



Biotiin[6]uriili mehhanokeemiline süntees

Bakalaureusetöö

Üliõpilane: Eve Schults

Üliõpilaskood: 213049LAAB

Juhendajad: Elina Suut-Tuule, Keemia ja biotehnoloogia instituut, doktorant-nooremteadur

Riina Aav, Keemia ja biotehnoloogia instituut, professor

Õppekava: LAAB17/20, Rakenduskeemia ja geenitehnoloogia



Biotin[6]uril mechanochemical synthesis

Bachelor's thesis

Student: Eve Schults

Student-ID: 213049LAAB

Supervisors: Elina Suut-Tuule, The Department of Chemistry and Biotechnology, Early Stage
Researcher and Riina Aav, The Department of Chemistry and Biotechnology, Professor

Study program: LAAB17/20 – Applied Chemistry and Gene Technology

Lühikokkuvõte

Käesoleva töö eesmärk oli välja töötada makrotsüklilise retseptormolekuli biotiin[6]uriili keskkonnasõbralik ning efektiivne mehhanokeemiline sünteesimeetod. Tahkes faasis happekatalüütiliste kondensatsioonireaktsioonide läbiviimiseks kasutati D-biotiini, paraformaldehüüdi ning mall-ühendeid. Reaktsioonitingimuste optimeerimiseks varieeriti mall-ühendeid, laagerdumise temperatuuri ja jahvatusaega kuulveskis. Samuti uuriti reaktsioonide toimumist erinevate ainekogustega, alates 250 milligrammist kuni 3 grammini. Produkti tekke jälgimiseks kasutati ultravioletti detektoriga kõrgsurve-vedelikkromatograafiat (HPLC-UV). Väiksemate ainekogustega optimeeritud reaktsioonides saadi biotiin[6]uriili 95% HPLC saagisega, mis on kõrgem seni kasutatud meetodi tulemustest. Makrotsükli iseloomustati kõrglahutus mass-spektromeetria, tuumamagnetresonants-spektroskoopia, eripöörangu ning sulamistäpi määramisega, need olid kooskõlas varasemalt avaldatuga. Rohelise keemia mõõdikute abil hinnati sünteesimeetodi keskkonnasõbralikkust, ja leiti, et uus sünteesitee on võrreldes olemasoleva meetodiga keskkonnasõbralikum ja ohutum. Väljatöötatud mehhanokeemiline sünteesimeetod edendab biotiin[6]uriili ja selle derivaatide rakendamist chemosensoritena.

Abstract

The aim of this work was to develop an environmentally friendly and efficient mechanochemical synthesis method for the macrocyclic receptor molecule biotin[6]uril. D-biotin, paraformaldehyde, and templates were used to conduct acid-catalysed condensation reactions in the solid state. To optimize the reaction conditions, various templates, aging temperatures, and milling times in a ball mill were tested. Additionally, the reactions were studied using different quantities of starting materials, ranging from 250 milligrams to 3 grams. High-performance liquid chromatography with an ultraviolet detector (HPLC-UV) was used to monitor the formation of the product. In reactions optimized with smaller quantities, biotin[6]uril was obtained with a 95% HPLC yield, which is higher than yields from previously known method. The macrocycle was characterized using high-resolution mass spectrometry, nuclear magnetic resonance spectroscopy, optical rotation, and melting point determination, all of which were consistent with previously published data. The sustainability of the synthesis method was evaluated using green chemistry metrics, and it was found that the new synthesis pathway is more environmentally friendly and safer compared to the existing method. The developed mechanochemical synthesis promotes the application of biotin[6]uril and its derivatives as chemosensors.