

Objectif du TP

- Réaliser une synthèse d'une espèce chimique mettant en jeu des techniques simples telles que le chauffage à reflux et la filtration.
- Suivre un protocole en respectant les consignes (sécurité, protection de l'environnement).

Sécurité

- Porter des gants et des lunettes lors de la manipulation.
- Le *linalol* et l'*anhydride d'acétique* sont à manipuler sous la hotte.

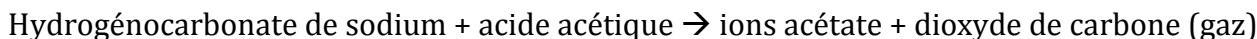
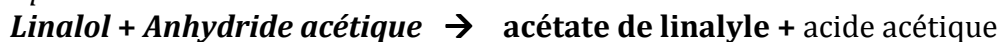
Intérêt de synthétiser l'acétate de linalyle

- L'*acétate de linalyle* est un liquide à odeur de lavande. C'est un arôme qui entre dans la composition de l'huile essentielle de lavande.
- L'huile essentielle de lavande est très utilisée en aromathérapie en raison de ses nombreuses propriétés médicinales. En effet, elle est très utilisée sous forme de massage, de bain et de diffusion, pour lutter contre le stress, l'angoisse, l'agitation et les maux de tête mais aussi pour tonifier les personnes fatiguées ou abattues et faciliter le sommeil.

Dans l'industrie

- Il peut être synthétisé au laboratoire par action du *Linalol* sur l'*Anhydride d'acétique*.
- Le *linalol* et l'*Anhydride acétique* sont deux espèces chimiques issues de l'industrie chimique. Ils constituent les matières premières de la synthèse.

Lorsque l'on fait réagir de l'*anhydride acétique* avec du *linalol*, on obtient de l'*acétate de linalyle* et de l'*acide acétique*.



1. Mode opératoire.

1.1. Réalisation du montage à reflux.

La synthèse de l'*acétate de linalyle* est réalisée avec un montage à reflux.

1.2. Mise en place des réactifs dans le ballon.

- Enlever le ballon du montage en s'assurant que le réfrigérant est bien maintenu.
- Aller avec le ballon et le pose ballon sous la hotte pour y mettre les réactifs.
- A l'aide d'une éprouvette graduée, mettre dans le ballon : **5 mL de linalol**, **10 mL d'anhydride acétique**.
- Replacer le ballon dans le montage et le fixer au réfrigérant. S'assurer de la stabilité de l'ensemble.

1.3. Déroulement de la transformation chimique.

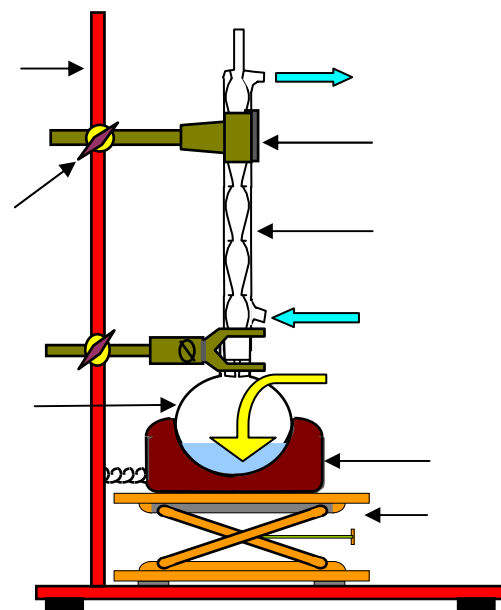
- Chauffer à l'aide du chauffe-ballon et maintenir une ébullition pendant environ 30 minutes.
- Arrêter le chauffage, retirer le chauffe-ballon et laisser refroidir à l'air le contenu du ballon.
- Introduire dans le ballon **25 mL d'eau** à l'aide d'une éprouvette graduée. L'anhydride acétique en excès est détruit par l'eau et transformé en acide acétique.
- Enlever le ballon du montage et verser son contenu, avec un entonnoir, dans une ampoule à décanter.

1.4. Lavage de la phase organique.

- Laisser décanter et éliminer la phase aqueuse. Pour cela regarder attentivement les différentes densités dans le tableau donné à la fin de cette page
- Verser à l'aide d'une éprouvette graduée dans l'ampoule à décanter, par petites quantités, **20 mL d'une solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium à 5 %**.
- Attendre quelques minutes pour que le dégagement gazeux se ralentisse. Fermer l'ampoule à décanter et agiter pour mettre en contact les phases en n'oubliant pas de purger l'ampoule à décanter plusieurs fois. Laisser décanter.
- Éliminer la phase aqueuse et laver de nouveau la phase organique avec **10 mL d'eau**.
- Laisser décanter et éliminer la phase aqueuse et verser la phase organique dans un bécher propre et sec.

1.5. Séchage de la phase organique .

- Sécher la phase organique avec du **sulfate de magnésium anhydre $MgSO_4$** . Suivre les conseils du professeur.
- Laisser décanter et recueillir la phase organique surnageant dans un flacon fermé.



2. Exploitation des résultats.

- 1°) Annoter le schéma du montage à reflux donné ci-contre.
- 2°) A quoi sert le réfrigérant à boules? Que se passerait-il si on ne mettait pas de réfrigérant ?
- 3°) Pourquoi faut-il chauffer ? Faire une phrase, qui explique le rôle d'un chauffage à reflux.
- 4°) Pourquoi le réfrigérant doit-il rester ouvert à son extrémité supérieure.
- 5°) Que contient le ballon après transformation ? Quel est l'aspect physique du contenu, sa couleur, son odeur ?
- 6°) Dessiner l'ampoule à décanter et y placer la phase aqueuse et la phase organique.
- 7°) Au cours des différents lavages, quelle espèce chimique essaie-t-on d'éliminer principalement ?
- 8°) A l'aide des données du tableau, expliquez le principe du lavage par une solution d'hydrogénocarbonate de sodium.
- 9°) Quel est le rôle du séchage ?

Données

Propriétés physiques des réactifs et du produit	Linalol	Anhydride acétique	Acide acétique	Acétate de linalyle	Ion acétate
Densité	0,87	1,08	1,05	0,89	
Température d'ébullition	199	139,5	118	220	
Solubilité dans l'eau	Assez faible	Très soluble	Très soluble	Très faible	Très soluble

Liste Matériel : TP synthèse d'un arôme de Lavande
Mercredi 09 novembre 318

Par Poste 6 ou 7 Postes

montage à reflux complet
Pose ballon
Gant en caoutchouc
3 Béchers
Ampoule à décanter
Entonnoir
coupelle + 1 spatule

Paillasse professeur

Pierre ponce
Solution d'Hydrogénocarbonate de sodium à 5 % (*Environ 350 mL pour les 2 groupes*)
Linalol (sous hôte) (*Environ 100 mL pour les 2 groupes*)
Anhydride d'acide (sous hôte) (*environ 200 mL pour les 2 groupes*)
Sulfate de magnésium anhydre MgSO_4
Béchers