

PARTIE EXPERIMENTALE

- * - Les spectres de RMN ^{13}C ont été effectués sur un spectromètre Bruker AC300MHz les déplacements chimiques sont donnés en ppm.
CDCl₃ (raie centrale à 77,16 ppm).
DMSO-d₆ (raie centrale à 39,52 ppm).

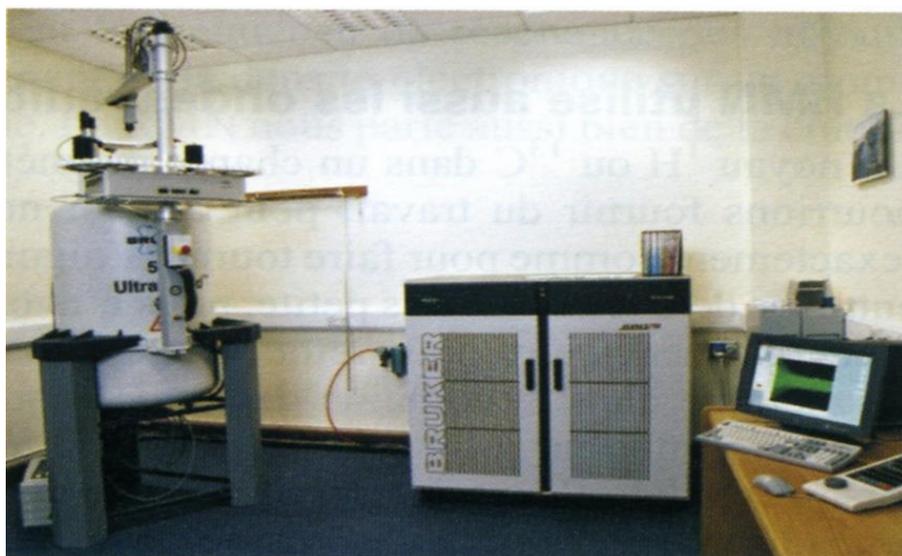


Photo1 : spectromètre Bruker

- * - Les points de fusion sont pris à l'aide d'un banc Köfler.

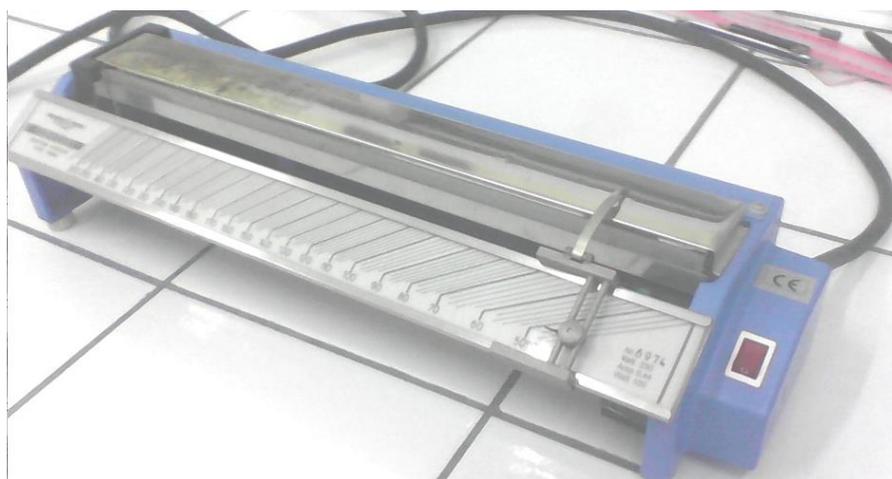


Photo2 : banc Köfler

Composé 1

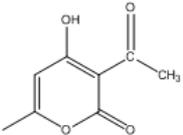
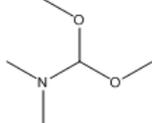
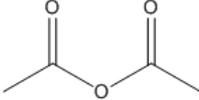
*- **Nomenclature:** 3-(3-(diméthylamino)acryloyl)-4-hydroxy-6-méthyl-pyran-2-one



Photo 3 : Composé 1

*- **Préparation :** on a préparé les réactifs selon le tableau suivant :

Tableau 4 : préparation des réactifs

Tableau des Réactifs :					
Composé	Formule brute	M (g / mol)	m (g)	n (mol)	E (eq)
 3-acetyl-4-hydroxy-6-methyl-2H-pyran-2-one	$C_8H_8O_4$	168,15	6,0000	0,0357	1
 1,1-dimethoxy-N,N-dimethylmethanamine	$C_5H_{13}NO_2$	119,16	4,2519	0,0357	1
 acetic anhydride	$C_4H_6O_3$	102,09	3,6428	0,0357	1

*- **Mode opératoire :**

Mode opératoire :
1/ Dans un ballon . On met les trois composées , 60 ml de CH_2Cl_2
2/ à reflux ($t = 50^\circ c$) ($t_i = 10^h50^{min}$ \longrightarrow $t_f = 15^h50^{min}$)
3/ agitation à T . A (25 minutes)
4/ Separer par rot / evap

Rdt = 63.87%, P.F = 170 - 172.

Composé 2

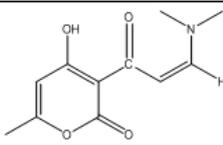
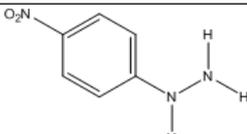
*- **Nomenclature:** 4-hydroxy-6-methyl-3-(1-(4-nitrophenyl)-1H-pyrazol-3-yl)-pyran-2-one



Photo 4 : Composé 2

*- **Préparation :** on a préparé les réactifs selon le tableau suivant :

Tableau 5 : préparation des réactifs

Tableau des Réactifs :					
Composé	Formule brute	M (g / mol)	m (g)	n (mol)	E (eq)
 (Z)-3-(3-(dimethylamino)acryloyl)-4-hydroxy-6-methyl-2H-pyran-2-one	$C_{11}H_{13}NO_4$	223,23	1,0000	0,0045	1
 (4-nitrophenyl)hydrazine	$C_6H_7N_3O_2$	153,14	1,0290	0,0067	1,5

*- **Mode opératoire :**

Mode opératoire :
1/ Dans un ballon . On met les deux composées , 20 ml d'éthanol
2/ à reflux (t = 50°C) (t _i = 12 ^h 00 ^{min} → t _f = 15 ^h 00 ^{min})
3/ agitation à T . A (1 heures)
4/ Filtration

Rdt = 63.15%, P.F = 236 - 238.

***-RMN ¹³C**

Les résultats de l'analyse RMN ¹³C sont répertoriés dans le tableau suivant :

Composé 1

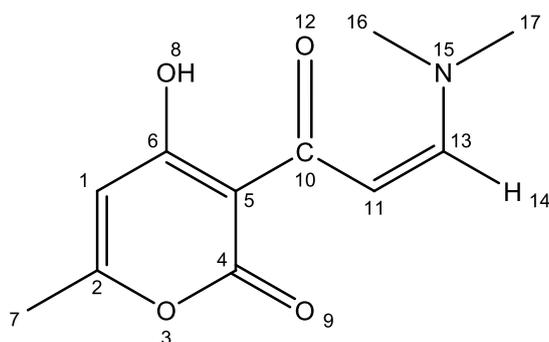
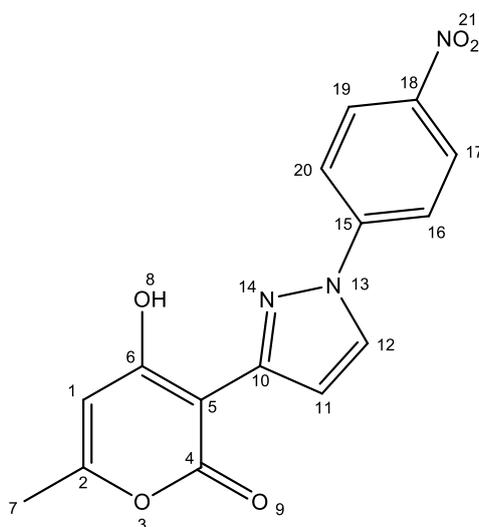


Tableau 6 : Déplacements chimique en RMN ¹³C du composé 1

N°	Déplacements chimique δ (ppm)
C₁	92
C₂	162
C₄	184
C₅	104
C₆	164
C₇	20
C₁₀	186
C₁₁	105
C₁₃	156
C₁₆	46
C₁₇	38

Composé 2Tableau 7 : Déplacements chimique en RMN ^{13}C du composé I

N°	Déplacements chimique δ (ppm)
C₁	103.62
C₂	165.41
C₄	156.88
C₅	100.02
C₆	198.32
C₇	19.47
C₁₀	142.38
C₁₁	112.20
C₁₂	129.85
C₁₅	141.58
C₁₆	119.36
C₁₇	126.29
C₁₈	140.33
C₁₉	126.29
C₂₀	117.92