

IES

VILA

MA-

JOR

INDEX

- Procediment 1

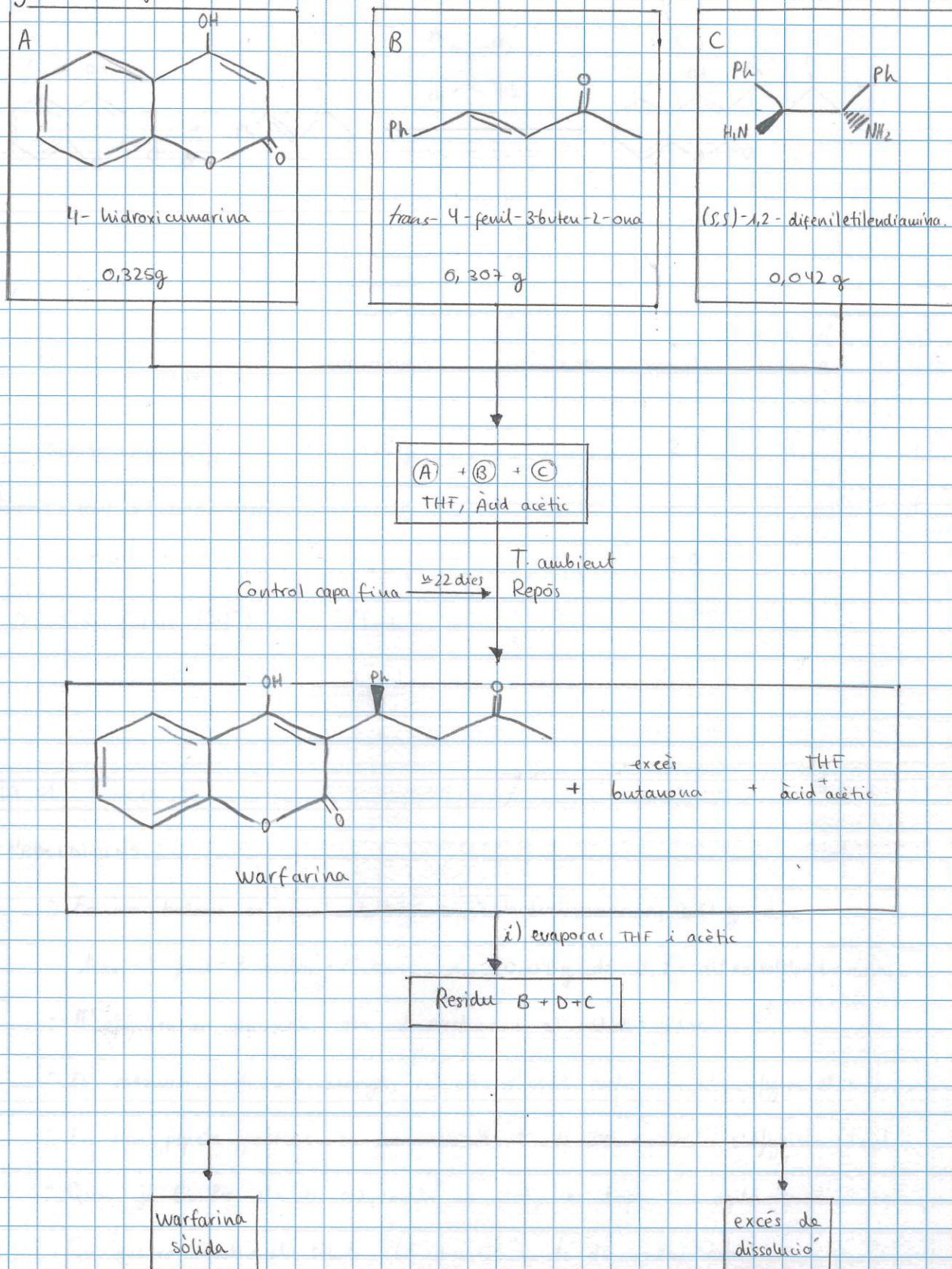
pg. 5

- Procediment 2

pg. 19

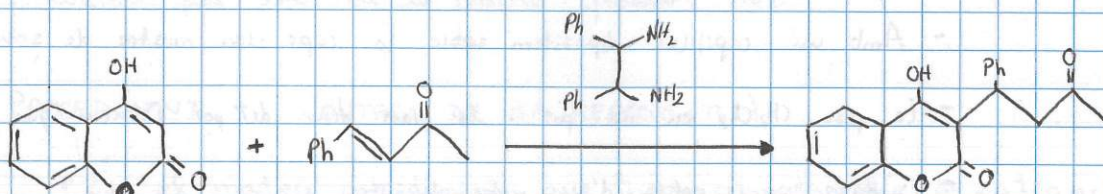
SÍNTESI DE LA WARFARINA

Diagrama de flux:



SÍNTESI DE LA WARFARINA

①



②

N O M	QUANTITAT	PES MOLECULAR	mmol	RELACIÓ MOLAR	REL. ESTEQ.
4-hidroxicumarina	0,33 g		2,0	1	1
trans-4-fenil-3-buten-2-ona	0,31 g		2,1		1
1,2-difeniletilen - 1,2-diamina	0,042 g		0,2		
tetrahidrofuran (THF)	4 ml	-	-	-	-
àcid acètic	1,4 ml	-	2,0	-	-

DIA 1: dimarts 9

PROCEDIMENT:

- En una balança es pesen 0,33 g de 4-hidroxicumarina, 0,31 g de trans-4-fenil-3-buten-2-ona i 0,04 g de 1,2-difeniletilendiamina.
- S'afegeixen en un vial els 2 reactius i el catalitzador.
- Es mesuren amb una xeringa 1,4 ml d'àcid acètic i esafegeix al vial.
- En una pipeta pasteur es mesuren 4 ml de THF anidre i s'afegeixen al vial.
- Quan ja hi ha els 5 components al vial, es tapa i s'agita manualment fins que es dissolten els sòlids. La mescla queda de color rosat.
- Es deixa reposar el vial tancat a temperatura ambient.

PROCEDIMENT - CROMATOGRAFIA PATRONS

- Es preparen les plaques amb les mides adients (7cm x 6cm)
- Es prepara una mica de dissolució de cada un dels patrons en un vial. → Dissolvent: CH_2Cl_2
 - 4-hidroxicumarina
 - trans-4-fenil-3-but
 - 1,2-difeniletanol
- Amb un capil·lar dipositem sobre la capa una mostra de solució 1, B, C.
- Es posa CH_2Cl_2 en un pot i la placa dins del pot. Deixem que pugi el dissolvent
- Es deixa secar sobre d'un paper de filtre.
- S'ha de revelar la placa → Amb un anisaldehid es banya la placa sencera.
- Es deixa secar fins que apareguin les marques.



#1 - 2 gotes (capil·lar)

Temps 0

$$R_{fA} = \frac{x_A}{x_t} = \frac{0}{5} = 0$$

$$R_{fB} = \frac{x_B}{x_t} = \frac{0}{5}$$



#2 - 1 gota

Temps 0

DIA 2 dijous 10

- Cromatografia #3 de patrons (mateix procediment que dia 1)
- Control per TLC de la reacció: passades 18h

PROCEDIMENT - CONTROL DE LA REACCIÓ (TLC)

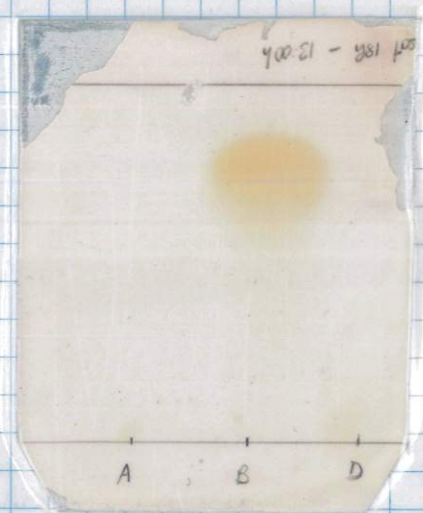
- * És el mateix procediment que una cromatografia de patrons però s'afegeix la D (reacció).
- Amb un capil·lar s'agafa una mostra ^{de la} ~~del~~ reacció que està al vial D.
- S'aplica sobre la placa i es revela.

A la tarda anar a mirar els resultats.

RESULTATS DIA 2



#3 - Temps 0



#4 - CONTROL REACCIÓ 1

Passades 18h

DIA 5

- Control per TLC de la reacció: parades 113 h (\approx 5 dies) \rightarrow S'ha de fer per controlar que el precipitat no sigui el catalitzador.

PROCEDIMENT

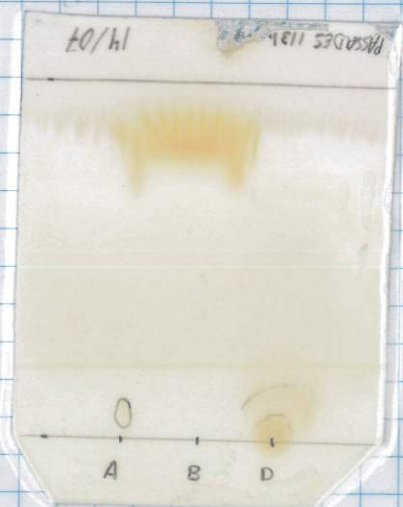
- Amb un capil·lar s'aplica una mostra de les dissolucions A i B, preparades el dia 1, i una mostra de la reacció.

* He hagut d'afegir més dissolvent (CH_2Cl_2) a la solució A, perquè s'havia evaporat.

- Es posa la placa amb les 3 mostres en un pot amb CH_2Cl_2 i esperem a que pugui el dissolvent.



- Quan el dissolvent ha pujat treiem la placa i la deixem secar en un paper de filtre.
- Posem la placa a revelar.
- * L'he secat amb un secador directament i s'ha revelat el dissolvent, de manera que no es veu ni l'A ni el D.



#5 - CONTROL REACCIÓ 2

Parades 113 h (\approx 5 dies)
 \rightarrow Amb secador

* Com que la cromatografia de control no ha sortit bé s'ha de tornar a repetir canviant la manera d'extraer.

Per tant repetim tot el procés fins a secar el dissolvent.

* Per controlar què és el precipitat fem una dissolució amb CH_2Cl_2 i una mostra del sòlid precipitat. Aquesta mostra serà la E.

PROCEDIMENT - PREPARACIÓ SOLUCIÓ E. i TLC

- Amb unes ~~espatula~~ ^{pincers} s'afegeix una mostra del sòlid precipitat.

- En un vial net (E) s'afegeix CH_2Cl_2 i la mostra recollida.

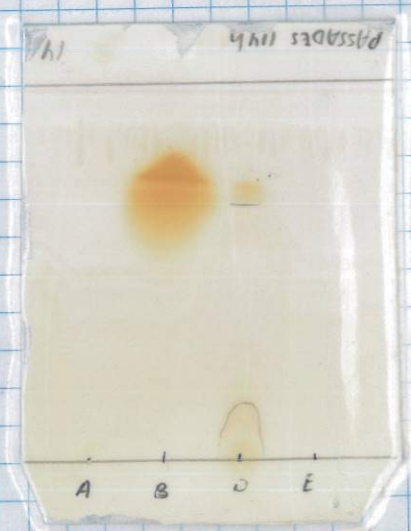
- Es fa la TLC. (#6)

- Sequeuem amb aire fred el dissolvent.

- Banyem la placa amb l'anisaldeid. La treiem i li apliquem amb un secador aire calent per damunt (capa d'alumini).

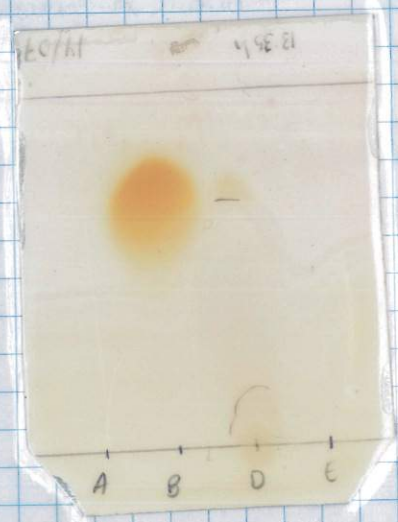
* Es veu bé la solució B i la reacció, però encara no revelat dissolvent.

* Torno a repetir la cromatografia. És el mateix procediment. ^(#7) → TORNA A REVELAR-SE EL DISSOLVENT



#6 - CONTROL REACCIÓ 3

Passades 114 h



#6 - CONTROL REACCIÓ 4

Passades 114 h

* Revelat amb secador

09/07/14 - 25/07/14

Pràctica TR

DIA 7

dimarts 15

- Control per TLC de la reacció: parades ≈ 137 h

* Com que a les cromatografies del dilluns s'havia revelat el dissolvent cal fer-ne una altra.

PROCEDIMENT

- Amb un capil·lar s'aplica una mostra de la solució A, B, D i E.

- La placa s'introdueix al pot on hi ha una mica de CH_2Cl_2 .

- Quan el dissolvent ha pujat es treu i es deixa secar durant 2 dies aprox

* Es deixa durant 2 dies per procurar que s'evapori el dissolvent.

DIA 9

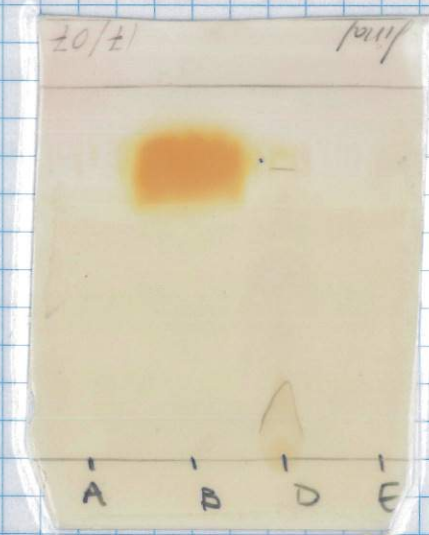
dijous 17

- S'ha de revelar la placa feta el dimarts 15. (placa #8)

- Fer una cromatografia final per comprovar que s'ha acabat la reacció (#9)



#8 - CONTROL REACCIÓ 5
Parades ≈ 137 h



#9 - TLC FINAL

* Una vegada ja s'ha acabat la reacció s'ha d'evaporar
l'acid acètic i el THF del vial on hi ha la reacció.
afegits al dia 1

PROCEDIMENT

- S'ha de destapar el vial per tal que es vagin evaporant
els dissolvents.

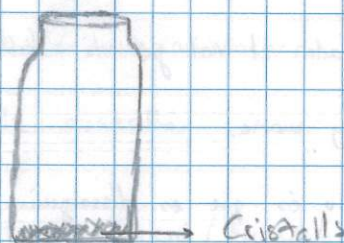
* Per tal d'accelerar el procés s'imuleu una corrent d'aire fred
amb un secador, engegarem una campana extractora i connectem
un deshumidificador.

* S'ha destapat el vial entre les 12:30 - 13:00 h.

DIA 13

dilluns 21

* S'ha evaporat el dissolvent i només he quedat un residu sòlid.



- Fer bany marie per escalfar l'acetona / és molt inflamable → Cristallització

* Per escalfar l'aigua he utilitzat un ~~recipient~~ cristallitzador. En escalfar-lo he petat. Per tant he hagut de canviar el recipient i utilitzar una olla d'acer inoxidable.

PROCEDIMENT - CRISTALLITZACIÓ

- Amb un fogonet escalfar una olla d'acer inoxidable amb aigua.
- Escalfar l'acetona (amb l'aigua)
 - Prèviament preparar una boretta amb un suport amb la qual afegirem l'acetona al vial amb el residu de la reacció.
 - Amb un altre suport s'ha d'escalfar l'acetona apropant-la a l'aigua bullint.
 - * Cal posar un nucli d'ebullició.
 - Amb una boretta afegir l'acetona al vial amb el sòlid.
- S'ha d'afegir l'acetona mínima per dissoldre els cristalls.

- Escalfar aigua fins que bulli i afegir l'aigua gota a gota al vial amb els cristalls i l'acetona. S'ha d'afegir aigua fins que es torni fèrbal.
- Una vegada el vial ja està fèrbal el posem a escalfar també al bany maria.
- L'objectiu és que es dissolguin els cristalls, i per accelerar-ho i afavorir-ho es van afegint gotes d'acetone bullint.
- Quan la solució ja està més clara es deixa el vial tapat a T^o ambient.
 - * Per saber què és el sòlid que ha quedat al vial agafem una mostra, preparamos una solució (amb 1ml de CH_2Cl_2) i faig una TLC.

DIA 17

divendres 25

- Fer recristalització

- * En fer la cristallització (dia 13) no es van dissoldre les impureses, i per tant és necessari tornar a cristallitzar-ho per tal de purificar els cristalls.

PROCEDIMENT - RECRISTALITZACIÓ / FILTRACIÓ

- Posar a escalfar aigua en un canó, i quan bulli escalfar-hi l'acetona.
- Amb una boretta posar ~~exigir~~ l'acetona al vial amb els cristalls i les impureses. Mentrestant escalfar aigua en un vas de precipitats.
- Posteriorment afegir aigua bullint fins que s'enteneixi.
- Quan el vial està fèrbol escalfar-lo fins que es torni nítid.
- Filtrar la solució per tal d'intentar eliminar les impureses.
- Deixar el vial a T ambient i fer un bany de gel.

* Bany de gel: picar gel i posar-lo en un cristallitzador, de manera que estigui en contacte amb el vial.

- Abocar el contingut del vial en un Büchner.
- Preparar una solució 4:1 acetona/aigua i refrigerar-la en el bany de gel → La solució servirà per netejar els cristalls.

6ml aigua / 18ml acetona. → 25 ml.

papir filtre Büchner → 1,80g.

DIA 1: dijous 25

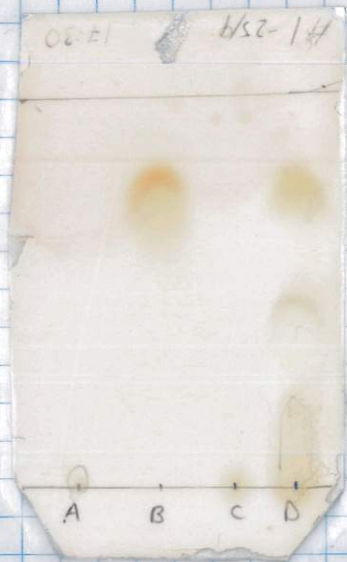
- En una balança es pesen les quantitats corresponents de cada reactiu i del catalitzador.

PROCEDIMENT:

- Pesem 0,33g de 4-hidroxycumarina i els afegim en un vial (D). Pesem 0,31g de 4-fenil-3-buten-2-ona i els afegim al vial D. Posteriorment pesem 0,04g de 1,2-difeniletildiamina, que és el catalitzador, i ho afegim al mateix vial que els 2 reactius.
 - Es mesuren amb una xeringa 1,4 ml d'àcid acètic i s'afegeixen al vial D.
 - En una pipeta pasteur es mesuren 4 ml de THF anhidra i també s'afegeixen al vial D.
 - Quan ja tenim els 5 components al vial el tapem i agitem fins que els sòlids queden dissolts. *Queda una mescla de color rosa.
 - Deixem el vial reposar a T ambient.
- És necessari fer una cromatografia de patrons i de la reacció (a la mateixa placa).

PROCEDIMENT:

- Preparem una dissolució de cada un dels reactius i del catalitzador.
 - Una a cada vial amb CH_2Cl_2 com a dissolvent.
- En una placa de sílica, amb un capil·lar hi dipositem una mostra de cada solució.
- Posem la placa amb les mostres en un pot amb $\approx 1\text{cm}^3$ de CH_2Cl_2 i esperem a que el dissolvent pugi. Quan hagi pujat treiem la placa i la deixem secar.
- Quan la placa ja està seca la revelem amb un anisaldeid i la seguim.



DIA 2: dilluns 29

- Control per TLC de la reacció



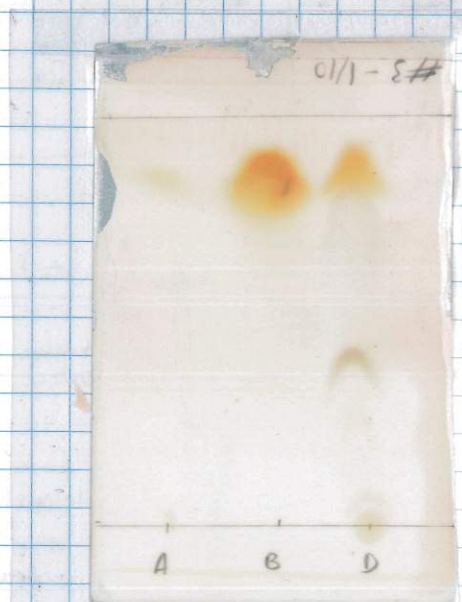
$$R_{fA} = 0$$

$$R_{fB} = \frac{X_0}{X_t} = \frac{4}{5,7} = 0,7$$

$$R_{fD} = \frac{X_0}{X_t} = \frac{2,2}{5,7} = 0,38$$

DIA 3: 1/10

- Control #3 de la reacció per TLC



DIA 4: 13/10

- Control #4 de final de reacció.

- Posem la solució en un cristallitzador, i deixem evaporar.



DIA 5: 22/10

* S'ha evaporat i han quedat cristalls al cristallitzador.

- PROCEDIMENT - CRISTALITZACIÓ

- Posem a escalfar acetona al bany maria → amb punt d'ebullició
pq és molt inflamable.
- Quan l'acetona ja bull l'afegim poc a poc (amb una boretta)
al cristallitzador on hi ha els cristalls. Al mateix temps anem
remenant fins que es dissolguin els cristalls.

- Posem a escalfar aigua que posteriorment afegirem gota a gota al cristallitzador.

* Com que hem posat a escalfar l'aigua quan ja havíem firat
l'acetona, aquesta s'ha evaporat. → CREC Q L'ERROR ESTÀ AQUÍ.

- Afegim l'aigua al cristallitzador fins que quede tèrbol.

* Com que l'acetona s'ha evaporat hem afegit una mica més d'acetone
bullint per tal de tornar a dissoldre els cristalls.

- Quan ja està tèrbol ho avoquem en un vial. Posem el vial a escalfar
al bany maria.

* En teoria s'ha d'aclarir la mescla → NO HO FA.

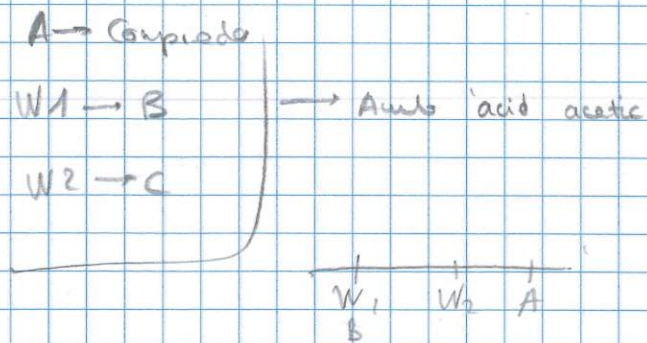
- Esperem una estona, i els treiem del bany per deixar-lo refredar a T^{ambient}.

- Fem un bany de gel.

* En teoria haurien de començar a aparèixer cristalls → NO APAREIXEN.

- De tota manera, preparam el Büchner i hi avoquem el contingut del vial.

En teoria al paper de filtre hi quedarien els cristalls. → NO QUEDA RES



Cromatografia final: