



บทที่ 3

การทดลอง

3.1 เครื่องมือ

ผู้บทความต้นตำ : TOWNSON & MERCER LTD. CROYDON, ENGLAND
ปั๊มสุญญากาศ : EDWARDS HIGH VACUUM, CRAWLEY, ENGLAND
ปั๊มน้ำ : EYELA, TOKYO RIKAKIKAI Co, LTD., JAPAN
โปรตอนเอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรมิเตอร์ : VARIAN EM-360, 60 MHz (^1H NMR)
ไออาร์ สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ : JASCO, A 302, JAPAN
เครื่องให้ความร้อนพร้อมเครื่องกวน : MORLAT, WEST GERMANY
เครื่องระเหยความดันต่ำ : BUCHI, SWITZERLAND
เครื่องกวนเชิงกล : GALLENKAMP, ENGLAND

3.2 สารเคมีและตัวทำละลาย

กรดอะซิติก	เมอร์ค
อะซิโตน	ดาวเคมีกัล
แอมโมเนียมเพอร์ริกซิลเฟต	เมอร์ค
แอมโมเนียมไทโอไซยาเนต	บีดีเอช
แบเรียมไฮดรอกไซด์	ฟลกา
เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์	บีดีเอช
เบนซิลคลอไรด์	ฟลกา

กรดบอริก	บีตีเอช
โบรโมฟินอลบลู	บีตีเอช
แคลเซียมคลอไรด์ชนิดปราศจากน้ำ	ฟลูคา
แคลเซียมไฮไดรด์	ฟลูคา
คาร์บอนเตตระคลอไรด์	ดาวเคมีกัล
คลอโรฟอร์ม	ดาวเคมีกัล
คิวทีโรคลอโรฟอร์ม	ฟลูคา
ไดเมทิลซัลเฟต	ฟลูคา
ไดฟีนิลคาร์บาไซน	ฟลูคา
2,6-ได-เทอร์ต-บิวทิล-นารา-คลีซอล	ฟลูคา
โมโนเมอร์ไดไวนิลเบนซีน	ฟลูคา
ไดออกเซน	บีตีเอช
เอทานอล	องค์การสุรา
ฟอร์มาลดีไฮด์ไดเมทิลอะซีทัล	ฟลูคา
เจลาติน	ฟลูคา
เฮกเซน	ดาวเคมีกัล
กรดไฮโดรคลอริก	เมอร์ค
ไอโอดีน	ฟลูคา
4,4-ไอโซโพรพิลลิทินไดนิล	ฟลูคา
แมกนีเซียมเทินนิง	ฟลูคา
เมอร์คิวริกไนเตรต	บีตีเอช
เมทานอล	ดาวเคมีกัล
เมทิลออร์เรนจ์	บีตีเอช
4-เมทิล-2-เพนทานอล	ฟลูคา
โมเลคิวลาร์ซีฟ ขนาด 4เอ	ฟลูคา

กรตไนทริก	เมอร์ค
พีนอลทาลีน	บีดีเอช
พินโทอะซีน	ฟลุกา
ฟอสฟอรัสออกซิคลอไรด์	ฟลุกา
ฟอสฟอรัสเพนทอกไซด์	เมอร์ค
โพลีไวนิลไพโรลิโดน	ฟลุกา
โพแทสเซียมอะซีเตต	ฟลุกา
โพแทสเซียมโบรไมด์	บีดีเอช
โพแทสเซียมโครเมต	ฟลุกา
โพแทสเซียมไอโอไดด์	ฟลุกา
โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต	ฟลุกา
ไพริดีน	ฟลุกา
ซิลเวอร์ไนเตรต	ฟลุกา
โลหะโซเดียม	ฟลุกา
โซเดียมอะซีเตตชนิดปราศจากน้ำ	ฟลุกา
โซเดียมไบคาร์บอเนต	ฟลุกา
โซเดียมคลอไรด์	ฟลุกา
โซเดียมไซยาไนด์	ฟลุกา
โซเดียมไฮดรอกไซด์	ฟลุกา
โซเดียมไนเตรต	ฟลุกา
โซเดียมซัลเฟตชนิดปราศจากน้ำ	ฟลุกา
โซเดียมไทโอไซยาเนต	ฟลุกา
สแตนนิกเตตราคลอไรด์	ฟลุกา
โมโนเมอร์สไตรีน	ฟลุกา
กรดซัลฟูริก	บีดีเอช

1,1,2,2-เตตราคลอโรอีเทน	ฟลูกา
โทลูอิน	ดาวเคมีกัล
ไตร-เอีน-บิวทิลอะมีน	ฟลูกา
โมโนเมอร์ไวนิลเบนซิลคลอไรด์	ฟลูกา

3.3 การทำสารเคมีให้บริสุทธิ์และแห้ง

3.3.1. โทลูอิน

เขย่าโทลูอินด้วยกรดซัลฟูริกเย็น (2x100 มล. ต่อโทลูอิน 1 ลิตร) ล้างด้วยน้ำ (2x100 มล.) สารละลายโซเดียมคาร์บอเนตชั้นร้อยละ 5 (2x100 มล.) ล้างด้วยน้ำอีก 2 ครั้ง ทำให้แห้งด้วยโซเดียมซัลเฟตชนิดปราศจากน้ำ ตั้งทิ้งไว้ค้างคืน กรอง นำมากลั่น โดยเก็บส่วนที่กลั่นออกมาที่อุณหภูมิ 110°ซ.

3.3.2. น้ำสำหรับใช้ในปฏิกิริยาการแทนที่

เติมโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตและแบเรียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณเล็กน้อย ลงในน้ำแล้วนำมากลั่น

3.3.3. โมโนเมอร์สไตรีนและโมโนเมอร์ไดไวนิลเบนซีน(ดีวีบี)

ล้างโมโนเมอร์สไตรีนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ชั้นร้อยละ 5 (2x100 มล.) เพื่อกำจัดสารยับยั้ง ตามด้วยน้ำ (2 x 100 มล.) ทำให้แห้งด้วยโซเดียมซัลเฟตชนิดปราศจากน้ำ เติม 2,6-ได-เทอร์ต-บิวทิล-พารา-คลิซอลเล็กน้อย ตั้งทิ้งไว้ค้างคืน กรอง นำมากลั่นภายใต้ความดันต่ำ เก็บส่วนที่กลั่นออกมาที่อุณหภูมิ 30°ซ. (สำหรับการทำให้โมโนเมอร์ดีวีบีให้บริสุทธิ์ จะทำเหมือนกับกรณีของโมโนเมอร์สไตรีน แต่จะเก็บส่วนที่กลั่นออกมาที่อุณหภูมิ 65°ซ. ซึ่งโมโนเมอร์ดีวีบีจะผสมอยู่กับเอทิลเบนซีนร้อยละ 29) เก็บโมโนเมอร์ทั้งสองในตัวเย็น

3.3.4. โมโนเมอร์ไวนิลเบนซิลคลอไรด์ (วีบีซี)

ล้างโมโนเมอร์วีบีซีด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 0.5 จน
ชั้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ไม่มีสี ล้างด้วยน้ำ (2x100 มล.) ทำให้แห้งด้วย
โซเดียมซัลเฟตชนิดปราศจากน้ำ ตั้งทิ้งไว้ 1 คืนโดยเติมตัวยับยั้งฟีโนโทอะซินลงไปร้อยละ 1
กรอง กลั่นภายใต้ความดันต่ำ เก็บส่วนที่กลั่นออกมาที่อุณหภูมิ 90°C. เก็บโมโนเมอร์ในตู้เย็น

3.3.5. พอร์มาลดีไฮด์ไดเมทิลอะซีทัล (ไดมิทอกซีมีเทน)

ทำให้แห้งด้วยชั้นโลหะโซเดียม (กำจัดเมทานอล) ตั้งทิ้งไว้จนไม่มีฟองก๊าซ
ไฮโดรเจนปะดออกมา นำมากลั่นลำดับส่วน โดยเก็บส่วนที่กลั่นออกมาที่อุณหภูมิ 42-43°C. เก็บใน
โมเลคิวลาร์ซีฟขนาด 4เอ

3.3.6. เมทานอลชนิดปราศจากน้ำ

ล้างแมกนีเซียมเทินนิง 5 กรัมด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 5
จนแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ที่เกาะอยู่หลุดหมด ล้างด้วยน้ำ ทำให้แห้งด้วยอะซีโตน ซับให้แห้งแล้ว
ใส่ลงในเมทานอล 200 มล. ซึ่งมีเกล็ดไอโอดีน 0.5 กรัม อุ่นจนสีไอโอดีนหมด แล้วเติม
เมทานอลลงไป 1 ลิตร ต้ม 2 ชั่วโมงแล้วจึงกลั่นโดยเก็บส่วนที่กลั่นออกมาที่อุณหภูมิ 64.5°C.
เก็บในโมเลคิวลาร์ซีฟขนาด 4เอ

3.3.7. คลอโรฟอร์ม

ล้างคลอโรฟอร์มด้วยน้ำกลั่น (เพื่อกำจัดเอทานอล) ทำให้แห้งด้วย
โพแทสเซียมคาร์บอเนต นำมาต้มกับฟอสฟอรัสเพนทอกไซด์ แล้วนำมากลั่นโดยเก็บส่วนที่กลั่น
ออกมาที่อุณหภูมิ 61°C.

3.4. การทดลอง

3.4.1. การเตรียมคลอโรเมทิลโพลิสไตรีนขนาด 80-100 เมลซ์

กวนของผลระหว่างโพลีไวนิลไพโรลิโดน 0.11 กรัม

โซเดียมไฮดรอกไซด์ชั้นร้อยละ 50 จำนวน 0.80 กรัม กรดบอริก 0.66 กรัม และน้ำกลั่น 110 มล. ในขวดปฏิกิริยาชนิด 4 คอ ขนาด 500มล. เติมเจลาติน 0.25 กรัมซึ่งละลายในน้ำร้อน 4 มล. กวนภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน 0.5 ชั่วโมง เติมของผลระหว่างดีวีบี 3.25 มล. (0.010 โมล) วีบีซี 2.50 มล. (0.018 โมล) สไตรีน 8.30 มล. (0.072 โมล) และ 4-เมทิล-2-เพนทานอล 7.70 มล. ตามด้วยเบนโซิลเปอร์ออกไซด์ 0.20 กรัม ต้มในอ่างน้ำมันที่อุณหภูมิ 80°C. โดยกวนด้วยอัตราประมาณ 1,200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 ชั่วโมง กรองของแข็งด้วยกรวยกรอง แล้วสกัดร้อนด้วยโทลูอีนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำให้แห้งโดยอบในตู้ความดันต่ำที่อุณหภูมิ 80°C. เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้เม็ดคลอโรเมทิลโพลิสไตรีนสีขาว มีร่างหรือร้อยละ 10.43 และหมักคลอโรเมทิลชนิดแทนที่ได้ร้อยละ 18 จำนวน 10.63 กรัม นำมาบดด้วยโกร่งแล้วผ่านตะแกรงขนาด 80 และ 100 เมลซ์ เก็บผลิตภัณฑ์ที่อยู่ระหว่าง 80-100 เมลซ์ ได้คลอโรเมทิลโพลิสไตรีนขนาดที่ต้องการหนัก 4.77 กรัม

3.4.2. การหาปริมาณคลอไรด์บนคลอโรเมทิลโพลิสไตรีนโดยวิธีการตัดแปรรองของโวลาร์ด์

ย่อยคลอโรเมทิลโพลิสไตรีน 0.2000 กรัมในไพริดีน 5 มล. ในขวดรูปชมพู่ ขนาด 100 มล. ที่อุณหภูมิ 80°C. เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ตั้งทิ้งให้เย็น เติมสารละลายกรดอะซิติกชั้นร้อยละ 50 จำนวน 25 มล. และกรดไนตริกเข้มข้น 5 มล. กวน 30 นาที บีบอัดสารละลายซิลเวอร์ไนเตรดชั้น 0.0537 นอร์มัล จำนวน 10 มล. ตามด้วยอินดิเคเตอร์เฟอร์ริกอลัม (แอมโมเนียมเฟอร์ริกซัลเฟต 10 กรัมในสารละลายกรดไนตริกชั้น 6 ฟอรัมัล 100 มล.) 5 หยด นำไปไตเตรตกับสารละลายมาตรฐานแอมโมเนียมไทโอไซยาเนตชั้น 0.0536 นอร์มัล จนได้สีน้ำตาลแดงอย่างถาวร คำนวณปริมาณคลอไรด์ในคลอโรเมทิลโพลิสไตรีนได้ 1.39 มิลลิ-อิกวิเวเลนตต่อกรัม

3.4.3. การเตรียมตัวเร่ง 9a โดยปฏิกิริยาควอเทอโนเซชัน

ซึ่งคลอโรเมทิลโพลิสไตรีน (1.39 มิลลิควิวาเลนซ์ต่อกรัม) จำนวน 20 กรัม ลงในขวดก้นกลมขนาด 500 มล. เติมโทลูอีน 200 มล. กวนภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนเป็นเวลา 5 นาที เติมไตร-เอีน-บิวทิลอะมีน 66 มล. (0.28 โมล) ต้มในอ่างน้ำมันที่อุณหภูมิ 70°ซ. ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนเป็นเวลา 5 วัน กรองและล้างตัวเร่ง 9a ด้วยโทลูอีน เมทานอล และน้ำ ตามลำดับ นำไปอบภายใต้ความดันต่ำที่อุณหภูมิ 70°ซ. เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้ตัวเร่ง 9a สีเหลืองอ่อนหนัก 22 กรัม

3.4.4. การหาปริมาณแอนไอออนคลอไรด์ในตัวเร่ง 9a โดยวิธี ASTM D2187

3.4.4.1. ความเข้มข้นของสารเคมีที่ใช้

3.4.4.1.1 กรดไฮโดรคลอริกชั้นร้อยละ 10

3.4.4.1.2 สารละลายเมอร์คิวริกไนเตรตชั้น 0.0257

นอร์มัล

ละลายเมอร์คิวริกไนเตรต 2.14 กรัมในน้ำ 50 มล. ทำให้เป็นกรดด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 0.25 มล. ทำให้เจือจางด้วยน้ำจนมีปริมาตร 500 มล. นำไปเทียบมาตรฐานกับสารละลายโซเดียมคลอไรด์โดยใช้สารละลายอินดิเคเตอร์ผสมเป็นอินดิเคเตอร์

3.4.4.1.3 สารละลายเมทิลออเรนจ์ชั้น 0.5 กรัมต่อลิตร

3.4.4.1.4 สารละลายอินดิเคเตอร์ผสม

ละลายไดเฟนิลคาร์บาโซน 0.25 กรัมและโบรโมฟีนอลบลู 0.02 กรัมในเอทานอล 50 มล. (เก็บในขวดสีชาได้นาน 6 เดือน)

3.4.4.1.5 กรดไนตริกชั้นร้อยละ 10

3.4.4.1.6 สารละลายอินดิเคเตอร์ฟีนอลพทาลินชั้น 5 กรัม

ต่อลิตร

3.4.4.1.7 สารละลายโพแทสเซียมโครเมตชั้น 50 กรัมต่อ

ลิตร

3.4.4.1.8 สารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ไนเตรดชั้น 0.0946

นอร์มัล

3.4.4.1.9 สารละลายโซเดียมไนเตรดชั้น 20 กรัมต่อลิตร

3.4.4.2. วิธีทดลอง

ผ่านสารละลายโซเดียมไนเตรด 1 ลิตร ลงในคอลัมน์ซึ่งบรรจุตัวเร่ง 9a 20 กรัมด้วยอัตรา 20 มล. ต่อ นาที บีบเปิดสารละลายที่ผ่านออกมา 100 มล. ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มล. ทดสอบความเป็นกรดด้วยฟีนอล์ฟทาลีน แล้วจึงหยดสารละลายอินดิเคเตอร์ผสม 10 หยด ค่อย ๆ หยดสารละลายกรดไนตริกจนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีเหลือง หยดสารละลายกรดไนตริกเกินอีก 2 หยด นำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานเมอร์คิวริกไนเตรดจนได้สีม่วงน้ำเงิน (ปฏิบัติเช่นเดียวกันแต่ใช้สารละลายโซเดียมไนเตรด 100 มล. เป็นสารละลายแบลงค์)

ผ่านสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1 ลิตร ลงในคอลัมน์เดิมด้วยอัตราเท่าเดิม เพื่อให้ไอออนคลอไรด์แลกเปลี่ยนกับไอออนไนเตรดบนตัวเร่ง 9a อีกครั้งล้างคอลัมน์ด้วยน้ำกลั่น จนน้ำที่ผ่านออกมาให้สีเหลืองกับสารละลายเมทิลออเรนจ์ ผ่านคอลัมน์ด้วยสารละลายโซเดียมไนเตรดปริมาณ 1 ลิตร อีกครั้งหนึ่ง บีบเปิดสารละลายที่ได้ 100 มล. เติมสารละลายโพแทสเซียมโครเมต 10 มล. นำไปไทเทรตกับสารละลายมาตรฐานซิลเวอร์ไนเตรด และปฏิบัติเช่นเดียวกับสารละลายแบลงค์ (โซเดียมไนเตรด) คำนวหาปริมาณคลอไรด์บนตัวเร่ง 9a ได้ร้อยละ 58

3.4.5. การเตรียม 2,2-บิส(4-มีทอกซีฟีนิล)โพรเพน

ละลาย 4,4-ไอโซโพรพิลลิทินไดฟีนอล 57 กรัม (0.5 โมล) ในเมทานอล 150 มล. เติมโตเมทิลซัลเฟต 51 มล. (1.1 โมล) กวนในอ่างน้ำเย็น ค่อย ๆ หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 22 กรัม (1.1 โมล) ในน้ำ 100 มล. โดยควบคุมอุณหภูมิ

ให้ต่ำกว่า 15°C . กวนที่อุณหภูมิห้องอีก 3 ชั่วโมง ระเหยเมทานอลออกด้วยเครื่องระเหยแยกชั้นของสารอินทรีย์ (ชั้นบน) ออกด้วยกรวยแยก เติมน้ำลงในชั้นน้ำอีก 100 มล. สกัดชั้นน้ำด้วยคลอโรฟอร์ม (2 x 50 มล.) นำชั้นคลอโรฟอร์มไปรวมกับสารอินทรีย์ที่เก็บไว้ ล้างด้วยน้ำ (2x100 มล.) สารละลายไซโตเซียมไฮดรอกไซด์ชั้นร้อยละ 5 จำนวน 100 มล. น้ำและน้ำเกลือเข้มข้น ตามลำดับ ทำให้แห้งด้วยไซโตเซียมซัลเฟตชนิดปราศจากน้ำ กรอง ระเหยคลอโรฟอร์มออกด้วยเครื่องระเหย ได้ของเหลวใสหนัก 61.23 กรัม (ร้อยละ 98.25) $^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้มีดังนี้ δ (พีพีเอ็ม) 1.63 (s, 6H, $(\text{CH}_3)_2\text{C}$), 3.73 (s, 6H, $2 \times \text{CH}_2\text{O}$) 6.60 (d, J= 9 Hz, 2H, Ar-H), 7.06 (d, J=9 Hz, 2H, Ar-H)

3.4.6. การเตรียมอะซีทิลคลอไรด์

ซึ่งไซโตเซียมอะซีเตตชนิดปราศจากน้ำ 260 กรัม (3.17 โมล) ลงในขวดก้นกลมขนาด 500 มล. ท่อด้วยคอนเดนเซอร์ โดยปลายอีกด้านหนึ่งของคอนเดนเซอร์ต่อกับกรวยหยดซึ่งมีแขนสำหรับเป็นทางผ่านของก๊าซ ที่ปากของกรวยหยดต่อกับหลอดทรายอิงซึ่งบรรจุผงแคลเซียมคลอไรด์ชนิดปราศจากน้ำ ค่อย ๆ หยดฟอสฟอรัสออกซีคลอไรด์ทางกรวยหยด 156 มล. (1.70 โมล) เป็นเวลา 30 นาที ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 12 ชั่วโมง นำมาลั่นจนไม่มีของเหลวออกมา ($40-100^{\circ}\text{C}$.) นำของเหลวที่ได้มากลั่นอีกครั้งหนึ่งโดยเก็บส่วนที่กลั่นออกมาในช่วง $52-55^{\circ}\text{C}$. ได้ของเหลวใสหนัก 130.55 กรัม คิดเป็นร้อยละ 52.46

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้มีดังนี้ δ (พีพีเอ็ม) 2.65 (s, 3H, CH_3COCl)

3.4.7. การเตรียมของผสมของคลอโรเมทิลเมทิลอีเทอร์ในเมทิลอะซีเตต

เติมฟอร์มาลดีไฮด์โตเมทิลอะซีทิล 111 มล. (1.25 โมล) และเมทานอลชนิดปราศจากน้ำ 2.9 มล. ลงในขวดก้นกลมชนิด 2 คอ ขนาด 500 มล. ที่คอขวดต่อกับเทอร์โมมิเตอร์ อีกคอหนึ่งปิดด้วยจุกยาง กวนในอ่างน้ำเย็นที่อุณหภูมิ 0°C . ฉีดอะซีทิลคลอไรด์ 86 มล. (1.19 โมล) ผ่านทางจุกยาง โดยแบ่งการฉีดออกเป็น 3 ครั้ง กวนที่อุณหภูมิห้องอีก 36 ชั่วโมง ได้ของเหลวใสไม่มีสีปริมาณ 186 มล. ของคลอโรเมทิลเมทิลอีเทอร์ชั้น 6.4

โมลาร์ในสารละลายเมทิลอะซิเตต $^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) ของสารผลิตภัณฑ์ที่ได้มีดังนี้
 δ (พีพีเอ็ม) 3.45 (s, 3H, $\text{C1CH}_2\text{OCH}_3$), 5.35 (s, 2H, $\text{C1CH}_2\text{OCH}_3$)

3.4.8. การเตรียม 2,2-บิส(คลอโรเมทิล-4-มีทอกซีฟีนิล)โพรเพน (บีพีซี)

เติมสารละลายคลอโรเมทิลเมทิลอีเทอร์ (6.4 โมลาร์ในเมทิลอะซิเตต) 200 มล. (1.22 โมล) คลอโรฟอร์ม 100 มล. และสารละลายทินเตตราคลอไรด์ 0.90 มล. ลงในขวดรูปชมพู่ 2 คอ ขนาด 500 มล. ต่อด้วยคอนเดนเซอร์และเทอร์โมมิเตอร์ อุณหภูมิผสมจนถึงอุณหภูมิ 40°C . ค่อย ๆ เติมสารละลายของ 2,2-บิส(4-มีทอกซีฟีนิล)โพรเพน 35.8 กรัม (0.14 โมล) ในคลอโรฟอร์ม 100 มล. ทางปลายของคอนเดนเซอร์ ต้มที่อุณหภูมิ 50°C . เป็นเวลา 9 ชั่วโมง เติมเมทานอล 3 มล. เพื่อกำจัดทินเตตราคลอไรด์ ตั้งทิ้งให้เย็นล้างของผสมด้วยน้ำ (3x100 มล.) น้ำเกลือเข้มข้น (1x100 มล.) ทำให้แห้งด้วยโซเดียมซัลเฟตชนิดปราศจากน้ำ กรอง ระเหยคลอโรฟอร์มออกด้วยเครื่องระเหย จะได้ของเหลวชั้นสีเหลืองของบีพีซีผสมกับสารเริ่มต้น 42.22 กรัม คิดเป็นร้อยละ 85.53 $^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้มีดังนี้ δ (พีพีเอ็ม) 1.63 (s, 6H, $(\text{CH}_3)_2\text{C}$), 3.73 (s, 6H, $2 \times \text{CH}_3\text{O}$) 3.80 (s, 6H, $2 \times \text{CH}_3\text{O}$), 4.55 (s, 2H, CH_2Cl), 6.68 (d, $J=9\text{Hz}$, 2H, Ar-H) 7.09 (s, $J=9\text{Hz}$, 2H, Ar-H) คิดเป็นอัตราส่วนของสารเริ่มต้นกับผลิตภัณฑ์เท่ากับ 1:5 ทำให้บริสุทธิ์โดยใช้เทคนิคทางคอลัมน์โครมาโตกราฟีโดยชะล้างด้วยสารละลายเอกเซน/คลอโรฟอร์ม 60/40 ได้ผลิตภัณฑ์บีพีซี ซึ่งไม่ปรากฏนิกของเอ็นเอ็มอาร์ที่ δ 3.73 พีพีเอ็ม

3.4.9. ปฏิริยาการแทนที่ของโซเดียมไซยาไนด์บนเบนซิลคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 30°C .

3.4.9.1. ซิงเบนซิลคลอไรด์ 1.1 กรัม (0.009 โมล) ตัวเร่ง 9a 1.06 กรัม (0.017 โมลของแอนไอออนคลอไรด์) ลงในขวดฝาเกลียวขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2 นิ้ว (ปฏิริยาที่อุณหภูมิ 50° และ 70°C . ใช้ขวดกันกลมขนาด 50 มล.) เติมคลอโรฟอร์ม 5 มล. ตามด้วยสารละลายโซเดียมไซยาไนด์ 1.28 กรัม (0.026 โมล) ในน้ำ 2 มล. ปิดฝาและนำมาควนที่อุณหภูมิห้องด้วยอัตรา 600 รอบต่อนาที เมื่อถึงเวลาที่กำหนด (10, 20, 40, 60, 80,

หรือ 100 ชั่วโมง) กรองตัวเร่ง 9a ออกด้วยกรวยบุคเนอร์ ล้างตัวเร่ง 9a ด้วยคลอโรฟอร์ม (5 มล.) น้ำ (5 มล.) แยกชั้นคลอโรฟอร์มออกจากชั้นน้ำด้วยกรวยแยก และล้างด้วยน้ำจำนวน ทำให้แห้งด้วยโซเดียมซัลเฟตชนิดปราศจากน้ำ กรอง ระเหยคลอโรฟอร์มออกด้วยเครื่องระเหย จะได้เบนซิลไซยาไนด์ (ร้อยละการเปลี่ยน 92.6 ที่อุณหภูมิ 70°C. เวลา 40 ชั่วโมง)

$^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้มีดังนี้ δ (พีพีเอ็ม) 3.58 (s, 2H, CH_2CN)

7.20 (s, 5H, Ar-H) และ IR (ฟิล์ม) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้คือ ν 2,225 cm^{-1} (CN)

3.4.9.2. ในการเปลี่ยนแปลงรีเอเจนต์จากโซเดียมไซยาไนด์เป็นโพแทสเซียมอะซิเตตและโซเดียมไทโอไซยาเนต ได้ทดลองเช่นเดียวกันโดยใช้โพแทสเซียมอะซิเตต 2.56 กรัม (0.026 โมล) ได้เบนซิลอะซิเตต (ร้อยละการเปลี่ยน 92.05 ที่อุณหภูมิ 70°C. เวลา 80 ชั่วโมง) $^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้มีดังนี้ δ (พีพีเอ็ม) 2.00 (s, 3H, CH_3OCO) 5.00 (s, 2H, $\text{CH}_2\text{COOCH}_3$), 7.28 (s, 5H, Ar-H) และ IR (ฟิล์ม) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้มีดังนี้ ν 1,730 cm^{-1} (C=O), 1,230 cm^{-1} (C-O) หรือโซเดียมไทโอไซยาเนต 2.11 กรัม (0.026 โมล) ได้เบนซิลไทโอไซยาเนต (ร้อยละการเปลี่ยน 100 ที่อุณหภูมิ 70°C. เวลา 40 ชั่วโมง) $^1\text{H NMR}$ (CDCl_3) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้มีดังนี้ δ (พีพีเอ็ม) 4.05

(s, 2H, CH_2SCN), 7.28 (s, 5H, Ar-H) และ IR (ฟิล์ม) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้มีดังนี้ ν 2150 cm^{-1} (SCN)

3.4.9.3. การศึกษาอิทธิพลของการเปลี่ยนความเข้มข้นของรีเอเจนต์ หรือ การเปลี่ยนปริมาณของตัวเร่ง 9a จะใช้สภาวะที่อุณหภูมิ 30°C. เวลา 60 ชั่วโมง

3.4.9.4. การเปลี่ยนสารตั้งต้นจากสารแบบจำลอง เป็น วิบีซี จะทำตามข้อ 1 ถึง 3 โดยชั่งวิบีซี 1.32 กรัม (0.009 โมล) ผสมกับสารยับยั้ง 2,6-ได-เทอร์ต-บิวทิล-พารา-คลีซอล 0.02 กรัม ส่วนบิพีซีจะใช้ 1.53 กรัม (0.004 โมล) และทำตามขั้น 1 และ 2 เท่านั้น

3.4.9.5. การศึกษาอิทธิพลของการเปลี่ยนชนิดของตัวเร่ง กระทำที่อุณหภูมิ 70°C. โดยใช้ 9b ปริมาณ 1.2 กรัม (0.009 โมล) และ 9c ปริมาณ 0.95 กรัม (0.004 โมล) ซึ่งสารเริ่มต้นและปริมาณรีเอเจนต์ใช้สัดส่วนโมลเหมือนเดิม