

اصطناع وتحديد بنية ديولات وحموض كربوكسيلية ثنائية الوظيفة انطلاقاً من حمض الأولئك

د. ياسر موسى*

د.محمد هارون**

د. محمد ناصر***

نسرين الدو****

(تاريخ الإيداع 20 / 5 / 2020. قَبْلَ للنشر في 21 / 7 / 2020)

□ ملخص □

تم في هذا البحث اصطناع ثلاثة ديولات انطلاقاً من حمض الأولئك و هي 1,9 - نونان ديول وثنائي استر ديول و رباعي استر ديول، بالإضافة إلى تحضير حموض كربوكسيلية ثنائية الوظيفة أثناء اصطناع الديولات السابقة، تعتبر هذه الديولات من أهم المونوميرات المستخدمة في اصطناع العديد من البوليمرات المتحللة حيويًا و اللدنة حرارياً مثل البولي يوريثان و البولي استر و البولي استر أميد ذات التطبيقات الطبية و الحيوية الواسعة نظراً لكونها مركبات ذات بنية خطية و تمتلك على زمر وظيفية هيدروكسيلية في طرفي سلسلتها الخطية. تم التأكد من بنية المركبات الناتجة باستخدام الطرائق المطيافية المعروفة كمطيافية الطنين النووي المغناطيسي $^1\text{H-NMR}$ و مطيافية الأشعة تحت الحمراء FT-IR. و قد حصلنا على هذه المركبات بمردود جيد تراوح ما بين (72-90)%.

الكلمات المفتاحية: حمض الأولئك، حمض كربوكسيلي ثنائي الوظيفة، ديول، ثنائي استر.

*أستاذ - الكيمياء العضوية - كلية العلوم - جامعة تشرين - اللاذقية - سورية.

**أستاذ مساعد - المراقبة الدوائية - كلية الصيدلة - جامعة تشرين - اللاذقية - سورية.

***أستاذ - الكيمياء العضوية - كلية الصيدلة - جامعة تشرين - اللاذقية - سورية.

****طالبة دكتوراه - قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة تشرين - اللاذقية - سورية.

Synthesis and Characterization of Diol, And Dicarboxylic acid from Oleic Acid

Dr. Yaser Mousa^{*}
Dr. Mohammad Haroun^{**}
Dr. Mohammad Nasser^{***}
Nisreen Aldaw^{****}

(Received 20 / 5 / 2020. Accepted 21 / 7 / 2020)

□ ABSTRACT □

In this article, three diols were synthesized from oleic acid, which are 1,9- nonane diol, diester diol, and tetra ester diol. In addition to preparing dicarboxylic acids during the synthesis of previous diols, these diols are the most important monomers used in the synthesis of many biodegradable and thermoplastic polymers such as polyurethane, polyester, and polyamide ester, with wide medical and biological applications, given that they are linear structures and have hydroxyl functional groups at both ends of their linear chain. The structure of the resulting compounds was confirmed by using spectroscopic methods known as ¹H-NMR and FT-IR spectroscopy. and we got these diols with a good yield, ranging between (72-90)%.

* Professor, Department of Chemistry, Faculty of Sciences, Tishreen University, Lattakia, Syria E-mail: yaser.mossa@hotmail.com

**Associate Professor, Department of Quality Control, Faculty of Pharmacy, Tishreen University, Lattakia, Syria E-mail: haroun@yahoo.fr

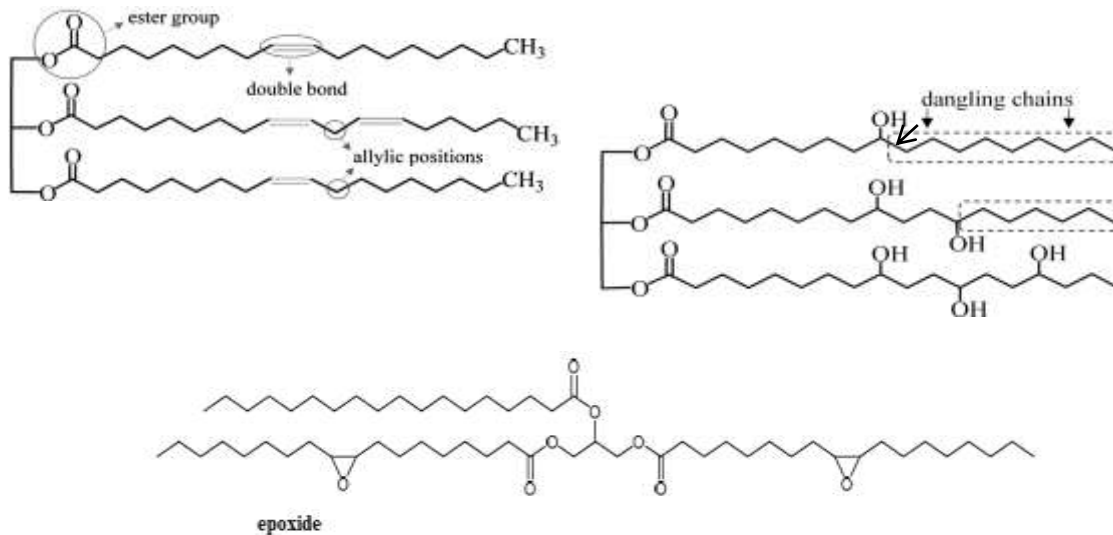
***Professor, Department of Chemistry, Faculty of Pharmacy, Tishreen University, Lattakia, Syria E-mail: dr.nasser60@hotmail.com

****Phd student - Department of Chemistry , Faculty of Sciences , Tishreen University, Latakia, Syria E-mail: nisren-n78@hotmail.com

مقدمة:

يتم اصطناع معظم أنواع البوليميرات المستخدمة في حياتنا اليومية من المشتقات النفطية و الغاز الطبيعي و هي من المصادر غير قابلة للتجدد بالإضافة لما تسببه المواد البتروكيماوية من مخاطر التلوث البيئي والاحتباس الحراري بسبب ما تطلقه من غاز ثنائي أكسيد الكربون و غاز الميثان [1]. لذلك توجهت جهود الباحثين نحو مصادر بيئية متجددة غير سامة من أجل اصطناع بوليميرات متحللة حيوياً و ذات تطبيقات طبية و صيدلانية [2].

تعد الزيوت النباتية إحدى أهم الموارد البيولوجية المتوفرة فهي تشكل 80% من الانتاج العالمي الكلي للدهون و الزيوت [3]، يؤمن استخدامها العديد من المزايا فهي صديقة للبيئة لا تشكل أي خطر بيئي و ذات مصادر متجددة ، تتحلل حيوياً بشكل طبيعي كما أنها رخيصة الثمن [4]. تتكون الزيوت النباتية من حموض دسمة على شكل غليسيريدات ثلاثية أغلبها غير متجانسة تصل نسبتها حتى 95 % تحوي في بنيتها على مواقع فعالة مثل الروابط المضاعفة بين ذرات كربون كربون و مجموعات وظيفية مثل الأستر والهيدروكسيل و الإيبوكسي كما هو مبين في الشكل (1).



الشكل (1) بنية بعض الغليسيريدات الثلاثية

يجعلها هذا التنوع مناسبة جداً لاصطناع الكثير من الأحماض الكربوكسيلية ثنائية الوظيفة ، والديولات، والإيزوسيانات و المونوميرات التي يمكن استخدامها في إعداد البوليميرات الحيوية ذات التطبيقات الطبية والصيدلانية.

حمض الأولييك هو أحد أهم الحموض الدسمة التي تعرف بأوميغا-9. و يعتبر من أهم مصادر الكوليسترول المفيد لجسم الإنسان، كما أنه غني بمضادات الأكسدة التي تساعد في إبطال الجذور الحرة في الجسم [5]. يوجد بنسب متفاوتة في العديد من الزيوت النباتية مثل زيت النخيل 38% و زيت الذرة 20% أما أكبر نسبة له فتكون في زيت الزيتون و تتراوح ما بين 70-80% [6] يتكون من 18 ذرة

كربون و رابطة مضاعفة وحيدة بين ذرات الكربون C₉ و C₁₀ التي يمكن الاعتماد عليها في اصطناع ديولات تعتبر مونوميرات للكثير من البوليمرات المتحللة حيويًا [7].

أثبت مركز Trent للأبحاث الخاص بالمواد الحيوية في الولايات المتحدة الأمريكية، من خلال العديد من الأبحاث أنه يمكن التحكم بخواص البوليمرات البلورية و الميكانيكية من حيث المرونة و المتانة... الخ مثل البولي يوريثان و البولي أميد من خلال تغيير طول السلسلة الألكيلية في المركبات الحاوية على الزمرة الاستيرية مما يجعلها في النهاية متحللة حيويًا [8، 9]. لذلك تم البحث عن اصطناع ديولات مختلفة بطول السلسلة الألكيلية و عدد الزمر الاستيرية الأمر الذي يجعلها مناسبة لاصطناع العديد من البوليمرات ذات الخواص المختلفة [9].

أهمية البحث وأهدافه:

تهدف هذه الدراسة إلى اصطناع ثلاث ديولات هي 9,1- نونان ديول و ثنائي استر ديول و رباعي استر ديول مختلفة عن بعضها البعض بطول السلسلة الألكيلية و عدد الزمر الأسترية انطلاقاً من حمض الأولئيك، وتحديد بنيتها باستخدام الطرائق الطيفية ¹HNMR و IR.

تعود أهمية هذه المركبات بأنها تشكل مونوميرات لاصطناع مركبات البولي استر أميد المتحللة حيويًا و الثابتة حرارياً و غير السامة و ذات تطبيقات حيوية حيث تستخدم في صياغة بعض الأشكال الصيدلانية خاصة المضغوطات القالبية و الخيوط الجراحية المتحللة إضافة إلى بعض التطبيقات الصناعية مثل الدهانات و المنسوجات و المواد اللاصقة [10].

طرائق البحث ومواده:

حمض الأولئيك (99%)، خلات الايتيل، ثنائي كلورو ميثان، ثنائي ميثيل أمينو البيريدين (DMAP)، ثنائي سيكلو هكسيل اليوريا (DCC)، رباعي هيدرو فوران (THF)، كبريتات المغنيزيوم، رباعي هيدريد الليثيوم و الألمينيوم، كبريتات المغنيزيوم اللامائية، سيلكا جيل (60-270mesh)، مبخر دوار، مطيافية IR و جهاز الطنين النووي المغناطيسي من شركة Burker نموذج 400

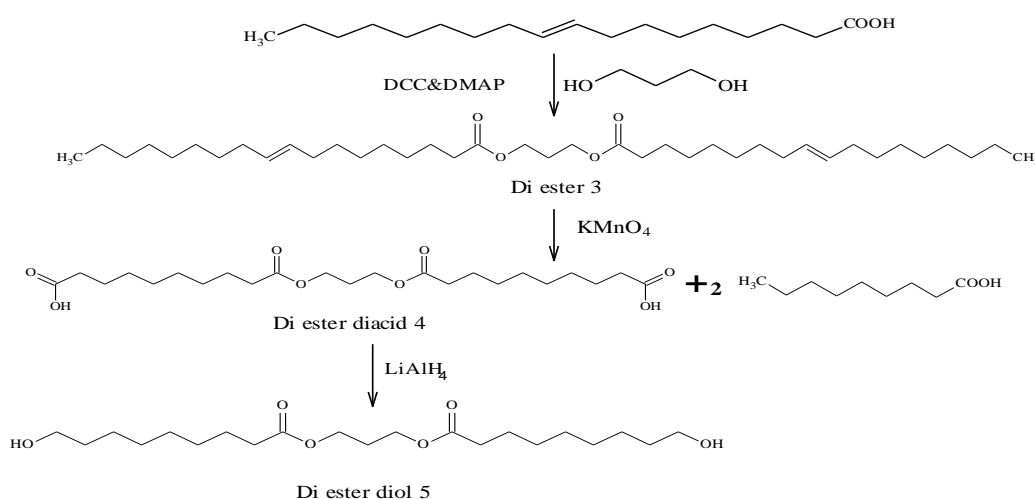
أولاً اصطناع 9,1- نونان ديول: يتم اصطناع 1,9-nonenediol عبر مرحلتين كما هو موضح في الشكل (2).

1-أكسدة حمض الأولئيك: يوضع (34g = 0.2mol) من KMnO₄ مع 400ml ماء مقطر في حوالة مقعرة ذات فتحتين و مزودة بمحرك مغناطيسي مع ميزان حرارة يسخن المزيج حتى الدرجة 35 °C مع التحريك حتى انحلال كامل برمغنات البوتاسيوم ثم يضاف 40ml من محلول KOH (0.9mol/l) مع (12g = 0.04mol) من حمض الأولئيك 99% دفعة واحدة فترتفع درجة الحرارة حتى 75 °C يستمر التسخين عند هذه الدرجة حتى تمام تفاعل الأكسدة.

يسخن مزيج التفاعل بعد ذلك على حمام مائي بدون تحريك حتى يتخثر MnO₂ ثم يرشح و هو ساخن ومن ثم يوضع في حوالة تحوي 50ml ماء و يغلى لمدة ربع ساعة من أجل أن ينحل nonane dioic acid (حمض الأزلريك) العالق به بشكل كامل ويرشح وهو ساخن أيضاً، تجمع الرشاحة الأولى مع الثانية ، ثم يضاف إلى المزيج

الناتج على عمود غروماتوغرافي معبأ بالسيلكاجل (60-270mesh) و باستخدام طور متحرك من الهكسان و خلات الإيثيل (1:30) على الترتيب. فنحصل بعد تبخير المحل بالمبخر الدوار على (55.24g) من سائل زيتي ذو لون أصفر شاحب هو Diester بمردود %83.20.

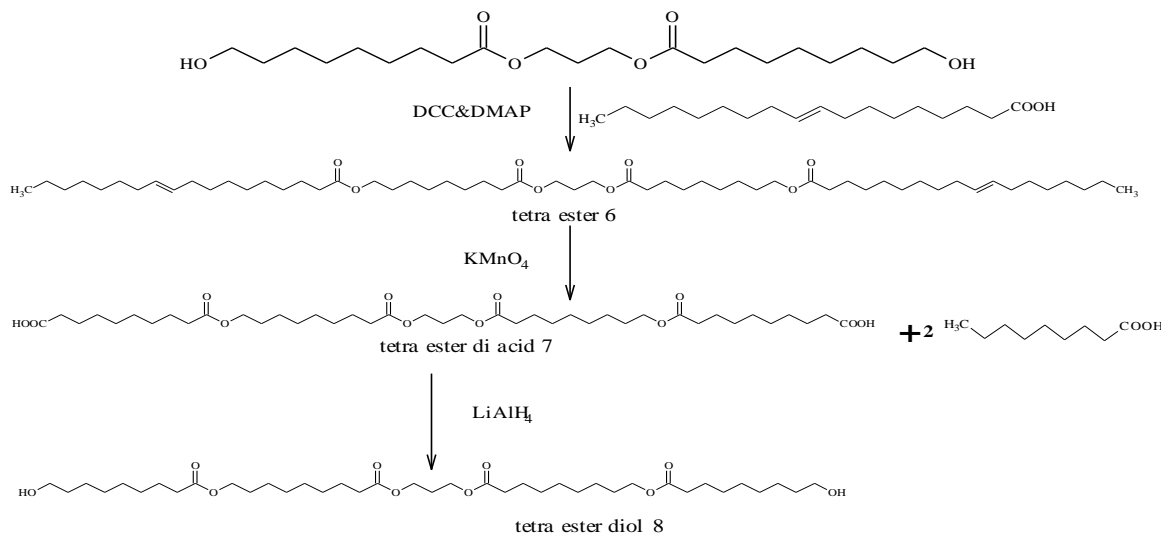
في المرحلة الثانية يتم أكسدة ثنائي الاستر الناتج فنحصل على حمض كربوكسيلي ثنائي الوظيفة الاستيرية و الكربوكسيلية بنفس الطريقة التي تم فيها أكسدة حمض الأولينيك لكن بمردود %42 ثم يرجع المركب رقم (4) بنفس طريقة ارجاع حمض الأزلينيك أيضاً فنحصل على diol المركب (5) بمردود %86.2.



الشكل (3) مخطط اصطناع Di-ester diol

ثالثاً اصطناع رباعي استر ديول:

تم اصطناع رباعي استر ديول Tetra-ester diol المركب (8) عبر مرحلتين أيضاً كما هو موضح في الشكل (4). في المرحلة الأولى تم اصطناع tetra-ester المركب (6) عن طريق تفاعل الأسترة ما بين ثنائي استر ديول المركب (5) وحمض الأولينيك كما هو موصوف في اصطناع ثنائي استر (4) فنحصل على رباعي استر المركب (6) بمردود %80، و في المرحلة الثانية تم أكسدة الروابط المضاعفة في المركب رقم (6) بنفس الطريقة التي تم فيها أكسدة حمض الأولينيك فنحصل على المركب (7) بمردود %33.55. ومن ثم تم ارجاع المركب (7) الناتج باستخدام LiAlH_4 فنحصل على رباعي استر ديول المركب (8) بمردود %72.



الشكل (4) مخطط اصطناع Tetra ester diol

النتائج و المناقشة:

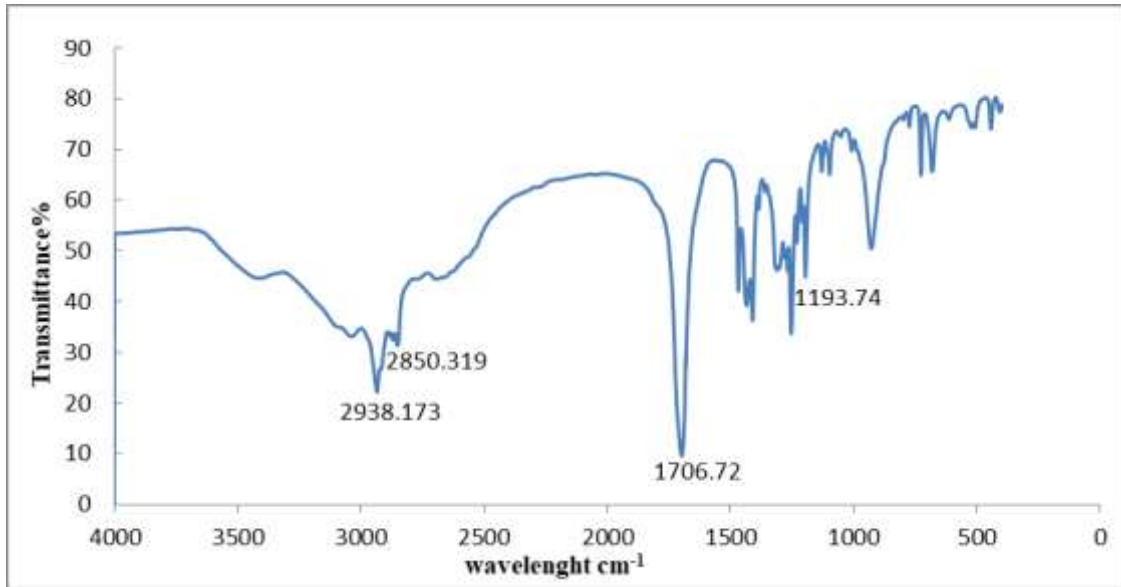
تملك الديولات المصنعة انطلاقاً من حمض الأولئيك بنية صلبة ذات قوام شمعي و لون أبيض و قد تم التأكد من بنية هذه المركبات بواسطة التحليل الطيفي بمطيافية الأشعة تحت الحمراء IR-FT و مطيافية الطنين النووي المغناطيسي البروتوني ¹HNMR.

يبين الشكل (5) و الشكل (6) طيف IR لحمض الأولئيك و 1,9-nonane diol على الترتيب باستخدام أقرص KBr حيث تظهر القمم المميزة للزمر الوظيفية في المركبين و يوضح الجدول (1) قيم امتصاص الزمر الوظيفية في المركبين و التي توافقت مع القيم الطيفية المرجعية .

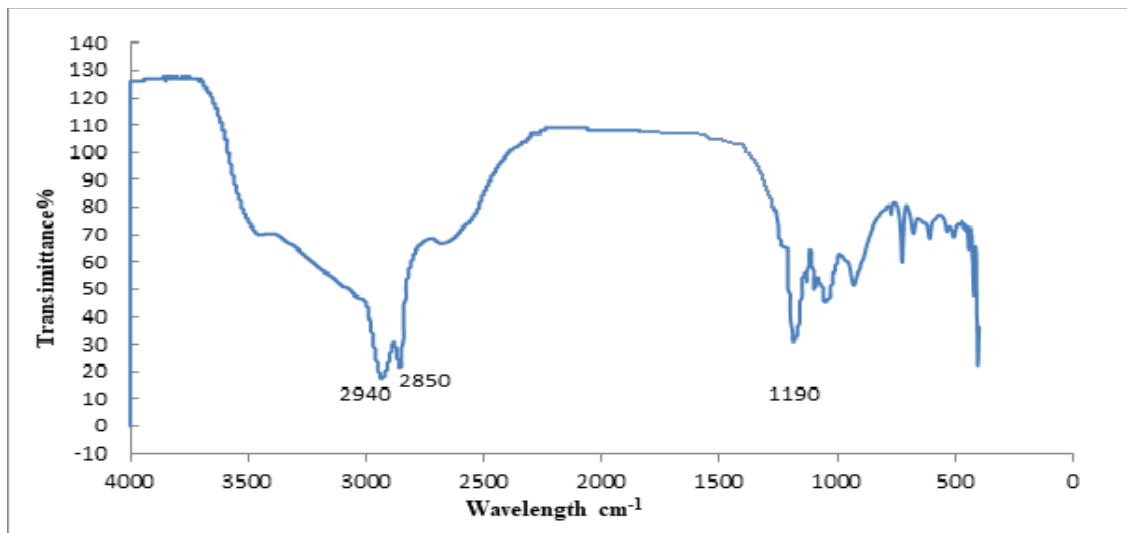
جدول (1) تفسير طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (1) و (2)

-C-O	C=O	C _{SP³-H}	O-H	الزمرة الوظيفية
1193.74	1706.72	2850	2938.17	الامتطاط الموافق cm ⁻¹ Nonane dioic acid
1190	-	2850.31	2940	الامتطاط الموافق cm ⁻¹ 1,9nonane diol

بالمقارنة بين طيفي الأشعة تحت الحمراء للمركبين نجد اختفاء عصابة الامتصاص العائدة لامتطاط زمرة الكربونيل C=O في طيف 1,9nonane diol مما يدل على حدوث تفاعل الإرجاع و تشكل الديول المطلوب.



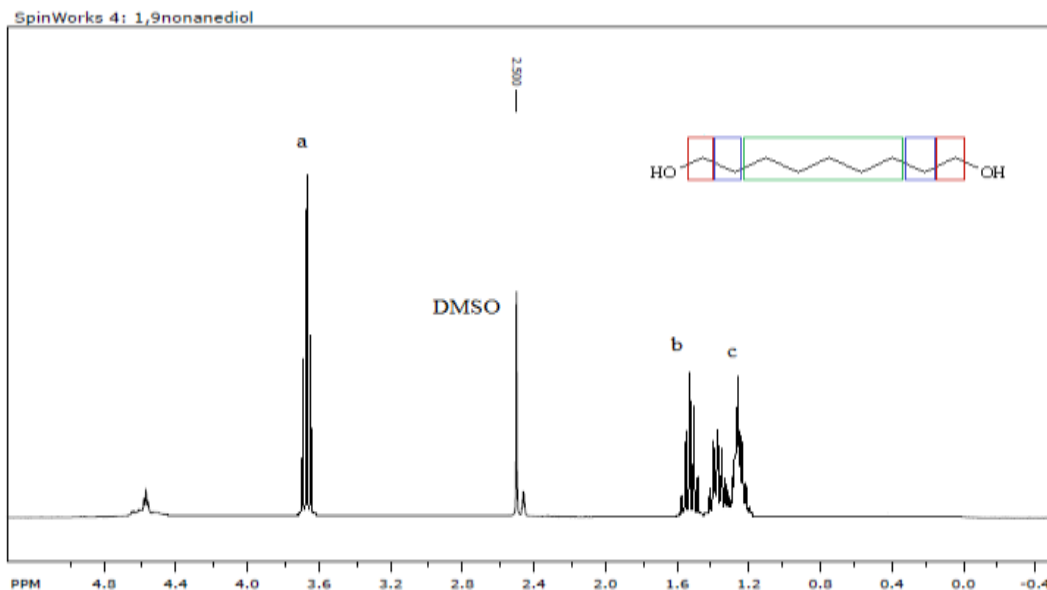
الشكل (5) طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب nonane dioic acid



الشكل (6) طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب 1,9-nonane diol

كما تم إجراء طيف الطنين النووي المغناطيسي البروتوني $^1\text{H NMR}$ للتأكد من هوية 1,9nonane diol حيث يوضح الشكل (7) الإشارات العائدة لبروتونات المركب (2) و ذلك باستخدام ثنائي ميثيل سلفو أوكسيد DMSO المديتر، حيث نلاحظ القيم الطنينية المميزة التالية:

الإشارة a ثلاثية تقع عند الانزياح الكيميائي (3.62–3.66ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة (t,4H, $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{OH}$) ، والإشارة b متعددة تقع في مجال الانزياح (1.55–1.58ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة (m,4H, $\underline{\text{C}}\text{H}_2\text{CH}_2\text{OH}$) ، والإشارة c متعددة تقع في مجال الانزياح (1.30–1.43ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة (m,10H, $\underline{\text{C}}\text{H}_2$).

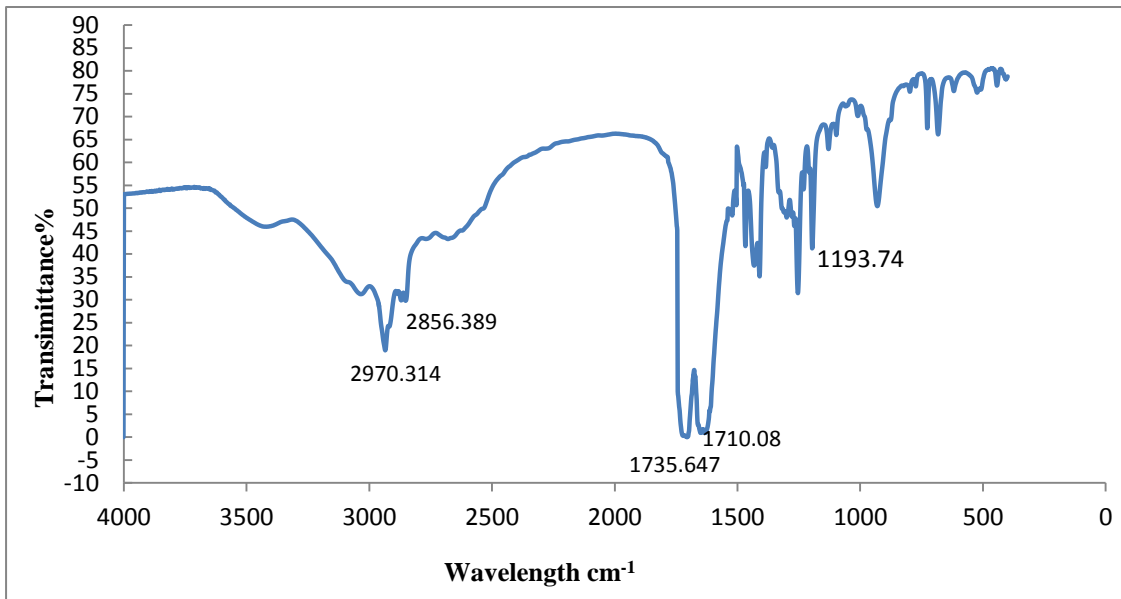
الشكل (7) طيف $^1\text{H-NMR}$ للمركب 1,9-nonane diol

كما يبين الشكل (8) و (9) طيف IR للمركبين (4) Di ester diacid و (5) Di ester diol على الترتيب باستخدام أفراس KBr حيث تظهر القمم المميزة للزمر الوظيفية في المركبين و يوضح الجدول (2) قيم امتصاص الزمر الوظيفية في المركبين و التي توافقت مع القيم الطيفية المرجعية .

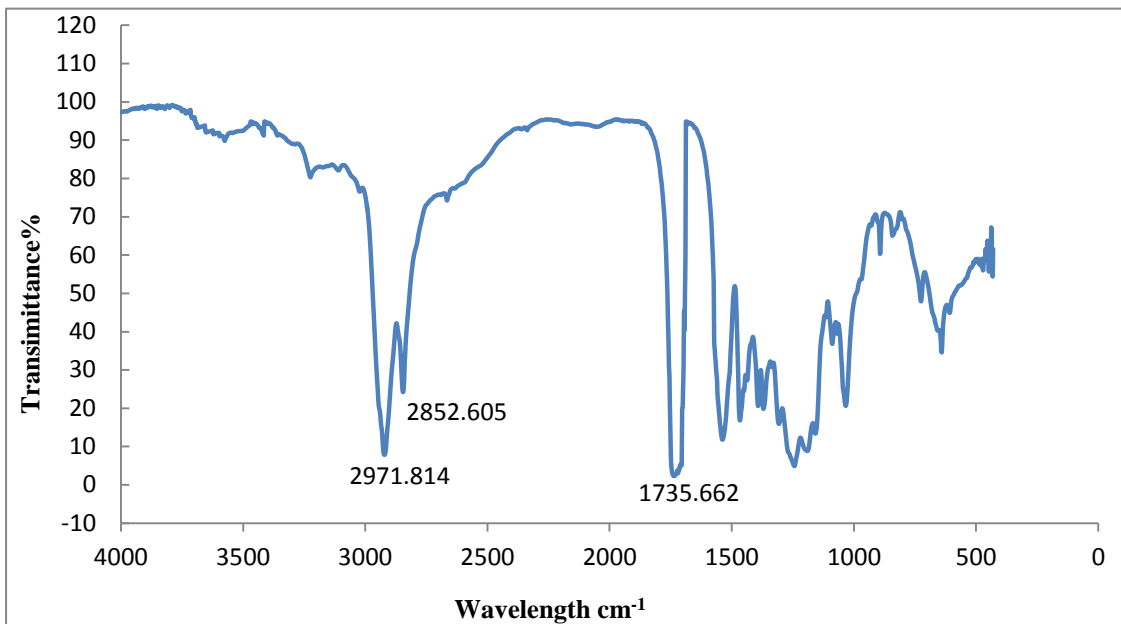
جدول (2) تفسير طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (4) و (5)

-C-O	C=O ester	C=O carboxyl	$\text{C}_{\text{SP}^3}\text{-H}$	O-H	الزمرة الوظيفية
1193.74	1735.64	1710.08	2856.38	2970.31	الامتصاص الموافق cm^{-1} Di ester diacid
1190	1735.66	-	2852.60	2971.81	الامتصاص الموافق cm^{-1} Di ester diol

يظهر في الشكل (8) عصابة امتصاص عائدة لامتصاص زمرة الكربونيل عند 1710.08cm^{-1} وهي خاصة بزمرة الكربونيل في الحموض الكربوكسيلية و عصابة امتصاص ثانية ظهرت عند 1735.64cm^{-1} خاصة بزمرة الكربونيل الأستيرية التي تشكلت أثناء تحضير المركب (3) ثنائي الاستر، و نلاحظ في الشكل (9) اختفاء القمة العائدة لزمرة الكربونيل الكربوكسيلية مما يدل على حدوث تفاعل الإرجاع و تشكل المركب (5) Di ester diol الذي يمتلك في بنيته على وظيفتين استيريتين بالإضافة إلى زمري هيدروكسيل في كلا الطرفين.



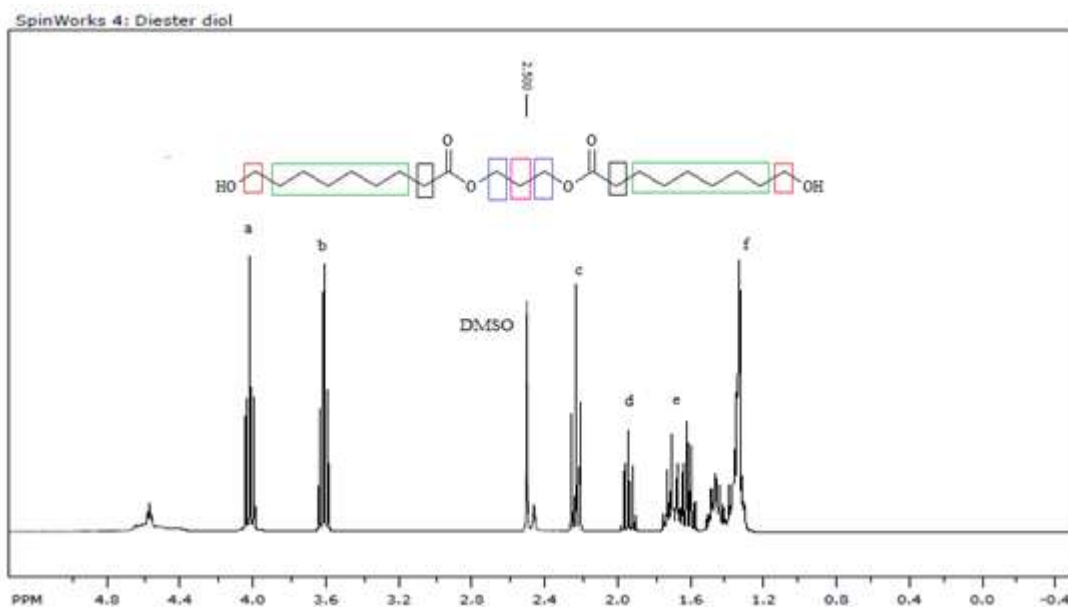
الشكل (8) طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب 4 Di ester diacid



الشكل (9) طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب Di ester diol

كما تم إجراء طيف الطنين النووي المغناطيسي البروتوني $^1\text{H-NMR}$ للتأكد من هوية **Di ester diol** حيث يوضح الشكل (10) الإشارات العائدة لبروتونات المركب (5) و ذلك باستخدام ثنائي ميثيل سلفو أوكسيد DMSO المذيب، حيث نلاحظ القمم الطنينية المميزة التالية:

الإشارة a ثلاثية تقع عند الانزياح الكيميائي (4.17-4.13ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة (CH_2OCOR) الإشارة b ثلاثية تقع في مجال الانزياح (3.65-3.62ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة ($t,4\text{H}, \text{CH}_2\text{OH}$)، والإشارة c ثلاثية أيضاً تقع في مجال الانزياح (2.28-2.32ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة ($t,4\text{H}, \text{CH}_2\text{COOR}$)، أما الإشارة d فهي متعددة تقع عند الانزياح الكيميائي (1.99-2.11ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة ($m,2\text{H}, \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCOR}$)، والإشارة e متعددة تقع عند الانزياح الكيميائي (1.58-1.66ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة ($m,8\text{H}, \text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOR}$) و الإشارة f متعددة تقع عند (1.22-1.46ppm) تعود إلى البروتونات ($m,16\text{H}, \text{CH}_2$).



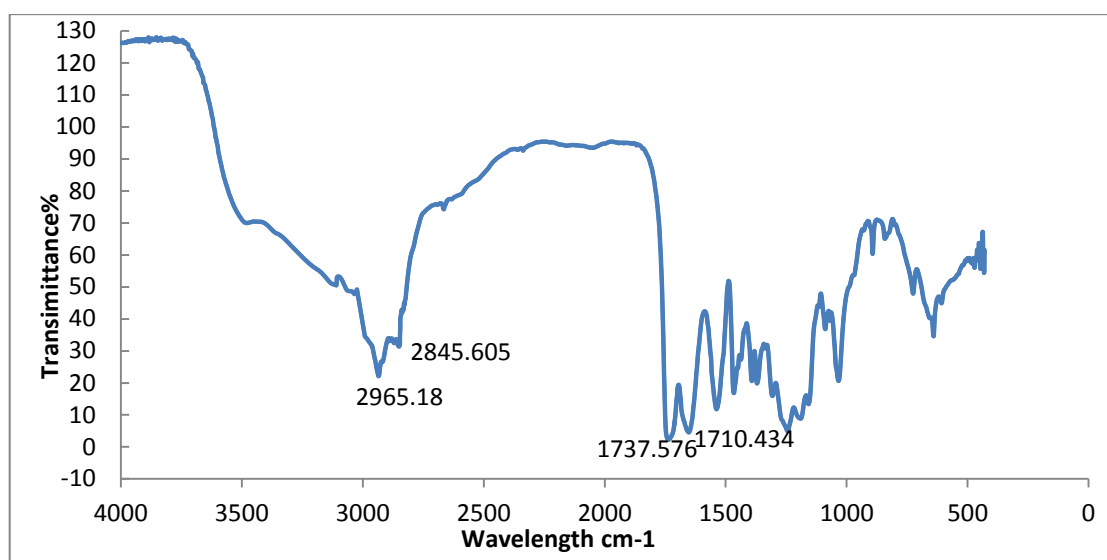
الشكل (10) طيف $^1\text{H-NMR}$ للمركب **Di ester diol**

يبين الشكل (11) و (12) طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب **Tetra ester Diacid** و **Tetra ester diol** على الترتيب باستخدام أقراص KBr حيث تظهر القمم المميزة للزمر الوظيفية في المركبين و يوضح الجدول (3) قيم امتصاص الزمر الوظيفية في المركبين و التي توافقت مع القيم الطيفية المرجعية.

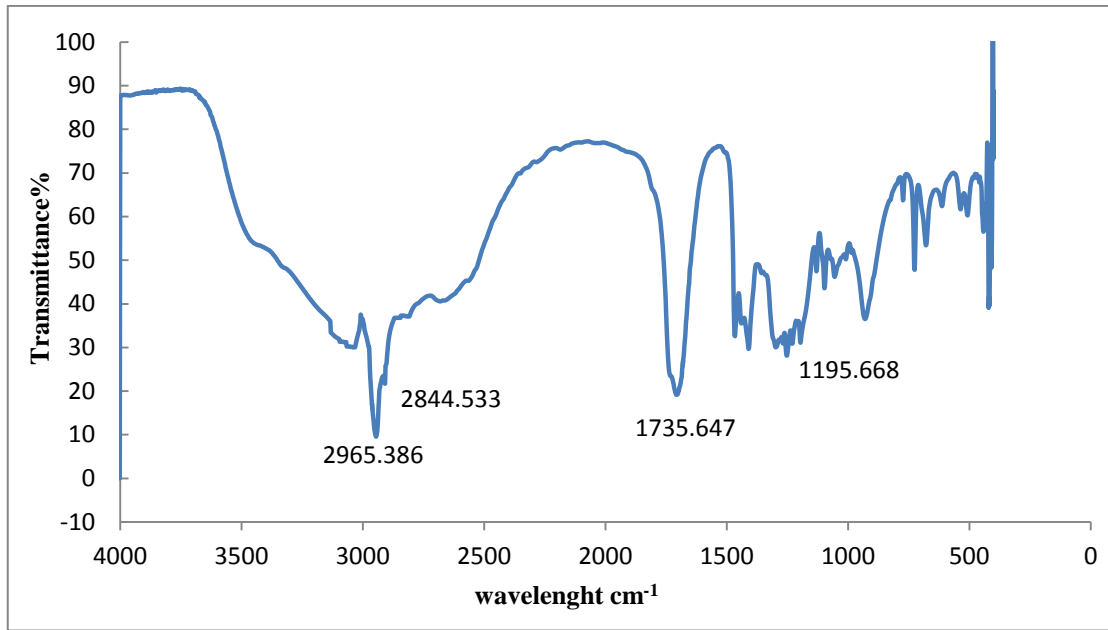
جدول (3) تفسير طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب (7) و (8)

-C-O	C=O ester	C=O carboxyl	C _{SP³} -H	O-H	الزمرة الوظيفية
1196.74	1737.57	1710.43	2845.60	2965.18	الامتطاط الموافق cm^{-1} Tetra ester diacid
1195.66	1735.64	-	2844.53	2965.38	الامتطاط الموافق cm^{-1} Tetra ester diol

و بالمقارنة بين طيفي المركبين نلاحظ في الشكل (11) ظهور عصابة امتصاص عند 1710.43cm^{-1} عائدة إلى امتطاط زمرة الكربونيل في الوظيفة الكربوكسيلية للمركب (7) و اختفائها في الشكل (12) الذي يمثل طيف IR للمركب (8) مما يدل على حدوث تفاعل الإرجاع و تشكل الديول المطلوب (8) الذي يحتوي في بنيته على أربع وظائف استيرية و زمرتي هيدروكسيل في كلا الطرفين.



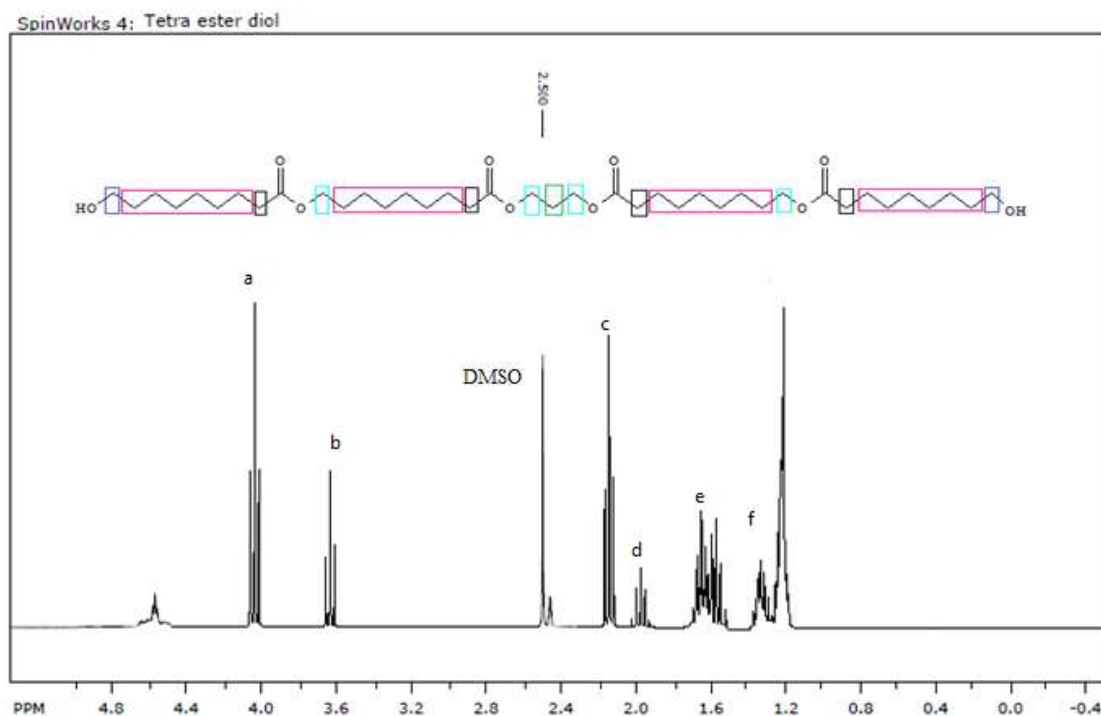
الشكل (11) طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب Tetra ester diacid



الشكل (12) طيف الأشعة تحت الحمراء للمركب Tetra ester diol

كما تم إجراء طيف الطنين النووي المغناطيسي البروتوني $^1\text{H NMR}$ للتأكد من هوية Tetra ester diol حيث يوضح الشكل (13) الإشارات العائدة لبروتونات المركب (8) و ذلك باستخدام ثنائي ميثيل سلفو أوكسيد DMSO المديتر، حيث نلاحظ القمم الطنينية المميزة التالية:

الإشارة a متعددة تقع عند الانزياح الكيميائي (4.03-4.17ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة (CH_2OCOR) الإشارة b ثلاثية تقع في مجال الانزياح (3.62-3.66ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة (m,8H, (t,4H, CH_2OH))، والإشارة c ثلاثية أيضاً تقع في مجال الانزياح (2.26-2.32ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة (t,8H, CH_2COOR)، أما الإشارة d فهي متعددة تقع عند الانزياح الكيميائي (1.94-1.99ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة (m,2H,ROCOCH₂CH₂CH₂OCOR)، والإشارة e متعددة تقع عند الانزياح الكيميائي (1.53-1.61ppm) تعود إلى بروتونات الزمرة (m,24H. $\text{CH}_2\text{CH}_2\text{COOR}$) & ($\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$)، والإشارة f متعددة تقع عند (1.21-1.32ppm) تعود إلى البروتونات (m,24H, CH_2).



الشكل (13) طيف $^1\text{H-NMR}$ للمركب Tetra ester diol

الاستنتاجات والتوصيات

الاستنتاجات:

1. تم تحضير ثلاثة حموض كربوكسيلية ثنائية الوظيفة انطلاقاً من حمض الأولئك حيث المركب (7) تم اصطناعه للمرة الأولى.
2. تم اصطناع ثلاثة ديولات خطية و هي 1.9-nonane diol و Diester diol و Tetra ester diol تختلف عن بعضها البعض بطول السلسلة الألكيلية و بعدد الزمر الاستيرية و هي على الترتيب 0،2،4.
3. توافقت عصابات امتصاص الزمر الوظيفية الموجودة في الحموض الكربوكسيلية و الديولات الثلاث مع عصابات امتصاصها المرجعية في مطيافية الأشعة ما تحت الحمراء.

التوصيات:

- اصطناع ديولات جديدة انطلاقاً من حموض دسمة اخرى مشابهة لحمض الأولئك
- استخدام الديولات المصطنعة في اصطناع بوليميرات جديدة من خلال تكاثفها مع مركبات اخرى كالحموض الأمينية أو الأيزو سيانات.

المراجع العلمية:

- [1] Metzger, J. O., Bornscheuer, U., Lipids as renewable resources: current state of chemical and biotechnological conversion and diversification, *Applied Microbiology and Biotechnology*. 2006, 71, 13-22
- [2] Miao, S. D., Wang, P., Su, Z. G., Zhang, S. P., Vegetable-oil-based polymers as future polymeric biomaterials, *Acta Biomaterialia*. 2014, 10, 1692-1704.
- [3] Alagi, P., Hong, S. C., Vegetable oil-based polyols for sustainable polyurethanes, *Macromolecular Research*. 2015, 23, 1079-1086.
- [4] de Espinosa, L. M., Ronda, J. C., Galia, M., Cadiz, V., A new route to acrylate oils: crosslinking and properties of acrylate triglycerides from high oleic sunflower oil, *Journal of Polymer Science Part a-Polymer Chemistry*. 2009, 47, 1159-1167.
- [5] Montero De Espinosa, L., Ronda, J. C., Galia, M., Cadiz, V., A straightforward strategy for the efficient synthesis of acrylate and phosphine oxide-containing vegetable oils and their crosslinked materials, *Journal of Polymer Science Part a-Polymer Chemistry*. 2009, 47, 4051-4063.
- [6] ياسر موسى. "طريقة عزل حمض الأولئيك (oleic acid) من بعض الزيوت النباتية". مجلة جامعة تشرين للبحوث والدراسات العلمية - سلسلة العلوم الأساسية، المجلد 39. العدد (6)، (2017): 9-16.
- [7] Zieleniewska, M., Leszczynski, M. K., Kuranska, M., Prociak, A., Szczepkowski, L., Krzyowska, M., Ryszkowska, J., Preparation and characterisation of rigid polyurethane foams using a rapeseed oil-based polyol, *Industrial Crops and Products*. 2015, 74, 887-897.
- [8] Pietrzak, K., Kirpluks, M., Cabulis, U., Ryszkowska, J., Effect of the addition of tall oil-based polyols on the thermal and mechanical properties of ureaurethane elastomers, *Polymer Degradation and Stability*. 2014, 108, 201-211.
- [9] Rouilly, A., Rigal, L., Agro-materials: A bibliographic review, *Journal of Macromolecular Science-Polymer Reviews*. 2002, C42, 441-479.
- [10] Lligadas, G., Ronda, J. C., Galia, M., Cadiz, V., Plant oils as platform chemicals for polyurethane synthesis: Current state-of-the-art, *Biomacromolecules*. 2010, 11, 2825-2835.
- [11] Hojabri L, Kong XH, Narine SS. *Biomacromolecules* 2010;11(4):911e8
- [12] W. L. F. Armarego, Christina Chai, Christina Li Lin Chai Purification of Laboratory Chemicals, 4th Ed 2009.