

Manipulation 409 : Réduction énantiosélective (carotte)

Matériel et produits :

- Carotte
- 2-acétylbenzofurane
- Acétate d'éthyle
- Éther de pétrole
- Célite
- Solution saturée de NaCl
- Colonne chromatographique
- Silice et sable
- Dichlorométhane
- P-anisaldéhyde

Protocole :

Laver une carotte, éplucher la et couper la en petits morceaux

Ajouter la carotte dans 250mL d'eau distillée dans un erlenmeyer de 500mL

Sous agitation, ajouter 100mg de 2-acétylbenzofurane

Attention, l'erlenmeyer ne doit pas toucher la plaque magnétique

Agiter le mélange pendant 1h30

Prélever 0,5mL du brut réactionnel et ajouter 0,5mL d'acétate d'éthyle

Faire une CCM (éluant : éther de pétrole/EtOAc : 85/15)

Filtrer les carottes et laver à l'eau

Extraire la phase aqueuse par 2x100mL d'acétate d'éthyle

Si émulsion persistante, filtrer la solution sur célite

Laver les phases organique par 50mL de solution saturée de NaCl puis sécher sur sulfate de magnésium anhydre

Évaporer le solvant à l'évaporateur rotatif

Monter une colonne de silice de hauteur environ 5cm.

Déposer le produit et faire éluer la première impureté avec l'éther de pétrole pur

Puis faire éluer le produit avec un mélange éther de pétrole/EtOAc : 85/15

Caractérisations :

CCM : révélateur UV ou p-anisaldéhyde

IR, RMN

Polarimétrie dans le DCM $[\alpha] = -0,05^\circ$