

Objectif : Le but de ce TP est de réaliser la synthèse d'un arôme de lavande, l'extraire du mélange réactionnel et l'identifier.

I- Synthèse de l'acétate de linalyle

L'**acétate de linalyle** est un **arôme** qui entre dans la composition de l'huile essentielle de lavande. Sa synthèse se fait dans un **montage à reflux** (voir ci-dessous). La réaction de synthèse met en jeu deux espèces chimiques pures issues de l'industrie : **le linalol** et **l'anhydride acétique**. Ces espèces sont corrosives et irritantes, donc il faudra manipuler avec des gants et des lunettes.

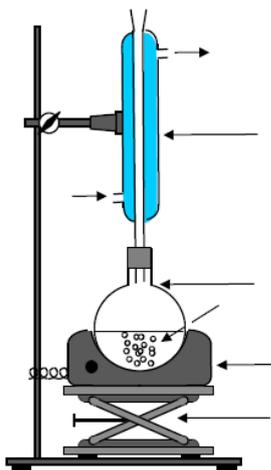


Schéma d'un montage à reflux

Manipulation :

Dans un ballon, on introduit 10 mL d'anhydride acétique, 5 mL de linalol et quelques grains de pierre ponce. Le ballon est surmonté d'un réfrigérant vertical alimenté en eau. Chauffer pendant 20 à 30 min environ à ébullition douce.

Questions :

- 1) Légender le schéma du montage à reflux.
- 2) La réaction est lente à température ambiante. Pourquoi chauffe-t-on alors le mélange ?
- 3) Qu'observe-t-on dans le ballon et dans le réfrigérant vertical lors de l'expérience ?
- 4) Quel est le rôle du réfrigérant ? Que se passerait-il s'il n'y avait pas de réfrigérant ?
- 5) Pourquoi le réfrigérant doit-il rester ouvert à son extrémité supérieure ? Que se passerait-il sinon ?
- 6) Quel est le rôle des grains de pierre ponce ?
- 7) Quels sont les **réactifs** (espèces chimiques qui réagissent) de la réaction de synthèse ?
- 8) Au cours de la transformation il se forme de **l'acétate de linalyle** et **l'acide acétique**. Ce sont les **produits** de la réaction de synthèse. Ecrire le bilan de la réaction de la synthèse avec les noms des réactifs et des produits.

II- Extraction de l'acétate de linalyle du mélange réactionnel

	Linalol	Acétate de linalyle	Acide acétique	eau
Densité	0,87	0,89	1,05	1,00
Solubilité dans l'eau	faible	Très faible	grande	

Manipulation :

- Stopper le chauffage et laisser refroidir le mélange à l'air.
- Ajouter 20 mL d'eau distillée et verser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter. L'ajout d'eau élimine les traces d'anhydride acétique restantes dans le mélange.



Schéma d'une ampoule à décanter

- On évacue ensuite la phase aqueuse.
- La phase organique restante peut contenir des traces d'acide acétique qu'il faut éliminer. Pour cela, on ajoute 20 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium. Il se produit un dégagement gazeux de dioxyde de carbone pendant plusieurs minutes et il se forme de l'acétate de sodium soluble dans l'eau.
- On évacue la phase aqueuse.
- La phase organique est alors « lavée » : elle ne contient plus d'acide acétique.

III- Identification de l'acétate de linalyle

- Préparer une solution diluée de produit de la synthèse, noté **S** : pour cela, ajouter 1 mL de **S** sur 10 mL de solvant (dichlorométhane). Schématiser ci-dessous la dilution réalisée :



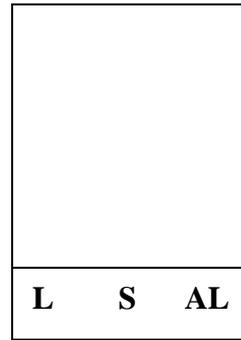
Schéma d'une dilution

- Préparer la plaque à chromatographie CCM comme l'indique le schéma ci-dessous :

L : Linalol pur

S : produit de la Synthèse

AL : Acétate de Linalyle pur



- Mesurer 5 mL de l'éluant (dichlorométhane) dans la cuve à chromatographie.
- Plonger la plaque CCM dans l'éluant et couvrir.
- Retirer la plaque lorsque l'éluant arrive à 0,5 cm du haut environ.
- Repérer rapidement, au crayon, la ligne de front du solvant : le solvant est très volatil, il s'évapore rapidement ! Poser le chromatogramme et laisser sécher quelques minutes.
- Révéler le chromatogramme avec une solution de permanganate de potassium. Laisser sécher.
- Coller la plaque CCM obtenue sur votre compte-rendu.

Question :

- 1) Combien de taches apparaissent dans la chromatographie de **S** ?
- 2) Identifier ces taches en justifiant votre réponse.

Coller ici votre plaque CCM