

Manipulation 277 : Réduction du camphre

Matériel et produits :

- (+)-camphre
- Méthanol
- NaBH_4
- Et_2O
- Solution aqueuse de NaHCO_3 saturée
- MgSO_4 anhydre
- Ethanol absolu

Protocole :

Dans un ballon tricol de 50mL, ajouter :

- Environ exactement 3,05g de (+)-camphre ($m =$)
- 15mL de méthanol

Agiter doucement jusqu'à dissolution puis refroidir le ballon dans un bain d'eau glacée (0-5°C)

Dans un pilulier perser environ 1,5g de NaBH_4

Ajouter par petite portion dans le bécher en contrôlant la température (ne pas dépasser 10°C)

Agiter pendant 10min après la fin de l'addition à température ambiante

Prélever 0,5mL de solution et réaliser un traitement dans un pilulier : ajouter 1mL d'eau et 1mL d' Et_2O .

Injecter la phase organique dans la CPV

Ajouter 6mL d'eau et chauffer pendant 5min à 65°C dans le ballon muni d'un réfrigérant puis refroidir dans un bain d'eau glacée

Verser le ballon dans un erlenmeyer contenant 70mL d'eau glacé puis transvaser dans un ampoule à décanter.

Extraire la phase aqueuse par 2x20mL d' Et_2O

Laver la phase organique par 20mL de NaHCO_3 saturée puis sécher sur MgSO_4 anhydre.

Filtrer et évaporer le solvant dans un ballon taré ($m_{\text{produit}} =$)

Caractérisation :

CPV : carbowax 20M, $T_i = T_d = 160^\circ\text{C}$ et $T_f = 125^\circ\text{C}$

Temps de rétention : camphre 7,6 ; isobornéol 10,4 ; bornéol 11,4

IR

Polarimétrie : dans une fiole de 20mL, mettre 1g de produit puis complété à l' EtOH absolu

Mesure le pouvoir rotatoire ($\alpha =$)