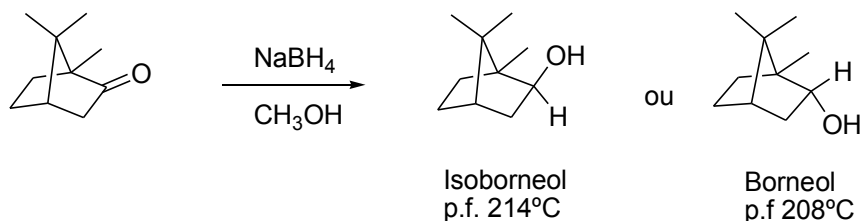


Bloco VI

REDUÇÃO DA CÂNFORA POR NaBH_4 **1. Objetivo**

Realização de uma reação de redução de um composto carbonílico. Criação de um novo centro de dissimetria.

2. Introdução

A cânfora é uma molécula largamente conhecida na medicina tradicional por, como o mentol, produzir uma sensação de frescura quando absorvida pela pele, o que faz dela um dos ingredientes ativos de medicamentos como o “Vick VapoRub”. É um composto bicíclico com um grupo funcional cetona.

A adição nucleófila do íon hidreto a carbonilos resulta na redução de aldeídos e cetonas a, respetivamente, álcoois primários e secundários.

De entre os reagentes usados habitualmente para levar a cabo estas reações faz parte o boro-hidreto de sódio (NaBH_4), um reagente relativamente fácil de manipular.

O impedimento estereoquímico de uma molécula como a cânfora permite explorar as consequências estereoquímicas da adição de nucleófilos a cetonas.

3. Execução experimental

3.1. Reagentes

Cânfora, metanol, boro-hidreto de sódio, sulfato de sódio anidro, éter etílico, eluentes para TLC, revelador para TLC (ácido fosfomolibdico e KMnO_4).

3.2. Material

Balões de 100 mL, banho de água, condensador de Liebig, agitador magnético e placa de aquecimento/agitação, funil de Büchner, kitasato, erlenmeyer, funil de vidro, filtro de pregas, evaporador rotativo, material corrente de laboratório.

3.3. Procedimento experimental

Num balão pequeno, colocado num banho de água à temperatura ambiente, dissolva a cânfora em 2-4 mL de metanol e, com uma espátula, adicione NaBH_4 (na quantidade adequada a averiguar antes da aula) em pequenas porções.

Após a adição de todo o NaBH_4 aqueça a mistura, no mesmo banho de água, a 70°C durante 5 minutos. Deixe a mistura arrefecer e adicione-lhe 20 mL de água gelada. Recolha o sólido branco formado, num funil de Büchner, através de uma filtração em vácuo. Transfira o sólido recolhido para um Erlenmeyer, adicione-lhe 20 mL de éter etílico e seque a solução assim obtida, por adição de uma pequena quantidade de Na_2SO_4 . Filtre a solução através dum filtro de pregas para um balão de fundo redondo tarado e lave o balão de Erlenmeyer com uma nova porção de 10 mL de éter etílico. Filtre a solução para o mesmo balão tarado. Evapore o solvente à secura. Purificação adicional pode ser obtida por recristalização.

Para analisar o produto prepare uma placa de cromatografia usando para comparação o reagente de partida e uma amostra fornecida de um dos produtos. Elua a placa usando como eluente diclorometano com 5% de éter de petróleo. Após a eluição revele a placa com o revelador de ácido fosfomolibdico e KMnO_4 .

4. Resultados

Cada equipa tem 1,5 g de cânfora à disposição, deverá realizar pelo menos duas sínteses independentes com estes materiais e entregar no final a maior quantidade possível do produto da melhor qualidade possível (critérios de pureza: TLC e ponto de fusão) e uma página onde explicam as opções tomadas. Explicar porque é que neste caso o ponto de fusão não é um indicador de pureza muito significativo.