



TP N°3 : Synthèse de l'acétate de linalyle

Objectifs :

Synthétiser une molécule ayant l'odeur caractéristique de la lavande à partir de matières premières chimiques.
Exploiter cette synthèse.

LSynthèse de l'acétate de linalyle :

Le port des lunettes et des gants est obligatoire.

1) Préparation de l'ester :

- Dans un ballon de 250 mL **bien sec**, introduire 2.5 mL de **linalol**.
- Sous la hotte, ajouter 5 mL **d'anhydride acétique** mesurés à l'éprouvette **bien sèche**. Ajouter également 3 grains de pierre ponce.
- Agiter quelques instants doucement en maintenant le bouchon.
- Réaliser le **montage à reflux** (veiller à la circulation d'eau du bas vers le haut).
- Chauffer à reflux pendant **40 minutes** environ.

2) Hydrolyse de l'excès d'anhydride acétique :

- Préparer 25 mL d'eau froide dans un bêcher de 100 mL.
- Arrêter le chauffage. Laisser refroidir le ballon à l'air libre.
- Verser doucement l'eau par le sommet du réfrigérant dans le ballon. L'excès d'anhydride acétique est **détruit par hydrolyse** et devient de l'acide acétique.

3) Extraction :

- Verser le contenu du ballon dans l'ampoule à décanter. **Attention à ne pas y mettre la pierre ponce**. Rincer le ballon avec 2.5 mL de cyclohexane, ajouter le liquide de rinçage à l'ampoule. Agiter en **dégazant régulièrement** et décanter.
- A l'aide du tableau de données, repérer la **nature des deux phases** et **éliminer la phase aqueuse**.
- Traiter la phase organique dans l'ampoule avec 20 mL de solution **d'hydrogénocarbonate de sodium** à 5%, jusqu'à ce qu'il n'y ait **plus de dégagement gazeux (ceci permet de transformé l'acide acétique en ions acétate et en dioxyde de carbone)**. Procéder avec précaution, le dégagement gazeux peut être important.
- Agiter, **dégazer souvent** et décanter, **Garder la phase organique**.
- Toujours dans l'ampoule, laver la phase organique avec 20 mL d'eau**, éliminer la phase aqueuse.
- Récupérer la phase organique dans un bêcher. Ajouter un peu de chlorure de calcium anhydre puis filtrer (cette étape permet d'éliminer les dernière trace d'eau).
- Conserver la phase organique (acétate de linalyle) dans un flacon bouché pour réaliser la chromatographie dans le TP suivant.



II Exploitation :

1) Généralités :

Les esters sont responsables du goût et de l'odeur agréable de nombreux fruits et fleurs, et de parfums artificiels. Les parfums naturels et les senteurs doivent leur délicatesse à des mélanges complexes, souvent plus de cent substances. Les parfums artificiels peu coûteux sont souvent constitués d'un seul composé ou d'un mélange très simple. Ainsi l'éthanoate de 3-méthylbutyle est utilisé en solution alcoolique comme arôme de banane dans certaines eaux minérales et sirops.

L'acétate d'isoamyle ou l'éthanoate de 3-méthylbutyle fait partie de la catégorie chimique des esters ; il existe d'autres esters utilisés comme arômes alimentaires (voir les esters dans les apports théoriques : arômes alimentaires).

2) Ecriture 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 :



3) Questions :

- Schématiser** le montage à reflux.
- Indiquer le **rôle** du chauffage.
- Indiquer le **rôle** de la pierre ponce.
- Faire une phrase, qui explique le **rôle** d'un chauffage à reflux.
- Donner une **définition** du mot « synthèse » en utilisant les mots : « réactifs », « produits », « transformation chimique ».
- Pourquoi le **réfrigérant** doit-il rester **ouvert** à son extrémité supérieure ?
- Pour quelle raison précise t-on que la **verrerie** doit-êtr**e bien sèche** lors de la synthèse ?
- Que signifie le terme **hydrolyse** ?
- Pour la première décantation :**
Dessiner l'ampoule à décanter et y placer la phase aqueuse et la phase organique.
Indiquer dans quelle phase se trouve l'acétate de linalyle lors de la décantation.
De quel(s) renseignement(s) avez-vous besoin pour répondre à cette question ?
- Quelle est la **nature du gaz** qui se dégage lors du lavage avec la solution d'hydrogénocarbonate de sodium ?
Quel est l'intérêt de ce lavage ?

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