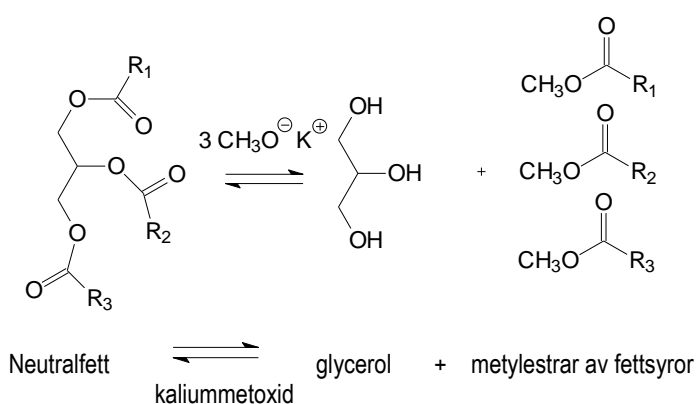




Inledning

Tillverka biodiesel enkelt och säkert

Teori: Att oljan blir allt dyrare verkar vara ett faktum. Hur länge till kan vi köra våra bilar på bensin? Det finns ett stort intresse att hitta alternativa drivmedel som framställs av förnyelsebara råvaror. Ett alternativ, som studeras, är att göra RME (Rapsoljemetylester) av rapsolja (FAME; Fatty Acid Methyl Ester, fettsyrametylestrar). Den här laborationen beskriver en metod för tillverkning av RME av vanlig vegetabilisk olja. Oljan som är en triglycerid, omestras med metanol till metylestrar och glycerol.



Material

Rapsolja, vegetabilisk olja (oljors medelmolmassa är ca 880 g/mol),
 Vattenfri kaliumkarbonat (K_2CO_3),
 Torr metanol (CH_3OH),
 1,2 mol/dm³ ättiksyra (vinäger),
 Koncentrerad ättiksyra,
 Heptan,
 Eter,
 Natriumsulfat (Na_2SO_4 eller annat torkmedel),
 Kolv med återloppskylare, magnetomrörare, våg, centrifug med centrifugrör,
 pasteurpipetter, mätcylinder 10 ml, termometer, TLC-platta med fluorescens samt kärl.

Risker vid experimentet

Använd skyddsglasögon och personlig skyddsutrustning.
 En fullständig riskbedömning ges av undervisande lärare.

Utförande

1. I en kolv med slipning blandas 0,5 ml metanol och 0,12 g vattenfri kaliumkarbonat. Det bildas kaliummetoxid och kaliumvätekarbonat. Kaliumvätekarbonat är svårlöslig i metanol. Skriv reaktionsformel! Tillsätt 2 g vegetabilisk olja.
2. Lägg i en magnet i kolven och koppla på kylaren. Kylning med vatten är inte nödvändigt. Gör i ordning ett vattenbad och håll temperaturen på 65-70 °C. Sätt kolven i vattenbadet. Låt reaktionen fortgå med kraftig omrörningen under 20-25 min. Reaktionsblandningen blir klarare under reaktionens gång.
3. Under tiden som reaktionen sker, prepareras en kolonn för torkning av reaktionsblandningen: Fäst en pasteurpipett i ett stativ. Stoppa glasull i spetsen och lägg lite torr natriumsulfat ovanpå.
4. När reaktionen är klar, tillsätts försiktigt 1-1,5 ml ättiksyra (eller vinäger), för att neutralisera bildad kaliumvätekarbonat. Det bildas koldioxid. Fortsätt med den kraftiga omrörningen. Låt svalna och för över reaktionsblandningen till ett centrifugrör (alt. kyl och låt faserna separera). Centrifugera ner vattenfasen och den fasta fasen.
5. Sug försiktigt upp reaktionsblandningen (överlösning = organfas) och låt den passera kolonnen till ett förvägt provrör. Man kan beräkna utbytet för att se hur bra reaktionen har gått.
6. Applicera den torkade reaktionsblandningen och ursprungsoljan på en kiselgelplatta med fluorescensmedel. För eluering av TLC-plattan används en blandning av petroleumeter: eter: ättiksyra (85:15:1). Metylestrar och oreagerad olja syns som fläckar under UV-ljus.
7. Bestäm den relativa viskositeten på produkten och ursprungsoljan. Kalibrera genom att ta tiden för en viss mängd olja (samma höjd) att rinna igenom en pasteurpipett. Gör märken på pipetten för start resp. stopp. Gör detsamma med produkten.
Relativa viskositeten = tiden för olja/tiden för biodiesel

Till läraren

Underlag för
riskbedömning

Olja: Ej märkespliktigt

Kaliumkarbonat: Varning, Skadligt, H315 Irriterar huden. H319 Orsakar allvarlig ögonirritation. H33 Kan orsaka irritation i luftvägarna, P261, P264, P271, P280, P302+P35, P304+P340, P312, P321, P332+P313, P337+P313, P362 + P364, P403+P23, P405, P501

Kaliumvätekarbonat: Ej märkespliktigt

Metanol: Fara, Giftig, Hälsofara, Brandfara, H225 Mycket brandfarlig vätska och ånga. H301 Giftigt vid förtäring. H311 Giftigt vid hudkontakt. H331 Giftigt vid inandning. H370 Orsakar organskador, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P270, P271, P280, P301+P310, P304+P340, P308+P311, P311, P312, P321, P330, P361 + P364, P370+P37, P403+P233, P403+P235, P405, P501

Kaliummetoxid/Kaliummetanoat: Fara, Frätande, Brandfara, EUH014Reagerar häftigt med vatten. H251 Självpupphettande. Kan börja brinna. H314 Orsakar allvarliga frätskador på hud och ögon, P235, P260, P264, P280, , P304+P340, P310, P321, P363, P405, P407, P413, P420, P501

Ättiksyra, 1,2 M: Varning, Brandfara, H226 Brandfarlig vätska och ånga. P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P370+P378, P403+P235, P501

Ättiksyra, koncentrerad: Fara, Brandfara, frätande, H226 Brandfarlig vätska och ånga. H314 Orsakar allvarliga frätskador på hud och ögon. P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P264, P280, P304+P340, P310, P321, P363, P370+P378, P403+P235, P405, P501, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P280, P370+P378, P403+P235, P501

Heptan: Fara, Brandfara, Hälsofara, Skadlig, Miljöfara, H225 Mycket brandfarlig vätska och ånga. H304 Kan vara dödligt vid förtäring om det kommer ner i luftvägarna. H315 Irriterar huden. H411 Giftigt för vattenlevande organismer med långtidseffekter, P210, P233, P240, P241, P242, P243, P264, P273, P280, P301+P310, P302+P352, P321, P331, P332+P313, P362 + P364, P370+P378, P391, P403+P235, P405, P501

Eter: Fara, Brandfara, Skadlig, EUH019 Kan bilda explosiva peroxider. EUH066 Upprepad kontakt kan ge torr hud eller hudsprickor. H224 Extremt brandfarlig vätska och ånga. H302 Skadlig vid förtäring. H336 Kan göra att man blir dåsig eller omtöcknad. P210, P233, P240, P241, P242, P243, P260, P261, P264, P270, P271, P280, P301+P312, P304+P340, P312, P321, P330, P362 + P364, P370+P378, P403+P233, P403+P23, P405, P501

Natriumsulfat, torr: Ej märkespliktigt

REM; Varning, skadlig, H317 Kan orsaka allergisk hudreaktion, P261, P272, P280, P302+P352, P321, P333+P313, P362 + P364, P501

Teori

Om oljan är gammal, kan den innehåller fria fettsyror (hydrolyserat fett). Tillsätts en större mängd kaliumkarbonat för att neutralisera fettsyrorna.

En baskatalyserad omförestring går mycket fortare och mer fullständigt än en syrakatalyserad. Kaliumkarbonat reagerar med metanol och bildar kaliummetoxid och kaliumvätekarbonat enligt reaktionsformeln:



Metoxidjonen reagerar med triglyceriden genom en nukleofil attack på esterns karbonylkol. Estern genomgår en omförestring.

Resultat:

Utbyte 1,3 g RME 65 %

TLC (använd petroleumeter 60-80 °C eller hexan)

R_f - Olja = ca 0,25-0,3 (beror på vilken oljan man använder)

R_f - RME = ca 0,65

Viskositeten: 3,6

1,2 g RME 1 minut 15 sek RME är mer lättflytande.

1,2 g rapsolja 4 minuter 30

Laborationen är anpassad efter beskrivning i *J. Chem. Educ.* 2011, 88, 1290-1292

¹H-NMR spektra på RME (biodiesel) resp. reaktionsblandningen är upptagna på Institutionen för organisk kemi, Stockholms universitet (se nästa sida).

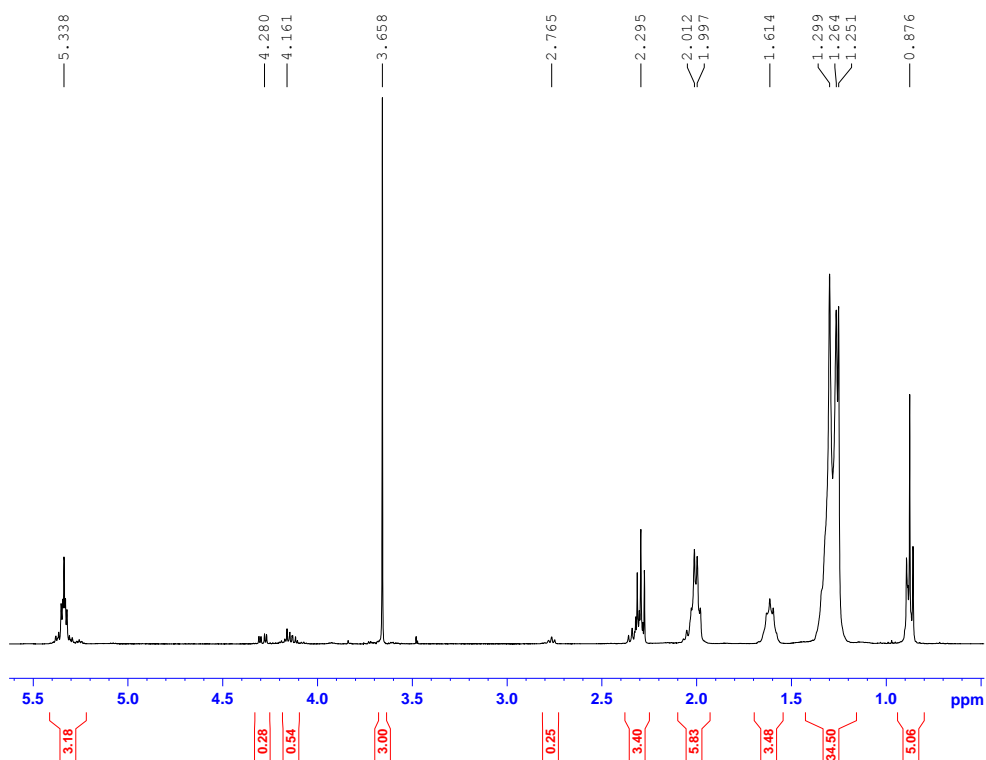
Vill du veta mer om oljors kemiska karaktäristika kan du läsa en artikel om spektroskopisk och ¹H-NMR karaktärisering av ätliga oljor

<http://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ed085p1550>

¹H-NMR spektra på a) reaktionsblandningen och b) RME, biodiesel (se nästa sida)

Notera shiften 5,3-5,4 som kommer från dubbelbindningar, 4,1-4,35 ppm, glyceridskelettet (dvs. ej fullständig reaktion). Singletten vid shiftet vid 3,6 ppm visar på ensamstående CH₃-grupp, alltså metylestern. Shiftet vid 2,3 ppm svarar mot CH₂-grupper bundna till -COO- grupper, och signalerna med lägre shift svarar mot olika -CH₂- grupper

a) Reaktionsblandning



b) RME, biodiesel

