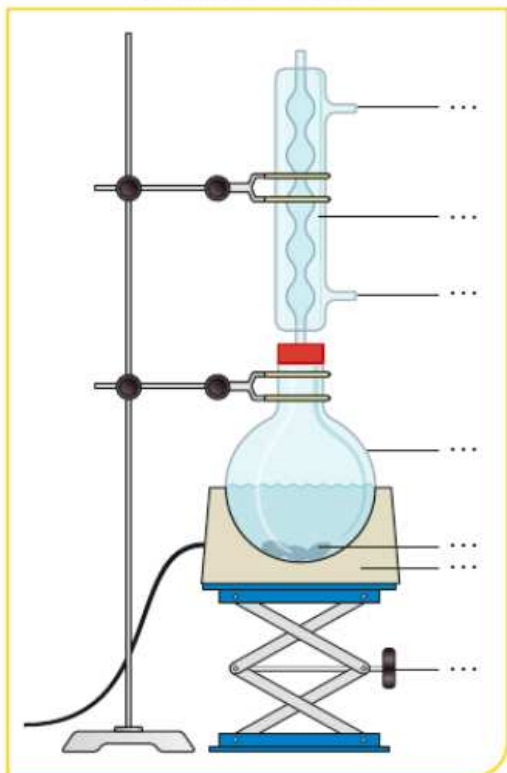


• **Objectif :**

Depuis le début du XIX^e siècle, la chimie permet de synthétiser des molécules odorantes. C'est le cas de l'acétate de linalyle, substance odorante de la lavande.

Comment synthétiser l'acétate de linalyle au laboratoire ?

Doc. 1 Montage du chauffage à reflux à annoter



Protocole : Acétate de linalyle

1 Transformation chimique

- 1.1 Préparer le montage de chauffage à reflux (doc. 1). Faire circuler l'eau dans le réfrigérant avec un débit modéré.
- 1.2 Sous la hotte, dans un ballon sec, introduire 5 mL de linalol puis 10 mL d'anhydride acétique à l'aide d'une éprouvette graduée.
- 1.3 Boucher le ballon et aller à votre paillasse. Déboucher et insérer le ballon dans le montage. Élever le dispositif de chauffage à hauteur du ballon. Porter à ébullition douce pendant 20 minutes.
- 1.4 Abaisser le dispositif de chauffage et laisser refroidir le mélange réactionnel.
- 1.5 Verser 50 mL d'eau froide par le haut du réfrigérant.

2 Extraction

- 2.1 Verser le mélange dans une ampoule à décanter puis éliminer la phase aqueuse après décantation.
- 2.2 Laver la phase restante avec 20 mL de solution aqueuse basique d'hydrogénocarbonate de sodium. Dégazer. [Fiche 3 p. 318](#)
- 2.3 Éliminer la phase aqueuse et laver la phase restante avec 20 mL d'eau distillée.
- 2.4 Éliminer la phase aqueuse et recueillir la phase organique dans un erlenmeyer sec et ajouter environ 5 g de sulfate de magnésium anhydre. Agiter à l'aide d'une baguette de verre.
- 2.5 Filtrer le mélange et récupérer le liquide dans un erlenmeyer à étiqueter et boucher. Le conserver pour l'activité 3.

Doc. 2 Données sur les substances chimiques à pression atmosphérique normale

	Linalol C ₁₀ H ₁₈ O	Anhydride acétique C ₄ H ₆ O ₃	Acétate de linalyle C ₁₂ H ₂₀ O ₂	Acide acétique C ₂ H ₄ O ₂
θ _{ébullition} (°C)	196	140	220	118
Solubilité / eau à θ _{ambiante}	Assez faible	Très grande	Très faible	Très grande
Masse volumique (g · mL ⁻¹)	0,87	1,08	0,89	1,05
Pictogrammes de sécurité				

Mise en œuvre

- S'approprier
- Réaliser

Conclusion

De l'activité au cours

- Analyser, valider

- 1 Rappeler la signification des pictogrammes du doc. 2. Préciser les précautions à prendre pour mettre en œuvre le protocole.
- 2 Mettre en œuvre le protocole. Durant la phase d'attente de l'étape 1.3, refaire le schéma du doc. 1 [Fiche 9 p. 324](#) et l'annoter.
- 3 Présenter les principales étapes de la synthèse de l'acétate de linalyle.
- 4 Lister les intérêts du chauffage et du reflux dans le montage.

3

Extraction liquide-liquide

Principe

L'extraction liquide-liquide consiste à faire passer une espèce chimique qui se trouve dans un solvant donné, dans un autre solvant où elle est beaucoup plus soluble.

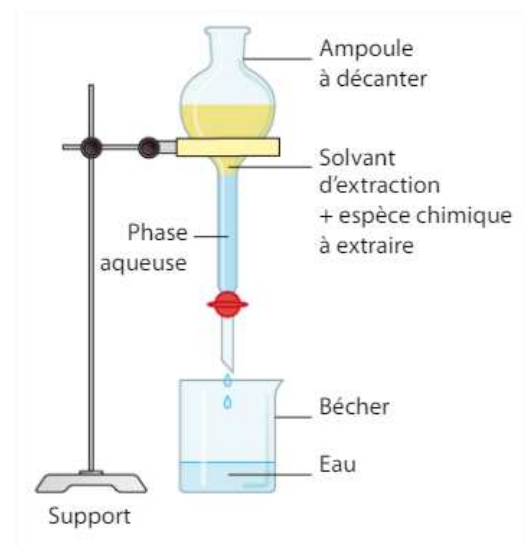
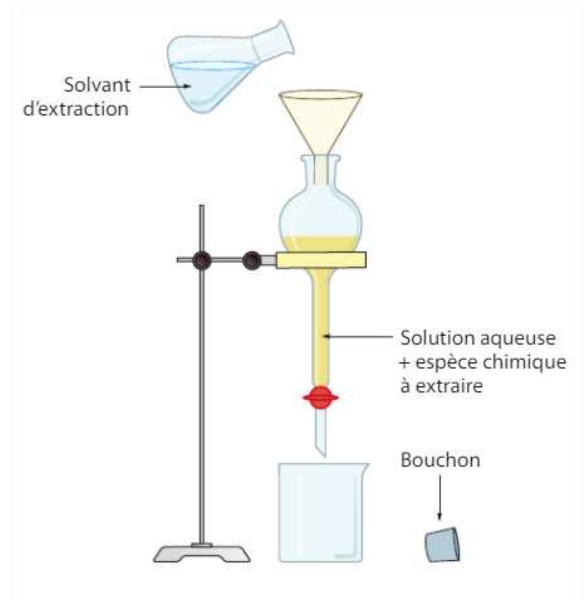
Le solvant d'extraction ne doit pas être miscible au solvant initial.

L'extraction doit être réalisée dans une ampoule à décanter.

Les étapes :

- 1 Vérifier** que le robinet de l'ampoule est fermé et **placer** un bécher sous l'ampoule à décanter.
- À l'aide d'un entonnoir, **introduire le mélange** contenant l'espèce chimique à extraire dans l'ampoule à décanter et introduire le volume demandé du solvant d'extraction.
- Boucher l'ampoule**, l'enlever de son support, la retourner en maintenant fermement le bouchon. La paume d'une main maintient le bouchon et l'autre main tient le robinet.
- Agiter l'ampoule** pour favoriser le contact entre les deux liquides.
- Dégazer en ouvrant le robinet** de manière à éviter toute surpression dans l'ampoule.
- Fermer le robinet** et agiter une nouvelle fois puis dégazer de nouveau.
- Replacer l'ampoule** sur son support, retirer le bouchon et laisser décanter le temps que les deux phases se séparent.
- Ouvrir le robinet** et récupérer la phase inférieure dans le bécher. Fermer le robinet quand l'interface arrive à son niveau.
- Utiliser un deuxième bécher** pour récupérer la seconde phase.

Remarque La phase aqueuse est en général plus dense que la phase organique et c'est donc elle que l'on récupère dans le bécher.



Principe

Un montage de chauffage à reflux est employé pour chauffer un milieu réactionnel afin d'accélérer la transformation chimique qui s'y déroule. La durée de la synthèse est ainsi réduite. Le chauffage permet également d'accroître la solubilité des réactifs dans le solvant. Cette technique expérimentale permet d'assurer le bon déroulement de la synthèse chimique sans perte de réactifs ni de produits. Le milieu réactionnel est porté à ébullition. Les vapeurs montent dans un réfrigérant à boules dont les parois sont refroidies par une circulation d'eau froide. Au contact avec les parois du réfrigérant, les vapeurs sont condensées et retombent goutte-à-goutte dans le milieu réactionnel : c'est le reflux.

1 Réaliser le montage

► Fixer le ballon à la barre de montage à l'aide d'une pince plate au niveau du col. Il doit être placé suffisamment haut pour ne pas qu'il touche le système de chauffage.

► Introduire les réactifs et le solvant dans le ballon.

Remarque L'agitation est assurée par l'ajout d'un barreau aimanté ou de quelques grains de pierre ponce au milieu réactionnel afin d'homogénéiser le mélange, et de réguler l'ébullition.

► Placer le réfrigérant bien vertical sur le ballon (en graissant si nécessaire) et l'attacher à l'aide d'une pince à trois doigts à la barre de montage.

► Placer un agitateur magnétique chauffant (ou chauffe-ballon) sur le support élévateur et le monter de façon à ce que le ballon soit au contact du système de chauffage.

Remarque Le support élévateur permet d'éloigner rapidement le système de chauffage du ballon dans le cas où la transformation chimique s'emballe.

► Vérifier que le montage est bien vertical.

2 Alimenter le réfrigérant en eau froide avec un faible débit d'eau. L'arrivée d'eau se fait par le bas et la sortie d'eau par le haut du réfrigérant.

3 Brancher et allumer le dispositif de chauffage. Le mélange est porté à ébullition. Le reflux démarre lorsque la température d'ébullition du solvant est atteinte et que les premières gouttes de vapeur condensées retombent dans le ballon.

Attention Les gants ne doivent pas être portés en manipulant le dispositif de chauffage.

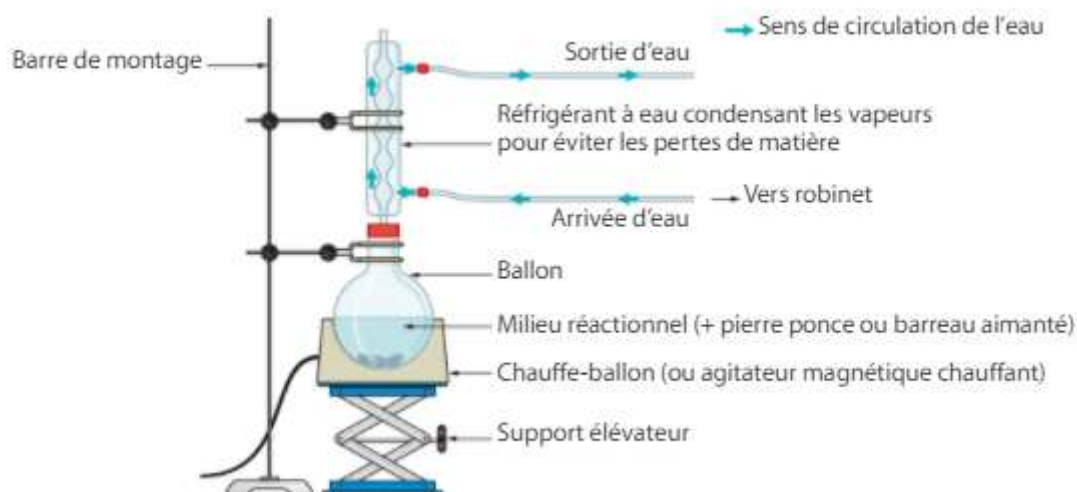
► Le reflux ne commence pas quand le système de chauffage est mis en marche.

► Les vapeurs produites ne doivent pas dépasser le tiers du réfrigérant.

► Ne jamais boucher le réfrigérant pour éviter les surpressions dans le montage.

4 À la fin de la synthèse, éteindre le chauffage et abaisser le support élévateur. Laisser circuler l'eau jusqu'à ce que le milieu réactionnel ait suffisamment refroidi. En effet, le ballon doit être à température ambiante pour pouvoir être manipulé en toute sécurité.

Remarque À la fin de la transformation chimique, le ballon contient le(s) produit(s) de la transformation chimique, le(s) réactif(s) en excès, le solvant ainsi que des éventuelles impuretés formées au cours du processus de synthèse. Il s'ensuit souvent des étapes d'isolement (filtration, extraction) et de purification afin de récupérer le(s) produit(s) d'intérêt.



1

Les consignes de sécurité

La manipulation de produits chimiques peut être dangereuse. Les fabricants de produits chimiques doivent suivre une réglementation stricte pour informer les utilisateurs des risques et des mesures de prévention.

Nouveaux pictogrammes



Explosif



Inflammable



Comburant



Gaz sous pression



Corrosif



Toxicité aiguë pour l'organisme



Dangereux pour la santé



Toxicité spécifique sur la santé: cancérogène, mutagène, reprotoxique



Dangereux pour l'environnement

Pictogrammes de précautions à prendre pour manipuler en chimie



Mettre une blouse



Utiliser des lunettes



Utiliser des gants



Utiliser la hotte aspirante



obligatoire



en fonction de la dangerosité des produits

Chaque pictogramme est accompagné de codes précisant les **mentions de danger** (dangers physiques, pour la santé ou pour l'environnement) et les **conseils de prudence** (prévention, intervention, stockage et élimination).

Mentions de danger	
Dangers physiques	
H224	Liquide et vapeurs extrêmement inflammables.
H225	Liquide et vapeurs très inflammables.
H226	Liquide et vapeurs inflammables.
H260	Dégage au contact de l'eau des gaz inflammables qui peuvent s'enflammer spontanément.
H272	Peut aggraver un incendie; comburant.
H290	Peut être corrosif pour les métaux.
Dangers pour la santé	
H300	Mortel en cas d'ingestion.
H301	Toxique en cas d'ingestion.
H302	Nocif en cas d'ingestion.
H304	Peut être mortel en cas d'ingestion et de pénétration dans les voies respiratoires.
H310	Mortel par contact cutané.
H314	Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves.
H315/317	Provoque une irritation / une allergie cutanée.
H318	Provoque des lésions oculaires graves.
H319	Provoque une sévère irritation des yeux.
H330/331/332	Mortel / Toxique / Nocif par inhalation.
H334	Peut provoquer des symptômes allergiques ou d'asthme ou des difficultés respiratoires par inhalation.
H335	Peut irriter les voies respiratoires.
H336	Peut provoquer somnolence ou vertiges.
H351	Susceptible de provoquer le cancer.
H361d	Susceptible de nuire au fœtus.
H373	Risque présumé d'effets graves pour les organes à la suite d'expositions répétées ou d'une exposition prolongée.
Dangers pour l'environnement	
H400	Très toxique pour les organismes aquatiques.
H410/411	Très toxique / Toxique pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme.
Informations additionnelles: propriétés physiques, environnementales et sanitaires	
EUH014	Réagit violemment au contact de l'eau.
EUH019	Peut former des peroxydes explosifs.

Conseils de prudence	
Prévention	
P210	Tenir à l'écart de la chaleur / des étincelles / des flammes nues / des surfaces
P220	Tenir / stocker à l'écart des vêtements / matières combustibles.
P223	Éviter tout contact avec l'eau, à cause du risque de réaction violente et d'inflammation spontanée.
P261	Éviter de respirer les poussières / fumées / gaz / brouillards / vapeurs / aérosols.
P264	Se laver les mains soigneusement après manipulation.
P273	Éviter le rejet dans l'environnement.
P280	Porter des gants de protection / des vêtements de protection / un équipement de protection des yeux / du visage.
P284	Porter un équipement de protection respiratoire.
Intervention	
P310	Appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin.
P331	NE PAS faire vomir.
P302 + P350	EN CAS DE CONTACT AVEC LA PEAU laver avec précaution et abondamment à l'eau et au savon.
P301 + P310	EN CAS D'INGESTION appeler immédiatement un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin.
P305 + P351 + P338	EN CAS DE CONTACT AVEC LES YEUX rincer avec précaution à l'eau pendant plusieurs minutes. Enlever les lentilles de contact si la victime en porte et si elles peuvent être facilement enlevées. Continuer à rincer.
P342 + P311	En cas de symptômes respiratoires: appeler un CENTRE ANTIPOISON ou un médecin.
P370 + P378	En cas d'incendie, utiliser du sable pour l'extinction.
P301 + P330 + P331	EN CAS D'INGESTION rincer la bouche. NE PAS faire vomir.
Élimination	
P501	Éliminer le contenu / le conteneur dans une installation d'élimination des déchets agréée.