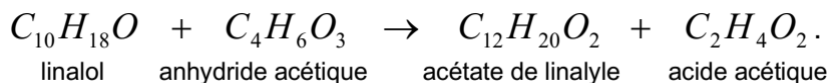


SYNTHESE DE L'ETHANOATE DE LINALYLE

OBJECTIFS

Le but de cette manipulation est d'obtenir par synthèse l'éthanoate de linalyle, un composé présent dans l'huile essentielle de lavande. La transformation effectuée peut s'écrire :



On vérifiera pendant la séance de TP que le produit synthétisé correspond à celui recherché et que c'est la même espèce chimique que l'éthanoate de linalyle présent dans l'essence de lavande.

MATERIEL

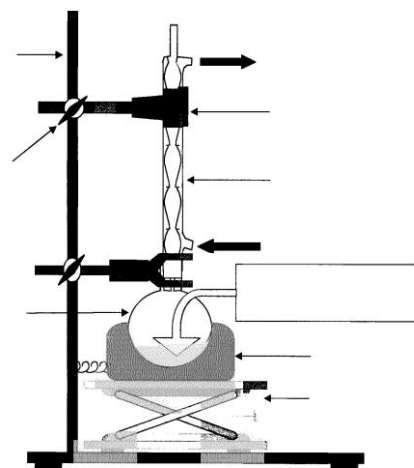
- Sous la hotte :
Deux burettes graduées pour prélever les deux réactifs : le linalol et l'anhydride éthanoïque ;
- Sur votre paillasse ou dans les placards :
Du matériel nécessaire à la réalisation d'un montage à reflux (ballon, réfrigérant à boules, chauffe-ballon, support élévateur, potence, pinces et noix de serrage), un entonnoir, une ampoule à décanter, un support de filtration, une éprouvette graduée ;
- Sur la paillasse du professeur :
Grains de pierre ponce ; solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium à 5 %.

I. TECHNIQUE EXPERIMENTALE DE FABRICATION DU COMPOSE

- Introduire dans le ballon
 - 2 mL de linalol
 - 4 mL d'anhydride éthanoïque (ou acétique)
 - 2 ou 3 grains de pierre ponce.

Ces différents réactifs se trouvent sous la hotte : l'anhydride acétique est un produit toxique à respirer, irritant et corrosif. Le port de gants est nécessaire.

- Positionner le ballon sous le réfrigérant et adapter le chauffe-ballon.
- Mettre sous tension le chauffe-ballon après avoir mis en route la circulation d'eau dans le réfrigérant.
- Laisser à l'ébullition durant 25 min environ.



Pendant ce temps, commencer la rédaction du compte-rendu.

Q1. Annoter le schéma du dispositif de fabrication de l'éthanoate de linalyle.

Comment nomme-t-on ce montage ?

Q2. Quel est le rôle du réfrigérant à eau ?

Pourquoi n'est-il pas placé de la même façon que dans un montage d'hydrodistillation ?

Que se passerait-il si on ne mettait pas de réfrigérant ?

II. LA TECHNIQUE D'EXTRACTION DE L'ACETATE DE LINALYLE

- Se munir de gants et de lunettes pour les opérations suivantes.
- Cesser le chauffage sans arrêter la circulation d'eau. Descendre le chauffe ballon grâce au support élévateur.
- Lorsque le ballon est tiède, verser doucement au sommet du réfrigérant environ 25 mL d'eau, ce qui permet de rincer celui-ci et de détruire l'anhydride acétique restant.
- Verser le contenu liquide du ballon dans une ampoule à décanter.
On suppose qu'à la fin de la transformation chimique tout le linalol a disparu. L'anhydride acétique a été détruit par l'eau. Il est apparu de l'acide acétique et de l'éthanoate de linalyle.
- Agiter pour mettre en contact les phases en n'oubliant pas de purger l'ampoule à décanter plusieurs fois.
- Laisser décanter. On obtient deux phases.

- Introduire quelques gouttes d'eau pour repérer la phase aqueuse et la phase organique.

Q3. Faire un schéma de l'ampoule à décanter et indiquer la phase aqueuse et la phase organique.

Q4. Légender le schéma, en précisant, à l'aide des données (fin de l'énoncé) dans quelle phase peuvent se trouver les espèces chimiques suivantes : eau, acide éthanoïque et éthanoate de linalyle.

- Eliminer la phase aqueuse.
- Ajouter, par petites quantités, environ 20 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium.
L'hydrogénocarbonate de sodium a pour fonction de transformer l'acide acétique et l'anhydride acétique restant en une espèce chimique noté A soluble uniquement dans la phase aqueuse. Il se produit un dégagement gazeux de dioxyde de carbone.
- Attendre quelques minutes pour que le dégagement gazeux se ralentisse. Fermer l'ampoule à décanter.
- Agiter en dégazant et laisser décanter.

Q5. Repérer les deux phases présentes dans l'ampoule à décanter et préciser leur composition.

- Eliminer la phase aqueuse et laver de nouveau la phase organique avec 20 mL d'eau.
- Récupérer la phase organique qui contient surtout l'espèce chimique éthanoate de linalyle dans un erlenmeyer.
- Ajouter à cette phase, une spatule de sulfate de magnésium anhydre afin d'éliminer toute trace d'eau. Laisser reposer.

III. CARACTERISATION DE QUELQUES COMPOSES

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

On compare 4 solutions différentes :

- linalol et éthanoate de linalyle qui vont servir de référence (dépôts A et B).
- Huile essentielle de lavande (dépôt C) diluée dans le cyclohexane (obtenue par hydrodistillation).
- Préparation que l'on vient de réaliser (dépôt D).

L'éluant est un mélange de cyclohexane et d'éthanoate d'éthyle. Il doit être manipulé avec précautions, sous la hotte ; il faut éviter au maximum d'en respirer les vapeurs et de la mettre en contact avec la peau.

La révélation est effectuée sous lampe UV.

Q5. Reproduire l'aspect de la plaque de chromatographie dans votre compte-rendu.

Indiquer les taches révélatrices de la présence du linalol et de l'éthanoate de linalyle.

Q6. La synthèse est-elle réussie ?

IV. DONNEES

L'acide acétique se répartit à la fois dans les phases aqueuse et organique.

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