9.VAJA β-D(+) glukoza pentaacetat

Estrifikacija. R/S izomera. L/D sta eksperimentalno določena.



Procesu odpiranja in zapiranja rečemo mutarotacija. Gre za nukleofilno substitucijo s sledečo eliminacijo.Kiralni centi označeni z \* ,zaprta oblika- vsi c-ji vezani v obroč so kiralni.



SN1 mehanizem, zaradi stabilizacije sosednjega atoma (resonančna)

Zaščita skupine- sladkorji so 2.funkcionalne skupine, ko zaščitimo predvsem reaktivnost na anomernem C atomu.





Glukozo, brezvodni Na-acetat, acetanhidrid segrevamo na vodni kopeli v bučki z zračnim hladilnikom. Vroče zlijemo na led. Oborino odnučiramo (voda, etanol), prekristaliziramo iz vode.

POSTOPKI: Če čiščenje ne da ustreznih rezultatov, ponovimo ali uporabimo drugo metodo. Po ekstrakciji ali kromatografiji trden produkt običajno še kristaliziramo.

-segrevanje

- do 100 stopinj vodne kopeli (čaša, lonec z vodo) s prostim plamenom ali z električnim grelcem

-za segrevanje do 220 stopinj oljne kopeli

-hlajenje

 - do 18 stopinj z vodovodno vodo

 -do 0 stopinj z zmesjo ledu in vode

 - do -21 stopinj z zmesjo zdrobljenega ledu in kuhinjske soli 3:1

-temperatura

 -do 50 stopinj alkoholnih nad živosrebrni

-kristalizacija

Je nastanek in rast kristalov iz nasičene raztopne spojine. Temelji na razliki topnosti spojine in primesi v danem pri različnih temperaturah. Dodamo aktivno oglje z adsorbcijo primesi.

-sublimacija

uporabimo kot metodo za izolacijo oziroma čiščenje trdih organskih spojin. Pogoja za sublimacijo sta: spojina mora imeti znaten parni tlak pri temperaturah nižjih od njenega tališča. Razlike v parnih tlakih sestavin zmesi morajo biti čim večje (ločitev organskih od anorganskih)

-filtracija

-vroče zmesi (kot na primer pri kristalizaciji) filtriramo skozi guban filter in kristalizacijski lij. Filtracija skozi guban hitrejša kot naguban

-hladne suspenzije ločujemo z nučanjem (Büchnerjev lij in presesalna elrenmajerica)



-določanje tališča

z mikroskop z ogrevalno mizico ali s Thielejevim aparatom (napolnjen s parafinskim oljem)

- destilacija-ločevanje in čiščenje tekočin glede na razliko parnih tlakov v zmesi

**

<*navadna destilacija* (hladilnik postavimo tako, da doteka v najnižji in odteka v najvišji točki)

Z njo ločimo idealne zmesi tekočin, katerih vrelišča se razlikujejo vsaj za 80 ºC



< *frakcionirana destilacija* je bolj učinkovita, uporablja se za ločevanje idealnih zmesi tekočin, katerih vrelišča se razlikujejo vsaj za 5-10 ºC. S frakcionirano destilacijo neidealnih zmesi ne moremo ločiti.

**<** *vakuumska destilacija*,

 ko ima tekočina visoko vrelišče ali pa pri vrelišču v atmosferskem tlaku razpada. Sestavljajo ga destilacijska bučka s kopeljo, motor, hladilnik in pod njim predložka.

*destilacija z vodno paro>*

uporabljamo za čiščenje in izolacijo spojin, ki se z vodo ne mešajo.Trdno spojino smemo tako destilirati, če se ne meša z vodo, z njo ne reagira in se v njej ne raztaplja do 100ºC, ter da ima pri teh temperaturah znaten parni tlak.

- ekstrakcijo uporabljamo za izolacijo spojin in trdnih zmesi. Temelji na razliki topnosti sestavin zmesi v dveh topilih (tekoče-tekoče) oziroma v razliki v danem topilu (trdno-tekoče).

Ekstrakcija iz raztopin - spojini dodamo neko topilo, ki se s prvim ne meša, dobimo dvofazni sistem. Spojina se porazdeli v dve fazi. Plast ločimo in dobljeno raztopino uparimo. Koliko topljenca je po n-ekstrakciji ostalo v vodni raztopini:

Vo je org. topilo, Vv pa raztopina, mv topljenec

Aparatura za sintezo etil acetata



- sušenje raztopin v organskih topilih, ki jih dobimo pri ekstrakciji iz vodnih raztopin obučajno sušimo s sušilnimi sredstvi CuSO4, NaOH, CaCl2, CaSO4, CaO, Al2O3 najmočnejši. Po dodatku sušilnega sredstva sledi filtracija.

- kromatografija za ločevanje in čiščenje spojin, temelji na različni porazdelitvi sestavin zmesi med dvema fazama. Z kromatografijo lahko ločimo zmesi, ki se jih z drugimi postopki ne da.

Najprimernejša topila za ekstrakcijo iz vodnih raztopin

-lažja od vode: benzen, dietil eter, etil acetat, n-heksan

-težja od vode: kloroform, metilen klorid, tetraklorometan