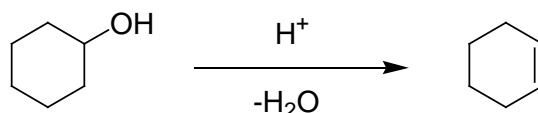


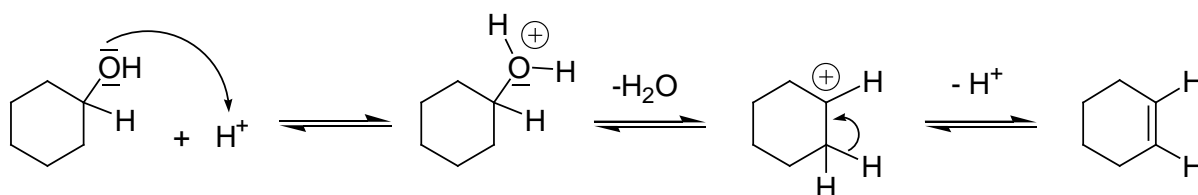
Synthèse du cyclohexène

1. Principe

Le cyclohexanol est deshydraté en présence d'acide sulfurique concentré et d'acide phosphorique pour donner du cyclohexène.



2. Mécanisme



3. Mode opératoire

Dans un ballon rodé à fond rond de 250 cm³, introduire :

- 50 g de cyclohexanol (52 cm³ ; d = 0,96)
- 15 cm³ d'acide phosphorique à 85 % (d = 1,71)
- 5 cm³ d'H₂SO₄ concentré
- 3 grains de pierre ponce.

Bien agiter pour homogénéiser le mélange.

Réaliser le montage (Figure 1) à l'aide du matériel suivant :

- a) chauffe-ballon
- b) ballon
- c) pince à deux doigts
- d) colonne vigreux rodée
- e) tête de distillation
- f) thermomètre
- g) réfrigérant
- h) pince à trois doigts
- i) allonge à distiller
- j) récepteur à tubulure latérale (à laquelle on adapte un tuyau de caoutchouc dont l'extrémité est placée dans l'évier).

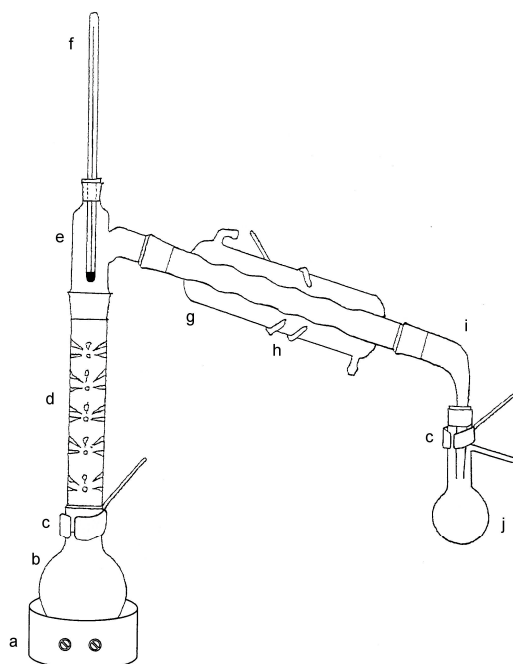


Figure 1

Chauffer **doucement**, de manière à ce que la température au sommet de la colonne ne dépasse pas 90°C (sinon une quantité importante de cyclohexanol sera entraîné). On recueille un mélange de cyclohexène, d'eau et d'un peu de cyclohexanol dans un ballon à tubulure latérale refroidi dans de l'eau glacée.

Saturer le distillat par du chlorure de sodium (relargage). Filtrer sur laine de verre dans une ampoule à décanter. Recueillir la couche supérieure dans un erlenmeyer et la sécher sur du chlorure de calcium anhydre jusqu'à obtention d'un liquide limpide.

Filtrer sur laine de verre dans un ballon à distiller à colonne Vigreux (Figure 2) et distiller lentement (Figure 3).

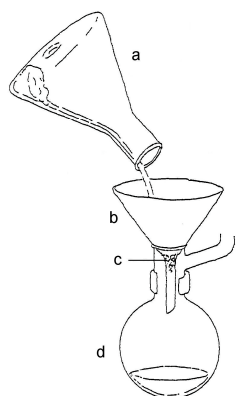


Figure 2

- a) erlenmeyer (contenant le desséchant)
- b) entonnoir
- c) tampon de laine de verre
- d) ballon de distillation à colonne vigreux

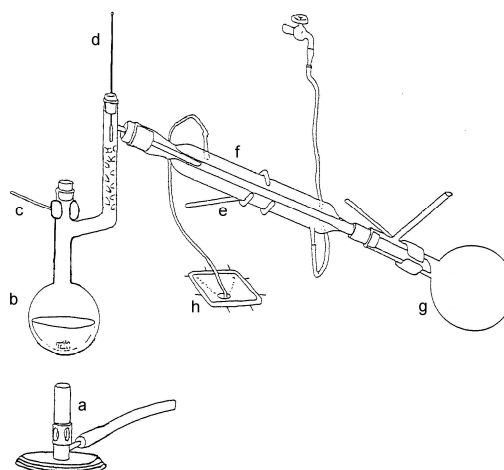


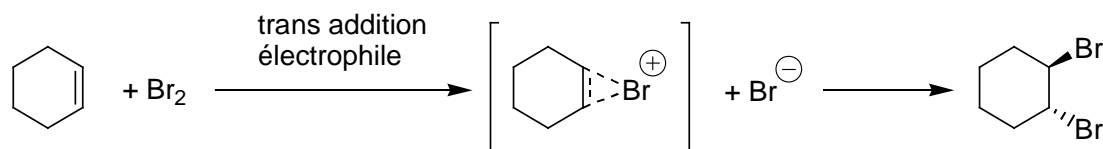
Figure 3

- a) bec bunsen
- b) ballon à colonne vigreux
- c) pince à deux doigts
- d) thermomètre
- e) pince à trois doigts
- f) réfrigérant
- g) ballon à tubulure latérale
- h) évier

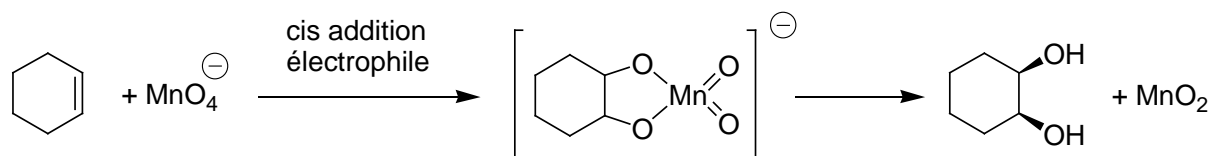
Indiquer la température d'ébullition (ou l'intervalle sur laquelle a été recueilli le cyclohexène). Déterminer le rendement.

4. Tests de caractérisation des alcènes

4.1. Action du brome : A 1 cm³ de solution de brome à 2% dans CCl₄, ajouter 2 ou 3 gouttes de cyclohexène ; le brome étant consommé, on note une décoloration de la solution.



4.2. Action du permanganate de potassium dilué : A 1 cm³ de solution diluée de KMnO₄, ajouter quelques gouttes de cyclohexène et agiter. Le milieu réactionnel passe du violet au brun (MnO₂).



5. Spectroscopie

Interpréter les spectres (RMN ¹H et ¹³C, IR, masse) du cyclohexanol et du cyclohexène.