

醚的制备改进实验——二苯甲基乙基醚

马献涛*, 于静, 袁超, 邢子豪, 王硕

信阳师范学院化学化工学院, 河南 信阳 464000

Improvement of Ether Preparation: Benzhydryl Ethyl Ether

Xiantao Ma *, Jing Yu, Chao Yuan, Zihao Xing, Shuo Wang

College of Chemistry and Chemical Engineering, Xinyang Normal University, Xinyang 464000, Henan Province, China.

*通讯作者, Email: xiantaoma@126.com

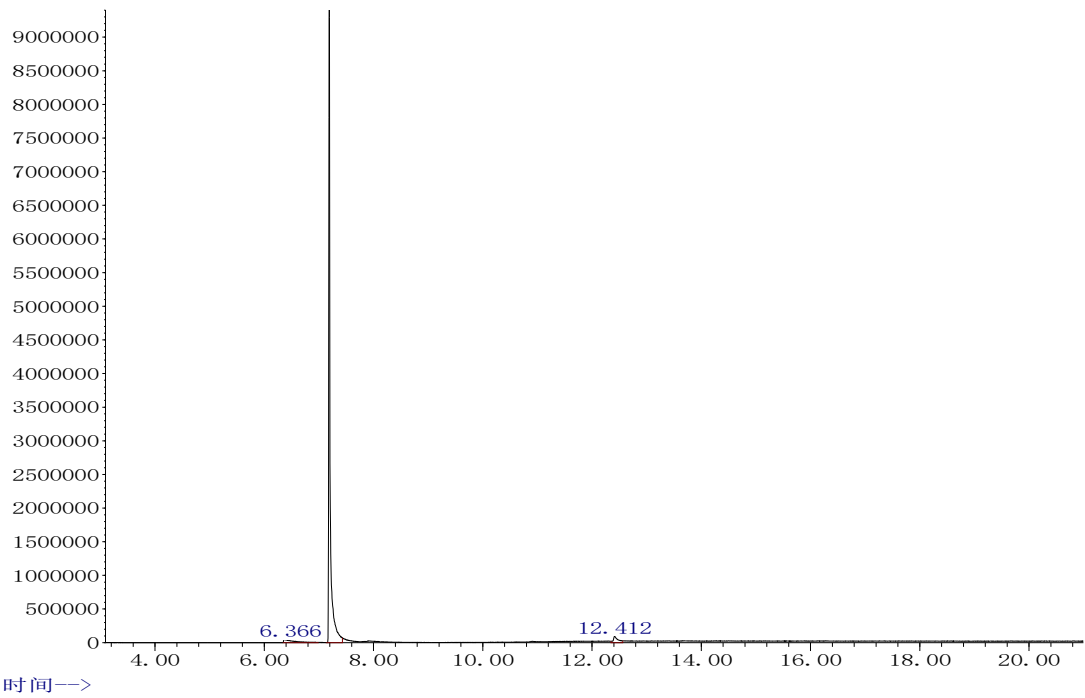
目 录

1. 部分催化剂筛选的气质联用分析·····	S-3
2. 平行实验的气质联用分析·····	S-8
3. 反应混合液的TLC分析 ·····	S-33
4. 产物的纯度分析与鉴定·····	S-34

1 部分催化剂筛选的气质联用分析气相谱图

无水氯化铁(表 1, 序号 1) 93%^{GC} yield

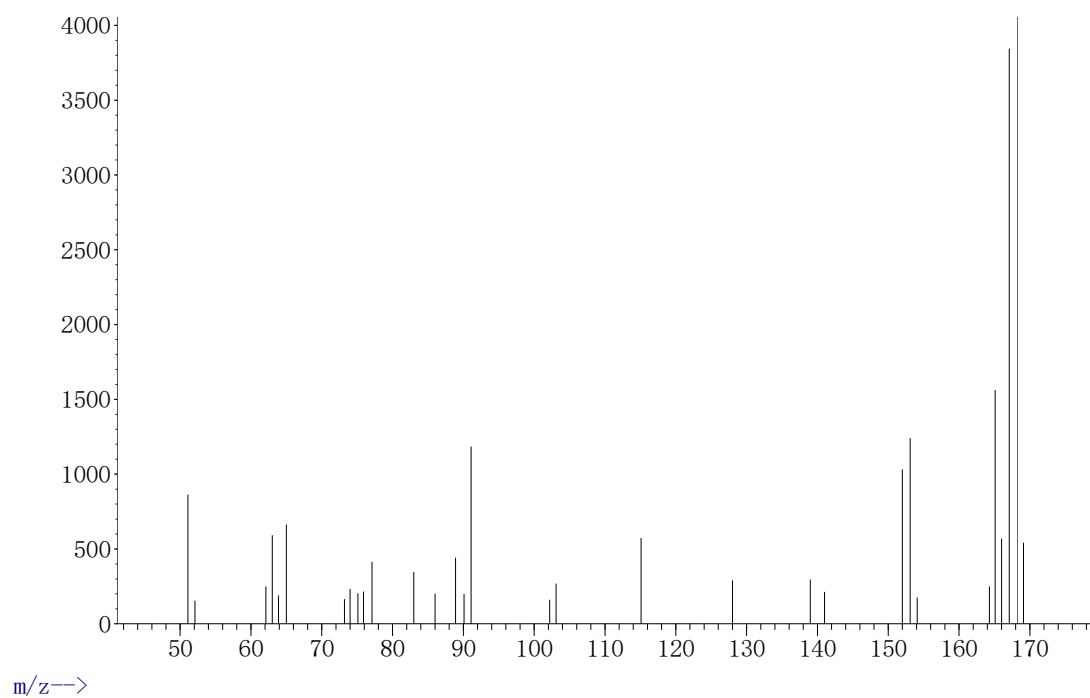
气相谱图:



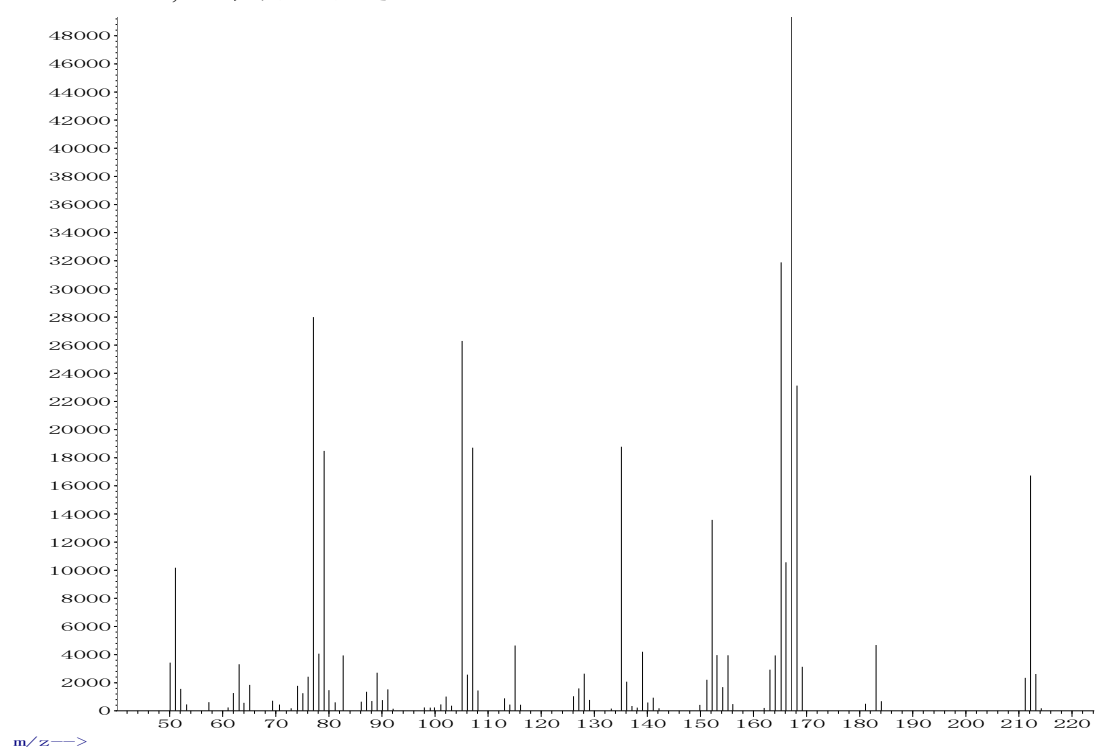
峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	6.366	698	704	837	M6	48842	6342515	3.80%	3.541%
2	7.189	869	881	933	M	10647226	167125227	100.00%	93.302%
3	12.412	1989	2003	2035	M	96031	5655848	3.38%	3.158%

质谱图:

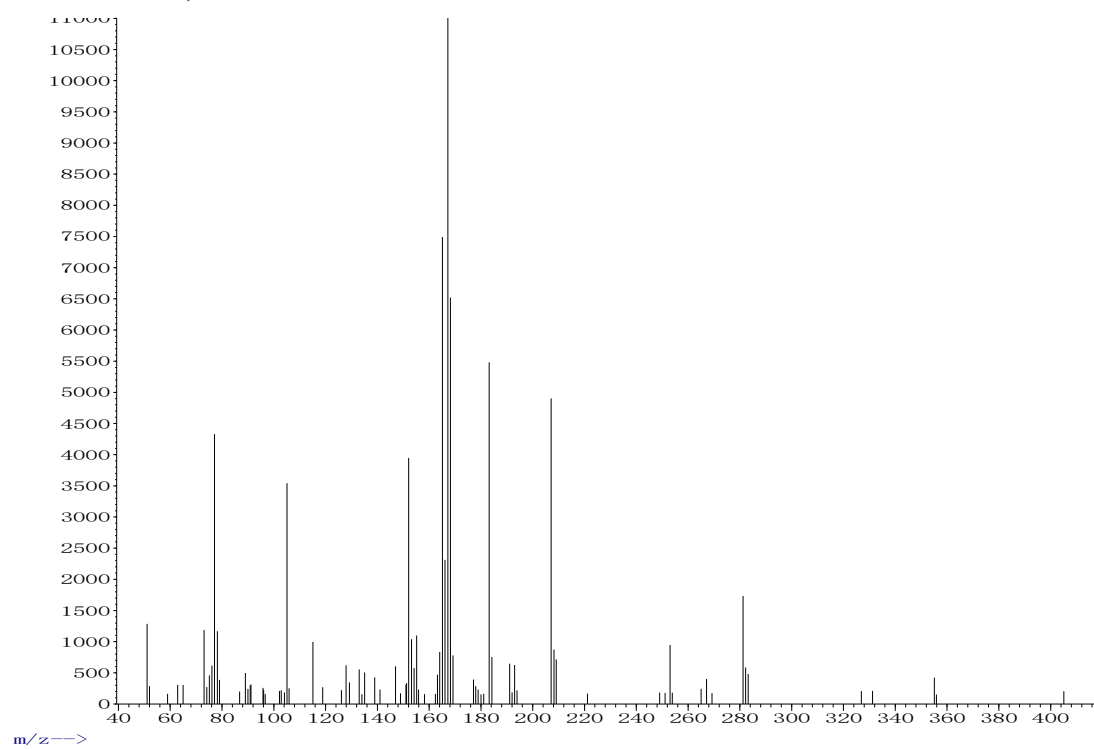
$T = 6.366$ min, 二苯甲基氯



$T = 7.189$ min, 二苯甲基乙基醚

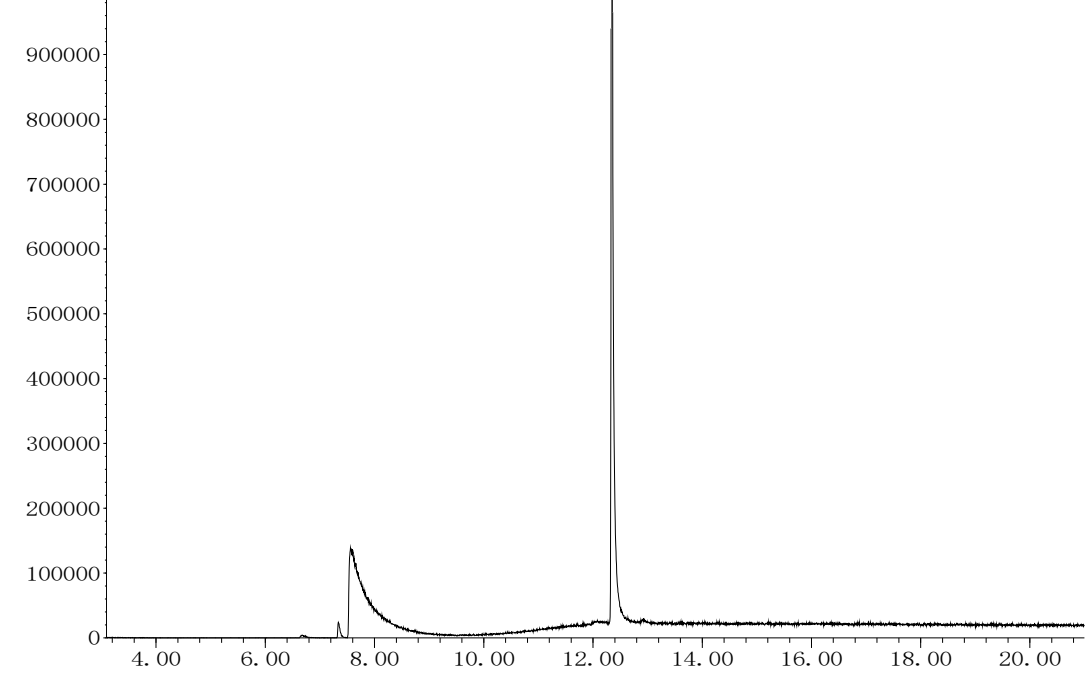


$T = 12.412$ min, 二苯甲基醚



氯化锌(表 1, 序号 2) 0.8%^{GC} yield

气相谱图:

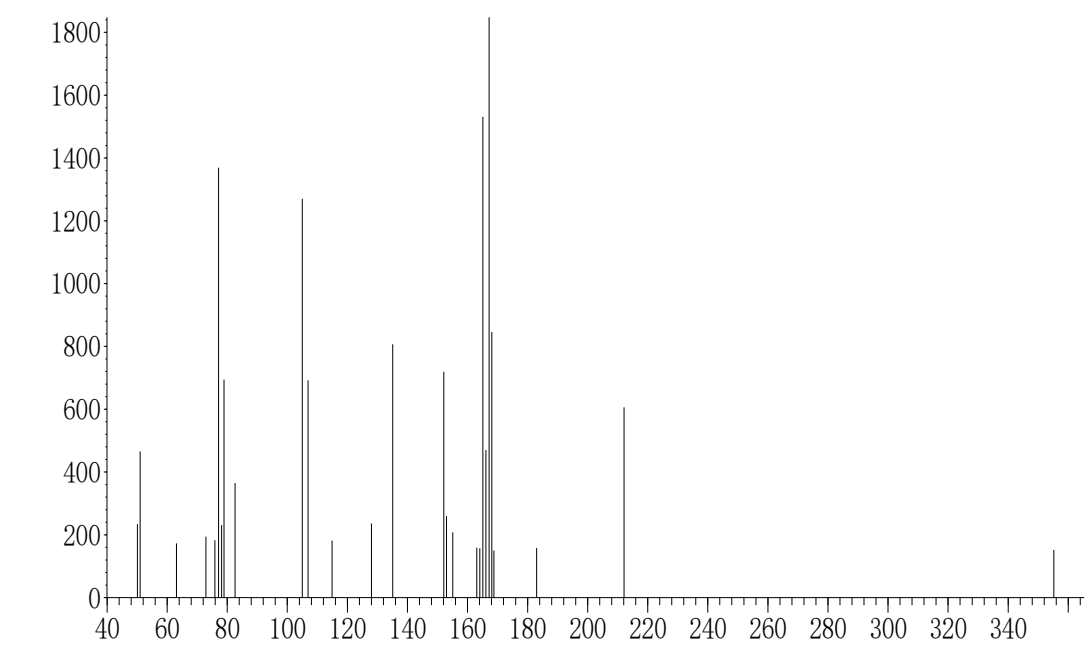


时间-->

峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	7.338	907	913	939	M3	23755	702495	1.56%	0.885%
2	7.561	954	961	1229	M	137222	33647854	74.68%	42.373%
3	12.345	1969	1989	2157	M	1956594	45058791	100.00%	56.743%

质谱图:

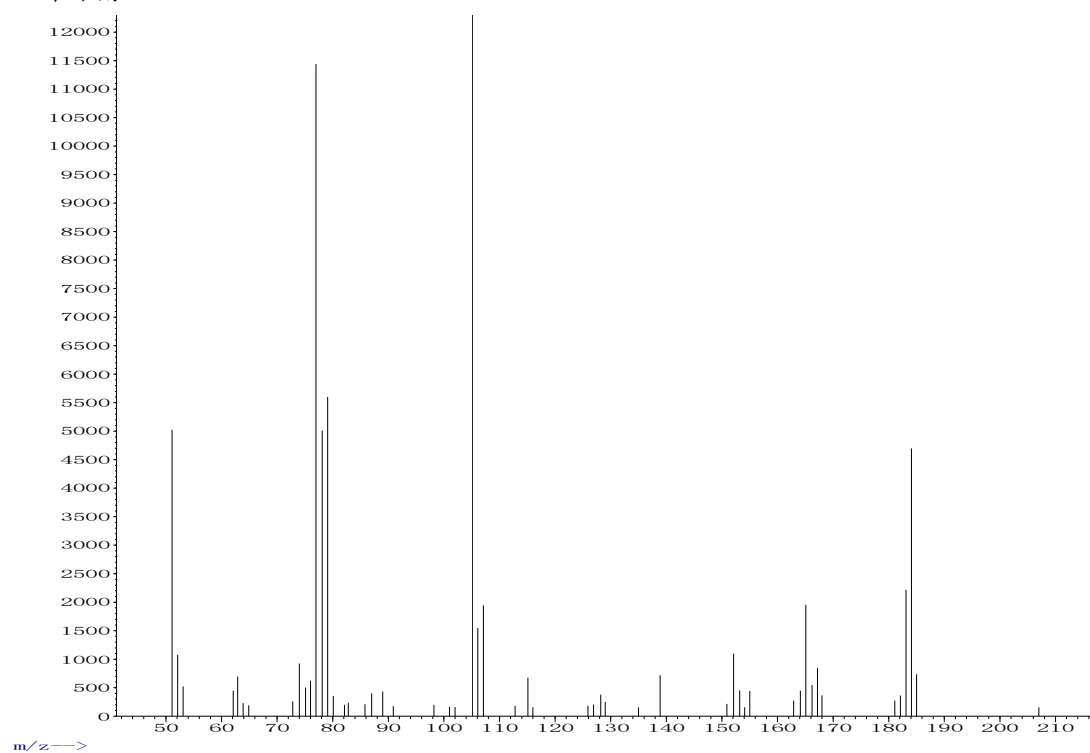
T = 7.338 min, 二苯甲基乙基醚



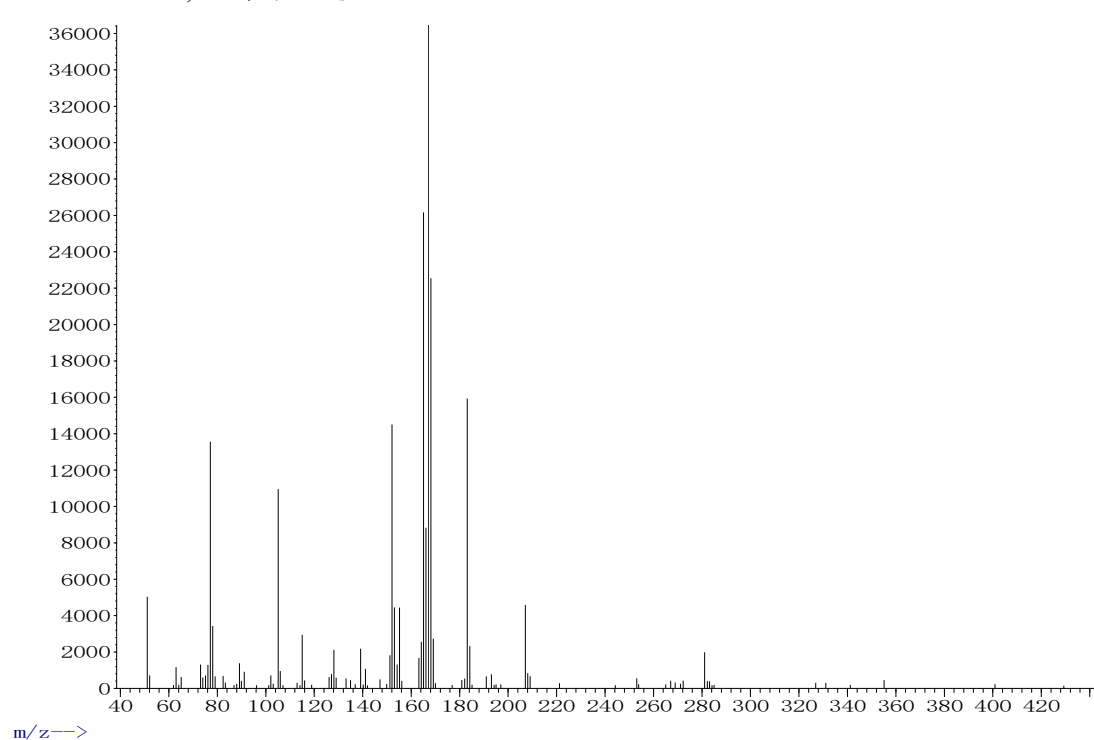
m/z-->

$T = 7.561$ min, 二苯甲醇

二苯甲醇



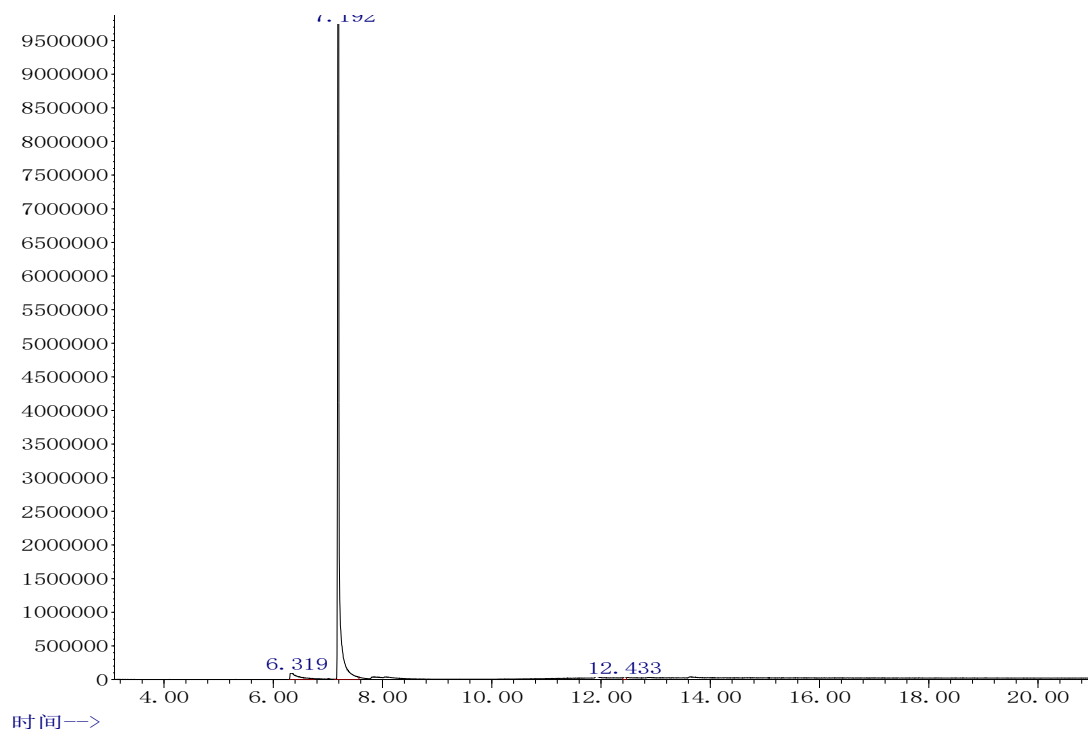
$T = 12.345$ min, 二苯甲基醚



结论: 通过对保留时间以及质谱图做对比, 可以看到反应的主要副产物是二苯甲基氯和二苯甲基醚。

2 平行实验结果

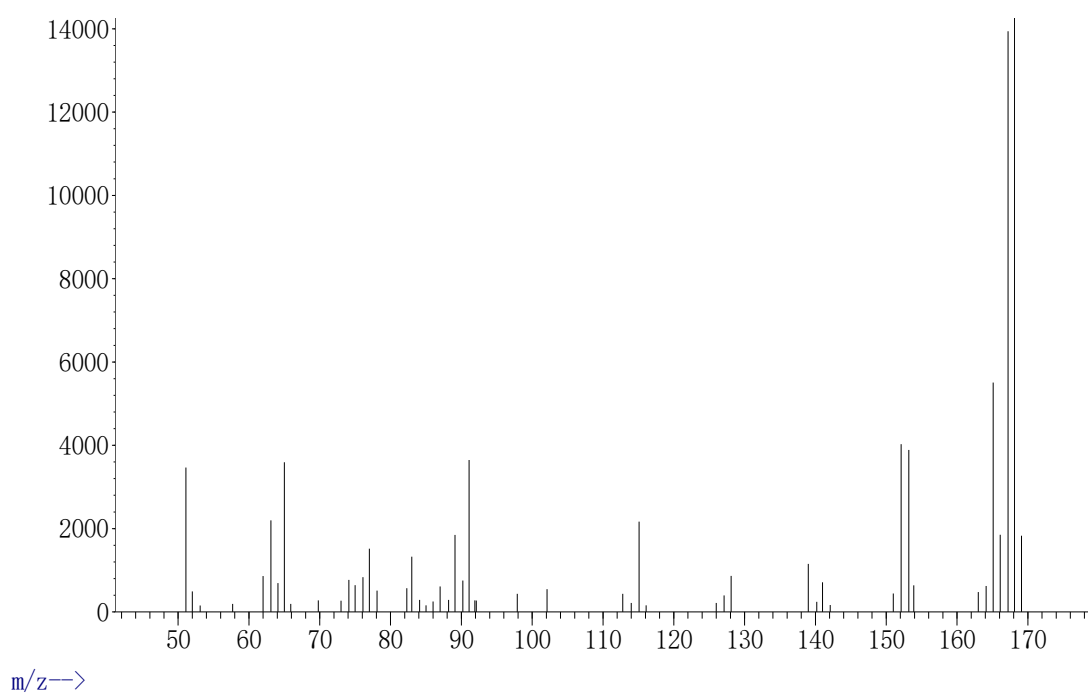
气相色谱图: 96%^{GC} yield (重复 1 次)



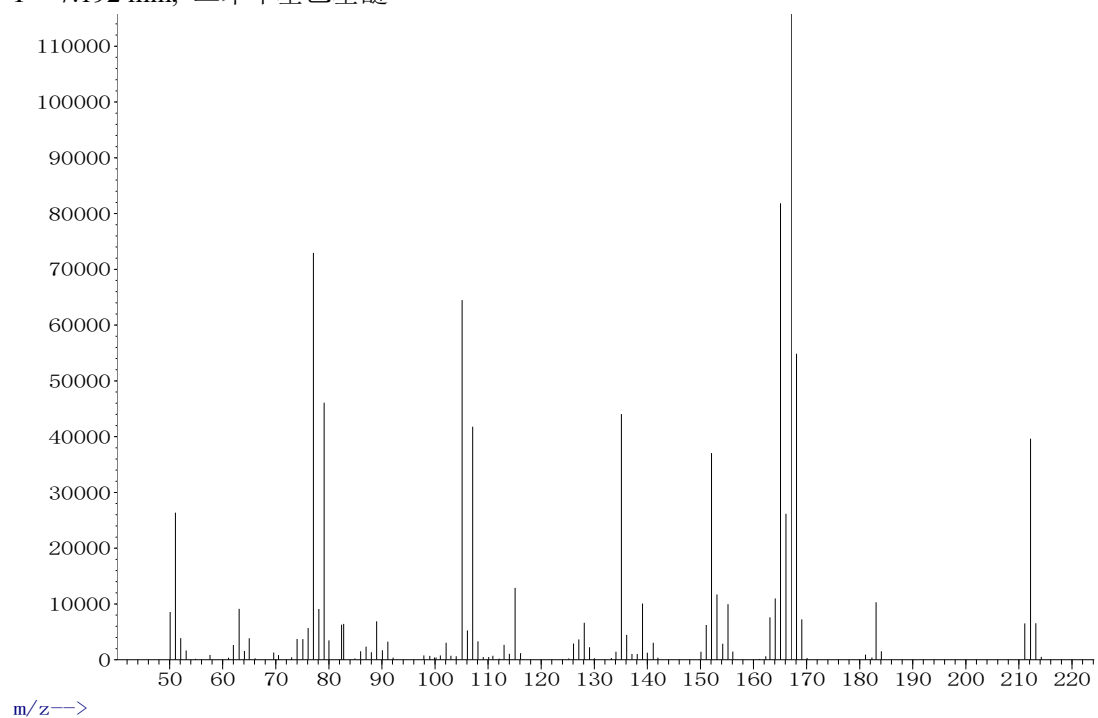
峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	6.319	687	694	785	M4	103264	10621664	3.31%	3.190%
2	7.192	866	882	962	M	25839718	320833753	100.00%	96.359%
3	12.433	2000	2008	2014	M10	43430	1502412	0.47%	0.451%

质谱图:

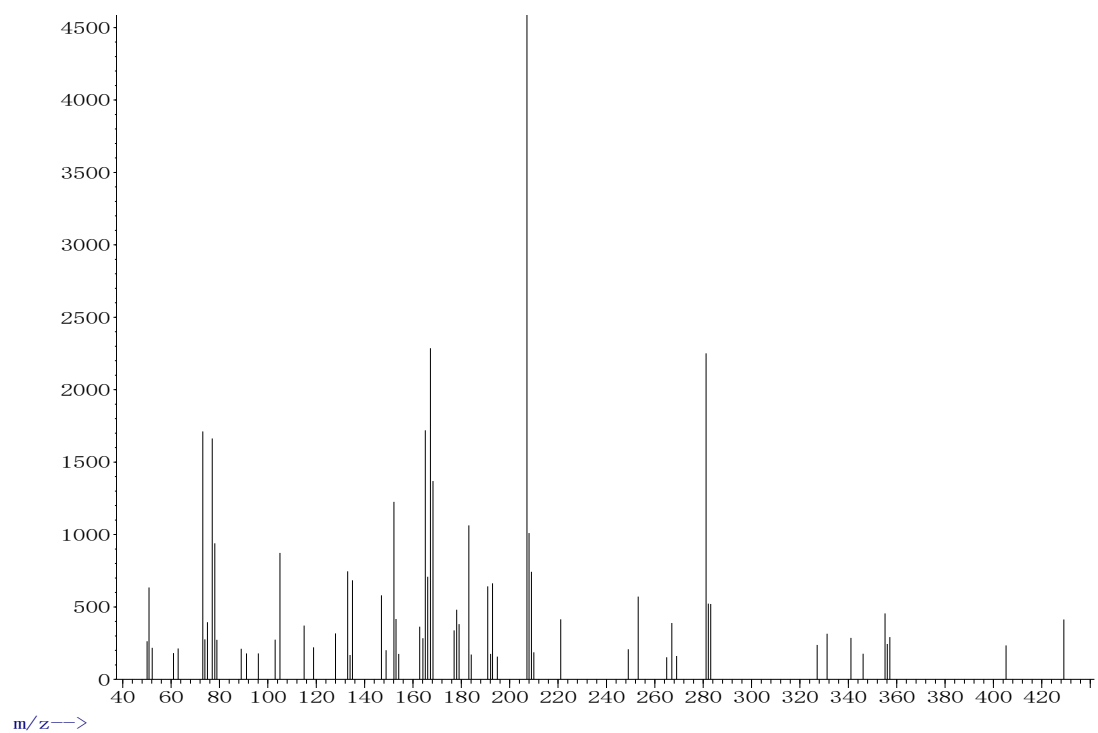
T = 6.319 min, 二苯甲基氯



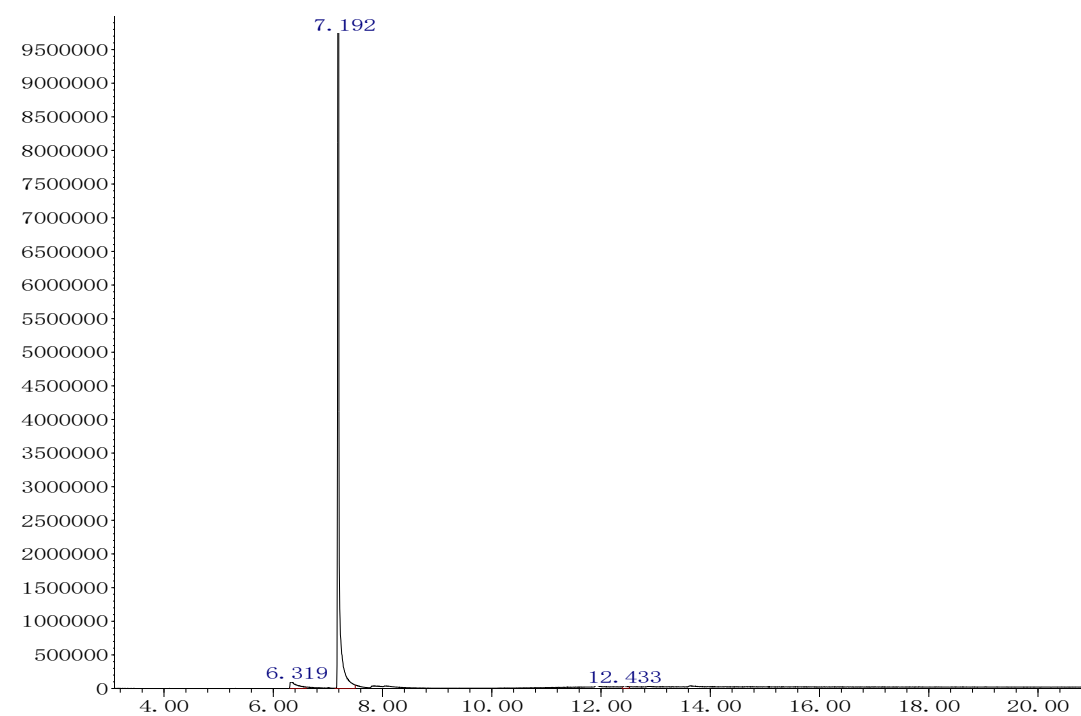
$T = 7.192$ min, 二苯甲基乙基醚



$T = 12.433$ min, 二苯甲基醚



气相谱图: 96%^{GC} yield (重复 2 次)

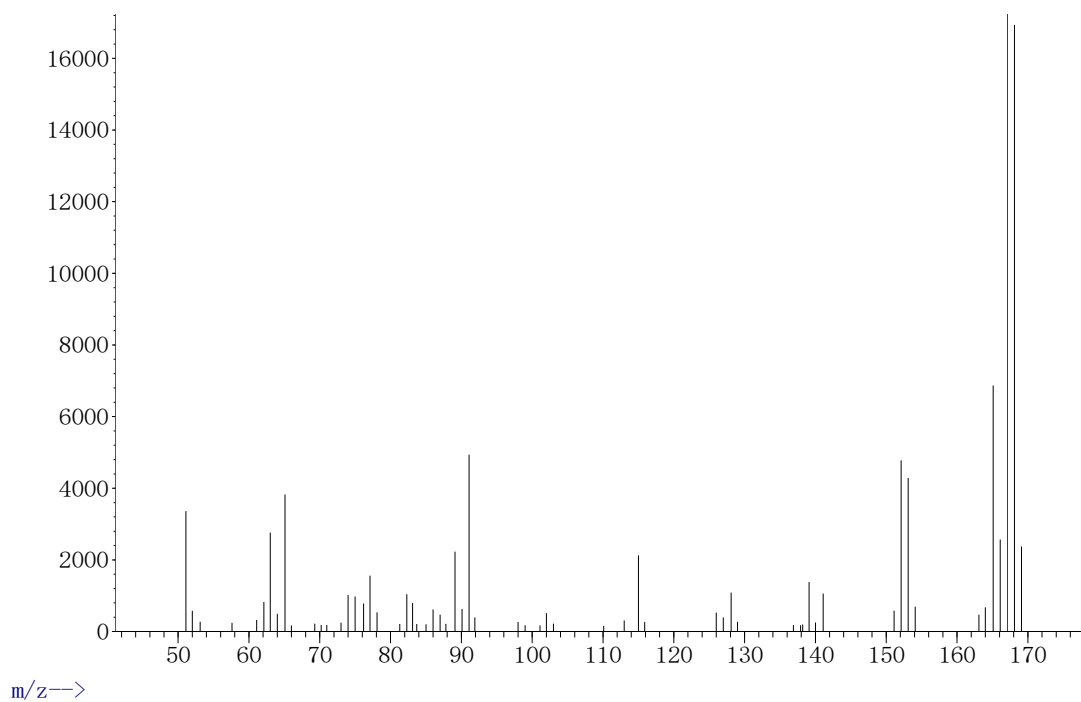


时间-->

峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	6.319	689	694	755	M3	103264	9150754	2.87%	2.769%
2	7.192	868	882	948	M	25839718	318899922	100.00%	96.490%
3	12.433	1998	2008	2026	M5	41780	2448900	0.77%	0.741%

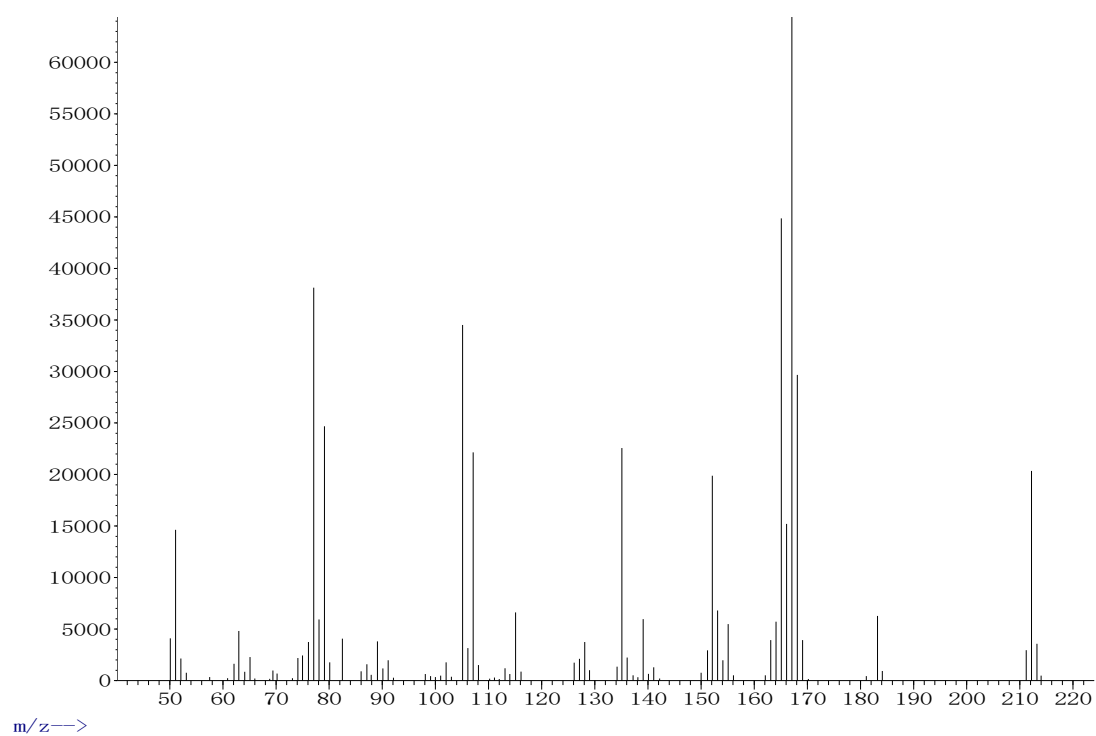
质谱图:

T= 6.319 min, 二苯甲基氯

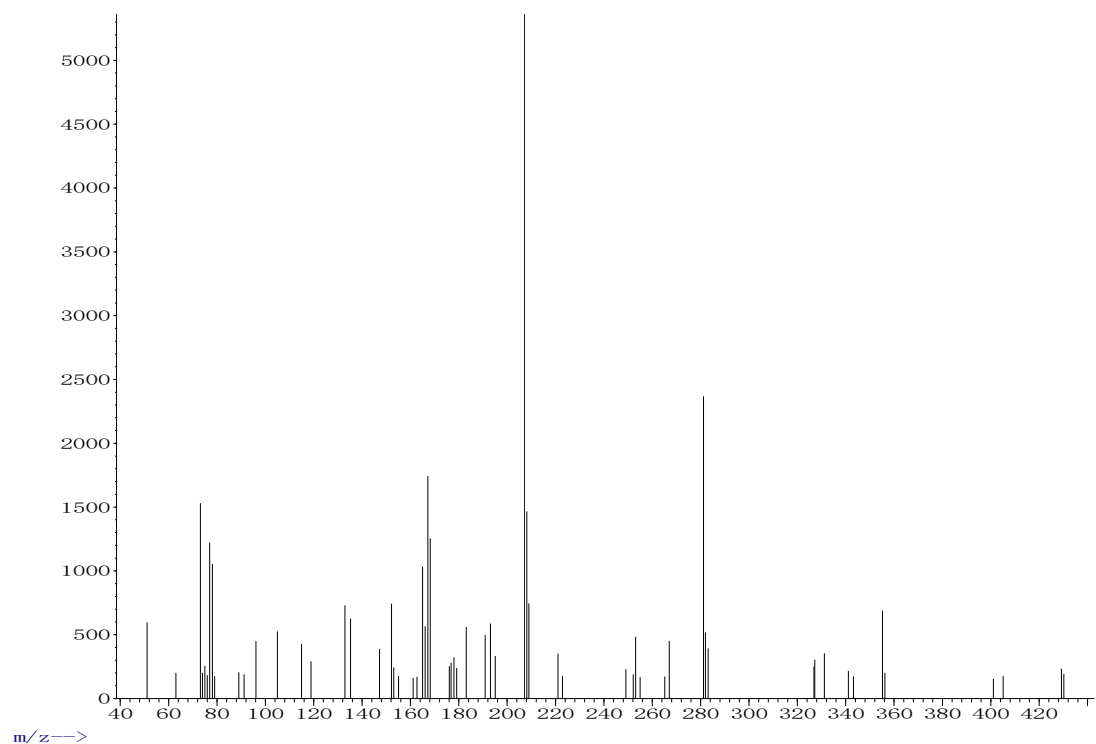


m/z-->

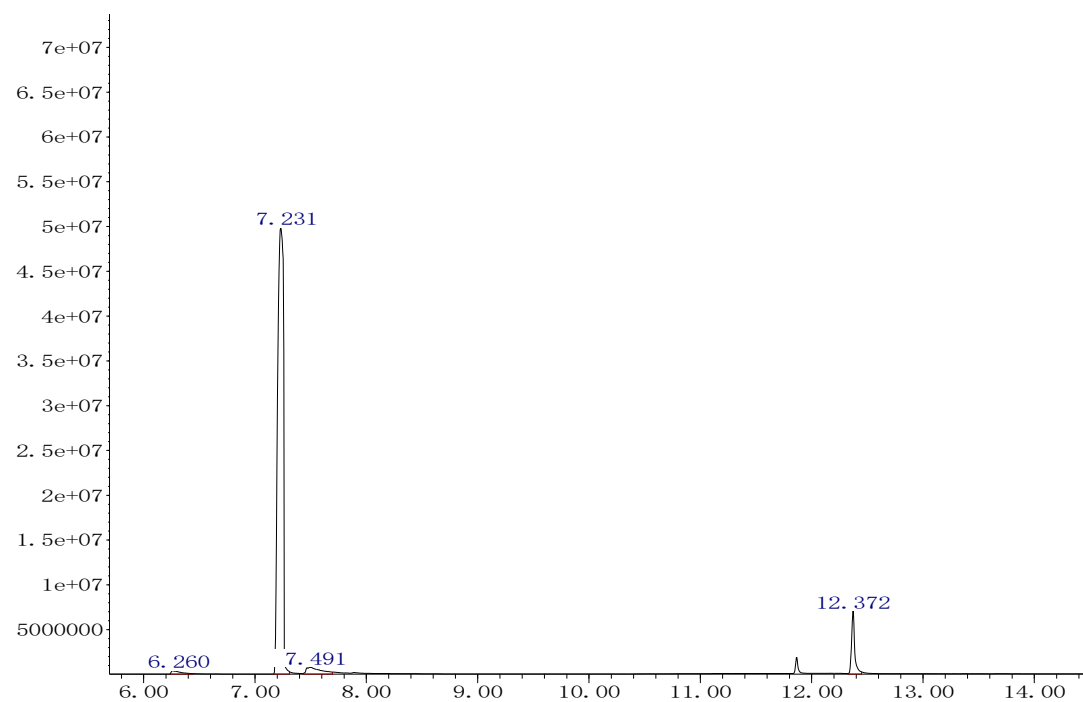
$T = 7.192$ min, 二苯甲基乙基醚



$T = 12.433$ min, 二苯甲基醚



气相谱图: 88%^{GC} yield (重复 3 次)

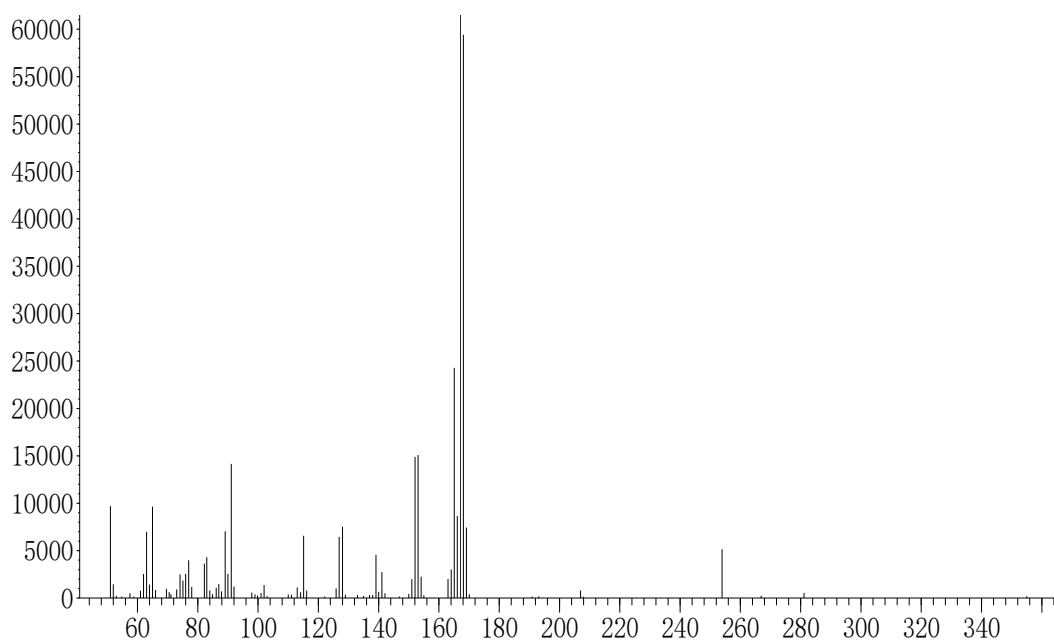


时间-->

峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	6.260	675	682	722	M	390846	24973298	1.40%	1.231%
2	7.231	875	890	907	M3	49865966	1789797200	100.00%	88.216%
3	7.491	933	946	990	M3	785151	73616857	4.11%	3.628%
4	12.372	1985	1994	2011	M	7192748	140488540	7.85%	6.924%

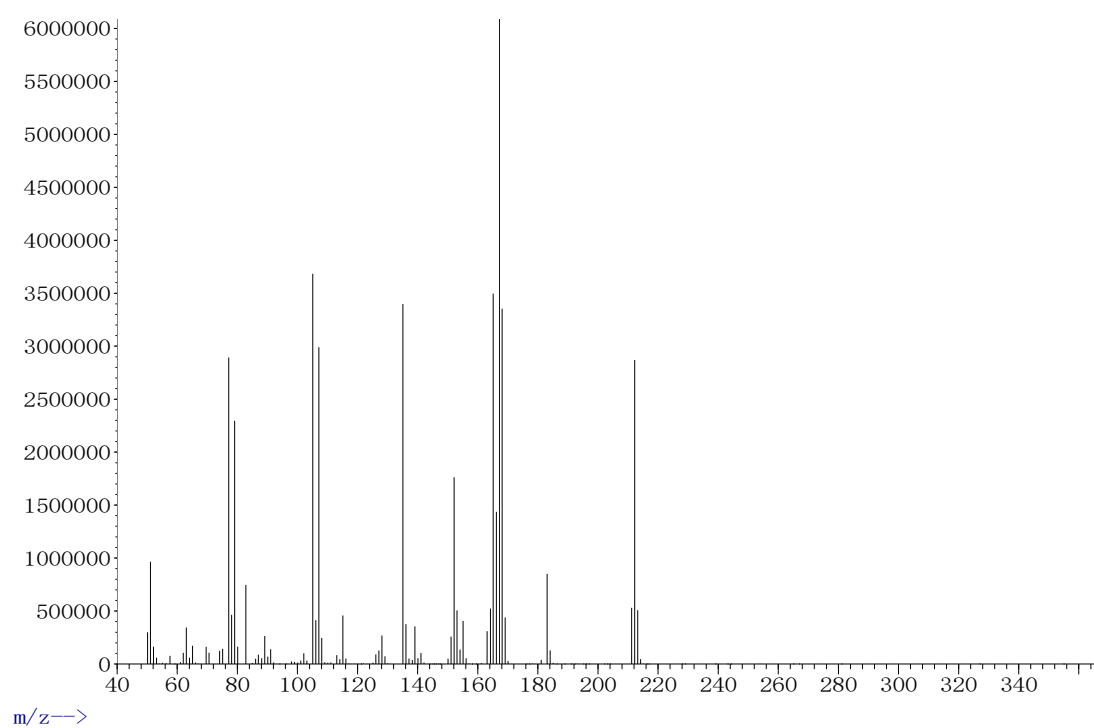
质谱图:

T= 6.260 min, 二苯甲基氯

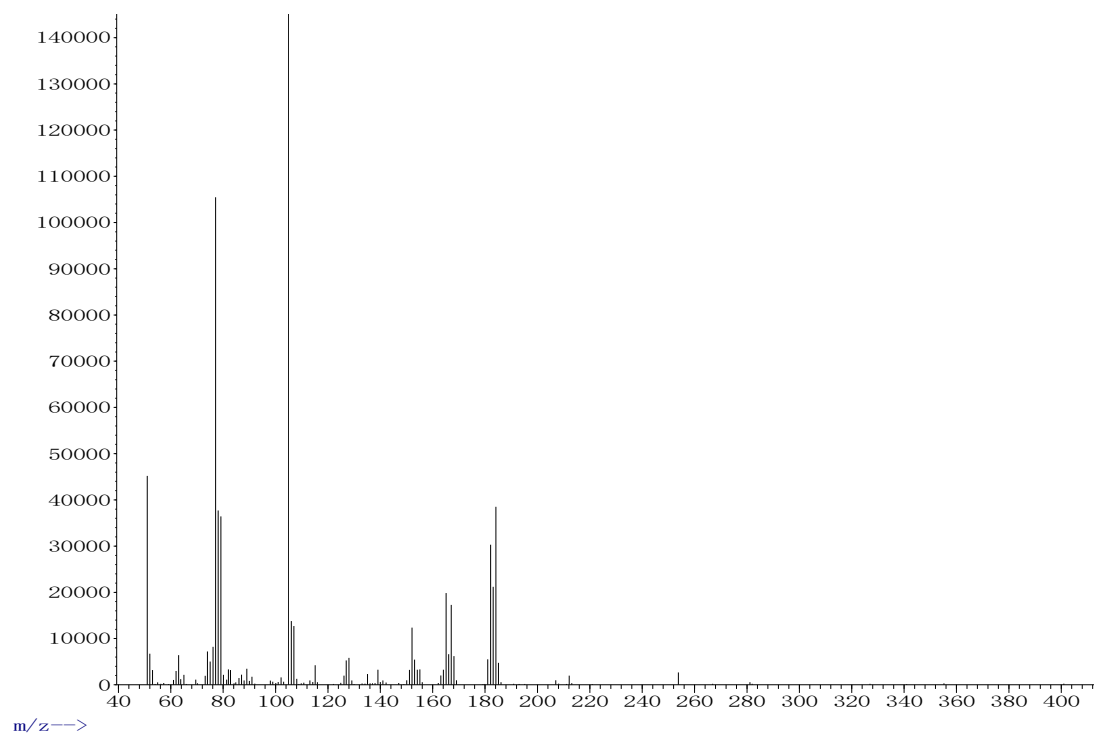


m/z-->

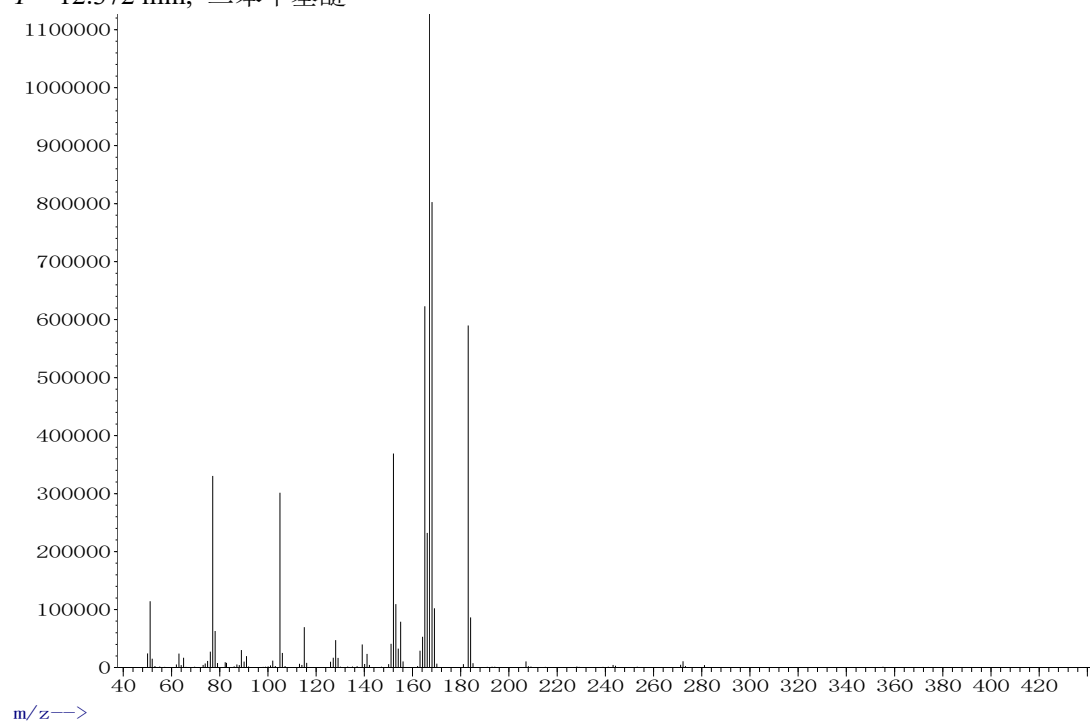
$T = 7.231$ min, 二苯甲基乙基醚



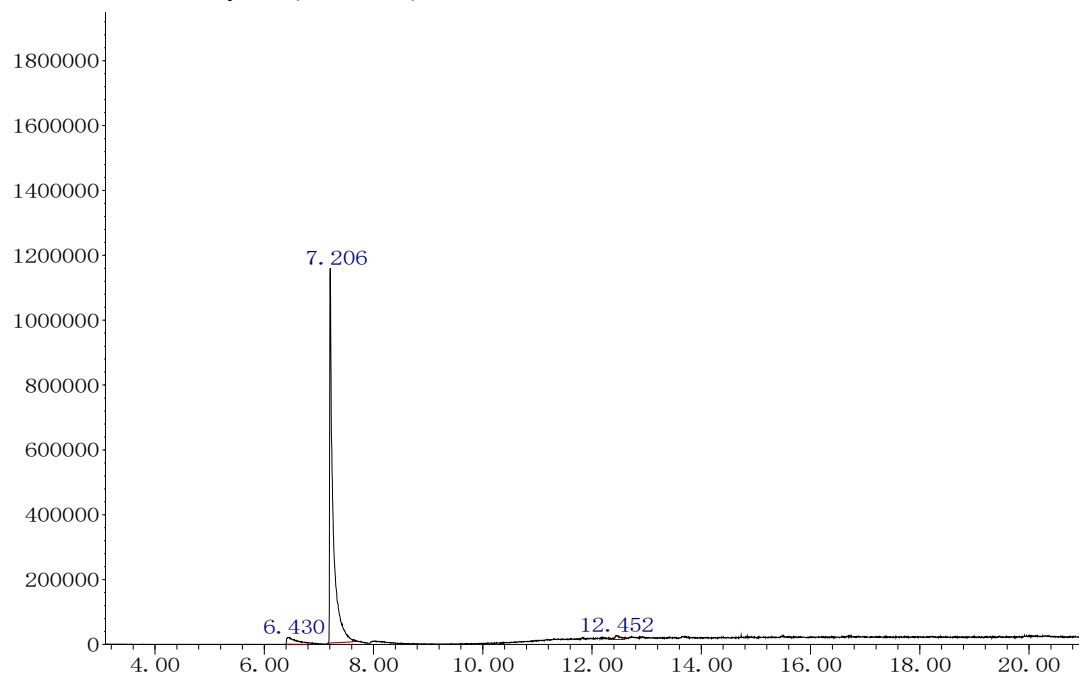
$T = 7.491$ min, 二苯甲醇



$T = 12.372$ min, 二苯甲基醚



气相谱图: 92%^{GC} yield (重复 4 次)

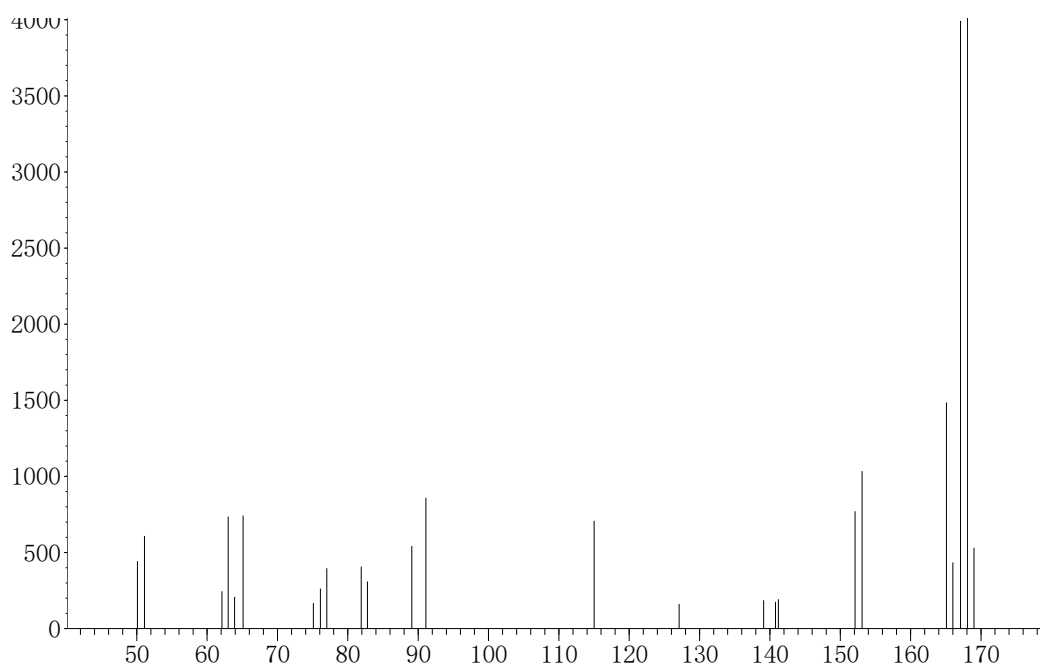


时间-->

峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	6.430	710	718	797	M3	22102	2779526	5.90%	5.455%
2	7.206	874	885	974	M	1161262	47120288	100.00%	92.474%
3	12.452	1978	2012	2043	M10	14393	1055267	2.24%	2.071%

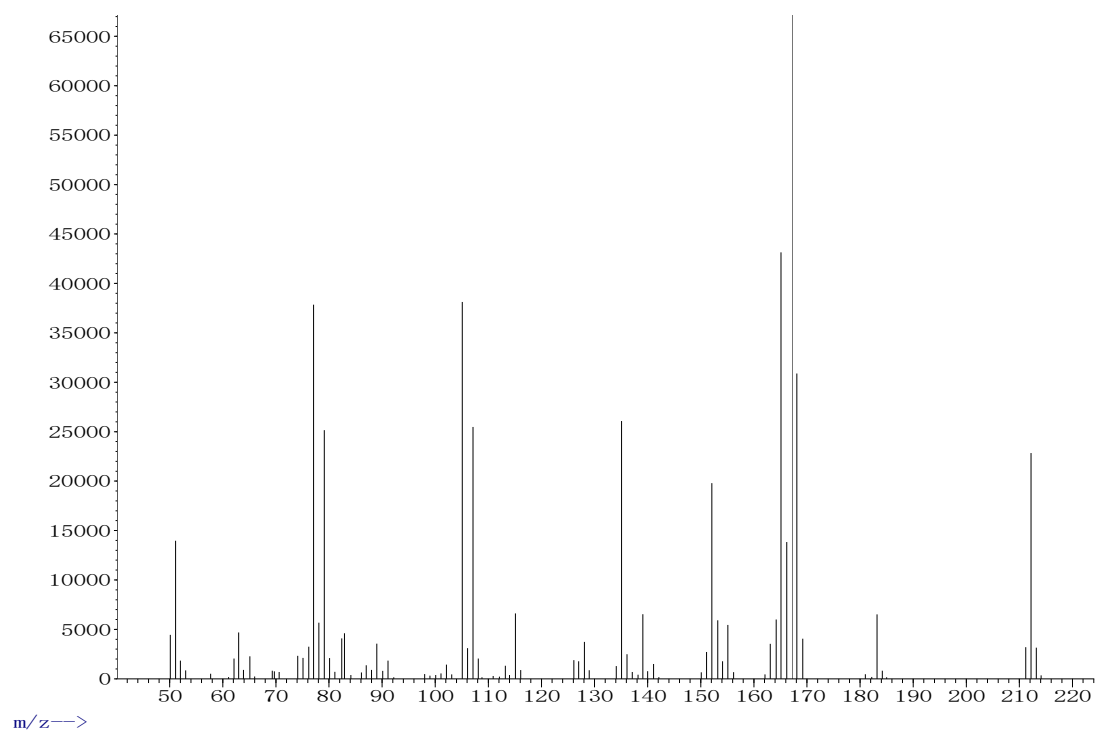
质谱图:

T = 6.430 min, 二苯甲基氯

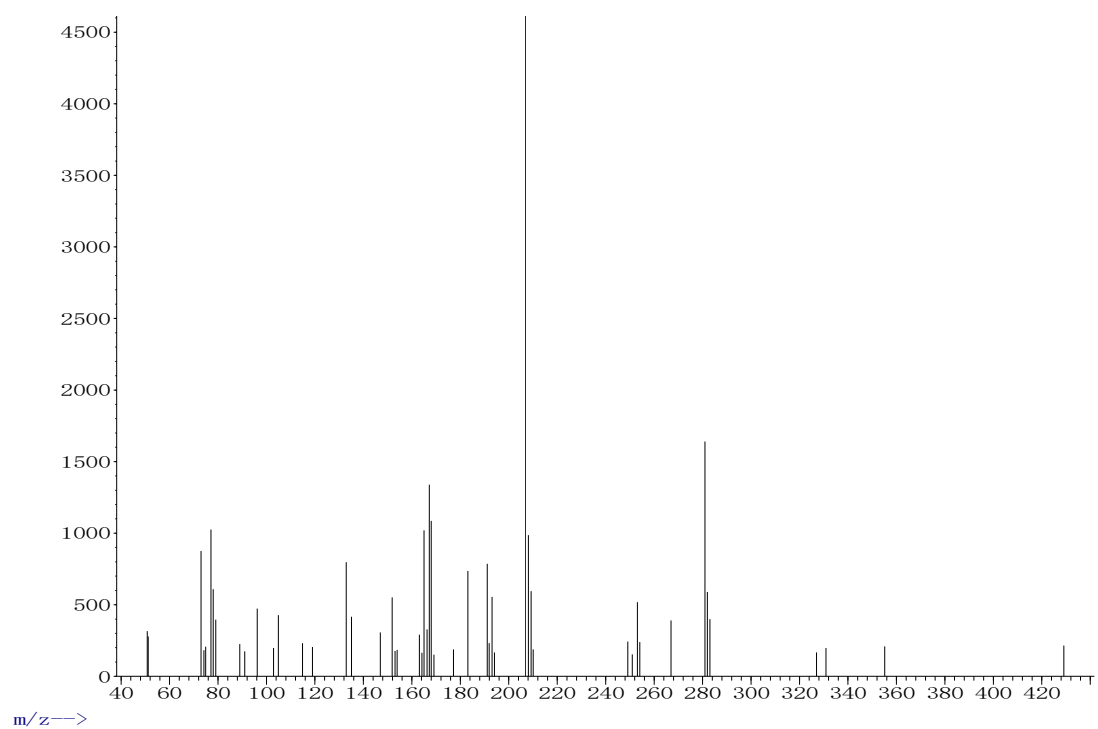


m/z-->

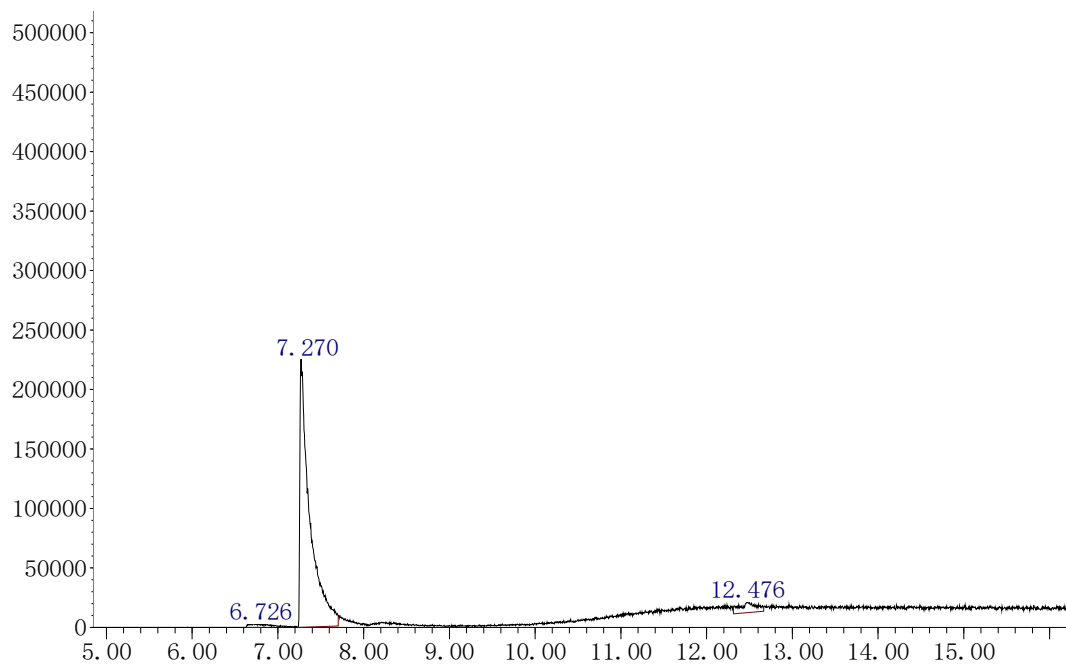
$T = 7.206$ min, 二苯甲基乙基醚



$T = 12.452$ min, 二苯甲基醚



气相谱图: 92%^{GC} yield (重复 5 次)

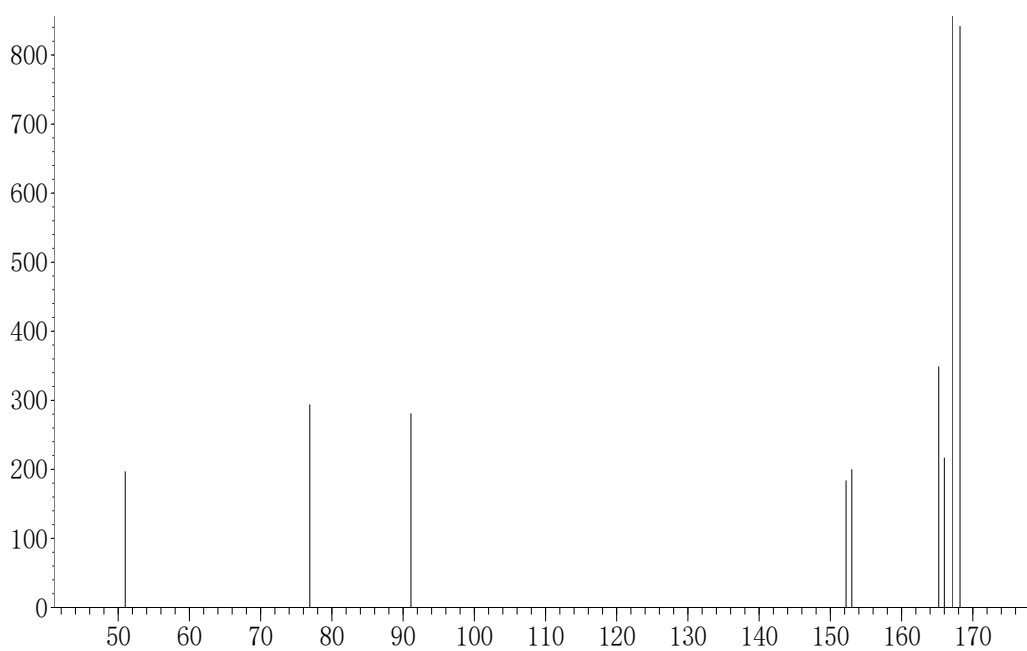


时间-->

峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	6.726	760	782	806	M2	3461	309870	1.71%	1.583%
2	7.270	889	899	992	M5	226599	18083860	100.00%	92.366%
3	12.476	1982	2017	2058	M5	9643	1184673	6.55%	6.051%

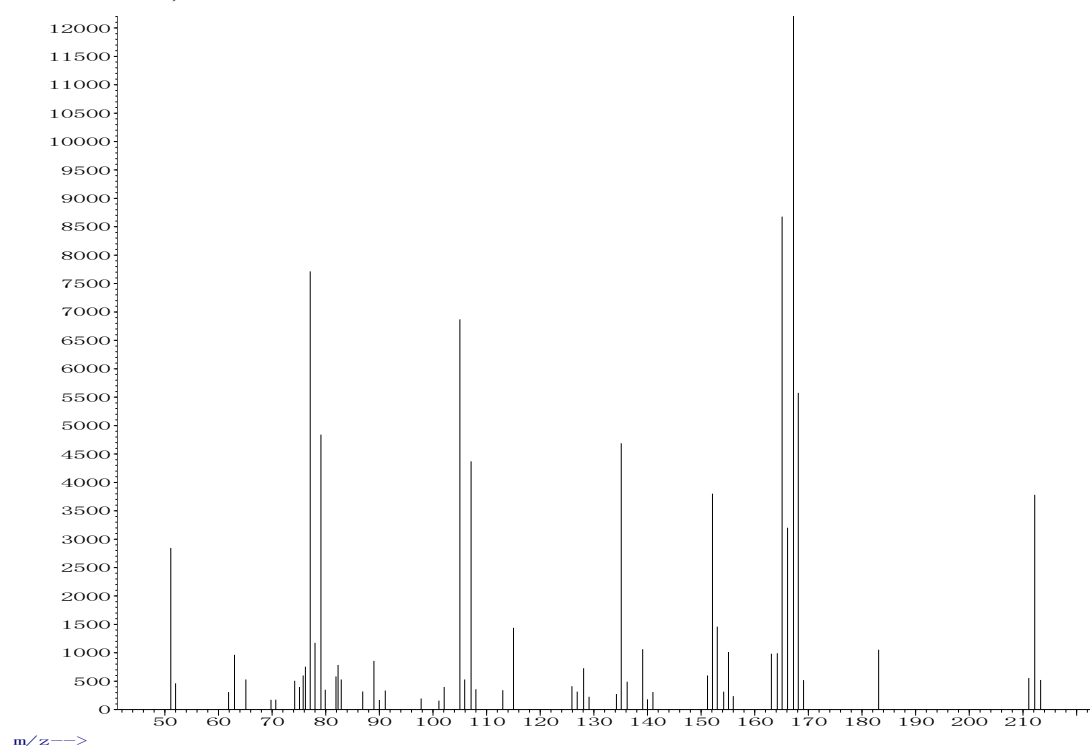
质谱图:

T = 6.726 min, 二苯甲基氯

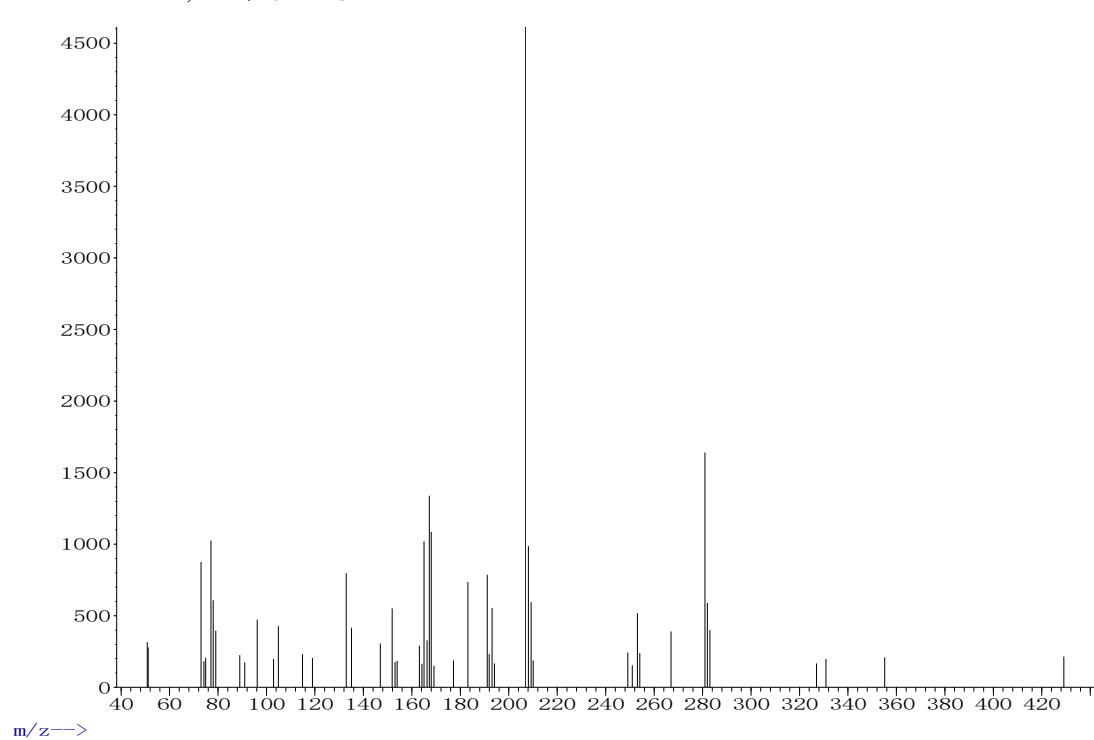


m/z-->

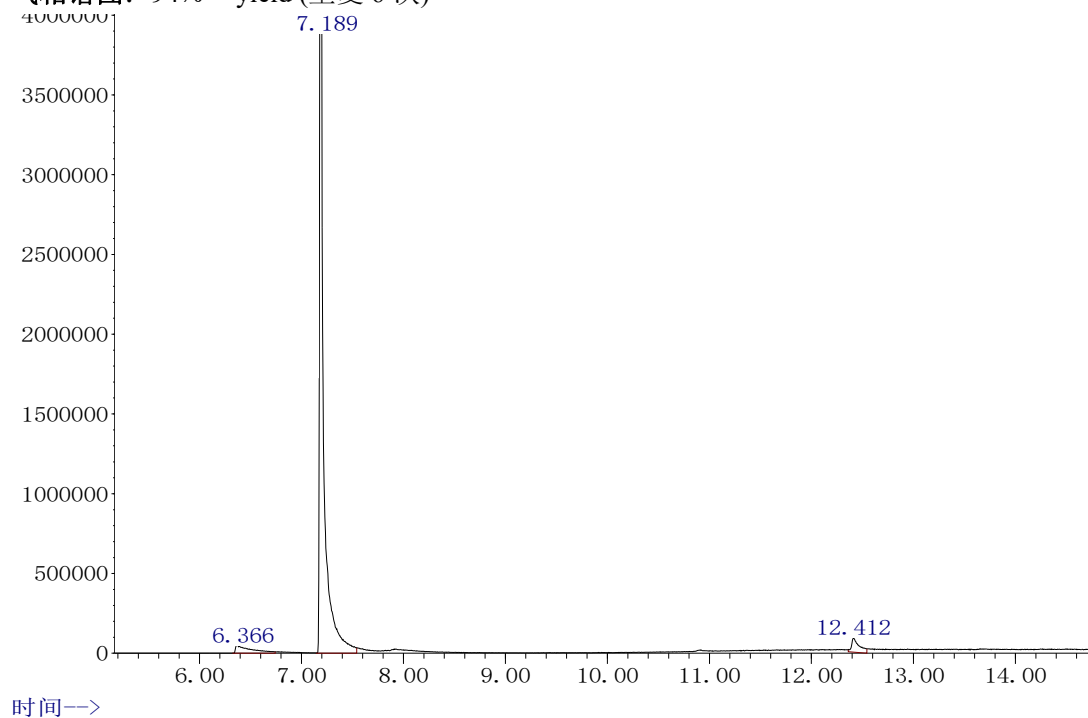
$T = 7.270$ min, 二苯甲基乙基醚



$T = 12.476$ min, 二苯甲基醚



气相谱图: 94%^{GC} yield (重复 6 次)

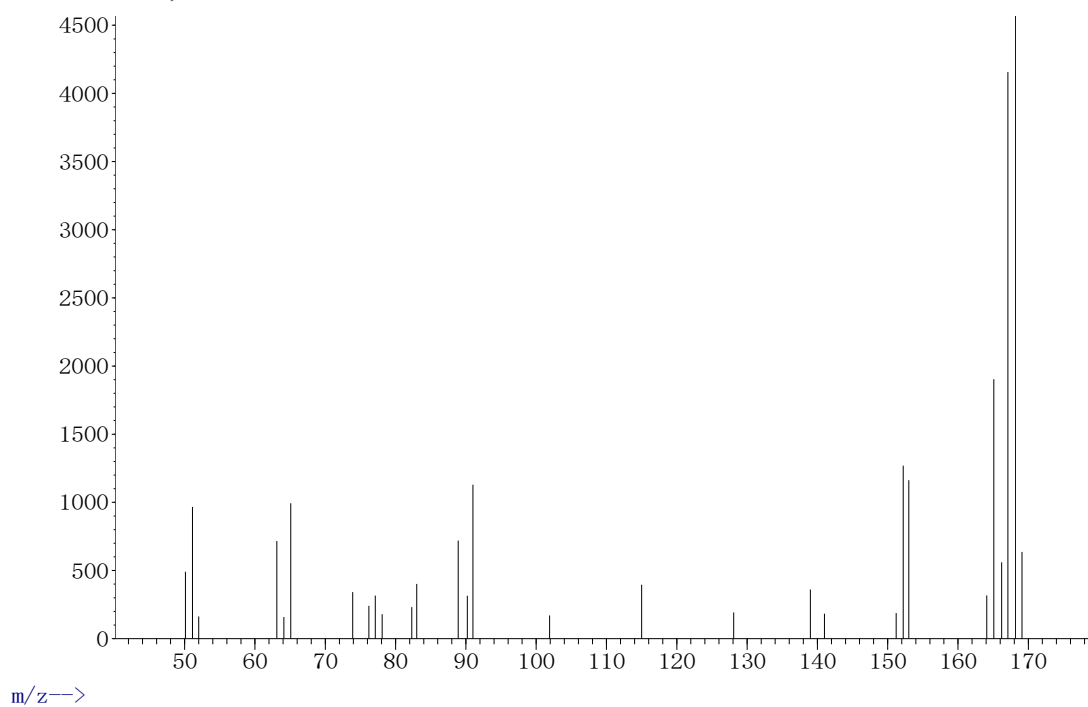


时间-->

峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	6.366	695	704	785	M5	48842	5410277	3.17%	2.993%
2	7.189	872	881	957	M	10647226	170601181	100.00%	94.380%
3	12.412	1992	2003	2031	M2	89316	4748397	2.78%	2.627%

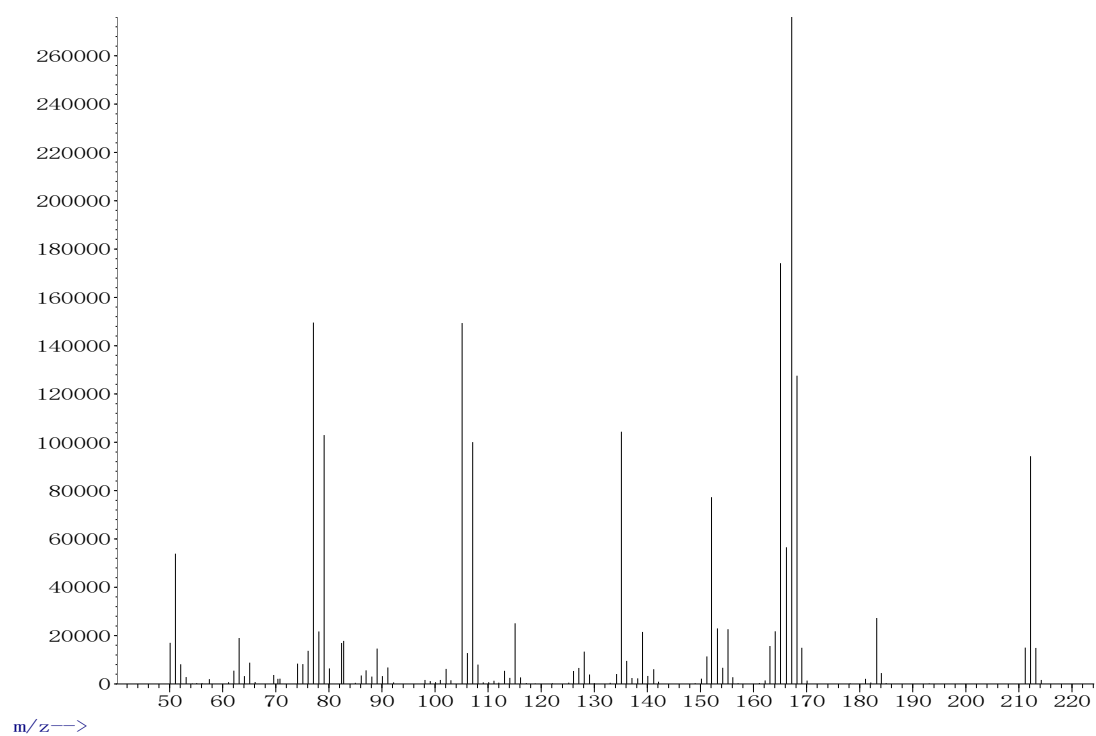
质谱图:

T = 6.366 min, 二苯甲基氯

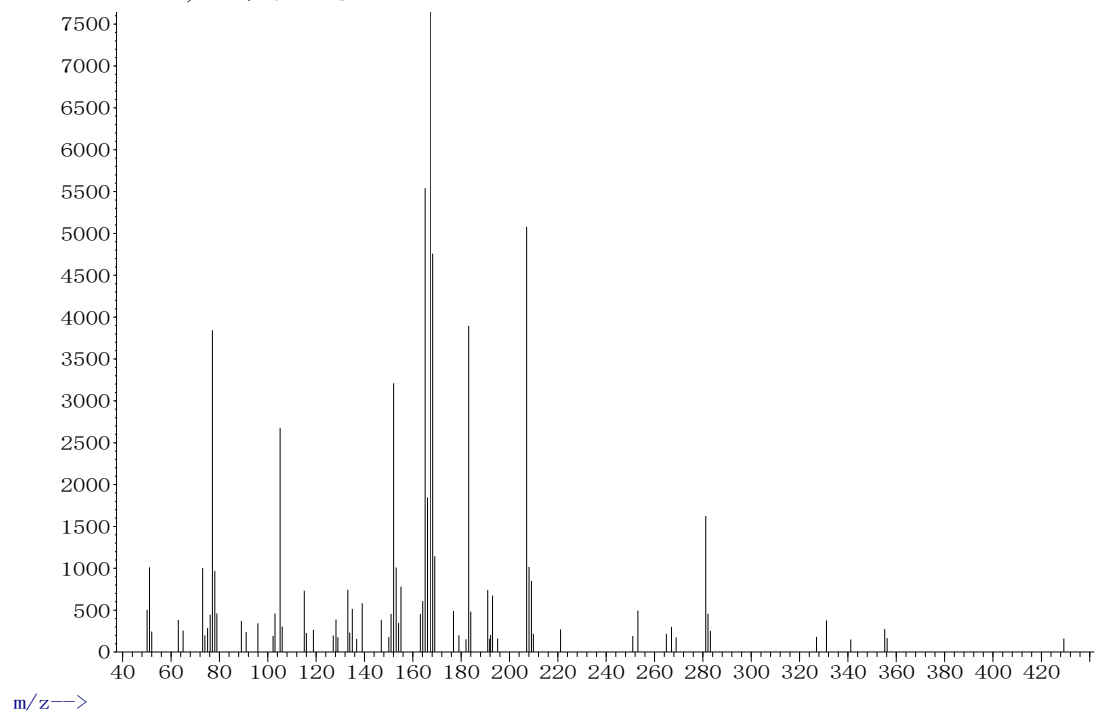


m/z-->

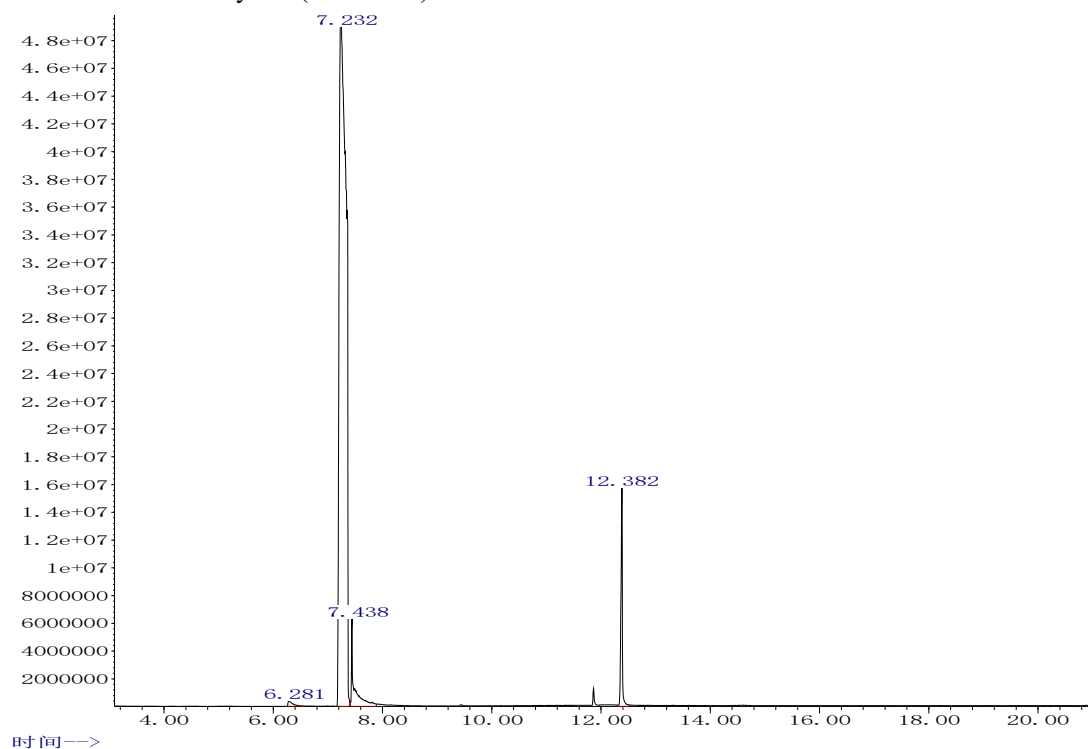
$T = 7.189$ min, 二苯甲基乙基醚



$T = 12.412$ min, 二苯甲基醚



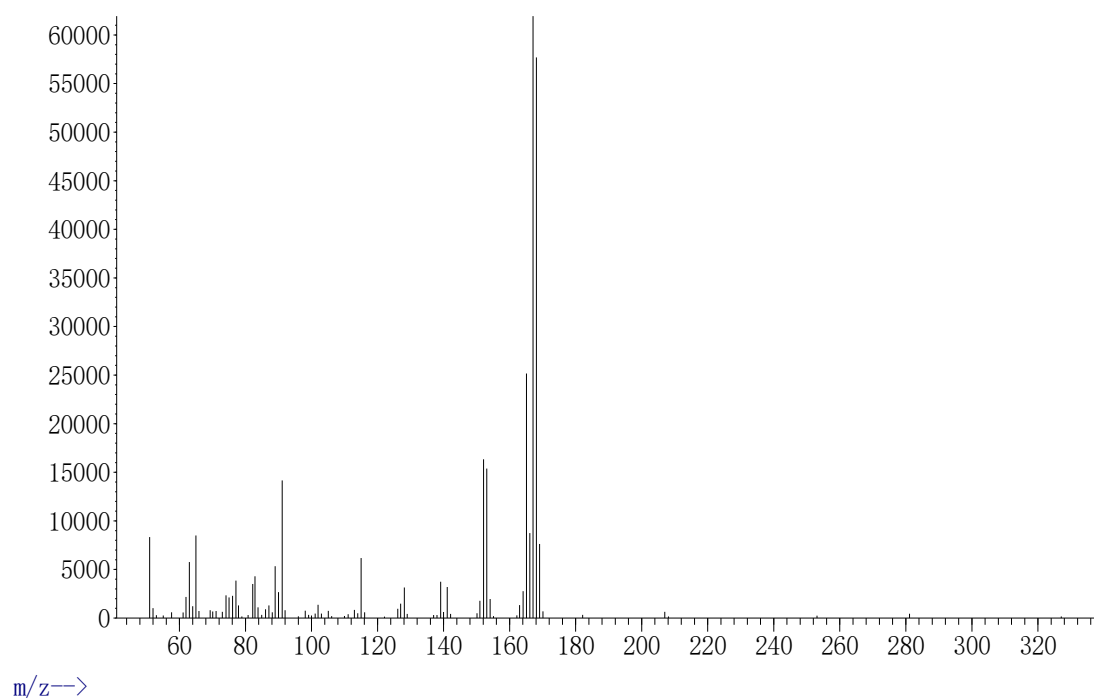
气相谱图: 89%^{GC} yield (重复 7 次)



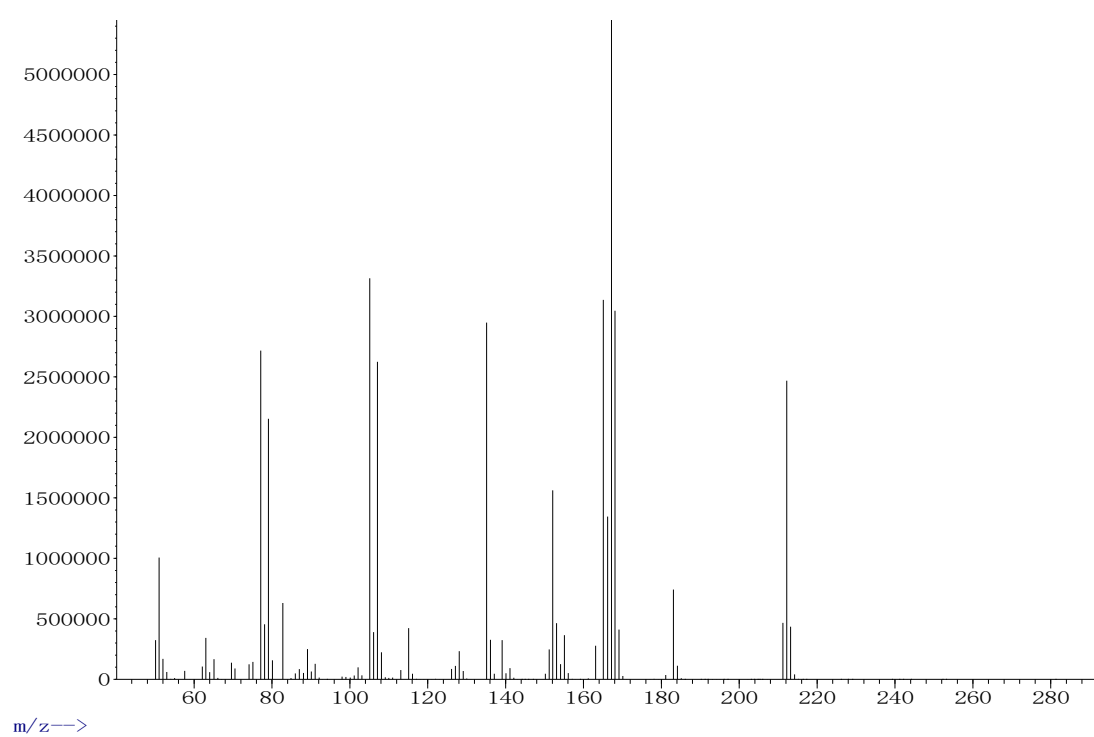
峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	6.281	663	686	773	M3	423875	28887973	0.66%	0.589%
2	7.232	866	890	926	M2	50163798	4352114079	100.00%	88.809%
3	7.438	926	935	1039	M	6435852	219496145	5.04%	4.479%
4	12.382	1971	1997	2037	M	16011195	300028726	6.89%	6.122%

质谱图:

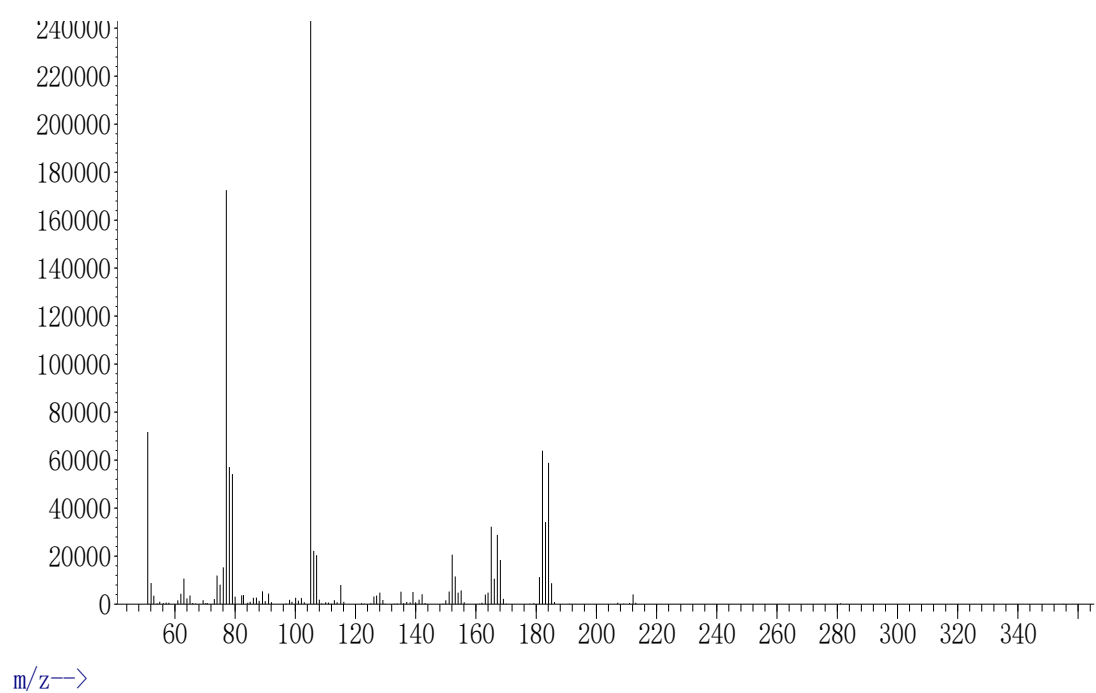
$T = 6.281$ min, 二苯甲基氯



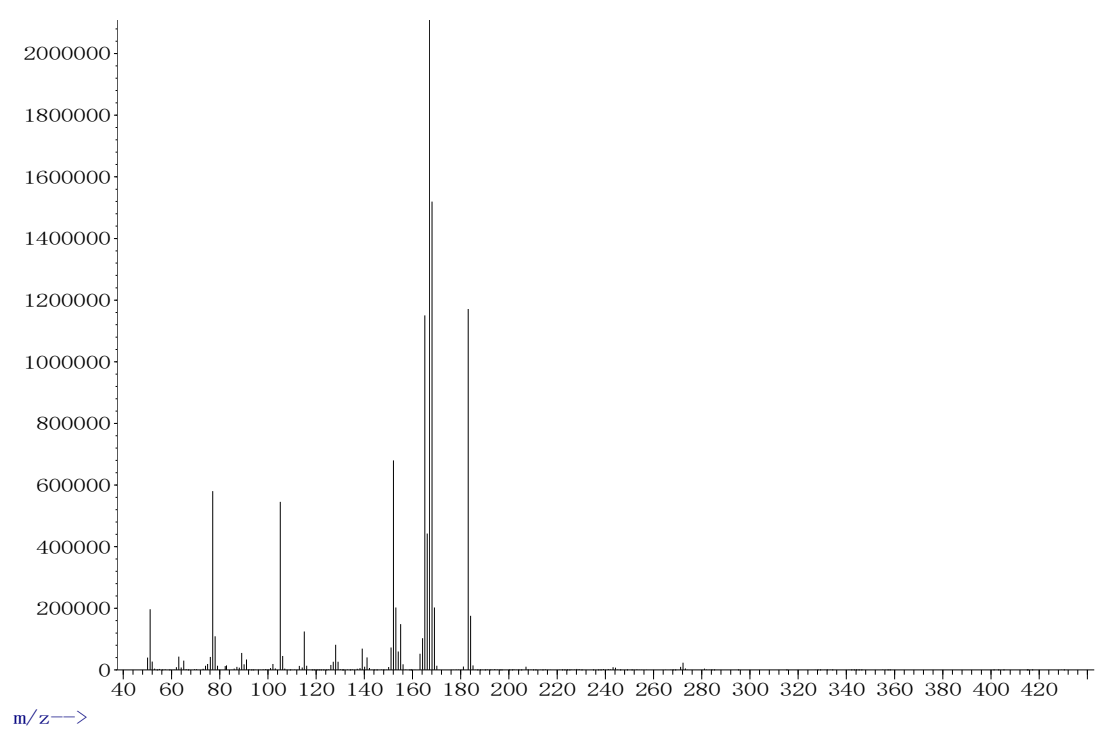
$T = 7.232$ min, 二苯甲基乙基醚



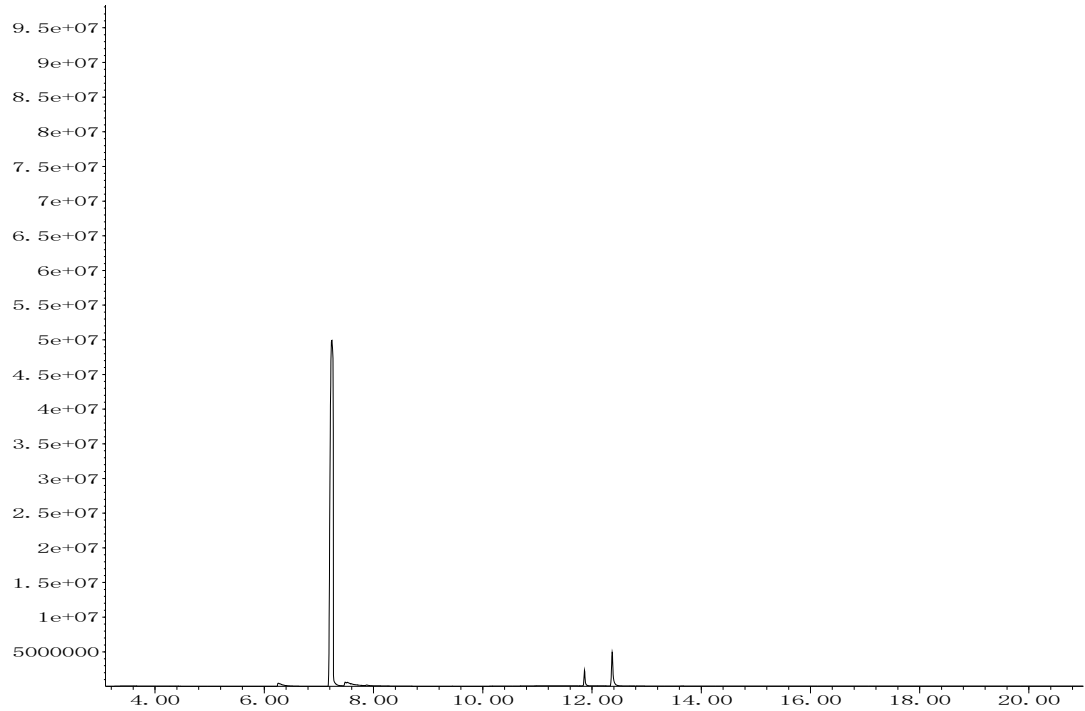
$T = 7.438$ min, 二苯甲醇



$T = 12.412$ min, 二苯甲基醚



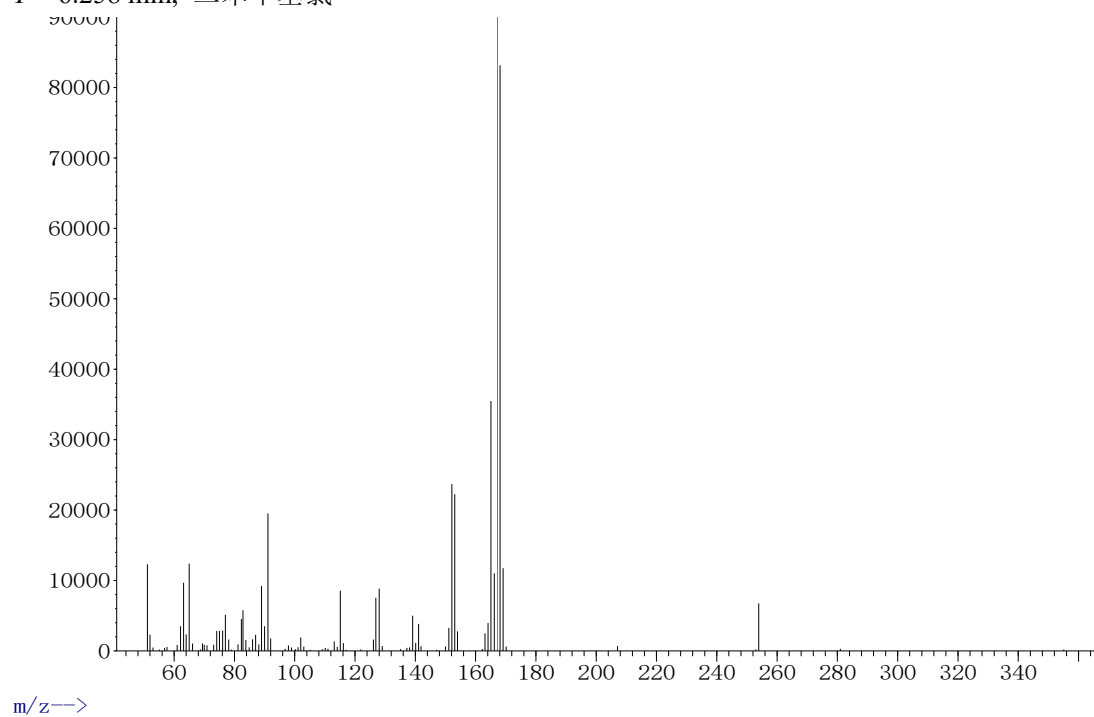
气相谱图: 91%^{GC} yield (重复 8 次)



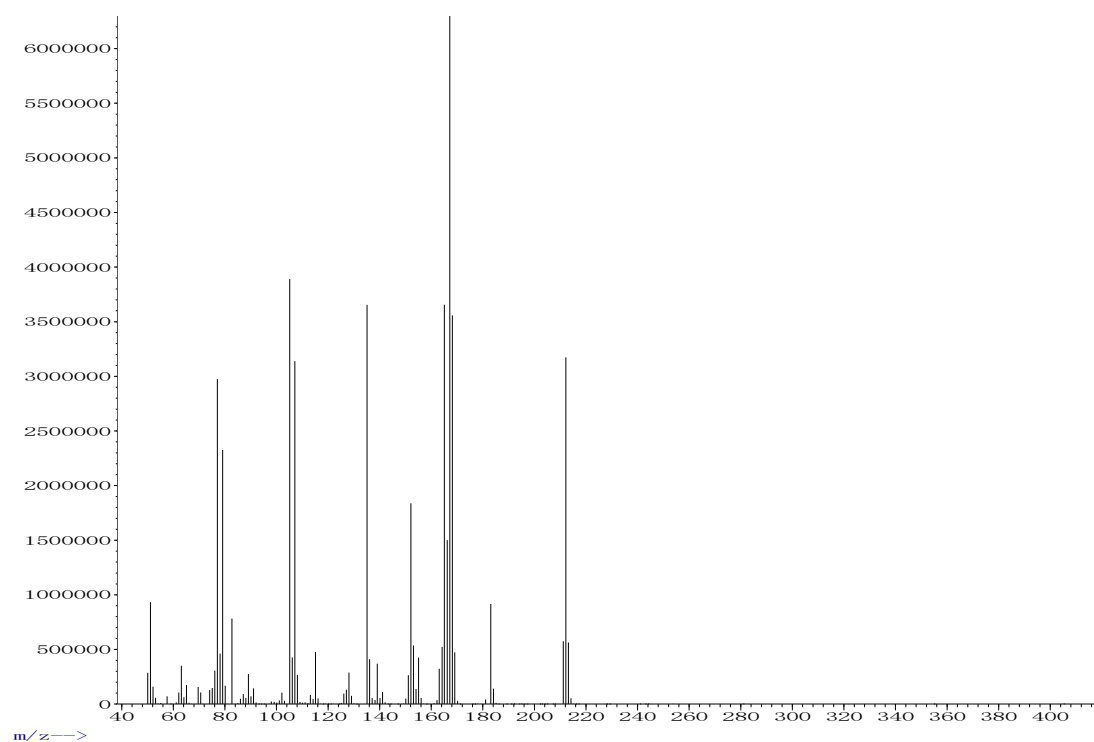
峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	6.258	672	681	733	M2	454047	30998540	1.61%	1.463%
2	7.237	870	892	910	M2	49959546	1921338145	100.00%	90.657%
3	7.482	932	944	1011	M3	539435	58718144	3.06%	2.771%
4	12.370	1980	1994	2035	M	4953514	108282829	5.64%	5.109%

质谱图:

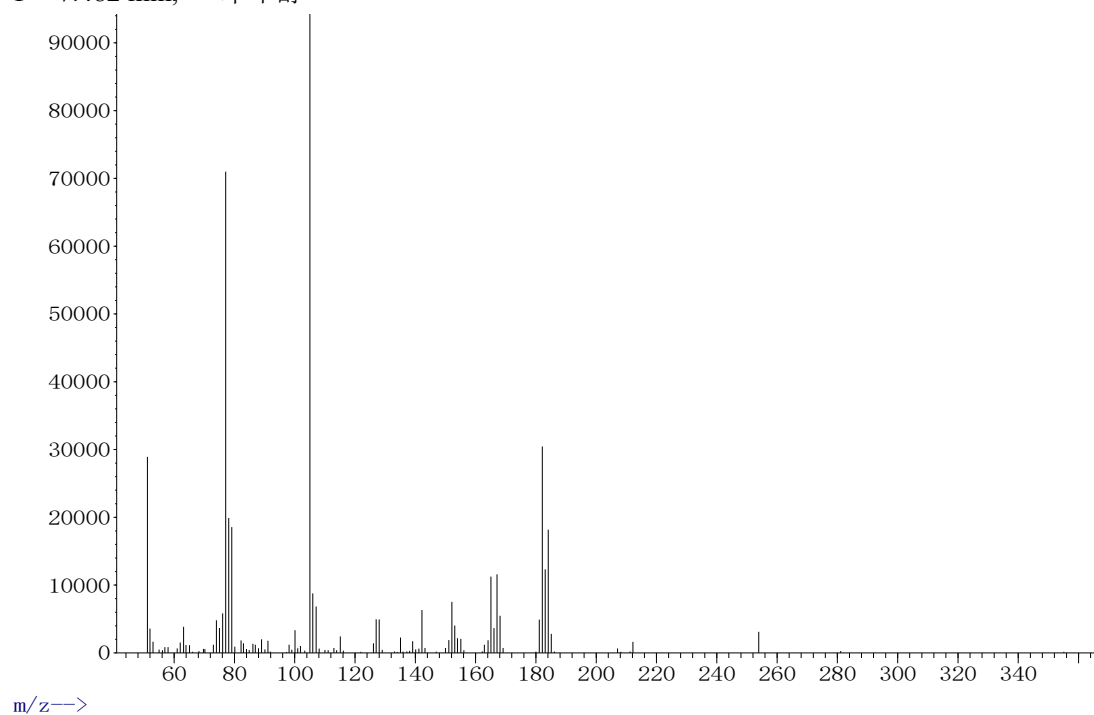
$T = 6.258$ min, 二苯甲基氯



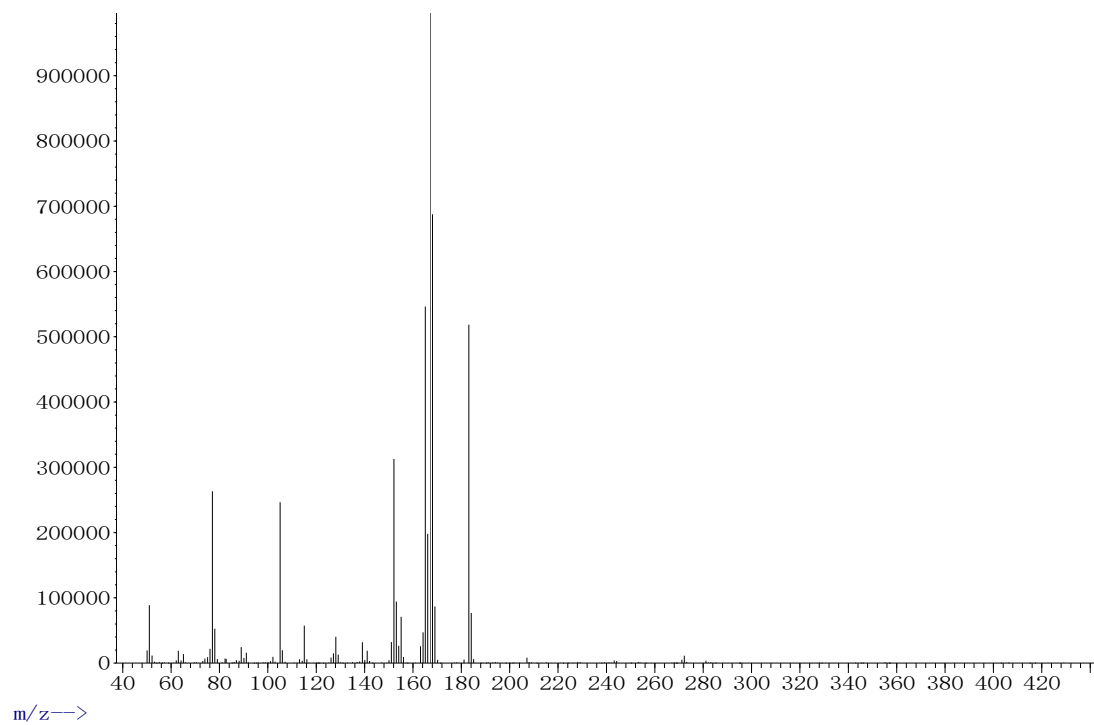
$T = 7.237$ min, 二苯甲基乙基醚



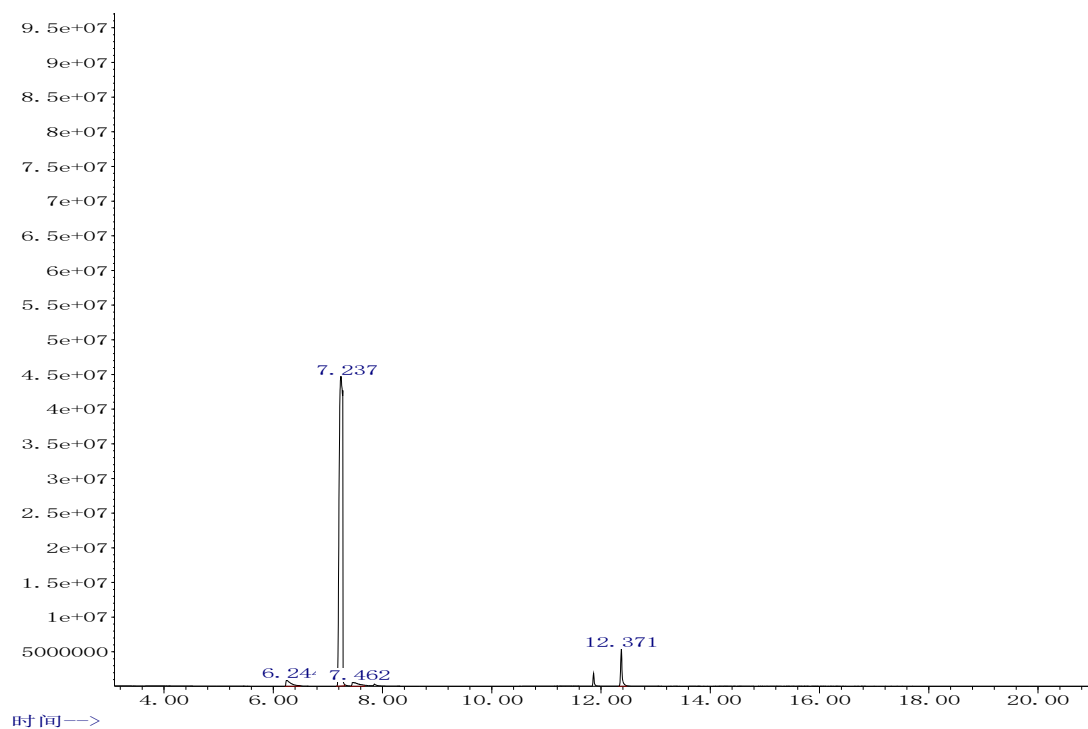
$T = 7.482$ min, 二苯甲醇



$T = 12.370$ min, 二苯甲基醚



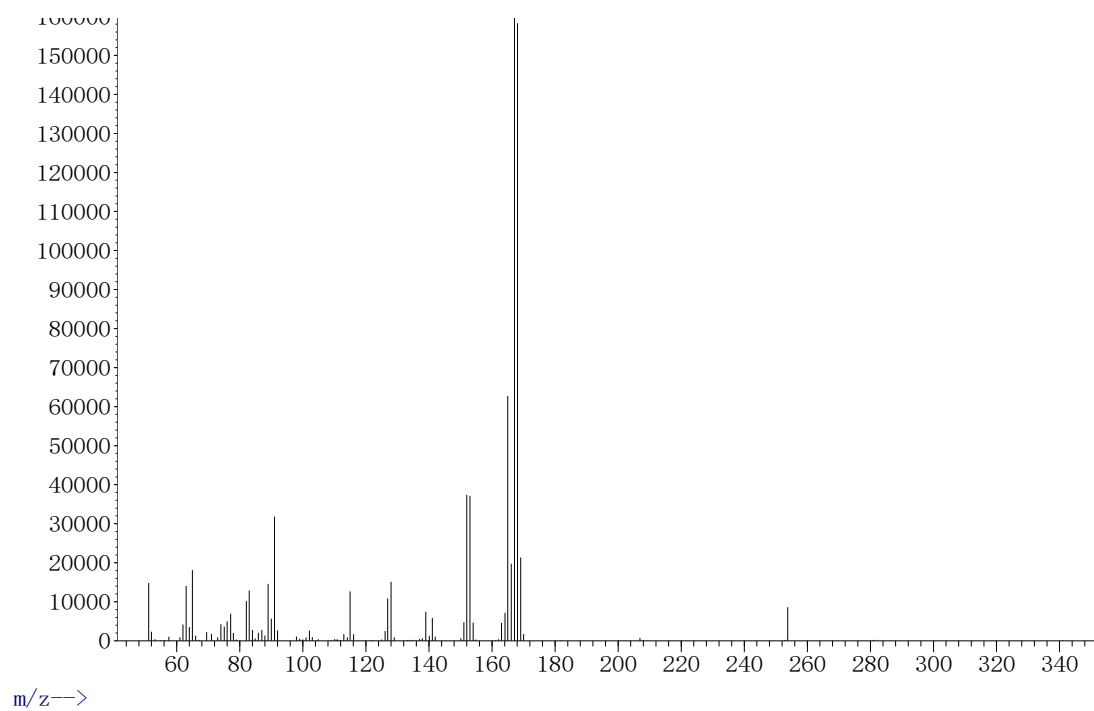
气相谱图: 90%^{GC} yield (重复 9 次)



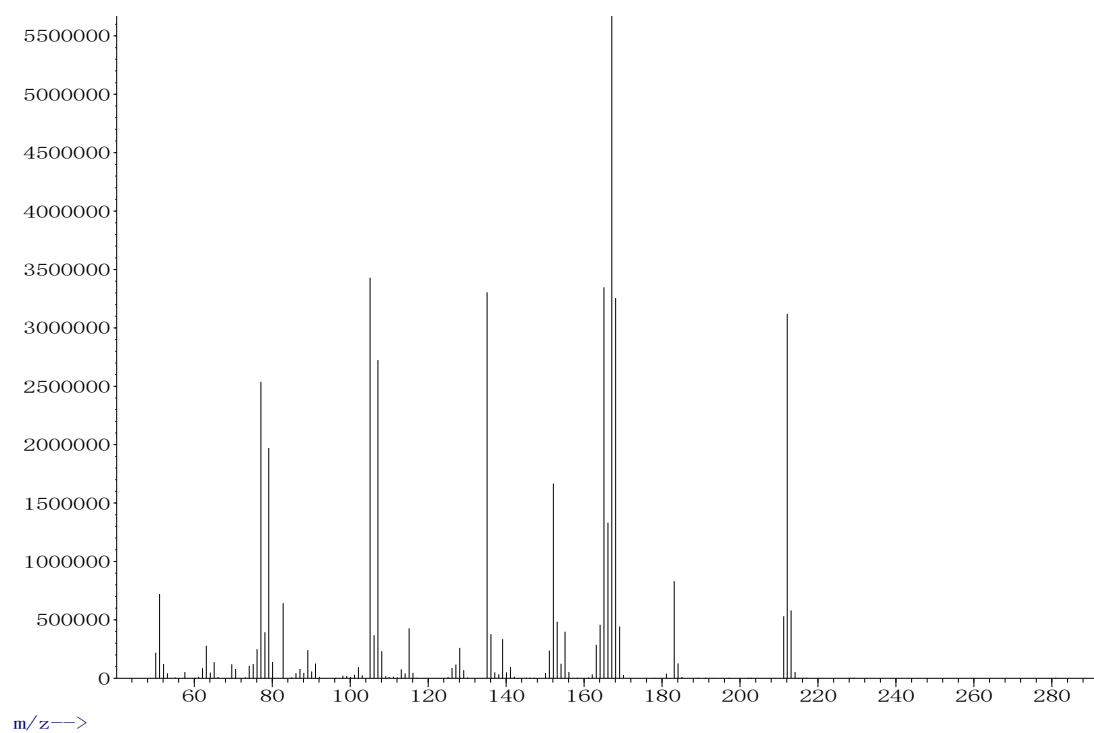
峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	6.244	671	678	731	M2	955013	60238386	3.04%	2.738%
2	7.237	872	892	906	M2	44715247	1984239897	100.00%	90.184%
3	7.462	930	940	984	M2	654205	51839593	2.61%	2.356%
4	12.371	1985	1994	2014	M	5429369	103903316	5.24%	4.722%

质谱图:

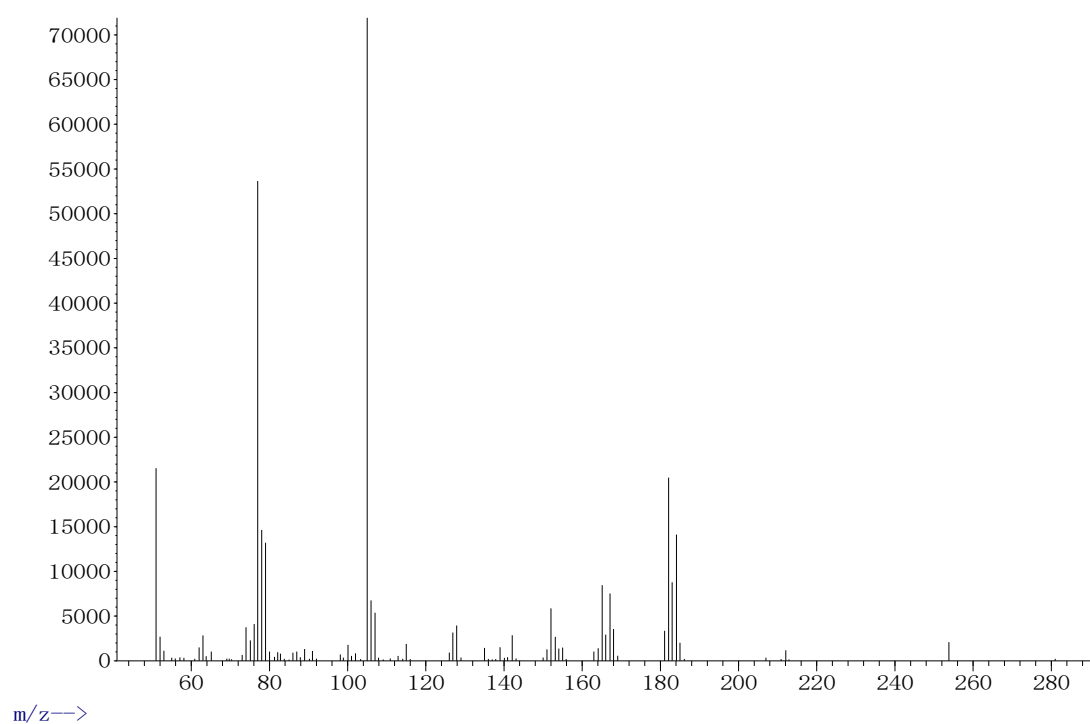
$T = 6.244$ min, 二苯甲基氯



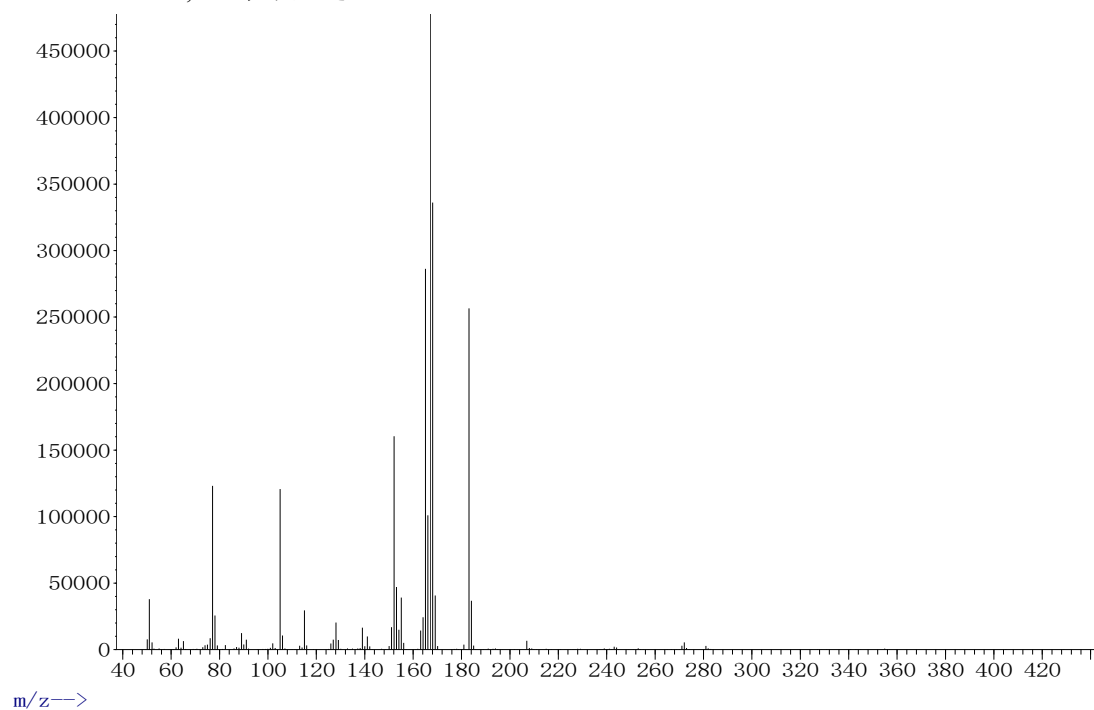
$T = 7.237$ min, 二苯甲基乙基醚



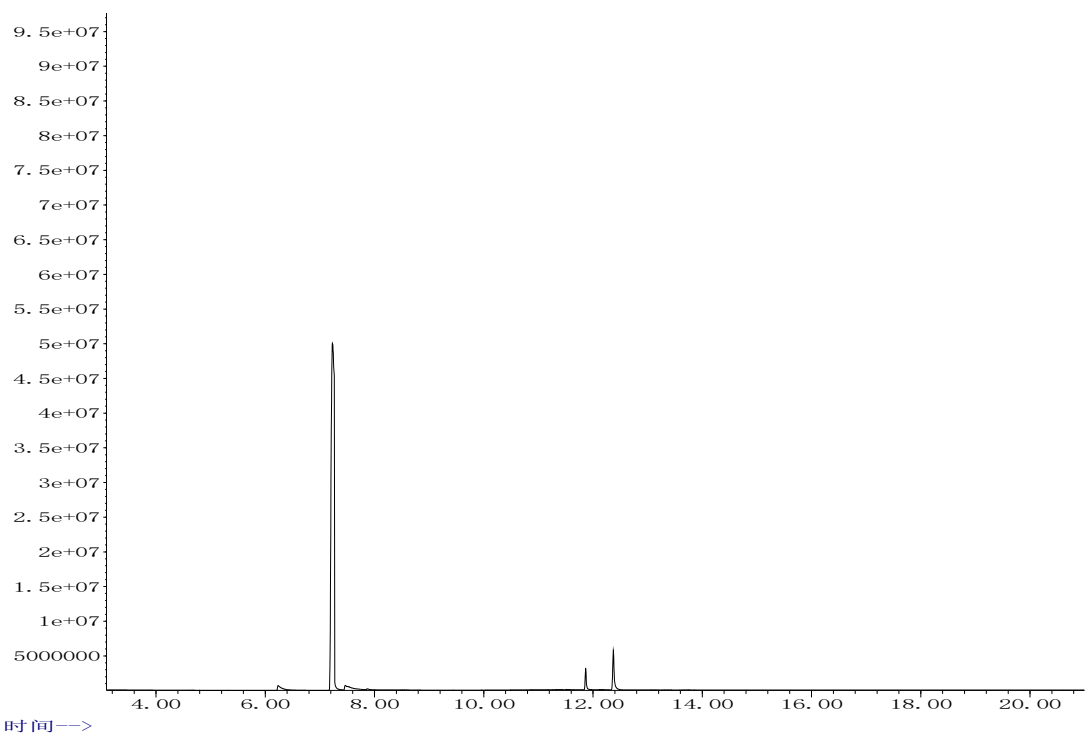
$T = 7.462$ min, 二苯甲醇



$T = 12.370$ min, 二苯甲基醚



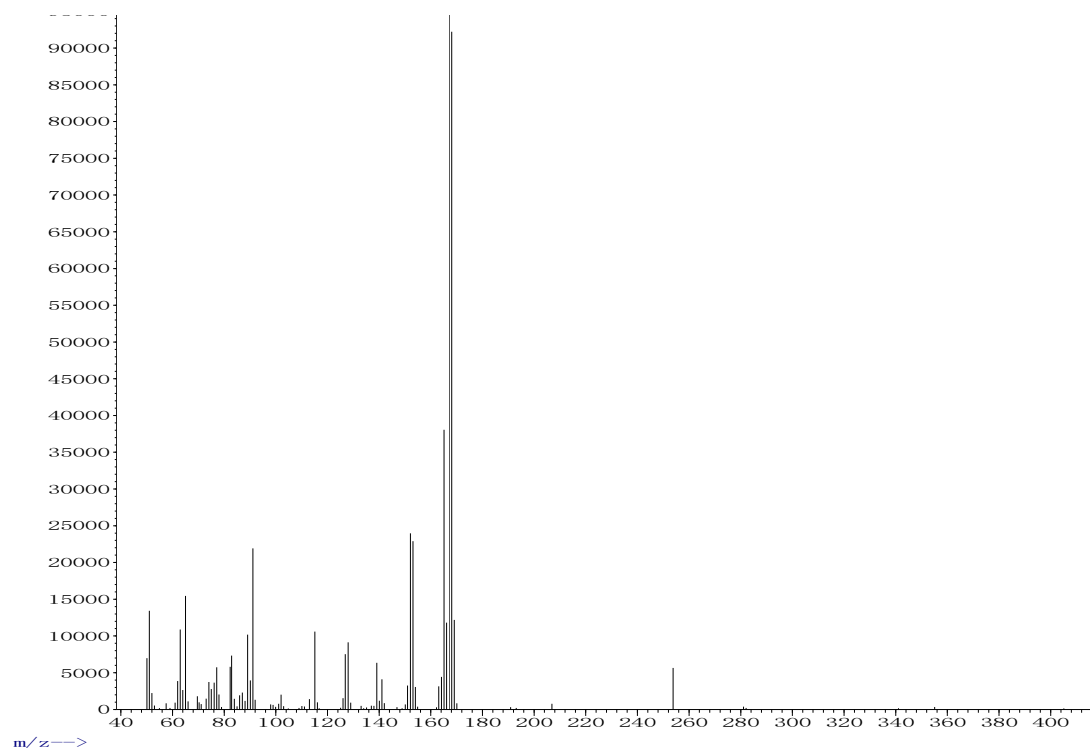
气相谱图: 90%^{GC} yield (重复 10 次)



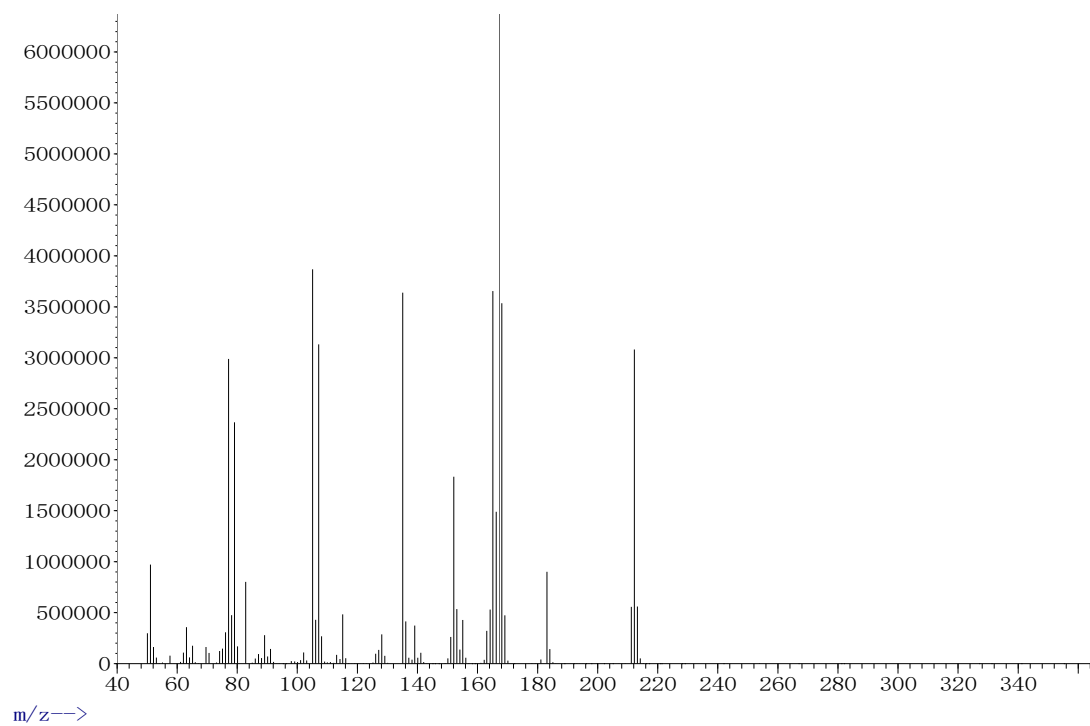
峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	6.235	670	676	721	M	691334	39634138	1.99%	1.796%
2	7.230	873	890	909	M2	50015252	1986794307	100.00%	90.034%
3	7.464	931	940	987	M	729664	61607629	3.10%	2.792%
4	12.371	1980	1994	2016	M	5837103	118674125	5.97%	5.378%

质谱图:

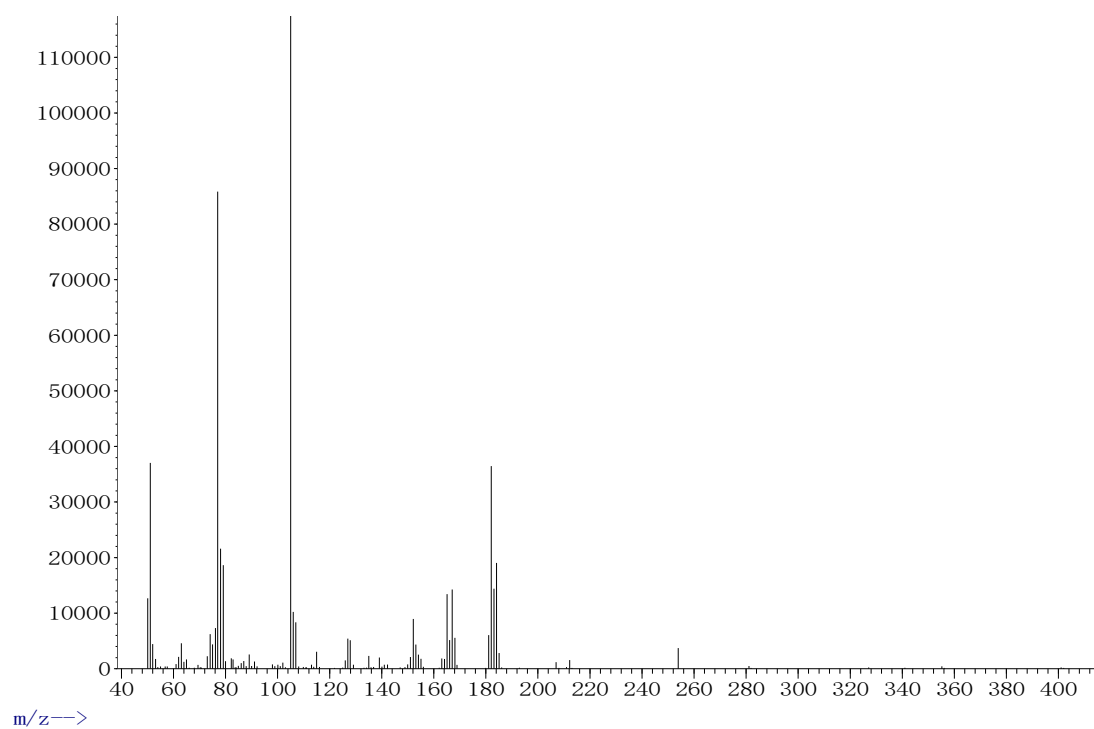
$T = 6.235$ min, 二苯甲基氯



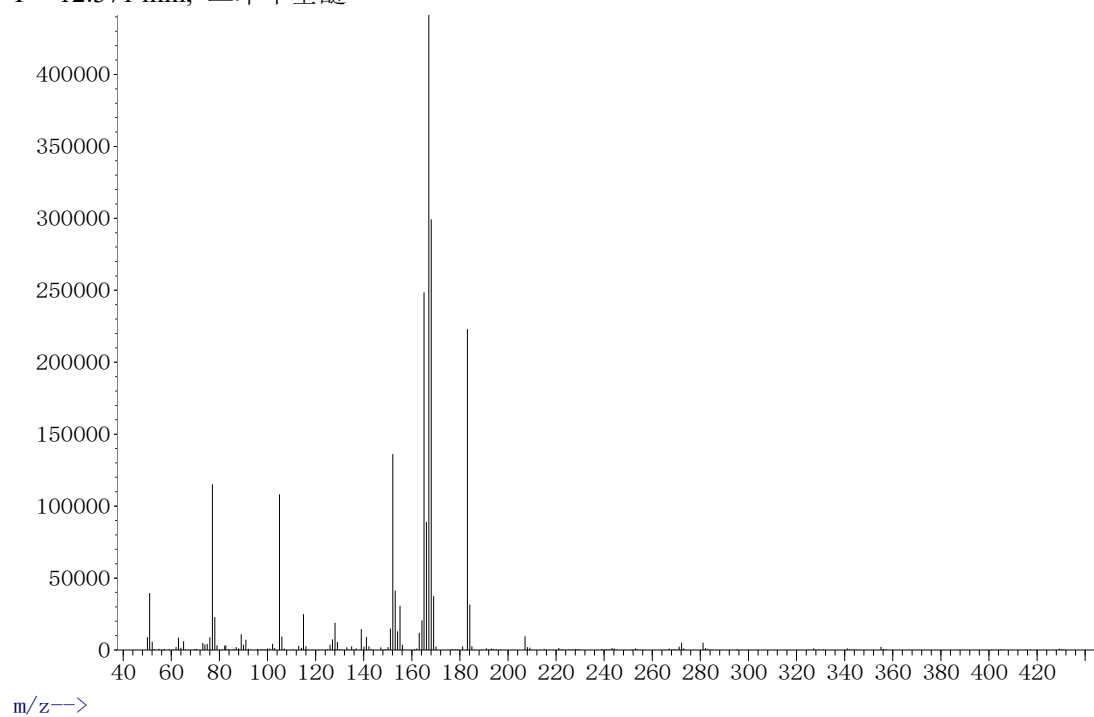
$T = 7.230$ min, 二苯甲基乙基醚



$T = 7.464$ min, 二苯甲醇



$T = 12.371$ min, 二苯甲基醚



结论：以上 10 次平行实验的平均收率为 92%，表明实验的可重复性较好。

3 反应混合液的 TLC 分析

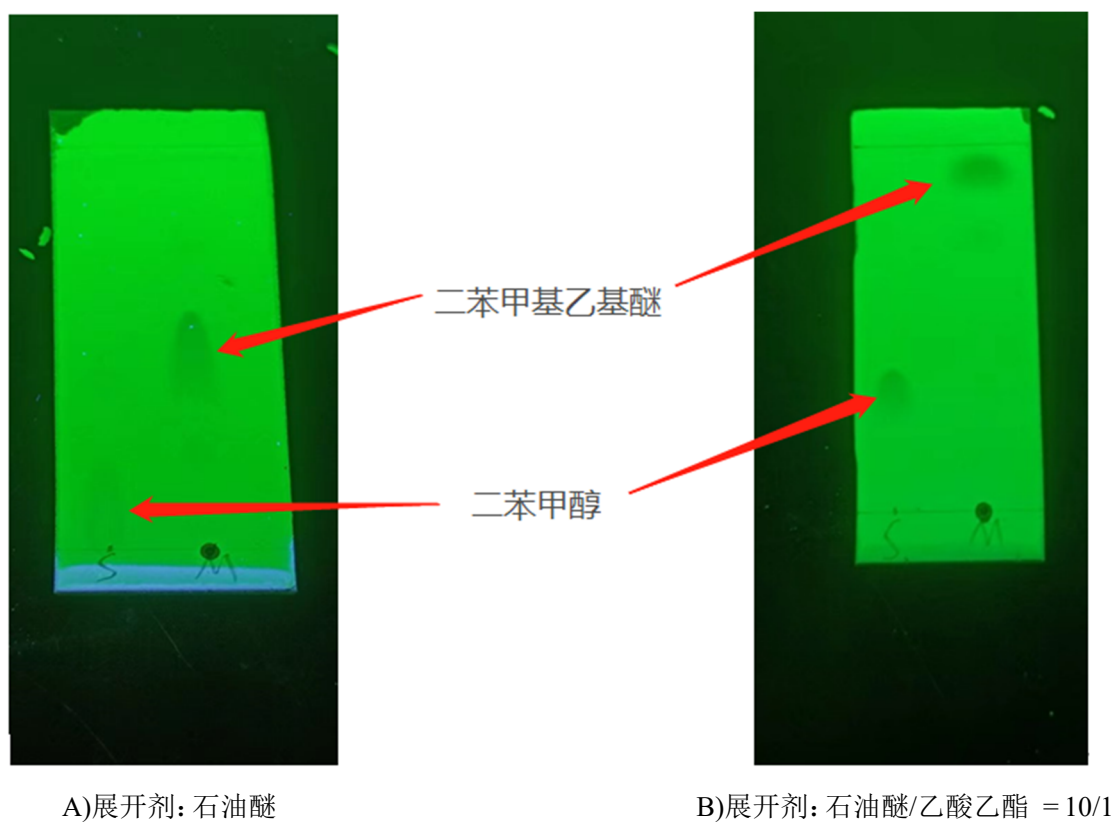
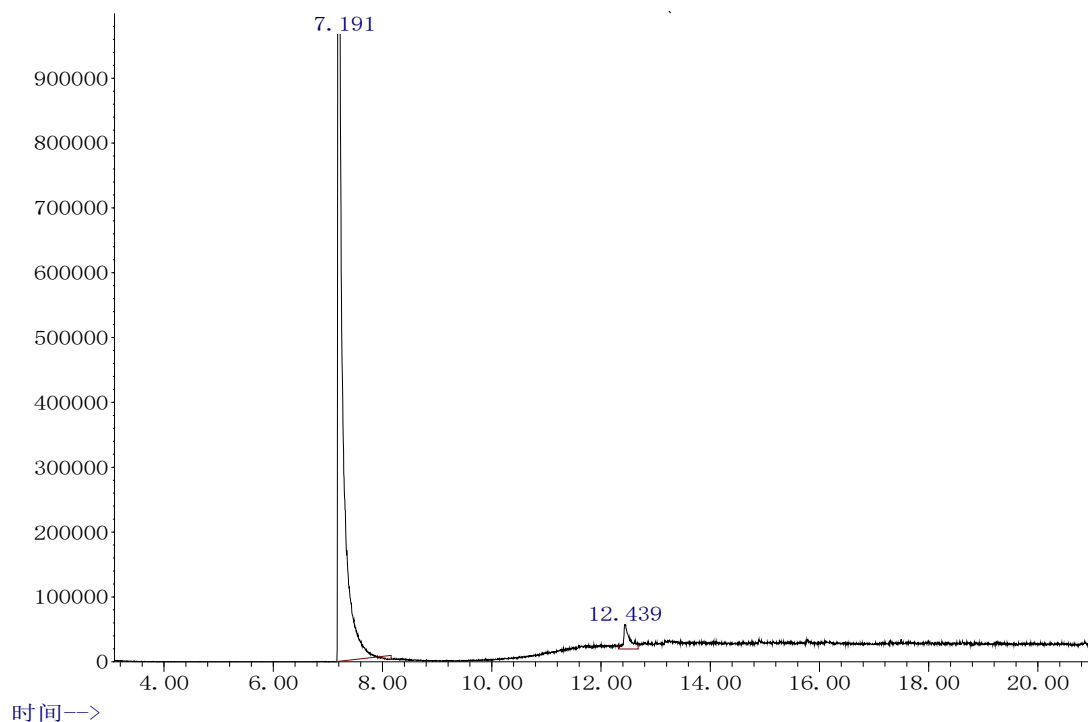


图1 反应混合液的 TLC 色谱

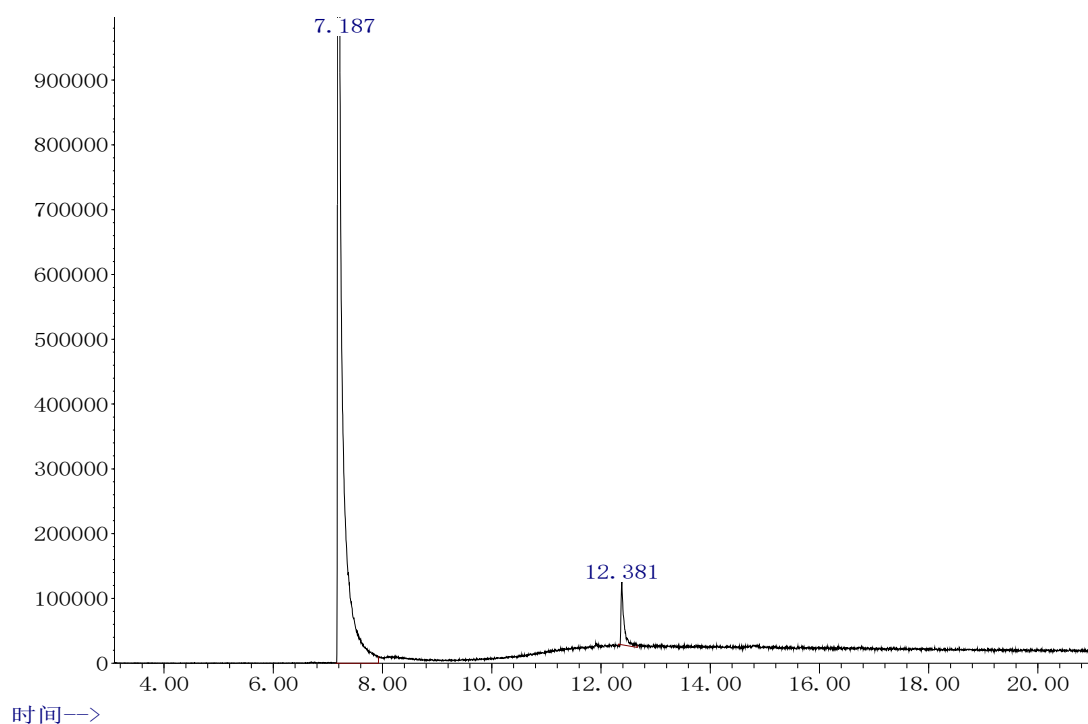
结论: 反应混合液的 TLC 色谱分析表明: 反应 2 小时后, 可以明显观察到有新物质生成, 结合气质联用分析, 谱图中新点应为: 二苯甲基乙基醚以及少量副产物二苯甲基氯和二苯甲基醚的混合物($R_f = 0.61$, 图 1A); 进一步加大展开剂的极性, 可以看出原料二苯甲醇已消失(图 1B)。因此, 利用 TLC 监测, 即原料二苯甲醇点是否消失可以初步判断反应的完成情况。

4 产物的纯度分析与鉴定

4.1 采用气质联用仪分析纯度(96-97%)

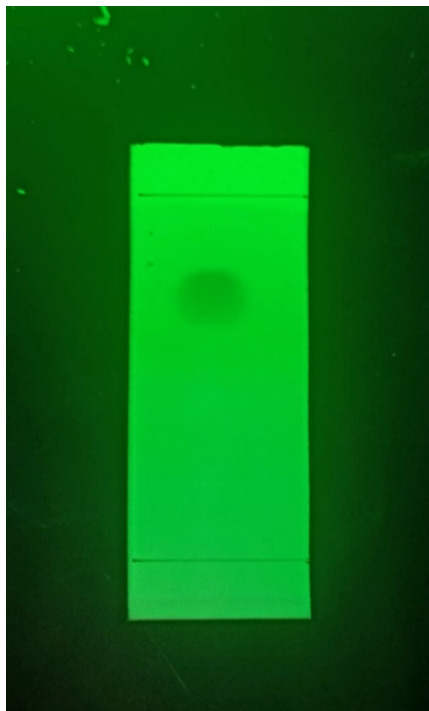


峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 %	修正 最大值	% 总量
1	7.191	866	882	1089	M	3457402	97477536	100.00%		96.989%
2	12.439	1984	2009	2060	M3	38579	3026371	3.10%		3.011%

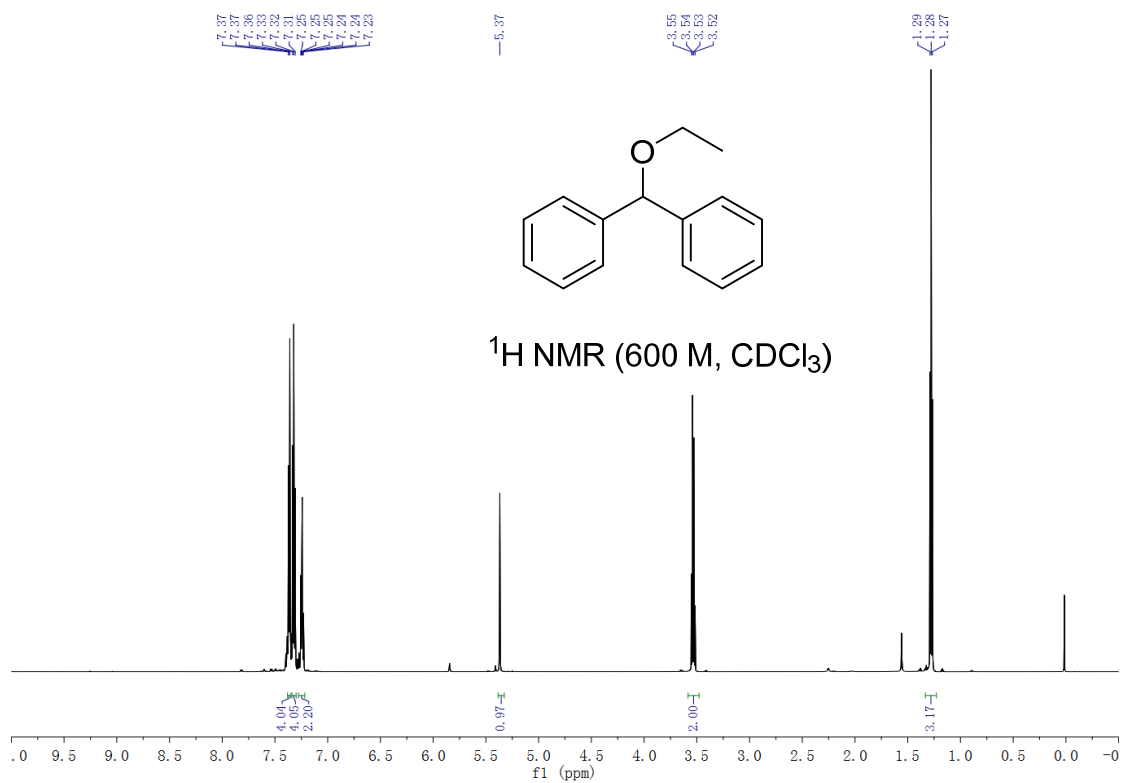


峰 #	保留时间 分钟	起始 扫描	峰顶 扫描	截止 扫描	峰 类型	峰高 峰高	修正 面积	修正 % 最大值	% 总量
1	7.187	873	881	1039	M	2730597	94479546	100.00%	96.353%
2	12.381	1984	1997	2057	M2	98361	3576214	3.79%	3.647%

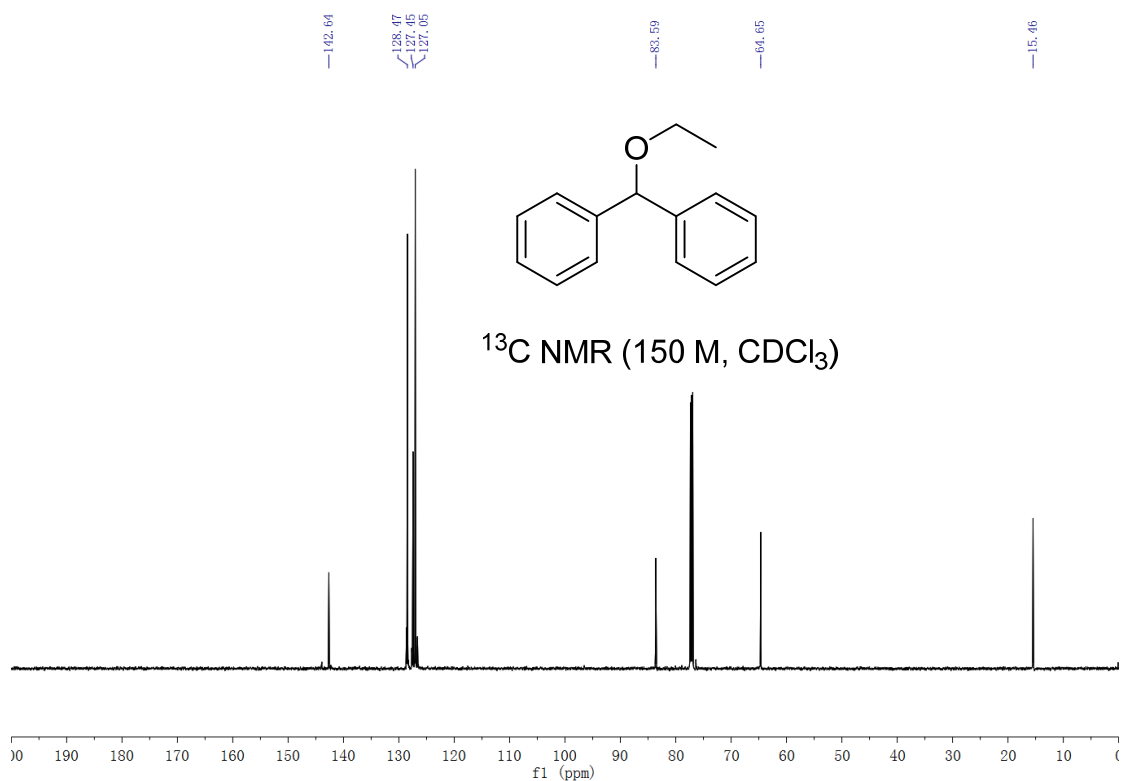
4.2 采用 TLC 分析



4.3 采用核磁共振分析与鉴定



^{13}C NMR (150 M, CDCl_3)



结论：以上结果表明：采用气质联用分析可以定量判断出产物的纯度；由于副产物二苯甲基氯、二苯甲基醚等与产物二苯甲基乙基醚的 TLC 色谱行为基本一致，较难用来测定产物的

纯度：使用核磁共振氢谱和碳谱可以实现对产物结果的表征与确认。综上所述，由于反应的可重复性较好，可以采用 TLC 对反应的进程进行定性的监测，也可以采用 TLC+气质联用技术对产物的进程进行定性、定量的监控，最终采用核磁共振技术对产物结构进行表征和确认。