

Couplage de Suzuki

Biblio : Grüber p.392

Montages : MC2

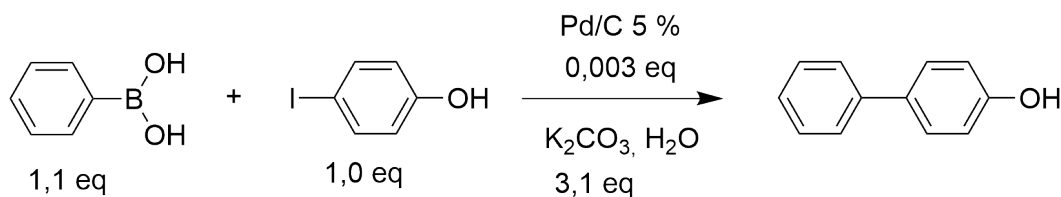


Figure 1: Bilan de réaction

1 Produits :

- acide phénylboronique
- 4-iodophénol
- carbonate de potassium
- palladium sur charbon à 5%
- solution d'acide chlorhydrique à 2 mol L^{-1}
- éthanol à 95%
- acétate d'éthyle
- cyclohexane

2 Mode opératoire :

- Dans un ballon monocol de 50 mL, introduire 250 mg d'acide phénylboronique, 450 mg de 4-iodophénol, 850 millig de carbonate de potassium et 20 mL d'eau distillée.
- Agiter le mélange réactionnel puis ajouter 12 mg de palladium sur charbon à 5%
- Porter le mélange réactionnel à reflux pendant 30 minutes. Contrôler l'avancement de la réaction par chromatographie sur couche mince (éluant cyclohexane/EtOAc : 8/2 v/v).
- Une fois le 4-iodophénol entièrement consommé ($\sim 1 \text{ h}$), laisser revenir le mélange réactionnel à température ambiante.
- Afin de faire précipiter le produit du couplage, ajouter 4-5 mL d'une solution d'acide chlorhydrique à 2 mol L^{-1} (vérifier l'acidité du milieu avec du papier pH). Essorer sur Büchner.
- Dissoudre le solide obtenu dans 7 mL d'éthanol à 95%. Filtrer sur Büchner avec trois filtres le palladium sur charbon insoluble dans l'éthanol.
- Ajouter 15 mL d'eau distillée au filtrat puis essorer sur Büchner (fritté si plus de palladium) le précipité formé puis le sécher à l'étuve.
- Si besoin, recristallisation (eau/éthanol à 95% 1/1 v/v).

3 Caractérisations :

- Température de fusion (valeur tabulée : $\theta_{fus} = 166^\circ\text{C}$)
- Spectre RMN ^1H
- Rendement

4 Exploitation

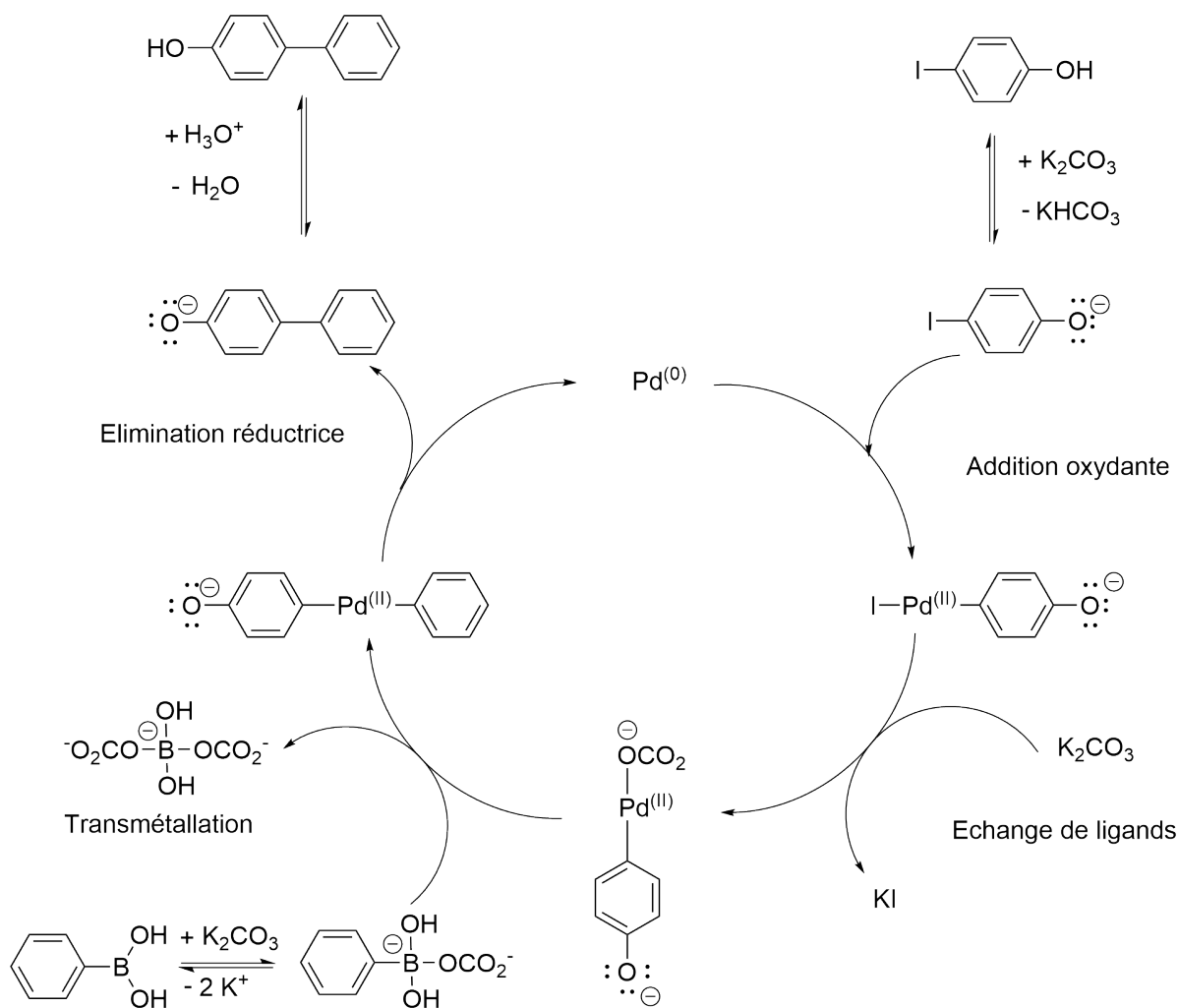


Figure 2: Cycle catalytique du couplage de Suzuki

Réaction en milieu aqueux basique (K_2CO_3) où le 4-phénylphénol est déprotoné ($\text{p}K_a(\text{HCO}_3^-/\text{CO}_3^{2-}) = 10,2$, $\text{p}K_a(4\text{-phénylphénol}/4\text{phénylphénolate}) = 9,5$). On récupère le produit en le faisant précipiter dans HCl 2M.

Prix Nobel 2010 pour les travaux sur les couplages croisés catalysés au palladium.