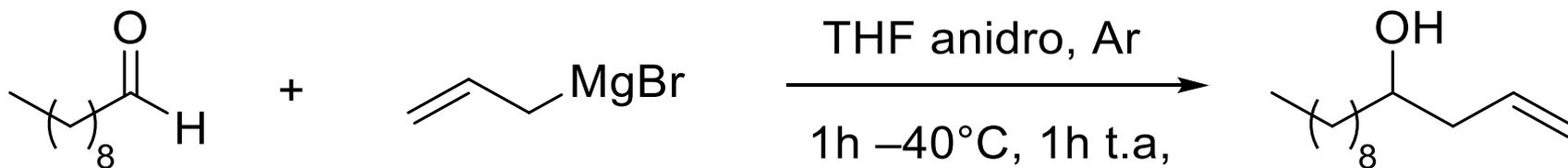


Reazione di Grignard

III giorno

Sintesi del 1-tridecen-4-olo



Procedura

- 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 KMnO_4).
- Calcolare la resa della reazione, registrare gli spettri IR, ^1H NMR, ^{13}C NMR del prodotto purificato.

1° video impaccamento colonna (32 minuti)



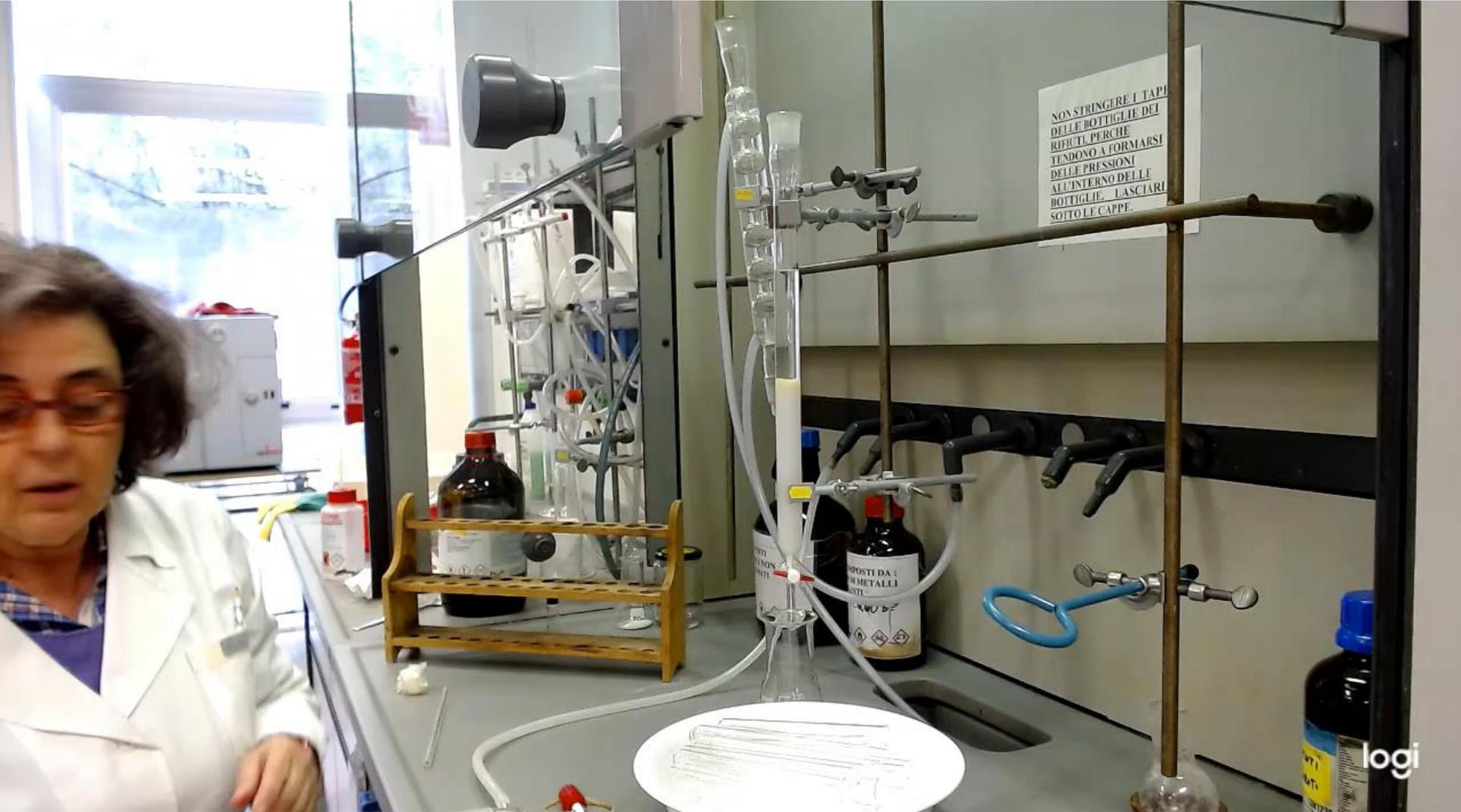
Domande sulla terza giornata dell'esperienza della sintesi di Grignard 1° video impaccamento colonna (32 minuti)

- quanto pesa il palloncino vuoto?
- l'operatrice decide di non filtrare il sodio solfato rimasto sospeso nella soluzione, perché?
- sei d'accordo?
- quanto pesa il palloncino pieno?
- quale è il peso del grezzo che verrà separato in colonna?
- quali tecniche usa l'operatrice per sistemare l'ovatta sul fondo della colonna?
- quali altre tecniche conoscete per farlo?
- cosa si monta in testa alla colonna?
- come è fatto un Rotaflo®?

Domande sulla terza giornata dell'esperienza della sintesi di Grignard 1° video impaccamento colonna (32 minuti)

- controlla sulla scheda di sicurezza del gel di silica la SEZIONE 11: Informazioni tossicologiche e riporta il paragrafo “ulteriori informazioni”
- l'ovatta in fondo alla colonna era stata messa correttamente?
- quale è la composizione dell'eluente utilizzato per la TLC?
- quale è la composizione dell'eluente utilizzato per la colonna cromatografica?
- come si fissa il Rotaflo[®] in testa alla colonna? perché?
- come si impacca la colonna?
- conoscete altri metodi per farlo?
- come si trasferisce il grezzo di reazione nella colonna?
- perché si conserva un po' di silica rimasta nel pallone?

2° video colonna cromatografica (35 minuti)



Domande sulla terza giornata dell'esperienza della sintesi di Grignard 2° video colonna cromatografica (35 minuti)

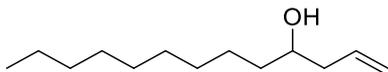
- perché è meglio numerare le provette?
- perché bisogna lavorare con il vetro della cappa abbassata quando si raccolgono le frazioni?
- perché non bisogna mai lasciare andare a secco la silica?
- in base a cosa si decide il volume di soluzione da raccogliere in ogni provetta?
- perché è utile mettere anche una macchia del grezzo sulla lastra TLC?
- l'operatrice decide di analizzare alla TLC una provetta ogni 3, perché?

Domande sulla terza giornata dell'esperienza della sintesi di Grignard 2° video colonna cromatografica (35 minuti)

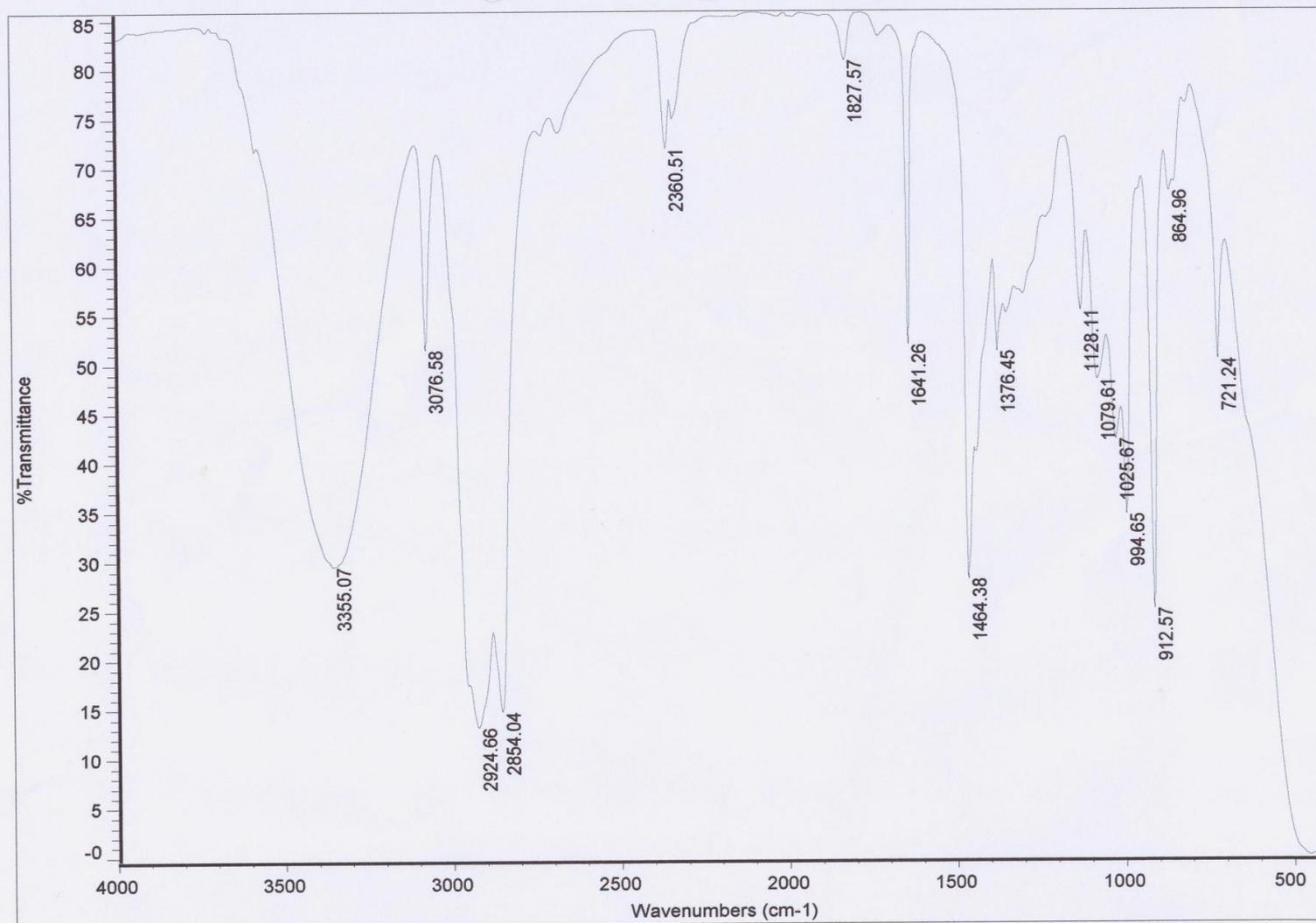
- cosa utilizza l'operatrice come capillare per deporre le macchie sulla TLC?
- perché usa sempre la stessa pipetta?
- con quante deposizioni carica ogni macchia e perché fa così?
- le camere di eluizione per lastre 10 x 20 cm, con che volume di solvente vengono riempite?
- perché l'operatrice asciuga la lastra sia prima che dopo l'eluizione?
- descrivi tutte le operazioni e considerazioni che portano l'operatrice a decidere di riunire la frazioni dalla 7 alla 12.
- quanto pesa il palloncino vuoto?

Domande sulla terza giornata dell'esperienza della sintesi di Grignard 2° video colonna cromatografica (35 minuti)

- se si deve svaporare un volume di 500 mL di soluzione, come si sceglie il pallone da utilizzare?
- con quale solvente si lavano le provette che contenevano il prodotto?
- perchè i palloni non vanno mai riempiti per più della metà quando vanno messi al rotavapor?
- come si svuota e si lava la colonna cromatografica?
- quale è il peso del palloncino pieno?
- quale è stata la resa della reazione?

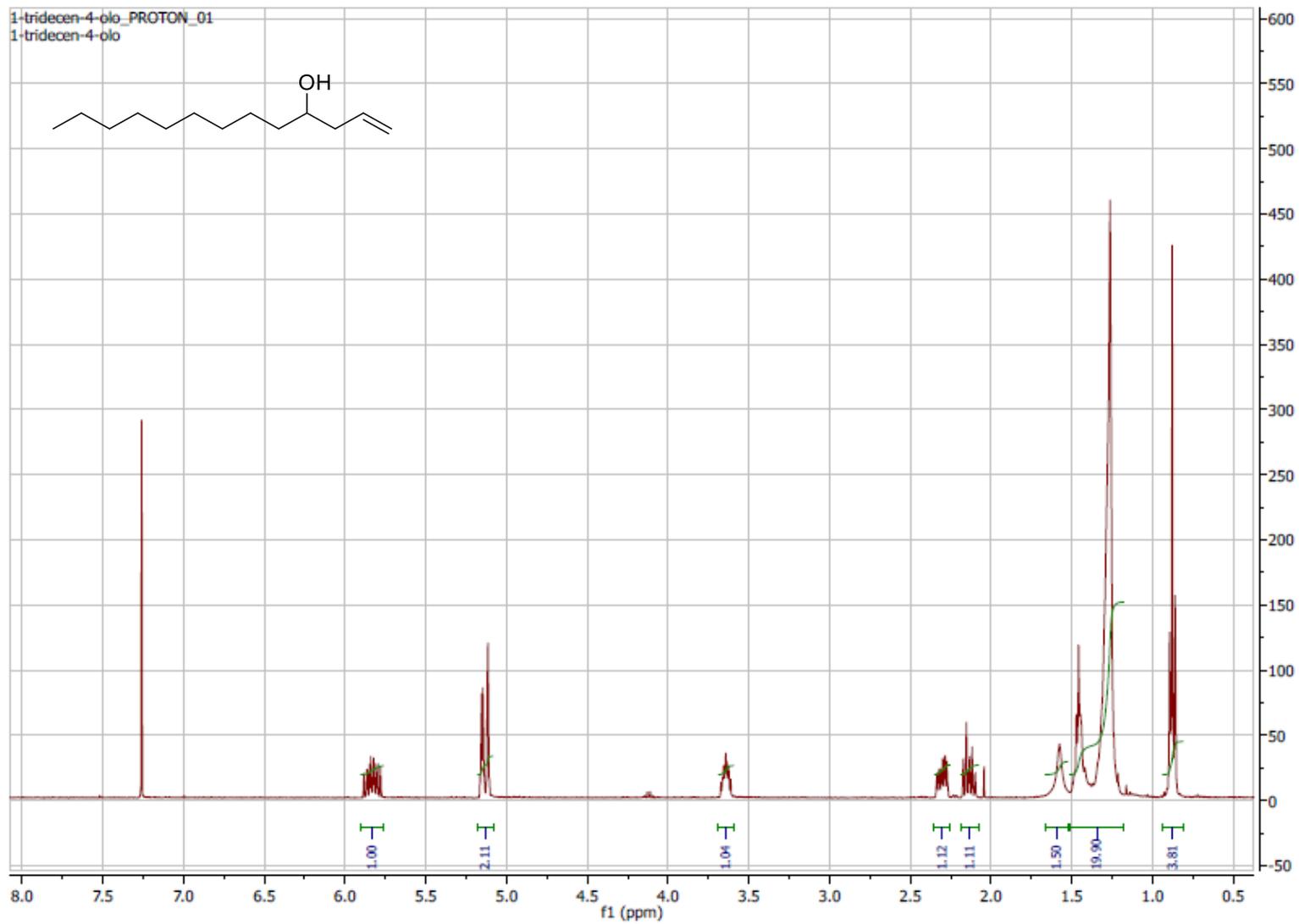


Spettro IR

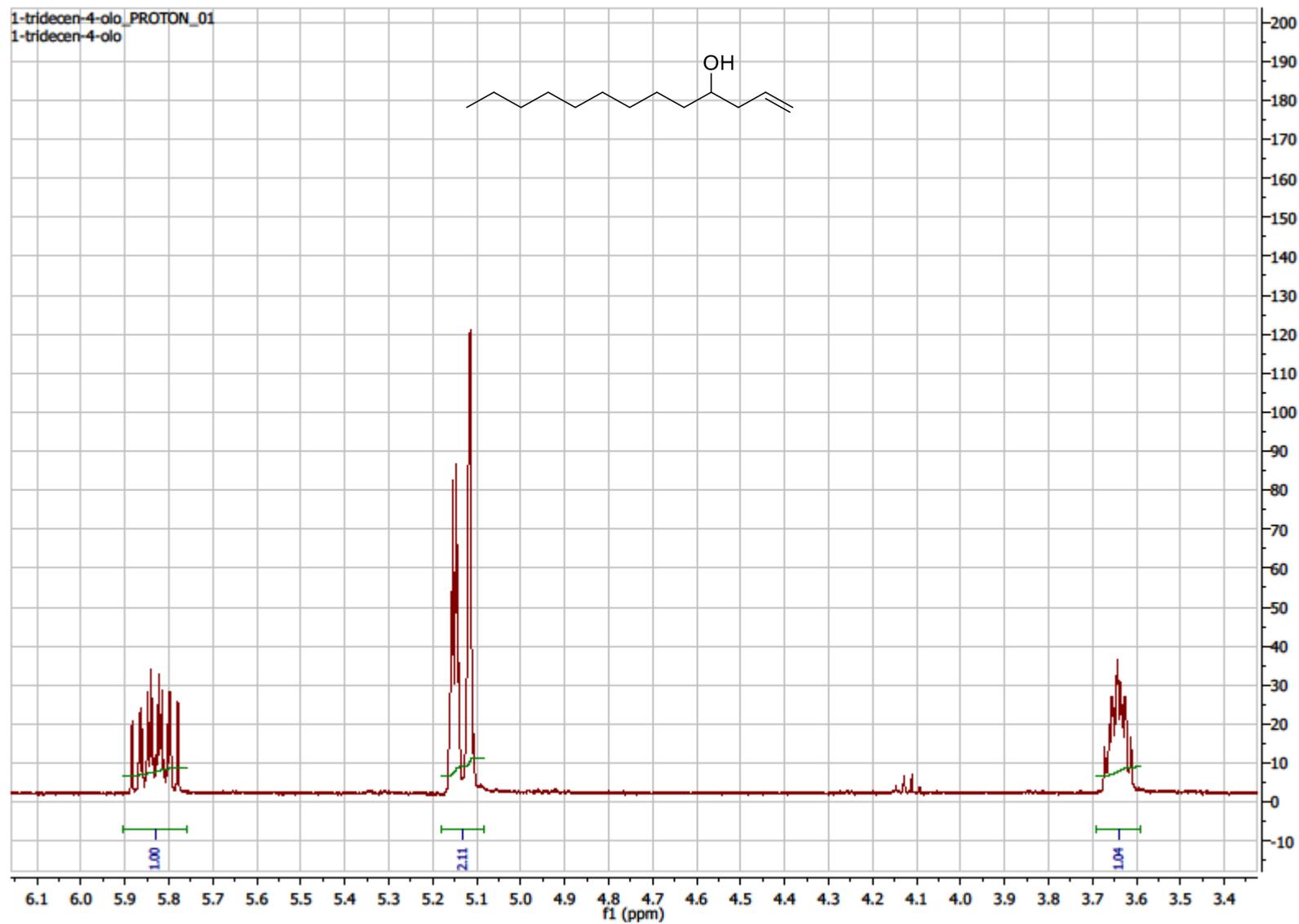


MUGNARD

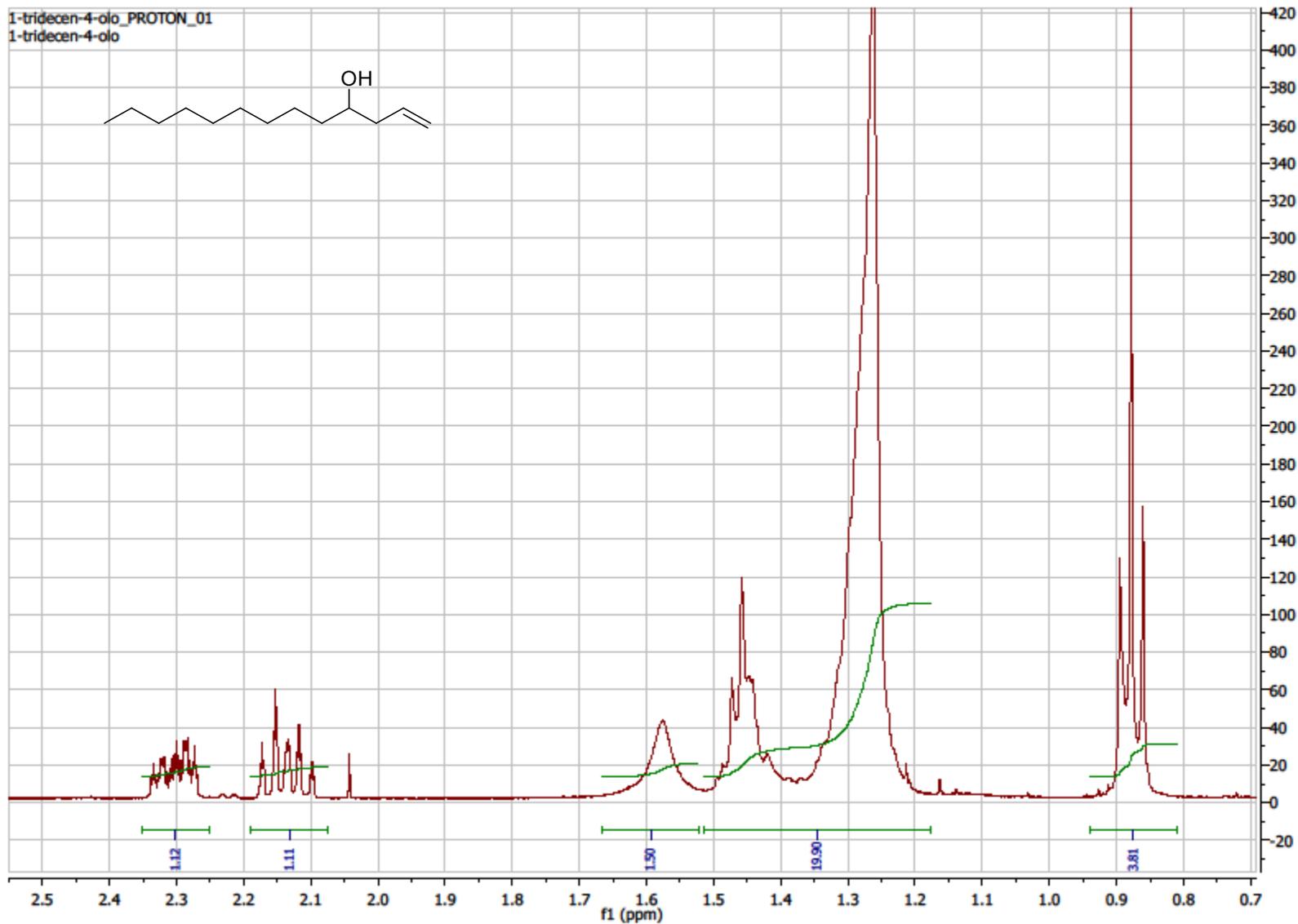
^1H NMR



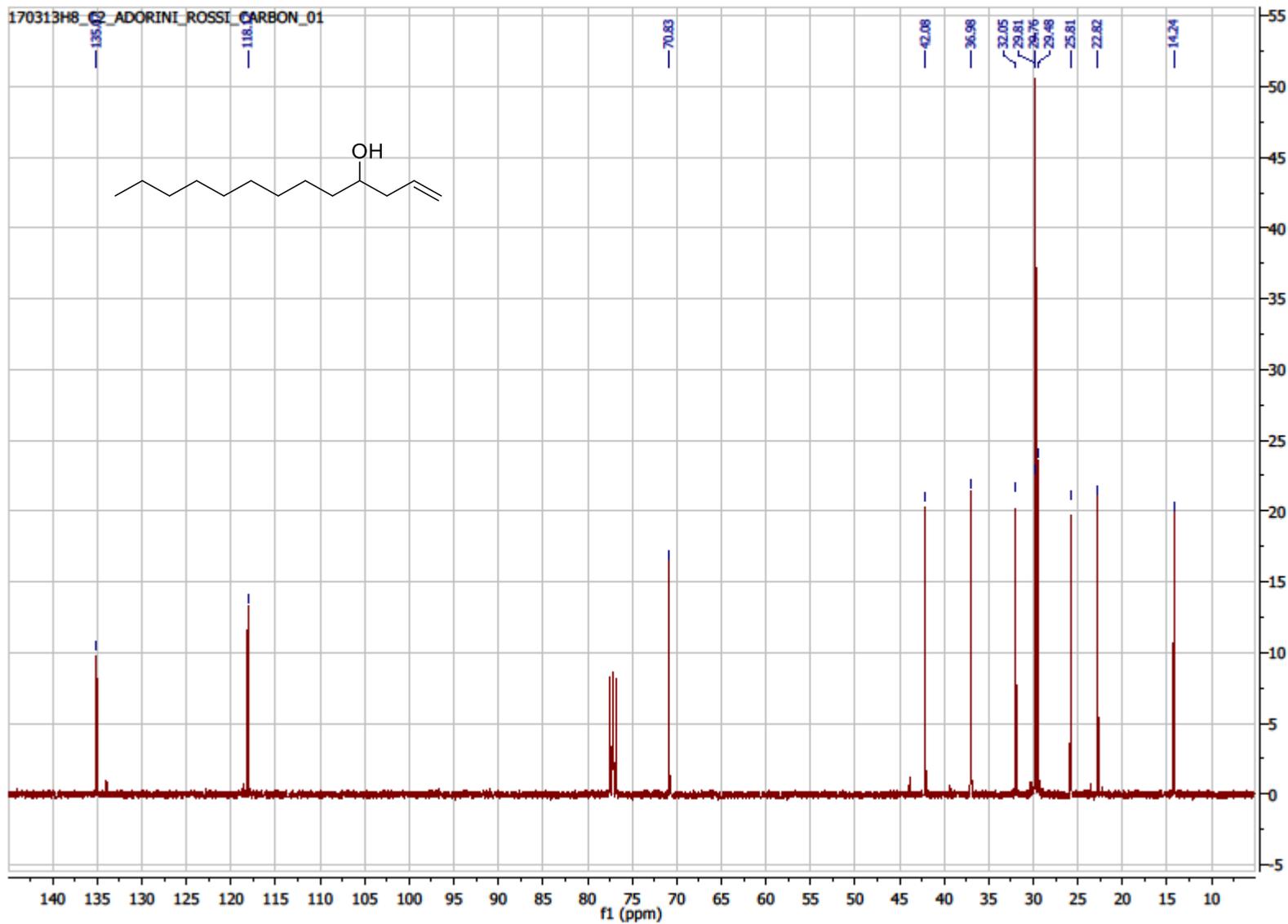
^1H NMR



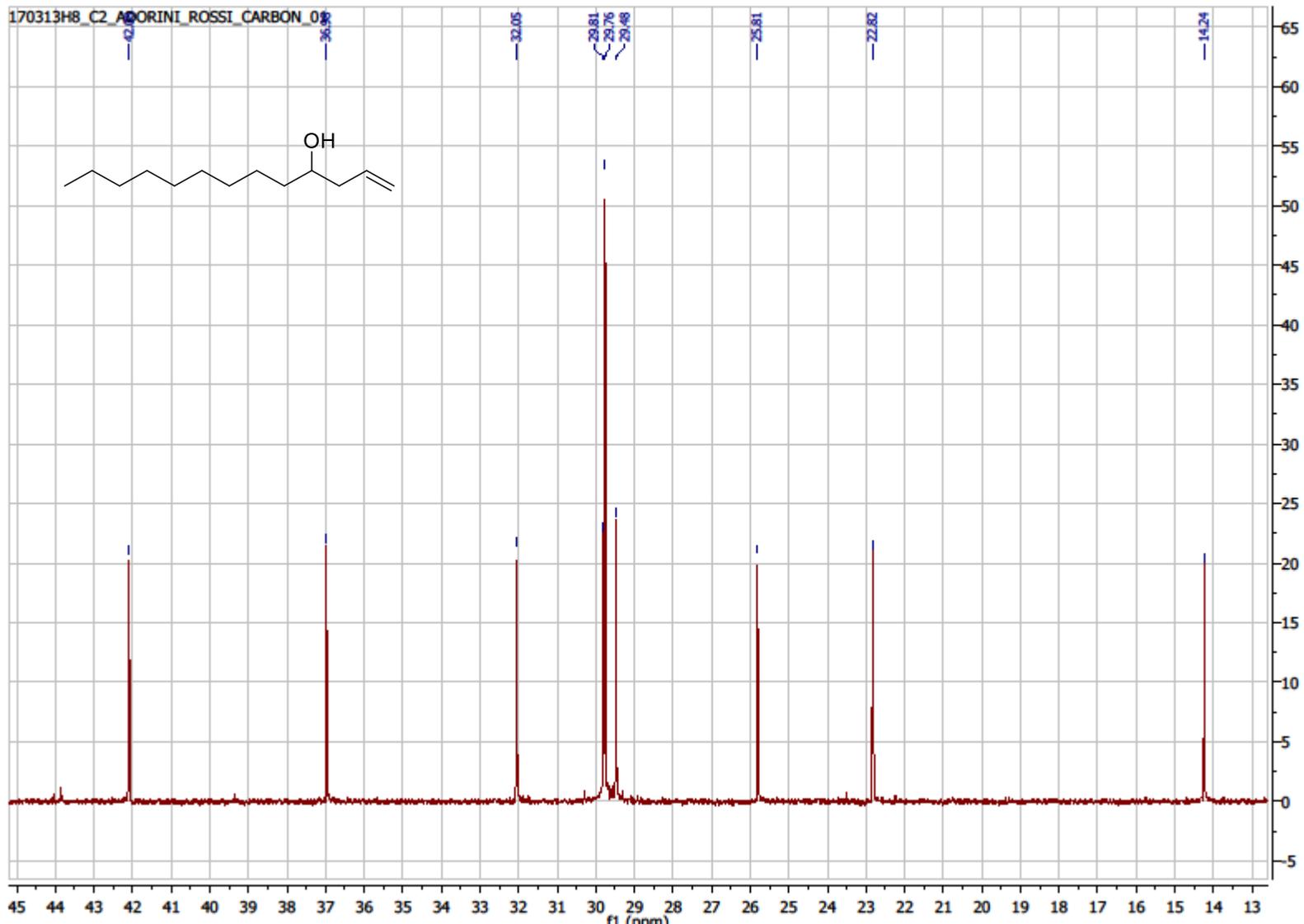
^1H NMR



^{13}C NMR



^{13}C NMR



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