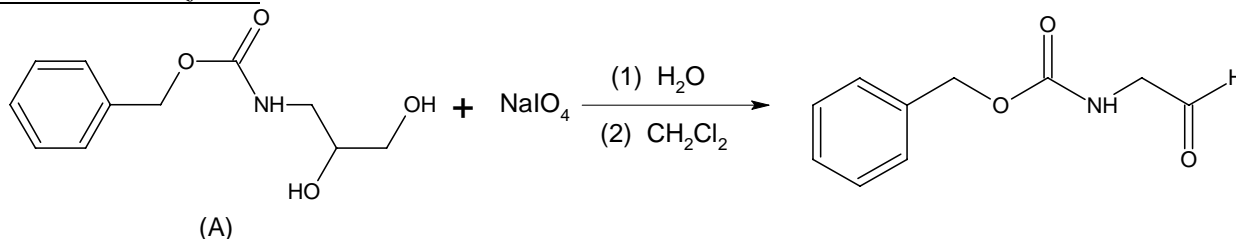


Step 2

Schema di reazione:



Reagenti	PM [g/mol]	mmol	mg	eq	ml	R	S
(A)	225,25	1,533	345,4	1			
Periodato di Sodio	213,89	1,589	340,0	1		R8-22-37/38	S17-26-36
Acqua deionizzata	18,02				4		
CH ₂ Cl ₂	84,93				4 + 22,5	R40	S23-24/25-36/37

Descrizione della reazione:

In un pallone a tre colli da 100 ml dotato di imbuto gocciolatore e termometro, sotto agitazione magnetica in bagno d'acqua e ghiaccio, si mettono 345,4 mg di (A) e 5 ml di acqua ottenendo una sospensione. Si prepara poi, in una beuta, una soluzione di 340 mg di NaIO₄ in 4 ml di acqua che viene aggiunta lentamente alla sospensione mediante imbuto gocciolatore.

Finita l'aggiunta si lascia sotto agitazione per circa 15 minuti.

Si aggiungono 4 ml di CH₂Cl₂, si agita e si nota un aumento di temperatura (da 0 fino a 4°C).

Si lascia andare la reazione per un'ora e mezza.

Si esegue una TLC per verifica di avvenuta reazione.

Eluente: Acetato di etile

R_f carabammato: 0,35

R_f aldeide: 0,81

Tramite imbuto separatore si estrae la fase acquosa per 3 volte con 7,5 ml di CH₂Cl₂ ciascuna.

Si riuniscono le fase organiche, si lavano con 4 ml di acqua, si agitano e si separano le due fasi.

Si anidrifica quindi con Na₂SO₄ e si filtra su filtro a pieghe: il filtrato viene svaporato al rotavapor ottenendo un olio denso giallino.

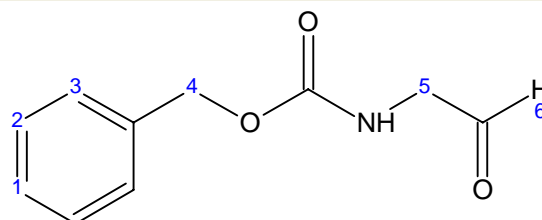
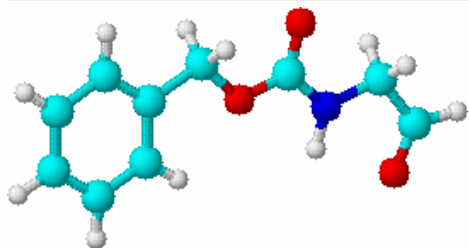
Il solvente viene ulteriormente allontanato dal prodotto tramite bolla paraspruzzi collegata all'impianto per il vuoto.

Si registrano uno spettro IR ed uno ¹HNMR in CDCl₃.

Risultati:

Sono stati ottenuti 284,1 mg di benzil 2-ossoetilcarbammato pari a $\frac{284,1 \text{ mg}}{193 \text{ mg/mmol}} = 1,472 \text{ mmol}$.

La resa si calcola rispetto al carbammato iniziale ed è $\frac{1,472 \text{ mmol}}{1,533 \text{ mmol}} \cdot 100 = 96\%$.



Benzil 2-ossoetilcarbammato

Interpretazione spettri:

• Spettro IR

3336	Stretching NH uretano
2925	Stretching CH ₂ alchilico (nujol)
1704	Stretching C=O uretano e aldeide
1524	Stretching C=C aromatico
1457	
1376	Bending C-H alchilico
1268	Stretching C-O
1155	
737	Benzene monosostituito
698	

• Spettro ¹HNMR

4,1	CH ₂ (5)
5,1	CH ₂ benzilico (4)
5,4	NH
7,35	Protoni aromatici (1,2,3,)
9,65	-CHO (6)