

TP n°5 : CHIMIE

Synthèse de l'acétate de linalyle

Un protocole expérimental :

Le port des lunettes et des gants est obligatoire.

1. Préparation de l'ester

- Dans un ballon de 100 mL **bien sec**, introduire 5 mL de linalol.
- Sous la hotte, ajouter 10 mL d'anhydride acétique mesurés à l'éprouvette **bien sèche**. Boucher.
- Agiter quelques instants doucement en maintenant le bouchon.
- Réaliser le montage à reflux (La longueur du reflux à air est de 50 à 60 cm).
- Chauffer à reflux pendant une vingtaine de minutes (voir montage précédent).

2. Hydrolyse de l'excès d'anhydride acétique

- Préparer 25 mL d'eau froide dans un bécher de 100 mL.
- Arrêter le chauffage. Refroidir le ballon (tenu par une pince) sous un courant d'eau froide.
- Verser doucement en agitant, le contenu du ballon dans le bécher. L'excès d'anhydride est détruit par hydrolyse.
- Laisser refroidir, au besoin, le contenu du bécher.

3. Extraction

- Verser le mélange dans l'ampoule à décanter. - Décanter.
- Observer en vous aidant du tableau de données.
- Eliminer la phase aqueuse.
- Traiter la phase organique avec 30 mL de solution d'hydrogénocarbonate de sodium à 5%, jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement gazeux. Procéder avec précaution, le dégagement gazeux peut être important ; dégazer souvent.
- Décanter, recueillir la phase organique dans un bécher.
- Laver la phase organique avec 20mL d'eau, éliminer la phase aqueuse.
- Récupérer la phase organique dans un flacon. Ajouter un peu chlorure de calcium anhydre.
- Conserver la phase organique (acétate de linalyle) dans un flacon bouché pour réaliser la chromatographie dans le TP suivant.

Tableau de données	Linalol	Anhydride éthanoïque	Acétate de linalyle	Acide acétique
Densité	0,87	1,08	0,89	1,18
Température d'ébullition (1 bar)	199 °C	139,5 °C	220 °C	85 °C
Solubilité dans l'eau	Assez faible	Très soluble	Très faible	Très soluble

4. Exploitation

Écriture de la réaction chimique de synthèse

A cette époque de l'année, l'équation de réaction de synthèse de l'acétate de linalyle s'écrit sous la forme :



Les recommandations de l'UIAPC préconisent pour les acides carboxyliques et les esters " que le nom usuel est en général préférable " (*Source : Société Française de Chimie*).

Commentaires sur les différentes étapes de cette synthèse

Le chauffage permet d'accélérer la réaction, donc de réduire le temps.

L'addition d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium permet de neutraliser le mélange formé, à savoir de transformer l'acide acétique en acétate de sodium.

Quelques questions

1. Que signifie le mot reflux ? A quoi sert le réfrigérant à air ? Que se passerait-il si on ne mettait pas de réfrigérant ?
 2. Indiquer le rôle du chauffage.
 3. Indiquer le rôle de la pierre ponce.
 4. Faire une phrase, qui explique le rôle d'un chauffage à reflux.
 5. Pourquoi le réfrigérant doit-il rester ouvert à son extrémité supérieure.
- Dessiner l'ampoule à décanter et y placer la phase aqueuse et la phase organique. Indiquer dans quelle phase se trouve l'acétate d'isoamyle lors de la décantation. De quel(s) renseignement(s) avez-vous besoin pour répondre à cette question ?
6. Quelle est la nature du gaz qui se dégage lors du lavage avec la solution d'hydrogénocarbonate de sodium.
 7. Quel est le rôle du séchage ?
 8. Qu'est-ce qu'une CCM ?