การสังเคราะห์ 2-เฟนิล เอธานอล จากสไตรีน

นายพลกฤษณ์ แสงวณิช

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมี
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
พ.ศ.2537

ISBN 974-584-362-8

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYNTHESIS OF 2-PHENYL ETHANOL FROM STYRENE

Mr.Polkit Sangvanich

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in partial Fulfillment of the Requirements

For the Degree of Master of Science

Program of Petrochemistry

Graduated School

Chulalongkorn University

1994

ISBN 974-584-362-8

Thesis Title	Synthesis of 2-Phenyl Ethanol from Styrene
By	Mr.Polkit Sangvanich
Department of	Petro-Polymer Inter program
Thesis Advisor	Assistant Professor Amorn Petsom, Ph.D.

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for a Master's Degree.

.....Dean of the Graduate School

(Professor Thavon Vajrabhaya, Ph.D.)

Thesis Committee

.....Chairman

(Associate Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.)

.....Thesis Advisor

(Assistant Professor Amorn Petsom, Ph.D.)

.....Member

(Associate Professor Sophon Roengsumran, Ph.D.)

.....Member

(Mr. Preecha Ngoviwatchai, Ph.D.)

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

พลกฤษณ์ แสงวณิช : การสังเคราะห์ 2-เฟนิล เอธานอล จากสไตรีน
(SYNTHESIS OF 2-PHENYL ETHANOL FROM STYRENE)
อาจารย์ที่ปรึกษา : ผศ.ดร.อมร เพชรสม, 65 หน้า. ISBN 974-584-362-8

ในงานวิจัยนี้สังเคราะห์ 2-เฟนิล เอธานอล (2-phenyl ethanol) จากสไตรีน โดยเกิดผ่านสไตรีนออกไซด์ ปฏิกิริยาขั้นแรก คือ ปฏิกิริยาอัลคาไลน์-คะตะลิสต์ อีพอกซิเดชัน ของสไตรีนโดยใช้สารผสมระหว่างอะซิโตไนตริลและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในการสังเคราะห์สไตรีนออกไซด์ คือ สไตรีน 0.473 โมล, เมทานอล 4.597 โมล อะซิโตไนตริล 1.219 โมล ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น 50 % 1.246 โมล ที่ค่าความเป็นกรดด่าง 7.5 ได้ผลิตภัณฑ์ 66.07 % ปฏิกิริยาขั้นที่ 2 คือ ปฏิกิริยาไฮโดรจีโนไลซิสของสไตรีนออกไซด์กับแกสไฮโดรเจน สภาวะที่เหมาะสม คือ ความดันของหม้อทำปฏิกิริยา 400 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว สไตรีนออกไซด์ 0.0754 โมล เอธานอล 1.279 โมล โดยใช้ เรนี นิกเกิลเป็น คะตะลิสต์ (11%W/V) เกิดผลิตภัณฑ์ 57.39% โดยมีเอธิลเบนซินเป็นผลิตภัณฑ์ข้างเคียงซึ่งสามารถแยกสารทั้ง 2 ชนิดออกจากกันโดยการกลั่น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา สหสาขาปิโตรเคมี-โพลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต .....
สาขาวิชา ปิโตรเคมี ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....
ปีการศึกษา 2536 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

C585099 : MAJOR PETROCHEMICAL
KEY WORD: STYRENE / STYRENE OXIDE / 2-PHYNYL ETHANOL / EPOXIDATION / HYDROGENATION
POLKIT SANGVANICH : SYNTHESIS OF 2-PHENYL ETHANOL FROM STYRENE. THESIS ADVISOR : ASST. PROF. AMORN PETSOM, Ph.D. 65 pp. ISBN 974-584-362-8

In this research work, 2-phenyl ethanol was synthesized from styrene *via* styrene oxide. The first reaction was alkali-catalyzed epoxidation of styrene by using a mixture between acetonitrile and hydrogen peroxide. The best condition was 0.437 mole of styrene, 4.597 mole of methanol, 1.219 mole of acetonitrile and 1.246 mole of 50% hydrogen peroxide at pH 7.5. The yield in this step was 66.07 %. The second reaction was hydrogenolysis of styrene oxide, in which the best condition was pressure 400 psi, 0.0754 mole of styrene oxide, 1.279 mole of ethanol using 0.1 g (11% W/V) Raney Nickle as catalyst. The yield was 57.39 % and by-product was ethylbenzene which could be isolated from the product by distillation.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา สหสาขาปิโตรเคมี-โพลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต Polkit Sangvanich

สาขาวิชา ปิโตรเคมี ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

ปีการศึกษา 2536 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to express my sincere gratitude to Assistant Professor Dr.Amorn Petsom, my advisor, and to my thesis committee : Associate Professor Dr. Pattarapan Prasassarakich, Associate Professor Dr.Sophon Roengsumran, Dr. Preecha Ngoviwatchai, and also Dr. Supason Pattanaargson for kindly helping, guiding and encouraging me throughout the course of this research

I would like to thank the Department of Chemistry for allowing me to use the facilities and thank the Program of Petrochemistry and polymer, Graduate School for partial financial support.

The gratitude is extended to all of my friends for their assistance and to everyone who has contributed some suggestions and supports for this research work.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENTS

Pages

ABSTRACT IN THAI..... I

ABSTRACT IN ENGLISH..... II

ACKNOWLEDGEMENTS..... III

CONTENTS..... IV

LIST OF FIGURES..... VI

LIST OF SCHEMES..... VII

LIST OF TABLES..... VIII

ABBREVIATIONS..... IX

CHAPTER

I Introduction..... 1

Objective..... 2

Scope..... 2

Background..... 2

II Experimental..... 14

2.1 Chemicals and Instruments..... 14

2.2 Experimental procedures and Instrumental analyses..... 16

III Result and Discussion..... 19

3.1 The preparation of styrene oxide from styrene..... 19

3.2 The preparation of 2-phenyl ethanol from styrene oxide..... 24

3.3 The preparation of 2-phenyl ethanol from styrene waste..... 27

IV Conclusion..... 29

CONTENTS (Continued)

Pages

REFERENCES..... 30

APPENDIX..... 32

VITA..... 54

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

List of Figures

Figure		Pages
3.1	The IR spectrum of styrene oxide	33
3.2	The PMR spectrum of styrene oxide	34
3.3	The CMR spectrum of styrene oxide	35
3.4	The Mass spectrum of styrene oxide	36
3.5	The GC/MS chromatogram of products from epoxidation reaction with various temperature	37
3.6	The GC/MS chromatogram of products from epoxidation reaction with various amount of styrene	38
3.7	The GC/MS chromatogram of product from of epoxidation reaction with various amount of Hydrogen peroxide	39
3.8	The Mass spectrum of benzaldehyde from GC/MS	40
3.9	The Mass spetrum of benzeneacetaldehyde from GC/MS	41
3.10	The graph between ratio of SO/SM and temperature	42
3.11	The graph between ratio of SO/SM and amount of styrene	43
3.12	The graph between ratio of SO/SM and amount of Hydrogen peroxide	44
3.13	The IR spectrum of 2-phenyl ethanol	45
3.14	The PMR spectrum of 2-phenyl ethanol	46
3.15	The CMR spectrum of 2-phenyl ethanol	47
3.16	The Mass spectrum of 2-phenyl ethanol from GC/MS	48
3.17	The GC/MS chromatogram of products from the hydrogenolysis reaction at various pressure of the reactor	49
3.18	The graph between ratio of P.A./E.B. and pressure of reactor	50
3.19	The GC/MS chromatogram of products from the hydrogenolysis reaction with various amount of styrene oxide	51
3.20	The graph between ratio of P.A./E.B. and amount of styrene oxide	52
3.21	The Mass spectrum of Ethylbenzene from GC/MS	53

List of Schemes

Schemes **Pages**

1.1 The mechanism of Deoxygenation reaction..... 9

1.2 The hydrogenolysis of styrene oxides..... 13

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

List of Tables

Table		Pages
1	The hydrogenolysis of styrene oxides over Raney Ni	11
2.1	Chemicals used in experiments	14
3.1	The composition of reaction products	21
3.2	The ratio between styrene oxide and styrene monomer obtained from the reaction at various temperature	21
3.3	The ratio between styrene oxide and styrene monomer obtained from the reaction with various amount of styrene	22
3.4	The ratio between styrene oxide and styrene monomer obtained from reaction with various amount of hydrogen peroxide	23
3.5	The ratio between ethylbenzene and 2-phenyl ethanol at various pressure of reactor	26
3.6	The ratio between ethylbenzene and 2-phenyl ethanol obtained from reaction with various amount of styrene oxide	26
3.7	The composition of styrene waste	27

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Abbreviations

b.p.	boiling point
^{o}C	degrees Celcius
E.B.	Ethylbenzene
Fig.	Figure
Hz	Hertz
ml	milliliter (s)
m.p.	melting point
M^{+}	molecular ion in mass spectrum
ppm	part per million
rel. int.	relative intensity
IR	Infrared Spectrum
P.A.	2-phenyl ethanol
PMR	Proton Nuclear Magnetic Resonance Spectrum
CMR	Carbon-13 Nuclear Magnetic Resonance Spectrum
MS	Mass Spectrum
s	singlet (NMR)
d	doublet (NMR)
t	triplet (NMR)
SM	Styrene Monomer
SO	Styrene Oxide

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย