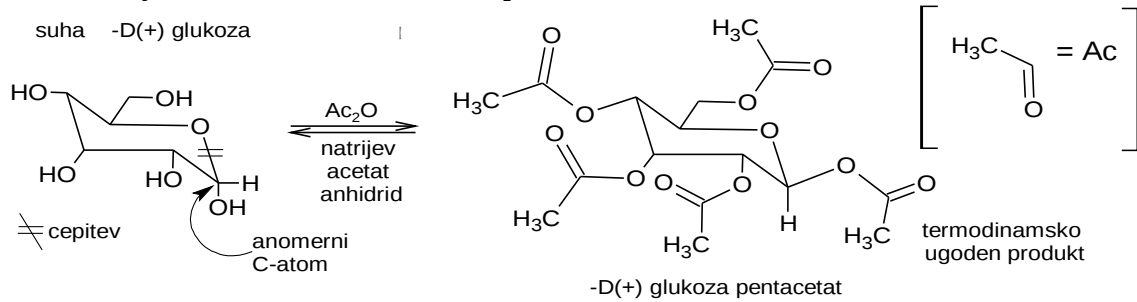
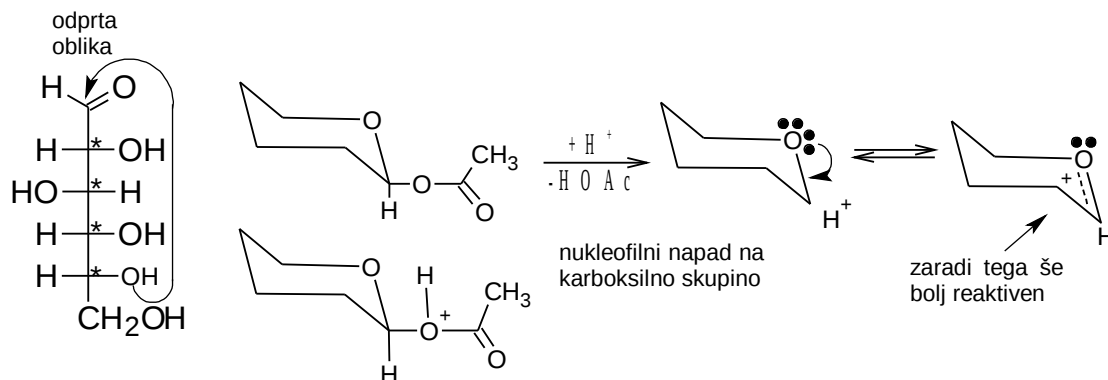


9.VAJA β -D(+)-glukoza pentaacetat

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

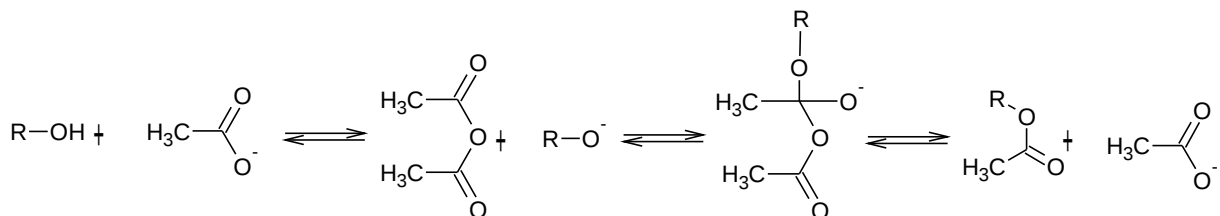
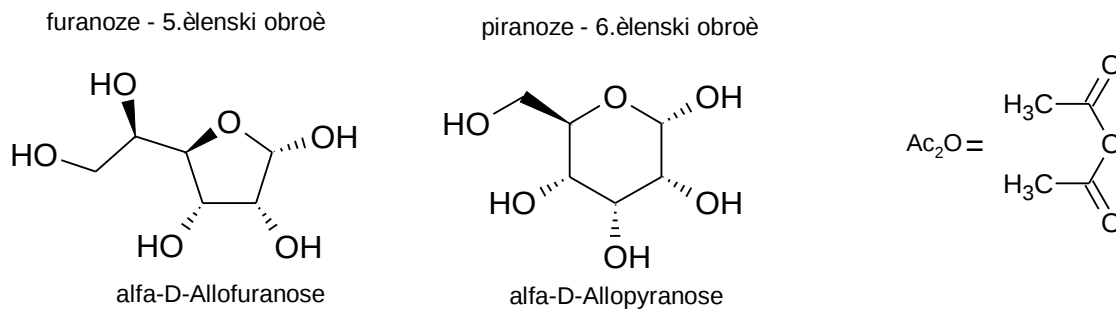


Procesu odpiranja in zapiranja rečemo mutarotacija. Gre za nukleofilno substitucijo s sledečo eliminacijo. Kiralni centri označeni z *, zaprta oblika- vsi c-ji vezani v obroč so kiralni.



$\text{S}_{\text{N}}1$ mehanizem, zaradi stabilizacije sosednjega atoma (resonančna)

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



Glukoza, brezvodni Na-acetat, acetanhidrid segrevamo na vodni kopeli v bučki z zračnim hladilnikom. Vroče zlijemo na led. Oborino odnučiramo (voda, etanol), prekrystaliziramo 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 (čša, 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

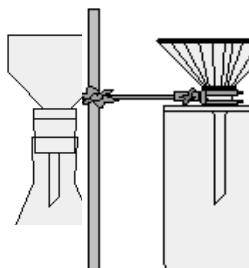
Je nastanek in rast kristalov iz nasičene raztopne spojine. Temelji na razliki topnosti spojine in primesi v danem pri različnih temperaturah. Dodamo aktivno oglje z adsorbcijo primesi.

-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)

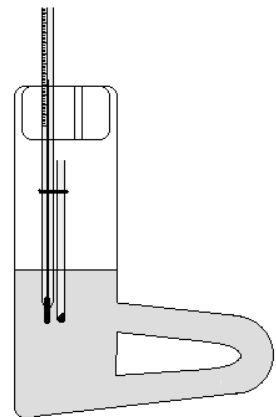
-filtracija

- 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)

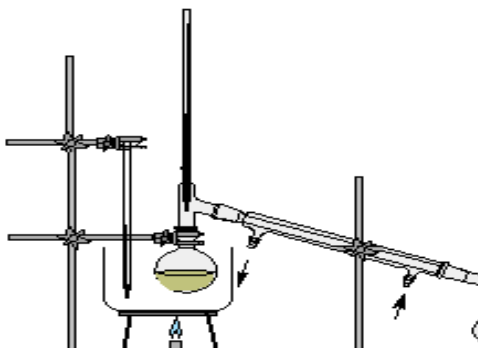


-določanje tališča

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

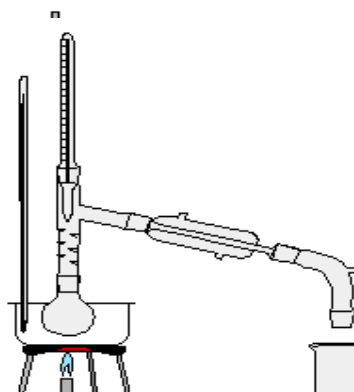


- destilacija-ločevanje in čiščenje tekočin glede na razliko parnih tlakov v zmesi

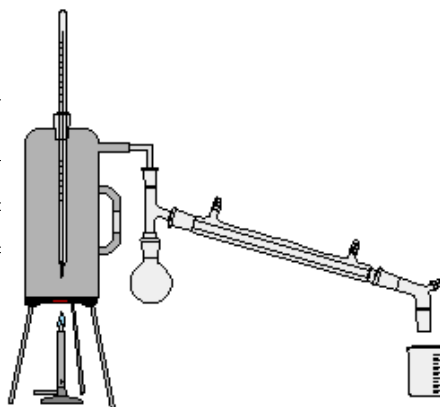
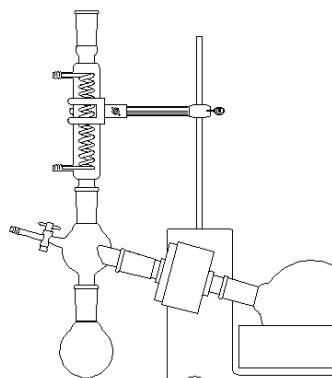


<navadna destilacija (hladilnik postavimo tako, da doteka v najnižji in odteka v najvišji točki)

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



< *frakcionirana destilacija* je bolj učinkovita, uporablja se za ločevanje idealnih zmesi tekočin, katerih vrelišča se razlikujejo vsaj za 5-10 °C. 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> čiščenje in izolacijo spojin, ki mešajo. Trdno spojino smemo

uporabljamo za se z vodo ne

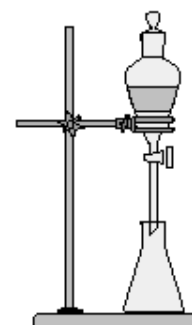
tako destilirati, če se ne meša z vodo, z njo ne reagira in se v njej ne raztaplja do 100°C, ter da ima pri teh temperaturah znaten parni tlak.

- 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).

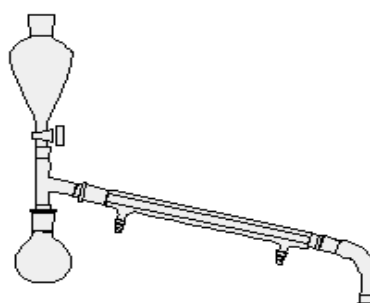
Ekstrakcija iz raztopin - spojini dodamo neko topilo, ki se s prvim ne meša, dobimo dvofazni sistem. Spojina se porazdeli v dve fazi. Plast ločimo in dobljeno raztopino uparimo. Koliko topljenca je po n-ekstrakciji ostalo v vodni raztopini:

V_o je org. topilo, V_v pa raztopina, m_v topljenec

$$m_n = m_v \left[\frac{V_v}{K_d V_o + V_v} \right]^n$$



Aparatura za sintezo etil acetata



- sušenje raztopin v organskih topilih, ki jih dobimo pri ekstrakciji iz vodnih raztopin običajno sušimo s sušilnimi sredstvi CuSO_4 , NaOH , CaCl_2 , CaSO_4 , CaO , Al_2O_3 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