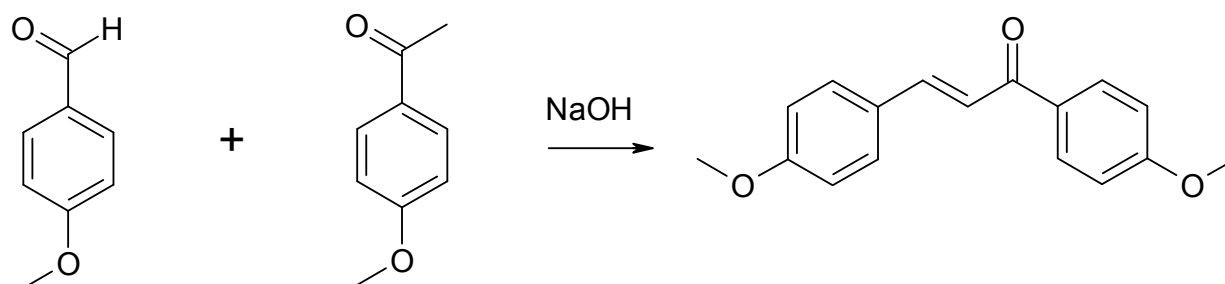


## Roheline keemia: aldoolkondensatsioon

Orgaanilisel sünteesil tekkivate jääkide vähendamiseks tehakse sünteesi mõnikord mitte orgaanilistes lahustites, vaid näiteks vees või hoopis ilma lahustita. Käesolev aldoolkondensatsioon toimub suurepäraselt vees. Sellise sünteesi tulemusena saadavad konjugeeritud ketoonid on potentsiaalsed ravimid, omades vähi-, põletiku-, bakteri- ja seentevastast toimet.

### Reaktsiooniskeem



### Ohutustehnika

Kogu eksperimendi ajal tuleb kanda kitlit, kaitseprille ja kaitsekindaid.

**Aldehüüdid ja ketoonid** on nahka ärritava toimega.

Tahke **NaOH** ja selle lahused on tugevalt söövitava toimega.

**Vältige** kasutatavate ainete **kontakti nahaga** ja eriti **silmadega**.

### Kemikaalid ja töövahendid

0,477 g 4-metoksübensaldehüüdi 10 ml ümarkolvis

0,525 g 4-metoksüfenüülmetüülketooni eppendorfis (**Ket**)

0,35 g naatriumhüdrosiidi eppendorfis (**NaOH**)

Etanool (2 ml) 10 ml korgiga katseklaasis ümberkristallimiseks (**EtOH**)

Atsetoon (3 ml) 5 ml korgiga katseklaasis (**Ats**)

Voolutussegu (heksaan/etüülatsetaat 3 : 1) 100 ml Erlemeyeri kolbides valmis ühiseks kasutamiseks (**H/E 3 : 1**)

Etüülatsetaat neljas korgiga katseklaasis produkti TLC lahuse valmistamiseks (**EtOAc**)

Dest. vesi neljas pesupudelis ühiseks kasutamiseks

10 ml mõõturedega katseklaas dest. vee mõõtmiseks  
Magnetsegajapulk  
100 ml keeduklaas  
20 ml pirnkolb ümberkristallimiseks  
Jahuti  
Filtrimisseade (klaasfilter, 50 ml ümarkolb, vahetükk)  
Plastiklehter  
Petri tass  
3 ml plastikpipett (3 tk)  
Digitermomeeter  
Eppendorf kristallitud produkti lahuse valmistamiseks (**P**)  
Voolutusnõu kaanega  
Planaarkromatograafia plaat ja kapillaar  
UV- lambid (2 tk) ühiseks kasutamiseks  
Kaalud (2 tk) ühiseks kasutamiseks  
Pliiats, joonlaud, spaatel, pintsetid  
Magnetsegaja, statiiv, käpp, muhv

## Sünteesi eeskiri

Kinnitage 10 ml ümarkolb, milles on 0,477 g 4-metoksübensaldehüüdi statiivile, pange sinna magnetsegajapulk, lisage 0,525 g 4-metoksüfenüülmetüülketooni (**Ket**) ja segage magnetsegajal kuni homogeense lahuse moodustumiseni.

Lisage valmiskaalutud 0,35-0,40 g **NaOH** graanulitele eppendorfis 0,5 ml dest. vett, sulgege hoolikalt ja loksutage kuni lahustumiseni. Lisage saadud NaOH lahus aldehüüdi ja ketooni segule reaktsiooni kolbi ja segage ca 4-5 min. Pöörake seejärel reaktsioonikolb kuumutusplaadi kohalt kõrvale.

Valage 100 ml keeduklaasi 80 ml dest. vett, pange see magnetsegaja kuumutusplaadile, reguleerige magnetsegaja küte näiduni 400 °C ja kuumutage selliselt 5-6 minutit. Seejärel reguleerige küte näiduni 200 °C ja asetage reaktsioonikolb vesivanni. Nii saavutatakse vesivannis ca 85-90 °C temperatuur. Kontrollige vesivanni temperatuuri aegajalt digitermomeetriga. **Ettevaatust kuuma veega!** Segage reaktsiooniseгу sellel temperatuuril 30 minutit.

Jahutage seejärel segu toatemperatuurini ja siis jäävannil ca 5 min. Lisage reaktsiooniseгуle 2-3 ml jäävett, segage kuni ühtlase suspensiooni moodustumiseni, filtrige sade klaasfiltril ning peske sadet filtril 5 x 5 ml destilleeritud veega.

## Ümberkristallimine

Viige saadud sade koos magnetsegajapulgaga plastiklehtri abil ümberkristallimiseks 20 ml pirnkolbi, asetage kolvile jahuti (õhkjahuti) ning kristallige produkt ümber 95% etanoolist. Segu jahutamise ajal peske eelmisel filtrimisel kasutatud klaasfiltrit atsetooniga. Filtrige eraldunud sade klaasfiltril ja peske sadet klaasfiltril minimaalse koguse jääkülma etanooliga ning kuivatage vakumeerides filtril 5 min.

Pange saadud produkt eelnevalt kaalutud Petri tassile, kaaluge seejärel aine koos Petri tassiga ja arvutage produkti mass ja saagis protsentides.

## Analüüs

Kontrollige ümberkristallitud produkti puhtust planaarkromatograafia abil, kasutades voolutina heksaani/etüülatsetaadi 3 : 1 segu, mis on valmis tehtud ja saadaval laboris 100 ml Erlenmeyeri kolbides (**H/E 3 : 1**). Määrake produkti  $R_f$  väärtus ja kandke vastustelehele.