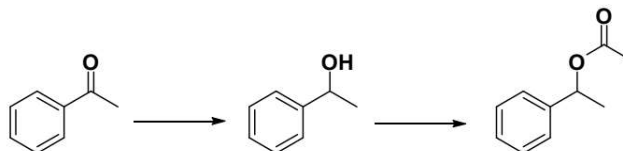


Synteza octanu sterylalu (Steralyl acetate)

Nuta serca; Klasyfikacja: zielony; **Zapach:** zielony, liście słodki, gardenia, rabarbar, owoce, białe kwiaty

Redukcja acetofenonu



Odczynniki:

Acetofenon 4,8g (..... mmol)
Borowodorek sodu 2,28g (..... mmol)
Metanol 60 ml
Wodorotlenek sodu
Siarczan (VI) magnezu bezw.
Chlorek sodu
Eter dietylowy
Dichlorometan
Bezwodnik octowy
Jod
Tiosiarczan sodu

Aparatura:

Kolba jednoszyjna okrągłodenna 100 ml
Chłodnica zwrotna
Płaszcz grzejny
Rozdzielacz

Wykonanie:

Etap I

W kolbie okrągłodennej o pojemności 100 ml zaopatrzonej w mieszadło magnetyczne oraz chłodnicę zwrotną umieszczono acetofenon (4,8 g, mmol) w metanolu. Do roztworu dodano porcjami borowodorek sodu. Całość ogrzewano przez 30 min. pod chłodnicą zwrotną w temperaturze wrzenia rozpuszczalnika. Po ochłodzeniu rozpuszczalnik usunięto na wyparce obrotowej. Do pozostałości dodano 10% roztwór wodorotlenku sodu (55 ml) i ekstrahowano eterem dietylowym (3x20 ml). Połączone ekstrakty eterowe przemyto wodą (2x20 ml) i solanką (20 ml), a następnie suszono bezwodnym siarczanem (VI) magnezu. W celu oznaczenia czystości produktu wykonano analizę TLC (eluent heksan:octan etylu 80:20, ze wzorcem acetofenonu). Rozpuszczalnik usunięto na wyparce obrotowej, zważono produkt i obliczono wydajność.

Etap II

W kolbie okrągłodennej umieszczono 1-fenyletanol (.....g, mmol) oraz bezwodnik octowy (..... g, mmol, 2 eq.) w dichlorometanie (2 ml na 1 mmol substratu). Następnie dodano katalityczną ilość jodu (..... g, mmol, 0,1 eq.) i mieszano całość w temperaturze pokojowej przez 30 min. Po zakończeniu reakcji (monitorowanej za pomocą TLC), mieszaninę rozcieńczono 5% wodnym roztworem NaOH (50 ml) i wyekstrahowano eterem dietylowym (2x20 ml). Ekstrakt przemyto ponownie 5% NaOH (50 ml), 1M roztworem tiosiarczanu sodu (40 ml), wodą, solanką i osuszono bezwodnym siarczanem (VI) magnezu. Rozpuszczalnik usunięto pod zmniejszonym ciśnieniem. Produkt zważono, policzono wydajność reakcji oraz wykonano widmo IR.