

Laboratorio di chimica organica III

Prof.ssa Patrizia Nitti

pnitti@units.it

Procedura

3° giorno

- Dopo aver eliminato il solvente si distilla a pressione ridotta.
- Si registrano gli spettri IR, ^1H , ^{13}C NMR e DEPT. Si determina il potere rotatorio specifico.
- Determinare la resa e l' eccesso enantiomerico sia dall' HRGC chirale che dal valore di potere rotatorio specifico del prodotto puro ottenuto.

Domande sul 1° video inizio (2 minuti)

- perché non serve pesare il pallone?
- perché, secondo l'operatrice, è meglio evitare di filtrare il sodio solfato su filtro a pieghe?
- cosa significa il termine “decantare”?

Domande sul 2° video rotavapor (10 minuti)

- a cosa serve la rotazione del pallone?
- perché bisogna immergere il pallone nel bagno ad acqua anche se si svapora un solvente molto volatile?
- quale è il punto di ebollizione dell'etere dietilico?
- perché bisogna sempre lavare il sodio solfato anidro, utilizzato per anidrificare, con un po' di solvente?
- quale è il peso del palloncino vuoto?
- si può versare il sodio solfato anidro utilizzato giù per il lavandino?

Domande sul 3° video distillazione (5 minuti)

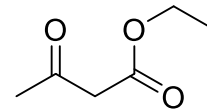
- cosa sono i blocchi in alluminio per agitatori detti Dry Syn? e da quante parti sono formati?
- perché l'operatrice decide di non utilizzare l'elevatore?
- quale è il peso del palloncino?
- quale è il peso del grezzo che verrà messo a distillare?

Domande sul 3° e 4° video distillazione (5 minuti e 30 minuti)

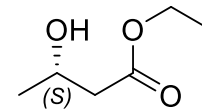
- descrivi le operazioni che bisogna fare per ingrassare i colli
- quale è il peso del palloncino 1?
- quale è il peso del palloncino 2?
- quando si distilla sotto vuoto, per fissare i componenti del sistema di distillazione, è meglio utilizzare degli elastici o le pinze di Keck?
- è vero che il manometro non segnava un buon vuoto?
- quando si inizia a riscaldare?
- con che cosa si avvolge il palloncino affinché i vapori raggiungano il termometro?
- perché l'operatrice decide di chiudere l'acqua di raffreddamento?
- alla fine di una distillazione a pressione ridotta, quando si può riportare il sistema a pressione atmosferica?
- quanto pesa il palloncino 1?
- quanto pesa il palloncino 2?
- quale è la resa della reazione?
- perché bisogna togliere il grasso dai colli prima di mettere a lavare la vetreria?

Calcolo della resa

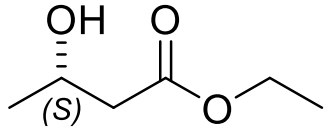
- $5\text{g} / 130.14 \text{ PM} = 0.038 \text{ moli}$
- Ottenuti dopo distillazione:
- $3.248 \text{ g} / 132.16 \text{ PM} = 0.024 \text{ moli}$
- $\text{Resa}\% = (0.024 / 0.038) \times 100 = 63\%$



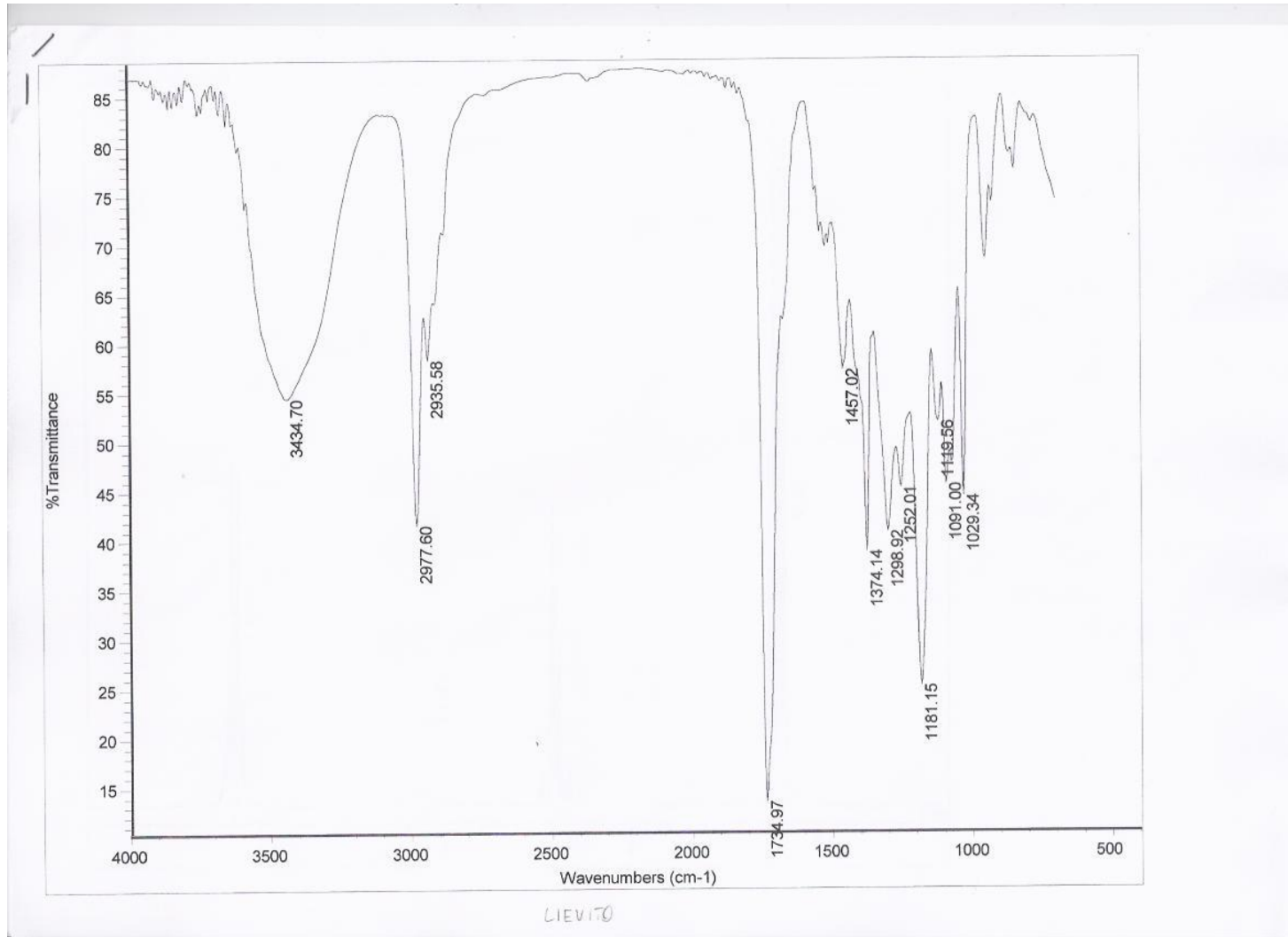
Chemical Formula: $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_3$
Molecular Weight: 130,14

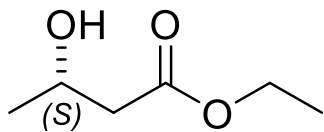


Chemical Formula: $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_3$
Molecular Weight: 132,16

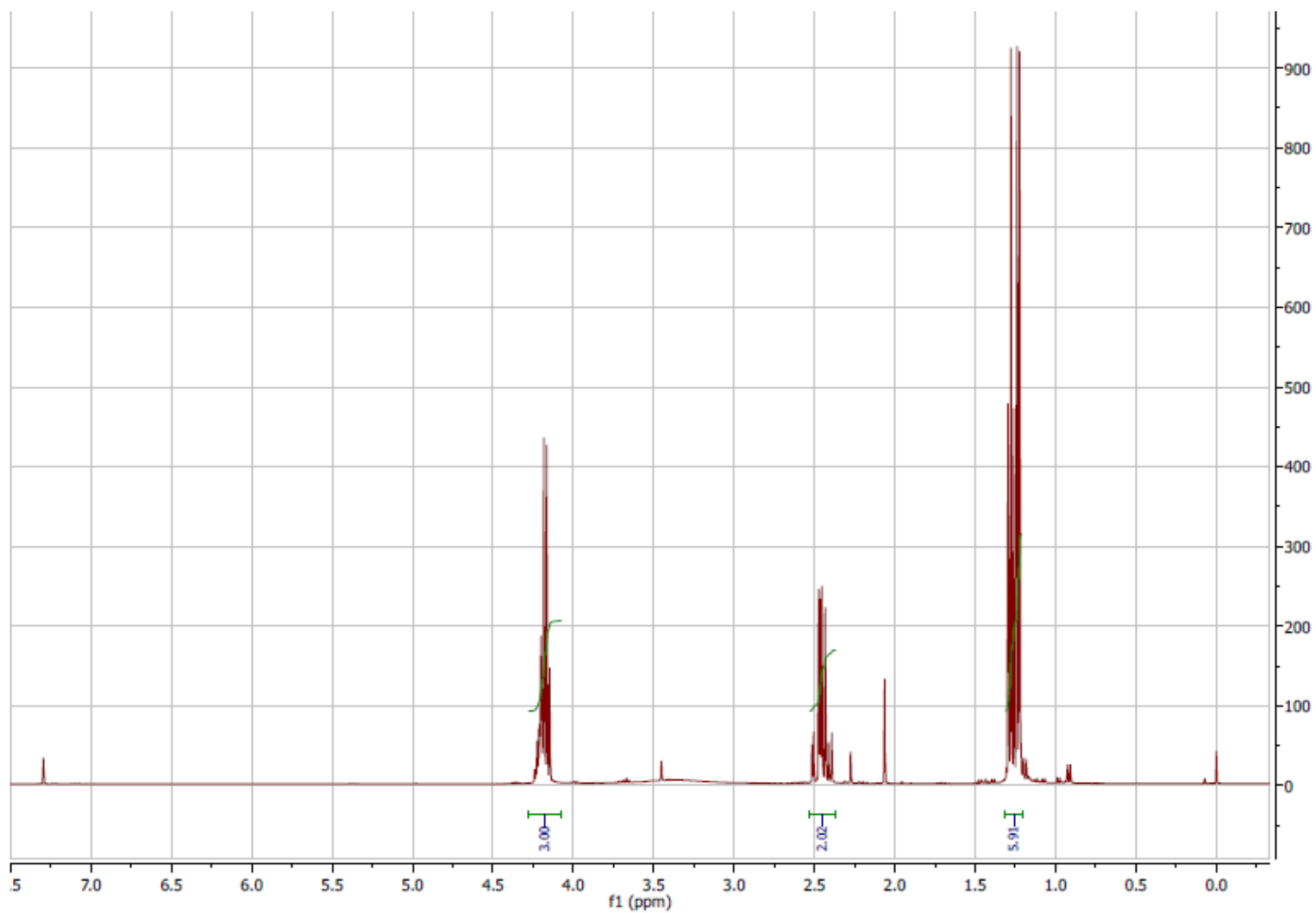


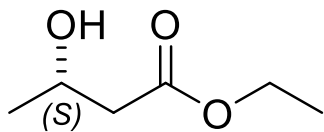
Spettro IR (film)



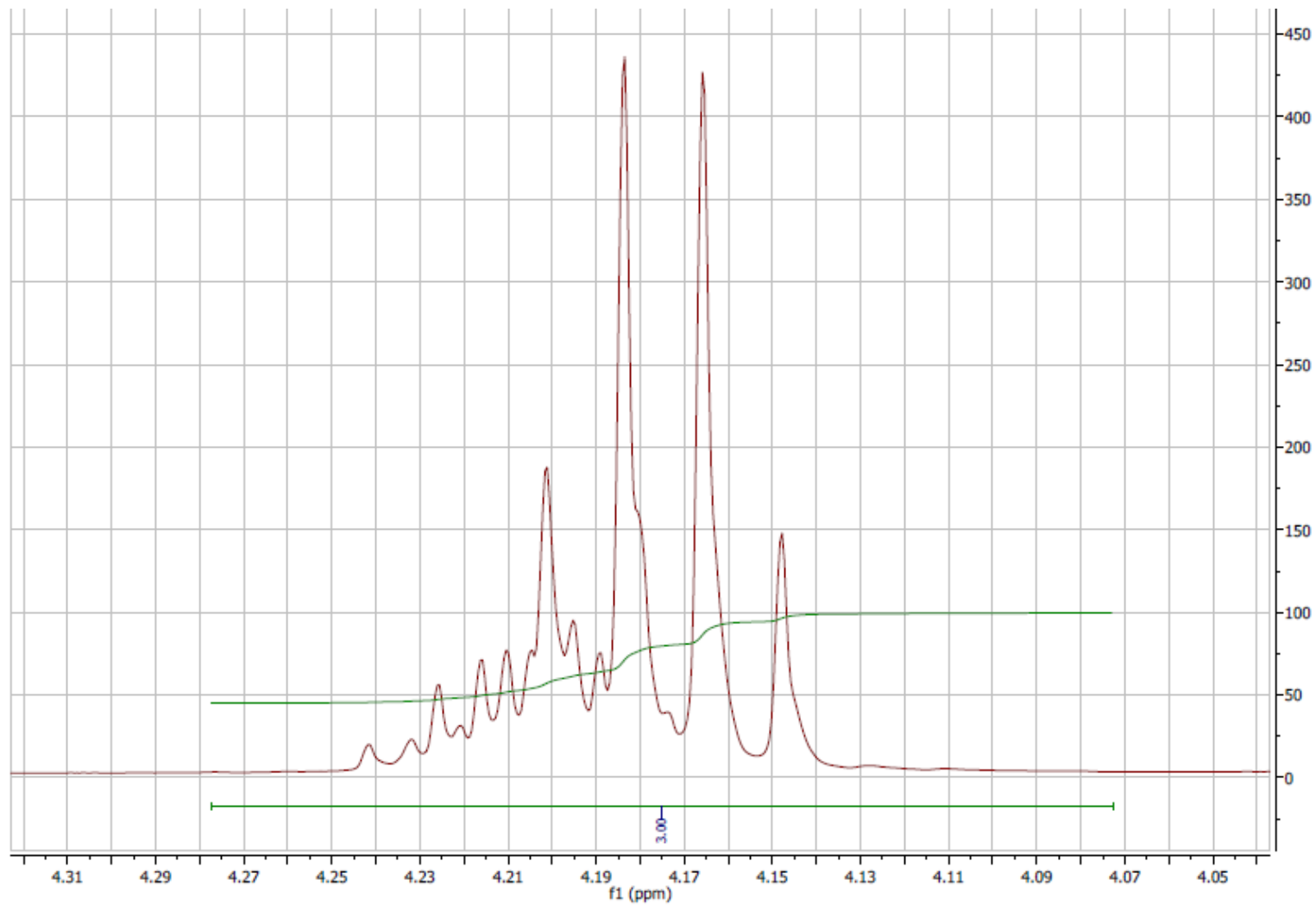


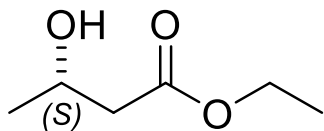
^1H NMR



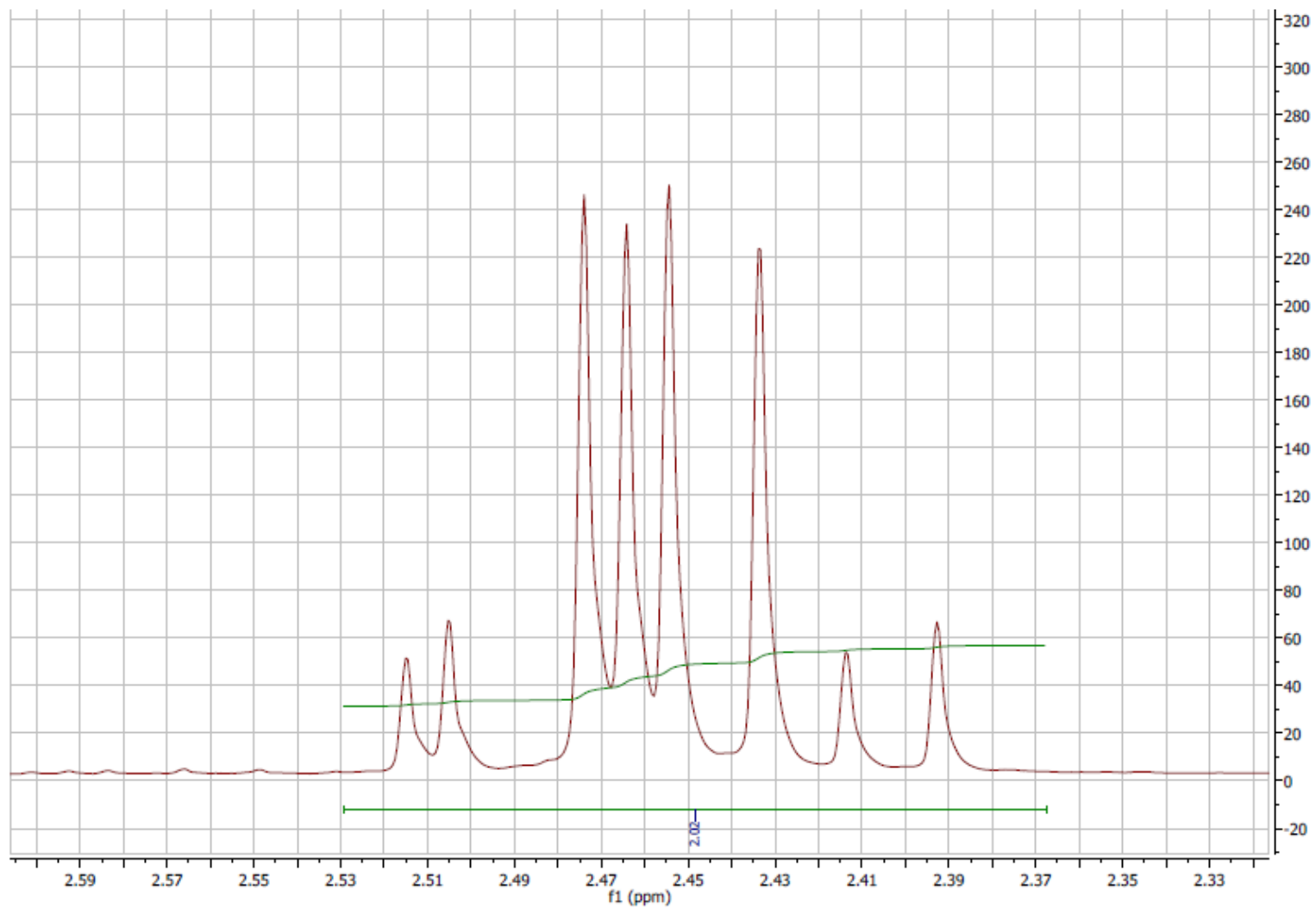


¹H NMR

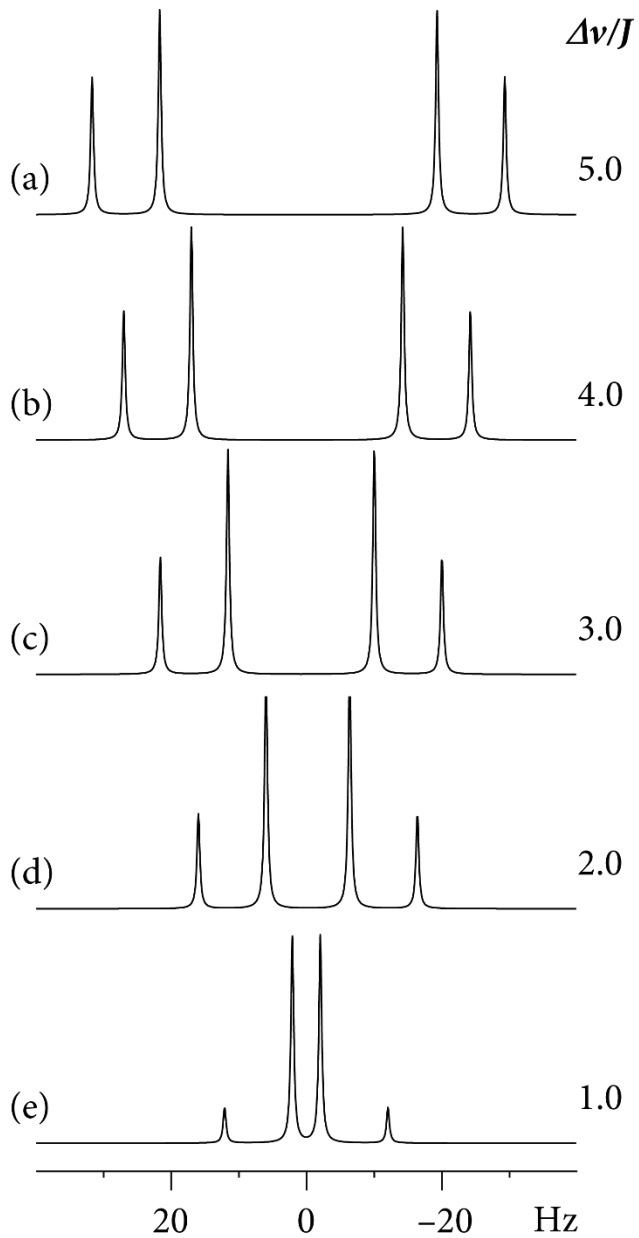




^1H NMR

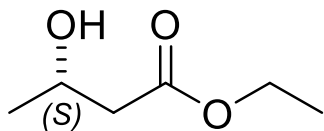


Sistema AX

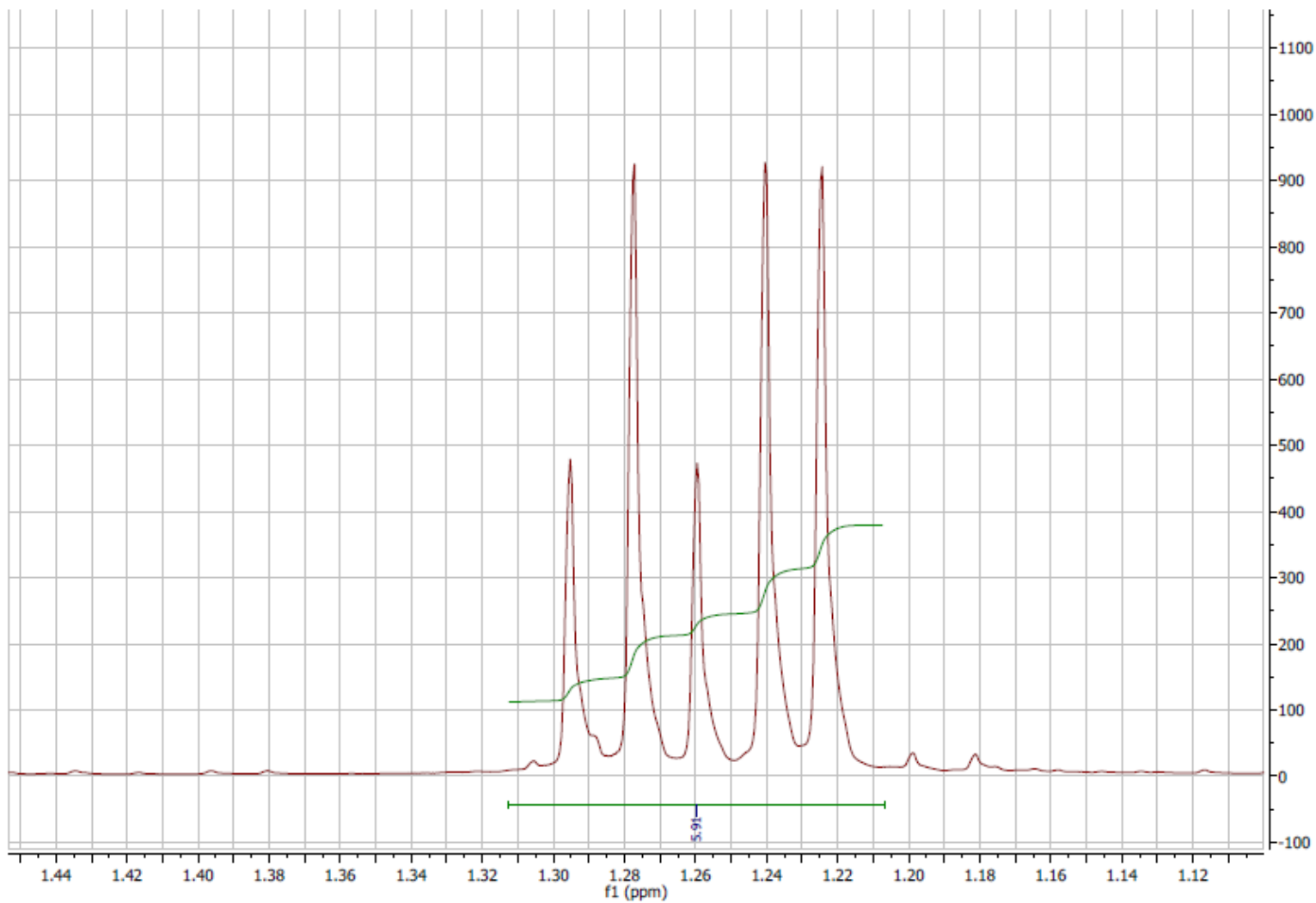


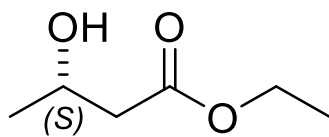
Sistema AB

Spettri per un sistema a due protoni accoppiati, con differenze decrescenti di chemical shift e un elevato valore di J (10 Hz);

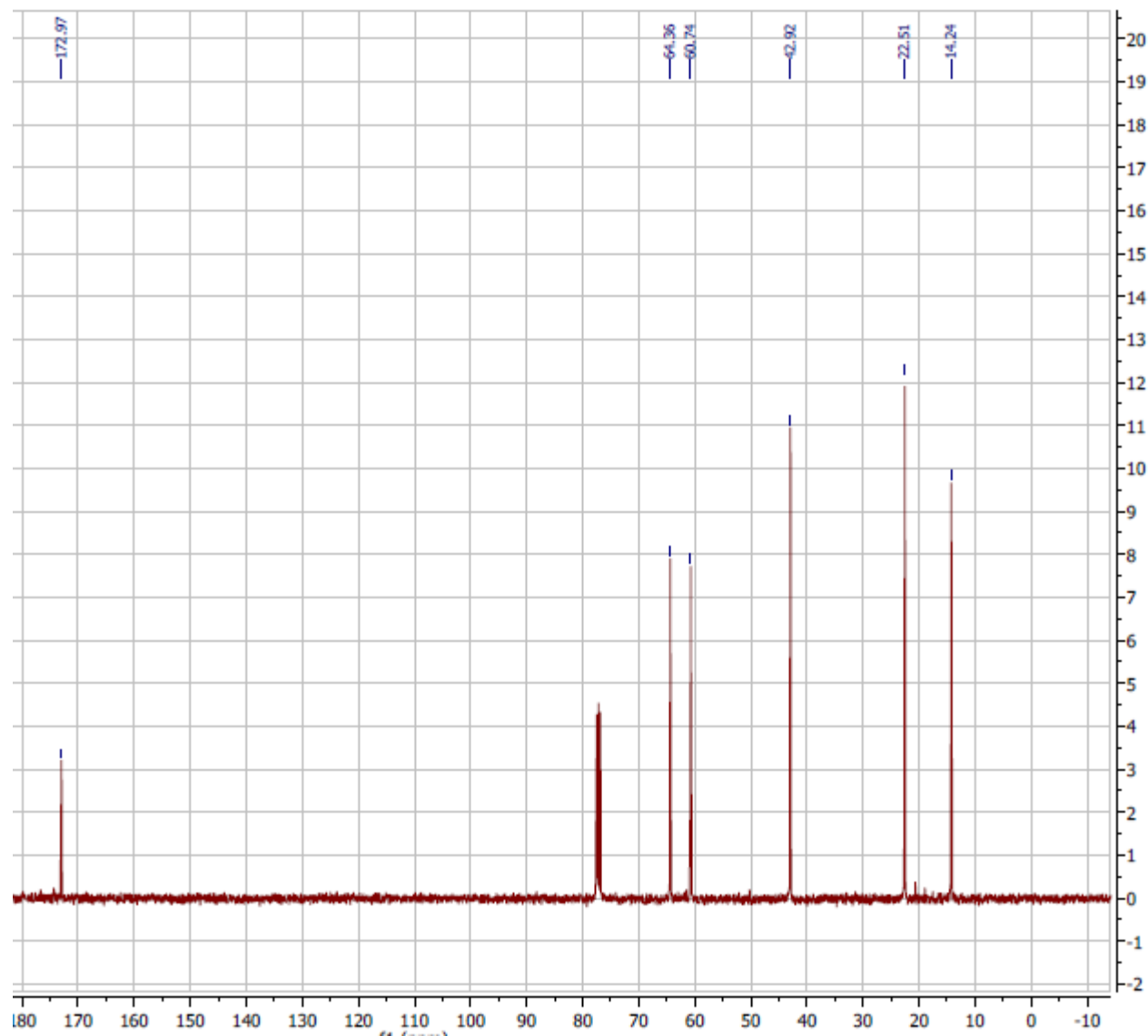


^1H NMR





^{13}C NMR



<https://www.nmrdb.org/13c/index.shtml?v=v2.102.4>

nmrdb.org
Tools for NMR Spectroscopists

ABOUT PREDICT 1H NMR PREDICT 13C NMR PREDICT 2D TOOLS EXERCISES WEB SERVICES CONTACT

Follow @cheminformatics Like Share

NMR Predict

Draw a chemical structure and click on "Calculate spectrum". You may also DRAG / DROP a molfile ! You will get an interactive NMR spectrum.

References

- Banfi, D.; Patiny, L. www.nmrdb.org: Resurrecting and processing NMR spectra on-line *Chimia*, **2008**, 62(4), 280-281.
- Andrés M. Castillo, Luc Patiny and Julien Wist. Fast and Accurate Algorithm for the Simulation of NMR spectra of Large Spin Systems. *Journal of Magnetic Resonance* **2011**.
- Steinbeck, Christoph, Stefan Krause, and Stefan Kuhn. NMRShiftDB Constructing a Free Chemical Information System with Open-Source Components. *Journal of chemical information and computer sciences*, **2003**, 43(6): 1733-1739.

Molfile or SMILES

Paste or drop a molfile or SMILES

Draw a chemical structure to predict

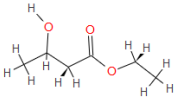
NEW X R Z C I

C N O S F Cl Br I P X

Calculate spectrum

Draw a chemical structure and click on "Calculate spectrum".
You may also DRAG / DROP a molfile !
You will get an interactive NMR spectrum.

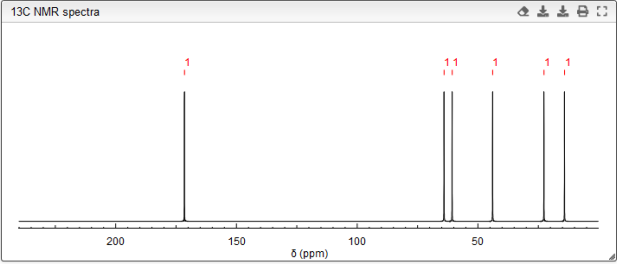
Chemical structure with hydrogen exploded



δ (ppm)
64.0
60.7
14.1
171.5
43.9
22.7

Drop or paste a jcamp file

13C NMR spectra

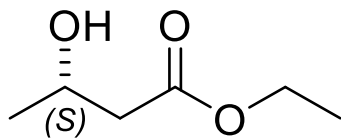


δ (ppm)

References

- Banfi, D.; Patiny, L. www.nmrdb.org: Resurrecting and processing NMR spectra on-line *Chimia*, **2008**, 62(4), 280-281.
- Steinbeck, Christoph, Stefan Krause, and Stefan Kuhn. NMRShiftDB Constructing a Free Chemical Information System with Open-Source Components. *Journal of chemical information and computer sciences*, **2003**, 43(6): 1733-1739.

Copyright: Luc Patiny



DEPT

