



Synthèse d'un biodiesel

L'ester éthylique de colza (EEC) est un biodiesel, produit de la transestérification des triglycérides contenus dans l'huile de colza avec de l'éthanol. La transformation des huiles ou des graisses en esters éthyliques permet de réduire : la masse moléculaire à un tiers de celle de l'huile, la viscosité d'un facteur huit, la densité et d'augmenter la volatilité.

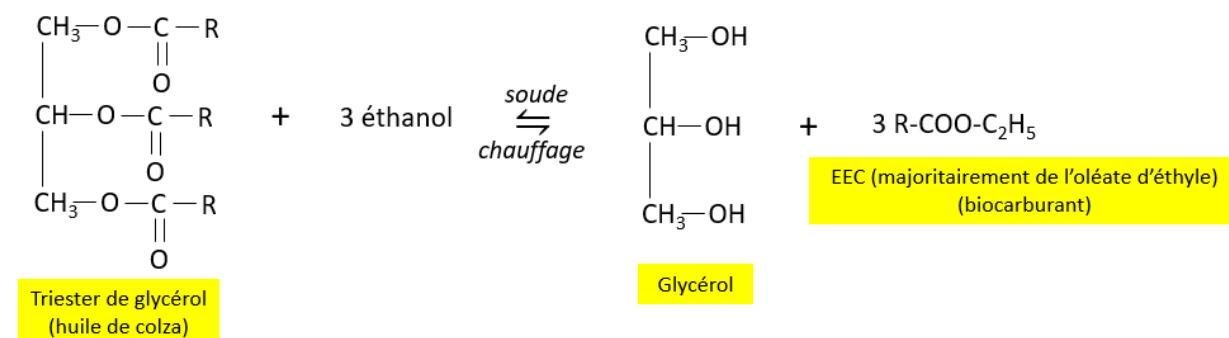
Les propriétés des esters éthyliques obtenus lors des réactions de transestérification sont proches de celles du diesel (capacité à s'enflammer, quantité d'énergie libérée lors de la combustion). L'EEC possède toutes les propriétés essentielles pour être un bon carburant et pour le substituer au diesel.



Quelles sont les différentes étapes de la synthèse du biodiesel ?

On réalise la synthèse du biodiesel par transestérification de l'huile de colza avec l'éthanol en présence de soude. On obtient un mélange d'esters éthyliques du colza (EEC) appelé diester contenant principalement de l'oléate d'éthyle et un sous-produit, le glycérol.

Équation de la réaction :



Remarque : Par la suite on considèrera que l'huile de colza est constituée uniquement de trioléate de glycéryle pour lequel la chaîne ramifiée R est $\text{C}_{17}\text{H}_{33}$.

La stœchiométrie de la réaction implique l'utilisation de trois moles d'éthanol pour une mole de trioléate de glycéryle afin d'obtenir une mole de glycérol et 3 moles d'ester éthylique. Toutefois, la transestérification est une transformation non totale qui atteint un état d'équilibre. Pour favoriser la transformation dans le sens de formation de l'ester éthylique, un excès d'alcool est préconisé avec un rapport molaire de 6 : 1.

Document n°1 : Données physico-chimiques

Espèces chimiques	M (g.mol ⁻¹)	d (densité)	T _{éb} (°C)	Solubilité
Huile de colza	884	0,91	360	Insoluble dans l'eau et dans l'éthanol
Glycérol	92	1,25	148	Soluble dans l'eau et dans l'éthanol
Éthanol	46	0,79	78	Soluble dans l'eau
Oléate d'éthyle (EEC)	310	0,89	205	Insoluble dans l'eau, soluble dans l'éthanol

1^{ère} étape de la synthèse : la transformation chimique

Réaliser le protocole expérimental ci-dessous.

En cas de besoin, vous pouvez vous aider du lien suivant : (https://youtu.be/et6szJy_eSA)



Protocole 1 :

- ☐ Dans un ballon monocol de 250 mL, introduire à l'éprouvette graduée, 100 mL d'huile de colza et 50 mL de solution de soude alcoolique.
- ☐ Introduire le barreau aimanté dans le ballon (ou la pierre ponce) puis adapter celui-ci au réfrigérant à eau.
- ☐ Chauffer modérément tout en maintenant une agitation énergique pendant 45 minutes (le temps est compté à partir du moment où on observe un reflux, lorsque la première goutte de mélange retombe dans le ballon).
- ☐ Pendant ce temps, répondre aux questions.
- ☐ Laisser le ballon refroidir à température ambiante en descendant l'agitateur magnétique chauffant.
- ☐ Arrêter la circulation d'eau dès que le reflux cesse.

Questions

1. Identifier le type de réaction qui modélise la transformation chimique.
2. Quel rôle joue la soude dans la réaction ?
3. Déterminer les quantités de matière des réactifs introduits.

Remarque : la solution de soude alcoolique a été préparée en dissolvant 0,90 g d'hydroxyde de sodium (soude) dans 50 mL d'éthanol absolu.

- a. Déterminer le réactif limitant et donner la valeur de x_{max} .
- b. En déduire la quantité de matière puis la masse maximale de biocarburant que l'on peut théoriquement obtenir.
4. Préciser les conditions opératoires qui ont permis d'optimiser cette synthèse.

2^{ème} étape de la synthèse : Isolement par extraction liquide-liquide

On souhaite séparer l'ester « biocarburant » des autres constituants du mélange.

Réaliser le protocole expérimental ci-dessous.

En cas de besoin, vous pouvez vous aider du lien suivant : (<https://youtu.be/t1JGfxSJv-k>)



Protocole 2 :

- ☐ Transvaser le contenu du ballon dans l'ampoule à décanter et ajouter 20 mL d'eau distillée.
- ☐ Agiter et dégazer (sécurité).
- ☐ Soutirer la phase aqueuse qui sera mise de côté.
- ☐ Récupérer la phase organique dans un bécher préalablement taré.
- ☐ Peser la phase organique ainsi obtenue.

Questions

3. Quelles propriétés doit avoir le solvant extracteur pour être utilisé en extraction liquide-liquide ?

3^{ème} étape de la synthèse : purification par distillation fractionnée

On souhaite purifier l'ester « biocarburant » des traces d'éthanol solubilisé dans la phase organique.

Réaliser le protocole expérimental ci-dessous.

En cas de besoin, vous pouvez vous aider du lien suivant : (<https://youtu.be/Y1gBJHPktfg>)



Protocole 3 :

- ☐ Récupérer la phase contenant l'ester de l'ampoule à décanter et la transvaser dans un ballon de 250 mL, ajouter le barreau aimanté
- ☐ Adapter le ballon à la colonne de Vigreux du montage de distillation et monter le chauffe-ballon en butée.
- ☐ Démarrer la circulation d'eau froide et mettre en marche le chauffage (au maximum au début puis redescendre quand la température augmente).
- ☐ Observer l'évolution de la température en tête de colonne (faire un relevé régulier des températures).
- ☐ Stopper le chauffage dès que la température commence à décroître et laisser refroidir à température ambiante.

Questions :

4. Représenter l'évolution de la température en tête de colonne durant toute la durée de la distillation.
5. Pourquoi la température décroît en haut de la colonne de Vigreux, une fois tout le premier constituant récupéré ?

4^{ème} étape de la synthèse : Analyse du produit purifié

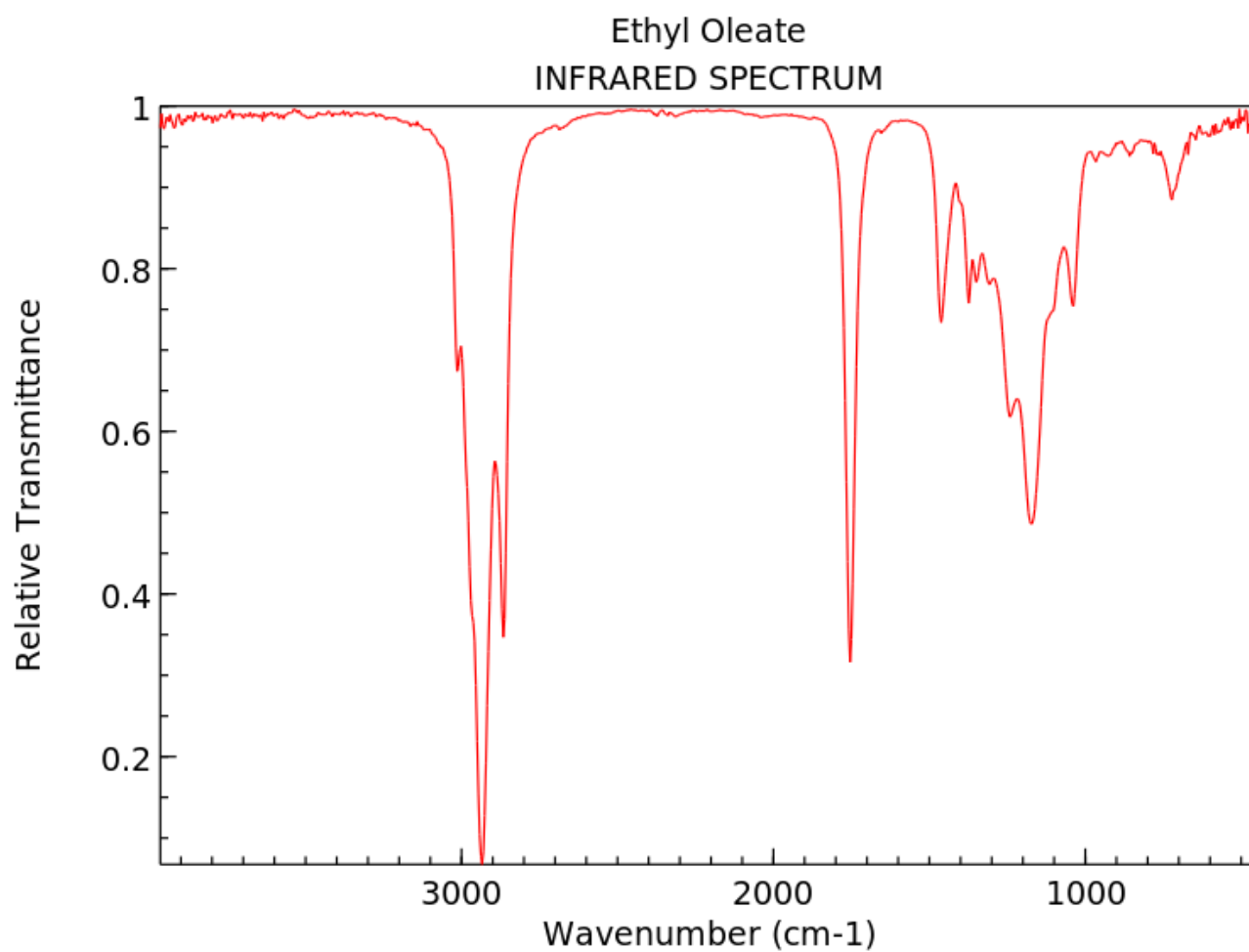
Document n°2 : Rendement d'une synthèse

Le rendement d'une synthèse, noté η (exprimé en %) est le rapport de la quantité de matière du produit d'intérêt obtenu expérimentalement noté $n_{\text{produit,exp}}$ par la quantité de matière maximale théorique de produit attendu si la transformation chimique était totale $n_{\text{produit,théo}}$:

$$\eta = \frac{n_{\text{produit,exp}}}{n_{\text{produit,théo}}} = \frac{m_{\text{produit,exp}}}{m_{\text{produit,théo}}}$$

Mettre en œuvre le protocole de détermination de la masse volumique d'EEC (audio).

5. Comparer la valeur de la masse volumique mesurée à la valeur de référence proposée dans le document 1. La mesure semble-t-elle acceptable ? Discuter des sources d'erreur possibles.
6. Calculer le rendement de la synthèse.
7. A l'aide du spectre IR fourni en annexe, identifier les bandes caractéristiques de produit purifié.



NIST Chemistry WebBook (<https://webbook.nist.gov/chemistry>)