

Chromatographie sur couche mince

Rebecca Bugingo

8231442

Partenaire de laboratoire :

Maude Chevalier

8162070

CHM1721 Section 2

Professeure:

Dr. Rashmi Venkateswaran

Assistant d'enseignement:

Raphael Galeffi

27 janvier 2016

Département de Chimie

Université d'Ottawa

Protocole : trouver dans le manuel de laboratoire fourni par *Dr. Rashmi Venkateswaran*

Observations : (Il faut noter que pour la partie nous avons utilisé l'inconnu d'un autre groupe faute d'identification durant le laboratoire. Ceci a été approuvé par Dr Rashmi Venkateswaran, elle-même)

Le mélange d'acétate d'éthyle et hexane dans un rapport 2 :8 était un liquide incolore, transparent de forte odeur. Le dichlorométhane, lui, était un liquide transparent, incolore et inodore. Le composé utilisé par le groupe formé de Mahinur Karim et Iris Samputu est # 12 était une poudre de couleur blanche. Le biphényle et le benzophéne étaient tous des liquides incolores et transparent. Finalement le m- bromonitrobenzène et p-bromonitrobenzène étaient aussi tous les deux des liquides transparents, incolores tandis que l'o- bromonitrobenzène était un liquide jaunâtre et transparent. Par contre pour la partie B et la partie C nous avons utilisé l'inconnu 34.

Partie A : (fait par le groupe de Mahinur Karim et Iris Samputu)

- Il y a uniquement trois tâches d'échantillon qui apparaissent lors de la première avec

Partie B

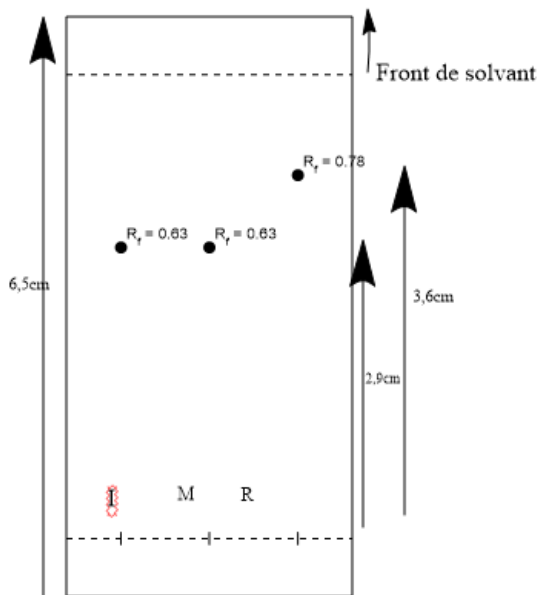
- Acétate d'éthyle
 - Essai avec la benzophénone :
 - Les trois tâches d'échantillon migrent à la même hauteur sur la plaque
 - Essai avec le biphényle :
 - Deux des trois tâches d'échantillon migrent à la même hauteur sur la plaque. L'autre migre plus loin que ces derniers
- Hexane
 - Essai avec la benzophénone :
 - Il y a deux taches qui immigrent à la même hauteur tandis qu'il y a une qui ne bouge pas
 - Essai avec le biphényle :
 - Les trois taches migrent tous à la même hauteur

Partie C

- On observe que quatre taches migrent à la même hauteur tandis qu'une tâche n'est pas visible. On observe donc que les taches correspondant aux m- bromonitrobenzène, 0-bromonitrobenzène, la tâche du mélange migrent à la même hauteur. Cependant celle du p- bromonitrobenzène n'est pas présent.

Diagrammes de chromatographie sur couche mince :

Figure 1. Plaque de CCM de l'inconnu numéro 12 et de la solution de benzophénone comme référence dans l'éluant ayant un mélange d'acétate d'éthyle et d'hexane dans un rapport 2 :8



Légende :

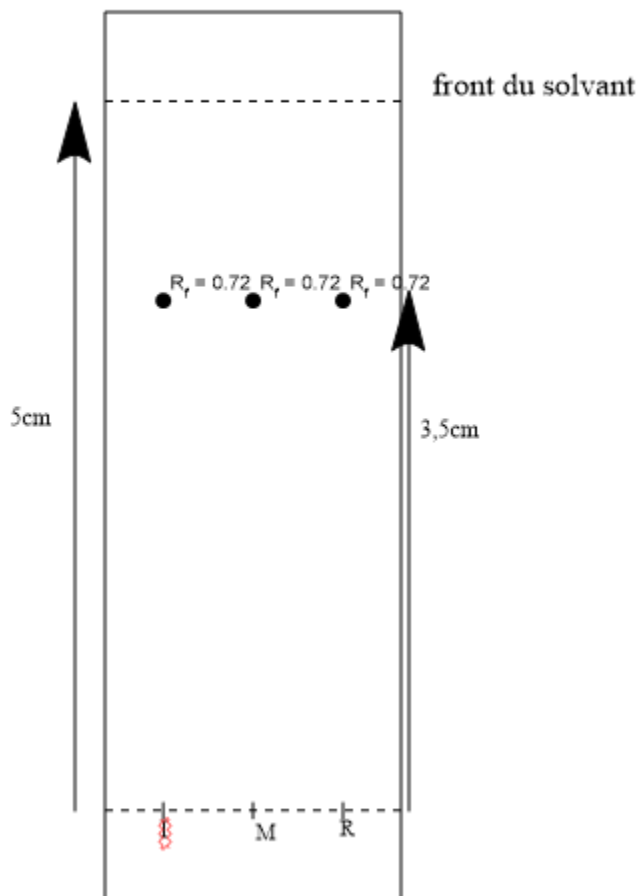
Ref : solution de référence de benzophénone

Co : mélange de benzophénone et de l'inconnue numéro 12

Rxn : inconnue numéro 12

Rf : déplacement des composés

Figure 2. Plaque de CCM de l'inconnue numéro 12 et de la solution de biphényle comme référence dans l'éluant ayant un mélange d'acétate d'éthyle et d'hexane dans un rapport 2 :8



Légende :

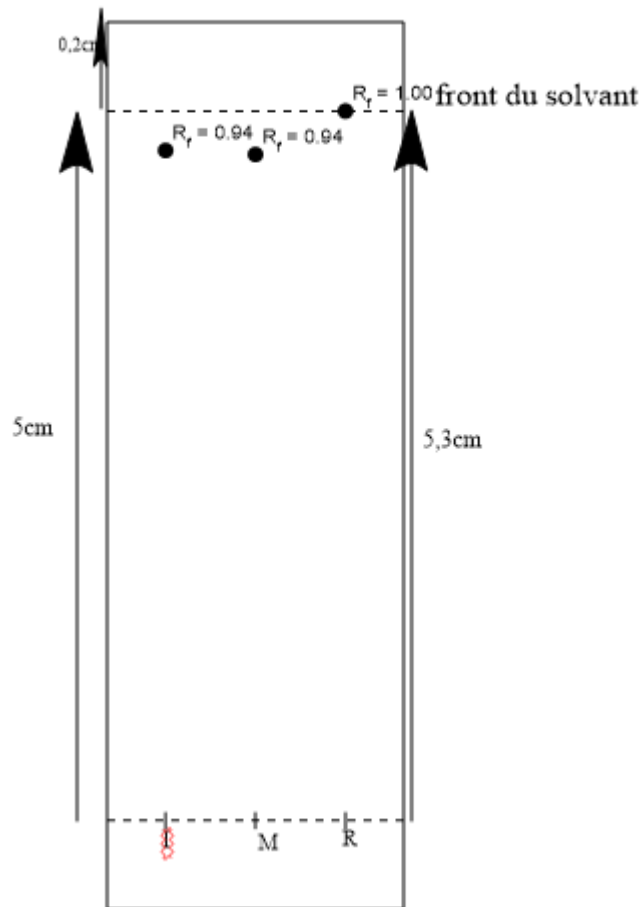
Ref : solution de référence de biphényle

Co : mélange de biphényle et de l'inconnue numéro12

Rxn : inconnue numéro 12

Rf : déplacement des composés

Figure 3. Plaque de CCM de l'inconnue numéro 34 et de la solution de benzophénone comme référence dans l'éluant d'acétate d'éthyle



Légende :

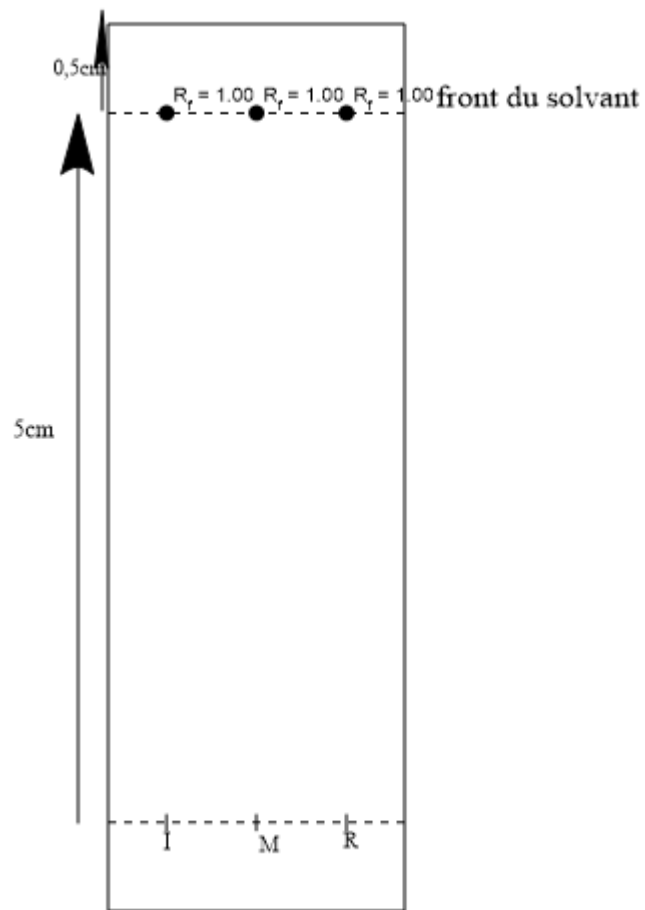
Ref : solution de référence de benzophénone

Co : mélange de benzophénone et de l'inconnue numéro 34

Rxn : inconnue numéro 34

Rf : déplacement des composés

Figure 4. Plaque de CCM de l'inconnue numéro 34 et de la solution de biphenyle comme référence dans l'éluant d'acétate d'éthyle



Légende :

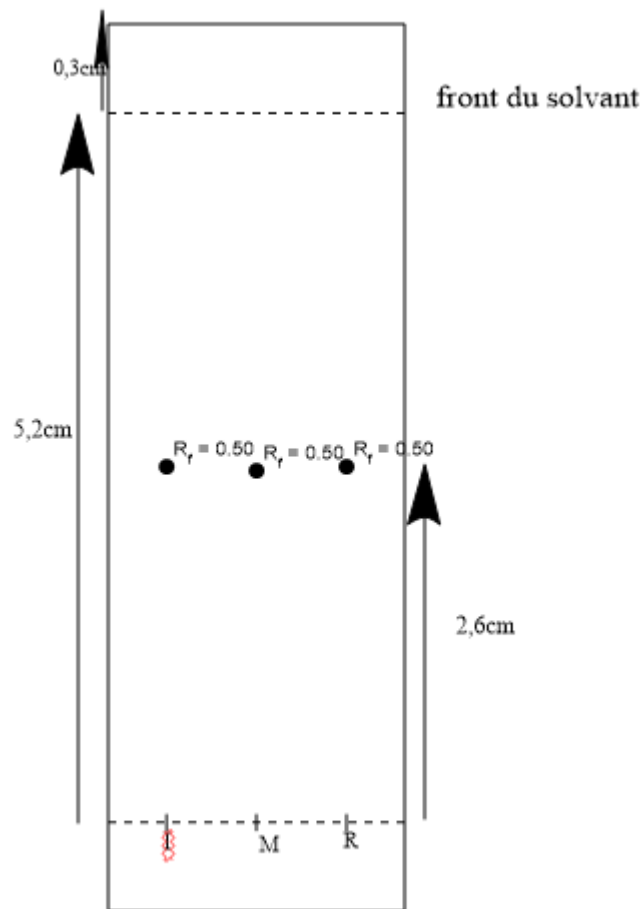
Ref : solution de référence de biphenyle

Co : mélange de biphenyle et de l'inconnue numéro 34

Rxn : inconnue numéro 34

Rf : déplacement des composés

Figure 5. Plaque de CCM de l'inconnue numéro 34 et de la solution de benzophénone comme référence dans l'éluant d'hexane



Légende :

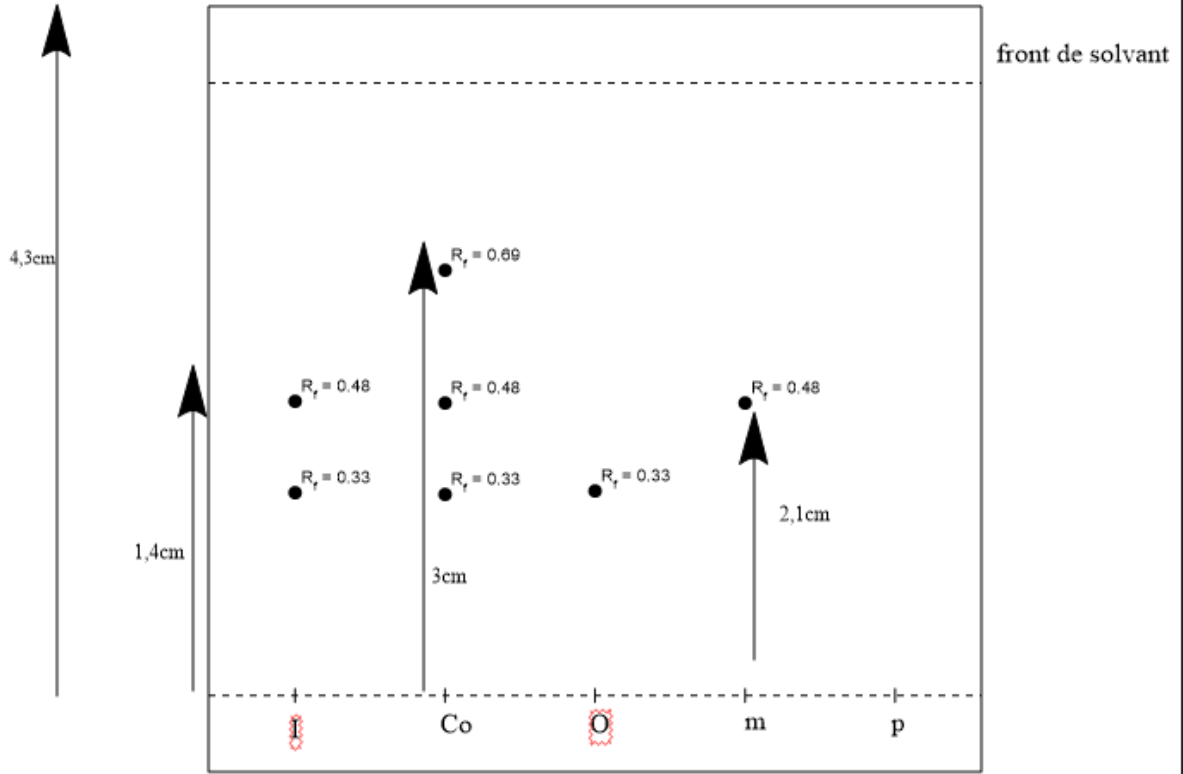
Ref : solution de référence de benzophénone

Co : mélange de benzophénone et de l'inconnue numéro 34

Rxn : inconnue numéro 34

Rf : déplacement des composés

Figure 7. Plaque de CCM de l'inconnue YY et de la solution de O-bromonitrobenzène, m-bromonitrobenzène et p-bromonitrobenzène comme référence dans l'éluant ayant un rapport de 9 :1 du mélange d'hexane et d'acétate d'éthyle.



Légende

I : inconnu ZZ

Co : mélange de l'inconnu et des références o-bromonitrobenzène, m-bromonitrobenzène et p-bromonitrobenzène

o : référence o-bromonitrobenzène

m : référence m-bromonitrobenzène

p : référence p-bromonitrobenzène

R_f : déplacement des composé

Calculs :

Déplacement des composés le long de la plaque de CCM :

Partie A : essai 1

$$R_f = a/b$$

$$R_f = 2,9 \text{ cm}/4,6 \text{ cm}$$

$$R_f = 0,63$$

Pourcentage d'absorbance

Partie C :

Le pourcentage d'absorbance o-bromonitrobenzène

$$\frac{25435.891}{25435.891+22309.163} \times 100 = 53.27\%$$

Le pourcentage d'absorbance m-bromonitrobenzène

$$\frac{22309.163}{25435.891+22309.163} \times 100 = 46.73\%$$

Le pourcentage de moles de m-bromonitrobenzène

$$y = 1.7373x + 0.31$$

$$46.73 = 1.7373x + 0.31$$

$$46.42 = 1.7373x$$

$$X = 26.72 \text{ \% de mole de méta-isomère}$$

Le pourcentage de mole de o-bromonitrobenzène

$$y = 1.7373x + 0.31$$

$$53.27 = 1.7373x + 0.31$$

$$52.96 = 1.7373x$$

$$X = 30.48 \text{ \% de mole d'ortho-isomère}$$

Discussion :

Il y a plusieurs méthodes utilisés dans la purification d'un produit final. Cependant La chromatographie est la méthode la plus fiable et la plus rapide. Elle permet donc de purifier un échantillon ainsi que déterminer la pureté des échantillons. Cette méthode comporte deux phases dont l'une stationnaire et l'autre mobile. Dans ce laboratoire, la phase stationnaire est une mince couche d'adsorbant fixée à une plaque et la phase mobile passe sur la plaque, au travers de la phase stationnaire. Le gel de silice est l'adsorbant qui sera utilisé. La silice est une substance polaire et la phase mobile est un solvant organique. L'augmentation de la polarité d'un solvant augmente l'attraction d'un composé vers ce solvant, ce qui accélère son déplacement le long de la plaque. On peut maximiser les séparations en modifiant la polarité de la phase mobile. (Dr Rashmi, le manuel du lab, p.14)

Dans la première partie du laboratoire, le groupe de Mahinur Karim et Iris Samputu a effectué deux essais dans un éluant ayant un mélange d'acétate d'éthyle et d'hexane dans un rapport de 2 :8. L'inconnue utilisée était #12. Dans le premier essai, la solution de référence utilisée était le biphényle. La migration de tous les composés avait un R_f de 0,72. Le composé inconnu avait donc une polarité identique au biphényle. Lors du deuxième essai en utilisant la benzophénone, on remarque que l'échantillon inconnu avait un R_f inférieur à celui du composé de référence, soit 0,63 sur 0,78 de référentiel. Ainsi, le composé inconnu avait une polarité supérieure au benzophénone. Puisque nous savons que les composés plus polaires forment plus de ponts hydrogène avec la silice et se déplacent moins rapidement le long de la plaque que les composés moins polaires, on peut alors émettre une hypothèse que le composé inconnu possède le même groupe fonctionnel aromatique que le biphényle.

La deuxième partie du lab constituée à effectuer deux essais dans l'acétate d'éthyle, et deux autres essais, dans l'hexane. Cette partie nous a permis de connaître l'effet du solvant sur la CCM. Les deux essais dans l'acétate d'éthyle ont eu comme résultat des R_f très élevés de 0,94 et de 1. Les composés ont donc migré le long de la plaque de silice ce qui veut qu'ils ont été plus attirés au solvant qu'à la phase stationnaire. Cela veut aussi dire que les composés ont formé plus de pont d'hydrogène avec le solvant. Au contraire, la migration des composés avec l'hexane comme solvant était beaucoup inférieure. L'hexane est un solvant moins polaire que l'acétate d'éthyle. Ainsi, les composés ont formé plus de ponts d'hydrogène avec le gel de silice et ont été fortement attirés par celui-ci. Par conséquent, les composés ont migré moins haut sur la plaque et avaient des R_f très faibles de 0,5 pour chaque essai. Lors de cette expérience cependant on a remarqué une tache ne s'est pas déplacé, fautes aux erreurs commises pendant qu'on effectué ce laboratoire.

Dans la partie C, on utilise les composés de o-bromonitrobenzène, m-bromonitrobenzène et p-bromonitrobenzène afin de trouver le rapport de leur composition dans l'inconnu ZZ. Selon nos

résultats, on observe que la valeur R_f de l'inconnu est la même pour le o-bromonitrobenzène et le m-bromonitrobenzène. Elles sont respectivement 0.33 et 0.48. Ainsi, on sait de l'inconnu ZZ contient la substance des références. L'inconnu possède 53.27% de o-bromonitrobenzène et 46.73% de m-bromonitrobenzène.

Il y a beaucoup sources d'erreurs plausibles dans ce laboratoire. Tout d'abord, la ligne de front n'était pas toujours à la même hauteur. Ensuite le temps varié lorsqu'on mettait les plaques dans l'éluant. Ainsi donc, cela aurait affecté les valeurs de référence calculées si les plaque n'étaient laissée dans l'éluant pour le montant de temps nécessaire. En plus, lors de la manipulation des plaques de CCM, il y a la possibilité qu'on a contamine les plaques ce qui aurait pu interféré lors de l'expérience avec la silice. Cela aurait alors affecté sa polarité. De plus, il est possible qu'on ait ajouté trop de solvant organique ce qui aurait mené à des erreurs puisque des petites quantités produisent des meilleurs résultats, car il y a une meilleure interaction avec la phase stationnaire. En plus de cela dans la dernière partie on a utilisé une seule plaque pour 5 gouttes. Le fait que la plaque soit petite aurait pu causer un mélange de ces gouttes ce qui aurait produit des résultats erronés

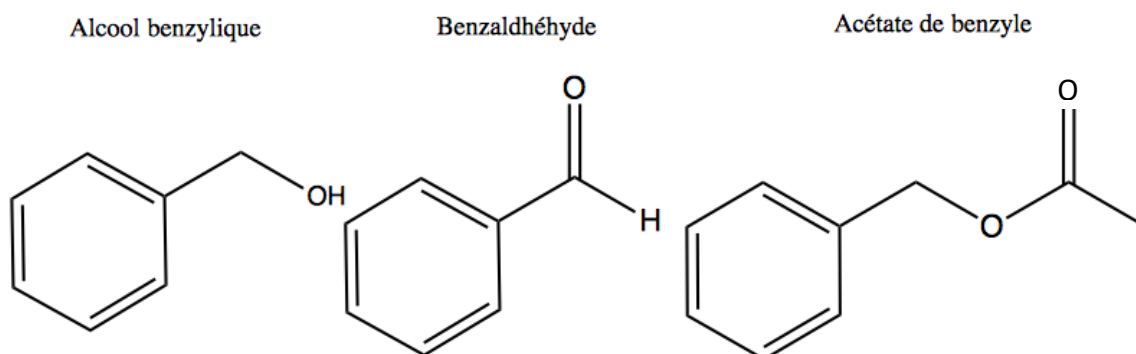
Questions :

1. De quelle façon la polarité d'un système de solvant influence-t-elle les résultats d'une CCM?

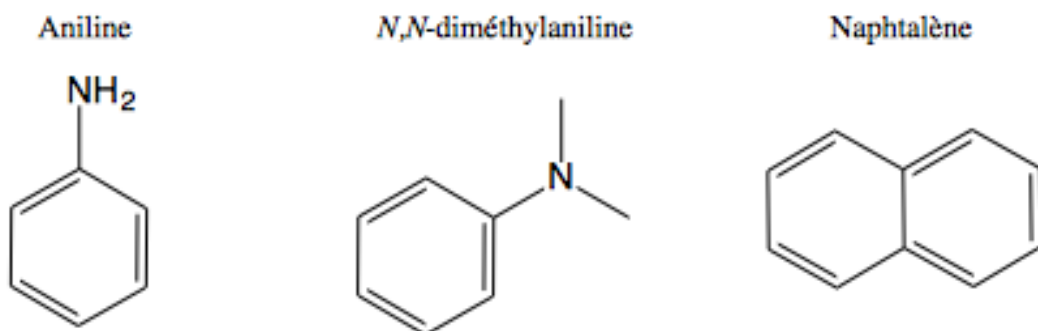
Les composés les plus polaires sont beaucoup plus attirés par la silice que par le solvant grâce au formation de pont d'hydrogène. Au contraire, les composés moins polaires sont moins attirés par la silice, ils forment donc moins de ponts d'hydrogène. Les composés moins polaires se déplacent donc plus rapidement le long de la plaque CCM. Bref plus la polarité d'un solvant augmente, il formera plus de ponts hydrogènes avec le composé, augmentant l'attraction entre ces deux derniers. Le composé immigre alors plus haut sur la plaque CCM et en se rapprochant du front du solvant.

2. Parmi l'ensemble de composés suivants, lequel obtiendrait la plus petite valeur de R_f sur un gel de silice ? Expliquez votre raisonnement à l'aide d'une phrase. Dessinez les structures de chaque composé.

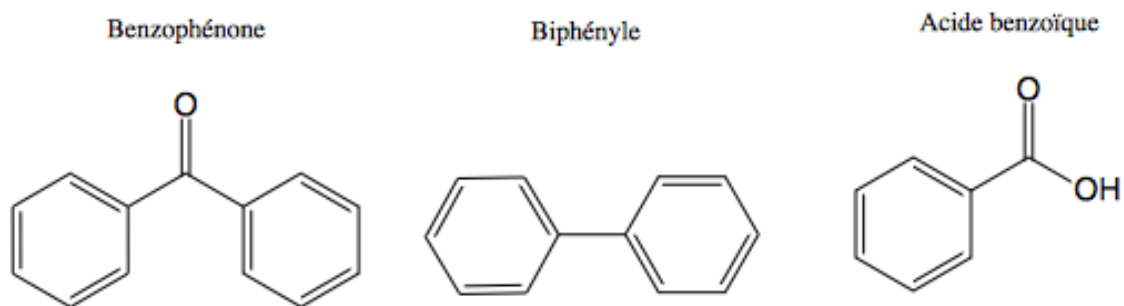
- a. L'alcool benzylique obtiendrait une plus petite valeur de R_f . C'est un composé plus polaire et donc sera fortement attiré par la phase stationnaire.



- b. L'aniline a la plus petite valeur de R_f , parce qu'il crée le plus de ponts hydrogène avec le gel de silice et s'avance donc plus lentement.



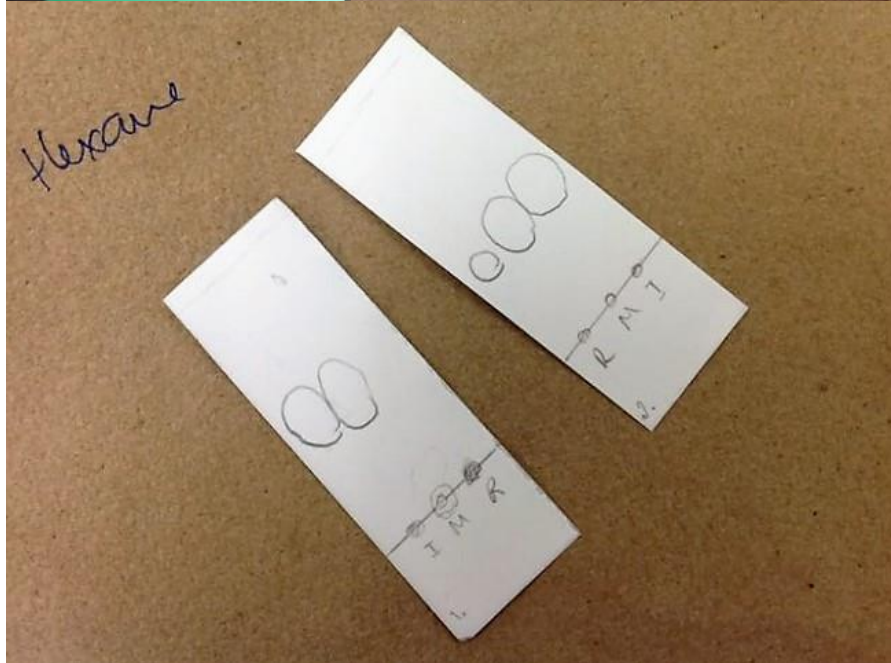
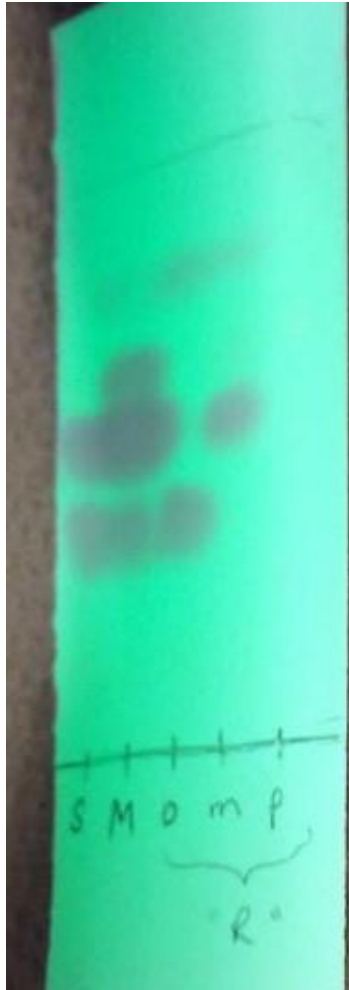
- c. L'acide benzoïque aura la plus petite valeur de R_f sur un gel de silice. Le groupement fonctionnel des acides carboxyliques est très polaire et forme donc le plus de ponts hydrogène avec la silice.

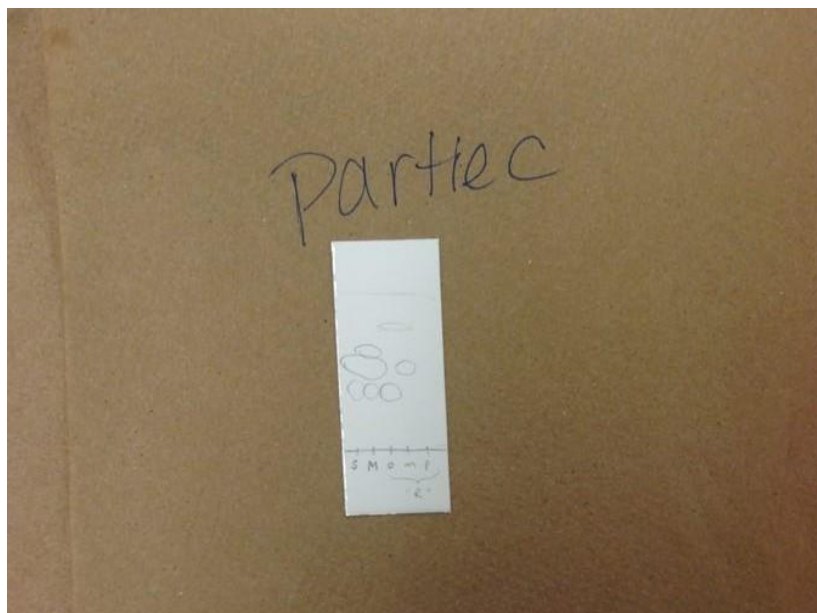


Conclusion :


En conclusion l'inconnu 12 avait le même groupe fonctionnel aromatique que le biphényle. L'inconnu 34 se déplace plus dans l'acétate d'éthyle. Finalement l'inconnu ZZ est composé de o-bromonitrobenzène et m-bromonitrobenzène

Données brutes :





1!

 **Rebecca Buggingo** <rbugi047@uottawa.ca>
to musicrashmi

Jan 25 (2 days ago)




Bonjour madame,
Lors du laboratoire de chimie organique I, nous n'avions pas identifié nos CCM pour la partie A. Du coup on ne peut pas tirer de conclusion de l'expérience pour cette partie.
Nous voulons ainsi savoir si nous pouvons utiliser la partie A d'un autre grouper si cela vous convient. Merci pour votre bonne compréhension.
Maude chevalier (8162070) et Rebecca Buggingo (8231442)

 **Rashmi Venkateswaran**
to me

Jan 25 (2 days ago)



 French > English [Translate message](#)

[Turn off for: French](#) x

Cette fois, je le permettrai...en future, je l'annoncerai au labo qu'il ne sera pas permis...vous ne profiterez pas.

Take care....Rashmi

Dr. Rashmi Venkateswaran

Senior Instructor/Undergrad Chem Lab Coordinator | Coordonnatrice des labos de chimie de 1^{er} cycle
Department of Chemistry and Biomolecular Sciences | Département de Chimie et sciences biomoléculaires
University of Ottawa|Université d'Ottawa

10 Marie Curie, Ottawa, ON K1N 6N5

Ph : [1-613-562-5800](tel:1-613-562-5800) x 6377

Fax: [1-613-562-5170](tel:1-613-562-5170)

From: Rebecca Buggingo [<mailto:rbugi047@uottawa.ca>]

Sent: January-25-16 11:44 AM

To: Rashmi Venkateswaran

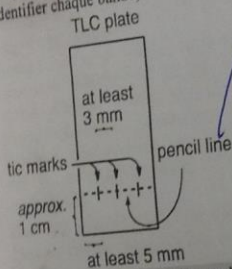
Subject: Lab 1 de chimie

(Traduction de la figure : Indiquer le front de solvant / Isoler le système de solvants : solvants et ratio utilisés / Système de solvants : EtOAc:Hexanes 9:1 / Identifier tous les points et indiquer leur valeur de R_f / Produit diol $R_f = 0,53$ / Réactif cyclohexène $R_f = 0,24$ / Inclure une légende. Une autre personne doit être en mesure de refaire votre CCM à partir des renseignements fournis. / R / Pc / Mr / R : Réactif cyclohexène Pc : point combiné Mr : mélange réactionnel / Étiqueter les bandes)

Partie expérimentale

Partie A : Détermination des composés d'une solution inconnue à l'aide de la CCM.

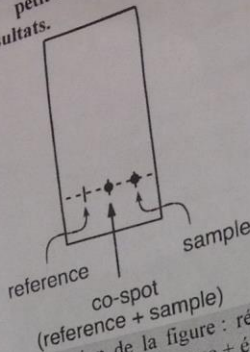
- ✓ Ajoutez environ 10 mL d'un mélange de 2:8 d'acétate d'éthyle (EtOAc) et d'hexane à votre récipient d'éluion, puis placez le couvercle sur le récipient.
- ✓ Préparez deux plaques de CCM en traçant doucement une ligne horizontale au crayon à environ 1 cm du bas de chaque plaque (assurez-vous de ne pas toucher à la silice avec vos doigts). Tracez trois marques équidistantes sur cette ligne. Les bandes extérieures devraient être situées à au moins 5 mm de chaque extrémité. Assurez-vous de noter ce qui sera déposé dans chaque bande (vous pouvez identifier chaque bande).



(Traduction de la figure : Plaque de CCM / au moins 3 mm / marques / ligne au crayon / environ 1 cm / au moins 5 mm)

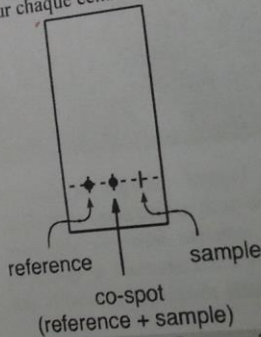
- ✓ Demandez à votre démonstrateur un échantillon qui contient un composé inconnu. Notez le numéro d'identification de votre inconnu dans votre rapport de laboratoire.
 - ✓ Dans une petite éprouvette, dissolvez environ 10 mg de votre échantillon dans 1 à 2 mL de dichlorométhane. Assurez-vous d'étiqueter l'éprouvette de façon à ce que vous sachiez qu'elle contient votre échantillon.
5. Déposez une goutte de cette solution d'échantillon sur les deux plaques préparées à l'étape 2, dans la bande d'échantillon et la bande de point combiné. Pour appliquer une tache, plongez un capillaire dans la solution. Appuyez l'extrémité du capillaire sur la

plaque de CCM dans la bande de référence. Laissez la solution s'étendre sur la plaque. Attendez quelques secondes pour que le solvant s'évapore. Appliquez de PETITES quantités sur la plaque. De petites taches produisent de meilleurs résultats.



(Traduction de la figure : référence / échantillon / point combiné (référence + échantillon))

6. Mettez environ 2 mL de la solution de référence de benzophénone dans une autre éprouvette. Appliquez cette solution d'échantillon sur UNE des plaques préparées à l'étape 2, dans la bande de référence et d'appliquer la solution dans la bande de point combiné en dernier. Utilisez un nouveau capillaire pour chaque échantillon.



(Traduction de la figure : référence / échantillon / point combiné (référence + échantillon))

7. Mettez environ 2 mL de la solution de référence de biphenyle dans une autre éprouvette. Appliquez cette solution d'échantillon sur l'autre plaque préparée à l'étape 2, dans la bande de référence et la bande de point combiné.
8. Placez soigneusement les plaques de CCM dans le récipient d'éluion, en vous assurant que la ligne de crayon se situe au-dessus du niveau du solvant. Assurez-vous que la couche de silice est dirigée vers le centre du récipient. Placez le couvercle sur le récipient d'éluion. Laissez le solvant éluer jusqu'à ce que le front de solvant soit à environ 1 cm du haut de la plaque. (3 à 5 min.)