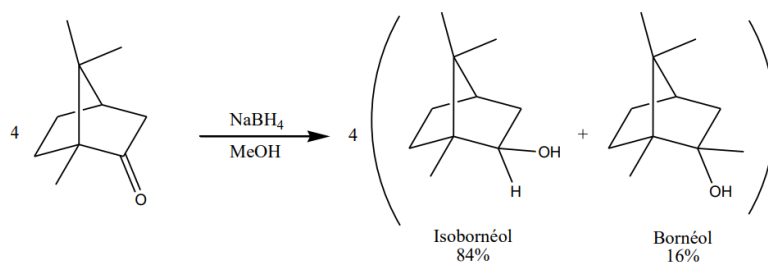


REDUCTION DU CAMPHRE

Référence : Drouin p101



1 Protocole

1.1 Produits

Composé	M (g/mol)	n (mmol)	Eq.	Toxicité
(+)-camphre	152,24	20,0	1	Inflammable, CMR
NaBH_4	37,83	40	2	Inflammable, CMR, toxique
Methanol	32,04	solvant	/	Inflammable, CMR, toxique
Ether diéthylique	/	/	/	Inflammable.
Solution saturée d'hydrogencarbonate de potassium	/	/	/	/
Sulfate de magnésium anhydre	/	/	/	/

1.2 Manipulation

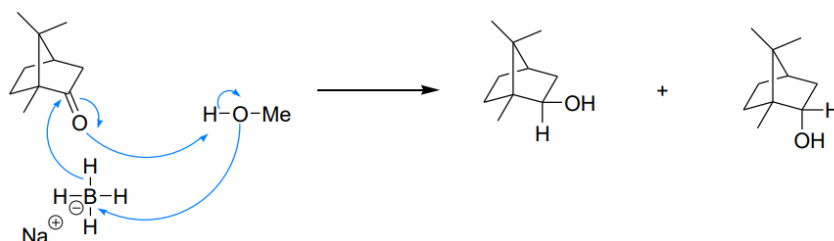
1. Dans un ballon tricol de 50mL ajouter 3.05g de (+)-camphre et 15mL de méthanol. Agiter doucement jusqu'à dissolution du camphre, puis placer le ballon dans un bain de glace.
2. Peser rapidement dans un pilulier 1.5g de tétrahydroborate de sodium et l'ajouter par petite portion à la solution de camphre (pour maintenir la réaction en dessous de 10°C, bien refermer le pilulier entre les ajouts). A la fin de l'addition, agiter pendant 5 minutes à température ambiante.
3. Ajouter 6mL d'eau puis chauffer le ballon muni d'un réfrigérant à 65°C. Un précipité blanc doit apparaître, maintenir cette température pendant 5 minutes, puis refroidir dans un bain de glace. *Le précipité blanc est notre produit.*
4. Ajouter le contenu du ballon dans un erlen de 250 mL contenant 70 mL d'eau glacé. Ajouter entre 10 et 20 mL d'éther diéthylique pour solubiliser le produit.
5. Transvaser le contenu de l'erlen dans une ampoule à décanter et séparer les phases.

6. Extraire la phase aqueuse avec 2 fois 10 mL d'éther.
7. Laver la phase organique avec 5 mL d'hydrogénocarbonate de potassium. Laver la phase organique avec 5mL d'une solution saturée de chlorure de sodium (préséchage). Sécher sur sulfate de magnésium anhydre.
8. Évaporer le solvant

Caractérisation : IR, RMN, CPV, Polarimétrie

2 Exploitation

2.1 Mécanisme



- Le vrai réactif est $\text{BH}_3(\text{OMe})^-$.
- On met l'hydrure de Bore en excès car il pourrait réagir entièrement sur le méthanol. Dégagement gazeux : dihydrogène. On se place dans un bain de glace pour limiter cette réaction et favoriser un contrôle cinétique.

2.2 Traitement

- On hydrolyse $\text{B}(\text{OMe})_3$ en acide borique.
- Le lavage à l'hydrogénocarbonate de sodium permet de déprotoner l'acide borique solubilisé en phase organique pour favoriser son passage en phase aqueuse.

2.3 Polarimétrie

- Soit x_{iso} la proportion relative en isoborneol.

$$x_{\text{iso}} = \frac{\frac{\alpha}{cl} [\alpha]_{D, \text{borneol}}^{20}}{[\alpha]_{D, \text{isoborneol}}^{20} - [\alpha]_{D, \text{borneol}}^{20}}$$

Avec :

- c la concentration massique de l'échantillon mesuré
- α le pouvoir rotatoire mesuré
- $[\alpha]_{D, \text{borneol}}^{20} = 37,7 \text{ } ^\circ\text{g.mL}^{-1}.\text{dm}^{-1}$ le pouvoir rotatoire spécifique du borneol
- $[\alpha]_{D, \text{isoborneol}}^{20} = -34,3 \text{ } ^\circ\text{g.mL}^{-1}.\text{dm}^{-1}$ le pouvoir rotatoire spécifique de l'isoborneol