

TÈCNIQUES EXPERIMENTALS

Els espectres de RMN van ser enregistrats en un espectròmetre VARIAN GEMINI-300 de 300 MHz i un espectròmetre VARIAN MERCURY-400 de 400 MHz. Les dades de desplaçament químic es troben expressades en parts per milió (ppm), referenciades respecte al TMS.

La rotació específica es va mesurar en un polarímetre Perkin-Elmer 241 MC en cel·les de 10 cm.

Les anàlisis quantitatives de carboni, hidrogen i nitrogen van ser obtingudes en un microanalitzador Carlo Erba EA 1108.

Per a l'espectroscopia d'UV-vis es va utilitzar un espectrofotòmetre diode array 8452A de Hewlett Packard.

Els espectres d'IR es van realitzar en un espectròmetre Prespect IR PRS de Midac Corporation.

La cromatografia en capa fina per al control de les reaccions es va realitzar sobre plaques de gel de sílice 60 F₂₅₄ de Merck amb indicador fluorescent. Els mètodes de revelat emprats van ser: pulverització amb una mescla d'EtOH/H₂SO₄=300/20 (v/v) i posterior calcinació (compostos que contenen enllaços C-O), pulveritzat amb una mescla de permanganat de potassi (1%)/bicarbonat de sodi (1%) en aigua (compostos amb dobles enllaços), pulverització amb una mescla de vermell de metil (0.5 g) i iodur de sodi (5 g) en 100 mL d'*n*-butanol (revelador d'epòxids) i/o mitjançant llum ultravioleta ($\lambda=254$ nm) (compostos amb grups cromòfors).

En la cromatografia en columna "flash" es va emprar com a fase estacionària gel de sílice 60 de pH 6.5-7.5 amb un tamany de partícula de 40 a 63 microns de Merck, eluint sota pressió d'aire.

Per a la cromatografia radial es van emprar discos de $r=14$ cm que suportaven una capa d'1mm o 2mm d'espessor de sílica gel amb guix (60F254) de Merck.

La cromatografia líquida de mitjana pressió (MPLC) es va portar a terme en un equip integrat per columnes de borosilicat 3.3 de diferents diàmetres i longituds, una bomba de cromatografia Büchi 688, un detector UV/vis Gilson 118, un col.lector de fraccions FC 204 de Gilson i un registrador SE 120 d'ABB; es va utilitzar com a fase estacionària sílica gel 60 ACC Chromagel de SDS, amb un tamany de partícula de 6-35 microns.

Els punts de fusió van ser determinats amb un aparell Tottoli de la marca Büchi 510 i no han estat corregits.

Els reactius i dissolvents emprats són comercials. El secat dels diferents dissolvents es va realitzar segons mètodes convencionals.¹

¹ D. D. Perrin, W. L. F. Armarego, *Purification of Laboratory Chemicals*, Pergamon Press, Oxford, **1989**, 3rd Ed (reimp.).