

Expérience 3: Extraction

Écrit par :

Adèle Julien, 300057075

Et

Amelia Rose Proulx, 300053191

TA:

Julien Haeck

Le 13 février 2019

Lab 3- Extraction

Protocole

Faire référence au protocole décrite dans le manuel de laboratoire de chimie organique I (Expérience 3 : Extraction p. 1-7).

Observations

Partie A - Extraction de colorants solubles dans l'eau

- En mélangeant le diéthyle, l'eau et le colorant rouge, le colorant rouge se retrouve dans la phase organique (en haut). En mélangeant le diéthyle, l'eau et le colorant bleu, le colorant bleu se retrouve dans la phase aqueuse (en bas)
- Après que nous avons mélangé les deux solutions ci-dessous, la solution a séparé en deux phases, l'une de colorant bleu située en phase aqueuse (en bas) et le colorant rouge se retrouve en phase organique (en haut).

Effet de salaison

- Le mélange du colorant violet est uniforme, dès que l'on ajoute du NaCl à cette solution, le colorant violet semble être en haut, donc en phase organique

Partie B - Séparation d'un mélange à l'aide d'une réaction fondée sur la réactivité

- Avant l'ajout de NaOH la solution est homogène uniforme
- Après l'ajout de NaOH, la solution commence à séparer alors qu'on peut observer qu'il y a une phase organique qui semble opaque.
- À chaque extraction il y a un débris de gaz, mais il semble diminuer à chaque mesure le long des 4 extractions
- Après l'ajout de plusieurs gouttes de HCl dans la phase organique, il y a une formation de précipité

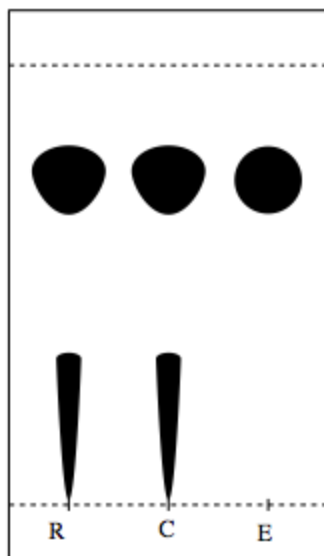
- Précipité sont de couleur blanc, sont très nombreux
- La substance inconnue #30 était une masse de 0.83g et avait une forme de petit cristaux blancs.

CCM

Légende

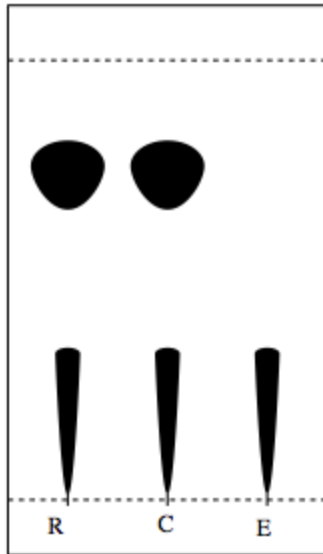
R	Colonne de référence
C	Point Combiné
E	Échantillon

Figure 1. Plaque CCM 1 ayant la phase organique et le composé inconnue #30.



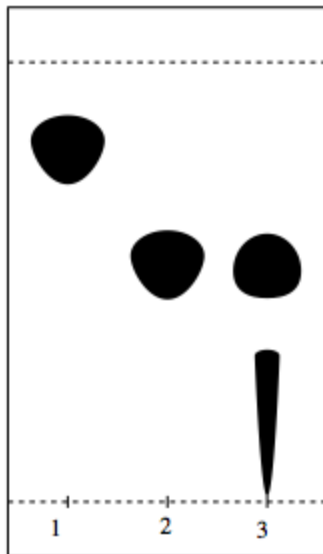
Le composé inconnue #30 a été placé sur la colonne de référence et la colonne combiné du milieu, ainsi que la phase organique est sur la colonne combiné et la colonne d'échantillon. La valeur de R_f de la colonne de référence et combiné s'agit de 0,16 et 0,93. En évidence, l'acide benzoïque se situe près du commencement de la plaque alors ceci est polaire. Aussi, le biphenyl et le benzophénone consiste à être non-polaire, se dirige vers le haut.

Figure 2. Plaque CCM 2 ayant la phase aqueuse et le composé inconnue #30.



Le composé inconnue #30 a été placé sur la colonne de référence et la colonne combiné du milieu ainsi que la phase organique est sur la colonne combiné et la colonne d'échantillon. La phase aqueuse n'a pas laisser de trace d'évidence sur la haut de la plaque, ce mène conclure qu'il n'y a aucune non polaire liasion à cette phase. La valeur de R_f de la colonne de référence et combiné s'agit de 0,5 et 0,9.

Figure 3. Plaque CCM 3 ayant le biphényl, la benzophénone et le composé inconnue #30

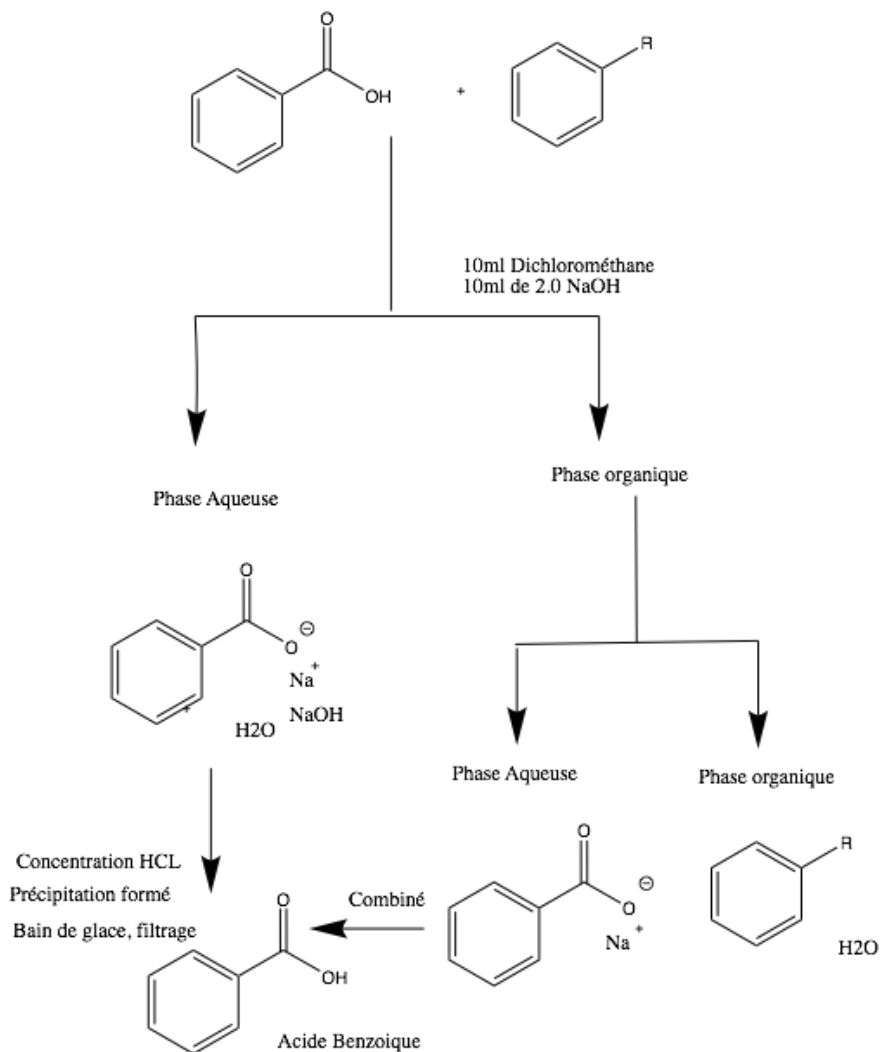


Le biphényl est placé sur la colonne 1, avec une valeur R_f de 0,72. Le benzophénone est placé sur la colonne 2, avec une valeur R_f de 0,62 et le composé inconnue a une valeur R_f de 0,5 et de 0,62. À cause que la colonne trois a une trace de la même hauteur et la valeur R_f du benzophénone, ceci conclut qu'il fait preuve de substance de benzophénone dans le composé inconnue #30.

Tableau 1. Valeurs mesurées des trois plaques CCM pour déterminer le composé inconnu #30 avec les résultats de RF.

Plaque CCM		d_f (cm)	d_s (cm)	R_f (cm)
1. La phase organique et le composé inconnue #30.	Référence	0,7 et 4,2	4,5	0,16 et 0,93
	Point combiné	0,7 et 4,2		0,16 et 0,93
	Échantillon	4,2		0,93
2. la phase aqueuse et le composé inconnue #30.	Référence	2,0 et 4,1	4,3	0,5 et 0,9
	Point combiné	2,0 et 4,1		0,5 et 0,9
3. Le biphenyl, la benzophénone et le composé inconnue #30	Référence	2,9	4,0	0,72
	Point combiné	2,9		0,62
	Échantillon	2,9 et 2,0		0,5 et 0,62

Organigramme



Calculs

Un exemple de calcul Rf

CCM 1-La phase organique et le composé inconnue #30.

$$\circ \quad Rf_R = \frac{dl}{ds} = \frac{0,7}{4,2} = 0,16$$

Pourcentage de composition

Masse initial du composé inconnue = 0,84g

Masse d'acide benzoïque = 0,58g

Mass finale du composé inconnue = 0,84g - 0,58g
= 0,25

$$\% \text{ composition}_{\text{acide benzoïque}} = (0,58 \div 0,84) * 100\% \\ = 68\%$$

$$\% \text{ composition}_{\text{inconnue \#30}} = 100\% - 69\% \\ = 31\%$$

Tableau 2. Masse obtenue et rendement de composition du composé inconnue #30 et de l'acide benzoïque

Masse initiale du composé #30 en (g)	0,83
Masse d'acide benzoïque en (g)	0,58
Masse finale du composé inconnue en (g)	0,25
Rendement de composition (%)	Acide benzoïque = 68% Inconnue #30 = 31%

Discussion

Partie 1:

Une extraction est un processus utilisé en chimie pour séparer ou purifier un mélange de substances. Pour faire une extraction, il faut prendre en considération la solubilité des substances dans le mélange. On utilise deux solvants immiscibles pour dissoudre les composés qui vont se dissoudre dans un des solvants et non dans l'autre. Ce processus consiste de séparer le mélange en phase organique et en phase aqueuse. Les molécules non-polaires et non chargés vont se dissoudre dans la phase organique, tandis que les molécules polaires ou chargés ioniquement vont se dissoudre dans l'eau grâce aux réactions intermoléculaires fortes. Habituellement on retrouve les molécules chargés dans la partie aqueuse et les molécules neutres dans la partie organique.

Dans notre expérience, nous avons utilisés l'eau pour la phase aqueuse et l'éther pour la phase organique. En théorie, le méthylène bleue va se dissoudre dans la phase aqueuse puisqu'elle porte une charge. Le rouge méthyl est neutre, donc il va se dissoudre dans la phase organique. Nos résultats et nos observations démontre que c'est le cas, et puisqu'ils sont dans de phases différents, il serait très possible de faire l'extraction des deux substances à cause de leur différence de solubilité.

Le crystal violet par contre démontre l'effet de salaison. Cet effet est utile lorsqu'une substance peut se retrouver dans les deux phases. L'ajout du sel assure que la phase aqueuse est plus chargée, ce qui repousse la molécule du violet dans la phase organique à cause de cette nouvelle charge.

Puisque nos résultats sont en accord avec la théorie, il n'y a pas de sources d'erreurs avec cette partie. Il y a, par contre, quelques étapes importantes au succès de cette expérience. Premièrement, il faut s'assurer d'ajouter assez de colorant. Le bleu et le violet est assez foncé

pour l'identifier clairement, mais le rouge semble plus jaune dans le mélange. Pour avoir des résultats clairs et précis, il faut s'assurer d'ajouter assez de gouttes du rouge méthyle pour le repérer dans le mélange. Il faut aussi pas se mélanger entre les phases; la phase organique diéthylique est en haut et la phase aqueuse se retrouve au bas. Il faut aussi donner assez d'agiter pour dissoudre le colorant et de donner assez de temps aux phases à se séparer. Pour l'ajout du NaCl, il faut assurer d'ajouter une quantité plus grande pour observer l'effet de salaison.

Partie 2:

En observant les réactifs des inconnus, il y a soit le biphenyle ou le benzophénone, dont les deux sont insolubles dans l'eau et sont non-polaires ou chargés. Cependant, tant qu'à l'acide benzoïque, il est aussi une molécule neutre mais est un acide faible. En ajoutant le sel basique NaOH, l'acide benzoïque devient chargé et se dissout dans la solution aqueuse. Ceci veut dire que l'inconnu (soit le biphenyle ou le benzophénone) va être dans la phase organique et l'acide benzoïque va être dans la phase aqueuse.

Pour assurer d'avoir une extraction pure et bien exécuté, il y a quelques étapes importantes. Il faut d'abord s'assurer d'avoir bien préparé les solutions avant de les verser dans l'ampoule à décantation. Il faut aussi s'assurer de fermer le robinet avant de verser la solution dans l'ampoule à décantation, et de conserver les extractions à chaque tour. Il faut aussi s'assurer de libérer le gaz formé par les produits volatiles, et avant que l'on vide l'ampoule d'enlever le bouchon sur le haut pour que le liquide puisse couler.

Il est important d'acidifier les extraits avec le HCl. Le HCl doit neutraliser en premier le NaOH dans la solution et ensuite neutraliser l'acide benzoïque. L'ajout du HCl goutte par goutte n'est pas efficace car il est trop facile de ne pas complètement précipiter l'acide benzoïque. Entre la filtration par gravité et la filtration sous vide, la manière la plus efficace de faire une filtration est la filtration sous vide car elle se produit plus rapidement et utilise la pression plus forte que celle de la gravité pour filtrer.

Notre masse d'acide benzoïque à la fin est basse, ce qui peut être dû au fait que l'on a pas ajouter assez de HCl pour faire complètement précipiter celui-ci. Il est aussi difficile de peser l'acide benzoïque à la fin car il est pris sur le papier de filtration. Il faudrait peser le montant au début sur un papier de filtration et après avec le papier pour améliorer la précision de la masse.

Les CCM

Théoriquement, les substances dans la phase organique auront une valeur Rf plus élevée que ceux dans la phase aqueuse. Ceci est dû au fait que les molécules plus polaires ou chargées vont interagir avec le silice de la plaque CCM et ne vont pas monter très haut. Ceci veut dire que l'acide benzoïque va rester au bas de la plaque à cause de sa charge, et notre inconnu (soit le biphenyl ou le benzophénone) est dans la phase organique à cause qu'il est non-polaire et donc va monter la plaque.

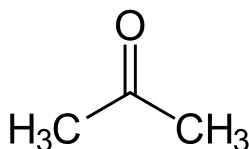
Les CCM que nous avons obtenus sont clairs, ce qui prouve que notre extraction a bien fonctionné. En regardant la première plaque de CCM, elle confirme que notre phase organique contient la même substance que notre inconnu, puisque tous les points sont égaux. Le point du haut dans les trois colonnes est l'inconnu organique (soit le biphenyl ou le benzophénone), et le point du bas est l'acide benzoïque, qui ne monte pas très haut à cause de sa charge. En observant la deuxième plaque, on observe que la dernière colonne, dont la phase aqueuse, ne contient que l'acide benzoïque, ce qui démontre que nous avons bien fait notre extraction, et qu'il n'y a pas eu de contamination. Finalement, la troisième plaque démontre clairement que notre composé inconnu est le benzophénone, puisque les valeurs Rf sont identiques et qu'ils sont de la même hauteur sur la plaque CCM.

Pour conclure, les plaques CCM obtenus à la fin démontre que notre extraction est pure et a bien fonctionnée. Il faut se rappeler des étapes importantes décrites ci-dessus. Les extractions ont une grande utilité dans les expériences en chimie, et si l'on suit les étapes précis et que l'on se rappelle qu'il faut avoir deux phases, il est facile d'avoir une bonne extraction.

Questions

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

Il serait difficile de faire une extraction avec l'acétone et l'eau car l'acétone est très soluble dans l'eau. En observant la structure de l'acétone ci-dessous, on remarque qu'il y a un groupe cétone au milieu, et cet oxygène rend la molécule polaire. Puisque l'eau est un solvant très polaire et l'acétone lui-aussi est polaire, ils vont former seulement une phase, dont une phase aqueuse, et seront inséparables. Il est important lors de faire une extraction que les solvants sont immiscibles, et l'acétone est trop miscible dans l'eau pour faire une bonne extraction¹.



Structure de l'Acétone²

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?

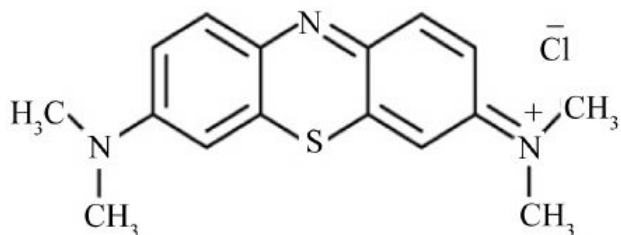
Dans une éprouvette qui contient de l'eau, de l'oxyde de diéthyle et le bleu de méthylène, le bleu de méthylène serait dans la phase aqueuse d'eau et l'oxyde de diéthyle formerait la phase organique. Le bleu de méthylène est soluble dans l'eau à cause de sa charge de l'azote (montrée ci-dessous). Cependant, l'ajout de NaCl augmente la charge dans la phase aqueuse, ce qui force le bleu de méthylène de monter dans la phase organique au lieu. Ce phénomène est appelé l'effet

¹Fiche Demeter: Acétone. (2010) INRS, fiche 46

www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/bdd-demeter/DEM.../DEM%20046.pdf

²Lien de l'image: www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/bdd-demeter/DEM.../DEM%20046.pdf

de salaison, et on peut l'observer dans nos résultats avec le violet dans la Partie 1 de notre expérience.



Bleu de méthylène³

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 diéthyle. Quelle masse de composé Y serait obtenue si l'on extrait une seule fois une solution de 1,4 g de Y dans 100 mL d'eau avec 100 mL d'oxyde de diéthyle ?

$$K_b = \frac{m_a/V_a}{m_b/V_b}$$

$$\begin{aligned} m_a &= 1.4 - x \\ m_b &= x \end{aligned}$$

$$\frac{20\text{g}/100\text{mL}}{2\text{g}/100\text{mL}} = \frac{(1.4-x)/100\text{mL}}{(x)/100\text{mL}}$$

$$10 = \frac{1.4-x}{x}$$

$$10x = 1.4 - x$$

$$x = 0.13$$

(Phase aqueuse)

$$m_a = 1.4 - x$$

$$= 1.4 - 0.13$$

$$= 1.27\text{g}$$

(Phase organique)

La réponse est donc 1.27g

³ Lien de l'image:

https://www.researchgate.net/figure/Chemical-structure-of-methylene-blue-dye-MB_fig1_268261926

- 4. Quelle masse de composé Y serait obtenue à partir de la solution aqueuse de départ de la question 3 si l'on effectue deux extractions avec 50 mL d'oxyde de diéthyle pour chaque extraction?**

L'équation

La fraction de soluté présent dans la solution

$$= \frac{(Volume\ de\ phase\ aqueuse)}{(constante\ d'équilibre * volume\ de\ phase\ aqueuse + volume\ de\ phase\ organique)^2}$$

$$= \left(\frac{100}{(100 * 50 + 100)^2} \right)$$

$$= 0,02778$$

La masse du composé Y dans l'eau est $0,02778 * 1,4g = \underline{0,04g}$

La masse du composé Y dans l'oxyde de diéthyle est $1,4g - 0,04g = \underline{1,36g}$

- 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?**

Dans une extraction, l'eau s'agit d'une phase aqueuse et la phase du solvant organique est la phase organique. En effet, les solvant organiques comme (oxyde de diéthyle, acétate d'éthyl, hexane) sont moins dense de l'eau alors ceci formant une couche au-dessus de l'eau qui s'agirait d'une phase organique. Cependant, les solvant chlorés sont moins dense de l'eau alors ces composé vont se dissoudre dans l'eau. Alors si un étudiant oublié quel phase est laquelle, il ou elle doivent séparer les deux phases en ajoutant des gouttes d'eau. L'étudiant peut donc observer si les gouttes dissous ou non. Si l'eau dissout ceci est la phase aqueuse et si elle ne dissout pas alors qu'il y a une séparation, elle est la phase organique. Cela étant dit, l'eau est plus dense que les solvant organiques dans la phase organique ce qui mène à une division liquide-liquide.

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

Si l'on ajoute un acide fort (ex HCl) dans le mélange, l'amine benzylique, une base faible, son NH_2 (groupe amine) va accepter un proton et devenir NH_3^+ . La nouvelle charge de l'amine benzylique assure qu'il peut se dissoudre facilement dans l'eau. On peut ensuite faire une extraction en utilisant le naphthalène dissous dans l'oxyde de diéthyle pour la phase organique et l'amine benzylique (chargée) dissout dans l'eau pour la phase aqueuse. Après avoir séparer les substances, il faut ajouter une base forte pour neutraliser la solution aqueuse de l'amine benzylique pour enlever sa charge et enlever son proton d'extra. Ceci donnera la précipitation de l'amine benzylique, les et composés seront maintenant séparer.

Données brutes,

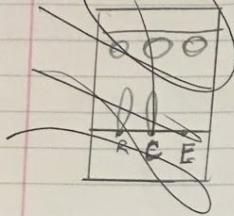
Amelia Proulx 300053191

CCM-1

Plaque 1

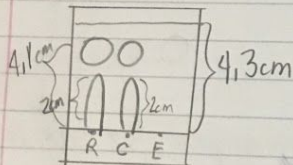
Mélange inconnu comme référence et point combiné. Ensuite la phase organique comme échantillon et point combiné

→ small becher



CCM-2

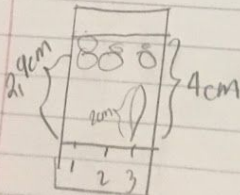
Mélange inconnu comme R et PC, mélange greceux comme échantillon et point combiné



Numero inconnue 30#

Masse ohit

CCM-3



100

$$(100 \cdot 50 + 100) / 2 = 1$$

LAB-3 - Données Brutes

Observation

- ↳ ether, bleu éprouvette non-lavé
- ↳ solution avec oxyde d'éthyle et rouge devient hétérogène, jaune pâle devant et bleu clair pâle

Lorsqu'on a mélangé les solution bleu foncé et jaune

- ↳ hétérogène, jaune devant, bleu en bas
- ↳ vert réfléchis (ligne de milieu)

Solution 2

- ↳ mélange organique, colorant est dans phase ~~aqueuse~~ ^{organique} car il est dessus (jaune)

Solution 1

- ↳ colorant est dans la phase organique et aqueuse car le mélange est uniforme (homogène)

↳ 45 g NaCl

violet
sans NaCl

violet
blanc
} hétérogène

Partie B

- ↳ 0,83g inconnue 30
- ↳ 0,86g de soluté