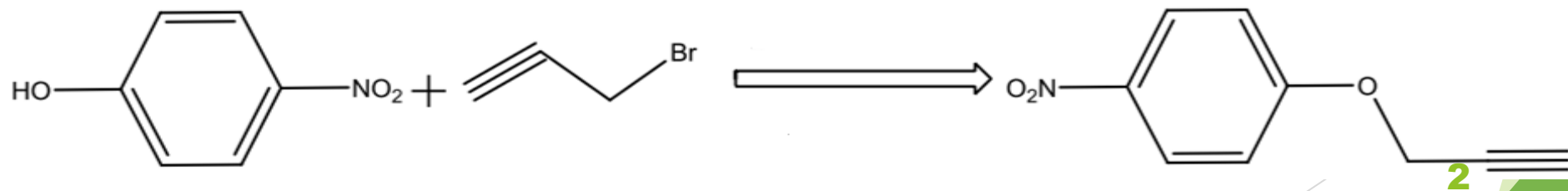


E17 醚類之製備

實驗目的及原理

- ▶ 實驗目的：學習製備 醚類 (ethers) 的方法。
- ▶ 實驗原理：
 - ▶ **Williamson synthesis**：以 烷氧離子 (alkoxide ion) 取代鹵烷的 鹵離子，適用於不對稱醚的製備。

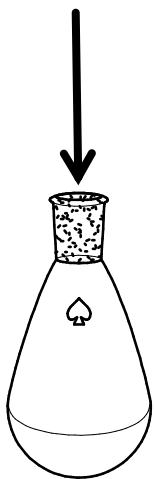


實驗流程

Williamson ether synthesis

~1 g *p*-nitrophenol

5.0 mL DMF



stir 1 min

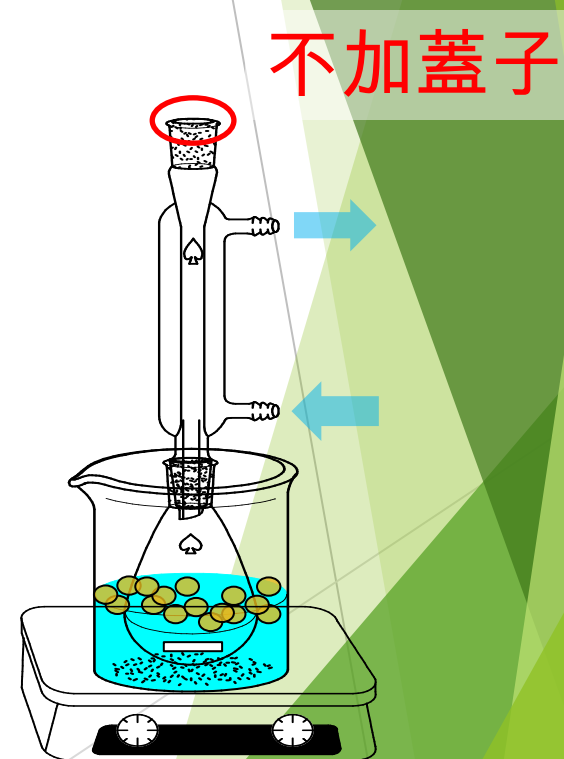
再加入

A. 1.2 mL propargyl bromide,
80% wt.% in toluene

B. 1.5 g potassium carbonate

50~60°C reflux 40 mins

25 mL 圓底瓶 (dry)



3

實驗流程

Extraction & Rota

1. 圓底瓶冷卻至 **室溫** 後，以 **20 mL 蒸餾水** 稀釋反應混合物，搖晃混合後傾析至分液漏斗。
2. 加入 **50 mL ether** 至分液漏斗，進行萃取。
3. **20 mL 水 *5次。**
4. **20 mL sat. NaCl_(aq)**
5. 加適量無水 MgSO_4 到 **有機層** 乾燥，重力過濾至 **已秤好重量之 50 mL 乾燥圓底瓶。**
6. 上減壓濃縮 rotavap，秤重算產率。



注意事項

- ▶ **DMF** 為較有危害性、毒性的溶劑，使用時需注意安全。
- ▶ **DMF** 可同時溶於乙醚和水，需多次萃取方能從有機層有效去除。
- ▶ 乾燥用的 MgSO_4 如果加入過多，會導致過濾時吸附在固體表面的殘餘過多，而造成損失。
- ▶ **Ether** 揮發性高且有刺激性，需小心使用。

注意事項

- ▶ Propargyl bromide / toluene 溶液會滲透過乳膠手套，若不慎接觸到，請更換手套。
若有疼痛症狀，請脫去手套並以清水大量沖洗，並告知助教。
- ▶ 萃取時，建議先將稀釋用的水加入圓底瓶中，再倒入分液漏斗內。圓底瓶內固體可溶於水 or 乙醚，一併萃取產率會較高。
- ▶ 使用 rotavap 時請使用自己組別的黃色磨口夾，並注意避免暴衝。
- ▶ 本次產物記得保存在工具箱中，下次實驗要用!!

重要!!

實驗數據

- ▶ 對硝基苯酚取量 (g)、 醚類產量 (g)、 醚類產率(%)
- ▶ 醚類的固體 (保留於圓底瓶中)

• 有機不含鹵

下週: E18 點擊反應 & check out ₇