

Lit.:

Syringaldehyde: 1,458 g

Carbonate de potassium: 1,216 g

DMF (anhyd.): 20 mL

1,4-dichlorobut-2-yne: 0,492 g

Matériel: - ballon + bouchon
- agitateur magnétique

Dans le ballon, placer les réactifs et le solvant et agiter à TA. Suivre par CCM (élue; Cyclohex./AcOEt 7:3).

Réaction lente. Après 72 heures, la réaction est arrêtée.

Le milieu réactionnel est versé sur de l'eau (200 mL).

Le pH de la phase aqueuse est ajusté à $pH \approx 3$ avec de l'acide chlorhydrique 2M. La phase aqueuse est

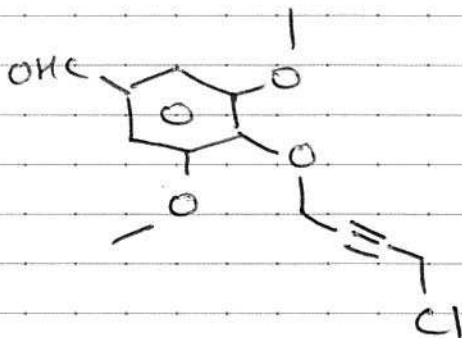
extraite avec de l'acétate d'éthyle (3x5 ml). Les phases organique sont réunies, lavées avec NaCl sat. (100 ml), séchées sur Na_2SO_4 , puis concentrées.

\Rightarrow solide jaune. Purification par chromatographie flash sur silice \Rightarrow solide blanc $m = 0,28 \text{ g}$
 $m.p. = 103^\circ \text{C}$

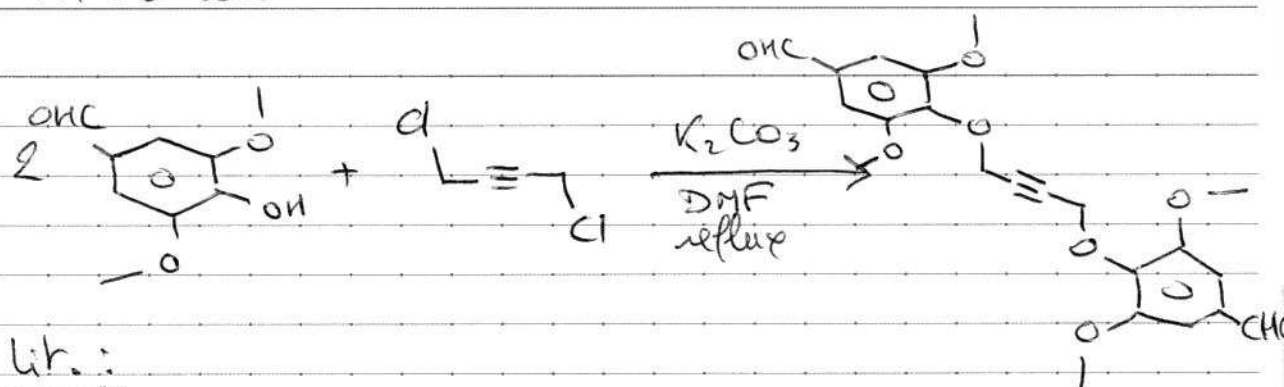
RMN^1H

RMN^{13}C

} Indique une mono-alkylation:



Date 11.12.2019

lit.:

Syringaldehyde : 1,458 g

Carbonate de potassium : 1,216 g

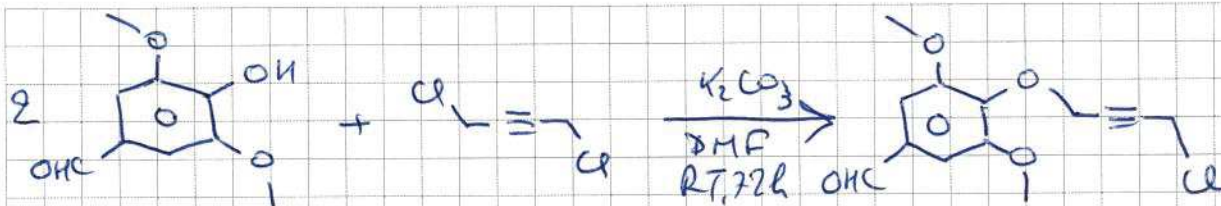
DMF : 30 mL

1,4-dichlorobut-2-yne : 0,492 g

Matériel : - ballon tricol + réfrigérant
- agitateur magnétique chauffant + Dry-Bath

Dans le ballon, placer les réactifs et le solvant et chauffer au reflux. Après 1 h de réaction, plus de syringaldehyde (CCl_4 ; SiO_2 ; Cyclohex./Acét. 7:3), mais mélange complexe d'espèces en $R_f = 0$.

ABANDON.



Lit. : /

Syringaldéhyde : 1,458 g

K_2CO_3 : 1,216 g

DMF : 20 mL

1,4-dichlorobut-2-yne : 0,492 g

Matériel : - ballon + bouchon
- agitateur magnétique

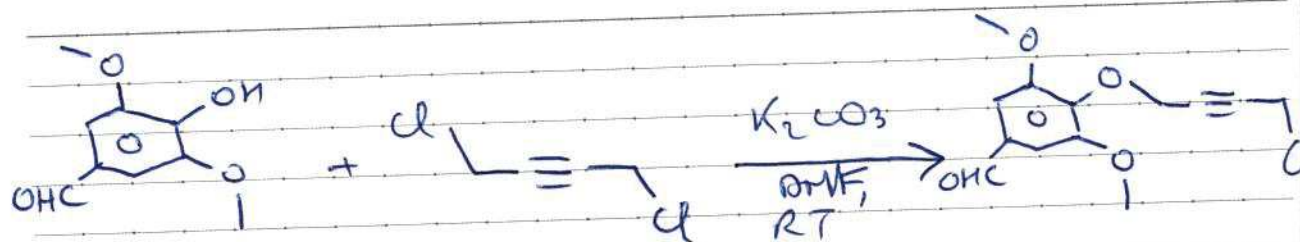
Dans le ballon, placer réactifs et solvant et agiter à TA pendant 72 heures. Le milieu réactionnel est alors versé sur de l'eau (200 mL). Le pH est ajusté à 3 avec HCl 2M. La phase aqueuse est extraite à l'acétate d'éthyle (3 x 50 mL). Les phases organiques sont réunies, lavées avec NaCl sat. (100 mL), séchées sur sulfate de sodium, filtrées puis concentrées \Rightarrow solide beige.

Purification sur CombiFlash \Rightarrow solide blanc, $m = 0,34$ g

$n_D^{20} = 1,03^\circ C \Rightarrow$ OK avec JH334.1

RMN^1H : OK avec structure et JH334.1

Date 28.06.2021

lit.: ✓

Syringaldehyde: 4,38 g

 K_2CO_3 : 3,65 g

DMF (anhyd.): 60 mL

1,4-dichlorobut-2-yne: 2,95 g

Matériel: - ballon + bouchon
- agitateur magnétique

Dans le ballon, placer réactifs et solvant et agiter à TA pendant 72 heures. Le milieu réactionnel est alors versé sur de l'eau (600 mL). La phase aqueuse est extraite à l'acétate d'éthyle (4x100 mL). Les phases organiques sont réunies, lavées avec NaCl sat. (300 mL) séchées sur sulfate de sodium puis concentrées \Rightarrow huile brune. Purification sur Combiflash \Rightarrow solide blanc

$m = 1,37\text{g}$ · $mp = 103^\circ\text{C} \Rightarrow \text{OK avec JH334.1 et JH334.3}$

RMN ^1H : OK avec structure et précédentes
manips (JH334.1 et JH334.3).

RMN ^{13}C : OK avec structure et JH334.1 et JH334.3