

TP 6

Synthèse d'une espèce chimique : l'acétate de linalyle

But : Le but de cette manipulation est de synthétiser un composé naturel obtenu au cours de l'extraction à la vapeur d'eau de l'essence de lavande.

Savoir-faire :

* Suivre un protocole expérimental(chauffage à reflux, utilisation de l'ampoule à décanter) en respectant les consignes (sécurité, protection de l'environnement).

* Proposer et réaliser une analyse des espèces chimiques synthétisées.

I) La technique expérimentale de fabrication du composé

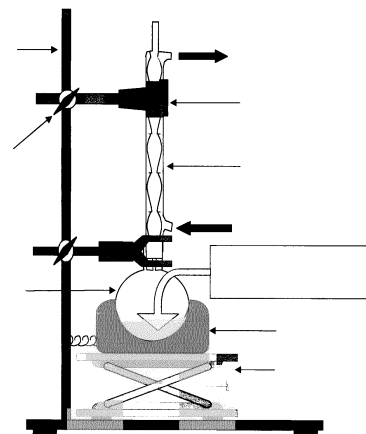
1) Introduire dans le ballon :

! le ballon doit être très sec !

- * 1mL de linalol avec la burette sous la hotte.
- * 2mL d'anhydride éthanoïque (ou acétique)avec la burette sous la hotte !!
- * 1 petit morceau de pierre ponce.

2) Positionner le ballon sous le réfrigérant et adapter le chauffe-ballon.

- Mettre sous tension le chauffe- ballon.
- Laisser à l'ébullition durant 25 min environ.



II) La technique d'extraction de l'acétate de linalyle :

Se munir de gants et de lunettes pour les opérations suivantes.

1. Cesser le chauffage. Descendre le chauffe ballon grâce au support élévateur.
 - Verser doucement au sommet du réfrigérant environ 10 mL d'eau qui permet de le rincer et d'ajouter de l'eau au milieu réactionnel.
2. Peser environ 2g d'hydrogénocarbonate de sodium dans un sabot de pesée.
 - Séparer le ballon du montage (**! attention, c'est chaud !**) ; le poser sur le valet.
 - **! Verser lentement** et en **agitant** le contenu du sabot de pesée dans le ballon. Il se produit un dégagement gazeux de dioxyde de carbone par réaction de l'hydrogénocarbonate avec l'acide acétique qui se forme lors de la réaction.
3. Verser le contenu liquide du ballon dans une ampoule à décanter.
 - On obtient deux phases ; éliminer la phase inférieure.
4. Récupérer la phase la moins dense dans un bécher ; y ajouter une spatule de chlorure de calcium anhydre.
 - Laisser décanter.
 - On récupère le liquide seul dans un tube à essais propre.

	linalol	anhydride éthanoïque	acétate de linalyle	acide acétique
densité	0,87	1,08	0,89	1,18
température d'ébullition	199°C	139,5°C	220°C	85°C
solubilité dans l'eau	assez faible	très soluble	très faible	très soluble

III) Analyse du produit synthétisé :

On utilise la technique de la chromatographie sur couche mince (CCM).

L'éluant est composé à 80% d'acétate d'éthyle et à 20%de cyclohexane

On compare 4 solutions différentes

* linalol ;*acétate de linalyle ;* essence de lavande * le produit qu'on vient de synthétiser.

La révélation est effectuée par des vapeurs de diiode (I₂).Aux UV ?

Evaluation pratique			
Utilisation burette	Ampoule à décanter	Habilité	Investissement et sécurité
0,5+0,5	0,5+0,5	0,5+0,5	0,5+0,5

IV) Compte-rendu de la synthèse de l'acétate de linalyle :

SYNTHESE : 1) Reproduire et annoter le schéma du dispositif de fabrication de l'acétate de linalyle.

- 2) Quel est le rôle du réfrigérant à eau ? Pourquoi ce dispositif est-il appelé montage à reflux ?
- 3) Quelle est la formule brute du linalol ?
- 4) Pourquoi utiliser l'anhydride acétique sous la hotte ? Quelle est sa formule brute ?
- 5) Pourquoi utiliser des ballons bien secs ?
- 6) Pourquoi rincer le réfrigérant ? On peut s'aider de la lecture de l'étiquette du flacon d'acide éthanoïque.
- 7) Représenter et annoter l'ampoule à décanter au moment de séparer les 2 phases.
- 8) Quel est le rôle du chlorure de calcium ?
- 9) Quelles sont les 3 principales étapes qui ont permis d'obtenir l'acétate de linalyle de formule C₁₂H₂₀O₂.
- 10) En théorie, le linalol réagit avec l'anhydride éthanoïque pour former de l'acétate de linalyle et de l'acide acétique.
Ecrire l'équation-bilan de cette réaction.

ANALYSE : Reproduire l'aspect de la plaque de chromatographie après la révélation . Interpréter le chromatogramme.