

# Tp X 13 : LA SYNTHÈSE D'UN SAVON

Vous réaliserez la synthèse d'un savon à partir d'un corps gras, par exemple de l'huile d'olive, et d'une base forte : l'hydroxyde de sodium ou soude caustique. Pendant la synthèse, vous étudierez quelques propriétés de savons



Parmi les produits utilisés, la soude caustique est très corrosive pour la peau et dangereuse pour les yeux : suivez attentivement le protocole opératoire, manipulez avec précaution :

- le port de lunettes de protection est obligatoire pendant les phases de manipulation de cette substance ;
- en cas de contact avec la peau : rinçage immédiat à l'eau courante

## I°) LA RÉACTION DE SAPONIFICATION.

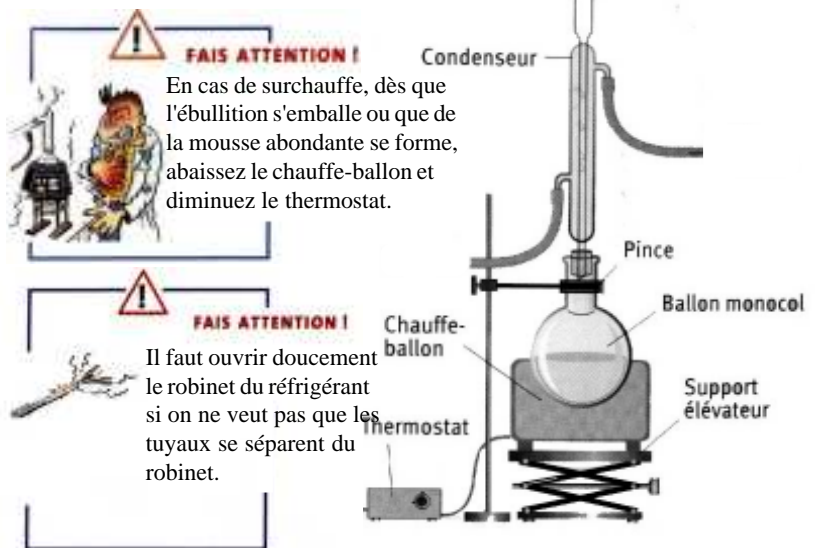
Elle est réalisée à l'aide d'un montage "à reflux".

- Prélevez à l'aide d'une éprouvette graduée: ①
- 9,0 mL d'huile d'olive;
  - 7,5 mL de solution alcoolique de soude à 4 mol/L\*.
- Verssz dans un ballon à fond rond  
Ajoutez 4 ou 5 billes de verre.



\* C'est un mélange de soude à 8 mol.L<sup>-1</sup> avec un volume équivalent d'éthanol.

- ② Placer le ballon dans le montage de chauffage à reflux. Mettez la circulation d'eau en route et chauffez à ébullition douce (on commence par une position au  $\frac{1}{3}$ ) pendant 20 à 30 min.



- ③ Au bout de 20 à 30 min, poser le ballon dans un cristallisateur rempli d'eau afin de refroidir le ballon.

1°) Pour mesurer un volume de produit chimique liquide est-il plus pertinent (quand on peut choisir) d'utiliser une pipette jaugée ou une éprouvette graduée ?

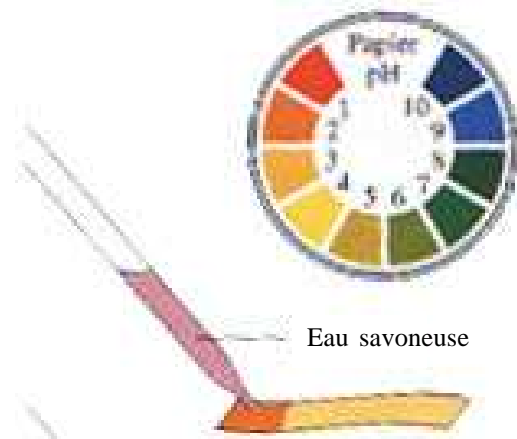
2°) Pourquoi faut-il chauffer le mélange réactionnel ? A quoi sert le chauffage à reflux ?

3°) A quoi sert le réfrigérant ? Dans quel sens circule l'eau ? Préciser sur le schéma.

## II°) QUELQUES PROPRIÉTÉS DES SOLUTIONS DE SAVONS.

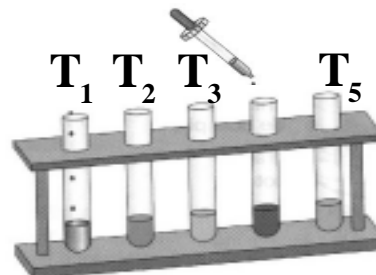
### Le caractère basique.

Mesurez le pH d'une solution savonneuse.



### La solubilité du savon & le pouvoir moussant.

Dans 5 tubes à essais, placez environ 3 mL de solution savonneuse.



Puis ajoutez respectivement:

- dans  $T_1$  1 mL de solution d'acide chlorhydrique;
- dans  $T_2$  1 mL de solution d'eau salée;
- dans  $T_3$  1 mL de solution de chlorure de calcium;
- dans  $T_4$  1 mL d'eau de Volvic;
- dans  $T_5$  1 mL d'eau de Contrexéville.

La dureté d'une eau représente sa teneur en sels de calcium et de magnésium.

4°) Quel est le pH d'une solution savonneuse ?

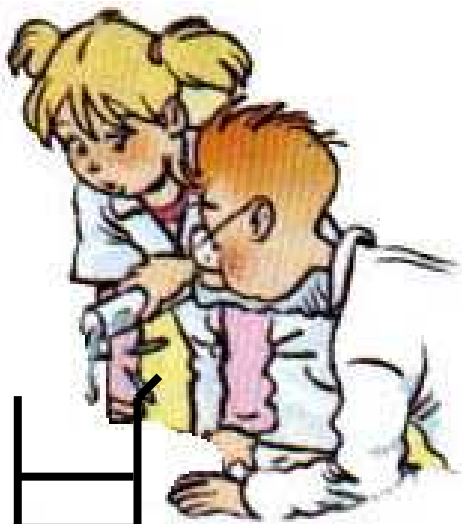
5°) Concluez sur la possibilité d'effectuer un lavage efficace avec une eau acide, salée ou dure.

6°) L'eau du robinet de Mulhouse est -elle dure ?

7°) Le savon sera-t-il plus efficace dans l'eau douce ou dans l'eau salée ? Quel inconvénient présente un lavage à l'eau douce ?

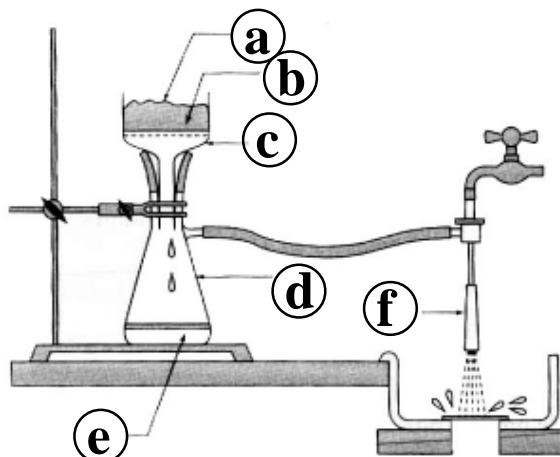
### III°) LA SÉPARATION DU SAVON FORMÉ.

4) Versez le contenu du ballon dans un bécher contenant 125 mL d'eau salée saturée. L'opération est le relargage.



Agitez avec une tige en verre ; qu'observe-t-on ?

5) Filtré sur entonnoir de Büchner, vous pouvez mesurer le pH du filtrat.



6) Placez le savon dans une solution d'eau salée : cette opération est le lavage

8) Placez le savon dans un moule et laissez sécher.

7) Filtré sur entonnoir de Büchner et lavez à l'eau froide : vous pouvez mesurer le pH du filtrat.

8°) Faire vos observations.

9°) Dans la phase de relargage, pourquoi utilise-t-on de l'eau salée, et non de l'eau douce ?

10°) Légendez le schéma de l'ensemble de filtration sous vide représenté sur le schéma.

11°) Décrivez l'opération de filtration sur Büchner. Pourquoi filtrer sous vide le produit solide obtenu ?

### IV°) A PROPOS DE LA REACTION DE SAPONIFICATION.

Données:  $M_{(Na)} = 23,0 \text{ g.mol}^{-1}$

$M_{(C)} = 12,0 \text{ g.mol}^{-1}$

$M_{(O)} = 16,0 \text{ g.mol}^{-1}$ .

$M_{(H)} = 1,0 \text{ g.mol}^{-1}$ .

12°) Donner la formule semi-développée du glycérol.

13°) Ecrivez la formule semi-développée du corps gras G, triester du glycérol et de l'acide oléique. Calculez sa masse molaire.

14°) Ecrivez l'équation de la réaction de saponification de G, par la soude.

15°) Parmi les produits formés, reconnaitre la «molécule» de savon et identifier ses zones hydrophobes et hydrophiles. Calculez sa masse molaire.

16°) Le terme molécule utilisé ci-dessus pour le savon est-il judicieux ?

### V°) A PROPOS DES RESULTATS EXPERIMENTAUX.

Le savon obtenu peut contenir des traces de soude caustique.

17°) Quel type de réaction chimique est alors susceptible de se produire si on le met au contact des lipides de la peau ?

18°) Calculez la quantité des réactifs mis en jeu (densité de l'huile 0.8). Quel est le réactif limitant ?

19°) Quelle masse d'hydroxyde de sodium faut-il dissoudre pour préparer 0.5 L de solution alcoolique à 4 mol/L ?

20°) Calculez la masse maximale  $m_{\text{Max Savon}}$  de savon que l'on peut espérer obtenir. Commentez ce résultat théorique.

## I°) LA RÉACTION DE SAPONIFICATION.

1°) Une pipette jaugée est plus précise mais est à usage unique pour un volume donné, alors que l'éprouvette graduée est moins précise mais permet de mesurer une gamme de volume plus grande.

2°) La saponification est une réaction lente: une température élevée permet d'augmenter la cinétique.

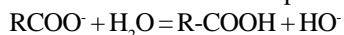
Le chauffage à reflux permet d'effectuer une transformation à la température d'ébullition du mélange ce qui la rend plus rapide.

3°) Par chauffage on maintient le mélange en ébullition et on condense les vapeurs émises grâce au réfrigérant ascendant. Le liquide résultant retourne ainsi dans le ballon évitant toute perte de matière.

## II°) QUELQUES PROPRIÉTÉS DES SOLUTIONS DE SAVONS.

### Le caractère basique.

4°) Le papier pH prend une teinte basique. Les ions oléate sont des bases: ils peuvent capter un proton.



### La solubilité du savon & le pouvoir moussant.

5°) Il se forme des précipités. Il est donc difficile de laver du linge avec une eau salée, acide ou dure.

6°) L'eau du robinet de Mulhouse est-elle dure ?

7°) Le savon sera plus efficace dans l'eau douce que dans l'eau salée, mais une eau trop douce, favorise la formation de beaucoup de mousse et donc une difficulté au rinçage à éliminer l'excès de mousse. Une bonne eau de lessive est un juste compromis entre une eau trop dure et pure.

## III°) LA SÉPARATION DU SAVON FORMÉ.

8°) Le mélange visqueux qui s'est formé dans le ballon et versé dans l'eau salée saturée, laisse apparaître un solide blanc jaunâtre granuleux qui se rassemble à la surface du liquide.

9°) Le solide apparu est du savon qui est très peu soluble dans l'eau salée. En fait, le mélange réactionnel qui contient le savon, contient encore du glycérol et de la base en excès.

Le glycérol et la base passent en solution, seul le savon est insoluble.

10°) a. Mélange à filtrer

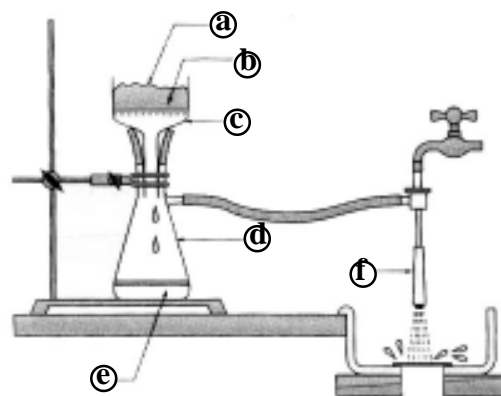
b. Papier filtre

c. Entonnoir büchner

d. Fiole à vide

e. Filtrat

f. Trompe à eau.



11°) On parle de filtration sous vide car la trompe à eau crée un vide partiel en réduisant la pression dans la fiole recevant le filtrat.

① Relier la fiole à vide au système d'aspiration.

② Placer le Büchner muni d'un papier-filtre. Penser à mouiller le papier filtre pour qu'il colle bien au fond du Büchner.

③ Régler le débit d'eau qui produit l'aspiration. Mouiller le papier filtre avec le solvant.

④ Verser la solution à filtrer le long d'un agitateur en verre dans le Büchner: le solide se dépose sur le papier-filtre. Lorsque toute la solution est écoulée, attendre quelques instants afin d'assurer l'élimination totale du liquide.

⑤ Recueillir le solide avec une spatule dans une boîte de Pétri. Placer la boîte de Pétri dans une étuve pendant plusieurs heures pour sécher le solide.

#### IV°) A PROPOS DE LA REACTION DE SAPONIFICATION.

12°) La formule semi-développée du glycérol.

Le glycérol = propane - 1,2,3- triol

On y distingue deux groupes caractéristiques d'alcool primaire et un groupe caractéristique d'alcool secondaire.

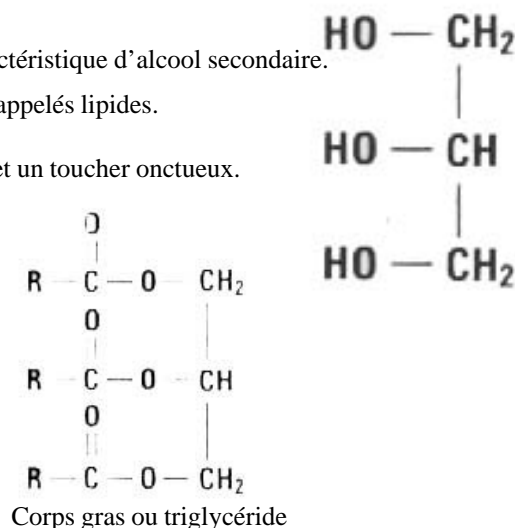
13°) Les corps gras sont un composé naturel d'origine végétale, animale, encore appelés lipides.

Ils se caractérisent par leur insolubilité dans l'eau, une densité inférieure à l'eau et un toucher onctueux.

On distingue: - les huiles qui sont liquides à température ambiante  
- les graisses qui sont des solides plus ou moins pâteux.

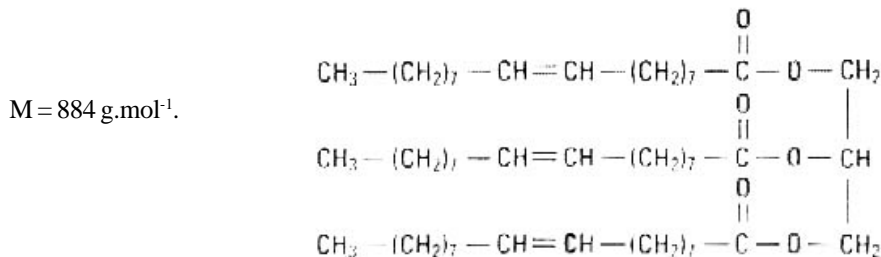
Les corps gras sont constitués à 98% par des triglycérides.

Un triglycéride est un triester du glycérol et d'acide gras.

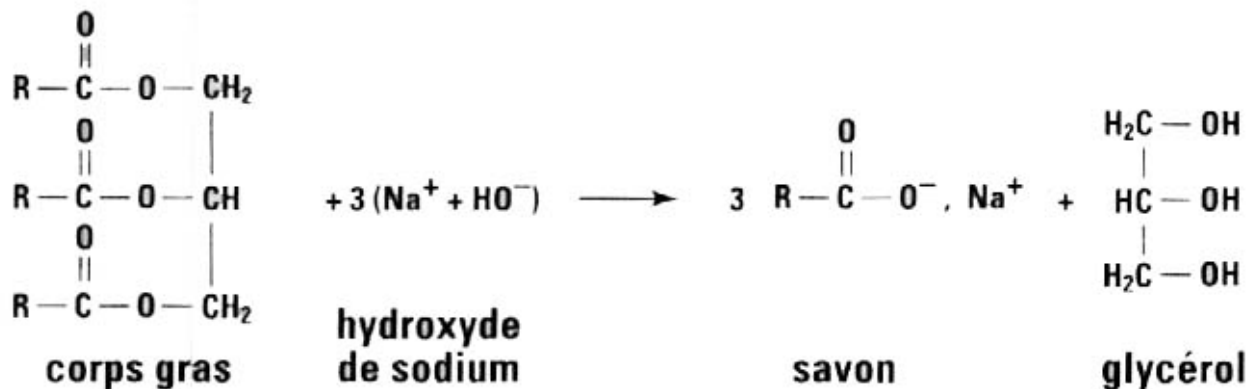


Un acide gras est un acide carboxylique à chaîne non ramifiée, à nombre pair d'atomes de carbone, comportant éventuellement une ou plusieurs doubles liaisons de configuration Z.

L'oléine, constituant majoritaire de l'huile d'olive, est un triester de glycérol et de l'acide oléique,  $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_7 - \text{CH} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_7 - \overset{\text{O}}{\parallel} \text{C} - \text{OH}$  ce qui donne la formule semi développées du corps gras:



14°) Equation de la réaction de saponification de G, par la soude.



15°) Les savons sont des mélanges de carboxylates, dérivés d'acide gras à longue chaîne. Ainsi l'espèce chimique ( $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COO}^-$ ,  $\text{Na}^+$ ) est appelé savon.

Remarque. On distingue: - les carboxylates de sodium ( $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COO}^-$ ,  $\text{Na}^+$ ) qui sont des savons durs  
- les carboxylates de potassium ( $\text{C}_{17}\text{H}_{33}\text{COO}^-$ ,  $\text{K}^+$ ) qui sont des savons mous.

Dans la formule générale du savon R - COO<sup>-</sup>, Na<sup>+</sup>, on distingue:

- R est la chaîne carbonée de plus de 10 carbones, insolubles dans l'eau et donnant un caractère hydrophobe et lipophile au savon;
- COO<sup>-</sup> est le groupe carboxylate fortement attiré par l'eau, il donne le caractère hydrophile et lipophile.

16°) Le terme molécule utilisé ci-dessus pour le savon est-il judicieux ?

## V°) A PROPOS DES RESULTATS EXPERIMENTAUX.

17°) On aura une réaction de saponification.

$$18^\circ) \quad d_{\text{Huile}} = 0,8 \quad \text{soit } \rho_{\text{Huile}} = 0,8 \text{ kg/L} = 800 \text{ g/L} \quad \text{soit } n_{\text{Huile}} = \frac{m_{\text{Huile}}}{M_{\text{Huile}}} = \frac{\rho_{\text{Huile}} \cdot V_{\text{Huile}}}{M_{\text{Huile}}} = \frac{800 \times 9 \times 10^{-3}}{884} = 8,14 \times 10^{-3} \text{ mol.}$$

$$n_{\text{Soude}} = C_{\text{Soude}} \times V_{\text{Soude}} = 4 \times 7,5 \times 10^{-3} = 30,0 \times 10^{-3} \text{ mol.}$$

	$  \begin{array}{c}  \text{O} \\     \\  \text{R}-\text{C}-\text{O}-\text{CH}_2 \\    \\  \text{O} \\     \\  \text{R}-\text{C}-\text{O}-\text{CH} \\    \\  \text{O} \\     \\  \text{R}-\text{C}-\text{O}-\text{CH}_2 \\  \text{corps gras}  \end{array}  + 3 (\text{Na}^+ + \text{HO}^-) \longrightarrow  \begin{array}{c}  \text{O} \\     \\  3 \text{R}-\text{C}-\text{O}^- \cdot \text{Na}^+ \\  \text{savon}  \end{array}  +  \begin{array}{c}  \text{H}_2\text{C}-\text{OH} \\    \\  \text{HC}-\text{OH} \\    \\  \text{H}_2\text{C}-\text{OH} \\  \text{glycérol}  \end{array}  $			
Etat initial	$8,14 \times 10^{-3}$	$30,0 \times 10^{-3}$	0	0
Etat final	$8,14 \times 10^{-3} - x_{\text{Max}}$	$30,0 \times 10^{-3} - 3 x_{\text{Max}}$	$3 x_{\text{Max}}$	$x_{\text{Max}}$
Composition finale	0	$5,56 \times 10^{-3}$	$2,44 \times 10^{-2}$	$8,14 \times 10^{-3}$

On émet l'hypothèse que:

- le réactif limitant est le corps gras, de sorte que  $8,14 \times 10^{-3} - x_{\text{Max}} = 0$  et donc  $x_{\text{Max}} = 8,14 \times 10^{-3} \text{ mol}$ .
- le réactif limitant est la soude, de sorte que  $30,0 \times 10^{-3} - 3 x_{\text{Max}} = 0$  et donc  $x_{\text{Max}} = 10,0 \times 10^{-3} \text{ mol}$ .

Des deux valeurs on prend la plus petite, de sorte que le réactif limitant est le corps gras.

19°) La masse d'hydroxyde de sodium qu'il faut dissoudre pour préparer 0.5 L de solution alcoolique à 4 mol/L:

$$m_{\text{Soude}} = n_{\text{Soude}} \times M_{\text{Soude}} = C_{\text{Soude}} \times V_{\text{Solution à préparer}} \times M_{\text{Soude}} = 4 \times 0,5 \times 40,0 = 80,0 \text{ g.}$$

20°) La quantité maximale de soude que l'on puisse obtenir est, d'après le tableau:  $n_{\text{Max Savon}} = 2,44 \times 10^{-3} \text{ mol}$ .

De sorte que la masse maximale  $m_{\text{Max Savon}}$  de savon que l'on peut espérer obtenir:

$$m_{\text{Max Savon}} = n_{\text{Max Savon}} \times M_{\text{Savon}} = 2,44 \times 10^{-2} \times 304 = 7,41 \text{ g}$$