

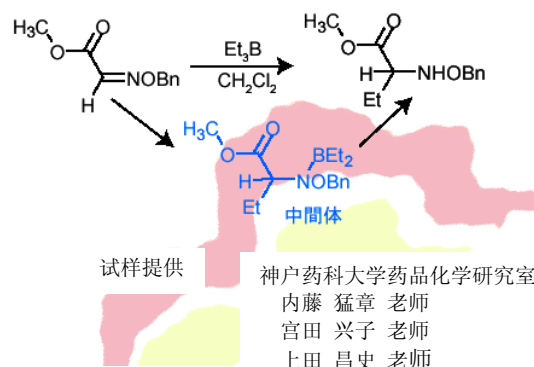
MICCS-NMR 应用实例 (2)

用于合成监测的微通道试样管-NMR (Micro Channeled Cell for Synthesis monitoring - NMR)

自由基加成反应 ~反应速度论~

反应

这是合成胺类化合物使用的 Et_3B (三乙基硼) 向肟醚转化的自由基加成反应。反应过程中显示有硼素络合物中间体存在的可能, 但在水分子的作用下, 会迅速地反应。



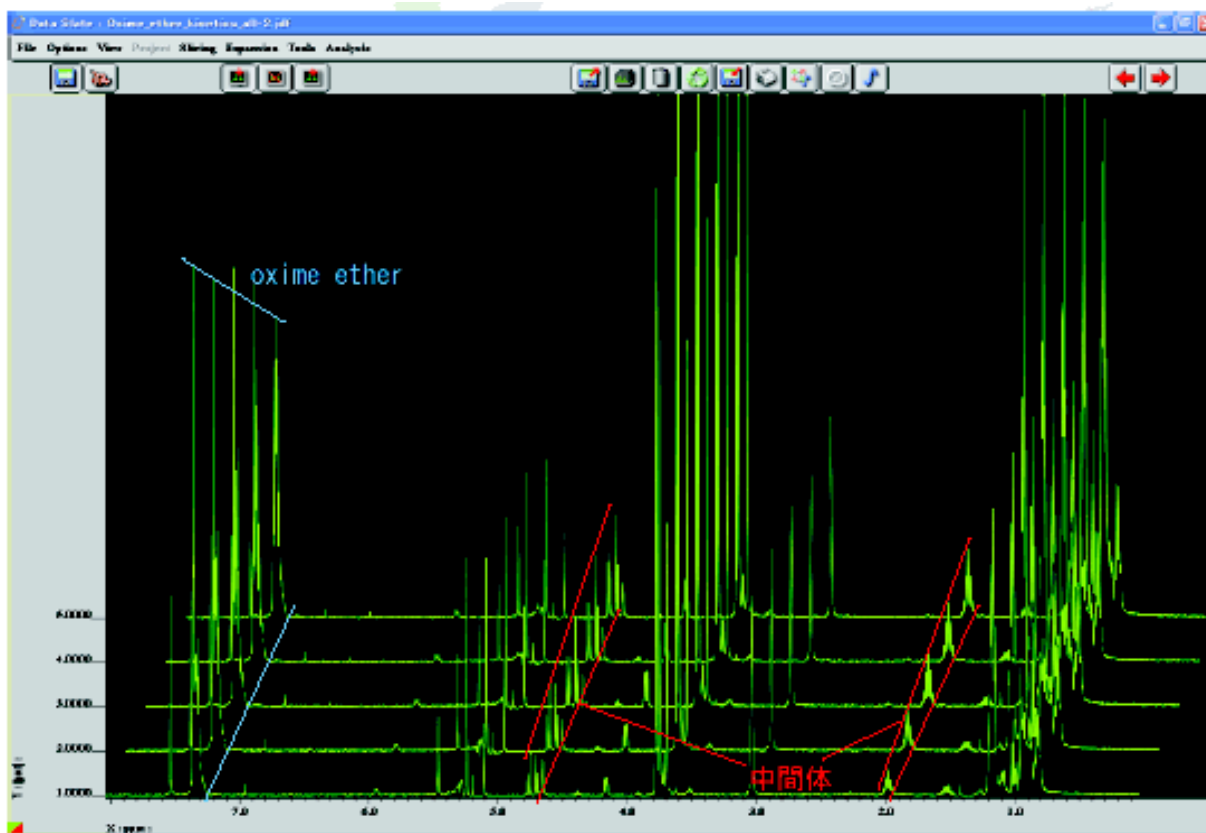
测试方法

在保持每种原料的流量比例不变的同时, 改变整个试样的流速。这样, 试样从 MICCS 的混合部位到达 NMR 检测部位所需的时间就会不同, 由此便可获得反应速度的相关信息。在下面的反应实例中, 肟醚与三乙基硼的流量始终保持在 1:1 的比例, 随着整个试样流速的降低, 会出现原料信号逐渐减少而中间体信号强度逐渐增大的结果。

* 均为 CH_2Cl_2 溶液的浓度

0.5M Oxime ether	0.5M Et_3B
20.0	20.0
10.0	10.0
5.0	5.0
2.0	2.0
1.0	1.0

单位 ($\mu\text{l}/\text{min}$)



JNM-ECA500

累计次数 (每个数据) 16 次

重复时间约 10 秒

* 已清除 CH_2Cl_2 的信号