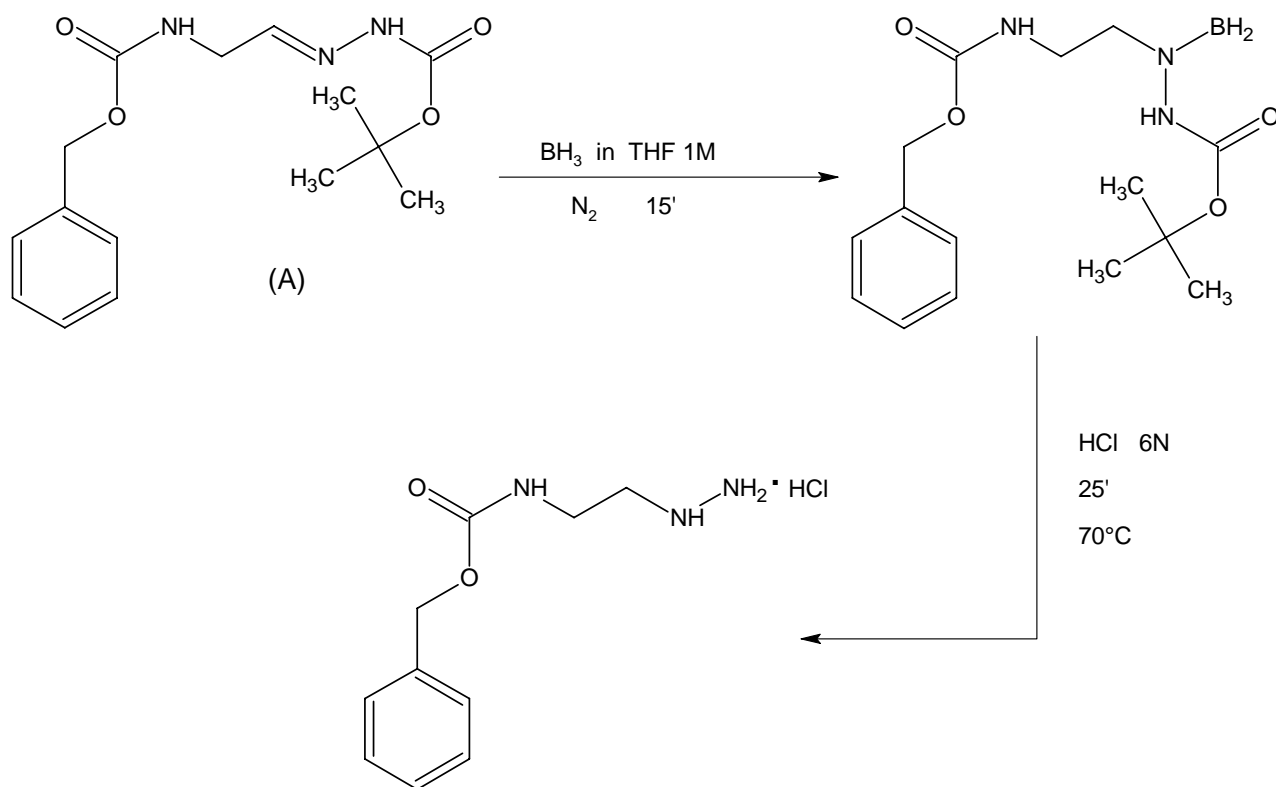


### Step 4

Schema di reazione:



Reagente	PM [g/mol]	mmol	mg	eq	ml	R	S
(A)	307,35	1,26	386	1			
$\text{BH}_3$ (in THF 1M)	85,94	1,39		1,1	1,4	R11-19-22-14/15-36/37/38	S16-26-33-36
HCl 6N	36,5	3,78		3	0,65	R36/37/38	S26
THF	72,11				3	R11-19-36/37	S16-29-33

Descrizione della reazione:

In un pallone da 100 ml su cui viene montato un riduttore da cono 26 a 12 dotato di tappo in gomma rovesciabile vengono posti 386 mg di (A) e si fa gorgogliare azoto per una decina di minuti.

Mantenendo sempre sotto azoto, tramite siringa, si iniettano attraverso il tappo di gomma 1,4 ml di  $\text{BH}_3 \cdot \text{THF}$  1M e si lascia il pallone sotto agitazione magnetica per circa 15 minuti.

Si possono quindi iniettare 0,65 ml di HCl 6N notando lo sviluppo di  $\text{CO}_2$  ed isobutene.

Si sostituisce il tappo di gomma con un ricadere a bolle in cima al quale viene posto un rubinetto collegato alla rampa per azoto e si porta il pallone a 70°C mediante bagno d'acqua su piastra riscaldante, sempre sotto agitazione magnetica.

Trascorsi 30 minuti, si lascia raffreddare la soluzione e si elimina il solvente al rotavapor ottenendo un solido giallino che viene ripreso con THF: si ottiene una dispersione di acido borico in quanto il cloridrato dell'idrazina passa in soluzione.

Si filtra la soluzione su hirsh lavando il solido ottenuto con poco THF.

La soluzione è stata svaporata al rotavapor e con bolla paraspruzzi collegata al vuoto ottenendo un solido che ha mantenuto la colorazione arancio.

Lo spettro  $^1\text{HNMR}$  allegato e quello fornitoci dalla docente.

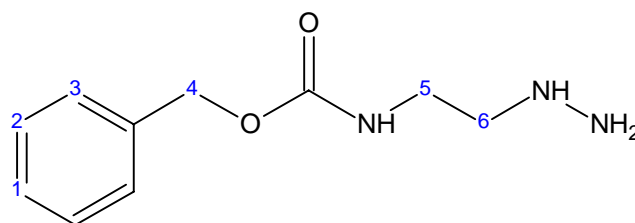
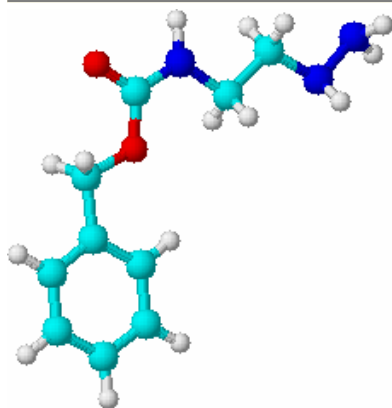
---

Risultati:

Sono stati ottenuti 0,0939 g pari a  $\frac{93,9 \text{ mg}}{245,09 \text{ mg/mmol}} = 0,383 \text{ mmol}$ .

La resa si calcola rispetto ad (A) ed è  $\frac{0,383 \text{ mmol}}{1,33 \text{ mmol}} \cdot 100 = 28,8\%$

---



benzil 2-idrazinoetilcarbammato

---

Interpretazione spettri:

- Spettro  $^1\text{HNMR}$

3,27	Protoni in 6
3,51	Protoni in 5
5,1	$\text{CH}_2$ benzilico (4)
7,49	Protoni aromatici (1,2,3)