

# Sinteza novih imidazolijevih ionskih tekućina

---

Lubina, Katarina

Master's thesis / Diplomski rad

2023

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **Josip Juraj Strossmayer University of Osijek, Department of Chemistry / Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, Odjel za kemiju**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:182:442815>

Rights / Prava: [In copyright](#) / [Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2025-02-23**

Repository / Repozitorij:

[Repository of the Department of Chemistry, Osijek](#)



Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

Odjel za kemiju

Diplomski studij kemije

Katarina Lubina

**Sinteza novih imidazolijevih ionskih tekućina**

Diplomski rad

Osijek, 2023

Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

Odjel za kemiju

Diplomski studij kemije

Katarina Lubina

**Sinteza novih imidazolijevih ionskih tekućina**

Diplomski rad

Mentorica: doc. dr. sc. Marija Jozanović

Osijek, 2023

**Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku**

**Odjel za kemiju**

**Diplomski studij kemije**

**Znanstveno područje: Prirodne znanosti**

**Znanstveno polje: Kemija**

## **SINTEZA NOVIH IMIDAZOLIJEVIH IONSKIH TEKUĆINA**

**Katarina Lubina**

**Rad je izrađen na:** Odjelu za kemiju Sveučilišta Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku

**Mentor:** doc. dr. sc. Marija Jozanović

**Sažetak:** U ovome diplomskom radu provedene su reakcije kvaternizacije imidazola, 2-fenilimidazola i 4-metilimidazola s alkil-halogenidom pri čemu je alkilni lanac (R) sadržavao 18 ugljikovih atoma, a za halogenid (X) uzet je bromid. Reakcije su se odvijale u bazičnim uvjetima uz acetonitril kao otapalo, u zatvorenoj inertnoj atmosferi dušika pri 100°C. Nakon reakcije kvaternizacije, dobiveni produkti korišteni su kao polazni spojevi za drugi korak u sintezi ionskih tekućina, točnije u reakcijama metateza. Ove reakcije provodile su se u zatvorenom sustavu pri sobnoj temperaturi i uz upotrebu odgovarajućih otapala. Uspješno je sintetizirano trinaest spojeva, od kojih su dva kvaterne amonijeve soli na bazi imidazola te 11 ionskih tekućina. Navedeni spojevi su karakterizirani infracrvenom spektroskopijom (IR) te masenom spektrometrijom (MS).

**Diplomski rad obuhvaća:** 54 stranice, 71 slika, 4 tablice, 17 literaturnih navoda

**Jezik izvornika:** hrvatski

**Ključne riječi:** imidazol / ionske tekućine/ kvaterne amonijeve soli / antibakterijska svojstva

**Rad prihvaćen:** 16.10.2023.

**Stručno povjerenstvo za ocjenu:**

1. izv. prof. dr. sc. Martina Šrajer-Gajdošik; predsjednica
2. doc. dr. sc. Marija Jozanović; mentorica i članica
3. doc. dr. sc. Brunislav Matasović; član
4. izv. prof. dr. sc. Elvira Kovač-Andrić; zamjena člana

**Rad je pohranjen:** Knjižnica Odjela za kemiju, Kuhačeva 20, Osijek

**Josipa Juraj Strossmayer University of Osijek**  
**Department of Chemistry**  
**Graduate Study of Chemistry**  
**Scientific Area: Natural Sciences**  
**Scientific Field: Chemistry**

## **SYNTHESIS OF NEW IMIDAZOLIUM IONIC LIQUIDS**

**Katarina Lubina**

**Thesis completed at:** Department of Chemistry, Josip Juraj Strossmayer University of Osijek  
**Supervisor:** doc. dr. sc. Marija Jozanović

**Abstract:** In this thesis, quaternization reactions of imidazole, 2-phenylimidazole, and 4-methylimidazole were carried out. The compounds were quaternized with an alkyl halide which contained an 18 carbon atom alkyl chain (R) and bromide as the halide (X). The reactions were performed under basic conditions with acetonitrile as the solvent, under a closed inert nitrogen atmosphere at 100° C. After the quaternization, the obtained products were used as starting compounds for the second step in the synthesis of ionic liquids, more precisely in metathesis reactions. These reactions were carried out in a closed system at room temperature and with appropriate solvents. In the end, thirteen compounds were successfully synthesized: two imidazole-based quaternary ammonium salts and eleven ionic liquids. All obtained compounds have been characterized by infrared spectroscopy (IR) and mass spectrometry (MS).

**Thesis includes:** 54 pages, 71 figures, 4 tables, 17 references

**Original in:** Croatian

**Keywords:** imidazole / ionic liquids/ quaternary ammonium salts / antibacterial properties

**Thesis accepted:** 16.10.2023.

**Reviewers:**

1. izv. prof. dr. sc. Martina Šrajer-Gajdošik, PhD; chair
2. assist. prof. Marija Jozanović, PhD; supervisor and member
3. assist. dr. sc. Brunislav Matasović, PhD; co-supervisor and member
4. izv. prof. dr. sc. Elvira Kovač-Andrić, PhD; substitute member

**Thesis deposited in:** Library of Department of Chemistry, Kuhačeva 20, Osijek

## Sadržaj

1. UVOD .....	1
2. LITERATURANI PREGLED.....	2
2.1. Imidazol.....	2
2.1.1. Dobivanje .....	4
2.1.2. Biološki značaj i primjena.....	4
2.2. Kvaterne amonijeve soli.....	5
2.2.1. Dobivanje .....	6
2.2.2. Primjena kvaternih amonijevih soli.....	7
2.2.3. Antibakterijsko djelovanje kvaternih amonijevih soli .....	8
2.3. Kvaterne amonijeve soli imidazola .....	9
2.3.1. Ionske tekućine.....	9
2.3.1.1. Sinteza ionskih tekućina.....	10
2.3.1.1.1. Reakcija kvaternizacije.....	11
2.3.1.1.2. Izmjena aniona .....	12
3. EKSPERIMENTALNI DIO.....	13
3.1. KVATERNIZACIJE .....	16
3.1.1. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva bromida (1).....	16
3.1.2. Sinteza 4-metil-1,3-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva bromida (2) .....	16
3.2. METATEZE.....	17
3.2.1. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata (3).....	17
3.2.2. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata (4).....	17
3.2.3. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva bis(trifluorometansulfonil) imida (5) .....	18
3.2.4. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (6). 18	
3.2.5. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (7). 18	
3.2.6. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva cijanotrihidroborata (8).....	18

3.2.7. Sinteza 4-metil-1,3-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva bis(trifluorometansulfonil) imida (9) .....	18
3.2.8 Sinteza 4-metil-1,3-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (10)	19
3.2.9. Sinteza 4-metil-1,3-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (11) .....	19
3.2.10. Sinteza 4-metil-1,3-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata (12)....	19
3.2.11. Sinteza 4-metil-1,3-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata (13).....	19
3.3 KARAKTERIZACIJA SPOJEVA .....	20
3.3.1. Određivanje tališta.....	20
3.3.2. Infracrvena spektroskopija .....	21
3.3.3. Masena spektrometrija .....	22
4. REZULTATI I RASPRAVA .....	23
4.1. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva bromida .....	23
4.2. Karakterizacija 4-metil-1,3-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva bromida .....	23
4.3. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata (3) ...	24
4.4. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata (4).....	24
4.5. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva bis(trifluorometansulfonil) imida (5) .....	25
4.6. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (6) .....	25
4.7. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (7) .....	26
4.8. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva cijanotrihidroborata (8) .	26
4.9. Karakterizacija 4-metil-1,3-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva bis(trifluorometansulfonil) imida (9) .....	27
4.10. Karakterizacija 4-metil-1,3-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (10) .....	27
4.11. Karakterizacija 4-metil-1,3-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (11) .....	28

4.12. Karakterizacija 4-metil-1,3-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata (12)	28
4.13. Karakterizacija 4-metil-1,3-dioktadecil-1 <i>H</i> -imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata (13).	29
4.14. RASPRAVA.....	30
5. ZAKLJUČAK .....	37
6. LITERATURA.....	38
7. PRILOZI.....	40
8. ŽIVOTOPIS .....	53



## 1. UVOD

Ionske tekućine na bazi imidazola predstavljaju predmet mnogih istraživanja današnjice. Imidazolijev prsten sastoji se od dva dušikova i tri ugljikova atoma međusobno povezana u peteročlani prsten s 2 nezasićene veze.

Soli imidazola, odnosno kvaterne amonijeve soli (engl. *quaternary ammonium compounds*, QACs) zahvaljujući svojoj jednostavnoj pripremi, strukturnoj raznolikosti i značajnoj primjeni već dugi niz godina imaju rastuću ulogu kao surfaktanti, boje, neuromuskularni blokirajući agensi i kao dezinfekcijska sredstva. Uz sve to, QACs se koriste kao antibiotici širokog spektra te svoju primjenu pronalaze u medicini, industriji, kućanstvu i sl. [1]

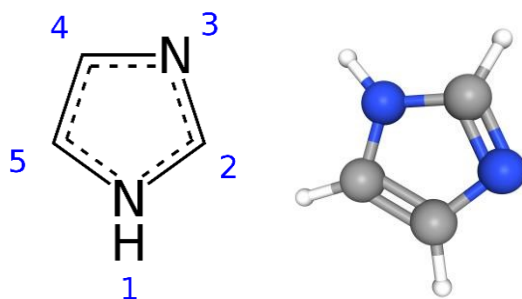
Cilj ovog rada je priprema biološki aktivnih imidazolijevih kvaternih amonijevih soli bromida s dugim alkilnim lancem (C18), zatim zamjena aniona soli koja rezultira dobivanjem ionskih tekućina i na kraju karakterizacija dobivenih produkata infracrvenom spektroskopijom (IR) te masenom spektrometrijom (MS).

U ovome diplomskome radu prikazan je sažet literaturni pregled, gdje su opisane značajke imidazola te sinteza, primjena i svojstva kvaternih amonijevih soli općenito te na bazi imidazola. U eksperimentalnom dijelu detaljno su prikazani rezultati uspješno sintetiziranih ionskih tekućina na bazi imidazola.

## 2. LITERATURANI PREGLED

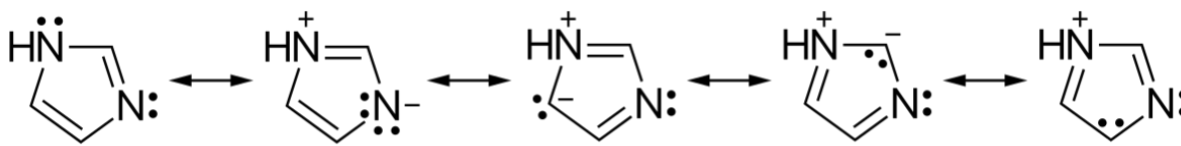
### 2.1. Imidazol

Imidazol (1,3-diaza-2,4-ciklopentadien) aromatski je heterociklički spoj molekulske formule  $C_3H_4N_2$ . U njegovu cikličku strukturu uključena su tri ugljikova i dva dušikova atoma koji međusobno tvore peteročlani prsten (Slika 1).



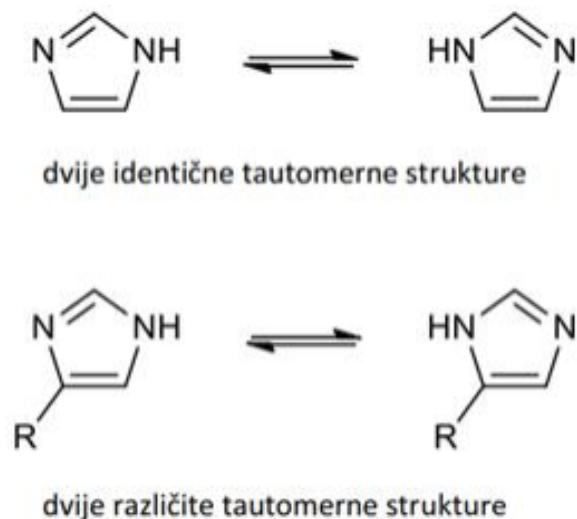
Slika 1. Strukturalna formula i prostorni model molekule imidazola (izvor: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Imidazole>) (Pristupljeno:10.04.2023.)

Aromatičnost imidazola dokazuje prisutnost šesteta  $\pi$  elektrona u prstenu koji je nastao interakcijom para elektrona protoniranog dušikovog atoma i po jednog elektrona od svakog od ostala četiri atoma u prstenu. Shodno tome, molekula imidazola može se prikazati odgovarajućim rezonantnim strukturama (Slika 2).



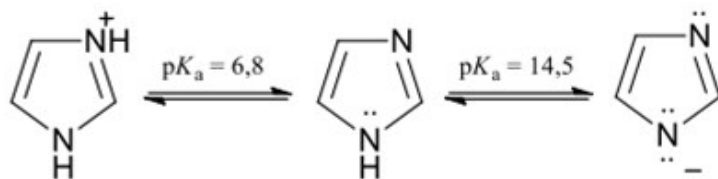
Slika 2. Rezonantne strukture molekule imidazola (izvor: <https://www.wikiwand.com/bs/Imidazol>) (Pristupljeno:10.04.2023.)

Imidazol se nalazi u dvije tautomerne forme koje se razlikuju tek kod supstituiranih imidazola (Slika 3). Odlikuje se izrazito velikom polarnošću s dipolnim momentom 3.67 D. U standardnim uvjetima je bijela kristalna tvar koja je dobro topljiva u vodi.



Slika 3. Tautomeri imidazola i supstituiranog imidazola

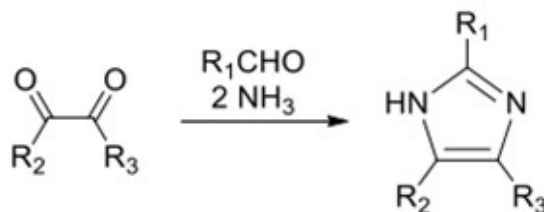
Nadalje, što se kiselo-baznih svojstava tiče, imidazol je amfoteran. Odnosno, može se ponašati i kao kiselina i kao baza (Slika 4). Kao kiselina  $pK_a$  vrijednost imidazola iznosi 14,5 dok s druge strane kada se ponaša kao baza  $pK_a$  iznosi 6,8. Imidazolni prsten ima vrijednost  $pK_a$  blizu 7 te ukazuje na posebno svojstvo zbog kojeg se može naći u aktivnim mjestima brojnih enzima. Razlog tog „posebnog svojstva“ je to što u fiziološkim uvjetima ima mogućnost jednostavnog prelaska iz protoniranog u deprotonirani oblik i obrnuto. [2, 3]



Slika 4. Kiselo-bazna svojstva imidazola

### 2.1.1. Dobivanje

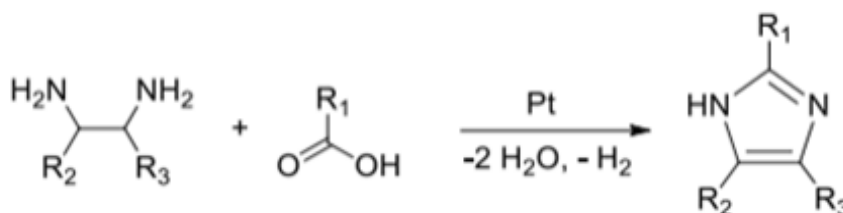
Sredinom 19. stoljeća iz 1,2-diketona poznatijeg kao glioksal te amonijaka i formaldehida, prvi je put sintetiziran imidazol. Upravo ova sinteza, poznata je kao Debusova metoda (Slika 5). Sam prinos reakcije nije značajan, ali se i dalje koristi za sintezu C-supstituiranih imidazola. [3]



Slika 5. Debusova sinteza supstituiranih imidazola (izvor:

<https://www.wikiwand.com/bs/Imidazol>) (Pristupljeno:10.04.2023.)

Sinteza supstituiranih imidazola moguća je i iz 1,2-diaminoalkana i alkohola, aldehida ili karboksilne kiseline pri povišenoj temperaturi uz uporabu katalizatora (Slika 6).



Slika 6. Sinteza supstituiranih imidazola iz 1,2-diamina i karboksilne kiseline (izvor:

<https://www.wikiwand.com/bs/Imidazol>) (Pristupljeno:10.04.2023.)

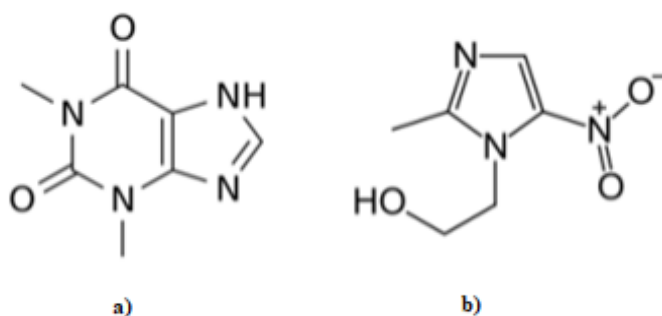
### 2.1.2. Biološki značaj i primjena

Imidazol je sveprisutan u prirodi. Biotin, histidin, histamin, alkaloidi i nukleinske kiseline samo su neke od prirodnih tvari koje u svojoj strukturi sadržavaju imidazol. Mnogi njegovi derivati dokazuju znatnu biološku aktivnost kao što su antikancerogena, antibakterijska, analgetička i druga terapijska svojstva te stoga možemo zaključiti kako imidazol ima bitnu ulogu u medicinskoj kemiji. [3, 4]

Jednako važna primjena imidazola je ona u industriji. Primjenjuje kao inhibitor korozije na određenim prijelaznim metalima, poput bakra i željeza. Brojni spojevi od industrijskog i

tehnološkog značaja sadrže derivate imidazola. U svakodnevnom životu imidazol nalazimo u mnogim tvarima koje se upotrebljavaju za fotografiju, u poluvodičkim materijalima i raznim elektorničkim elementima. [2]

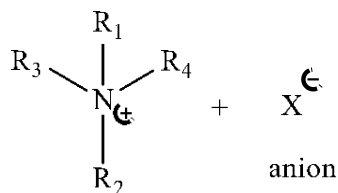
Biološki važne molekule koje u svojoj strukturi uključuju imidazol su teofilin i metronidazol (Slika 7). Teofilin se koristi kao lijek u liječenju raznih respiratornih bolesti, dok metronidazol ima ulogu antibiotika prilikom liječenja bakterijskih infekcija. Upravo iz svih navedenih razloga, kemija imidazola i imidazolijevih derivata u današnje vrijeme privlači iznimnu pozornost brojnih znanstvenika naročito u dizajniranju novih biološki aktivnih molekula. [1, 2]



Slika 7. a) Teofilin i b) Metronidazol (izvor: [https://www.chemsrc.com/en/cas/58-55-9\\_829425.html](https://www.chemsrc.com/en/cas/58-55-9_829425.html)) (Pristupljeno:12.04.2023.)

## 2.2. Kvaterne amonijeve soli

Kvaterni amonijevi spojevi (engl. *quaternary ammonium compounds*, QACs) prvi su put predstavljani 1917. godine i smatraju se najpoznatijim površinski aktivnim agensima. Naime, to su kemijski spojevi koji posjeduju protonirani dušikov atom na kojeg su vezane četiri alkilne ili arilne skupine. Uz protonirani dio molekule (kvaterni amonijev ion) kvaterne amonijeve soli posjeduju i anionski dio iz kiseline (Slika 8).



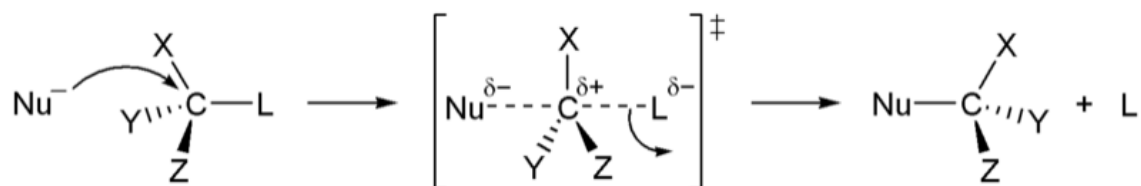
kvaterni amonijev kation

Slika 8. Struktura kvaterne amonijeve soli

Kvaterne amonijeve soli odlikuje čvrsta ionska struktura i izrazito visoka tališta, a same soli su nehlapljive. Amfobilnog su karaktera budući da su građene od pozitivno nabijenog kationa (hidrofilni dio molekule) i alkilnog lanca (hidrofobni dio molekule). Shodno činjenici, imaju mogućnost formiranja micela – nakupina amfifilnih molekula, odnosno površinski aktivnih tvari. Zbog fizikalnih svojstava koje posjeduju, primjena kvaterih amonijevih soli prilično je široka. Upotrebljavaju se kao antiseptici, surfaktanti, biološki indikatori te su prisutne kao sastavni dio mnogih kozmetičkih proizvoda primjerice sapuna, šampona, otopina za kontaktne leće i mnogih drugih. [5, 6, 7]

### 2.2.1. Dobivanje

Kvaterne amonijeve soli nastaju reakcijama kvaternizacije gdje dolazi do reakcije između amonijaka, primarnih, sekundarnih ili tercijarnih amina s primarnim alkil-halogenidima. Reakcija slijedi S<sub>N</sub>2 mehanizam (Slika 9.) prilikom čega se formira kvaterna amonijeva sol.

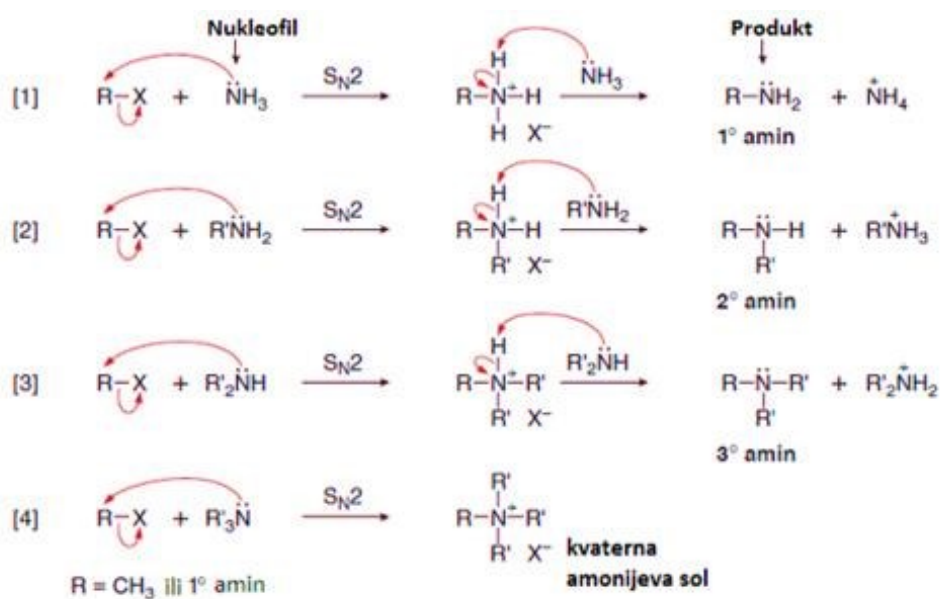


Slika 9. S<sub>N</sub>2 mehanizam (izvor:

[https://bs.m.wikipedia.org/wiki/Datoteka:SN2\\_reaction\\_mechanism.png](https://bs.m.wikipedia.org/wiki/Datoteka:SN2_reaction_mechanism.png))

(Pristupljeno:15.04.2023.)

S<sub>N</sub>2 mehanizam predstavlja nukleofilnu supstituciju drugog reda prilikom čega dolazi do nukleofilnog napada dušika na ugljikov atom gdje se nalazi vezan halogen te uz istovremeni odlazak samog halogena. Kao produkt reakcije s alkil-halogenidom nastaje primarni amin koji ima nesparene elektrone na dušiku (nukleofil) i stupa dalje u reakciju s alkil-halogenidom pri čemu se formiraju sekundarni amini. Oni zatim reagiraju s alkil-halogenidom i nastaju tercijarni amini koji prilikom reakcije s alkil-halogenidom stvaraju kvaterne amonijeve soli (Slika 10.). Upravo na navedenim reakcijama zasniva se klasična (konvencionalna) metoda organske sinteze kvaternih amonijevih soli. [7, 8]



Slika 10.  $S_N2$  mehanizam dobivanja kvaterne amonijeve soli (izvor:

<https://repositorij.kemija.unios.hr/islandora/object/kemos%3A230/datastream/PDF/view>)

(Pristupljeno:15.04.2023.)

Navedena metoda organske sinteze ima i razne nedostatke kao što su potreban duži vremenski period za izvođenje reakcije i izrazito niski prinosi. Stoga se sve češće primjenjuju i druge metode koje mogu prije svega skratiti vrijeme trajanja samog procesa te uvelike povećati prinose. U tu svrhu kao dobra zamjena pokazale su se mikrovalna i ultrazvučna sinteza. [5, 8]

### 2.2.2. Primjena kvaternih amonijevih soli

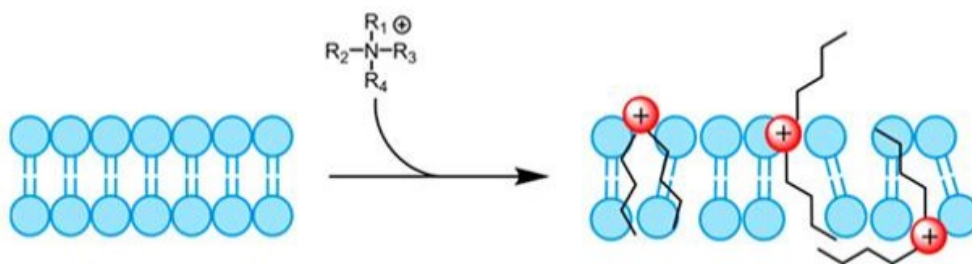
Provedene su brojne sinteze i ispitivanja svojstava QACs koja uvelike potvrđuju njihovu raznolikost primjenu. Općenito su poznate kao kationski tenzidi imaju bakteriostatska svojstva i mogu se koristiti kao dezinfekcijska ili antiseptička sredstva, kao komponente u kozmetičkim formulacijama, kao germicidi i fungicidi. Osim toga, koriste se kao antistatici, inhibitori korozije i omekšivači tekstila.

Štoviše, QACs imaju visoku sintetsku vrijednost kao ključni intermedijeri za proizvodnju širokog spektra farmakološki relevantnih piperidinskih, dihidro-, tetrahidropiridinskih spojeva. Realizirana su brojna istraživanja s korištenjem kvaternih amonijevih soli kao ključnog supstrata za sintezu različitih jezgri prirodnih proizvoda. [9, 10]

### 2.2.3. Antibakterijsko djelovanje kvaternih amonijevih soli

Posebna primjena kvaternih amonijevih soli njihovo je djelovanje kao antimikrobnih sredstava. Svoju primjenu pronalaze u mnogim kliničkim i industrijskim granama te se primjenjuju i u kućanstvu.

Kao rezultat toga, otpornost bakterija na QAC je postala ozbiljan problem. Zbog svog amfifilnog karaktera imaju gotovo identičan mehanizam djelovanja kakav imaju i detergents. Uslijed interakcije pozitivno nabijenog dušikovog atoma QACs i negativno nabijene membrane bakterije, alkilni „rep“ QACs prodire u unutarstanični prostor bakterijske stanice. Posljedično, citoplazmatski sadržaj curi izvan stanice i na kraju dolazi do smrti same stanice (Slika 11). Upravo je ovo razlog zbog čega QACs imaju potencijal kao antibiotici sa znatnom aktivnošću protiv Gram-pozitivnih bakterija i kao fungicidi. [9]



Slika 11. Mehanizam djelovanja QACs protiv bakterija (izvor:

<https://pubs.acs.org/doi/10.1021/acsinfecdis.0c00265>) (Pristupljeno:08.10.2023.)

Zbog kemijske stabilnosti koju posjeduju, QACs se lako nagomilavaju u okolišu, što rezultira razvitkom bakterijske rezistencije. Bakterije su ili urođeno rezistentne ili rezistenciju stječu kroz mutacije genetskog materijala, točnije horizontalnim prijenosom gena. Obzirom na ranije navedenu činjenicu da QACs djeluju na membranu, pretpostavljalo se da je razvoj rezistencije na iste nemoguć. No, bakterije su unaprijedile mehanizme obrane, od promjene u građi stanične stjenke i membrane, do razvoja pumpi koje služe za izbacivanje QACs. Geni koji osiguravaju rezistenciju na QACs nalaze se obično na plazmidima koji uključuju popriličan broj gena za rezistenciju na antibiotike, primjer su pripadnici plazmidne obitelji pSK1. [10, 11]

Novija istraživanja ukazuju da uz navedene, postoje i brojni drugi mehanizmi otpornosti koji ipak još nisu u potpunosti razjašnjeni.

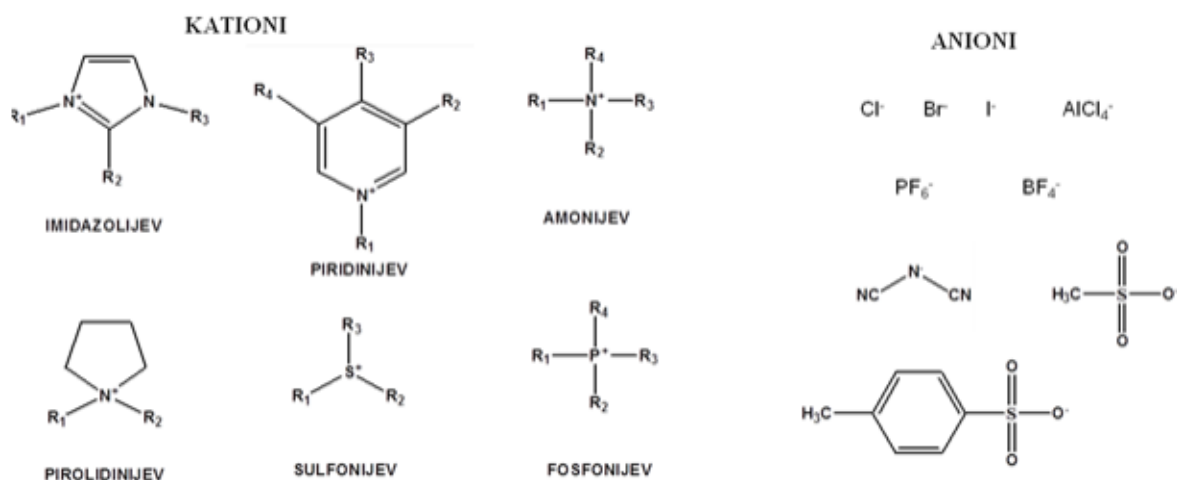


## 2.3. Kvaterne amonijeve soli imidazola

Osim u antimikrobnoj i farmakološkoj primjeni kvaterne amonijeve soli imidazola (1,3-dialkilimidazolijeve soli) imaju značajnu ulogu kao ionske tekućine (*eng.* Ionic Liquids, ILs) i površinski aktivne tvari. ILs na bazi imidazola sve se više koriste kao zelena otapala za zamjenu hlapljivih i izuzetno toksičnih organskih otapala u homogenoj i heterogenoj katalizi, te u različitim granama znanosti o materijalima, nanomaterijalima, litij-ionskim baterijama i tehnologiji separiranja. [5, 11]

### 2.3.1. Ionske tekućine

Ionske tekućine možemo definirati kao organske soli koje se nalaze u tekućem stanju pri relativno niskim temperaturama (<100°C). Za razliku od klasičnih otapala, njihova posebnost leži u tome da nisu građene od molekula već su potpuno sastavljene od iona, kako sam naziv nalaže. Sastoje se od velikog organskog kationa i organskog ili anorganskog aniona. Kationi najčešće sadrže pozitivno nabijeni dušikov, fosforov ili sumporov atom. S druge strane, anioni koji su sadržani u ionskim tekućinama najčešće su slabo bazični, negativno nabijeni anorganski i organski spojevi (slika 12). [12]



Slika 12. Neki tipični kationi i anioni koji ulaze u sastav ionskih tekućina [16]

Ionske tekućine odlikuju zanimljiva fizikalna i kemijska svojstva kao što su primjerice mali tlak pare, nezapaljivost i visok potencijal otapanja koji im dopuštaju da budu klasificirani kao zelena otapala. Navedena fizikalna i kemijska svojstva mogu se optimizirati pomoću specifične svrsi namijenjene izmijene kationa i/ili aniona što im daje značajnu prednost u odnosu na konvencionalne spojeve. Njihova svojstva omogućuju brzi napredak u brojnim primjenama,

uključujući procese na industrijskoj razini. U tablici 1. prikazana su najznačajnija svojstva ionskih tekućina. [12, 13]

**Tablica 1.** Fizikalno-kemijska svojstva ionskih tekućina [16]

Fizikalno-kemijska svojstva	Vrijednosti
Temperatura raspada	150 – 500°C
Temperatura taljenja	<100°C (do 239°C)
Toplinska vodljivost	0,117 – 0,199 W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup>
Zapaljivost	Nezapaljivo
Tlak pare	Zanemariv

Ionske tekućine primjenjuju se kao otapala u enzimskoj katalizi i biokatalizi cijele stanice te kao sredstva za stabilizaciju proteina. Osim toga, njihova potencijalna upotreba kao aktivnih farmaceutskih sastojaka, iako se još uvijek istražuje, dodatno naglašava njihov potencijal u biokemijskim istraživanjima. Zaključno, ionske tekućine prilično su zastupljene u znanstvenoj literaturi, što ukazuje na njihovu važnost u istraživanju i razvoju. [14]

### 2.3.1.1. Sinteza ionskih tekućina

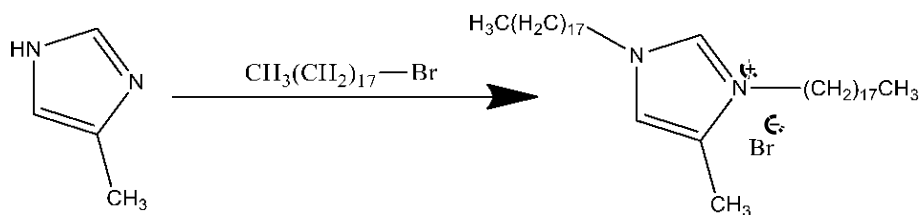
U većini slučajeva sinteza ionskih tekućina predstavlja jednostavan proces iako često dugotrajan uz zahtjevnu izolaciju kao i pročišćavanje kako bi se sintetizirale što čišće ionske tekućine. Raspon komercijalno dostupnih ionskih tekućina je dosta širok, a u dostupnim literaturnim izvorima objašnjeno je preko tisuću postupaka pripreme različitih ionskih tekućina. Prvi korak u sintezi je kvaternizacija gdje se odgovarajući amin alkilira zabranim alkilirajućim reagensom pri čemu nastaje ionska tekućina sa željenim kationom. Pošto dobivena ionska tekućina u sebi ne sadrži odgovarajući anion, potrebno je izvršiti ciljanu izmjenu aniona. Izmjena aniona uglavnom se provodi reakcijom metateze ili upotrebom Lewisove kiseline.

Sintezu ionskih tekućina pospješila je i upotreba novijih i unaprjeđenih metoda, primjerice korištenje nekonvencionalnih tehnika kao što su ozračivanja mikrovalnim zračenjem ili ultrazvukom. Upotreba ovih metoda doprinosi smanjenju reakcijskog vremena te poboljšanim prinosom reakcija. U novije vrijeme, sve je prisutnija jednostupanjska reakcija pri kojoj se istovremeno odvija reakcija kvaternizacije i reakcija izmjene aniona, što bi dalo prednost u pojeftinjenju sinteze ionskih tekućina, a samim time potaknula bi se šira upotreba ovih otapala. [14, 15]

#### **2.3.1.1.1. Reakcija kvaternizacije**

Zbog svoje lake dostupnosti i pristupačne cijene u reakcijama kvaternizacije kao alkilirajući reagensi najčešće se koriste alkil halogenidi. Dapače, ionske tekućine koje se temelje na halogenidima mogu se lako prevoditi u ionske tekućine s ostalim anionima. Reakcija kvaternizacije u pravilu je vrlo jednostavna. Naime, tercijarni amin i željeni alkil halogenid se miješaju uz zagrijavanje reakcijske smjese koja se provodi u zatvorenom sustavu, odnosno u inertnoj atmosferi. Znatan broj reakcija u organskoj kemiji osjetljiv je na vlagu, a neke čak i na kisik te u takvim reakcijama najčešće nastaju međuproducti ili se koriste reagensi koji se prilikom reakcije s vlagom ili kisikom iz zraka raspadaju. Samim time smanjuje se količina reaktanta raspoloživa za ciljnu reakciju. Upravo ovim raspadom nerijetko nastaju i nusproducti koji će kasnije otežati pročišćavanje željenog produkta.

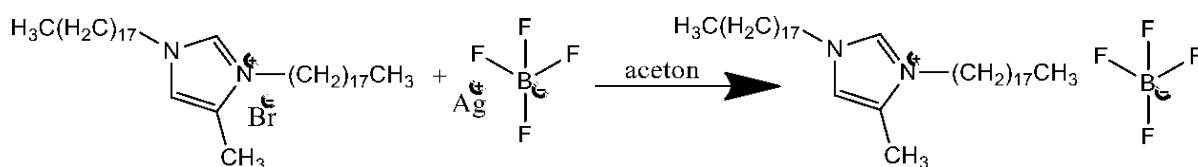
Reakcijska temperatura i vrijeme reakcije ovise o reaktivnosti samog alkil halogenida, čija reaktivnost opada s dužinom alkilnog lanca. Na reaktivnost znatan utjecaj ima i priroda halogenida pri čemu su najmanje reaktivni kloralkani, a najviše jodalkani. Za potpunu provedbu reakcije efikasno je koristiti alkil halogenid u suvišku, a nastala ionska tekućina s pripadajućim kationom se ne miješa s neizreagiranim reaktanima i stvara gustu fazu. Neizreagirane reaktante potrebno je ukloniti, a to se može postići na način da sirovu ionsku tekućinu isperemo s etil acetatom, dok se etil acetat uklanja zagrijavajući ionsku tekućinu u vakuumu. Na slici 13. prikazana je reakcija kvaternizacije koja je provedena u eksperimentalnom dijelu ovog diplomskog rada, a općeniti mehanizam kvaternizacije detaljno je opisan u poglavlju 2.2.1. [14, 15, 16]



Slika 13. Reakcija kvaternizacije 4-metil imidazola sa 1-bromooktadekanom.

### 2.3.1.1.2. Izmjena aniona

Daljnji korak u sintezi ionske tekućine je, ukoliko je potrebna, izmjena aniona. Naime, izmjena iona se temelji na dvjema metodama reakcija, a to su reakcije s Lewisovim kiselinama (npr.  $\text{AlCl}_3$ ,  $\text{EtAlCl}_2$ ,  $\text{CuCl}$ ,  $\text{SnCl}_2$ ,  $\text{BCl}_3$ ) i reakcija metateze s Bronstedovim kiselinama (npr.  $\text{HPF}_6$ ,  $\text{HBF}_4$ ) ili metalnim solima (npr.  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{AgBF}_4$ ,  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ ). Ove reakcije prilično su egzotermne i sva dodatno stvorena toplina može dovesti do raspada ili može obezbojiti ionsku tekućinu. Kako bi se to spriječilo, reakciju je potrebno provoditi na sobnoj temperaturi ili u ledenoj kupelji kako bi se reakcijska smjesa hladila. Također, pri izmjeni iona Lewisovom kiselinom, reaktanti i produkti su iznimno osjetljivi na vodu te je poželjno osigurati suhe uvjete da bi izmjena iona bila efikasnija. Na slici 14. prikazana je sinteza ionske tekućine anionskom izmjenom koja je provedena u eksperimentalnom dijelu ovog diplomskog rada. [16, 17]



Slika 14. Prikaz sinteze 4-metil-1,3-dioktadecil-1-*H*-imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata reakcijom anionske izmjene između 4-metil-1,3-dioktadecil-1-*H*-imidazol-3-ijeva bromida sa srebrovim tetrafluoroboratom.

### 3. EKSPERIMENTALNI DIO

Na Odjelu za kemiju proveden je eksperimentalni dio diplomskog rada. U tablici 2. prikazani su komercijalno dostupni spojevi, reagensi i otapala koji su korišteni tijekom izvođenja sinteza. Tijek reakcije praćen je tankoslojnom kromatografijom (TLC) pomoću komercijalno dostupnih pločica silikagela. Kromatogrami su razvijeni koristeći smjesu otapala diklormetan (10 mL) i metanol (0,25 mL). Kako bi uspjeli što bolje vizualizirati kromatogram, stavljen je u tamnu bocu s jodom koji sublimira i s adsorbiranom komponentom tvori smeđe komplekse. Produkti su pročišćeni, a otapala su uklonjena pomoću rotacijskog uparivača (Buchi R-300, Švicarska) (Slika 15). Na kraju su određena tališta, provedena je karakterizacija masenom i infracrvenom spektroskopijom za sve navedene produkte. [5]

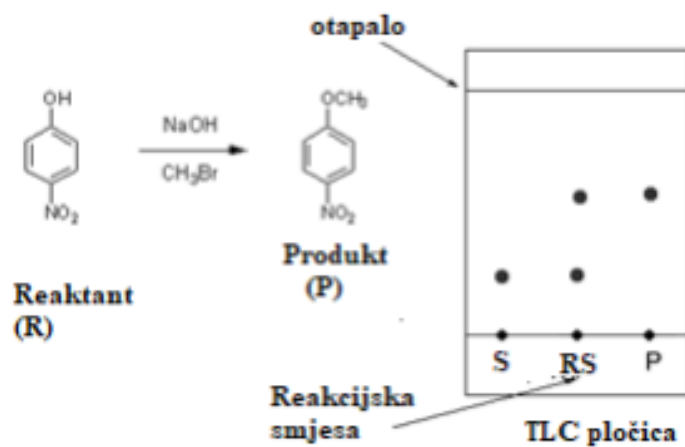
Tablica 2. Kemikalije korištene u radu

<b>Kemikalije</b>	<b>Formula</b>	<b><math>M_r</math>/ gmol<sup>-1</sup></b>	<b><math>t_r</math> ili <math>t_v</math>/ °C</b>
<b>2-fenilimidazol</b> (Sigma-Aldrich)	C <sub>9</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub>	144,17	142
<b>4-metilimidazol</b> (Sigma-Aldrich)	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> N <sub>2</sub>	82,10	263
<b>Natrijev hidrogenkarbonat</b> (Merck)	NaHCO <sub>3</sub>	84,01	50
<b>Acetonitril</b> (Merck)	CH <sub>3</sub> CN	41,05	82
<b>Metanol</b> (Gram Mol)	CH <sub>4</sub> O	32,04	64
<b>Etanol</b> (Gram Mol)	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	46,07	78
<b>Diklormetan</b> (Merck)	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	84,93	40
<b>Heksan</b> (Merck)	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	86,18	69
<b>Dietileter</b> (Merck)	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O	74,12	35

<b>Etilacetat</b> (Merck)	$C_4H_8O_2$	88,11	77
<b>Aceton</b> (Merck)	$C_3H_6O$	58,08	56
<b>Kalijev trifluorometansulfonat</b> (98%, Aldrich)	$CF_3SO_3K$	188,17	238
<b>Srebrov trifluorometansulfonat</b> (98%, Alfa Aesar)	$CF_3SO_3Ag$	256,94	286
<b>Natrijev cijanoborohidrid</b> (95%, Acros Organics)	$NaBH_3CN$	62,84	307
<b>Srebrov tetrafluoroborat</b> (99%, Acros Organics)	$AgBF_4$	194,67	70
<b>Kalijev heksafluorofosfat</b> (99%, Acros Organics)	$KPF_6$	184,06	575
<b>Litij bis(trifluorometansulfonilimid)</b> (99%, Acros Organics)	Libis[TFMS]	287,075	236
<b>Kalijev bromid</b> (Honeywell, Fluka)	KBr	119,002	734



Slika 15. Rotacijski uparivač (Buchi R-300, Švicarska) (izvor: <https://www.buchi.com/en/products/instruments/rotavapor-r-300>) (Pristupljeno:18.05.2023.)



Slika 16. Primjer TLC pločice (izvor: [http://www.mendelset.com/articles/683/thin\\_layer\\_chromatography\\_tlc](http://www.mendelset.com/articles/683/thin_layer_chromatography_tlc)) (Pristupljeno:18.05.2023.)

## 3.1. KVATERNIZACIJE

### 3.1.1. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1-*H*-imidazol-3-ijeva bromida (1)

U okruglu tikvicu od 50 mL stavljeni su 2-fenilimidazol (2,54 g), natrijev hidrogenkarbonat (3,035g), acetonitril (7 mL) te magnet. Reakcijska smjesa miješana je na magnetnoj miješalici u uljnoj kupelji pri 90 °C u zatvorenom sustavu (refluks uz Liebigovo hladilo i inertnu atmosferu dušika). Nakon 1h, reakcija je prekinuta te ohlađena na sobnu temperaturu kako bih dodali 1-bromooktadekan. Reakcijska smjesa zatim je ponovno stavljena na magnetnu miješalicu na identičan način kao prvih sat vremena. Vremenski period ove reakcije je 14 dana. Tijek reakcije praćen je tankoslojnom kromatografijom svaka 2-3 dana. Nakon što je prošao određeni vremenski period te je reakcija završena, reakcijska smjesa je filtrirana, a talog je ispran najprije metanolom (2 puta po 25 mL) te potom heksanom (2 puta po 25 mL). Uslijed svakog ispiranja talog je filtriran koristeći vakuum filtraciju preko Büchnerova lijevka. Naposljetku, kako bih uklonili tragove zaostalog otapala i dodatno pročistili talog, on je stavljen u okruglu tikvicu na rotacijski uparivač prema heksanu (335 mbar, pri 41°C). Nakon evaporacije dobiven je suhi bijeli talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.

### 3.1.2. Sinteza 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bromida (2)

U okruglu tikvicu od 50 mL stavljeni su 4 -metilimidazol (2,54 g) , natrijev hidrogenkarbonat (3,035g), acetonitril (7 mL) te magnet. Reakcijska smjesa miješana je na magnetnoj miješalici u uljnoj kupelji pri 90°C u zatvorenom sustavu (refluks uz Liebigovo hladilo i inertnu atmosferu dušika). Nakon 1h, reakcija je prekinuta te ohlađena na sobnu temperaturu kako bih dodali 1-bromooktadekan. Reakcijska smjesa zatim je ponovno stavljena na magnetnu miješalicu na identičan način kao prvih sat vremena. Vremenski period ove reakcije je 14 dana. Tijek reakcije praćen je tankoslojnom kromatografijom svaka 2-3 dana. Nakon što je prošao određeni vremenski period te je reakcija završena, reakcijska smjesa je filtrirana, a talog je ispran najprije metanolom (2 puta po 25 mL) i potom heksanom (2 puta po 25 mL). Uslijed svakog ispiranja talog je filtriran koristeći vakuum filtraciju preko Büchnerova lijevka. Naposljetku, kako bih uklonili tragove zaostalog otapala i dodatno pročistili talog, on je stavljen u okruglu tikvicu na rotacijski uparivač prema heksanu (335 mbar, pri 41°C). Nakon evaporacije dobiven je suhi bijeli talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.





Slika 17. Aparatura za sintezu 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bromida (1) i 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bromida (2)

## 3.2. METATEZE

### 3.2.1. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata (3)

Spoj 1 (1,5 g) otopljen je u 20 mL acetona te je u otopinu dodan kalijev heksafluorofosfat (0,4 g). Reakcijska smjesa potom je miješana na magnetnoj miješalici pri sobnoj temperaturi sljedeća 24 h. Zatim je uslijedila vakuumska filtracija te uklanjanje acetona rotacijskim uparivačem (na 850 mbar, 41 °C). Dobiven je suhi bijeli talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.

### 3.2.2. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata (4)

Spoj 1 (1,5 g) najprije je otopljen u 20 mL acetona te je u otopinu dodan srebrov tetrafluoroborat (0,4 g). Reakcijska smjesa potom je miješana na magnetnoj miješalici pri sobnoj temperaturi sljedeća 24 h. Zatim je uslijedila vakuumska filtracija te uklanjanje acetona rotacijskim uparivačem (na 850 mbar, 41 °C). Dobiven je suhi bijeli talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.

### **3.2.3. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bis(trifluorometansulfonil) imida (5)**

Spoj 1 (1,27 g) najprije je otopljen u 4 mL H<sub>2</sub>O te je u otopinu dodan litij bis(trifluorometansulfonil)imid (1,6 g). Reakcijska smjesa potom je miješana na magnetnoj miješalici pri sobnoj temperaturi sljedeća 24 h. Zatim je uslijedila vakuumska filtracija pomoću Büchnerova lijevka i dobiven je suhi bijeli talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.

### **3.2.4. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (6)**

Spoj 1 (0,52 g) najprije je otopljen u 10 mL acetona te je u otopinu dodan srebrov trifluorometansulfonat (0,2 g). Reakcijska smjesa potom je miješana na magnetnoj miješalici pri sobnoj temperaturi sljedeća 24 h. Zatim je uslijedila vakuumska filtracija te uklanjanje acetona rotacijskim uparivačem (na 850 mbar, 41 °C). Dobiven je suhi bijeli talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.

### **3.2.5. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (7)**

Spoj 1 (0,52 g) najprije je otopljen u 10 mL acetona te je u otopinu dodan kalijev trifluorometansulfonat (0,2 g). Reakcijska smjesa potom je miješana na magnetnoj miješalici pri sobnoj temperaturi sljedeća 24 h. Zatim je uslijedila vakuumska filtracija te uklanjanje acetona rotacijskim uparivačem (na 850 mbar, 41 °C). Dobiven je suhi talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.

### **3.2.6. Sinteza 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva cijanotrihidroborata (8)**

Spoj 1 (2 g) najprije je otopljen u 35 mL diklormetana te je u otopinu dodan natrijev cijanoborohidrid (0,65 g). Reakcijska smjesa potom je miješana na magnetnoj miješalici pri sobnoj temperaturi 48 h. Zatim je uslijedila vakuumska filtracija te uklanjanje diklormetana rotacijskim uparivačem (na 750 mbar, 41 °C). Dobiven je suhi bijeli talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.

### **3.2.7. Sinteza 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bis(trifluorometansulfonil) imida (9)**

Spoj 2 (2,54 g) najprije je otopljen u 8 mL H<sub>2</sub>O te je u otopinu dodan litij bis(trifluorometanosulfonil)imid (3,2 g). Reakcijska smjesa potom je miješana na magnetnoj

miješalici pri sobnoj temperaturi 48 h. Zatim je uslijedila vakuumska filtracija i dobiven je suhi bijeli talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.

### **3.2.8 Sinteza 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (10)**

Spoj 2 (0,52 g) najprije je otopljen u 10 mL acetona te je u otopinu dodan kalijev trifluorometansulfonat. Reakcijska smjesa potom je miješana na magnetnoj miješalici pri sobnoj temperaturi sljedeća 24 h. Zatim je uslijedila vakuumska filtracija te uklanjanje acetona rotacijskim uparivačem (na 850 mbar, 41 °C). Dobiven je suhi bijeli talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.

### **3.2.9. Sinteza 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (11)**

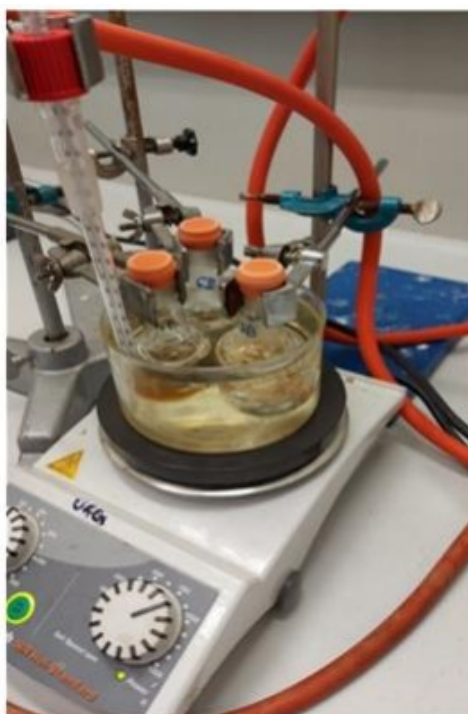
Spoj 2 (0,52 g) najprije je otopljen u 10 mL acetona te je u otopinu dodan srebrov trifluorometansulfonat (0,2 g). Reakcijska smjesa potom je miješana na magnetnoj miješalici pri sobnoj temperaturi sljedeća 24 h. Zatim je uslijedila vakuumska filtracija te uklanjanje acetona rotacijskim uparivačem (na 850 mbar, 41 °C). Dobiven je suhi bijeli talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.

### **3.2.10. Sinteza 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata (12)**

Spoj 2 (1,5 g) najprije je otopljen u 20 mL acetona te je u otopinu dodan kalijev heksafluorofosfat (0,4 g). Reakcijska smjesa potom je miješana na magnetnoj miješalici pri sobnoj temperaturi sljedeća 24 h. Zatim je uslijedila vakuumska filtracija te uklanjanje acetona rotacijskim uparivačem (na 850 mbar, 41 °C). Dobiven je suhi bijeli talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.

### **3.2.11. Sinteza 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata (13)**

Spoj 2 (1,5 g) prvotno je otopljen u 20 mL acetona te je u otopinu dodan srebrov tetrafluoroborat (0,4 g). Reakcijska smjesa potom je miješana na magnetnoj miješalici pri sobnoj temperaturi sljedeća 24 h. Zatim je uslijedila vakuumska filtracija te uklanjanje acetona rotacijskim uparivačem (na 850 mbar, 41 °C). Dobiven je suhi bijeli talog kojemu je odvagana masa kako bismo dobili ukupno iskorištenje reakcije.



Slika 18. Aparatura korištena za reakcije metateze

### 3.3 KARAKTERIZACIJA SPOJEVA

#### 3.3.1. Određivanje tališta

Talište predstavlja temperaturu pri kojoj neka tvar prelazi iz čvrstog u tekuće agregatno stanje. Uz pomoć digitalnog uređaja za određivanje temperature taljenja (Stuart SMP20) (Slika 19.) određena su tališta dobivenih produkata prethodno navedenih sinteza. Priprema se svodila na to da je najprije mala količina uzorka usitnjena pomoću tučka, a nakon toga je isti uveden u staklenu kapilaru otprilike do dubine od 0,5 cm polaganim tupkanjem kroz plastičnu cijev. Kapilara s uzorkom položena je u bočnu rupicu na uređaju koji postupno podiže temperaturu i zagrijava kapilaru. Opažanjem procesa taljenja određuje se talište. [5]



Slika 19. Digitalni uređaj za određivanje tališta Stuart SMP20 (izvor: <https://www.fishersci.com/shop/products/hires-dig-melt-pt-app-230v/501960405>) (Pristupljeno:19.05.2023.)

### 3.3.2. Infracrvena spektroskopija

Infracrvena (IR) spektroskopija instrumentalna je metoda za detekciju, odnosno identifikaciju funkcionalnih skupina prisutnih u molekuli. Infracrveni spektri snimljeni su pomoću SHIMADZU FTIR- 8400S spektrometra (Slika 20) u valnom području od 400 do 4000  $\text{cm}^{-1}$ . Ako bi uzorak pripremili za snimanje, kruti uzorak pomiješan je sa kalijevim bromidom u homogenu smjesu te je mala količina prebačena u nosač a zatim u prilagođeno mjesto za uzorke unutar samog uređaja. KBr ne apsorbira zračenje u srednjem IR području, pa se ova tehnika pripreve krutih uzoraka najčešće koristi. Uz pomoć programa IR-SOLUTION 1.3 snimljeni su svi spektri te su obrađeni podaci. [5]



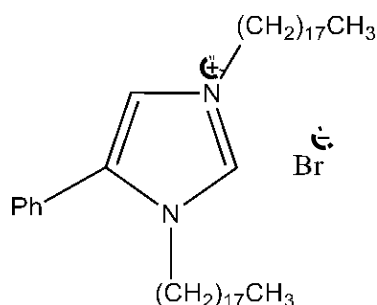
Slika 20. Spektrometar SHIMADZU FTIR-8400S. (izvor: <https://speciation.net/Database/Instruments/Shimadzu-Europe/FTIR8400S-;i1306>)  
(Pristupljeno:19.05.2023.)

### 3.3.3. Masena spektrometrija

Laboratorijska tehnika za odjeljivanje komponenata uzorka pomoću njihove mase i električnog naboja naziva se masena spektrometrija (MS), a instrument koji se koristi za analizu je maseni spektrometar. Ova analiza dobivenih produkata izvršena je na Sveučilištu u Zagrebu, točnije na Fakultetu kemijskog inženjerstva i tehnologije. Pomoću spektrometra API 2000 LC-ESI-MS/MS (Applied Biosystems, Foster City, CA, USA) snimljeni su maseni spektri. Analizirani uzorci bili su otopine, a pripremljeni su način da je u 1000  $\mu\text{L}$  acetonitrila otopljeno 0,1 mg uzorka. Priređene otopine za analizu dalje su filtrirane kroz filter (*syringe* filter) te razrijeđene u omjeru 1:9. Tako priređeni uzorci stavljeni su u kivete i označeni. [5]

## 4. REZULTATI I RASPRAVA

### 4.1. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bromida



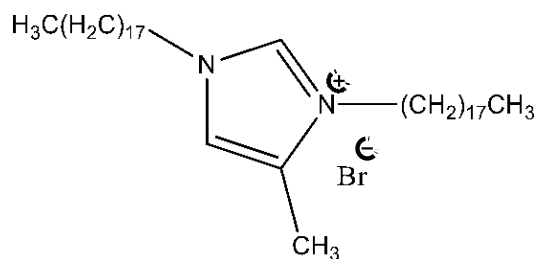
Slika 21. Strukturna formula 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bromida

Bijeli prah,  $t_f = 60,6^\circ\text{C}$

**IR** (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3450, 2915, 2850, 1510, 1470, 1375, 1080, 785, 710, 570, 420

**MS**: za  $\text{C}_{45}\text{H}_{81}\text{N}_2^+$  izračunato 650,14 pronađeno 650

### 4.2. Karakterizacija 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bromida



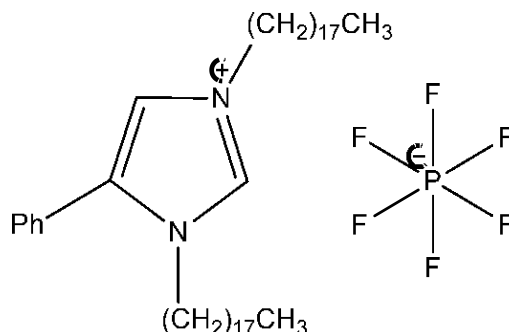
Slika 22. Strukturna formula 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bromida

Bijeli prah,  $t_f = 74,8^\circ\text{C}$

**IR** (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3385, 2910, 2850, 1605, 1555, 1470, 1150, 720, 650

**MS**: za  $\text{C}_{40}\text{H}_{79}\text{N}_2^+$  izračunato 588,07 , pronađeno 588

### 4.3. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata (3)



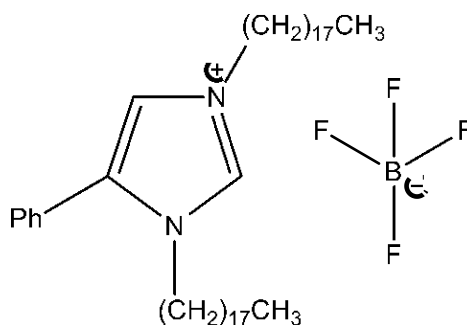
Slika 23. Strukturna formula 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata

Bijeli prah,  $t_f = 90,1^\circ\text{C}$

**IR** (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3150, 2920, 2850, 1510, 1470, 840, 720, 510, 420

**MS**: za  $\text{C}_{45}\text{H}_{81}\text{N}_2^+$  izračunato 650,14, pronađeno 650

### 4.4. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata (4)



Slika 24. Strukturna formula 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata

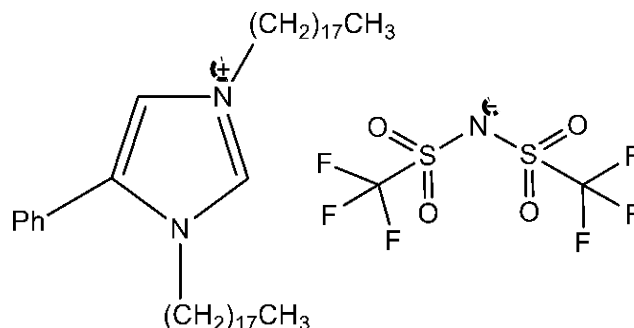
Bijeli prah,  $t_f = 71^\circ\text{C}$

**IR** (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3120, 2920, 2360, 1510, 1470, 1505, 785, 720, 520, 420

**MS**: za  $\text{C}_{45}\text{H}_{81}\text{N}_2^+$  izračunato 650,14, pronađeno 650



#### 4.5. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bis(trifluorometansulfonil) imida (5)



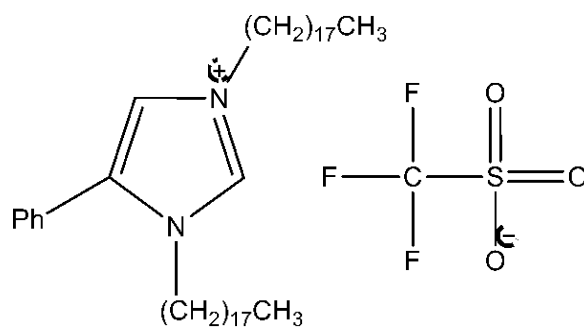
Slika 25. Strukturna formula 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bis(trifluorometansulfonil) imida

Bijeli prah,  $t_f = 60^\circ\text{C}$

**IR** (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3140, 2920, 2850, 1470, 1345, 1200, 1140, 1065, 615, 520

**MS**: za  $\text{C}_{45}\text{H}_{81}\text{N}_2^+$  izračunato 650,14, pronađeno 649

#### 4.6. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (6)



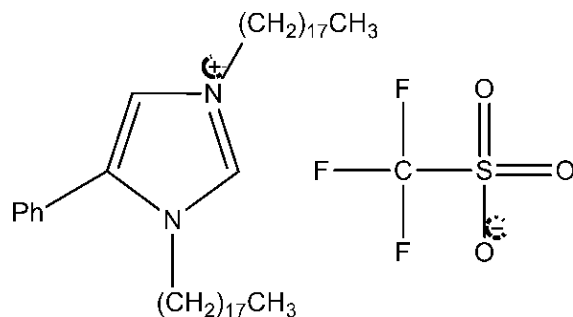
Slika 26. Strukturna formula 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata

Bijeli prah,  $t_f = 90,5^\circ\text{C}$

**IR** (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3570, 2920, 2850, 2370, 1635, 1510, 470, 1255, 1170, 1035, 780, 720, 640, 525

**MS**: za  $\text{C}_{45}\text{H}_{81}\text{N}_2^+$  izračunato 650,14, pronađeno 634

#### 4.7. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (7)



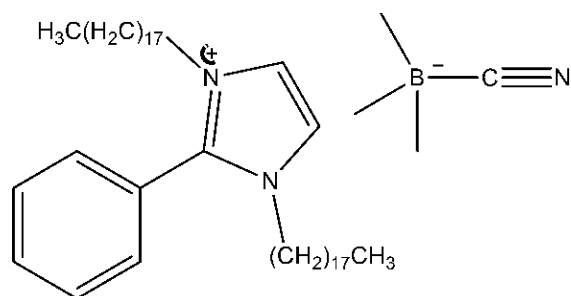
Slika 27. Strukturna formula 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata

Bijeli prah,  $t_f = 84^\circ\text{C}$

IR (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3735, 2920, 2850, 2360, 1510, 1470, 1255, 1170, 1030, 720, 640, 515

MS: za  $\text{C}_{45}\text{H}_{81}\text{N}_2^+$  izračunato 650,14, pronađeno 712

#### 4.8. Karakterizacija 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva cijanotrihidroborata (8)



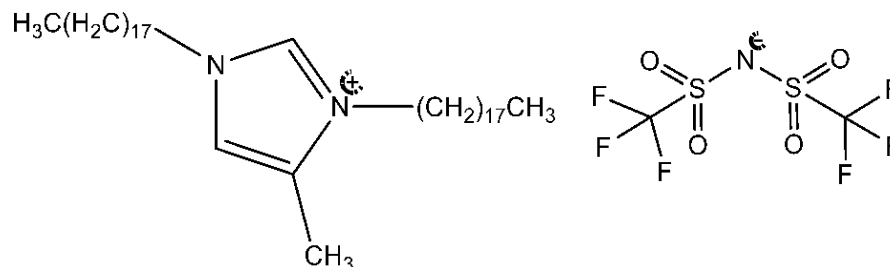
Slika 28. Strukturna formula 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva cijanotrihidroborata

Bijeli prah,  $t_f = 87^\circ\text{C}$

IR (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3450, 2920, 2850, 1490, 800, 710

MS: za  $\text{C}_{45}\text{H}_{81}\text{N}_2^+$  izračunato 650,14, pronađeno 650

#### 4.9. Karakterizacija 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bis(trifluorometansulfonil) imida (9)



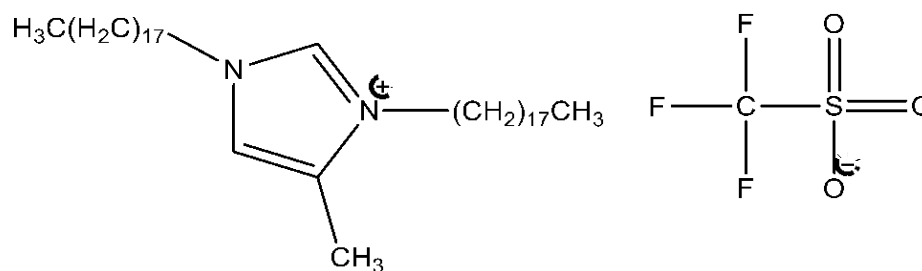
Slika 29. Strukturna formula 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bis(trifluorometansulfonil) imida

Bijeli prah,  $t_f = 67^\circ\text{C}$

IR (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3150, 2920, 2850, 2350, 1470, 1350, 1195, 1060, 720, 570, 510

MS: za  $\text{C}_{40}\text{H}_{79}\text{N}_2^+$  izračunato 588,07, pronađeno 588

#### 4.10. Karakterizacija 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (10)



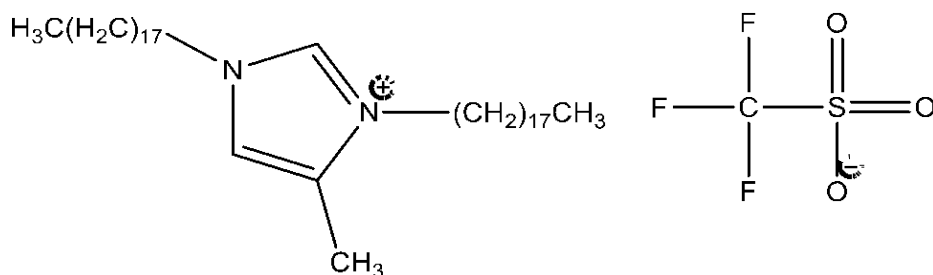
Slika 30. Strukturna formula 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata

Bijeli prah,  $t_f = 67^\circ\text{C}$

IR (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3125, 2920, 2850, 2365, 1465, 1250, 1160, 1030, 720, 645, 580, 520, 420

MS: za  $\text{C}_{40}\text{H}_{79}\text{N}_2^+$  izračunato 588,07, pronađeno 588

#### 4.11. Karakterizacija 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (11)



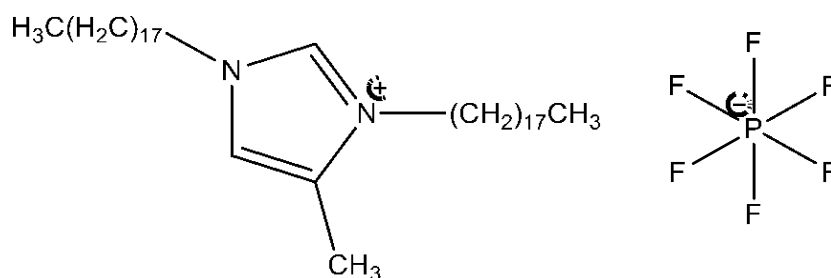
Slika 31. Strukturna formula 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata

Bijeli prah,  $t_f = 86,7^\circ\text{C}$

IR (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3125, 2920, 2850, 2360, 1465, 1250, 1175, 1035, 720, 645, 580, 520, 420

MS: za  $\text{C}_{40}\text{H}_{79}\text{N}_2^+$  izračunato 588,07, pronađeno 588

#### 4.12. Karakterizacija 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata (12)



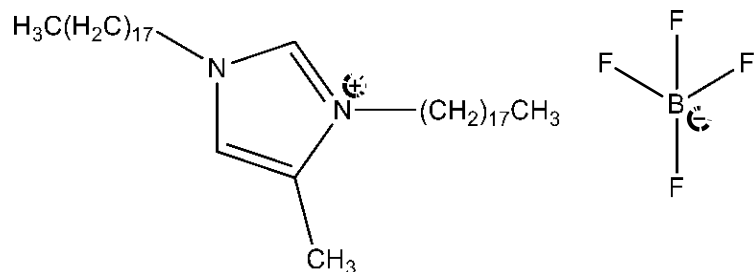
Slika 32. Strukturna formula 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata

Bijeli prah,  $t_f = 71,4^\circ\text{C}$

IR (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3160, 2920, 2850, 2350, 1565, 1465, 1370, 1250, 1155, 840, 720, 650, 590, 420

MS: za  $\text{C}_{40}\text{H}_{79}\text{N}_2^+$  izračunato 588,07, pronađeno 588

#### 4.13. Karakterizacija 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata (13)



Slika 33. Strukturna formula 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata

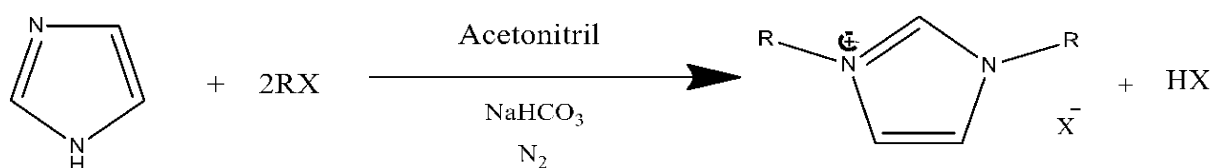
Bijeli prah,  $t_f = 80,7^\circ\text{C}$

**IR** (KBr)  $\nu/\text{cm}^{-1}$ : 3130, 2920, 2850, 1085, 720, 420

**MS**: za C<sub>40</sub>H<sub>79</sub>N<sub>2</sub><sup>+</sup> izračunato 588,07, pronađeno 588 g/mol

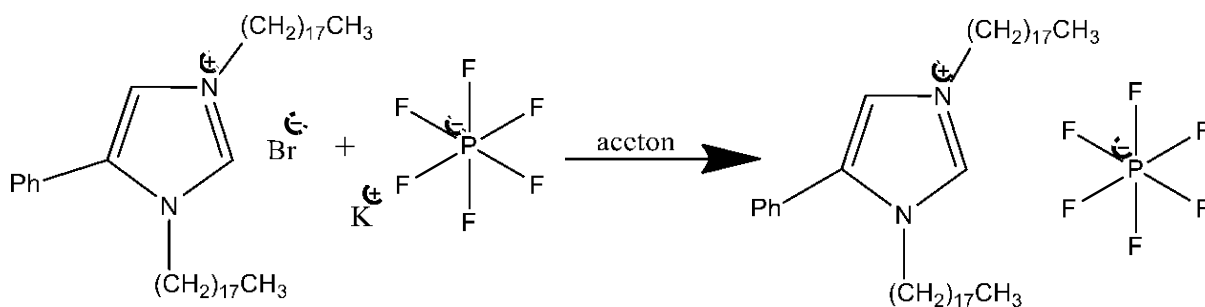
#### 4.14. RASPRAVA

U sklopu diplomskog rada uspješno je sintetizirano trinaest spojeva. Postupcima navedenima u poglavlju 3.1. sintetizirani su spojevi 1 i 2. Sinteza je provedena 14 dana u zatvorenom sustavu pri 90 °C te uz prisutnost inertne atmosfere dušika. Napredak reakcije praćen je tankoslojnom kromatografijom. Po završetku sinteze, dobiveni produkt je pročišćen i izoliran te je dobiven bijeli prah. Na slici 34 prikazana je općenita shema jednadžbe reakcije kvaternizacije navedenih spojeva.

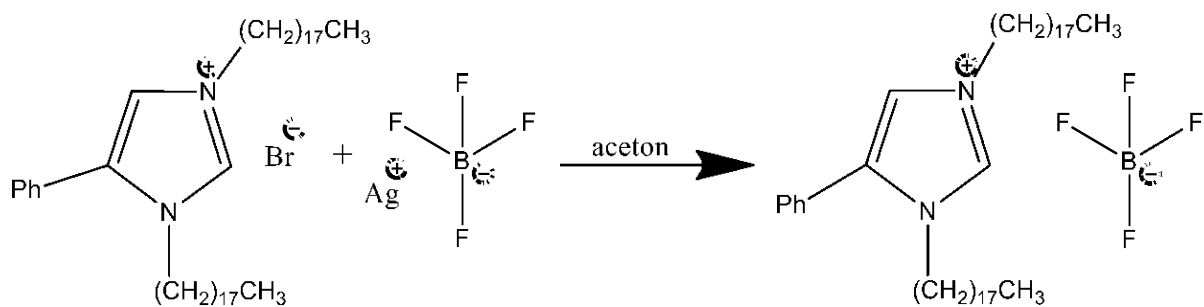


Slika 34. Jednadžba kemijske reakcije kvaternizacije ( $R=18$ ,  $X=\text{bromid}$ )

Postupkom navedenim u poglavlju 3.2.1.- 3.2.2. sintetizirani su spojevi 3 i 4. Sinteza se odvijala kroz 24 h u zatvorenom sustavu pri sobnoj temperaturi. Napredak reakcije praćen je tankoslojnom kromatografijom. Nakon izolacije i pročišćavanja dobiven je bijeli kristalni prah. Jednadžba kemijske reakcije metateze navedenih produkata prikazana je na slici 35 i 36.

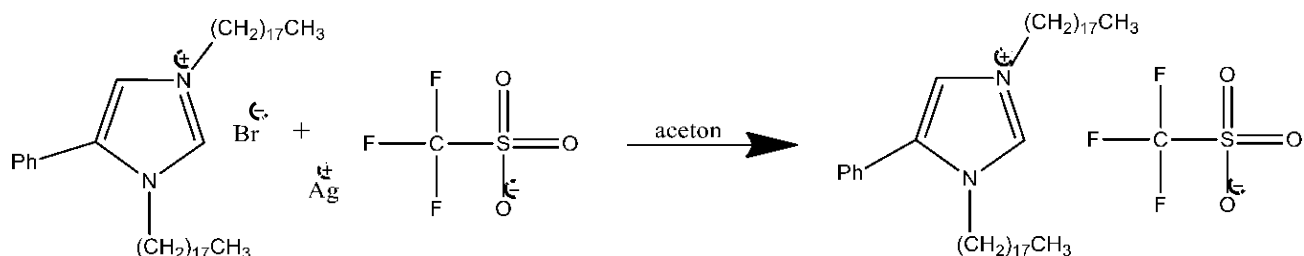


Slika 35. Jednadžba kemijske reakcije metateze spoja 3

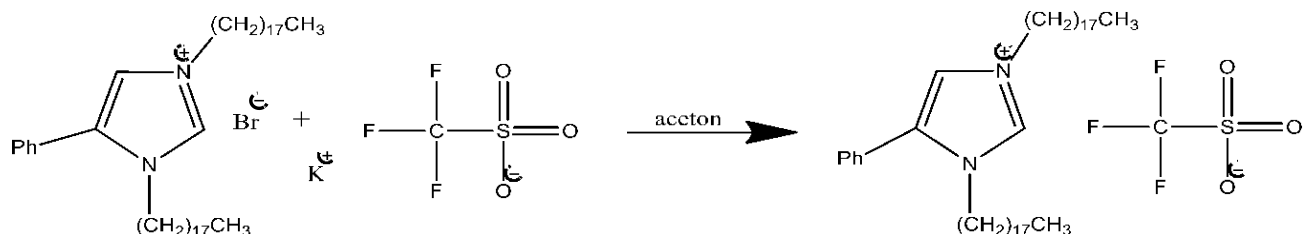


Slika 36. Jednadžba kemijske reakcije metateze spoja 4

Postupkom navedenim u poglavlju 3.2.4. i 3.2.5. sintetizirani su spojevi 6 i 7. Sinteza se odvijala kroz dva dana u zatvorenom sustavu pri sobnoj temperaturi. Napredak reakcije praćen je tankoslojnom kromatografijom. Nakon izolacije izvršena je prekrystalizacija i dobiven je bijeli prah. Dobiveni su spojevi identični, no razlikuju se prema korištenom polaznom protuionu. Za sintezu spoja 6 korišten je srebrov trifluorometansulfonat, a za sintezu spoja 7 kalijev trifluorometansulfonat. Jednadžbe kemijske reakcije metateze spojeva 6 i 7 prikazane su na slici 37 i 38.

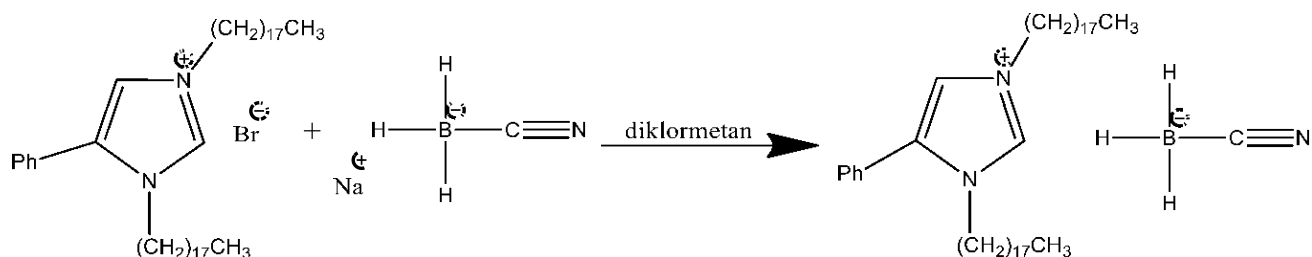


Slika 37. Jednadžba kemijske reakcije metateze spoja 6



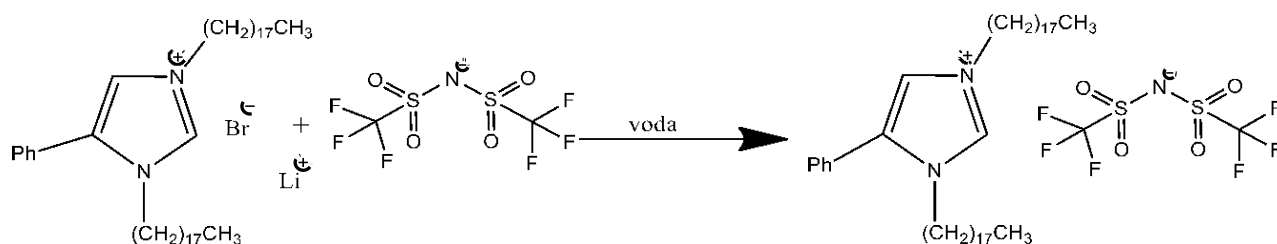
Slika 38. Jednadžba kemijske reakcije metateze spoja 7

Postupkom navedenim u poglavlju 3.2.6. sintetiziran je spoj 8. Sinteza se odvijala kroz 4 dana u zatvorenom sustavu pri sobnoj temperaturi. Napredak reakcija praćen je tankoslojnom kromatografijom. Nakon izolacije dobiveni produkt je bijela krutina. Jednadžba metateze prikaza je na slici 39.

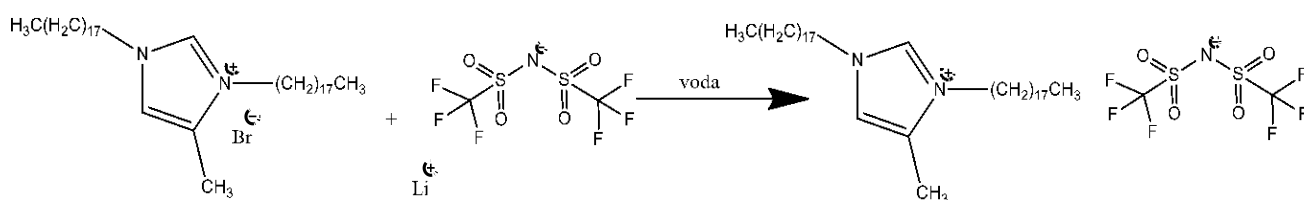


Slika 39. Jednadžba kemijske reakcije metateze spoja 8

Postupcima navedenima u poglavljima 3.2.3. te 3.2.7. sintetizirani su spojevi 5 i 9. Sinteze su se odvijale kroz 3 dana u zatvorenom sustavu pri sobnoj temperaturi. Napredak reakcija praćen je tankoslojnom kromatografijom. Nakon izolacije dobiveni produkti su bijele krutine. Spojevi se razlikuju s obzirom na supstituente na imidazolnim jezgrama. Jednadžbe kemijskih reakcija metateza spojeva 5 i 9 prikazane su na slikama 40 i 41.



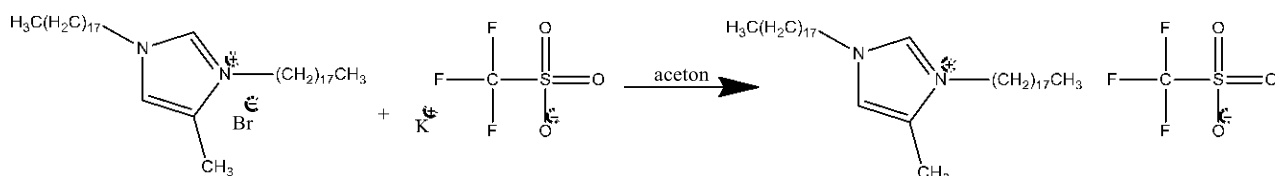
Slika 40. Jednadžba kemijske reakcije metateze spoja 5



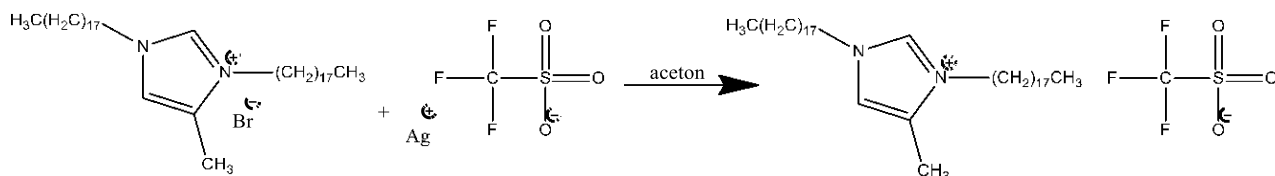
Slika 41. Jednadžba kemijske reakcije metateze spoja 9



Postupcima navedenim u poglavljima 3.2.8. i 3.2.9. sintetizirani su spojevi 10 i 11. Sinteza se odvijala kroz 24 h u zatvorenom sustavu pri sobnoj temperaturi. Napredak reakcije praćen je tankoslojnom kromatografijom. Dobiveni su spojevi identični, no razlikuju se prema korištenom polaznom protuionu. Za sintezu spoja 10 korišten je kalijev trifluorometansulfonat, a za sintezu spoja 11 srebrov trifluorometansulfonat. Jednadžbe kemijske reakcije metateze spojeva 10 i 11 prikazane su na slikama 42 i 43.

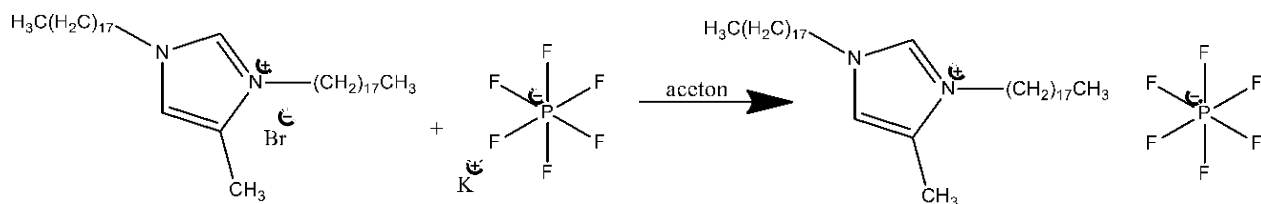


Slika 42. Jednadžba kemijske reakcije metateze spoja 10

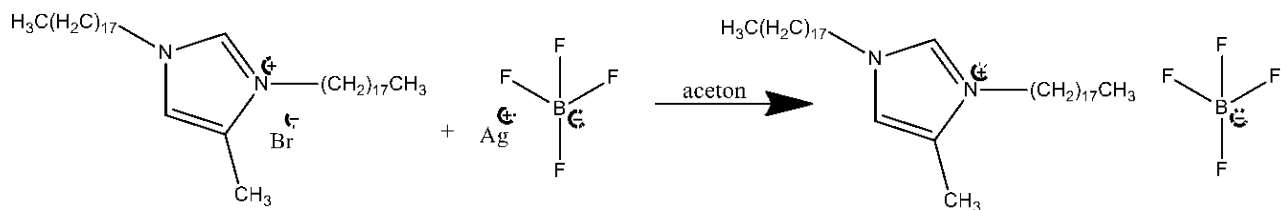


Slika 43. Jednadžba kemijske reakcije metateze spoja 11

Postupcima navedenim u poglavljima 3.2.10. i 3.2.11. sintetizirani su spojevi 12 i 13. Sinteza se odvijala kroz 24 h u zatvorenom sustavu pri sobnoj temperaturi. Napredak reakcije praćen je tankoslojnom kromatografijom. Nakon izolacije i pročišćavanja dobiven je bijeli kristalni prah. Jednadžba kemijske reakcije metateze navedenih produkata prikazana je na slikama 44 i 45.



Slika 44. Jednadžba kemijske reakcije metateze spoja 12



Slika 45. Jednadžba kemijske reakcije metateze spoja 13

Mase sintetiziranih spojeva te iskorištenja reakcija prikazane su u Tablici 3. Spojevi 3, 4, 6, 7, 10, 11, 12 imaju vrlo dobro iskorištenje, u intervalu od 81 - 92 %. Prije izolacije i pročišćavanja količina je navedenih spojeva bila dostatna te nije bilo zamjetnih gubitaka. Spojevi 1, 2, 8, 9 i 13 manjih su iskorištenja, u intervalu od 42 - 76 %, obzirom da je bilo prisutno više onečišćenja te se dio produkta izgubio i samom izolacijom. Najmanje iskorištenje ima spoj 5 s iznosom od 28,92 %. Tijekom izolacije dio se produkta izgubio uz prisutne primjese.

Tablica 3. Masa i iskorištenje reakcije dobivenih produkata

SPOJ	$m_{exp} / g$	$m_t / g$	$\eta$
1	6,479	10,752	60,26%
2	8,910	12,620	70,60%
3	1,562	1,902	82,12%
4	1,553	1,905	81,52%
5	0,830	2,870	28,92%
6	0,642	0,721	89,04%
7	0,648	0,723	89,63%
8	1,241	2,650	46,83%
9	2,438	5,740	42,47%
10	0,692	0,720	96,11%
11	0,613	0,720	85,14%
12	1,752	1,903	92,07%
13	1,446	1,902	76,03%

Dobiveni produkti karakterizirani su infracrvenom spektroskopijom (IR) i masenom spektrometrijom (MS) čije se spektre može pronaći u prilogu (7. poglavlje). Infracrvenom spektroskopijom potvrđena je prisutnost polarne veze s odgovarajućim apsorpcijskim vrpca (podaci u poglavljima 4.1. - 4.13.). Najčešće prisutne vrpce su između 3150 i 3000  $\text{cm}^{-1}$  koje proizlaze od heterocikličke atomatske C-H veze i vrpce u rasponu od 1335 do 1250  $\text{cm}^{-1}$  karakteristične za aromatski amin. Podaci dobiveni masenom spektrometrijom prikazani u Tablici 4, dobro se slažu s očekivanim produktima reakcija.

Tablica 4. Strukture svih priređenih spojeva potvrđene su MS spektrometrijom

SPOJ	Formula	$M_r/\text{gmol}^{-1}$	MS $m/z$
1	$\text{C}_{45}\text{H}_{81}\text{BrN}_2$	728,56	650 $[\text{M}^+]$
2	$\text{C}_{40}\text{H}_{79}\text{BrN}_2$	666,54	588 $[\text{M}^+]$
3	$\text{C}_{45}\text{H}_{81}\text{Br}_6\text{N}_2\text{P}$	795,10	650 $[\text{M}^+]$
4	$\text{C}_{45}\text{H}_{81}\text{BF}_4\text{N}_2$	736,94	650 $[\text{M}^+]$
5	$\text{C}_{47}\text{H}_{81}\text{F}_6\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$	930,28	649 $[\text{M}^+]$
6	$\text{C}_{46}\text{H}_{81}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$	799,21	634 $[\text{M}^+]$
7	$\text{C}_{46}\text{H}_{81}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$	799,21	712 $[\text{M}^+]$
8	$\text{C}_{49}\text{H}_{90}\text{BN}_3$	650,14	650 $[\text{M}^+]$
9	$\text{C}_{42}\text{H}_{79}\text{F}_6\text{N}_3\text{O}_4\text{S}_2$	868,21	588 $[\text{M}^+]$
10	$\text{C}_{41}\text{H}_{79}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$	737,14	588 $[\text{M}^+]$
11	$\text{C}_{41}\text{H}_{79}\text{F}_3\text{N}_2\text{O}_3\text{S}$	737,14	588 $[\text{M}^+]$
12	$\text{C}_{40}\text{H}_{79}\text{F}_6\text{N}_2\text{P}$	733,03	588 $[\text{M}^+]$
13	$\text{C}_{40}\text{H}_{79}\text{BF}_4\text{N}_2$	674,87	588 $[\text{M}^+]$

Dobiveni rezultati potvrđuju strukturu kvaternih imidazolijevih derivata koji se ponašaju kao ionske tekućine. Upravo ovi spojevi potencijalni su kandidati za primjenu kao nova antimikrobna sredstva ili površinski aktivne tvari. Predmet su istraživanja mnogim znanstvenicima i industrijama, a zbog svojih posebnih svojstava predloženo je da postanu zelene i ekološki prihvatljive zamjene za razna otapala koja se danas već koriste u

laboratorijskoj praksi. Broj publikacija koje uključuju imidazolijevе ionske tekućine znatno je porastao u zadnja dva desetljeća pokazujući rastući akademski i industrijski interes.

## 5. ZAKLJUČAK

Radi poboljšanja i ubrzanja proizvodnih procesa u kemijskoj industriji te pronalaska novih spojeva koji bi bili sigurniji za ljude i okoliš, predmet intenzivnog istraživanja postale su ionske tekućine.

Ovaj diplomski rad bazira se na kvaternim amonijevim solima imidazola te pruža uvid u njihove razne primjene zbog svojih jedinstvenih fizikalno-kemijskih karakteristika i mogućnosti podešavanja istih za posebne primjene. Literaturnim pregledom može se zaključiti da je sinteza novih kvaternih amonijevih soli imidazola aktualno područje, vrlo intenzivno istražuje se i antibakterijsko djelovanje kvaternih amonijevih soli. Bolja antibakterijska svojstva pokazuju kvaterne amonijeve soli s dugolančanim supstituentima na atomima dušika od onih s kratkolančanim supstituentima.

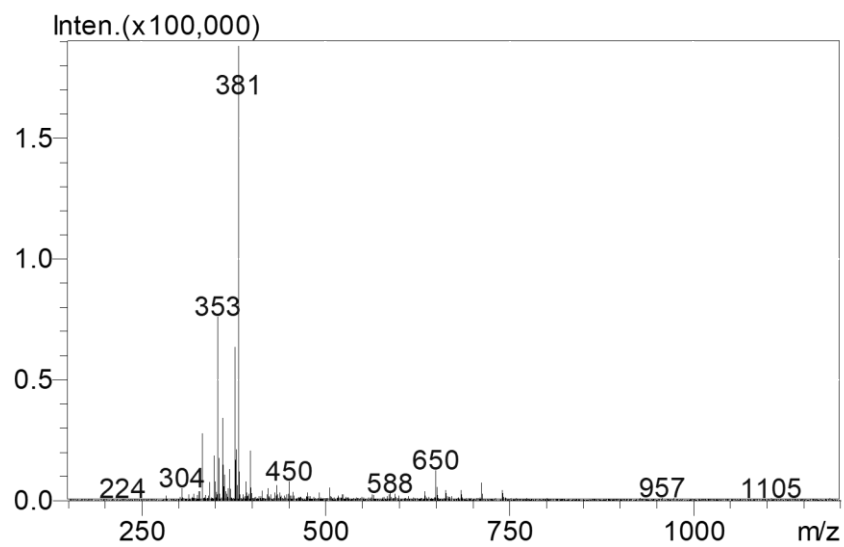
U ovome radu jednostavnim reakcijama N-alkilacije imidazola, 2-fenilimidazola i 4-metilimidazola sintetizirane su kvaterne amonijeve soli imidazola. Uspješno je sintetizirano trinaest imidazolijevih kvaternih amonijevih spojeva čije su strukture potvrđene pomoću podataka dobivenih infracrvenom spektroskopijom i masenom spektrometrijom.

## 6. LITERATURA

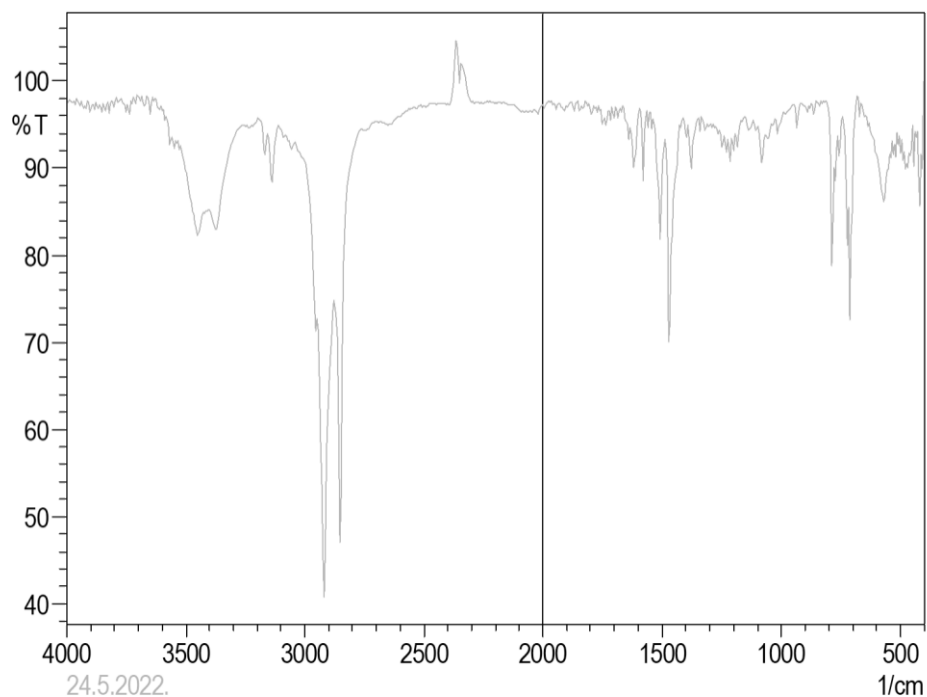
- [1] Ü. Uçucu, N. Gündogdu, I. Isikadag, *IL Farmaco.*, 2001., 56, 285–290.
- [2] Al-Azzawi R. W. Master thesis. Baghdad University, Baghdad, 2007.
- [3] R. D. Crouch, J. L. Howard, J. L. Zile, K. H. Barker, *J. Chem Educ.* 2006., 83, 1658–1660.
- [4] J. Clayden, N. Greeves, S. Warren, *Organic Chemistry*, Oxford University Press, Oxford, 2012., 1165–1167.
- [5] N. Sermek, *Sinteza i biološke aktivnosti imidazolnih soli*, Diplomski rad, Odjel za kemiju, Sveučilište J. J. Strossmayera u Osijeku, 2021.
- [6] D. H. Romero, V. E. T. Heredia, O. Garcia-Barradas, M. E. M. López, E. S. Pavón, *J. Chem. and Biochem.* 2014., 2, 45–83.
- [7] J. G. Smith, *Organic Chemistry*, McGraw-Hill, New York, 2011.
- [8] C. Chiappe, D. Pieraccini, *Green Chemistry*, 2003., 5, 193–197.
- [9] Loontjens, J. A., *Quaternary Ammonium Compounds. Biomaterials Associated Infection*, 2012., 379–404.
- [10] Vereshchagin, A. N., Frolov, N. A., Egorova, K. S., Seitkalieva, M. M., Ananikov, V. P. *Quaternary Ammonium Compounds (QACs) and Ionic Liquids (ILs) as Biocides: From Simple Antiseptics to Tunable Antimicrobials. International Journal of Molecular Sciences*, 2021., 22(13), 6793.
- [11] Jennings, M. C., Minbiole, K. P. C., Wuest, W. M. *Quaternary Ammonium Compounds: An Antimicrobial Mainstay and Platform for Innovation to Address Bacterial Resistance. ACS Infectious Diseases*, 2015., 1(7), 288–303.
- [12] Dake, S. A., Sarda, S. R., Marathe, R. P., Nawale, R. B., Deokate, U. A., Khadabadi, S. S., Pawar, R. P. *Imidazolium Ionic Liquids: An Environment-Friendly Medium for Various Applications. Green Chemistry: Synthesis of Bioactive Heterocycles*, 2014., 201–230.
- [13] Green, M. D., Long, T. E. *Designing Imidazole-Based Ionic Liquids and Ionic Liquid Monomers for Emerging Technologies. Polymer Reviews*, 49(4), 2009. 291–314.
- [14] Ratti, R. *Ionic Liquids: Synthesis and Applications in Catalysis. Advances in Chemistry*, 2014., 1–16.
- [15] Ajam, M. *Metathesis and hydroformylation reactions in ionic liquids*, Diplomski rad, Sveučilište u Johannesburgu, 2005.

- [16] Perić, B., Marti, E., Sierra, J., Cruanas, R., Garau, M. A. Green chemistry: Ecotoxicity and biodegradability of ionic liquids. U: Recent Advances in Pharmaceutical Sciences II, (Muñoz-Torrero, D., Haro, D., Vallès, J., ured.) Transworld Research Network, Kerala, 2012., 89–113.
- [17] Yang, Z., Pan, W. Ionic liquids: Green solvents for nonaqueous biocatalysis. *Enzym Microb Tech.*, 2005., 37, 19–28.

## 7. PRILOZI

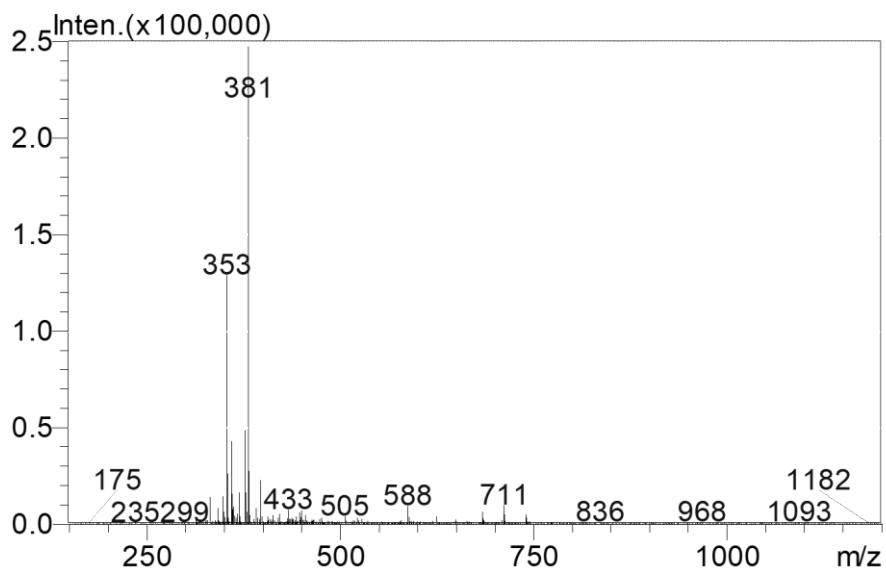


Slika 46. Maseni spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bromida (1)

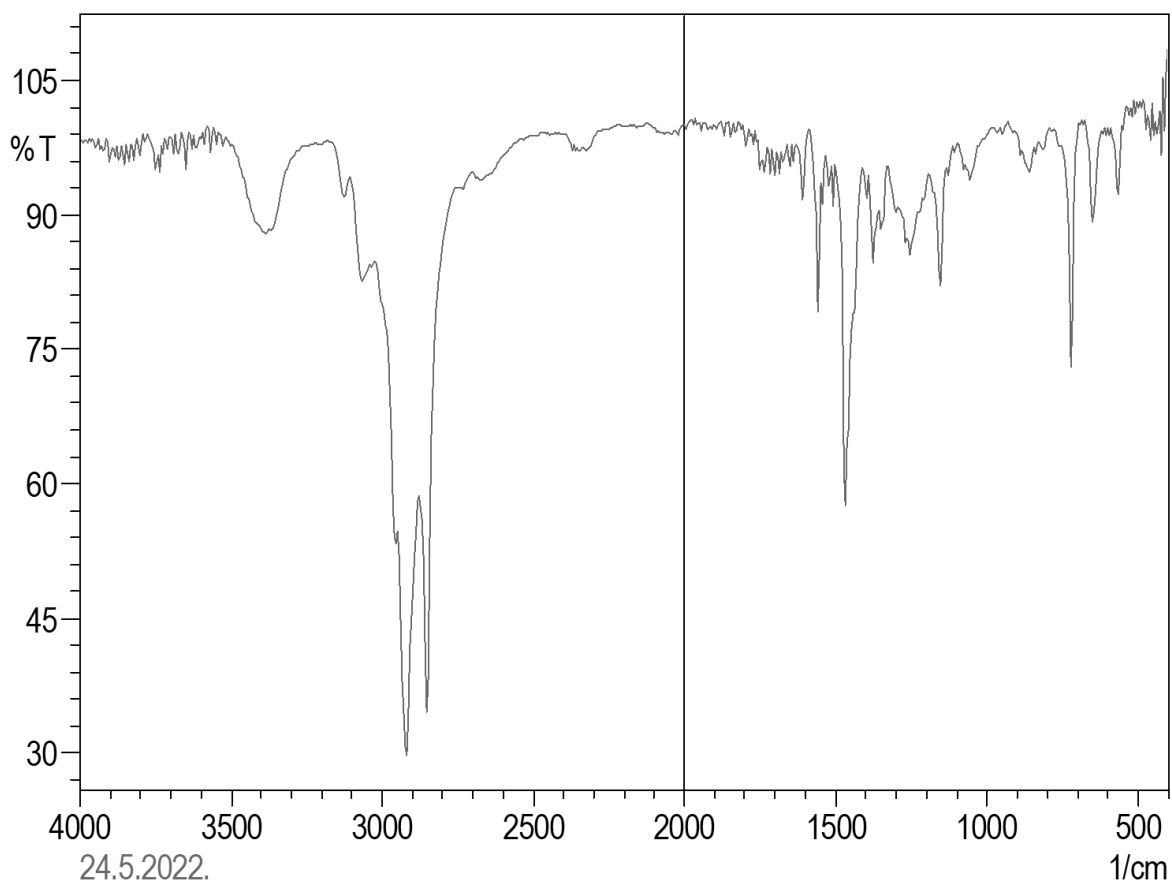


Slika 47. IR spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bromida (1)

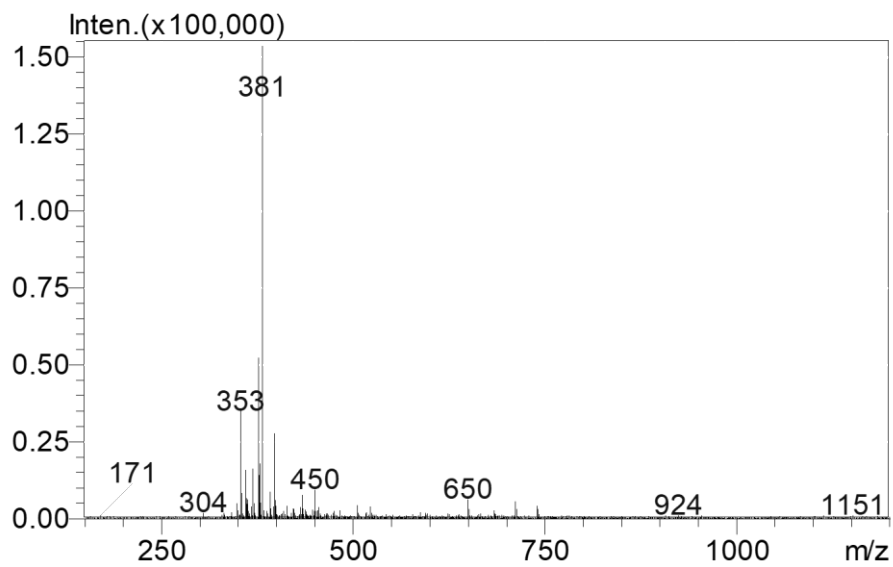




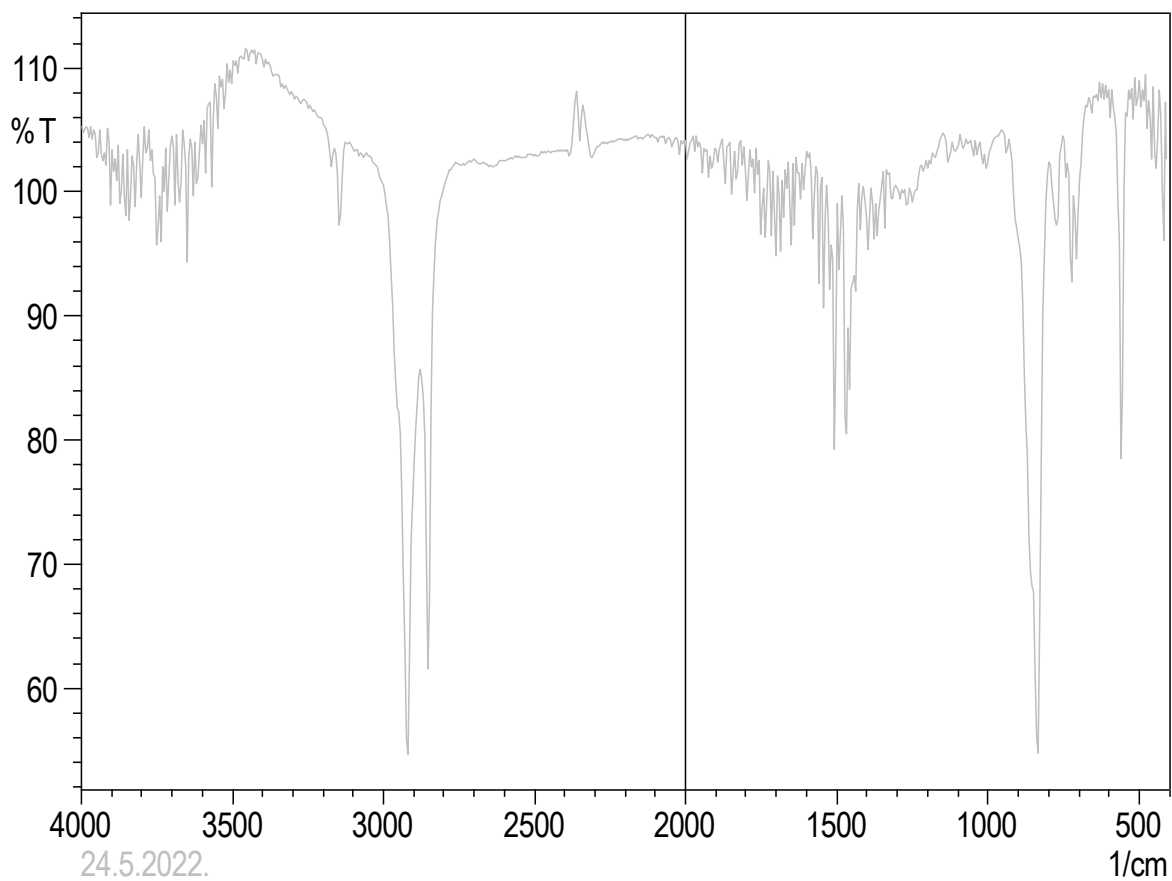
Slika 48. Maseni spektar 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bromid (2)



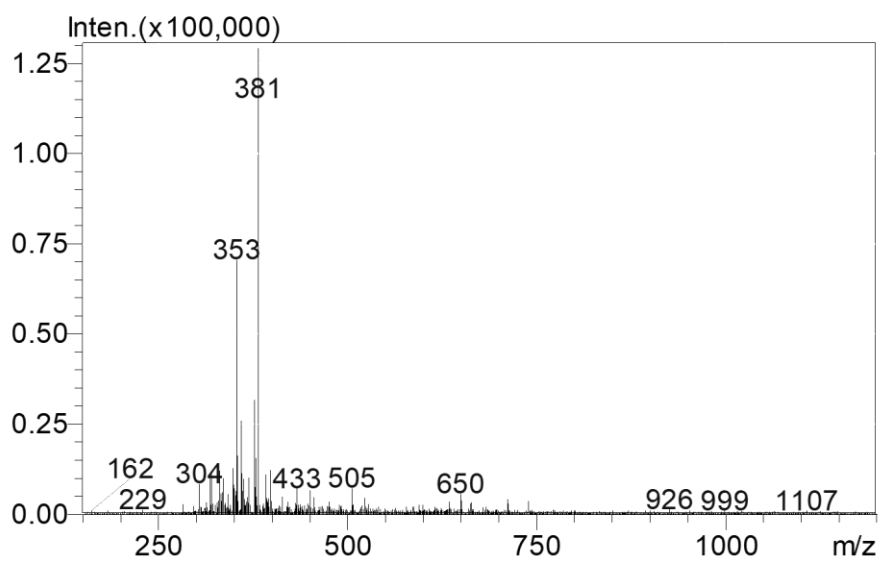
Slika 49. IR spektar 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bromid (2)



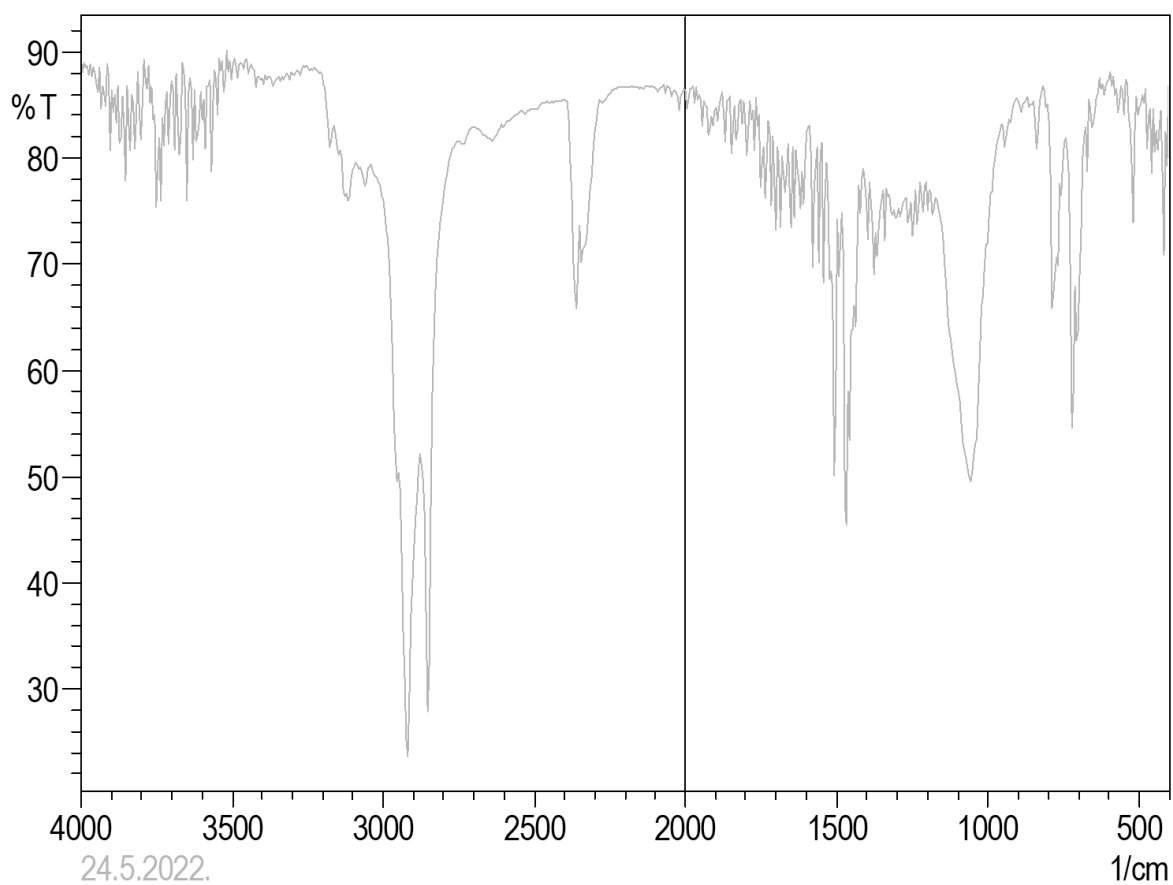
Slika 50. Maseni spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata (3)



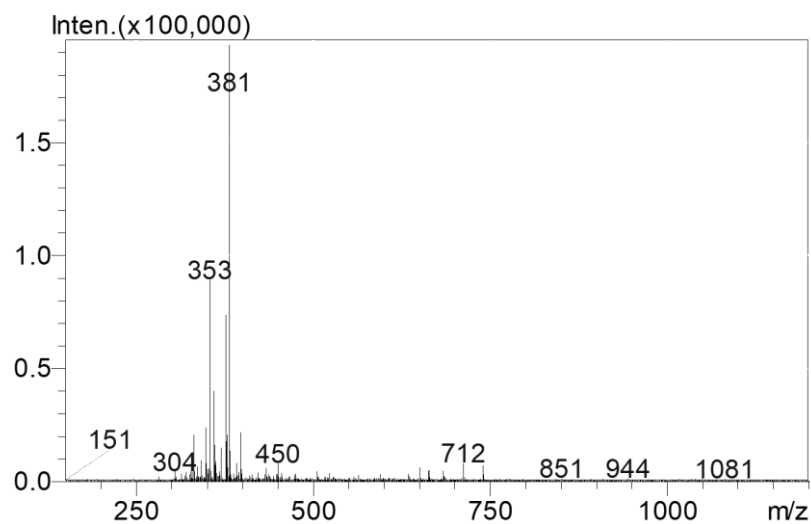
Slika 51. IR spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata (3)



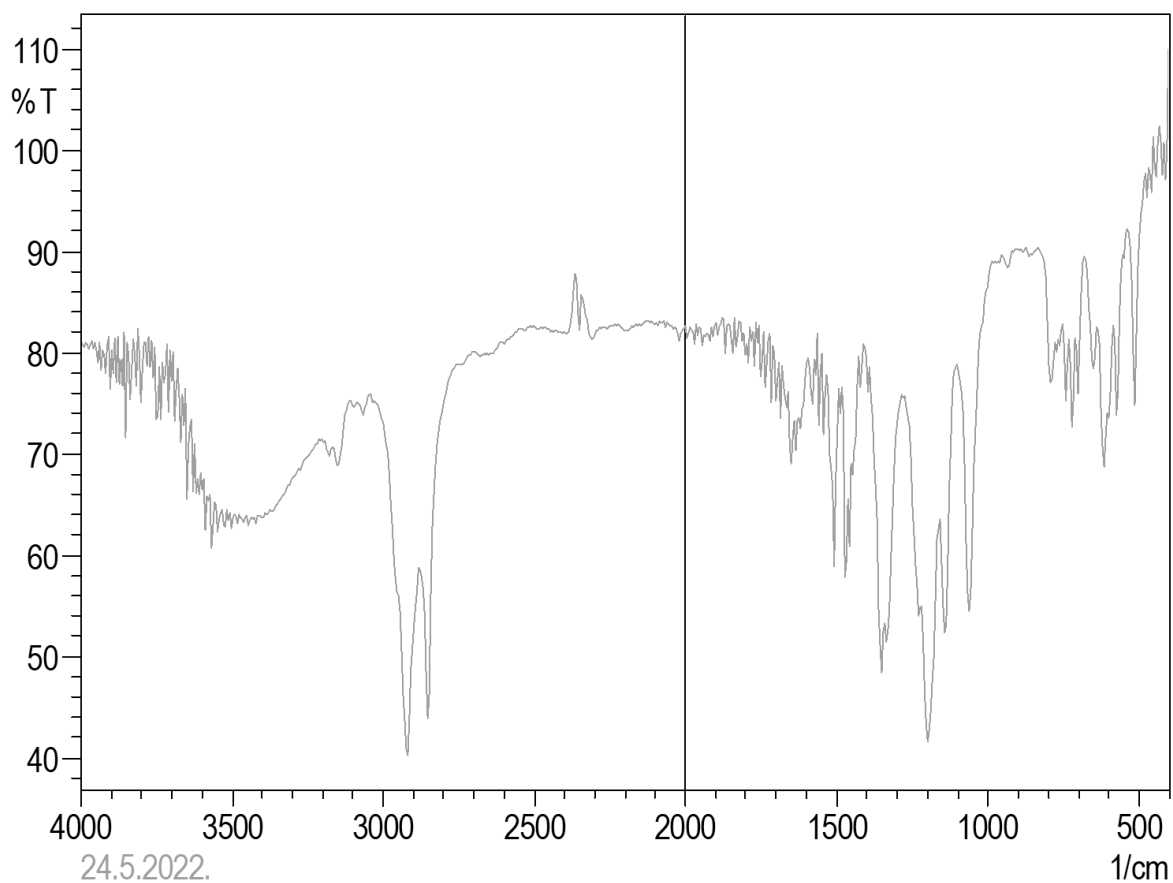
Slika 52. Maseni spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata (4)



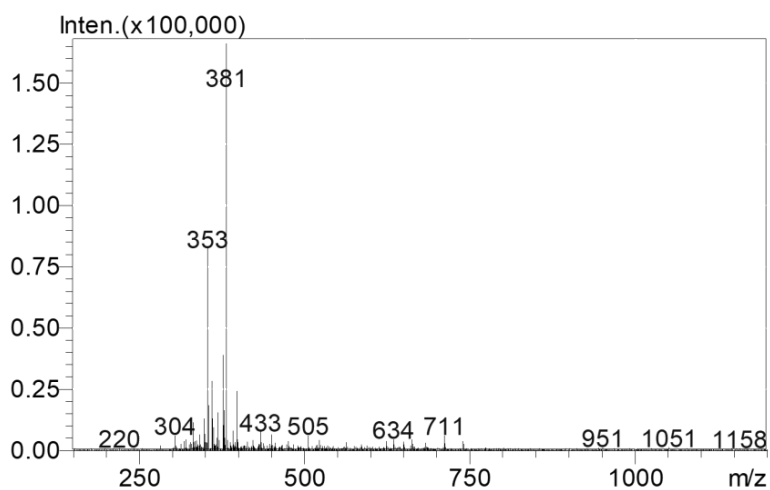
Slika 53. IR spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata (4)



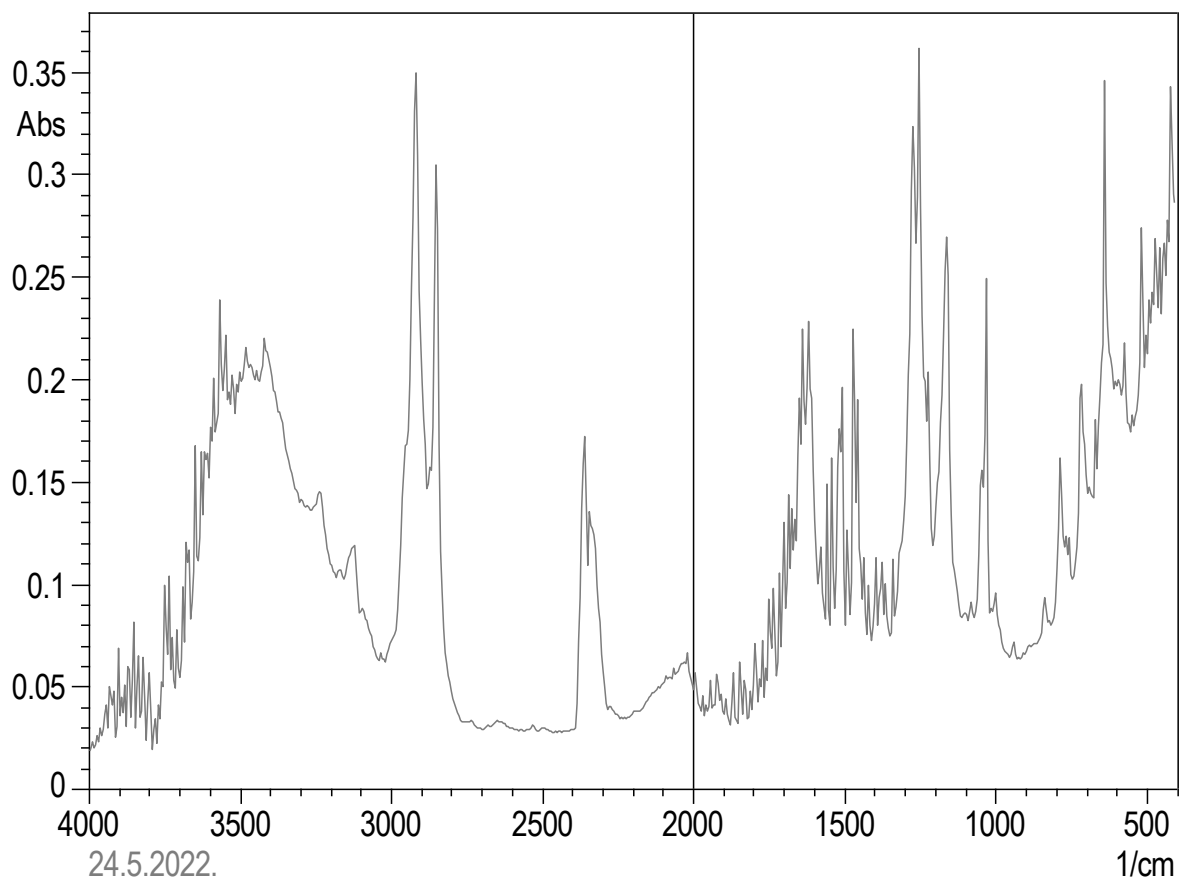
Slika 54. Maseni spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeve bis(trifluorometansulfonil) imid (5)



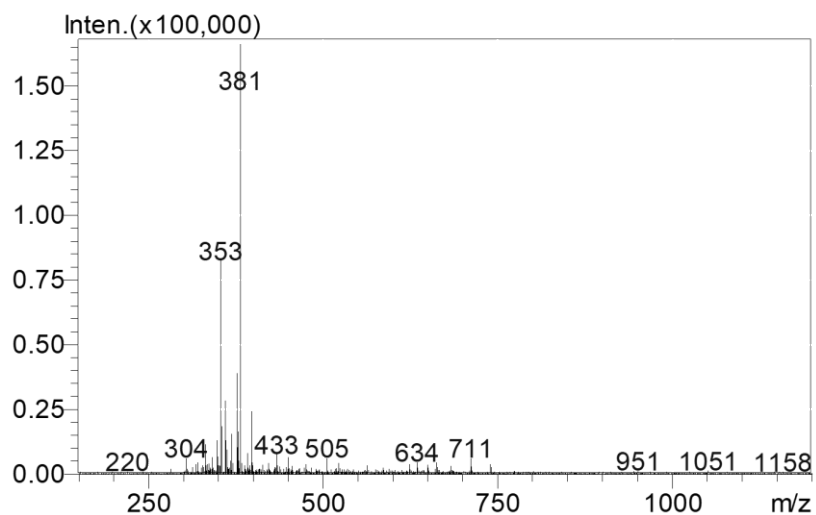
Slika 55. IR spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeve bis(trifluorometansulfonil) imid (5)



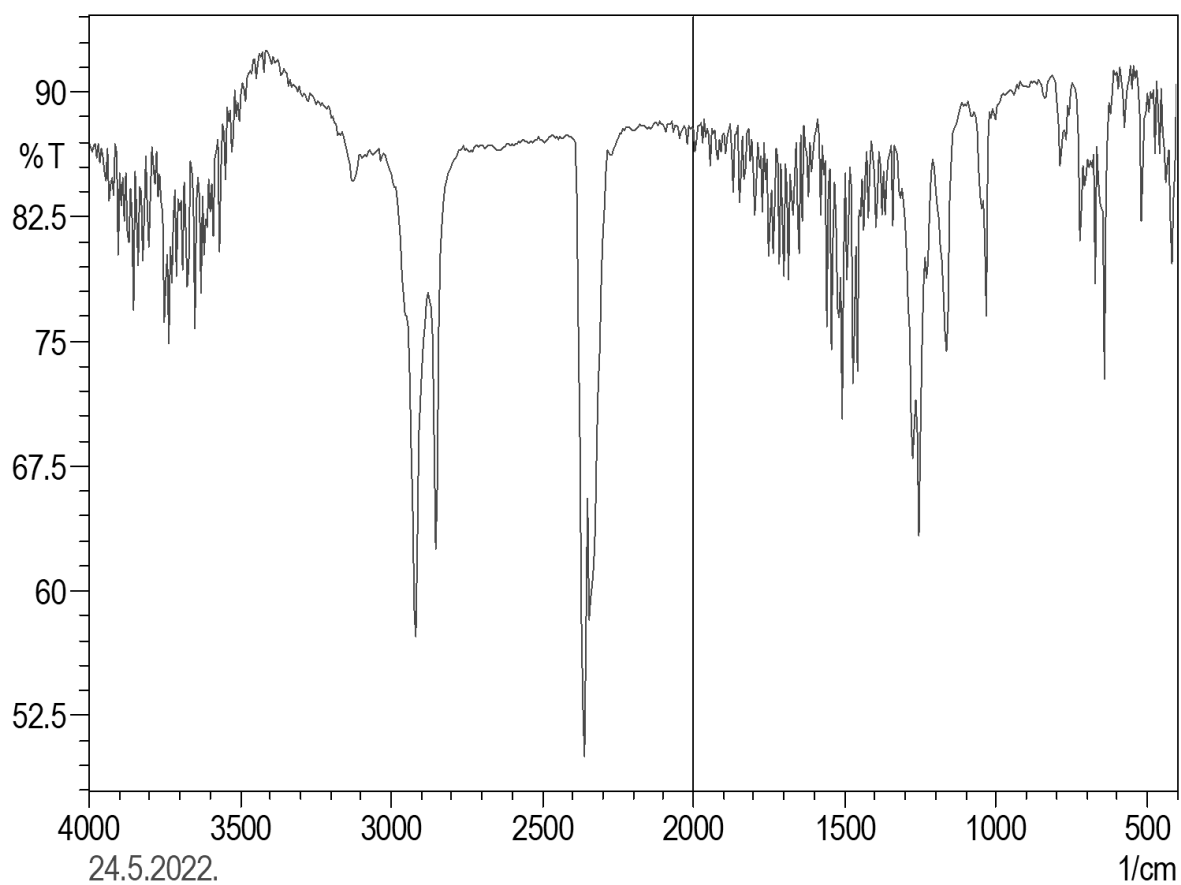
Slika 56. Maseni spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (6)



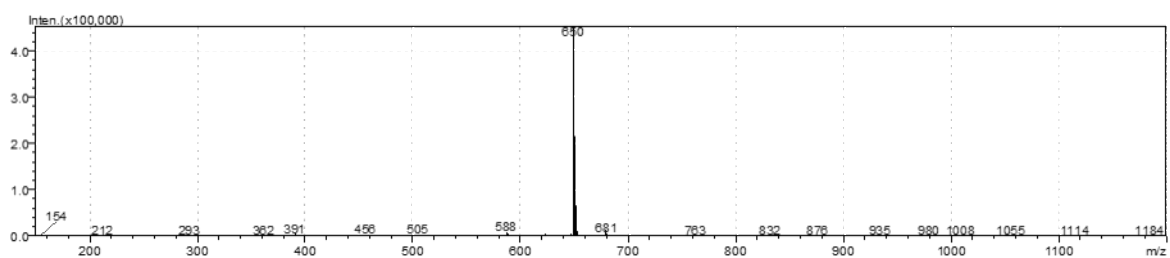
Slika 57. IR spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (6)



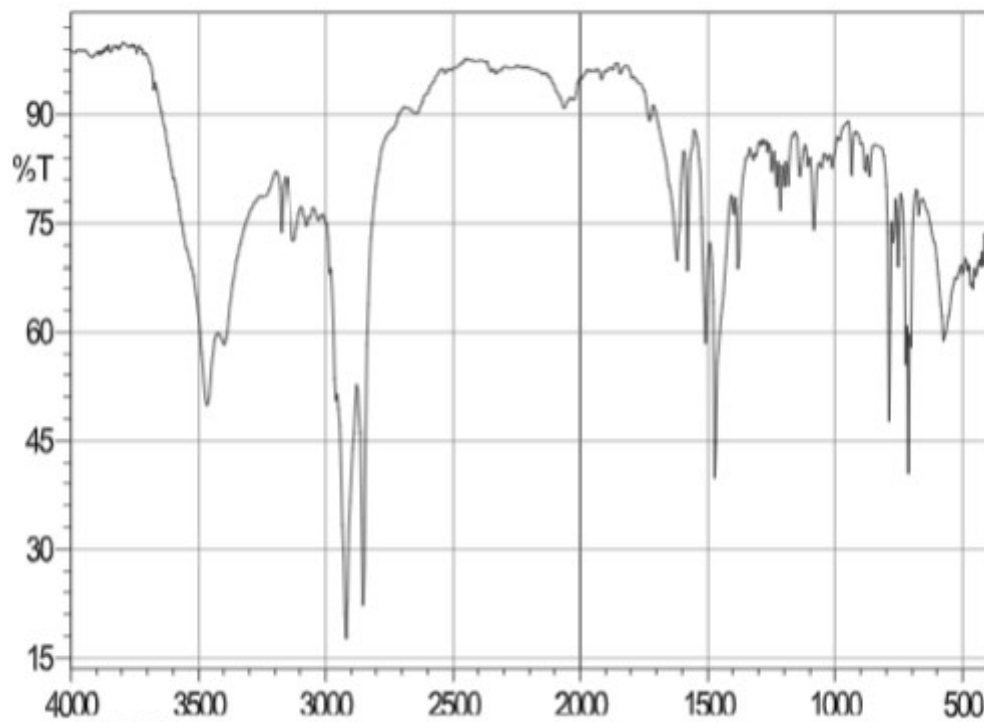
Slika 58. Maseni spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (7)



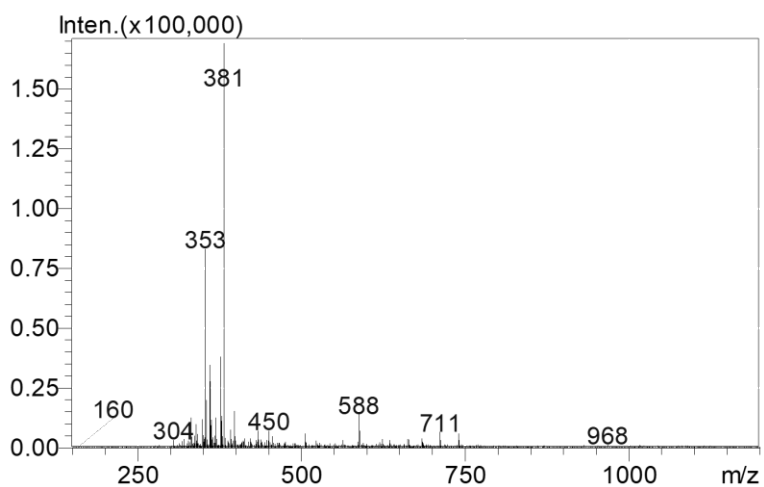
Slika 59. IR spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva triflourometansulfonata (7)



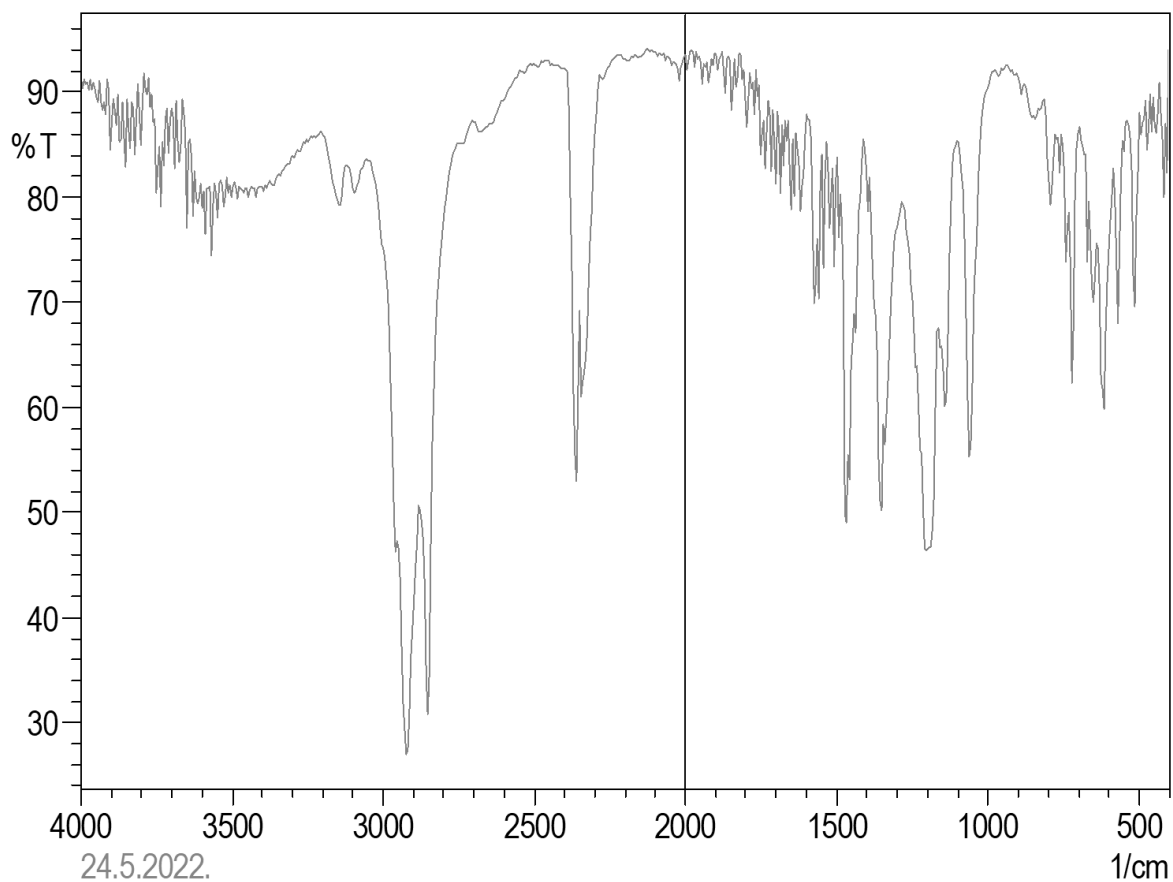
Slika 60. Maseni spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva cijanotrihidroborata (8)



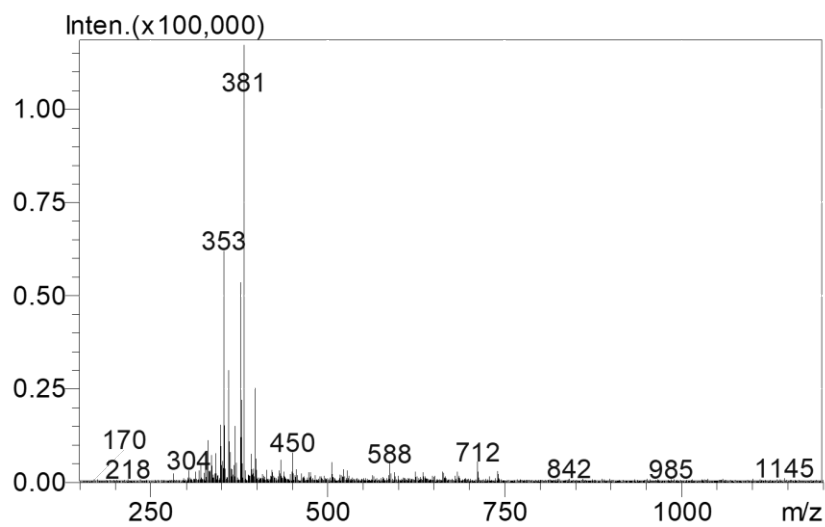
Slika 61. IR spektar 2-fenil-1,4-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva cijanotrihidroborata (8)



Slika 62. Maseni spektar 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bis(trifluorometansulfonil) imida (9)



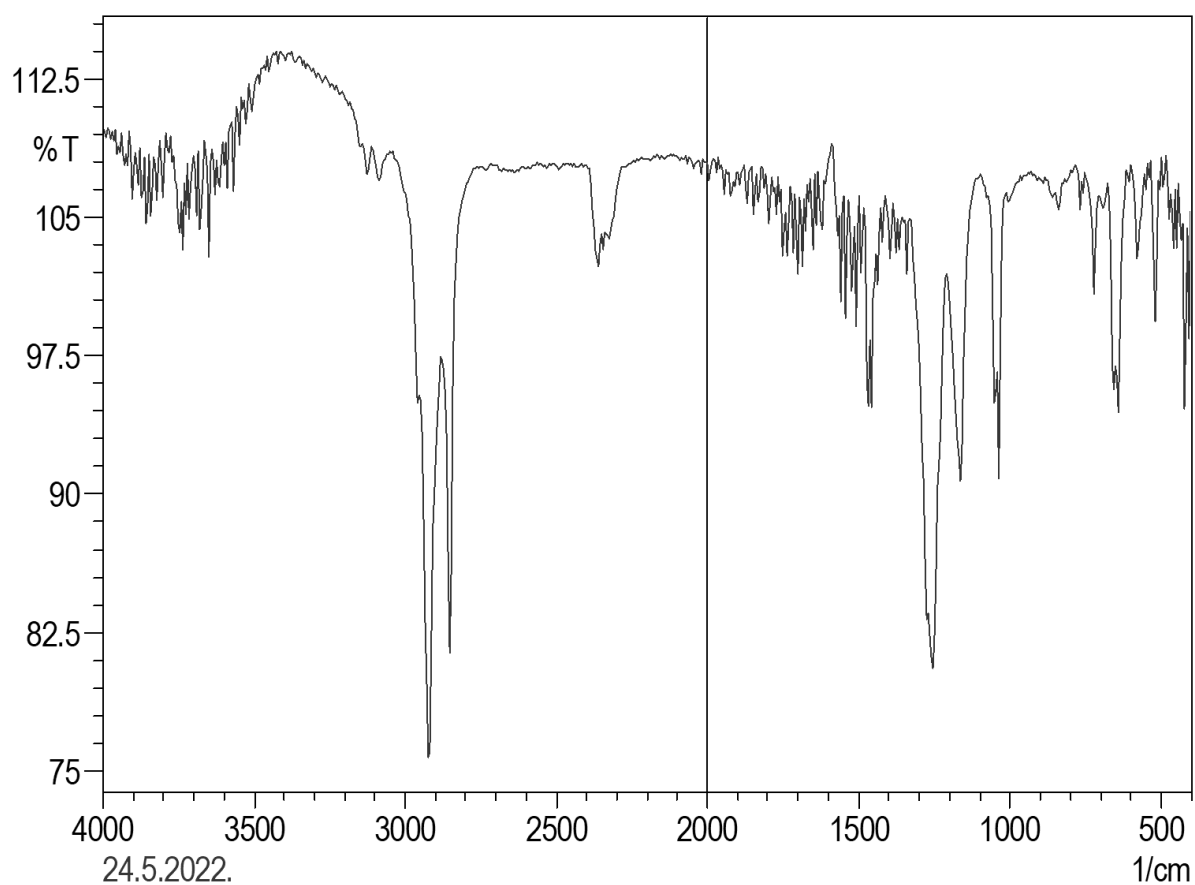
Slika 63. IR spektar 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva bis(trifluorometansulfonil) imida (9)



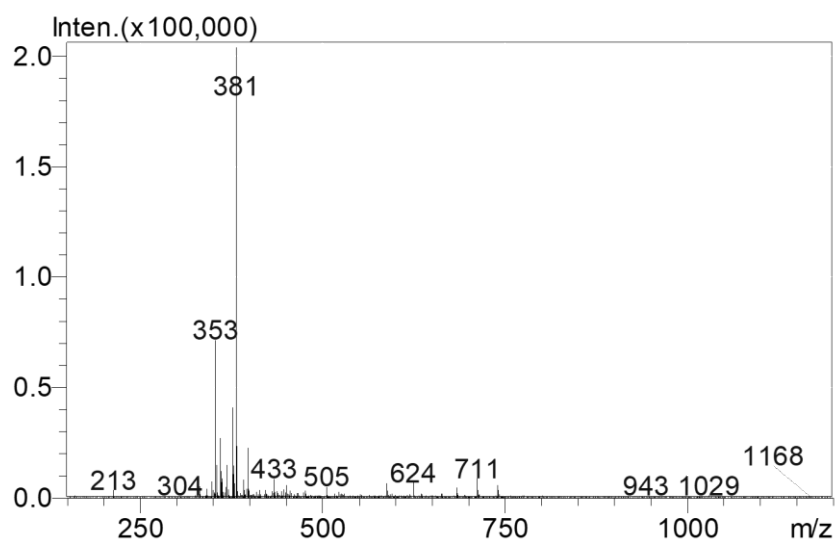


Slika 64. Maseni spektar 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata

(10)

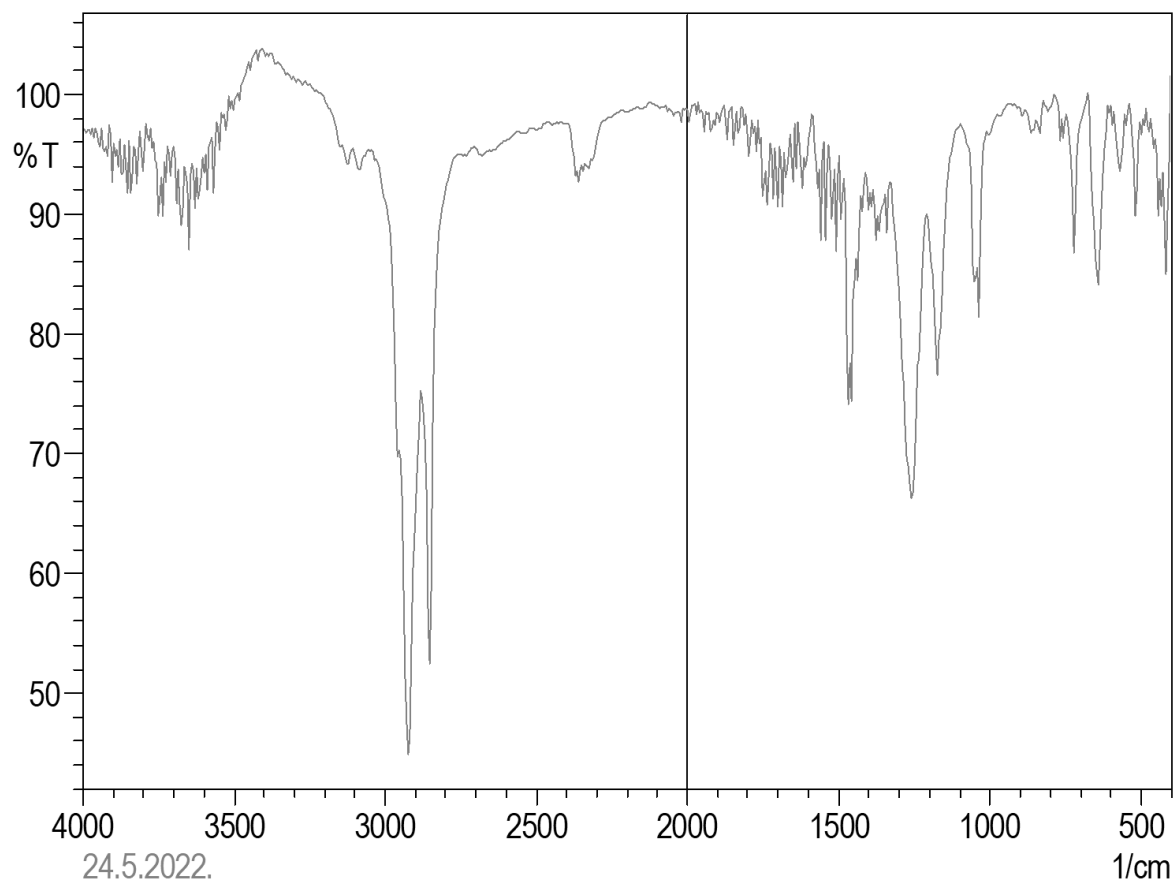


Slika 65. IR spektar 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (10)

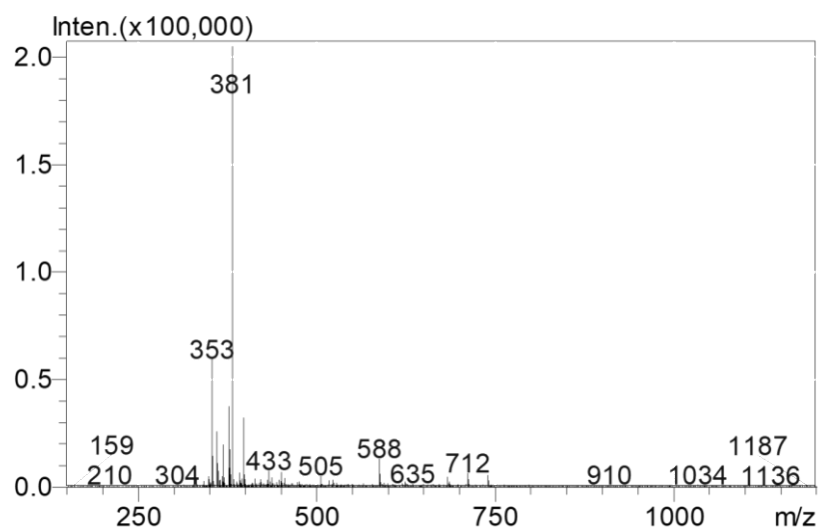


Slika 66. Maseni spektar 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata

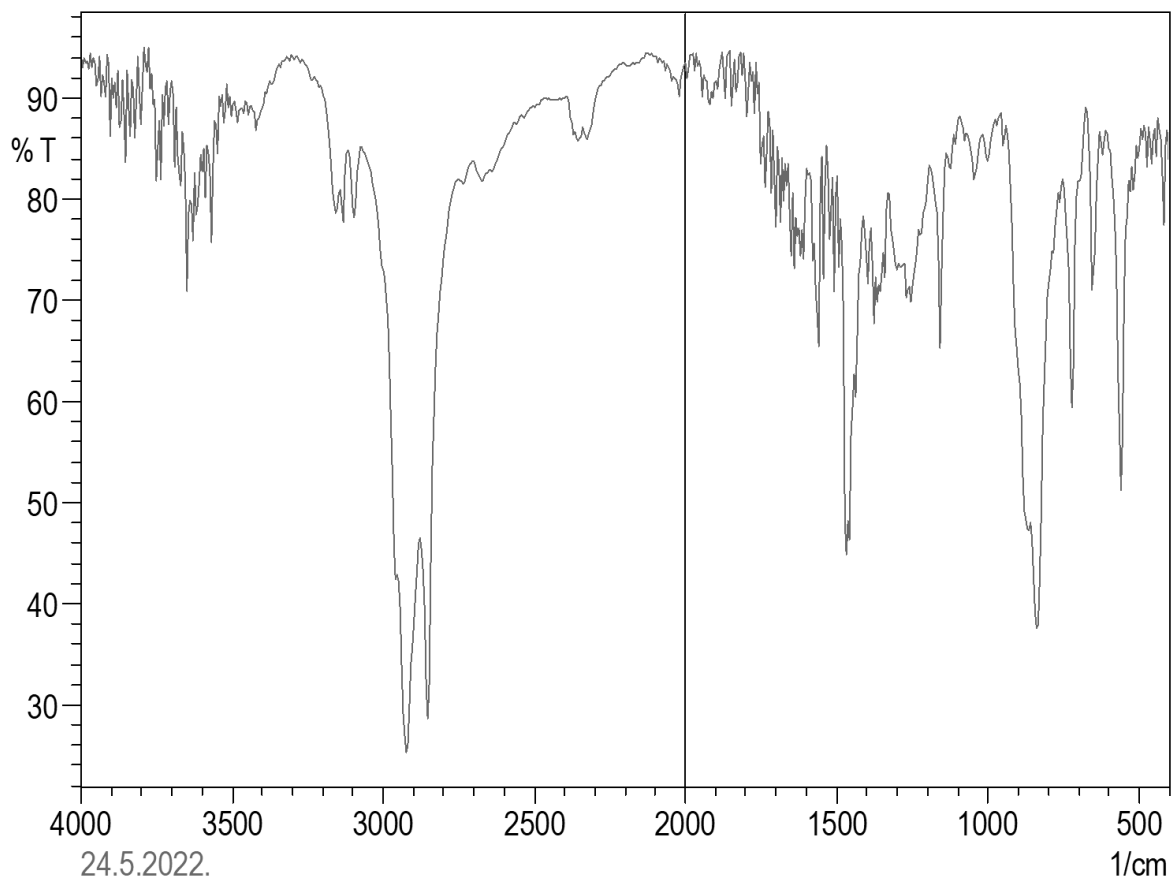
(11)



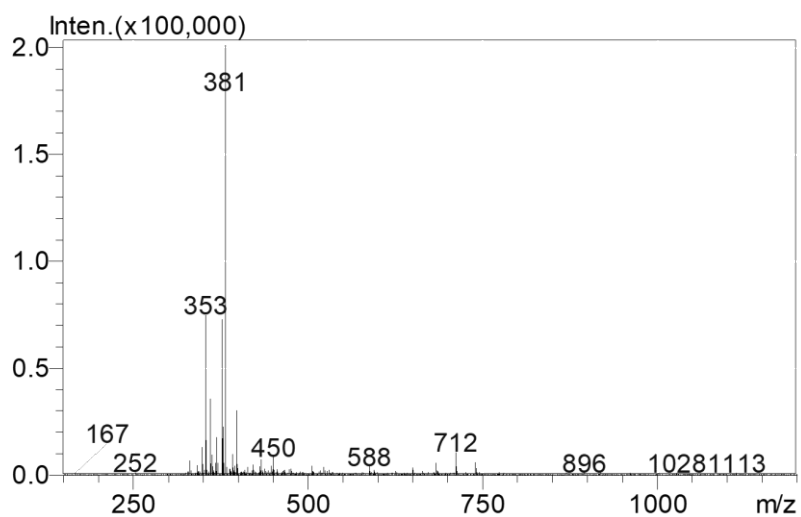
Slika 67. IR spektar 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva trifluorometansulfonata (11)



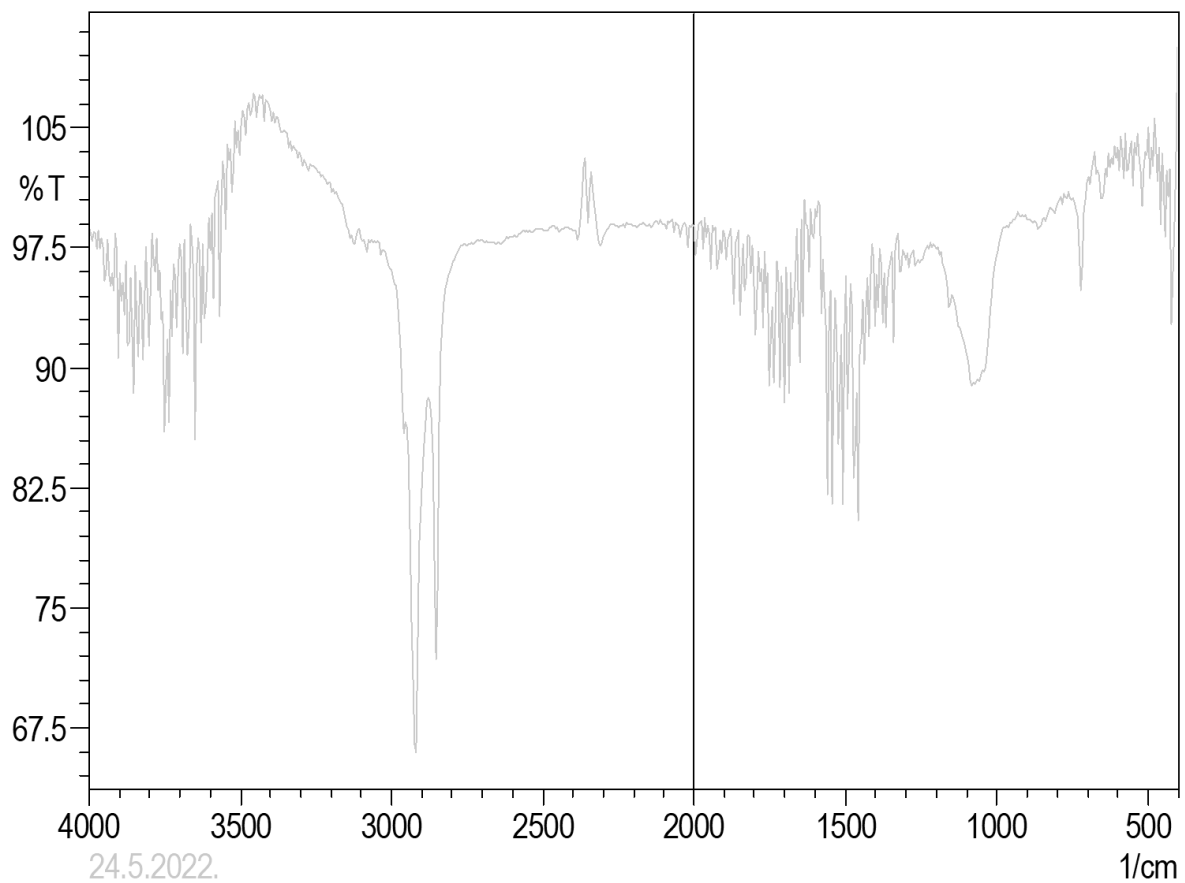
Slika 68. Maseni spektar 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata (12)



Slika 69. IR spektar 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva heksafluorofosfata (12)



Slika 70. Maseni spektar 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata (13)



Slika 71. IR spektar 4-metil-1,3-dioktadecil-1*H*-imidazol-3-ijeva tetrafluoroborata (13)

## **8. ŽIVOTOPIS**

### **OSOBNI PODACI**

Ime i prezime: Katarina Lubina

Datum rođenja: 27.08.1998.

E-mail: [katarinalubina.98@gmail.com](mailto:katarinalubina.98@gmail.com)

### **OBRAZOVANJE**

2020. – 2023. Diplomski sveučilišni studij kemije; istraživački smjer

Smjer: Anorganska, organska kemija i biokemija

Odjel za kemiju Osijek

2017. – 2020. Preddiplomski sveučilišni studij kemije

Odjel za kemiju, Osijek

Naslov završnog rada: Koligativna svojstva

2013. – 2017. Katolička klasična gimnazija u Slavonskom Brodu

2005. – 2013. Osnovna škola Blaž Tadijanović, Slavonski Brod

### **SEMINARI I KONFERENCIJE**

13.12. – 14.12.2018. 22. Smotra Sveučilišta Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku - radionice

05.12-06.12.2019. – 23. Smotra Sveučilišta Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku - radionice

10.05. – 15.05.2021. – Festival znanosti 2021., sudjelovanje na radionicama

19.05. – 20.05.2022. – Međunarodna konferencija, Voda za sve 2022., postersko priopćenje

08.11. – 11.11.2022. – Kongres, Solutions in chemistry, postersko priopćenje

25.05. – 26.05.2023. – Znanstvena konferencija u Lisabonu, CQE days 2023., postersko priopćenje

## **DODATNO**

06.03.-10.05.2023. Stručna praksa u sklopu projekta „Synthesis of new carbohydrate-based prodrug antibiotics with potential against infections caused by multidrug-resistant Gram-negative bacteria: investigation of precursor development“, Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa