

1 – Activité :

But : synthétiser un composé naturel contenu dans l'huile essentielle de lavande, puis d'identifier le composé synthétisé par chromatographie sur couche mince.

A- Préparation de l'ester :

Enlever le ballon du montage en s'assurant que le réfrigérant est bien maintenu. Aller avec le ballon sous la hotte pour y mettre les réactifs (mettre dans le ballon avec les burettes graduées) : **5 mL** de **linalol** $C_{10}H_{18}O$ - 3 grains de **pierre ponce** - **10 mL** d'**anhydride acétique** $C_4H_6O_3$ (dangereux : lire l'étiquette)

Boucher le ballon et agiter doucement en maintenant le bouchon.

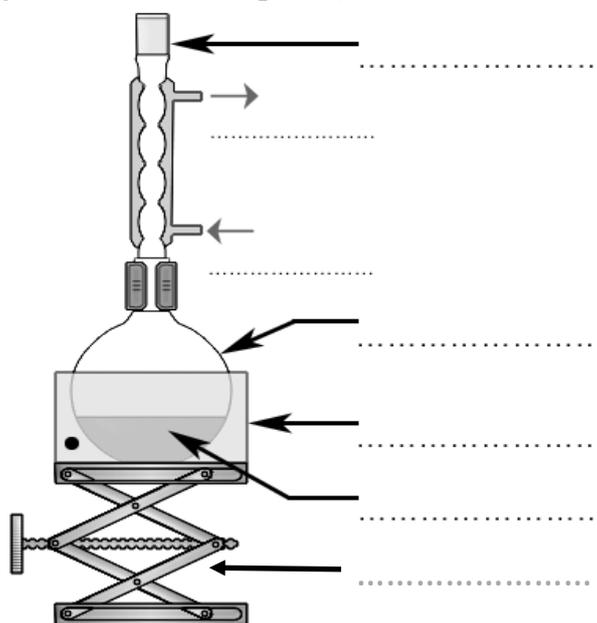
Replacer le ballon dans le montage et le fixer au réfrigérant.

S'assurer de la stabilité de l'ensemble.

Le montage réalisé est un **montage chauffage à reflux**. (Veiller à la circulation d'eau du bas vers le haut).

Chauffer à reflux pour accélérer la réaction et maintenir une ébullition douce pendant 20 minutes ou plus.

a- Compléter le schéma ci-dessus avec les mots suivants: ballon, mélange réactionnel, chauffe-ballon, réfrigérant à boules, entrée d'eau froide, sortie d'eau tiède, élévateur.



b- Associez chacun de ces éléments avec le rôle qu'il y joue :

- | | | |
|------------------------------|---|--|
| La pierre ponce | • | • permet d'éviter la perte de réactifs ou de produits |
| Le chauffage | • | • condenser les vapeurs qui s'échappent du mélange |
| Le réfrigérant | • | • réguler l'ébullition, homogénéiser le mélange |
| Le chauffage à reflux | • | • accélérer la réaction chimique entre les deux réactifs |

c- On fait réagir le **linalol** avec l'**anhydride acétique**. On obtient l'**acétate de linalyle** $C_{12}H_{20}O_2$ et l'**acide acétique** $C_2H_4O_2$. Ecrire l'équation de la réaction de synthèse.

.....

.....

d- Donner une définition du mot « synthèse » en utilisant les mots : « réactifs », « produits », « transformation chimique ».

.....

.....

B- Extraction de l'ester et lavage – séchage de la phase organique :

Arrêter le chauffage, retirer le chauffe-ballon et laisser le ballon refroidir à l'air. Introduire par le sommet de la colonne réfrigérante à l'aide d'une éprouvette graduée : **25 mL** d'eau ce qui permet de rincer la colonne et de détruire par **hydrolyse** l'excès d'**anhydride acétique**.

Enlever le ballon du montage et verser son contenu, avec un entonnoir, dans une ampoule à décanter.

Laisser décanter et éliminer la phase aqueuse. Pour cela regarder attentivement les différentes densités dans le tableau suivant.

| | Linalol | Anhydride acétique | Acétate de linalyle | Acide acétique |
|---------------------|--------------|--------------------|---------------------|----------------|
| Densité | 0,87 | 1,08 | 0,89 | 1,18 |
| T° ébullition | 199°C | 139,5 °C | 220°C | 85°C |
| Solubilité dans eau | Assez faible | Très bonne | Très faible | Très bonne |

Verser dans l'ampoule à décanter, par petites quantités, **20 mL** d'une **solution aqueuse d'hydrogénocarbonate de sodium** à **5 %** pour **neutraliser le mélange**, c'est à dire transformer l'**acide acétique** en **acétate de sodium**.

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 dégazer l'ampoule à décanter plusieurs fois (risque de surpression). Laisser décanter. Éliminer la phase aqueuse et laver de nouveau la phase organique avec **20 mL** d'eau. Laisser décanter et éliminer la phase aqueuse et verser la phase organique dans un bécher propre et sec.

Sécher la phase organique avec du **sulfate de magnésium anhydre**.

Laisser décanter et recueillir la phase organique surnageant dans un flacon fermé.

a- Que signifie le terme hydrolyse ? Quel est son rôle ?

.....

b- Quel est le rôle du lavage par la solution d'hydrogénocarbonate de sodium ?

.....

c- Quelle est la nature du gaz qui s'échappe ? (il trouble l'eau de chaux)

.....

d- Dans l'ampoule à décanter, déterminer la phase aqueuse et la phase organique. Indiquer dans quelle phase se trouve l'**acétate de linalyle** lors de la décantation.

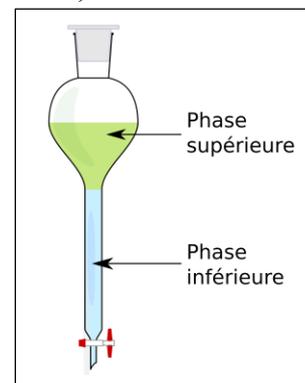
.....

e- De quel renseignement avez-vous besoin pour répondre a -d- ?

.....

f- Quel est l'intérêt de deuxième lavage ?

.....



g- Quel est le rôle du séchage ?

.....

h- Comment récupérer le produit ?

.....

i- Proposer un protocole expérimental pour identifier l'ester formé.

.....

.....

.....

.....

.....

