

Matériel

La lampe utilisée lors de nos réactions est un bandeau LED UV de 400nm dont la puissance lumineuse réellement émise n'a pas pu être mesurée. Toutes les réactions ont été effectuées dans des tubes microondes scellés par des capsules. Toutes les réactions ont eu lieu sous atmosphère inerte et différents systèmes de refroidissement ont été utilisés (flux d'air, glace, glace carbonique dans de l'acétone). Les seules analyses effectuées ont été des analyses RMN réalisées dans le chloroforme D dans un spectromètre Bruker 400MHz. Les différents réacteurs utilisés ont été réalisés dans une boîte fermée en polystyrène de dimensions d'environ 40x30x30cm. Les parois internes de la boîte ont été recouvertes de la face réfléchissante d'un film aluminium pour maximiser les réflexions. Les bandeaux LED ont été disposés respectivement 1) sur les parois de la boîte, autour d'un cristalliseur d'un diamètre de 15cm et autour d'un tube fait en film d'aluminium autour du tube de réaction. Les produits (notamment les catalyseurs et composés hygroscopiques) ont été stockés dans un dessiccateur en permanence. Les différents bruts de réaction et produits purifiés sont stockés sous atmosphère inerte à -10°C.

Synthèses

Synthèse photocatalytique du 4-(1-méthyl-1H-pyrrol-2-yl)benzoate de méthyle

La réaction a été réalisée dans un réacteur photochimique avec une LED de 400 nm. Un tube microonde de 5 mL est rempli d'acétonitrile (2 mL) et de 4-iodobenzoate de méthyle (26mg, 0.1 mmol). La solution a été dégazée à l'aide d'une aiguille de seringue pendant 20 minutes, et la triéthylamine (30 μ L) a été ajouté au cours du processus. La N-méthylpyrrole (2.4 mmol, 24 eq.) a été ajouté au mélange désoxygéné. Le flacon a été scellé et le mélange réactionnel a été irradié à l'aide d'un réacteur maison équipé d'une lumière LED. La réaction a été suivie par chromatographie sur couche mince (CCM). Lorsque la réaction est terminée, le mélange réactionnel est transféré dans un flacon à fond rond de 25 puis concentré à l'évaporateur rotatif à 30 °C. La purification du produit brut a été réalisée par chromatographie sur colonne en utilisant de l'éther de pétrole/acétate d'éthyle (v/v=9:1) sur une colonne de gel de silice. Les composés isolés ont été caractérisés par spectroscopie RMN 1 H. Le produit ($r_{\text{moy}}=15\%$) est isolé sous la forme d'une poudre blanche-grise cristalline.

Synthèse classique du 4-(1-méthyl-1H-pyrrol-2-yl)benzoate de méthyle

Le 4-iodobenzoate de méthyle (1eq), l'acétate de Palladium (2mg) et l'acétate de potassium (2 eq.) sont dissous dans 3mL de diméthylacétamide dans un tube microonde. La N-méthylpyrrole (4eq.) est ensuite rajoutée dans le milieu réactionnel et le tube est scellé. Le tout est mis à dégazé par bullage à l'azote pendant 20 min puis la réaction est lancée par chauffage pendant 17h sous agitation vive à 150°C. La réaction est suivie par CCM. Le milieu réactionnel est ensuite filtré sur cellite et est évaporé à l'évaporateur rotatif. Le produit souhaité est isolé par chromatographie sur colonne sur gel de silice à l'aide de l'éluant PE/AcOEt (9 :1). Le produit ainsi purifié ($r=60\%$) est analysé par RMN 1 H et a l'aspect d'une poudre blanche cristalline.