



MOOC AGRORESSOURCES ET AGRO-INDUSTRIES DURABLES

Semaine 3 – Transformations Physiques et/ou chimiques - Moyens analytiques

Auteur : Romain VALENTIN

Les moyens analyses nécessaires doivent d'une part permettre le suivi des transformations chimiques et également déterminer la nature et la structure exacte des molécules transformées. Ainsi, des méthodes de chromatographie de dosages sont mises en jeu pour suivre l'état d'avancement des réactions. Ensuite, des méthodes de spectroscopie sont également étudiées et utilisées pour analyser les structures et donc créer la carte d'identité des molécules.

Donc pour le suivi des réactions chimiques, nous pouvons prendre comme exemple la méthode de chromatographie en phase gazeuse. Vous avez ici une méthode d'analyse qui permet de connaître la composition en acide gras d'une huile végétale, donc en fonction des temps de rétention des différents « pics » et d'un étalonnage préalablement réalisé, nous avons exactement la composition et la teneur en acides gras de l'huile végétale.

Ensuite, une autre méthode toujours de chromatographie est la chromatographie en phase liquide à haute performance. Par exemple ici, ce résultat montre l'analyse réalisée sur un milieu réactionnel. Les différents « pics » correspondent aux différentes molécules, et nous pouvons donc réaliser une quantification des différents composés présents dans les milieux réactionnels.

La chromatographie d'exclusion stérique est une méthode de séparation qui permet de quantifier les tailles des molécules qui composent les milieux réactionnels. Plus une molécule aura une taille importante, plus son temps de rétention sera faible. Plus une molécule aura une taille faible, plus son temps de rétention sera élevé. C'est une méthode très utilisée pour analyser les polymères par exemple.

D'autres méthodes sont également très utiles lorsqu'on réalise des transformations sur des matières végétales, ce sont des méthodes de dosages qui sont pour la plupart normées, certaines méthodes par exemple l'indices d'acides permettent de quantifier le nombre de fonctions acides dans les milieux réactionnels, l'indice d'iode va nous permettre de quantifier de façon générale le nombre moyen de double liaison présent dans les milieux réactionnels, l'indice d'hydroxyle va nous permettre de déterminer le nombre de fonctions alcool primaire ou secondaire dans les milieux réactionnels huileux et, l'indice de saponification va nous permettre de déterminer le nombre de molécules saponifiables.



MOOC AGRORESSOURCES ET AGRO-INDUSTRIES DURABLES

Toutes ces normes, je viens de vous le dire, sont normées et il en existe d'autres.

Ensuite, pour réaliser la carte d'identité des molécules présentes dans le milieu réactionnel, outre la quantification par les méthodes chromatographiques que vous avez vu juste avant, nous pouvons réaliser d'autres analyses par des méthodes de spectroscopie, notamment la spectroscopie infra-rouge qui elle, va donner des informations sur la présence de fonctions spécifiques dans les milieux réactionnels. Vous pouvez voir par exemple ici, un spectre réalisé sur un ester de carbonate de glycérol et les différentes bandes que vous pouvez voir sont caractéristiques de chaque fonction de cette molécule : la fonction carbonate, la fonction ester, les fonctions éthyléniques et ainsi de suite...

Une autre méthode, très utile pour cartographier, pour avoir la carte d'identité des molécules est la résonance magnétique nucléaire, que ce soit du proton, du carbone mais aussi d'autres noyaux que l'on peut faire de la résonance magnétique nucléaire avec une sonde azote, avec une sonde phosphore suivant les molécules étudiées et les molécules d'intérêt.

Ici, vous avez un spectre de glycérol donc un spectre réalisé par analyse RMN du proton d'un glycérol et donc, les différents « pics » correspondent à différents protons portés par les glycérols, et donc ceci est une signature de la molécule.

La spectroscopie de masse est une analyse complémentaire à toutes ces analyses. Elle permet de déterminer la masse moléculaire exacte des molécules par un bombardement d'électrons différents fragments sont obtenus, puis par itération on va remonter à la masse moléculaire de la molécule. Par exemple ici, un ester de glycérol.

Enfin pour pouvoir réaliser toutes ces transformations chimiques, je vais vous donner quelques outils nécessaires et qui sont développés et utilisés dans notre laboratoire, le Laboratoire de Chimie agro-industrielle.

Les outils nécessaires pour la réalisation de ces transformations chimiques sont des réacteurs. Au Laboratoire de Chimie agro-industrielle, nous commençons à faire la mise au point de ces transformations à l'échelle de laboratoire avec des réacteurs de 250 ml. Lorsque nous voulons monter en quantité, monter en échelle, nous continuons nos travaux sur des réacteurs de plus grand volume, par exemple des réacteurs de 5L et nous pouvons aller jusqu'à la mise au point des transformations chimiques dans des réacteurs de 25L.

Nous disposons également aussi de réacteurs plus exotiques, moins standards que nous développons au laboratoire, par exemple des réacteurs à induction thermique ou alors un réacteur séparateur sur film mince. Nous travaillons aussi avec des réacteurs colonne continu et nous pouvons également travailler avec des réacteurs sous pression.



MOOC AGRORESSOURCES ET AGRO-INDUSTRIES DURABLES

Afin de réaliser toutes ces transformations chimiques et comme nous suivons les principes de chimie verte, l'utilisation des solvants est très peu employée voire jamais. Et comme nous avons affaire à des milieux complexes issus de la biomasse, matière végétale, des outils de mise en contact sont nécessaires. Ainsi, nous utilisons des broyeurs colloïdaux, nous disposons également d'un broyeur rotor/stator, type ultra-turrax ou d'un homogénéisateur haute pression et nous pouvons également réaliser des réactions avec un réacteur Ultra-sons qui va permettre une très bonne mise en contact.