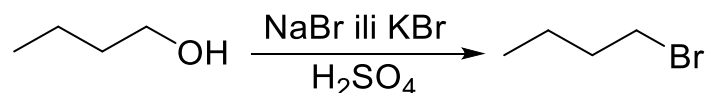


## Organska hemija 2 – PREPARATI

### I preparat:

#### 1. n-Butil-bromid

Prevođenje primarnog alkohola u alkil-halogenid pomoću mineralne kiseline



| <i>Supstanca</i>                      | <i>m (g)</i> | <i>V (mL)</i> | <i>mol</i> | <i>eq</i> | <i>ρ</i> |
|---------------------------------------|--------------|---------------|------------|-----------|----------|
| <i>NaBr</i>                           | 40,5         |               | 0,4        | 1,2       |          |
| <i>H<sub>2</sub>O</i>                 |              | 45            |            |           |          |
| <i>n-Butanol</i>                      | 24,3         | 30            | 0,33       | 1         |          |
| <i>cc H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></i> |              | 34,5          |            |           |          |

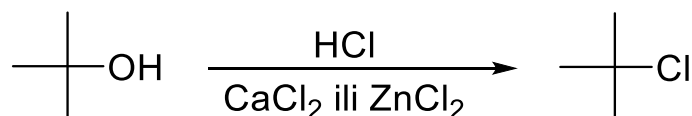
U balon od 250 mL, odmeri se 40,5 g (0,4 mol; 1,2 ekv) natrijum-bromida (ili ekvivalentna količina kalijum-bromida), 45 mL vode i 24,3 g (30 mL; 0,33 mol) n-butanola. Smesa se ohladi u ledenom kupatilu i uz mešanje se pažljivo doda 34,5 mL koncentrovane sumporne kiseline.\* Ledeno kupatilo se zameni uljanim kupatilom, na balon se montira povratni kondenzator i smesa se zagreva da blago ključa 2 h, pri čemu se izdvaja uljasti sloj proizvoda. Reakciona smesa se ohladi, prenese u levak za odvajanje i gornji organski sloj se odvoji. Organski sloj se ispira jednakim zapreminama konc. hlorovodonične kiseline, 5% vodenim rastvorom natrijum-bikarbonata i na kraju vodom (voditi računa da je prilikom ovog ispiranja organski sloj donji sloj). Sirovi n-butil-bromid se osuši iznad anh. natrijum-sulfata, a zatim prečisti destilacijom na atmosferskom pritisku. Dobija se 36 g (80%) n-butil-bromida, u obliku bezbojne tečnosti (t.k. 103 °C).

\* Postupak mešanja reagenasa i zagrevanje reakcione smese se izvode u digestoru.

Referenca: A. I. Vogel, A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry (5. izdanje), Prentice Hall, 1996, str. 561

## 2. t-Butil-hlorid

**Dobijanje alkil-halogenida iz terciarnog alkohola, reakcijom sa mineralnom kiselinom**



| <i>Supstanca</i> | <i>m (g)</i> | <i>V (mL)</i> | <i>mol</i> | <i>eq</i> |
|------------------|--------------|---------------|------------|-----------|
| <i>t-Butanol</i> | 25           | 32            | 0,34       |           |
| <i>cc HCl</i>    |              | 85            |            |           |

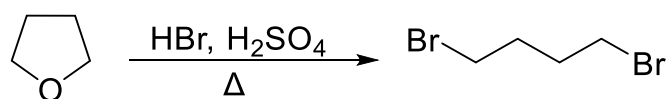
U levku za odvajanje pomeša se 25 g (32 mL; 0,34 mol) t-butanola i 85 mL konc. hlorovodonične kiseline i smesa se mućka tokom 30 min. \* Reakciona smesa se ostavi da se slojevi razdvoje, donji sloj se odvoji i odbaci, a gornji, organski sloj se ispira 5% vodenim rastvorom natrijum-karbonata (20 mL) i vodom (20 mL). Sirovi t-butil-hlorid se suši iznad anh. kalcijum-hlorida, procidi i prečišćava destilacijom na atmosferskom pritisku. Dobija se 28 g (90%) t-butil-hlorida, u obliku bezbojne tečnosti (t.k. 49-51 °C).

\* U cilju povišenja koncentracije hloridnih jona, može se dodati i 10 g kalcijum-hlorida ili cink-hlorida, čime se ostvaruje nešto viši prinos reakcije.

Referenca: A. I. Vogel, A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry (5. izdanje), Prentice Hall, 1996, str. 556

### 3. 1,4-Dibrombutan

Otvaranje tetrahidrofuranskog prstena pomoću mineralne kiseline



| <i>Supstanca</i>                    | <i>m (g)</i> | <i>V (mL)</i> | <i>mol</i> | <i>eq</i> |
|-------------------------------------|--------------|---------------|------------|-----------|
| 48% HBr                             | 125          | 85            |            |           |
| cc H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>   | 37,5         | 20,5          |            |           |
| THF                                 | 9            |               | 0,125      |           |
| H <sub>2</sub> O                    |              | 100           |            |           |
| 10% Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> |              | 20            |            |           |

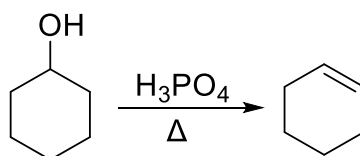
U balon od 250 mL, opremljen povratnim kondenzatorom, odmeri se 125 g (85 mL) 48% bromovodonične kiseline i 37,5 g (20,5 ml) konc. sumporne kiseline. \* U balon se zatim pažljivo doda 9,0 g (10,2 ml; 0,125 mol) tetrahidrofurana i reakciona smesa se zagreva 45 minuta na 60 °C (temperatura uljanog kupatila), a zatim još 2h na 110 °C. Sadržaj balona se prenese u levak za odvajanje i raspodeli između dietil-etra (100 ml) i vode (100 ml). Gornji, organski, sloj se odvoji, ispire vodom, 10% vodenim rastvorom natrijum-karbonata, vodom i suši iznad anh. natrijum-sulfata. Sušilo se ukloni ceđenjem i etar se upari pomoću vakuum-uparicača. Sirovi proizvod se zatim prečišćava destilacijom pod sniženim pritiskom, čime se dobija 20 g (74%) 1,4-dibrombutana, u obliku bezbojne tečnosti (t.k. 83-84 °C/12 mmHg).

\* Postupak mešanja reagenasa i zagrevanje reakcione smese se izvode u digestoru.

Referenca: A. I. Vogel, A. R. Tatchell, B. S. Furnis, A. J. Hannaford, P. W. G. Smith: Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry (5. izdanje), Prentice Hall, 1996, str. 563

## 4. Cikloheksen

### Dobijanje alkena dehidratacijom sekundarnog alkohola pomoću mineralne kiseline



| <i>Supstanca</i>                       | <i>m (g)</i> | <i>V (mL)</i> | <i>mol</i> | <i>eq</i> |
|--|--------------|---------------|------------|-----------|
| <i>Cikloheksanol</i>                   | 33           | 34,8          | 0,33       |           |
| <i>85% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub></i> | 17           | 10            |            |           |

U balon od 100 mL odmeri se 33 g (34,8 mL; 0,33 mol) cikloheksanola i 17 g (10 mL) 85% fosforne kiseline. Na balon se montira mala aparatura za destilaciju na atmosferskom pritisku i smesa u balonu se zagreva u uljanom kupatilu, pri čemu se temperatura ulja održava na 160-180 °C. Smesa cikloheksena i vode destiluje se na oko 90 °C, kao mutna emulzija. Nakon završene destilacije, destilat se prenese u levak za odvajanje i odvoji se gornji, organski sloj. Organski sloj se suši iznad anh. kalcijum-hlorida i procedi. Sirov proizvod se prečisti destilacijom na atmosferskom pritisku, nakon čega se dobija 22 g (81%) cikloheksena, u obliku bezbojne tečnosti karakterističnog mirisa (t.k. 83 °C).

Referenca: L. F. Tietze, Th. Eicher: Reactions and Syntheses in the Organic Chemistry Laboratory, University Science Books, 1989, str. 125