



# UNIVERSITÀ DI PISA

## LABORATORIO DI CHIMICA ORGANICA III

ALESSANDRO MANDOLI

Academic year	2021/22
Course	CHIMICA
Code	196CC
Credits	6

Modules	Area	Type	Hours	Teacher(s)
LABORATORIO DI CHIMICA ORGANICA III	CHIM/06	LABORATORI	90	ALESSANDRO MANDOLI

### Obiettivi di apprendimento

#### Conoscenze

Al termine del corso lo studente avrà acquisito conoscenze teoriche e pratiche in merito a:

- operazioni in atmosfera inerte;
- purificazione/anidrificazione di reagenti e solventi;
- manipolazione di sostanze sensibili (organometalli ed idruri) e valutazione del loro titolo;
- manipolazione di composti chirali e tecniche per il loro arricchimento enantiomerico;
- metodi cromatografici per la determinazione della composizione enantiomerica dei composti chirali.

#### Modalità di verifica delle conoscenze

La valutazione delle conoscenze acquisite dal candidato avviene principalmente mediante la prova orale finale: partendo dalla richiesta di proporre un adeguato piano di lavoro sperimentale per condurre una trasformazione organica in atmosfera inerte, oppure la determinazione della composizione enantiomerica di un composto chirale, il colloquio è mirato ad accettare la conoscenza del candidato dei concetti di base e degli aspetti teorici delle tecniche discusse nel corso.

#### Capacità

Al termine del corso, lo studente saprà:

1. pianificare e condurre autonomamente le principali operazioni in atmosfera inerte;
2. adottare adeguate misure di sicurezza nella pratica sperimentale di un laboratorio di chimica organica avanzata;
3. individuare e realizzare sperimentalmente una breve via sintetica per il composto organico assegnato;
4. sviluppare un adeguato metodo cromatografico per la valutazione della composizione enantiomerica di un prodotto chirale;
5. riassumere i risultati sperimentali in una reazione scritta, preparata seguendo specifiche 'istruzioni per gli autori'.

#### Modalità di verifica delle capacità

La verifica delle capacità acquisite dal candidato ha luogo in momenti distinti:

- per i punti a), b), c) e d) del precedente paragrafo, principalmente durante la pratica in laboratorio e, in parte, nel corso dell'esame orale conclusivo;
- per i punti b) e c), limitatamente all'aspetto progettuale, nel corso di una breve presentazione fornita da tutti i componenti del gruppo di lavoro e dedicata a discutere la via sintetica selezionata;
- per il punto e), durante la valutazione della relazione consegnata dal gruppo di lavoro.

#### Comportamenti

In seguito al completamento del corso gli studenti sono attesi migliorare la propria attitudine nei confronti di:

- lavoro in collaborazione per lo svolgimento di ricerca bibliografica e pianificazione, pratica sperimentale ed elaborazione di un documento scientifico;
- consapevolezza dell'importanza di adottare adeguate misure di protezione e di prevenzione del rischio nel maneggiare i prodotti chimici e nell'usare le attrezzature di laboratorio;
- rispetto degli orari e delle scadenze imposte dall'organizzazione delle esperienze di laboratorio.

#### Modalità di verifica dei comportamenti



# UNIVERSITÀ DI PISA

Nel corso della pratica di laboratorio, il mancato rispetto dei punti b) e c) del precedente paragrafo comporta una penalizzazione della corrispondente votazione.

## Prerequisiti (conoscenze iniziali)

- Fondamenti di chimica organica, stereochemica e struttura e reattività dei composti organometallici.
- Tecniche sperimentali di base del laboratorio di chimica organica.
- Caratterizzazione dei composti organici mediante  $^1\text{H}$  NMR e  $^{13}\text{C}$  NMR.
- Concetti di base di termodinamica, con particolare riferimento ai diagrammi di fase.
- Fondamenti di cromatografia.
- Capacità di effettuare ricerche in banche dati chimiche (es. SciFinder) per proprietà, metodi di preparazione e di caratterizzazione di composti chimici organici.
- Esperienza nella stesura di una relazione scientifica.

## Indicazioni metodologiche

- Le lezioni frontali (circa 12 h) sono principalmente effettuate con l'ausilio di diapositive;
- Gli studenti formano gruppi di lavoro costituiti, di norma, da due componenti; se il numero totale di partecipanti supera le dieci unità, uno o più gruppi di lavoro può essere costituito da tre componenti.
- La preparazione all'esperienza di laboratorio consiste in una esaustiva ricerca della letteratura sulla preparazione e le proprietà del composto assegnato a ciascun gruppo. Una breve nota sui risultati della ricerca e sulle procedure selezionate sarà fatta pervenire al docente con le modalità che verranno indicate. Qualche giorno prima dell'inizio delle attività sperimentali, le scelte effettuate verranno discusse collettivamente, nel corso di brevi presentazioni tenute dai componenti di ciascun gruppo. Nell'occasione saranno altresì ricordati, o evidenziati, i principali aspetti di rischio e le relative procedure di sicurezza da seguire nell'attività di laboratorio.
- Anche in considerazione del contemporaneo svolgimento di altre lezioni, l'orario della pratica di laboratorio (circa 75 h, nel corso di 3 o 4 settimane) viene normalmente concordato con gli studenti. Di norma sono previsti anche alcuni limitati periodi di recupero, da utilizzare per l'eventuale ripetizione di alcune operazioni o per altre necessità.
- Le relazione finale di ciascun gruppo di lavoro è inviata al docente per la valutazione almeno due settimane prima dell'esame orale del primo membro del gruppo interessato a sostenere la prova.
- Gli strumenti di supporto al corso consistono in copia .pdf delle slide proiettate a lezione; poiché sono rese disponibili sul sito di e-learning prima dell'inizio del corso, se ne suggerisce la stampa in modo da rendere più agevole la registrazione di note ed appunti.
- Oltre che per lo scaricamento del materiale didattico, il sito di e-learning è utilizzato per comunicare informazioni relative al corso e per rendere disponibile il materiale raccolto nel corso della pratica di laboratorio (es. spettri NMR, cromatogrammi, ecc.).
- Per qualunque necessità attinente al corso gli studenti possono rivolgersi docente tramite posta elettronica o fissando un incontro.
- Non sono previste prove intermedie.
- In accordo con il regolamento didattico, la frequenza al corso è obbligatoria. La mancata partecipazione alle diverse attività (lezioni in aula, presentazioni in preparazione all'attività sperimentale, pratica in laboratorio) per un numero di ore superiore a quelle previste dal regolamento comporta l'impossibilità di sostenere l'esame finale.

## Programma (contenuti dell'insegnamento)

- Tecniche Schlenk standard ed esecuzione in atmosfera inerte delle principali operazioni del laboratorio di chimica organica.
- Manipolazione di idruri metallici e di composti organometallici e metodi per la valutazione del loro titolo.
- Purificazione ed anidrificazione di reagenti e solventi.
- Diagrammi di fase per miscele di enantiomeri e conseguenze per la loro corretta manipolazione ed arricchimento stereochemico.
- Principali metodi per la determinazione della composizione enantiomerica di composti chirali, soprattutto mediante gas-cromatografia e cromatografia liquida ad alte prestazioni.

## Bibliografia e materiale didattico

1. B.S. Furniss et Al. «Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry», 5th ed. (1989), Longman Scientific&Technical.
2. R.J. Errington «Advanced Practical Inorganic and Metalorganic Chemistry», (1997), Blackie Acad.&Prof.
3. J. Leonard et Al. «Advanced Practical Organic Chemistry», 2nd ed. (1998), Taylor&Francis-CRC.
4. A. Collet et Al. «Enantiomers, racemates and resolutions», (1981)
5. J. Wiley&Sons Houben-Weyl «Stereoselective Synthesis», ed. E21(1996), Vol. 1.
6. Copie delle slide presentate a lezione.

## Indicazioni per non frequentanti

Non previsto

## Modalità d'esame



# **UNIVERSITÀ DI PISA**

Il voto finale ottenuto da ciascun studente è calcolato sommando i voti parziali ottenuti come segue (in 1/30):

1. Lavoro preparatorio (ricerca di letteratura e selezione delle procedure), 0-5 punti;
2. Partecipazione al laboratorio, 0-10 punti;
3. Relazione scritta, 0-10 punti;
4. Prova orale, 0-5 punti.

Per quanto riguarda la voce a), la valutazione è complessiva per tutti i membri del gruppo di lavoro e si basa sulla completezza della ricerca di letteratura, sulla sua elaborazione critica e sull'abilità di difendere le soluzioni proposte nel corso delle presentazioni orali da parte dei gruppi. La competenza nella pratica di laboratorio (b) è valutata individualmente con riferimento a: rispetto delle procedure di sicurezza, cura nell'effettuare il lavoro sperimentale, conoscenza del piano sperimentale e comprensione delle operazioni effettuate. L'assenza ingiustificata alle sessioni di laboratorio è valutata negativamente.

I criteri di valutazione della relazione scritta (valutazione di gruppo, c) includono correttezza scientifica e formale, chiarezza, completezza ed aderenza di ciascuna delle sezioni del report alle "istruzioni per gli autori".

Durante l'esame finale (valutazione individuale, d) al candidato/a è richiesto di dimostrare la conoscenza degli argomenti del corso e la capacità di farne uso per risolvere problemi pratici nel campo delle tecniche di lavoro in atmosfera inerte e nella manipolazione e caratterizzazione di composti organici chirali. In alternativa, al candidato/a può essere occasionalmente richiesto di discutere ed eventualmente giustificare qualche aspetto della relazione scritta. In media il colloquio, che ha luogo con i due membri della commissione ed avviene con l'ausilio della lavagna, ha una durata di 45 min.

*Ultimo aggiornamento 21/07/2021 10:31*