

ендіруге арналған құрылғымен жабдықталған сыйымдылығы 100 мл болат автоклавта жүргізілді. Синтезделген қосылыстарды идентификациялауды балку температурасын анықтау құрылғысы Stuart SMP30 (Ұлы Британия), IR-Fourier – спектроскопия нәтижелері арқылы жүргіздік.

Этилкөмірқышқылының натрий тұзын синтездеу. Араластырғыш, кері тоңазытқыш пен газ енгізуге арналған түтікшемен жабдықталған үшмойынды дөңгелек түпті колбаға 200 мл. абс. этил спирті араластыра отырып аз-аздап 9,2 г натрий металын салдық. Натрийды толығымен салып біткеннен кейін алынған реакциялық қоспаны құрғақ көміртек диоксидімен 2 сағат ішінде барботирледік. Реакция аяқталған соң түзілген қатты өнімді (тұнба) бөліп алып, вакуум-пистолетте (~20 мм.сын.бағ.) 5 сағат бойы ~50°C температурада кептірдік. 34,4 г (85%) таза натрийэтилкарбонатын алдық. Натрий-этилкарбонаты – ақ түсті ұсақ кристалды зат, 400°C-қа дейін балқымай, ыдырайды.

Фенолды натрийэтилкарбонатпен асакритикалық көміртек диоксиді ортасында карбоксилдеу реакциясын жүргізу әдістемесі. Реакция автоклавтың ішіндегі 100 мл шыны реакторға этилкөмірқышқылының натрий тұзын, фенолды салады, содан кейін ауасыз инертті орта жасау үшін 2 рет көміртек диоксидімен үрлеп, белгілі қысымға жеткізіп, араластырғышты қосып, қыздырады. Төрт сағат ішінде қажетті дәрежеге дейін температураны көтереді. Қажетті максималды температура белгілі бір уақытта ұсталынады. Реакция жүргізіліп болған соң, араластырғыш пен қыздырғыш тоқтатылады. Бөлме температурасына дейін суытылады. Реакциялық қоспаны сумен өңдейді. Әрекеттеспеген фенолды бөліп алу үшін алынған сулы ерітіндіні диэтил эфирімен экстракциялайды. Су фазасын тұз қышқылымен қышқылдандырады (рН=1). Шөккен қатты өнімді Шотт сүзгісінде бөліп алып, 1 сағат вакуум-пистолетте ~50°C температурада вакуумде (~20-30 мм.сн.бғ.) кептіреді. Кепкен өнімнің массасын анықтап практикалық шығым есептелінеді; балку температурасы анықталады. Өнімді тазалайды (сумен қайта кристалдандыру) және қайта балку температурасын анықтайды; қажет болған жағдайда тазалауды қайталайды.

Фенолды натрийэтилкарбонатпен асакритикалық көміртек диоксиді ортасында карбоксилдеуге реакция параметрлерінің әсері. Автоклавтың ішіндегі 100 мл шыны реакторға 3,08 г (0,0275 моль) этил көмірқышқылының натрий тұзын, 7,75 г (0,0825 моль) фенолды автоклавқа салады, содан кейін ауасыз инертті орта жасау үшін 2 рет көміртек диоксидімен үрлеп, 73 атм қысымға жеткізіп, араластырғышты қосып, қыздырады. Реакция жағдайы: $T = 160^{\circ}\text{C}$, $P = 73$ атм, $\tau = 3$ сағат (2 сағат температураны көтеріп, 1 сағат ұстап тұрады). Процесс аяқталған соң түнге қалдырып кетеміз. Келесі күні реактордағы реакциялық қоспаны 25 мл дистелденген сумен өңдейді (толығымен еріп, мөлдір ерітінді пайда болу керек), содан кейін реакцияға түспей қалған фенолдан айырылу үшін ерітіндіні 5 мл-ден 3 рет диэтил эфирімен экстракциялайды, бұдан кейін концентрленген тұз қышқылымен рН~1 болғанша