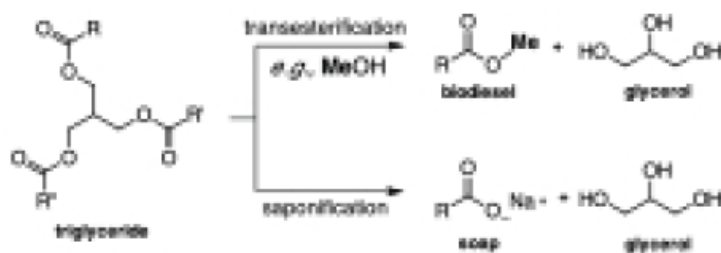


PREPARAZIONE DEL BIODIESEL

Incorporare gli esperimenti di laboratorio che sono applicabili agli eventi attuali possono aumentare l'interesse degli studenti e la loro comprensione di challenge di rilevanza scientifica che la nostra società deve affrontare. La sintesi del biodiesel e la ricerca di fonti di energia sostenibili e rinnovabili sono temi molto attuali.

Il biodiesel è semplice da preparare e la transesterificazione standard può essere effettuata tramite diverse procedure (e.g. convenzionali, microonde) con differenti materie prime (e.g. oli filtrati/riciclati, soia, olive) e con vari catalizzatori (KOH, K_2CO_3). Questa reazione è complicata dalla saponificazione dei sottoprodotti che possono essere formati in eccesso di acqua.



Procedura

Anche se ci sono molte procedure disponibili, abbiamo selezionato la seguente.

Pesare approssimativamente 3g di olio. Assumere che l'olio (materia prima) abbia una massa molare media di 880g/mol e calcolare la quantità di K_2CO_3 necessario in modo tale che sia il 6% della massa dell'olio. Aggiungere 6mmol di MeOH anidro per ogni mmol di olio usato. Scaldare la miscela a 60°C per 40 minuti.

Dopo che la reazione è completata, la miscela dovrebbe essere fatta raffreddare prima dell'aggiunta lenta dell'acido acetico.

Usando un imbuto separatore, isolare il biodiesel e lavarlo 3 volte con acqua tiepida. La frazione di biodiesel può essere poi campionata e asciugata con $MgSO_4$ e filtrata. Il volume e il peso del biodiesel dovrebbero essere misurati e registrati, insieme alla determinazione del punto di ebollizione. Altre tecniche, come la rotazione ottica possono essere utilizzata per stabilire la completezza delle reazioni.

Discussione degli studenti

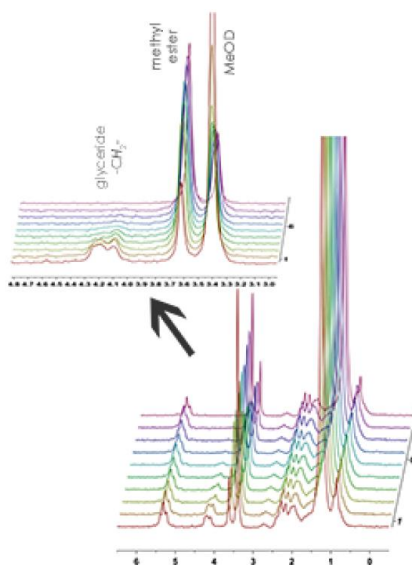
Da questo, gli studenti dovrebbero discutere la reazione, la completezza della reazione, la formazione di sottoprodotti e commentare la purità della reazione.

L'uso della spettroscopia NMR fornisce evidenze aggiuntive per la comprensione delle reazioni, il loro monitoraggio, osservando la formazione di ogni sottoprodotto e introducendo la cinetica.

Modificare questo esperimento con NMReady

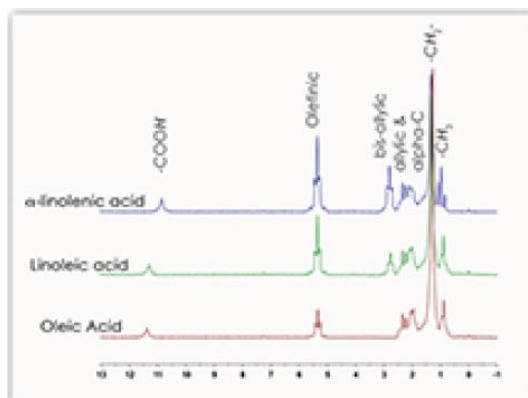
1. Aggiungere 0.5mL di d- CHCl_3 a 10 NMR tubes pulite e asciutte.
2. Pesare l'olio (materia prima) in un beaker equipaggiata con una stirbar.
3. Aggiungere il MeOD all'olio e agitare fino che sono ben miscelati. Scaldare fino a 60°C.
4. Aggiungere il K_2CO_3 e agitare per 30 secondi.
5. Prendere un'aliquota di 0.1mL della miscela di reazione e aggiungerla alla preparazione iniziale nelle NMR tubes.
6. Acquisire uno spettro ^1H con i seguenti parametri:
SW=12 ppm ns=4scans
Delay time=1 sec total time=20 sec
Salvare il file con il nome dell'intervallo di tempo che è stato utilizzato.
7. Prendere un'aliquota di 0.1mL ogni 4-5 min, aggiungerla all'NMR tube e acquisire uno spettro con gli stessi parametri per i prossimi 45 min.

Esempio di risultati acquisiti con un ^1H NMR 60MHz

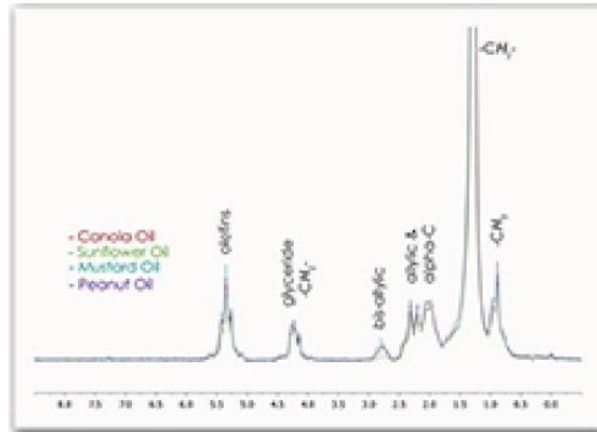


Discussione estesa

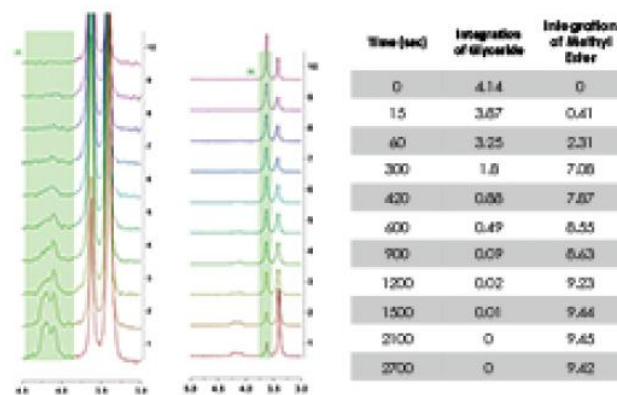
1. Assegnare tutte le risonanze ^1H NMR ai seguenti spettri



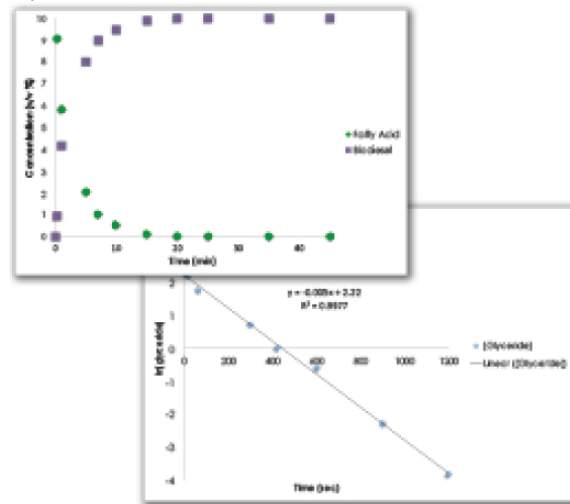
- Qual è la composizione chimica degli oli edibili? Quale percentuale di ω -3, 6 e 9 sono presenti nell'olio (materia prima)?
- Assegnare ai picchi sottostanti negli spettri degli oli edibili. Evidenziare le differenze tra gli acidi grassi liberi e gli oli.



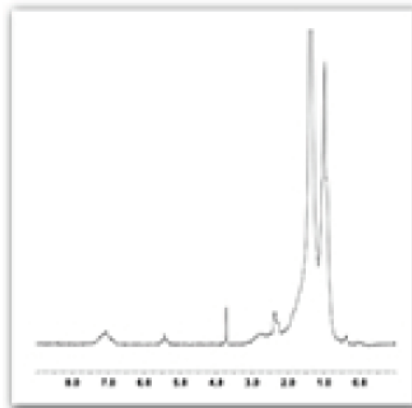
- Assegnare tutte le risonanze negli spettri ¹H NMR di monitoraggio della reazione del biodiesel registrati. Quali gruppi funzionali sono presenti?
- Quali picchi scompaiono durante la reazione? Quali appaiono? È in accordo con il meccanismo di reazione?
- Integrare questi picchi e tabularli.



- Fare un plot di speciazione del tempo vs. concentrazione delle specie.
- Prendere l'integrale del gliceride $[G(t)]$ e plottarlo in funzione del tempo: for (a) $[G(t)]$; (b) $\ln[G(t)]$; e (c) $1/[G(t)]$. Cosa ci dicono questi sull'ordine cinetico di reazione?



9. Perché usiamo il MeOD? Come sarebbero gli spettri usando il MeOH? E il d_4 -MeOH?
10. Stabilire la purezza del biodiesel sintetizzato.
11. Puoi differenziare i componenti del biodiesel? Come appare il materiale di partenza oleoso?
12. perché è necessaria la transesterificazione? Perché gli oli non sono usati come carburanti nel trasporto? Quali sono le differenze apprezzabili tra il materiale di partenza e il prodotto?
13. Qual è il valore registrato del biodiesel? Come appare rispetto ai carburanti attuali? Gasolio? Diesel?
14. Assumendo che il metil linoleato ($C_{19}H_{34}O_2$) è il principale componente, calcolare l'entalpia, l'entropia, l'energia libera di Gibbs nella reazione.
15. Come sarebbe lo spettro 1H NMR del diesel?
16. I biodiesel B5 e B20 sono comuni. Come distingui tra i componenti del diesel e del biodiesel usando i protoni della spettroscopia NMR? Assegnare i picchi sullo spettro sotto, evidenziando da quale fonte di carburante si sono originati.



Accessibilità dei dati

NMReady esporta verso un drive di rete e ha una funzione di stampa. Gli studenti possono elaborare e stampare in un software di terzi, come Mestrelab™, o usare direttamente NMReady. Un esempio di dati che possono essere incorporati in un report di laboratorio, elaborati e stampati direttamente da NMReady è presentato sotto:

p-bromobenzoate

1H NMR spectrum, recorded in CDCl3

Volume: 0.50 ml, Date: 10/10/2010
Chem: 120, Label: 120, Exp: 10/10/2010

Acquisition and processing parameters

NUC1 = 1H
P1 = 12.00
P2 = 0.00
P3 = 0.00
P4 = 0.00
P5 = 0.00
P6 = 0.00
P7 = 0.00
P8 = 0.00
P9 = 0.00
P10 = 0.00
P11 = 0.00
P12 = 0.00
P13 = 0.00
P14 = 0.00
P15 = 0.00
P16 = 0.00
P17 = 0.00
P18 = 0.00
P19 = 0.00
P20 = 0.00
P21 = 0.00
P22 = 0.00
P23 = 0.00
P24 = 0.00
P25 = 0.00
P26 = 0.00
P27 = 0.00
P28 = 0.00
P29 = 0.00
P30 = 0.00
P31 = 0.00
P32 = 0.00
P33 = 0.00
P34 = 0.00
P35 = 0.00
P36 = 0.00
P37 = 0.00
P38 = 0.00
P39 = 0.00
P40 = 0.00
P41 = 0.00
P42 = 0.00
P43 = 0.00
P44 = 0.00
P45 = 0.00
P46 = 0.00
P47 = 0.00
P48 = 0.00
P49 = 0.00
P50 = 0.00
P51 = 0.00
P52 = 0.00
P53 = 0.00
P54 = 0.00
P55 = 0.00
P56 = 0.00
P57 = 0.00
P58 = 0.00
P59 = 0.00
P60 = 0.00
P61 = 0.00
P62 = 0.00
P63 = 0.00
P64 = 0.00
P65 = 0.00
P66 = 0.00
P67 = 0.00
P68 = 0.00
P69 = 0.00
P70 = 0.00
P71 = 0.00
P72 = 0.00
P73 = 0.00
P74 = 0.00
P75 = 0.00
P76 = 0.00
P77 = 0.00
P78 = 0.00
P79 = 0.00
P80 = 0.00
P81 = 0.00
P82 = 0.00
P83 = 0.00
P84 = 0.00
P85 = 0.00
P86 = 0.00
P87 = 0.00
P88 = 0.00
P89 = 0.00
P90 = 0.00
P91 = 0.00
P92 = 0.00
P93 = 0.00
P94 = 0.00
P95 = 0.00
P96 = 0.00
P97 = 0.00
P98 = 0.00
P99 = 0.00
P100 = 0.00

