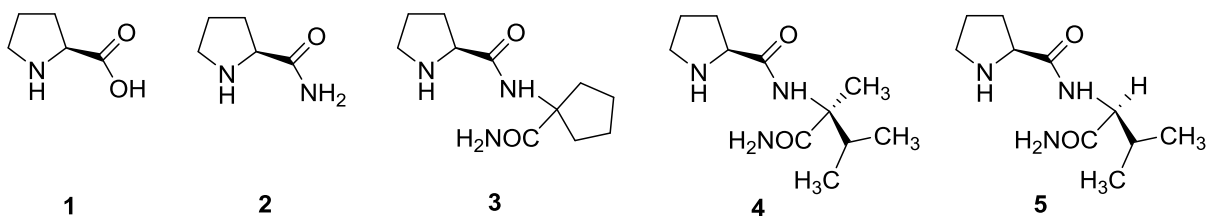
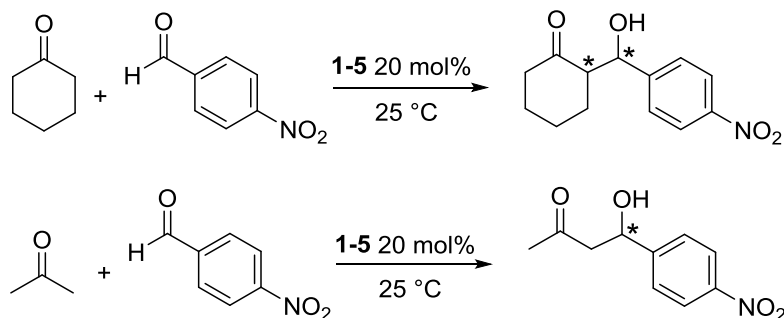


Asymetrická aldolizace

(Enantioselektivní katalýza)



| Sloučenina | M [g/mol] | b.v.[°C] | ρ [g/cm ³] | m [mg] | n[mmol] |
|----------------------|-----------|----------|-----------------------------|--------|---------|
| Aceton | 58,1 | 56 | 0,791 | 290 | 5 |
| Cyklohexanon | 98,2 | 155 | 0,947 | 491 | 5 |
| 4-Nitrobenzaldehyd | 151,1 | - | - | 75 | 0,5 |
| Prolin-kat. | - | - | - | - | 0,1 |
| Trifluoroacetic acid | 114,0 | 72 | 1,489 | 5,7 | 0,05 |

Poznámka: Každý student obdrží jeden katalyzátor (1-5) a bude mít zadáno jedno rozpouštědlo.

Do 10ml kulaté baňky se předloží katalyzátor 1-5 (0.1 mmol, 20 mol%) a příslušné rozpouštědlo (methanol, DMF, MeCN, THF) (2,0 ml). Pak se přidá keton (5 mmol) a trifluoroctová kyselina (4,0 μ l, 0.05 mmol). Vzniklá směs se míchá 1h a poté se přidá 4-nitrobenzaldehyd (0,5 mmol). Reakční směs se míchá 7 dní při laboratorní teplotě. Reakční směs se smíchá s nasyceným roztokem chloridu amonného (10 ml) a extrahuje se ethylacetátem (3 \times 10 ml). Organické extrakty se promyjí vodou (10 ml) a vysuší bezvodým síranem sodným. Po odpaření organického rozpouštědla se surový produkt čistí sloupcovou

chromatografií na silikagelu (ethylacetat/hexan (1:4) – 2-(1-hydroxy-1-(4-nitrofenyl)methyl)cyklohexanon; ethylacetat/hexan (1:3) – 4-hydroxy-(4-nitrofenyl)butan-2-on. Poměr diastereoizomerů u aldolu připraveného z cyklohexanonu lze stanovit pomocí ^1H NMR spektroskopie. Enantiomerní přebytek se určí pomocí HPLC s použitím chirálních kolon: 4-Hydroxy-(4-nitrofenyl)butan-2-on (Daicel Chiralcel OD-H, hexan/*i*-PrOH 70:30; průtok $0,5 \text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$, $\lambda = 254 \text{ nm}$; $t_{\text{R}1} = 25,3 \text{ min}$, $t_{\text{R}2} = 32,5 \text{ min}$); 2-(1-hydroxy-1-(4-nitrofenyl)methyl)cyklohexanon (Daicel Chiralcel OF, hexan/*i*-PrOH 80:20; průtok $0,5 \text{ ml}\cdot\text{min}^{-1}$, $\lambda = 254 \text{ nm}$ $t_{\text{R}1} (\textit{syn}) = 46,6 \text{ min}$, $t_{\text{R}2} (\textit{syn}) = 52,0 \text{ min}$; $t_{\text{R}1} (\textit{anti}) = 61,2 \text{ min}$; $t_{\text{R}2} (\textit{anti}) = 66,5 \text{ min}$).