

**Fiche n°3 : ÉNONCÉ DESTINÉ AU CANDIDAT**

**Ce sujet est accompagné d'une feuille de réponses sur laquelle vous devez consigner vos résultats.**

**But de la manipulation :**

- Réaliser un montage à reflux.
- L'utiliser pour mettre en œuvre, pendant quelques minutes, la synthèse de l'acétate de linalyle.
- Réaliser la chromatographie sur couche mince de la préparation qui a été obtenue dans les mêmes conditions expérimentales. Parmi ses constituants, identifier l'acétate de linalyle.
- Tester 2 méthodes de révélation de la plaque de CCM.

**Travail à effectuer :**

**Le port d'une blouse correctement attachée est obligatoire au laboratoire de chimie**

**1. Mise en œuvre de la synthèse de l'acétate de linalyle**

1.1. Choisir la verrerie pour réaliser un montage à reflux.

**Appeler le professeur pour vérifier le choix (appel 1).**

Réaliser le montage à reflux.

1.2. Après avoir mis des lunettes, introduire dans le ballon :

- 5 mL de linalol pur
- 10 mL d'anhydride acétique (sous la hotte)
- quelques grains de pierre ponce

1.3. Mettre en route le chauffage à reflux.

**Appeler le professeur pour lui montrer le reflux en cours (appel 2).**

1. 4. Arrêter le chauffage.

**2. Réalisation de la chromatographie (sous la hotte)**

On a placé une préparation obtenue dans les mêmes conditions expérimentales en solution dans du dichlorométhane : c'est la solution S<sub>3</sub>.

Les solutions de référence sont :

- le linalol dilué dans du dichlorométhane : solution S<sub>1</sub>
- l'acétate de linalyle dilué dans du dichlorométhane : solution S<sub>2</sub>.

Préparer la plaque pour la chromatographie, sans y déposer les échantillons.

La cuve à élution contient déjà l'éluant nécessaire.

**Appeler le professeur pour qu'il assiste au dépôt des échantillons et à la mise en place de la plaque dans la cuve à élution (appel 3).**

**Pendant la durée de l'élution commencer à répondre aux questions 1.1 et 1.2 de la feuille de réponses.**

**3. Révélation du chromatogramme**

3.1. Déposer la plaque sous la lampe UV. Observer.

3.2. Enfiler des gants.

Révéler le chromatogramme en plongeant brièvement et à plat, la plaque (gel de silice vers le bas), dans le cristalliseur contenant la solution de permanganate de potassium. Cette solution permet de mettre en évidence des espèces qui peuvent subir une oxydation.

Sécher la plaque à l'aide d'un sèche-cheveux.

**Finir de répondre aux questions 3.1. à 3.5. de la feuille de réponses.**

**Défaire le montage et ranger le matériel sur la paillasse.**

**Le candidat doit restituer ce document avant de sortir de la salle d'examen.**