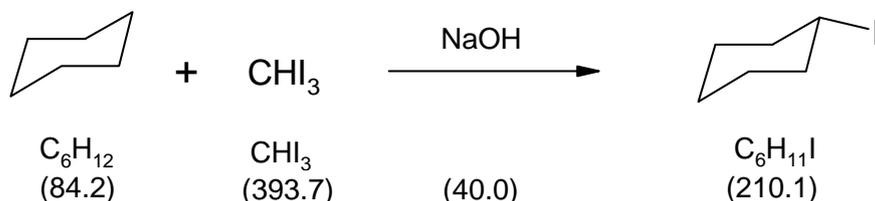


3015 تخليق ايودو الهكسان الحلقي من الهكسان الحلقي والايودوفورم



المراجع

P. R. Schreiner, O. Lauenstein, E. D. Butova, and A. A. Fokin, *Angew. Chem.* **1999**, *111*, 2956-2958; *Angew. Chem. Int. Ed. Engl.* **1999**, *38*, 2786-2788

P. R. Schreiner, O. Lauenstein, E. D. Butova, P. A. Cunchenko, I. V. Kolomistin, A. Wittkopp, G. Feder, A. A. Fokin, *Chem. Eur. J.*, **2001**, *7*, 4997

التصنيف

انواع التفاعل وتصنيف المواد

اليودنه, تفاعل الجذور الحرة, الالكان, ايودالكان.

طرق العمل

العمل باستبعاد الضوء, التحريك بقضيب تحريك مغناطيسي, الرج, الاستخلاص, الترشيح, التبخير بج

الدوار, التقطير تحت ضغط منخفض.

زيتي. اعادة التبلور.

التعليمات (بمستوى 50 ملمول)

المعدات

دورق كروي سعة 250 مل, محرك مغناطيسي, قضيب تحريك مغناطيسي, جهاز تقطير, مفرغة هواء, مبخر دوار, حمام زيت.

المواد

الهكسان الحلقي (درجة غليان 81 °م)	180مل, 140غم, 1.66مول
ايودوفورم (ثلاثي ايودوميثان) درجة انصهار 123 م	19.7غم (50.0ملمول)
هيدروكسيد الصوديوم	28.2غم (706ملمول)
هكسان حلقي (درجة غليان 81 °م)	150مل

التفاعل

ضع في دورق كروي سعة 250مل مجهز بقضيب مغناطيسي فعال 180مل, 140غم, 1.66مول من الهكسان الحلقي, 28.2غم (706ملمول) هيدروكسيد الصوديوم, 19.7غم (50.0ملمول) ايودوفورم. يغلق الدورق بسدادزجاجي ويغلف بورق الالمنيوم من اجل حماية المحتويات من تاثير الضوء يحرك الخليط لمدة 48ساعة باعلى سرعه على درجة حرارة الغرفة.

اكمال العمل

يرشح المخلوط ويستخلص الناتج الصلب 5 مرات في كل مره ب 30 مل من الهكسان الحلقي. يزال المذيب من الطبقة العضويه بالمبخر الدوار تحت ضغط منخفض قليلا (300hPa). يتخلف سائل شحمي كماده خام .

الناتج الخام: 8.90غم

يقطر الناتج الخام على ضغط منخفض.

الناتج: 5.80غم (27.6ملمول, 55%) درجة غليان 72 °م (13hPa), سائل, صافي, لزج.

اداره الفضلات :**التخلص من الفضلات**

التخلص منها	الفضلات
المخلفات الصلبه, خال من الزئبق	المتخلف عن الترشيح
المذيبات العضويه, خال من الهالوجين	الهكسان الحلقي المتبخر
يذاب في قليل من الاستون ثم المذيبات العضويه, يحتوي على هالوجين	المتخلف من التقطير

ملاحظات

بما ان التفاعل غير متجانس, فان سرعة التفاعل تعتمد على عملية التحريك.

الوقت :

50ساعه منها 48 ساعة تحريك

الاستراحة

قبل اكمال العمل

درجة الصعوبه

سهله

التعليمات (بمستوى 10 ملمول)

المعدات

دورق كروي سعة 100مل, محرك مغناطيسي, قضيب تحريك مغناطيسي, جهاز تقطير, مفرغة هواء, مبخر دوار, حمام زيت.

المواد

الهكسان الحلقي (درجة غليان 81م °) 60مل, 46.8غم, 556ملمول
ايودوفورم (ثلاثي ايودوميثان) درجة انصهار 123م 3.94غم (10.0ملمول)
هيدروكسيد الصوديوم 5.65غم (142ملمول)
هكسان حلقي (درجة غليان 81م °) 50مل

التفاعل

ضع في دورق كروي سعة 100مل مجهز بقضيب مغناطيسي فعال 80مل, 46.8غم, 556ملمول من الهكسان الحلقي, 5.65غم (142ملمول) هيدروكسيد الصوديوم, 3.94غم (10.0ملمول) ايودوفورم. يغلق الدورق بسدادزجاجي ويغلف بورق الالمنيوم من اجل حماية المحتويات من تاثير الضوء يحرك الخليط لمدة 48ساعه باعلى سرعه على درجة حرارة الغرفة.

اكمال العمل

يرشح المخلوط ويستخلص الناتج الصلب 3 مرات في كل مره ب 10مل من الهكسان الحلقي. يزال المذيب من الطبقة العضويه بالمبخر الدوار تحت ضغط منخفض قليلا (300hPa). يتخلف سائل شحمي كماده خام.

الناتج الخام: 1.90غم

يقطر الناتج الخام على ضغط منخفض.

الناتج: 1.20غم (5.71ملمول, 57%) درجة غليان 72م ° (13hPa), سائل, صافي, لزج.

اداره الفضلات :

التخلص من الفضلات

التخلص منها	الفضلات
المخلفات الصلبة, خال من الزئبق	المتخلف عن الترشيح
المذيبات العضويه, خال من الهالوجين	الهكسان الحلقي المتبخر
يذاب في قليل من الاستون ثم المذيبات العضويه, يحتوي على هالوجين	المتخلف من التقطير

ملاحظات

بما ان التفاعل غير متجانس, فان سرعة التفاعل تعتمد على عملية التحريك.

الوقت :

50 ساعه منها 48 ساعة تحريك

الاستراحه

قبل اكمال العمل

درجة الصعوبه

سهله

التحليل

كروماتوغرافيا الغاز

تحضير العينه

تذاب نقطه واحده في 1 مل من ثلاثي بيوتيل ميثيل ايثر, ويحقب 1 ميكروليتر:

GC conditions:

column: Macherey und Nagel, SE-54, 326-MN-30705-9, 25 m, ID 0.32 mm, DF 0.25 μ m

inlet: Gerstel KAS, injector 250 °C;

split injection: 1:20, injected volume 1 μ L

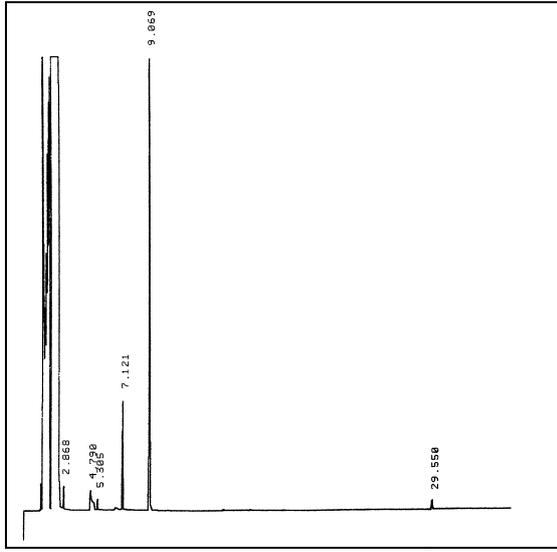
carrier gas: nitrogen, pre-column pressure 62 kPa, flow rate 1.04 mL/min

oven: 80 °C (1 min), 5 °C/min, 250 °C (30 min)

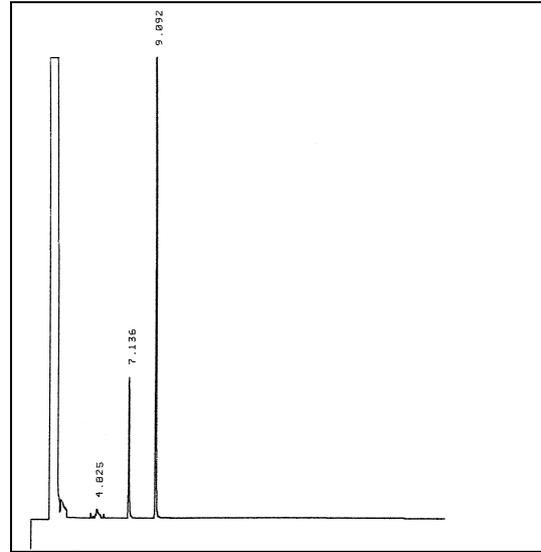
detector: FID, 275 °C

تحسب نسبة التركيز من المساحه تحت المنحنى

كروماتوغرافيا الغاز للنتائج الخام GC



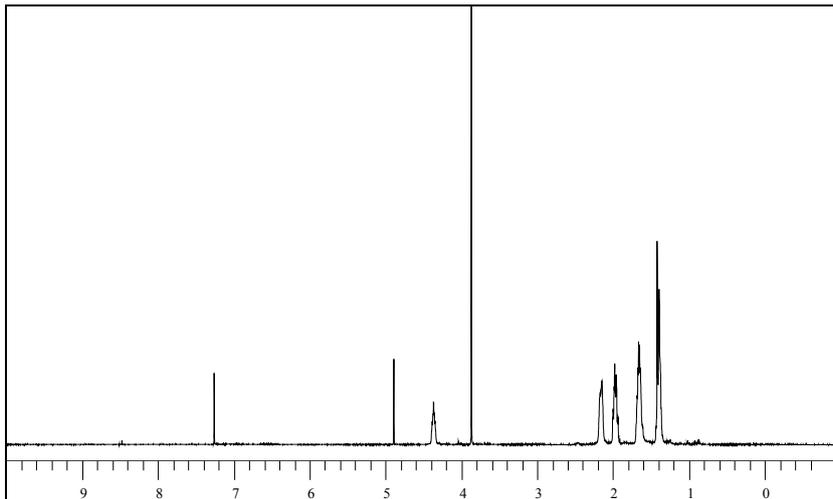
كروماتوغرافيا الغاز للنتائج النقي GC



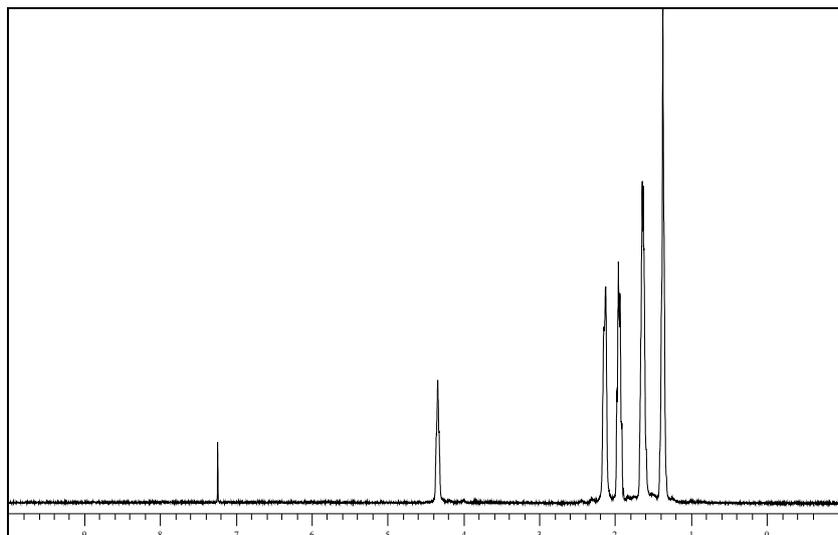
الانحباس (د)	الماده	مساحة المنحنى %	
		النتائج الخام	النتائج النقي
9.1	product (iodocyclohexane)	72	81
7.1	unidentified	15	16
others	unidentified	13	3.5

الرنين المغناطيسي الهيدروجيني للنتائج الخام (500 MHz)

$CDCl_3$



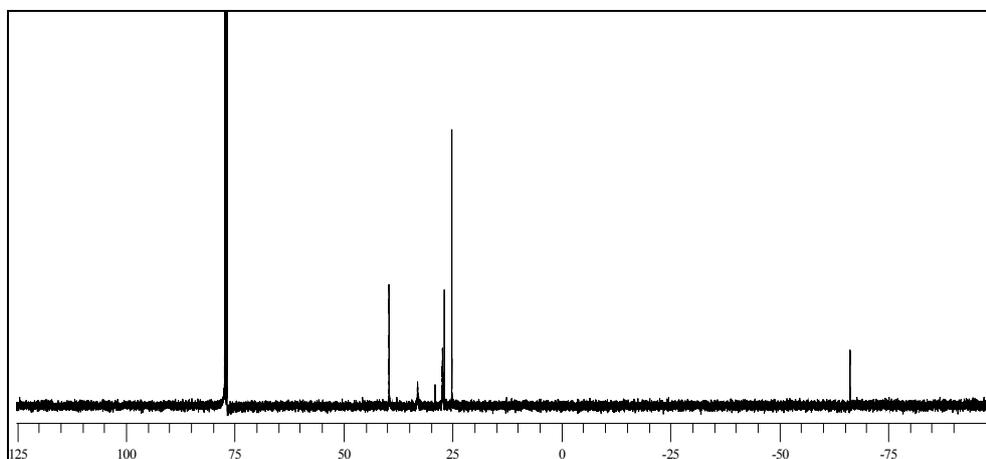
الرنين المغناطيسي الهيدروجيني للناتج النقي (500 MHz)

CDCl₃)

δ (ppm)	Multiplicity	Number of H	Assignment
1.32 – 1.42	M	3	CH ₂
1.58 - 1.69	M	3	CH ₂
1.89 - 2.00	M	2	CH ₂
2.10 - 2.18	M	2	CH ₂
4.30 - 4.38	M	1	CHI
7.26			solvent

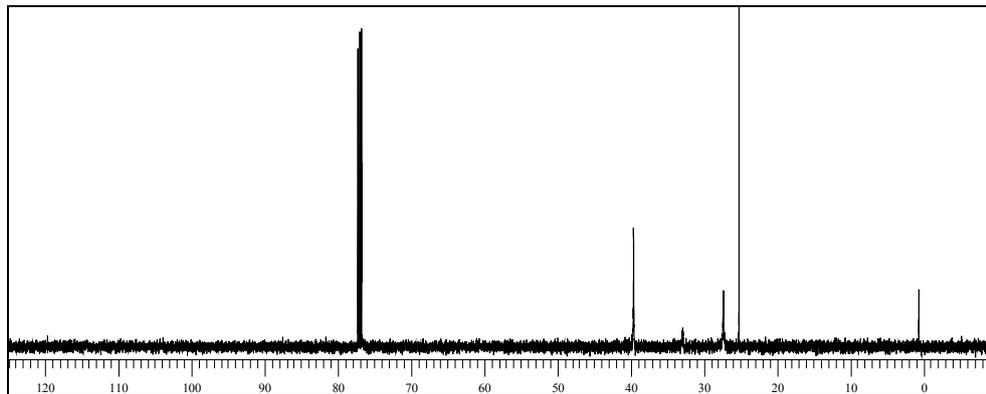
The signal at 3.87 ppm in the spectrum of the crude product originates from the diiodmethane.

الرنين المغناطيسي للكربون-13 للناتج الخام (125 MHz)

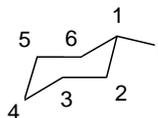
CDCl₃)

الرنين المغناطيسي للكربون-13 للناتج النقي (125 MHz,

CDCl₃)

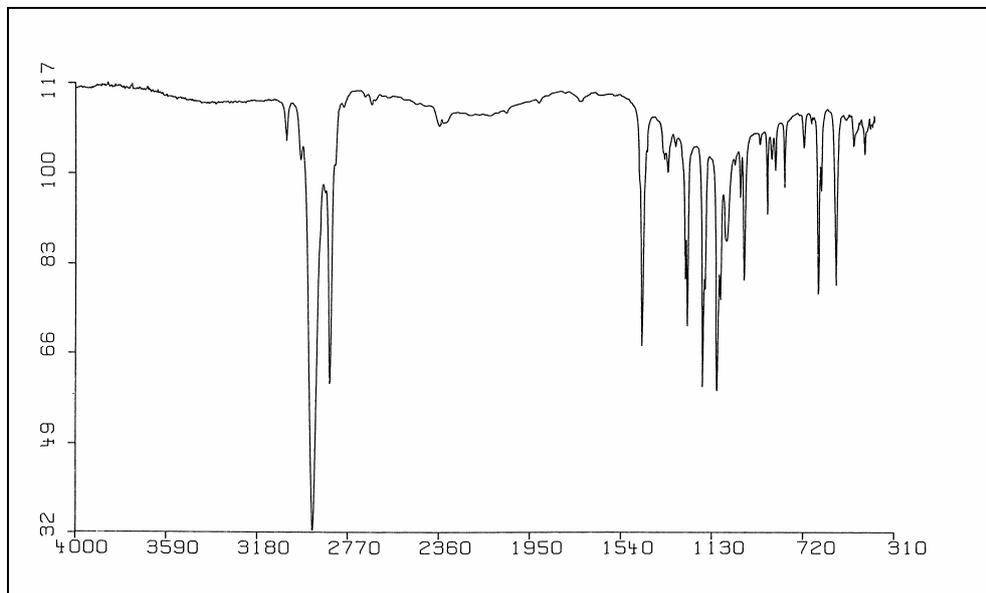


δ (ppm)	Assignment
25.2	C-4
27.3	C-3, C-5
32.9	C-1
39.6	C-2, C-6
76.5-77.5	solvent

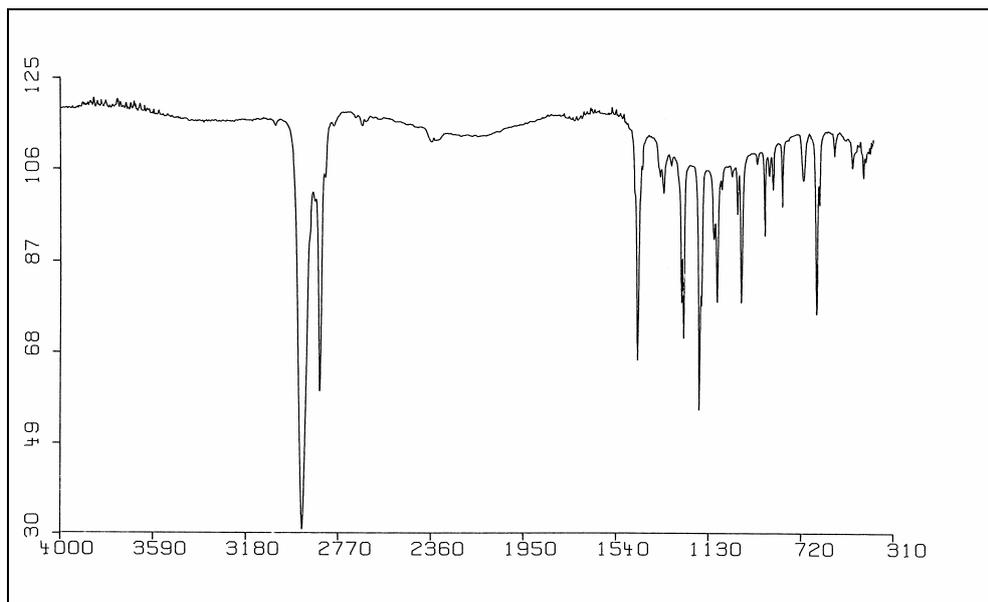


The signal at - 66.3 ppm in the spectrum of the crude product originates from the diiodmethane.

طيف الاشعه تحت الحمراء للناتج الخام (طبقه رقيقه)



طيف الاشعه تحت الحمراء للناتج النقي (طبقه رقيقه)



(cm^{-1})	Assignment
2931, 2875, 2853, 2829	C-H-valence, alkane
574	C-I-valence