

TP. Contrôle de l'hydrolyse d'un ester : synthèse d'un savon par saponification et propriétés des savons dans l'eau

PREMIERE PARTIE : SYNTHÈSE D'UN SAVON

1. Objectif

- Réaliser au laboratoire la synthèse d'un savon.
- Montrer l'influence d'un réactif sur le rendement de la transformation.

2. Présentation de la démarche

✓ Le savon se fabrique à partir de corps gras qui sont des triesters du propan-1,2,3-triol et d'acides à longues chaînes carbonées non ramifiées comportant un nombre pair d'atomes de carbone, appelés "acides gras". La saponification est l'action d'une solution concentrée de base (hydroxyde de sodium ou de potassium) sur un ester. L'action de la soude sur le triester conduit à un carboxylate de sodium constituant le savon proprement dit et à du propan-1,2,3-triol ou glycérol.

✓ La saponification s'apparente à l'hydrolyse d'un ester : c'est une *hydrolyse basique*. Elle se fait plus rapidement que la réaction d'hydrolyse. Pour montrer l'influence d'un réactif sur le rendement de la transformation, en l'occurrence la meilleure réactivité des ions hydroxyde par rapport à l'eau, on réalisera au bureau, le même protocole opératoire mais en remplaçant la solution de soude par de l'eau. Les résultats des deux transformations sont comparés.

3. Mode opératoire

3.1 Synthèse du savon

Porter des lunettes (solution de soude 4,0 mol.L⁻¹)

- Peser 15 g d'huile dans le ballon et ajouter 15 mL de solution alcoolique de soude à 4,0 mol.L⁻¹.
- Ajouter quelques grains de pierre ponce.
- Chauffer à reflux pendant 30 minutes.
- Verser avec précaution le mélange encore chaud dans un becher contenant 100 mL d'eau salée froide de concentration massique 200 g.L⁻¹. Cette opération s'appelle le *relargage*.
- Écraser les grumeaux de savon formés et bien agiter (éventuellement avec un agitateur magnétique).
- Filtrer à l'aide d'un filtre Büchner de grand diamètre (la filtration est difficile et les pores du papier se bouchent facilement). Mesurer le pH du filtrat. Conserver le filtrat.
- Reverser le savon dans 100 mL d'eau salée froide (opération de lavage), en perdant un minimum de produit.
- Mesurer à nouveau le pH du filtrat.
- Laver à l'eau glacée le savon dans le filtre Büchner.
- Mesurer le pH. Il doit être compris entre 9 et 10.
- Laisser sécher le savon.

Si l'on veut calculer le rendement de la saponification, il est nécessaire de pouvoir bien sécher le savon. Pour cela, l'effriter, le remettre à l'étuve, puis l'écraser, le remettre à l'étuve jusqu'à masse constante.

3.2 Etude du filtrat

Préparer 4 tubes à essais :

		Observations (après ajout du nitrate de cuivre)
Tube 1	1 mL d'eau + 1 goutte de glycérol	
Tube 2	1 mL de soude + 1 goutte de glycérol	
Tube 3	1 mL de soude	
Tube 4	1 mL de filtrat	

Dans chaque tube ajouter quelques gouttes d'une solution de nitrate de cuivre.
Conclure

4. Questions

1. Ecrire l'équation de la réaction de saponification en considérant que le triglycéride est un triester de l'acide oléique de formule brute $C_{18}H_{34}O_2$.
2. A l'examen des produits formés, l'estérification de l'alcool issu de cette réaction peut-elle avoir lieu ? Quelles en sont les conséquences sur l'évolution de la transformation ?
3. La solution de soude est une solution alcoolique ; quel rôle joue l'éthanol ?
4. Donner le nom et la formule du savon préparé. Si l'on admet que l'huile ne contient que le triester de l'acide oléique, quel est le réactif limitant ? Justifier ce choix ?
5. Quelles sont les espèces chimiques présentes dans le filtrat ?
6. Calculer la masse de savon attendue et le rendement de l'opération. Mettre les résultats en commun et comparer la réactivité de la solution de soude à celle de l'eau.
7. Que conclure quant au rôle des ions hydroxyde dans cette réaction d'hydrolyse en milieu basique par rapport aux molécules d'eau dans l'hydrolyse d'un ester ?

DEUXIEME PARTIE : ETUDE DE QUELQUES PROPRIETES DES SOLUTIONS SAVONNEUSES

1. Objectifs

- Montrer que la solubilité d'un savon dépend de la dureté de l'eau employée. Interpréter la solubilité des savons dans l'eau en termes de relations structure-propriétés.
- Étudier l'influence de la dureté de l'eau sur le pouvoir moussant et lavant des solutions savonneuses.

2. Protocole

2.1 Caractère basique d'une solution savonneuse

Mesurer le pH de la solution de savon à l'aide d'un papier pH.
Ecrire l'équation de la réaction des ions oléate sur l'eau.

2.2 Solubilité d'un savon dans différents milieux

Le mode opératoire est le même pour les expériences décrites ci-dessous, concernant la solubilité. Dans un tube à essai, verser 3 mL de la solution de savon, puis ajouter goutte à goutte environ 1 mL d'une solution S_i . Agiter. Observer. Répondre aux questions et conclure.

1. En milieu acide

Solution S_1 : acide chlorhydrique

Ecrire l'équation de la réaction. Justifier les observations. Conclure.

2. En milieu salin

Solution S_2 : solution salée.

Ecrire l'équation de la réaction.

Justifier les observations en faisant appel au déplacement d'équilibre.

Cette opération a été utilisée dans la synthèse du savon : à quel moment ? Donner son nom et son rôle.

Peut-on utiliser un savon pour effectuer un lavage dans de l'eau de mer ?

3. En présence d'une eau dure

La dureté totale d'une eau représente la teneur de cette eau (non traitée) en sels de calcium et de magnésium.

Solution S_3 : solution de chlorure de calcium saturée.

Solution S_4 : eau de Contrexéville®.

Solution S_5 : eau de Volvic®.

Ecrire l'équation de la réaction (avec la solution de chlorure de calcium).

Justifier les observations faites avec les eaux minérales en utilisant les informations de l'étiquette.

Peut-on utiliser un savon pour effectuer efficacement un lavage avec une eau dure ?

2.3 Pouvoir moussant d'un savon

Préparer les solutions suivantes dans des tubes à essai numérotés :

- tube n°1 : 5 mL d'eau savonneuse.

- tube n°2 : 3 mL d'eau de Volvic® et 2 mL d'eau savonneuse.

- tube n°3 : 3 mL d'eau de Contrexéville® et 2 mL d'eau savonneuse.

Comparer le pouvoir moussant dans chacun des cas. Conclure.

Quel inconvénient présente un rinçage effectué dans une eau douce ?

2.4 Pouvoir lavant d'un savon

- tube n°1 : 5 mL d'eau savonneuse.

- tube n°4 : 5 mL d'eau distillée.

Ajouter 5 gouttes d'huile dans chaque tube.

Comparer le pouvoir lavant. Conclure.

2.5 Comparaison entre un savon et un détergent

- tube n°3 : 3 mL d'eau de Contrexéville® et 2 mL d'eau savonneuse.

- tube n°5 : 3 mL d'eau de Contrexéville® et 2 mL d'eau contenant un peu de poudre détergente (lessive du commerce).

Ajouter 5 gouttes d'huile dans chaque tube.

Comparer le lavage avec un savon ou avec un détergent. Conclure.