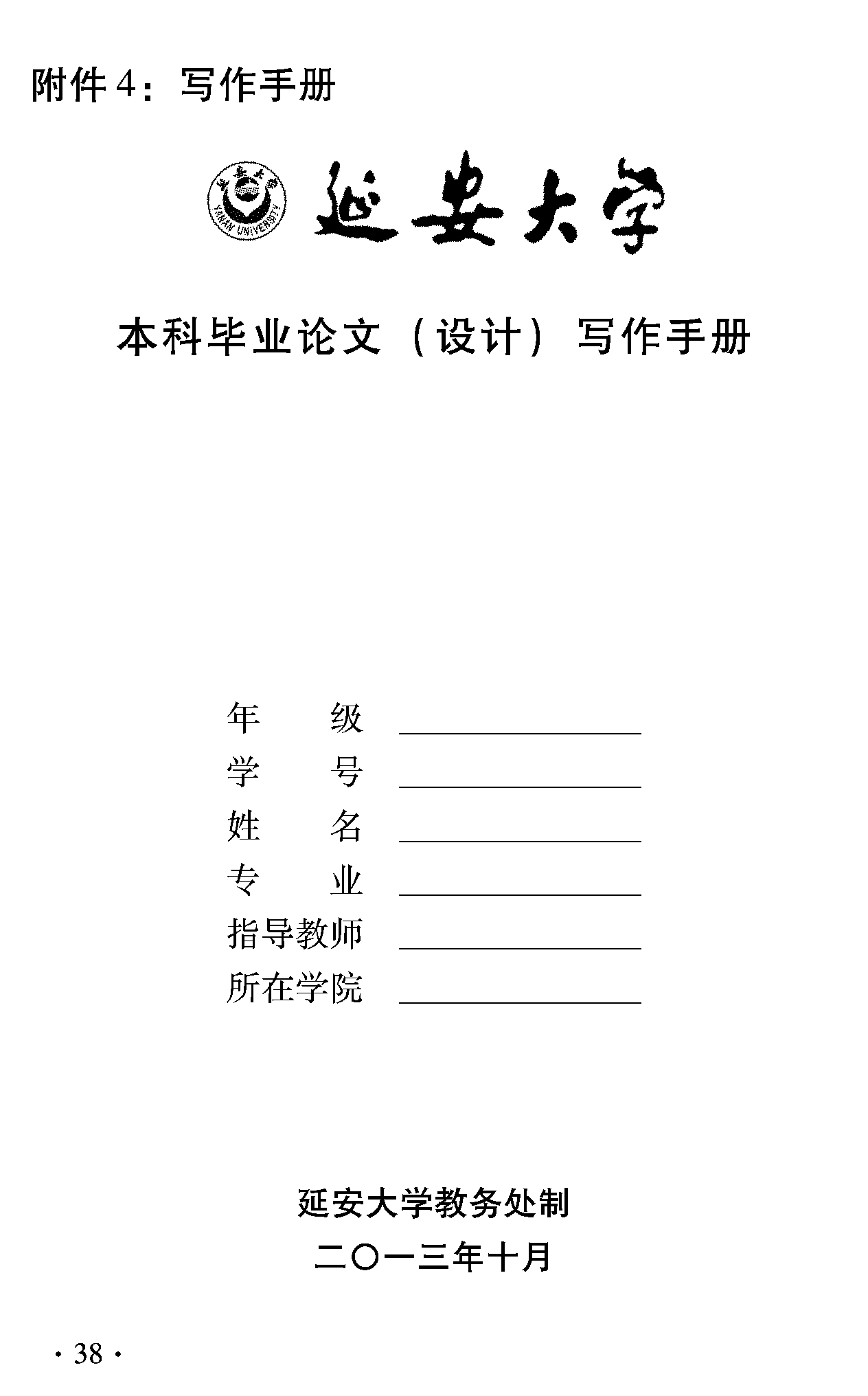
附件7：理科模版

**分类号：TQ242.3**

**密 级： 一般**

**学 号：0222401**



**高等学历继续教育本科毕业**

**论文（设计）**

**题目： 微波辐射合成苄基-2-**

**萘基醚的研究**

**专业： 化 学**

**姓名：**

**指导教师：**

**职称： 副教授**

**答辩日期： 二〇〇六年六月十四日**

**延安大学继续教育学院制**

**二○二二年九月**

**延安大学学士学位论文原创性声明**

本人郑重声明：所呈交的学位论文，是本人在指 导教师的指导下，独立进行研究所取得的成果。除文中已经注明引用的内容外，本论文不含任何其他个人 或集体已经发表或撰写过的作品成果。对本文的研究做出重要贡献的个人和集体，均已在文中以明确方式 标明。本人完全意识到本声明的法律结果由本人承担。

作者签名： 日期：

**关于论文使用授权的说明**

学位论文作者完全了解延安大学有关保留和使用学位论文的规定，本科生在校攻读学士学位期间论文工作的知识产权单位属延安大学，学生公开发表需经 指导教师同意。学校有权保留并向国家有关部门或机构送交论文的复印件，允许学位论文被查阅和借阅; 学校可以公布学位论文的全部或部分内容，可以允许 采用影印、缩印或其它复制手段保存、汇编学位论文。

保密论文注释：本学位论文属于保密范围，在2年解密后适用本授权书。非保密论文注释：本学位论文不属于保密范围，适用本授权书。

作者签名： 日期：

指导教师签名： 日期：

**微波辐射合成苄基-2-萘基醚的研究**

摘 要：在微波辐射下，以2-萘酚和氯化苄为原料，用氢氧化钠作碱剂，碘化钾作催化剂，水-DMF为溶剂合成了苄基-2-萘基醚；采用单因素实验法，对反应物的摩尔比、催化剂及溶剂用量、微波功率、辐射时间等因素的影响进行了研究。实验结果表明：当2-萘酚、氢氧化钠、氯化苄、碘化钾的摩尔比为1:1.1:1:0.027,水-DMF为7ml+25ml,微波功率520W,辐射时间75s时，苄基-2-萘基醚的收率可达87.69%。

关键词：苄基-2-萘基醚；2-萘酚；氯化苄；碘化钾；N,N-二-甲基甲酰铵(DMF);微波

**The synthesis of phenmethyl-2-naphthyl**

**Ether under Microwave irradiation**

**Abstract：**Under the microwave radiation，makes the catalyst with the potassium iodide，The sodium hydroxide makes the neutralization agent，synthesized the phenmethyl-2-naphthyl ether，take 2-naphthol and the chlorination animal pen as the raw material，Uses the single factor cut-and-try method，To a reactant mole of ratio，the catalyst and the solvent amount used，the microwave power,the radiation time and so on have conducted the research to the product receiving rate influence. The experimental result indicated that，When 2-naphthol，the sodium hydroxide，the chlorination animal pen，a po-tassium iodide mole of ratio is 1：1.1：1：0.027，micro-wave power 520w，When radiation time 75s，phenmethyl-2-naphthyl ether receiving rate can reach 87.69%.

**Key Words：**Phenmethyl-2-naphthyl ether；2-naphthol；Chlorination animal pen；Potassium iodide；DMF；Microwave

苄基-2-萘基醚既是重要的有机合成中间体，又是应用范围较广的人工合成香料。他主要用于苄氧萘青霉素等医药和香料的合成[1],也可直接用于香皂、化妆品、草莓、调和香精等香料工业中。目前，文献报道的合成方法主要有两种：一是传统的威廉森(Williamson)合成法[2,3],该方法实验条件苛刻，反应时间较长，操作复杂，产品收率低；二是相转移催化合成法，即在非水溶剂中，用四丁基溴化胺为向转移催化剂合成苄基-2-萘基醚[4],该方法与传统的威廉森合成法相比，反应时间虽然有了明显的缩短，但操作步骤仍然较复杂，产品收率较低。

1986年，Gedye及其合作者发现微波辐射可以促使有机反应[5],微波对极性物质的合成反应选择性很好。反应分子吸收微波能量后，通过分子偶极作用高速旋转，加速了分子的运动，提高了分子的平均动能，分子的碰撞频率增加，从而使反应速率大大提高。自此以后，微波广泛的应用合成酯类、醚类等反应[6-10]。

本研究是在微波辐射下，以2-萘酚、氢氧化钠和氯化苄为原料，用碘化钾作催化剂，水-DMF为溶剂，合成了苄基-2-萘基醚。研究结果表明，该方法具有操作简单，反应迅速，收率高，纯度好的特点。

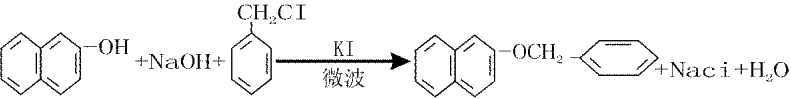
**1 实验**

**1.1主要试剂与仪器**

2－萘酚：化学纯，西安化学试剂厂；氯化苄：化学纯，北京化工厂；氢氧化钠：分析纯，天津致远化学试剂有限公司；碘化钾：分析纯，天津天锋化学品有限公司；N,N－二－甲基甲酰铵（DMF)：化学纯，西安化学试剂厂。

WD800B格兰仕微波炉：佛山市顺德区格兰仕微波炉电器有限公司；RY22型熔点仪：天津市分析仪器厂；岛津IRPrestige-21红外光谱仪：日本岛津仪器公司产；JJ500型精密电子天平：美国双杰兄弟（集团）有限公司。

**1.2 反应原理**



**1.3 合成方法**

在250 ml锥形瓶中加入0.79g(0.020 mol）氢氧化钠、2.59g(0.018 mol)2－萘酚和7 ml水，充分振摇，使碱与2－萘酚混合均匀，然后塞住瓶口，放入微波炉中，在微波辐射功率520 W的条件下辐射反应15s；取出。冷却后，向瓶中加入2.27g(0.018 mol）氯化苄、0.08g碘化钾、25 mlN,N－二－甲基甲酰铵（DMF)，充分振摇均匀后，再放入微波炉中辐射反应60 s；然后在搅拌下将反应混合物趁热倒入50 ml冰水中，即有大量微黄色固体析出，待固体完全析出后，抽滤，并用冰水洗涤两次，再用95%乙醇重结晶，即得（微黄白色固体）苄基-2-萘基醚。

**1.4产品分析和检测**

上述方法所制得的产品用RY22型熔点仪测得其熔点为：98-100℃(文献值为：100-101℃)4,红外检测结果(见图1):芳醚(=C-0-C)的特征吸收峰为1256,1217,1178 cm-1,萘环的特征吸收峰为842,818 cm-1,2-取代位特征峰为758cm-1,芳环(C=C)的吸收特征峰为1628,1595,1520 cm-1,芳环(=C-H)的吸收特征峰为765,735 cm-1,2-萘酚羟基的吸收峰完全消失，与标准图[1]谱相同。

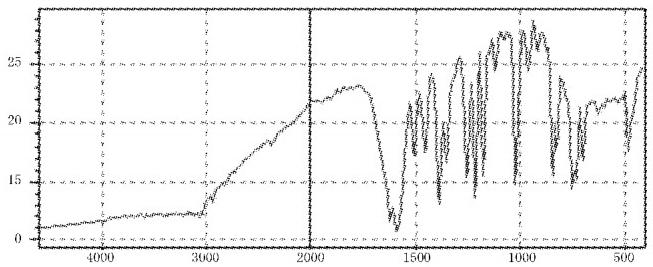


图1苄基-2-萘基醚红外光谱

**2 结果与讨论**

**2.1 2-萘酚与氢氧化钠的摩尔比对产品收率的影响**

锥形瓶中加入2.59g(0.018 mol)2-萘酚，7 ml水，2.27 g(0.018 mol)氯化苄，20 mlN,N-二-甲基甲酰铵，0.05g碘化钾，在微波辐射功率520 W,微波辐射反应时间45s的条件下，通过改变氢氧化钠的加入量考察2-萘酚与氢氧化钠的摩尔比对产品收率的影响。实验结果见表1:

表1 2-萘酚与氢氧化钠的摩尔比对收率的影响

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| n(2 -萘酚)/n  (氢氧化钠) | 1:1 | 1:1.1 | 1:1.2 | 1:1.3 | 1:1.4 |
| 产量(g) | 2.84 | 3.39 | 3.04 | 2.87 | 2.80 |
| 收率(%) | 67.53 | 80.82 | 72.27 | 68.44 | 66.05 |

由表1数据看出，增加氢氧化钠用量有利于产品收率的提高，当摩尔比为1:1 时，收率最高，达80.82%,若再增加氢氧化钠的加量，由于体系碱性增强，氯化苄水解加剧，产品收率下降。因此2-萘酚和氢氧化钠的摩尔比选1:1为宜。

**2.2 2-萘酚与氯化苄的摩尔比对收率的影响**

在2.59g(0.018 mol)2-萘酚，0.79 g氢氧化钠，7ml水，20mlN,N-二-甲基甲酰铵，0.05g碘化钾，微波辐射功率520 W,微波辐射反应时间45 s的条件下，改变氯化苄的加入量考察2-萘酚与氯化苄的摩尔比对收率的影响。结果见表2:

表2 2-萘酚与氯化苄的摩尔比对收率的影响

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| n(2 -萘酚)/n  (氯化苄) | 1:0.8 | 1:0.9 | 1:1 | 1:1.1 | 1:1.2 |
| 产量(g) | 2.56 | 2.65 | 3.39 | 3.12 | 3.11 |
| 收率(%) | 69.08 | 69.85 | 80.82 | 74.30 | 74.07 |

由表2数据看出，当n（2-萘酚）：n（氯化苄） =1：1时，产品收率最高，为80.82%。但是由于苄基-2-萘基醚能溶于氯化苄，所以氯化苄的用量太大时会造成部分产品的流失，因此氯化苄和2-萘酚的摩尔比选1:1。

2.3 微波辐射功率对产品收率的影响

在2.59g(0.018 mol)2-萘酚，0.79g(0.0198 mol)氢氧化钠，7 ml水，2.27g(0.018 mol)氯化 苄，0.05g碘化钾，20 mlN,N-二- 甲基甲酰铵，微波辐射时间45 s的条件下，通过改变微波功率考察功率对收率的影响。实验结果见表3:

表 3 微波辐射功率对收率的影响

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 微波辐射功率(W) | 260 | 520 | 780 | 1040 |
| 产量(g) | 3.20 | 3.39 | 3.23 | 3.22 |
| 产率(%) | 76.32 | 80.82 | 77.00 | 76.67 |

由表3可见，随着微波功率的增加，反应体系温度升高，产品收率增大。但当功率大于520 W时，由于温度太高，氯化苄的碱性水解加快、挥发量增大，使产品收率下降，因此微波功率选520 w为宜。

2.4 微波辐射时间对产品收率的影响

在2.59g(0.018mol)2-萘酚，0.79g(0.0198 mol)氢氧化钠，7 ml水，2.27g(0.018 mol)氯化苄，0.05g碘化钾，20 mlN,N-二- 甲基甲酰铵，微波辐射功率520 w的条件下，通过改变微波辐射时间考察辐射时间对产品收率的影响。结果见表4:

表 4 微波辐射时间对收率的影响

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 微波辐射时间（S) | 45 | 55 | 65 | 75 | 85 |
| 产量（g) | 3.39 | 3.47 | 3.53 | 3.61 | 3.08 |
| 收率（%) | 80.82 | 82.63 | 83.98 | 86.0 | 073.40 |

由表4可见，延长微波辐射时间有利于产品收率的提高，当时间超过75 s时，由于温度太高，氯化苄的碱性水解加快、挥发量增大，导致产品收率下降，因此微波辐射时间选75 s为宜。

2.5 溶剂用量对收率的影响

在2.59g(0.018mol)2－萘酚，0.79g(0.0198 mol）氢氧化钠，7 ml水，0.05g碘化钾，2.27 g (0.018 mol）氯化苄，微波辐射功率520 w，辐射时间 75s的条件下，通过改变溶剂DMF的用量考察溶剂用量对产品收率的影响。结果见表5:

表 5 溶剂用量对收率的影响

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 溶剂用量（ml) | 15 | 20 | 25 | 30 | 35 |
| 产量（g) | 3.58 | 3.61 | 3.69 | 3.42 | 3.27 |
| 收率（%) | 85.33 | 86.00 | 87.81 | 81.50 | 77.90 |

由表5可知，随着溶剂用量的增加，产品的收率增 加，但是，当DMF用量超过25 ml时，体系中反应物浓度降低，反应速率降低；另外，产品能溶于溶剂中，致使产品收率下降，所以DMF用量选25 ml为宜。

2.6 碘化钾用量对产率的影响

在2.59g(0.018 mol)2－萘酚，0.79g(0.0198 mol）氢氧化钠，7 ml水，2.27g(0.018 mol）氯化苄，25 mlN,N－二－甲基甲酰铵，微波辐射功率520 w，辐射时间75s的条件下，通过改变碘化钾的用量考察碘化钾用量对收率的影响。结果见表6:

表 6 碘化钾用量对产品收率的影响

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| n(2－萘酚）:n（碘化钾） |  | 1:0.0067 | 1:0.017 | 1:0.027 | 1:0.033 | 1:0.040 |
| 碘化钾用量（g) |  | 0.02 | 0.05 | 0.08 | 0.10 | 0.12 |
| 产量（g) |  | 2.24 | 3.69 | 3.70 | 3.65 | 3.65 |
| 收率（%) |  | 53.36 | 87.81 | 88.03 | 86.90 | 86.90 |

由表7数据可见，由于部分氯化苄与碘化钾反应 生成碘化苄，碘化苄的活性比氯化苄大，所以加入碘 化钾后有利于产品收率的提高。但是再增加碘化钾用 量，对产品的收率影响很小。因此2－萘酚与碘化钾摩尔比选1:0.027为宜。

2.7 重现性实验

采用上述优化条件n(2－萘酚）:n（氢氧化钠）:n（氯化苄）:n（碘化钾） =1:1.10:1:0.027,N,N－二－ 甲基甲酰铵25 ml，水7ml，微波功率520 W，辐射时间75 s，做了五次重现性试验，结果见表7:

表 7 重现性实验

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 产量（g) | 3.70 | 3.71 | 3.65 | 3.70 | 3.66 |
| 收率（%) | 88.03 | 88.25 | 86.90 | 88.03 | 87.13 |

由表中重复实验数据看出，苄基-2-萘基醚的平均收率为87.69%,重现性较好。

**3 结论**

**3.1微波辐射合成苄基-2-萘基醚的较佳条件为：**

n (2-萘酚):n(氢氧化钠):n(氯化苄):n(碘化钾) =1:1. 10:1:0.027,水7ml,N,N-二- 甲基甲酰铵 25 ml,微波功率520 W,辐射时间75s,苄基-2-萘基醚的收率可达87.69%。

**3.2该合成方法条件温和，反应迅速，操作简单，产品的收率高、纯度好，具有潜在的工业应用价值。**

参考文献：

1. Philip A.Trostel,“Returns to scale in producing human cap-ital from schooling,”Oxford Economic Papers 56(2004):461-484.
2. 唐艳春，俞善信.苄醚和芳醚的简易合成[J].化学试剂，1995,16(3):384.
3. 魏文德.有机化工原料大全第3卷[M].北京：化学工业出版社，1990:260-261.
4. 王树清，高崇，朱石生等.苄基-2-萘基醚的相转移催化合成研究[J].化学世界，2004,8(5):267-269.
5. GedyeRN,SmithFE,WestawayKC,etal,TerahedronLett,1986,27:279
6. 莫莉平，周旋，李拥军等.微波技术在现代有机合成的应用进展[J].广东化工，2004,(4):44-48.
7. 张猛，邹建平.微波辐射技术在有机合成中的应用[J].化学试剂，2004,12(3):148-152.
8. 戴桂元，胡涛，刘蕴等.微波辐射下芳香族醚的合成[J].化学试剂，2003,9(3):166-168.
9. KorolezukM,CratarczykM.Freseniurs[J]AnalChem,1999,363(4):321
10. 魏东升.2-萘乙醚的合成研究[J].化学工程师.2004,(1):61-63.

谢 辞

经过一个多月的辛苦和努力，精馏塔（筛板塔）的设计已基本完成。本次设计完成的同时，我们的知识和能力也得到了一定的扩展和提高。对于我们而言，这只是生产工艺及装置设计方面的一次小小的尝试，但其过程所体现的系统性和严密性以及当中所运用的一些理论、方法都使我们获益非浅。

在这次设计中，我们力争工艺设计的各个环节尽量合理完善这一原则，综合考虑经济性和可行性。本次设计过程，使我们在工艺设计、设备选型、资料查阅、数据收集及团体协作方面均获得了锻炼，这必将为我们日后的实际工作奠基良好的基础。对于本次设计，虽然我们做了很多工作，但是其中一定会存在缺陷和不足之处，希望各位老师和同学们批评指正。本设计在 老师的细心指导下完成从设计的选题，资料查找，每一步计算到论文的撰写过程都给予了精心细致的指导。同时也得到了 老师的大力帮助。此外，还得到 等同学的帮助，在此一并致以最诚挚的谢意！

（全文共 字）