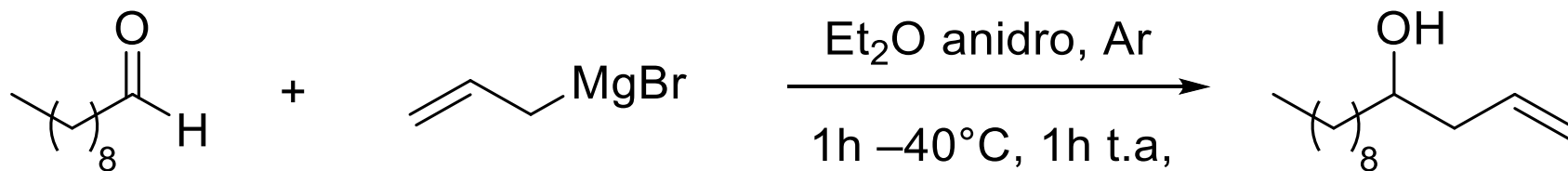


# Reazione di Grignard

I giorno

# Sintesi del 1-tridecen-4-olo



# Procedura

- A una soluzione ottenuta sciogliendo 1 g di decanale in 8 ml di tetraidrofurano (THF) anidro, agitata sotto flusso di Ar e mantenuta intorno a  $-40^{\circ}\text{C}$ , vengono aggiunti lentamente tramite un imbuto gocciolatore 1,2 eq. di allilmagnesio bromuro, soluzione 1 M in THF.
- Dopo un'ora la miscela di reazione viene rimossa dal bagno e lasciata per un'altra ora a t.a., sempre sotto agitazione e in atmosfera di Ar.
- Al termine della reazione la miscela ottenuta viene lavata con 10-12 ml di HCl 1:4 v/v e la fase acquosa separata viene poi estratta tre volte con etere dietilico. Le fasi organiche riunite sono lavate con  $\text{NaHCO}_3$  5% e poi con acqua.
- La soluzione organica viene anidrificata su  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anidro e svaporata al rotavapor. Il grezzo viene purificato tramite flash-chromatography, utilizzando come fase mobile una miscela di etere di petrolio e acetato di etile 90:10 isocratica. Delle frazioni raccolte viene effettuata una TLC utilizzando come eluente una miscela di etere di petrolio e acetato di etile 80:20. (indicatore soluzione acida di  $\text{KMnO}_4$ ).
- Calcolare la resa della reazione, registrare gli spettri IR,  $^1\text{H}$  NMR,  $^{13}\text{C}$  NMR del prodotto purificato.

# 1° video Vetreria Grignard (10 minuti)



# Domande sulla prima giornata dell'esperienza della sintesi di Grignard 1° video Vetreria Grignard (10 minuti)

- Perché si utilizza un imbuto gocciolatore con compensatore?
- Descrivi la vetreria utilizzata
- come si accerta l'operatrice che gli aghi non sono intasati?
- è vero che ogni imbuto gocciolatore ha il suo rubinetto e che non va scambiato con quello di un altro imbuto?
- con quale componente dell'aria può reagire il reattivo di Grignard?

Domande sulla prima giornata dell'esperienza della sintesi di Grignard  
2° video essiccatore1 (3 minuti)



Domande sulla prima giornata dell'esperienza della sintesi di Grignard 2° video essiccatore1 (3 minuti)

- quale essiccante contiene l'essiccatore?
- quali parti della vetreria da utilizzare vengono messi in essiccatore?
- avevi già utilizzato un essiccatore sotto vuoto?
- descrivi le operazioni da fare per metterlo sottovuoto

### 3° video stufa (1 minuto)



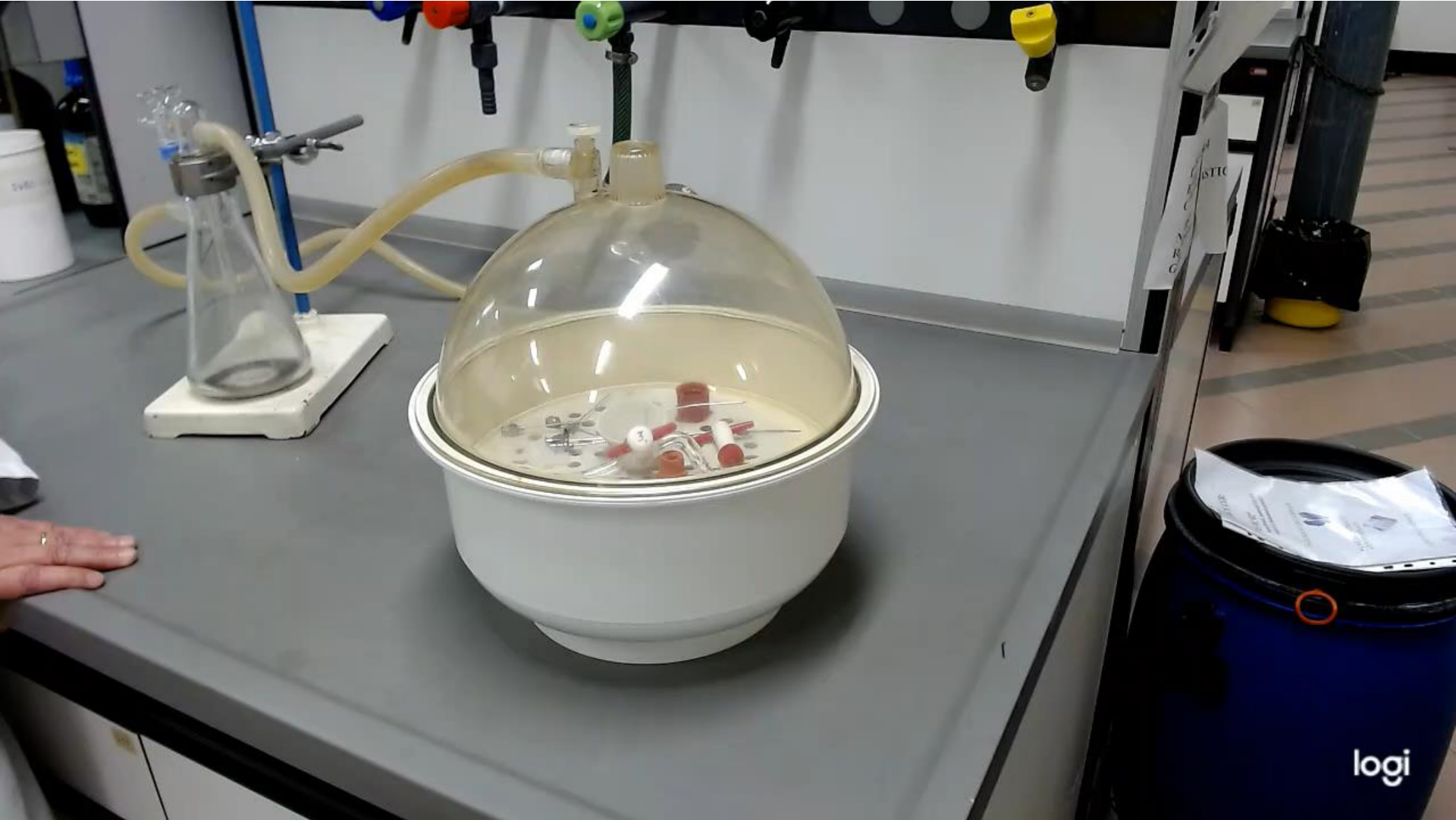


[SM10202SM2018: Preparing Anhydrous Reagents and Equipment](#)

Domande sulla prima giornata dell'esperienza  
della sintesi di Grignard 3° video stufa  
(1 minuto)

- quali parte della vetreria vengono messi in stufa?
- a che temperatura e per quanto tempo?
- temperatura e tempo sono esattamente quelli riportati nel video “Preparing Anhydrous Reagents and Equipment” pubblicato su Moodle2?
- nel video “Preparing Anhydrous Reagents and Equipment” come rimuovono il sodio solfato anidro dalla soluzione? ti sembra corretto?
- Come ti hanno insegnato a rimuoverlo?

4° video essiccatore2 (1 minuto)



# Domande sulla prima giornata dell'esperienza della sintesi di Grignard 4° video essiccatore2 (1 minuto)

- descrivi le operazioni da fare per togliere l'essiccatore dal vuoto
- secondo queste operazioni, l'essiccatore resta sotto vuoto?
- cosa succede se si chiude l'acqua della pompa ad acqua prima di aver aperto il rubinetto della trappola?

5° video bombola (6 minuti)





E

DB-DISP  
ARGON

logi

# Domande sulla prima giornata dell'esperienza della sintesi di Grignard 5° video bombola (6 minuti)

- quale gas contiene la bombola?
- dove viene fatto passare il gas all'uscita della bombola?
- perché?
- prima di aprire la bombola l'operatrice illustra il percorso del gas, perché?
- quante valvole e quanti manometri sono montati in testa alla bombola?
- le valvole funzionano allo stesso modo?
- quale pressione l'operatrice legge sul primo manometro?
- quale è il range di pressioni misurabili con il primo e con il secondo manometro?
- a cosa serve il riduttore di pressione?
- quali operazioni bisogna fare per chiudere una bombola?