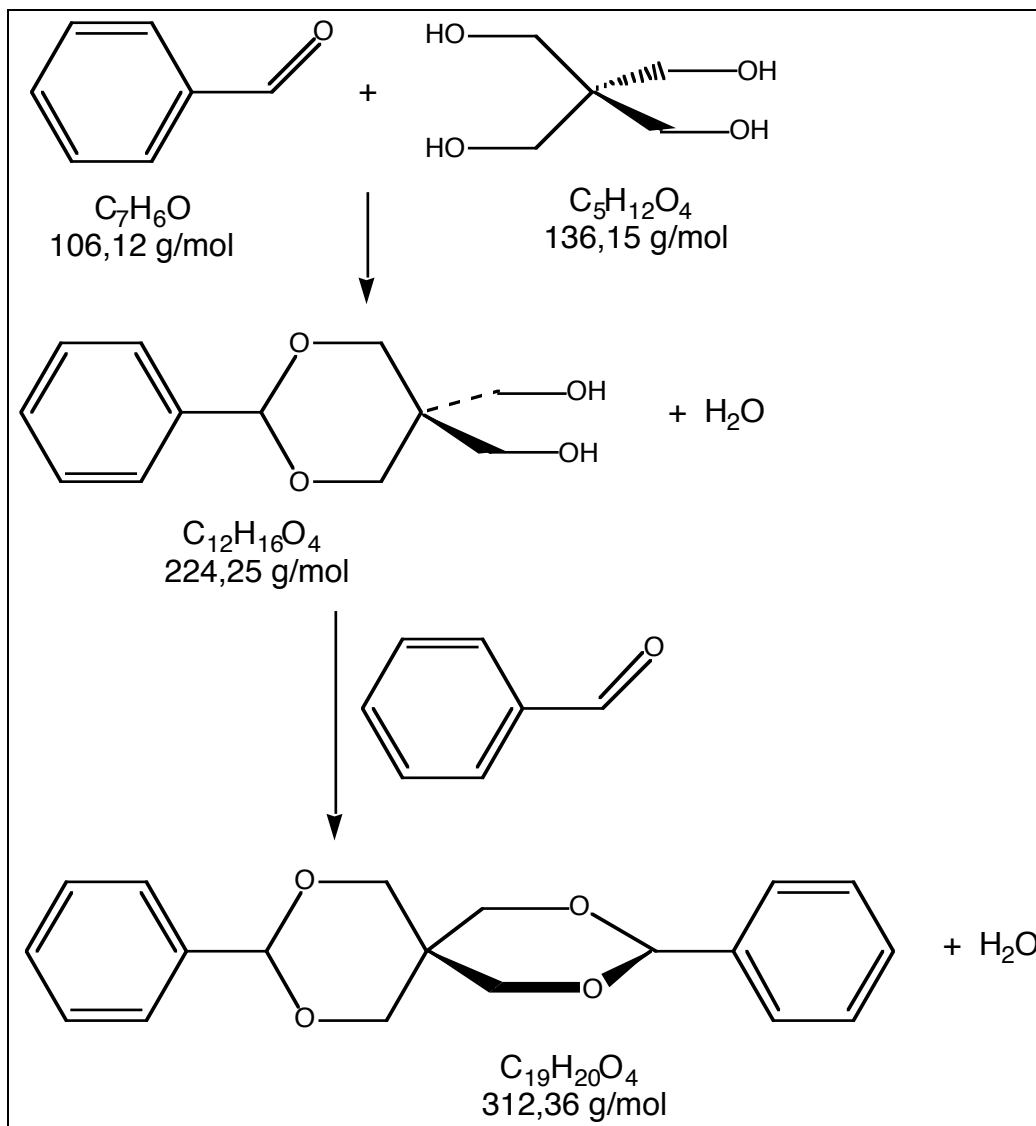
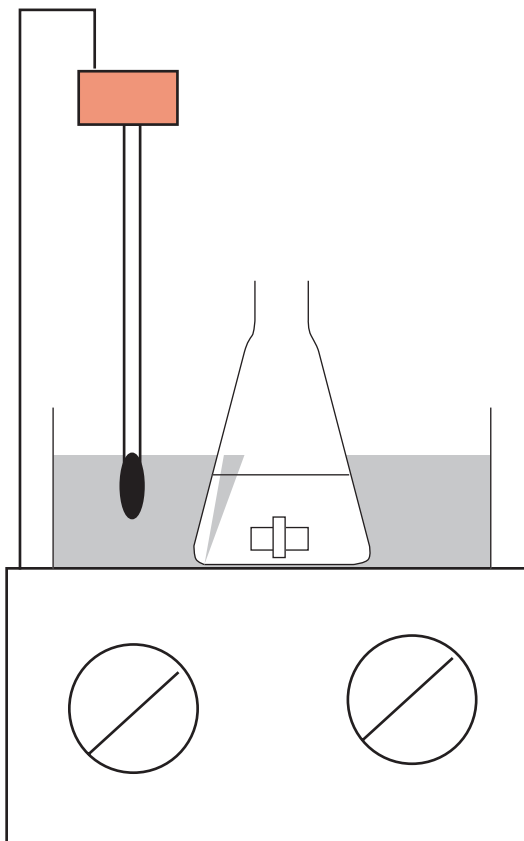


Synthèse d'un acétal cyclique



1) Synthèse



Dans un erlen de 50 mL, on introduit 13 mmol de pentaérythritol ainsi que 26 mL d'eau. On ajoute un barreau aimanté et on place le tout dans un bain-marie thermostaté à 35°C, jusqu'à dissolution du solide. On ajoute alors 5 mL d'acide chlorhydrique concentré, puis 27 mmol de benzaldéhyde (que l'on mesurera à l'aide d'une pipette graduée). L'agitation est poursuivie à 35°C pendant 40 min. Le précipité formé est alors filtré sur un minigoosch (porosité n°3), séché sur papier filtre. Le produit obtenu est recristallisé à partir de toluène, puis pesé et on mesure sa température de fusion.

Attention : le pentaérythritol n'est pas éliminé lors de cette recristallisation. Il est donc important de bien garder le mélange à 35°C lors de la filtration ; cela évite la précipitation de ce produit qui se retrouve donc dans le filtrat. Pour ce faire, le goosch aura été préalablement placé dans le bain thermostatique.

2) Discussions

Rechercher la température de fusion du pentaérythritol. Comment expliquez-vous sa valeur particulièrement élevée ?

La synthèse d'un acétal se fait avec élimination d'eau. Il peut alors paraître surprenant que l'on mène cette synthèse en solution aqueuse. Dans les cas habituels il faut, en effet évacuer l'eau au fur et à mesure de sa formation, pour déplacer l'équilibre dans le "bon" sens.

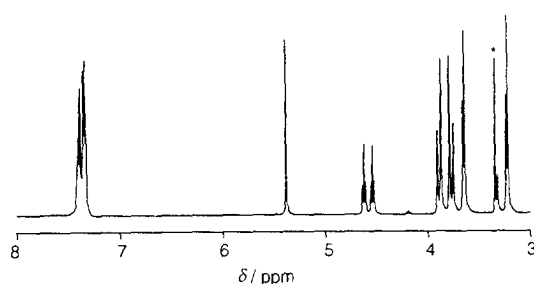
Pourquoi la synthèse peut-elle se faire dans ce cas-ci ?

Quel montage utilise-t-on habituellement pour éliminer l'eau ?

Combien de stéréoisomères le produit obtenu possède-t-il ? De quel type de stéréoisomérisation s'agit-il ?

Une synthèse proposée dans la littérature (J.Chem.Ed, 2001, 78, p 70) propose un protocole expérimental identique à celui ci-dessus si ce n'est que on n'ajoute de 2 gouttes d'acide chlorhydrique concentré et on ne met que 14 mmol de benzaldéhyde. Le produit obtenu fond à 135°C et il possède le spectre RMN suivant dans le DMSO-d₆ :

$\delta = 3,22$	d	$J = 5 \text{ Hz}$	2 H
$\delta = 3,70$	d	$J = 5 \text{ Hz}$	2 H
$\delta = 3,80$	d	$J = 12 \text{ Hz}$	2 H
$\delta = 3,90$	d	$J = 12 \text{ Hz}$	2 H
$\delta = 4,55$	t	$J = 5 \text{ Hz}$	1 H
$\delta = 4,62$	t	$J = 5 \text{ Hz}$	1 H
$\delta = 5,40$	s		1 H
$\delta = 7,40-7,55$	multiplet		5 H



Quel est ce produit ? Justifier qualitativement sa formation.

Quel produit avez-vous obtenu ? Donner l'aspect de son spectre RMN.

Remarque : la molécule est dessinée ci-dessous, mais, pour l'interprétation du spectre RMN on pourra éventuellement d'aider d'un modèle moléculaire ou d'un logiciel type HyperChemLite®.

