**Zeitschrift:** Archives des sciences [1948-1980]

Herausgeber: Société de Physique et d'Histoire Naturelle de Genève

**Band:** 9 (1956)

Heft: 1

**Artikel:** Préparation et spectre infrarouge du compöexe formé par le chlorure

d'acétyle et le chlorure d'aluminium

Autor: Wuhrmann, J.J. / Susz, B.P.

**DOI:** https://doi.org/10.5169/seals-738950

## Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

### **Conditions d'utilisation**

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

#### Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

**Download PDF:** 14.12.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Henri Flournoy, membre de plusieurs sociétés savantes suisses et étrangères, faisait partie de la Société de Physique et d'Histoire naturelle de Genève depuis 1922; il en assura la présidence en 1944.

André REY.

# Séance du 2 février 1956

J. J. Wuhrmann et B. P. Susz. — Préparation et spectre infra-rouge du complexe formé par le chlorure d'acétyle et le chlorure d'aluminium.

Comme suite à de précédentes recherches sur les complexes des cétones et des chlorure et bromure de benzoyle avec les halogénures d'aluminium [1], nous avons préparé celui du chlorure d'acétyle et du chlorure d'aluminium, dans l'espoir d'en déterminer le spectre d'absorption infra-rouge. Le chlorure d'acétyle possède un spectre d'absorption plus simple que celui du chlorure de benzoyle et l'on peut penser que l'étude de l'absorption du complexe peut donner une interprétation plus complète de sa structure.

Mais ce complexe est très sensible à l'action de l'humidité et se prépare difficilement avec un degré de pureté suffisant. Une préparation est décrite par Boeseken [2], qui obtient en travaillant à —  $10^{\circ}$  C une masse semi-solide légèrement colorée, à laquelle il attribue la formule  $CH_3COCl.AlCl_3$ . D'autre part Illari [3], en opérant à  $27^{\circ}$  C, obtient avec dégagement de gaz chlorhydrique une masse colorée et visqueuse à laquelle il donne la constitution  $CH_2 = CClOAlCl_2$ .

Nous avons modifié la préparation de Boeseken pour permettre un meilleur isolement du complexe. Dans un appareillage de verre rodé, préalablement desséché par  $P_2O_5$ , on introduit du chlorure d'acétyle dissous dans du sulfure de carbone. A ce mélange, refroidi à — 15° C environ, on additionne lentement une quantité équimoléculaire de chlorure d'aluminium, à l'aide d'un dispositif à genouillère, en un temps de 2 à 7 heures, tout

en agitant fortement. L'agitation est maintenue environ 20 heures à la même température.

Le dissolvant et le chlorure d'acétyle qui n'a pas réagi sont distillés sous une pression diminuant progressivement de 200 à 10 Torr et recueillis dans un ballon refroidi à — 80° C. Le complexe se présente alors comme une poudre blanche. Cette forme du complexe ne nous paraît pas avoir été décrite jusqu'à présent dans la bibliographie.

Le complexe se conserve très bien à l'abri de l'air, à une température voisine de 5° C. En tube scellé, il fond à 71° C environ, avec décomposition. Il permet d'effectuer la synthèse de l'acétophénone selon Friedel et Crafts par réaction sur le benzène. Le rendement brut est de 62% par rapport à la quantité théorique, calculée d'après la masse du complexe mise en réaction.

L'analyse élémentaire de ce complexe a donné:

Chlore:  $68.0 \pm 0.6\%$  (théor. 67.0%) Aluminium:  $13.9 \pm 0.03\%$  (théor. 12.73%)

Le produit obtenu contient donc un léger excès de chlorure d'aluminium. Nous avons alors effectué la même préparation en employant une masse double de chlorure d'acétyle. L'analyse indique:

Chlore:  $66,7 \pm 0,3$ Aluminium:  $12,8 \pm 0,1$ 

On retrouve le même complexe, mais l'excès de chlorure d'aluminium est éliminé. Il répond à la formule CH<sub>3</sub>COCl. AlCl<sub>3</sub>.

En vue de l'étude du spectre infra-rouge, ce complexe a été manipulé dans une cage à gants desséchée au moyen de silicagel. Dispersé dans du nujol ou du perfluorocarbone, il a été maintenu durant l'enregistrement des spectrogrammes à une température voisine de — 10° C, dans une cellule spécialement construite pour permettre l'élimination de toute humidité, tout en utilisant la majeure partie de l'énergie infra-rouge des spectromètres (appareils 12 C et 21 de Perkin-Elmer, équipés de prismes de NaCl).

L'examen préalable a montré que le chlorure d'acétyle, soigneusement redistillé, était exempt d'acide acétique (absence

des fréquences caractéristiques de cet acide à 1720 et 1300 cm<sup>-1</sup>. D'autre part, la fréquence intense du sulfure de carbone à 2165 cm<sup>-1</sup> n'apparaît plus dans les spectres du complexe.

Le spectre d'absorption complet sera publié ultérieurement et nous ne donnons ici que ses caractères les plus remarquables (tableau 1).

TABLEAU 1.

Interprétation	CH3COCI	CH <sub>3</sub> COCl.AlCl <sub>3</sub>
	cm <sup>-1</sup>	cm <sup>-1</sup>
2ν(C = 0)	3610 mf	
ν (C = 0)	2329 ff ———————————————————————————————————	2305 mF ————————————————————————————————————
$ \begin{cases} \text{CH}_3 \text{)} \\ \text{$\delta$ (CH}_3 \text{)} \end{cases} $ $ \text{Wag. (CH}_3 \text{CO)} $	1545 mf 1422 F 1359 F 1094 F 1020 F 950 F	1560 mF 1545 m ? 1485 mF 1312 F 1154 F 1000 F 893 f 844 ff 719 F

La bande caractéristique de la vibration de valence du groupe carbonyle du chlorure d'acétyle, à 1802 cm<sup>-1</sup>, a complètement disparu du complexe, comme il avait été précédemment observé pour ceux des chlorure et bromure de benzoyle, de l'acétophénone et de la benzophénone. Il en est de même pour le premier harmonique à 3610 cm<sup>-1</sup>. Le groupe carbonyle est donc profondément perturbé. De même, la fréquence 965 cm<sup>-1</sup>, souvent attribuée à la présence du groupe acétyle CH<sub>3</sub>CO, disparaît. En revanche, des bandes — nouvelles ou déplacées — apparaissent avec une forte intensité, telles que 2950, 2305, 1639, 1560, 1485, 1312, 1154, 1000 et 719.

Le seul point que nous relevons actuellement est la correspondance qui semble s'établir à nouveau entre la disparition de la fréquence de vibration du carbonyle à 1802 cm<sup>-1</sup> et la valeur de l'une des fréquences nouvelles située dans la partie inférieure du domaine attribué aux doubles liaisons, soit à 1560 cm<sup>-1</sup>. La différence des deux valeurs est de 242 cm<sup>-1</sup>, alors que l'on avait observé [1] 235 cm<sup>-1</sup> pour le complexe des chlorures de benzoyle et d'aluminium et 223 pour celui des bromures de benzoyle et d'aluminium. Nous retrouvons donc une fréquence carbonyle perturbée C = 0 du même type que celle qui a été attribuée à ces derniers complexes.

## **BIBLIOGRAPHIE**

- Ivar Cucka et B. Susz, Arch. Sciences, 5, 127 (1952); Helv. Chim. Acta, 37, 1273 (1954). I. Cucka, Ch. Herschmann et B. Susz, Arch. Sciences, 5, 263 (1952); Helv. Chim. Acta, 37, 1280 (1954).
- 2. J. Boeseken, Rec. Trav. Chim., 20, 102 (1901).
- 3. G. ILLARI, Gazz. chim. ital., 77, 492 (1947).

Université de Genève. Laboratoire de Chimie Physique.

R. Verniory. — La création du genre Lombardia Bronnimann est-elle justifiée ?

Dans un article paru dans la revue Micropaleontology <sup>1</sup>, P. Bronnimann fait part de sa découverte, dans le Tithonique moyen de Cuba, de Eothrix alpina Lombard <sup>2</sup>. Se basant sur de nombreuses formes fournies par des coupes minces, Bronimann arrive à la conviction que ce genre peut être scindé en trois espèces. Il prend donc la liberté de débaptiser Eothrix alpina pour en faire Lombardia (n. g.) arachnoidea (n. sp.), L. perplexa (n. sp.), L. angulata (n. sp.) Bronnimann.

<sup>1</sup> Micropaleontology, vol. 1, nº 1, janv.-mars 1955, pp. 43-49, publié par American Museum of Natural History, New-York.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Aug. Lombard. Attribution de microfossiles du Jurassique supérieur alpin à des Chlorophycées, *Eclogae geol. Hel.*, 1945, vol. 38, nº 1, p. 163.