

**Total :/30 soit
...../10**

Synthèse et identification d'une espèce chimique : l'acétate de linalyle
TP' (Chimie)

Introduction : Nous allons préparer l'acétate de linalyle ($C_{12}H_{20}O_2$) substance chimique à l'odeur prononcée de bergamote que l'on trouve principalement dans les huiles essentielles de lavande. Cette espèce chimique sera synthétisée par la réaction du linalol ($C_{10}H_{18}O$) et de l'anhydride acétique ($C_4H_6O_3$).

Objectifs :

- réaliser la synthèse d'une espèce chimique existant dans la nature (l'arome de bergamote)
- suivre un protocole en respectant les consignes (sécurité, protection de l'environnement)
- présenter la nécessité et le fonctionnement d'un montage à reflux
- Utiliser une méthode (la chromatographie) pour séparer et identifier le produit synthétisé.

I°) Réalisation de la synthèse et extraction :

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

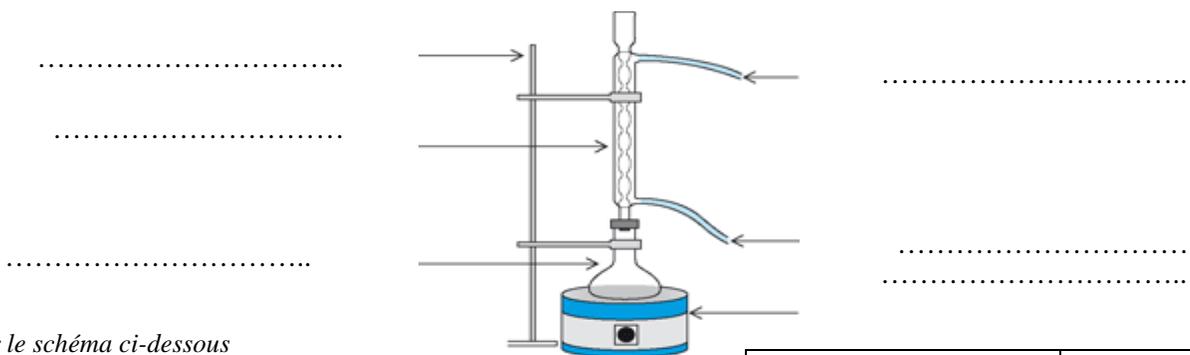
1) Préparation au laboratoire (uniquement paillasse prof) : Le professeur a introduit dans un ballon :

- **15 mL** de linalol et **30 mL** d'anhydride éthanóique (ou acétique) quelques grains de pierre ponce ou quelques billes de verre (le tout sous la hotte) .
- un réfrigérant à eau et placer sur le ballon et le mélange est porté à l'ébullition pendant 10 min.

Pendant ce temps un élève prépare la chromatographie sur couche mince du II°) (en attendant le produit de la synthèse).

*L'autre élève commençant à répondre aux questions du **2) Observations***

2) Observations : (à faire par un membre du binôme) :



Questions :

- 1) Compléter le schéma ci-dessous
- 2) Quel est le rôle de la pierre ponce ou des billes ?
- 3) Quel est le rôle du réfrigérant à eau ?
- 4) Expliquer le rôle du chauffage à reflux ?
- 5) Ecrire la réaction de la synthèse avec les réactifs et produits sachant qu'il se forme aussi de l'acide éthanóique ($C_2H_4O_2$), dans les produits (Équilibrer l'équation).
- 6) Aller voir les réactifs (sous la hotte) utilisés lors de cette synthèse, regarder les pictogrammes, quelles précautions faut-t il prendre avant la synthèse et après.
- 7) Pourquoi le réfrigérant doit-il rester ouvert à son extrémité supérieure ?

I)2)1)Com/1,5
I)2)2) ana/1
I)2)3)ana/1
I)2)4)ana/2
I)2)5)real, ana/1,5
I)2)6)com/2
I)2)7)ana/1
Total/10

3) Extraction de l'acétate de linalyle (à faire par les deux membres du binôme) :

- Aller chercher votre tube à essai dans lequel le professeur aura introduit environ 5 mL du résultat de la synthèse précédente.
- Laisser refroidir à température ambiante pendant 5 minutes.
- Vider le contenu du tube à essai obtenu dans l'ampoule à décanter.
- Ajouter très lentement 20 mL d'eau distillée mesurée à l'aide de l'éprouvette graduée.
- Rajouter de nouveau environ un demi-tube à essai d'eau distillée dans le tube de synthèse et verser cette eau de rinçage dans l'ampoule à décanter.
- Ajouter 5 mL de cyclohexane dans l'ampoule à décanter puis extraire la phase organique. Evacuer au préalable la phase aqueuse (l'identifier et appeler le professeur au préalable). Cette phase organique sera mise dans le pilulier C.

I)3)Réal et sécurité/3
I)3)1)Com/1
I)3)2) ana/1
I)3)3)ana/3
Total/8

Questions :

- 1) Dessiner l'ampoule à décanter avec les deux phases.
- 2) Pourquoi y a-t-il deux phases dans l'ampoule à décanter ?
- 3) Compte tenu des renseignements du tableau et des remarques ci-dessous, préciser la position et la composition de chaque phase.

Tableau de données :	densité	θ ébullition °C	Solubilité dans l'eau	Solubilité dans le cyclohexane	Dangerosité
Linalol	0,87	199	Non	Oui	
Acétate de linalyle	0,90	220	Non	Oui	
Acide acétique	1,18	85	Oui	Non	
Anhydride acétique	1,09	140	Oui	Non	

Remarque : Le cyclohexane est un liquide incolore de densité 0,77 à 25°C et il n'est pas miscible à l'eau.

II°) Vérification du produit par chromatographie sur couche mince :

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

On analyse par chromatographie le résultat de la synthèse :

1°) Préparation de l'éluant :

L'éluant utilisé est un mélange de cyclohexane (80 %) et d'acétate d'éthyle (20 %).

- Introduire 10 mL d'éluant dans la cuve à chromatographie à l'aide d'une éprouvette graduée.
- Insérer un papier filtre imbibé d'éluant pour améliorer la diffusion des vapeurs
- Bien reboucher la cuve avec le couvercle. (ATTENTION, ne pas respirer les vapeurs de l'éluant.)

2°) Préparation du support :

La plaque à CCM doit être manipulée avec précaution car elle est fragile afin d'éviter de faire des traces de doigts.

- Prendre par ses coins une plaque pour CCM à l'aide d'une pince.
- Tracer délicatement au crayon de papier un trait léger à 1 cm du bas de la feuille.
- Repérer 3 points sur ce trait.
- Déposer à l'aide d'un pique en bois différent à chaque fois :
 - A : 3 gouttes d'acétate de linalyle commercial (5% en volume d'acétate de linalyle dans le cyclohexane)
 - C : 3 gouttes d'acétate de linalyle synthétisée par l'élève (5% en volume d'acétate de linalyle dans le cyclohexane)

Attention : pour le dépôt C attendre d'avoir finis l'étape 4 du I°).

B : 3 gouttes de linalol (5% en volume de de linalole dans le cyclohexane)

Noter en bas de la CCM la nature des différents dépôts.

3°) Elution : L'éluant est composé de 20% d'acétate d'éthyle et 80 % de cyclohexane

- Délicatement, placer la plaque verticalement dans la cuve et reboucher avec le couvercle.
- Laisser évoluer l'ensemble.
- Quand l'éluant arrive à 1 cm du haut de la plaque environ, sortir la plaque et laisser sécher.
- Repérer par un trait le front final du solvant.

4°) Révélation :

Il existe 2 méthodes courantes pour révéler le chromatogramme :

(1) Lampe à UV :A haute dose, risque de vieillissement de la peau et de cancer.

- Placer la plaque sous une lampe UV.
- Observer la présence ou non des différentes tâches sur le chromatogramme .

(2) Permanganate de potassium dilué :Nocif en cas d'ingestion.

- Déposer la plaque dans une solution de permanganate de potassium à 0,002 mol/L et laisser réagir quelques minutes.
- La sortir et la rincer sous l'eau du robinet.
- La sécher et cercler avec un crayon les tâches qui sont apparues.

Appeler le professeur pour montrer votre plaque de chromatographie après révélation et séchage

1°) Rappeler le rôle de l'éluant dans une CCM.

2°) Quel dépôt fait ici office de référence ? Justifier.

3°) En comparant les tâches A ,B et C , dire si l'espèce synthétisée est bien de l'acétate de linalyle (Justifier) . Est-il pur ?

4°) Calculer le rapport frontal de l'acétate de linalyle et de linalole.

5°) Quelle technique convient le mieux pour révéler les taches du chromatogramme (Justifier).

II)1)2)3)4 Réal et sécurité/5
II)4)1)Com/1
II)4)2)Ana/1
II)4)3) ana/2
II)4)4) ana/2
II)4)5) ana/1
Total/12