

# TP : SYNTHÈSE D'UN SAVON (PARTIE 1 ET 2)

**NIVEAU** : TERMINALE S

**OBJECTIFS DU TP** :

- Étudier puis réaliser expérimentalement une saponification
- Calculer un rendement

**COMPÉTENCES MISES EN JEU** :

- tester, compléter, expliquer et justifier un protocole
- Avoir une attitude exemplaire au niveau de la sécurité lors des manipulations

**PRE-REQUIS POUVANT DONNER LIEU A UNE EVALUATION DIAGNOSTIQUE**

- Reconnaître dans la formule d'une espèce chimique organique les groupes caractéristiques:  $-OH$  (hydroxyle);  $-CO_2H$  (carboxyle) ;  $-CO_2R$  (ester);
- Écrire l'équation des réactions d'estérification et d'hydrolyse basique d'un ester  
Mettre en œuvre au laboratoire, en justifiant le choix du matériel à utiliser un chauffage à reflux et une filtration sous vide...

**TEMPS DISPONIBLE** :

- **PARTIE 1** : 2 HEURES CLASSE ENTIÈRE
- **PARTIE 2** : DURÉE DU TP - 2H

**DOCUMENTS MIS A DISPOSITION EN TP**

- Résultats de la partie 1 et énoncé du TP
- fiches sécurité hydroxyde de sodium construite à partir des fiches INRS ou internationale du CDC (« Centers for Disease Control and Prevention ») :  
[http://training.itcilo.it/actrav\\_cdrom2/fr/osh/ic/nfrn0360.html](http://training.itcilo.it/actrav_cdrom2/fr/osh/ic/nfrn0360.html)
- fiche méthode filtration sous vide visuelle issue du site rnchimie :  
<http://www.educnet.education.fr/rnchimie/di/default.htm>

**DÉROULEMENT DE LA SEANCE**

- Partie 1 : Classe entière – En groupe de 4 élèves - sous forme de questionnaire après lecture et étude de documents
- Partie 2 : ½ groupes en laboratoires – 18 étudiants –
  - Manipulation 1 : en groupe de 4 pour la détermination des conditions de sécurité puis en groupe de 2 pour la réalisation du savon en tube à essai
    - *Pour le savon en tubes à essais, il faut veiller à respecter scrupuleusement la sécurité lors de la manipulation notamment lors du chauffage du tube à essais permettant la sortie du savon, se placer notamment sous une hotte de protection.*
  - Manipulation 2 : en groupe de 2 pour la saponification réalisée avec un montage à reflux.

# PARTIE 1 : étude de documents

## Document 1

Les premiers savons ont été réalisés au Proche-Orient 2 500 à 3 000 ans avant notre ère. Selon Claude Galien, médecin grec du II<sup>ème</sup> siècle, le meilleur savon s'obtient en traitant la graisse de mouton, de bœuf ou de chèvre par une lessive de cendres et de chaux<sup>(1)</sup>. Au cours du premier millénaire, le savon reste généralement employé comme remède dans les maladies de peau.

La fabrication du savon, par ébullition d'un corps gras et d'une base, ne se développera qu'au XV<sup>ème</sup> siècle ; le mélange initial est alors une composition faite d'huile d'olive brute, de lessives tirées de cendres ou de plantes marines et d'eau de chaux. Le savon tire son nom du premier centre de fabrication : Savona, port ligurie ouvert sur le golfe de Gênes.

En 1779, William Scheele identifie le glycérol, alors qu'il saponifiait divers corps gras.

À partir de 1809, Eugène Chevreul entreprend une étude approfondie des corps gras ; il identifie les principales matières grasses et interprète la saponification comme une réaction chimique. La formule brute du glycérol est établie en 1836 par Jules Pelouze ; en 1859, Adolphe Wurtz découvre « la série des glycols » (diols) et en 1873, Charles Friedel fait la synthèse du glycérol.

La révolution industrielle développe les besoins en savon, qui cesse d'être un produit de luxe et devient un produit de première nécessité.

D'après un site Internet

<sup>(1)</sup> Le texte utilise l'expression « lessive de cendres et de chaux » pour nommer une solution aqueuse contenant de l'hydroxyde de potassium et de calcium.

Sujet de Baccalauréat - 09/2008 – rattrapage – Métropole- EXERCICE III. HISTOIRE DE SAVONS

### Paragraphe 1 : Feuille de recherche

- Quel est le nom de la transformation chimique citée dans le texte qui permet de fabriquer du savon ?
- A partir du 15<sup>e</sup> siècle, quelles sont les familles de composés qui doivent réagir pour fabriquer un savon ?
- Y a-t-il des informations sur les conditions opératoires ?
- A votre avis, peut-on fabriquer simplement un savon en laboratoire si on possède :
  - o De l'huile d'olive ?
  - o Une solution aqueuse de soude ?
  - o Un dispositif de chauffage ?

#### Informations

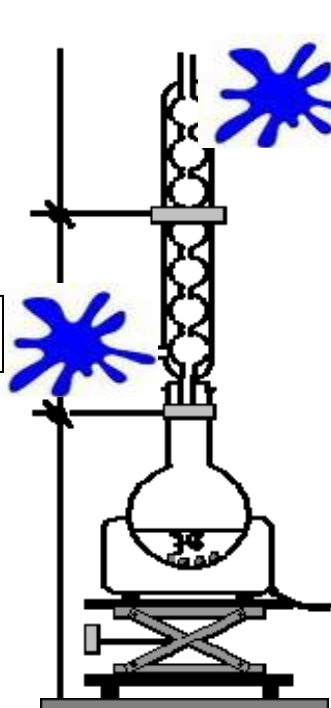
L'huile d'olive ( $d = 0.89$ ) est composée d'environ 99 % de matières grasses, de l'acide oléique mais aussi de l'oléine triester de l'acide oléique de formule  $C_{57}H_{104}O_6$

Réactif	oléine	Hydroxyde de sodium (soude)	Savon
Solubilité dans l'eau	insoluble	soluble	soluble
Solubilité dans l'éthanol	soluble	soluble	
Solubilité dans l'eau salée	insoluble	soluble	peu soluble
Masse molaire moléculaire ( $g \cdot mol^{-1}$ )	884	40	304

- o comment faciliter la rencontre entre la phase aqueuse et organique afin que les espèces puissent réagir ?

## Document 2 : Extraits du sujet de baccalauréat posé en Afrique en Juin 2002

Malheureusement le professeur a versé du café sur certaines parties du protocole...



### Expérience

Lors d'une séance de travaux pratiques, Marie et Julien, étudiants de terminale S, doivent préparer un savon par saponification d'une huile végétale.

Sur le protocole distribué aux élèves, on peut lire :

La synthèse du savon se déroule en 2 étapes.

**1<sup>ère</sup> étape** : dans un ballon, introduire  $m = 10,0$  g d'huile d'olive,  $V = 20$  mL d'une solution d'hydroxyde de sodium de concentration  $c = 7,5 \text{ mol.L}^{-1}$ ,  $V' = 10$  mL d'éthanol qui a pour utilité de et quelques grains de pierre ponce qui servent

Dans ces conditions, l'hydroxyde de sodium est en excès.

**2<sup>ème</sup> étape** : après 40 minutes de chauffage, le mélange réactionnel est homogène.

Verser le mélange réactionnel dans une solution saturée de chlorure de sodium tout en agitant avec un agitateur de verre.

Filtrer ensuite sur le produit solide obtenu.

Sécher celui-ci à l'étuve, puis déterminer sa masse.

La masse de savon sec obtenue expérimentalement par Marie et Julien est  $m = 8,50$  g.

### Données:

Glycérol	$\text{CH}_2\text{OH}-\text{CHOH}-\text{CH}_2\text{OH}$	propane-1,2,3-triol
Acide oléique	$\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH}$ que l'on pourra noter $\text{R}-\text{COOH}$	Acide (Z)-octodec-9-ène-oïque
		<b>Masses molaires en <math>\text{g.mol}^{-1}</math></b>
Hydroxyde de sodium		40
Corps gras G		884
Savon		304

### Paragraphe 2 : Feuille de recherche

A la lecture de ce protocole :

- Que se cache-t-il derrière les taches ?
- Donnez des précisions quant au choix du montage utilisé, de la verrerie à utiliser pour prélever les réactifs, de la technique de filtration imposée
- Pourquoi utiliser de l'eau salée ?
- Il n'y a aucune conditions de sécurité ...rappelez- les.

Mettre dessin d'un visage d'étudiant

Ayant regardé l'énoncé du sujet de bac Afrique Juin 2002, pourriez vous m'aider à répondre aux questions concernant justement cette transformation qui étaient posées ?

J'ai lu aussi dans la littérature que l'huile d'olive était constituée de corps gras formés à partir du glycérol (un tri-alcool) et de différents acides gras (acides : palmitique, stéarique, linoléique et oléique).

### Paragraphe 3 : Feuille de recherche

---

- 1) comment s'appelle la transformation mettant en jeu un alcool et un acide ?
- 2) Comment alors écririez vous
  - la formule semi-développée du corps gras G ?
  - l'équation chimique correctement ajustée symbolisant la saponification de G par la soude ?
- 3) Le savon obtenu peut contenir des traces de soude. Quel type de réaction chimique est alors susceptible de se produire si on le met au contact des lipides de la peau ?
- 4) On suppose que l'huile d'olive ne renferme que le corps gras G formé à partir du glycérol et de l'acide oléique.
  - a) Vérifier que l'hydroxyde de sodium était bien en excès par rapport à G.
  - b) Calculer le rendement de la réaction de saponification de Marie et Julien

*(Les étapes de ces calculs vous seront bien utiles pour calculer le rendement de votre propre synthèse lors de la séance de TP)*

## Partie 2 : TP – Synthèse de savons...

**Situation 1 :** Un étudiant veut réaliser le protocole ci-dessous de fabrication d'un savon en tube à essais...

### **Problème :**

**A la lecture notamment de ce protocole et de ses différentes étapes, aidez-le à préciser quelles sont les conditions de sécurité à respecter et quelles précautions il faut prendre.**

### Feuille de recherche

- **Après validation des conditions de sécurité pour chaque étape par le professeur : Réalisez l'expérience**
  - o Comprenez-vous à quoi sert l'éthanol ? Comment tester simplement si c'est vraiment du savon ?

#### Protocole

##### **Etape 1 :**

Dans le fond d'un tube à essais, introduire 10 pastilles ou paillettes de soude solide. Recouvrir juste d'eau distillée afin qu'elles soient submergées.

**Notez le volume qualitativement (V)**

Agiter afin de faciliter la dissolution

- attention, la solution s'échauffe
- la solution se trouble, ceci étant dû à la présence d'impuretés insolubles, du carbonate de sodium recouvrant les pastilles de soude contenues dans le pot...ce n'est pas grave.

##### **Etape 2 :**

Introduire proprement dans le tube à essais et sans mélanger **un volume double (2V)** d'huile d'olive.

L'huile d'olive moins dense ne se mélange pas avec la solution aqueuse de soude. Il n'y a pas de réaction.

##### **Etape 3 :**

Sans remuer le tube, et sans mélanger, introduire délicatement dans le tube à essais un volume d'éthanol égal au **volume noté qualitativement de la solution de soude (V)**

Observer les trois belles phases superposables

##### **Etape 4 :**

Boucher avec un bouchon adapté au tube à essais et remuer « violemment » en mélangeant les 3 phases.

- Les 3 phases s'homogénéisent rapidement
- La réaction chimique donne lieu à la formation d'un solide : le savon !!!

##### **Etape 5 : la plus belle ....**

On veut extraire le savon

Déboucher rapidement le tube à essais.

Approcher doucement le fond du tube de la flamme d'un bec Bunsen.

Les vapeurs d'éthanol qui vont se former vont pousser le savon à l'extérieur du tube.

Récupérer le morceau dans une coupelle, modelez le en utilisant les gants.

## **Situation 2 : synthèse d'un savon et rendement ...**

**En tenant compte des informations apportées lors de la partie 1, réalisez la manipulation décrite dans l'exercice de baccalauréat et calculez le rendement de cette synthèse.**

### **Compte rendu**

---

La feuille de recherche sera jointe au compte rendu. Celui-ci devra préciser :

- Comment réaliser la synthèse d'un savon en laboratoire avec les conditions de sécurité associées
- Les tâches 1 à 5 complétées
- Vous préciserez par un nom et une équation l'étape de l'ajout d'eau salée aboutissant à la précipitation du savon (carboxylate de sodium)
- le calcul du rendement de Marie et Julien et le votre.

## BILAN

- Le scénario du TP commence par l'étude au travers d'énoncés d'exercices de baccalauréat de la saponification et se finit quantitativement par un calcul de rendement.

### Partie 1 :

- Contrairement à un TP classique où un protocole intégral et expliqué est donné, le scénario est conçu de telle manière à ce que l'étudiant construise le protocole petit à petit en renforçant ses connaissances sur cette transformation chimique qu'est la saponification.
- La lecture, l'étude des documents avec la recherche des réponses en groupe de 4... constituent en fait un cours « actif » construit par l'étudiant avec l'objectif de réalisation expérimentale à la séance suivante de TP.

### Partie 2 :

- La manipulation en tube à essais peut prendre moins d'1 heure, les étudiants ayant travaillé en amont et sachant ce qu'ils vont réaliser peuvent lancer la saponification directement aussi.



Respect des consignes de sécurité par rapport à l'hydroxyde de sodium en pastille



3 phases superposables



Respect des consignes de sécurité par rapport à la sortie du savon : sous hotte – inclinaison du tube à essais

- La réflexion sur l'éthanol et son rôle « d'entremetteur » entre phase huileuse et phase aqueuse est intéressante à avoir avec les étudiants... : il faut bien que les réactifs puissent « mieux » se rencontrer.
- Pour la synthèse, le fait d'avoir fait travailler les étudiants a permis de constater une diminution des questions relatives au montage à reflux, l'entrée et la sortie d'eau, les pierres ponce ... notions toujours importantes (et trop souvent à rappelées) pour ces étudiants scientifiques : les étudiants savent donc où ils vont.
- Comme pour un TP précédent concernant l'acide benzoïque, l'étudiant pourra revenir au laboratoire récupérer le savon sec après séchage à l'étuve afin de calculer le rendement de sa synthèse, le travail étant rendu la semaine suivante.
- Le Compte rendu permet à l'étudiant de préciser les conditions opératoires de la saponification et notamment le relargage (Une explication que l'on peut trouver dans la littérature, et qu'en ajoutant des ions sodium, on déplace l'équilibre  $R-COONa_{(s)} = R-COO^{-}_{(aq)} + Na^{+}_{(aq)}$  dans le sens de la formation du carboxylate de sodium (savon)  $R-COONa_{(s)}$ )
- La notion de rendement est aussi à préciser : le rendement d'une réaction est le rapport de la masse de produit obtenu par la masse de produit que l'on obtiendrait si la réaction était totale, ce qui nécessite l'écriture de l'équation chimique correctement ajustée... ce qui n'est pas facile pour l'étudiant.

#### BIBLIOGRAPHIE

- Inspiré du sujet de bac S 2002 Afrique session Juin.
- Quelques démonstrations de chimie par Maurice Cosandey – Suisse – dvd Vidéo – 2006 – Film de Manuel Fragnière - Mike Foxtrot Productions et CRC (Commission Romande de Chimie)
- Fiche de sécurité sur la soude (ou hydroxyde de sodium) élaborée (voir exemple) à partir des fiches issue du CDC (« Centers for Disease Control and prevention ») : [http://training.itcilo.it/actrav\\_cdrom2/fr/osh/ic/nfrn0360.html](http://training.itcilo.it/actrav_cdrom2/fr/osh/ic/nfrn0360.html) ou des fiches INRS : [http://www.inrs.fr/INRS-PUB/inrs01.nsf/IntranetObject-accesParReference/Rubrique9a/\\$File/Visu.html](http://www.inrs.fr/INRS-PUB/inrs01.nsf/IntranetObject-accesParReference/Rubrique9a/$File/Visu.html)