

CORSO DI LAUREA MAGISTRALE A CICLO UNICO IN FARMACIA

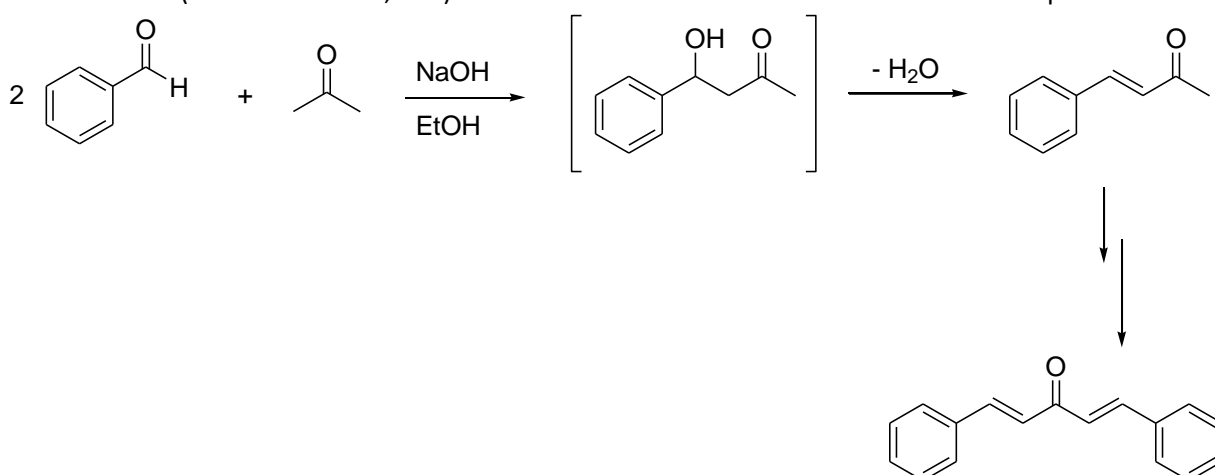
CHIMICA ORGANICA - LABORATORIO
 Esercitazione n° 4

Condensazione aldolica incrociata fra benzaldeide ed acetone

Scopo dell'esperienza: sintetizzare il dibenzalacetone (trans, trans-1,5-difenil-1,4-pentadien-3-one) mediante condensazione aldolica tra acetone e benzaldeide.

Teoria

La condensazione aldolica incrociata è la reazione di un composto carbonilico con l'enolo o l'enolato di un altro composto carbonilico. In questo caso i composti carbonilici sono benzaldeide ed acetone in rapporto 2:1 e la reazione procede con catalisi basica. La benzaldeide non possiede idrogeni α , non forma enolati e non può autocondensare, mentre l'equilibrio di autocondensazione dell'acetone è sfavorevole, quindi la reazione conduce direttamente al prodotto di doppia condensazione e disidratazione: 1,5-difenil-1,4-pentadien-3-one (dibenzalacetone, dba). Si forma lo stereoisomero termodinamicamente più stabile.



Il dibenzalacetone così ottenuto è un solido giallino, usato negli schermi solari

Reagenti:

	mmol	Densità	PM	Massa	volume
acetone	14				
benzaldeide	30				
Etanolo 95%					25 mL
NaOH aq 10%					30 mL

Materiale occorrente	
Beuta da 250 mL	Ancoretta magnetica
Pinza	Lastre cromatografiche di gel di silice
Sostegno	Capillari per cromatografia
Piastra riscaldante	Vaschetta per cromatografia
Pipetta da 10 mL	1 righello
Cilindro da 50 mL	1 matita
Pallone da 10 mL	Acetato di etile
Carta da filtro	Etanolo
Imbuto di Buckner	Vaschetta cromatografica
Beuta codata	Occhiali di protezione
Anello di Guko	Lampada UV
Vetrino da orologio	Ghiaccio

ESECUZIONE

Calcolare i volumi di benzaldeide ed acetone da prelevare.

La benzaldeide, l'acetone e l'etanolo sono posti in una beuta da 250 mL a temperatura ambiente. Si pone in agitazione e si aggiunge la soluzione di NaOH.

il liquido diventa leggermente giallino ma è sempre limpido; dopo poco la soluzione si intorbidisce in giallo chiaro e comincia a formarsi un precipitato flocculento.

Continuare l'agitazione per mezz'ora, tenendo presente che a causa del precipitato il liquido tende ad addensarsi e quindi occorre un agitatore efficiente.

Si controlla il procedere della reazione per TLC (Thin Layer Chromatography). Con un capillare, seminare un punto a tempo zero (prima dell'aggiunta della base), uno dopo 10 minuti e il terzo alla fine della reazione (dopo la filtrazione su imbuto di Büchner). Eluente diclorometano/etere di petrolio 8/2.

Al termine della reazione (circa 30 min) si filtra il solido sotto vuoto su imbuto Buchner. Per eliminare le tracce di benzaldeide e NaOH si lava con etanolo freddo.


Il solido così ottenuto si può eventualmente ricristallizzare trasferendolo in un pallone da 100 mL e risciolgendolo in 9 mL di acetato di etile riscaldando leggermente. Si aggiungono 9 mL di etanolo e si lascia a temperatura ambiente per la formazione dei cristalli.

Seccare e pesare il solido, calcolare la resa di reazione

Misurare il punto di fusione e confrontare con il dato di letteratura (167 °C).

Norme di sicurezza

ACETATO DI ETILE - Elementi dell'etichetta*

Pittogramma	
Avvertenza	Pericolo
Indicazioni di pericolo	H225 Liquido e vapori facilmente infiammabili. H319 Provoca grave irritazione oculare. H336 Può provocare sonnolenza o vertigini.
Consigli di prudenza	P210 Tenere lontano da fonti di calore/scintille/fiamme libere/superfici riscaldate. - Non fumare. P261 Evitare di respirare la polvere/ i fumi/ i gas/ la nebbia/ i vapori/ gli aerosol. P305 + P351 + P338 IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI: sciacquare accuratamente per parecchi minuti. Togliere le eventuali lenti a contatto se è agevole farlo. Continuare a sciacquare
Descrizioni supplementari del rischio	EUH066 L'esposizione ripetuta può provocare secchezza o screpolature della pelle.


*Etichettatura secondo il Regolamento (CE) n. 1272/2008

ESANO - Elementi dell'etichetta*

Pittogramma	
Avvertenza	Pericolo
Indicazioni di pericolo	H225 Liquido e vapori facilmente infiammabili. H304 Può essere letale in caso di ingestione e di penetrazione nelle vie respiratorie. H315 Provoca irritazione cutanea. H336 Può provocare sonnolenza o vertigini. H361f Sospettato di nuocere alla fertilità. H373 Può provocare danni agli organi in caso di esposizione prolungata o ripetuta. H411 Tossico per gli organismi acquatici con effetti di lunga durata.
Consigli di prudenza	P201 Procurarsi istruzioni specifiche prima dell'uso. P210 Tenere lontano da fonti di calore, superfici riscaldate, scintille, fiamme e altre fonti di innesco. Vietato fumare. P273 Non disperdere nell'ambiente. P301 + P310 in caso di ingestione: contattare immediatamente un centro antiveneni o un medico P308 + P313 in caso di esposizione o di possibile esposizione, consultare un medico. P331 NON provocare il vomito.
Descrizioni supplementari del rischio	nessuna


*Etichettatura secondo il Regolamento (CE) n. 1272/2008

ETANOLO - Elementi dell'etichetta*

Pittogramma	
Avvertenza	Pericolo
Indicazioni di pericolo	H225 Liquido e vapori facilmente infiammabili. H319 Provoca grave irritazione oculare.
Consigli di prudenza	P210 Tenere lontano da fonti di calore, superfici riscaldate, scintille, fiamme e altre fonti di innesco. Vietato fumare. P280 Proteggere gli occhi/ il viso.


*Etichettatura secondo il Regolamento (CE) n. 1272/2008

BENZALDEIDE - Elementi dell'etichetta*

Pittogramma	
Avvertenza	Attenzione
Indicazioni di pericolo	H302 Nocivo se ingerito
Consigli di prudenza	nessuno

*Etichettatura secondo il Regolamento (CE) n. 1272/2008

ACETONE - Elementi dell'etichetta*

Pittogramma	
Avvertenza	Pericolo
Indicazioni di pericolo	H225 Liquido e vapori facilmente infiammabili. H319 Provoca grave irritazione oculare. H336 Può provocare sonnolenza o vertigini.
Consigli di prudenza	P210 Tenere lontano da fonti di calore/scintille/ fiamme libere/superfici riscaldate. - Non fumare. P261 Evitare di respirare la polvere/ i fumi/ i gas/ la nebbia/ i vapori/ gli aerosol. P305 + P351 + P338 IN CASO DI CONTATTO CON GLI OCCHI: sciacquare accuratamente per parecchi minuti. Togliere le eventuali lenti a contatto se è agevole farlo. Continuare a sciacquare.
Descrizioni supplementari del rischio	L'esposizione ripetuta può provocare secchezza o screpolature della pelle.

*Etichettatura secondo il Regolamento (CE) n. 1272/2008