



DOCCIA

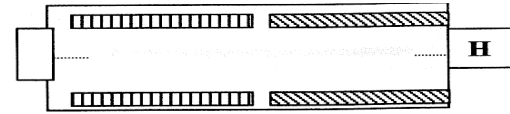
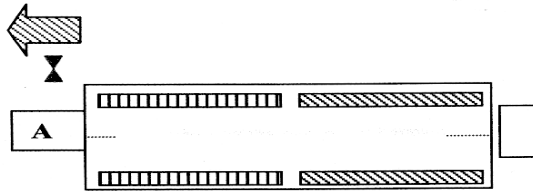


ESTINTORI

SOCCORSO

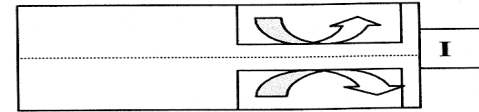
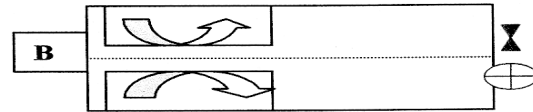


7



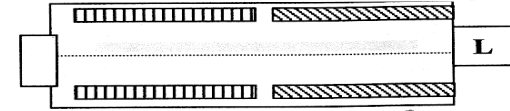
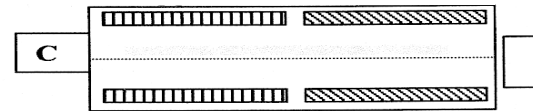
6

8



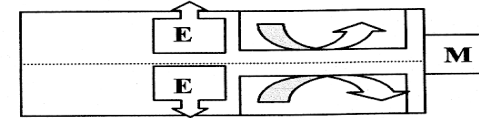
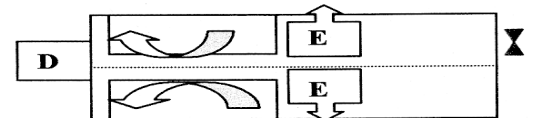
5

9



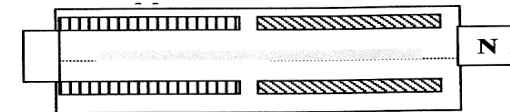
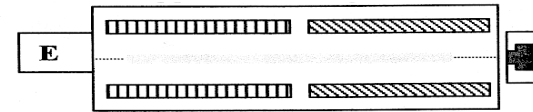
4

10



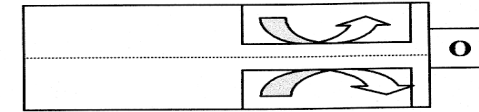
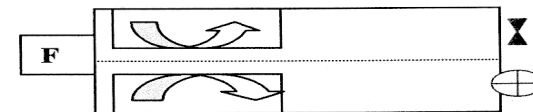
3

11

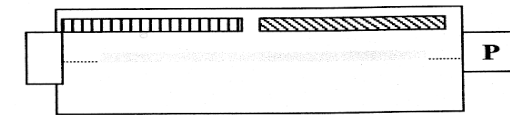
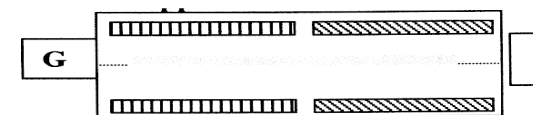


2

12



1



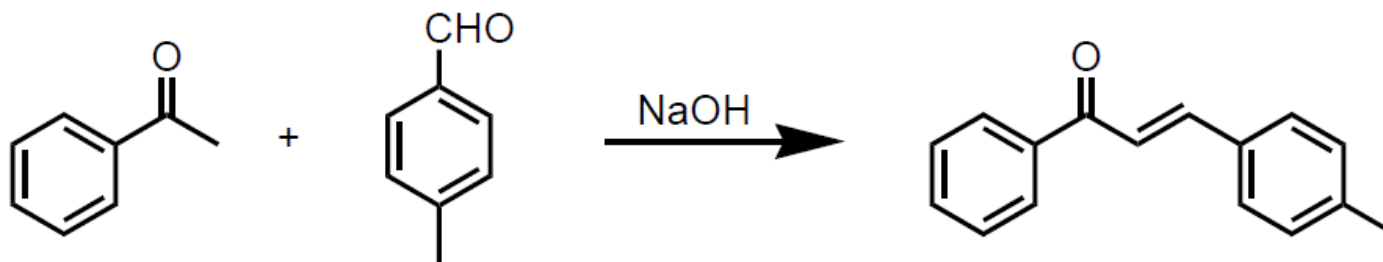
POLARIMET  
RO



Bilancia  
Analitica

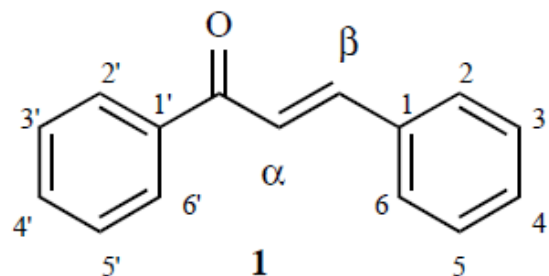
R

## Esperienza 2: Sintesi di calconi in assenza di solvente



1. Sintesi di **calconi**  
composti con diverse attività biologica  
importanti intermedi nella sintesi di flavonoidi
2. Reazione di **condensazione aldolica incrociata**, formazione di legame C-C, chimica di enolati
3. Chimica verde: **reazioni in assenza di solventi** «solvent-free reactions»
4. NMR: doppio legame C=C

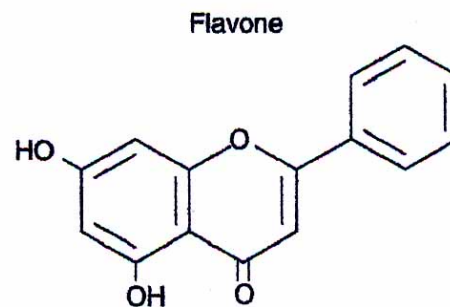
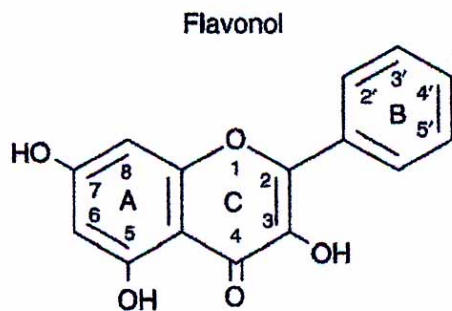
# Calconi e flavonoidi



2,3-diaril-2-propen-1-one

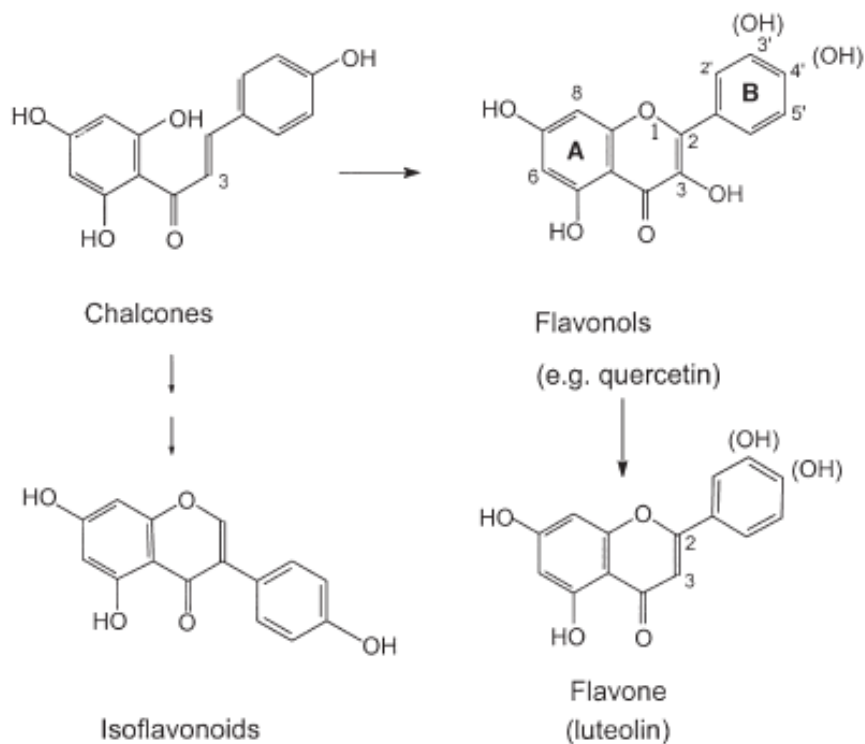
**Calcone**

Appartengono alla famiglia dei **flavonoidi** C6-C3-C6

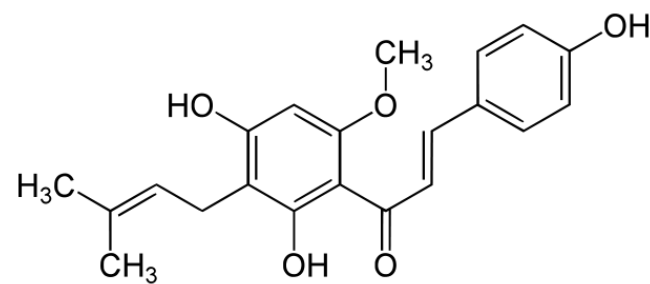


# Calconi e flavonoidi

## Intermedi sintetici

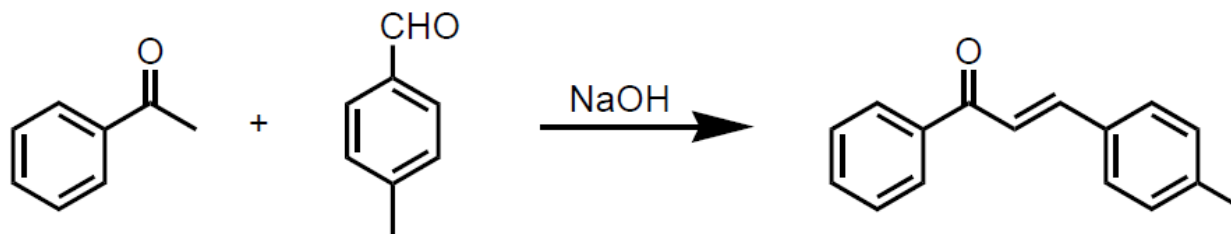


## Antiossidanti



xantumolo

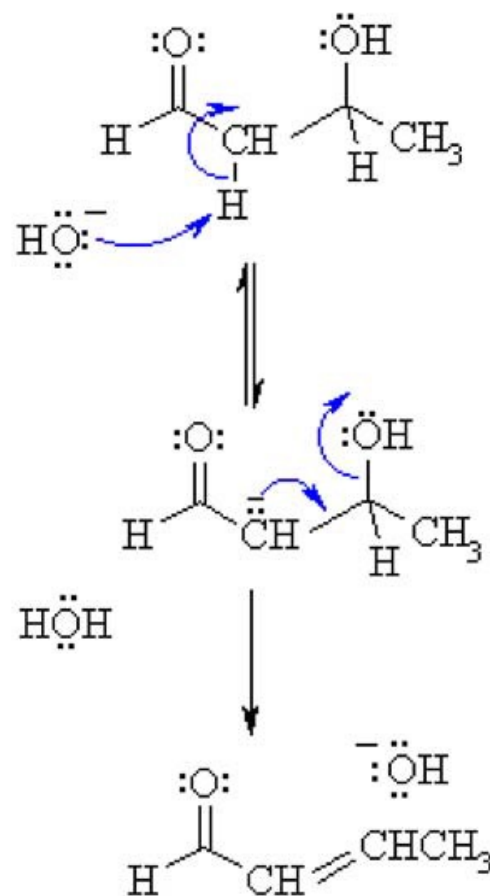
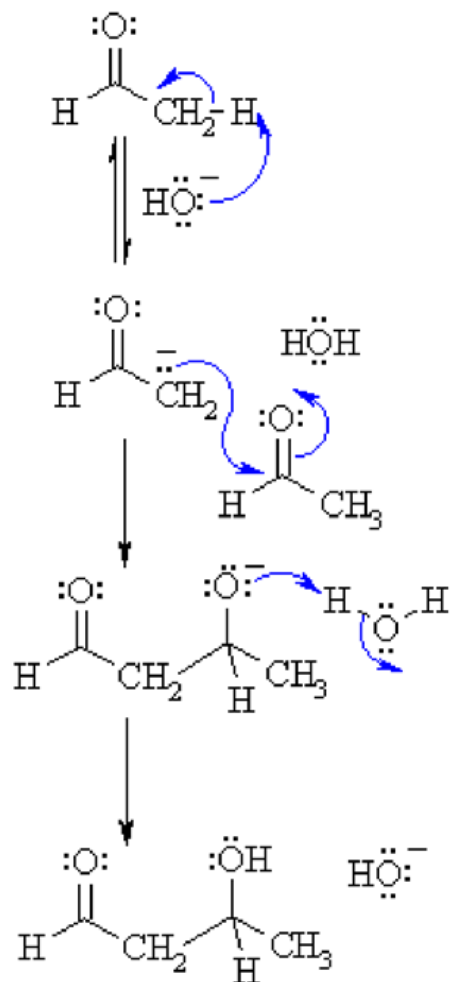
# Sintesi di calconi per condensazione aldolica incrociata



Adizione di un enolato ad un aldeide o chetone seguita da disidratazione

# Sintesi di calconi per condensazione aldolica incrociata

## Meccanismo generale



# Sintesi in assenza di solvente



- In soluzione la reazione richiede refluxo in solvente organico
- Eliminiamo l'utilizzo di solvente organico e risparmiamo energia
- Il composto ottenuto è isolato facilmente perché insolubile in acqua

# Sintesi in assenza di solvente

---



- Macinare per 15 min
- Aggiungere acqua al mortaio e filtrare il solido
- Lavare il solido con acqua e EtOH freddo
- Analisi TLC



## Esperienza 2: reagenti

|                       |                                                                                     |                                                                                                                                                                                                                     |
|-----------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 4-metilbenzaldeide    |    | Nocivo se ingerito. Provoca irritazioni nella pelle e occhi.                                                                                                                                                        |
| acetofenone           |    | Provoca irritazione cutanea, grave irritazione oculare, può irritare le vie respiratorie.                                                                                                                           |
| etanolo               |    | Liquido e vapori facilmente infiammabili. Irritante per gli occhi e a contatto con la pelle                                                                                                                         |
| Acetato di etile      |    | Liquido e vapori facilmente infiammabili. Provoca grave irritazione oculare. Può provocare sonnolenza o vertigini.                                                                                                  |
| Etere di Petrolio     |    | Nocivo se ingerito o inalato, anche al contatto con la pelle. Provoca irritazioni nella pelle e occhi. Altamente infiammabile. I vapori possono provocare uno stato confusionale. Provoca danni all'ambiente.       |
| n-esano               |   | Nocivo se ingerito o inalato, anche al contatto con la pelle. Nocivo per gli organismi acquatici. Infiammabile                                                                                                      |
| Cloruro di metilene   |  | Nocivo se ingerito o inalato, anche al contatto con la pelle. Provoca irritazioni nella pelle e occhi. Possibilità di effetti cancerogeni                                                                           |
| Cloroformio deuterato |  | Possibilità di effetti cancerogeni - prove insufficienti. Nocivo per ingestione. Nocivo: pericolo di gravi danni alla salute in caso di esposizione prolungata per inalazione e ingestione. Irritante per la pelle. |

# Esperienza 2

## Tecniche usate

- MACINAZIONE **PROCEDURA!!!!**
- FILTRAZIONE SOTTO VUOTO
- CRISTALLIZZAZIONE A CALDO
- TLC



\* Cristallizzare da n-esano o etanolo a caldo. Trasferire il solido in un pallone da 250 mL, aggiungere 50 mL di solvente, munire il pallone di ricadere e riscaldare a riflusso. Aggiungere piccole aliquote di solvente (10 mL) alla volta fino a dissoluzione del solido. Lasciare raffreddare il pallone. Eventualmente filtrare il solido sospeso non solubile (il prodotto della addizione di Michael) e trasferire su una beuta il filtrato. Tappare la beuta o il pallone e lasciare sotto cappa. Si decanta la soluzione, si lavano i cristalli con poco solvente a freddo e si secca.

## Osservazioni generali

- foto (o copia) prima pagina + numero del gruppo
- scrivere in modo leggibile !!
- non usare mattita e poi la penna
- Titolo: nome + codice (p.e. LP-gruppoX-esp1) + data dell'esperimento

il nome viene poi usato per dare un nome agli spettri (p.e. LP-gruppoX-esp1-NMR)

- Schema di reazione (strutture di reagenti e prodotti)

schematico – il meccanismo dettagliato viene dato dopo

- Dare titoli alle varie paragrafi e evidenziarli (reazione, tabella, meccanismo etc)
- Tabella: aggiungere una colonna con le indicazioni di rischio e sicurezza  
bastano i numeri (nel quaderno si può incollare una pagina con il significato)  
nella tabella si può anche aggiungere l'origine dei reagenti (Sigma, Across, sintesi)

- procedura sperimentale

non ripetere la procedura 2 volte (quella del manuale e quella fatta in laboratorio)

bisogna essere molto sintetico. Descrizione punto per punto.

disegni di attrezzatura solo se sono particolari. Al limite si possono aggiungere alla fine del quaderno e fare un riferimento.

non usare il tempo reale, ma il tempo percorso dopo l'inizio dell' esperimento

- risultati (& discussione)

descrizione sintetico dei risultati ottenuti

stato fisico del prodotto (solido/liquido, colore) + resa + punto di fusione

TLC        indicare cosa rappresentano le corsie

non serve mostrare il calcolo. sull'disegno indicare le distanze e al fianco mettere i valori di  $R_f$ .

non esagerare con i numeri significativi (di solito 2, con macchie grosse 1)

characterization data (NMR, IR, GC in tables)

## TABELLA NMR

(CDCl<sub>3</sub>, 200 MHz)

| segnale               | δ (ppm)                 | molteplicità                                                                | J (Hz)                 | integrale | gruppo |
|-----------------------|-------------------------|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------|-----------|--------|
| 1.<br>(ordine<br>ppm) | 8,45<br>(2<br>decimali) | s:singoletta<br>d:doppietta<br>t:tripletta<br>q:quartetta<br>m:multipl<br>a | 1.8<br>(1<br>decimale) | 0.9 (1)   | CH     |

gruppo : conviene inserire la struttura del prodotto e numerare i protoni  
anche segnali di impurezze vengono indicate

## TABELLA IR

(KBr, FT-IR)

| picco                                 | $\nu$ (cm <sup>-1</sup> ) | intensità                         | tipo                                           | legame |
|---------------------------------------|---------------------------|-----------------------------------|------------------------------------------------|--------|
| 1.<br>(ordine<br>lunghezza<br>d'onda) | 1653<br>(0<br>decimali)   | s: strong<br>m: medium<br>w: weak | stretch,<br>bend in plane<br>bend out of plane | C=O    |

## TABELLA GC-MS

condizioni cromatografiche (colonna, T gradient etc)

| picco                                  | Tempo di ritenzione (min) | Massa osservata   |
|----------------------------------------|---------------------------|-------------------|
| 1.<br>(in base al tempo di ritenzione) | 6,47                      | Tutti i frammenti |

- discussione

segue la parte finale - molto importante nella quale viene discusso il risultato ottenuto

resa ?

identità del prodotto ? C'è stato una trasformazione ? Quali sono i dati che la confermano? Su che base viene confermato che si è formato il prodotto desiderato ? (riguardare i risultati ottenuti e indicare/discutere i segnali principali)

purezza del prodotto ? Ci sono impurezze / sotto-prodotti ?

Osservazioni generali / suggerimenti per migliorare ?