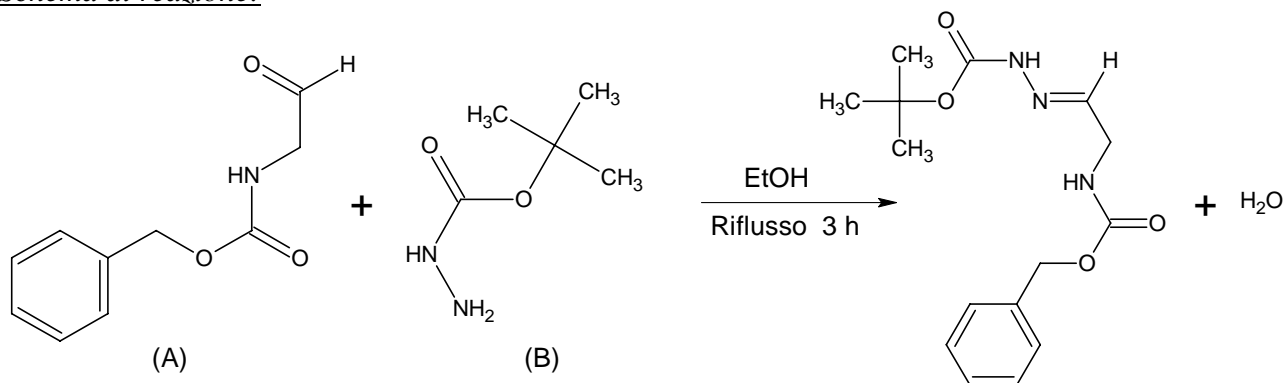


### Step 3

Schema di reazione:



Reagente	PM [g/mol]	mmol	mg	eq	ml	R	S
(A)	193,28	1,53	295,8	1,1			
(B)	132,16	1,39	187,5	1		R11	S16-24/25
EtOH assoluto	46,07				4,4	R23/24-36/37/38	S16-26-33-36

Descrizione della reazione:

Si sciolgono 295,8 mg di (A) in 2,2 ml di etanolo assoluto in un pallone da 100 ml e con altri 2,2 si sciolgono 187,5 mg di (B) in un beaker da 50 ml: si uniscono le due soluzioni nel pallone e si pone a riflusso scaldando in un bagno d'acqua con ricadere a bolle munito di un rubinetto collegato alla rampa per azoto per 3 ore.

Si fa una TLC per confermare l'avvenuta formazione dell'idrazone.

Eluente: Acetato di etile/ETP 1:1

$R_f$  idrazone: 0,35

$R_f$  aldeide: 0,97

A questo punto si evapora il solvente al rotavapor: si forma prima un olio giallino denso che per raffreddamento da un solido giallino che per ulteriore perdita di solvente mediante bolla paraspruzzi collegata al vuoto diventa bianco.

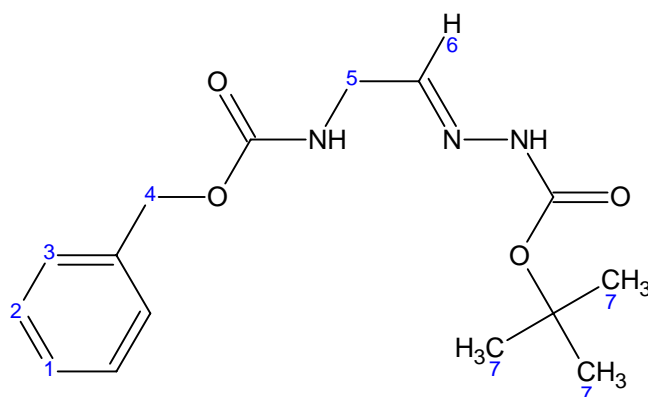
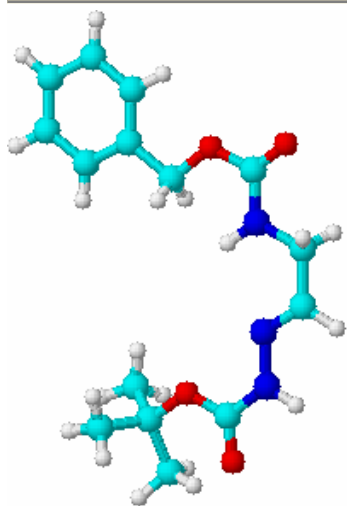
Si registrano uno spettro IR in nujol ed uno  $^1\text{HNMR}$  in  $\text{CDCl}_3$ .

Risultati:

Sono stati ottenuti 408,8 mg di idrazone pari a  $\frac{408,8 \text{ mg}}{307,35 \text{ mg/mmol}} = 1,33 \text{ mol}$ .

La resa si calcola rispetto all'idrazide ed è  $\frac{1,33 \text{ mmol}}{1,39 \text{ mmol}} \cdot 100 = 95,7\%$ .

Punto di fusione del prodotto 137°C.



*tert-butyl (2E)-2-(2-((benzyloxy)carbonylamino)ethylidene)hydrazinecarboxylate*

Interpretazione spettri:

• Spettro IR

3292	NH uretano
3224	NH del gruppo -N-NH-CO-O-
1682	Stretching C=O idrazina-Boc e uretano
1250	t-butile
1165	Stretching C-O
736	Benzene monosostituito

• Spettro <sup>1</sup>HNMR

1,48	CH <sub>3</sub> (7)
4	CH <sub>2</sub> (5)
5,1	CH <sub>2</sub> benzilico (4)
5,3	NH carbammato
7,27	-CH=N-
7,3	Protoni aromatici(1,2,3)