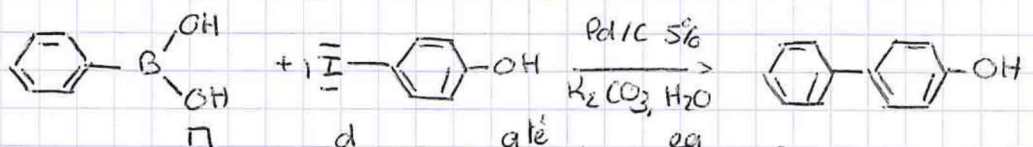


Couplage de Suzuki

Guber n° 37.
Prédeils :



	g	mmol	g	mmol
acide phénylboronique	121,93	1,0	250 mg	2,05 mmol
4-iodophénol	220,01	1,0	450 mg	2,0 mmol
carbonate de potassium	138,21	2,0	850 mg	6,15 mmol
Pd/C 5%			12 mg	0,006 mmol
HCl 2N	36,46	1,2	4-5 mL	

Protocole :



- > Dans un ballon monod de 50 mL, introduire 250 mg d'acide phénylboronique, 450 mg de 4-iodophénol, 850 mg de carbonate de potassium et 20 mL d'eau distillée (40 mL) bicot pour préalablement pour CCM? 100 mL car qtes doublées
- > agiter le mélange puis ajouter 12 mg de Pd/C 5%. Porter le mélange à reflux pendant 30 min.
- > Contrôler l'avancement par CCM (cyclohexane / EtOAc : 8/2)
- > Une fois le 4-iodophénol entièrement consommé, laisser revenir le mélange réactionnel à T amb

en 2.
séparer le ballon

- > Afin de faire précipiter le produit de couplage, ajouter 4-5 mL de HCl 2N (renforcer l'acidité) → pH = 3
- > Essorer le précipité au Büchner puis dissoudre le produit dans 7 mL d'éthanol à 95%
- > Filtrer sur papier placé le Pd/C insoluble dans EtOH. Ajouter 15 mL d'eau distillée, puis essorer sur Büchner et sécher à l'étuve.
- (-> purifier par recristallisation (eau / EtOH à 95% 1/1 v/v))

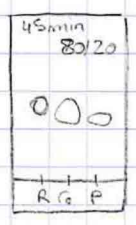
Caractérisation :

- > RMN
- > Point de fusion : T = 166 °C

- 14h25 lancement début du reflux 14h35 prise en masse du milieu → solide blanc

CCM iodophénol dans EtOAc
milieu réactionnel • microextraction avec EtOAc

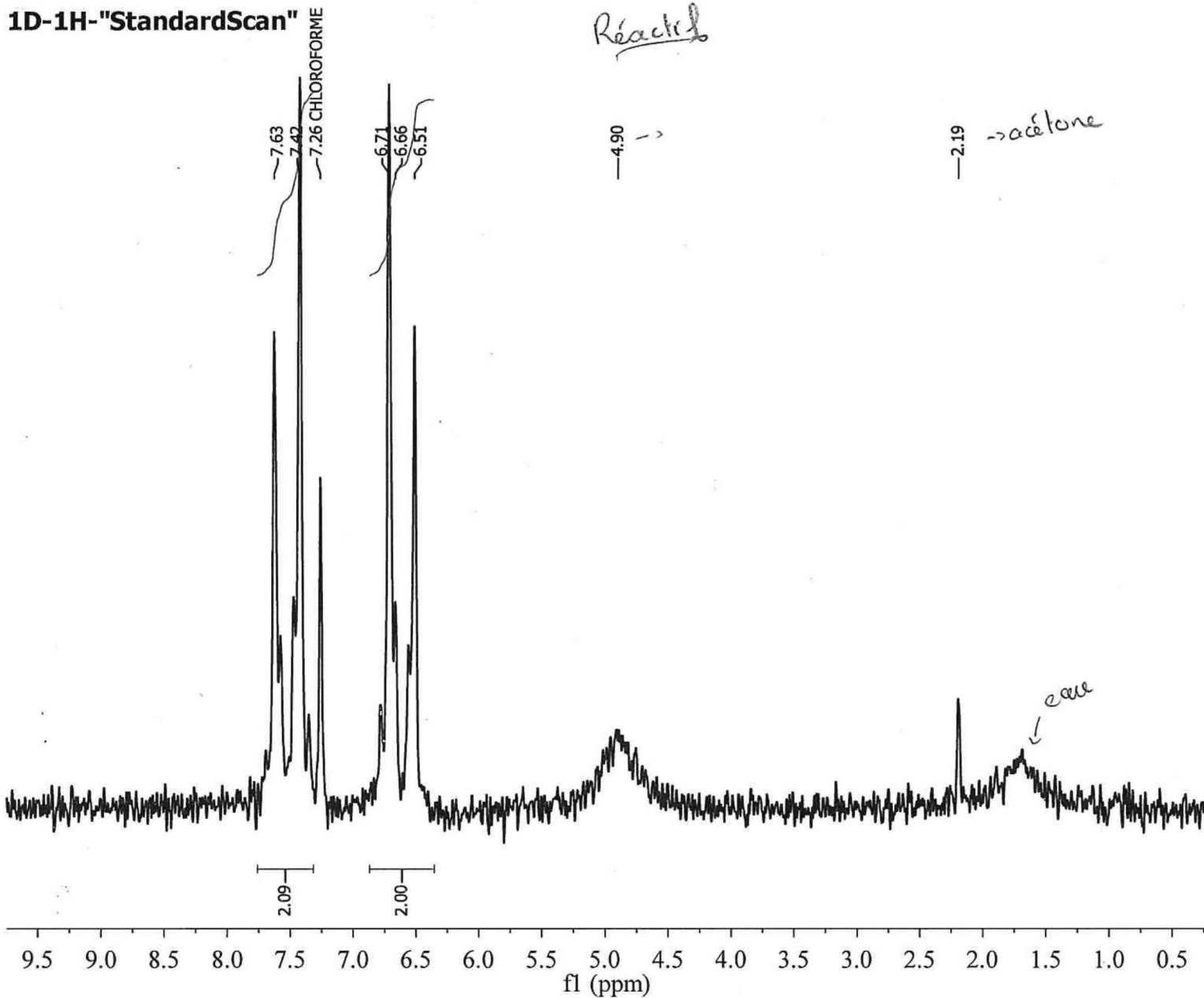
1^{ère} CCM 20 min puis 45 min



test avec 70/30 pour tenter de mieux séparer } → pas mieux, juste @ haut

1D-1H-"StandardScan"

Reactif



Parameter	Value
1 Data File Name	c:/ projects/ data/ 2021/ 10/ 19/ ens/ 173157-1D PROTON-Unknown/ Enhanced/ data.1d
2 Spectrometer	SPINSOLVE 43 PROTON
3 Solvent	Chloroform
4 Sample	Unknown
5 Number of Scans	4
6 Acquisition Date	2021-10-19T17:31:58.485
7 Total acquisition time (min)	0.87
8 Nucleus	1H

product

Parameter	Value
1 Data File Name	c:/ projects/ data/ 2021/ 10/ 19/ ens/ 173833-1D PROTON-Unknown/ Enhanced/ data.1d
2 Spectrometer	SPINSOLVE 43 PROTON
3 Solvent	Chloroform
4 Sample	Unknown
5 Number of Scans	4
6 Acquisition Date	2021-10-19T17:38:34.399
7 Total acquisition time (min)	0.87
8 Nucleus	1H

