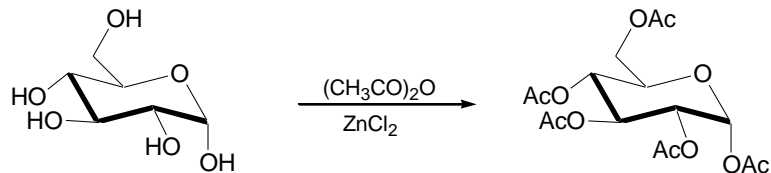
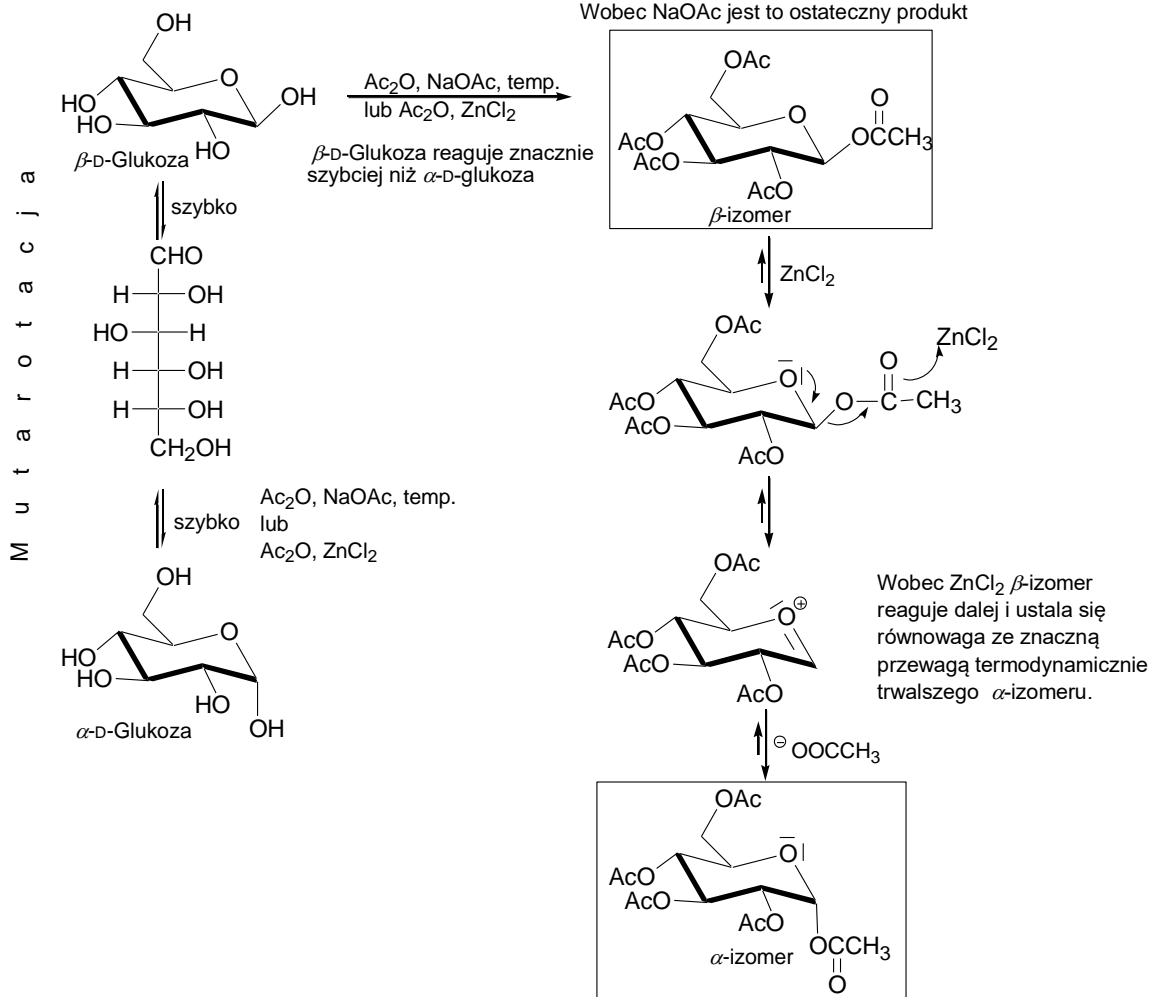


1,2,3,4,6-PENTA-O-ACETYLO- α -D-GLUKOPIRANOZA

Cel zadania. Synteza pentaoctanu α -D-glukozy jako krystalicznej pochodnej monosacharydu. Oznaczanie skręcalności właściwej. Kinetyczna i termodynamiczna kontrola reakcji. Określenie konfiguracji przy C_1 na podstawie widma ^1H NMR przez porównanie z izomerem β .



Mechanizm



Odczynniki

α -D-Glukoza	2,50 g (14 mmoli)
Chlorek cynku bezw.	0,50 g
Bezwodnik kwasu octowego	14,30 g (13,2 ml; 140 mmoli)
Etanol	50 ml

Aparatura

Kolba dwuszyjna 100 ml
Chłodnica zwrotna
Termometr
Płaszcz grzejny
Mieszadło magnetyczne

Wykonanie

W kolbie dwuszyjnej o poj. 100 ml zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i termometr umieszcza się sproszkowany bezw. chlorek cynku (0,50 g, 140 mmoli) i bezwodnik kwasu octowego (14,3 g, 13,2 ml, 140 mmoli). Mieszaninę ogrzewa się do rozpuszczenia całego chlorku cynku (5-10 minut). Następnie dodaje porcjami sproszkowaną α -D-glukozę (2,50 g, 14 mmoli) – może zachodzić gwałtowna reakcja; ogrzewa się przez 1 godzinę w temp. 90 °C. Mieszaninę wylewa się do wody z lodem (125 ml) energicznie mieszając. Po około 30 minutach wydzielający się olej zaczyna krzepnąć. Powstały osad odsącza się, przemywa zimną wodą i po wysuszeniu dwukrotnie krystalizuje z etanolu. T.t. 110–111 °C.

Oznaczenia

- 1) Temperatura topnienia substratu i produktu.
- 2) Skręcalność właściwa produktu.

W kolbie miarowej o pojemności 10 ml odważyć około 1 g produktu (na wadze analitycznej) i dopełnić do kreski chloroformem. Skręcalność właściwa:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{l \cdot c}$$

gdzie: α — zmierzony kąt skręcania,
l — długość rurki polarymetrycznej w dm,
c — stężenie w g/ml.

Sposób zapisu:

$$[\alpha]_D^{20} = \dots\dots\dots (c = \dots\dots\dots, \text{CHCl}_3)$$

c - stężenie w g/100 ml

Analiza

Interpretacja widma ^1H NMR.

Literatura

- 1) B. G. Davis, A. J. Fairbanks, *Carbohydrate Chemistry*, Oxford, University Press, 2002, s. 22.
- 2) A. I. Vogel, *Preparatyka Organiczna*, Wyd. 2, PWN, Warszawa, 1984, s. 384.

BHP

Bezwodnik kwasu octowego jest łatwopalny, powoduje oparzenia, drażni układ oddechowy. W razie kontaktu zmyć dużą ilością wody.

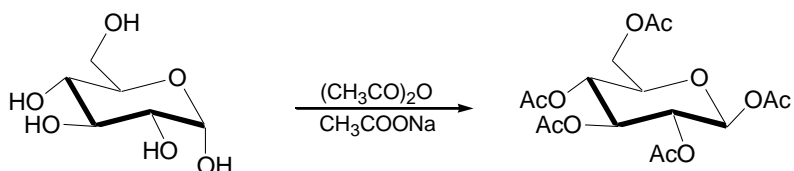
Chlorek cynku powoduje oparzenia. Unikać kontaktu ze skórą.

Etanol — związek łatwopalny. Podczas pracy nie używać otwartego ognia.

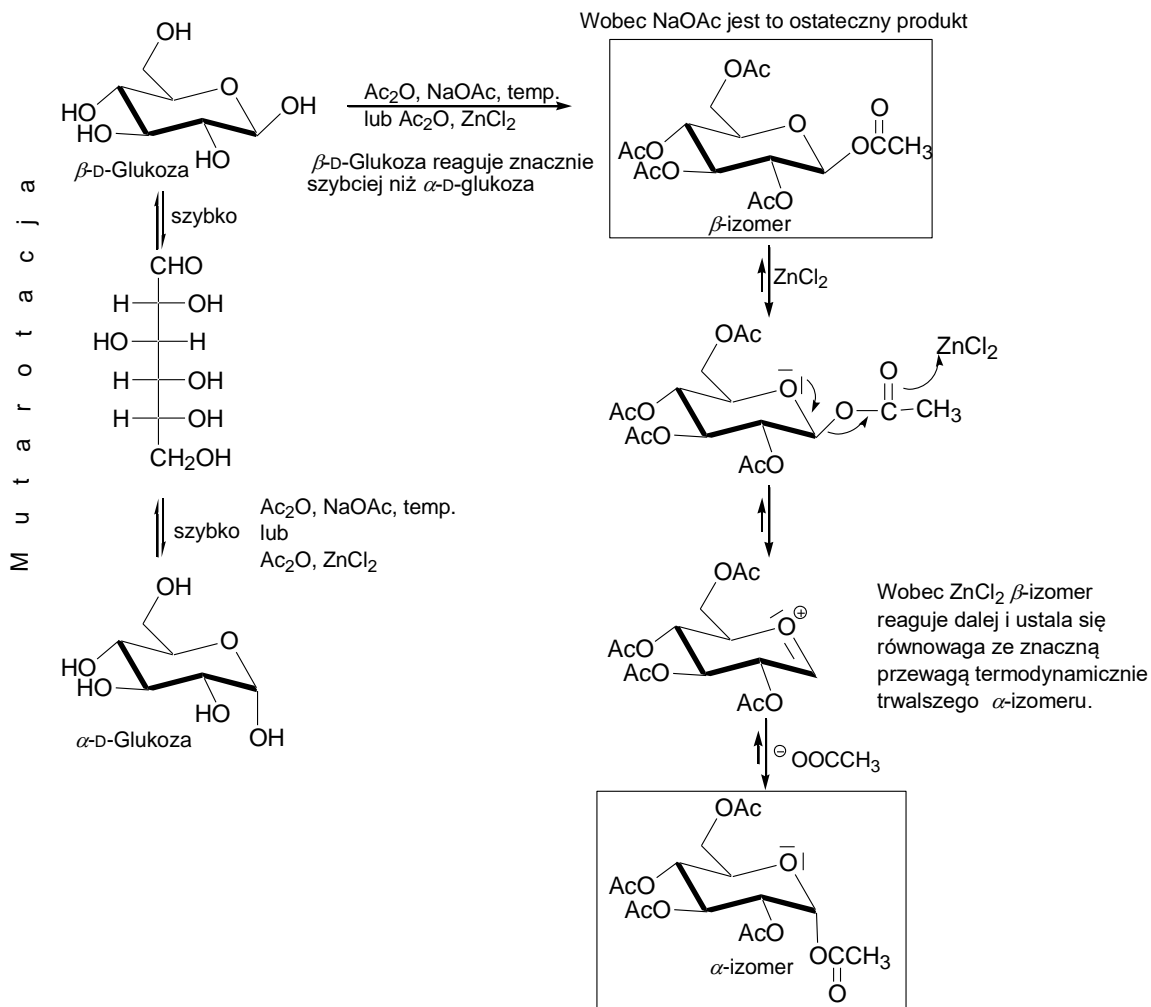
Opracował: dr Jacek Ścianowski

1,2,3,4,6-PENTA-O-ACETYLO- β -D-GLUKOPIRANOZA

Cel zadania. Synteza pentaoctanu β -D-glukozy jako krystalicznej pochodnej monosacharydu. Oznaczanie skręcalności właściwej. Kinetyczna i termodynamiczna kontrola reakcji. Określenie konfiguracji przy C₁ na podstawie widma ¹H NMR przez porównanie z izomerem α .



Mechanizm



Odczynniki

α -D-Glukoza	2,50 g (14 mmoli)
Octan sodu bezw.	2,00 g
Bezwodnik kwasu octowego	14,30 g (13,2 ml; 140 mmoli)
Etanol	50 ml

Aparatura

Kolba dwuszyjna 100 ml
Chłodnica zwrotna
Termometr
Płaszcz grzejny
Mieszadło magnetyczne

Wykonanie

W porcelanowej parownicy uciera się bezw. octan sodu (2,00 g) i α -D-glukozę (2,50 g, 14 mmoli). Mieszaninę przenosi się do kolby dwuszyjnej o poj. 100 ml zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną i termometr, a następnie dodaje bezwodnik kwasu octowego (14,3 g, 13,2 ml, 140 mmoli). Mieszaninę utrzymuje się w temperaturze 90 °C, aż do uzyskania klarownego roztworu, a następnie kontynuuje ogrzewanie jeszcze przez 2 godziny. Zawartość kolby wylewa się do wody z lodem (125 ml) energicznie mieszając. Po około godzinie produkt (gęsty olej) zaczyna krzepnąć. Powstały osad odsącza się, przemywa zimną wodą i po wysuszeniu krystalizuje dwukrotnie z etanolu. T.t. 131–132 °C.

Oznaczenia

- 1) Temperatura topnienia substratu i produktu.
- 2) Skręcalność właściwa produktu.

W kolbie miarowej o pojemności 10 ml odważyć około 1g produktu (na wadze analitycznej) i dopełnić do kreski chloroformem. Skręcalność właściwa:

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{l \cdot c}$$

gdzie: α — zmierzony kąt skręcania,
l — długość rurki polarymetrycznej w dm,
c — stężenie w g/ml.

Sposób zapisu:

$$[\alpha]_D^{20} = \dots\dots\dots (c = \dots\dots\dots, \text{CHCl}_3)$$

c - stężenie w g/100 ml

Analiza

Interpretacja widma ^1H NMR.

Literatura

- 1) B. G. Davis, A. J. Fairbanks, *Carbohydrate Chemistry*, Oxford, University Press, 2002, str. 22.
- 2) A. I. Vogel, *Preparatyka Organiczna*, Wyd. 2, PWN, Warszawa, 1984, s. 384.

BHP

Bezwodnik kwasu octowego jest łatwopalny, powoduje oparzenia, drażni układ oddechowy. W razie kontaktu zmyć dużą ilością wody.

Etanol — związek łatwopalny. Podczas pracy nie używać otwartego ognia.

Opracował: dr Jacek Ścianowski