

LABORATORIO PREPARAZIONI ESTRATTIVE E SINTETICHE DEI FARMACI (LPESF)

Prof. Delia Preti

delia.preti@unife.it

Dipartimento di Scienze Chimiche e Farmaceutiche

Santa Maria di Mortara – MORTARA 70 (Farmacia) - Primo piano

Orario di Ricevimento: Giovedì, ore 17:00-19:00

SCHEDA DELL'INSEGNAMENTO

Obiettivi formativi

L'obiettivo fondamentale del corso è quello di fornire allo studente la conoscenza teorica e pratica delle metodologie che consentono di ottenere un composto di interesse farmaceutico per via sintetica o per estrazione da materie prime vegetali. Il corso si propone inoltre di formare gli studenti in merito alla capacità di individuare il percorso sintetico ottimale per la realizzazione di una molecola organica mediante approccio retrosintetico. Le esperienze di laboratorio costituiscono una parte essenziale del percorso formativo e saranno finalizzate allo sviluppo della necessaria manualità per l'esecuzione di sintesi/isolamento di composti bioattivi.





Original article

Characteristics of known drug space. Natural products, their derivatives and synthetic drugs

Richard Bade, Ho-Fung Chan, Jóhannes Reynisson*

Department of Chemistry, Auckland Bioengineering Institute, The University of Auckland, Auckland 1142, New Zealand

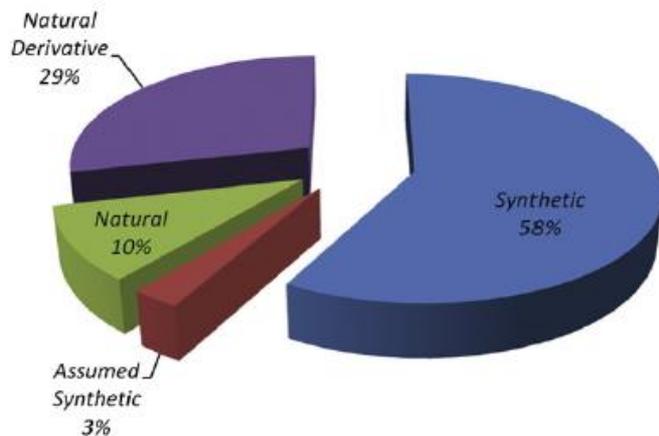
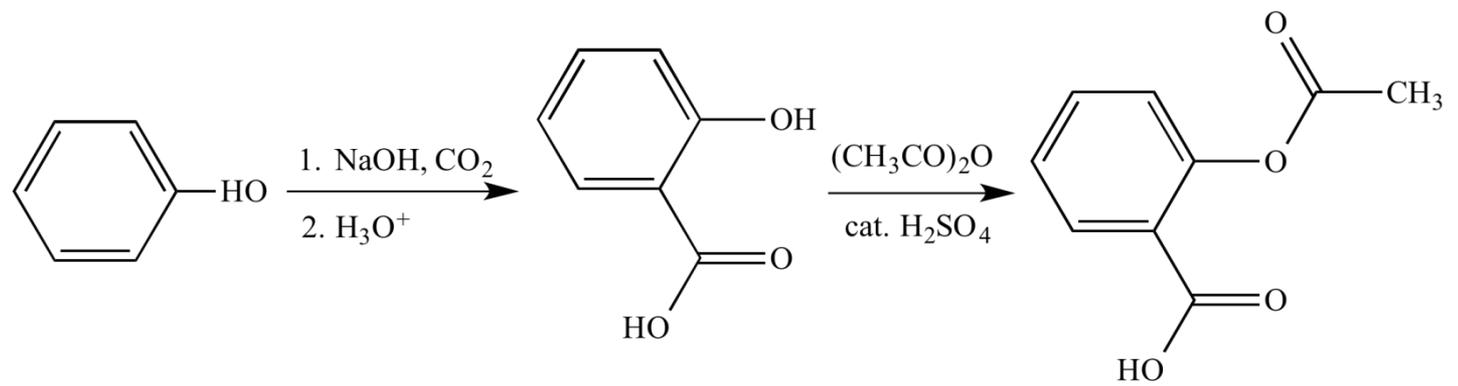
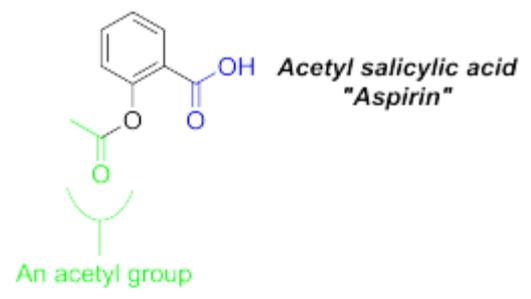
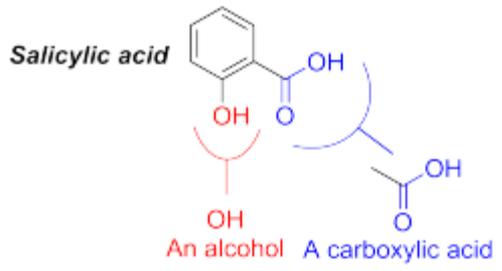
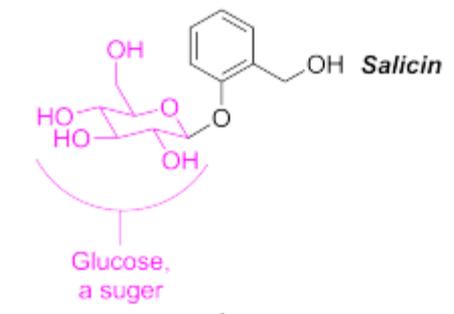


Fig. 2. Percentage of marketed drugs categorised according to their origin, i.e., synthetic, assumed synthetic, natural products and their derivatives. 100% = 1000 marketed drug compounds.

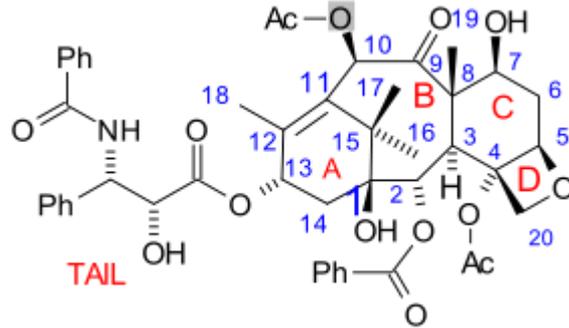
“According to the results presented here known drug space (KDS) is predominately populated by molecules with a synthetic origin 61% of the drugs analysed. In addition, 29% are natural product derivatives (or semi-synthetics) which incorporate a synthetic component in their molecular structure. Therefore the conclusion can be drawn that most of the KDS is composed of relatively simple molecules that are synthetically accessible.”

Drug type	Chiral centres			Molecular weight (g mol ⁻¹)			Log P			Hydrogen bond acceptors		
	Mean	Sta dev	Median	Mean	Sta dev	Median	Mean	Sta dev	Median	Mean	Sta dev	Median
Natural	7.6	19.0	4.0	546.8	667.5	372.4	0.7	2.8	1.0	10.0	8.9	6.0
Natural derivative	4.1	4.5	3.0	436.7	254.1	383.4	1.7	2.8	1.7	8.1	6.1	7.0
Synthetic	0.5	1.1	0.0	325.2	123.7	309.5	2.4	2.3	2.4	4.8	2.6	4.0
Assumed synthetic	0.8	1.1	1.0	352.1	95.6	334.9	3.1	1.4	3.2	5.0	2.3	5.0

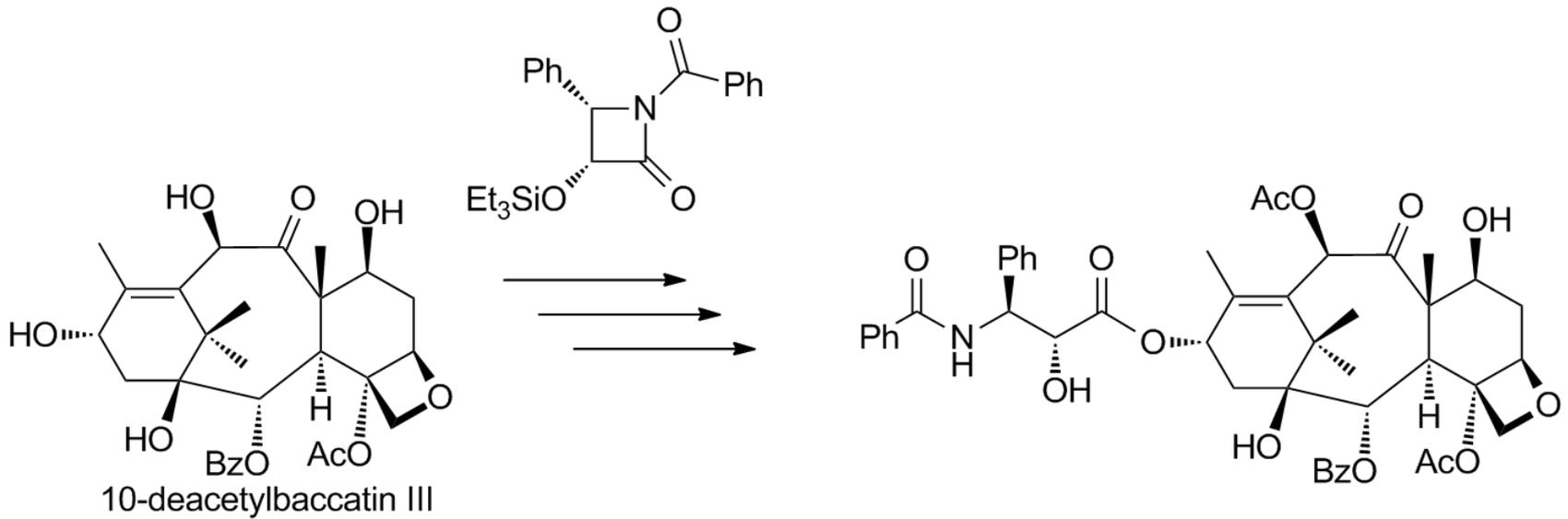
IL CASO ASPIRINA



IL CASO TASSOLO



Corteccia del tasso del Pacifico (*Taxus brevifolia*)



Taxus baccata

Bristol-Myers Squibb

SCHEDA DELL'INSEGNAMENTO

Prerequisiti

Per poter comprendere ed assimilare i contenuti del corso è indispensabile aver acquisito le conoscenze fornite dai corsi di Chimica generale ed inorganica, Chimica organica e Chimica organica avanzata.

Ai fini del pieno conseguimento degli obiettivi formativi del corso sono inoltre raccomandate le conoscenze provenienti dai corsi di Chimica farmaceutica e tossicologica I, Chimica farmaceutica e tossicologica II e Metodi fisici in chimica organica.

Costituiscono infine prerequisiti strettamente necessari le abilità pratiche di laboratorio maturate nei corsi di Chimica Organica, Chimica Organica Avanzata, Analisi qualitativa e quantitativa del Farmaco.

SCHEDA DELL'INSEGNAMENTO : Contenuti del corso

LEZIONI TEORICHE (32 ore, 4 CFU):

Note introduttive: Richiamo alle norme di sicurezza generali in laboratorio; Quaderno di laboratorio: sua compilazione e cura.

Tecniche di un laboratorio sintetico (apparecchiature e procedure): Tecniche di separazione di solidi da liquidi: sistemi di filtrazione; Estrazione con solventi e uso dell'imbutto separatore; Cromatografia su colonna; Cromatografia analitica su strato sottile (TLC); Purificazione di liquidi: distillazione; Purificazione di solidi: cristallizzazione; Tecniche di riscaldamento, raffreddamento e agitazione; Essiccamento di liquidi e solidi; Reazioni in atmosfera inerte.

Metodologie sintetiche avanzate: Reazioni batch e flow chemistry; Sintesi in fase solida; Reazioni mediate da microonde e relativa apparecchiatura; Principi della green chemistry; Impiego di solventi alternativi: liquidi ionici, fluidi supercritici, solventi fluorurati; Click chemistry; Reazioni domino e reazioni multicomponente; Agenti ossidanti e riducenti; Reazioni di accoppiamento mediate da Palladio (reazioni di Stille, Heck, Sonogashira, Suzuki); Progettazione di una metodica sintetica mediante approccio retrosintetico e ricerca bibliografica con ausilio di banche dati.

ESERCITAZIONI PRATICHE (60 ore per turno di laboratorio, 5 CFU):

Separazione di una miscela di composti mediante estrazione; Sintesi dell'isoniazide; Sintesi dell'acido acetilsalicilico; Sintesi del Paracetamolo; Riduzione enzimatica di un beta-cheto estere con Baker's yeast; Riduzione del paranitrobenzoato di metile; Saponificazione del paranitrobenzoato di metile; Estrazione del limonene dalle bucce di arancia; Estrazione dell'eugenolo dai chiodi di garofano.

SCHEDA DELL'INSEGNAMENTO

Metodi didattici

I contenuti del corso verranno impartiti in lezioni frontali per un totale di 32 ore (4 CFU). A queste verranno affiancate esercitazioni pratiche di laboratorio che richiederanno un impegno complessivo di 60 ore (15 pomeriggi di 4 ore ognuno per un totale di 5 CFU). Le lezioni teoriche si avvarranno di ausili informatici e verranno strutturate in modo da fornire agli studenti i prerequisiti conoscitivi delle metodiche da applicare a livello pratico nel corso delle esperienze.

Modalità di verifica dell'apprendimento

La verifica dell'apprendimento terrà conto delle competenze acquisite sia dal punto di vista pratico che da quello teorico e si strutturerà come segue:

- 1) Esame orale durante il quale verrà accertato il conseguimento da parte dello studente delle adeguate conoscenze delle tecniche di base da applicare alla sintesi ed estrazione di molecole farmacologicamente attive (da 0 a 22 punti).
- 2) Contestualmente alla prova orale verrà valutata la corretta compilazione del quaderno di laboratorio (da 0 a 3 punti).
- 3) Il docente e il personale di supporto alla didattica monitoreranno e valuteranno costantemente l'impegno, l'autonomia e le attitudini dimostrati dallo studente durante lo svolgimento delle attività pratiche di laboratorio. Sono inoltre previste prove pratiche in itinere (da 0 a 8 punti; la frequenza del laboratorio è condizione necessaria per poter sostenere la prova orale).

Un punteggio complessivo di 33 corrisponde alla valutazione finale di 30/30 e lode. Un punteggio compreso tra 30 e 32 porta ad una valutazione finale di 30/30. La prova viene considerata superata con punteggi superiori a 18.

SCHEDA DELL'INSEGNAMENTO: MATERIALE DIDATTICO E TESTI DI RIFERIMENTO

Testi di riferimento

Diapositive e appunti forniti dal docente.

Per eventuali approfondimenti si consigliano i seguenti testi:

Costantino L, Barlocco D. Laboratorio di preparazione estrattiva e sintetica dei farmaci. Aracne editrice 2017.

Stuart Warren, Paul Wyatt. Organic synthesis: The disconnection approach. Second edition. Wiley 2008.

Costantino L, Barlocco D. Laboratorio di preparazione estrattiva e sintetica dei farmaci. Aracne editrice 2017.

utente ***** LOGIN REGISTRATI VISA  PayPal postepay AMERICAN EXPRESS  skype   RICERCA

HOME CATALOGO EDITORI IN VETRINA COLLANE RIVISTE AUTORI RETE DI VENDITA PUBBLICA CON NOI EVENTI ARACNE TV FAQ LAVORA CON NOI CONTATTI

LABORATORIO DI PREPARAZIONE ESTRATTIVA E SINTETICA DEI FARMACI

Co-autori Luca Costantino, Daniela Barlocco

Area 03 – Scienze chimiche

SINTESI

Mi piace 0 Condividi Tweet G+

SINTESI

Il volume fornisce le basi per eseguire praticamente la sintesi di un prodotto. A partire dalla descrizione di tecniche generali, si passa alla descrizione di sintesi di composti di interesse farmaceutico, illustrando i contenuti di articoli scientifici ed evidenziando casi in cui l'ordine di aggiunta dei reattivi, la stechiometria o la presenza di altri composti (iniziatori, ecc.) possono modificare l'andamento di una reazione. Accanto alla procedura *batch*, sono analizzate strategie di *Flow Chemistry* e tecniche di sintesi in parallelo, in soluzione o in fase solida. Il testo è accompagnato da esperienze da svolgere in laboratorio ed è stato calibrato in modo da soddisfare le esigenze di un corso di Laboratorio di preparazione estrattiva e sintetica dei farmaci per il corso di laurea in Chimica e Tecnologia Farmaceutiche, in cui la parte pratica è svolta contemporaneamente alla parte teorica e le conoscenze pratiche dello studente sono limitate.

pagine:	180
formato:	17 x 24
ISBN:	978-88-255-0653-2
data pubblicazione:	Ottobre 2017
editore:	Aracne
collana:	SYNTHESIS 4

PAGINE SCELTE PER TE

LIBRO | 17,00 €

PDF | 10,2 €

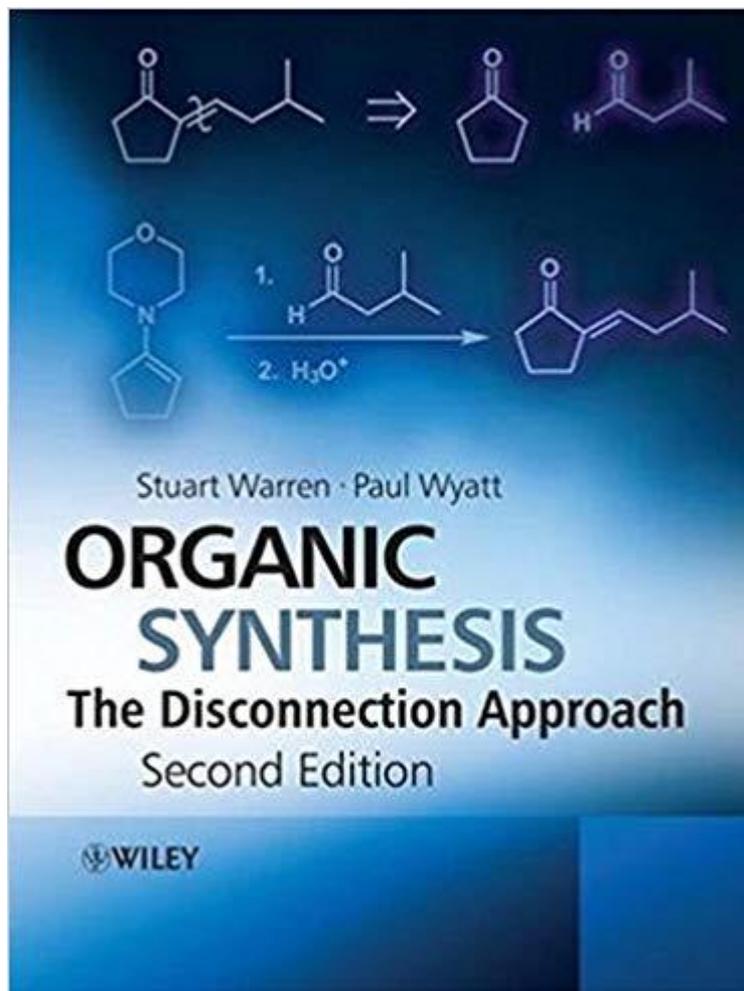
RICHIESTA SAGGIO

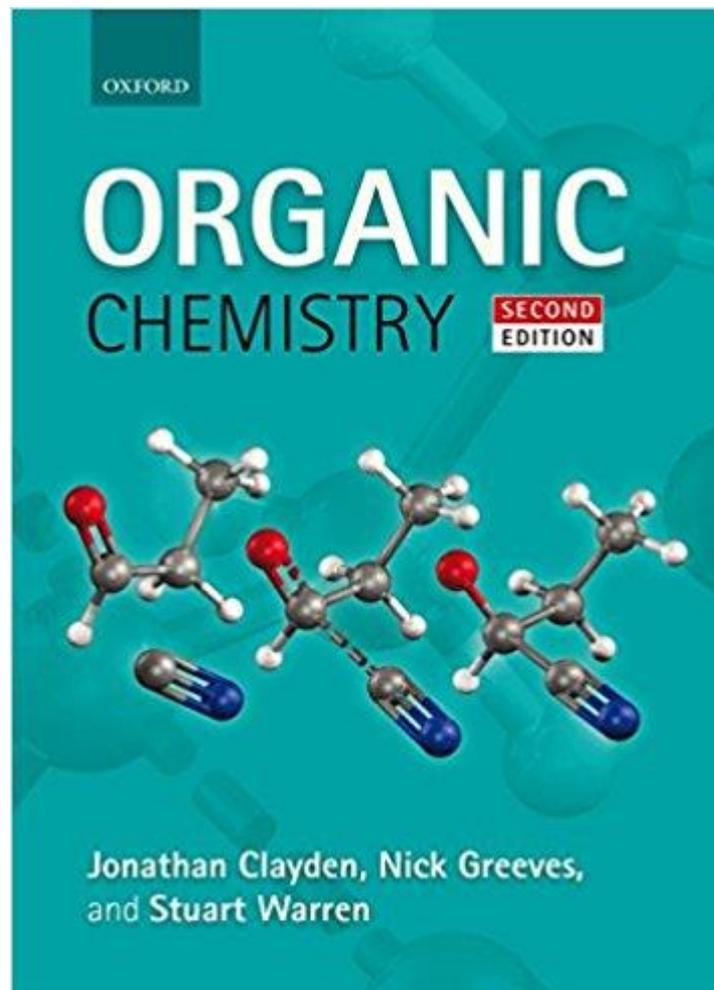
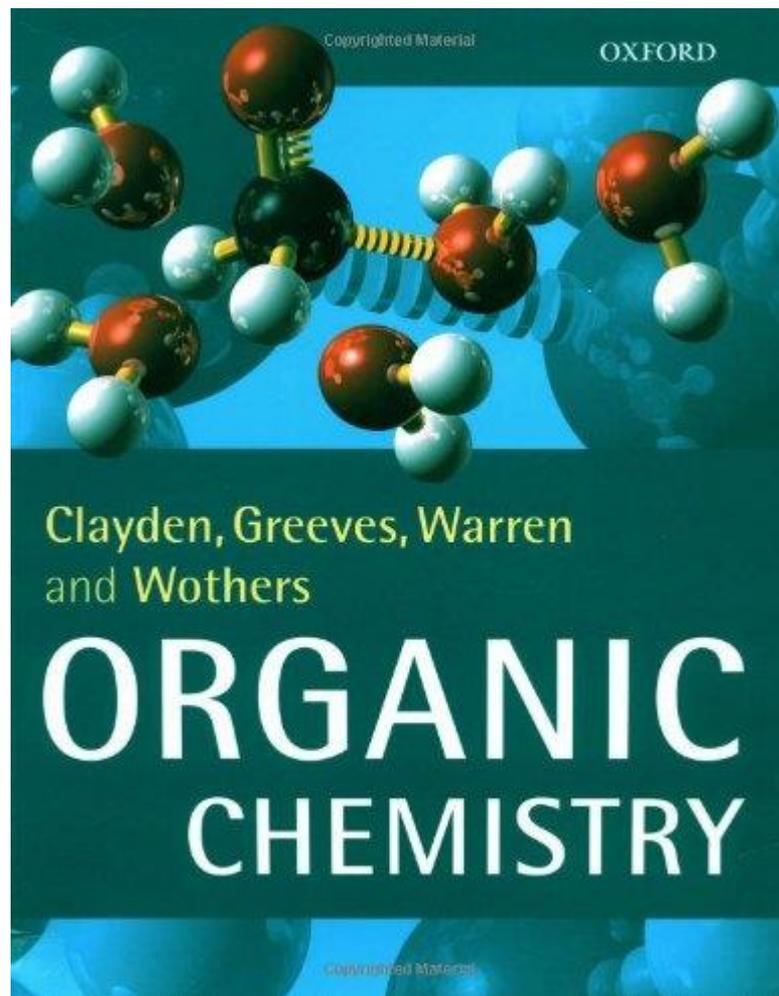
DOCENTE GIORNALISTA BIBLIOTECA



<http://www.aracneeditrice.it/index.php/pubblicazione.html?item=9788825506532>

Stuart Warren, Paul Wyatt. Organic synthesis: The disconnection approach. Second edition. Wiley 2008.





NORME DI SICUREZZA IN LABORATORIO

In un laboratorio di Chimica i rischi sono presenti in misura anche maggiore rispetto ai normali luoghi di lavoro in quanto, oltre a il **rischio “meccanico”** dovuto a cadute, contusioni, possibilità di tagliarsi con frammenti di vetro, e così via, è presente pure il **rischio “chimico”** cioè la possibilità di entrare in contatto con sostanze chimiche solide, liquide o gassose pericolose per l'organismo.

In Italia la normativa attuale è legata al **D.L 81/08** e sue successive integrazioni (D.L. 106/09). Il cosiddetto **TUSL (Testo Unico Sicurezza sul Lavoro)** è composto da centinaia articoli più allegati (1000 pagine!!!). Il testo, comprensivo di allegati e lettere circolari, è disponibile al seguente indirizzo:

<https://www.ispettorato.gov.it/it-it/Documenti-Norme/Documents/Testo-Unico-Dlgs-81-08-edizione-di-maggio-2018.pdf>

NORME GENERALI DI COMPORTAMENTO

Si richiede (ovviamente!) agli studenti di utilizzare i Dispositivi di Protezione Individuale.

Camice sempre chiuso preferibilmente di cotone e con elastico ai polsi.

Occhiali di protezione anche in presenza di occhiali da vista. Meglio non usare le lenti a contatto.

Cambiare i guanti di sovente.

Indossare scarpe chiuse e preferibilmente pantaloni lunghi.

Tenere capelli raccolti.

Evitare anelli, bracciali e collane.

Non si mettono MAI oggetti appuntiti nel taschino del camice.

protezione degli occhi
e del viso



protezione degli
arti superiori



protezione delle vie
respiratorie



protezione del
corpo



NORME GENERALI DI COMPORTAMENTO

E' vietato a persone non autorizzate l'accesso e la permanenza nelle aree di lavoro del laboratorio.

E' vietato accedere in laboratorio in assenza del docente o del personale di riferimento.

E' vietato lavorare dal soli.

E' vietato correre o mangiare.

E' vietato ingombrare con zaini gli spazi attorno al banco di lavoro o in prossimità delle vie di uscita.

Silenziare il cellulare e utilizzarlo solo in caso di necessità durante l'esecuzione dell'esperimento



Non si getta alcun tipo di rifiuto nei lavandini. Destinare le sostanze di scarto agli appositi contenitori di SMALTIMENTO SOLUZIONI ACQUOSE, SOLVENTI ORGANICI CLORURATI, SOLVENTI ORGANICI NON CLORURATI.

NORME GENERALI DI COMPORTAMENTO

Essere certi di aver letto e compreso la procedura da seguire: in caso di dubbio rivolgersi al proprio insegnante.

Non apportare variazioni alle procedure fornite senza chiedere l'autorizzazione al docente.

Non fare mai miscugli di sostanze chimiche "a caso": le vostre conoscenze chimiche non sono così profonde da permettervi di mescolare a piacere diverse sostanze senza rischiare una reazione incontrollata.

E' vietato nascondere un incidente anche se di lieve entità. Avvertire in tal caso il personale di riferimento. In caso di sversamento di sostanze chimiche avvisare SUBITO il docente ed allontanare sé stessi ed i compagni dal luogo dello sversamento.

Come procedura di sicurezza generale, in caso di contatto accidentale con un prodotto chimico, è essenziale per limitare i danni porre la parte colpita nel più breve tempo possibile sotto l'acqua corrente, quindi, solo successivamente, rimanendo sotto acqua corrente, si richiama l'attenzione dei compagni e dei docenti.

NORME GENERALI DI COMPORTAMENTO

Tutte le bottiglie contenenti solventi e reagenti devono essere etichettate e chiuse (non “tappo appoggiato” ma “tappo avvitato”).

Non abbandonare materiale non identificabile nelle aree di lavoro. Etichettare sempre i contenitori di sostanze chimiche con il nome della sostanza, la sua formula chimica, la quantità e il nome del preparatore.

Prima di lasciare il laboratorio accertarsi che il banco di lavoro sia in ordine e pulito.

Lavorare sotto cappa il più possibile. Accertarsi che l'aspirazione funzioni. La cappa deve essere sempre sgombra da materiale inutilizzato.



Dispositivi di Protezione Collettivi (DPC)

NORME GENERALI DI COMPORTAMENTO

NOTA: se per qualche motivo lo studente non termina l'esperienza nell'orario previsto, deve, sentito il docente, accantonare il prodotto in lavorazione in modo sicuro ad uno stadio ben preciso per evitare reazioni collaterali o la decomposizione del prodotto, ed etichettarlo correttamente (non devono essere presenti in laboratorio recipienti contenenti prodotti non etichettati), quindi si termina l'esperienza la volta successiva, in modo autonomo e responsabile.

La vetreria da utilizzare in depressione deve essere priva di incrinature ("stelline") perché, lavorando in depressione, potrebbe verificarsi una implosione con proiezione di pezzi di vetro nell'ambiente circostante.

La vetreria non va lasciata sporca per settimane sia perché lo sporco non viene più rimosso in modo efficace, sia perché le possibili esalazioni possono venire respirate. Essa va sciacquata con acqua deionizzata e quindi asciugata con acetone tecnico (un acetone non puro, più economico).

SIMBOLI RISCHIO CHIMICO

Nuovo pittogramma	Note	Vecchio pittogramma
	<p>Questi prodotti possono esplodere a seguito del contatto, per esempio, con una sorgente di innesco o di urti. Comprendono quindi sostanze e miscele autoreattive ed alcuni perossidi organici.</p>	
	<p>Questi prodotti possono infiammarsi se:</p> <ul style="list-style-type: none"> • a contatto con sorgenti di innesco (scintille, fiamme, calore...) • a contatto dell'aria • a contatto dell'acqua (se c'è sviluppo di gas infiammabili) <p>Oltre alle sostanze infiammabili comprendono sostanze e miscele autoreattive ed autoriscaldanti, sostanze piroforiche ed alcuni perossidi organici.</p>	
	<p>Questi prodotti, tutti i comburenti, possono provocare o aggravare un incendio o anche una esplosione se in presenza di prodotti infiammabili.</p>	
	<p>Questi prodotti sono gas sotto pressione contenuti in un recipiente. Possono esplodere a causa del calore. I gas liquefatti refrigeranti possono causare ferite e ustioni criogeniche. Comprendono gas compressi, liquefatti, liquefatti refrigerati e disciolti.</p>	Non presente
	<p>Questi prodotti sono corrosivi e comprendono quelli che:</p> <ul style="list-style-type: none"> • possono attaccare i metalli • possono provocare corrosione cutanea o gravi lesioni oculari 	
	<p>Questi prodotti avvelenano rapidamente anche a piccole dosi, causano cioè tossicità acuta. Gli effetti sono molto vari dalle nausee alla perdita di conoscenza fino alla morte.</p>	
	<p>Questi prodotti possono provocare uno o più dei seguenti effetti:</p> <ul style="list-style-type: none"> • avvelenamento ad alte dosi • irritazione agli occhi, la pelle o le vie respiratorie • sensibilizzazione cutanea (es. allergie o eczemi) • sonnolenza o vertigini 	
	<p>Questi prodotti possono rientrare in una o più delle seguenti categorie:</p> <ul style="list-style-type: none"> • cancerogeni • mutageni: modificazioni del DNA con danni sulla persona esposta o sulla sua discendenza • tossici per la riproduzione: effetti negativi sulle funzioni sessuali, diminuzione della fertilità, morte del feto o malformazioni • prodotti con tossicità specifica per organi bersaglio (es. fegato o sistema nervoso) sia per esposizioni singole che ripetute • prodotti con gravi effetti sui polmoni, anche mortali, se penetrano attraverso le vie respiratorie (anche a seguito di vomito) • prodotti che possono provocare allergie respiratorie (es. asma) 	
	<p>Questi prodotti sono pericolosi per l'ambiente acquatico (es. pesci, crostacei, alghe o piante acquatiche)</p>	

SCHEDE DI SICUREZZA

Siccome **non è possibile riportare in una singola etichetta tutte le informazioni** inerenti una determinata sostanza chimica, si ricorre ad un documento che riporta tutte le informazioni conosciute al momento della stampa e che accompagna sempre la sostanza in questione: la scheda di sicurezza conosciuta anche con l'acronimo inglese **MSDS (Material Safety Data Sheet)**.

Le schede di sicurezza sono un **documento legale fornito dal produttore** della sostanza chimica in cui sono elencati **i pericoli per la salute per l'uomo e per l'ambiente, la tossicità, i metodi di smaltimento e tutta una serie di ulteriori informazioni sulla sostanza in questione**. Le schede di sicurezza devono essere costantemente aggiornate, in funzione delle nuove conoscenze che si acquisiscono nel frattempo.

Ogni sostanza chimica presente in laboratorio deve essere dotata della scheda di **sicurezza cartacea** a disposizione del personale che vi opera.

Le schede di sicurezza devono essere in formato cartaceo in quanto, si presume che, nel caso di un incidente in laboratorio vi possa essere anche un blackout dell'energia elettrica: se le schede sono in formato elettronico in mancanza di corrente elettrica non sono consultabili. In caso di necessità le schede di sicurezza devono essere facilmente e rapidamente consultabili, in modo da poter intervenire correttamente in caso di contatto, inalazione o ingestione. Inoltre devono essere riposte in un luogo facilmente accessibile e noto a tutti e ordinate secondo criteri di buon senso (generalmente alfabetico).

SCHEDE DI SICUREZZA

Nella scheda di sicurezza sono riportati tutti i dati necessari, raggruppati in 16 voci, per poter lavorare in sicurezza con quella sostanza. Il formato delle schede di sicurezza è standardizzato per l'Europa: ciò significa che in qualsiasi stato dell'Unione Europea le voci presenti in una scheda di sicurezza sono disposte secondo un determinato ordine. Non è necessario conoscere a memoria l'intera scheda di sicurezza di ogni sostanza ma è necessario sapere quali informazioni sono presenti in un documento di questo genere.

Le voci sono:

1. Identificazione della sostanza con nome e indirizzo del produttore.
2. Composizione della sostanza.
- 3. Identificazione dei pericoli.**
- 4. Misure di pronto soccorso.**
- 5. Misure antincendio.**
- 6. Provvedimenti da attuare in caso di dispersione accidentale.**
- 7. Manipolazione e immagazzinamento.**
8. Controllo dell'esposizione e protezione individuale.
9. Stabilità e reattività.
10. Proprietà fisiche e chimiche.
11. Proprietà tossicologiche.
12. Informazioni ecologiche.
- 13. Smaltimento.**
14. Informazioni sul trasporto.
15. Informazioni sulla normativa.
16. Altre informazioni.

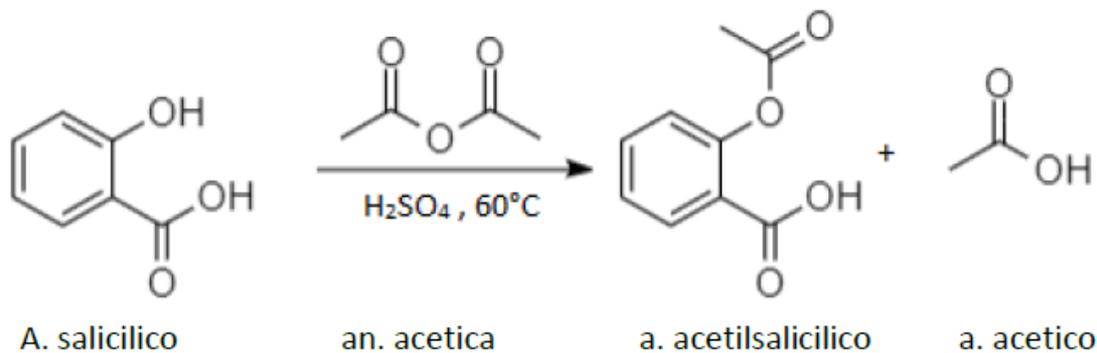
Regole di compilazione del quaderno di laboratorio

Il quaderno di laboratorio è fondamentale per annotare gli esperimenti effettuati che devono essere descritti nel modo più completo possibile per consentire a chi viene in futuro di poter agevolmente rifare l'esperimento. Ha valore legale!!

- Usare una penna.
- Lasciare le prime due pagine libere per redigere un indice.
- Non effettuare cancellature e non usare bianchetto. Se si commette un errore, tirare una riga sopra l'errore e scrivere la parte corretta a lato.
- Non rimuovere nessuna pagina. Se l'intera pagina è sbagliata, tirare una riga di traverso e spiegare perché è sbagliata.
- Cominciare una nuova pagina per ogni esperimento nuovo.
- Numerare ogni pagina e datare ogni giornata di esperimento.
- Indicare se una pagina è la prosecuzione di una pagina precedente.
- Scrivere tutti i dati, riportare le TLC con le relative didascalie (natura del prodotto deposto, miscela eluente, ecc.). Non ci devono essere foglietti volanti in giro.
- Non lasciare MAI uno spazio per aggiungere qualcosa in un secondo tempo.
- Sii preciso e ordinato. Chi verrà dopo di te deve poter rifare l'esperimento seguendo quello che è riportato sul quaderno! Quindi si deve descrivere bene quello che succede perché chi legge il quaderno deve farsi una idea di quello che accadrebbe se rifacesse la reazione.
- Descrivere la procedura e soprattutto le osservazioni personali.
- Riportare l'aspetto, colore, odore e proprietà fisiche delle miscele oggetto di esperimento e dei prodotti.
- Descrivere le difficoltà incontrate.
- Se si segue una procedura nota, inserire la bibliografia.

Regole di compilazione del quaderno di laboratorio

- Numerare le pagine.
- Datare ogni giornata di esperimento
- Scrivere il titolo dell'esperimento.
- Inserisci lo schema di reazione e, se possibile, il meccanismo, per ipotizzare eventuali sottoprodotti.



- **Fai una tabella come da esempio sottostante**

REAGENTI/ SOLVENTI	FORMULA BRUTA	MW	EQUIVALENTI	MOLI	QUANTITÀ	DENSITÀ

Regole di compilazione del quaderno di laboratorio

Una volta scritta la reazione e indicate le quantità dei reagenti/solventi da utilizzare descrivere la procedura completa.

1) COME ESEGUIRE LA REAZIONE

Inserisci tutti i dati: ordine di aggiunta dei reattivi, tempi di agitazione, le temperature (e specifica se sono temperature interne al pallone di reazione, o esterne, relative al bagno in cui è immerso il pallone, in quanto i due valori possono essere diversi), le TLC di monitoraggio della reazione con didascalie,

2) COME ESEGUIRE QUENCHING E WORK-UP,

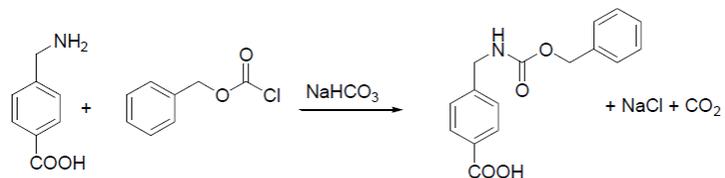
3) COME ESEGUIRE PURIFICAZIONE

4) DATI RELATIVI AI PRODOTTI PURIFICATI. Caratterizzare il prodotto ottenuto: punto di fusione,

5) Calcolare la resa di reazione (teorica e reale). Il quaderno deve riportare tutti i calcoli e non solo il risultato (i calcoli si riportano a piè di pagina).

Titolo: Sintesi dell'acido 4-(aminoCBZ)metilbenzoico

SCHEMA SINTETICO



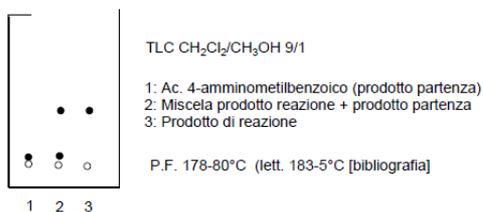
REAGENTI/ SOLVENTI	FORMULA BRUTA	MW	EQUIVALENTI	MOLI	QUANTITÀ	DENSITÀ
Acido 4-amminometilbenzoico		151.17		13.23 mmol	2g	
Benzil cloroformiato		170.6	1.5		2.83 mL	1.195
NaHCO ₃		84.01	2.0		2.22 g	
H ₂ O					140 mL	
Diossano					10 mL	

COME ESEGUIRE LA REAZIONE: L'acido 4-amminometilbenzoico viene sospeso in acqua, si aggiunge NaHCO₃ sotto agitazione e si continua ad aggiungere acqua fino a solubilizzazione (140 mL). La soluzione è raffreddata a 5°C si aggiunge a gocce, nell'arco di 30 min. una soluzione di benzilcloroformiato in diossano. Si prosegue la agitazione per 1 h, quindi si lascia risalire la temperatura fino a quella ambiente nell'arco di una notte.

CONTROLLO E TRATTAMENTO: Al mattino (ore 9) si controlla che la reazione sia terminata tramite TLC. Si aggiunge quindi acqua, e lo strato acquoso si estrae due volte con etile acetato (50 mL). La fase organica viene quindi riestratta due volte con una soluzione satura di sodio bicarbonato. Le fasi acquose combinate sono quindi acidificate a pH 1 con HCl 10%, ed estratte con etile acetato (3 x 50 mL). Gli estratti organici riuniti sono quindi anidrificati (Na₂SO₄) ed il solvente rimosso a pressione ridotta.

PURIFICAZIONE: Il prodotto è stato purificato tramite cristallizzazione da EtOH. E' stato ottenuto un solido bianco (1.32, resa 34%)

CARATTERIZZAZIONE: mp = °C



Quaderno di laboratorio: sua compilazione e cura.

Le annotazioni dovrebbero essere chiare ed essenziali evitando il superfluo.

E' importante riportare anche gli esperimenti falliti: l'esame del quaderno può evitare di incorrere nello stesso errore.

E' importante che, oltre ai dati rilevanti indicati nella parte di laboratorio, siano presenti le osservazioni personali di come si presenta l'esperimento, ad esempio, se la miscela di reazione cambia di colore, oppure si forma un precipitato che poi si ridiscioglie; se la reazione si presenta come soluzione oppure sospensione; il tempo durante il quale ho aggiunto un reattivo, dopo quanto tempo e in che intervalli di tempo eseguo la cromatografia analitica su strato sottile (TLC) per valutare l'andamento della reazione; se la reazione era violentemente esotermica, se si sviluppano dei gas (quali? Formula una ipotesi verosimile sulla base delle tue conoscenze di Chimica Organica)

Il quaderno va compilato contestualmente all'esecuzione dell'esperimento. L'idea di prima lavorare e poi scrivere in genere non funziona.

STRUMENTI/VETRERIA DI USO COMUNE NEI
LABORATORI DI CHIMICA E CHE SARANNO ANCHE
USATI DURANTE IL CORSO.



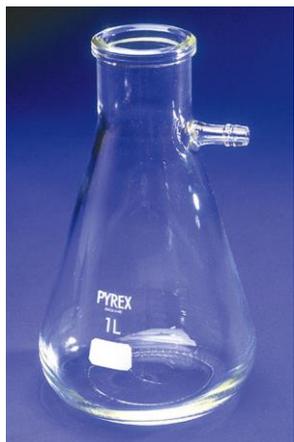
Beaker



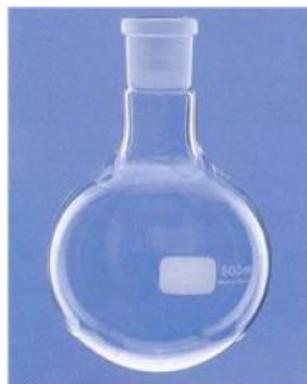
Beuta



Cilindro graduato



Beuta da vuoto



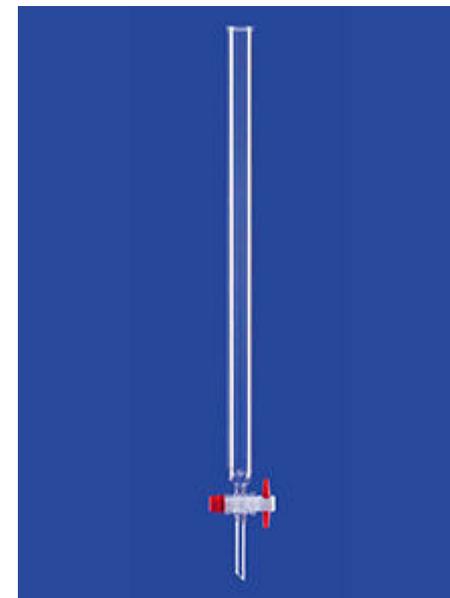
Palloni a fondo tondo a un collo, due colli e tre colli

STRUMENTI/VETRERIA DI USO COMUNE NEI
LABORATORI DI CHIMICA E CHE SARANNO ANCHE
USATI DURANTE IL CORSO.

Sostegno, Morsetti Doppi e Pinze



Imbuti separatori



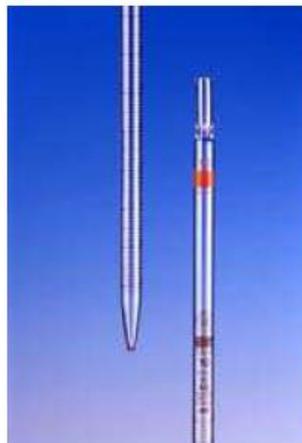
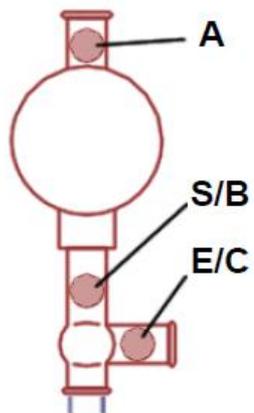
Colonna
cromatografica in
vetro

STRUMENTI/VETRERIA DI USO COMUNE NEI
LABORATORI DI CHIMICA E CHE SARANNO ANCHE
USATI DURANTE IL CORSO.

La pipetta Pasteur



Pipette graduate e Propipette (Palla di Peleo)



STRUMENTI/VETRERIA DI USO COMUNE NEI
LABORATORI DI CHIMICA E CHE SARANNO ANCHE
USATI DURANTE IL CORSO.



Filter rings in rubber,
Anelli di Guko



Filtro Buchner



Filtro Hirsh



Filtro Gooch

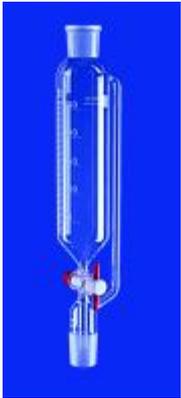


Vetri/vertini da orologio



Spatola Doppia Paletta

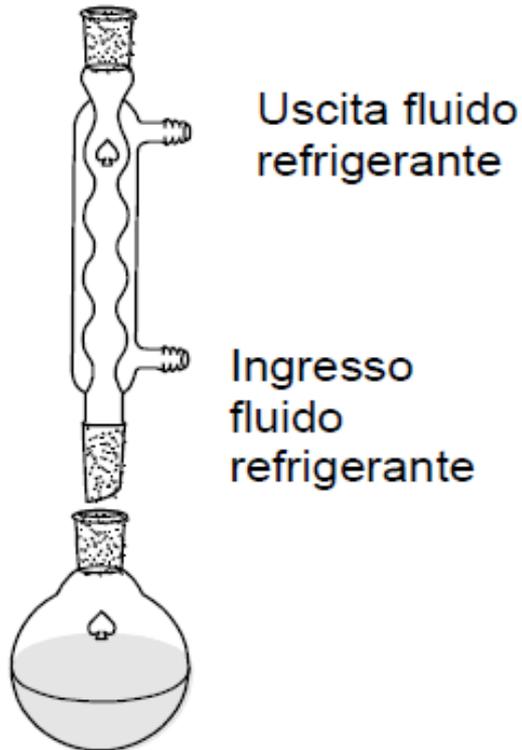
STRUMENTI/VETRERIA DI USO COMUNE NEI
LABORATORI DI CHIMICA E CHE SARANNO ANCHE
USATI DURANTE IL CORSO.



Imbuto gocciolatore con equilibratore di
pressione



STRUMENTI/VETRERIA DI USO COMUNE NEI
LABORATORI DI CHIMICA E CHE SARANNO ANCHE
USATI DURANTE IL CORSO.

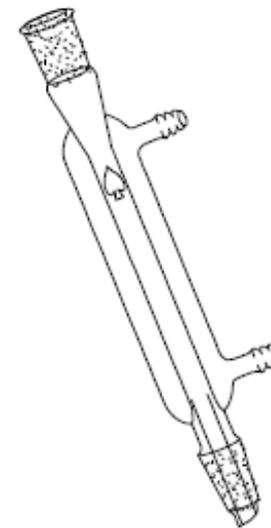
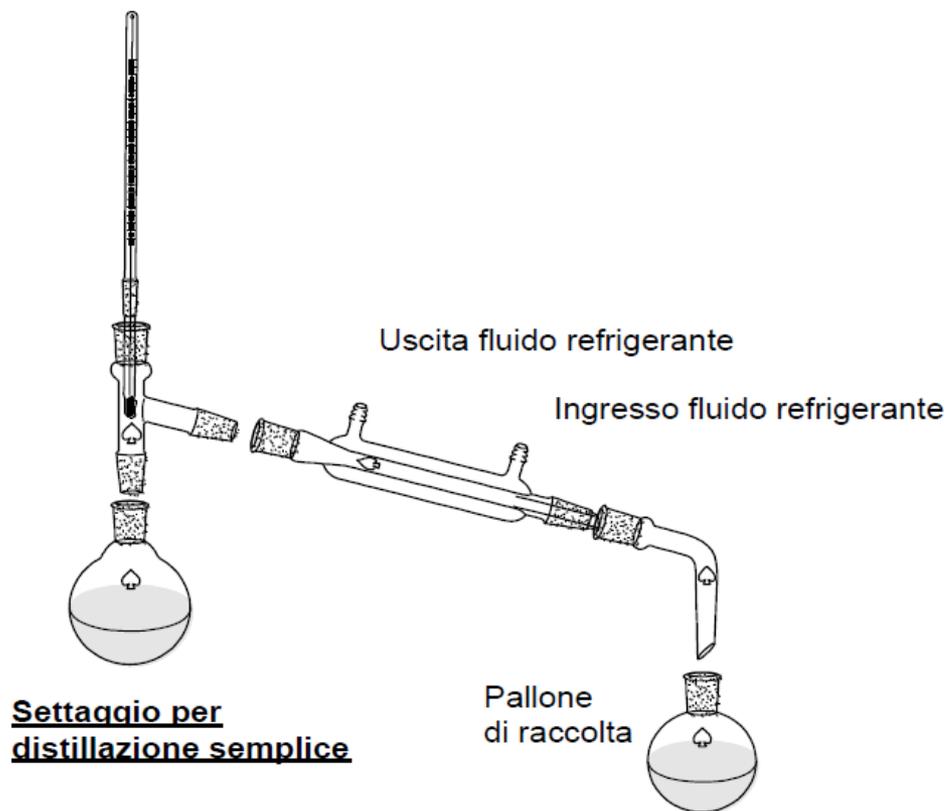


Settaggio
per ebollizione a ricadere



Refrigerante di Allihn a 6 bolle
con 2 coni

STRUMENTI/VETRERIA DI USO COMUNE NEI
LABORATORI DI CHIMICA E CHE SARANNO ANCHE
USATI DURANTE IL CORSO.



(1) Refrigerante di
Liebig
Usi: nella distillazione

STRUMENTI/VETRERIA DI USO COMUNE NEI LABORATORI DI CHIMICA E CHE SARANNO ANCHE USATI DURANTE IL CORSO.

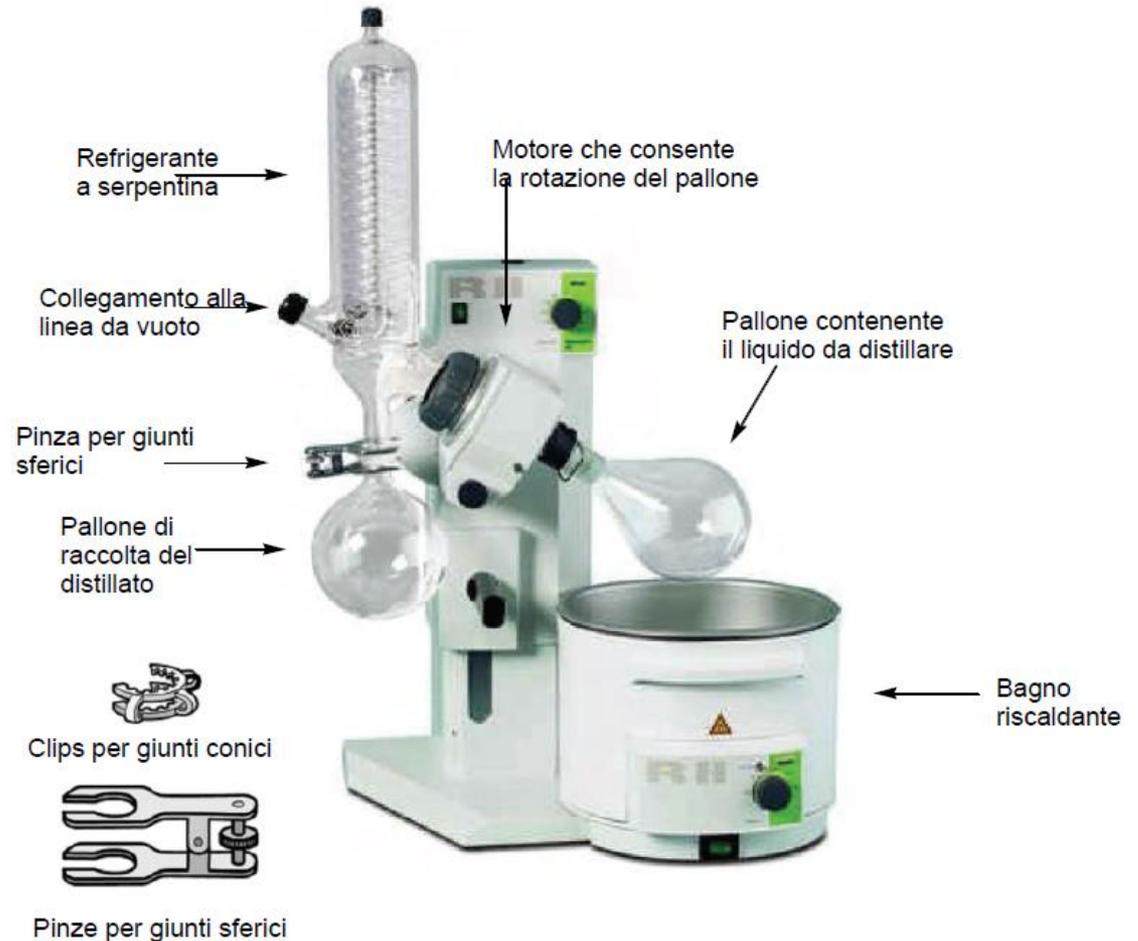


Figura 1.14. Rotavapor (catalogo ditta Aldrich, riproduzione autorizzata). I palloni vanno sempre ancorati mediante l'inserimento di apposite pinze: clips per fissare tra loro la vetreria con giunti conici (in alto) e pinze per raccordi sferici, raccordo presente nel giunto tra refrigerante e pallone di raccolta del distillato (in basso).

STRUMENTI/VETRERIA DI USO COMUNE NEI
LABORATORI DI CHIMICA E CHE SARANNO ANCHE
USATI DURANTE IL CORSO.

Agitatore magnetico/piastra riscaldante

