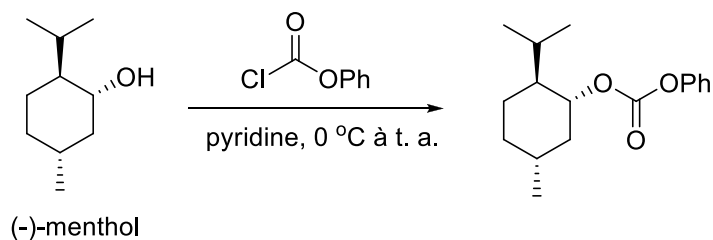


6 avril 2011

Titre :

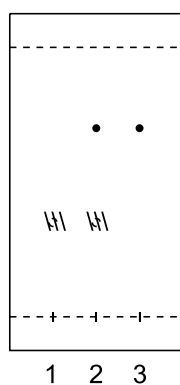


Produits	source	masse molaire (g/mol)	densité	quantité	mmol	équivalents
(-)-menthol	Aldrich	156.27	/	15.0 g	96.0	1.00
phenylchloroformate	Aldrich	156.57	1.24	13.1 mL	104	1.08
pyridine anhydre	Fisher	/	/	15.0 mL	/	solvant
md1-51-2		276.37	/	26.5 g	96.0	1.00

Référence : *J. Org. Chem.* 1999, 64, 4537

- Le (-)-menthol est dilué dans la pyridine et la solution est portée à 0 °C (bain de glace).
- Le Phénylchloroformate est ajouté lentement (pendant 5 minutes) à 0 °C sous forte agitation (formation d'un précipité blanc)
- La réaction est agitée à température ambiante pendant 18 heures.

CCM (après 18 heures) :



Éluent: 20 % EtOAc/Hex

Révélateurs: • = UV

\\| = KMnO<sub>4</sub>

1: (-)-menthol, R<sub>f</sub> = 0.35

2: co-spot, R<sub>f</sub> = 0.35, 0.70

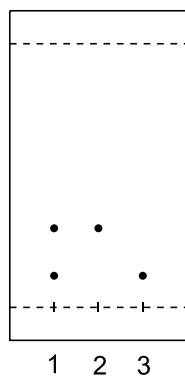
3: réaction, R<sub>f</sub> = 0.70

La réaction est terminée

- De l'eau (30 mL) est ajouté et la mixture est extraite avec de l'éther (3x20mL). Les fractions organiques sont combinées, lavées avec une solution aqueuse de HCl 1N (3x20mL) et avec une solution aqueuse saturée en bicarbonate de sodium (30 mL), séchées avec du sulfate de magnésium anhydre, filtrées par gravité et évaporées sous pression réduite.

- md1-51-1 (produit brut) : 8.70 g (rendement brut = 98%), huile jaune pâle
- Le produit brut est purifié par chromatographie éclair sur gel de silice
  - éluent utilisé : 5%, puis 10% EtOAc/Hex
  - largeur de la colonne : 5 cm
  - hauteur de la colonne : 30 cm

CCM flash :



Éluent: 5% EtOAc/Hex

Révélateurs: • = UV

≡ = KMnO<sub>4</sub>

1: produit brut, Rf = 0.12, 0.30

2: fraction 1, Rf = 0.30

3: fraction 2, Rf = 0.12

- La fraction 1 est évaporée sur l'évaporateur rotatif.
- Md1-51-2 (fraction 1) : 7.91 g (rendement = 89%), huile incolore

RMN <sup>1</sup>H 400 MHz, CDCl<sub>3</sub> (md1-51-2) : Les signaux correspondent au produit attendu, traces d'acétate d'éthyle

IR (CHCl<sub>3</sub>) : Les bandes correspondent aux fonctions du produit attendu

Conclusion : La synthèse du produit a été effectuée avec un bon rendement de 89%. La méthode a donc été efficace. Le produit final contenait cependant un peu d'acétate d'éthyle. Il aurait fallu mettre le produit sur la pompe mécanique afin de retirer le solvant.

Martin Déry, 7 avril 2011 (signer, dater)

- S'il y avait un point de fusion à prendre (produit solide) : mettre le point de fusion expérimental (ex : 102-104 °C, plage de température), mettre la valeur de la littérature ainsi que la référence, commenter en comparant les deux valeurs.
- S'il y avait une distillation, mettre :
  - 1) hauteur de la colonne de distillation
  - 2) largeur de la colonne
  - 3) nature de la colonne (ex : vigreux)
  - 4) températures observées des vapeurs des fractions obtenues (peut être un gap de température)
- S'il y avait une recristallisation : préciser
  - 1) le(s) solvant(s) (un ou deux solvants)
  - 2) recristallisation à chaud ou à froid?

- Dans la conclusion, vous pouvez parler entre autres des points suivants :

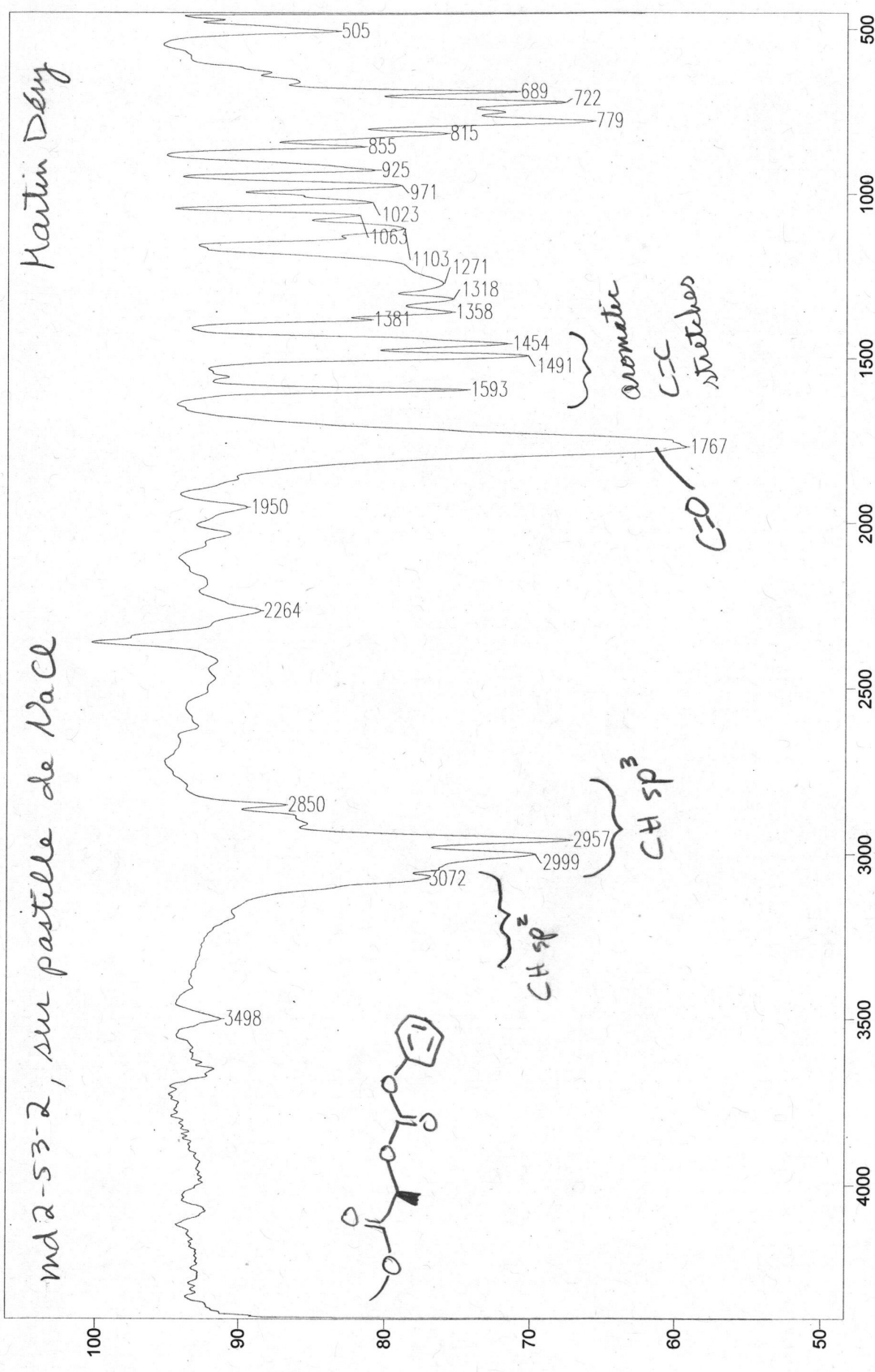
Avez-vous obtenu le produit désiré? Quelles impuretés contaminent votre produit?

Comment expliquez-vous la sélectivité observée? Comment pourriez-vous améliorer la pureté ou le rendement du produit? La procédure a-t-elle été efficace?

Sur le spectre RMN  $^1\text{H}$  (directement sur le spectre) : spécifier le numéro d'échantillon, le solvant, le nombre de MHz, le type de spectre (RMN  $^1\text{H}$ ). À côté de chaque pic, mettre le déplacement chimique ( $\delta$ ), l'intégration, la constante de couplage (J) (s'il y a lieu) et identifier à quel(s) hydrogène(s) correspondent le pic sur la molécule.

Sur le spectre IR : spécifier le numéro d'échantillon, le support (ex : cellule A, pastille de NaCl, etc), le solvant (s'il y a lieu). Mettre les fonctions chimiques importantes représentées par les bandes IR.

Remettre vos spectres analysés avec votre cahier de labo.



Transmission / Wavenumber (cm-1)

File # 1 : MD2532

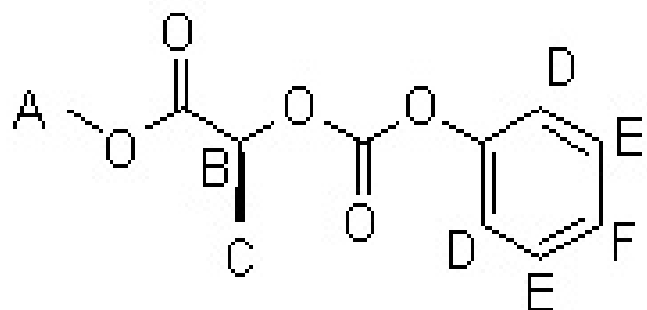
md2532

Paged Y-Zoom CURSOR

2010-04-26 15:19 Res=4cm-1

Martin Déry  
7 avril 2011

RMN<sup>1</sup>H 300 MHz, CDCl<sub>3</sub> (md2-51-2)



$\delta = 7.34$  ppm,  
t  
2H  
J = 8.0 Hz  
Hydrogènes D

$\delta = 7.22-7.17$  ppm,  
m  
3H  
Hydrogènes E et F

$\delta = 5.08$  ppm,  
q  
1H  
J = 7.1 Hz  
Hydrogène B

$\delta = 3.73$  ppm,  
s  
3H  
Hydrogènes A

$\delta = 1.55$  ppm,  
d  
3H  
J = 7.1 Hz  
Hydrogènes C

ppm	Hz	Intensité
7.4141	2225.21	11.5
7.3887	2217.60	29.1
7.3623	2209.66	24.9
7.2735	2183.03	11.4
7.2586	2178.54	29.2
7.2493	2175.75	18.9
7.2168	2166.01	32.6
7.1908	2158.20	24.2
5.1615	1549.14	5.1
5.1379	1542.05	15.4
5.1142	1534.95	16.0
5.0906	1527.87	5.9
3.8034	1141.53	174.9
1.6253	487.81	117.5
1.6016	480.71	114.8

1.74  
3.00

0.76

3.06

3.59

7.5 7.0 6.5 6.0 5.5 5.0 4.5 4.0 3.5 3.0 2.5 2.0 1.5 1.0 0.5 0.0 -0.5 (ppm)