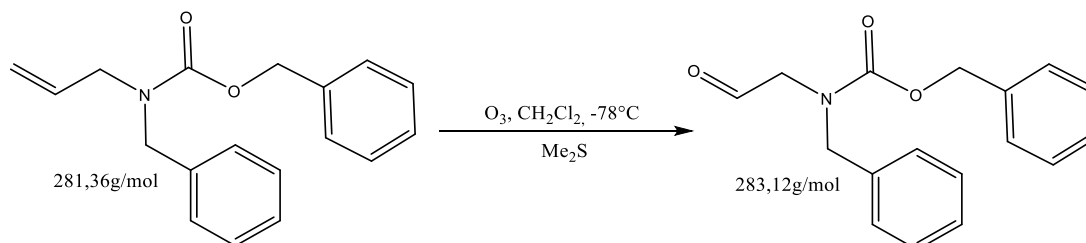


16.8.2021.

Ekspiriment 91

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



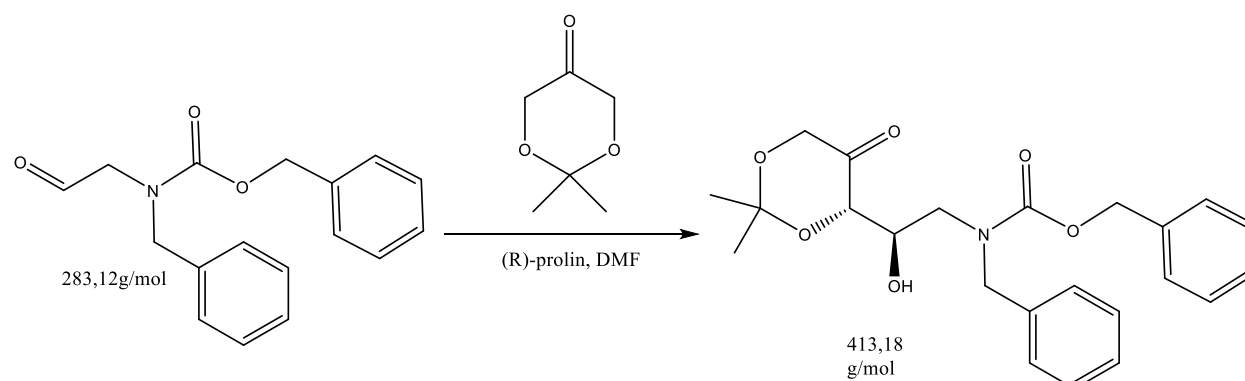
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
alil-benzil-cbz amid	281,36	1,00	3,554	1,0000		1,0336g
Dimetil-sulfid	62,13	28,10	99,867	6,2047	7,334	8ml
Metilen-hlorid					33,341	33ml

U rastvor 1,0336g polaznog amida u 33ml metilen-hlorida u troglom balonu od 50ml uvođen je na $-78^\circ C$ ozon do nestanka polaznog jedinjenja i pojave plave boje u rastvoru, oko 1,5h, nakon čega je višak ozona uklonjen uvođenjem argona, u reakcionu smešu dodato 8ml dimetil-sulfida i reakciona smeša ostavljena da se meša u toku noći postepeno se zagrevajući do sobne temperature. Sutradan je reakciona smeša koncentrovana pod vakuumom, ostatak nakon uparavanja je rastvoren u etil-acetatu, rastvor je ispran vodom i zasićenim vodenim rastvorima prvo natrijum-hidrogenkarbonata a potom natrijum-hlorida, osušen iznad magnezijum-sulfata i upraren. Dobijeno je 0,9514g sirovog proizvoda u vidu žute uljaste supstance koja je potom prečišćena Dry-Flash hromatografijom (PE:EA 4:1), pri čemu je dobijeno 0,4249g potpuno čistog i 0,3202g željenog proizvoda koji sadrži tragove nečistoća (TLC), ukupno 0,7451g (72%) željenog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance.

Eksperiment 91b i 91c: (17.8.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aldehyd	283,12	1,00	1,501	0,4249		0,4249g
Dioksanon (69,27%)	130,14	1,98	2,969	0,5579		0,5860g
Prolin	115,13	0,37	1,109	0,1276		0,1300g
DMF					6,828	7ml

Rastvor 0,4249g polaznog aldehyda (čista frakcija iz prethodne faze), 0,5860g 69,27% dioksanona, i 0,1300g (R)-prolina u 7ml dimetilformamida je mešan na sobnoj temperaturi u toku noći, a zatim je, s obzirom da je TLC hromatografijom utvrđeno da je sastav reakcione smeše sa čistim i onečišćenim polaznim jedinjenjem isti, reakcione smeše su spojene i zajedno obrađene.

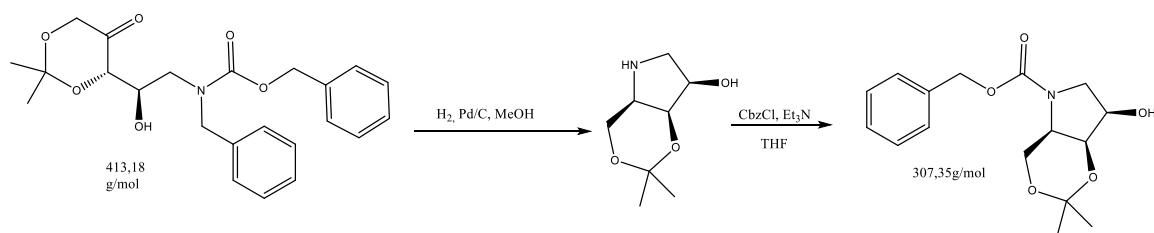
	M (g/mol)	Eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aldehyd	283,12	1,00	1,131	0,3202		0,3202g
Dioksanon (69,27%)	130,14	1,98	2,238	0,4204		0,4516g
Prolin	115,13	0,37	0,836	0,0962		0,1019g
DMF					5,145	5ml

Rastvor 0,3202g polaznog aldehyda (nečista frakcija iz eksperimenta 91a), 0,4516g 69,27% dioksanona, i 0,1019g (R)-prolina u 5ml dimetilformamida je mešan na sobnoj temperaturi u toku noći, a zatim je, nakon što je utvrđeno TLC hromatografijom da je sastav reakcionih smeša u reakciji sa čistom i nečistom frakcijom polaznog materijala, reakciona smeša spojena sa reakcionom smešom sa čistim polaznom materijalom, nakon čega su one razblažene vodom i estrahovane etil-acetatom. Spojeni organski slojevi su potom isprani vodom i zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida, sušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Nakon uparavanja na vakuum uparivaču vršeno je uparavanje na 0,5mmHg, uz grejanje sirovog proizvoda fenom kako bi bilo uklonjeno što više zaostalog dimetilformamida. Dobijeno je 1,3884g sirovog proizvoda u vidu žuto-narandžaste uljaste supstance, koja je potom prečišćena prvo Dry-Flash hromatografijom sa eluentom petrol-etar:etil-acetat 3:1, a potom je materijal dodatno prečišćen Dry-flash hromatografijom sa eluentom toluen:etil-acetat 4:1, čime je dobijeno 0,5105g (47%) prečišćenog proizvoda u vidu svetlo žute uljasto-smolaste supstance, kao i 0,0952g proizvoda koji i dalje sadrži nečistoće.

Eksperiment 91d: (23.8.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



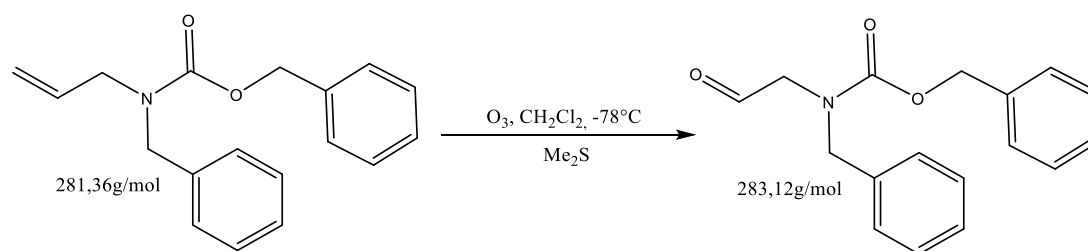
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aldol	413,47	1,00	1,235	0,5105		0,5105g
10% Pd/C	106,42	0,09	0,112	0,1194		0,1263g
Metanol					84,182	83ml
Trietilamin	101,19	3,27	4,041	0,4089	0,563	0,57ml
Benzil-hloroformijat (97%)	170,6	1,91	2,357	0,4146	0,345	0,35ml
THF					28,061	28ml

Suspenzija 0,5105g polaznog aldola i 0,1263g 10% paladijuma na aktivnom uglju u 83ml metanola mućkana je 3h u atmosferi vodonika, pri pritisku od 4 bara, pri čemu je došlo do utroška polaznog materijala (TLC). Suspenzija je profiltrirana crvenom trakom, uz ispiranje sudova i filter-papira viškom metanola. Nakon uparavanja rastvarača, sirovi proizvod je rastvoren u 28ml suvog tetrahidrofurana, i dodato je 0,57ml trietilamina, a potom je reakciona smesa ohlađena na 0°C i ukapano je 0,35ml benzil-hloroformijata, reakciona smeša mešana u toku noći i razblažena etil-acetatom, isprana vodom i zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida, osušena iznad magnezijum-sulfata i uparena. Dobijeno je 0,4349g sirovog proizvoda u vidu narandžaste uljaste supstance koja je potom prečišćena Dry-Flash hromatografijom, uz upotrebu smeše petrol-etar:etil-acetat 1:1 kao mobilne faze, čime je dobijeno 0,2274g smeše epimera u vidu bezbojne uljaste supstance koja je potom razdvojena Dry-Flash hromatografijom sa eluentom dihlormetan:metanol 100:1,5 nakon čega je dobijeno 0,1805g (48%) željenog proizvoda u vidu bele, kristalne supstance. U toku navedenog eksperimenta je primećeno da bi etanol potencijalno mogao da bude dobar rastvarač za rekristalizaciju željenog proizvoda.

Eksperiment 91e (4.10.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



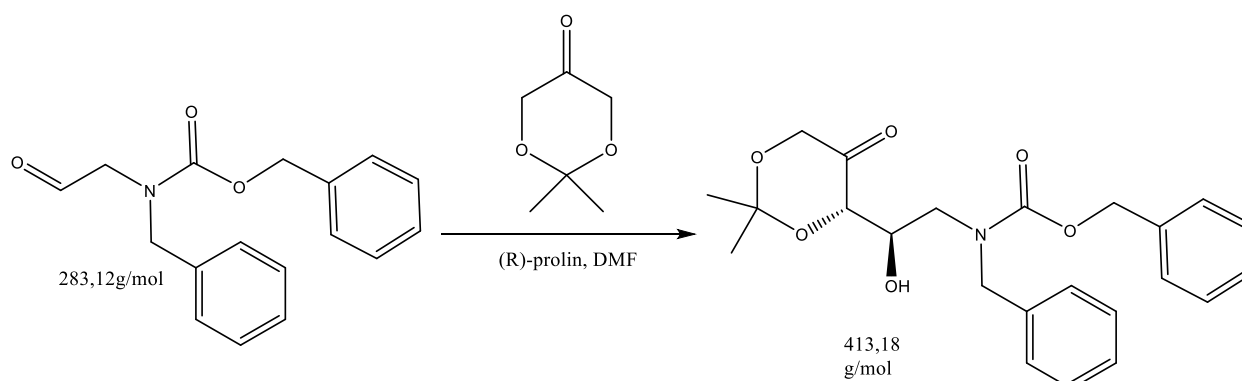
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
alil-benzil-cbz amid	281,36	1,00	16,022	4,5079		4,5079g
Dimetil-sulfid	62,13	28,10	450,189	27,9703	33,062	40ml
Metilen-hlorid					150,299	155ml

U rastvor 4,5079g polaznog amida u 155ml metilen-hlorida u troglom balonu od 250ml uvođen je na $-78^\circ C$ ozon do nestanka polaznog jedinjenja i pojave plave boje u rastvoru, oko 2,5h, nakon čega je višak ozona uklonjen uvođenjem argona u toku 15-tak minuta, u reakcionu smešu dodato 40ml dimetil-sulfida i reakciona smeša ostavljena da se meša u toku noći postepeno se zagrevajući do sobne temperature. Sutradan je reakciona smeša koncentrovana pod vakuumom, ostatak nakon uparavanja je rastvoren u etil-acetatu, rastvor je ispran vodom i zasićenim vodenim rastvorima prvo natrijum-hidrogenkarbonata a potom natrijum-hlorida, osušen iznad magnezijum-sulfata i uparen. Dobijeno je 5,3435g sirovog proizvoda u vidu žute uljaste supstance koja je potom prečišćena Dry-Flash hromatografijom (PE:EA 4:1), pri čemu je dobijeno 2,7323g čistog željenog proizvoda, kao i 0,8460g željenog proizvoda koji je sadržao i tragove nečistoća (TLC), ukupno 3,5783g (78%) željenog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance.

Eksperiment 91f (5.10.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
aldehyd	283,12	1,00	9,651	2,7323		2,7323g
Dioksanon (40,18%)	130,14	1,98	19,094	6,1845		6,2805g
Prolin	115,13	0,37	7,130	0,8208		0,8249g
DMF					43,904	44ml

Rastvor 2,7323g polaznog aldehyda (čista frakcija iz eksperimenta 91e), 6,2805g 40,18% dioksanona, i 0,8249g (R)-prolina u 44ml dimetilformamida je mešan na sobnoj temperaturi u toku noći, a zatim je, s obzirom da je TLC hromatografijom utvrđeno da je sastav reakcionih smeša sa čistim i onečišćenim polaznim jedinjenjem isti, reakcione smeše su spojene i zajedno obrađene.

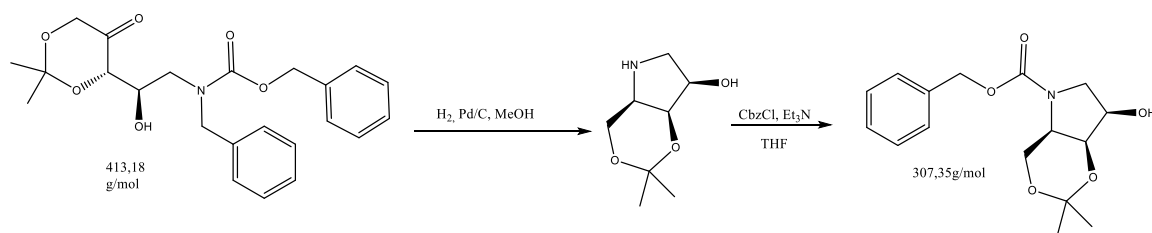
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
aldehyd	283,12	1,00	2,988	0,8460		0,8460g
Dioksanon (40,18%)	130,14	1,98	5,912	1,9149		0,9528g
Prolin	115,13	0,37	2,208	0,2542		0,2604g
DMF					13,594	14ml

Rastvor 0,8460g polaznog aldehyda (nečista frakcija iz eksperimenta 91e), 0,9528g 40,18% dioksanona, i 0,2604g (R)-prolina u 14ml dimetilformamida je mešan na sobnoj temperaturi u toku noći, a zatim je, nakon što je utvrđeno TLC hromatografijom da je sastav reakcionih smeša u reakciji sa čistom i nečistom frakcijom polaznog materijala isti, reakciona smeša spojena sa reakcionom smešom sa čistim polaznom materijalom, nakon čega su one razblažene vodom i estrahovane etil-acetatom. Spojeni organski slojevi su potom isprani vodom i zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida, sušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Nakon uparavanja na vakuum uparivaču vršeno je uparavanje na 0,5mmHg, uz grejanje sirovog proizvoda fenom kako bi bilo uklonjeno što više zaostalog dimetilformamida. Dobijeni sirovi proizvod u vidu žuto-narandžaste uljaste supstance je potom prečišćen prvo Dry-Flash hromatografijom sa eluentom petrol-etar:etil-acetat 3:1, a potom i Dry-flash hromatografijom sa eluentom toluen:etil-acetat 4:1, čime je dobijeno 3,0097g (58%) prečišćenog proizvoda u vidu svetlo žute uljasto-smolaste supstance.

Eksperiment 91g (7.10.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



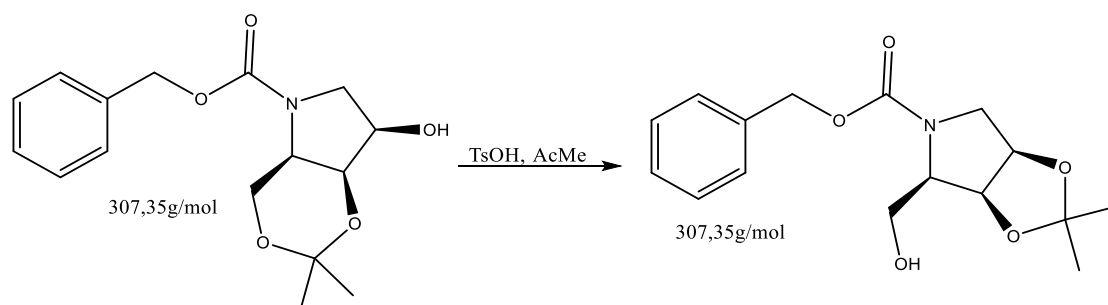
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aldol	413,47	1,00	1,451	0,6000		0,6142g
10% Pd/C	106,42	0,09	0,132	0,1404		0,1410g
Metanol					98,941	100ml
Trietilamin	101,19	3,27	4,749	0,4806	0,662	0,67ml
Benzil-hloroformijat (97%)	170,6	1,91	2,770	0,4872	0,406	0,42ml
THF					32,980	33ml

Suspenzija 0,6142g polaznog aldola i 0,1410g 10% paladijuma na aktivnom uglju u 100ml metanola mućkana je 3h u atmosferi vodonika, pri pritisku od 4 bara, pri čemu je došlo do utroška polaznog materijala (TLC). Suspenzija je profiltrirana kroz sloj celita i uparena, nakon čega je sirovi proizvod rastvoren u 33ml suvog tetrahidrofurana, i dodato je 0,67ml trietilamina, a potom je reakciona smesa ohlađena na 0°C i ukapano je 0,42ml benzil-hloroformijata. Reakciona smeša je potom mešana u toku noći na sobnoj temperaturi, a potom je razblažena etil-acetatom, isprana vodom i zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida, osušena iznad magnezijum-sulfata i uparena. Dobijeno je 0,5434g sirovog proizvoda u vidu narandžaste uljaste supstance iz koje je potom na višem vakuumu uparavan benzil-alkohol u toku 2h, nakon čega je preostalo sirovog 0,4331g proizvoda u vidu narandžaste kristalne supstance koja je potom prečišćena Dry-Flash hromatografijom (SiO₂, DCM:MeOH 100:1,5) čime je dobijeno 0,2610g (57%) željenog proizvoda u vidu žuto-narandžaste, kristalne supstance.

Eksperiment 91h (8.10.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



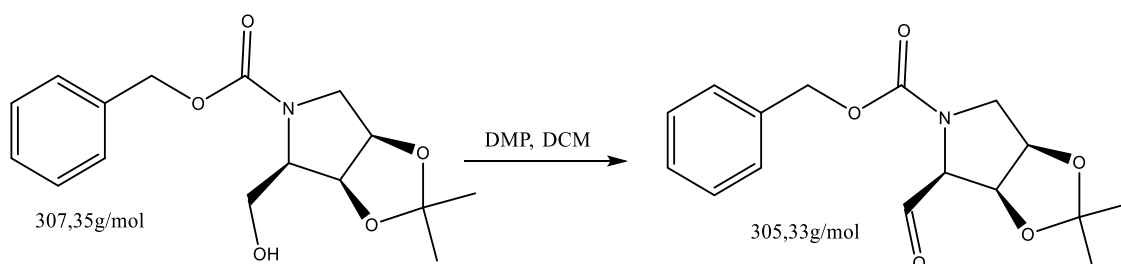
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	307,35	1,000	1,436	0,4415		0,4415g
Tozilna kiselina monohidrat	190,22	0,103	0,149	0,0283		0,0294g
Trietilamin	101,19	6,388	0,949	0,0960	0,132	0,14ml
Aceton					23,841	24ml

U okruglom balonu od 50ml odmereno je 0,4415g polaznog alkohola, koji je potom rastvoren u 24ml acetona i dodato je 0,0294g monohidrata paratoluensulfonske kiseline. Reakciona smeša je mešana u toku 3 dana, a potom je dodato 0,14ml trietilamina i reakciona smeša uparena. Pokušano je prečišćavanje reakcione smeše Dry-Flash hromatografijom eluentom toluen:metanol 95:5 na silikagelu, što se pokazalo kao nedovoljno efikasno (eluiranje započelo u 5. frakciji, odvojeno 0,0293g čistog jedinjenja), kao i flash hromatografijom sa istim eluentom, pri čemu uopšte nije došlo do odvajanja željenog jedinjenja. Konačno, ostatak je uspešno prečišćen Dry-Flash hromatografijom sa smešom toluen:etil-acetat 4:1 kao mobilnom fazom, pri čemu je dobijeno 0,2484g željenog jedinjenja, što sa 0,0293g prethodno odvojenog proizvoda ukupno čini 0,2777g (63%) u vidu providno žućkaste uljaste supstance. Takođe, izolovano je i 0,0574g smeše polaznog jedinjenja i željenog proizvoda, kao i 0,0969g polaznog jedinjenja, ukupno 0,1543g.

Eksperiment 91i: (27.10.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	307,35	1,000	0,104	0,0319		0,0319g
DMP	424,14	1,449	0,150	0,0638		0,0708g + 0,0970g
Dihlormetan					2,141	2,2ml

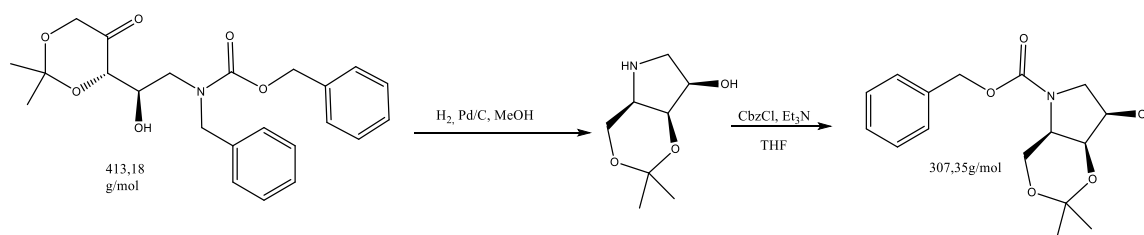
U kruškastom balonu od 10ml odmereno je 0,0319g alkohola iz eksperimenta 91h, koji je potom rastvoren sa 2,2ml suvog dihlormetana. Dobijenom rastvoru je dodato 0,0708g Des-Martinovog perjodana, i reakciona smeša je zatim mešana 20-tak minuta na sobnoj temperaturi. TLC hromatografijom (PE:EA 1:1, CAN) je utvrđeno da je oko polovina supstance izreagovala, te je reakcionoj smeši dodato još 0,0970g perjodana i reakciona smeša mešana još 30-tak minuta, nakon čega je utvrđeno da je reakcija završena. Reakciona smeša je potom rastvorena većom količinom dihlormetana, isprana 5%-tnim rastvorom natrijum-tiosulfata i zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hidrogenkarbonata, osušena magnezijum-sulfatom i uparena. Dobijeno je 0,0604g sirovog proizvoda u vidu bele čvrste supstance, koja je potom prečišćena Dry-Flash hromatografijom (4,5g SiO₂, PE:EA 2:1, uzorak nanet na celitu) čime je dobijeno 0,0234g (74%) željenog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance čiji je identitet potvrđen NMR spektroskopijom.

Oznaka NMR spektra: MPPR091i_7072_20211028_01 (¹H i ¹³C)

Eksperiment 91j: (28.10.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



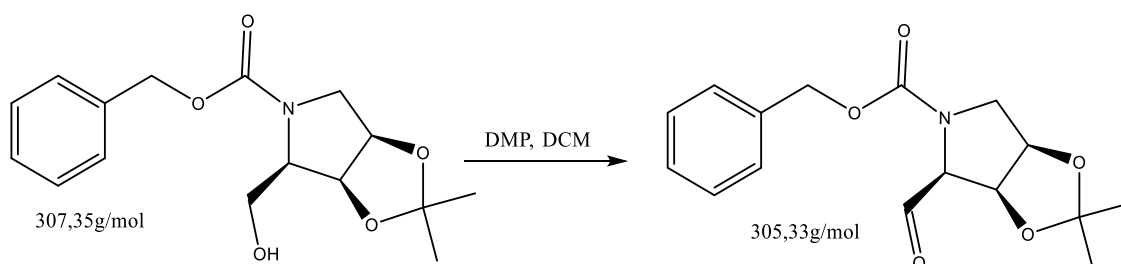
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aldol	413,47	1,00	2,902	1,2000		1,2280g
10% Pd/C	106,42	0,09	0,264	0,2808		0,2870g
Metanol					197,882	200ml
Trietilamin	101,19	3,27	9,498	0,9611	1,324	1,4ml
Benzil-hloroformijat (97%)	170,6	1,91	5,541	0,9745	0,812	0,82ml
THF					65,961	67ml

Suspencija 1,2280g polaznog aldola i 0,2870g 10% paladijuma na aktivnom uglju u 200ml metanola mućkana je 3h u atmosferi vodonika, pri pritisku od 4 bara, pri čemu je došlo do utroška polaznog materijala (TLC). Suspencija je profiltrirana kroz sloj celita i uparena, nakon čega je sirovi proizvod rastvoren u 67ml suvog tetrahidrofurana, i dodato je 1,4ml trietilamina, a potom je reakciona smesa ohlađena na 0°C i ukapano je 0,82ml benzil-hloroformijata. Reakciona smeša je potom mešana u toku noći na sobnoj temperaturi, a potom je razblažena etil-acetatom, isprana vodom i zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida, osušena iznad magnezijum-sulfata i uparena. Dobijeno je 1,0543g sirovog proizvoda u vidu narandžaste uljaste supstance iz koje je potom na višem vakuumu uparavan benzil-alkohol u toku 2h, nakon čega je preostalo sirovog 0,9233g proizvoda u vidu narandžaste kristalne supstance koja je potom prečišćena Dry-Flash hromatografijom (30g SiO₂, DCM:MeOH 100:1,5) čime je dobijeno 0,5568g (61%) željenog proizvoda u vidu žuto-narandžaste, kristalne supstance.

Eksperiment 91k: (28.10.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



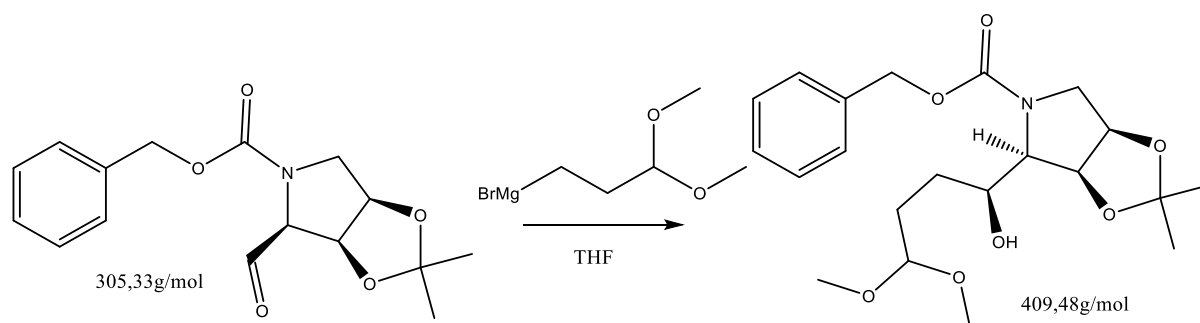
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	307,35	1,000	0,347	0,1065		0,1065g
DMP	424,14	2,899	1,004	0,4260		0,4317g
Dihlormetan					7,147	7,5ml

U kruškastom balonu od 10ml odmereno je 0,1065g alkohola iz eksperimenta 91h, koji je potom rastvoren sa 7,5ml suvog dihlormetana. Dobijenom rastvoru je dodato 0,4317g Des-Martinovog perjodana, i reakciona smeša je zatim mešana oko 1h na sobnoj temperaturi nakon čega je utvrđeno da je reakcija završena. Reakciona smeša je potom rastvorena većom količinom dihlormetana, isprana 5%-tnim rastvorom natrijum-tiosulfata i zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hidrogenkarbonata, osušena magnezijum-sulfatom i uparena. Dobijeno je 0,2480g sirovog proizvoda u vidu bele čvrste supstance, koja je potom prečišćena Dry-Flash hromatografijom (8g SiO₂, PE:EA 2:1, uzorak nanet na celitu) čime je dobijeno 0,0872g (82%) željenog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance.

Eksperiment 91l (29.10.2021):

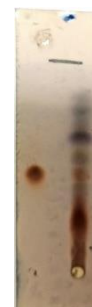
Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aldehyd	305,33	1,00	0,362	0,1106		0,1106g
Magnezijum	24,305	4,86	1,759	0,0427		0,0615g
THF					0,735	0,74ml
3-brom-1,1-dimetoksiopropan	183,04	3,01	1,090	0,2217	0,165	0,17ml
THF					0,735	0,74ml
THF					0,735	0,74ml

U suvi dvogrlji balon od 10ml odmereno je 0,0615g opiljaka magnezijuma, a potom je u atmosferi argona dodato 0,74ml suvog tetrahidrofurana, kristal joda i kap metilen-bromida. U dati rastvor je u toku 1h na 65°C ukapavano 0,17ml 3-brom-1,1-dimetoksiopropana (komercijalni 90% tehnički Sigma-Aldrich, bez daljeg prečišćavanja) u 0,74ml tetrahidrofurana, a zatim je dobijena smeša mešana 30min na istoj temperaturi. Potom je na sobnoj temperaturi ukapano 0,1106g polaznog aldehyda u 0,74ml tetrahidrofurana, i dobijena smeša mešana narednih 2h uz praćenje toka reakcije TLC hromatografijom. Nakon 1h delovalo je kao da je reakcija skoro završena, uz prisustvo malih količina polaznog jedinjenja, a slika nakon 2h je delovala gotovo identično. Reakcija je prekinuta dodatkom zasićenog vodenog rastvora amonijum-hlorida na 0°C, i iz vodenog sloja je vršena ekstrakcija etil-acetatom. Kombinovani organski slojevi su potom isprani zasićenim rastvorom natrijum-hlorida, osušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Dobijeno je 0,1577g sirove supstance koja je prečišćena gravitacionom hromatografijom (SiO₂, PE:EA 1:1), pri čemu je dobijeno 0,0720g proizvoda koji je u toku hromatografije kontaminiran jednom frakcijom materijala iz eksperimenta 91m1, a TLC hromatografijom je takođe utvrđeno da sadrži i polazni aldehyd, kao i tragove drugih nečistoća. NMR hromatografijom nije bilo moguće definitivno potvrditi da dobijena smeša sadrži željeni proizvod. Iz rezultata kasnijih eksperimenata je utvrđeno da ova reakciona smeša sadrži samo tragove željenog proizvoda.



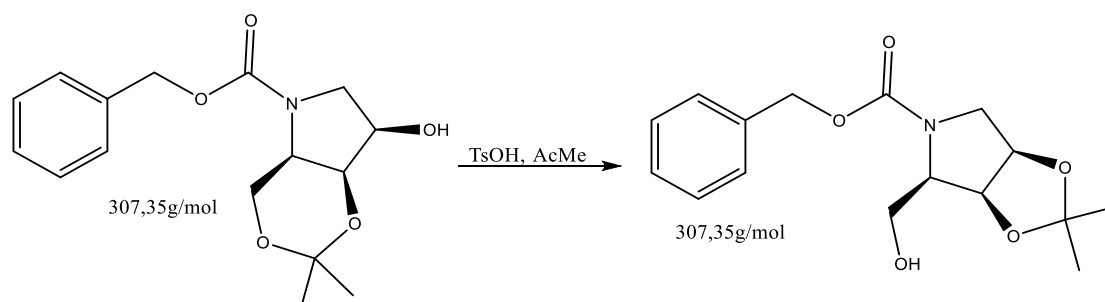
TLC pločica nakon 2h od početka reakcije (PE:EA 1:1, PAA)

Oznaka NMR spektra: MPPR091L_7140_20211102_01 (¹H, ¹³C)

Eksperiment 91m1 i 91m2 (29.10.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	307,35	1,000	1,812	0,5568		0,5568g
Tozilna kiselina monohidrat	190,22	0,103	0,187	0,0356		0,0388g
Trietilamin	101,19	6,388	1,197	0,1211	0,167	0,17ml
Aceton					30,067	30ml

U okruglom balonu od 100ml odmereno je 0,5568g polaznog alkohola, koji je potom rastvoren u 30ml acetona i dodato je 0,0388g monohidrata paratoluensulfonske kiseline. Reakciona smeša je mešana u toku 3 dana, zatim je dodato 0,17ml trietilamina i reakciona smeša uparena, a potom je sirovi proizvod prečišćen Dry-Flash hromatografijom sa smešom toluen:etil-acetat 4:1 kao mobilnom fazom, pri čemu je dobijeno 0,3784g (68%) željenog proizvoda u vidu providno žućkaste uljaste supstance.

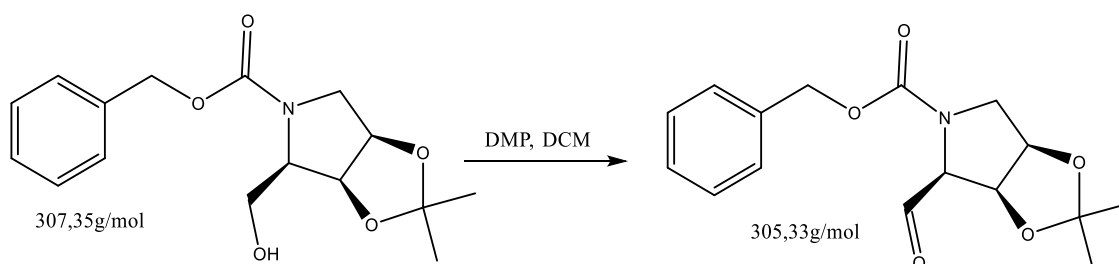
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	307,35	1,000	0,490	0,1506		0,1506g
Tozilna kiselina monohidrat	190,22	0,103	0,051	0,0096		0,0110g
Trietilamin	101,19	6,388	0,324	0,0328	0,045	0,05ml
Aceton					8,132	9ml

U okruglom balonu od 100ml odmereno je 0,1506g smeše proizvoda i polaznog jedinjenja iz eksperimenta 91h zaostalih nakon prečišćavanja, koja je potom rastvorena u 9ml acetona i dodato je 0,0110g monohidrata paratoluensulfonske kiseline. Reakciona smeša je mešana u toku 3 dana, a potom je dodato 0,05ml trietilamina i reakciona smeša uparena, a zatim je sirovi proizvod spojen sa ostatkom nakon prečišćavanja u fazi 91m1, i dobijena smeša prečišćena Dry-Flash hromatografijom sa smešom toluen:etil-acetat 4:1 kao mobilnom fazom, pri čemu je dobijeno 0,0720g željenog proizvoda u vidu providno žućkaste uljaste supstance.

Eksperiment 91n (5.11.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



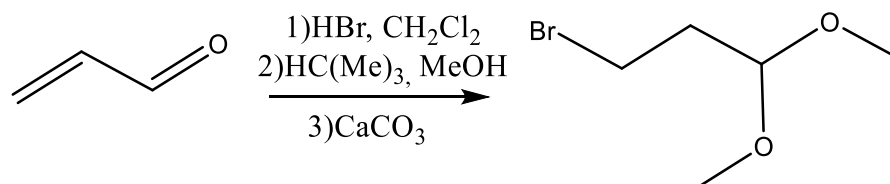
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	307,35	1,000	1,173	0,3605		0,3605g
DMP	424,14	2,899	3,400	1,4420		1,4706g
Dihlormetan					24,192	24ml

U kruškastom balonu od 10ml odmereno je 0,3605g polaznog alkohola koji je potom rastvoren sa 24ml suvog dihlormetana. Dobijenom rastvoru je dodato 1,4706g Des-Martinovog perjodana, i reakciona smeša je zatim mešana oko 30 minuta na sobnoj temperaturi nakon čega je utvrđeno da je reakcija završena. Reakciona smeša je potom rastvorena većom količinom dihlormetana, isprana 5%-tnim rastvorom natrijum-tiosulfata i zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hidrogenkarbonata, osušena magnezijum-sulfatom i uparena. Dobijeno je 0,6691g sirovog proizvoda u vidu bele čvrste supstance, koja je potom prečišćena Dry-Flash hromatografijom (25g SiO₂, PE:EA 2:1, uzorak nanet na celitu) čime je dobijeno 0,3268g (91%) željenog proizvoda u vidu providno žute uljaste supstance.

Eksperiment 91o (8.11.2021.)

Literatura:

- A. SPIROANNELATION OF ENOL SILANES: 2-OXO-5-METHOXYSPIRO[5.4]DECANE. *Org. Synth.* **72**, 189 (1995). doi: 10.15227/orgsyn.072.0189



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Akrolein	56,064	1,000	258,918	14,5160	17,302	14,5160g
HBr	80,91	1,000	258,918	20,9491		23,82g
Trimetil-ortoformat	106,12	1,998	517,288	54,8946	56,592	57ml
CaCO ₃	100,08	0,294	76,006	7,6066		7,64g
Metilen-hlorid					316,943	225ml
Metanol					63,389	64ml

U 225ml suvog dihlormetana na 0°C uvedeno je u toku 4h 23,82g bromovodonika dobijenog u reakciji 17ml broma sa tetrahidronaftalenom, uz mešanje, potom je u dobijeni rastvor dodato 14,5160g sveže destilovanog akroleina na istoj temperaturi, a zatim je nakon 5 minuta dodat rastvor 57ml trimetil-ortoformata u 64ml metanola. Reakciona smeša je mešana 15-tak minuta, dodato je 7,64g kalcijum-karbonata, nakon čega je reakciona smeša mešana još 1,5h na istoj temperaturi. Reakciona smeša je profiltrirana kroz celit (filtriranje kvalitativnim filter papirom i crvenom trakom nije bilo u potpunosti uspešno) čime je došlo do obezbojavanja reakcione smeše iz narandžaste suspenzije u bezbojan bistri filtrat. Reakciona smeša je potom uparavana uz mešanje na 30-45°C i pri vakumu od 80-120mmHg dok nije krenulo sa kondenzacijom kapi na balonu (najverovatnije trimetil-ortoformat). Tom prilikom je došlo do pojave amorfnog smolastog žućkastog taloga. Sirovi proizvod je potom profiltriran kroz Pasterovu pipetu sa vatom, a potom je predestilovan. U dve destilacije dobijeno je 17,9109g i 14,7114g željenog proizvoda (Tk=83°C na 49mbar), ukupno 32,6223g (69%) željenog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance čiji je identitet potvrđen NMR spektroskopijom.

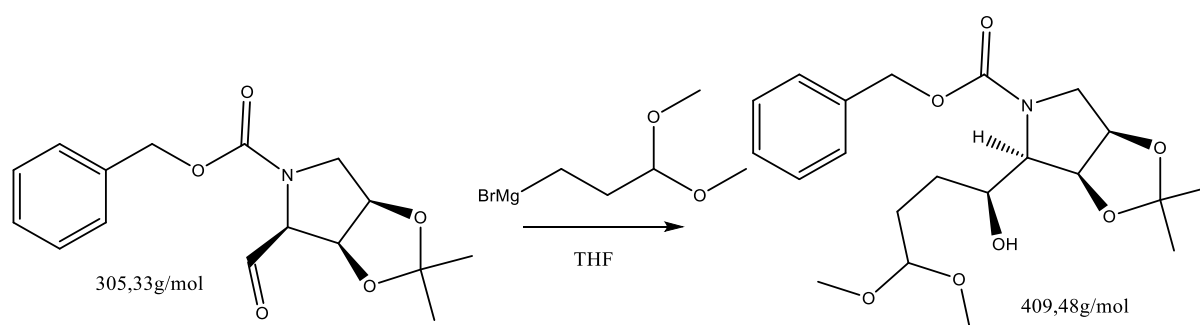
Oznake NMR spektara:

- Prva destilacija: MPPR091o (¹H)
- Druga destilacija: MPPR091o2_7390_20211117_01

Eksperiment 91p (10.11.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aldehyd	305,33	1,00	0,362	0,1106		0,1113g
Magnezijum	24,305	4,86	1,759	0,0427		0,0550g
THF					0,735	0,75ml
3-brom-1,1-dimetoksipropan	183,04	3,01	1,090	0,2217	0,165	0,170ml
THF					0,735	0,75ml
THF					0,735	0,75ml

U suvi dvogrlji balon od 10ml odmereno je 0,0550g opiljaka magnezijuma, a potom je u atmosferi argona dodato 0,75ml suvog tetrahidrofurana, kristal joda i kap metilen-bromida. U dati rastvor je u toku 1h na 65°C ukapavano 0,17ml 3-brom-1,1-dimetoksipropana (proizvod 91o iz prve destilacije) u 0,75ml tetrahidrofurana, a zatim je dobijena smeša mešana 30min na istoj temperaturi. Potom je na sobnoj temperaturi ukapano 0,1113g polaznog aldehyda u 0,75ml tetrahidrofurana, i dobijena smeša mešana narednih 2h uz praćenje toka reakcije TLC hromatografijom. Nakon 1h delovalo je kao da je reakcija skoro završena, uz prisustvo malih količina polaznog jedinjenja, a nakon 2h delovalo je da je reakcija tek neznatno napredovala (PE:EA 1:1, PAA). Reakcija je prekinuta dodatkom zasićenog vodenog rastvora amonijum-hlorida na 0°C, i iz vodenog sloja je vršena ekstrakcija etil-acetatom. Kombinovani organski slojevi su potom isprani zasićenim rastvorom natrijum-hlorida, osušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Dobijeno je 0,1187g sirove supstance koja je prečišćena gravitacionom hromatografijom (SiO₂, PE:EA 1:1), pri čemu je dobijeno 0,0699g prečišćenog proizvoda za koji je NMR spektroskopijom utvrđeno da sadrži smešu proizvoda od kojih bi jedan deo mogao biti željeni proizvod, kao i 0,0220g nusproizvoda za koji je NMR spektroskopijom utvrđeno da predstavlja nusproizvod nastao u reakciji Grinjarevog reagensa sa polaznim 3-brom-1,1-dimetoksipropanom, odnosno tetrametil-acetal adipaldehyda.

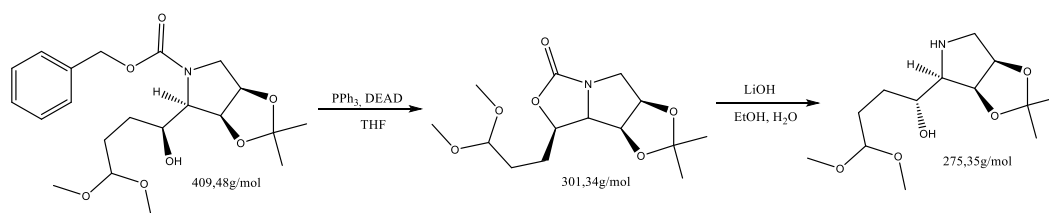
Oznaka NMR spektara:

- Glavni: MPPR091p_7325_20211115_01 (¹H, ¹³C)
- Nusproizvod: MPPR091pn_7399_20211118_01 (¹H, ¹³C)

Eksperiment 91r (15.11.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	409,48	1,00	0,171	0,0700		0,0699g
Trifenilfosfin	262,29	3,12	0,534	0,1400		0,1429g
DEAD	174,156	3,11	0,531	0,0925	0,083	0,1ml
THF					0,767	0,8ml
LiOH x H ₂ O (98%)	41,96	20,45	10,914	0,4673		0,5154g
EtOH					1,333	1,4ml
H ₂ O					1,333	1,4ml

U suvom kruškastom balonu od 10ml odmereno je 0,0699g polaznog alkohola, a potom je u atmosferi argona dodato prvo 0,8ml suvog tetrahidrofurana, zatim 0,1429g trifenilfosfina, a potom 0,1ml dietil-azodikarboksilata, septum na balonu zamenjen plastičnim čepom, balon zaštićen od svetlosti i mešan oko 20h, nakon čega je reakcija prekinuta razblaživanjem sa metilen-hloridom, a zatim isprana vodom. Iz vodenog sloja je vršena ekstrakcija metilen-hloridom, a potom su spojeni organski slojevi isprani jednom zasićenim vodenim rastvorom amonijum-hlorida, osušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Dobijeni sirovi proizvod u vidu smeše narandžaste uljaste supstance i narandžastih kristala je potom rastvoren u 1,4ml etanola, a zatim je dodato 1,4ml vode i 0,5154g 98% litijum-hidroksida monohidrata, i reakciona smeša mešana na 90°C narednih 20h. Potom je reakciona smeša razblažena hloroformom, isprana vodom, iz vodenog sloja vršena ekstrakcija hloroformom, spojeni organski slojevi isprani zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida, osušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Iz dobijenog sirovog proizvoda su Dry-Flash hromatografijom izolovana dva proizvoda, 91r mase 0,0197g u vidu bordo-crvene čvrste supstance za koji NMR hromatografijom identitet nije uspešno utvrđen, ali je potvrđeno da se ne radi o željenom proizvodu, i 91rn mase 0,1083g za koji je NMR spektroskopijom utvrđeno da predstavlja trifenilfosfin-oksidi uz prisustvo drugih nečistoća.

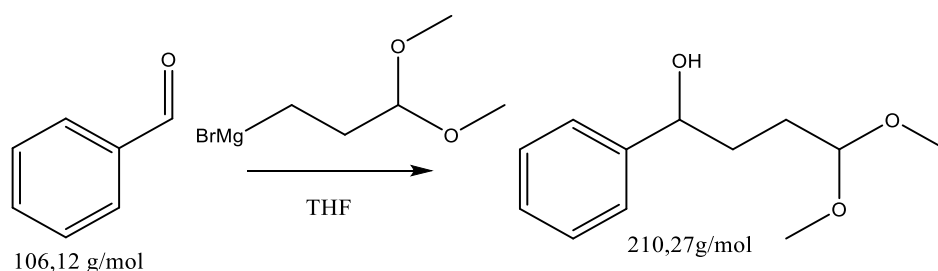
Oznake NMR spektara:

- Nepoznati proizvod: MPPR091r_20211124_01 (^1H , ^{13}C)
- Trifenilfosfin-oksidi: MPPR091rn_7464_20211123_01 (^1H)

Eksperiment 91s (16.11.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Benzaldehid	106,12	1,00	0,362	0,0384	0,037	0,04ml
Magnezijum	24,305	4,86	1,758	0,0427		0,0552g
THF					0,735	0,74ml
3-brom-1,1-dimetoksiopropan	183,04	3,01	1,090	0,2216	0,165	0,17ml
THF					0,735	0,74ml
THF					0,735	0,74ml

U suvi dvogrlji balon od 10ml odmereno je 0,0552g opiljaka magnezijuma, a potom je u atmosferi argona dodato 0,74ml suvog tetrahidrofurana, kristal joda i kap metilen-bromida. U dati rastvor je u toku 1h na 65°C ukapavano 0,17ml 3-brom-1,1-dimetoksiopropana (proizvod 91o iz prve destilacije) u 0,74ml tetrahidrofurana, a zatim je dobijena smeša mešana 30min na istoj temperaturi. Proverom sastava dobijenog Grinjarevog reagensa TLC hromatografijom utvrđeno je da najveći deo nečistoća viđen u eksperimentima 91i i 91p potiče iz samog Grinjarevog reagensa. Potom je na sobnoj temperaturi ukapano 0,04 benzaldehida u 0,74ml tetrahidrofurana, i dobijena smeša mešana narednih 2h uz praćenje toka reakcije TLC hromatografijom. Nakon 1h delovalo je kao da je reakcija skoro završena, uz prisustvo malih količina polaznog jedinjenja, a nakon 2h delovalo je da je reakcija tek neznatno napredovala (PE:EA 1:1, PAA). Reakcija je prekinuta dodatkom zasićenog vodenog rastvora amonijum-hlorida na 0°C, i iz vodenog sloja je vršena ekstrakcija etil-acetatom. Kombinovani organski slojevi su potom isprani zasićenim rastvorom natrijum-hlorida, osušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Dobijeni sirovi proizvod je potom prečišćen Dry-Flash hromatografijom (SiO₂, PE:EA 3:1), pri čemu je dobijeno 0,0256g (31%) željenog proizvoda čiji je identitet potvrđen NMR spektroskopijom, kao i 0,0072g proizvoda čiji identitet nije sa sigurnošću potvrđen usled degradacije, međutim, za koji je NMR spektroskopijom utvrđeno da takođe predstavlja proizvod reakcije koji je pretrpeo neku transformaciju na benzilnom ugljenikovom atomu.

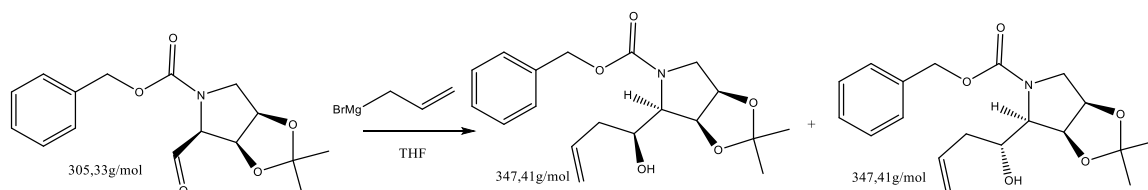
Oznake NMR spektara:

- Glavni proizvod: MPPR091s_7391_20211117_01 (¹H, ¹³C)
- Nusproizvod: MPPR091s_7404_20211118_01 (¹H, COSY)

Eksperiment 91t (22.11.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aldehyd	305,33	1,00	0,082	0,0249		0,0249g
THF					0,166	0,17+0,09ml
Alilmagnezijum-bromid (1M)	183,04	3,01	0,245		0,245	0,250+0,1ml

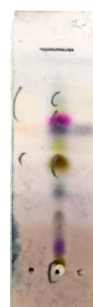
U suvom kruškastom balonu od 10ml sa 0,0249g polaznog alhida pod atmosferom argona je dodato prvo 0,17ml suvog tetrahidrofurana, međutim, kako to nije bilo dovoljno za efikasno mešanje, dodato je još 0,09ml. Potom je na 0°C i uz mešanje ukapano prvo 0,250ml 1M komercijalnog alilmagnezijum-bromida, a nakon 20min, nakon što je TLC hromatografijom utvrđeno da reakcija još nije završena, dodato je još 0,1ml. Nakon 15-tak minuta, pošto je utvrđen kraj reakcije ona je prekinuta dodatkom zasićenog vodenog rastvora amonijum-hlorida, a potom je iz vodenog sloja vršena ekstrakcija etil-acetatom. Kombinovani organski slojevi su isprani zasićenim rastvorom natrijum-hlorida, osušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Dobijeni sirovi proizvod je potom prečišćen Dry-Flash hromatografijom, pri čemu su izolovana dva proizvoda, 91t1 mase 0,0030g, i 91t2 mase 0,0063g, pri čemu je za proizvod 91t1 NMR spektroskopijom utvrđeno da predstavlja željeni proizvod (11%), dok identitet proizvoda 91t2 nije uspešno utvrđen, ali je potvrđeno da ne predstavlja željeni proizvod.

Oznake NMR spektara:

- 91t1: MPPR091t1_7496_20211124_01 (¹H)
- 91t2: MPPR091t2_7497_20211124_01 (¹H)



Nusproizvod izolovan iz 91p levo, sastav Grinjara desno. PE:EA 1:1, PAA

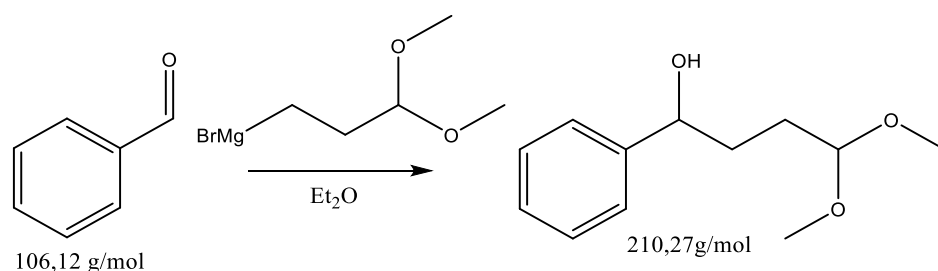


Sastav reakcione smeše nakon 1h. Glavni proizvod braon rf=0,49 i nusproizvod roze rf=0,67 PE:EA 1:1, PAA

Eksperiment 91u (25.11.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Benzaldehid	106,12	1,00	0,362	0,0384	0,037	0,04ml
Magnezijum	24,305	16,10	5,828	0,1417		0,1495g
Et ₂ O					0,735	0,75ml
3-brom-1,1-dimetoksiopropan	183,04	10,00	3,620	0,7362	0,549	0,55ml
Et ₂ O					2,446	2,5ml
Et ₂ O					0,735	0,75ml

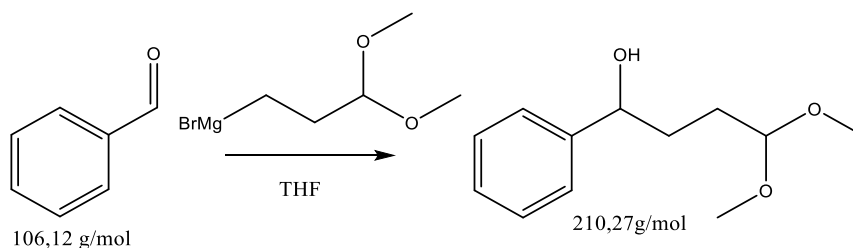
U suvom dvogrlom balonu sa kondenzatorom kroz centralno grlo i septumom na bočnom dodato je 0,1495g aktiviranih opiljaka magnezijuma i jedan kristal joda, a potom je pod atmosferom argona dodato 0,75ml suvog dietil-etra. Zatim je dodavan rastvor 0,55ml 3-brom-1,1-dimetoksiopropana u 2,5ml dietil-etra, uz zagrevanje reakcione smeše fenom do ključanja. Kako formiranje Grinjarevog reagensa nije krenulo ni nakon dodatka četvrtine rastvora 3-brom-1,1-dimetoksiopropana, dodato je 2-3 kapi metil-jodida, i reakciona smeša zagrevana heat-gun-om do intenzivnog ključanja. Pošto čak ni tada nije došlo do formiranja Grinjarevog reagensa, kao ni nakon dodatka celokupne količine rastvora 3-brom-1,1-dimetoksiopropana i daljeg zagrevanja, rastvarač je uparen pomoću vakkuma, dodato je 1ml suvog tetrahidrofurana i reakciona smeša zagreavana heat-gun-om. Relativno brzo je došlo do gubitka žute boje joda, uz formiranje crno-sivog mutnila. Reakciona smeša je mešana 30min na 50°C, a potom je ohlađena do sobne temperature.

U suvom balonu ispunjeom argonom dodato je 0,04ml benzaldehida i 0,75ml tetrahidrofurana, a potom je, na 0°C uz mešanje dodato 0,17ml (teorijski 1 ekvivalent) prethodno napravljenog Grinjarevog reagensa, i reakciona smeša mešana na istoj temperaturi. Nakon 1h primećeno je formiranje željenog proizvoda, kao i nusproizvoda primećenog u eksperimentu 91s, međutim, u reakcionoj smeši je još uvek bilo pretežno polaznog aldehyda. Dodato je još 0,17ml Grinjarevog reagensa i reakciona smeša je ostavljena da se meša na istoj temperaturi. Paralelno s tim je vršena titracija Grinjarevog reagensa sa jodom u zasićenom rastvoru litijum-hlorida u tetrahidrofuranu. Sva preostala količina Grinjarevog reagensa je utrošena bez dostizanja završne tačke, čime je utvrđeno da je koncentracija Grinjarevog reagensa manja od 0,53mol/l, u odnosu na 2,34mol/l koliko je teorijski trebalo da se dobije. Kako nije bilo dovoljno reagensa da se reakcija završi, reakciona smeša je odbačena.

Eksperiment 91v (26.11.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Benzaldehid	106,12	1,00	0,362	0,0384	0,037	0,04ml
Magnezijum	24,305	16,10	5,828	0,1417		0,1486g
THF					2,446	2,45ml
3-brom-1,1-dimetoksiopropan	183,04	10,00	3,620	0,7362	0,549	0,55ml
THF					2,446	2,5ml
THF					0,735	0,75ml

U suvom dvogrlom balonu sa kondenzatorom kroz centralno grlo i septumom na bočnom dodato je 0,1486g aktiviranih opiljaka magnezijuma i jedan kristal joda, a potom je pod atmosferom argona dodato 2,45ml suvog tetrahidrofurana. Zatim je dodavan rastvor 0,55ml 3-brom-1,1-dimetoksiopropana u 2,5ml tetrahidrofurana u toku 2h, uz zagrevanje reakcione smeše fenom do ključanja. Kako formiranje Grinjarevog reagensa nije krenulo ni nakon dodatka četvrtine rastvora 3-brom-1,1-dimetoksiopropana, dodato je 2-3 kapi metil-jodida, i reakciona smeša zagrevana heat-gun-om do intenzivnog ključanja. Nakon par minuta gubitak žute boje joda i pojava sivo-crne boje u rastvoru je ukazala na početak formiranja Grinjarevog reagensa, posle čega je dodavanje rastvora nastavljeno na 50°C. Nakon završetka dodavanja rastvora, reakciona smeša je mešana još 30 minuta na 50°C, a potom je ohlađena do sobne temperature i dobijeni Grinjarev reagens titrovao jodom u zasićenom rastvoru litijum-hlorida u tetrahidrofuranu, čime je dobijeno da je njegova koncentracija 0,46mol/l.



Polazni aldehyd vidljiv samo pod UV svetlošću. PE:EA 1:1, PAA

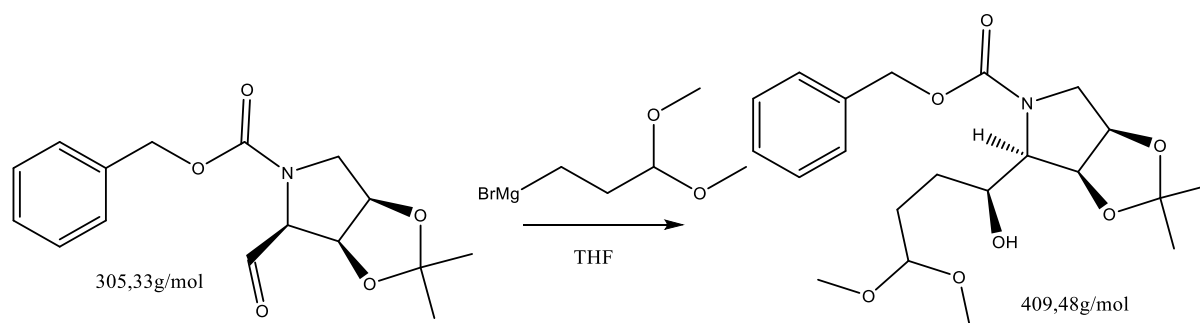
U suvom kruškastom balonu od 5ml dodato je u atmosferi argona 0,04ml benzaldehida, koji je potom rastvoren u 0,75ml tetrahidrofurana, a zatim je na 0°C dodato 1ml prethodno dobijenog Grinjara (oko 1,2 ekv.), i reakciona smeša mešana na istoj temperaturi. Nakon oko 20minuta mešanja TLC hromatografijom je utvrđen utrošak polaznog aldehyda, pa reakcija prekinuta dodatkom zasićenog rastvora amonijum-hlorida. Nakon ekstrakcije iz vodenog sloja etil-acetatom, ispiranja spojenih organskih slojeva zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida i sušenja nad magnezijum-sulfatom dobijeno je 0,0932g sirovog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance, koji je prečišćen Dry-Flash hromatografijom (SiO₂, PE:EA 3:1). Dobijeno je 0,621g (75%) željenog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance čiji je identitet potvrđen NMR spektroskopijom. U ovom eksperimentu nije utvrđeno formiranje nusproizvoda viđenog u eksperimentu 91s.

Oznaka NMR spektra: MPPR091v_7652_20211129_01 (¹H)

Eksperiment 91z (30.11.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aldehyd	305,33	1,00	0,362	0,1100		0,1039g
Magnezijum	24,305	16,10	5,828	0,1417		0,1482g
THF					2,446	2,5ml
3-brom-1,1-dimetoksiopropan	183,04	10,00	3,620	0,7362	0,549	0,55ml
THF					2,446	2,5ml
THF					0,735	0,7ml

U suvom dvogrlom balonu sa kondenzatorom kroz centralno grlo i septumom na bočnom dodato je 0,1482g aktiviranih opiljaka magnezijuma i jedan kristal joda, a potom je pod atmosferom argona dodato 2,5ml suvog tetrahidrofurana. Zatim je dodavan rastvor 0,55ml 3-brom-1,1-dimetoksiopropana u 2,5ml tetrahidrofurana u toku 2h na 50°C, uz prethodno aktiviranje reakcije zagrevanjem reakcione smeše heat-gunom do inenzivnog ključanja po dodatku 10% zapremine rastvora dok žuta boja joda u rastvoru nije prvo nestala, a zatim boja reakcione smeše prešla u mutno sivu. Nakon završetka dodavanja rastvora, reakciona smeša je mešana još 30 minuta na 50°C, a potom je ohlađena do sobne temperature i dobijeni Grinjarev reagens titrovani jodom u zasićenom rastvoru litijum-hlorida u tetrahidrofuranu, čime je dobijeno da je njegova koncentracija 0,51mol/l.

U suvom kruškastom balonu od 10ml sa 0,1039g polaznog aldehyda dodato je u atmosferi argona 0,7ml tetrahidrofurana, a zatim je na 0°C dodato 0,8ml prethodno dobijenog Grinjara (oko 1,2 ekv.), i reakciona smeša mešana na istoj temperaturi. Nakon oko 20 minuta mešanja TLC hromatografijom je utvrđen gotovo potpun utrošak polaznog aldehyda, pa reakcija prekinuta nakon 30 minuta dodatkom zasićenog rastvora amonijum-hlorida. Nakon ekstrakcije iz vodenog sloja etil-acetatom, ispiranja spojenih organskih slojeva zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida i sušenja nad magnezijum-sulfatom dobijeno je 0,1561g sirovog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance, koji je prečišćen Dry-Flash hromatografijom (SiO₂, PE:EA 1:1). Dobijeno je 0,0940g (67%) željenog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance čiji je identitet potvrđen NMR spektroskopijom.

Oznaka NMR spektra: MPPR091z_20211202_01 (¹H, ¹³C)

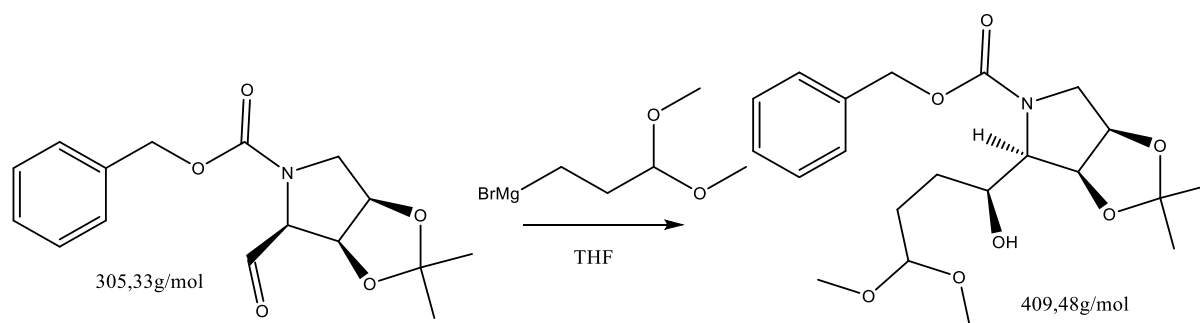


Polazni aldehyd levo, reakciona smeša desno, 20min, PE:EA 1:1, PAA

Eksperiment 91Aa (2.12.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aldehyd	305,33	1,00	0,362	0,1100		0,1000g
Magnezijum	24,305	16,10	5,828	0,1417		0,1493g
THF					2,446	2,5ml
3-brom-1,1-dimetoksiopropan	183,04	10,00	3,620	0,7362	0,549	0,55ml
THF					2,446	2,5ml
THF					0,735	0,75ml

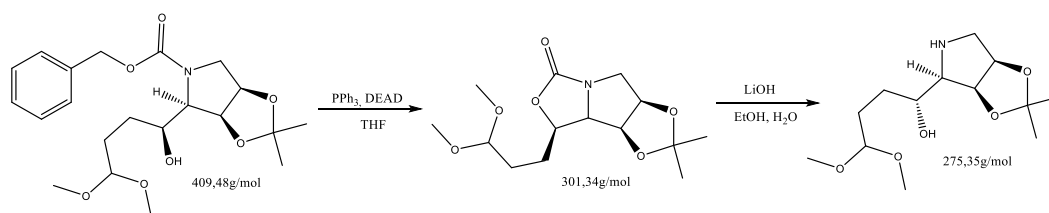
U suvom dvogrlom balonu sa kondenzatorom kroz centralno grlo i septumom na bočnom dodato je 0,1493g aktiviranih opiljaka magnezijuma i jedan kristal joda, a potom je pod atmosferom argona dodato 2,5ml suvog tetrahidrofurana. Zatim je dodavan rastvor 0,55ml 3-brom-1,1-dimetoksiopropana u 2,5ml tetrahidrofurana u toku 2h na 50°C, uz prethodno aktiviranje reakcije zagrevanjem reakcione smeše heat-gun-om do inenzivnog ključanja po dodatku 10% zapremine rastvora dok žuta boja joda u rastvoru nije prvo nestala, a zatim boja reakcione smeše prešla u mutno sivu. Nakon završetka dodavanja rastvora, reakciona smeša je mešana još 30 minuta na 50°C, a potom je ohlađena do sobne temperature i dobijeni Grinjarev reagens titrovan jodom u zasićenom rastvoru litijum-hlorida u tetrahidrofuranu, čime je dobijeno da je njegova koncentracija 0,47mol/l.

U suvom kruškastom balonu od 10ml sa 0,1000g polaznog aldehyda dodato je u atmosferi argona 0,75ml tetrahidrofurana, a zatim je na 0°C dodato 0,85ml prethodno dobijenog Grinjara (oko 1,2 ekv.), i reakciona smeša mešana na istoj temperaturi. Nakon oko 20minuta mešanja TLC hromatografijom je utvrđen gotovo potpun utrošak polaznog aldehyda, pa reakcija prekinuta nakon 25 minuta dodatkom zasićenog rastvora amonijum-hlorida. Nakon ekstrakcije iz vodenog sloja etil-acetatom, ispiranja spojenih organskih slojeva zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida i sušenja nad magnezijum-sulfatom dobijeno je 0,1421g sirovog proizvoda u vidu blago žućkaste uljaste supstance, koji je prečišćen Dry-Flash hromatografijom (SiO₂, PE:EA 1:1). Dobijeno je 0,0977g (73%) željenog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance.

Eksperiment 91Ab (6.12.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	409,48	1,00	0,067	0,0274		0,0274g
Trifenilfosfin	262,29	3,12	0,209	0,0548		0,0573g + 0,0288g + 0,0322g
DEAD	174,156	3,11	0,208	0,0362	0,033	0,035 + 0,02 + 0,02ml
THF					0,300	0,3+0,3ml
LiOH x H2O 98%	41,96	20,45	4,272	0,1829		0,2011g
EtOH					0,522	0,55ml
H2O					0,522	0,55ml

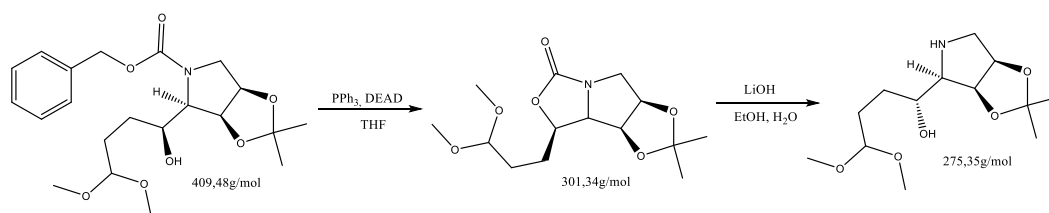
U suvom kruškastom balonu od 10ml odmereno je 0,0274g polaznog alkohola, a potom je u atmosferi argona dodato prvo 0,3ml suvog tetrahidrofurana, zatim 0,0573g trifenilfosfina, i na kraju 0,035ml dietil-azodikarboksilata. Sadržaj balona je mešan 15h, pri čemu je došlo do delimične konverzije polaznog materijala (TLC), kao i do isparavanja rastvarača, pa je dodato 0,3ml tetrahidrofurana, 0,0288g trifenilfosfina i 0,02ml dietil-azodikarboksilata, septum na balonu zamenjen plastičnim čepom i sadržaj balona ostavljen da se meša još 8h. Tom prilikom je došlo do konverzije najvećeg dela polaznog materijala, međutim, i dalje nije došlo do potpune konverzije, pa je dodato još 0,0322g trifenilfosfina i 0,02ml dietil-azodikarboksilata, balon zaštićen od svetlosti aluminijumskom folijom i ostavljen da se meša još 15h. Tom prilikom je došlo do potpunog gubitka polaznog materijala, pa je reakciona smeša razblažena metilen-hloridom i isprana vodom. Iz vodenog sloja je vršena ekstrakcija metilen-hloridom, a potom su spojeni organski slojevi isprani jednom zasićenim vodenim rastvorom amonijum-hlorida, osušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Dobijeno je 0,2014g sirovog proizvoda u vidu smeše narandžaste uljaste supstance i narandžastih kristala je potom prečišćen Dry-Flash hromatografijom (SiO₂, PE:EA 1:1), čime je dobijeno 0,1132g smeše željenog proizvoda i trifenilfosfin-oksida, čiji sastav je potom u datom stanju proveren NMR spektroskopijom. Potom je data smeša uparena, rastvorena u 0,55ml etanola, a zatim je dodato 0,55ml vode i 0,2011g 98% litijum-hidroksida monohidrata, i reakciona smeša mešana na 85-90°C narednih 20h, nakon čega je TLC hromatografijom utvrđen kraj reakcije, pa je reakciona smeša razblažena hloroformom, isprana vodom, iz vodenog sloja vršena ekstrakcija hloroformom, spojeni organski slojevi isprani zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida, osušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Dobijeni sirovi proizvod u vidu bele čvrste supstance je prečišćen Dry-Flash hromatografijom (SiO₂, PhH:EtOH 4:1), čime je dobijeno 0,0049g (27%) željenog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance.

Oznaka NMR spektara: Međuproizvod sa PPh_3O : MPPR091A_7928 (^1H) i MPPR91Ab_8042 (^1H),
konačni proizvod: MPPR091Ab2_8100_20211214_01 (^1H)

Eksperiment 91Ac (13.12.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



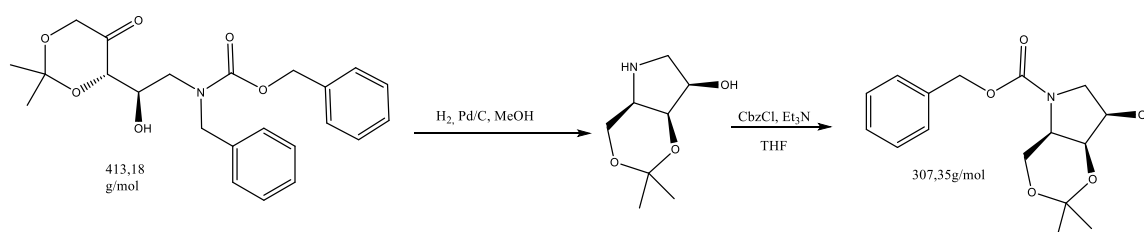
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	409,48	1,00	0,195	0,0800		0,0849g
Trifenilfosfin	262,29	4,00	0,781	0,2050		0,2076g
DEAD	174,156	4,00	0,781	0,1361	0,123	0,13ml
THF					0,876	0,88ml
LiOH x H ₂ O 98%	41,96	20,45	15,979	0,6842		0,7536g
EtOH					1,524	1,6ml
H ₂ O					1,524	1,6ml

U suvom kruškastom balonu od 10ml odmereno je 0,0849g polaznog alkohola, a potom je u atmosferi argona dodato prvo 0,88ml suvog tetrahidrofurana, zatim 0,2076g trifenilfosfina, i na kraju 0,13ml dietil-azodikarboksilata. Septum na balonu je zamenjen plastičnim čepom, balon zaštićen od svetlosti, i reakciona smeša mešan oko 24h, nakon čega je TLC proverom ustanovljen utrošak polaznog materijala. Reakcija je prekinuta razblaživanjem sa metilen-hloridom, a zatim je isprana vodom. Iz vodenog sloja je vršena ekstrakcija metilen-hloridom, a potom su spojeni organski slojevi isprani jednom zasićenim vodenim rastvorom amonijum-hlorida, osušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Dobijeni sirovi proizvod u vidu smeše narandžaste uljaste supstance i narandžastih kristala je potom rastvoren u 1,6ml etanola, a zatim je dodato 1,6ml vode i 0,7536g 98% litijum-hidroksida monohidrata, i reakciona smeša mešana na 85-90°C narednih 20h. Potom je TLC hromatografijom utvrđen kraj reakcije, pa je reakciona smeša razblažena hloroformom, isprana vodom, iz vodenog sloja vršena ekstrakcija hloroformom, spojeni organski slojevi isprani zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida, osušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Dobijeno je 0,2536g sirovog proizvoda u vidu bele čvrste supstance koja je prečišćena Dry-Flash hromatografijom (SiO₂, PhH:EtOH 4:1), čime je dobijeno 0,0300g (53%) željenog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance.

Eksperiment 91Ad (15.12.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



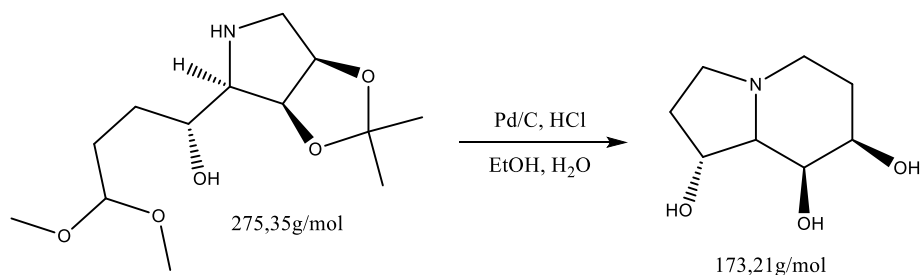
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aldol	413,47	1,00	2,350	0,9718		0,9718g
10% Pd/C	106,42	0,09	0,214	0,2274		0,2302g
Metanol					160,251	161ml
Trietilamin	101,19	3,27	7,692	0,7784	1,072	1,08ml
Benzil- hloroformijat (97%)	170,6	1,91	4,487	0,7892	0,658	0,66ml
THF					53,417	55ml

Suspencija 0,9718g polaznog aldola i 0,2302g 10% paladijuma na aktivnom uglju u 161ml metanola mučkana je 3h u atmosferi vodonika, pri pritisku od 4 bara, pri čemu je došlo do utroška polaznog materijala (TLC). Suspencija je profiltrirana kroz sloj celita i uparena, nakon čega je sirovi proizvod rastvoren u 55ml suvog tetrahidrofurana, i dodato je 1,08ml trietilamina, a potom je reakciona smesa ohlađena na 0°C i ukapano je 0,66ml benzil-hloroformijata. Reakciona smeša je potom mešana u toku noći na sobnoj temperaturi, a potom je razblažena etil-acetatom, isprana vodom i zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida, osušena iznad magnezijum-sulfata i uparena. Dobijeno je 0,8991g sirovog proizvoda u vidu narandžaste uljaste supstance iz koje je potom na višem vakuumu uparavan benzil-alkohol u toku 2h, nakon čega je preostalo sirovog 0,7636g proizvoda u vidu narandžaste kristalne supstance koja je potom prečišćena Dry-Flash hromatografijom (SiO₂, DCM:MeOH 100:1,5) čime je dobijeno 0,4824g (67%) željenog proizvoda u vidu žuto-narandžaste, kristalne supstance.

Eksperiment 91Ae (17.12.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aminoalkohol	275,35	1,00	0,032	0,0087		0,0087g
10% Pd/C	106,42	1,33	0,042	0,0045		0,0047g
Etanol					1,704	1,71ml
HCl 2M					0,733	0,74ml

Smeša 0,0087g alkohola i 0,0047g 10% paladijuma na uglju u 1,71ml anhidrovanog etanola zasićena je u toku 5min vodonikom pri pritisku od 4bar, a potom je dodato 0,74ml 2M hlorovodonične kiseline i dobijena smeša hidrogenizovana uz mešanje u toku 5h 20min pri pritisku vodonika od 4bar. Potom je reakciona smeša proceđena kroz crvenu traku filter papir i uparena. Dobijeno je 0,0068g sirovog hidrohlorida koji je potom prečišćen Dowex jonoizmenjivačkom smolom čime je dobijeno 0,0045g smeše dva proizvoda, pa je dodatno prečišćen gravitacionom hromatografijom (SiO₂, PhH:EtOH 4:1), nakon čega je dobijeno 0,0040g proizvoda za koji je NMR spektroskopijom ustanovljeno da predstavlja željeni proizvod sa koga nije skinuta acetalna zaštitna grupa.

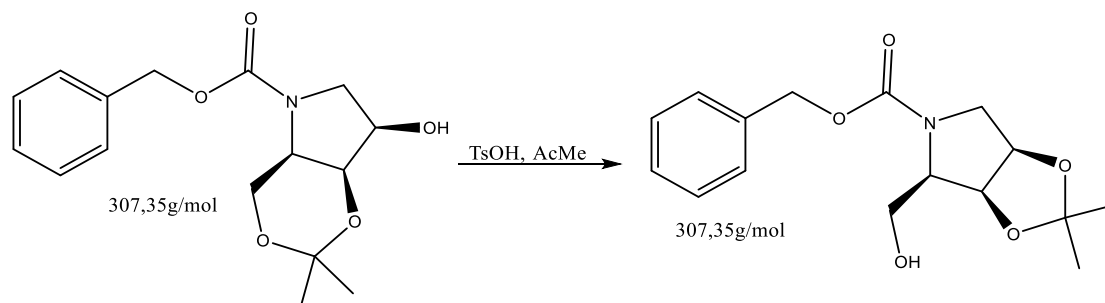
Oznake NMR spektara:

- MPPR091Ae_8273_20211220_01 (¹H, D₂O)
- MPPR091Ae2_8302_20211220_01 (¹H, ¹³C, COSY, HSQC, HMBC, D₂O)
- MPPR091Ae3_8321_20211221_01 (¹H, ¹³C, CDCl₃)

Eksperimenti Af1 i Af2 (17.12.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	307,35	1,000	1,570	0,4824		0,4824g
Tozilna kiselina monohidrat	190,22	0,103	0,162	0,0309		0,0313g
Trietilamin	101,19	6,388	1,037	0,1049	0,145	0,15ml
Aceton					26,050	26ml

Rastvor 0,4824g polaznog alkohola i 0,0313g monohidrata tozilne kiseline u 26ml suvog acetona mešan je u toku 3 dana na sobnoj temperaturi, a zatim je, nakon utvrđivanja kraja reakcije TLC hromatografijom, dodato 0,15ml trietilamina, sadržaj balona spojen sa eksperimentom Af2 i zajedno prečišćen Dry-Flash hromatografijom.

	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	307,35	1,000	0,670	0,2060		0,2060g
Tozilna kiselina monohidrat	190,22	0,103	0,069	0,0132		0,0135g
Trietilamin	101,19	6,388	0,443	0,0448	0,062	0,07ml
Aceton					11,124	11,5ml

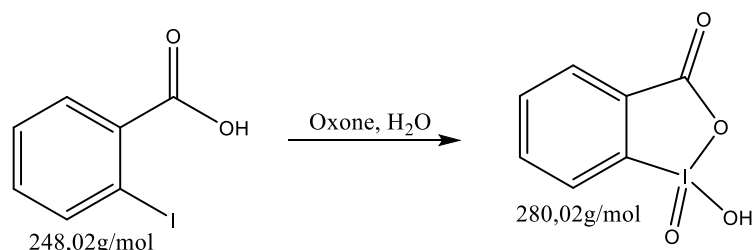
Rastvor 0,2060g smeše polaznog alkohola i nastalog proizvoda iz ranijih eksperimenata, i 0,0135g monohidrata tozilne kiseline u 11,5ml acetona mešan je u toku 3 dana na sobnoj temperaturi, a zatim je, nakon utvrđivanja kraja reakcije TLC hromatografijom, dodato 0,07ml trietilamina, sadržaj balona spojen sa eksperimentom Af1 i zajedno prečišćen Dry-Flash hromatografijom (39g SiO₂, PhMe:EA 4:1), čime je dobijeno 0,3851g prečišćenog proizvoda, kao i 0,2544g smeše željenog proizvoda i polaznog jedinjenja. Dodatnim prečišćavanjem date smeše Dry-Flash hromatografijom (8g SiO₂, PE:EA prvo 3:1, a zatim 2:1) dobijeno je još 0,0441g, ukupno 0,4292g (62%) željenog proizvoda.

Eksperimenti Ag1 i Ag2 (21.12.2021.)

Pravljenje Dess-Martin-ovog periodana:

Literatura:

- Ferjančić, Z., & Bihejlović, F. (2012). Preparativna organska hemija (1st ed., Vol. 1). Univerzitet u Beogradu - Hemijski Fakultet.

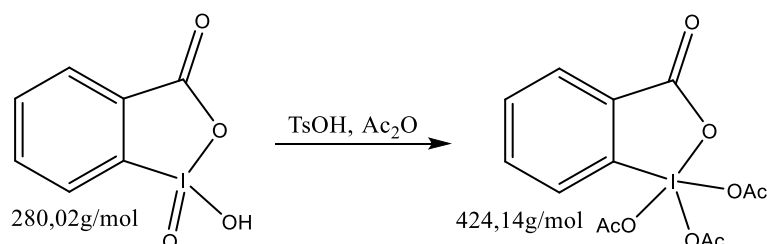


	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Jodbenzoeva kiselina	248,18	1,000	20,147	5,0000		5,1353g
Okson	307,38	2,923	58,885	18,1000		18,2128g
H2O					65,000	65ml

U balonu od 100ml opremljenim povratnim kondenzatorom rastvoreno je 18,2128g oksona u 65ml destilovane vode, a potom je dodato 5,1353g 2-jodbenzoeve kiseline, reakciona smeša uronjena u uljano kupatilo predgrejano na 75°C i zagrevana 3h uz intenzivno mešanje. Potom je reakciona smeša ohlađena na 0°C i ostavljena da stoji u frižideru 3h, nakon čega je procedena kroz sinterovani levak i isprana prvo vodom, a potom i acetonom do izbistrivanja inicijalno belog acetonskog filtrata, i dobijeni proizvod u vidu belog taloga je potom osušen prvo na vazduhu, a potom pod vakuumom. Dobijeno je 4,5483g (78%) proizvoda (IBX) koji je potom upotrebljen u narednom koraku.

Literatura:

- J. Org. Chem. 1993, 58, 10, 2899 doi: 10.1021/jo00062a040



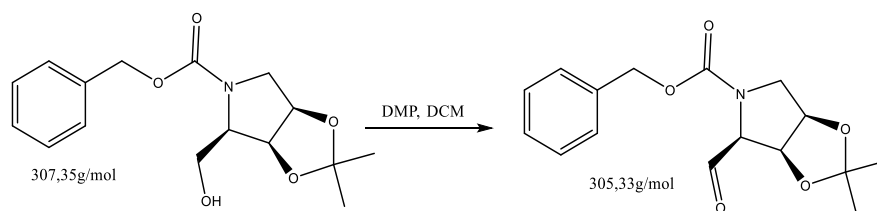
	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
IBX	280,02	1,000	16,243	4,5483		4,5483g
Tozilna kiselina monohidrat	190,22	0,007	0,120	0,0227		0,0235g
Ac2O	102,09	11,849	192,464	19,6487	18,193	20ml

U okrugli balon od 50ml sa 4,5483g polaznog jedinjenja dodato je 20ml anhidrida sirćetne kiseline i 0,0235g monohidrata tozilne kiseline. Na balon je dodat suvi kondenzator, atmosfera u aparaturi izmenjena argonom i reakciona smeša je uronjena u uljano kupatilo predgrejano na 80°C i zagrevana narednih 2h i 10min uz jako mešanje, pri čemu se početna suspenzija izbistrila. Reakciona smeša je potom hlađena u ledenom kupatilu 30-tak minuta pri čemu je došlo do pojave belog taloga, a zatim profiltrirana kroz sinterovani levak, i talog ispran suvim dietil-etrom i osušen, prvo kratko na vazduhu, a zatim 5 minuta pod vakuumom. Dobijeno je 4,1422g (60%) proizvoda u vidu bele čvrste supstance koja miriše na sirćetnu kiselinu.

Eksperimenti Ah1, Ah2 i Ah3 (22.12.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	307,35	1,000	0,143	0,0441		0,0441g
DMP	424,14	1,449	0,208	0,0882		0,0906g
Dihlormetan					2,959	3ml

U suvom kruškastom balonu odmereno je 0,0441g polaznog alkohola koji je potom rastvoren sa 3ml suvog dihlormetana. Dobijenom rastvoru je dodato 0,0906g Des-Martinovog perjodana, i reakciona smeša je zatim mešana oko 20 minuta na sobnoj temperaturi nakon čega je utvrđeno da je reakcija završena. Reakciona smeša je potom spojena sa reakcionim smešama iz naredne dve oksidacije i zajedno obrađena.

	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	307,35	1,000	1,253	0,3851		0,3851g
DMP	424,14	1,449	1,816	0,7702		0,8032g
Dihlormetan					25,842	26ml

U suvom okruglom balonu od 50ml odmereno je 0,3851g polaznog alkohola koji je potom rastvoren sa 26ml suvog dihlormetana. Dobijenom rastvoru je dodato 0,8032g Des-Martinovog perjodana, i reakciona smeša je zatim mešana oko 20 minuta na sobnoj temperaturi nakon čega je utvrđeno da je reakcija završena. Reakciona smeša je potom spojena sa reakcionim smešama iz ostale dve oksidacije i zajedno obrađena.

	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	307,35	1,000	0,904	0,2777		0,2777g
DMP	424,14	2,899	2,619	1,1108		1,1427g
Dihlormetan					18,635	19ml

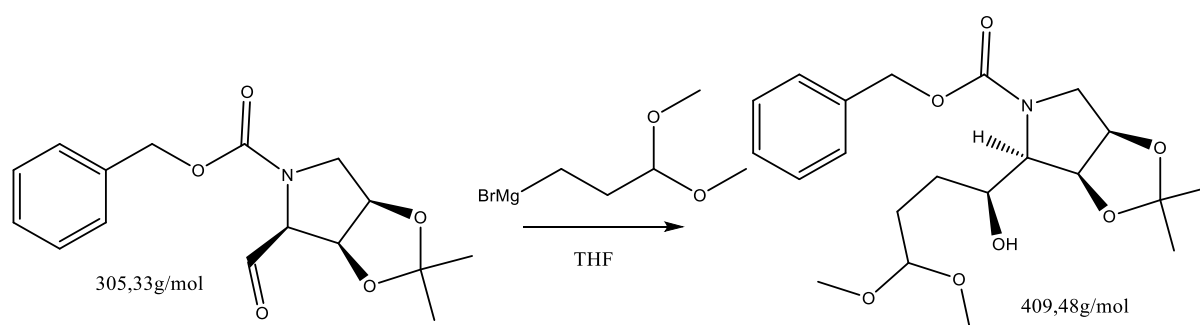
U suvom kruškastom balonu od 25ml odmereno je 0,2777g polaznog alkohola koji je potom rastvoren sa 19ml suvog dihlormetana. Dobijenom rastvoru je dodato 1,1427g Des-Martinovog perjodana, i reakciona smeša je zatim mešana oko 20 minuta na sobnoj temperaturi nakon čega je

utvrđeno da je reakcija završena. Reakciona smeša je potom spojena sa reakcionim smešama iz prethodne dve oksidacije i one su obrađene razblaživanjem sa dihlormetanom, ispiranjem sa 5%-tnim rastvorom natrijum-tiosulfata i zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hidrogenkarbonata, sušenjem iznad magnezijum-sulfata i uparavanjem. Dobijeni sirovi proizvod je potom prešišćen Dry-Flash hromatografijom (SiO₂, PE:EA 2:1), čime je dobijeno 0,6272g (89%) željenog proizvoda u vidu žućkaste uljaste supstance.

Eksperiment Ai (23.12.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aldehyd	305,33	1,00	2,208	0,6741		0,6272g
Magnezijum	24,305	9,66	21,327	0,5184		0,5222g
THF					8,949	9ml
3-brom-1,1-dimetoksiopropan	183,04	6,00	13,247	2,6941	2,009	2ml
THF					8,949	9ml
THF					4,481	4,5ml

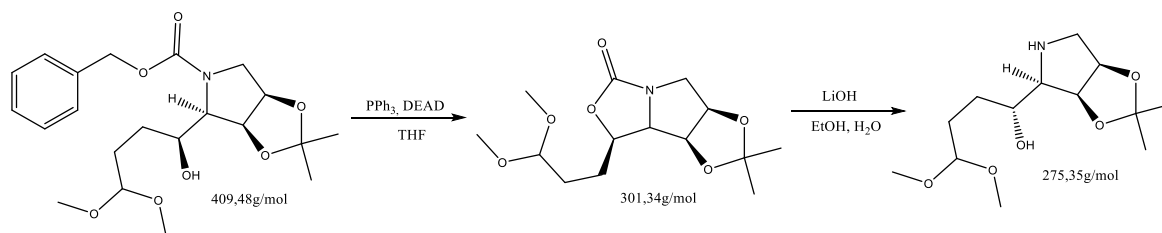
U suvom okruglom balonu od 25ml dodato je 0,5222g aktiviranih opiljaka magnezijuma i jedan kristal joda, a potom je pod atmosferom argona dodato 9ml suvog tetrahidrofurana. Zatim je dodavan rastvor 2ml 3-brom-1,1-dimetoksiopropana u 9ml tetrahidrofurana u toku 1,5h na 50°C, uz prethodno aktiviranje reakcije zagrevanjem reakcione smeše heat-gun-om do inenzivnog ključanja po dodatku malog dela zapremine rastvora dok žuta boja joda u rastvoru nije prvo nestala, a zatim boja reakcione smeše prešla u mutno sivu. Nakon završetka dodavanja rastvora, reakciona smeša je mešana još 30 minuta na 50°C, a potom je ohlađena do sobne temperature i dobijeni Grinjarev reagens titrovan jodom u zasićenom rastvoru litijum-hlorida u tetrahidrofuranu, čime je dobijeno da je njegova koncentracija 0,47mol/l.

U suvom kruškastom balonu od 25ml sa 0,6272g polaznog aldehyda dodato je u atmosferi argona 4,5ml tetrahidrofurana, a zatim je na 0°C dodato 5,4ml prethodno dobijenog Grinjara (oko 1,2 ekv.), i reakciona smeša mešana na istoj temperaturi. Nakon oko 20minuta mešanja TLC hromatografijom je utvrđen gotovo potpun utrošak polaznog aldehyda, pa reakcija prekinuta nakon 25 minuta dodatkom zasićenog rastvora amonijum-hlorida. Nakon ekstrakcije iz vodenog sloja etil-acetatom, ispiranja spojenih organskih slojeva zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida i sušenja nad magnezijum-sulfatom dobijeno je 0,8384g sirovog proizvoda u vidu blago žućkaste uljaste supstance, koji je prečišćen Dry-Flash hromatografijom (SiO₂, PE:EA 2:1 pa 1:1). Dobijeno je 0,7630g (91%) željenog proizvoda u vidu bezbojne uljaste supstance.

Eksperiment Aj (23.12.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Alkohol	409,48	1,00	1,001	0,4100		0,4158g
Trifenilfosfin	262,29	4,00	4,005	1,0505		1,0734g
DEAD	174,156	4,00	4,005	0,6975	0,628	0,65ml
THF					4,490	4,5ml
LiOH x H ₂ O 98%	41,96	20,45	20,473	0,8766		3,8676g
EtOH					7,810	8ml
H ₂ O					7,810	8ml

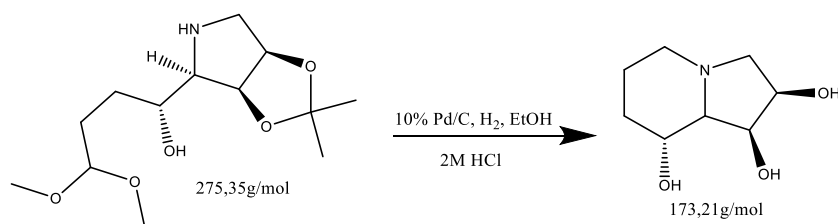
U suvom kruškastom balonu od 10ml odmereno je 0,4158g polaznog alkohola, a potom je u atmosferi argona dodato prvo 4,5ml suvog tetrahidrofurana, zatim 1,0734g trifenilfosfina, i na kraju 0,65ml dietil-azodikarboxilata. Reakciona smeša je potom mešana narednih 20h, nakon čega je TLC proverom ustanovljen utrošak polaznog materijala. Reakcija je prekinuta razblaživanjem sa metilen-hloridom, a zatim je reakciona smeša isprana vodom. Iz vodenog sloja je vršena ekstrakcija metilen-hloridom, a potom su spojeni organski slojevi isprani jednom zasićenim vodenim rastvorom amonijum-hlorida, osušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni.

Dobijeni sirovi proizvod u vidu smeše narandžaste uljaste supstance i narandžastih kristala je potom rastvoren u 8ml etanola, a zatim je dodato 8ml vode i 3,8676g 98% litijum-hidroksida monohidrata, i reakciona smeša mešana na oko 81-85°C narednih 20h. Potom je TLC hromatografijom utvrđen kraj reakcije, pa je reakciona smeša razblažena hloroformom, isprana vodom, iz vodenog sloja vršena ekstrakcija hloroformom, spojeni organski slojevi isprani zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida, osušeni iznad magnezijum-sulfata i upareni. Dobijeni sirovi proizvod u vidu bele čvrste supstance je zatim prečišćen Dry-Flash hromatografijom (SiO₂, PhH:EtOH 4:1), čime je dobijeno 0,1742g (62%) željenog proizvoda u vidu žućkaste uljaste supstance.

Eksperiment Ak (24.12.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aminoalkohol	275,35	1,00	0,104	0,0286		0,0286g
10% Pd/C	106,42	1,33	0,138	0,0147		0,0158g
Etanol					5,603	5,6ml
HCl 2M					2,410	2,4ml

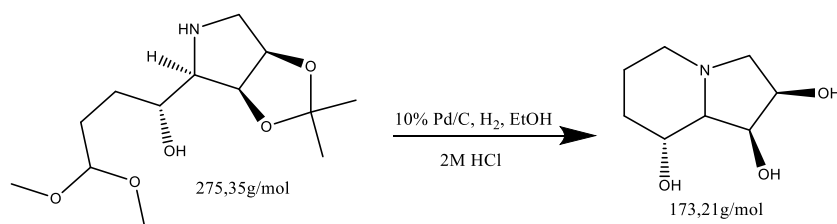
Suspencija 0,0286g polaznog amino-alkohola i 0,0158g 10% paladijuma na uglju u 5,6ml etanola mešana je pri pritisku vodonika od 4bar u toku 5min, a potom je dodato 2,4ml 2M hlorovodonične kiseline i reakciona smeša mešana pri istom pritisku vodonika narednih 6h. Reakciona smeša je potom profiltrirana kroz crvena traka filter papir, uparena i prečišćena na DOWEX kiselom izmenjivačkom smolom. Dobijeno je 0,0125g (69%) željenog proizvoda u vidu blago žućkaste kristalne supstance za koju je NMR spektroskopijom potvrđeno da predstavlja željeni proizvod.

Oznaka NMR spektra: MPPR091Ak_8526_20211227_01 (¹H, ¹³C, D₂O)

Eksperiment 91A1 (28.12.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aminoalkohol	275,35	1,00	0,213	0,0586		0,0586g
10% Pd/C	106,42	1,33	0,282	0,0300		0,0345g
Etanol					11,480	12ml
HCl 2M					4,939	5ml

Suspenzija 0,0586g polaznog amino-alkohola i 0,0345g 10% paladijuma na uglju u 12ml etanola mešana je pri pritisku vodonika od 4bar u toku 5min, a potom je dodato 5ml 2M hlorovodonične kiseline i reakciona smeša mešana pri istom pritisku vodonika narednih 6h. Reakciona smeša je potom profiltrirana kroz crvena traka filter papir, uparena i prečišćena na DOWEX kiselom izmenjivačkom smolom. Dobijeno je 0,0341g sirovog proizvoda u vidu blago žućkaste kristalne supstance za koju je TLC hromatografijom utvrđeno da sadrži pretežno željeni proizvod, uz prisustvo manjih količina proizvoda kod koga nije došlo do hidrolize acetala, koji je potom spojen sa proizvodom iz prethodnog eksperimenta (91Ak), i zajedno prečišćen gravitacionom hromatografijom (2,1g SiO₂, PhH:EtOH 4:1, pa EA:EtOH 1:1, i na kraju EA:EtOH:H₂O 2:2:1). S obzirom da je nakon dodatka vode došlo do pucanja kolone, odvojeno su skupljene frakcije pre i nakon pucanja kolone. Dobijeno je 0,0254g (69%) prečišćenog proizvoda, kao i 0,0086g proizvoda na kom nije došlo do hidrolize acetalne grupe. Zatim je 0,0159g proizvoda dodatno prečišćeno sublimacijom (70-90°C, 3x10⁻²mbar), čime je dobijeno 0,0129g proizvoda čija je čistoća potvrđena NMR spektroskopijom.

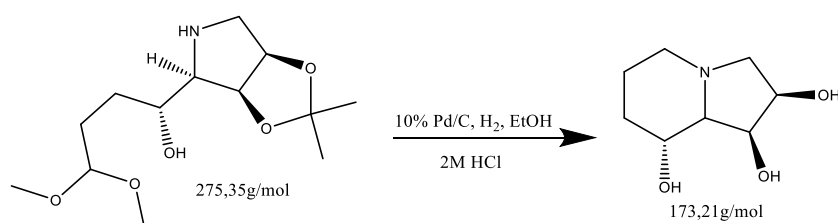
Oznake NMR spektara:

- Proizvod nakon hromatografije pre dodatka vode: MPPR091A1_8620_20211230_01 (¹H, D₂O)
- Proizvod nakon hromatografije po dodatku vode: MPPR091a2_8621_20211230_01 (¹H, D₂O)
- sublimovani proizvod: MPPR091A2s_8663_20220113_01 (¹H, CDCl₃), MPPR091A2s2_8711_20220113_01 (¹H, D₂O)
- ostatak posle sublimacije: MPPR091A2o_8664_20220113_01 (¹H, CDCl₃)

Eksperiment 91Am (11.1.2021.)

Literatura:

- RSC Advances, 4(96), 53722–53724. doi:10.1039/c4ra11978a



	M (g/mol)	eq	n (mmol)	m (g)	V (ml)	Odmereno:
Aminoalkohol	275,35	1,00	0,455	0,1252		0,1252g
10% Pd/C	106,42	1,33	0,603	0,0642		0,0663g
Etanol					24,527	24,5ml
HCl 2M					10,552	10,5ml

Suspencija 0,1252g polaznog amino-alkohola i 0,0663g 10% paladijuma na uglju u 24,5ml etanola mešana je pri pritisku vodonika od 4bar u toku 5min, a potom je dodato 10,5ml 2M hlorovodonične kiseline i reakciona smeša mešana pri istom pritisku vodonika narednih 5h. Reakciona smeša je potom profiltrirana kroz celit, uparena i prečišćena DOWEX kiselom izmenjivačkom smolom. Dobijeno je 0,0464g (59%) željenog proizvoda u vidu blago žućkaste kristalne supstance koja je potom dodatno prečišćena sublimacijom (pritisak: $2,6 \times 10^{-2}$ mbar, temperatura 80-100°C), čime je dobijeno 0,0399g prečišćenog proizvoda u vidu bele kristalne supstance, čija je čistoća potvrđena NMR spektroskopijom. Određena je tačka topljenja koja iznosi 144-147°C, kao i optička rotacija (-81° na 20°C, C=0.1g/100ml u metanolu, na 589nm)

Oznaka NMR spektra: MPPR091Am_9338_20220217_01 (¹H)

Oznaka rezultata polarimetrijskog merenja: MPPR091Am Polarimetrija