



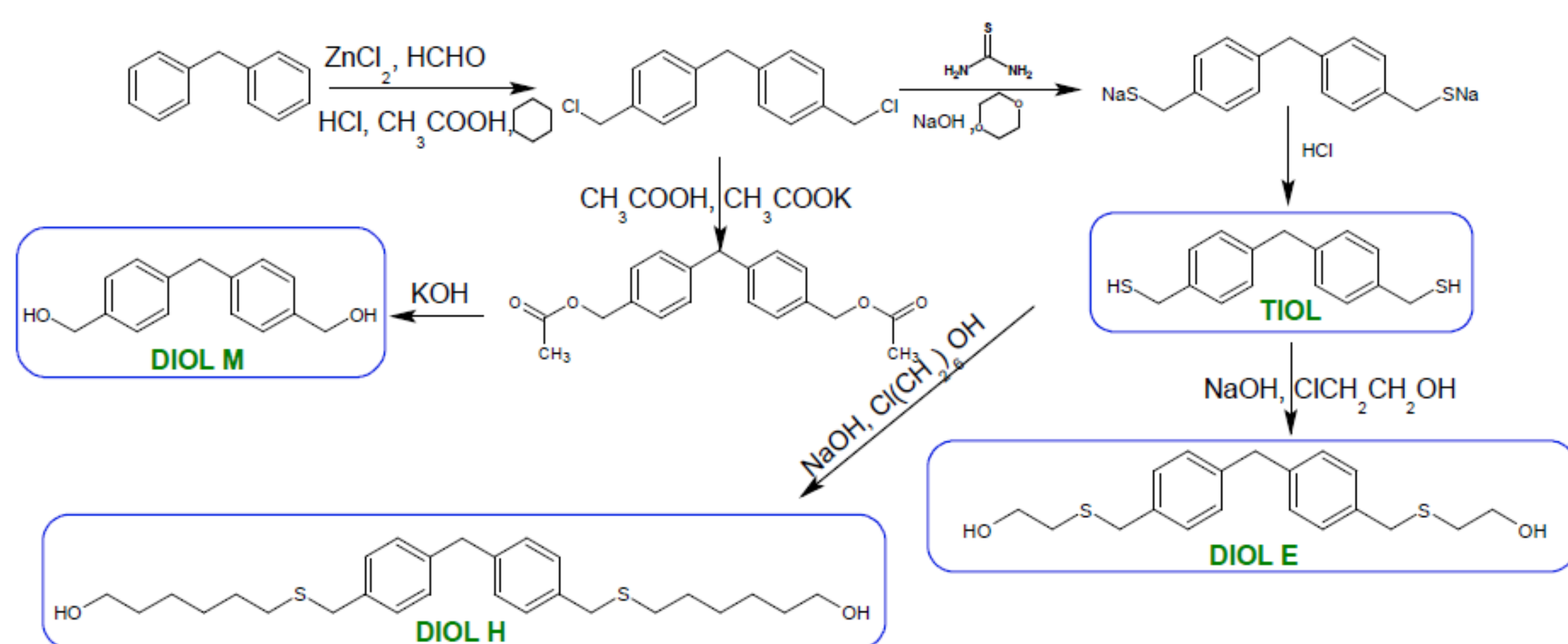
## Zastosowanie metod spektroskopowych do analizy budowy chemicznej alifatyczno-aromatycznych dioli

Krystyna WNUCZEK\*, Beata PODKOŚCIELNA\*, Andrzej PUSZKA\*

Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej, Instytut Nauk Chemicznych, Wydział Chemii, Katedra Chemii Polimerów, Ul. Gliniana 33, 20-614 Lublin

E-mail: krystyna.wnuczek@poczta.umcs.lublin.pl

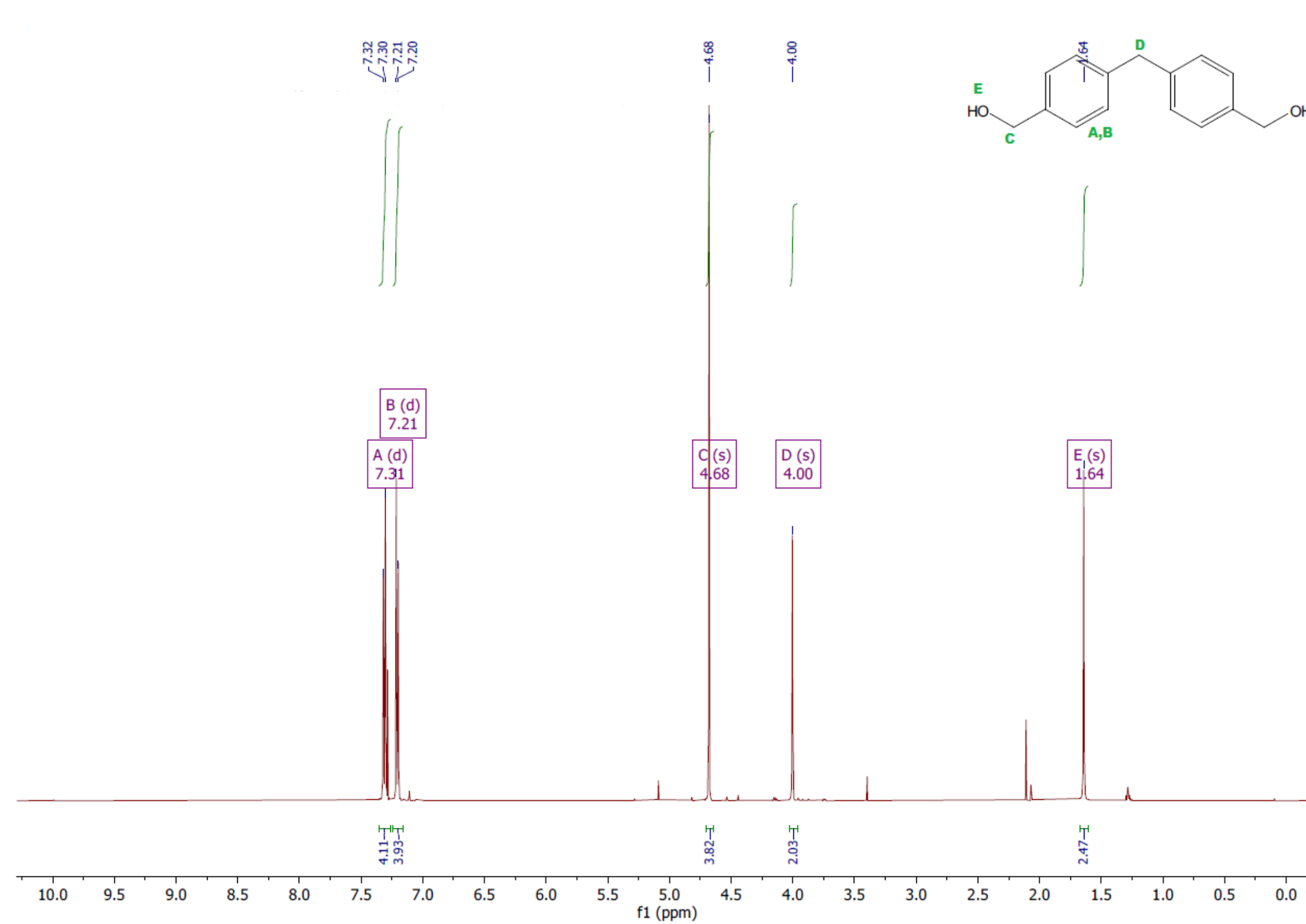
### Synteza dioli



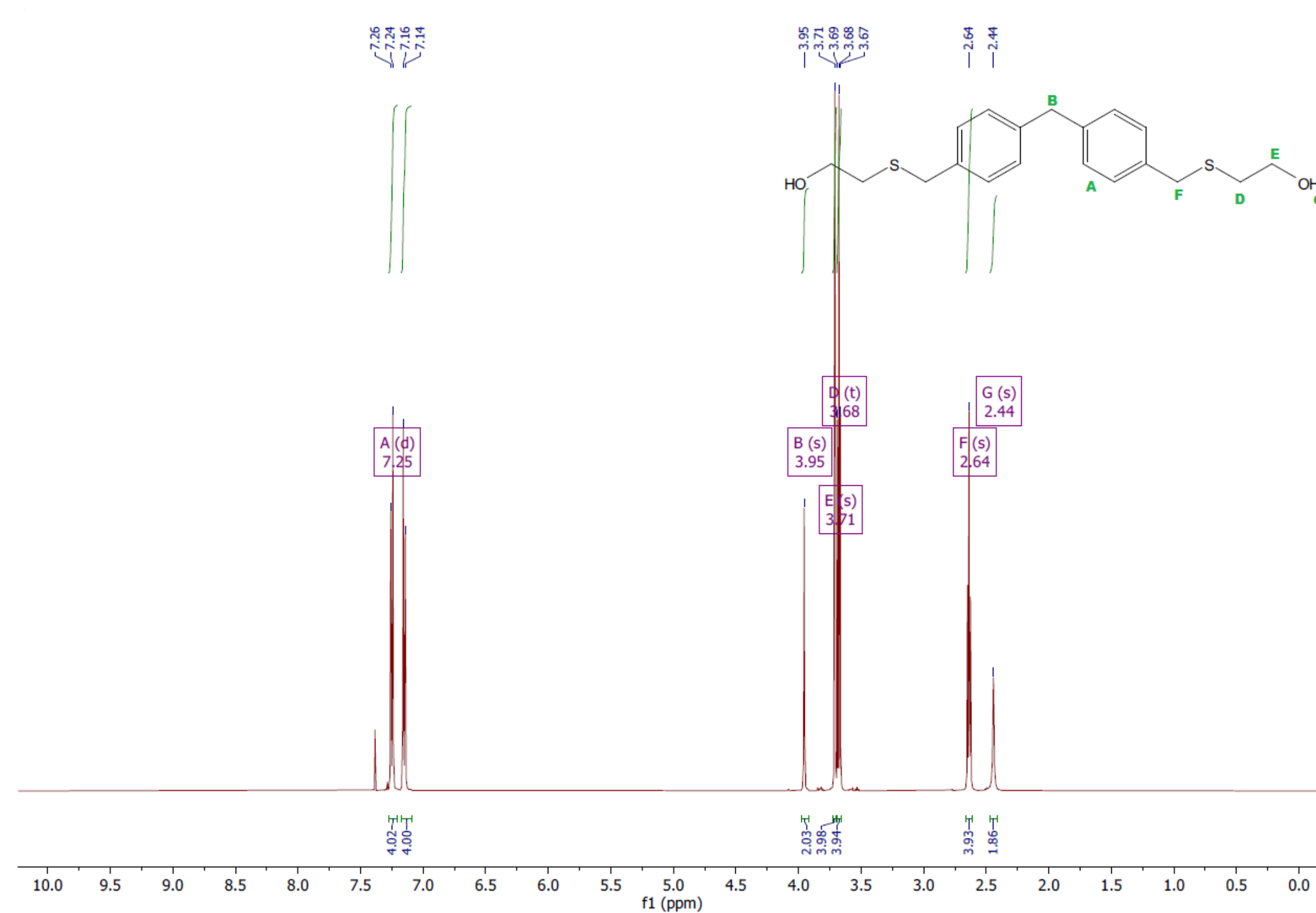
Rys.1. Schemat syntezy dioli.

Difenylometan poddano reakcji z paraformaldehydem i kwasem solnym w kwaśnym środowisku. Jako katalizatora użyto bezwodnego chlorku cynku. Pierwsza ścieżka syntezy oparta była o siarkowe pochodne difenylometanu. Otrzymaną chlorową pochodną difenylometanu poddano reakcji z tiomocznikiem i wodorotlenkiem sodu w dioksanie. Otrzymany kompleks zalano kwasem solnym. Wytrącono tiol. Następnie po przez przedłużanie łańcucha alifatycznego otrzymano diol E (po przez reakcję z chloroetanołem) oraz diol H (po przez reakcję z chlorohesanołem). Druga ścieżka syntezy polegała na syntezie estru z chlorowej pochodnej difenylometanu. Ester poddano reakcji hydrolizy zasadowej za pomocą wodorotlenku potasu. Otrzymano diol M. Wszystkie produktu zostały oczyszczone po przez procesy ekstrakcyjne.

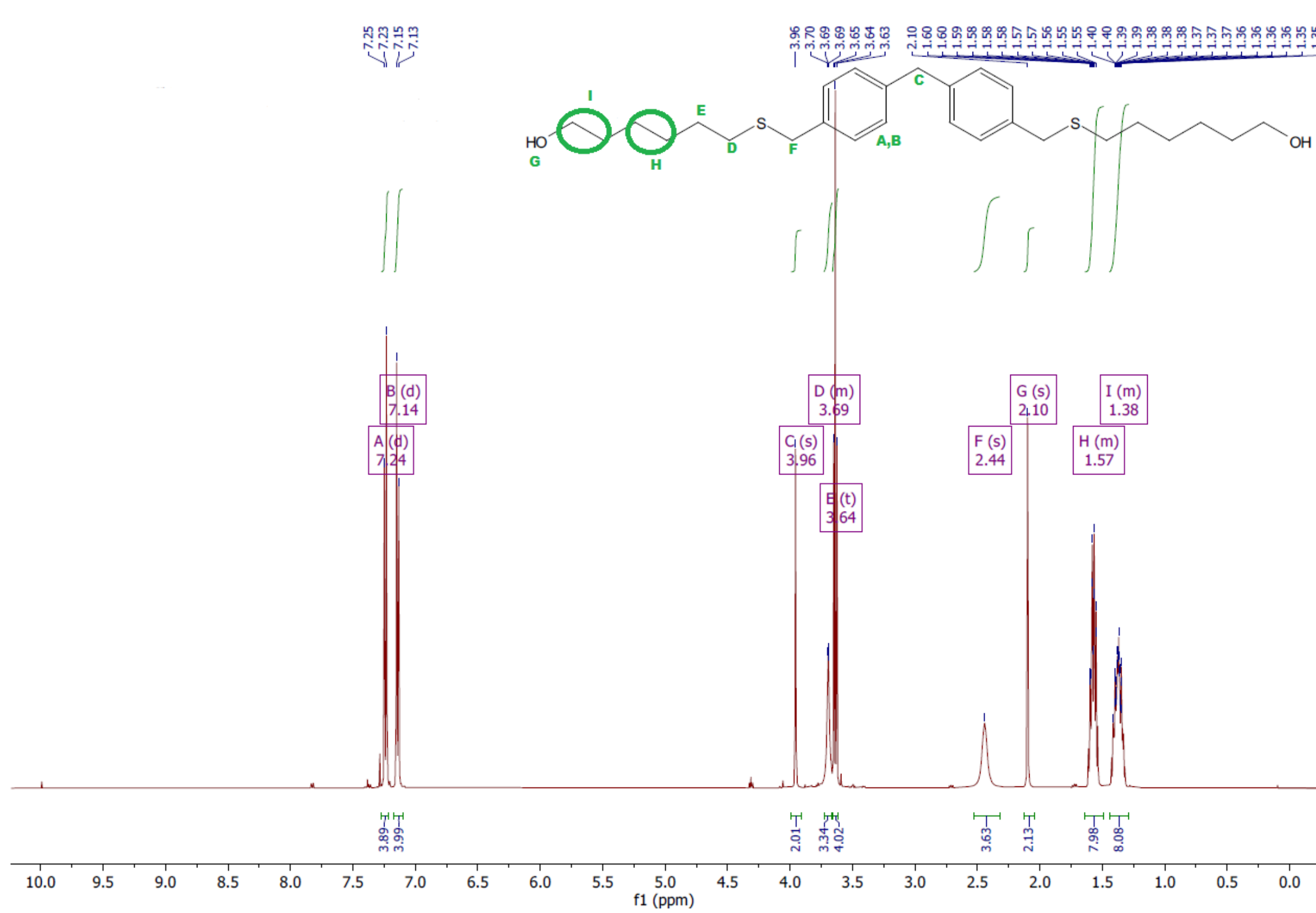
### Analiza NMR



Rys.3. Analiza <sup>1</sup>HNMR diolu M.



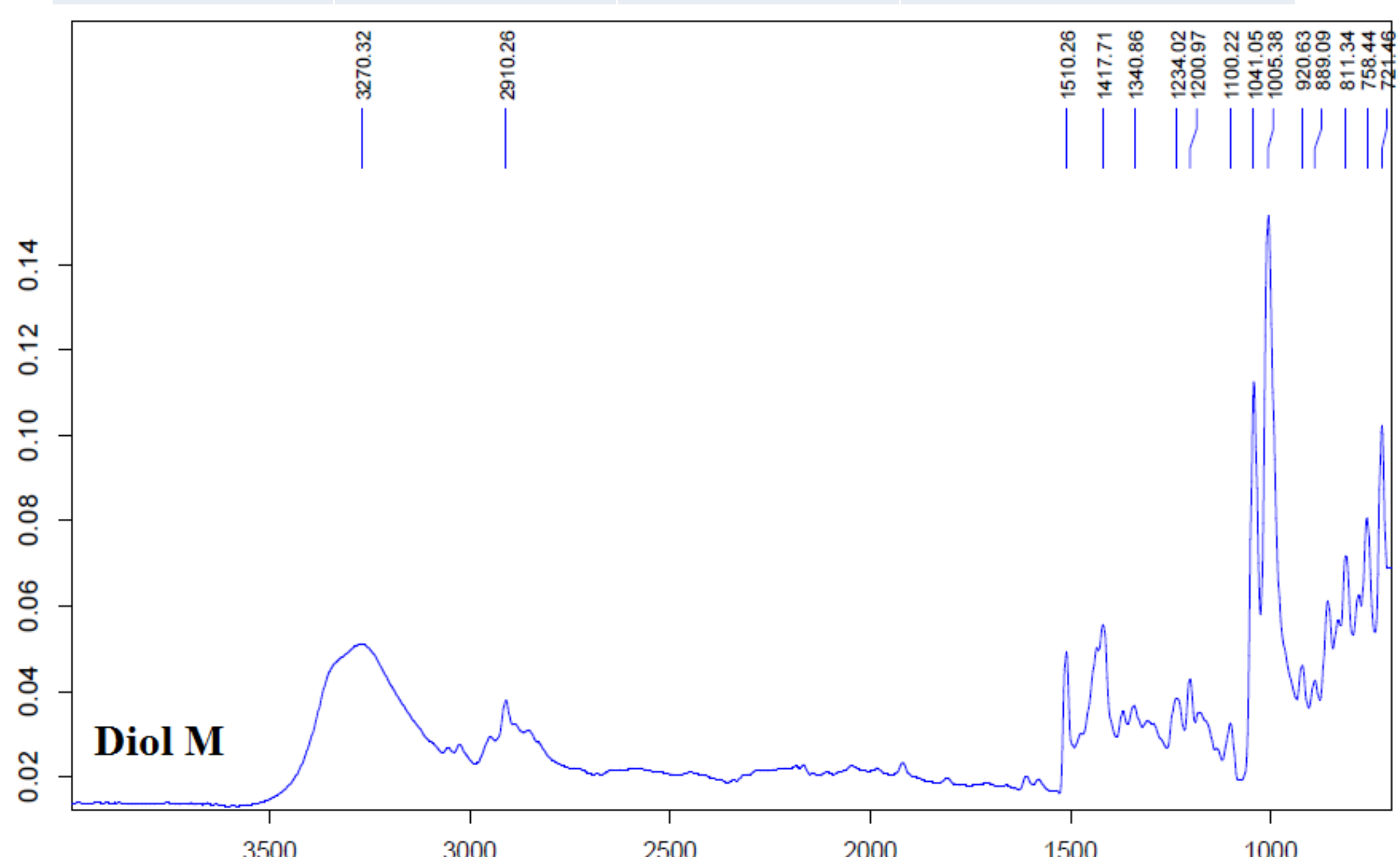
Rys.4. Analiza <sup>1</sup>HNMR diolu E.



Rys.5. Analiza <sup>1</sup>HNMR diolu H.

### Analiza ATR-FT(IR)

DIOL M	DIOL E	DIOL H	CHARAKTERYSTYCZNE DRGANIE DLA LICZBY FALOWEJ [cm <sup>-1</sup> ]
3270	3269	3274	-OH
2910	2931	3023	C-H alif.
1234	2853	2906	
	1326	2853	
	1300	1368	C-H arom.
920	858	860	
889	818	832	
811	780	795	
758	754	751	
721	721	725	
1041	1039	1043	C-C
1005			
1510	1510	1509	C=C
1417	1419	1417	
1201	1240	1203	C-O
1100	1200	1170	
	1100	1107	



Rys.2. Widmo ATR-FT(IR) dla diolu M.

### Wyniki przesunięć chemicznych z analiz NMR

Diol M <sup>1</sup>HNMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub> - d, δ ppm): 7.31 (d, J=8.1 Hz, 4H), 7.21 (d, H=8.21 Hz, 4H), 4.68 (s, 4H); 4.00 (s, 2H), 1.64 (s, 2H)

Diol M <sup>13</sup>CNMR (126 MHz, CDCl<sub>3</sub> - d, δ ppm): 140.59 (PhC), 138.71 (CPh), 129.11 (Ph), 127.32 (Ph), 65.20 (OH-CH<sub>2</sub>-Ph), 41.34 (Ph-CH<sub>2</sub>-Ph)

Diol E <sup>1</sup>HNMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub> - d, δ ppm): 7.25 (d, J=8.1 Hz, 4H), 3.95 (s, 2H), 3.71 (s, 3H), 3.68 (t, J=6.1 Hz, 4H), 2.64 (s, 6H), 2.44 (s, 2H)

Diol E <sup>13</sup>CNMR (126 MHz, CDCl<sub>3</sub> - d, δ ppm): 139.98 (PhC), 135.87 (CPh), 129.16 (Ph), 129.02 (Ph), 60.32 (-S-CH<sub>2</sub>-Ph), 41.21 (Ph-CH<sub>2</sub>-Ph), 35.47 (OH-CH<sub>2</sub>-), 34.33 (-CH<sub>2</sub>-S-)

Diol H <sup>1</sup>HNMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub> - d, δ ppm): 7.24 (d, J=8.1 Hz, 4H), 7.14 (d, J=8.1 Hz, 4H), 3.96 (s, 2H), 3.75-3.66 (m, 4H), 3.64 (t, J=6.6 Hz, 4H), 2.44 (s, 4H), 2.10 (s, 2H), 1.68-1.49 (m, 8H), 1.47-1.31 (m, 8H).

Diol H <sup>13</sup>CNMR (126 MHz, CDCl<sub>3</sub> - d, δ ppm): 139.73 (PhC), 136.37 (CPh), 129.02 (Ph), 62.86 (-S-CH<sub>2</sub>-Ph), 41.21 (Ph-CH<sub>2</sub>-Ph), 36.00 (OH-CH<sub>2</sub>-), 32.50 (-CH<sub>2</sub>(II)-), 31.33 (-CH<sub>2</sub>(III)-), 29.14 (-CH<sub>2</sub>(IV)-), 28.58(-CH<sub>2</sub>(V)-), 25.33 (-CH<sub>2</sub>-S-).