

Chimie Organique Laboratoire #3
Extraction

Jason-Lee Jones
8760334

CHM1721 – A01

Démonstrateur :
Nooria Rizvi

Partenaire :
Lexi McGrath

15 février 2017

Département de Chimie

Université d'Ottawa

Laboratoire #2
Purification de produits chimiques par distillation

Jason-Lee Jones

Le 1^{er} février 2017

Protocole expérimental et observations

Partie A : Extraction de colorant soluble dans l'eau

Protocole :

Se référer au manuel de laboratoire du Département de Chimie (Université d'Ottawa), page 30-36

Observations :

1. Une fois le bleu de méthylène ajouté à la solution puis mélangé en agitant l'ampoule à décantation, le colorant bleu se trouvait dans la phase aqueuse, donc en bas de l'éprouvette.
2. En mélangeant le rouge de méthylène avec la solution, le colorant rouge se trouvait dans la phase organique (phase du dessus), laissant la phase aqueuse transparente.
3. En mélangeant le contenu des 2 éprouvettes, le colorant bleu se situe en bas de l'éprouvette (phase aqueuse) et le colorant rouge en haut de l'éprouvette (phase organique).

Effet de salaison

4. En ajoutant le violet cristal ainsi que du NaCl à la solution, le colorant violet se retrouve en haut de la solution

Tableau 1. Observations – Partie A

Composé	Mass molaire (g/mol)	Densité (g/cm ³)	Observations
Eau distillé	18.2	1.0	Incolore, aucune odeur, liquide
Bleu de méthylène 0.006M	319.85	0.98	Couleur bleu, aucune odeur, liquide

Rouge de méthylène 0.006M	269.30	0.791	Couleur rouge, aucune odeur, liquide
Crystal violet 0.003M	407.98	-	Couleur violet, aucune odeur, liquide
1-Butanol	74.12	-	Incolore, liquide
Chlorure de sodium	58.44	-	Cristaux de couleur blanc, aucune odeur
Oxyde de diéthyle	74.12	0.713	Incolore, forte odeur, liquide

Partie B : Distillation fractionné

Protocole :

Se référer au manuel de laboratoire de Département de Chimie (Université d'Ottawa), page 30-36

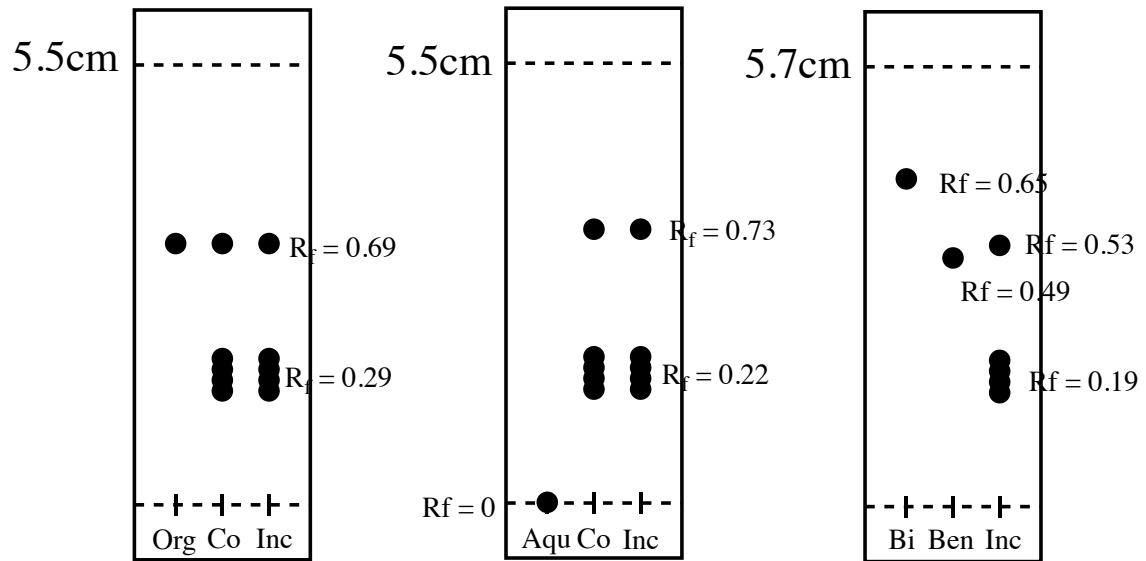
Observation :

Tableau 2. Observation – Partie B

Composé	Mass molaire (g/mol)	Quantité	Observations
Inconnu #1*	-	0.76g	Poudre granuleuse et blanche
HCl	36.46	-	Odeur très forte, apparence blanche lorsque dans la solution, a eu besoin de beaucoup de goutte avant l'apparition de précipitation
NaOH 2M	39.997	10 mL	-
Dichlorométhane	84.93	10 mL	-

*Masse obtenue à la fin de l'expérience : 0.551g

CCM



Org : Phase organique

Co : Inconnu #1 + Phase organique

Inc : Inconnu #1

Aqu : Phase aqueuse

Co : Inconnu #1 + Phase aqueuse

Inc : Inconnu #1

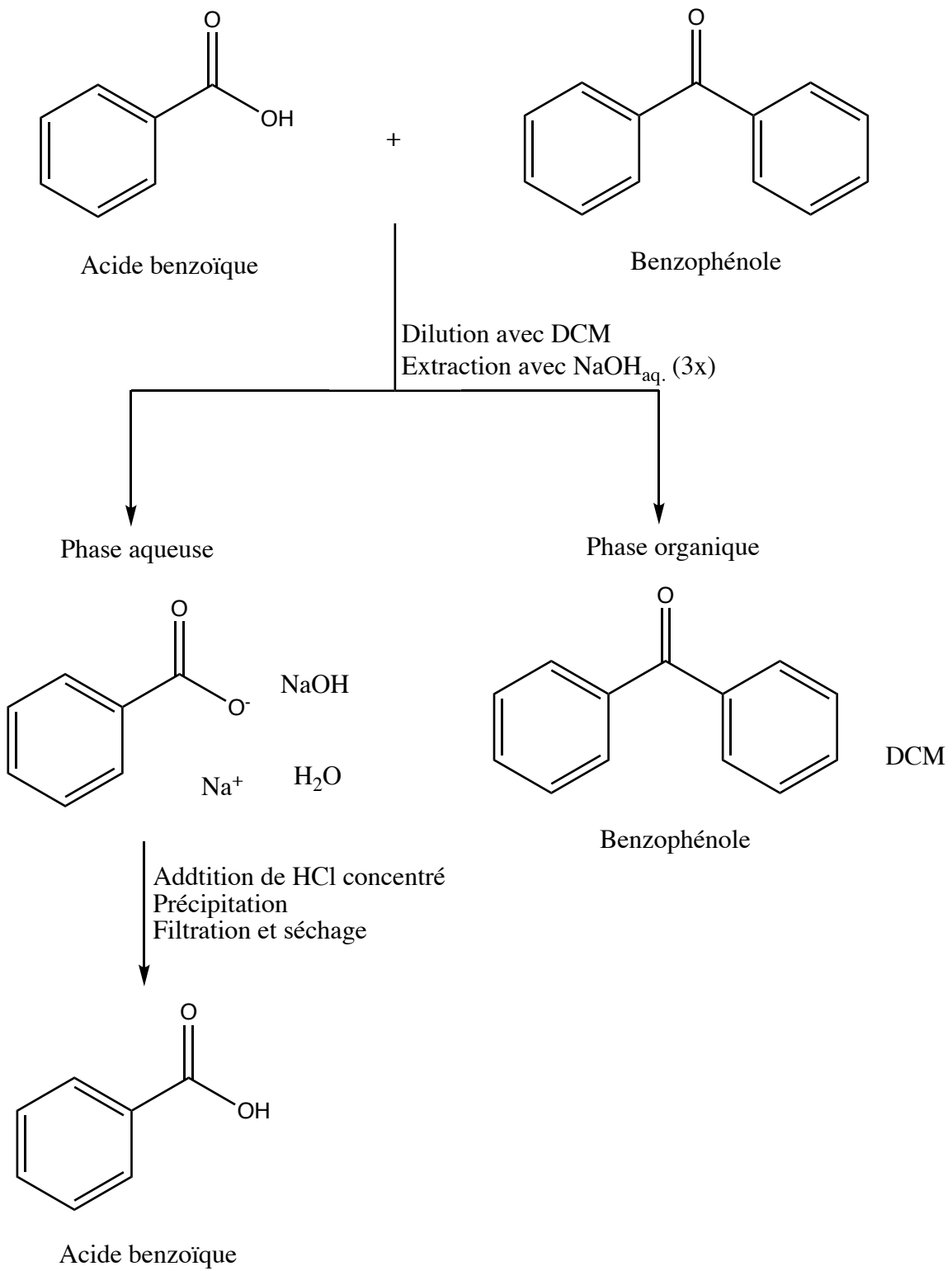
Bi : Biphényle

Ben : Benzophénone

Inc : Inconnu #1

Solvant : 2:8 EtOAc et Hexane

Organigramme



Tableaux des résultats

Tableau 3. Constituant de l'inconnu

Nom de l'inconnu	Inconnu #1
Masse initiale (g)	0.76
Masse obtenue (g)	0.551
Composition	Benzophénone
% de composition	72.5

Calculs

1. Calcul du Rf pour la phase organique du 1^{er} CCM :

$$Rf = \text{Longueur du point} / \text{Longueur de la plaque}$$

$$Rf = 3.8 / 5.5$$

$$Rf = 0.69$$

2. Calcul du pourcentage de composition :

$$\% \text{ de composition} = \frac{\text{Masse d'extraction}}{\text{Masse initiale}} \times 100$$

$$\% \text{ de composition} = \frac{0.551}{0.76} \times 100$$

$$\% \text{ de composition} = 72.5\%$$

Discussion

Justification du protocole

Le manuel de laboratoire de chimie organique I (CHM1721) a été utilisé afin de réaliser cette expérimentation en passant par deux étapes important donc la partie A (extraction de colorant soluble dans l'eau) et la partie B (distillation fractionnée).

Partie A :

Dans cette partie du laboratoire, le concept d'immiscibilité de deux substances est expliqué par la formation de couches qui ne se formeront que s'il y a présence d'une phase aqueuse ainsi qu'une phase organique. La densité des substances détermine la position de ces deux phases dans l'éprouvette. Dans la partie A, l'oxyde de diéthyle, une substance organique ayant une densité moins élevée que l'eau, forme la phase organique dans la partie du dessus et l'eau forme la partie de dessous, la phase aqueuse. Cependant, si la densité de la phase organique est plus élevée que l'eau, celle-ci se trouvera dans la phase du bas.

Les résultats montrent que le bleu de méthylène possède une densité semblable à celle de l'eau, menant à sa dissolution dans la phase aqueuse de la solution. Le bleu de méthylène est donc miscible avec l'eau mais immiscible dans l'oxyde de diéthyle. De plus, les résultats montrent aussi que le rouge de méthylène est miscible dans l'oxyde de diéthyle du au fait que ça densité était plus basse que celle de l'eau. Ensuite, lors de la salaison de la solution, du NaCl a été ajouté à la solution violet et une fois secoué, le colorant violet s'est trouvé dans la phase supérieur de l'éprouvette, la phase organique.

Partie B :

Dans la deuxième partie du laboratoire, le processus d'extraction pour séparer la substance inconnue #1 est effectué à l'aide de l'ampoule à décantation. Suite aux 3 extractions effectuées, l'ajout d'HCl à la solution amène celle-ci à devenir fortement acide. Une fois le procédé terminé, le mélange est placé dans un bain de glace, où il y a formation de précipité, qui est recueilli au moyen de la filtration par succion. Une fois que le précipité est sèche, il est pesé afin de pouvoir calcule le rendement des extractions.

Après avoir terminé les plaques de CCMs, les résultats étaient convainquant. Après avoir observé ceux-ci, des tache plus grosses et allongées pouvaient être observé, potentiellement en raison de la polarité des composés ou d'erreurs de manipulation. Sur la première plaque de CCM, les résultats montrent deux points sur l'emplacement du Co ainsi que sur celui de l'inconnue. Ce phénomène s'explique par le fait que la polarité de l'inconnue et de celui de dichlorométhane est différente. Sur la seconde plaque de CCM, on remarque que le point de la phase aqueuse n'a pas bougé. Cela peut s'expliqué par une contamination de la plaque de CCM à l'emplacement de cette phase. Encore une fois, les résultats montrent deux points situés côte à côte sur l'emplacement du Co ainsi que de l'inconnue ($R_f = 0.73$ pour les points du haut et $R_f = 0.22$ pour les points du bas) La troisième plaque de CCM a montré que le composé inconnu #1 était bel et bien du Benzophérol puisque les points de l'inconnu, ayant un R_f de 0.53, se situe près de celui du Benzophérol, ayant un R_f de 0.49.

Sources d'erreurs

L'expérience #3 possède plusieurs sources d'erreurs. Tout d'abord, au cours de la partie B du laboratoire, les taches se trouvant sur les CCMs étaient toutes au bon endroit à l'exception de celle de la phase aqueuse du 2^e CCM. Cela peu être causé par l'erreur humaine, la mauvaise technique de manipulation, qui aurait pu contaminer la plaque de CCM, ou une durée d'élution trop longue, qui aurait un faire disparaître la tache. De plus, une trop grande quantité de HCl ajouté à la solution lors de la partie B aurait pu amener la formation de précipité NaCl, ce qui amènerait de faux résultats lors de la peser du précipiter. Lors de la prise de la masse du résidu de l'inconnu #1, si celui-ci n'était pas complètement sèche, le résultat obtenu serait différent. Si ces facteurs pouvaient avoir été réduits, les valeurs obtenues auraient pu être plus exactes.

Questions

1. Il serait difficile d'effectuer une extraction à l'aide d'éthanol et d'eau parce que l'éthanol est miscible dans l'eau. Ce qui signifie qu'une fois placé et secoué dans l'éprouvette, aucune couche ne serait visible et c'est pourquoi l'oxyde de diéthyle est utilisé dans la partie A parce qu'il est immiscible dans l'eau formant des couches séparées.
2. L'addition de NaCl à une éprouvette contenant de l'eau, de l'oxyde de diéthyle et du bleu de méthylène diminuerait la quantité de colorant dans la couche aqueuse.

3.

$$KD = [(W1)/(V2)]/[(W2)/(V2)]$$

$$KD = [(2)/(100)]/[(20)/(100)]$$

$$KD = 0.1$$

Coefficient de distribution : 10:1

$$\frac{x}{1.8 - x} = 10$$

$$x = 18 - 10x$$

$$11x = 18$$

$$x = 1.6g$$

4.

$$\frac{2x}{1.8 - x} = 10$$

$$2x = 18 - 10x$$

$$x = 1.5g$$

$$1.8 - 1.5 = 0.3g$$

$$KD = [(W1)/(V2)]/[(W2)/(V2)]$$

$$10 = [(0.3)/(100)]/[(W2)/(50)]$$

$$W2 = 0.2g$$

Il y a un total de 1.7g qui a été transféré

5. Si une étudiante quelle est la phase organique, elle pourrait déterminer quelle couche est la phase aqueuse en testant la solubilité dans l'eau des phases inférieure et supérieure de l'ampoule à décantation. La phase aqueuse se dissout dans l'eau, tandis que la phase organique ne se dissout pas.
6. Pour séparer un mélange de l'amine benzylique (une base organique) et du naphthalène, il faudrait ajouter un acide à l'amine benzylique. Ensuite, il faut précipiter le sel, puis le sécher et évaporer le solvant. Ce sel sera soluble dans la phase aqueuse, et donc aussi dans l'eau. Le naphthalène restera dans la phase organique parce qu'il est le composé organique neutre. La phase aqueuse et organique peut ensuite être séparée en utilisant une ampoule à décantation.

Annexe

Partie A

1. Le colorant est dans la phase aqueuse (bleu)
2. Le colorant est dans la phase organique (rouge)
3. Phase aqueuse → bleu ; Phase organique → rouge
(Solut^s sont bcp, très volatile)

* Dans phase organique (haut^e), il y avait de petites bulles qui ne se mélangent pas complètement pcq l'éprouvette était contaminée à d'autres solut^s organiques. C'est p^k on rajoute du sel pour bien séparer les phases.

5. Colorant est au-dessus de la solut^s (H⁺) → phase organique

Partie B: * Inconnue #1 → 0,76g / 15,496g → Enton + pap

Inconnue
Masse initiale
Masse obtenue
Composition
% de compo

↳ Résidu de cristaux bien

* Oublié d'enlever le bouchon