

Nom:..... Prénom:..... Classe:..... Date:

Synthèse d'un savon

✔ Objectifs

- ☐ Étapes d'un protocole. Rendement d'une synthèse.
- ☐ Justifier, à partir des propriétés physico-chimiques des réactifs et produits, le choix de méthodes d'isolement, de purification ou d'analyse.
- ☐ Déterminer, à partir d'un protocole et de données expérimentales, le rendement d'une synthèse.
- ☐ Schématiser des dispositifs expérimentaux des étapes d'une synthèse et les légender.
- ☐ *Mettre en œuvre un montage à reflux pour synthétiser une espèce chimique organique. Isoler, purifier et analyser un produit formé.*

👤 Classe

1^{ère} Spé

🕒 Durée

2 h

✂ Sur la paillasse

- Un flacon contenant 20 mL d'huile végétale,
- Un flacon contenant 25 mL d'éthanol,
- Un flacon contenant 25 mL d'une solution d'hydroxyde de sodium à la concentration $C = 10 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$,
- Des grains de pierre ponce,
- Un flacon de 150 mL contenant de l'eau salée saturée froide,
- Une pissette d'eau distillée,
- Une éprouvette graduée de 25 mL ou 50 mL,
- Un verre à pied,
- Montage chauffage à reflux : ballon de 250 mL; un réfrigérant à eau; une pince, un support élévateur, un chauffe-ballon.
- Montage filtration sous vide (büchner),
- Gants et lunettes de protection,
- Papier absorbant.

La principale propriété des savons est de laver en dégraissant. Paradoxalement, les savons sont synthétisés à partir de corps gras, comme les huiles végétales¹.

¹TP basé sur le travail de Mme Fasseu du lycée Watteau

Document 1: Fabrication traditionnelle du savon

Les premiers savons dits « durs » ont été élaborés dans le nord de l'actuelle Syrie au VIII^e siècle. Le savon d'Alep est obtenu par traitement à chaud d'huile d'olive par de l'hydroxyde de sodium (ou soude). Le processus chimique qui permet d'obtenir du savon, appelé saponification, a pour bilan :

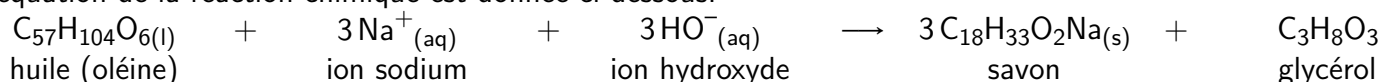


La technique, pratiquée à l'ancienne, dure plus d'une semaine et comprend les quatre phases suivantes :

1. **l'empâtage**: il consiste à mettre en présence l'huile d'olive et la soude et à les mélanger en les faisant bouillir en présence d'eau dans une cuve pour qu'elles réagissent ensemble ;
2. **le relargage**: les deux produits formés sont séparés lors de l'opération dite de relargage en ajoutant de l'eau salée. L'ensemble se divise en deux couches. La partie inférieure, mélangée avec de l'eau, est retirée par le fond du chaudron à travers une tubulure ;
3. **la cuisson**: la pâte de savon restant dans le chaudron est chauffée à ébullition pendant de nombreuses heures avec un excès de soude pour compléter la transformation ;
4. **les lavages**: ils éliminent l'excès de soude restant dans le savon ainsi que le glycérol et les impuretés. Enfin, la pâte chaude du savon d'Alep est sortie de la cuve pour être étendue sur une feuille de papier, afin qu'elle refroidisse et perde une partie de son eau.

D'après le sujet Bac S, Nouvelle-Calédonie, 2006.

L'équation de la réaction chimique est donnée ci-dessous:



Document 2: Synthèse en chimie

En chimie, chaque synthèse comporte toujours quatre grandes étapes :

1. La **transformation chimique** proprement dite des réactifs en produits;
2. L'**isolement** du produit souhaité du mélange final dans lequel il se trouve ;
3. La **purification** du produit obtenu;
4. L'**analyse** (qualité) du produit.

1 Fabrication à l'ancienne d'un savon

1. Quel est le nom donné à la synthèse de savon ?

Solution: Le nom donné à la synthèse de savon est la **saponification**.

2. Quels sont les réactifs de cette synthèse ?

Solution: Les réactifs sont l'oléine de l'huile d'olive ($C_{57}H_{104}O_6$) et l'hydroxyde de sodium NaOH.

3. Pour chacune des quatre étapes de la fabrication en chaudron d'un savon, déterminer s'il s'agit d'une étape de transformation chimique, d'isolement, de purification ou d'analyse.

Solution:

- L'empâtage : **transformation chimique**
- Le relargage : **isolement**
- La cuisson : **transformation chimique** (complète la réaction)
- Les lavages : **purification**

2 Synthèse actuelle d'un savon

La soude, ou hydroxyde de sodium, est un produit **très corrosif** et peut présenter un **réel danger**. Il est indispensable de manipuler avec la **blouse fermée**, les **lunettes de sécurité** et des **gants** et de garder cet équipement durant toute la manipulation.

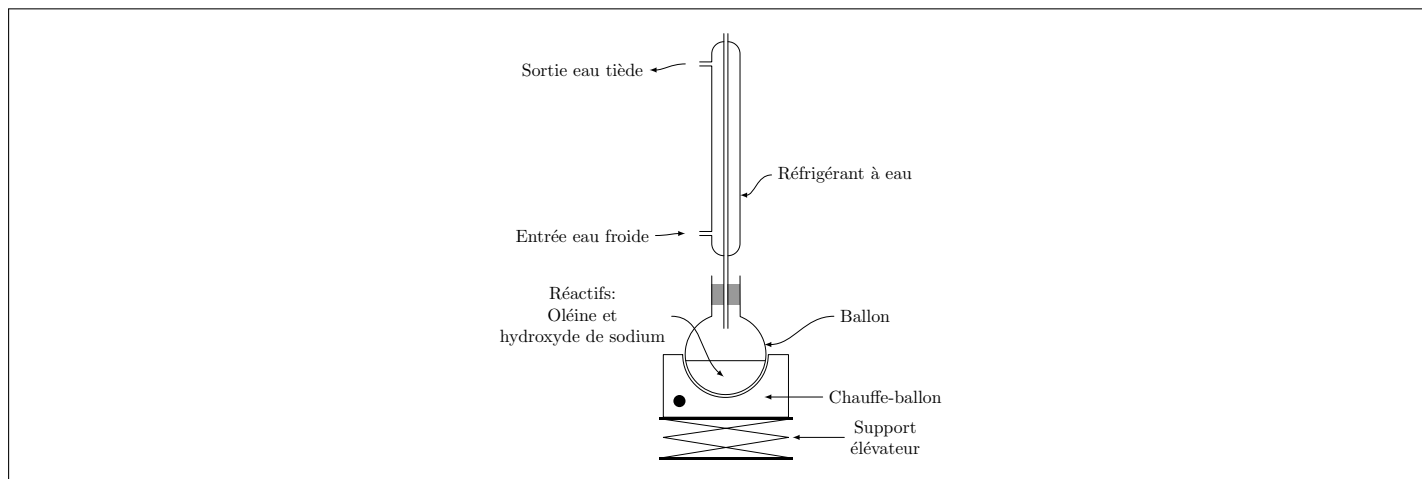


- Mettre des gants et des lunettes de protection. Fermer la blouse.
- Retirer le ballon à fond rond du montage et le poser sur le valet en liège sur la paillasse.
- Introduire dans le ballon le mélange réactionnel qui se compose de :
 - 15 mL d'huile alimentaire située sur le bureau ;
 - 20 mL de solution de soude, ou hydroxyde de sodium, située sous la hotte ;
 - 20 mL d'éthanol ;
 - 4 grains de pierre ponce (elle sert à réguler l'ébullition. Les bulles de gaz seront plus petites).
- Placer le ballon dans le chauffe-ballon, lui même placé sur un support élévateur.
- Replacer le ballon sur le montage avec le réfrigérant à boules.
- Mettre en route la circulation d'eau dans le réfrigérant à boules.
- Régler le chauffe-ballon au 2/3 du chauffage maximal.
- Laisser la réaction se dérouler pendant au moins 20 minutes. Pendant ce temps, répondre aux questions.

Remarque: la solution de soude et l'huile ne sont pas miscibles. Afin de favoriser le contact entre ces réactifs, ils sont mis en solution dans l'éthanol qui n'est pas un réactif. En effet, l'huile et la soude sont toutes deux solubles dans l'éthanol.

4. Effectuer un schéma du montage à reflux et y indiquer l'ensemble du matériel ainsi que les espèces chimiques introduites.

Solution:



5. À quoi sert la pierre ponce ?

Solution: La pierre ponce sert à réguler l'ébullition en créant des points de nucléation, ce qui permet d'obtenir des bulles de gaz plus petites et une ébullition plus douce et régulière.

6. Quel est le rôle de l'éthanol ?

Solution: L'éthanol joue le rôle de solvant car il permet de solubiliser à la fois l'huile et la solution de soude qui ne sont pas miscibles entre elles. Il favorise ainsi le contact entre les réactifs.

7. À quoi sert le réfrigérant à boules ?

Solution: Le réfrigérant à boules permet de condenser les vapeurs qui se forment lors du chauffage et de les faire retomber dans le ballon, évitant ainsi la perte de solvant.

8. Quel est l'intérêt du montage à reflux ?

Solution: Le montage à reflux permet de **chauffer le mélange réactionnel (ce qui accélère la réaction chimique)** à température constante (température d'ébullition du solvant) pendant une durée prolongée **sans perte de matière**, ce qui favorise une réaction complète.

3 Extraction du savon

3.1 Relargage



- Au bout des 20 minutes, arrêter le chauffage et descendre le support élévateur. Laisser refroidir le ballon quelques minutes à l'air libre. Arrêter la circulation d'eau froide dans le réfrigérant.
- Pendant que le ballon refroidit, préparer 60 mL d'eau très salée prélevés à l'éprouvette graduée et les verser dans un verre à pied.
- Avec le gant anti-chaleur, enlever le ballon et verser son contenu dans l'eau très salée du verre à pied.
- Ajouter environ 20 mL d'eau froide du robinet.

Le savon est soluble dans l'eau et très peu soluble dans l'eau salée.

9. Expliquer pourquoi on utilise de l'eau salée (solution de chlorure de sodium) saturée pour le relargage.

Solution: On utilise de l'eau salée saturée car le savon est très peu soluble dans l'eau salée contrairement à l'eau pure. Cela permet de faire précipiter le savon et de le séparer des autres composés solubles (glycérol, excès de soude).

3.2 Filtration sous vide



- Placer un papier filtre rond dans l'entonnoir Büchner.
- Verser un peu d'eau distillée sur le papier filtre rond pour l'humidifier de manière homogène. Il va ainsi « coller » à l'entonnoir.
- Ouvrir le robinet d'eau. La trompe à eau, par son appel d'air, crée une dépression dans l'erlenmeyer. Le mélange à filtrer est alors aspiré au travers du papier filtre.
- Verser en plusieurs fois le contenu du bécher dans l'entonnoir Büchner. Pendant la filtration, appuyer doucement sur l'entonnoir avec la paume de la main, de façon à bien plaquer l'entonnoir et le joint contre l'erlenmeyer, pour assurer une bonne étanchéité.
- Quand la filtration est terminée, fermer le robinet relié au montage de filtration.

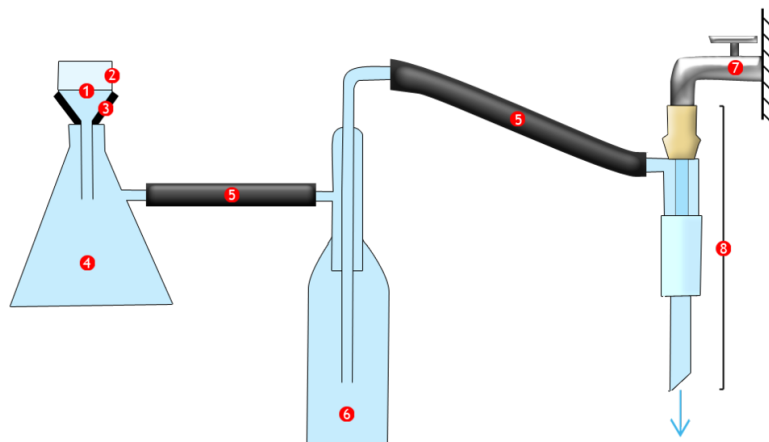
10. Quel est l'intérêt de la filtration sous vide ?

Solution: La filtration sous vide permet d'accélérer la filtration grâce à la dépression créée et d'essorer efficacement le précipité de savon en éliminant un maximum de liquide.

11. Lors de l'étape de filtration, où se trouve le savon : dans le filtrat ou dans le résidu (situé dans le filtre) ?

Solution: Le savon se trouve dans le résidu sur le filtre car il a précipité lors du relargage et forme un solide insoluble dans l'eau salée.

12. Effectuer un schéma de la filtration sous vide en le légendant avec notamment le nom des espèces chimiques contenues dans le filtrat et sur le filtre.

Solution:

Source: Wikipedia

- 1: Filtre contenant le savon
- 2: Entonnoir de Büchner
- 3: Joint conique
- 4: Fiole à vide
- 5: Tuyau à air
- 6: Flacon de garde
- 7: Robinet
- 8: Trompe à eau

4 Analyse du savon obtenu



- Peser le savon obtenu en le récupérant dans un bécher.

13. Noter sur le compte-rendu la masse de savon obtenu expérimentalement, notée m_{exp} .

Solution: $m_{exp} = 9,81 \text{ g}$ (valeur à noter selon l'expérience)

14. Calculer la quantité de matière de savon obtenu expérimentalement, notée n_{exp} . **Données:** masse molaire du savon : $M_{savon} = 304,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$.

Solution:

$$n_{exp} = \frac{m_{exp}}{M_{savon}}$$

$$n_{exp} = \frac{9,81 \text{ g}}{304,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}}$$

$$n_{exp} = 3,23 \times 10^{-2} \text{ mol}$$



- Verser environ 10 mL d'eau du robinet dans un tube à essais.
- Avec la spatule, prélever une toute petite quantité du savon synthétisé et l'introduire dans le tube à essais.
- Mettre le bouchon et, tout en maintenant le bouchon, secouer le tube à essais.

15. Qu'observe-t-on ? Que peut-on en déduire sur la nature du produit synthétisé ?

Solution: On observe la formation d'une mousse persistante après agitation. Cela confirme que le produit synthétisé est bien un savon car il présente des propriétés tensioactives caractéristiques des savons.

La soude est introduite en excès. On considérera l'huile alimentaire comme uniquement constituée d'oléine.

16. Calculer la quantité de matière d'oléine introduite dans le mélange réactionnel.

Données: masse molaire de l'oléine : $M_{oléine} = 884,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$, masse volumique de l'huile (d'olive) : $\rho = 0,92 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$.

Solution:

$$m_{huile} = \rho \times V = 0,92 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1} \times 15 \text{ mL} = 13,8 \text{ g}$$

$$n_{oléine} = \frac{m_{huile}}{M_{oléine}} = \frac{13,8 \text{ g}}{884,0 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}} = 1,56 \times 10^{-2} \text{ mol}$$

17. Établir un tableau d'avancement et en déduire la quantité de matière théorique notée n_{th} de savon formé.

Solution: Équation : $\text{C}_{57}\text{H}_{104}\text{O}_6 + 3 \text{ NaOH} \longrightarrow 3 \text{ C}_{18}\text{H}_{33}\text{O}_2\text{Na} + \text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$

	$\text{C}_{57}\text{H}_{104}\text{O}_6$	3 NaOH	$3 \text{ C}_{18}\text{H}_{33}\text{O}_2\text{Na}$	$\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$
État initial	$n_{oléine} = 1,56 \times 10^{-2} \text{ mol}$	excès	0	0
État final	$n_{oléine} - x_{max}$	excès	$3x_{max}$	x_{max}

Solution: L'oléine est le réactif limitant : $x_{max} = n_{oléine} = 1,56 \times 10^{-2} \text{ mol}$

Donc : $n_{th} = 3x_{max} = 3 \times 1,56 \times 10^{-2} \text{ mol} = 4,68 \times 10^{-2} \text{ mol}$

Document 3: Rendement d'une synthèse

Le rendement d'une synthèse est une mesure de son efficacité. Il se note η (lettre grecque êta). Il est égal au rapport de la quantité de matière de produit pur obtenu expérimentalement (noté n_{exp}) sur la quantité de matière maximale théorique de produit (noté n_{th}).

$$\eta = \frac{n_{exp}}{n_{th}} \quad (1)$$

C'est un nombre sans unité, compris entre 0 et 1. On peut également l'exprimer en pourcentage.

18. Calculer le rendement η de la synthèse effectuée.

Solution:

$$\eta = \frac{n_{exp}}{n_{th}}$$

$$\eta = \frac{3,23 \times 10^{-2} \text{ mol}}{4,68 \times 10^{-2} \text{ mol}}$$

$$\eta = 69,0\%$$

Le rendement s'exprime en pourcentage : $\eta(\%) = \eta \times 100$