

## **Expériment 3: Extraction**

Par Elizabeth Marija  
8138162

Démonstrateur:

Julie Brousseau

11 février 2018

Département de Chimie

**Université d'Ottawa**

## PROTOCOLE

Suivez le manuel de laboratoire << CHM 1721 Manuel de Laboratoire de Chimie Organique 2018>> page 31-37.

## OBSERVATIONS

### **Partie A: Extraction de colorants solubles dans l'eau**

	<b># de Couches Visibles</b>	<b>Couleur de la Phase Organique</b>	<b>Couleur de la Phase Aqueuse</b>	<b>Emulsion Présente</b>	<b>Observations Supplémentaires</b>
Solution de <b>bleu de méthylène</b> à 0,006 M	2	<b>Incolore-</b> Le colorant n'est pas présent	<b>Bleu</b>	<b>Non</b>	- Colorant était présent dans seulement la couche aqueuse.
Solution de <b>rouge de méthyle</b> à 0,006 M	2	<b>Jaune</b>	<b>Rouge Claire/Rose</b>	<b>Non</b>	- Colorant était présent dans les deux couches.
Mélange de <b>bleu de méthylène</b> & de <b>rouge de méthyle</b>	2	<b>Jaune</b>	<b>Bleu</b>	<b>Non</b>	- Colorant était présent dans les deux couches.
Solution aqueuse de <b>violet cristal</b> à 0,003 M & 0,5 mL de 1-butanol et <b>NaCl</b>	3	<b>Violet</b>	<b>Incolore-</b> Le colorant n'est pas présent	<b>Oui</b>	- Colorant était présent dans seulement la couche organique.
Solution aqueuse de <b>violet cristal</b> à 0,003 M & 0,5 mL de 1-butanol	1	<b>Violet-</b> La solution entière est restée violette	<b>Violet-</b> La solution entière est restée violette	<b>Non</b>	- Colorant était présent <b>parmi toute la solution.</b>

### **Partie B: Séparation d'un mélange à l'aide d'une extraction fondée sur la réactivité**

- L'inconnu utilisée était Inconnu #1. Une mesure de 0,50g de l'échantillon a été utilisée.
- Pendant l'extraction, la phase organique était incolore.
- La phase aqueuse était essentiellement claire mais avait l'apparence d'être grasseuse.
- Environ 120 gouttes de HCl concentré ont été utilisés pour acidifier notre échantillon d'extraits et pour qu'une précipitation a été créée.

- Le morceau de papier filtre n'a pas été placé pendant la filtration par succion, de sorte qu'il a affecté la collection globale du produit / précipité de notre extraction.
- Un peu de précipité est resté dans la solution aqueuse à cause de l'absence de filtre. Cette action a affecté certains résultats tout au long de l'expérience.
- Le poids de l'échantillon recueilli de la filtration de succion était de 0,30g.

## Partie B: Plaques CCM

### Plaque CCM #1

	Plaque CCM #1
Distance de déplacement de la tâche	<b>3.2 cm de la ligne d'origine</b>
Numéro des Tâches Visualiser	<b>3 Tâches</b>
Observation Supplémentaire	<b>Deux</b> traces ont été observées sur la plaque de CCM. Un sentier qui mesurait <b>1,5 cm</b> de la ligne de dépôt- de l'échantillon de l'Inconnu et un autre qui mesurait <b>1,8 cm</b> de la ligne de dépôt- de l'échantillon du point combiné.

### Plaque CCM #2

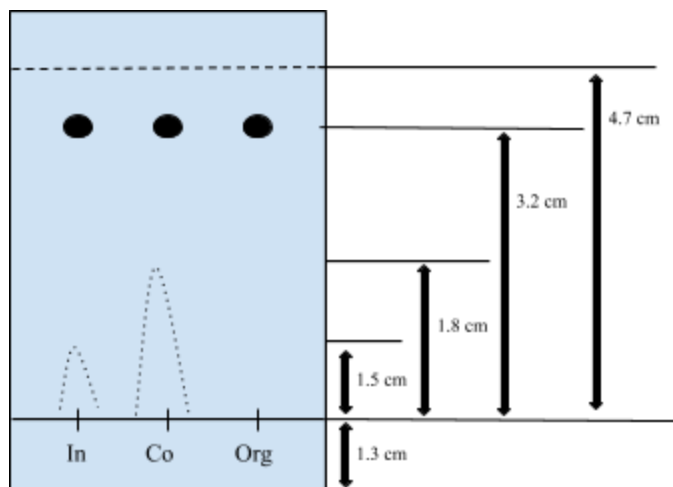
	Plaque CCM #2
Distance de déplacement de la tâche	3.0 cm de la ligne d'origine
Numéro des Tâches Visualiser	3 Tâches
Observation Supplémentaire	<b>Trois</b> traces ont été observées sur la plaque de CCM. Un sentier qui mesurait <b>0,6 cm</b> de la ligne de dépôt- de l'échantillon de l'Inconnu et un autre qui mesurait <b>1,7 cm</b> de la ligne de dépôt- de l'échantillon du point combiné. Le dernier sentier mesurait <b>1,3 cm</b> de la ligne de dépôt- de l'échantillon de la phase aqueuse.

### Plaque CCM #3

	Plaque CCM #3
Distance de déplacement de la tâche	<b>3.2cm (2 tâches) et 4.0cm (1 tâche) de la ligne d'origine</b>
Numéro des Tâches Visualiser	<b>3 Tâches</b>
Observation Supplémentaire	<b>Il n'y avait pas de sentiers présents sur cette plaque de CCM.</b>

## PLAQUES CCM

### Plaque CCM #1

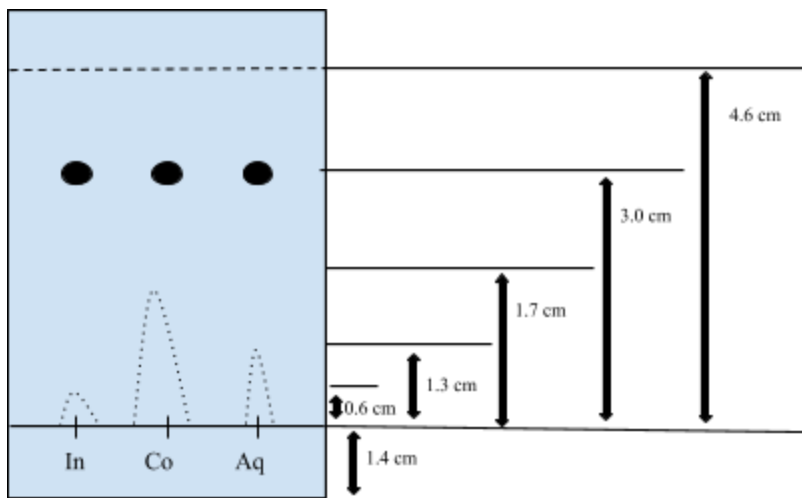


Plaque 1. Démontre les tâches acquises à partir des échantillons de la solution de l'inconnu, les deux solutions combinées (Inconnu et Organique) et de la solution de la phase organique.

Valeurs  $R_f$  des tâches de l'Inconnu, du Combiné, et de l'Organique sont 0.68.

\*Éluant utilisé était un mélange de 2:8 d'acétate d'éthyle (EtOAc) et d'hexane.

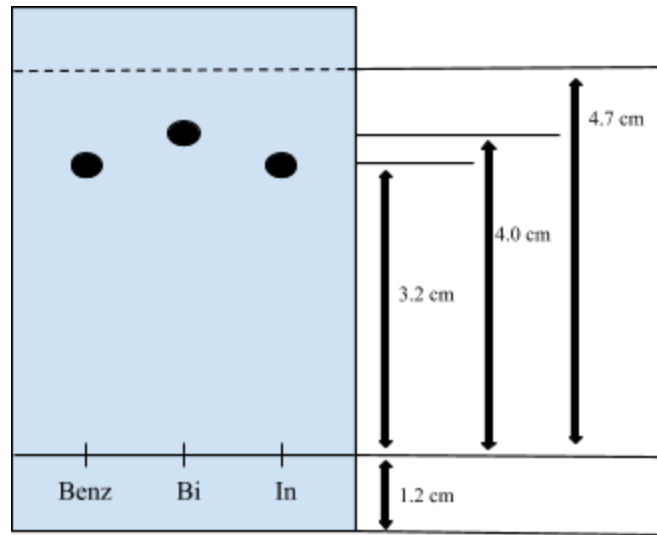
### Plaque CCM #2



Plaque 2. Démontre les tâches acquises à partir des échantillons de la solution de l'inconnu, les deux solutions combinées (Inconnu et Aqueuse) et de la solution de la phase aqueuse. Valeurs  $R_f$  des tâches de l'Inconnu, du Combiné, et de l'Aqueuse sont 0.65.

\*Éluant utilisé était un mélange de 2:8 d'acétate d'éthyle (EtOAc) et d'hexane.

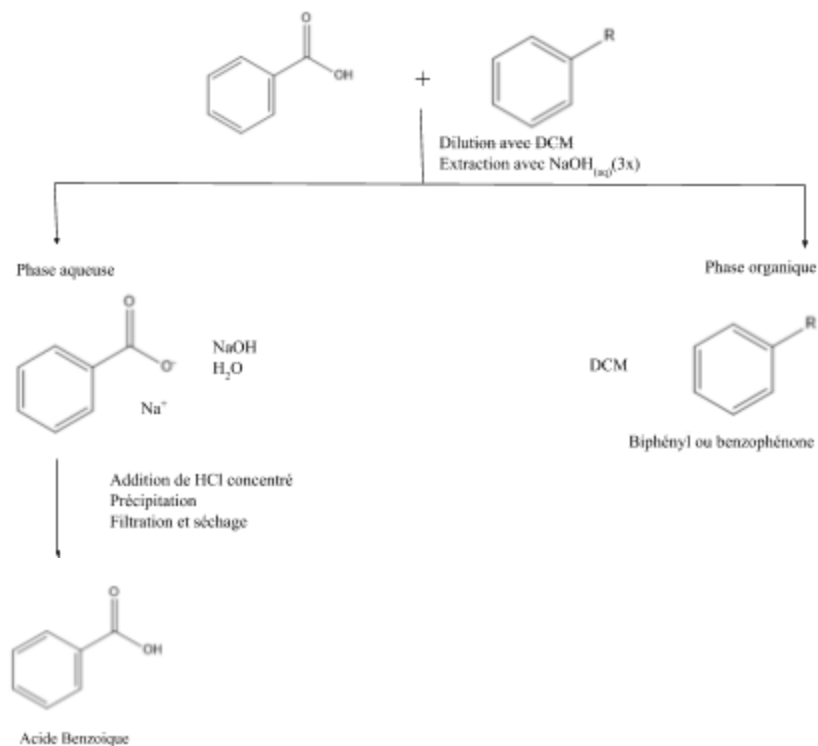
### Plaque CCM #3



Plaque 3. Démontre les tâches acquises à partir des échantillons de Benzophénone, de Biphenyle, et de la solution de l'Inconnu. Valeurs  $R_f$  des tâches de Benzophénone et de l'Inconnu sont 0.68. Valeur  $R_f$  de la tâche de Biphenyle est 0.85.

\*Éluant utilisé était un mélange de 2:8 d'acétate d'éthyle (EtOAc) et d'hexane.

### ORGANIGRAMME



## TABLEAU DE RÉSULTATS

Numéro de l'Inconnu utilisé	<b>Inconnu #1</b>
Masse Initiale de l'Inconnu	<b>0,50g</b>
Masse Obtenue de l'Inconnu	<b>0,30g</b>
Composition de l'Inconnu	Mélange de <b>benzophénone</b> et l'acide benzoïque
Composition %	<b>60%</b>

## CALCULS

### **Plaque CCM #1**

	Valeur R <sub>f</sub> Inconnu	Valeur R <sub>f</sub> Combiné	Valeur R <sub>f</sub> Organique
Plaque CCM #1	<b>0.68</b>	<b>0.68</b>	<b>0.68</b>

### **Plaque CCM #2**

	Valeur R <sub>f</sub> Inconnu	Valeur R <sub>f</sub> Combiné	Valeur R <sub>f</sub> Aqueuse
Plaque CCM #2	<b>0.65</b>	<b>0.65</b>	<b>0.65</b>

### **Plaque CCM #3**

	Valeur R <sub>f</sub> Benzophénone	Valeur R <sub>f</sub> Biphényle	Valeur R <sub>f</sub> Inconnu
Plaque CCM #3	<b>0.68</b>	<b>0.85</b>	<b>0.68</b>

### **Composition %**

$$\% = (\text{Masse Obtenue de l'Inconnu}) / (\text{Masse Initiale de l'Inconnu}) \times 100$$

$$\% = (0,30\text{g}) / (0,50\text{g}) \times 100$$

$$\% = 60\%$$

Le pourcentage de rendement est 60%.

## DISCUSSION

### **Partie A: Extraction de colorants solubles dans l'eau**

- En mettant ~1 mL d'oxyde de diéthyle, ~1 mL d'eau distillée et 1 goutte de solution de bleu de méthylène à 0,006 M dans une éprouvette, deux couches se sont apparues.
  - La phase organique était incolore, entre temps la phase aqueuse était bleue.
  - La phase organique se trouvait en haut car elle est moins dense, et la phase aqueuse se trouvait en bas car elle est plus dense.
  - La couleur bleu à seulement apparue dans la phase aqueuse en raison que le bleu de méthylène est soluble dans l'eau et n'est pas miscible dans l'éther.
  - Elle interagit avec les atomes d'oxygène dans l'eau et provoque l'oxydation du colorant, ce qui lui donne une couleur bleue.
- 
- En mettant ~1 mL d'oxyde de diéthyle, ~2 mL d'eau distillée et 1 goutte de solution de rouge de méthyle à 0,006 M dans une éprouvette, deux couches se sont apparues.
  - La phase organique (d'oxyde de diéthyle) était jaune, temps que la phase aqueuse (d'eau distillée) était rose/rouge claire.
  - La phase organique se trouvait en temps car elle est moins dense, temps que la phase aqueuse se trouvait en bas car elle est plus plus dense.
  - Le colorant s'est partiellement dissolvé dans les deux couches. Le colorant a été partagé parmi les deux solvants.
  - Cela veut dire que le rouge de méthyle est presque insoluble dans l'eau, mais soluble dans l'oxyde de diéthyle.
  - Les différents couleurs dans les couches sont attribués à le pH de l'oxyde de diéthyle qui à un pH de plus que 6.2 (alors la solution devient jaune), et la couleur rose est attribué au fait que le rouge de méthyle est presque insoluble dans l'eau distillée alors que le colorant n'interagit pas aussi tant avec ce solvant.
- 
- En mélangeant le bleu de méthylène et le rouge de méthyle, deux couches se sont apparues.
  - La phase organique (d'oxyde de diéthyle) était jaune, et la phase aqueuse (d'eau distillée) était bleu.
  - La phase organique était en haut car elle est moins dense que la phase aqueuse.
  - Un mélange de bleu de méthylène et de rouge de méthyle serait une bonne façon de séparer les colorants car le bleu de méthylène est soluble seulement dans l'eau et pas dans l'oxyde diéthyle. Cela veut dire que le colorant bleu n'interagirait pas avec la phase organique.
  - Le rouge de méthyle est presque insoluble dans l'eau, mais miscible dans l'oxyde diéthyle. Alors, le colorant rouge n'interagirait pas avec la phase aqueuse du mélange.

- Cela veut dire que le bleu de méthylène resterait dans la phase aqueuse, tant que le rouge de méthyle resterait dans la phase organique.

### **Partie A: L'effet de la Salaison**

- L'extraction de la solution aqueuse de violet cristal à 0,003 M & 0,5 mL de 1-butanol, et 5 mL d'eau distillée à fait seulement une couche.
- Le colorant violet crystal a été vu parmi toute la solution.
- Cela veut dire que le colorant violet crystal était miscible dans la phase aqueuse et dans la phase organique.
- Car il y avait seulement une couche présente, les deux solvants avaient la même densité.
- En ajoutant un peu de NaCl à 5 mL d'eau distillée, 1 goutte de solution aqueuse de violet cristal à 0,003 M et 0,5 mL de 1-butanol.
- Trois couches sont apparues dans l'éprouvette.
- La couche organique était le 1-butanol, qui se trouvait en haut car elle avait une densité plus petite que la couche aqueuse.
- La couche aqueuse était l'eau distillée, qui se trouvait en bas.
- La couche organique était violet, temps que la couche aqueuse était incolore.
- Une émulsion a aussi été créée.
- En ajoutant NaCl, le renflouement a eu lieu. NaCl est un sel, alors la force ionique de l'eau s'est augmentée (polarité a augmenté) et la solubilité diminue. Ce effet de relargage se produit dans des solutions aqueuses de force ionique élevée qui réduisent la solubilité de la molécule entraînant la précipitation.
- À cause du effet de relargage, le colorant devient immiscible dans la couche aqueuse car le sel repousse le colorant de la phase aqueuse, le rendant sans colorant/incolore.
- L'émulsion a été créée car en additionnant un sel à le mélange, la phase aqueuse est devenu saturée, alors les solvants sont devenus immiscibles. Ceci crée une émulsion, qui avait une apparence d'une couleur blanche laitier.

### **Partie B : Séparation d'un mélange à l'aide d'une extraction fondée sur la réactivité.**

- L'inconnu utilisé pour cette partie du laboratoire était l'inconnu #1 et la masse est 0,50g.
- L'extraction a présenté deux couches. La couche inférieure (couche organique) était incolore. La couche supérieure (couche aqueuse) était aussi incolore mais avec une apparence graisseux.
- La filtration de succion a été fait avec quelques erreurs à cause que le papier de filtration a été oublié.
- Cela a contaminé notre échantillon de la phase aqueuse car la précipitation n'a pas été filtré complètement de la phase aqueuse la première fois.

- Aussi, un peu de la masse de précipitation a été perdu car la filtration a été faite deux fois avec deux différentes ampoules à décantation.
- La masse du verre de montre était 36,08g et la masse avec le verre et le précipité recueilli était 36,38g- ce qui veut dire que 0,30g de précipité se s'est rendu.
- 60% de l'inconnu a été recueilli. Cela semble être correcte car un peu de la masse du précipité a été perdu pendant la filtration de succion. Un peu de l'inconnu a aussi été perdu car probablement ce n'était pas possible de parfaitement séparer la phase organique de la phase aqueuse dans l'ampoule à décantation.

### **Partie B : Plaques CCM**

- Pour la Plaque CCM #1, trois tâches se sont apparues à la même hauteur.
- Cela veut dire que la phase organique était présente dans l'échantillon de l'inconnu #1.
- Des sentiers sont présents dans les points de l'inconnu et du point combiné car l'acide carboxylique est présent dans ces deux échantillons- ce qui crée des sentiers/traces sur les plaques CCM.
- L'acide carboxylique n'était pas présent dans le point organique.
  
- Pour la Plaque CCM #2, trois tâches se sont apparues à la même hauteur.
- Cela nous indique que la phase organique était présente dans l'échantillon de l'inconnu.
- Des sentiers sont présents dans tous les points car l'acide carboxylique est présent dans tous les échantillons.
- Après de la spéculation et de recherche, il était visible qu'il y avait une erreur sur notre plaque CCM.
- La tâche qui est apparue pour le point de l'inconnu était seulement faiblement visible, en comparaison avec les deux autres tâches. Les autres deux tâches étaient beaucoup plus foncées et visibles sous la lumière UV.
- La tâche de l'inconnu n'est pas censé être apparue, seulement son chemin aurait dû apparaître.
- Cela veut dire que un peu de la phase organique était probablement mélangé avec la solution aqueuse, faisant apparaître la tâche de l'inconnu.
- Il était supposé d'avoir seulement deux tâches à la même hauteur (la tâche du point combiné et la tâche de la phase aqueuse), ce qui dirait que l'inconnu n'était pas présent dans la solution aqueuse.
  
- Pour la Plaque CCM #3, le benzophénone, le biphenyle, et l'inconnu ont été comparés.
- La tâche du benzophénone et de l'inconnu sont apparues à la même hauteur, tandis que la tâche du biphenyle était plus haute que les autres deux tâches.

- Cela veut dire que le benzophénone était présent dans la solution de l'inconnu #1- alors que la composition de l'inconnu était le benzophénone car leurs tâches se sont migrés à la même hauteur.
- Car le NaOH est une base, elle a pu déprotoner l'acide.
- Cela a fait que l'acide deviendrait plus ionique, par suite plus soluble dans la phase aqueuse.
- L'inconnu a restée dans la phase organique car il n'a pas réagi avec le NaOH, ce qui a aussi rendu la séparation de ces deux composés possibles.
- L'isolation de l'acide dans la phase aqueuse a été possible à cause de l'ajout du HCl. Le HCl a neutraliser la solution.
- Comme ça, l'acide benzoïque s'est précipiter.
- L'acide benzoïque a été éliminé car il n'y avait plus de sentier/chemin pour la phase organique.

### **Sources d'erreur et améliorations**

- Ne pas être précis en séparant la phase organique de la phase aqueuse pourrait entraîner une déviation des résultats au cours de l'expérience. Si un peu de la phase organique finissait dans l'échantillon de solution aqueuse ou vice versa, la visualisation des plaques de CCM serait affectée.
- Cela était une source d'erreur dans la Plaque CCM #2. La tâche qui est apparu pour le point de l'inconnu était seulement faiblement visible bien qu'il ne devait pas apparaître du tout.
- Une autre source d'erreur serait de ne pas laisser votre précipité sécher complètement. Si le précipité était encore mouillé pendant le processus de pesée, cela donnerait un poids inexact.
- Pour ajouter, si la phase aqueuse n'est pas isoler / séparer complètement, cela affecterait la quantité de précipité recueillie à travers la filtration de succion, aussi bien que le précipité potentiel pourrait être mélangé dans la solution organique.

### **QUESTIONS**

1) Pourquoi serait-il difficile d'effectuer une extraction à l'aide d'éthanol et d'eau?

L'extraction de l'éthanol et de l'eau s'avérerait difficile car l'éthanol est soluble dans l'eau. L'eau et l'éthanol sont des molécules polaires et l'éthanol est miscible dans l'eau, ce qui signifie qu'aucune couche ne se forme. Si aucune couche (phases) n'est présente lorsque les deux composés sont mélangés, une extraction ne peut pas être effectuée. Une phase aqueuse et une phase organique doivent apparaître pour qu'une extraction soit réalisée.

- 2) L'ajout de NaCl à une éprouvette contenant de l'eau, de l'oxyde de diéthyle et du bleu de méthylène augmenterait-il ou diminuerait-il la quantité de colorant dans la phase aqueuse?

La quantité de colorant diminuerait dans la phase aqueuse avec l'addition de NaCl à une solution contenant de l'eau, de l'éther et du bleu de méthylène. NaCl est un sel; par conséquent, l'addition d'un sel dans cette solution augmenterait la force ionique de l'eau. Ceci entraînerait le composé organique hors de la phase aqueuse. Cela signifie qu'il y aurait une diminution de la quantité de bleu de méthylène dans la couche aqueuse. La diminution du colorant résulte dans la dissolution du sel dans l'eau et du renflouement qui aurait lieu, car elle repousserait/ se débarrasserait le bleu de méthylène de la phase aqueuse.

- 3) Le composé Y a une solubilité de 2,0 g/100 mL dans l'eau et de 20,0 g/100 mL dans l'oxyde de diéthyle. Quelle masse de composé Y serait obtenue par une seule extraction d'une solution de 1,8 g de Y dans 100 mL d'eau à l'aide de 100 mL d'oxyde de diéthyle?

$$K_D = (\text{solubilité d'éther}) / (\text{solubilité de l'eau})$$

$$K_D = (20.0 \text{ g} / 100 \text{ mL}) / (2.0 \text{ g} / 100 \text{ mL})$$

$$K_D = 10$$

$$10 = (x / 100 \text{ mL oxyde de diéthyle}) / [(1.8-x)/100 \text{ mL}]$$

$$10(1.8-x) = x$$

$$x = \mathbf{1,64g}$$

Une masses de 1,64 g de composé Y seraient extraits de la solution par une seule extraction.

- 4) Quelle masse de composé Y serait obtenue à partir de la solution aqueuse de départ de la question 3 en effectuant deux extractions à l'aide de 50 mL d'oxyde de diéthyle chaque fois?

$$10 = (x_1 / 50 \text{ mL oxyde de diéthyle}) / [(1.8-x_1)/100 \text{ mL}]$$

$$10(1.8-x_1) = 2x_1$$

$$x_1 = 1.5 \text{ grammes}$$

$$10 = (x_2 / 50 \text{ mL oxyde de diéthyle}) / [(0.3-x_2)/100 \text{ mL}]$$

$$10(0.3-x_2) = 2x_2$$

$$x_2 = 0,25 \text{ grammes}$$

$$x_1 + x_2 = \mathbf{1.75 \text{ grammes}}$$

\* $x_1$  signifie la masse apres la premiere extraction, et  $x_2$  signifie la masse apres la deuxieme extraction.

Une masses de 1,75 g de composé Y seraient extraits de la solution en effectuant deux extractions.

- 5) Au cours d'une extraction, une étudiante oublie quelle est la phase organique. De quelle façon peut-elle déterminer quelle phase est la phase aqueuse?

Afin de déterminer laquelle est la phase aqueuse, l'élève peut ajouter quelques gouttes d'eau. Compte tenu de la nature polaire de la phase aqueuse, en ajoutant des gouttes d'eau, la phase aqueuse se dissoudrait/serait miscible dans l'eau et la phase organique ne se dissiperait pas.

- 6) Décrivez comment vous pourriez séparer un mélange d'amine benzylique (base organique) et de naphthalène. Les deux composés sont insolubles dans l'eau, mais solubles dans l'oxyde de diéthyle.

Ce processus de séparation de la benzylamine et du naphthalène serait similaire à ce qui a été réalisé tout au long du laboratoire. Le sel de benzylamine a une solubilité différente de celle de la benzylamine (qui est une base). Le sel de benzylamine est soluble dans l'eau, ce qui est idéal pour effectuer une extraction. Un acide devrait être ajouté de sorte que le pH de la solution puisse être abaissé, convertissant la benzylamine en sa forme de sel catatonique. Le naphthalène ne protonerait pas et resterait dans la phase organique. Ensuite, les couches devraient être séparées en utilisant un éther et de l'eau. La couche avec le sel de benzylamine et la base serait traitée afin de récupérer le précipité de la benzylamine. Après cette étape, nous pourrions filtrer la solution en utilisant un entonnoir de séparation.

## **RÉFÉRENCES**

Durst, T., Scaiano, T., Ogilvie, W., & Flynn, A. (2018). *Manuel de Laboratoire de Chimie Organique* [PDF].