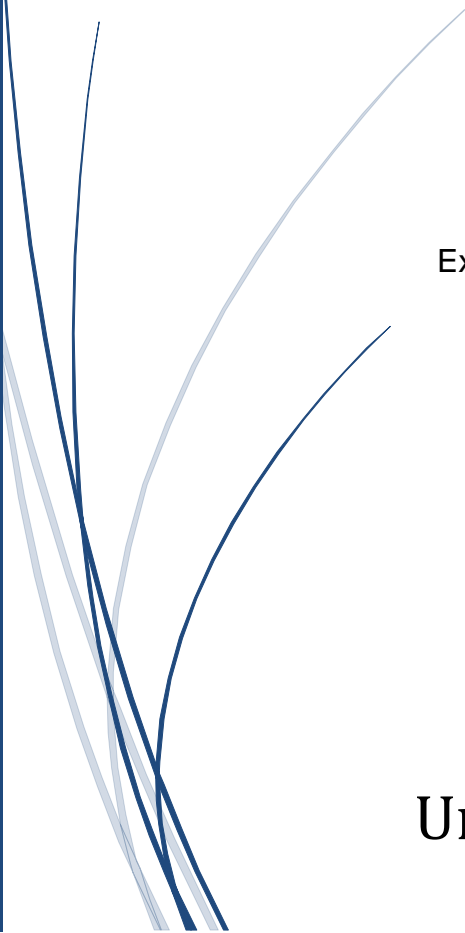


Expérience1

Chromatographie sur couche mince (CCM)

Écrit par Sébastien Roy (300123281) et
Abdessamad Chaloubi (300156185)

Présenté à Philippe Morin et Dre. Rashmi Venkateswaran dans
le cadre des laboratoires de chimie organique CHM 1721



Expérience performé le 8 janvier 2020
Rapport soumis le 15 janvier 2020

Département de chimie
Université d'Ottawa

Protocole: Comme décrit dans le manuel de laboratoire(«Manuel de laboratoire de chimie organique I», Dr. Tony Durst, Dr. Tito Scaiano, Dr. William Ogilvie, Dr. Alison Flynn, (révisé par Dr. Rashmi Venkateswaran),2020)

Observations:

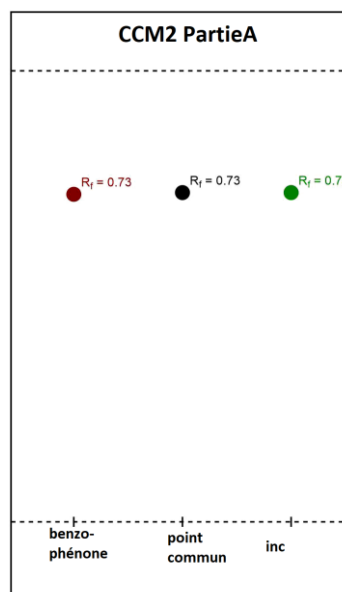
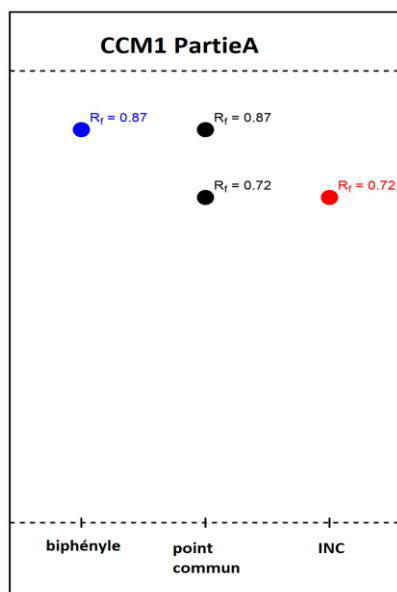
- Pour cette expérience, Il n'y avait aucun changement de couleur ou de fluorescence ou d'aspect physique.
- On a utilisé des capillaires, il fallait faire attention pour les bien utiliser.
- On a utilisé une lampe UV pour voir la migration des points, il fallait aussi faire attention en l'utilisant.
- On a observé l'éluant en train de monter dans les plaques dans le récipient.
- On a observé grâce à la lampe UV que les points ,qu'on a introduit dans les plaques, ont migré vers le haut des plaques.
- On a constaté que l'éluant s'évapore rapidement des plaques.

CCM:

Partie A:

échantillon inconnu : "numéro 2"

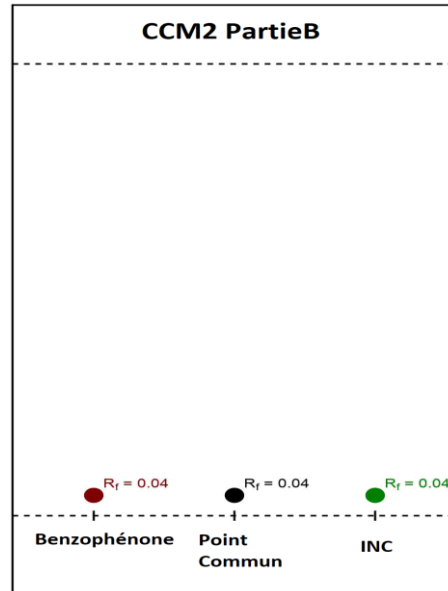
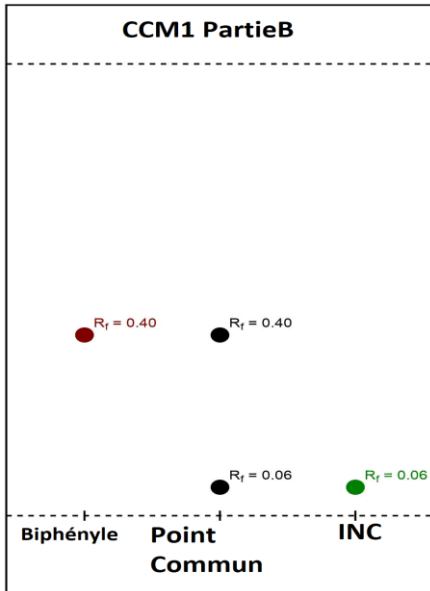
Le solvant utilisé est: un mélange 2:8 d'acétate d'éthyle et d'hexane.



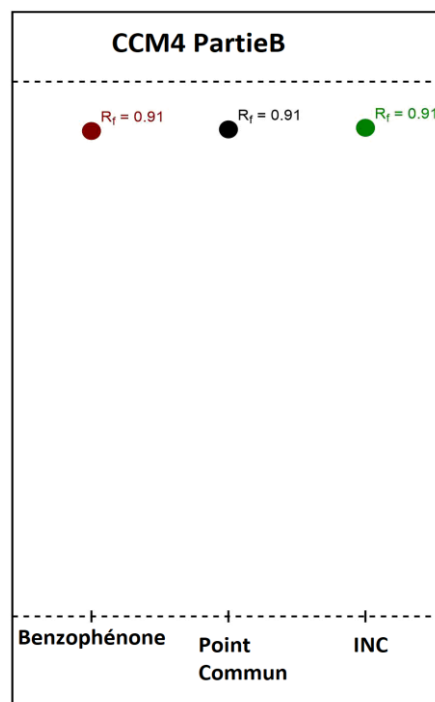
Partie B:

échantillon inconnu : "numéro 2"

Le solvant utilisé est: Hexane



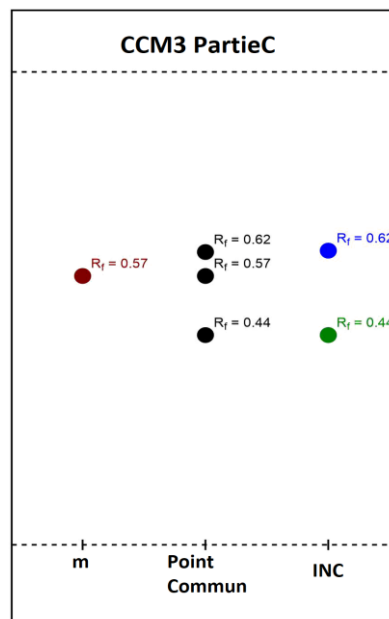
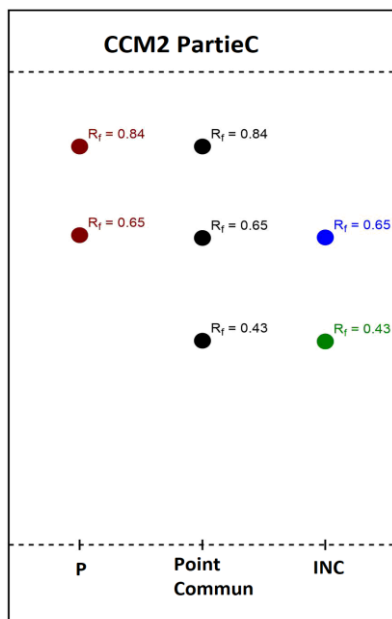
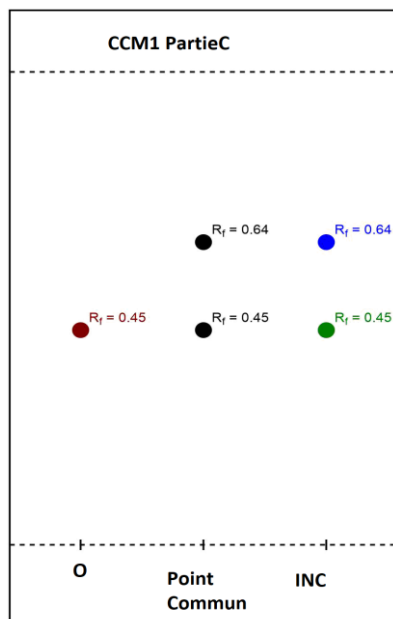
Le solvant utilisé est: l'acétate d'éthyle



Partie C:

Le mélange inconnu est: "D"

Le solvant utilisé est: 9:1 d'Hexane et d'acétate d'éthyle



- Exemple des calculs

CCM 1 partie A (biphényl)

$$R_f = d_1/d_s$$

$$d(\text{inconnu}) = 3,3\text{cm}$$

$$d_s = 4,6\text{cm}$$

$$R_f = 0,72$$

Discussion:

Partie A: Lors de la partie A le démonstrateur nous a donné un échantillon inconnu qui était désigné comme l'échantillon #2. Nous avons donc utilisé le benzophénone et le biphényle comme solution de référence. Théoriquement nous allons connaître l'inconnu s'il partageait la même valeur R_f que la solution de référence. Pour la plaque de CCM 2, on a comme référence le benzophénone, nous pouvons voir que la valeur R_f de l'inconnu et de la référence est identique. Dans ce cas-ci cette valeur est de 0,73. Ceci veut dire que l'inconnu serait en effet la substance de référence qui est le benzophénone. Nous pouvons regarder le point commun qui est également identique ce qui nous confirme qu'il n'y a qu'une seule substance dans cette plaque CCM 2.

Si nous regardons la plaque CCM ayant le biphényle comme référence nous pouvons très rapidement s'apercevoir qu'il y a plusieurs points sur cette plaque CCM. Regardons alors le point combiné en premier. Il contient deux points ayant des valeurs de R_f différentes ce qui est significatif que la plaque contient deux substances puisque chaque substance a sa propre valeur de R_f indépendante. Lorsque nous regardons le point d'échantillon nous pouvons voir une valeur de R_f de 0,72 ce qui concorde bien avec nos résultats de la première CCM2. En regardant le point de référence nous avons observé quelque chose d'anormal. Cette partie de la CCM contenait 2 points, ce qui est habituellement indicateur de deux substances. Puisque la référence était contrôlée, seulement un point devrait apparaître et le deuxième point plus bas est seulement le résultat d'une erreur expérimentale qui s'est produite lorsque le point combiné a contaminé le point de référence. Cette version de la CCM est disponible dans les données brutes en annexe.

Partie B:

Dans cette partie de l'expérience, on avait le même échantillon inconnu (#2) et les mêmes solutions de référence (la benzophénone et le biphényle), mais avec deux différents solvants l'Hexane et l'acétate d'éthyle (pour la partie A on avait un mélange des deux).

Donc on a préparé deux premières plaques de CCM en utilisant le même protocole. On a élué ces deux plaques dans le récipient contenant de l'Hexane. Après avoir retiré les plaques et on les a laissées s'évaporer, on a visualisé les deux plaques sous une lampe UV. On a remarqué que les points n'ont pas migré comme la partie A. On a le même résultat, l'inconnu et la benzophénone ont le même $R_f = 0.04$. Ceci veut dire que l'inconnu serait en effet la substance de référence qui est la benzophénone. Mais pourquoi les points n'ont pas migré comme la partie A ? (On laisse la réponse pour la fin de la discussion)

Après avoir fini avec les deux premières plaques on a préparé deux autres plaques, cette fois-ci on les a éluées dans le récipient contenant de l'acétate d'éthyle. Après les avoir retirées et les avoir laissées s'évaporer, on a visualisé les deux plaques

sous une lampe UV. On a eu le même résultat, l'inconnu est en effet la substance de référence qui est la benzophénone car ils ont même $R_f=0,91$. Mais on a trouvé que les points ont largement migré au-dessus de la ligne de base et ils étaient proches de la ligne d'arrivée. Pourquoi les points ont migré plus que la partie A et les deux premières plaques de cette partie ?

On ne peut pas répondre à ces deux questions si on ne compare pas la polarité des deux solvants, car la migration des points dépend de la polarité du solvant. Puisqu'on sait que l'Hexane est moins polaire que l'acétate d'éthyle, donc les points pour l'acétate d'éthyle ont migré plus que les autres parce que leur éluant est plus polaire. Et parce qu'on avait un mélange dans la partie A c'est pour cela la migration a été moyenne.

Partie C:

Dans cette partie de l'expérience, nous avons été assigné à une solution inconnu identifié comme la solution D. Ce mélange contient 2 des 3 substances de références soit le o-bromonitrobenzène, le m-bromonitrobenzène ou le p-bromonitrobenzène.

Regardons d'abord la plaque CCM ayant le o-bromonitrobenzène comme référence. Nous pouvons observer que le point combiné contient deux point ce qui voudrait dire que deux substance serait présente. Ceci concorde avec la théorie puisque le mélange inconnu est composé de deux substances. Lorsque nous comparons le point d'échantillon au point de référence nous pouvons voir que deux point ont une valeur de R_f identique de 0,45 ce qui signifie que l'une des composante de notre mélange inconnu est en effet la substance de référence, le o-bromonitrobenzène.

Lorsque nous regardons la plaque CCM ayant comme référence le m-bromonitrobenzène, nous pouvons rapidement remarquer que le point combiné contient 3 point ce qui est synonyme de 3 substance présente dans la plaque CCM. De plus, aucun point de la référence de l'échantillon on une valeur de R_f identique. Puisque chaque substance a une valeur de R_f unique, ceci nous indique que le m-bromonitrobenzène n'est pas présent dans notre solution inconnu.

Finalement si l'on regarde la plaque CCM ayant le p-bromonitrobenzène comme référence, nous pouvons faire deux observation. Premièrement, le point combiné ne contient que deux point ce qui se traduit a une présence de deux substance ce qui est en accord avec la théorie. Deuxièmement, nous pouvons observer deux point dans la partie référence ce qui est directement lié à une erreur expérimental puisque la référence est une substance contrôlé et devrait contenir qu'un seul point. Cette erreur était une erreur de nettoyage des capillaires puisque le point le plus haut produit correspondait à aucune des substances de références de la partie C. Nous avons donc comparé le point le plus bas de la référence au point d'échantillon et

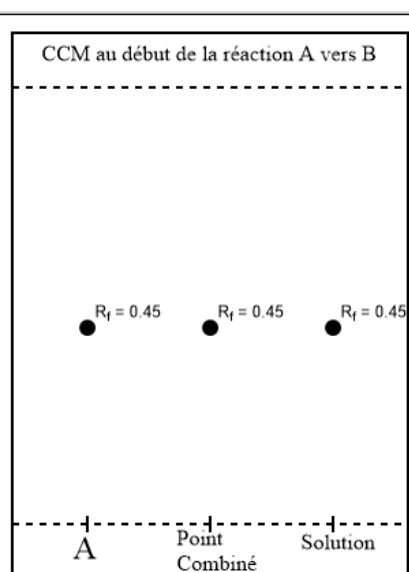
avons trouvé deux point ayant la même valeur de R_f qui est de 0,65. Ceci confirme alors que la deuxième substance de la solution inconnu est le p-bromonitrobenzène.

- Questions

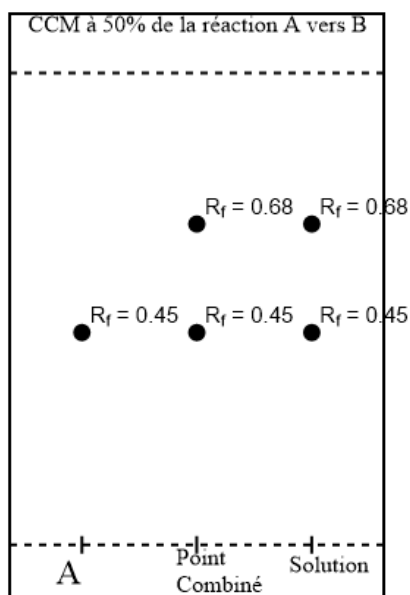
- 1) Il est important d'appliquer l'échantillon dans la zone du point combiné en dernier pour ne pas contaminer le capillaire.
- 2) L'augmentation de polarité d'un composé attire ce composé d'avantage à la phase solide, dans ce cas-ci le silice. Puisque le composé est plus attirer par la phase solide, il se déplace moins rapidement le long de celle-ci. L'augmentation de polarité du solvant augmente l'affinité du composé avec celui-ci ce qui se traduit par un déplacement plus rapide du composé dans la phase solide.

3)

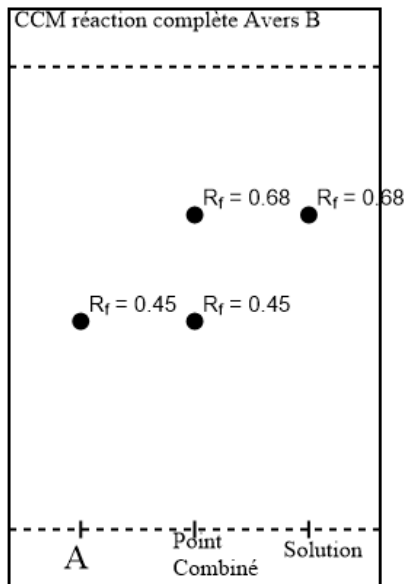
a)



b)



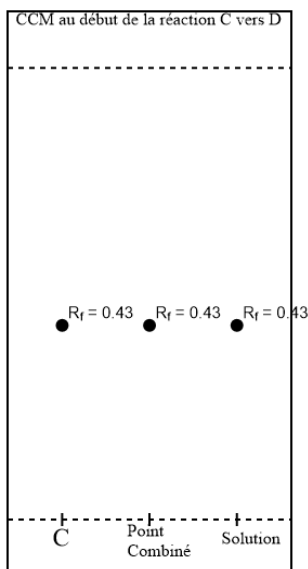
c)



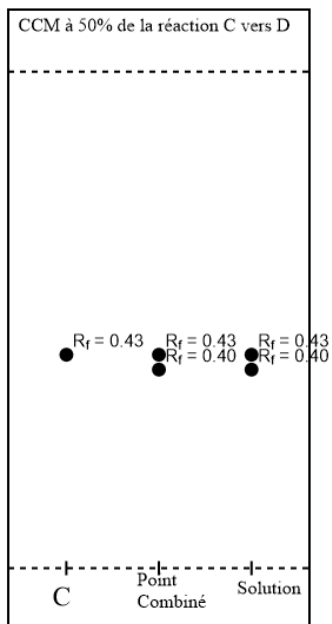
d) Il est préférable d'utiliser A au lieu de B comme référence car nous pouvons suivre la progression de la réaction ainsi. Lorsque la réaction est terminée, aucun A n'est retrouvé dans la solution. On peut alors comparer avec la référence pour confirmer. Si B aurait été la référence suivre la progression de la réaction aurait été beaucoup plus difficile.

4)

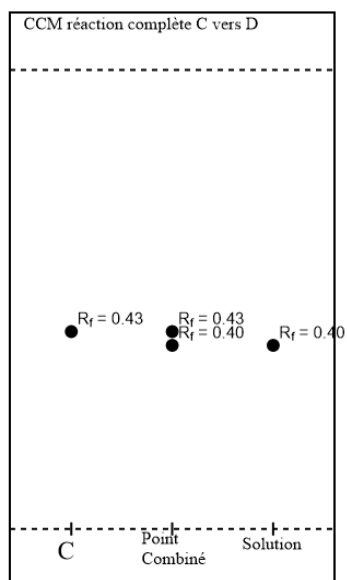
a)



b)



c)



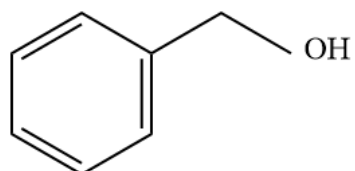
d) Il est important d'utiliser un point combiné car lorsque nous rencontrons des cas comme ceux-ci où les R_f sont très près les un les autres, le point combiné nous aide à mieux comparé l'échantillon à la référence puisqu'il contient toutes les substances de la plaque CCM

5)

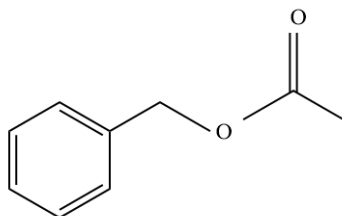
a)

i)

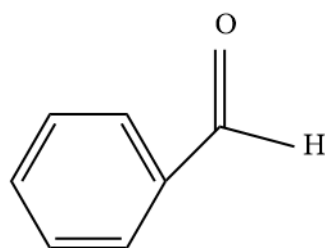
Alcool Benzylique



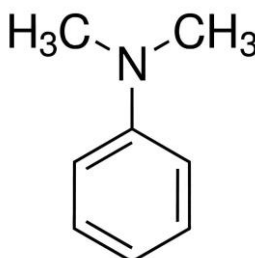
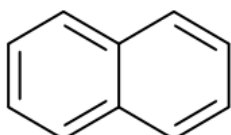
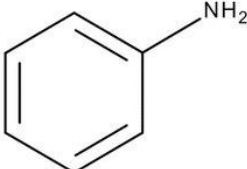
Acetate de benzyle



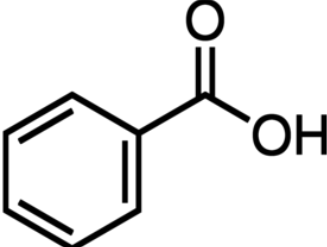
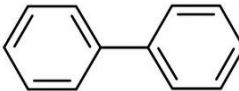
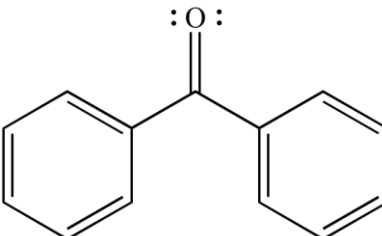
benzaldéhyde



ii)

		
N,N-dimethylaniline	Naphtalène	Aniline

iii)

		
Acide Benzoïque	Biphényle	Benzophenone

b)

i) Benzaldéhyde, Alcool Benzylique et Acetate de Benzyle

ii) Aniline, N,N-diméthylaniline et Naphtalène

iii) Acide Benzoïque, Biphényle, Benzophenone

c) Nous avons classé les composés en se basant sur la méthode suivante :

Si le barycentre des charges formelles positives n'est pas confondu avec celui des charges formelles négatives, la molécule va être polaire sinon la molécule va être apolaire. Et pour comparer la polarité de deux molécules polaire il faut comparer leur différence d'électronégativité.

- Annexe (Données brutes)

