

# Expérience # 9

## Synthèse d'un alcène par élimination

### 1. But

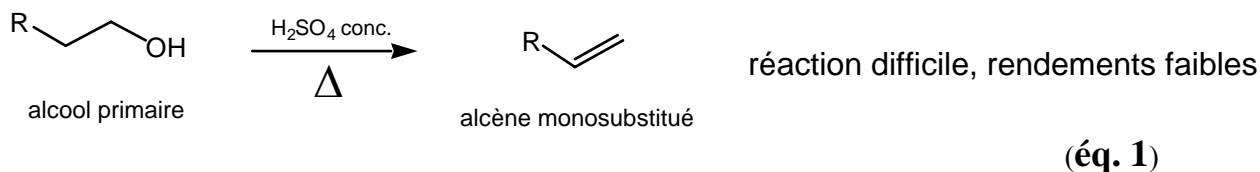
Le but de l'expérience consistera à effectuer la synthèse d'un alcène par une réaction de déshydratation d'un alcool. La pureté de l'alcène et la composition du mélange seront étudiés par chromatographie en phase gazeuse (GC) et par infrarouge.

### 2. Théorie

La déshydratation d'un alcool est une des meilleures méthodes pour obtenir des alcènes simples à partir d'un alcool à l'échelle de laboratoire. Les alcools les plus souvent utilisés sont des composés facilement disponibles commercialement ou facilement préparés au laboratoire. D'une manière générale la déshydratation survient lorsque l'on traite un alcool avec un acide fort polyprotique tel l'acide sulfurique ou l'acide phosphorique à une température élevée près de la température d'ébullition de l'alcool.

Une autre méthode de déshydratation qui est très efficace consiste au passage de vapeurs d'un alcool sur un catalyseur à base d'alumine ou de silice chauffé à haute température. L'eau formée lors de la réaction est éliminée par distillation et l'alcène est retiré du mélange également par distillation (l'eau qui pourra être entraînée est facilement éliminée avec un agent desséchant).

On retrouve trois types d'alcools, qui se distinguent par la facilité avec laquelle ils subiront la réaction de déshydratation. Les alcools primaires sont les plus difficiles à déshydrater, car ils sont peu stabilisés par les effets inductifs répulsifs (éq. 1). Il faut utiliser de l'acide sulfurique concentré pour mener à bien la réaction, au risque cependant de décomposer partiellement l'alcène à mesure qu'il se forme.

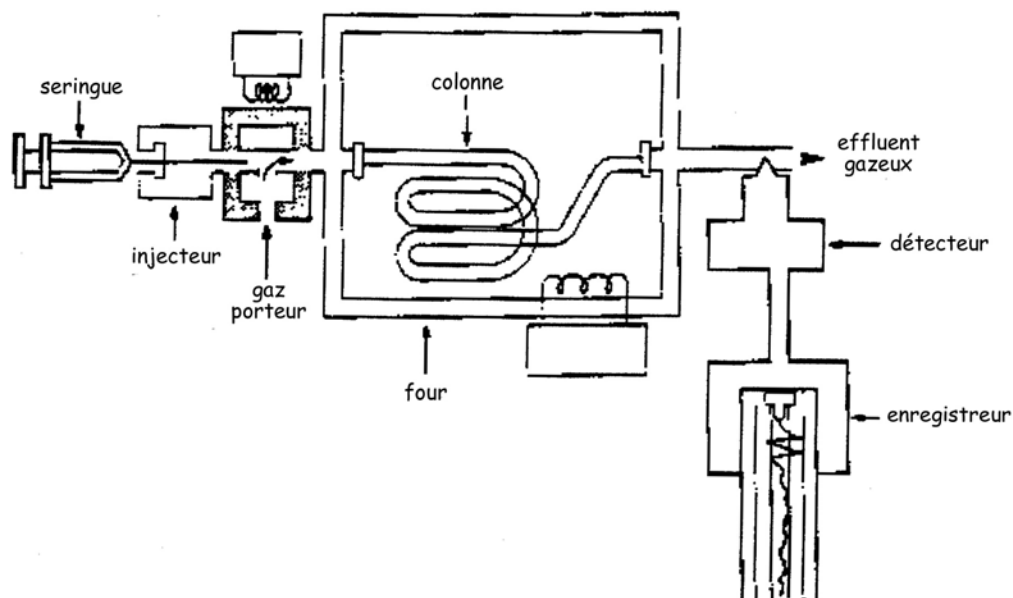


Les alcools secondaires sont nettement plus faciles à déshydrater que les alcools primaires, à cause des effets répulsifs de deux groupes alkyles, et facilite l'expulsion d'une molécule d'eau. On peut donc utiliser un acide dilué pour faire la réaction, ce qui diminue en même temps les risques de décomposition de l'alcène formé (éq. 2).

Lorsqu'il y a une possibilité de former plus d'un isomère de position, on utilise la règle de Zaitsev afin de déterminer quel isomère sera majoritaire. Elle s'énonce comme suit : « lors de la déshydratation d'un alcool, c'est le carbone **voisin** ( $\beta$ ) du carbone portant la



permet de détecter les composés qui ont traversé la colonne. Notez que dans le cas de cette technique chromatographique, l'ordre d'éluion est surtout déterminé par la température d'ébullition des composés du mélange. Le signal produit (détecteur) est envoyé à un appareil enregistreur qui donnera une sorte de graphique comportant un ou plusieurs pics. Ce graphique se nomme un **chromatogramme**. L'intensité du signal à la sortie du détecteur est proportionnelle à la concentration des composants, ce qui implique que la **surface** des pics est directement **proportionnelle** à la quantité de composé. Le calcul des surfaces relatives des pics donnera directement la proportion de chaque composant du mélange.



Rappelons que la polarité de l'adsorbant contenu dans la colonne est considérée comme faible, ce qui fait que la séparation d'un mélange se fera **principalement** d'après les points d'ébullition. D'une manière **générale**, on peut dire que **plus** le point **d'ébullition** d'un composé sera **élevé**, **plus** il prendra du temps à **sortir**. Le temps que mets un composé à éluer en partant du temps d'injection se nomme le **temps de rétention** et est caractéristique pour chaque composé et ce dans des conditions précises. C'est pourquoi il faut spécifier les conditions exactes où le chromatogramme a été réalisé (idéalement sur le chromatogramme).

Complément :

Blondeau, Pierre, *Initiation à la chimie organique volume 1*, Gaëtan Morin, Montréal (1997). Pages 73-7.

### 3. Protocole expérimental

#### *TRAVAILLEZ TOUJOURS SOUS LA HOTTE !!!*

- 1) Versez 25,0 mL de l'alcool que l'on vous fournira (notez le nom) et 50 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dilué 1 : 1 dans un ballon de 250 mL. N'oubliez pas d'ajouter une pincée de pierres d'ébullition.
- 2) Assemblez un montage à distillation simple (sous la hotte) comportant votre ballon de 250 mL et les réactifs ainsi qu'une mante chauffante. Ajustez la position du thermomètre de façon à ce que le bulbe soit à quelques mm du fond du ballon.
- 3) Chauffez le mélange en ajustant le rhéostat approximativement à mi-course et notez la température où les premières vapeurs d'alcène commencent condenser dans la colonne réfrigérante. Recueillez l'alcène (qui est toujours accompagné d'un peu d'eau) directement dans une ampoule à décanter. Si l'ébullition devient trop vive, diminuez le chauffage.
- 4) Continuez le chauffage jusqu'à ce que l'alcène arrête de se former (il n'en y a plus qui sort du condenseur) ou jusqu'à ce que la température du mélange atteigne environ 140-150°C. **Notez toutes** vos observations!!
- 5) Arrêtez le chauffage, puis ajoutez quelques mL de NaOH 10% au distillat contenu dans l'ampoule à décanter afin de neutraliser les résidus d'acide qui ont pu passer sous forme d'aérosol par le condenseur. Agitez vigoureusement pendant quelques minutes. (**ATTENTION AU DÉGAGEMENT GAZEUX!**). Pendant ce temps, l'autre coéquipier s'occupera de démonter le montage à distiller. Le résidu acide contenu dans le ballon sera transféré dans la bouteille de récupération prévue à cet effet. Les autres pièces du montage devront être rincées à l'eau puis à l'acétone afin d'enlever toute trace d'eau (nous distillerons à nouveau).
- 6) Laissez les phases décanter et rejetez la phase aqueuse (inférieure ou supérieure, à vous de déterminer). Recueillez la phase organique (qui est constituée de votre alcène) dans un erlenmeyer de 125 mL PROPRES et SEC. Asséchez votre alcène avec une pointe de spatule de MgSO<sub>4</sub> anhydre et filtrez sur un papier flûté directement dans un ballon de 100 mL PROPRES et SEC.
- 7) Assemblez à nouveau un montage à distillation simple (IL DOIT ÊTRE PARFAITEMENT SEC), ajustez cette fois le thermomètre à sa position normale. Distillez l'alcène en chauffant doucement. Notez la température au début de la distillation ainsi qu'à la fin. Recueillez l'alcène dans un cylindre gradué de 25 mL **propre et sec**. NE DISTILLEZ PAS l'alcène à sec. Il doit rester 1 ou 2 mL dans le ballon.

- 8) Mesurez le volume d'alcène(s) obtenu, de même que son indice de réfraction et sa densité (à l'aide du densimètre).
- 9) Injectez un échantillon de votre mélange dans le chromatographe (GC) afin d'en faire l'analyse.
- 10) Versez quelques gouttes de votre alcène entre deux fenêtres de sel et réalisez le spectre infrarouge correspondant.

#### **4. Cahier de laboratoire**

1. Titre de l'expérience
2. But
3. Données et observations

#### **5. Rapport de laboratoire**

1. Page titre
2. Théorie (1,5 pts)
  - Donnez l'équation chimique balancée de la réaction avec l'alcool que vous avez utilisé. Prévoyez tous les alcènes possibles et s'il y a plus d'un, appliquez la règle de Zaïtsev pour trouver l'alcène majoritaire.
  - Démontrez le mécanisme réactionnel permettant de produire le produit majoritaire.
3. Données et observations (3,0 pts)
  - Complétez le tableau # 1.
  - Photocopiez et identifiez correctement votre chromatogramme (insérez-le ici 😊).
  - Faites la même chose pour le spectre ir. Indiquez la signification de quelques bandes caractéristiques directement sur le spectre (flèche ... signification)

**Tableau # 1: Données et résultats**

Nom de l'alcool utilisé	
Volume d'alcool utilisé	
Densité de l'alcool	
Nombre de moles d'alcool	
Température au début de la réaction	
Température à la fin de la réaction	
Noms de/des alcène(s) possible(s)	

**Observations :**

4. Résultats (3,5 pts)

**\*\*\* La qualité des résultats est évaluée\*\*\***

**Tableau # 2 Résultats expérimentaux**

Point d'ébullition mesuré	
P.Éb. de	
P.Éb. de	
P.Éb. de	
Densité mesurée	
Densité attendue	
Indice de réfraction mesuré	
Indice de réfraction attendu	
Volume d'alcène obtenu	
Masse d'alcène obtenu	
Masse d'alcène attendue	
% rendement	

**Tableau # 3 : Analyse chromatographique**

Temps de rétention du pic A Nom : _____	
Temps de rétention du pic B Nom : _____	
Temps de rétention du pic C Nom : _____	
Surface du pic A	
Surface du pic B (si nécessaire)	
Surface du pic C (si nécessaire)	
% surface pic A	
% surface pic B (si nécessaire)	
% surface pic C (si nécessaire)	

5. Discussion (2,0 pts)

- D'après le chromatogramme, est-ce que les % relatifs des pics correspondent aux abondances attendues des alcènes? Expliquez (Zaitsez).
- Pourquoi n'est-il pas possible d'obtenir un rendement de 100% lors de la déshydratation?
- Expliquez le spectre ir afin d'établir la pureté de(s) alcène(s).
- Proposez des suggestions ou des modifications et justifiez-les.