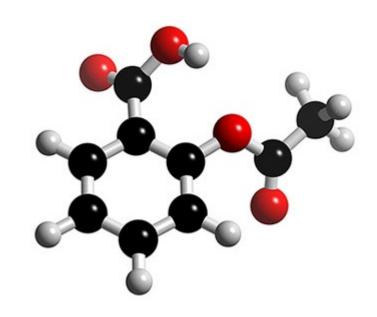
# Laboratorio di Chimica Organica 3

2025/26

Luca Gabrielli

Edificio 207 secondo piano luca.gabrielli@unipd.it



## **Introduzione al laboratorio di CO3**

### 1. Oggi:

- Informazione generale
- Gruppi, orario, norme generali
- Quaderno di laboratorio
- Sicurezza
- Test
- Firmare

# Chimica Organica 3 Mod. B aa 2025/2026

- Docenti: Luca Gabrielli (Turni A e C), Gabriele Giachin (Turno B)
- Assistenti: Lorenzo Goldin, Altiner Alessandro
- **Tecnici**: Andrea Nardi, Catia Cucco

- **Dove**: Piani 6 e 8, interchimico
- Quando: Lunedì-Venerdì 14:00-18:00. Spesso anche lunedì mattina
- Aula C o altra da specificare: 14:00 o 8:30 introduzioni alle esperienze e discussione su dubbi e domande.

		lun 29 set 25 – ven 3 ott 25					
Piano	Periodo	lun 29 set 25	mar 30 set 25	mer 1 ott 25	gio 2 ott 25	ven 3 ott 25	
8°	Mattino						
8°	Pomeriggio			CHORG3-A	CHORG3-A	CHORG3-A	
6°	Mattino						
6°	Pomeriggio				Strumenti	Strumenti	
				un 6 ott 25 – ven 10 ott	25		
		lun 6 ott 25	mar 7 ott 25	mer 8 ott 25	gio 9 ott 25	ven 10 ott 25	
8°	Mattino	CHORG3-A					
8°	Pomeriggio	CHORG3-A	CHORG3-A	CHORG3-A	CHORG3-A	CHORG3-A	
6°	Mattino	Strumenti					
6°	Pomeriggio				Strumenti	Strumenti	
				n 13 ott 25 – ven 17 ott			
		lun 13 ott 25	mer 14 ott 24	mer 15 ott 25	gio 16 ott 25	ven 17 ott 25	
8°	Mattino	CHORG3-A					
8°	Pomeriggio	CHORG3-A	CHORG3-B	CHORG3-B	CHORG3-B	CHORG3-B	
6°	Mattino	Strumenti					
6°	Pomeriggio			Strumenti		Strumenti	
				n 20 ott 25 – ven 24 ott			
		lun 20 ott 25	mar 21 ott 25	mer 22 ott 25	gio 23 ott 25	ven 24 ott 25	
8°	Mattino	CHORG3-B					
8°	Pomeriggio	Recupero	CHORG3-B	CHORG3-B	CHORG3-B	CHORG3-B	
6°	Mattino	Strumenti					
6°	Pomeriggio			Strumenti		Strumenti	
				– gio 30 ott 25			
		lun 27 ott 25	mar 28 ott 25	mer 29 ott 25	gio 30 ott 25		
8°	Mattino	CHORG3-B					
8°	Pomeriggio	CHORG3-B					
6°	Mattino	Strumenti				_	
6°	Pomeriggio	Strumenti		1- 0- 01			
		1 . 47 25		17 nov 25 – ven 21 no		24 25	
00	NA-III'	lun 17 nov 25	mar 18 nov 25	mer 19 nov 25	gio 20 nov 25	ven 21 nov 25	
8°	Mattino					CHODES C	
8° 6°	Pomeriggio					CHORG3-C	
6°	Mattino					Cturum outi	
D	Pomeriggio		1	1 24 nov 25 – von 20 no	v 25	Strumenti	
		lun 24 nov 25 – ven 28 nov 25				ven 28 nov 25	
8°	Mattino	lun 24 nov 25 CHORG3-C	mar 25 nov 25	mer 26 nov 25	gio 27 nov 25	Vell 28 HUV 25	
8°	Pomeriggio	CHORG3-C CHORG3-C	CHORG3-C	CHORG3-C	CHORG3-C	CHORG3-C	
			CHORGS-C	CHORGS-C	CHORGS-C	CHORGS-C	
6°	Mattino	Strumenti Strumenti	Strumenti	Strumenti	Strumenti	Strumenti	
U	Pomeriggio	- Strumenti		un 1 dic 25 – ven 5 dic :		- Strumenti	
		lun 1 dic 25	mar 2 dic 25	mer 3 dic 25	gio 4 dic 25	ven 5 dic 25	
8°	Mattino	Recupero	mai z dic zo	mer 3 die 23	gio 4 dic 25	VCH 3 tile 23	
8°	Pomeriggio	CHORG3-C	CHORG3-C	CHORG3-C	CHORG3-C		
6°	Mattino	Strumenti	CHORGS-C	CHORGS-C	CHORGS-C		
6°	Pomeriggio	Strumenti	Strumenti	Strumenti	Strumenti		
0	1 Omenggio	Strumenti	- Jaramena -	- Jaramena -	- Jaramena -		
	Tu	ırno A	Tur	no B	Тш	rno C	
	mer 1 ott 25	lun 13 ott 25	mer 14 ott 24	lun 27 ott 25	ven 21 nov 25	gio 4 dic 25	
	1 011 23	25 011 25		/ 011 _ 23	1 1 110 7 23	5.0 T GIC 23	

# Chimica Organica 3 Mod. B aa 2025/2026

#### La frequenza è obbligatoria !!!

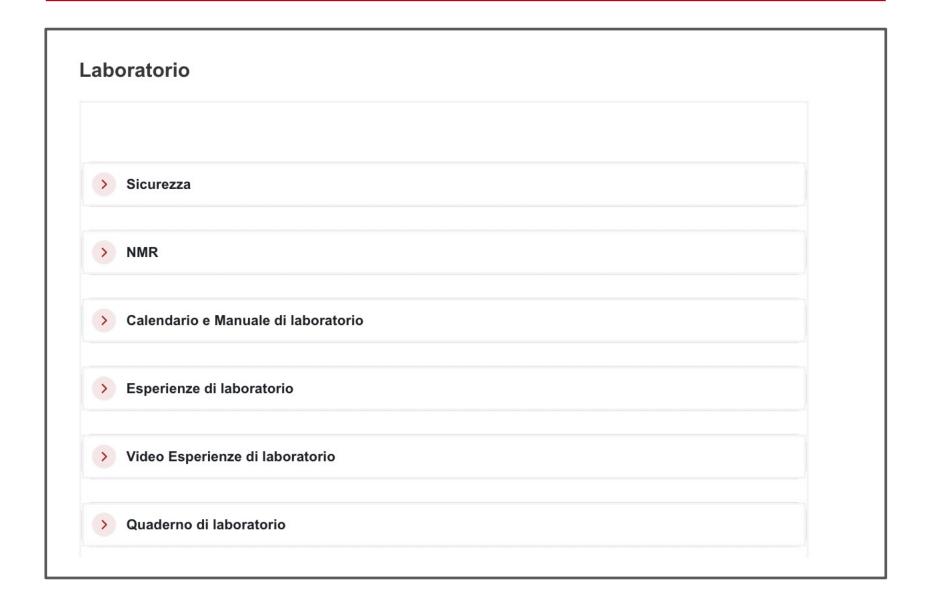
**Ogni giorno** Firmare documento di presenza

Le assenze devono essere giustificate

#### Valutazione del laboratorio

(i) sulla preparazione e manualità del singolo studente; (ii) sull'osservanza delle norme di sicurezza; (iii) sulla compilazione del quaderno di laboratorio; (iv) sull'ordine e la pulizia del banco di lavoro del gruppo

# Chimica Organica 3 Mod. B aa 2025/2026



## Indicazioni utili

#### NO ANSIA !!!

Non è una gara contro il tempo ! Dovete capire cosa state facendo e godervelo.

Il quaderno va compilato soprattutto in lab: minimizzare il lavoro a casa.

Se avete dubbi, critiche o segnalazioni chiedetemi tranquillamente

## **Novità**

#### **REAZIONI MULTI-STEP**

#### **REAZIONE A SCELTA DA CONCORDARE**

COME SI IMPOSTA UNA REAZIONE?

COME SI PURIFICA UNA REAZIONE ORGANICA? COME SI SCEGLIE L'ELUENTE?

#### **RELAZIONI:**

COME SI COMPILA UN QUADERNO DI LABORATORIO?

COME SI SCRIVE LA PROCEDURA SPERIMENTALE IN UN ARTICOLO O IN UNA TESI?

Sintesi del 4'-metilcalcone

Ossidazione del 4'-metilcalcone a calcone epossido Riduzione del benzofenone ad alcol con sodio boro idruro

• Riduzione del 4'-metilcalcone a calcone ad alcol con sodio boro idruro

4 • Sintesi del cumarin-3-carbossilato di etile (condensazione di Knoevenagel)

5 • Identificazione di un composto incognito

6 • Esperienza a scelta

#### Esperienza a scelta

Preferibilmente una reazione che usi un prodotto da voi sintetizzato o un reagente già usato

Max 5-6 reazioni diverse in totale: due o più gruppi faranno la stessa reazione (anche con delle variazioni)

Dovrete decidere quantità, condizioni di reazione (dovranno essere approvate dal docente) e Come seguire ed eventualmente purificare la reazione

- Apertura dell'epossido
- Reazione di Michael sul calcone
- Esterificazione di Steglich
- Sintesi di un legame ammidico
- Sintesi di immine
- Sintesi immine a amminazione riduttiva

# Quaderno

- Individuale
- 2. Consegna cartacea o elettronica via moodle
- 3. aggiornato
- 4. Contiene scheda pre-lab, osservazioni, dati, quiz
- 5. Può essere richiesto in qualsiasi momento
- 6. FOTO

Quaderno didattico (Esperienze 1, 2, 3)

Procedura sperimentale tipo articolo o tesi (Esperienze 4, 6)

# Quaderno didattico (Esperienze 1, 2, 3)

#### 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)	<u>Densità</u> (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: ELOAC). 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: ELOAC, 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.	8,45	s:singoletto	1.8	0.9 (1)	СН
(ordine ppm)	(2 decimali)	d:doppietto	(1 decimale)		
		t:tripletto			
		<u>q:quartetto</u>			
		m:multipletto			

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

picco	v (cm )	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.	6,47	Tutti i frammenti
(ordine tempo di ritenzione)		

# Procedura sperimentale (Esperienze 4, 6)

#### 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  $Na_2CO_3$  (65 mg, 0.610 mmol, 2 equiv) in 3 ml of degassed toluene ( $N_2$  bubbling, 15 min) and stirred overnight in the dark at 110 °C under inert atmosphere. The rection mixture was extracted with brine/EtOAc (4x) dried over  $Na_2SO_4$  and the solvent evaporated. The crude product was purified through column chromatography (EtOAc), yielding pure A (60 mg, 48% yield).

 $^{1}$ H-NMR (500 MHz, chloroform-d)  $\delta$  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).

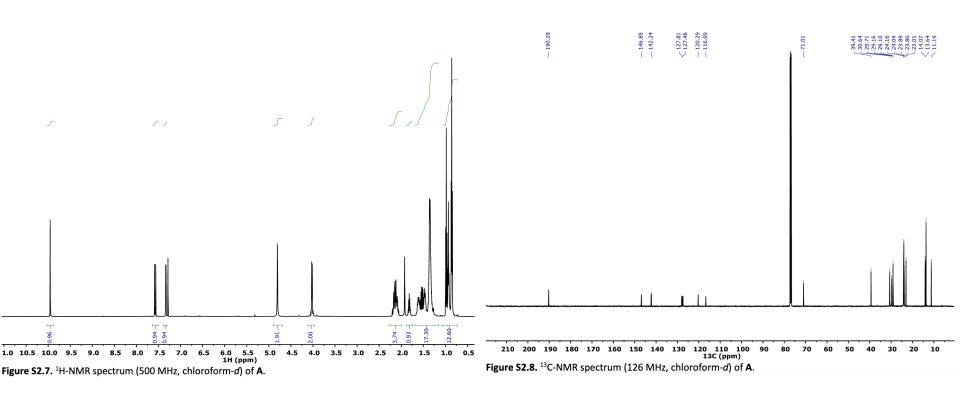
<sup>13</sup>C-NMR (126 MHz, chloroform-d) δ 190.29 (d, J = 2.4 Hz), 146.85 (d, J = 2.62 Hz), 142.24 (d, J = 12.1 Hz), 127.81 (d, J = 53.70 Hz), 127.46 (d, J = 21.1 Hz), 120.29 (d, J = 7.5 Hz), 116.69 (d, J = 10.2 Hz), 71.01, 39.41, 30.64, 29.71, 29.16, 29.10, 24.16, 24.04, 23.89, 23.86, 23.01, 14.07,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

<sup>31</sup>**P-NMR** (202 MHz, methanol- $d_4$ ) δ 50.19.

HRMS(ES+): Calculated for C<sub>23</sub>H<sub>41</sub>NO<sub>3</sub>P 410.2824 a.m.u.; found 410.2698

IR (umax, KBr): 3375, 2980, 1689, 1505, 1341, 1383, 1250, 1164

#### Procedura sperimentale tipo tesi o articolo (Esperienze 4, 6)



Poi oltre a IR e MS, a questo aggiungete anche TLC significative

#### **Composto incognito (Esperienza 5)**

- \_ Riportare formula bruta del composto incognito scelto e la struttura ipotizzata
- \_Elencare in tabella le caratterizzazioni NMR e IR
- !! NMR fornisce informazioni sullo scheletro della molecola: bisogna sempre riportare ppm (solo i multipletti si definiscono da un intervallo di ppm), integrale, molteplicità e J. Quando possibile bisogna assegnare i segnali.
- \_ Iniziare calcolando i gradi di insaturazione della molecola
- \_ Riportare i gruppi funzionali suggeriti da IR insaturazioni ed NMR e poi spiegate la struttura ipotizzata: è molto importante fare emergere il ragionamento fatto per arrivare alla molecola scelta. Inoltre ricordate di controllare la presenza di isomeri o possibili alternative e spiegate perché non li avete scelti oppure perché potrebbero essere delle ipotesi alternative sensate.

# QUIZ

## Consigli pratici sul lavoro di chimico organico in laboratorio

https://www.chem.rochester.edu/notvoodoo/index.php



#### Laboratory Techniques and Methods to Improve Your Experimental Skills







Unique Visitors 9/24/2004 - 9/23/2014: 1,228,332 (From stateountencom)

Users 9/24/2014 - 8/16/2018: 369,802 (From Google Analytics)

Unique Visitors 8/17/2018 - present:

#### Errori comuni

- Ho cercato di svuotare un imbuto separatore con il tappo ancora inserito.
   Ho messo una TLC nel barattolo e sono andato a fare altro... mi sono ricordato della TLC mezz'ora dopo.
- 2. Ho dimenticato di pre-pesare il pallone.
- 3. Durante la cromatografia su colonna, ho dimenticato di cambiare il recipiente per raccogliere l'eluente, è traboccato e un po' di prodotto è andato perso.
- 4. Ho versato una miscela di reazione in un imbuto separatore senza chiudere il rubinetto. Ho recuperato la miscela di reazione dal fondo della cappa aspirante.
- 5. Mi sono infilzato con l'ago di una siringa.
- 6. Mentre pulivo becher con le barre magnetiche all'interno, ho versato le barre magnetiche nello scarico
- Mentre cercavo di pulire il vetro con una soluzione di sapone, l'ho fatto cadere nel lavandino rompendolo.
- 8. Non ho etichettato un pallone. Una settimana dopo, non ho idea di cosa ci sia dentro.
- 9. Mi sono bruciato la mano sulla piastra riscaldante perché non sembrava calda!

#### 1. Il primo giorno di laboratorio:

 Firmare documento di avvenuta visione delle norme generali di sicurezza nel laboratorio e la liberatoria per l'utilizzo del NMR

Quali sono le cause più comuni di incidenti in laboratorio ?

- 1. scarsa conoscenza
- 2. troppa sicurezza
- 3. incoscienza
- 4. distrazione

FONTI DI PERICOLO	TIPO DI PERICOLO		
manipolazione di reattivi chimici	intossicazioni anche mortali, esplosioni, ustioni e ferite agli occhi, eritemi della pelle, allergie,		
uso di apparecchiature in vetro	esplosioni, ferite da taglio, schegge,		
uso di apparecchiature elettriche	scosse, incendi, ustioni, stato di shock		
uso di strumentazione NMR	Interferisce col funzionamento di impianti medici, pericoloso per soggetti con protesi metalliche		

1. Non entrare nel laboratorio se non è presente il docente						

- 1. Non entrare nel laboratorio se non è presente il docente
- 2. Prepararsi prima di iniziare una esperienza
  - Conoscere i rischi dei reagenti usati e sapere cosa fare in caso di versamento o contatto.
  - Sapere cosa stai facendo e i rischi, che reazione è? È esotermica? Può prendere fuoco? Sviluppa dei gas?
  - Informare il docente di possibili allergie



















Frasi H/P

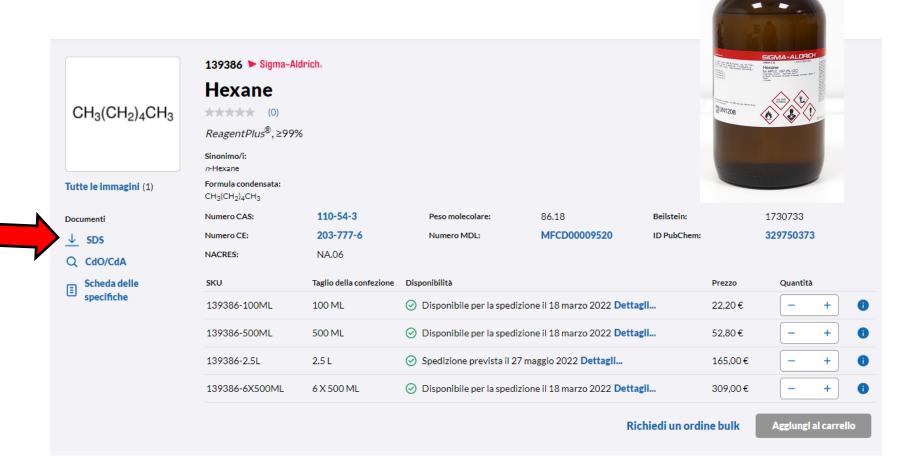


# CAS 110-54-3

Il numero **CAS** è un identificativo numerico che individua in maniera univoca una sostanza chimica. Il Chemical Abstract Service (CAS), una divisione della American Chemical Society, assegna questi identificativi ad ogni sostanza chimica descritta in letteratura. Attualmente oltre 30 milioni di composti hanno ricevuto un numero CAS e circa 7000 vengono aggiunti ogni giorno. La maggior parte dei database chimici permettono di fare ricerche in base al numero CAS.

# Codice del venditore 139386

# https://www.sigmaaldrich.com/IT/it

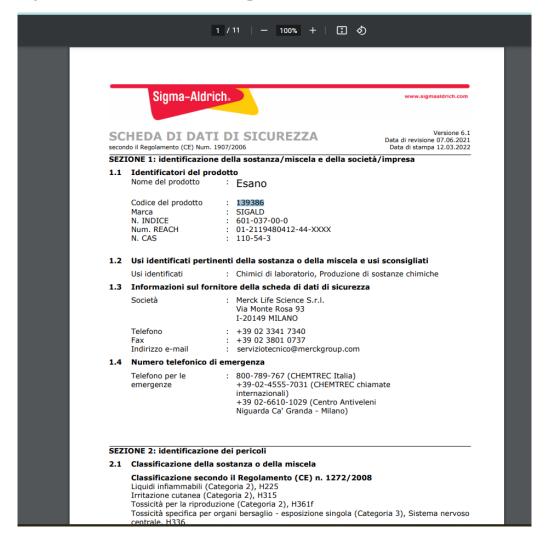


https://www.sigmaaldrich.com/IT/it Scheda di sicurezza (SDS) CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>4</sub>CH<sub>3</sub> 139386 Italiano - IT English - EN Español - ES Tutte le immagini (1) Português - PT 1730733 Documenti 329750373 SDS Q CdO/CdA Scheda delle SKU Taglio della confezione Disponibilità Prezzo Quantità O Disponibile per la spedizione il 18 marzo 2022 Dettagli... 139386-100ML 100 ML 22,20€ 139386-500ML 500 ML Disponibile per la spedizione il 18 marzo 2022 Dettagli... 52,80 € 139386-2.5L 2.5 L Spedizione prevista il 27 maggio 2022 Dettagli... 165.00 € 139386-6X500ML 6 X 500 ML Disponibile per la spedizione il 18 marzo 2022 Dettagli... 309.00€

Richiedi un ordine bulk

Aggiungi al carrello

# https://www.sigmaaldrich.com/IT/it





- 3. In laboratorio indossare in ogni momento
  - OCCHIALI e CAMICE

gli occhiali da vista forniscono una protezione, ma non completa come gli appositi occhiali da laboratorio.

- 4. Inoltre: Portare scarpe chiuse, **Evitare l'uso di lenti a contatto**, chi porta i capelli lunghi cerchi di raccoglierli
- 5. Conoscere la posizione delle uscite di sicurezza, dei dispositivi antincendio e il loro uso, le docce, ...
- 6. Usare **GUANTI** per manipolare le sostanze chimiche
- 7. Non toccare con i guanti superficie con le quali tutti vengono normalmente a contatto (maniglie delle porte, tastiere di computer) Non toccatevi il viso con i guanti

#### **10. Non ingerire o annusare** nessuna sostanza

- 11. Prima di eseguire azione pericolose, avvertire a chi lavora nelle vicinanze
- 12. Tenere **pulito e in ordine** il proprio banco di lavoro e la cappa
- 13. Non si può bere, fumare o mangiare in laboratorio



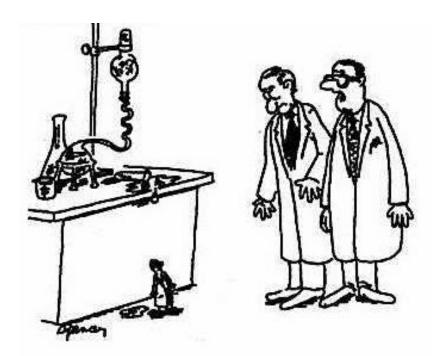


**8. Lavorare sotto cappa.** Prima domanda: è accesa??



We want to avoid this.

9. Non cambiare le procedure ne eseguire sperimenti non autorizzati



I suspect there's been a breakthrough.

#### **ORDINE**

Alla sera il banco va lasciato completamente in ordine e pulito.

La vetreria, pulita e asciutta, e le soluzioni, in matracci tappati e accuratamente contrassegnati col pennarello da vetro (indicando data di preparazione, contenuto e operatore) vanno chiuse nel proprio armadietto.

Non devono rimanere in giro recipienti con sali o soluzioni che siano privi dell'indicazione del contenuto.

Le bilance e le zone comuni devono essere lasciate pulite.

### **Vetreria**

- 13. Il vetro può rompersi facilmente, non forzare mai le giunture
- 14. Fate attenzione quando usate pipette
- 15. Non usare vetreria danneggiata. Buttarla nel apposito raccoglitore per lo smaltimento di vetreria rotta

## Rischio elettrico

16. Non bagnare ne maneggiare con mani bagnate apparecchiature elettriche

### Smaltimento dei rifiuti

#### 1. Nessun solvente organico o acquoso va buttato nei lavandini

- 2. Per i solventi troverete quattro taniche diverse sotto cappa
  - Solventi organici alogenati.
  - Solventi organici non alogenati
  - Soluzioni acquose acide
  - Soluzioni acquose basiche
- 3. Per i residui solidi contaminati ci sono due speciali contenitori
  - Vetro (vetreria rota, pipette,...)
  - Rifiuti solidi contaminati (guanti, lastrine TLC, filtri di carta usati, carta contaminata ...)
- 4. Residui non contaminati vanno nella pattumiera comune

# **Evaporatore rotante**

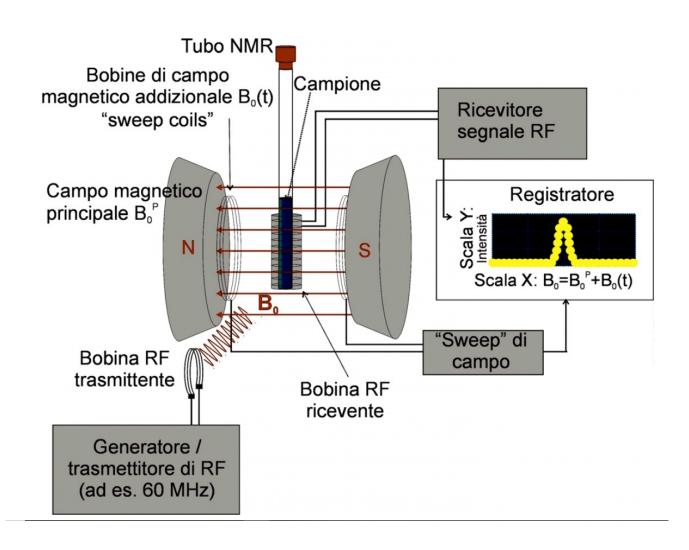
Fonti di pericolo: il vuoto, il bagno riscaldante, le sostanze chimiche

Non riempire il pallone più della metà

Indossare sempre gli occhiali di protezione





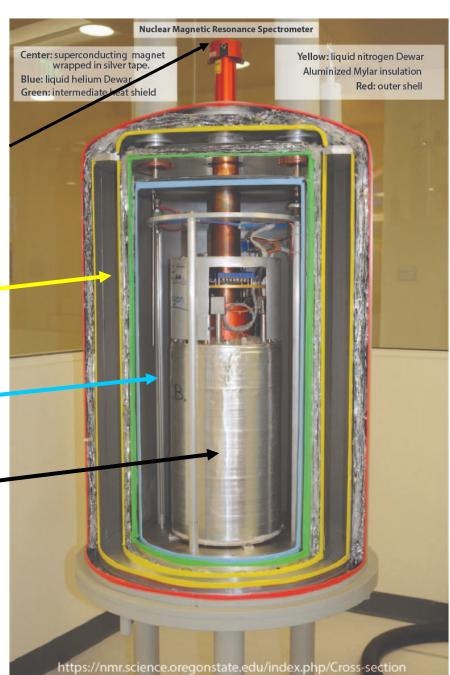


Qui si mette il tubo col campione, un flusso di aria compressa lo mantiene in posizione

Dewar di N2 liquido

Dewar di He liquido

Magnete superconduttore





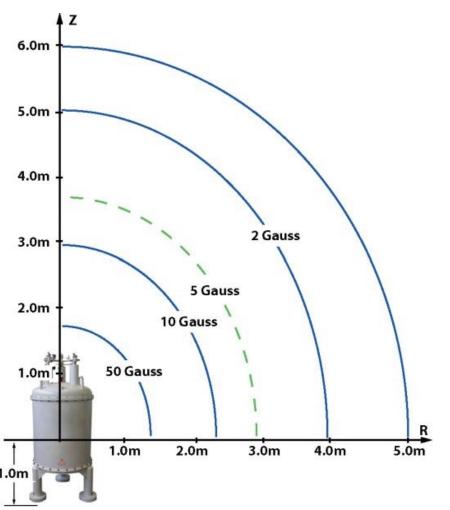
Sarete voi a usare personalmente lo strumento



### Fonti di pericolo

- campo magnetico B0
- Liquidi criogenici

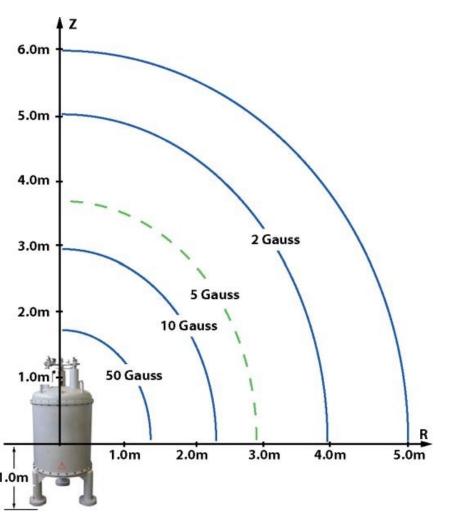
## Sicurezza magnetica



 Il campo magnetico disperso si estende in tutte le direzioni

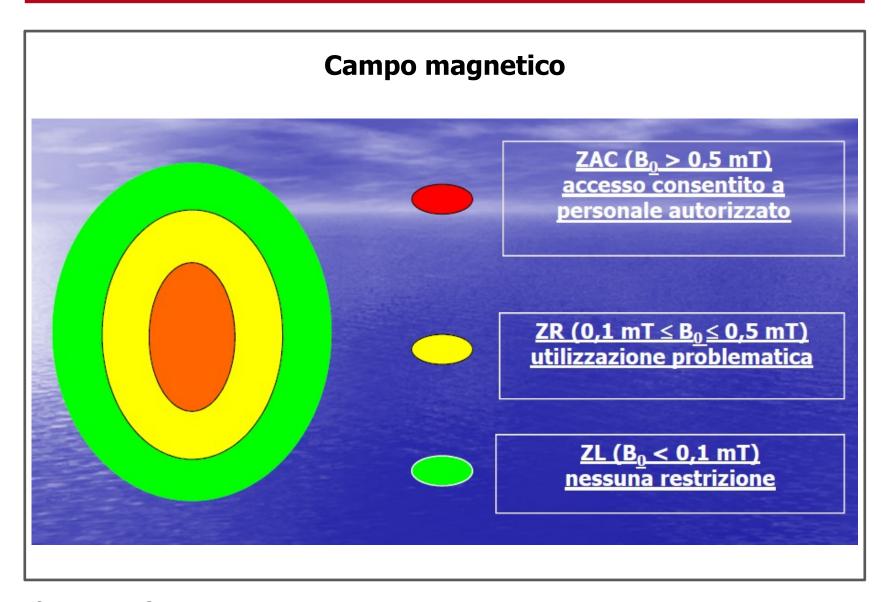
- Il campo magnetico può interferire con dispositivi medici impiantati
- Oggetti di materiali ferromagnetici saranno attirati al magnete con strema forza, danneggiando il magnete e provocando danni fisici a persone

## Sicurezza magnetica



- Il campo magnetico disperso si estende in tutte le direzioni
- Diminuisce all'aumentare della distanza
- Dipende del magnete, più potente il magnete più intenso è il campo magnetico disperso

### Sicurezza magnetica





- La porta d'accesso al laboratorio NMR è tenuta chiusa e dotata di cartelloni che indicano i rischio e il divieto d'accesso a personale non autorizzato
- La zona ZAC è all'interno della sala NMR, è delimitata da barriere fisiche e accessibile soltanto a personale autorizzato



### **Campo magnetico**



La zona ZAC è all'interno della sala NMR

### Liquidi criogenici

#### He liquido

Temperatura -269 °C

Inodore, non infiammabile, no tossico

#### Lesioni da freddo

Sulla pelle provoca lesioni simili a bruciature

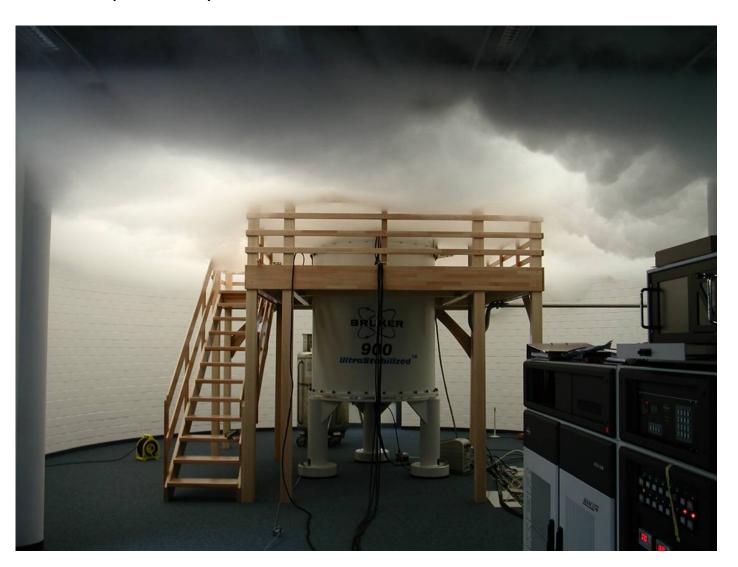
#### **Soffocamento**

**QUENCH** 

### **QUENCH**

Evaporazione improvvisa di tutto il liquido criogenico dovuta a un aumento della temperatura o alla perdita del vuoto

http://www.youtube.com/watch?v=nBVHnZ8tru0



#### **QUENCH**

Evaporazione improvvisa di tutto il liquido criogenico dovuta a un aumento della temperatura o alla perdita del vuoto

#### Pericolo di soffocamento

Ci sono strumenti di misura della concentrazione di ossigeno nella sala NMR

L'evaporazione porta anche ad un aumento della pressione atmosferica interna che può difficoltare l'apertura della porta