

SYNTHESE ET IDENTIFICATION D'UN AROME DE LAVANDE

Objectifs: réaliser la synthèse d'un arôme de lavande, l'extraire du mélange réactionnel et l'identifier.

I SYNTHESE DE L'ACETATE DE LINALYLE

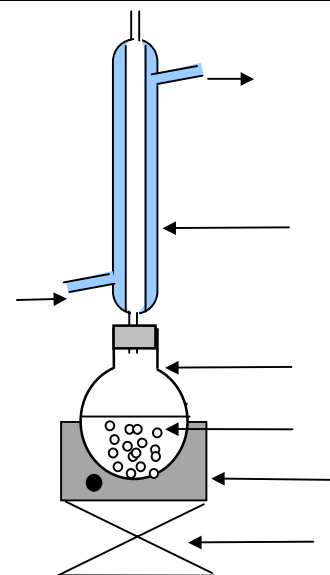
• **L'acétate de linalyle** est un **arôme** qui entre dans la composition de l'huile essentielle de lavande. Sa synthèse se fait dans un **montage à reflux** (voir ci-contre).

- La réaction de synthèse met en jeu deux espèces chimiques **pures** (sans eau) issues de l'industrie:
 - le linalol
 - l'anhydride acétique.

Ces espèces sont **corrosives et irritantes !!** (Voir les pictogrammes).

• **Protocole:** dans un ballon, on introduit 10 mL d'anhydride acétique, 5 mL de linalol et quelques grains de pierre ponce. Le ballon est surmonté d'un réfrigérant vertical alimenté en eau. Chauffer pendant 30 min environ à ébullition douce.

- 1) Copier **soigneusement** à la règle le schéma du montage à reflux ci-contre puis légénder-le.
- 2) La réaction est lente à température ambiante. Pourquoi chauffe-t-on alors le mélange ?
- 3) Qu'observe-t-on dans le ballon et dans le réfrigérant vertical lors de l'expérience ?
- 4) Quel est le rôle du réfrigérant ? Que se passerait-il s'il n'y avait pas de réfrigérant ?
- 5) Pourquoi le réfrigérant doit-il rester ouvert à son extrémité supérieure ? Que se passerait-il sinon ?
- 6) Quel est le rôle des grains de pierre ponce ?
- 7) Quels sont les réactifs (espèces chimiques qui réagissent) de la réaction de synthèse ?
- 7) Au cours de la réaction il se forme de **l'acétate de linalyle** et **l'acide acétique**. Que représentent ces espèces chimiques ? Ecrire **l'équation de la réaction** de la synthèse avec les noms des réactifs et des produits.



II EXTRACTION DE L'ACETATE DE LINALYLE DU MELANGE REACTIONNEL

• **Protocole:** stopper le chauffage et laisser refroidir le mélange à l'air. Ajoute 20 mL d'eau distillée et verser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter. L'ajout d'eau élimine les traces d'anhydride acétique restantes dans le mélange.

	Linanol	Anhydride acétique	Acétate de linalyle	Acide acétique	Eau
densité	0,87	1,08	0,89	1,05	1,00
solubilité dans l'eau	Faible		Très faible	Grande	

Faire un schéma de l'ampoule à décanter en indiquant:

- le nom des deux phases apparues
- les espèces chimiques contenues dans les deux phases.

• **Protocole:** on évacue la phase aqueuse. **La phase organique** restante peut contenir des traces d'acide acétique qu'il faut éliminer. On ajoute alors 20 mL d'une solution d'hydrogénocarbonate de sodium. Il se produit un dégagement gazeux de dioxyde de carbone pendant plusieurs minutes et il se forme de l'acétate de sodium soluble dans l'eau. On évacue la phase aqueuse: la phase organique restante est alors "lavée" : elle ne contient plus d'acide acétique.

III IDENTIFICATION DE L'ACETATE DE LINALYLE

• **Protocole:** préparer la plaque à chromatographie CCM comme l'indique le schéma ci-contre:

- L: Linalol pur.
- H: Huile essentielle de lavande (issue du TP n°2)
- S: produit de la Synthèse précédent.
- AL: Acétate de Linalyle pur

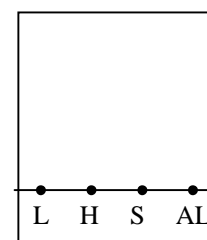
• Mesurer 5 mL de l'éluant (50 % éther + 50 % cyclohexane) dans l'éprouvette graduée sous la hôte et placer les dans le béc. Plonger la plaque CCM dans l'éluant et couvrir.

• Retirer la plaque lorsque l'éluant arrive à 0,5 cm du haut environ.

• Repérer rapidement, au crayon, la ligne de front du solvant: le solvant est très volatil, il s'évapore rapidement !!

• Poser le chromatogramme et le laisser sécher quelques minutes.

• Révéler le chromatogramme avec le permanganate de potassium. Laisser sécher. Reproduire sur votre cahier la plaque CCM (ou la coller), le chromatogramme obtenu et noter les significations des lettres L, H, S et AL.



- 1) Combien de tâches apparaissent dans la chromatographie de S ? Identifier les deux tâches en justifiant votre réponse.
- 2) Combien de tâches apparaissent dans la chromatographie de H ? Quelles sont les espèces chimiques de H que l'on peut identifier ?
- 3) L'acétate de linalyle du produit de synthèse S et celui de l'huile essentielle de lavande H correspondent-ils à la même espèce chimique ? Pourquoi ?
- 4) Calculer le rapport frontal de l'acétate de linalyle et du linalol.

SYNTHÈSE D'UN AROME DE LAVANDE

• Matériel élève:

- montage à reflux complet
- ampoule à décanter
- dispositif de filtrage (facultatif)
- pierre ponce
- éprouvette graduée 20 mL
- mini tubes + bouchons.
- capillaires
- pince en fer + KMnO_4 ($0,02 \text{ mol.L}^{-1}$) + boîte de Pétri pour révélation.
- flacon de NaHCO_3 à 5%
- flacon de MCl_2 anhydre (facultatif).

• Matériel prof (pour 1/2 groupe):

- 9 tubes avec 2,5 mL de linalol (sous hôte)
 - 9 tubes avec 5 mL d'anhydride d'acide (sous hôte)
 - Eluant dichlorométhane (sous hôte) + verre à pied pour verser + petit entonnoir en verre pour verser dans éprouvette graduée.
 - 9 plaques CCM (4 cm x 5 cm)
 - Essence de lavande TP n°2 + capillaires.
 - Flacon récupération produits chlorés.
 - Flacon de linalol + capillaires.
-
- Les ballons sont changés entre les deux groupes, les réfrigérants non.
 - récupérer l'éluant dans un bac de récupération.
 - prix du linalol: 1000 F le litre !!.