

Introduction : l'acétate de linalyle (C₁₂H₂₀O₂) est une substance chimique à l'odeur prononcée de bergamote, que l'on trouve principalement dans les huiles essentielles de lavande. Cette espèce chimique est synthétisée par réaction du linalol (C₁₀H₁₈O) et de l'anhydride acétique (C₄H₆O₃).

La réaction s'écrit : C₁₀H₁₈O + C₄H₆O₃ → C₁₂H₂₀O₂ + C₂H₄O₂ C₂H₄O₂ est l'acide acétique.

	densité	Tf	Teb	soluble dans l'eau?	soluble dans le cyclohexane ?	soluble dans le dichlorométhane ?
acétate de linalyle	0,90	-	220 °C	non	oui	oui
linalol	0,87	-	199 °C	non	oui	oui
anhydride acétique	1,09	- 73 °C	140 °C	oui	non	non
acide acétique	1,05	16 °C	118 °C	oui	oui	oui

I°) Réalisation de la synthèse :

Les lunettes et les gants sont obligatoires durant toute la synthèse !

- Dans l'ermeneyer de 100 mL, à l'aide d'un compte-gouttes, verser environ 20 gouttes de linalol. L'anhydride acétique a déjà été mis au préalable par le professeur dans l'ermeneyer.
- Mettre en place le réfrigérant à air (tube effilé) sur le récipient. Mettre l'ensemble dans un cristalliseur avec de l'eau, le thermostat sera réglé de façon à atteindre l'ébullition (5 à 6), elle sera maintenue pendant au moins 10 minutes (Faire le II° pendant ce temps tout en contrôlant l'ébullition).
- Au bout de 10 minutes, appeler le professeur pour qu'il enlève l'eau bouillante, et qu'il mette l'ermeneyer en contact directement avec le bec électrique (vérifier que le liquide à l'intérieur ne brunisse pas trop) : laisser à peu près 5 minutes en contact.
- Arrêter le chauffage puis laisser refroidir environ 10 minutes. Pendant ce temps aller voir le montage avec le réfrigérant à eau sur la paillasse du prof (synthèse de l'arôme de banane).

Faire l'inventaire des points communs et des différences entre votre montage et celui du professeur.

II°) Utiliser du temps disponible pour préparer la chromatographie sur couche mince

- Cuve + 1/2 cm d'éluant (dichlorométhane) + papier filtre pour saturer en solvant.
- Un dépôt des huiles de lavande (pilulier A) extraites lors du T.P n°4 sera placé en A sur la plaque de chromatographie.
- Un dépôt d'acétate de linalyle (pilulier B) (dilué avec du cyclohexane) sera placé en B sur la plaque de chromatographie.

Il restera à compléter votre chromatographie en C avec le résultat de votre synthèse (pilulier C).

III°) Caractérisation de l'acétate de linalyle formé

- Appeler le professeur si nécessaire pour enlever le réfrigérant à air.
- Ajouter très lentement 10 mL d'eau mesurée à l'aide de l'éprouvette graduée.
- Vider le contenu de l'ermeneyer dans l'ampoule à décanter. Rincer de nouveau l'ermeneyer avec 10 mL l'eau, récupérer cette eau de rinçage dans l'ampoule à décanter puis agiter. L'anhydride acétique restant (C₄H₆O₃) réagit sur l'eau et produit de l'acide acétique (C₂H₄O₂) soluble dans l'eau.
- Ajouter 5 mL de cyclohexane dans l'ampoule à décanter puis extraire la phase organique. Evacuer au préalable le reste de la phase aqueuse. Cette phase organique sera mise dans le pilulier C. Un dépôt de la phase organique complètera la plaque de chromatographie (en C).
- Réaliser la chromatographie. Mettre ensuite la plaque dans des vapeurs de diiode.

IV°) Compte rendu du T.P

- Donner en quelques mots, la signification des pictogrammes des quatre espèces chimiques du tableau. Quelles précautions faut-il prendre pour chacune des espèces chimiques.
- L'anhydride acétique et le linalol sont-ils miscibles? Justifier.
- Le réfrigérant à reflux (à air ou à eau) économise les réactifs. Pourquoi ? Il vous apporte plus de sécurité. Justifier cette affirmation.
- Coller le chromatogramme obtenu sur votre compte rendu.
- a) Justifier le fait que vous avez synthétisé de l'acétate de linalyle.
b) En fin de synthèse, reste-t-il du linalol ? Justifier.
- a) Dans la partie III°, après avoir rajouté 20 mL d'eau, vous obtenez deux phases. Donner les espèces chimiques présentes dans chaque phase.
b) l'extraction réalisée dans le III° est-elle possible par le dichlorométhane ? Justifier.