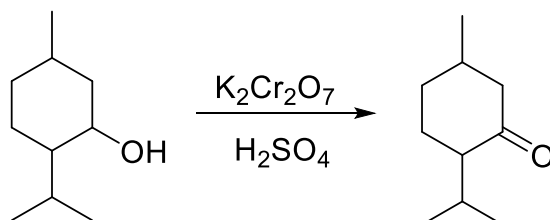


## IV Preparat

### 1. Menton

**Dobijanje ketona oksidacijom alkohola kalijum-dihromatom u kiselim uslovima**



Supstanca	m (g)	V (mL)	mol	eq
Mentol	9		0,058	1
$K_2Cr_2O_7$	11,8		0,04	0,7
cc $H_2SO_4$		5,4		

*Kalijum-dihromat je veoma otrovna i kancerogena supstanca. Jak je oksidans i u kontaktu sa oksidabilnim supstancama može dovesti do požara. Eksperiment se mora izvoditi u digestoru.*

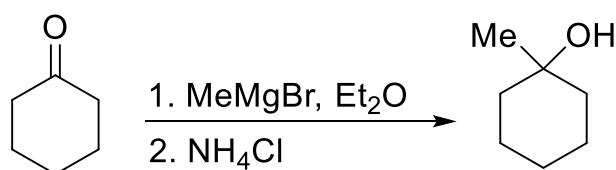
U balonu od 100 mL, opremljenom magnetnom mešalicom i termometrom, napravi se rastvor 11,8 g (0,04 mol; 0,7 ekv) kalijum-dihromata u razblaženoj sumpornoj kiselini (5,4 mL konc. sumporne kiseline u 60 mL vode). U ovaj oksidacioni rastvor dodaje se 9 g (0,058 mol) čvrstog mentola, tokom 15 min, pri čemu se rastvor spontano greje i temperatura raste do 55 °C.\* Reakciona smesa se meša na ovoj temperaturi 1,5 h, a zatim ohladi do sobne temperature i proizvod se ekstrahuje sa 100 mL dietil-etra. Etarski sloj se ispere 3-4 puta sa po 20 mL 5% natrijum-hidroksida i suši iznad anh. natrijum-sulfata. Sušilo se ukloni cedjenjem, etar se upari pomoću vakuum-uparivača i sirovi uljasti proizvod prečisti vakuum-distilacijom, pri čemu se dobija 7,5 g (84%) čistog mentona, u obliku bezbojne tečnosti karakterističnog mirisa (t.t. 98-100 °C/18 mmHg).

\* Ukoliko do porasta temperature ne dođe, potrebno je reakcionu smesu zagrevati pomoću vodenog kupatila do navedene temperature.

Referenca: A. I. Vogel: A Textbook of Practical Organic Chemistry (3. izdanje), Longman Group Limited, 1956, str. 337

## 2. 1-Metilcikloheksanol

Dobijanje tercijarnog alkohola reakcijom ketona sa Grignard-ovim reagensom



Supstanca	m (g)	V (mL)	mol	eq
Mg	4,0		0,16	1,07
Metiljodid	23,7	10,5	0,17	1,07
Cikloheksanon	14,7	15,5	0,15	1

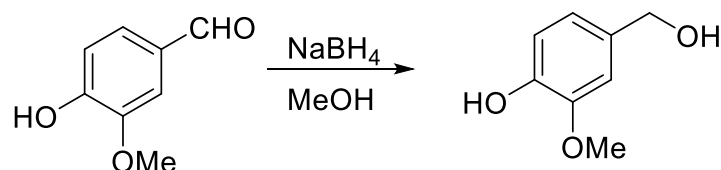
Metil-jodid je lako isparljiva, kancerogena tečnost. Pare ove tečnosti se ne smiju udisati i mora se sprečiti kontakt sa kožom. Eksperiment se mora izvoditi u digestoru.

U dvogirli balon od 500 mL, opremljen povratnim kondenzatorom (sa cevčicom za sušenje na vrhu), kapalicom i magnetnom mešalicom, odmeri se 4,0 g (0,16 mol; 1,07 ekv) opiljaka magnezijuma i 50 mL suvog dietil-etra. U kapalici se pripremi rastvor 23,7 g (10,5 mL; 0,17 mol; 1,07 ekv) metil-jodida u 30 mL suvog dietil-etra. Reakcionoj smesi se, uz mešanje, doda oko 5 mL rastvora jodida iz kapalice i reakcija započinje posle nekoliko minuta, što se može primetiti po zamućenju reakcione smese i blagom ključanju rastvora. Ostataka rastvora metil-jodida dodaje se u reakcionu smešu takvom brzinom da ona blago ključa bez spoljašnjeg zagrevanja. Kada se završi sa ukapavanjem rastvora metil-jodida, reakciona smesa se na vodenom kupatilu zagreva da ključa još 30 min. Reakciona smesa se zatim ohladi u ledenom kupatilu i tokom 30 minuta polako se ukapava rastvor 14,7 g (15,5 mL; 0,15 mol) cikloheksanona u 30 mL suvog dietil-etra. Smesa se meša i zagreva da ključa još 30 min, nakon čega se ohladi u ledenom kupatilu i iz kapalice se pažljivo doda 120 mL zasićenog vodenog rastvora amonijum-hlorida, kako bi se rastvorile staložene bazne magnezijumove soli. Etarski rastvor se odvoji, a vodeni sloj se dodatno ekstrahuje dietil-etrom (100 mL). Kombinovani etarski ekstrakt se ispere zasićenim vodenim rastvorom natrijum-bikarbonata, zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida i suši iznad anh. natrijum-sulfata. Rastvor se procedi, rastvarač se ukloni uparavanjem pomoću vakuum-uparivača i preostala tečnost se prečišćava destilacijom pod sniženim pritiskom. Dobija se 12,2 g (71%) 1-metilcikloheksanola, u obliku bezbojne tečnosti (t.k. 60 °C/16 mmHg).

Referenca: L. F. Tietze, Th. Eicher: Reactions and Syntheses in the Organic Chemistry Laboratory, University Science Books, 1989, str. 195

### 3. Vanilin-alkohol

#### Redukcija aldehida do primarnog alkohola pomoću natrijum-borhidrida



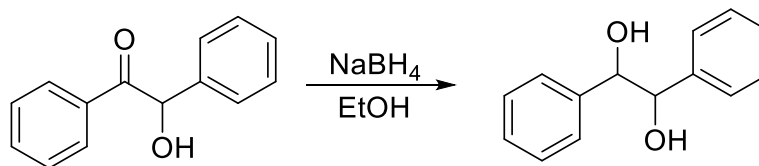
<i>Supstanca</i>	<i>m (g)</i>	<i>V (mL)</i>	<i>mmol</i>	<i>eq</i>
<i>Vanilin</i>	1,6		0,021	2
<i>NaBH<sub>4</sub></i>	1,4		6,14	0,18
<i>MeOH</i>		35		

U balon od 100 mL, opremljen povratnim kondenzatorom i magnetnom mešalicom, odmeri se 1,6 g (0,01 mol) vanilina i rastvori u 35 mL metanola. Uz mešanje, reakcionoj smesi se polako doda 0,8 g (0,021 mol; 2 ekv) natrijum-borhidrida, a zatim se meša na sobnoj temperaturi još 1 h. Smesa se razblaži etil-acetatom, prenese u levak za odvajanje, ispere zasićenim vodenim rastvorom amonijum-hlorida, zasićenim vodenim rastvorom natrijum-hlorida i osuši iznad anh. natrijum-sulfata. Rastvor se procedi, rastvarači se upare pod sniženim pritiskom, a ostatak u balonu prečisti se vakuum-hromatografijom na silika-gelu (eluente petroleter/etil-acetat = 2:1). Dobija se 1,5 g (97%) vanilin-alkohola, u obliku belih kristala (t.t. 114 °C).

Referenca: Z. Lu, C. Hu, J. Guo, J. Li, Y. Cui, Y. Jia, *Org. Lett.*, 2010, 12, 480

#### 4. 1,2-Difeniletan-1,2-diol

##### Dobijanje alkohola redukcijom ketona pomoću natrijum-borhidrida



<i>Supstanca</i>	<i>m (g)</i>	<i>V (mL)</i>	<i>mmol</i>	<i>eq</i>
<i>Benzion</i>	6,0		0,028	1
<i>NaBH<sub>4</sub></i>	1,2		0,031	1,1
<i>EtOH</i>		60		

U erlenmajeru od 250 mL, opremljenom magnetnom mešalicom, rastvori se 6,0 g (0,028 mol) benzoina (Preparat 140) u 60 mL etanola i dobijenom rastvoru se polako dodaje 1,2 g (0,031 mol; 1,1 ekv) natrijum-borhidrida. Nakon završenog dodavanja natrijum-borhidrida, reakciona smesa se meša još 30 min na sobnoj temperaturi, a zatim ohladi u ledenom kupatilu. Reakcionoj smesi se ukapavanjem dodaje 75 mL vode i mešanje se nastavi još 20 min na ovoj temperaturi, za koje vreme se izdvaja talog. Talog se procedi na *Büchner*-ovom levku, dobro ispere hladnom vodom i ostavi da se suši na vazduhu. Sirov proizvod se prečišćava kristalizacijom iz petroletra, nakon čega se dobija 5,5 g (92%) 1,2-difeniletan-1,2-diola, u obliku belih kristala (t.t. 120 °C).

Referenca: L. M. Harwood, C. J. Moody: Experimental Organic Chemistry, Blackwell Sci. Publ. Oxford, 1989, str. 491