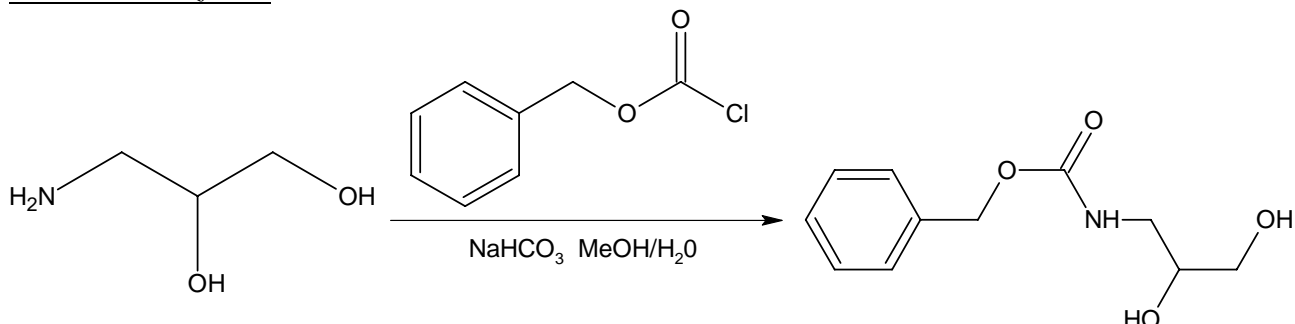


Sigla di reazione: SSV-1 Sintesi aza-PNA

Step1

Schema di reazione:



Reagente	PM [g/mol]	mmol	mg	eq	d [g/ml]	ml	R - S
3-ammino-1,2-propandiolo	91,11	3,60	328,0	1,45	1,186	0,28	R36/37/38 S26-36
Cloroformiato di benzile	170,6	2,48	423,6	1	1,21	0,37	R11-20-34-37 S16-23-33-36/37/39-45
toluene	92,14				0,87	0,37 + 1,35	R11-20 S16-25-29-33
metanolo	32,04				0,79	1,35	R11-23/25 S7-16-24-45
NaHCO ₃ (sol. sat. in MeOH/H ₂ O 1:1)						2,7	
acqua deionizzata	18,02					1,35 + 1,5	
AcOEt/MeOH 95:5						1,2	

Descrizione della reazione:

In un pallone da 50 ml ad un collo si iniettano 328 mg di 3-ammino-1,2-propandiolo e 2,7 ml di una soluzione satura di bicarbonato di sodio in MeOH – H₂O 1:1 e si mettono sotto agitazione magnetica.

In un bicchiere poi si prepara una soluzione di Cbz-Cl e toluene 1:1 e se prelevano 0,75 ml che vengono aggiunti alla miscela già presente nel pallone di reazione.

Si lascia il tutto sotto agitazione e a temperatura ambiente per 24 ore.

Si esegue una TLC del prodotto ottenuto e lo si confronta con i reagenti iniziali.

Eluente: Acetato di etile

R_f carbammato: 0,37

R_f Cbz-Cl: 0,97

A questo punto si fa evaporare il solvente al rotavapor e il residuo acquoso viene ripreso con 1,5 ml di acqua distillata e con 1,2 ml di una miscela AcOEt/MeOH 95:5.

Si separano due fasi e su quella acquosa si fanno quattro estrazioni da 2 ml ciascuna con la miscela AcOEt/MeOH.

Si anidrifica la fase organica con Na_2SO_4 e si filtra su filtro a pieghe in un pallone .
 Si evapora al rotavapor e semplicemente grattando con una bacchetta di vetro precipita il carbammato bianco.

Si registrano uno spettro IR in nujol ed uno $^1\text{HNMR}$ in CDCl_3 .

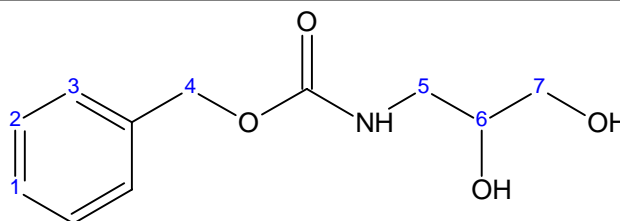
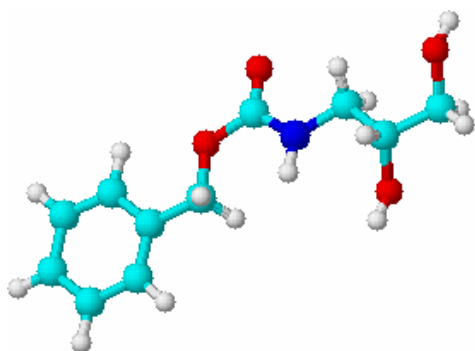
Risultati:

Sono stati ottenuti 448,3 mg di benzil 2,3-diidrossipropilcarbammato pari a:

$$\frac{448,3 \text{ mg}}{225,25 \text{ mg /mmol}} = 1,993 \text{ mmol}$$

La resa si calcola rispetto al Cbz-Cl ed è $\frac{1,993 \text{ mmol}}{2,48 \text{ mmol}} \cdot 100 = 80,4\%$

Punto di fusione del prodotto $70,2^\circ\text{C}$



Benzil 2,3-diidrossipropilcarbammato

Interpretazione spettri:

• Spettro IR

3327	Stretching N-H
2923	Stretching CH_2 alchilico (nujol)
1685	Stretching C=O ammidico
1556	Stretching C=C aromatico
1376	Bending CH alchilico
1269	Stretching C-O
1055	
731	Benzene monosostituito

• Spettro $^1\text{HNMR}$

2,7 e 2,9	OH
3,35	CH_2 (7)
3,6	CH_2 (5)
3,75	CH (6)
5,1	CH_2 benzilico (4)
5,2	NH
7,34	Protoni aromatici (1,2,3)