

Questions/Réponses sur les modes opératoires

Il est nécessaire de savoir schématiser et légènder, un montage à reflux, une distillation fractionnée, une ampoule à décanter, une filtration sur Buchner (cf : fiche "Principales opérations au laboratoire").

A. Réaction d'estérification : acide + alcool = ester + eau

C'est une transformation **limitée, lente et athermique** : il est donc souhaitable de déplacer l'équilibre (pour augmenter le rendement), et d'augmenter la vitesse de réaction (en jouant sur des facteurs cinétiques).

Remarque : pour une réaction d'hydrolyse, il faut bien sûr adapter les réponses relatives au déplacement d'équilibre.

1. Pourquoi l'acide (ou l'alcool) a été introduit en excès ?

L'introduction d'un réactif en excès permet de déplacer l'équilibre dans le sens où il y a consommation du réactif introduit : ici dans le sens de l'estérification.

Le rendement (calculé par rapport au réactif introduit en défaut) est alors augmenté.

Il est aussi possible d'éliminer un des produits de la réaction pour déplacer l'équilibre :

– l'eau (par un montage de type Dean-Stark),

– ou l'ester au fur et à mesure de sa formation (par distillation s'il est le composé le plus volatil parmi les produits et réactifs).

2. Pourquoi introduire de l'acide sulfurique (ou de l'acide paratoluènesulfonique APTS) ?

Ces acides catalysent les deux réactions (estérification et hydrolyse) et permettent d'atteindre plus rapidement l'état d'équilibre. Les deux réactions inverses étant catalysées, l'ajout d'acide sulfurique ne modifie pas l'état d'équilibre.

3. Pourquoi utiliser un montage à reflux ?

Le montage à reflux permet d'effectuer la transformation à température élevée (la température d'ébullition du mélange) : la température étant un facteur cinétique, la vitesse de réaction augmente et l'état d'équilibre est atteint plus rapidement.

Le montage à reflux permet de réaliser la transformation à température élevée sans pertes des constituants du mélange réactionnel : les vapeurs sont condensées sur les parois froides du réfrigérant et retombent dans le ballon.

4. Quel est le rôle de la pierre ponce ?

Elle permet de réguler l'ébullition en favorisant la formation de petites bulles.

5. Pourquoi refroidir le mélange avant les lavages ?

a. Pour limiter les dégagements de vapeurs.

b. L'ajout d'eau lors des lavages pourrait déplacer l'équilibre dans le sens de l'hydrolyse et détruire en partie l'ester formé. Baisser la température (trempe thermique, la température est un facteur cinétique) permet de bloquer la réaction d'hydrolyse.

6. Quel est le rôle du lavage par la solution aqueuse de chlorure de sodium ($\text{Na}^+ + \text{Cl}^-$) ?

a. L'acide carboxylique et le catalyseur acide sont très solubles dans l'eau : le lavage permet d'éliminer une grande partie de ces acides.

b. Le chlorure de sodium permet d'augmenter la densité de la phase aqueuse et facilite la séparation des deux phases.

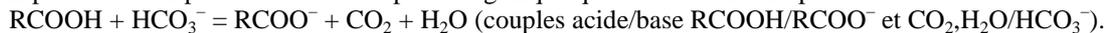
7. Quelle est la position relative des deux phases ?

Comparer les densités (ou les masses volumiques) de la phase aqueuse et de la phase organique (regarder la densité du solvant organique utilisé). La phase la plus dense est la phase inférieure.

Si l'on ne dispose pas de ces données, ajouter quelques gouttes d'eau et suivre le trajet de ces gouttes pour identifier la phase aqueuse.

8. Quel est le rôle du lavage par la solution aqueuse d'hydrogencarbonate de sodium ($\text{Na}^+ + \text{HCO}_3^-$) ?

Il peut rester un peu d'acide dans la phase organique qui est alors éliminé par la réaction acide base :



L'ion carboxylate formé n'est plus soluble en phase organique mais l'est en phase aqueuse.

On peut contrôler la neutralisation par mesure du pH (papier pH).

9. Quel est le rôle du sulfate de magnésium anhydre ?

C'est un desséchant qui permet d'éliminer les dernières traces d'eau sous forme d'hydrate.

Il faut en rajouter jusqu'à ce qu'une partie du sulfate de magnésium reste sous forme d'une suspension fine.

10. Comment calculer le rendement ?

Il doit être calculé par rapport au réactif introduit en défaut.

B. Réaction de saponification : $\text{RCOO-R}' + \text{HO}^- = \text{RCOO}^- + \text{R}'\text{OH}$

C'est une transformation **lente mais totale**. Il faut ici là aussi augmenter la vitesse de la transformation : cf A3.

1. Dans quel but verse-t-on le mélange final dans de l'eau salée ?

Les savons sont faiblement solubles dans l'eau et encore moins dans l'eau salée.

Leur dissolution n'est pas totale, elle est limitée : $\text{RCOONa}_{(\text{solide ionique})} \xrightleftharpoons[\text{ajout d'ions Na}^+(2)]{\text{eau}(1)} \text{RCOO}^-_{(\text{aqueux})} + \text{Na}^+_{(\text{aqueux})}$

Une addition de chlorure de sodium déplace l'équilibre dans le sens (2) (il y a déplacement de l'équilibre dans le sens où le réactif introduit Na^+ est consommé) ce qui permet de faire précipiter le savon : **relargage**.

2. Expliquer le pH basique d'une solution d'eau savonneuse.

Une solution d'eau savonneuse est une solution de carboxylate de sodium ($\text{Na}^+ + \text{RCOO}^-$) : l'ion sodium est indifférent mais l'ion carboxylate est une base faible (base conjuguée de RCOOH), ce qui explique le pH basique de la solution.

3. Comment récupérer le savon ?

Le savon est un solide ionique, on le récupère par filtration sous vide (filtre de Buchner).