

Специализированный учебно-научный центр (факультет) – школа-интернат имени А.Н. Колмогорова Московского государственного университета имени М.В. Ломоносова.

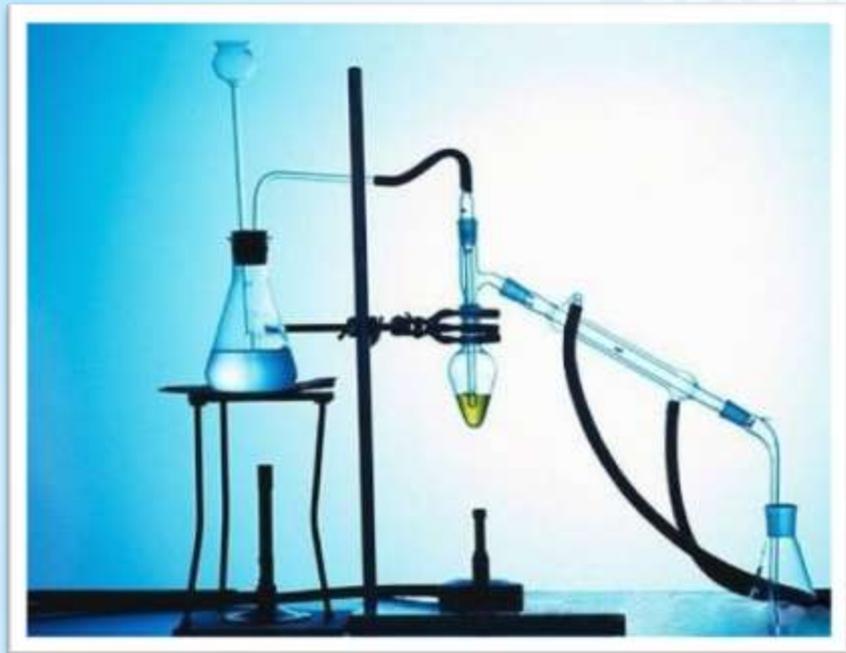
## Синтез 1-*трет*-Бутоксикарбонил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидин

Курсовая работа  
Ученицы 10 М класса  
Крайновой Дианы Александровны  
Научный руководитель  
Протопопова Полина Сергеевна.

Институт элементоорганических соединений имени А.Н. Несмеянова, Лаборатория гомолитических реакций элементоорганических соединений (№128). Должность Инженер-исследователь, Аспирант

Москва  
2016

# Введение



**Цель работы** - получение биологически активного соединения 1-трет-бутоксикарбонил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина, изучение свойств синтезированного соединения и изыскание областей его практического применения.

**Для достижения поставленной цели были сформулированы следующие задачи:**

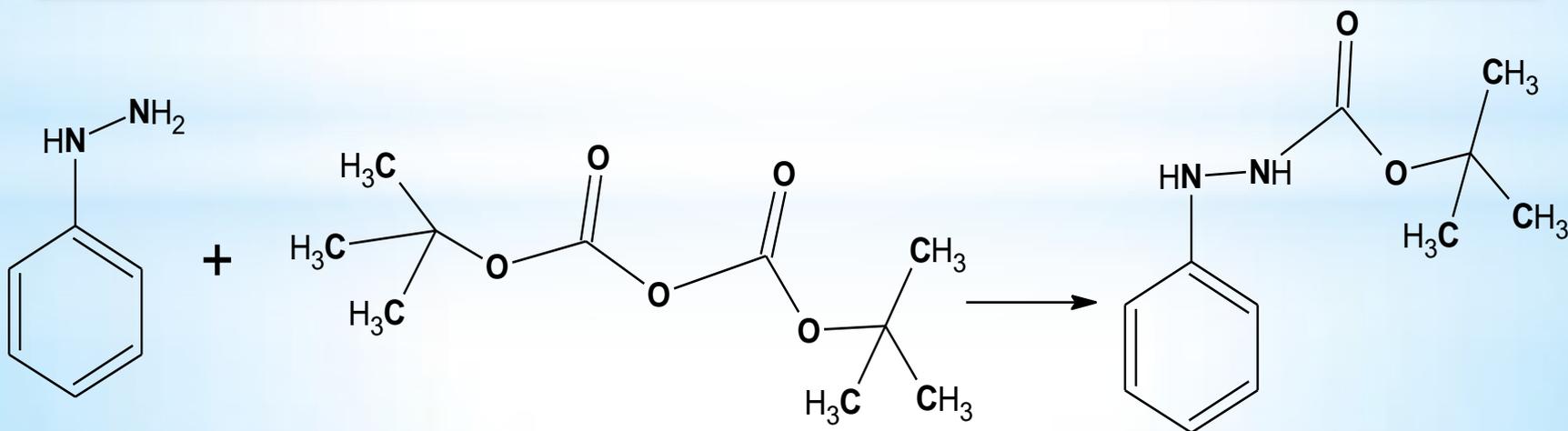
1. Проанализировать литературные данные и подобрать методику синтеза 1-трет-бутоксикарбонил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина.
2. Осуществить синтез 1-трет-бутоксикарбонил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина, доказать его состав и структуру.

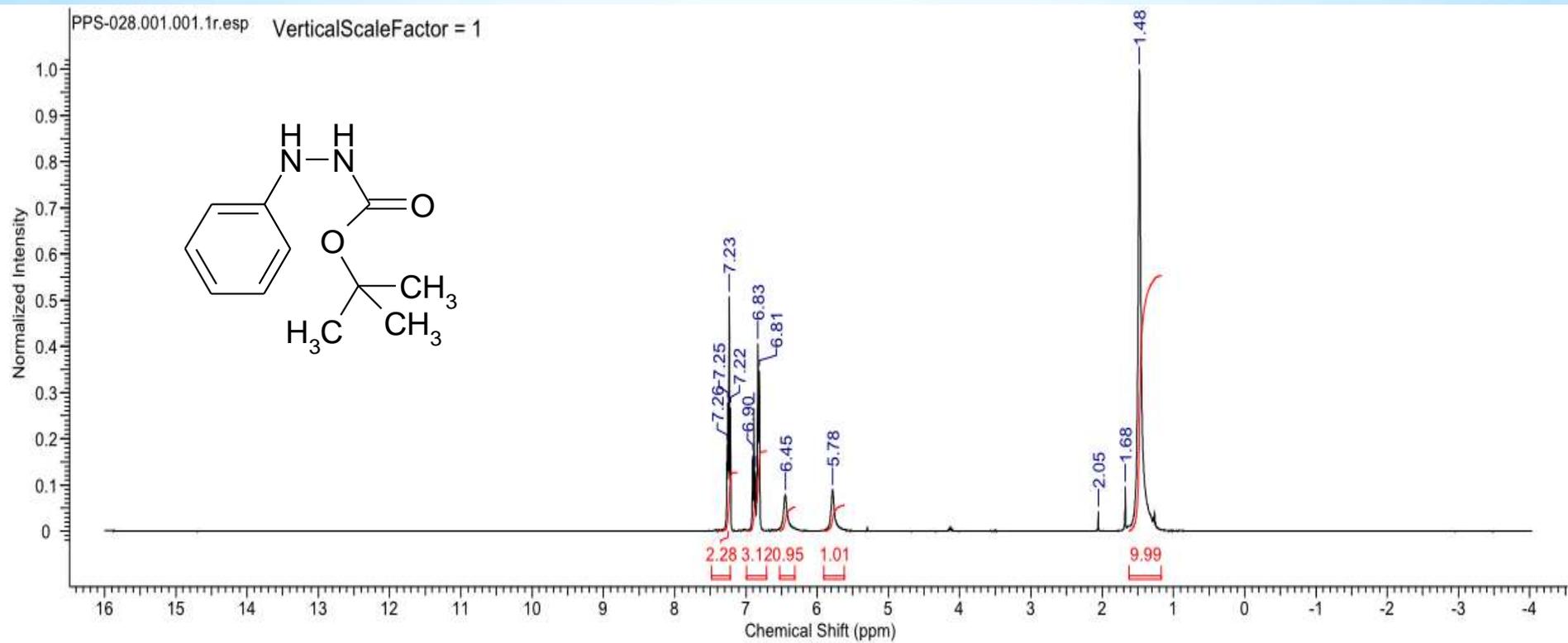
# Экспериментальная часть

# 1 стадия

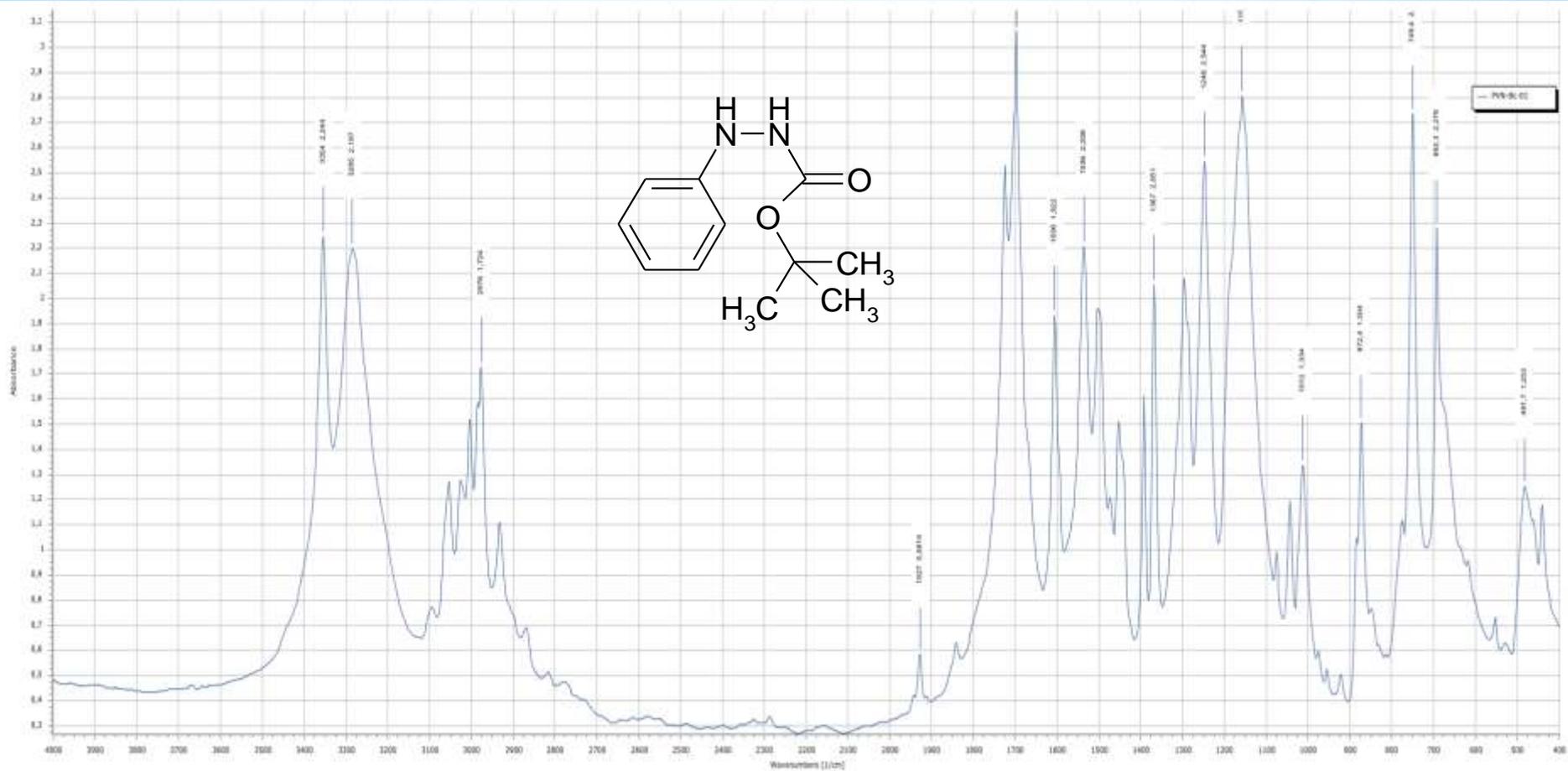
## Синтез трет-бутоксикарбонил-2-фенилгидразина

К фенилгидразину (2.7 г., 0,025 моль), растворенному в ацетонитриле (20 мл), при охлаждении и перемешивании добавляют ди-трет-бутоксикарбонат (5.75 мл; 0,025 моль). Смесь перемешивают в течение 2 часов. Упаривают растворитель до половины объёма, выпавшие кристаллы промывают 3 раза петролейным эфиром и перекристаллизовывают из гексана. Выход 3,18 г (61,2% теор.) Температура плавления 93 °С (литературные данные 90-92 °С).





ЯМР спектр 1-бутоксикарбонил-2-фенилгидразин

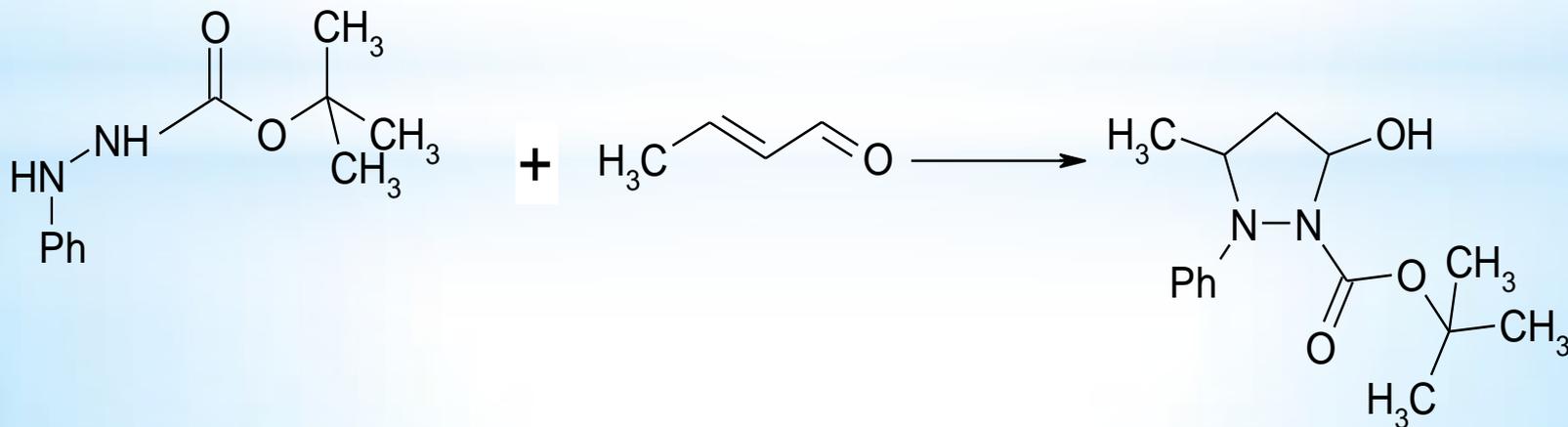


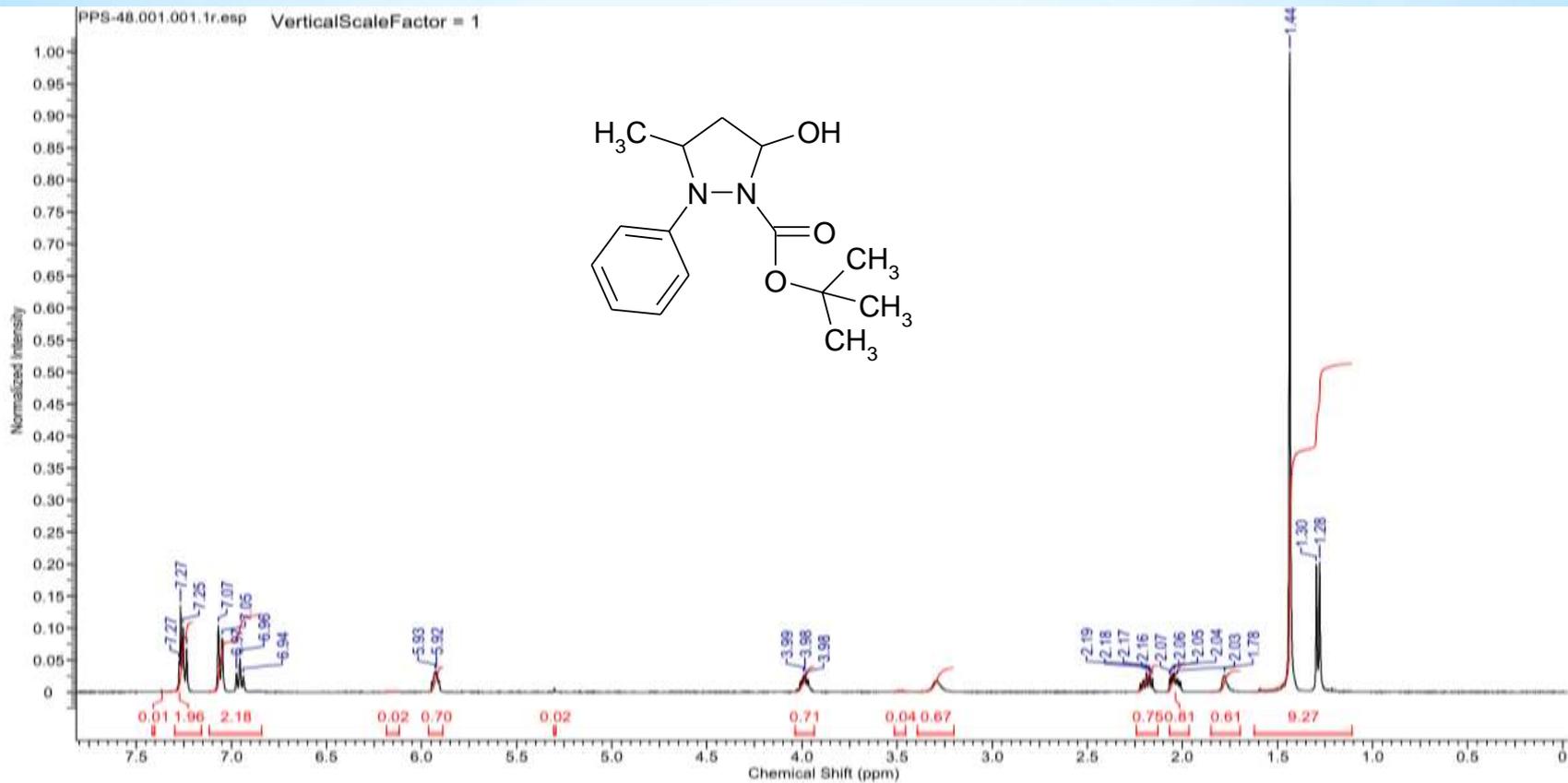
ИК спектр 1-трет-бутоксикарбонил-2-фенилпиразолидина

# 2 стадия

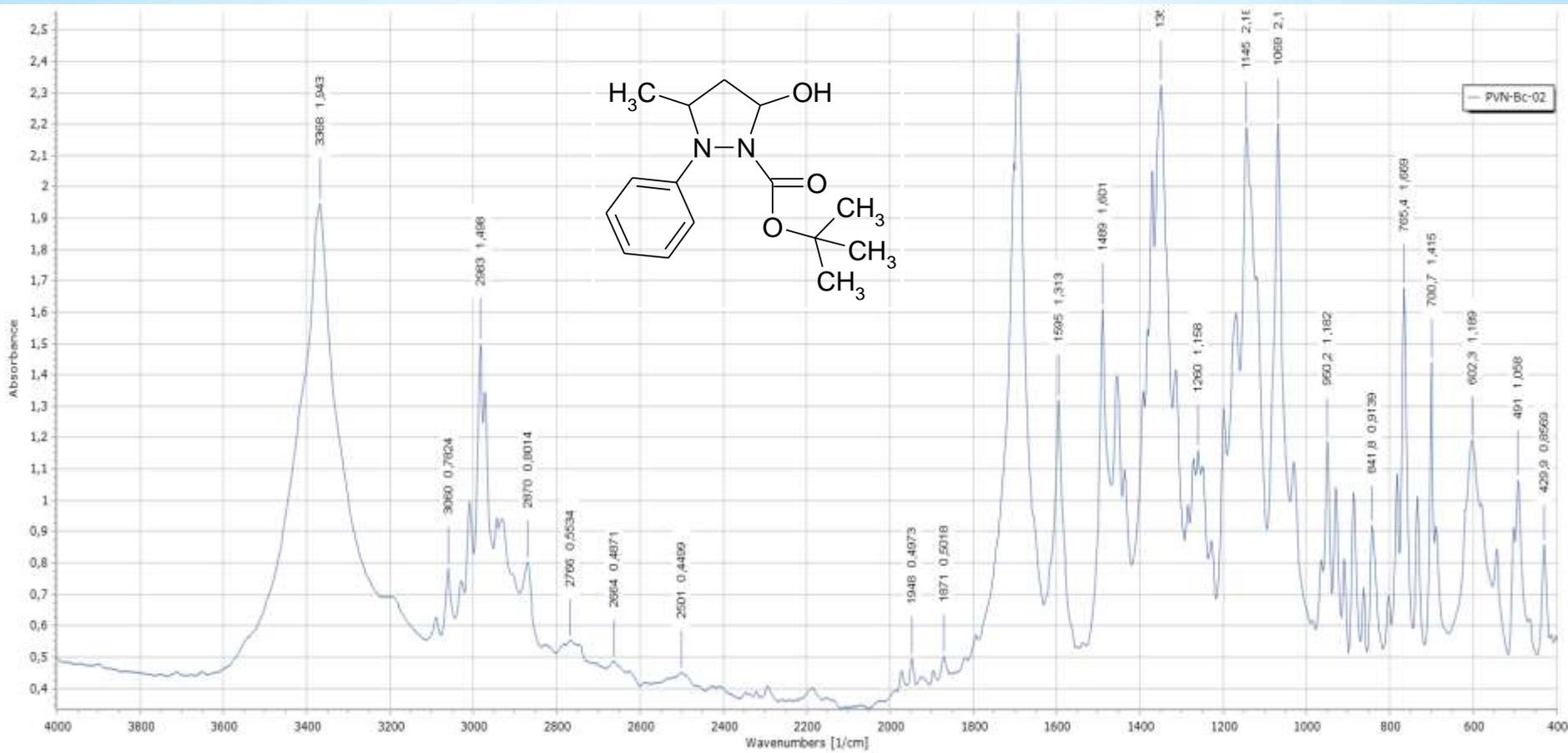
## Синтез 1-трет-бутоксикарбонил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидин

Свежеполученный трет-бутоксикарбонил-2-фенилгидразин разделяют на 3 порции массой 1 г каждая. Далее к каждой порции приливают избыток кротонового альдегида. Раствор трет-бутоксикарбонил-2-фенилгидразин в кротоновом альдегиде нагревают несколько секунд до появления признаков растворения. После - раствор плотно закрывают крышкой, убирают в темное прохладное место на 3 дня. По истечении указанного времени порции объединяют в одну и смешивают с сухим эфиром, оставляя охлаждаться в морозильной камере до выпадения осадка. Выпавшие кристаллы промывают диэтиловым эфиром, отфильтровывают на стеклянном фильтре, сушат в эксикаторе. Масса 1-трет-бутоксикарбонил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидин на выходе составила г. Температура плавления 144°C (литературные данные \_\_\_°C).





ЯМР спектр 1-трет-бутоксикарбонил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина



ИК спектр 1-трет-бутоксикарбонил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина

# Выводы

1. Подобрана методика синтеза 1-*трет*-бутоксикарбонил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина.
2. Осуществлен двух стадийный синтез 1-*трет*-бутоксикарбонил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина.
3. Строение 1-*трет*-бутоксикарбонил-5-гидрокси-3-метил-2-фенилпиразолидина подтверждено ИК- и ЯМР (<sup>1</sup>H) спектрами.

**Благодарю за помощь в написании  
курсовой работы работника  
института элементоорганических  
соединений имени А. Н. Несмеянова  
Сигеева Александра Сергеевича и  
Протопопову Полину Сергеевну.**

**Спасибо за внимание**