

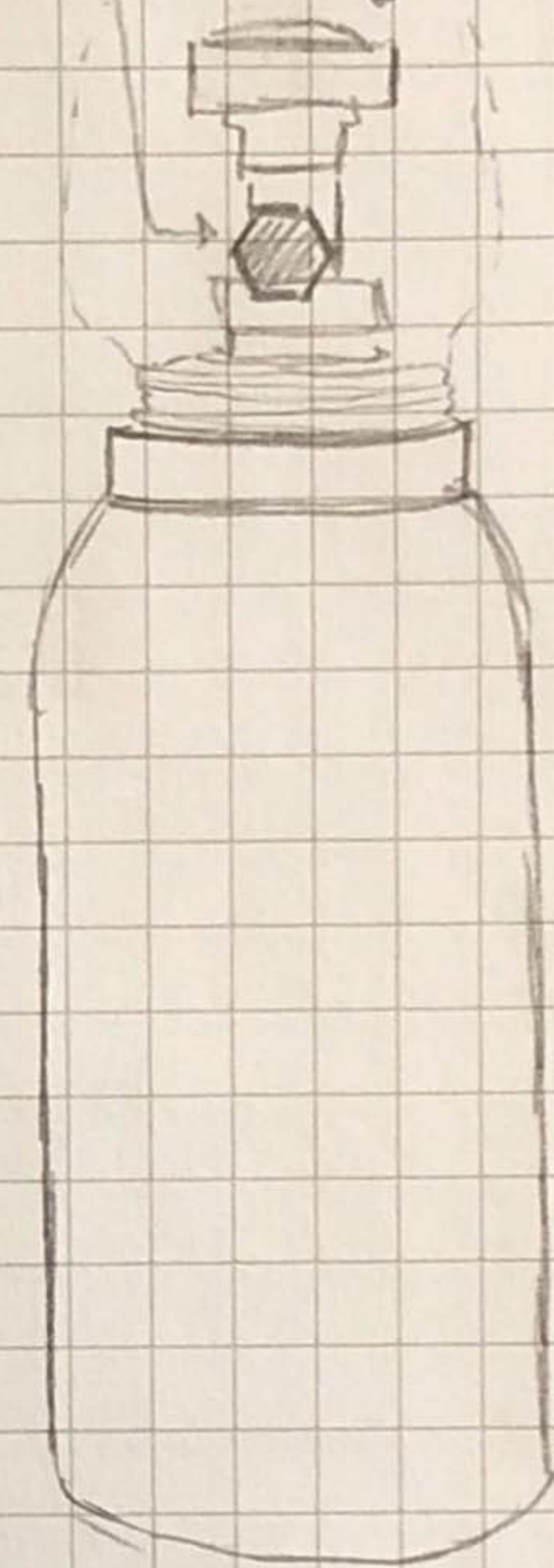
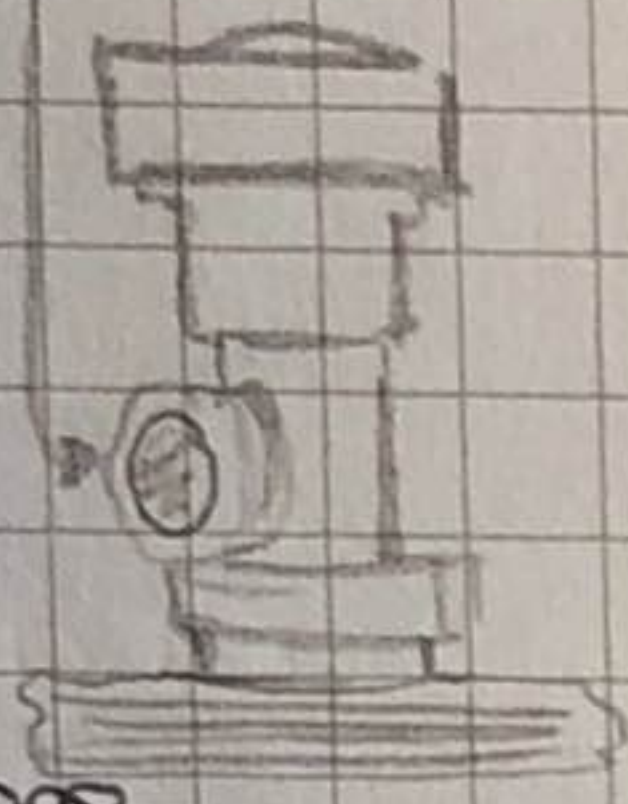
UTILIZZO BOMBOLA HCl

- Fissare la bombola
- Svitare la calotta
- controllare che il rubinetto sopra sia chiuso
- Aprire la valvola con chiave inglese senso antiorario

mettere sempre il
RICADERE

e sopra al
ricadere
un tubo
di vetro
fissato
con
quickfit

- Pulire il filetto con un po' di acetone (anche un po' MeOH dentro)



- tutto l'adattatore
- Adattatore: chiedere a LESMA

chiudere il rubinetto
(dopo aprirlo, lavarlo
con H_2O , acetone,
asciugare con N_2 e
lasciarlo aperto)

- Avvitare l'adattatore al filetto -> stringere con chiave inglese

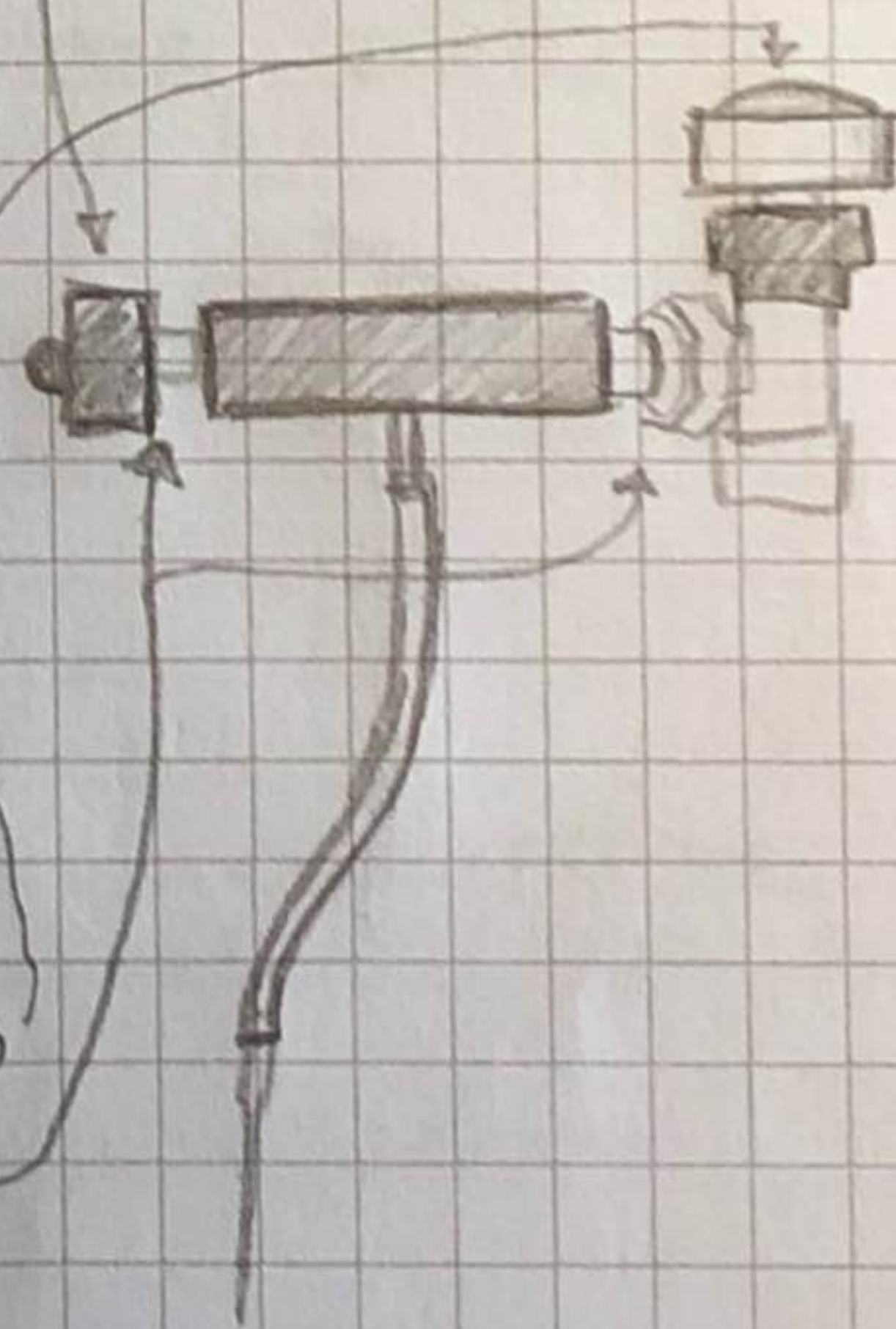
- Infilare il tubo di gomma e para filmare

- Dall'altra parte del tubo mettere una pasteur e para filmare

- Per fare uscire HCl aprire il rubinetto in alto e controllare che non ci siano perdite

- Fissare la pasteur a un collo del pallone con un quickfit

- Una volta finito, PRIMA togliere la pasteur, POI chiudere il rubinetto in alto.



guarnizione di
Teflon

LINEA DELL'AZOTO

- BATTENTE : silicone dei bagni ad olio
- BOTTIGLIA LAVAGGIO GAS : Quando i cristalli sono azzurri bisogna rigenerarli : in stufa a 80°C finché tornano gialli

POMPA MECCANICA

- Accendere interruttore a muro
- Accendere interruttore della pompa
- Mettere ghiaccio secco
- Aspettare 15 min *
- Tirare su la leva
(controllare che tutti i rubinetti siano ben chiusi)

* NB : In inverno è probabile che sia necessario riscaldare l'olio della pompa con lo scambiatore (si capisce dal fatto che quando si accende l'interruttore della pompa fa un rumore strano).

LAMPADA UV :

se si rompe la lampada, guardare se ce ne è una di scorta dove ci sono le siringhe e i solventi anidri.
Altrimenti ordinarle a LONGHINI

IDROGENATORE

Istruzioni:

dietro la porta togliere il
arredo in valcosi

- 1 - Accendere interruttore fuori: ON → luce rossa
a sx della stanza x idrogenare
- 2 - Accendere elettrovalvola in corridoio: ON → luce rossa
entrando a sx
- 3 - Aprire rubinetto dentro → H₂ in circolo
(circo 0.5-1) + aprire manopola con BOTTONE
- 4 - Aprire manopola **A** per H₂ → H₂ in rampa, controllare
il battente **B** → se non va controllare che la valvola a sx
della cappa sia in pressione, se no aprirla
- 5 - Aprire il rubinetto desiderato **C** (linea 2 SERBATOIO PICCOLO
linea 3 SERBATOIO GRANDE)
- 6 - Togliere il serbatoio **D** e abbassarlo
- 7 - Aprire la valvola a 3 vie **E** in modo da far entrare
H₂ nel polmone **F** (NEL SERBATOIO DESIDERATO)
- 8 - Quando il liquido nel polmone è passato in gran
parte nel serbatoio, chiudere la valvola a 3 vie e
tutti gli interruttori/rubini in modo che l'unico
H₂ in circolo sia quello nel polmone (PROCEDIMENTO
INVERSO x i RUBINETTI)
- 9 - Aprire la valvola a 3 vie in modo che H₂ esca
dal polmone.

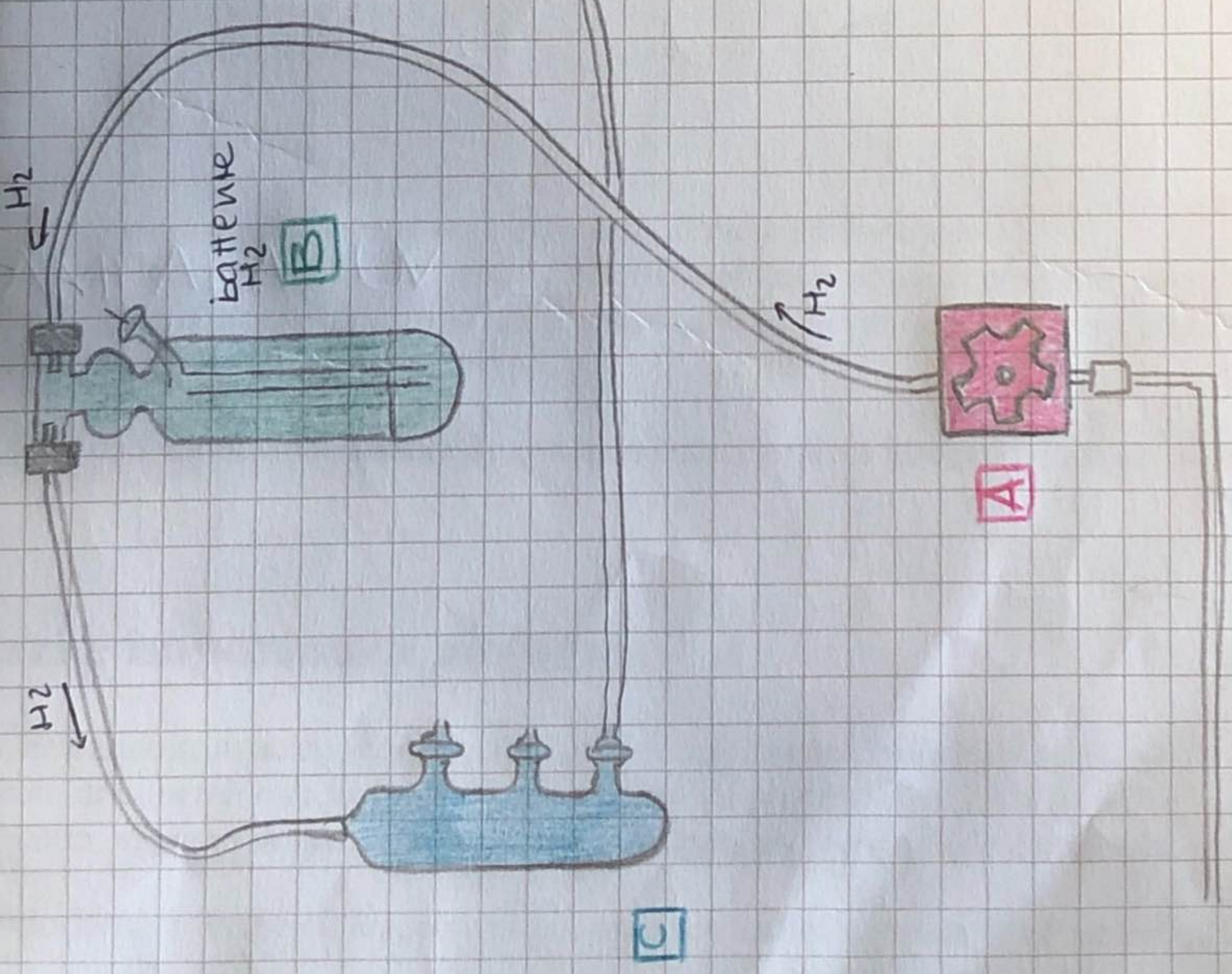
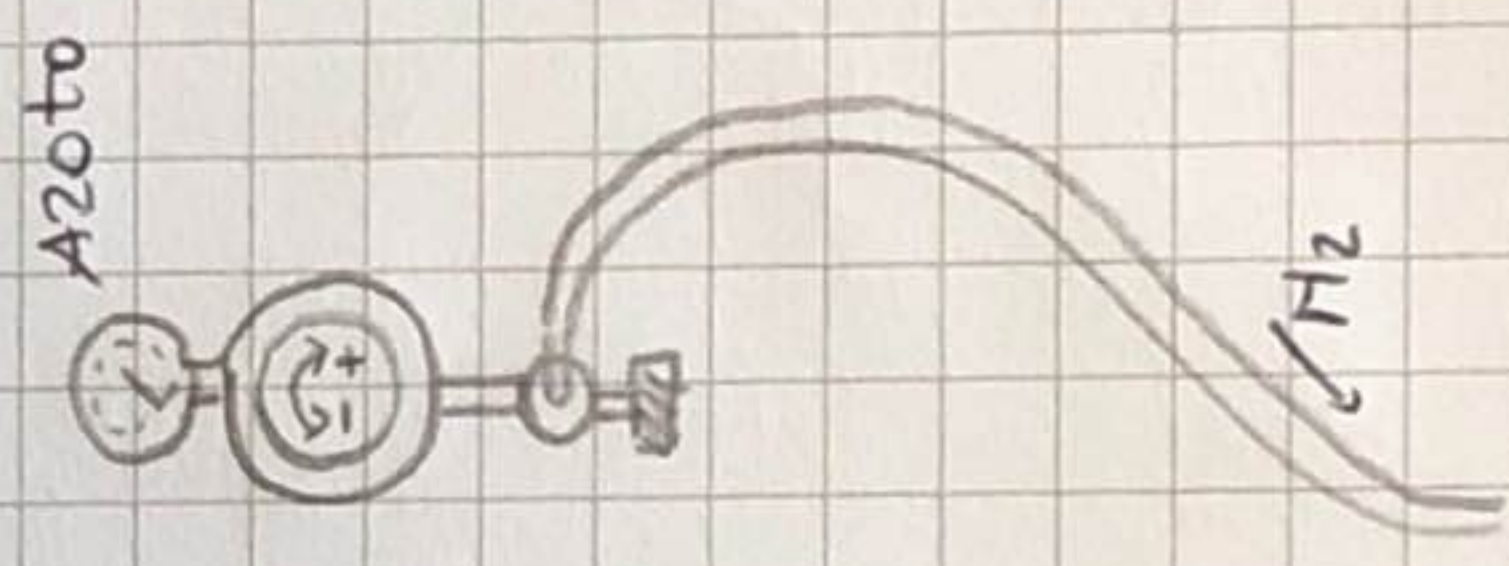
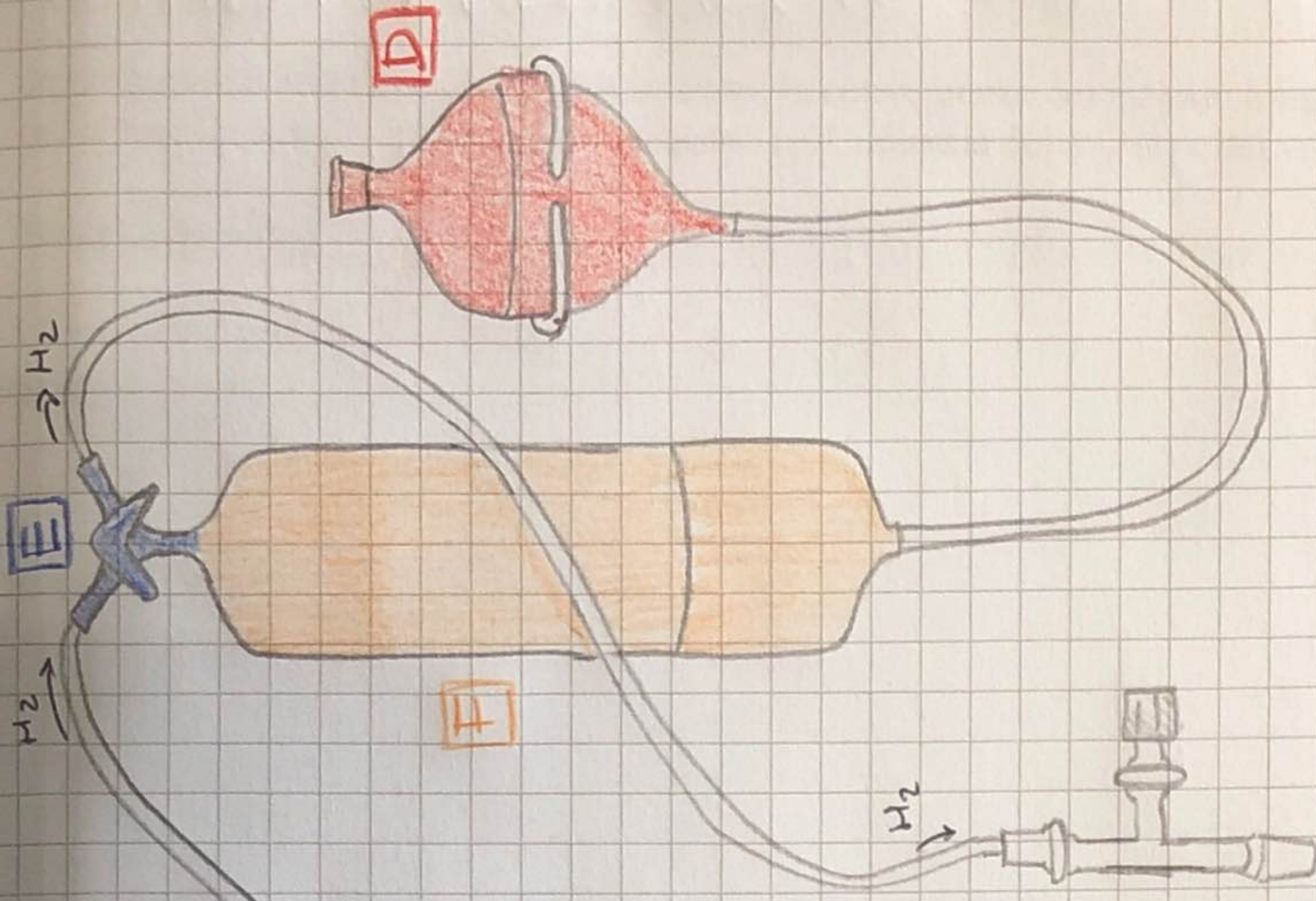
8BIS. SFIATARE CON RUBINETTO FUORI CAPP A E RUBINETTO
IN CAPP A X NON AVERE H₂ IN LINEA.

8BISBIS: CHIUDERE LINEA H₂ NEL PALMONE di REAZIONE
e FARE PROCEDIMENTO 3 cicli VUOTO, N₂.

ULTIMO: VUOTO e LO LASCI ANDARE 30 sec
IN VUOTO con BOLLE

8.3 POI CHIUDERE RUBINETTO N₂, aprire SERBATOIO
e VALVOLA H₂ (vedere come il SERBATOIO SALE).

- SEGNARE TIPO di REAZIONE e CHI
- NON FARE IDROGENAZIONE CON BIOTAGE



MICROONDE 6° PIANO FARMACIA

1. Accendere il MW Ⓢ
2. " il computer e selezionare il programma EASYWARE 3
3. Cliccare MW program: impostare i vari steps di reazione (tempo, T interna (1) ed esterna (2), potenza) $\rightarrow \leftarrow 600 \text{ W}$
4. Cliccare system: impostare QP-sensor a livello medio e l'agitazione
5. Cliccare START: seguire in "Graphic" l'andamento della T rispetto al cammino prefissato.

⇒ NB: in ogni momento è possibile fermare o mettere in pausa lo strumento

STAMPARE il grafico: su "GRAPHIC" → PRINT Per impostare il grafico, sempre nella scheda "GRAPHIC" → cliccare "SETTINGS" e scegliere i parametri che si vogliono visualizzare in stampa.

* posizionare il reattore all'interno del sostegno di plastica e infilare la fibra ottica nel foro e in testa al reattore.

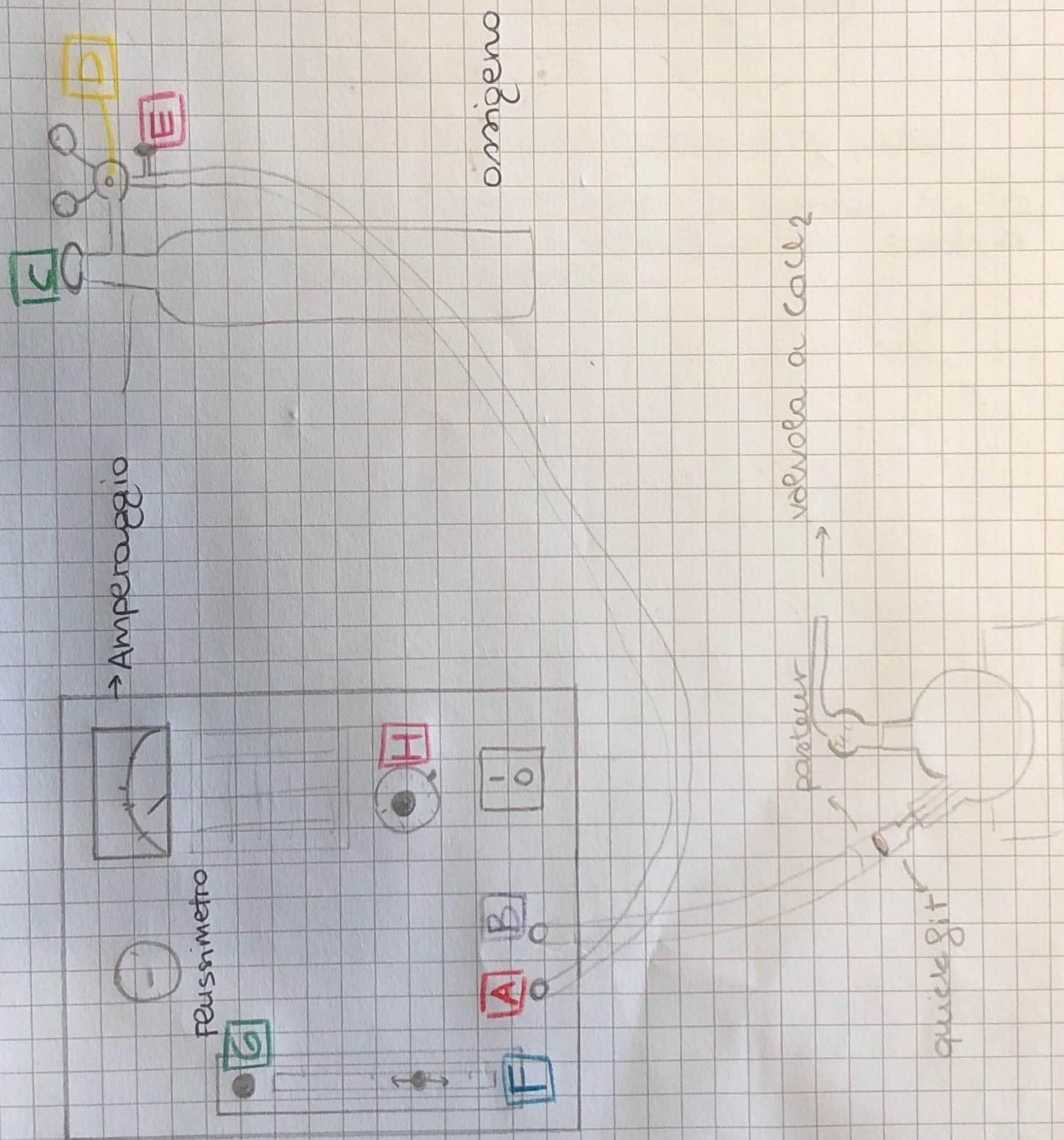
OZONIZZATORE

Istruzioni:

1. Attaccare il tubo in uscita dalla bombola (di ossigeno) all'attacco **A** e fermarlo con parafilm
2. Alla fine del tubo **B** attaccato a **B** mettere una pasteur e un quick fit
→ è la parte che andrà nel pallone di reazione
3. Aprire la manopola **C** della bombola di un giro
(Non importa la pressione perché dipende da quanto è piena la bombola)
4. Aprire la manopola **D** della bombola fino a quando va (fino a 1 bar) → aprì quando va **dentro**
5. Usare la manopola **E** per regolare il flusso (controllo che il pallino nero dentro ad **F** non superi i 100)
6. Accendere ozonizzatore → **O** in basso a destra
7. Regolare il "flussimetro" a 0,5 con manopola **G**
8. Cerco di regolare il flusso sia con **E** che con **G**
⇒ Flusso non deve superare 0,7 (e comunque non deve alzarsi troppo).
9. Sbloccare manopola **H** (alzo la levetta di fianco, attenzione perché è rotta!) e regolare amperometro (fino a 0,25 max).
10. Mettere filo che parte da **B** nel pallone
11. Controllare che i valori del flusso e dell'amperometro non si alzino troppo. Nel caso regolare.

Come spegnere:

2. Sbloccare manopola **H** e portare a "0"
3. Spegnere ozonizzatore **I**
4. Portare flussimetro a "0" con **E**
5. Staccare i tubi **A** e **B**
6. Chiudere **C**
7. Far uscire eccesso di O_2 con **E**
8. Chiudere **D** verso l'esterno



TLC PREPARATIVA

- Si pongono nella camera di eluizione 200 mL di MeOH e la carta da filtro su entrambe le pareti
- Si immerge la TLC e si segna il punto da cui parte il solvente
- Si fa correre fino a ~5 cm da bordo
- Si pone in stufa a 80 °C per 1h
- Si disegna la linea di deposizione sopra al punto da cui parte il solvente
- Si depone il composto sottile
- Si fa correre la TLC nell'eluente selezionato (200 mL)
- Si gratta la macchia d'interesse
- Si mette la silice in un becker con della sabbia e si pesta
- In un imbuto gocciolatore si mette il cotone, la sabbia, Na_2SO_4 poi si mette il composto (su silice e sabbia) ancora sabbia e si fa eluire con un opportuno solvente.