

Laboratorio di Chimica Organica II

A.A. 2017-2018

Paolo Pengo

ppengo@units.it, stanza 344

Valutazione delle attività di laboratorio

Griglia di valutazione

- Comportamento in laboratorio
- Quaderno di Laboratorio
- Relazioni

Quaderno di Laboratorio

Cognome, Nome sulla copertina

Laboratorio di Chimica Organica II

Scrivere unicamente a penna

Cosa deve contenere:

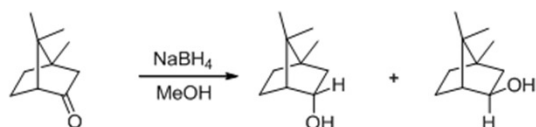
- Un indice con il titolo delle esperienze
- Data dell'esperimento
- Schema della reazione
- Una tabella con indicati i quantitativi di reagenti utilizzati: masse, volumi, moli
- Descrizione della procedura che avete seguito
(NON una copia della procedura che già avete)
- Osservazioni, commenti, calcoli, dati analitici che avete acquisito
- Problematiche che avete incontrato
(in caso ripeteste l'esperimento avrete una informazione su cosa fare e cosa non fare)
- Resa della reazione
- Informazioni analitiche sul prodotto: IR, NMR, Pf etc.

Quaderno di Laboratorio

Data: gg/mm/aaaa

Sintesi dell'Isoborneolo

Schema di Reazione

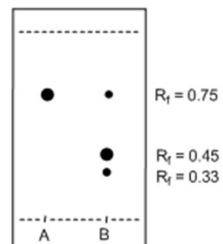


Composto	MM	Massa	Volume	Densità	moli	Rapporto
Canfora	152.2334	0.1g	-	-	6.57×10^{-4}	1
NaBH ₄	37.8325	0.25g	-	-	6.6×10^{-3}	10
MeOH	-	-	10 ml	-	-	-

Procedura:

[Procedimento effettivamente seguito, con descrizione della vetreria utilizzata e comprensivo di **osservazioni** fatte durante lo svolgimento dell'attività e dei dati analitici raccolti]

Esempio:



A: reagente; B: miscela di reazione dopo 1h; Eluente: EP:AcOEt 3:1

Relazioni di Laboratorio

Cosa devono contenere:

- Schema della reazione
- Informazioni teoriche generali
- Meccanismo della reazione
- Una tabella con indicati i quantitativi di reagenti utilizzati: masse, volumi, moli
- Descrizione della procedura che avete seguito
(NON una copia della procedura che già avete)
- Osservazioni, commenti, calcoli, dati analitici che avete acquisito R_f , punto di fusione e commento degli spettri IR ed NMR
- Resa della reazione

Analisi NMR

Richiede 5-10 mg di campione



Solvente deuterato
Nel vostro caso CDCl_3 (650-700 μl)

Analisi IR

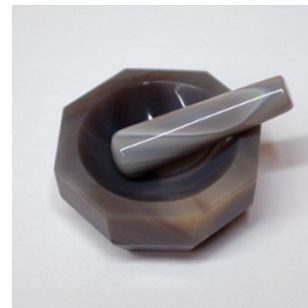
Preparazione del campione:

Il campione deve essere frapposto tra due finestre di NaCl che è trasparente all'IR.

Liquidi: in genere si deposita una goccia di una soluzione del composto in analisi in un solvente bassobollente. Si attende che il solvente evapori e si registra lo spettro IR.

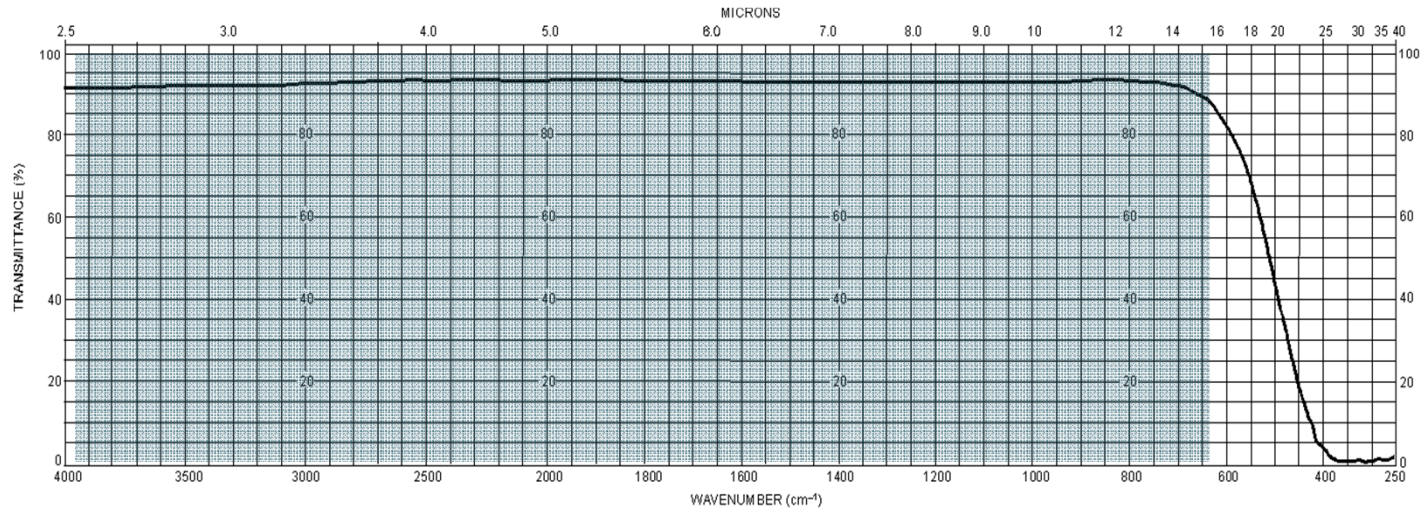
Solidi: si prepara una dispersione finemente suddivisa del composto solido in olio minerale (Nujol). La dispersione viene formata in un mortaio di agata.

Le finestre di NaCl sono **igroscopiche** e devono essere maneggiate con guanti asciutti.

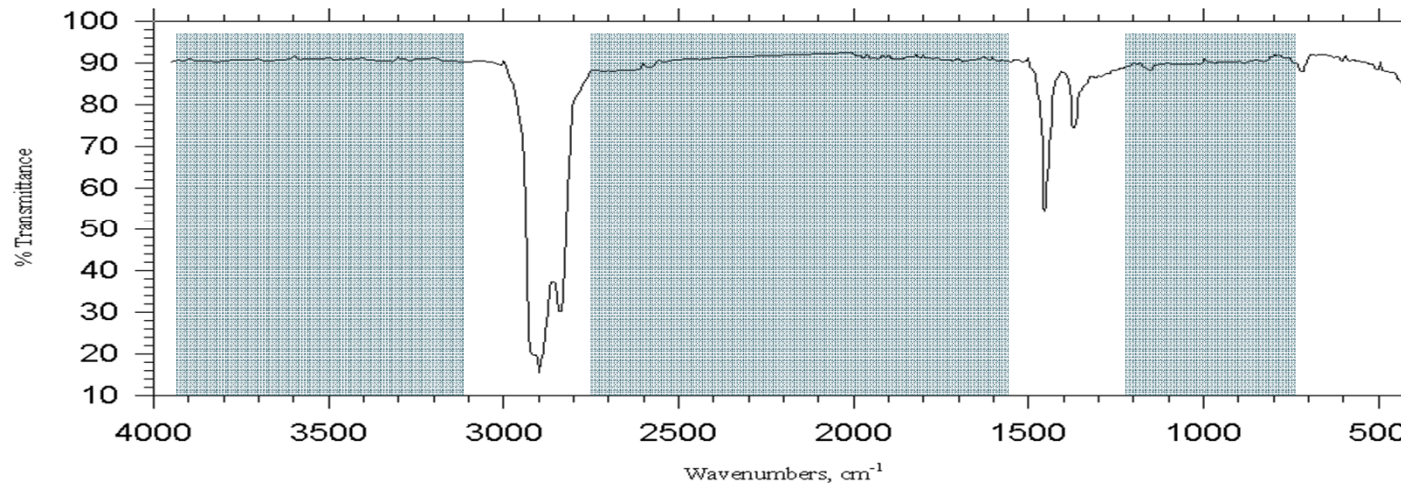


Analisi IR

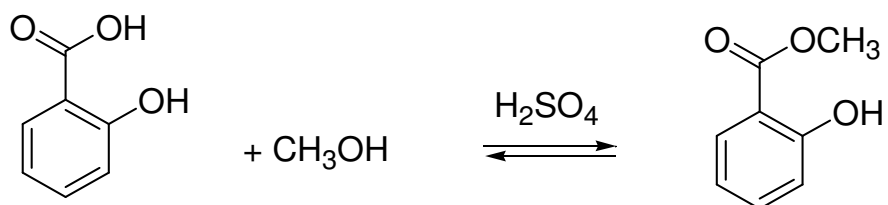
Spettro IR del NaCl e regione di trasparenza



Spettro IR del Nujol e regione di trasparenza



E1: Sintesi del salicilato di metile



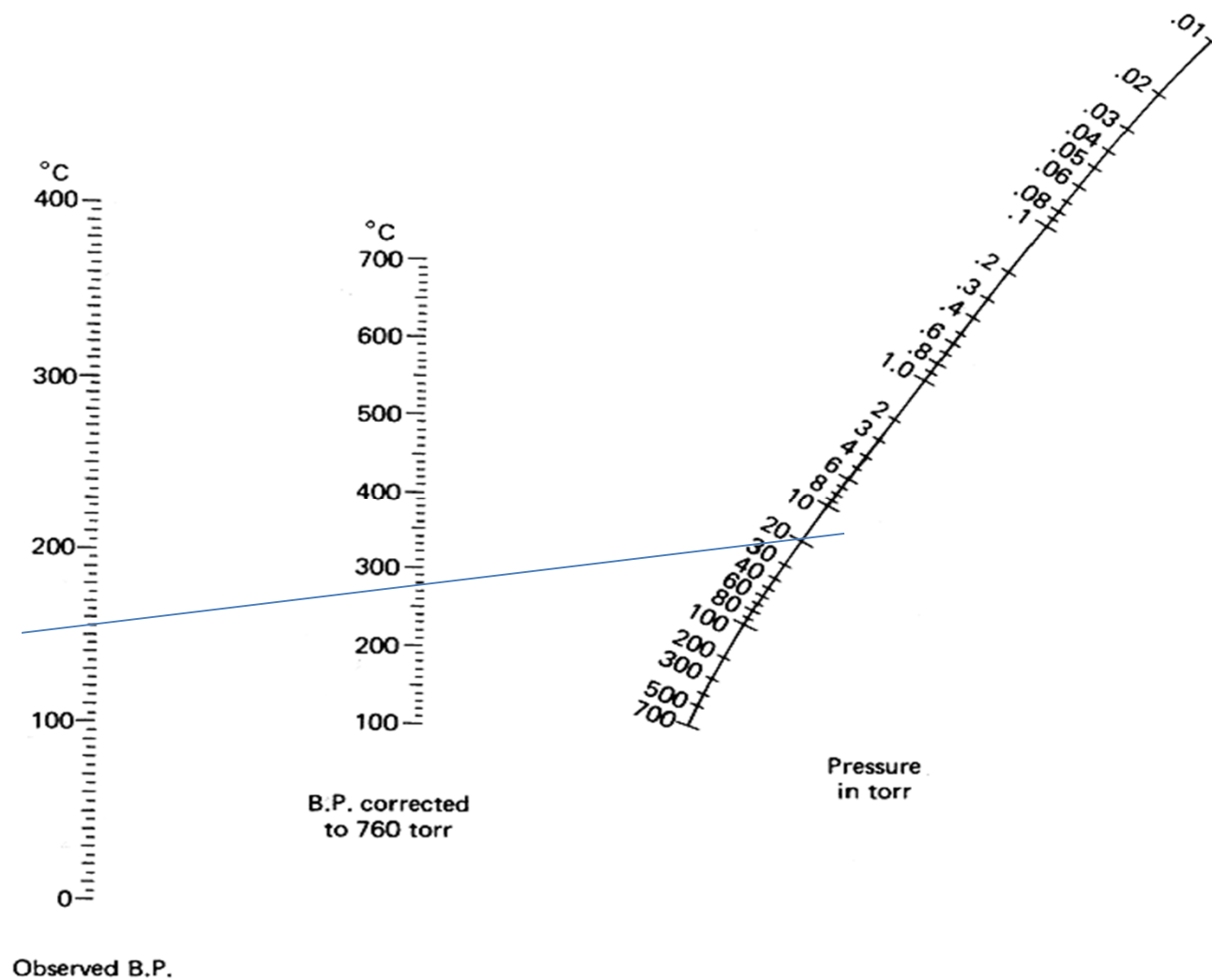
Operazioni in condizioni di riflusso

Estrazione

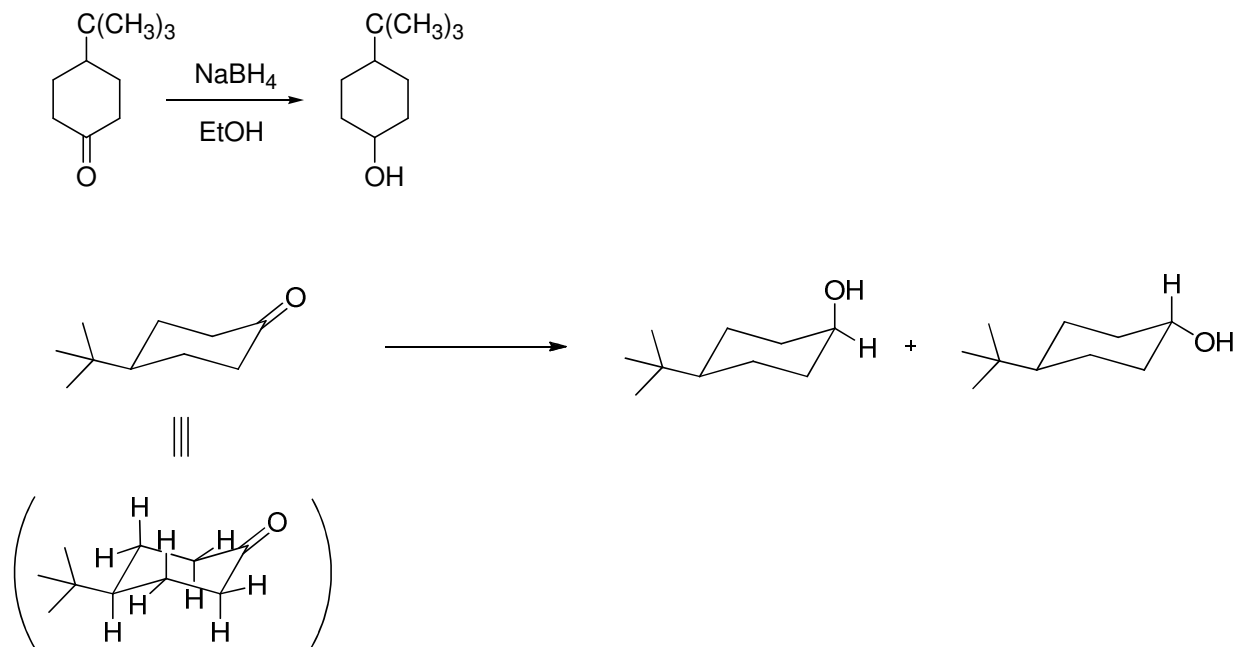
Distillazione a pressione ridotta

Caratterizzazione mediante analisi IR e confronto con gli spettri IR dell'acido benzoico
E dell'acido acetil salicilico.

Nomogramma punto di ebollizione



E2: Riduzione del 4-*tert*-butilcicloesano



La reazione produce due prodotti diastereoisomerici.

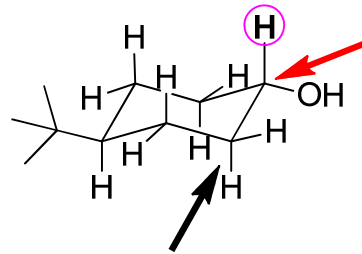
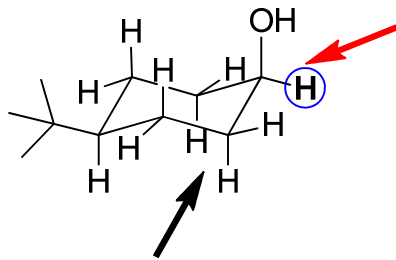
La quantità relativa dei due prodotti deve essere determinata dall'analisi dello spettro ^1H NMR del prodotto grezzo mediante integrazione dei segnali caratteristici.

Isolamento del prodotto mediante precipitazione.

Separazione dei due prodotti mediante cromatografia flash su gel di silice.

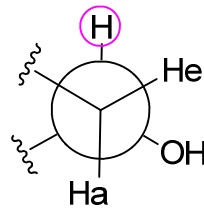
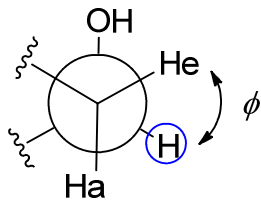
Caratterizzazione mediante analisi NMR dei due prodotti separati e loro identificazione.

E2: Riduzione del 4-*tert*-butilcicloesano



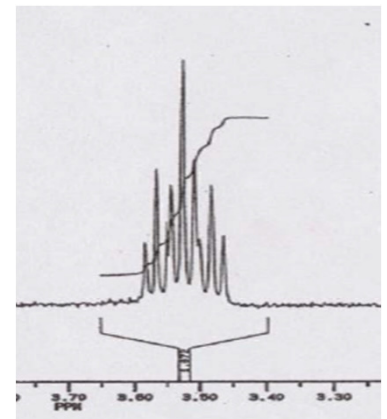
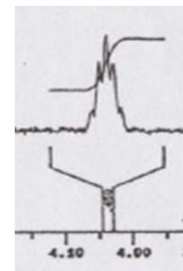
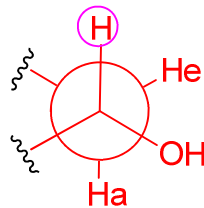
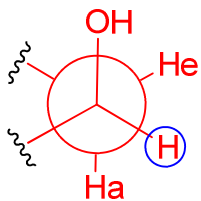
Equazione di Karplus

$${}^3J = A\cos^2(\varphi) + B\cos(\varphi) + C$$



Per il cicloesano (Garbisch)

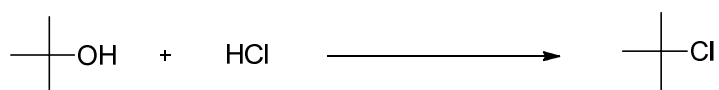
$${}^3J = 12,95 \cos^2(\varphi) - 0,02\cos(\varphi)$$



E3a: Sintesi del cloruro di *tert*-butile

E3b: Sintesi del 4,4'-di-*tert*-butilbifenile

E3a

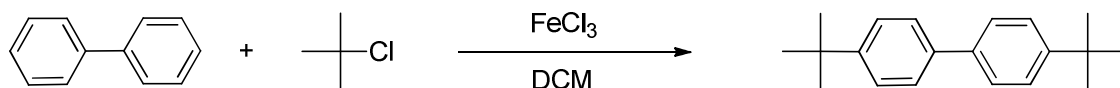


Estrazione.

Purificazione del prodotto mediante distillazione a pressione atmosferica.

Caratterizzazione mediante analisi IR del prodotto.

E3b

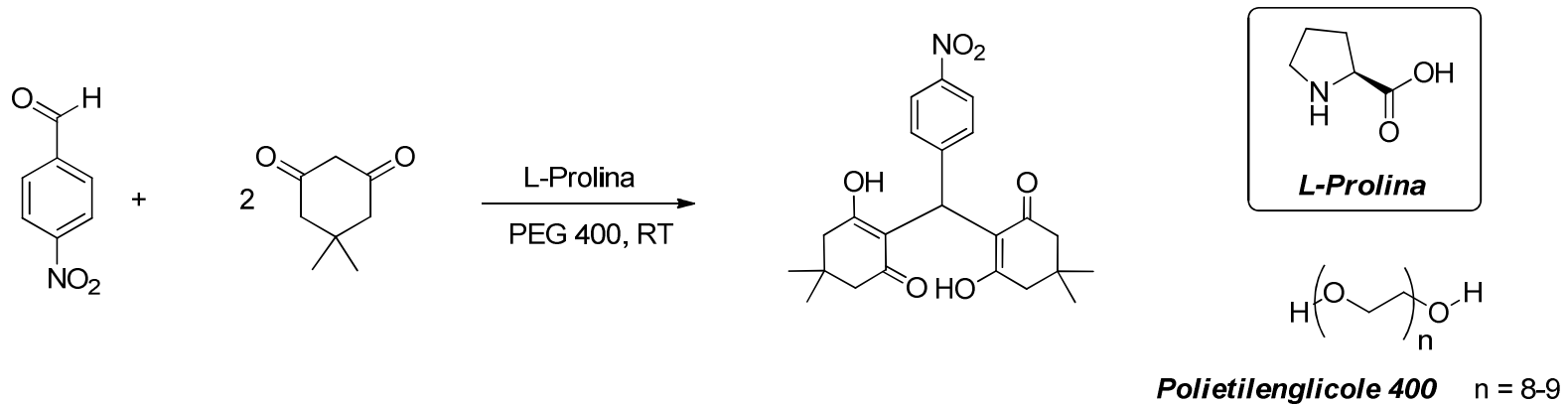


Estrazione.

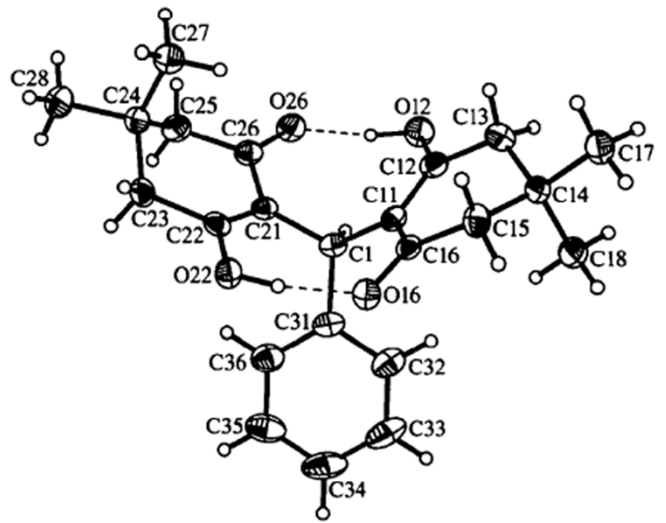
Purificazione del prodotto mediante cristallizzazione.

Caratterizzazione mediante analisi NMR, IR e Pf del prodotto.

E4: Sintesi del 2,2'-[(4-nitrofenil)metilene]-bis(3-idrossi-5,5-dimetil-2-cicloesen-1-one)

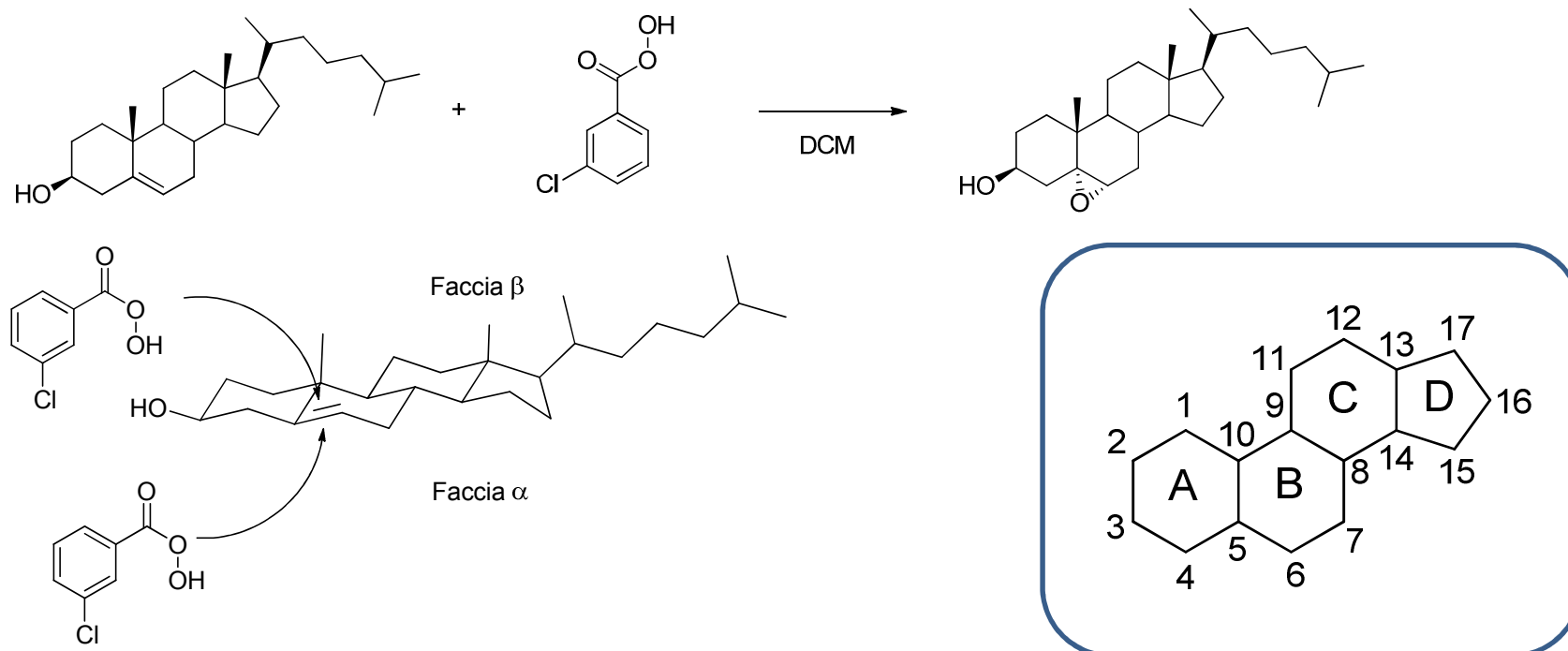


Sintesi su micro-scala.
Analisi mediante TLC.
ricristallizzazione.
Filtrazione sotto vuoto.
Caratterizzazione mediante analisi
¹H NMR, IR e del Pf del prodotto di reazione.



Acta Cryst. 1997, C53, 340-342.

E5: Epossidazione del colesterolo



È un processo stereoselettivo.

Operazioni in condizioni di refluxo.

Estrazione.

Cristallizzazione e ricristallizzazione.

Filtrazione sotto vuoto.

Caratterizzazione mediante analisi ^1H NMR, e del Pf del prodotto di reazione.

Ciclopentanoperidrofenantrene