

Chap. 8 – La synthèse organique

« Synthèse d'un biodiesel »

Chap.8 – AE

Capacités exigibles :

- Justifier, à partir des propriétés physico-chimiques des réactifs et produits, le choix de méthodes d'isolement, de purification ou d'analyse.
- Déterminer, à partir d'un protocole et de données expérimentales, le rendement d'une synthèse.
- Schématiser des dispositifs expérimentaux des étapes d'une synthèse et les légènder.
- Mettre en œuvre un montage à reflux pour synthétiser une espèce chimique organique.
- Isoler, purifier et analyser un produit formé.

INTRODUCTION :

- L'ester éthylique de colza (EEC) est un biodiesel, produit à partir de la transestérification des triglycérides, contenus dans l'huile de colza, avec de l'éthanol.
- Les propriétés de l'EEC sont proches de celles du diesel (capacité à s'enflammer, quantité d'énergie libérée lors de la combustion), il possède donc toutes les propriétés essentielles pour être un bon carburant et pour se substituer au diesel.

QUESTION :

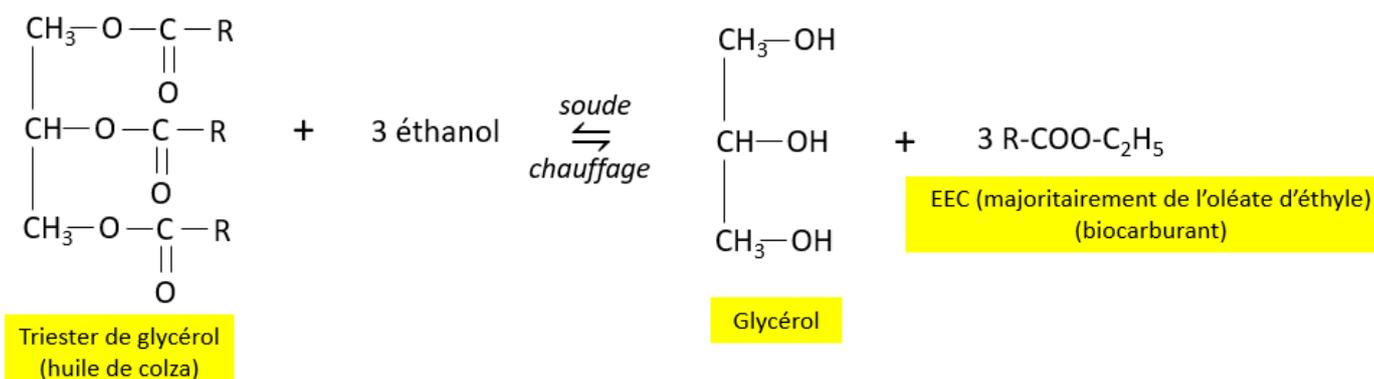
Quelles sont les différentes étapes de manipulation permettant la synthèse de l'EEC ?

Document n°1 : « Données physico-chimiques des espèces chimiques »

Espèces chimiques	M (g·mol ⁻¹)	ρ (g·mL ⁻¹) à 20°C	θ _{éb} (°C)	Solubilité
Huile de colza	884	0,91	> 200	Insoluble dans l'eau et dans l'éthanol
Glycérol	92,0	1,25	290	Soluble dans l'eau et dans l'éthanol
Ethanol	46,0	0,79	78	Très soluble dans l'eau
Oléate d'éthyle	310	0,89	> 200	Insoluble dans l'eau, soluble dans l'éthanol

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

Équation de la réaction :



Par la suite on considèrera que l'huile de colza est constituée uniquement de trioléate de glycéryle pour lequel la chaîne ramifiée R est $C_{17}H_{33}$.

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

Document n°2 : « protocole expérimental première étape de la synthèse »

Protocole expérimental :

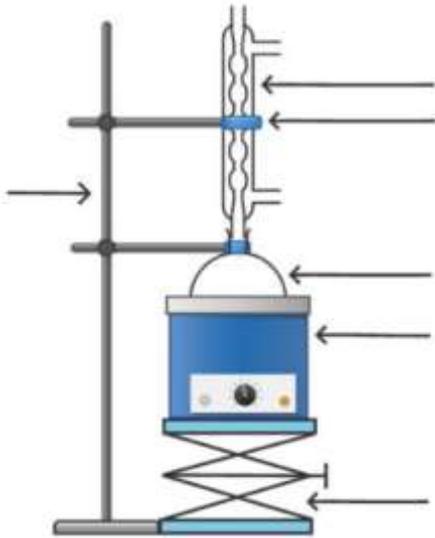
- Dans un ballon monocol de 250 mL, introduire à l'éprouvette graduée, 100 mL d'huile de colza et 50 mL de solution de soude alcoolique ainsi que le barreau aimanté.
- Fixer le ballon au réfrigérant à eau et adapter la hauteur du support élévateur.
- Chauffer à reflux tout en maintenant une agitation pendant 45 minutes (le temps est compté à partir du moment où on observe un reflux, c'est-à-dire au moment où la première goutte de mélange retombe dans le ballon, attention à ce que l'ébullition soit légère).
- Laisser le ballon refroidir à température ambiante, après les 45 minutes, en descendant l'agitateur magnétique chauffant et en coupant le chauffage.
- Arrêter la circulation d'eau dès que le reflux cesse

Questions :

Réaliser :

1.	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.	
2.	a. Déterminer le réactif limitant et donner la valeur de x_{max} , si la réaction est totale. b. En déduire la quantité de matière puis le volume maximum de biocarburant que l'on peut obtenir.	
3.	Visualiser la vidéo ci-contre, qui vous montre la manipulation décrite dans le document n°2. Prendre des notes, elles vous seront utiles : - pour répondre aux questions qui suivront. - pour réaliser, par la suite, la manipulation.	

S'approprier :

4.	a. Compléter la légende, du montage de chauffage à reflux avec les termes suivants : réfrigérant à eau, ballon, chauffe ballon avec barreau magnétique, pince, potence. b. Ajouter, au niveau du réfrigèrent, deux flèches : entrée d'eau et sortie d'eau.	
----	---	--

S'approprier :

5.	<p>Compléter le texte à trous avec les mots ci-dessous : <i>refroidir, surpression, chauffe-ballon, élévateur, température, baisser, l'eau, réfrigérant.</i></p> <ul style="list-style-type: none"> Le sommet du ne doit pas être bouché pour éviter toute Il est impératif de mettre en route la circulation de dans le réfrigérant avant d'allumer le En cas d'emballement de la réaction, il faut d'abord réduire la puissance de chauffage et si nécessaire le support pour faire diminuer la dans le ballon. À la fin de la synthèse, il faut laisser le mélange réactionnel avant de récupérer le contenu du ballon.
6.	Donner les deux intérêts du chauffage à reflux.

Réaliser :

7.	<p>a. Réaliser le protocole expérimental du document n°2.</p> <p>b. Laisser la transformation chimique se réaliser et continuer à répondre à la suite des questions, tout en contrôlant régulièrement le reflux.</p>
----	--

II : 2^{ème} étape : isolement de l'oléate d'éthyleQuestions :Analyser :

8.	Donner le nom des espèces présentes à la fin de la transformation chimique, en considérant cette dernière comme totale.
9.	<p>a. Indiquer et justifier le choix de la technique utilisée pour isoler l'oléate d'éthyle.</p> <p>b. Nommer et justifier le solvant extracteur adapté ici, en vous aidant du document n°1.</p>

Réaliser :

10.	<p>Réaliser le protocole expérimental suivant :</p> <ul style="list-style-type: none"> Transvaser, après avoir récupéré l'olive, le contenu du ballon dans l'ampoule à décanter et ajouter 20 mL du solvant extracteur. Agiter et dégazer.
11.	Schématiser et légender le montage de l'extraction liquide-liquide, une fois la décantation faite.

III : 3^{ème} étape : purification du produit brut par distillation fractionnée

Document n°3 : « *protocole expérimental - troisième étape de la synthèse* »

Protocole expérimental :

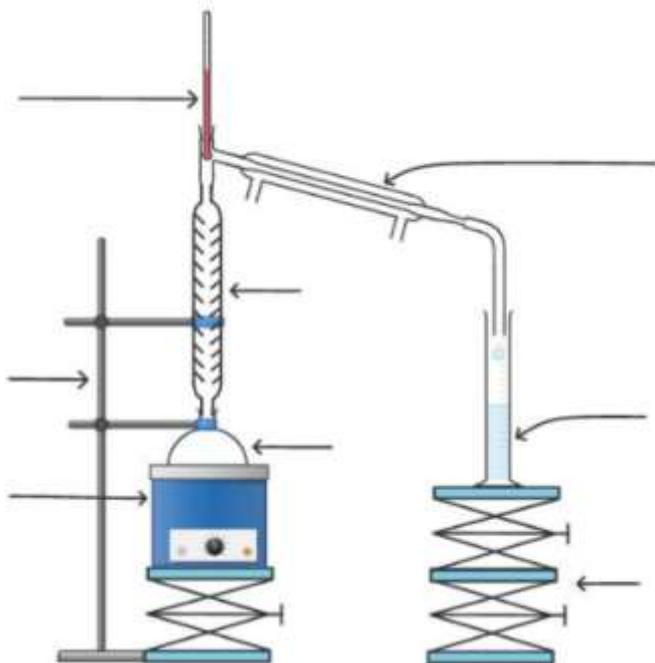
- Transvaser le brut liquide dans un ballon de 250 mL et ajouter le barreau aimanté
- Adapter le ballon à la colonne de Vigreux du montage et ajuster la hauteur de l'élévateur.
- Démarrer la circulation d'eau froide et mettre en marche le chauffage (au maximum au début puis redescendre quand la température augmente).
- Observer l'évolution de la température en tête de colonne.
- Stopper le chauffage dès que la température commence à décroître et laisser refroidir à température ambiante.

Questions :

Réaliser :

12.	<ul style="list-style-type: none"> • Scanner le QRcode ci-contre. • Visualiser la vidéo et prendre des notes. • Répondre aux questions, puis indiquer votre prénom et envoyer vos réponses (bouton en haut à droite). • Enregistrer le code copie qui vous est fourni pour accéder à votre résultat. 	
13.	Réaliser le protocole expérimental du document n°3.	

S'approprier :

14.	<p>Légender le schéma du montage de la distillation fractionnée.</p> 
-----	---

Analyser :

15.	<p>a. Noter la température en tête de colonne lorsque la première goutte de distillat coule.</p> <p>b. En déduire le composé que la distillation permet de séparer et ce qu'il reste dans le ballon.</p>
16.	Pourquoi la température décroît en haut de la colonne de Vigreux, une fois tout le premier constituant récupéré ?

IV : Analyse du produitDocument n°4 : « Rendement d'une synthèse »

Le rendement d'une synthèse, noté η est le rapport de la quantité de matière du produit obtenue expérimentalement noté $n_{\text{produit,exp}}$ sur la quantité de matière maximale théorique de produit attendu (tableau d'avancement), $n_{\text{produit,théo}}$:

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

Remarque :

- Il est possible d'utiliser la masse comme grandeur physique, plutôt que la quantité de matière en particulier quand le produit d'intérêt est un solide ou le volume quand le produit est un liquide
- Un rendement, en synthèse organique, est rarement supérieur à 70%.

Questions :Analyser :

17.	Proposer un protocole expérimental permettant de déterminer la masse volumique du biocarburant synthétisé.
-----	--

Valider :

18.	Comparer la valeur mesurée à la valeur de référence proposée, votre mesure semble-t-elle acceptable ? Discuter des sources d'erreurs possibles.
19.	Déterminer le rendement de cette synthèse et conclure.

Bilan – Les points suivants sont à savoir et à savoir-faire :

- Être capable de repérer les différentes étapes d'une synthèse et de les nommer.
- Être capable de repérer les états des réactifs et du produit recherché (liquide, solide, dissous).
- Savoir représenter et légender les différents montages vus dans cette activité, connaître leur nom et être capable d'expliquer le sens de circulation de l'eau quand cela est nécessaire.