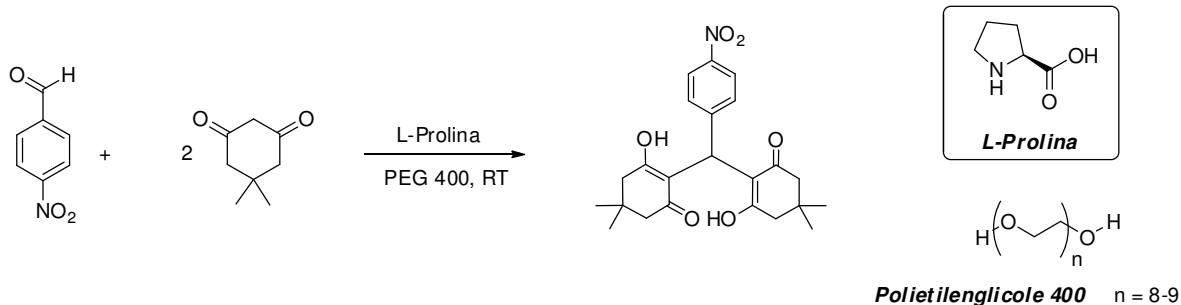




LABORATORIO DI CHIMICA ORGANICA II

Anno Accademico 2018-2019

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



In un pallone da 50 ml introdurre la 4-nitrobenzaldehyde (302 mg, 2 mmol); il 5,5-dimetilcicloesan-1,3-dione (560 mg, 4 mmol) e la L-prolina (115 mg, 1 mmol), aggiungere quindi 4.0 ml di PEG-400. Introdurre nel pallone un'ancoretta magnetica e mantenere sotto vigorosa agitazione. Ogni 30 minuti controllare il decorso della reazione tramite cromatografia su strato sottile (fase stazionaria: gel di silice, eluente etere di petrolio: Acetato di etile 2:1 v/v, calcolare gli Rf). Oltre al campione prelevato dalla miscela di reazione (diluuito con metanolo), caricare sulla lastrina i reagenti: la 4-nitrobenzaldehyde (sciolta in acetato di etile) e il 5,5-dimetilcicloesan-1,3-dione (sciolto in metanolo), visualizzare i reagenti/prodotti usando la lampada UV. Continuare l'agitazione se necessario, dopo ulteriori 30 minuti monitorare nuovamente il decorso della reazione. Quando la conversione dei reagenti è completa, aggiungere alla miscela di reazione 20 ml di acqua ghiacciata e continuare l'agitazione per altri 10 minuti. Filtrare il precipitato che si forma sotto vuoto aiutandovi con non più di 5 ml di acqua ghiacciata. Ricristallizzare il prodotto grezzo usando la minima quantità di etanolo assoluto, filtrare il precipitato lavando il prodotto con non più di 2 ml di etanolo raffreddato a 0 °C. Quando il prodotto è asciutto calcolare la resa, determinare il punto di fusione, registrare gli spettri IR ed ^1H NMR.

- Che ruolo svolge la L-Prolina?
- Perché è usata in quantità sub-stechiometrica?
- Scrivere e commentare il meccanismo della reazione.
- Interpretare lo spettro ^1H NMR.

Bibliografia

Stacey, J. M.; Dicks, A. P.; Goodwin, A. A.; Rush, B. M.; Nigam, M. *J. Chem. Educ.* **2013**, *90*, 1067–1070.