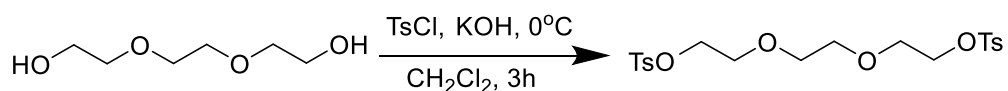


■ Ts(Occ)₃Ts 的合成



参考文献: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/jo00050a065> Keegstra JOC 1992

■ 反应物 MSDS

三甘醇 112-27-6	150.17 929A4D	mp-7 bp>127 d1.124 水 50g/L 吸湿 大鼠经口 15000, 毒性极低
对甲苯磺酰氯 98-59-9	190.65	mp65 bp>134 d1.006 水解 兔 4680 929A4-D, 931A4-D, 925E-X
二氯甲烷 75-09-2	84.93	mp-97 bp40 d1.325 水中 20g/L 中毒, 人经口 20-50mL 轻度中毒, 100mL 致死, 2.9g/m ³ 眩晕
KOH 1310-58-3	56.11	929C3 925C2 929
三甘醇二 Ts 19249-03-7	458.55 产物	mp80 bp>500 d1.3 乙醇可溶 未查到毒性 可能吸湿

■ 参考投料: 文献 1/4 等比缩小

物质	分子量	投料量	mmol	eq	注意事项
三甘醇	150.17	18.77 g 16.7 mL	125	1	液态, d=1.124
TsCl	190.65	48.615 g	255	2.04	可能吸湿
NaOH	40	40 g	1000	8	用前需要磨成粉
DCM	溶剂	125 mL	/	/	

■ 实际投料

物质	分子量	投料量	mmol	eq	参考
三甘醇	150.17				18.77 g 16.7 mL
TsCl	190.65				48.615 g
NaOH	40				40 g
DCM	溶剂				125 mL

■ 操作步骤

1. 500mL 三口瓶, 加上氮气保护和温度计。

加入 18.77 g 三甘醇, 48.615 g 对甲苯磺酰氯, 125mL 二氯甲烷。

搅拌溶解;

置于冰盐浴中冷却, 保持 0℃。(文献用的是干冰丙酮浴维持零度)

2. 分多次称取共 40 g NaOH 于小样品瓶，盖上盖子，慢慢加。
保持体系温度低于 5℃。

3. 在 0℃下反应 3h。

4. 反应结束后，加入 125 mL 二氯和 150mL 冰水。
收集包含产物的有机相；
水相用 2×40mL 二氯萃取出产品；
合并有机相，用 25mL 水洗涤一次。

5. 干燥旋蒸，产物通常足够纯净。