Synthèse de l'acétate de linalyle

1. Questions préliminaires

a. Quels sont les réactifs utilisés pour la synthèse de l'acétate de linalyle ?

b. Ecrire l'équation de cette réaction et montrer qu'il se forme également de l'eau (aide : appliquer la loi de conservation de Lavoisier).

c. Le mélange de produits obtenu à la fin de la synthèse sera-t-il homogène ou hétérogène ? (voir document 1)

2. Synthèse de l'acétate de linalyle

La synthèse est réalisée avec un montage à reflux (voir doc.2 en annexe). Les réactifs sont placés dans le ballon et l'ensemble est chauffé de manière à accélérer la transformation. Vous allez suivre le protocole ci-dessous pour réaliser la synthèse. ATTENTION : vous serez évalués en continu sur la précision de vos manipulations et le respect des consignes de sécurité.

Protocole

— Prélever avec précision 5mL de linalol à partir du matériel présent sur votre paillasse et l'introduire dans le ballon

— Emporter le ballon sous la hotte et y introduire environ 10mL d'acide acétique ; fermer le ballon avec un bouchon avant de le sortir de la hotte puis le ramener sur votre paillasse

— Introduire quelques grains de pierre ponce dans le ballon puis appeler le professeur avant de le relier au réfrigérant

— Commencer le chauffage (thermostat au max) et noter l'heure au moment où commence l'ébullition

— Prolonger l'ébullition pendant 10min puis arrêter le chauffage (arrêter puis abaisser le chauffe-ballon)

a. Que se passe-t-il dans le réfrigérant lorsque le mélange réactionnel est en ébullition ? Quel est l'intérêt du montage à reflux ?

b. Quelles espèces chimiques le ballon contient-il à la fin de la synthèse ? (la transformation sera supposée totale)

3. Séparation des produits

Le mélange contenu dans le ballon en fin de synthèse contient l'acétate de linalyle mélangé avec de l'eau et l'acide acétique restant (car introduit en excès). Pour séparer notre produit des autres constituants, vous allez utiliser une ampoule à décanter (voir doc. 3) et suivre le protocole ci-dessous avec la même rigueur/concentration que précédemment.

Protocole

— Ajouter environ 30mL d'eau salée dans le ballon par l'intermédiaire du réfrigérant

— S'assurer que le ballon n'est plus chaud puis appeler le professeur pour qu'il le sépare du réfrigérant

— Introduire le contenu du ballon dans l'ampoule à décanter et observer son contenu (un schéma sera demandé par la suite où vous devrez préciser les positions des phases organique et aqueuse)

— Suivre le mode d'utilisation de l'ampoule à décanter (document 3) de manière à isoler l'acétate de linalyle dans un becher

a. Faire un schéma de l'ampoule à décanter en précisant le contenu de chaque phase.

b. Pourquoi l'acétate de linalyle se trouve-t-il dans la phase supérieure ?

4. Purification de l'acétate de linalyle

Malgré la séparation précédente, l'acétate de linalyle isolé dans le becher contient encore des traces d'acide acétique (odeur de vinaigre). Pour le purifier vous allez suivre le protocole ci-dessous.

Protocole

— Introduire environ 20mL d'hydrogénocarbonate de sodium dans le becher contenant l'acétate de linalyle, agiter et attendre la fin du dégagement gazeux (dioxyde de carbone)

— Introduire le contenu du becher dans l'ampoule à décanter et suivre le mode d'utilisation de l'ampoule à décanter de manière à isoler l'acétate de linalyle dans un becher

— S'assurer que l'acétate de linalyle est purifié grâce à votre odorat et le conserver pour le TP suivant

Question

Ecrire l'équation de la réaction ayant lieu lors de l'ajout de l'hydrogénocarbonate de sodium ($Na^+ + HCO_3^-$) sachant que l'acide acétique se transforme en ions acétate ($C_2H_3O_2^-$) et que l'hydrogénocarbonate de sodium se transforme en dioxyde de carbone.