

Quaderno didattico (Esperienze 1, 2, 3)

1. Titolo

2. Schema di reazione (strutture di reagenti e prodotti)

3. Tabella con dati sui reagenti e prodotto

Nome	Quantità (g o ml)	Peso molecolare (g/mol)	Quantità (mmoli)	Equivalenti (equiv)	Densità (g/mL)	Punto di ebollizione/fusione	Indicatori H e P
Reagente 1							
Reagente 2							
...							
Prodotto							

4. Procedura sperimentale

Descrivere la procedura inserendo dettagli utili (temperatura di reazione, cambio di colore osservato, formazione di precipitato, utilizzo di ambiente anidro, riportare copia delle tlc e l'eluente utilizzato, etc...) ma minimizzando dettagli inutili o scontati (ho pesato, ho misurato in un cilindro, ho lavato la vetreria, ho acceso la cappa, etc...).

Ad es: "Reagente 1 (1 g, 0,22 mmol, 1 equiv) è stato sciolto in metanolo (10 mL). La soluzione è stata poi raffreddata a 0°C tramite bagno di ghiaccio e il reagente 2 (0,2 mL, 0.44 mmol, 2 equiv) è stato aggiunto gocciolandolo sotto agitazione. Dopo 10 minuti il bagno di ghiaccio è stato rimosso e l'andamento della reazione è stato seguito tramite TLC (8:2 PE : EtOAc). Dopo 1 ora si forma un precipitato bianco e dopo 2 ore la reazione ha raggiunto completezza. La miscela viene filtrata e il solido ottenuto viene purificato tramite colonna cromatografica (9:1 PE : EtOAc, colonna 20 x 3 cm). Si evaporano le frazioni 7-18 e si ottiene il prodotto X come un solido cristallino bianco (0.9 g, 78% di resa)"

5. Caratterizzazioni

Caratterizzazione (NMR, IR, GC in tabelle e riportando copia dello spettro)

NMR (solvente, frequenza spettrometro) – assegnare i segnali per quanto possibile

segnale	δ (ppm)	molteplicità	J (Hz)	integrale	gruppo
1. (ordine ppm)	8,45 (2 decimali)	s:singoletto d:doppietto t:tripletto q:quartetto m:multipletto	1.8 (1 decimale)	0.9 (1)	CH
...					

IR (KBr, FT-IR) solo le bande diagnostiche

picco	ν (cm ⁻¹)	intensità	tipo	legame
1. (ordine numero d'onda)	1653 (0 decimali)	s: strong m: medium w: weak	stretch, bend in plane bend out of plane	C=O
....				

GC-MS (colonna, programma di temperature) ione molecolare, pico base, frammenti riconoscibili

picco	Tempo di ritenzione (min)	Massa osservata
1. (ordine tempo di ritenzione)	6,47	Tutti i frammenti
...		

Procedura sperimentale (Esperienze 4, 6)

1. Titolo

2. Schema di reazione

3. Tabella

Nome	Quantità (g o ml)	Peso molecolare (g/mol)	Quantità (mmoli)	Equivalenti (equiv)	Densità (g/mL)	Indicatori H e P
Reagente 1						
Reagente 2						
Solvente						
Prodotto						

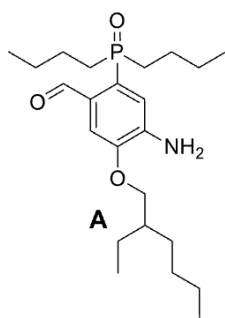
La procedura si scrive in modo simile a quella del quaderno (leggermente più condensata), ma non si riportano copie di tlc, o quante tlc sono state fatte.

Le caratterizzazioni si scrivono in **forma condensata** subito sotto la procedura sperimentale (nell'ordine NMR, IR, MS)

A questo punto si riportano copie degli spettri e infine copie delle tlc

Qui un esempio:

2.1.4 Synthesis of A



Compound **3** (100 mg, 0.305 mmol, 1 equiv) was mixed with the phosphine oxide **9** (99 mg, 0.610 mmol, 2 equiv), CuI (58 mg, 0.305 mmol, 1 equiv) and Na₂CO₃ (65 mg, 0.610 mmol, 2 equiv) in 3 ml of degassed toluene (N₂ bubbling, 15 min) and stirred overnight in the dark at 110 °C under inert atmosphere. The reaction mixture was extracted with brine/EtOAc (4x) dried over Na₂SO₄ and the solvent evaporated. The crude product was purified through column chromatography (EtOAc), yielding pure **A** (60 mg, 48% yield).

¹H-NMR (500 MHz, chloroform-*d*) δ 9.95 (s, 1H), 7.57 (d, *J* = 12.49 Hz, 1H), 7.33 (d, *J* = 3.75 Hz, 1H), 4.81 (s, 2H), 4.02 (dd, *J* = 5.64, 1.77 Hz, 2H), 2.39 – 2.01 (m, 4H), 1.81 (m, *J* = 6.01 Hz, 1H), 1.72 – 1.17 (m, 17H), 1.09 – 0.58 (m, 1H).

¹³C-NMR (126 MHz, chloroform-*d*) δ 190.29 (d, *J* = 2.4 Hz), 146.85 (d, *J* = 2.62 Hz), 142.24 (d, *J* = 12.1 Hz), 127.81 (d, *J* = 53.70 Hz), 127.46 (d, *J* = 21.1 Hz), 120.29 (d, *J* = 7.5 Hz), 116.69 (d, *J* = 10.2 Hz), 71.01, 39.41, 30.64, 29.71, 29.16, 29.10, 24.16, 24.04, 23.89, 23.86, 23.01, 14.07, 13.64, 11.19.

³¹P-NMR (202 MHz, methanol-*d*₄) δ 50.19.

HRMS(ES⁺): Calculated for C₂₃H₄₁NO₃P 410.2824 a.m.u.; found 410.2698

IR (ν_{max}, KBr): 3375, 2980, 1689, 1505, 1341, 1383, 1250, 1164

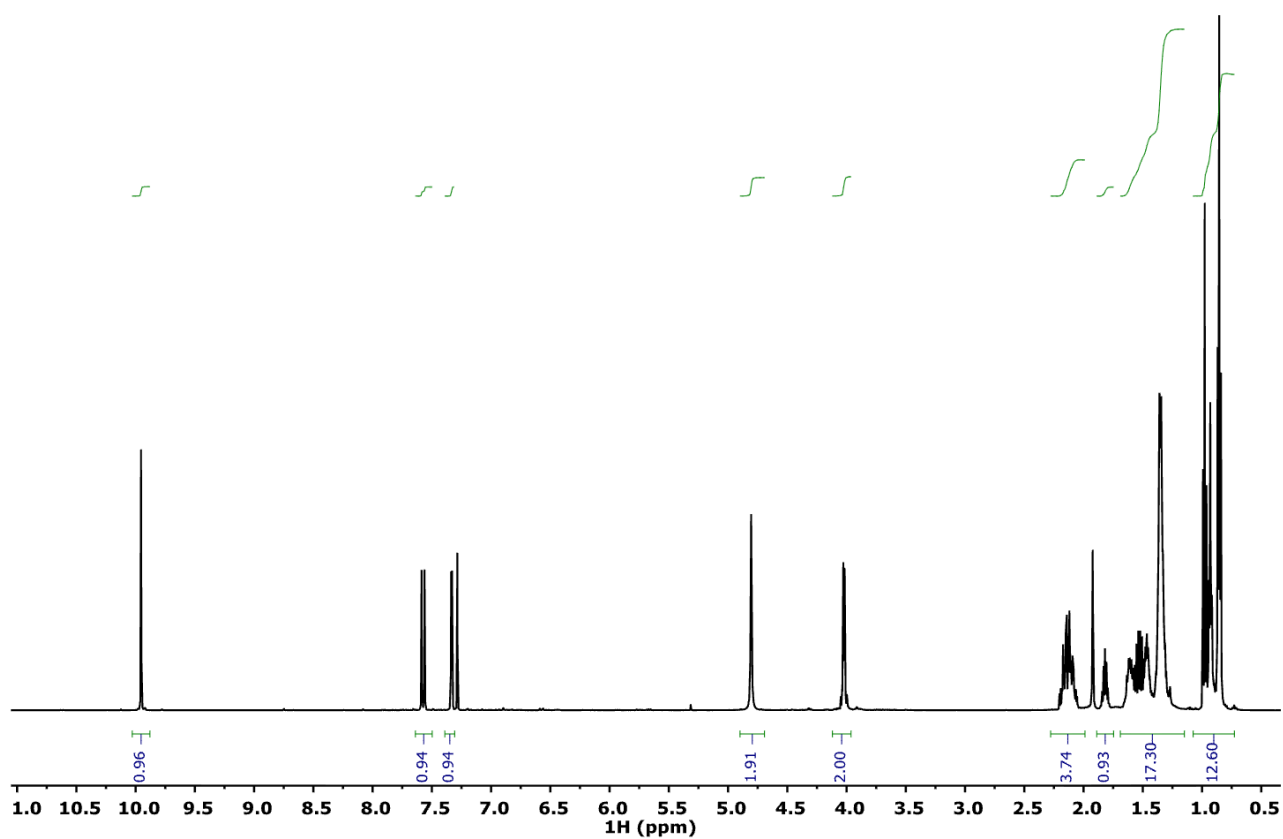


Figure S2.7. ^1H -NMR spectrum (500 MHz, CDCl_3) of **A**.