

2008



**[ MONTAGE N°6 : EXPERIENCES PORTANT SUR LES REACTIONS D'ESTERIFICATION, D'HYDROLYSE AINSI QUE SUR LA SAPONIFICATION DES ESTERS. ]**

Préparation au CAPES de Physique-Chimie

Christophe Cordella

# Introduction

---

Berthelot 1861 : 1<sup>ère</sup> étude de l'estérification.

Résultats principaux : **réaction équilibrée**. Estérification/hydrolyse

Application estérification : fabrication de savons.

## Objectifs

---

- Estérification de l'alcool isoamylique avec un montage à reflux (**Manip n°1**)
- Montrer estérification et hydrolyse sont en équilibre. (**Manip n°2**)
- Synthèse et extraction du formiate d'éthyle (montage à distillation fractionnée - **Manip n°3**)
- Fabrication d'un savon à partir d'une huile alimentaire et mise en évidence de l'action moussante (**Manip n°4**)

### *1° La réaction d'estérification de l'alcool isoamylique (Manip n°1) ≈ 30 min*

---

Dans le ballon introduire :

- 20,0 mL d'alcool isoamylique (3-méthylbutan-1-ol) (environ 0.18 mol)
- 10 mL d'acide acétique glacial (environ 0.18 mol)
- 20 gouttes d'acide sulfurique
- Quelques grains de pierre ponce

Reflux pendant 20 minutes, extraction avec **100 mL d'une solution concentrée de NaCl**, puis **50 mL d'une solution saturée NaHCO<sub>3</sub>**.

Séchage avec 1 g de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> anhydre.

Déterminer masse et mesurer indice de réfraction. Evoquer l'odeur.

Rendement (réactifs équimolaires au départ) :  $\rho = 100 * \frac{n(\text{ester})}{n_0(\text{alcool})}$

**On trouve environ 66% car réaction non totale. Comment augmenter ce rendement ?**

⇒ **Manip 2.**

### *2° Synthèse et extraction du formiate d'éthyle (Manip n°3)*

---

Dans un ballon, introduire :

- 20 mL d'acide formique
- 30 mL éthanol
- Une vingtaine de goutte de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentré
- Quelques pierres ponce

Montage de distillation fractionnée. Déterminer masse m d'ester et mesurer indice de réfraction.

**Calculer rendement (environ 90%) = équilibre déplacé => réaction quasi-totale.**

**3° Montrer que la réaction d'estérification est un équilibre chimique avec la réaction d'hydrolyse. (Manip n°2) (≈55 min, 45+10 pour les dosages)**

---

*On choisit d'étudier uniquement la réaction d'hydrolyse de l'ester synthétisé lors de la manip n°1.*

- $n_0 = 0.20$  mol d'acétate d'isoamyle (= 21,8 mL)
- $n_0 = 0.20$  mol d'eau (3,6 mL)
- 1 mL de  $H_2SO_4$  concentré + déclencher chronomètre + barreau aimanté + condenseur à air.

Bain-marie à 40°C et sous agitation, 45°C min environ.

Ajouter 50 mL d'eau froide + les eaux de rinçage + phénolphthaléine

et doser avec NaOH à  $C_0 = 2M$ . Soit  $V_{eq}$  le volume de soude équivalent versé.

Déterminer le volume de soude nécessaire au dosage de  $H_2SO_4$  présent dans le milieu. Pour cela, préparer un erlen avec :

- 23 mL d'eau + 1 mL de  $H_2SO_4$  concentré, homogénéiser et doser avec NaOH à 2M. Soit  $v$  le volume de soude versé et correspondant à la quantité d' $H_2SO_4$  initialement présente.

La quantité d'acide acétique après 45 min est :  $n_{(CH_3CO_2H)}(45) = C_0 * (V_{eq} - v)$

La quantité d'ester restante après 45 min est :  $n_{(acétate\ isoamylo)}(45) = n_0 - n_{(CH_3CO_2H)}(45)$

**Rendement hydrolyse trouvé environ 31% = réaction pas totale = équilibre avec estérification.**

**4° Fabrication d'un savon à partir d'une huile alimentaire (saponification) et mise en évidence de l'action moussante (Manip n°4)**

---

● Saponification = action de  $HO^-$  sur ester => alcool = ion carboxylate. **Réaction lente et totale.**

● Savon = mélange carboxylates de sodium ou de potassium ( $R-COO^- M^+$ ) avec R non ramifiées et longueur > 10 C. (Savon « dur » si  $M^+ \equiv Na^+$  ; savon « mou » si  $M^+ \equiv K^+$ )

1. Ballon de 250 mL : 20 mL NaOH à 10 M + 15 mL d'huile alimentaire + 20 mL d'éthanol+ pierre ponce.
2. Reflux pendant ≈15 min. puis 100 mL de NaCl saturée : **le savon précipite.**
3. Filtrer (Büchner), rincer à l'eau distillée, sécher à l'air libre.

● **Mise en évidence de l'impact de la dureté de l'eau sur l'effet moussant du savon**

5 tubes à essais (1), (2), (3), (4) et (5).

- ✓ Dans (1) : 5 mL d'eau déminéralisée,
- ✓ Dans (2) : 5 mL d'eau de Volvic (très douce)
- ✓ Dans (3) : 5mL d'eau de Vittel (dureté moyenne)
- ✓ Dans (4) : 5 mL d'eau de Contrexville (très dure)

Dans chaque tube, ajouter 10 gouttes d'une solution savonneuse (2 à 3 g de savon dans 100 mL d'eau distillée).

La mousse n'apparaît que dans les 2 premiers tubes.

- ✓ Dans le 5<sup>ème</sup> tube contenant 5 mL d'eau de Contrexville, ajouter 2 mL d'EDTA à 1 M.

**Aucun précipité.** Et mousse abondante si agitation.

EDTA + ions  $\text{Ca}^{2+}$  = complexe soluble.

⇒ *Une eau trop dure empêche un savon de mousser.*

## Conclusion

---

Les réactions d'estérification et d'hydrolyse constituent un exemple de réactions inverses menant à un équilibre chimique. C'est un exemple de choix pour illustrer le contrôle de réactions chimiques en TS.

### Matériel

- 2 Ballons de 50 mL,
- 2 chauffe-ballons
- 2 Réfrigérants droits,
- 1 Colonne vigreux
- 2 Plaques chauffantes + agitation
- Pipette graduée de 10 mL
- Ampoule à décanter
- Compte-gouttes
- Éprouvette graduée de 20 mL
- 1 petit Erlen pour le distillat,
- 1 bécher de 500 mL
- Entonnoir, cristalliseur
- Papier filtre
- Film alimentaire
- Thermomètre,

### Produits

- Acide acétique
- Alcool isoamylique
- Formiate d'éthyle
- Acide formique
- Ethanol
- Acétate d'iosamyle
- Acide sulfurique concentré
- Eau distillée
- $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhydre
- Phénolphtaléine
- NaOH à 2M
- $\text{HCO}_3\text{Na}$  en solution saturée
- NaCl en solution saturée
- Huile alimentaire
- EDTA 1M
- eaux minérales