

Ne pas visualier les vidéos en question ainsi que les annexes pour bien se préparer.

EXPÉRIENCE 1

SÉPARATION ET PURIFICATION DE PRODUITS NATURELS

LECTURES SUGGÉRÉS :

- [Solomons & Fryhle, Chimie organique, 7^e Éd., Sections 2.3, 2.4, 2.14, 3.5 à 3.7.](#)
- [Zubrick, The Organic Chem Lab Survival Manual 1st Ed., pp. 7 -20, 21-38, 71-78, 91-107, 111-127, 189-191, 197-208. \(.pdf affiché à Blackboard Learn\)](#)
- Annexe IMachine de point de fusion
- Annexe IIIExtraction
- Annexe IVChromatographie

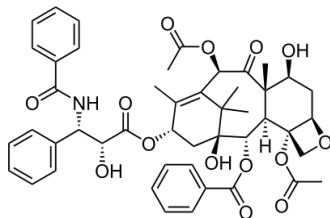
OBJECTF

Cette expérience permettra de réviser les techniques nécessaires pour isoler et purifier un produit à la fin d'une réaction chimique. On démontrera ces techniques par la séparation de composants clés de produits naturels. Vous réviserez trois techniques importantes : l'**extraction**, la **chromatographie sur couche mince [CCM]** et la **sublimation**. La séparation des pigments des feuilles d'épinard permettra d'étudier l'extraction et la chromatographie sur couche mince, tandis que l'extraction, la CCM et la sublimation seront toutes utilisées pour isoler la caféine des feuilles de thé. Vous utiliserez souvent ces techniques durant ce cours ainsi que dans les cours de laboratoire de chimie organique plus avancés.

INTRODUCTION

La purification des composés chimiques est très importante pour caractériser adéquatement le composé ainsi que pour l'utiliser dans d'autres réactions et éviter les contaminants. Pour extraire des produits naturels d'intérêt de sources végétales et animales, les chimistes utilisent un processus laborieux pour s'assurer de la pureté du produit obtenu. Ces produits naturels représentent souvent des points de départ pour la synthèse de nouveaux composés médicinaux comme le taxol, illustré à la figure 1.1 ci-dessous. Il existe de nombreuses techniques différentes de purification de composés organiques. Dans cette expérience, nous réviserons deux techniques enseignées dans le cadre du cours CHM1321 pour isoler un produit et vérifier sa pureté : l'extraction et la chromatographie sur couche mince (CCM), et introduirons la sublimation à l'aide d'une éprouvette réfrigérant.

Figure 1.1 : Le taxol est un produit naturel complexe et un médicament contre le cancer



La plupart des techniques de purification exploitent les différentes propriétés physiques des composés. Le principe de l'extraction est d'utiliser **deux solvants immiscibles** (généralement de l'eau et un solvant organique comme l'acétate d'éthyle ou le dichlorométhane) pour séparer des composés organiques. Les composés qui présentent une grande solubilité dans l'eau (la plupart des composés ioniques et les composés organiques très polaires) se retrouvent dans la phase aqueuse, tandis que les composés qui présentent une faible solubilité dans l'eau (la plupart des composés organiques) demeurent dans la phase organique. On peut ensuite séparer ces deux couches et isoler les produits.

EXTRACTION

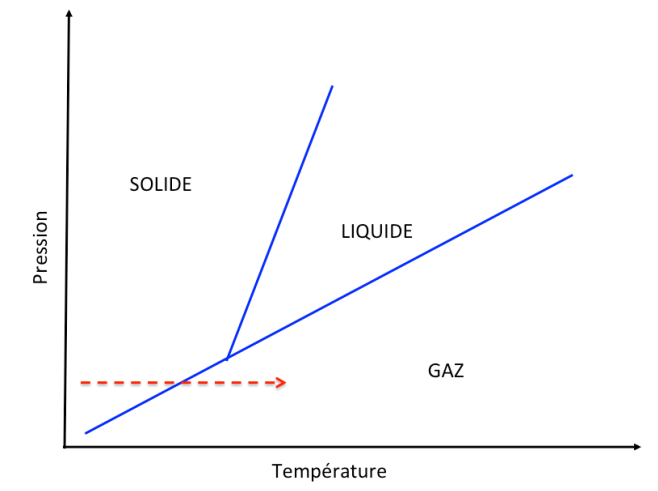
L'extraction est une technique importante pour isoler un composé d'un mélange de produits en utilisant leurs différentes propriétés physiques et chimiques. L'extraction exploite les différences de solubilité de deux solvants immiscibles pour transférer le composé désiré d'une phase à une autre. Le système à deux solvants, presque toujours composé d'eau et d'un autre solvant, contient une phase aqueuse et une phase organique. On peut également séparer des composés en tirant profit de leur réactivité avec les acides et les bases. Certains composés peuvent réagir avec un acide ou une base pour devenir des sels ioniques, ce qui les rend solubles dans la phase aqueuse. Après son isolation, le sel ionique retourne à l'état neutre au moyen d'une réaction avec un acide ou une base, ce qui rend la molécule insoluble dans l'eau et ainsi facile à isoler. L'annexe III renferme plus de renseignements sur les extractions et les séparations réactives. L'extraction désigne le transfert d'une molécule d'une phase à une autre, tandis que le lavage maintient le composé désiré dans une phase pendant que les impuretés sont transférées dans l'autre. Le protocole est la même dans les deux cas. Les extractions et les lavages répétés à l'aide de petits volumes de solvants sont nécessaires pour transférer efficacement la molécule désirée à l'autre phase. Le transfert d'un composé d'une phase à l'autre se produit généralement grâce à des séparations réactives, dans lesquelles on exploite les propriétés acido-basiques d'une molécule pour la rendre anionique ou cationique dans la phase aqueuse. De plus amples détails sur les extractions et les séparations réactives se trouvent à l'Annexe III.

SUBLIMATION

Une fois le composé prévu est isolé, il peut être purifié par sublimation. La sublimation est un processus physique dans lequel un matériel passe de la phase solide à la phase vapeur sans passer par l'état liquide (pas de fusion). Si un composé possède un point

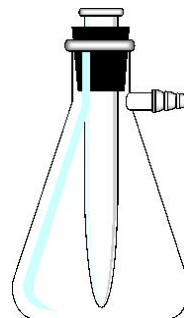
de fusion élevé ainsi qu'une pression de vapeur appréciable dans des conditions standards (1 atm, 25 °C), il peut être isolé d'autres substances non volatiles par condensation. La neige carbonique connue aussi sous le nom du dioxyde de carbone est solide à basse température (inférieur à -78.5°C). À température ambiante, elle s'évapore sans se mouiller. La sublimation est utilisée pour lyophiliser le café et la nourriture pour les voyages dans l'espace. Le diagramme de phase de la caféine est présenté à la figure 1.2, où la flèche en pointillés indique la transition de phase à la pression normale.

Figure 1.2 – Diagramme de phase de la caféine



La sublimation dans le laboratoire peut être effectuée en utilisant un montage d'éprouvette froide, comme montré dans la figure 1.3. Une éprouvette remplie de neige carbonique est placée dans une fiole à vide contenant un solide brut. Quand la fiole est chauffée, les molécules se condensent en cristaux fins sur les parois de l'éprouvette froide. L'éprouvette doit être positionnée de manière optimale d'environ 1 cm au-dessus du fond du flacon. L'application d'une pression réduite peut accélérer le processus.

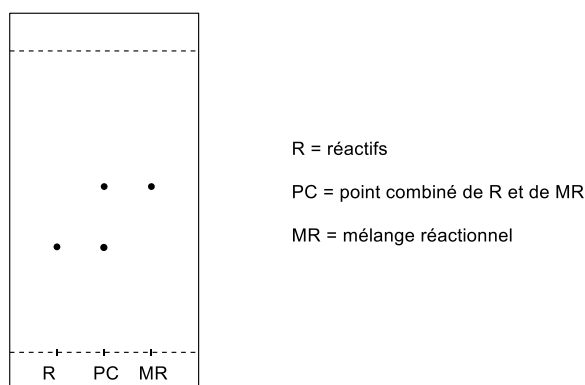
Figure 1.3 Montage d'une éprouvette froide pour la sublimation



CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

La chromatographie sur couche mince, ou CCM, est une autre technique qualitative qui permet d'observer la présence d'impuretés dans un produit. Cette technique exploite les différentes polarités des molécules. La CCM utilise une plaque recouverte d'un gel de silice très polaire ($\text{SiO}_2 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) comme *phase stationnaire*. On dissout les composés en question dans un solvant, en respectant généralement un rapport de 1 – 2 mg/mL, et des points de solution sont déposés sur la plaque. La plaque est ensuite placée dans un récipient d'élution qui contient un petit volume, ~ 10 mL de solvant éluant. Ce dernier agit comme phase mobile, se déplaçant sur la plaque par capillarité en entraînant les composés organiques avec lui. La distance franchie par un composé sur la plaque dépend de sa polarité. Les composés polaires interagissent fortement avec le gel de silice polaire au moyen d'interactions dipôle dipôle ou en formant des liaisons hydrogènes, tandis que les composés moins polaires forment moins d'interactions intermoléculaires avec le gel de silice et parcourent une plus grande distance sur la plaque. La phase mobile peut influencer la distance parcourue par un composé sur la plaque en interrompant les interactions entre les composés et le gel de silice polaire. Plus la polarité de la phase mobile est élevée, plus la distance relative parcourue par chaque composé sera grande.

Figure 1.4 : Exemple de plaque de CCM qui montre la consommation totale des réactifs (veuillez remarquer la disparition du point correspondant aux R dans la bande du MR).



La chromatographie sur couche mince permet également d'effectuer le suivi de la progression d'une réaction. Pour préparer une plaque de CCM, on dépose un point contenant le réactif et un point contenant le mélange réactionnel dans deux bandes distinctes. Dans la troisième bande, on dépose le réactif et le mélange réactionnel ensemble sur la plaque. Après l'élution de la plaque, on peut observer la disparition du réactif avec le temps, comme le montre la figure 1.4. L'annexe IV fournit une description plus détaillée de la CCM.

En résumé :

- (1) Le gel de silice, phase stationnaire, est polaire : les composés de plus grande polarité interagissent plus fortement avec cette phase que les composés moins polaires.

- (2) L'augmentation de la polarité de la phase mobile (solvant) entraîne TOUS les composés à migrer davantage sur la plaque.
- (3) Les composés, une fois séparés, peuvent être visualisés sur la plaque de CCM à l'aide de lumière ultraviolette ou d'une méthode de coloration.

Une méthode simple et rapide qui permet de vérifier la pureté d'un produit est d'observer le point de fusion d'un solide. Lorsqu'un produit chimique est pur, l'intervalle de point de fusion est très petit, souvent inférieur à 2 °C. Toute quantité d'impuretés présente dans la molécule, même infime, abaisse son point de fusion de quelques degrés et élargit l'intervalle. Les impuretés causent des défauts dans le réseau cristallin de la molécule, ce qui permet de surmonter plus facilement les interactions intermoléculaires qui retiennent la molécule sous forme solide.

PARTIE A : EXTRACTION ET RECRISTALLISATION DE LA CAFÉINE DU THÉ NOIR

Le thé est une boisson très prisée, dont la consommation mondiale est la deuxième en importance, après celle de l'eau. Les feuilles de thé sont originaires des régions du sud de la Chine, où elles ont été découvertes en tant que boisson et médicament vers 2737 av. J.-C. Les feuilles de thé sont généralement composées de polyphénols connus sous le nom de tanins, caféine et théanine, ainsi que de chlorophylles, de la cellulose et d'autres matières végétales. Le thé tire ses propriétés de la caféine, ainsi que de l'activité antioxydante des polyphénols comme la catéchine et la théaflavine. Le thé noir est produit par l'oxydation des polyphénols durant le processus de fermentation, tandis que le thé vert n'est pas fermenté. Le thé vert possède donc une plus grande concentration de polyphénols que le thé noir.

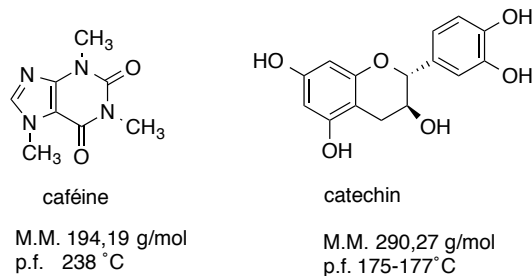


Figure 1.5 - Polyphénols dans les feuilles de thé

La caféine, ou la 1,3,7-triméthylxanthine, est un alcaloïde utilisé comme stimulant du système nerveux central, des muscles squelettiques, du système respiratoire et du système cardiaque. Elle crée une très grande dépendance, tout comme d'autres alcaloïdes tels que la morphine, la codéine et la cocaïne.

La concentration de caféine dans le thé noir équivaut à environ quatre fois celle qu'on retrouve dans le thé vert. La caféine est également présente dans d'autres plantes et substances, comme les fèves de café et le cacao. Santé Canada recommande que la consommation de caféine n'excède pas 400 mg/jour pour un adulte moyen et 300 mg/jour

pour les femmes en âge de procréer. Le tableau 1.1 ci-dessous présente la concentration de caféine dans diverses boissons; une tasse représente 250 mL (alors que certains cafés vendent des tasses qui contiennent jusqu'à 961 mL!)

| Boisson | mg/tasse |
|----------------|----------|
| café | 80 -125 |
| café décaféiné | 2 - 6 |
| thé noir | 30 - 75 |
| thé vert | 20 - 50 |
| chocolat chaud | 5 - 40 |
| coca-Cola | 32 |
| Red Bull | 80 |

Tableau 1.1 - Concentration de caféine dans diverses boissons

La caféine peut être extraite du thé à l'aide d'eau chaude; toutefois, différents tanins se dissolvent également dans la solution aqueuse. Un solvant organique comme le dichlorométhane peut également dissoudre la caféine, les polyphénols faiblement acides se retrouveront alors dans la phase aqueuse. La décaféinassions industrielle des feuilles de thé et des fèves de café nécessite un procédé similaire qui utilise généralement le chloroforme comme solvant d'extraction.

Dans la présente expérience, vous extrairez la caféine des feuilles de thé en exploitant ses différentes propriétés physiques et chimiques. Ce produit naturel sera ensuite sublimé, et le point de fusion en tant que l'analyse de CCM permettra de vérifier sa pureté.

PARTIE B : EXTRACTION DES CAROTÉNOÏDES ET DES CHLOROPHYLLES DE L'ÉPINARD

Les feuilles des plantes sont composées de plusieurs pigments qui sont généralement classés comme des caroténoïdes et des chlorophylles. Les caroténoïdes, montrés dans la figure 1.6, font partie de la famille des terpènes qui se composent d'une succession d'unités d'isoprène, ou 2-méthylbuta-1,3-diène. Le lycopène, qui se trouve dans les tomates et le melon d'eau, est le caroténoïde responsable de la couleur rouge, tandis que le β -carotène est le pigment qui produit la couleur jaune orangé des carottes et des abricots. La lutéine est un autre caroténoïde qui se trouve dans les feuilles de la plupart des plantes vertes et qui cause la pigmentation jaune. Les xanthophylles présentent des structures chimiques similaires à celles des carotènes d'hydrocarbures, mais ils possèdent de l'oxygène sous forme de groupes hydroxyles ou de ponts époxy.

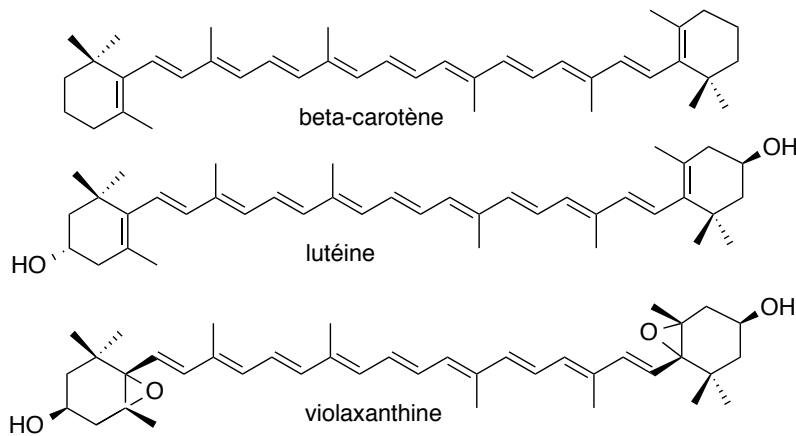
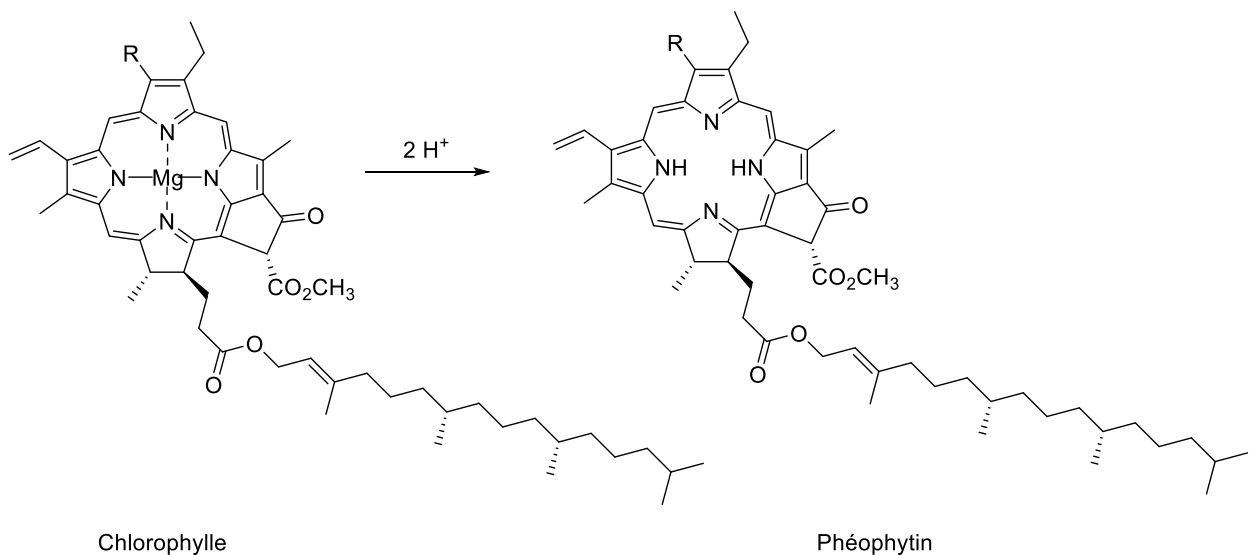


Figure 1.6 – Structures de différents caroténoïdes qui se trouvent dans les feuilles d'épinard

Les chlorophylles telles que la chlorophylle *a* (bleu vert) et la chlorophylle *b* (vert) sont les composés responsables de la couleur verte de la matière végétale. Ces molécules hautement conjuguées jouent un rôle important dans la photosynthèse en capturant la lumière à l'aide d'un noyau porphyrine et en transférant des électrons sur d'autres molécules qui produisent des sucres. Les structures de la chlorophylle *a* et de la chlorophylle *b* sont présentées ci-dessous. Ces chlorophylles peuvent également réagir avec les acides pour former la phéophytine *a* (pigment gris, parfois invisible) et la phéophytine *b* (pigment gris, parfois invisible), qui sont à l'origine des pigments de couleur olive sur les légumes lorsqu'ils commencent à pourrir ou qu'ils sont trop cuits. Les structures chimiques des phéophytines sont identiques à celles des chlorophylles comme montrées dans le schéma 1.1, à l'exception de l'ion magnésium qui a été remplacé par deux ions hydrogène, 2H^+ , dans les molécules neutres.



R = CH_3 Chlorophylle *a*
 R = CHO Chlorophylle *b*

R = CH_3 Phéophytin *a*
 R = CHO Phéophytin *b*

Schéma 1.1 – Conversion des chlorophylles en phéophytines dans les épinards.

Les chlorophylles et les caroténoïdes seront isolés des feuilles d'épinard fraîches à l'aide d'une extraction liquide-liquide, et les chromophores seront séparés et identifiés à l'aide de la chromatographie sur couche mince grâce aux différences de polarité des molécules décrites.

L'extraction permet d'obtenir les caroténoïdes et les chlorophylles des feuilles fraîches d'épinard. Les feuilles d'épinard contiennent des caroténoïdes : xanthophylles (lutéine et zéaxanthine) et β -carotène, ainsi que chlorophylles a et b. Une analyse par CCM permet d'identifier chaque chromophore à l'aide des différentes polarités de chaque molécule.

*Nous recommandons que chaque personne prenne les devants d'une partie de l'expérience et qu'elle partage avec son partenaire toutes les observations et les résultats obtenus **avant de quitter le laboratoire**. Il incombe à chacun de vous de remettre un rapport qui décrit les parties A et B de cette expérience.*

PROTOCOLE EXPÉRIMENTAL

Partie A : Extraction et recristallisation de la caféine du thé noir

1. Versez 50 mL d'eau distillée dans un bécher et placez-le sur une plaque chauffante. Recouvrez le bécher d'un verre de montre et portez l'eau à ébullition.
2. Prenez deux (2) sachets de thé et notez leur masse combinée, en tenant pour acquis que la masse moyenne d'un sachet de thé vide est de 0,120 g. **NE RETIREZ PAS LE THÉ DES SACHETS.**
3. Placer les sachets de thé dans l'eau bouillante, puis éteindre la température de la plaque chauffante. Remuer les sachets à l'occasion pendant 15 minutes.
4. Retirez le thé infusé de la plaque chauffante et laissez la solution refroidir à la température ambiante. Jetez les sachets de thé.
5. Ajouter 2,0 g de Na_2CO_3 à la solution et agitez-la avec une tige recouverte de Teflon.
6. Transférez la solution dans une ampoule à extraction sur un support de bois, puis ajoutez 10 mL de dichlorométhane dans l'ampoule à extraction, en notant l'emplacement de la couche aqueuse et de la couche organique. Ne remplissez jamais une ampoule à extraction plus qu'aux $\frac{3}{4}$!
7. Rincez le bécher avec 5 mL de dichlorométhane afin de maximiser le transfert, puis ajoutez le produit de rinçage à l'ampoule à extraction.
8. Remuez *doucement* l'ampoule en l'aérant fréquemment. Remettez-la sur le support pour permettre la séparation des couches. Deux phases brunes turbides pourraient se former. Pourquoi? Si c'est le cas, ajoutez 10 mL de dichlorométhane et poursuivez l'extraction.
9. Si une émulsion est présente, ajouter 10 mL de dichlorométhane et continuer l'extraction.
10. Si une émulsion est encore présente, ajouter 15 mL de solution saturée de NaCl (saumure), et attendre que les couches se séparent.

11. Extrayez la couche organique dans un erlenmeyer de 125 mL. En laissant la phase aqueuse dans l'ampoule à extraction, extraire à nouveau à l'aide de 2 x 10 mL de dichlorométhane. Combinez toutes les phases organiques.
12. Retirez délicatement la phase aqueuse dans un bécher et laissez de côté (ne pas jeter aucune phase, lavage jusqu'à ce que vous êtes sûr de ce que vous avez besoin), et nettoyez l'ampoule à décanter. En raison de la probabilité que des résidus de thé présents dans le mélange, il est recommandé de verser la phase aqueuse par la haute (large) ouverture de l'ampoule à décanter.
13. Ajoutez une cuillère de Na_2SO_4 à la phase organique. Le Na_2SO_4 est un agent dessiccateur qui éliminera toute trace d'eau de la phase organique.
14. Pesez un erlenmeyer de 125 mL propre et sec et filtrez-y la solution organique à l'aide d'un entonnoir et de papier filtre.
15. Réservez 1 – 2 mL de solution organique pour l'analyse par CCM.
16. À l'aide d'un bain de vapeur, portez doucement le solvant à ébullition sous la hotte jusqu'à ce qu'il ne reste que quelques gouttes de liquide. Un solide se formera après le refroidissement de l'erlenmeyer sur le comptoir.
17. Mesurez la quantité de caféine brute obtenue.

Sublimation

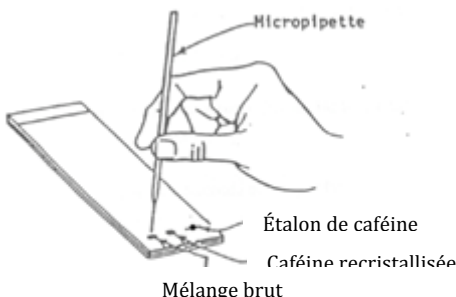
18. Chauffez une plaque chauffante à moyen (niveau 4 à 5)
19. Placez la caféine brute dans une fiole à vide de 250 mL.
20. Assurez-vous que les parois extérieures de l'éprouvette sont propres et sèches.
21. Prépelez l'éprouvette avec le bouchon de caoutchouc dans un bécher de 50 mL.
22. Placez l'éprouvette dans le bouchon noir en caoutchouc, en s'assurant qu'il y a environ 1 cm d'espace entre le fond de l'éprouvette et la base du ballon. Vérifiez que le flacon est bien scellé.
23. Placer la fiole à vide sur la plaque chauffante en la fixant avec des pinces universelles.
24. Remplir l'éprouvette à l'intérieur à moitié avec de la neige carbonique. Ça se peut que vous ayez besoin de remplir de nouveau pour maintenir la condensation.
25. Laisser les cristaux condenser sur les parois de l'éprouvette jusqu'à ce qu'il reste une quantité négligeable sur le fond du flacon.
26. Une fois la sublimation est terminée, enlever le flacon de la plaque chauffante, et enlever doucement l'éprouvette de la fiole à vide, en étant méticuleux de ne pas perdre des cristaux dans le flacon.
27. Notez la masse des cristaux de caféine pure sur l'éprouvette dans le bécher de 50 mL, et déterminer la masse de caféine pure isolée. Comment cette quantité compare-t-elle avec la masse du produit brut?
28. Déterminez le point de fusion (noté sous forme d'intervalle) des cristaux obtenus. Consultez les directives d'utilisation de l'appareil à point de fusion à l'annexe I.

Dans votre rapport, indiquez la masse de produits isolés et déterminez le pourcentage de rendement de la caféine. Vous pouvez utiliser une teneur de 4 % en masse de caféine dans le thé comme valeur théorique.

Chromatographie sur couche mince

Prenez le temps de lire l'annexe sur la chromatographie avant d'entreprendre cette partie. Avant de déposer des points sur les plaques de CCM, exercez-vous sur du papier brun. Votre démonstrateur vous enseignera la technique adéquate.

29. Obtenir une plaque de CCM, puis tracer légèrement une ligne au crayon à ~1 cm du bas de la plaque.
30. Dans une éprouvette, dissoudre quelques cristaux de caféine recristallisée dans ~2 mL de dichlorométhane.
31. Refaites l'étape ci-dessus avec le produit brut et l'échantillon de caféine authentique dans 2 autres tubes à essai.
32. Déposez une petite quantité de caféine brute dans la bande la plus à gauche, une petite quantité de caféine recristallisée dans la bande du centre et une petite quantité de caféine authentique dans la bande la plus à droite de la plaque de CCM (voir le diagramme). Identifiez correctement chaque bande.



33. Dans un récipient d'élution, versez 10 mL d'un mélange acétone:acide acétique à 99:1 comme système de solvants éluants. Assurez-vous que le niveau de solvant se situe sous la ligne de départ de votre plaque.
34. Placez soigneusement la plaque de CCM dans le récipient en évitant toute éclaboussure et assurez-vous que la plaque se trouve le plus à la verticale possible. Recouvrez le récipient.
35. Laissez le solvant éluer jusqu'à environ 1 cm du haut de la plaque et indiquer la ligne de front à l'aide d'un crayon.
36. Laissez le solvant s'évaporer de la plaque de CCM, puis visualisez la plaque développée à l'aide d'une lampe UV. **NE REGARDEZ JAMAIS DIRECTEMENT À UNE LAMPE UV.**
37. À l'aide d'un crayon, indiquez les points sur la plaque. Des points irréguliers ou barbouillés indiquent le dépôt d'une trop grande quantité de produits sur la plaque

de CCM. Si le temps le permet, refaites cette partie en appliquant *plus* de produits sur la nouvelle plaque de CCM.

38. Notez les résultats dans votre cahier de laboratoire. Déterminer les valeurs R_f de chaque spot avant de partir. Prenez une photo de vos plaques.

Partie B : Extraction des caroténoïdes et des chlorophylles de l'épinard

1. Prenez 1 à 2 feuilles d'épinard et enlevez les grosses tiges et les nervures. Déchirez les feuilles en petits morceaux. Pesez 1,0 g de feuilles et placez-les dans un tube à centrifuger de 15 mL.
2. Ajoutez 1,0 g de Na_2SO_4 anhydre et 1,0 g de sable dans le tube. Écrasez soigneusement les feuilles à l'aide d'une tige recouverte de Teflon jusqu'à l'obtention d'une fine pâte.
3. Ajoutez 2,0 mL d'acétone dans le tube, fermez-le et agitez-le. Laissez les solides reposer pendant 5 minutes, et agitez (ou secouez) et laissez reposer pendant un autre 5 minutes. Remarque : Un échantillon d'épinard plus concentré produira de meilleurs résultats de CCM.
4. À l'aide d'une pipette, transférez soigneusement le liquide dans une éprouvette propre **étiquetée A**. Afin de maximiser le transfert des composés, rincez le tube à centrifuger à l'aide de 2 mL d'acétone, puis transférez ce liquide dans le même tube à essai A. Rincez le tube à centrifuger à l'aide d'eau et de savon, puis rendez-le à votre démonstrateur.
5. Transférez ~2 mL (la moitié) de solution du tube à essai A dans un autre tube à essai **étiqueté B**. Ajoutez 3,0 mL d'hexanes dans le tube à essai B, suivi par 3,0 mL d'eau. Mettez un bouchon de caoutchouc sur le tube à essai B, et agitez-le doucement pour effectuer une mini-extraction. Identifiez la phase aqueuse et la phase organique. Veuillez noter tous les changements observés.
6. À l'aide d'une pipette, placez ~1 mL (la moitié) de la phase organique de l'éprouvette B dans une autre éprouvette **étiquetée C**. Ajoutez ensuite 5,0 mL d'une solution d'HCl à 1,0 M dans le tube à essai C. Bouchez le tube à essai, puis agitez-le doucement en l'aérant à l'occasion. Veuillez noter tous les changements observés.

Séparation des pigments par CCM

7. Prenez trois plaques de CCM et tracez une ligne à ~1 cm du bas de chaque plaque à l'aide d'un crayon. Demander à votre démonstrateur de vous donner une pipette capillaire que vous allez utiliser pour déposer une petite quantité de la solution contenu dans l'éprouvette A dans la bande à gauche, du éprouvette B dans la bande du centre et l'éprouvette C dans la bande de droite de chaque plaque (voir le diagramme). N'oubliez pas de bien nettoyer la capillaire après chaque utilisation pour ne pas contaminer les solutions.

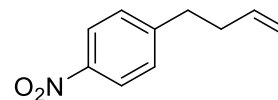
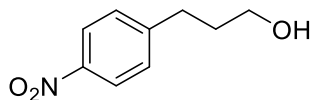
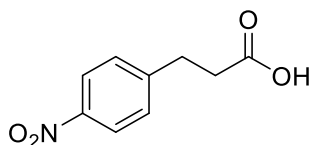
RAPPORT (48 POINTS)

Votre rapport doit comprendre les sections suivantes :

- Page titre (1 point)
- Introduction (6 points)
- Protocole expérimental (1 point)
- Observations et résultats (4 points)
- Plaques de CCM (4 points)
- Diagramme pour la partie A seulement (10 points)
- Discussion (12 points)
- Questions (15 points)

QUESTIONS

1. Comment est-ce qu'une solution de NaCl saturé sert à traiter une émulsion? (1 point)
2. Si le but de la partie A était plutôt d'isoler la catéchine, décrivez de quelle façon vous pourriez isoler ce polyphénol du thé infusé au moyen d'une extraction liquide-liquide pour obtenir le produit brut (2 points).
3. À l'aide des principes de la CCM, classez les composés suivants selon la distance qu'ils pourraient parcourir sur une plaque de CCM. Justifiez votre classement à l'aide de la théorie pertinente. (5 points)



4. À l'aide d'un organigramme et les extractions réactives, proposer comment vous pourriez isoler le benzyle, l'acide benzoïque, et le p-méthyle phénol d'une solution de dichlorométhane tenant les trois composés en état de produit brut. (4 points)
5. Supposant qu'un étudiant est en retard par rapport à ses collègues dans les étapes de purification de la caféine. Par manque d'attention il n'a pas lu la note dans laquelle il est bien mentionné qu'il faut laisser un espace de 1 cm entre le fond de l'éprouvette et la fiole à vide. Il a fait correctement le montage sauf qu'il a laissé un espace de 3 cm entre le fond de l'éprouvette et la fiole à vide. Cela aurait-il un effet sur le rendement de la réaction? Pourquoi? (2 points)

S.V.P. encerclez la cote du cours.(2123 : 2523 : 1321 : 1721)

Écrivez votre nom et numéro d'identité.

Étudiant (e) (1) _____

Étudiant (e) (2) _____

du casier _____

Démonstrateur (rice) _____

| TABLETTE DU HAUT | IN | OUT |
|----------------------|----|-----|
| TUYAU DE CAOUTCHOUC | 4 | |
| PISETTE 250 ml | 1 | |
| PINCE UNIVERSAL | 4 | |
| PINCE EXTENSION | 3 | |
| NOIX DE PINCE | 7 | |
| PINCE A EPROUVETTE | 1 | |
| PINCE A CREUSET | 1 | |
| ANNEAU DE SUPPORT 3" | 1 | |
| GRILLE METALIQUE | 1 | |
| ANNEAU DE LIEGE MO. | 2 | |
| ANNEAU DE LIEGE PT. | 2 | |

| TABLETTE DU BAS | IN | OUT | BOITE DE RANGEMENT | IN | OUT |
|--|----|-----|--------------------------|----|-----|
| BECHER 50 ml | 2 | | ENTENNOIR A FILTRATION | 1 | |
| BECHER 150 ml | 1 | | ENTENNOIR A POUDRE | 1 | |
| BECHER 250 ml | 2 | | VERRE DE MONTRE(90mm) | 2 | |
| BECHER 400 ml | 1 | | FIOLE CONIQUE 50 ml | 3 | |
| BECHER 600 ml | 1 | | TIGE EN TEFLON | 2 | |
| BECHER 1000 ml | 1 | | TUBE DE SECHAGE(plastic) | 1 | |
| EPROUVETTE 16 x 150 | 12 | | MICROSPATULE | 1 | |
| SUPPORT EPROUVETTE | 2 | | SPATULE | 1 | |
| DEVELOPMENT JARS 8 oz. | 2 | | CYLINDRE GRADUEE 10 ml | 2 | |
| FIOLE CONIQUE 125 ml | 2 | | CYLINDRE GRADUEE 50 ml | 1 | |
| FIOLE CONIQUE 250 ml | 1 | | CYLINDRE GRADUEE 100 ml | 1 | |
| FIOLE VIDE 500 ml | 2 | | | | |
| ENTENNOIR BUCHNER | 1 | | | | |
| ADAPTEUR VIDE | 1 | | | | |
| SERRE JOINT EN "C" DANS LE (FLACON EN NALGENE) | 5 | | | | |
| SUPPORT A ENTENNOIR(en bois) | 1 | | | | |

N.B. Chaque casier referme une trousse organique. Faites vérifier votre casier par le (a) démonstrateur (rice) avant de quitter