

# Laboratorio di chimica organica III

Prof.ssa Patrizia Nitti

[pnitti@units.it](mailto:pnitti@units.it)

# Procedura

## 2° giorno

- L'andamento della reazione viene seguito mediante gascromatografia chirale: si preleva 1 mL della miscela di reazione e si effettua una estrazione con etere etilico (2 ml circa). L'estratto viene diluito con 2 mL di etere dietilico e anidrificato su  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anidro prima di essere iniettato al gascromatografo. Calcolare l'eccesso enantiomerico dell'alcol ottenuto dal gascromatogramma chirale.

# domande sul 1° video prelievo per HRGC (7 minuti)

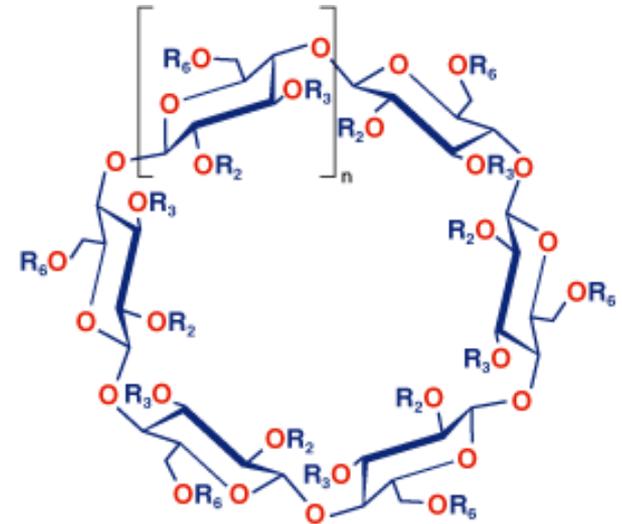
- saresti stato in grado di eseguire il prelievo correttamente senza aver visto prima il video, ma leggendo solo la procedura?
- perché bisogna evitare di iniettare acqua nel gascromatografo nel quale è montata una colonna con fase stazionaria di DMePeBeta ciclodestrine, nelle condizioni: forno: 70°C per 10 minuti, 2°C/min fino a 150°C?
- perché l'operatrice ha usato tre pipette Pasteur pulite differenti? a cosa sono servite?

# Gascromatografia su colonna chirale GLC (gas-liquid chromatography)

- HRGC (high resolution gas chromatography) chirale:
- DMePeBeta ciclodestrine (su OV1701)  $\beta$ -CDX: 7 unità di glucosio
- 25 m x 0.25 mm, spessore film 0.25  $\mu$ m, split 1:50
- iniettore 240 °C, detector 260°C
- forno: 70°C per 10 minuti, 2°C/min fino a 150°C
- Acetoacetato di etile: 13,6 min
- (*S*)-3-idrossibutirrato: 17,41 min
- (*R*)-3-idrossibutirrato: 17,69 min

# Gas Cromatografia su colonna chirale GLC (gas-liquid chromatography)

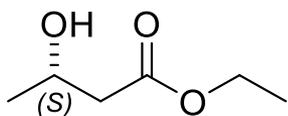
- Gli oligosaccaridi ciclici consistono in sei ( $\alpha$ -ciclodestrine), sette ( $\beta$ -ciclodestrine) o otto ( $\gamma$ -ciclodestrine) unità di glucosio legate tramite legami  $\alpha$ -1,4 glucosidici e sono solidi
- Gli ossidrili liberi devono essere derivatizzati ( $R_2 = R_3 = \text{Me}$ ,  $R_6 = \text{C}_5\text{H}_{11}$ ) per rendere le ciclodestrine liquide alla temperatura di lavoro



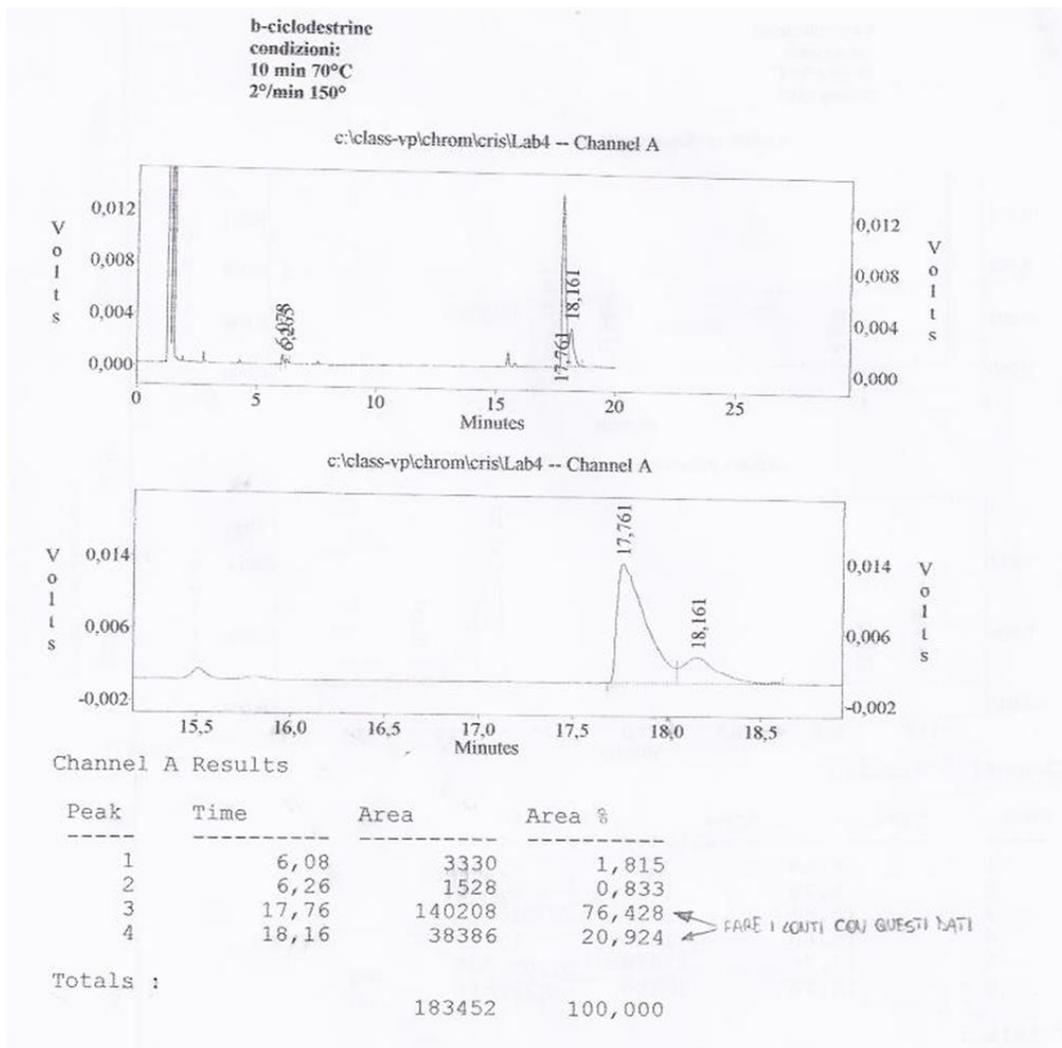
# Purezza ottica e Eccesso enantiomerico

- Purezza ottica % =  $\frac{\text{rotazione specifica osservata}}{\text{rotazione specifica dell'enantiomero}} \cdot 100$
- Eccesso enantiomerico: la differenza, in valore assoluto, tra le moli di ogni enantiomero presente rispetto al numero totale di moli

$$ee\% = \frac{[S]-[R]}{[S]+[R]} \cdot 100$$



# Gascromatogramma



# Procedura

## 2° giorno

- Al termine della reazione si rimuove il lievito filtrando la sospensione su uno strato di Celite (o per centrifugazione a 3700 giri per 10 min). La fase acquosa viene estratta 3 volte con etere etilico, gli estratti organici riuniti vengono seccati su  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anidro.

# domande sul 2° video carta da filtro (5 minuti)

- che cos'è la Celite?
- riporta le indicazioni di pericolo indicate sulla sua scheda di sicurezza e le precauzioni per la manipolazione sicura

# domande sul 3° video filtrazione1 (9 minuti)

- l'operatrice sta lavorando correttamente quando aggiunge la Celite sul filtro?
- come fa per evitare che il magnetino cada sul filtro?
- saresti stato in grado di filtrare correttamente le cellule del lievito senza aver visto il video?
- perché l'operatrice toglie periodicamente il vuoto aprendo il rubinetto del polmone della pompa ad acqua?

# domande sul 4° video filtrazione e estrazione (16 minuti)

- perché si lava il residuo con etere etilico?
- l'operatrice ha lavato bene la beuta con etere?
- perché l'imbuto e la beuta si sono raffreddati?
- perché l'operatrice si copre l'orologio di plastica?
- perché bisogna stappare l'imbuto separatore finita l'agitazione?
- perché l'etere etilico è il solvente organico più utilizzato nelle estrazioni da acqua?
- quante fasi si sono formate dopo aver trattato con etere etilico?

# domande sul 5° video estrazioni finali (25 minuti)

- il nome “etere” quale solvente indica?
- perché durante una estrazione con imbuto separatore, bisogna agitare sempre con cautela la prima volta?
- quanto tempo viene lasciato ad anidrificare l’etere?

# domande sul 6° video pulizia finale (3 minuti)

- è sbagliato definire la Celite come silice?
- avresti smaltito correttamente gli scarti dell'esperienza se non avessi visto il video?