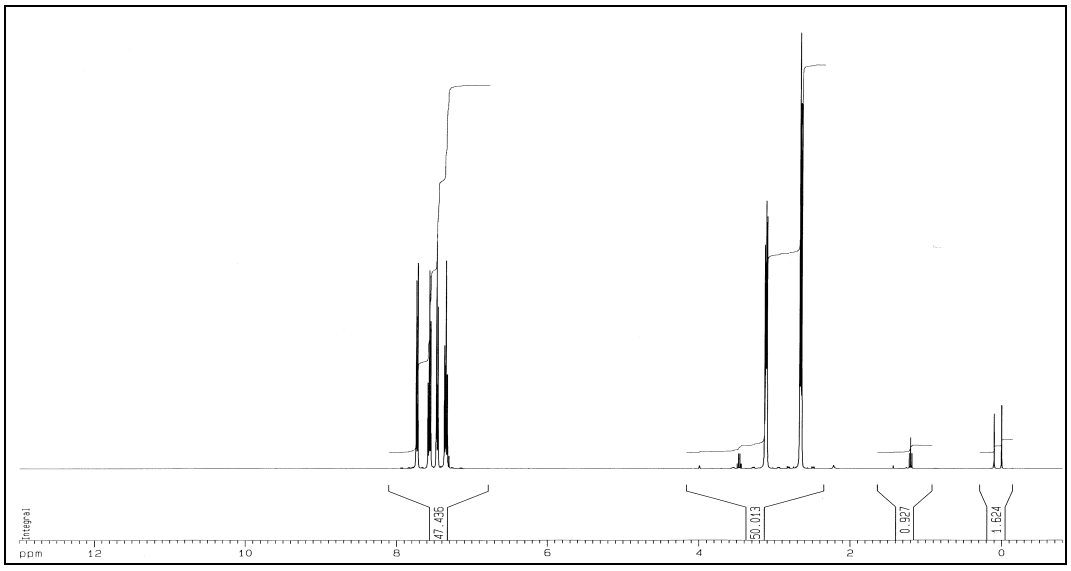
كروماتوغرافيا الغاز للناتج الخامGC



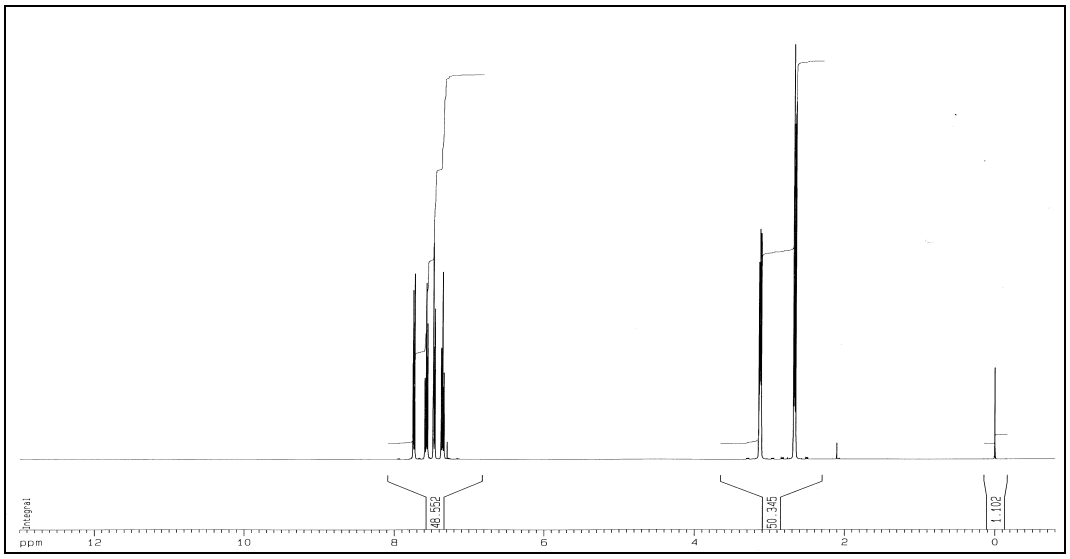


زمن الانحباس (د)	الماده	مساحة المنحنى %
1و12	الناتج	98(في الماده النقيه)
غيرها	غير معروف	2(في الماده النقيه)

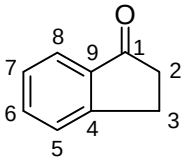
طيف الرنين المغناطيسي النووي الهيدروجيني للناتج الخام (400 MHz, $CDCl_3$)



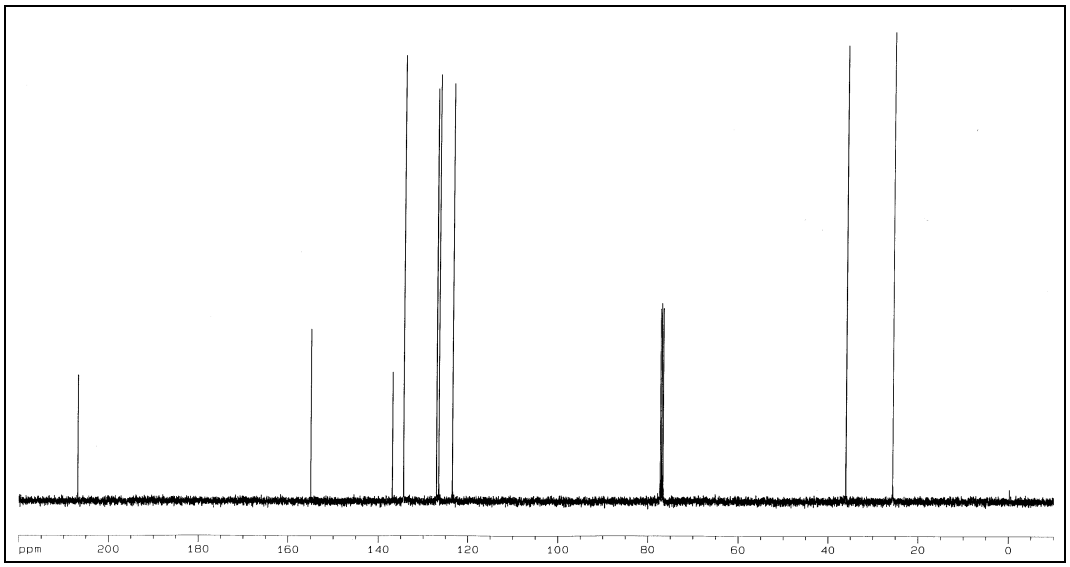
طيف الرنين المغناطيسي النووي الهيدروجيني (400 MHz, $CDCl_3$)



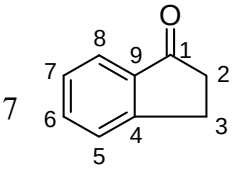
δ (ppm)	Multiplicity	Number of H	Assignment
2.66 - 2.69	m	2	2-H
3.12 – 3.15	m	2	3-H
7.34 – 7.38	m	1	6-H
7.46 - 7.48	m	1	5-H
7.56 - 7.60	m	1	7-H
7.73 – 7.76	m	1	8-H



طيف الرنين المغناطيسي النووي للكربون- 13, **(100 MHz**

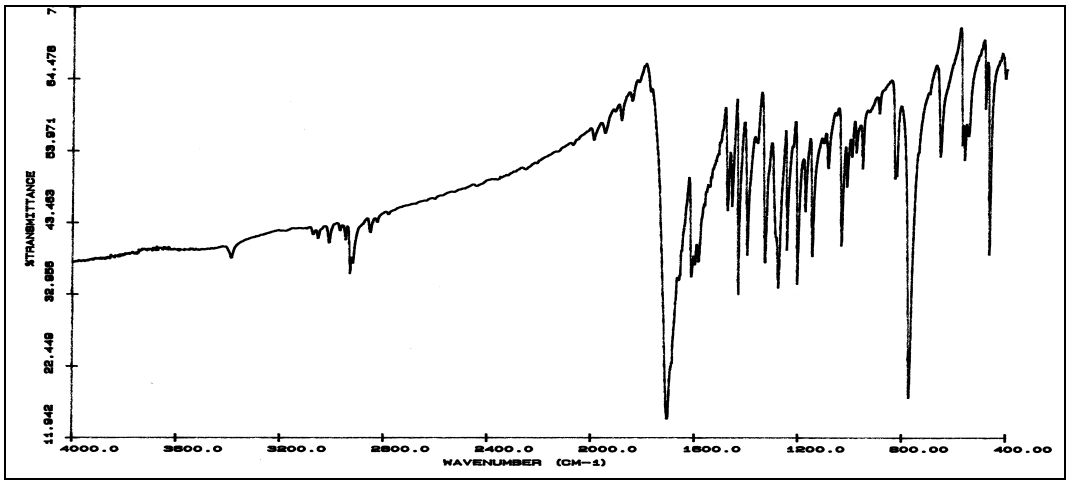


δ (ppm)	Assignment
25.68	C-3
36.07	C-2



123.55	C-8
126.59	C-5
127.15	C-7
134.47	C-6
136.95	C-9
155.05	C-4
206.92	C-1
76.5-77.5	solvent

طيف الاشعه تحت الحمراء للناتج (KBr)



(cm^{-1})	**Assignment**
3065, 3050, 3010	C-H-valence, arene
2929, 2860	C-H-valence, alkane
1702	C=O-valence, ketone
1600	C=C-valence, arene