

40 C.

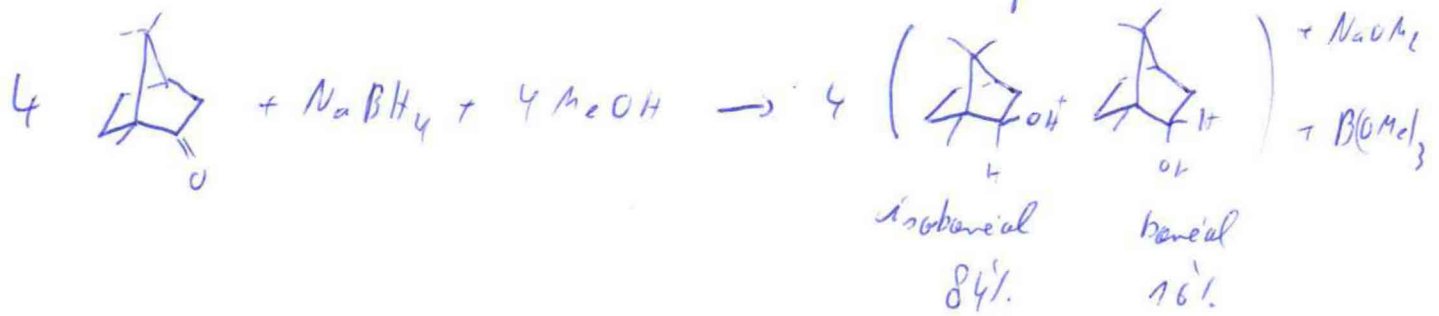
# Réduction du camphre

Bibliographie: Drouin manip 77, Subé Lise

Produits :

- (+)-camphre - NaBH<sub>4</sub> - Méthanol
- Dichlorométhane - Salubra sativa hydrogencarbonate de Na
- Sulfate de magnésium anhydre - Ethanol absolu

⇒ diastéréosélectivité : + forte réactivité de la face endo



## Protocole

- Peser 3,05 g de (+)-camphre dans un ballon de 50 mL
- Ajouter un bouchon cimenté et 75 mL et refermer le ballon à 0°C
- Peser 1,5 g de NaBH<sub>4</sub> dans un pilulier de 5 mL, et ajouter à la solution par petite portion en gardant T < 10°C
- Suivre par CCM (celle de pétrole / acétate d'éthyle 80/20) pour suivre la disparition du camphre (Réaction NaBH<sub>4</sub> + chiralité du camphre)
- quand il n'y a plus de camphre, ajouter 6 mL d'H<sub>2</sub>O et chauffer à 65°C ⇒ formation d'un précipité blanc (réfrigérant)

- Maintenir le mélange à 65°C pendant 5 min pour hydrolyse complète

- Répéter dans le même délai

- Immerger dans un bain-marie contenant 70 mL d'eau froide pour éliminer l'eau en excès à l'étape

- Rincer le ballon avec 70 mL de  $CH_2Cl_2$  évaporer dans l'air

- Faire la phase aqueuse 2x avec 70 mL de  $CH_2Cl_2$

- Laver les phases organiques avec 5 mL de  $NaHCO_3$

- Sécher au sulfate de cuivre anhydre

- Filtrer pour éliminer le sulfate

Région la nuit par CCM : prélever 0,1 mL du milieu réactionnel et

les placer dans 4 petites ampoules contenant 0,5 mL d'eau. Chauffer la solution à 65°C pour sécher et additionner avec 7 mL d'éthanol.

Caractérisation :

• Peser rapidement : dans un erlenmeyer de 25 mL peser sur excès 1,00 g du brut et titrer 2 mL d'alkanol

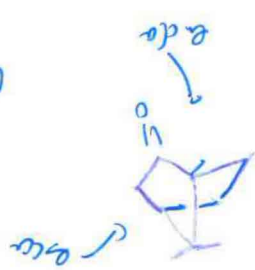
étalon. Comparer dans une fiole jaugée de 10 mL d'acétate au haut de jauge  $\Rightarrow [ \alpha ]_D^{20} = -34,3$  et  $+37,7$

• CEV

• IR

Fig : Réaction des lactones avec EtOH

- 0°C pour obtenir  $KaEtOH + MeOH$



Bary-centre  $\theta = 10^\circ$