

“Research article”

Synthesis of alkoxy Meta-Terphenyls using Aryl- Grignards

Mahin Ahmadian arog

Department of Chemistry, Male.C., Islamic Azad University, Malekan, Iran

*Corresponding author: Mahin.ahmadian@iau.ir

(Received: 17 May 2025, Accepted: 15 July 2025)

Abstract

Given the application of terphenyl derivatives (diphenylbenzenes) in the design of chemical sensors for detecting environmental pollutants, advanced adsorbents for removing organic compounds from water and soil, and even biodegradation processes, As well as their application in the synthesis of cyclophenes, star polymers, liquid crystals, plastics, insulating materials, as well as the production of drugs, dyes, pesticides, and fungicides, in this research work, suitable precursors for the synthesis of phenolic terphenyl derivatives have been synthesized. and these precursors were prepared in a simple, low-cost and high-yield method. By using the effect of a Grignard compound (the aromatic part has an alkoxy group) on 6,2-dichloriodobenzene in tetrahydrofuran solvent and then hydrolysis of the intermediate formed, the corresponding meta-terphenyl alkoxy, which is a suitable precursor for the above-mentioned cases, has been prepared. In this study, the methoxy group has been used as the alkoxy. In organic chemistry, the alkoxy group is used as a protecting group for some functional groups.

Conflict of interest: None declared.

Keywords: Aryl- Grignard, alkoxy Meta-Terphenyl, diphenyl benzene, tetrahydrofuran



دانشگاه آزاد اسلامی واحد اهر
فصلنامه‌ی کاربرد شیمی در محیط زیست

سال شانزدهم، شماره‌ی ۶۲
تابستان ۱۴۰۴، صفحات ۵۱-۳۹

"مقاله پژوهشی"

سنتز آلکوکسی متا - ترفنیل‌ها با استفاده از آریل گرینیاردها

مهین احمدیان آروق*

گروه شیمی، واحد ملکان، دانشگاه آزاد اسلامی، ملکان، ایران

* نویسنده مسئول مکاتبات: Mahin.ahmadian@iau.ir

(دریافت مقاله: ۱۴۰۴/۰۲/۲۷، پذیرش نهایی: ۱۴۰۴/۰۴/۲۴)

چکیده

با توجه به کاربردی که مشتقات ترفنیل‌ها (دی فنیل بنزن‌ها) در طراحی حسگرهای شیمیایی برای تشخیص آلاینده‌های زیست‌محیطی، جاذب‌های پیشرفته برای حذف ترکیبات آلی از آب و خاک، و حتی فرایندهای تجزیه زیستی دارند، و نیز کاربردی که در سنتز سایکلو فن‌ها، پلیمرهای ستاره‌ای، بلورهای مایع، پلاستیک‌ها، مواد عایق و نیز تولید داروها، رنگ‌ها، آفت کش‌ها و قارچ کش‌ها دارند، در این کار تحقیقاتی اقدام به سنتز پیش ماده‌های مناسب برای سنتز مشتقات فنلی ترفنیل‌ها شده است و این پیش ماده‌ها با روشی آسان و کم هزینه و با راندمان بالا تهیه شدند. با استفاده از اثر دادن ترکیب گرینیاردی (بخش آروماتیکی دارای گروه آلکوکسی می‌باشد) بر ۶، ۲ - دی کلرو یدو بنزن در حلال تترا هیدرو فوران و سپس هیدرولیز حدواسط تشکیل شده، آلکوکسی متا ترفنیل مربوطه که پیش ماده‌ای مناسب برای موارد ذکر شده می‌باشد، تهیه شده است. در این پژوهش، از گروه متوکسی به عنوان آلکوکسی استفاده شده است. در شیمی آلی، گروه آلکوکسی به عنوان گروه محافظ برای بعضی از گروه‌های عاملی استفاده می‌شود.

واژه‌های کلیدی: آریل گرینیارد، آلکوکسی متا - ترفنیل، دی فنیل بنزن، تترا هیدرو فوران، کلرو یدو بنزن

مقدمه

ترفنیل‌ها از جمله ترکیبات آروماتیک هستند که با افزودن گروه‌های عاملی مانند کلر یا متوکسی، خواص شیمیایی و کاربردهای متنوعی پیدا می‌کنند. این ترکیبات به دلیل پایداری شیمیایی بالا، در گذشته به عنوان عایق‌های الکتریکی، مایعات انتقال حرارت و افزودنی‌های صنعتی استفاده شده‌اند. از سوی دیگر، مشتقات اصلاح شده ترفنیل‌ها در کاربردهای نوین مانند حسگرهای شیمیایی و جاذب‌های پیشرفته پتانسیل بالایی دارند. این ترکیبات می‌توانند در طراحی حسگرهای شیمیایی برای تشخیص آلاینده‌های زیست‌محیطی، جاذب‌های پیشرفته برای حذف ترکیبات آلی از آب و خاک و حتی فرایندهای تجزیه زیستی به کار روند. مشتقات متوکسی دار این ترکیبات می‌توانند به عنوان جاذب‌های نانوساختار در تصفیه فاضلاب‌های صنعتی به کار روند (۱-۲).

ترفنیل‌ها مواد اولیه مفیدی برای سنتز سایکلوفن‌ها و بلورهای مایع و پلیمرهای ستاره‌ای و نیز تولید پلاستیک‌ها، رنگ‌ها، داروها، مواد عایق و ... می‌باشند. این ترکیبات به دلیل ساختار پایدار و قابل کنترل، در سنتز داروهای ضد التهاب و داروهایی که نیاز به هسته‌های آروماتیک خاص دارند، کاربرد دارد. در صنایع شیمیایی، این ترکیب به عنوان ماده اولیه یا واسطه واکنش‌های شیمیایی استفاده می‌شود، به‌ویژه در واکنش‌های شیمیایی خاص که نیاز به ترکیبات پایداری دارند، مورد استفاده قرار می‌گیرد. در تولید پلیمرها و پلاستیک‌های مقاوم در برابر حرارت و مواد آتش‌گیر، این ترکیبات به عنوان ماده افزودنی استفاده می‌شود و می‌توان در ساختار آن‌ها گروه‌هایی مانند هالوژن استخلاف کرد که وجود برم در ساختار آن به

پلیمرها خاصیت مقاومت در برابر شعله و افزایش پایداری حرارتی می‌دهد. حتی در صنعت کشاورزی نیز می‌توان از برخی مشتقات آن به عنوان قارچ‌کش و آفت‌کش، به دلیل خاصیت ضد باکتریایی و ضد قارچی که دارند، استفاده کرد (۳-۶).

در حوزه تحقیقات، این ترکیب به عنوان نمونه‌ای برای مطالعه خواص و واکنش‌های شیمیایی مورد استفاده قرار می‌گیرد. محققان از آن در مطالعه روی ترکیبات آروماتیک و واکنش‌های جانشینی هسته‌دوستی بهره می‌برند.

در شیمی آلی، گروه آلکوکسی یکی از گروه‌هایی است که به عنوان یک گروه محافظت کننده استفاده می‌شود. این مورد از این جهت اهمیت دارد که در برخی موارد ما مجبوریم از یک گروه محافظت کننده مناسب برای یک یا چند تا از گروه‌های عاملی در یک مولکول استفاده کنیم. از جمله گروه‌هایی که به عنوان محافظ برای فنل‌ها و الکل‌ها استفاده می‌شوند، گروه‌های آلکیل، تری متیل سیلیل، گروه آسیل، سولفونیل و مانند آن‌ها می‌باشند (۷-۹).

در این پژوهش، با روشی مناسب اقدام به سنتز پیش ماده‌های مفید برای سنتز ترکیباتی پر کاربرد شده است. این پیش ماده مورد نظر در دسته ترفنیل‌ها قرار دارد و به متوکسی متا- ترفنیل‌ها معروف هستند. قابل ذکر است که ترفنیل‌ها به عنوان دی فنیل بنزن نیز نام برده می‌شوند.

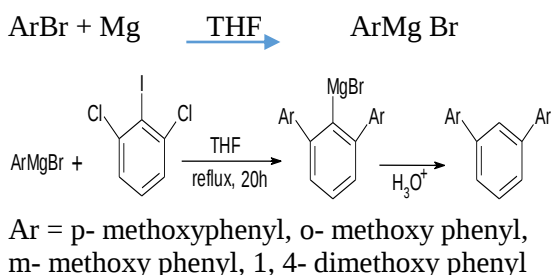
بخش تجربی**مواد و شرایط لازم**

واکنشگرها و حلال‌های مورد استفاده در این پژوهش عبارت اند از:

تجزیه عنصری مواد (CHN) در پژوهشگاه صنعت نفت تهران انجام گرفته است. طیف‌های IR در دانشکده داروسازی و دانشکده شیمی دانشگاه تبریز ثبت شده است.

روش‌ها

با توجه به مطالب گفته شده، در این کار پژوهشی از واکنش دادن ترکیب‌گریناردی ArMg Br (بخش آروماتیکی دارای گروه متوکسی می‌باشد) با ۲،۶-دی‌کلرویدوبنزن یا ۲،۳،۵،۶-تتراکلرو-۱،۴-دی‌یدوبنزن در حلال تتراهیدروفوران حد واسطه متا-ترفنیل ۲-منیزیم برمید تهیه شد که بعد از هیدرولیز، متوکسی متا-ترفنیل مربوطه با راندمان خوبی تهیه گردید که با واکنش‌های زیر نشان داده شده است (۱۳-۱۲)



ترکیبات تهیه شده عبارتند از

ترکیب ۱: ۴،۴-دی متوکسی ۱،۱،۳،۳-ترفنیل

ترکیب ۲: ۲،۲-دی متوکسی ۱،۱،۳،۳-ترفنیل

ترکیب ۳: ۵،۲،۲،۵-تترا متوکسی ۱،۱،۳،۳-ترفنیل

ترفنیل

ترکیب ۴: ۴،۶-بیس (۴-متوکسی فنیل) ۴،۴-ترفنیل

دی متوکسی ۱،۱،۳،۳-ترفنیل

ترکیب ۵: ۴،۶-بیس (۳-متوکسی فنیل) ۳،۳-ترفنیل

دی متوکسی ۱،۱،۳،۳-ترفنیل

ترکیب ۶: ۵ (۴-متوکسی فنیل) ۴،۴-دی

متوکسی ۱،۱،۳،۳-ترفنیل

پارا برموانیزول، متا برموانیزول، اورتو برموانیزول، ۱،۴-دی‌متوکسی-۲-برموبنزن، پارا متوکسی استوفنون، ۲،۶-دی‌کلروید و بنزن، ۲،۳،۵،۶-تتراکلرو-۱،۴-دی‌یدوبنزن، SiCl_4 ، اتانول، گاز آرگون و تتراهیدرو فوران (تمام پیش ماده‌ها در آزمایشگاه تهیه شدند).

برای خشک کردن تتراهیدرو فوران، ابتدا سدیم به صورت مفتول وارد آن شده و سپس در حضور مقدار کمی بنزوفنون در زیر آرگون تا ظهور رنگ آبی بازروانی شده است. آنگاه تقطیر کرده و مورد استفاده قرار گرفتند.

برای خشک کردن گاز آرگون، گاز مذکور از ستون Drierite (CaSO_4 خشک) و ستون سیلیکاژل خشک عبور داده شد. تمامی وسایل شیشه‌ای قبل از واکنش در دمای 120°C به مدت ۲ ساعت در گرم‌خانه خشک می‌شوند. تمامی واکنش‌ها در شرایط خشک تحت گاز آرگون انجام می‌گیرند.

برای ایجاد دماهای زیر صفر تا -10°C از مخلوط یخ و نمک استفاده می‌گردد برای خالص‌سازی و جداسازی محصولات از کروماتوگرافی ستونی سیلیکاژل با دانه‌بندی ۲۳۰-۴۰۰ و حلال هگزان-دی‌کلرومتان و هگزان-دی‌اتیل اتر استفاده شده است (۱۱-۱۰).

دستگاه‌ها

نقطه ذوب ترکیبات در یک لوله موین روباز به وسیله دستگاه نقطه ذوب Electrothermal9100 اندازه‌گیری شده است.

طیف‌های $^1\text{H-NMR}$ ، $^{13}\text{C-NMR}$ در دانشکده شیمی دانشگاه تبریز با دستگاه ۴۰۰ MHz در حلال $\text{DMSO}-d_6$ و شاهد TMS گرفته شده است.

تهیه ۴، ۴" - دی متوکسی ۱، ۱'، ۳"، ۱" - ترفنیل

(ترکیب ۱)

دستگاه زیر آرگون سوار شد. (قبلا وسایل لازم خشک شده‌اند) ۰/۴ گرم (۱۷ میلی مول) منیزیم توسط قیف مخصوص مواد جامد سریع به بالن دو دهانه خشک منتقل شد. در قیف چکاننده حدود ۱/۵ سی سی (۱۲ میلی مول) پارا برموانیزول ریخته شد و ۲۰ میلی لیتر THF خشک و تازه تقطیر شده به آن اضافه شد. سپس در حال به هم زدن چند قطره از محلول پارا برموانیزول در THF برای شروع واکنش اضافه گردید. به این ترتیب واکنش آغاز می شود و به علت گرمازا بودن واکنش، بدنه بالن گرم می شود. (اگر واکنش انجام نگیرد، می توان با اضافه کردن یک الی دو قطره ۱، ۲- دی برموانتان به داخل بالن منیزیم را فعال کرد). سپس قطره قطره محلول پارا برموانیزول اضافه شد، مخلوط دو ساعت بازروانی می گردد تا تشکیل گرینارد ArMgBr کامل شود و فقط منیزیم اضافی در محیط بماند.

در مرحله بعد مقدار ۱/۴ گرم (۵ میلی مول) ۲، ۶- دی کلرویدوبنزن در مقداری THF خشک حل می- گردد و در قیف چکاننده اضافه می شود. در حالت بازروانی کم کم مواد داخل قیف به داخل بالن منتقل می شود. مدت زمان افزایش دو ساعت به طول می- انجامد. سپس به مدت ۲۰ ساعت مخلوط در حال به هم زدن، بازروانی می شود، در این مدت منیزیم اضافی از بین می رود. این مرحله منجر به تولید حد واسط متا- ترفنیل - ۲' - منیزیم برمید می شود. سپس بعد از رسیدن مخلوط واکنش به دمای محیط، با حمام آب و یخ سرد شده و سپس از زیر آرگون خارج می شود و با محلول رقیق HCl هیدرولیز می شود و با اتر

استخراج می شود. در این مرحله فاز آلی با آب مقطر و آب نمک شستشو داده می شود و با استفاده از سولفات منیزیم بی آب خشک می گردد. TLC در حلال دی کلرو متان انجام واکنش را تایید می کند. بعد از صاف کردن و حلال گیری توسط دستگاه تبخیر کن چرخان ترکیب ۴، ۴" - دی متوکسی متاترفنیل به دست می آید.

تهیه ۲، ۲" - دی متوکسی ۱، ۱'، ۳"، ۱" - ترفنیل

(ترکیب ۲)

به منظور تهیه این ماده، مطابق روش گفته شده در تهیه ترکیب ۱ عمل می گردد، با این تفاوت که به جای پارا برموانیزول از ارتوبرموانیزول استفاده می شود. در این مورد نیز واکنش به صورت کمی انجام گرفت.

تهیه ۵، ۲"، ۲'، ۵" - ترا متوکسی ۱، ۱'، ۳"، ۱" - ترفنیل

(ترکیب ۳)

در اینجا نیز مطابق روش گفته شده، واکنش انجام می شود، با این تفاوت که ۱، ۴- دی متوکسی - ۲- برموبنزن استفاده می گردد. در این مورد نیز واکنش به صورت کمی انجام گرفت.

تهیه ۴'، ۶" - بیس (۴- متوکسی فنیل) ۴، ۴" - دی

متوکسی ۱، ۱'، ۳"، ۱" - ترفنیل (ترکیب ۴)

برای تهیه این ماده مطابق روش گفته شده عمل شد و از واکنشگرهای پارا برموانیزول و ۲، ۳، ۵، ۶- تتراکلرو - ۱، ۴- دییدوبنزن استفاده شد. در این مورد نیز واکنش به صورت کمی انجام گرفت.

تهیه ۴'، ۶" - بیس (۳- متوکسی فنیل) ۳"، ۳" - دی

متوکسی ۱، ۱'، ۳"، ۱" - ترفنیل (ترکیب ۵)

برای تهیه این ماده از واکنشگرهای متا برموانیزول و ۲، ۳، ۵، ۶- تتراکلرو - ۱، ۴- دییدوبنزن طبق روش

گفته شده در موارد قبلی استفاده می‌شود. در این مورد نیز واکنش به صورت کمی انجام گرفت.

تهیه ۵' (۴- متوکسی فنیل) ۴، ۴"- دی متوکسی ۱، ۱'، ۳'، ۱"- ترفنیل (ترکیب ۶)

برای تهیه این ترکیب از واکنش تریمریزاسیون پارا متوکسی استوفنون به روش زیر استفاده می‌شود:

برای این منظور از یک بالن سه دهانه ۱۰۰ میلی‌لیتری استفاده می‌گردد که در یکی از دهانه‌ها دماسنج قرار می‌گیرد و در دهانه دوم قیف چکاننده و در دهانه سوم سپتوم گذاشته می‌شود. دستگاه در زیر هود سوار می‌گردد تا گاز HCl که در طول واکنش آزاد می‌شود باعث ناراحتی نشود. بعد حدود ۲/۲ گرم p- متوکسی استوفنون داخل بالن اضافه می‌شود. سپس ۲۰ میلی‌لیتر اتانول خشک به آن اضافه شده و مخلوط به هم زده می‌شود تا p- متوکسی استوفنون در الکل حل شود. سپس ۲ میلی‌لیتر SiCl_4 تقطیر شده داخل قیف چکاننده ریخته می‌شود. قبل از اضافه کردن SiCl_4 دمای بالن با حمام یخ و آب به صفر درجه سانتی‌گراد رسانده می‌شود، بعد SiCl_4 قطره‌قطره به مخلوط داخل بالن اضافه می‌گردد. قبل از اضافه کردن SiCl_4 محلول شفاف و زرد کمرنگ بود. و بعد از اضافه کردن SiCl_4 رنگ محلول نارنجی و رفته رفته قرمز و قرمزتر شد.

بعد از تمام شدن SiCl_4 حمام آب و یخ برداشته می‌شود و اجازه داده می‌شود محلول در دمای آزمایشگاه چندین ساعت به هم بخورد. سپس مخلوط واکنش با آب و یخ سرد می‌شود و با آب مقطر هیدرولیز می‌گردد. رنگ محلول بعد از هیدرولیز نارنجی مایل به زرد می‌شود، بعد با دی‌کلرومتان استخراج می‌شود و فاز آلی یک‌بار با آب نمک اشباع و یک‌بار هم با آب مقطر شستشو داده می‌شود و با استفاده از سولفات

منیزیم بی‌آب خشک می‌گردد. TLC (با در نظر گرفتن ماده اولیه به عنوان شاهد) انجام واکنش را تأیید می‌کند. ماده در حلال الکل و تولوئن نوبلور گردید، رسوب زرد کمرنگی به دست می‌آید که همان ترکیب ۶ می‌باشد.

نتیجه و بحث

۴، ۴"- دی متوکسی ۱، ۱'، ۳'، ۱"- ترفنیل (ترکیب ۱)

نقطه ذوب ترکیب ۱ پس از قرار دادن در خلاء، ۱۶۵-۱۶۶ درجه سانتی‌گراد به دست آمد. (واکنش کمی بود). تصویر طیف‌های ترکیب ۱ در شکل‌های ۱، ۲ و ۳ نشان داده شده است.

اطلاعات طیفی ترکیب ۱:

IR (KBr) = 1253.1 , 1045.3 cm^{-1}
 $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, DMSO- d_6) $\delta = 4/95$ (S, 3H), $4/89$ (S, 3H), $7/67$ (S, 1H), $7/53$ (d, J=8/4, J=1/8, 4H), $7/48-7/45$ (m, 2H), $6/92$ (d, J=8/4, J=1/8, 4H)

$^{13}\text{C-NMR}$ (100MHz, DMSO- d_6) $\delta = 155/7$, $141/3$, $131/3$, $127/8$, $127/4$, $123/4$, $123/2$, $114/9$, $72/4$, 71.8

=مقدار محاسبه شده) %C= 81/28 تجزیه عنصری
 =مقدار محاسبه شده) %H= 5/97 (6/21)

۴، ۴"- دی متوکسی ۱، ۱'، ۳'، ۱"- ترفنیل (ترکیب ۲)

نقطه ذوب ترکیب ۲ پس از قرار دادن در خلاء ۱۱۲-۱۱۳ درجه سانتی‌گراد به دست آمد. (واکنش کمی بود). تصویر طیف‌های ترکیب ۲ در شکل‌های ۴، ۵ و ۶ نشان داده شده است.

اطلاعات طیفی ترکیب ۲:

IR (KBr) = $1258/2$, $1050/6 \text{ cm}^{-1}$
 $^1\text{H-NMR}$ (400 MHz, DMSO- d_6) $\delta = 4/87$ (S, 3H), $4/79$ (S, 3H), $7/73$ (d, J=1/4, 1H), $7/45$ (d, J=7/5, J=1/3, 2H), $7/47-7/35$ (m, 1H), $7/26$ (d, J=7/5, J=1/4, 2H), $7/14$ (t, J=7/5,

^{13}C - NMR (^{100}MHz , $\text{DMSO}-d_6$) δ = 155/9, 137/8, 131/7, 130/9, 129/6, 114/8, 58.6

=مقدار محاسبه شده) $\%C = 81/05$: تجزیه عنصری
 $\%H = 5.56$ (5/98 = مقدار محاسبه شده)

۶'، ۴' - بیس (۳- متوکسی فنیل) ۳'، ۳- دی

متوکسی ۱'، ۱'، ۳'، ۱- ترفنیل (ترکیب ۵)

نقطه ذوب ترکیب ۵، حدود $^{\circ}\text{C}$ ۲۶۴-۲۶۵ بدست آمد. (واکنش کمی بود). تصویر طیف های ترکیب ۵ در شکل های ۱۳ ف ۱۴ و ۱۵ نشان داده شده است. اطلاعات طیفی ترکیب ۵:

$\text{IR}(\text{KBr}) \bar{\nu} = 1249/8, 1039/8 \text{ cm}^{-1}$
 ^1H - NMR (^{400}MHz , $\text{DMSO}-d_6$) δ =5/87-5/65 (S, 12H), 7/18(S, ^2H), 7/04-7/01 (m, ^4H), 6/53-6/50 (m, ^2H)
 ^{13}C - NMR (^{100}MHz , $\text{DMSO}-d_6$) δ = 156/1, 140/9, 138/8, 131/9, 128/7, 119/5, 115/7, 112/6, 60/2

=مقدار محاسبه شده) $\%C = 80/6$: تجزیه عنصری
 $\%H = 5/3$ (81/27 = مقدار محاسبه شده)
 5/98)

۵' (۴-متوکسی فنیل) ۴'، ۴- دی

متوکسی ۱'، ۱'، ۳'، ۱- ترفنیل (ترکیب ۶)

نقطه ذوب ترکیب ۶ حدود $^{\circ}\text{C}$ ۱۸۵-۱۸۶ درجه سانتی-گراد به دست آمد. (واکنش کمی بود). تصویر طیف های ترکیب ۶ در شکل های ۱۶ و ۱۷ نشان داده شده است.

اطلاعات طیفی ترکیب ۶:

^1H - NMR (^{400}MHz , $\text{DMSO}-d_6$) δ = 4/98 (S, 6H), 4/86(S, 3H), 7/54(d, $J = 8/5$, ^6H), 7/45 (S, ^2H), 6/45, (d, $J = 8/5$, ^6H)
 ^{13}C - NMR (^{100}MHz , $\text{DMSO}-d_6$) δ = 156/8, 141/1, 130/7, 127/9, 121/9, 115/1, 61/1, 62/1
 =مقدار محاسبه شده) $\%C = 80/5$: تجزیه عنصری
 $\%H = 6/2$ (81/82 = مقدار محاسبه شده)

$J = 1/4$, ^2H), 6/7 (d, $J = 7/7$, ^2H), 6/5 (t, $J = 7/4$, ^2H)

^{13}C -NMR (100MHz, $\text{DMSO}-d_6$)
 δ =153/9, 153/5, 137/8, 130/1, 129/6, 128/1, 126/8, 119/2, 114/9, 69/6, 68/9

=مقدار محاسبه شده) $\%C = 82/08$: تجزیه عنصری
 $\%H = 6/07$ (82/76 = مقدار محاسبه شده)

۵'، ۲'، ۵- ترا متوکسی ۱'، ۱'، ۳'، ۱- ترفنیل

(ترکیب ۳)

نقطه ذوب ترکیب ۳ پس از قرار دادن در خلاء حدود $^{\circ}\text{C}$ ۱۷۹-۱۸۰ درجه سانتی-گراد به دست آمد. (واکنش کمی بود). تصویر طیف های ترکیب ۳ در شکل های ۷، ۸ و ۹ نشان داده شده است.

اطلاعات طیفی ترکیب ۳:

$\text{IR}(\text{KBr}) = 1249/8, 1043/5 \text{ cm}^{-1}$
 ^1H -NMR (400 MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ = 4/84 (S, 6H), 4/91 (S, 6H), 7/65 (S, ^1H), $7/4-7/34$ (m, ^3H), 6/75-6/55 (m, ^6H)
 ^{13}C -NMR (100MHz, $\text{DMSO}-d_6$) δ =149/8, 148/9, 146/2, 138/2, 129/7, 128/3, 127/5, 116/2, 115/9, 114/7, 68/7, 67/9

=مقدار محاسبه شده) $\%C = 74/65$: تجزیه عنصری
 $\%H = 6/15$ (75/43 = مقدار محاسبه شده)

۶'، ۴' - بیس (۴- متوکسی فنیل) ۴'، ۴- دی

متوکسی ۱'، ۱'، ۳'، ۱- ترفنیل (ترکیب ۴)

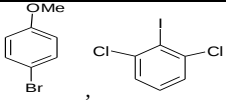
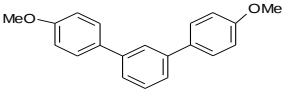
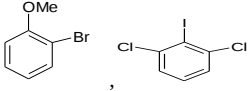
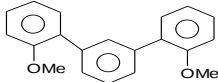
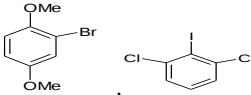
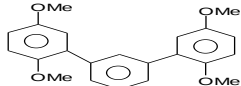
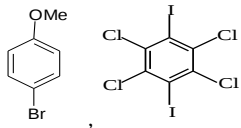
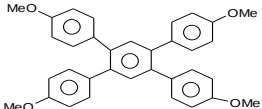
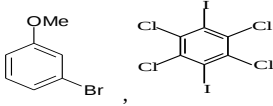
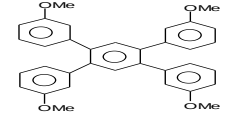
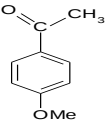
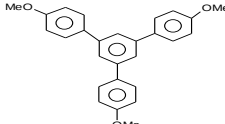
نقطه ذوب ترکیب ۴ بدست آمده، تقریباً $^{\circ}\text{C}$ ۲۹۹-۳۰۰ می باشد. (واکنش کمی بود).

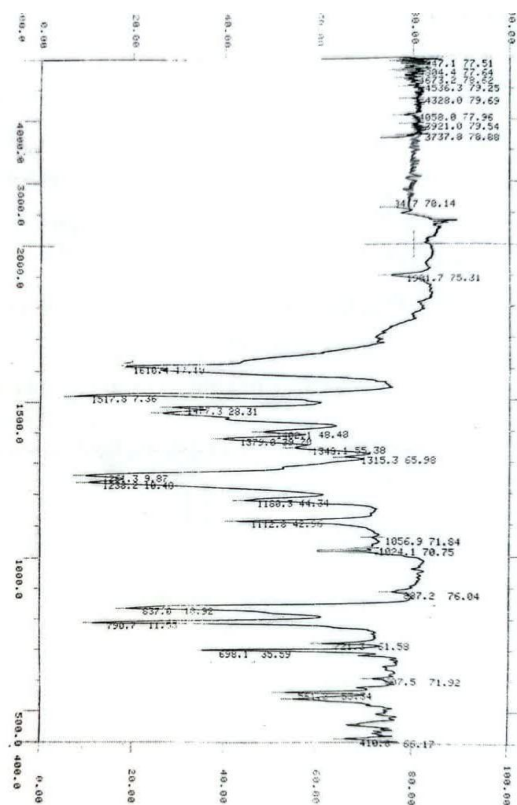
تصویر طیف های ترکیب ۴ در شکل های ۱۰، ۱۱ و ۱۲ نشان داده شده است.

اطلاعات طیفی ترکیب ۴:

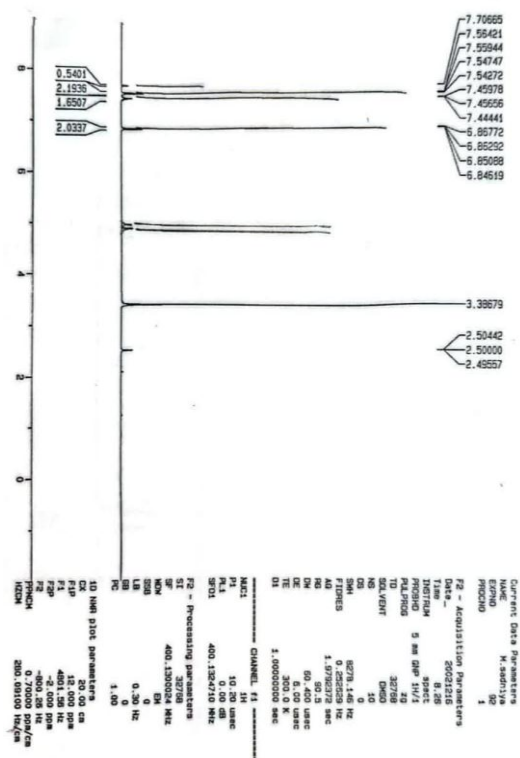
$\text{IR}(\text{KBr}) \bar{\nu} = 1259/6, 1045/3 \text{ cm}^{-1}$
 ^1H - NMR (^{400}MHz , $\text{DMSO}-d_6$) δ =5/43-5/62 (S, 12H), 7/1 (S, ^2H), 6/8 (d, $J = 8/4$, ^8H), 6/4 (da, $J = 8/4$, $J = 1/4$, ^8H)

جدول ۱: واکنش گرہا و شرایط واکنش و مواد تهیه شده

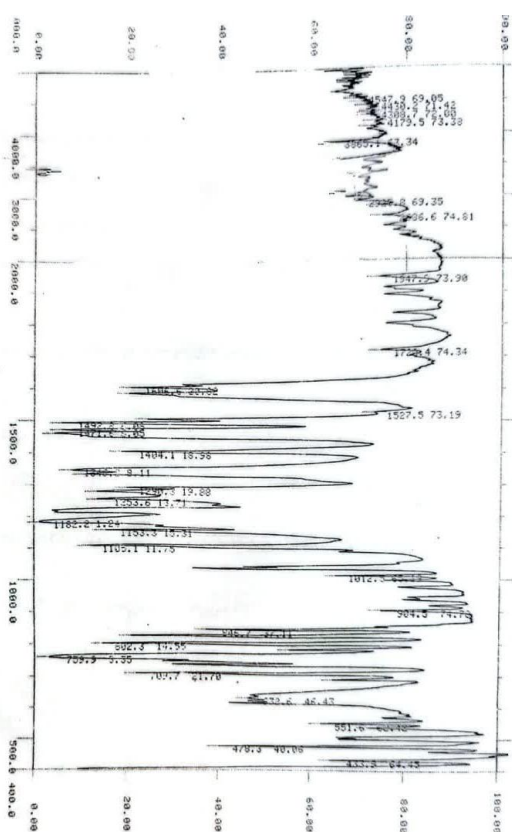
واکنشگرها	شرایط واکنش	متوکسی-ترفیل	شماره ترکیب
	THF, reflux 20h		ترکیب ۱
	≈		ترکیب ۲
	≈		ترکیب ۳
	≈		ترکیب ۴
	≈		ترکیب ۵
	1) EtOH, SiCl ₄ 2) H ₃ O ⁺		ترکیب ۶



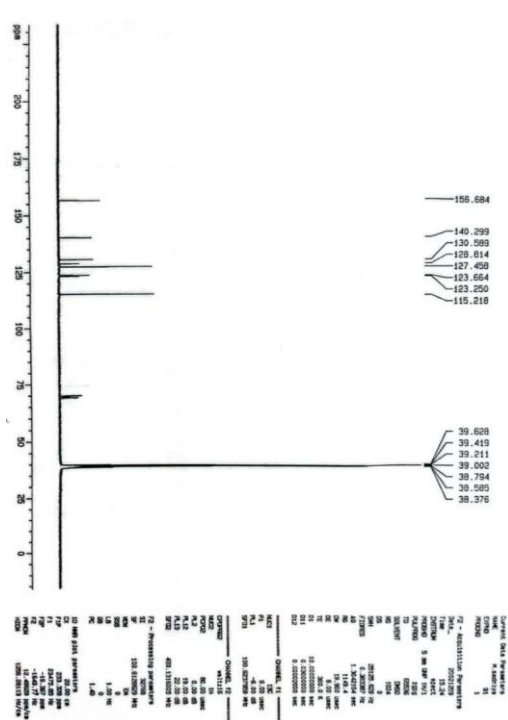
شکل ۱: طیف FT-IR ترکیب ۱



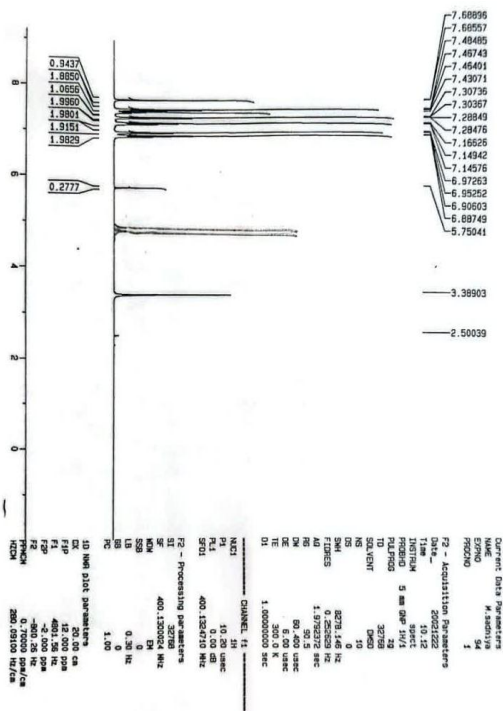
شکل ۲: طیف $^1\text{H-NMR}$ ترکیب ۱



شکل ۴: طیف FT-IR ترکیب ۲

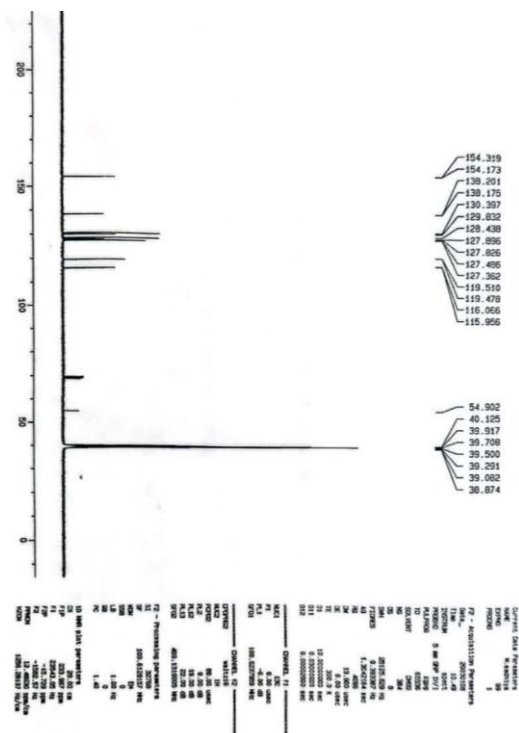
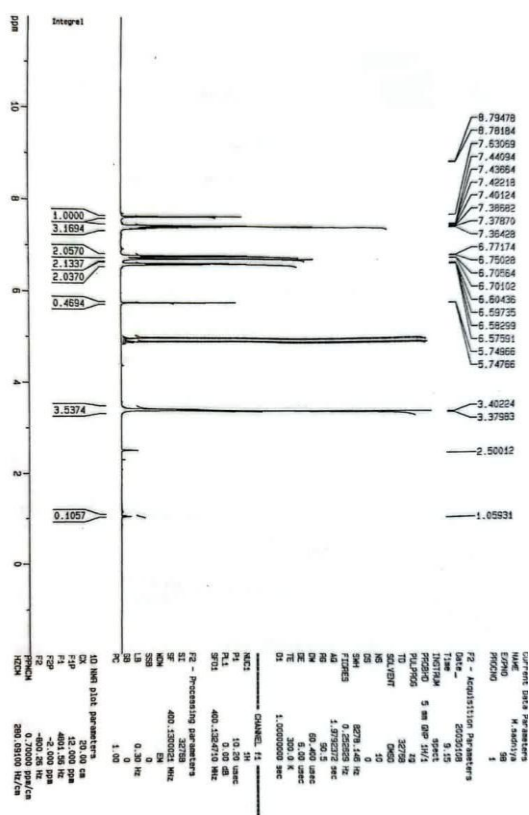


شکل ۳: طیف $^{13}\text{C-NMR}$ ترکیب ۱



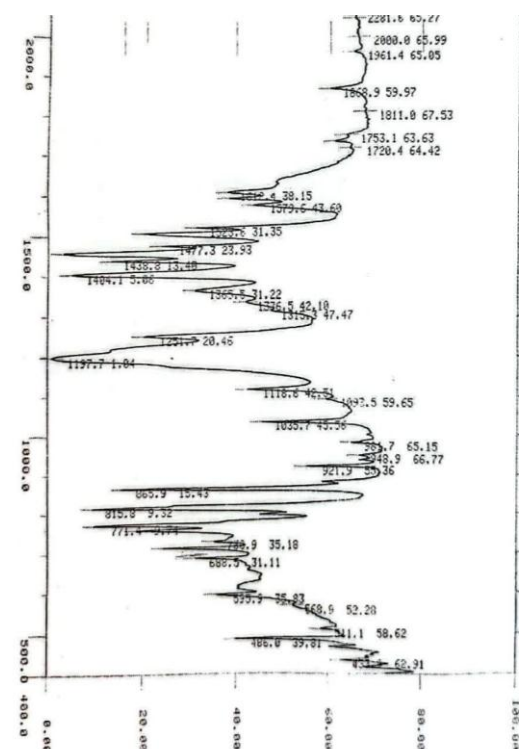
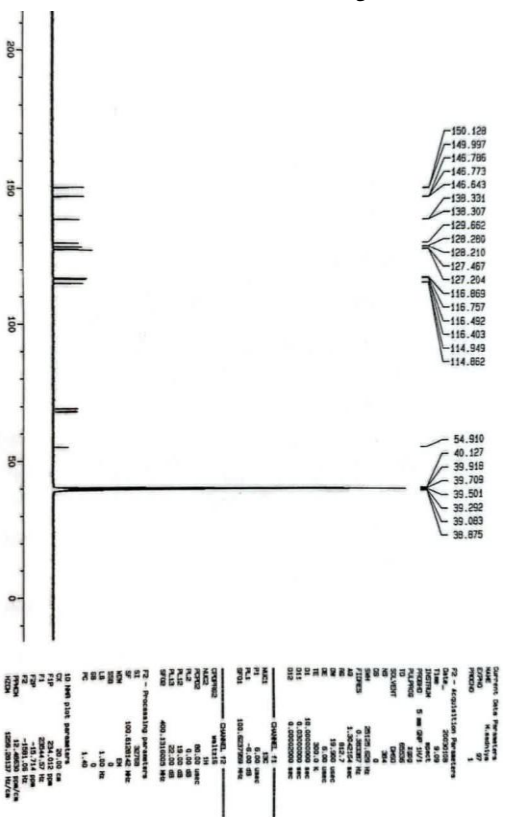
شکل ۵: طیف $^1\text{H-NMR}$ ترکیب ۲

شکل ۷: طیف FT-IR ترکیب ۳

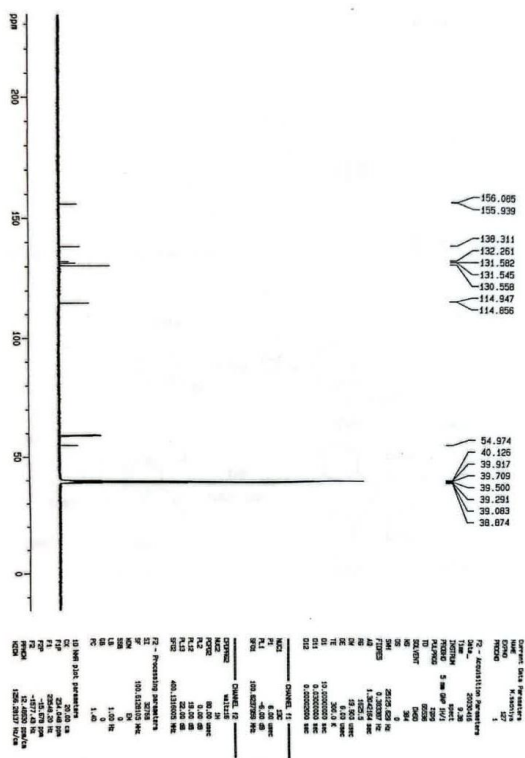
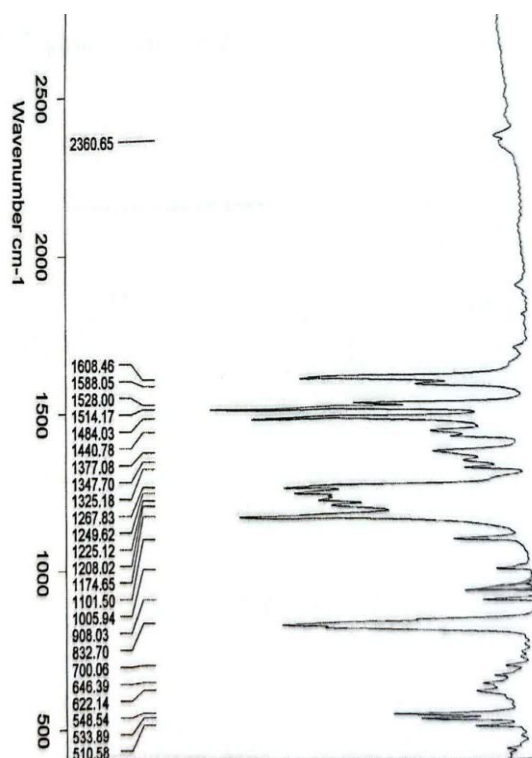


شکل ۶: طیف ۱۳C-NMR ترکیب ۲

شکل ۸: طیف ۱H-NMR ترکیب ۳

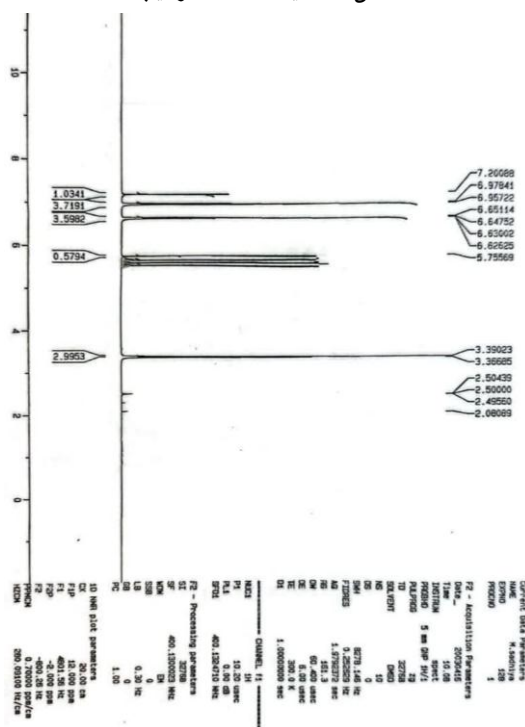


شکل ۹: طیف C-NMR ترکیب ۳

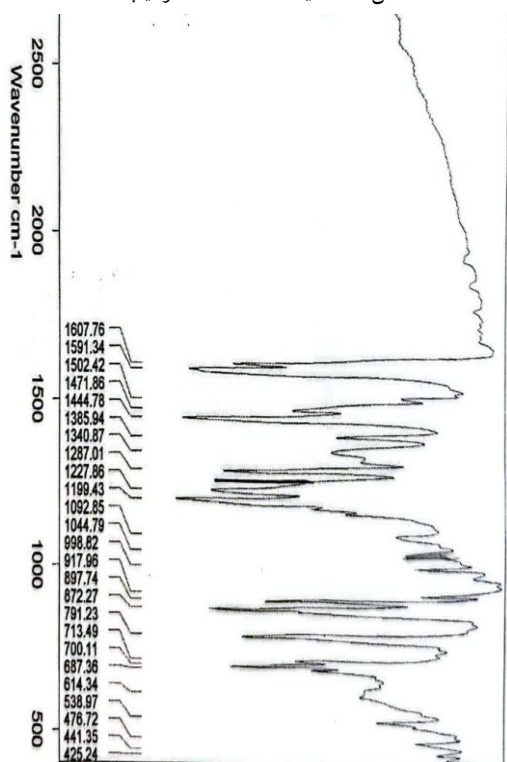


شکل ۱۲: طیف C-NMR ترکیب ۴

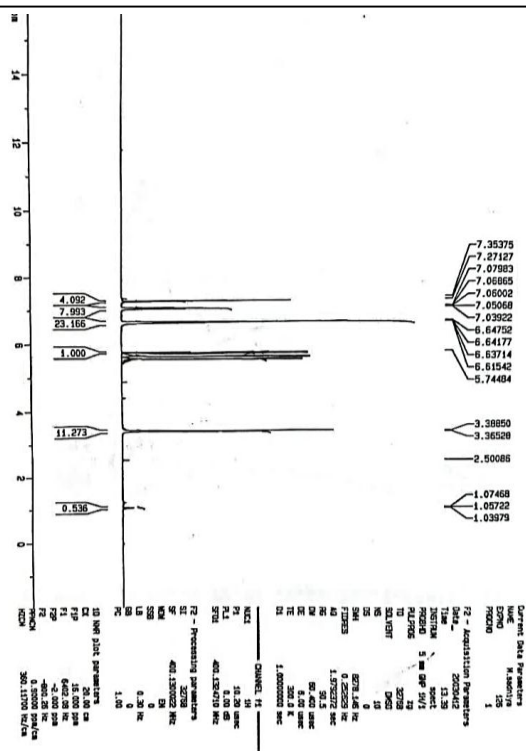
شکل ۱۰: طیف FT-IR ترکیب ۴



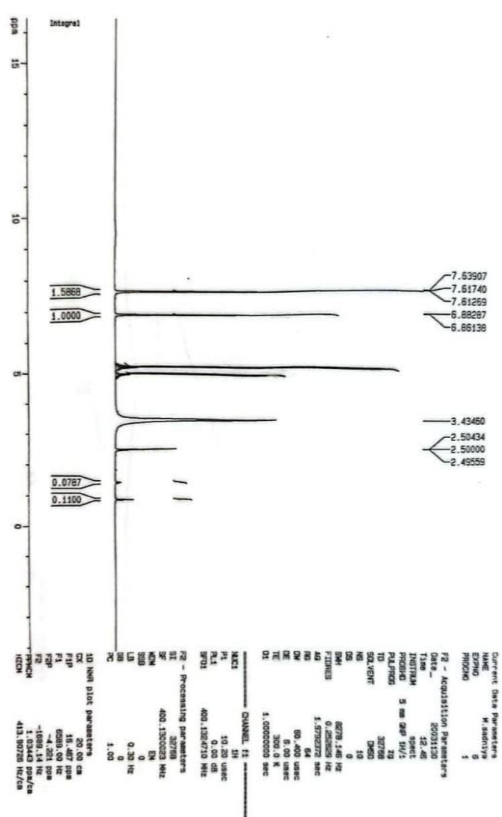
شکل ۱۱: طیف H-NMR ترکیب ۴



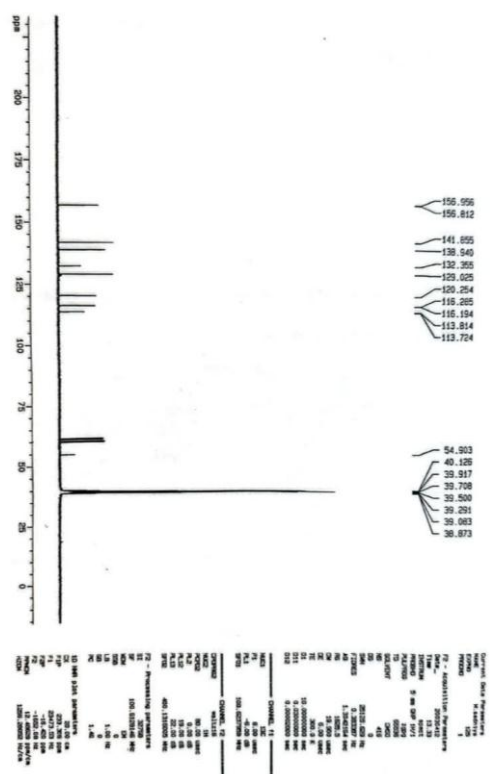
شکل ۱۳: طیف FT-IR ترکیب ۵



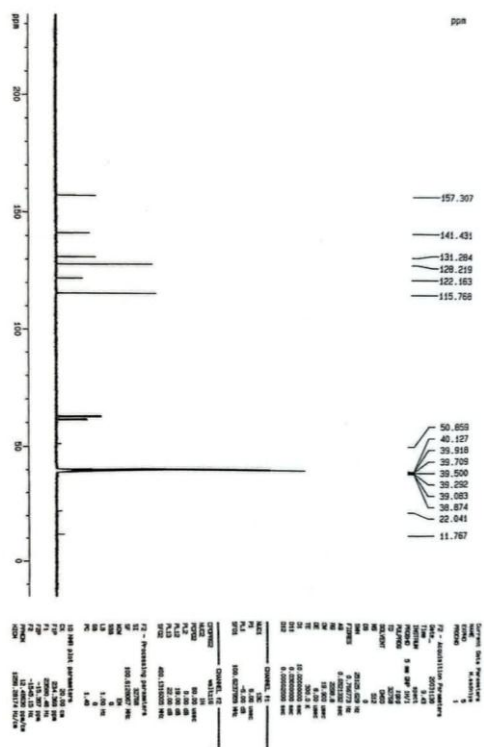
شکل ۱۴: طیف H-NMR ترکیب ۵



شکل ۱۶: طیف H-NMR ترکیب ۶



شکل ۱۵: طیف C- NMR ترکیب ۵



شکل ۱۷: طیف C-NMR ترکیب ۶

نتیجه‌گیری

متاترفنیل‌ها مواد اولیه مفیدی در ساختن بعضی ترکیبات مهم مانند سایکلوفن‌ها و کریستال‌های مایع می‌باشند. همچنین در ساختن پلیمرهای ستاره‌ای و به عنوان حسگر در فرایندهای عکاسی و در تولید رنگ‌ها، داروها، پلاستیک‌ها، مواد عایق و ... بکار می‌روند. مشتقات ترفنیل‌ها، به ویژه آن‌هایی که گروه‌های عاملی مانند متوکسی دارند، پتانسیل کاربرد در فرایندهای تصفیه محیط‌زیست، حسگرهای شیمیایی و مواد جاذب را دارند. از این رو سنتر مشتقات متا- ترفنیل اهمیت زیادی دارد. در این کار پژوهشی از اثر متوکسی- آریل گرینیاردها بر ۶، ۲- دی کلروید و بنزن در حلال تترا هیدروفوران و در حال بازروانی متا- ترفنیل- ۲- منیزیم بر مایه تهیه گردید که بعد از هیدرولیز ماده مورد نظر یعنی متوکسی متا- ترفنیل‌ها تهیه شد. از مزایای این روش می‌توان به کمی بودن واکنش‌ها و در دسترس بودن مواد اولیه اشاره کرد.

منابع

- [6] Goto, K., Yamamoto, G., Tan, B., Okazaki, R., 2001, A novel dendrimer-type m-terphenyl substituent for the kinetic stabilization of highly reactive species, *Tetrahedron letters*, 42, 4875-4877.
- [7] Curnow, O. J., Fern, G. M., Wöll, D., 2003, Synthesis of the sterically constrained ligand precursor cyclopentadienyl-2,6-diphenylbenzene and structure of $[(2,6-\text{Ph}_2-\text{C}_6\text{H}_3-\eta^5-\text{C}_5\text{H}_4)\text{Zr}(\text{NEt}_2)_3]$, *Inorganic Chemistry Communications*, 9, 6, 9, 1201-1204.
- [8] Abeysekera, D., Robertson, K. N., Cameron, J., Clyburne, A. C., 2001, M-terphenyl-substituted amidinates: useful ligands in the preparation of robust aluminum alkyls, *Organometallics*, 20, 5532-5536.
- [9] Furniss, B. S., Hannaford, A. J., Rogers, V., Smith, P. W. G., Tatchel, A. R., 1989, *Vogel's Text Book of practical Organic Chemistry*, 4 th edition, Longman London and Newyork, 935-937
- [10] Jayaram, R., Tagat Stuart, W., McCombie, Beverly E., Barton, James J., and Jennifer, Sh., 1995, Synthetic inhibitors of interleukin-6 II: 3,5-diaryl pyridines and meta-terphenyls, *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 18, 2143-2146.
- [11] Kannan, A., Rajakumar, P., Kabaleeswaran, V., Rajan, S.S., 1996, Synthesis of cyclophanes with intra-annular functionality and cage structure, *J. Org. Chem.*, 61, 5090.
- [12] Rajakumar, P., Srisailas, M., 1997, Meta-terphenyls as building blocks for benzimidazolophanes, *Tetrahedron letters*, 30, 5323-5326.
- [13] Luning, U., Baumgartner, H., Manthey, C., Meynhardt, B., 1996, Concave reagents. 20. Sterically shielded m-terphenyls as selective agents in General protonations, *J. Org. Chem.*, 61, 7922-7926

- [1] Environmental, 2004, Terphenyl-Based Sensors for Environmental Monitoring, *Science & Technology*.
- [2] Euronews, 2005, Forever Chemicals: Brussels' Mission to Clean up Europe's Water, *Euronews*.
- [3] Sun, Y., Xu, Y., Sun, Z., Ch, Wang., Y, Wei., 2003, Effect of stereo configuration of aromatic ligands on retention and selectivity of terphenyl isomer-bonded stationary phases, *Journal of Chromatography A*, 1698, 464005.
- [4] Sutradhar, C., Bae, W., Song, K., Joo, S., Na, H., Lee, J., W, Kim., Jang, H., 2005, Synthesis and characterization of fluoro sulfonyl imide-based poly(benzoyl diphenyl benzene) membranes for proton exchange membrane fuel cells, *Fuel*, 390, 15, 134741.
- [5] Kriech, S., Kretschmer, R., Gorls, H., Westerhauseh, M., 2011, Rubidium-mediated birch-type reduction of 1,2-Diphenylbenzene in tetrahydrofuran, *Journal of the American Chemical Society*, 18, 133, 6960-6963.