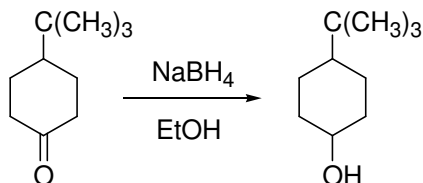




## LABORATORIO DI CHIMICA ORGANICA II

Anno Accademico 2017-2018

### Esperienza #2: Preparazione del 4-tert-butilcicloesano



Ad una soluzione di 1 g (6.5 mmoli) di 4-tert-butilcicloesano in 6 ml di EtOH, vengono aggiunti lentamente, sotto agitazione, 0.14 g (3.7 mmoli) di NaBH<sub>4</sub>. Dopo 1 ora si verifica il decorso della reazione mediante analisi TLC (sviluppo lastra utilizzando una miscela etere di petrolio/acetato di etile 80/20).

Al termine della reazione si svapora al rotavapor l'etanolo, si aggiunge acqua ghiacciata e si filtra il solido ottenuto. Il solido viene lavato con acqua ghiacciata e pesato.

**Si registra lo spettro <sup>1</sup>H NMR del grezzo di reazione e si calcolano le percentuali dei due diastereoisomeri formati.**

Il grezzo viene purificato per cromatografia su colonna (30 g di gel di silice/grammo di prodotto) utilizzando un gradiente di eluizione. La colonna deve essere impaccata con etere di petrolio poi si aumenta la polarità in acetato di etile del 2% ogni 100 ml di eluente. Si raccolgono circa 35-40 frazioni in provette da 20 ml. Ogni singola frazione viene analizzata alla TLC. Si riuniscono le frazioni contenenti lo stesso composto. Si svapora il solvente.

Registrare lo spettro <sup>1</sup>H NMR della miscela grezza (prima della purificazione cromatografica)

Registrare gli spettri IR, <sup>1</sup>H NMR e dei prodotti ottenuti dopo purificazione cromatografica. Determinare il punto di fusione dei due diastereoisomeri.

Calcolare la resa dopo purificazione.

-Identificare i due diastereoisomeri sulla base degli spettri <sup>1</sup>H NMR

-Cosa differenzia i diastereoisomeri e gli enantiomeri di una specie? Perché in questo caso parliamo di diastereoisomeri?

-Per quale ragione la separazione cromatografica dei due diastereoisomeri viene effettuata sotto pressione?