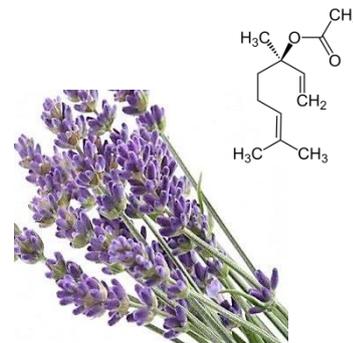


SYNTHESE D'UNE ESPÈCE CHIMIQUE AU LABORATOIRE

L'acétate de linalyle (formule brute : $C_{12}H_{20}O_2$) est l'un des principaux composés des huiles essentielles de lavande et de bergamote. Il est utilisé dans le domaine de la cosmétique (parfums, savons) et de la parapharmacie (traitement des ecchymoses). Pour abaisser son coût de production et ne pas épuiser les ressources naturelles, il peut être synthétisé au laboratoire à partir de l'acide acétique ($C_2H_4O_2$) et du linalol ($C_{10}H_{18}O$).

L'OBJECTIF de cette activité est de réaliser la synthèse de l'acétate de linalyle puis sa purification de manière à comparer ultérieurement cette espèce synthétique à l'huile essentielle de lavande.



Questions préliminaires :

- 1- Quels sont les réactifs utilisés pour la synthèse de l'acétate de linalyle ?
- 2- Ecrire l'équation de cette réaction de synthèse sachant qu'il se forme également de l'eau.
- 3- Le mélange de produits obtenu à la fin de la synthèse sera-t-il homogène ou hétérogène ? (voir doc.1 en annexe)

1) La réaction de synthèse :

La synthèse est réalisée avec un montage à reflux (voir doc.2 en annexe). Les réactifs sont placés dans le ballon et l'ensemble est chauffé de manière à accélérer la transformation.

Vous allez suivre le protocole ci-dessous pour réaliser la synthèse. **ATTENTION** : vous serez évalués en continu sur la précision de vos manipulations et le respect des consignes de sécurité.

PROTOCOLE :

Ce TP peut être dangereux et couteux en matériel : les élèves qui ne seront pas suffisamment sérieux/concentrés ne seront pas autorisés à manipuler.

- Emporter le ballon sous la hotte et y introduire avec précaution 5mL de linalol grâce à une pipette automatique et 10mL d'acide acétique grâce à une éprouvette graduée ; **fermer le ballon avec un bouchon avant de le sortir de la hotte** puis le ramener sur votre paillasse
- Introduire 4/5 grains de pierre ponce dans le ballon puis appeler le professeur avant de le relier au réfrigérant
- Commencer le chauffage (thermostat au max) et noter l'heure au moment où commence l'ébullition
- Faire durer l'ébullition pendant 10min puis arrêter le chauffage (arrêter puis abaisser le chauffe-ballon)

| Evaluation de la compétence RÉALISER | Appeler le professeur avant d'effectuer vos prélèvements | | | |
|--|--|---|---|---|
| | Critères de réussite : suivre rigoureusement le protocole, prélever les réactifs avec précision, respecter la durée du chauffage | | | |
| | A | B | C | D |
| | | | | |

Questions :

- 4- Que se passe-t-il dans le réfrigérant lorsque le mélange est en ébullition ? Quel est l'intérêt du montage à reflux ?
- 5- Quelles espèces chimiques le ballon contient-il à la fin de la synthèse ?

2) La Séparation des produits :

Le mélange contenu dans le ballon en fin de synthèse contient l'acétate de linalyle mélangé avec de l'eau et l'acide acétique restant (car introduit en excès). Pour séparer le produit désiré des autres constituants, vous allez utiliser une ampoule à décanter (voir doc. 3) et suivre le protocole ci-dessous **avec la même rigueur/concentration que précédemment**.

PROTOCOLE :

- Ajouter environ 30mL d'eau salée dans le ballon par l'intermédiaire du réfrigérant
- S'assurer que le ballon n'est plus chaud puis appeler le professeur pour qu'il le sépare du réfrigérant
- Introduire le contenu du ballon dans l'ampoule à décanter et observer son contenu (un schéma sera demandé par la suite où vous devrez préciser les positions des phases organique et aqueuse)
- Suivre le mode d'utilisation de l'ampoule à décanter (doc.3) de manière à isoler l'acétate de linalyle dans un becher

| Evaluation de la compétence RÉALISER | Appeler le professeur avant d'agiter l'ampoule | | | |
|--|--|---|---|---|
| | Critères de réussite : respecter les règles de sécurité relatives à l'ampoule à décanter et aux espèces chimiques manipulées | | | |
| | A | B | C | D |
| | | | | |

Questions :

- 6- Faire un schéma de l'ampoule à décanter en précisant le contenu de chaque phase.
- 7- Pourquoi l'acétate de linalyle se trouve-t-il dans la phase supérieure ?

3) Purification de l'acétate de linalyle :

Malgré la séparation précédente, l'acétate de linalyle isolé dans le becher contient encore des traces d'acide acétique (odeur de vinaigre). Pour le purifier vous allez suivre le protocole ci-dessous. **La compétence « réaliser » est évaluée jusqu'à la fin du TP.**

PROTOCOLE :

- Introduire environ 20mL d'hydrogénocarbonate de sodium dans le becher contenant l'acétate de linalyle, agiter et attendre la fin du dégagement gazeux (dioxyde de carbone)
- Introduire le contenu du becher dans l'ampoule à décanter et suivre le mode d'utilisation de l'ampoule à décanter de manière à isoler l'acétate de linalyle dans un becher
- Conserver l'acétate de linalyle purifié pour le TP suivant

AVANT DE PARTIR : Nettoyez la verrerie et la pailasse de manière à la laisser telle que vous l'avez trouvé en arrivant.



ANNEXES

Document 1 : Caractéristiques physico-chimiques des réactifs et produits de la synthèse

| | Formule brute | Pictogrammes de sécurité | Solubilité dans l'eau | Masse volumique (g/mL) | Température d'ébullition (°C) |
|---------------------|-------------------|---|-----------------------|------------------------|-------------------------------|
| Acide acétique | $C_2H_4O_2$ |  | Très grande | 1,18 | 118 |
| Linalol | $C_{10}H_{18}O$ |  | Très faible | 0,87 | 197 |
| Acétate de linalyle | $C_{12}H_{20}O_2$ |  | Très faible | 0,89 | 220 |

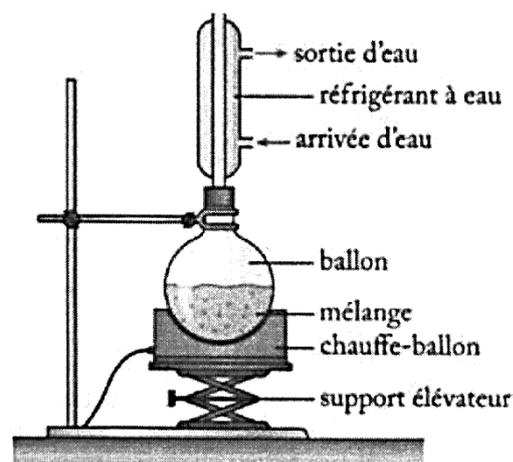
Document 2 : Montage à reflux

Le montage à reflux permet de chauffer un mélange réactionnel tout en évitant les pertes de réactifs/produits lors de l'ébullition.

Grâce à un courant continu d'eau froide qui circule dans le réfrigérant, les vapeurs qui tentent de s'échapper y sont refroidies puis liquéfiées. Les gouttelettes résultantes retombent (refluent) dans le ballon et participent à nouveau à la transformation chimique.

Précautions d'utilisation :

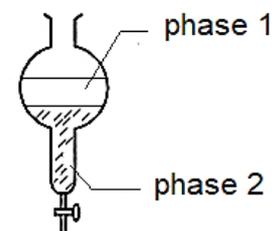
- avant de démarrer le chauffage, on ajoute des grains de pierre ponce dans le ballon de manière à réguler l'ébullition.
- si l'ébullition s'emballe, on abaisse le chauffe-ballon rapidement (grâce au support élévateur) puis on baisse le thermostat



Document 3 : Ampoule à décanter

Une ampoule à décanter permet de séparer des liquides non miscibles. Le liquide le plus dense (masse volumique la plus grande) est évacué en premier en ouvrant le robinet.

Si plus de deux liquides sont présents dans l'ampoule, il est nécessaire d'agiter le mélange : toutes les espèces chimiques solubles dans l'eau se retrouvent alors dans la phase aqueuse et les liquides non miscibles à l'eau forment la phase organique.



Précautions d'utilisation :

- avant agitation: vérifier que le robinet et le bouchon sont fermés puis orienter l'ouverture vers le mur (surtout pas dans la direction d'un autre élève)
- pendant l'agitation : ouvrir le robinet régulièrement pour éviter une surpression et un risque d'explosion
- après agitation: placer l'ampoule sur son support puis laisser décanter jusqu'à séparation des deux phases
- séparation : placer un becher sous le robinet, enlever le bouchon puis ouvrir le robinet jusqu'à écoulement total de la phase 2