

TP : SYNTHÈSE D'UN ESTER

OBJECTIF:

Synthétiser une molécule ayant l'odeur caractéristique de lavande, l'**acétate de linalyle**, à partir de matières premières chimiques. Exploiter cette synthèse.

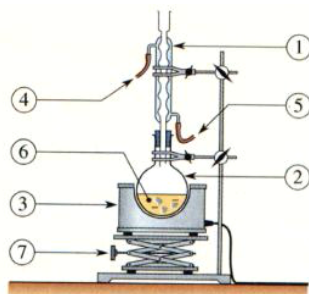
DONNEES:

Données physiques :

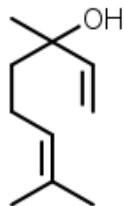
	Linalol	Anhydride éthanóïque	Acétate de linalyle	Acide acétique
Densité	0,87	1,08	0,89	1,18
Température d'ébullition (1 bar)	199 °C	139,5 °C	220 °C	85 °C
Solubilité dans l'eau	Assez faible	Très soluble	Très faible	Très soluble

Montage de chauffage à reflux :

- 1 : Réfrigérant à boules
- 2 : Ballon
- 3 : Chauffe ballon
- 4 : sortie d'eau
- 5 : entrée d'eau
- 6 : Mélange réactionnel + pierre ponce
- 7 : support élévateur



La molécule de linalol :



Le **rendement** d'une synthèse organique est défini comme le rapport entre la quantité de matière de produit P effectivement obtenu après purification n_p et la quantité de matière n_{max} que l'on pourrait obtenir si la réaction était totale (en %) :

$$\rho = \frac{n_p}{n_{max}} \times 100$$

Pour un liquide : $n = \frac{\mu \times V}{M}$, μ étant la masse volumique ($\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$) ou la densité si le volume est exprimé en mL.

Equation bilan de la réaction:



PROTOCOLE :

1) Préparation de l'ester :

Dans un ballon de 250 mL bien sec, introduire sous la hotte 2,5 mL de linalol, puis ajouter 5 mL d'anhydride acétique mesurés à l'éprouvette bien sèche. Ajouter également 3 grains de pierre ponce. Agiter quelques instants doucement.

Insérer le ballon dans le montage à reflux (veiller à la circulation d'eau du bas vers le haut). Chauffer à reflux pendant 30 minutes environ. Pendant la synthèse, préparez dans un bécher une solution d'*hydrogénocarbonate de sodium* par dissolution de 2g de solide dans 20mL d'eau sans oublier de répondre aux questions...

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

Préparer 25 mL d'eau froide dans un bécher de 100 mL. Arrêter le chauffage. Laisser refroidir le ballon à l'air libre quelques minutes. 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 du produit:

Verser le contenu du ballon dans l'ampoule à décanter. Attention à ne pas y mettre la pierre ponce. Agiter en dégazant régulièrement et laisser décanter quelques minutes. A l'aide du tableau de données, repérer la nature des deux phases et éliminer la phase aqueuse. Traiter la phase organique en versant délicatement 20 mL de la solution d'hydrogénocarbonate de sodium, jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement gazeux (ceci permet de transformer 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, recueillir la phase organique dans un bécher. Laver la phase organique avec 20 mL d'eau, éliminer la phase aqueuse. Récupérer la phase organique dans un flacon. Ajouter un peu de *chlorure de calcium anhydre* afin d'éliminer les traces d'eau restante puis filtrer.

Mesurez et notez le volume d'ester synthétisée puis conservez la phase organique (l'acétate de linalyle) dans un flacon bouché pour réaliser la chromatographie dans le TP suivant.

QUESTIONS :

- 1) La molécule de linalol présente-t-elle une diastéréoisomérisation Z/E ? Expliquez pourquoi.
- 2) Montrez avec un astérisque le carbone asymétrique de cette molécule.
- 3) En écrivant les substituants avec leur formule brute, représentez les deux énantiomères en représentation de Cram.
- 4) A quelle classe fonctionnelle appartient le produit synthétisé ?
- 5) Quel type de transformation a-t-on réalisé (substitution, élimination, addition) * ?
- 6) Précisez l'intérêt d'utiliser le dispositif de chauffage à reflux.
- 7) Quel est le rôle de la pierre ponce ?
- 8) Quel est le rôle de la solution d'hydrogénocarbonate de sodium ? et le chlorure de calcium ?
- 9) A l'aide des données et du protocole, déterminez le réactif limitant.
- 10) A l'aide des données et du volume de produit mesuré, déterminez le rendement de votre synthèse.

*Cherchez la réponse dans le livre.