

# CHM 101

## Structure et réactivité de la matière

### Laboratoire #2 : Synthèse du biodiésel

#### Introduction<sup>1</sup>

Les biocarburants (ou agrocarburants) au sens strict sont des carburants liquides produits à partir de plantes cultivées. Suivant les filières, on cherche à produire de l'huile ou de l'alcool par fermentation alcoolique de sucres ou d'amidons hydrolysés. De façon générale, les lipides fournissent des carburants plus adaptés aux moteurs à cycle diesel alors que les alcools sont mieux adaptés pour remplacer l'essence dans les moteurs à allumage commandé. Au sens large de « biocarburant », on y inclut aussi parfois les carburants gazeux (hydrogène ou méthane) obtenus à partir des biomasses végétale ou animale et les carburants solides comme le charbon de bois.

Pour utiliser les biocarburants dans les moteurs, deux approches sont possibles. Soit on cherche à adapter le biocarburant par transformation chimique à des moteurs conçus pour fonctionner avec des dérivés du pétrole ; c'est la stratégie dominante actuellement (et celle que nous allons appliquer dans cette expérience); soit on cherche à adapter le moteur au biocarburant naturel, non transformé chimiquement. Cette stratégie permet une production locale (décentralisée) des carburants.

#### Le biodiésel<sup>2</sup>

Le biodiésel est un biocarburant obtenu à partir d'huiles végétales ou de gras animal. Ces matières grasses sont transformées en biodiésel par un procédé chimique appelé transestérification, en faisant réagir l'huile ou le gras avec un alcool (méthanol ou éthanol). Le biodiésel peut être utilisé seul dans les moteurs, mais en général, il est incorporé au pétrodiesel dans des proportions de 5 à 30 %. Les mélanges de diesel avec du biodiésel sont désignés par la lettre « B » suivie du pourcentage de biodiésel. Ainsi B20 décrit un mélange contenant 20 % de biodiésel et B100 désigne le biodiésel pur. En France, on parle aussi de « Diester » (une contraction de « diesel » et « ester »), une marque déposée.

Les prototypes des moteurs diesel, inventés par Rudolf Diesel, fonctionnaient à l'huile végétale, l'ancêtre des biocarburants ; mais les huiles, sous forme de triglycérides, sont généralement trop visqueuses, du moins à basse température, pour remplacer directement le pétrodiesel. De même, la plupart des acides gras sont solides à température pièce. L'hydrolyse de l'huile et l'estérification du groupement carboxylate de l'acide gras, ou la transestérification directe de l'huile permettent d'obtenir un liquide dont la viscosité se rapproche de celle du pétrodiesel.

---

<sup>1</sup> Extrait provenant de l'article *Biocarburant* dans Techno-Science.net. Disponible sur : <http://www.techno-science.net/?onglet=glossaire&definition=1057>.

<sup>2</sup> Extrait provenant de l'article *Biodiesel* dans Wikipédia. Disponible sur : <https://fr.wikipedia.org/wiki/Biodiesel>.

# CHM 101

## Structure et réactivité de la matière

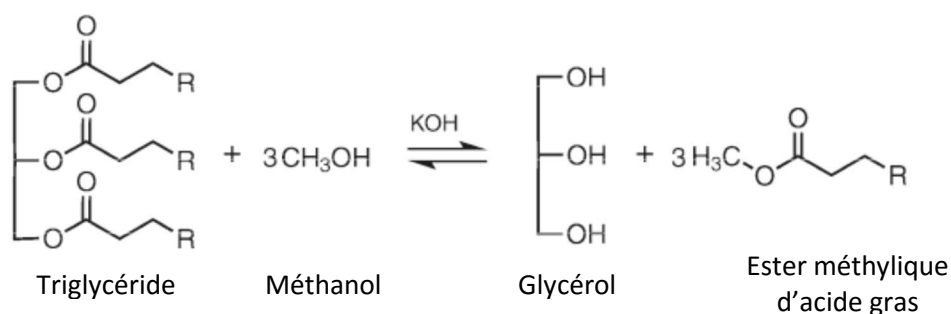
### Synthèse du biodiésel

#### But

Le but de cette expérience est de faire la transestérification d'une huile pour la transformer en biodiesel. Ce biodiesel sera ensuite caractérisé dans des expériences ultérieures. Un autre objectif consiste à familiariser l'étudiant avec la problématique de l'énergie renouvelable, un sujet environnemental du jour et de grande importance.

#### Préparation du biodiésel

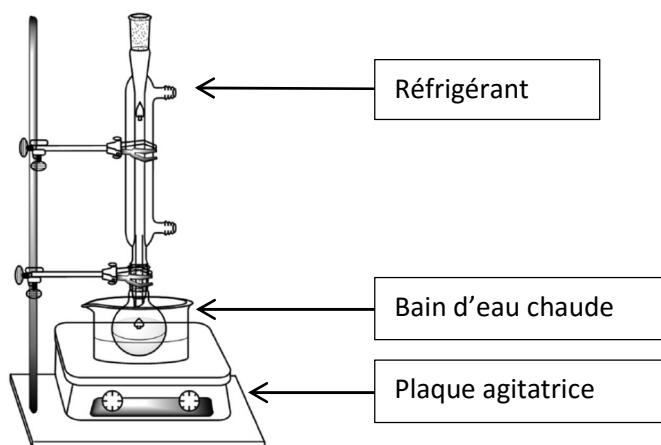
Une réaction générale de transestérification avec le méthanol est représentée ci-dessous. Cette réaction produit du glycérol et le biodiesel.



Source de l'image : *J. Chem. Educ.*, 88:2, 197-200.

En absence de catalyseur, cette réaction est très lente. Dans notre expérience, le catalyseur utilisé sera l'hydroxyde de potassium, même en présence d'un catalyseur, il faut chauffer le mélange pour raccourcir le temps de réaction. Puisque la réaction est une réaction d'équilibre dont la constante n'est pas très élevée, le rendement de la réaction peut être amélioré en utilisant un excès d'un des réactifs (principe de Le Chatelier); dans notre cas ce sera le méthanol (bon marché et facilement disponible).

Préparer le montage de chauffage à reflux pour la synthèse du biodiesel comme montré à la figure ci-dessous :



Source de l'image : *Chem. Educ. Res. Pract.*, 2014, 15, 550-567

## CHM 101

### Structure et réactivité de la matière

**Attention** : toute trace d'eau va produire du savon plutôt que du biodiesel. Il faut sécher parfaitement toutes les pièces du montage.

1. Dans un ballon de 250 mL, mettre 15 mL de méthanol anhydre et ~0,5 g d'hydroxyde de potassium. Ajouter un barreau magnétique et agiter pour dissoudre le KOH.
2. Ajouter 50 mL d'huile. (Peser le cylindre avant et après l'ajout pour déterminer la masse d'huile.
3. Mettre le tout sous reflux pendant 45 minutes. Insérer un thermomètre dans le bain d'eau.
4. Refroidir à la température de la pièce et transférer le tout dans une ampoule à décantation ; attendre la séparation des phases ; éliminer la phase du dessous et passer à l'action de lavage du biodiesel obtenu.
5. Le lavage à l'eau sert à enlever la base (KOH) et le méthanol dissous dans le biodiesel. Ajouter des petites quantités (20 à 30 mL) d'eau, brasser, séparer les phases, écarter la phase aqueuse.
6. Après chaque lavage, vérifier le pH de la phase aqueuse à l'aide d'un papier pH et laver jusqu'à pH presque neutre.
7. Séparer les phases une dernière fois et centrifuger le biodiesel pour obtenir un produit parfaitement transparent. Transférer le biodiesel dans une bouteille de 50 mL. N'oublier pas de peser la bouteille avant d'y mettre le biodiesel, vous avez besoin de la masse de celui-ci pour calculer le rendement de la réaction de transestérification.

Une fois le biodiesel synthétisé, vous allez faire une séparation par chromatographie sur couche mince pour vérifier la pureté de votre biodiesel.

#### Vérification de la pureté du biodiesel par chromatographie sur couche mince (CCM)

1. Dans une plaque de CCM de silice ayant comme dimensions 10 cm de hauteur par 5 cm de largeur, tracer avec un crayon un trait horizontal à environ 1 cm du bas de la plaque CCM.
2. Marquer, avec le crayon, deux points sur ce trait, séparés de 1.5 cm chacun.
3. Déposer, à l'aide d'un capillaire en verre, un petit volume des solutions suivantes :
  - a. Point #1 : Glycérol 1% (w/v) dans H<sub>2</sub>O : acétone 1 :4
  - b. Point #2 : Votre biodieselEt ensuite, laisser sécher la plaque.
4. Répéter l'étape indiquée au #3 une fois afin de déposer une masse de composé plus élevée que sera plus facilement détectable.
5. Une fois que les tâches sont sèches, déposer la plaque dans un récipient de verre avec un volume adéquat de acétonitrile : eau 95 : 5 (v/v) et fermer le récipient. Il est important que le volume de solvant dans le récipient ne touche pas les points de vos solutions.
6. Une fois que le solvant est approximativement à 1 cm du bord supérieur, sortir la plaque et laisser sécher horizontalement sous la hotte.
7. La plaque sèche est ensuite immergée dans une solution fraîchement préparée de permanganate de potassium 0.5% (KMnO<sub>4</sub> dans NaOH 1 N).
8. Mesurer et comparer les tâches observées.

**CHM 101**  
**Structure et réactivité de la matière**

**Calculs**

Le tableau ci-dessous présente quelques propriétés physico-chimiques des réactifs de départ et des produits obtenus. Trois moles de méthanol réagissent avec une mole d'huile.

	Huile de soya	Méthanol	Biodiésel	Glycérol
Masse molaire (g mol <sup>-1</sup> )	872	32	292	92
Masse volumique (g mL <sup>-1</sup> )	0.92	0.79	0.88	1.25
Température d'ébullition (°C)	257	65	348	290

**CHM 101**  
**Structure et réactivité de la matière**

**Rapport de laboratoire**

Le rapport de laboratoire devrait être simple et concis (1 rapport par équipe).

- **Décrire en quelques lignes l'objectif du laboratoire (5 points)**
  - N'incluez pas de section « théorie »
- **Section résultats (30 points)**
  - Ajouter vos calculs et équations
  - Déterminer le rendement de votre réaction.
- **Discuter les observations et résultats obtenus. (50 points)** Par exemple, dire si les observations correspondent au résultat attendu et si ce n'est pas le cas, expliquer pourquoi.
  - La réaction de transestérification nécessite trois moles de méthanol par mole d'huile. Quel était votre ratio expérimental ?
  - À partir des résultats de la CCM, pouvez-vous affirmer que votre biodiesel contenait plus ou moins de 1% de glycérol ?
- **Tirez une conclusion générale de votre laboratoire (15 points)**