

Laboratori de Química Orgànica II

Grup C3 – Curs 2021-2022

Instruccions generals abans de la primera sessió

Benvinguts a l'assignatura de Laboratori de Química Orgànica II, una assignatura essencialment pràctica que s'imparteix en el primer quadrimestre del tercer curs del grau en Química.

En la **primera sessió** (28/09/21; 15:00) desenvoluparem el Seminari 1 a l'aula d'informàtica **E1-PC5**, on aprendrem a utilitzar la ferrament SciFinder per a buscar procediments experimentals de reaccions orgàniques. Per a poder desenvolupar amb èxit aquesta sessió és imprescindible haver-se registrat prèviament en SciFinder (vegeu el document corresponent a l'Aula Virtual).

Així mateix, aquest seminari ens servirà per a introduir l'assignatura, descriure la metodologia de treball que cal seguir i les tasques que s'han de dur a terme, com també els terminis de lliurament.

Pel que fa al **quadernet de laboratori**, s'ha d'imprimir i enquadernar (també es pot grapar, però de cap manera es poden tindre els fulls solts) i cal portar-lo a totes les sessions pràctiques. Per a la primera sessió no és obligatori portar-lo però sí que es recomana perquè ens servirà de guia per introduir l'assignatura.

Laboratori de Química Orgànica II

Horari de sessions

Les pràctiques **no** es duran a terme com figura en el quadernet. S'ha reorganitzat el calendari intentant ajuntar les sessions que corresponen a una mateixa pràctica.

- **28/09/21:**

- **Seminari informàtica** (15:00; aula E1-PC5): Ús de la base de dades SciFinder

- **29/09/21:**

- **Seminari** (15:00; aula F.2.2.): Exposició Pràctica Diels-Alder (**professor**)
- **Laboratori:** Reacció de Diels-Alder. Reactivitat relativa de diens.

- **01/10/21:**

- **Seminari** (15:00; aula F.2.2.): Exposició Pràctica Arrossegament de vapor (**professor**)
- **Laboratori:** Arrossegament de vapor. Aïllament del cinnamaldehyd de la canella.

- **28/10/21:**

- **Seminari** (15:00; aula F.3.1.): Exposició Pràctica Estudi control cinètic i termodinàmic en les reaccions (**Paula**).
- **Laboratori:** Estudi del control cinètic i termodinàmic en les reaccions (part 1).

- **29/10/21:**

- **Laboratori:** Estudi del control cinètic i termodinàmic en les reaccions (part 2).

- **10/11/21:**

- **Seminari** (15:00; aula F.3.1.): Exposició Pràctica Grignard (**Laura i Maria Ferrer**).
- **Laboratori:** Reactius de Grignard. Síntesi de trifenilmetanol (part 1).

- **12/11/21:**
 - **Laboratori:** Reactius de Grignard. Síntesi de trifenilmetanol (part 2).
- **24/11/21:**
 - **Seminari** (15:00; aula F.3.4.): Exposició Pràctica SEAr Part 1 (**Maria Jesús i Merxe**).
 - **Laboratori:** Reaccions de substitució electrofílica aromàtica. Obtenció de *p*-nitroanilina (part 1).
- **25/11/21:**
 - **Seminari** (15:00; aula F.3.4.): Exposició Pràctica SEAr Part 2 (**Javier i Nerea**).
 - **Laboratori:** Reaccions de substitució electrofílica aromàtica. Obtenció de *p*-nitroanilina (part 2).
- **26/11/21:**
 - **Laboratori:** Reaccions de substitució electrofílica aromàtica. Obtenció de *p*-nitroanilina (part 3).
- **15/12/21:**
 - **Seminari** (15:00; aula F.3.4.): Exposició Pràctica Wittig (**Susana i Neus**).
 - **Laboratori:** Reacció de Wittig. Síntesi de l'àcid 4-vinilbenzoic (part 1).
- **17/12/21:**
 - **Seminari** (15:00; aula F.3.4.): Exposició Pràctica Wittig (**Maria Quiles i Cintia**).
 - **Laboratori:** Reacció de Wittig. Síntesi de l'àcid 4-vinilbenzoic (part 2).
- **20/12/21:** Exposició de treballs i seminari RMN (aula per confirmar).
- **21/12/21:** Exàmens (aula per confirmar)

Laboratori de Química Orgànica II

Com registrar-se a SciFinder 2.0

Per a poder aprofitar el seminari de la primera sessió és convenient que vos registreu en SciFinder amb antelació, ja el registre pot tardar bastant temps a completar-se.

IMPORTANT: Tant per poder-se registrar en SciFinder com per a entrar-hi, cal un ordinador connectat a la xarxa de la Universitat de València o utilitzar el [VPN](#) des de casa.

1. Entreu a l'enllaç següent: <https://scifinder.cas.org/registration/index.html?corpKey=111DB49D-86F3-F014-1185-2FDF2CD8AEAE>
2. Faciliteu les dades que es demanen. Cal utilitzar l'adreça electrònica de la Universitat de València.
3. Quan es complete el registre, s'enviarà al correu que hem indicat un enllaç perquè finalitze el procés. Aquest correu pot tardar mitja hora a arribar. Fer *click* en l'enllaç enviat per a finalitzar el registre.

Laboratori de Química Orgànica II

Grup C3

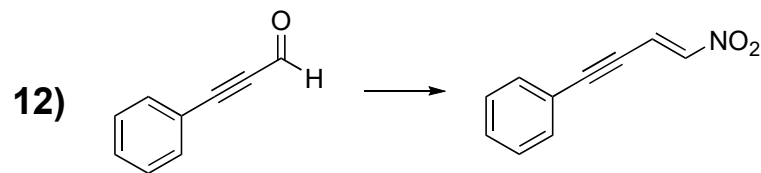
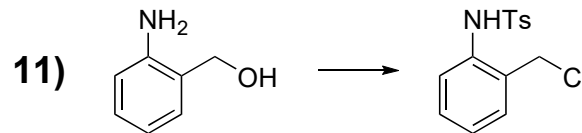
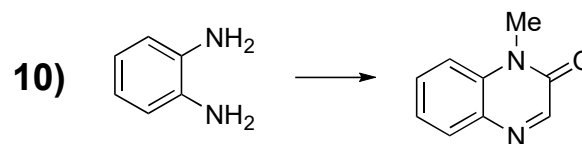
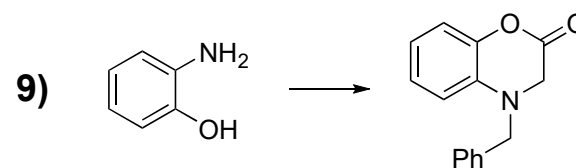
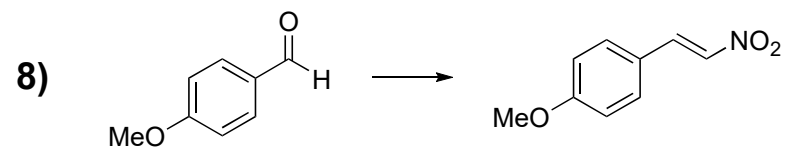
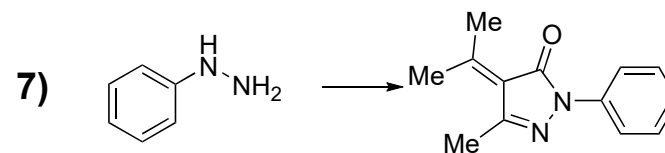
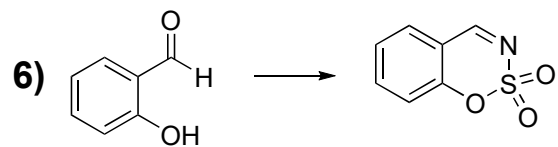
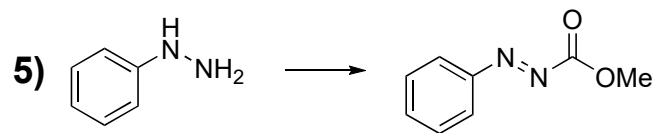
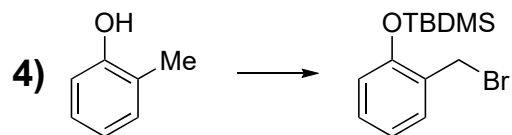
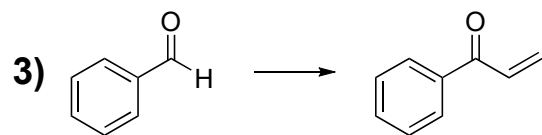
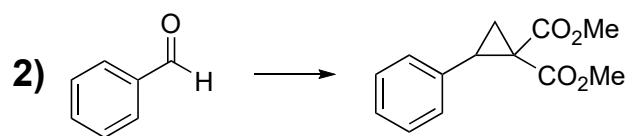
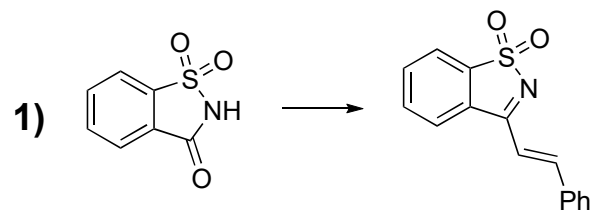
Instruccions per al treball

En aquest document figuren les instruccions per a l'elaboració del treball exposició sobre la cerca bibliogràfica en la plataforma *SciFinder*. En un document separat (que es trobarà disponible a l'Aula Virtual) hi ha el llistat de les reaccions numerades des de l'1 al 12. L'assignació alumne-reacció és per ordre alfabètic.

El treball consisteix en la cerca de les condicions sintètiques per a dur a terme la reacció assignada. La majoria de reaccions consten de més d'una etapa. El treball s'ha d'exposar en un *Power Point*. Temps màxim d'exposició: 5 minuts.

1. **Introducció:** Esquema general de la reacció objectiu i descripció de la transformació que es busca.
2. **Cerca en el SciFinder:** Descripció (acompanyada de captures de pantalla) del procés seguit per a buscar el procediment experimental en una revista científica. Cal indicar el títol de l'article, els autors, el nom de la revista, l'any de publicació, el volum, les pàgines i altres possibles identificadors. També s'ha d'especificar si el procediment es troba descrit en el cos principal de l'article o en la part suplementària.
3. **Descripció del procediment:** Descripció del procediment experimental fent una menció especial al paper de cada reactiu en la reacció.

Llistat de Reaccions



Laboratori de Química Orgànica II

Exposició de les Pràctiques

Cada parella ha d'exposar una de les pràctiques segons com s'assigna a continuació. L'exposició té una durada aproximada d'uns 15 minuts (comptant els dos membres de la parella). Què s'ha s'exposar?

1. Nom de la pràctica, descripció de la reacció, esquema general de la reacció o les reaccions.
2. Mecanisme de la reacció o les reaccions.
3. Procediment experimental.
4. Esquema de separació.

Tot aquest contingut s'ha de repartir de la manera més equitativa possible entre els dos membres de la parella.

Repartiment pràctiques:

- **Parella 1** (Paula i Amush): Estudi del control cinètic i termodinàmic en les reaccions.
- **Parella 2** (Laura i Maria Ferrer): Reactius de Grignard. Síntesi de trifenilmetanol.
- **Parella 3** (Maria Jesús i Maria de las Mercedes): Reaccions de substitució electrofílica aromàtica. Obtenció de la p-nitroanilina. Explicar la reacció de **nitració**.
- **Parella 4** (Javier i Nerea): Reaccions de substitució electrofílica aromàtica. Obtenció de la p-nitroanilina. Explicar la reacció d'**hidròlisi**.
- **Parella 5** (Susana i Neus): Reacció de Wittig. Síntesi de l'àcid 4-vinilbenzoic. Explicar la **bromació radicalària**.

- **Parella 6** (Maria Quiles i Cintia): Reacció de Wittig. Síntesi de l'àcid 4-vinilbenzoic. Explicar la **sal de fosfoni** i la **reacció de Wittig**.

Pràctica ODS. Reacció de Diels-Alder en aigua

Introducció

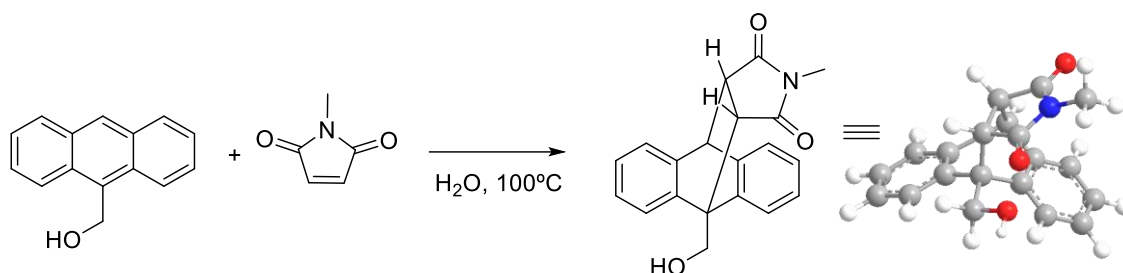
La reacció de Diels-Alder és una reacció amb una economia atòmica excel·lent i és extraordinàriament útil en química orgànica sintètica. Aquesta reacció de cicloadició forma simultàniament dos nous enllaços carboni-carboni i porta a un nou anell insaturat de sis membres, una estructura que es troba en molts productes naturals i molècules amb activitat biològica. La majoria d'exemples d'aquesta reacció es basen en l'ús de benzè, toluè o xilè. A causa de les limitacions de temps dels laboratoris docents, els experiments tradicionals de Diels-Alder impliquen l'ús de reactius extremadament reactius (per exemple, ciclopentadiè o 1,3-butadiè) que requereixen procediments de preparació especialitzats. En canvi, aquesta reacció de Diels-Alder utilitza el 9-antracemetanol com a dienòfil i la *N*-metilmaleïmida com a diè i es pot dur a terme en poc de temps perquè s'hi fa servir aigua com a dissolvent.

Aquesta pràctica es basa en l'acceleració de la velocitat d'aquestes reaccions utilitzant l'aigua com a dissolvent, a causa de l'efecte hidrofòbic. Els compostos orgànics no polars tenen fortes interaccions amb altres compostos orgànics, i interaccions febles amb molècules d'aigua; per tant, els dissolvents no polars, com l'hexà i l'acetat d'etil, no són miscibles en l'aigua i molts dels compostos orgànics tenen una solubilitat limitada a l'aigua. Es produeix l'efecte hidrofòbic perquè les molècules no polars, quan es dissolen en l'aigua, tendeixen a ajuntar-se amb altres molècules no polars gràcies a les seues interaccions favorables. La reacció de Diels-Alder es basa en un contacte estret entre els dos reactius i, si els reactius es forcen junts per evitar interaccions amb aigua, la velocitat de la reacció s'accelera en comparació amb la velocitat de la reacció en dissolvents orgànics. Aquest experiment de laboratori demostra que l'aigua no solament pot servir com a substitut dels dissolvents orgànics, sinó també pot augmentar la velocitat de reacció, de manera que aquesta reacció de Diels-Alder es puga completar en una hora i s'hi puguin utilitzar substrats de partida molt menys reactius que els experiments tradicionals de Diels-Alder.

Objectius

En aquesta pràctica es du a terme la reacció de Diels-Alder de *N*-metilmaleïmida amb el 9-antracemetanol, un diè aromàtic poc reactiu, utilitzant aigua com a dissolvent.

1) Reacció de Diels-Alder entre la N-metilmaleïmida i el 9-antracenetanol



Procediment experimental

Per començar la reacció, es pesen 65 mg del 9-antracemetanol en un matràs de fons redó de 100 mL. S'hi afegeixen 50 mL d'aigua i un agitador magnètic. Després s'afegeixen 104 mg (3 eq) de *N*-metilmaleïmida al matràs de reacció. S'hi posa el refrigerant i es calfa la mescla de reacció a reflux (100 °C) amb agitació, utilitzant un agitador magnètic amb calefacció i un bloc d'alumini de dimensions adequades. Una vegada iniciat el reflux, es manté durant 1 hora (aprofitem l'espera per a completar el quadern de laboratori a més de seguir la reacció per cromatografia de capa fina utilitzant com a eluent una mescla 1:1 hexà:EtOAc). Una vegada acabada la reacció, es deixa que la solució es refrede a temperatura ambient i després es col·loca en un bany de gel durant 10 minuts per completar la cristallització del producte format.

Els cristalls es recullen per filtració al buit utilitzant un embut de Büchner. Uns pocs mil·ligrams del producte es passen a un vial i s'assequen completament en l'estufa de buit per fer-ne l'espectre d'IR i preparar el tub d'RMN de ^1H .¹ La resta del producte es deixa assecar a l'aire durant almenys un dia abans de determinar el punt de fusió i pesar el producte per al càlcul del rendiment.

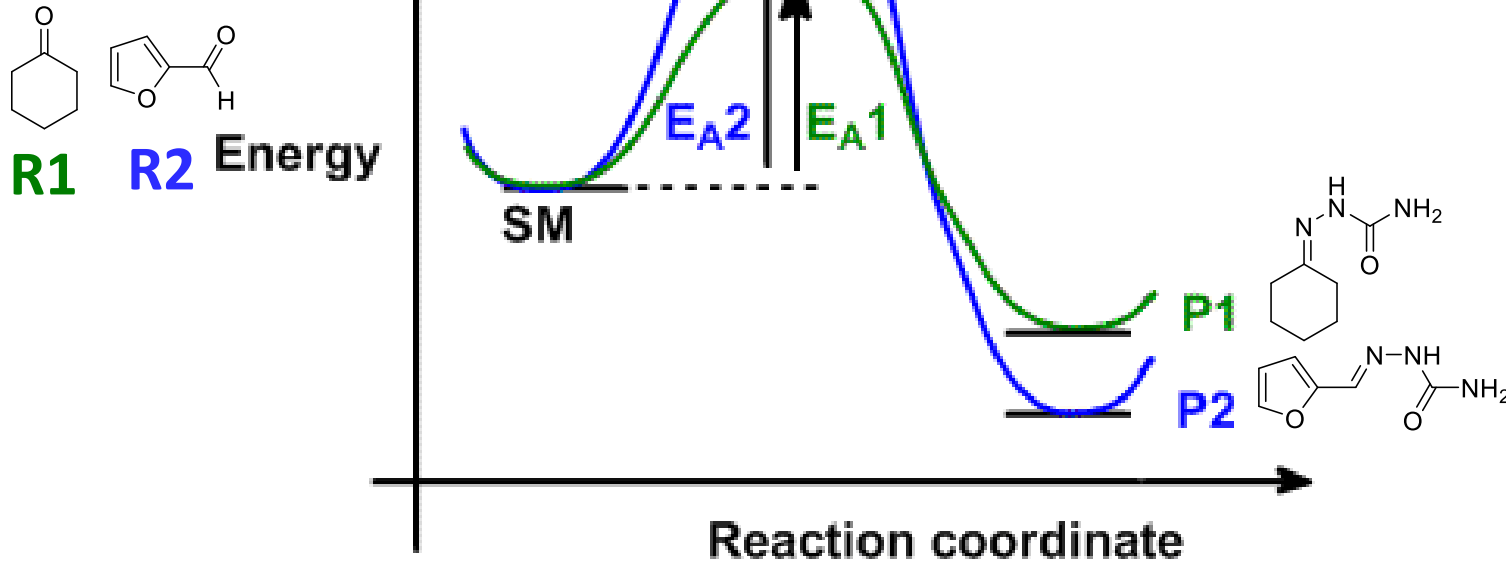
Greener Solutions for the Organic Chemistry Teaching Lab: Exploring the Advantages of Alternative Reaction Media. L. C. McKenzie, L. M. Huffman, J. E. Hutchison, C. E. Rogers, T. E. Goodwin, G. O. Spessard, *J. Chem. Ed.* **2009**, *86*, 488.

¹ Com a norma general per a aquesta pràctica i les que segueixen, totes les parelles han de realitzar l'espectre d'IR dels productes indicats en el quadern. Amb la realització de l'espectre d'RMN de ^1H només es fa referència a la preparació del tub d'RMN. En principi, només una o dues parelles (a indicació del professor o la professora) han de preparar el tub d'RMN per a cada producte que s'indica. Una vegada preparat el tub s'ha de lliurar al docent perquè els tècnics el porten al servei d'espectroscòpia. Una vegada realitzat l'espectre, el docent el processarà i en donarà una còpia a cada parella perquè l'analitzen i el puguin discutir durant la posada en comú dels resultats.

Control cinètic

Temperatures baixes

NO se superen totes les E_a



Les condicions experimentals d'aquesta pràctica fan que a 0 °C només se supere **E_{a1}**

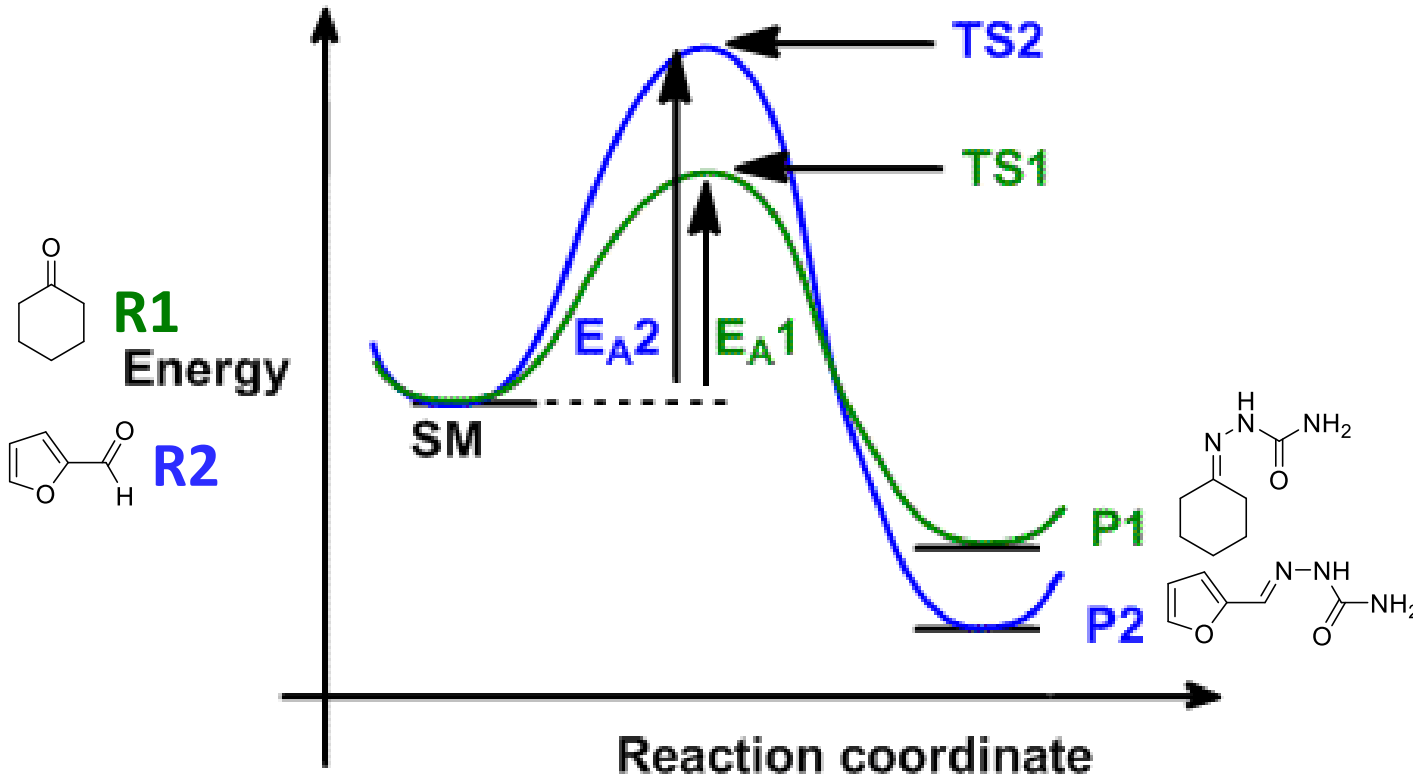
Només és possible arribar a **TS1**

Només és possible obtenir **P1**

Control termodinàmic

Temperatures elevades

Se superen totes les E_a (directes i inverses)



Una manera senzilla de veure-ho:

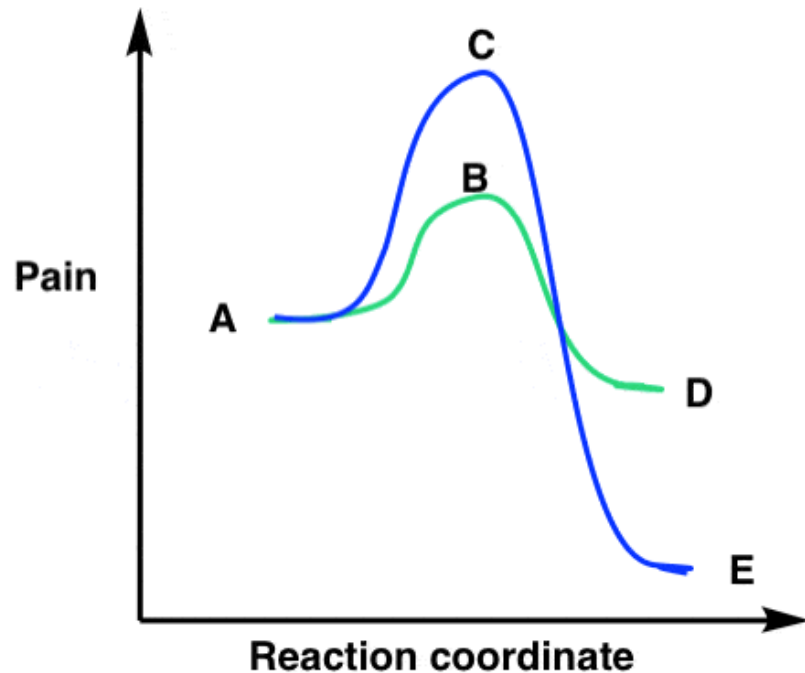
Volta	R1	R2	SC	P1	P2
Dir1	6	4	0	4	6
Inv1	10	8	8	0	2
Dir2	8	2	0	2	8
Inv2	10	4	4	0	6
Dir3	9,5	0,5	0	0,5	9,5
Inv3	10	1	1	0	9
Dirn	-> 10	-> 0	-> 0	-> 0	-> 10

Què passa pas a pas:

1. Tenim 10 mmol de ciclohexanona, 10 mmol de furfural i 10 mmol de semicarbazida
2. Com que estem utilitzant temperatures elevades i E_{a1} i E_{a2} són superades, inicialment la formació de les dues semicarbazones és possible (P1 i P2), però com que P2 és més estable, $[P2] > [P1]$.
3. Una vegada formades, com que les E_a de les reaccions inverses (hidròlisi) també són superades, es poden donar. P1 és més susceptible a la reacció inversa que P2 perquè té menor E_a inversa. La hidròlisi de P1 dona ciclohexanona i semicarbazida, la qual pot reaccionar amb furfural en excés per donar P2. Ara $[P2] \gg [P1]$...

Enginyosa analogia per a entendre el control cinètic o termodinàmic en la vida quotidiana

Reaction coordinate for can opener purchases



Legend (not to scale)



- A: No can opener
- B: Buying a crappy can opener
- C: Buying a premium can opener (painful!)
- D: Owning a crappy can opener
- E: Owning a premium can opener

Conclusions:

1. Al principi (A), la situació és igual perquè no es té cap obridor de llandes.
2. Podem triar dos camins:
 - Comprar el **barat (B)**, que serà menys costós (menor E_a)
 - Comprar el **car (C)**, que costarà més (major E_a).
3. Quin és el resultat (aka el producte)?
 - Comprar el barat requereix menys diners (B), però tindrem un obridor pitjor (D).
 - Comprar el car requereix més diners (C), però tindrem un obridor millor (E).

Laboratori de Química Orgànica II

Grup C3 – Curs 2021-2022

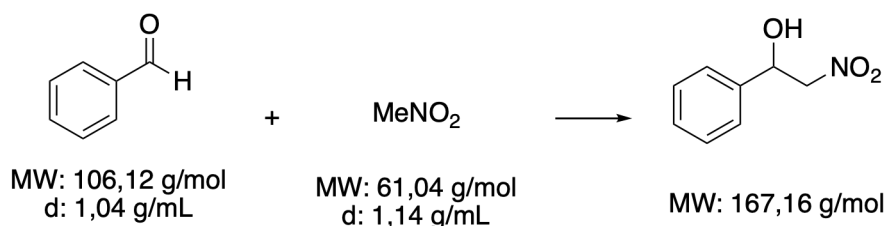
Problemes de rendiments en reaccions orgàniques

1 Relacions estequiomètriques

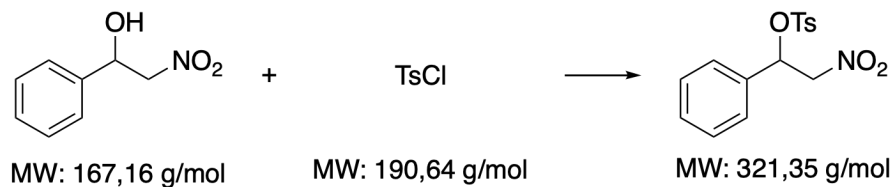
Habitualment, en química orgànica es duen a terme reaccions en què els reactius estan en proporció equimolar, és a dir, hi ha la mateixa quantitat (en mols) de cada substància reactiva. En aquests casos es diu que la relació entre els reactius és estequiomètrica i, en una situació ideal, tots els reactius de partida es consumiran per donar el producte de la reacció.

Els següents problemes plantegen reaccions els reactius de les quals estan el proporció estequiomètrica, situació poc habitual en el laboratori.

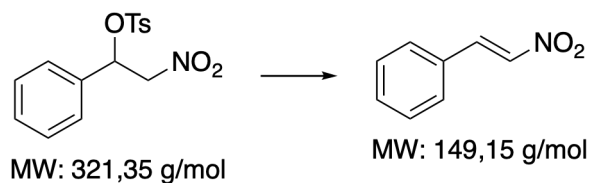
1. Es fan reaccionar 4,08 mL de benzaldehyd amb 2,14 mL de nitrometà en presència d'una base i s'obtenen 6,02 g de 2-nitro-1-feniletanol. Calcula el rendiment de la reacció.



2. La reacció de tosilació del 2-nitro-1-feniletanol amb clorur de tosil en presència d'una base transcorre amb un rendiment del 92%. Calcular quina quantitat de 2-nitro-1-feniletanol cal per a preparar 4,8 g de (2-nitro-1-feniletil)-4-metilbenzensulfonat.



3. La reacció d'eliminació d'àcid *p*-toluensulfònic del (2-nitro-1-feniletil)-4-metilbensulfonat per donar *trans*- β -nitroestirè en presència d'una base permet obtenir 3 g d'aquest últim a partir de 10 g del primer. Calcula el rendiment de la reacció.

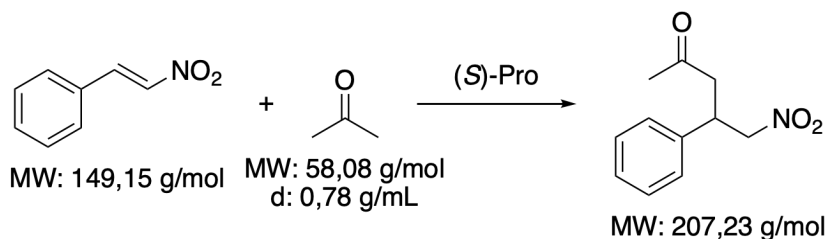


2 Reactiu limitant

En la majoria de casos s'empra una quantitat superestoequiomètrica d'un o més reactius respecte d'un per a aconseguir una major conversió i/o una major velocitat en la transformació. El reactiu que està en defecte molar respecte dels altres s'anomena **reactiu limitant**. Òbviament, el reactiu limitant determina la quantitat de producte màxim que es pot obtenir.

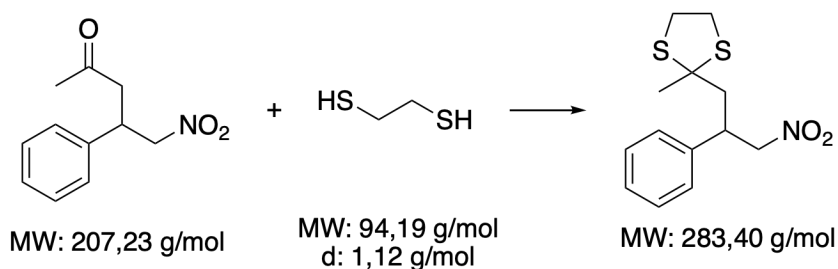
En aquests casos se sol donar el nombre d'equivalents que hi ha del reactiu en excés respecte del limitant. Per exemple, si en una reacció s'utilitzen 2 mols d'A i 5 mols de B, es diu que s'estan gastant 2,5 (5/2) equivalents de B respecte d'A.

4. L'addició d'acetona a *trans*- β -nitroestirè catalitzada per (*S*)-Prolina dona el corresponent producte de Michael amb un rendiment elevat.



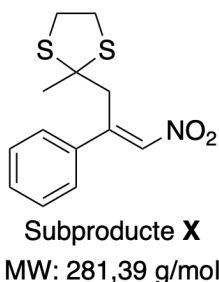
Si es parteix de 50,8 mg de *trans*- β -nitroestirè i s'utilitza 1 mL d'acetona, es demana:

- Quin és el reactiu limitant?
 - Quants equivalents hi ha del reactiu en excés respecte del limitant?
 - Si s'obtenen 50,8 mg de producte, quin ha sigut el rendiment de la reacció?
5. Es desitja eliminar el grup carbonil de cetona del producte que s'ha obtingut en el problema 4. Per això, primerament s'ha de transformar en un tioacetal cíclic amb 1,2-etanotiol. Segons un procediment de la literatura, perquè la reacció transcórrega amb un rendiment elevat s'han d'utilitzar 1,4 equivalents del ditiol.



Si es parteix de 2,3 g del compost carbonílic:

- Quina quantitat d'1,2-etanotiol es necessita?
- Si s'han obtingut 2,8 g de producte, quin ha sigut el rendiment de la reacció?
- Malauradament, en dur a terme l'anàlisi per ressonància magnètica nuclear de ^1H s'observa que el tioacetal no està pur, ja que va acompanyat del subproducte **X**, que es forma per oxidació del primer. La relació molar entre ambdós compostos, segons es desprèn de la RMN de ^1H , és de 1:0,12 (producte desitjat:subproducte **X**). Torna a calcular el rendiment de la reacció si la massa total és de 2,8 g. Quina quantitat de subproducte **X** hi ha?



3 Adaptació de procediments

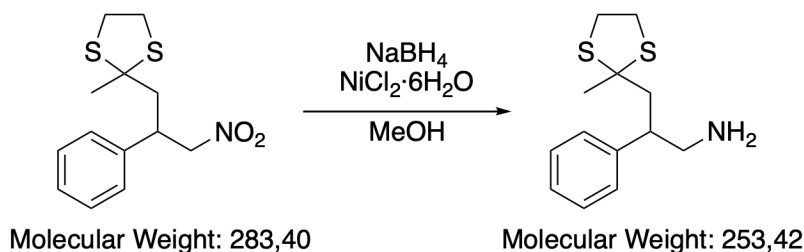
Sovint, quan es pretén dur a terme una transformació concreta, pot ser que aquesta no es trobe descrita exactament en la bibliografia. Quan passa això se sol buscar un procediment per a algun substrat semblant al que es té i s'adapta el procediment.

Quan s'adapta un procediment s'ha de mantindre la mateixa proporció molar entre tots els reactius i la mateixa concentració.

- Abans de procedir la hidrogenòlisi, s'ha de reduir i protegir el grup nitro. Dissortadament no es troba en la bibliografia cap procediment per a dur a terme aquesta transformació i es decideix adaptar-ne un que s'utilitza per a un substrat semblant:

“En un matràs de fons redó de 100 mL s'hi introdueix (2-nitroetil)benzè (4,5 g, 29,8 mmol) i es dissol en MeOH (20 mL). A la dissolució resultant s'hi afegeix $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (1,4 g, 5,96 mmol) i, després de refredar la dissolució 0°C , s'hi afegeix NaBH_4 (1,24 g, 32,8 mmol). La mescla s'agita a temperatura ambient durant 2 h. [...]”

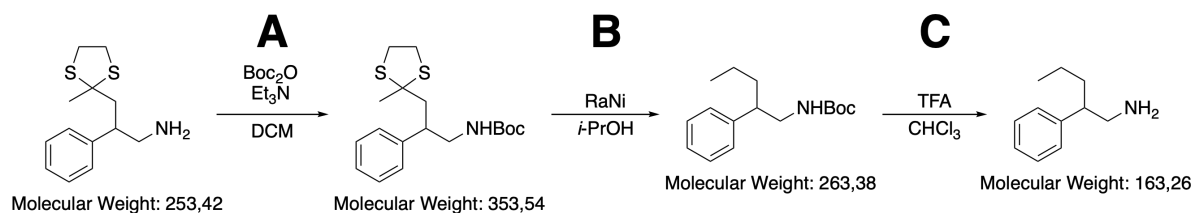
Calcula la quantitat (en massa) de cada compost utilitzat i el volum de MeOH si es volen reduir 15 mmol de tioacetal:



4 Tot en un

7. El darrer pas de la reacció és la hidrogenòlisi del tioacetal amb níquel Raney (RaNi). Però aquest agent reductor no és compatible amb el grup amino lliure i s'ha de protegir com a carbamat. Amb aquesta finalitat es planteja una seqüència sintètica de tres etapes:

- 1) Protecció de l'amina com a *N*-Boc.
- 2) Hidrogenòlisi dels enllaços C-S amb RaNi.
- 3) Desprotecció de l'amina.



Es parteix de 4 g d'amina

- Etapa A: La protecció de l'amina es duu a terme amb anhídrid de Boc en presència de trietilamina. Calcula les quantitats d'anhídrid de Boc (massa) i de trietilamina (volum) que s'han d'utilitzar si hi calen 1,1 i 1,5 equivalents, respectivament. Si, s'han obtingut 4,2 g de l'amina protegida, quin ha sigut el rendiment de la reacció?
- Etapa B: Els 4,2 g d'amina protegida se sotmeten a hidrogenòlisi amb RaNi. Malauradament, s'ha adaptat un procediment i no s'han obtingut els resultats esperats, ja que només un 48% del tioacetal s'ha pogut reduir. Calcula la quantitat de producte s'ha obtingut.
- Etapa C: La tercera i última etapa es duu a terme utilitzant la mescla que s'ha obtingut en l'etapa anterior. Després de la desprotecció, el rendiment de la qual és quantitatiu (100%) s'obté una mescla del producte desitjat i del tioacetal inicial. Calcula quina quantitat (massa) hi ha de cadascun.

Purificació d'una mescla de substàncies orgàniques mitjançant cromatografia de columna

Material, preparació de la mostra i muntatge

Material

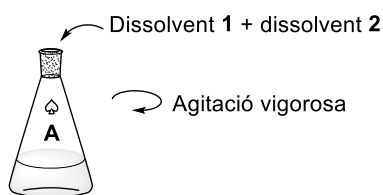
- Columna cromatogràfica
- Un erlenmeyer gran (A) i un erlenmeyer xicotet (B)
- Gel de sílice
- Arena
- Dissolvents orgànics
- La mostra a separar

Preparació de la mostra per adsorció en gel de sílice

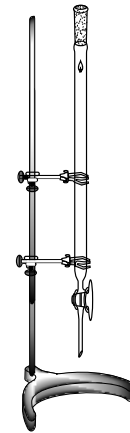
1. Dissoleu la mostra en un dissolvent que tinga una temperatura d'ebullició baixa (diclorometà o acetona).
2. Afegiu-hi una cullerada xicoteta de gel de sílice.
3. Agiteu.
4. Deixeu evaporar el dissolvent completament. S'ha d'obtenir una pols fina d'aspecte anàleg al gel de sílice pur.

Muntatge de la columna cromatogràfica

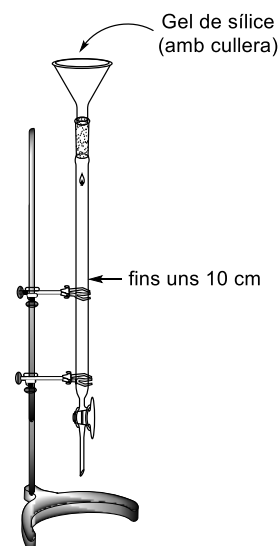
1. Prepareu la mescla de dissolvents que servirà d'eluent de la columna en l'erlenmeyer A. Agiteu vigorosament per a assegurar una bona mescla.



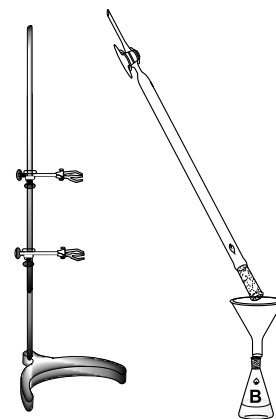
2. Subjecteu la columna amb dues pinces i un peu, de manera que estiga completament perpendicular a la vitrina.



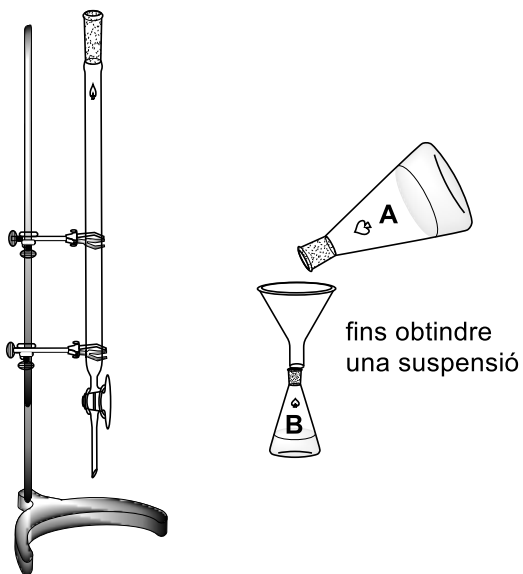
3. Afegiu-hi el gel de sílice, amb l'ajuda d'un embut de sòlids, fins a omplir 10 cm.



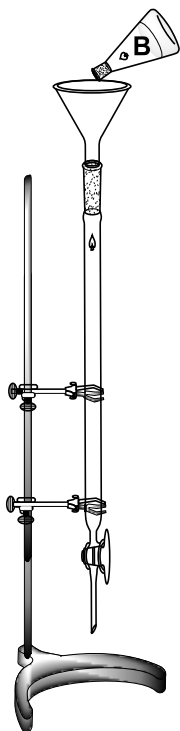
4. Transvaseu a un erlenmeyer xicotet (B) el gel de sílice de la columna.



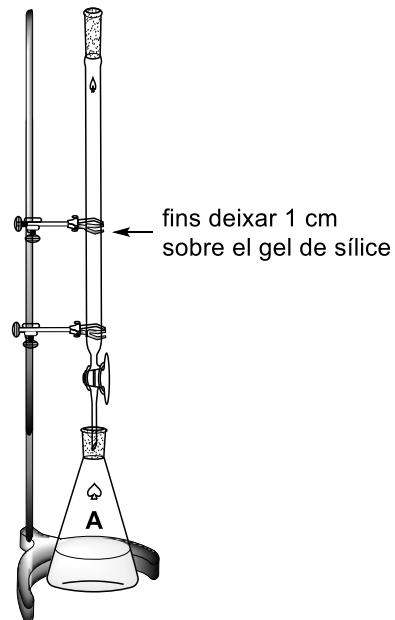
5. Afegiu-hi a poc a poc eluent fins que el gel de sílice estiga totalment suspès en forma d'una pasta espessa.



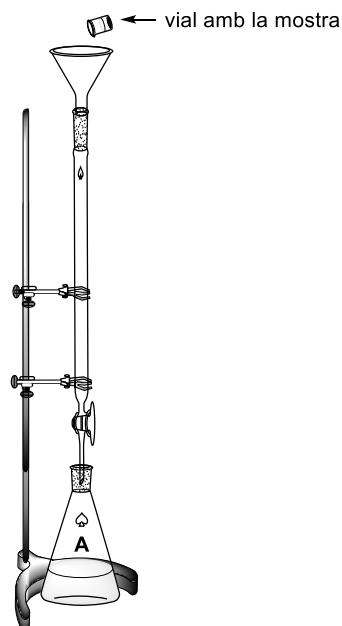
6. Afegiu a la columna el gel de sílice humit amb l'eluent fent servir un embut de sòlids. Amb un poc més d'eluent, recolliu el gel de sílice que queda a l'erenmeyer i també a les parets de la columna. Utilitzeu la mínima quantitat d'eluent possible.



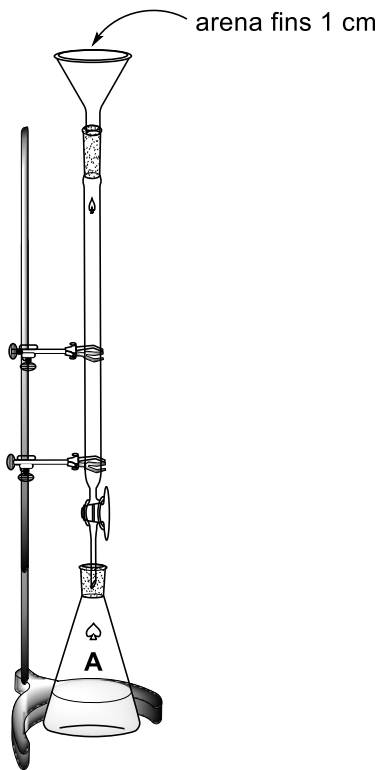
7. Disposeu l'erenmeyer gran amb l'eluent davall de la columna i obriu la clau. Començarà a gotejar l'eluent. S'ha de tancar la clau quan l'eluent estiga aproximadament a 1 cm del gel de sílice.



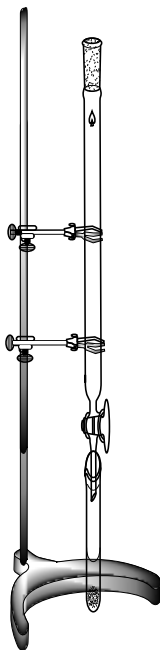
8. Introduïu la mostra a separar (prèviament adsorbida en gel de sílice) en la columna amb l'ajuda d'un embut de sòlids. Utilitzeu la mínima quantitat d'eluent per a fer baixar les restes que puguin haver quedat a les parets.



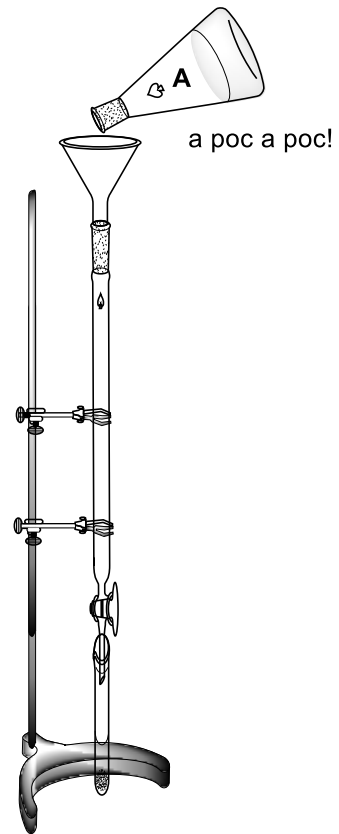
9. Afegiu-hi arena (amb l'ajuda d'un embut de sòlids) fins a 1 cm aproximadament. Obriu la clau i recolliu l'eluent que goteja a l'erlenmeyer que conté la resta de l'eluent.



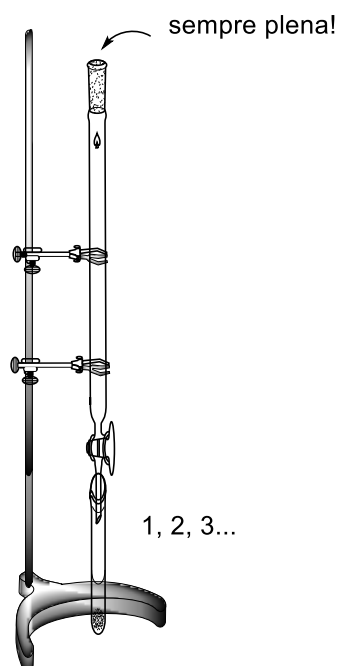
10. Quan l'eluent haja arribat al nivell de l'arena, tanqueu la clau i disposeu el primer tub d'assaig davall de la columna.



11. Introduïu-hi l'eluent a poc a poc sense trencar la capa protectora de l'arena.



12. En aquest moment s'han d'anar arreplegant fraccions amb els tubs d'assaig. Quan el primer estiga ple, es canvia pel segon i així successivament. Procureu mantenir la columna sempre plena d'eluent perquè així la velocitat de degoteig serà major.



Laboratori de Química Orgànica II

Treball de no assistència a la Pràctica:

Reacció de Diels-Alder. Reactivitat relativa de diens

NOTA: degut a la situació sanitària derivada de la COVID-19 és habitual que es donen casos de no poder assistir a una sessió pràctica. Així mateix, és quasi impossible reorganitzar el calendari per a recuperar les sessions. Per a suplir-ho, cal que l'estudiant que no haja assistit **justificadament** conteste a les següents qüestions **a ordinador** i que les pugi a l'Aula Virtual a la tasca de la pràctica que corresponga. S'ha de tindre en compte que la intenció d'aquest treball és suplir 4 h de cada sessió.

1. Descriu **amb tot detall** què hagueres fet per dur a terme la pràctica des que entres al laboratori fins que n'ixes (un mínim 1500 paraules per cada sessió; total, 4500 paraules). Serveix-te d'algun llibre de tècniques experimentals.
2. Troba, fent servir la base de dades SciFinder, tres articles diferents posteriors a l'any 2015 on hi haja descrita una reacció de Diels-Alder (o una altra del tipus [4+2]) tant en el cos principal de l'article com en la part suplementària. Fes un comentari de cada reacció.
3. Com pots llegir al procediment experimental, els temps que cal deixar les dues reaccions per a obtenir el producte està establert. En el cas de la reacció de DA amb el ciclopentadié són uns 15 minuts a temperatura ambient i en el cas de l'antracé són 30 minuts a reflux de xilé. Si no disposares d'aquestes dades de temps, suggereix almenys dos mètodes per a monitoritzar l'avanç de les reaccions. Explica'ls amb detall.
4. Explica i exemplifica què és una reacció de Diels-Alder amb demanda electrònica inversa i exposa les diferències amb la reacció de Diels-Alder amb demanda electrònica normal.

Laboratori de Química Orgànica II

Treball de no assistència a la Pràctica:

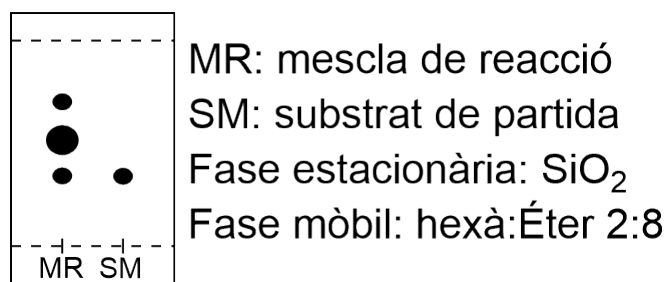
Reaccions de substitució electrofílica aromàtica.

Obtenció de *p*-nitroanilina

NOTA: L'estudiant que no haja assistit **justificadament** cal que conteste les següents qüestions **a ordinador** i ha de pujar-les a l'Aula Virtual a la tasca de la pràctica que corresponga. S'ha de tindre en compte que la intenció d'aquest treball és suplir 4 h de cada sessió.

1. Descriu **amb tot detall** què hagueres fet per dur a terme la pràctica des que entres al laboratori fins que n'ixes (un mínim 1500 paraules per cada sessió; total, 4500 paraules). Serveix-te d'algun llibre de tècniques experimentals.
2. Troba, fent servir la base de dades SciFinder, **un** article posterior al 2015 on hi haja descrita una reacció de substitució electrofílica aromàtica, tant en el cos principal de l'article com en la part suplementària. Fes un comentari de la reacció.
3. Com pots llegir al procediment experimental, els temps que cal deixar les dues reaccions per a obtindre el producte està establert. Si no disposares d'aquestes dades de temps, suggereix almenys dos mètodes per a monitoritzar l'avanç de les reaccions. Explica'ls amb detall.

4. Observa amb deteniment la següent cromatografia de capa fina (CCF) d'una reacció hipotètica i contesta les preguntes que segueixen raonant adequadament la resposta.



- a) Dibuixa l'aspecte que tindria una CCF de les mateixes mostres però utilitzant com a fase mòbil una mescla d'hexà:Éter 5:5.
- b) Si s'ha separat la mescla de reacció mitjançant cromatografia de columna, dibuixa una CCF de les fraccions que has obtingut si:
- La separació ha sigut satisfactòria.
 - La separació **NO** ha sigut satisfactòria.

Laboratori de Química Orgànica II

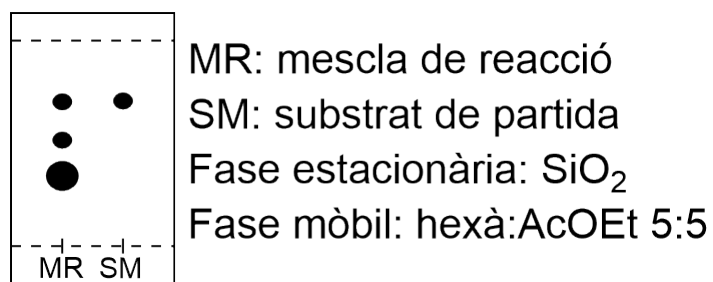
Treball de no assistència a la Pràctica:

Reacció de Wittig. Síntesi de l'àcid 4-vinilbenzoic

NOTA: degut a la situació sanitària derivada de la COVID-19 és habitual que es donen casos de no poder assistir a una sessió pràctica. Així mateix, és quasi impossible reorganitzar el calendari per a recuperar les sessions. Per a suplir-ho, cal que l'estudiant que no haja assistit **justificadament** conteste a les següents qüestions **a ordinador** i que les pugi a l'Aula Virtual a la tasca de la pràctica que corresponga. S'ha de tindre en compte que la intenció d'aquest treball és suplir 4 h de cada sessió.

1. Descriu **amb tot detall** què hagueres fet per dur a terme la pràctica des que entres al laboratori fins que n'ixes (un mínim 1500 paraules per cada sessió; total, 4500 paraules). Serveix-te d'algun llibre de tècniques experimentals.
2. Troba, fent servir la base de dades SciFinder, **tres** articles diferents posteriors a l'any 2015 on hi haja descrita una reacció de Wittig tant en el cos principal de l'article com en la part suplementària. Fes un comentari de cada reacció.
3. Com pots llegir al procediment experimental, els temps que cal deixar les dues reaccions per a obtenir el producte està establert. Si no disposares d'aquestes dades de temps, suggereix almenys dos mètodes per a monitoritzar l'avanç de les reaccions. Explica'ls amb detall.
4. Descriu més ilurs estabilitzats per heteroàtom que conegues. Explica els seus modes de reactivitat i compara'l amb els ilurs de fòsfor.

5. Observa amb deteniment la següent cromatografia de capa fina (CCF) d'una reacció hipotètica i contesta les preguntes que segueixen raonant adequadament la resposta.



- a) Identifica el **producte** de la reacció, sabent que és el compost més polar.
- b) Discuteix si s'ha consumit tot el substrat de partida de la reacció.
- c) Dibuixa l'aspecte que tindria una CCF de les mateixes mostres però utilitzant com a fase mòbil una mescla d'hexà:AcOEt 2:8.
- d) Si s'ha separat la mescla de reacció mitjançant cromatografia de columna, dibuixa una TLC de les fraccions que has obtingut si:
- La separació ha sigut satisfactòria.
 - La separació **NO** ha sigut satisfactòria.

Laboratori de Química Orgànica II

Treball de no assistència a la Pràctica:

Reactius de Grignard. Síntesi de trifenilmetanol

NOTA: degut a la situació sanitària derivada de la COVID-19 és habitual que es donen casos de no poder assistir a una sessió pràctica. Així mateix, és quasi impossible reorganitzar el calendari per a recuperar les sessions. Per a suplir-ho, cal que l'estudiant que no haja assistit **justificadament** conteste a les següents qüestions **a ordinador** i que les pugi a l'Aula Virtual a la tasca de la pràctica que corresponga. S'ha de tindre en compte que la intenció d'aquest treball és suplir 4 h de cada sessió.

1. Descriu **amb tot detall** què hagueres fet per dur a terme la pràctica des que entres al laboratori fins que n'ixes (un mínim 1500 paraules per cada sessió; total, 4500 paraules). Serveix-te d'algun llibre de tècniques experimentals.
2. Troba, fent servir la base de dades SciFinder, tres articles diferents posteriors a l'any 2015 on hi haja descrita una reacció de Grignard ja siga al cos principal de l'article o a la part suplementària. Fes un comentari de cada reacció.
3. Com pots llegir al procediment experimental, els temps que cal deixar les dues reaccions per a obtenir el producte està establert. Si no disposares d'aquestes dades de temps, suggereix almenys dos mètodes per a monitoritzar l'avanç de les reaccions. Explica'ls amb detall.
4. Descriu més reactius organometàl·lics (almenys tres) diferents als organomagnesians que s'utilitzen en síntesi orgànica.