

Laboratoire n° 1

Chromatographie sur Couche Mince (CCM)

Benoit Zaloum et Mykalina Laggis

Le 23 janvier 2020

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

Tableau des réactifs

Composé	Masse Mol. (g/mol)	Quantité	Densité (g/mol)	mmol
Inconnu 35		0,5 g		
Dichlorométhane	84,93	4 mL	1,33	
Benzophénone	182,22	1 mL	1,11	
Biphényle	154,21	1mL	1,04	

Protocole:

- L'Inconnu 35 est un solide blanc de forme granuleux. La réaction de l'inconnu 35 dans le dichlorométhane a créé une sorte de modèle cristalline sur la solution pendant qu'elle dissout. La solution est incolore et n'a aucune odeur.
- Il faut préparer deux plaques de CCM. Pour les préparer, il faut simplement et doucement faire une ligne horizontale 1 cm d'un des deux côtés et mettre trois petits indicateurs bien espacés sur la ligne (90 °). La plaque est composée d'un gel de silice, une poudre blanche dure sur une couche d'un métal. Elle est aussi fluorescente au contact de rayon UV.
- Une des deux plaques va avoir comme solution de référence la benzophénone et l'autre le biphényle. Ces deux sont incolores et inodores.
- Nous avons été donnés des tubes en verre d'un diamètre d'environ 0,5 mm et une longueur d'environ 5 cm. Par les lois de la physique, dès que le tube fait contact avec les liquides, il grimpe l'intérieur du tube à cause de la pression de l'atmosphère.
- Les plaques ont absorbé très vite les gouttes de solution et ont enlevé le colorant fluorescent de la plaque.
- Les deux plaques sont ajoutées dans un récipient d'éluion qui est simplement un pot cylindrique. On y ajoute 5 mL d'un solvant 2:8 acétate d'éthyle et d'hexane. Elle est incolore, mais à une senteur forte.
- Le gel silice absorbe le solvant tranquillement. Nous avons attendu 5 minutes pour s'assurer que

les gouttes ont arrêté leur voyage.

- Nous avons utilisé les pinces à bécot pour doucement placer les plaques dans le pot cylindrique et aussi pour les enlever efficacement.
- La plaque était absorbée de solvant, mais à évaporer très rapidement. Ce qui veut dire que nous devons nous dépêcher à marquer ou le solvant a arrêté pour calculer le R_f .
- En première vue, rien n'a changé et l'expérience est une faillite, mais après observation sous les rayons UV, les gouttes de solution ont bougé vers le haut.

Partie A - éluant = 2:8 acétate d'éthyle et d'hexane

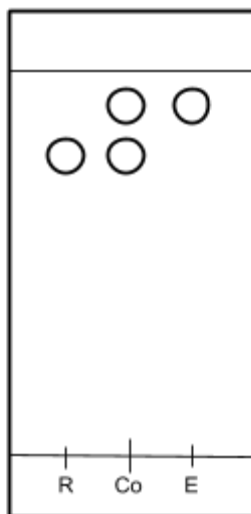
Légende:

R = solution de référence

Co = mélange entre R et E

E = échantillon de solution dichlorométhane mélangé avec l'inconnu 35

Solution de référence - benzophénone



$$R_f = 0,89$$

$$R_f = 0,73$$

Solution de référence - biphenyle



$$R_f = 0,84$$

- Pour la benzophénone, il n'est pas à la même hauteur que notre inconnue 35, mais le biphenyle est exactement à la même hauteur que notre inconnue 35. Vu qu'ils ont la même hauteur, ils ont aussi la même valeur de R_f . Ce qui clarifie que notre inconnue 35 est du biphenyle.

Partie B: Effet du solvant sur la CCM

Tableau des réactifs

Composé	Masse Mol. (g/mol)	Quantité	Densité (g/mol)	mmol
Inconnu 35		0,5 g		
Dichlorométhane	84,93	4 mL	1,33	
Benzophénone	182,22	1 mL	1,11	
Biphényle	154,21	1mL	1,04	

Protocole:

- On échange le solvant 2:8 acétate d'éthyle et d'hexane pour 5 mL d'acétate d'éthyle (ETAc) dans le récipient d'élution. L'ETAc est incolore, s'évapore très rapidement et a une senteur sucrée.
- Il faut préparer deux nouvelles plaques CCM et ajouter les gouttes.
- Une des deux plaques va avoir comme référence la benzophénone et l'autre le biphényle.
- L'inconnue est le même.
- Les deux plaques sont ajoutées dans un récipient d'élution
- Après 5 minutes, elles sont retirées, marquer le maximum absorber et laissées à sécher.

Partie B - éluant = acétate d'éthyle

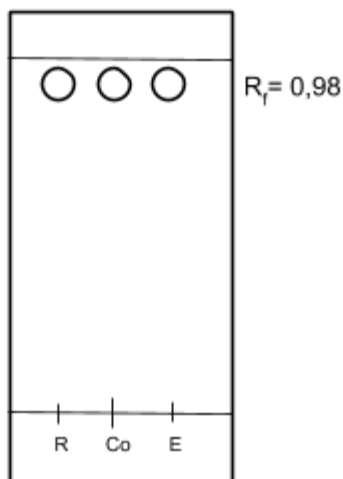
Légende:

R = solution de référence

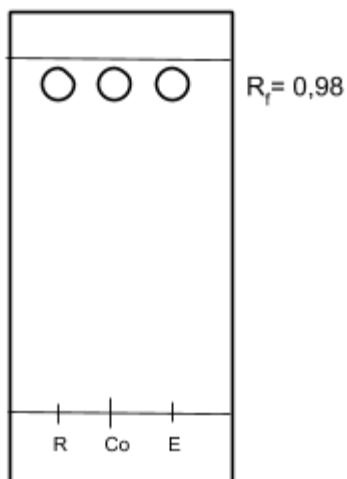
Co = mélange entre R et E

E = échantillon de solution dichlorométhane mélangé avec l'inconnu 35

Solution de référence - benzophénone



Solution de référence - biphényle



- En observant de près sous les rayons UV, toutes les deux plaques indiquent une ressemblance exacte avec notre inconnue 35, mais c'est improbable qu'après avoir faite la Partie A ou le biphenyle était égale à l'inconnue 35 et non aux benzophénones. La seule explication est que les résultats sont inconclusifs et que le solvant était trop polaire et aucun n'a été capable de faire des liaisons et on juste flotter.
- La seule manière d'avoir des résultats efficaces serait d'échanger le solvant d'acétate d'éthyle (ETAc) pour 5 mL d'Hexane pour avoir un solvant moins polaire. Hexane est incolore, s'évapore très rapidement.
- Il faut préparer deux nouvelles plaques CCM et ajouter les gouttes.
- Une des deux plaques va avoir comme référence la benzophénone et l'autre le biphenyle.
- L'inconnue est le même.
- Les deux plaques sont ajoutées dans un récipient d'élution
- Après 5 minutes, elles sont retirées, marquer le maximum absorber et laissées à sécher.

Partie B - éluant = Hexane

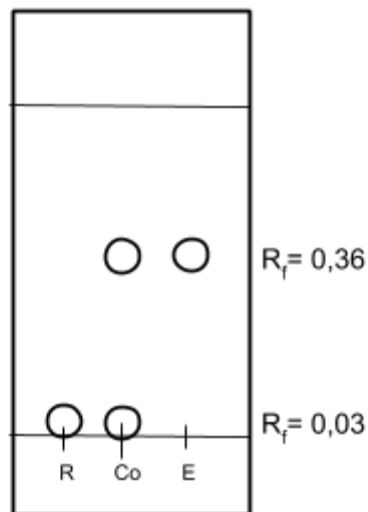
Légende:

R = solution de référence

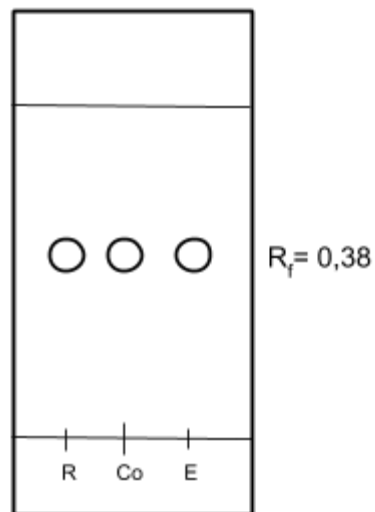
Co = mélange entre R et E

E = échantillon de solution dichlorométhane mélangé avec l'inconnu 35

Solution de référence - benzophénone



Solution de référence - biphenyle



- En observant de près sous les rayons UV, la benzophénone n'a pas bougé de la ligne de début et est évidemment pas à même hauteur que notre inconnue 35. Alors que le biphenyle est exactement à la même hauteur que notre inconnue 35 et a aussi la même valeur de R_f . Ce qui clarifie que notre inconnue 35 est du biphenyle.
- Vu que la Partie C utilise de différents composés, nous avons nettoyé le bécher avec l'inconnue, le biphenyle et la benzophénone. Il faut aussi disposer des tubes en verre.

Partie C: Séparation et détermination d'une solution inconnue

Tableau des réactifs

Composé	Masse Mol. (g/mol)	Quantité	Densité (g/mol)	mmol
Inconnu U		1 mL		
<i>o</i> -bromonitrobenzène	202,01	1 mL	1,700	
<i>m</i> -bromonitrobenzène	202,01	1 mL	1,704	
<i>p</i> -bromonitrobenzène	202,01	1 mL	1,719	

Protocole:

- Tous sont propres et nous avons de nouveaux tubes en verre.
- Nous sommes allés demander à notre TA (Malick) pour la solution inconnue et il nous a donné dans un bécher une solution jaunâtre, transparente et inodore appelée Inconnue U.
- Il fallait aussi obtenir 5 mL de solvant 9:1 d'hexane et d'acétate d'éthyle dans le récipient d'élution. Il était incolore et une odeur forte.
- Il faut préparer trois nouvelles plaques CCM et ajouter les gouttes.
- Une des trois plaques va avoir comme référence le *o*-bromonitrobenzène, l'autre le *m*-bromonitrobenzène et le dernier *p*-bromonitrobenzène. Tous les trois sont incolores et inodores.
- Les deux plaques sont ajoutées dans le récipient d'élution.

Partie C - éluant = 9:1 d'hexane et d'acétate d'éthyle

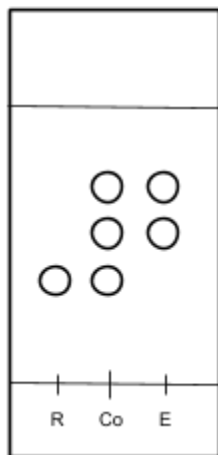
Légende:

R = solution de référence

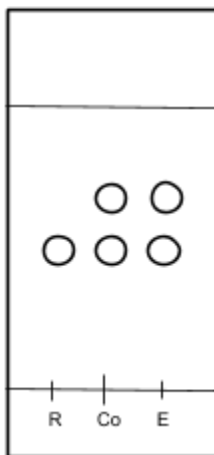
Co = mélange entre R et E

E = échantillon de solution dichlorométhane mélangé avec l'inconnu 35

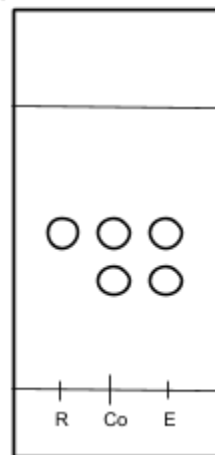
Solution de référence -
o-bromonitrobenzène



Solution de référence -
m-bromonitrobenzène



Solution de référence -
p-bromonitrobenzène



- Après 5 minutes, elles sont retirées, marquer le maximum absorber et laissées à sécher.
- En observant de près sous les rayons UV, nous avons remarqué que notre échantillon inconnu U sait séparer en deux différent, car évidemment elle est composée de deux solutions qui ont des différentes polarités. On peut prouver cela seulement en observant la référence *m*-bromonitrobenzène qui est à la même hauteur de section plus polaire de l'échantillon inconnu U et *p*-bromonitrobenzène qui est à la même hauteur de section moins polaire de l'échantillon inconnue U.
- Après les calculs fait à la maison par Imagej, on a déterminé que l'inconnue est 54,2 % *m*-bromonitrobenzène et 45,8 % *p*-bromonitrobenzène.

Discussion:

Partie A :

La chromatographie sur couche mince peut être utilisée pour aider à déterminer le nombre de composants dans un échantillon, l'identité des composés et la pureté d'un composé. Dans la partie A, on compare l'inconnu #35 avec deux références, la benzophénone et le biphényle dans un éluant compris de 2:8 d'acétate d'éthyle et d'hexane. Le 2:8 d'acétate d'éthyle et d'hexane est une solution polaire qui va élever l'affinité des composés avec l'éluant. Cela va donc accélérer le déplacement du composé le long de la plaque. On voit que l'inconnu qui est sur la plaque de silice qui contient la benzophénone comme solution de référence, c'est déplacé plus haut que la benzophénone et a une valeur de R_f de 0,89. Ceci voudra dire que l'inconnu est moins polaire que la benzophénone qui a une valeur de R_f de 0,73. Par contre on voit que l'inconnu et le biphényle, sur la deuxième plaque, se sont déplacés à une distance identique de 4,3 cm. Elles ont toutes les deux un R_f de 0,84 et une même polarité. Ceci nous permet de conclure que l'inconnu est du biphényle.

Partie B :

Dans la partie B, on cherche à trouver notre inconnu à l'aide de deux éluant, l'acétate d'éthyle et l'hexane. Nous allons comparer notre inconnu a l'aide de deux références, la benzophénone et le biphényle, les mêmes que celles utilisées dans la partie A. Il y a eu une difficulté avec les plaques de silice ayant dans l'acétate d'éthyle. On peut voir sur la plaque qui contient la benzophénone que la référence et l'inconnue se sont déplacé la même distance avec une valeur de R_f de 0,98. On a remarqué la même chose sur la plaque ayant le biphényle, avec une valeur de R_f identique à la première plaque, 0,98. Chaque point sur la plaque représente un composant de la solution, donc on peut voir ici que notre inconnu est constitué d'un seul composant puisque l'inconnu produit un seul point sur la plaque. Par contre, lorsque les points de la référence et de l'inconnu s'alignent, cela veut dire que les composantes des solutions sont les mêmes. Sur la plaque ayant la benzophénone, tous les points s'alignent donc on

peut dire que l'inconnu est la benzophénone, mais sur la plaque ayant le biphényle, tous les points s'aligne aussi. Puisqu'on sait que l'inconnu est seulement composé d'un seul composant, on voit qu'il y a une erreur puisque l'inconnu ne peut pas être à la fois de la benzophénone et du biphényle. On remarque aussi que l'éluant (l'acétate d'éthyle) est plus polaire que l'éluant de la partie A, ce qui fait en sorte que les composantes se sont déplacées plus vite et sont alors plus hautes que ceux de la partie A. Par contre "Si un solvant de développement d'une polarité trop élevée est utilisé, tous les composants du mélange se déplaceront avec le solvant et aucune séparation ne sera observée (les Rf seront trop importants)". Pour les plaques qui ont été dans l'éluant d'hexane, on peut clairement voir des résultats qui correspondent à ceux de la partie A. On voit clairement que l'inconnu est le biphényle dû au fait que l'inconnu et la solution de référence (le biphényle) sont alignés sur une plaque et l'inconnu et la solution de référence (la benzophénone) ne sont pas alignés sur l'autre plaque. L'hexane est non polaire et fait en sorte que les composantes se déplacent plus lentement. C'est la raison pour lequel les composantes sont beaucoup plus basses que ceux qui était sur les plaques qui était mis dans l'acétate d'éthyle.

Partie C :

Lors de la partie C, on change l'inconnu, la solution de référence et les éluants qu'on utilisait dans les parties précédentes. Pour cette partie, on veut découvrir ce qui est dans notre nouvel inconnu, étant l'inconnu U, avec l'aide de trois différentes solutions de référence : *o*-bromonitrobenzène, *m*-bromonitrobenzène et *p*-bromonitrobenzène. L'éluant qui est utilisé est le 9:1 d'hexane et d'acétate d'éthyle qui est une solution polaire qui veut dire que les composantes se déplacent relativement vite le long de la plaque. On peut voir initialement que l'inconnu est composé de deux composantes puisqu'il y a deux points là où l'inconnu a été déposé. Sur la plaque qui contient le *o*-bromonitrobenzène comme solution de référence, il n'y a aucun pont qui s'aligne donc on peut conclure que notre inconnu ne contient pas de *o*-bromonitrobenzène. Ici on peut déduire que l'inconnu va donc contenir les deux autres solutions de référence, mais il faut toujours vérifier. La deuxième plaque, celle qui contient le *m*-bromonitrobenzène comme solution de référence, nous montre que l'inconnu contient le *m*-bromonitrobenzène puisque les points du *m*-bromonitrobenzène s'alignent avec celle de l'inconnu. Sur la dernière plaque, celui où on a déposé le *p*-bromonitrobenzène, les points de la solution de référence et de l'inconnu sont alignés donc l'inconnu contient le *p*-bromonitrobenzène. Notre inconnu est donc un mélange de *m*-bromonitrobenzène et de *p*-bromonitrobenzène.

Calcule:

L'équation du facteur de rétention (R_f):

$$R_f = \text{déplacement d'un composé } (d_1) / \text{déplacement du front de solvant } (d_s)$$

Partie A

éluant = 2:8 acétate d'éthyle et d'hexane

Solution de référence - benzophénone

Référence Inconnu #35

$d_1 = 3,3 \text{ cm}$ $d_1 = 4 \text{ cm}$

$d_s = 4,5 \text{ cm}$ $d_s = 4,5 \text{ cm}$

$R_f = 0,73$ $R_f = 0,89$

Solution de référence - biphényle

Référence et inconnu #35

$d_1 = 4,3 \text{ cm}$

$d_s = 5,1 \text{ cm}$

$R_f = 0,84$

Partie B

éluant = acétate d'éthyle

Solution de référence - benzophénone

Référence et inconnu #35

$d_1 = 4 \text{ cm}$

$d_s = 4,1 \text{ cm}$

$R_f = 0,98$

Solution de référence - biphényle

Référence et inconnu #35

$d_1 = 3,9 \text{ cm}$

$d_s = 4 \text{ cm}$

$R_f = 0,98$

éluant = hexane

Solution de référence - benzophénone

Référence Inconnu #35

$d_1 = 0,1 \text{ cm}$ $d_1 = 1,2 \text{ cm}$

$d_s = 3,3 \text{ cm}$ $d_s = 3,3 \text{ cm}$

$R_f = 0,36$ $R_f = 0,03$

Solution de référence - biphényle

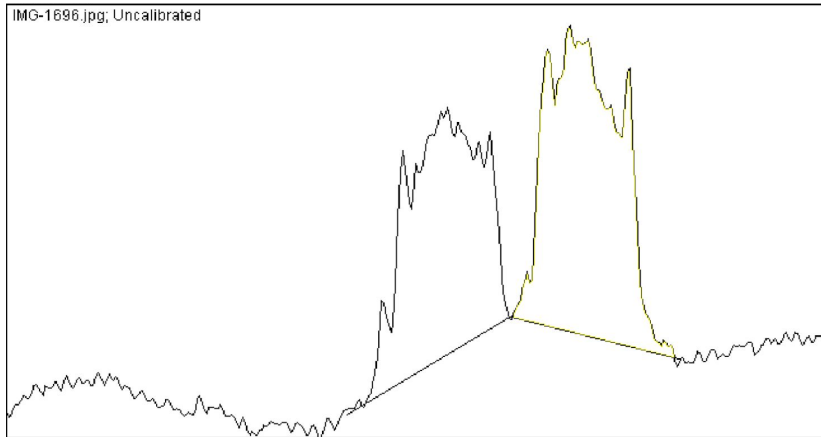
Référence et inconnu #35

$d_1 = 1,2 \text{ cm}$

$d_s = 3,2 \text{ cm}$

$R_f = 0,38$

Partie C:



Pourcentage d'absorbance:

Absorbance pour meta (Droit)= 18066

Absorbance pour para (Gauche)= 15254

%Absorbance (meta) = $(18066 / (18066+15254)) \times 100 = 54,2\%$

%Absorbance (Para) = $100\% - 54,2\% = 45,8\%$

Questions:

1. Il est important d'appliquer l'échantillon dans la zone du point combinée en dernier puisque bien qu'il soit idéal, le CCM n'est pas toujours complètement précis et donc le solvant ne peut pas toujours fonctionner dans une ligne droite. Si les choses ne se déroulent pas aussi précisément que prévu, il peut être difficile de faire la différence entre les R_f de chaque molécule, donc il sert essentiellement à une voie de référence.
2. L'augmentation de la polarité du solvant affecte les résultats d'une CCM. Elle va ralentir le temps de déplacement des taches sur les plaques de silice. Ceci est le résultat de forces intermoléculaires, dans lesquelles le solvant polaire s'attache au produit chimique. Il en résulte alors que le produit chimique se déplace à une distance plus courte qui va diminuer le facteur de rétention (R_f). Cependant, si une molécule non polaire est utilisée, elle ne serait pas affectée par ce solvant polaire, il y aurait très peu d'interactions entre les molécules polaires et non polaires.

3. a)



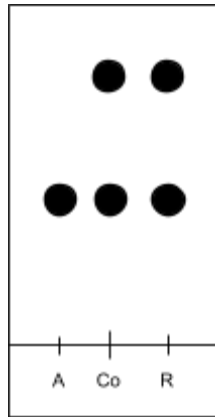
Légende:

A = le composé A utiliser comme référence

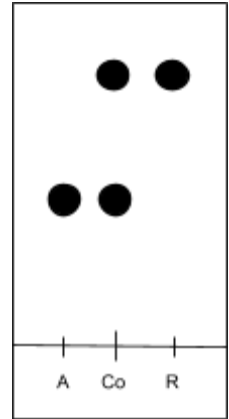
Co = mélange

R = la réaction transforme le composé A en B

b)



c)

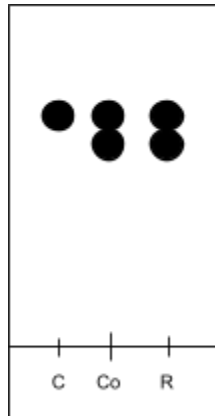


d) Il est préférable d'utiliser A plutôt que B comme référence puisque normalement le point de référence est l'un des composés de départ. Puisque nous utilisons A comme point de référence, et la réaction va de la molécule A à la molécule B, il est plus facile de déterminer quand la tache disparaît de la position A que de voir quand un point apparaîtra dans le point B.

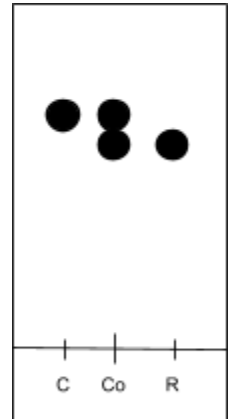
4. a)



b)

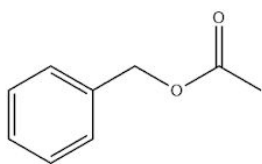


c)

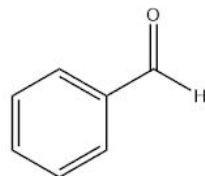


d) Il est important d'utiliser un point combiné puisque le réactif et le produit dans ce cas ont valeurs de R_f très similaires. L'utilisation d'un point combiné permet une indication claire de la réaction atteignant sa fin.

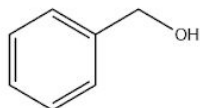
5. i)



Acétate de benzyle



Benzaldehyde

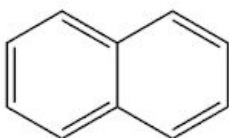


Alcool benzylique

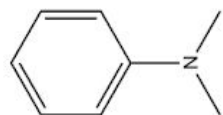
b) L'acétate de benzyle est le composé le moins polaire et l'alcool benzylique est le composé le plus polaire

c) Ils sont dans cet ordre parce que le groupe fonctionnel alcool est plus polaire que le groupe fonctionnel aldéhyde et le groupe fonctionnel ester.

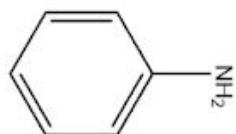
ii)



Naphtalène



N,N-diméthylaniline

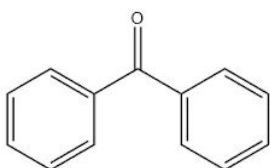


Aniline

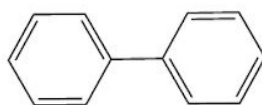
b) Le naphtalène est la molécule la moins polaire et l'aniline est la molécule la plus polaire.

c) Ils sont dans cet ordre parce que le NH_2 trouvé dans l'aniline est très polaire et peut former la plupart des liaisons hydrogène.

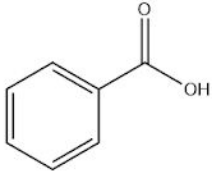
iii)



Benzophénone



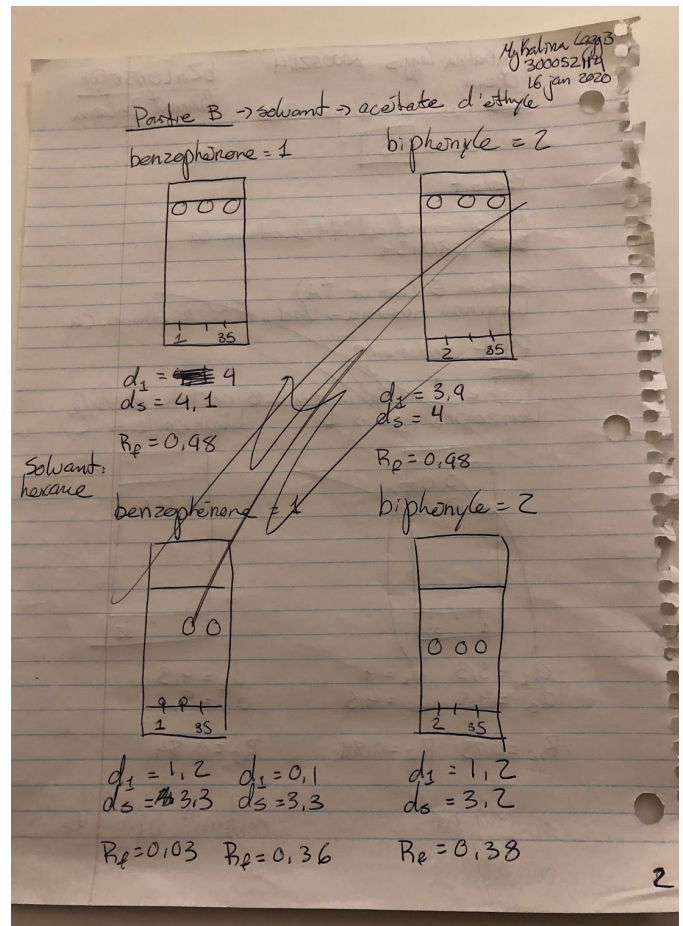
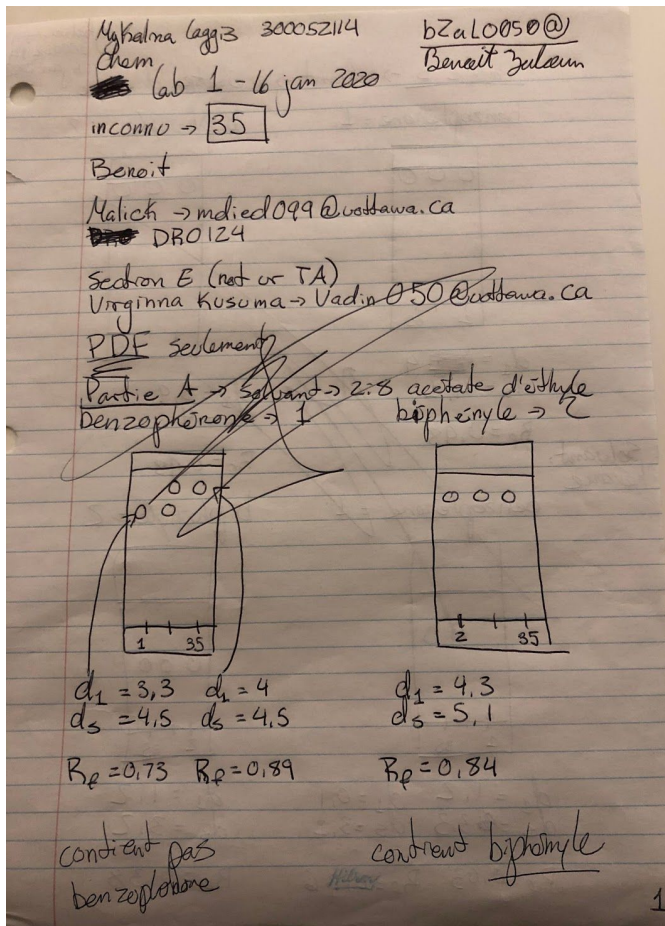
Biphényle



Acide benzoïque

- b) La benzophénone est la molécule la moins polaire et l'acide benzoïque est la molécule la plus polaire.
- c) Ils sont dans cet ordre parce que dans l'acide benzoïque, l'hydroxyle et la double liaison de l'oxygène augmentera la polarité.

Données Brutes:



Mg Khalina Legris 300052114 manipulation 16 jan 2020

Partie C → Solvant = 9:1 d'hexane et d'acétate d'éthyle

o-bromonitrobenzène = 1 m-bromonitrobenzène

$d_1 =$
 $d_2 =$
 $R_{f1} =$
 $R_{f2} =$

p-bromonitrobenzène

$d_1 =$
 $d_2 =$
 $R_{f1} =$
 $R_{f2} =$

inconnu → 0

discussion: comparaison avec référence sur ordi

16/01/20 300134445

Beneit Zakoum Lab 1

TA: Mollick Indira Mollick

partie: 4 inconnus: 3, 5

$R_f = d_1/d_s$

Mg Khalina Legris Mgaga 019 613-858-1783

2:8 acétate d'éthyle et d'hexane

Bromophénol = 1 biphenyle = 2

$R_{f1} = 0.73$ $R_{f2} = 0.89$

$R_{f1} = 0.84$ $R_{f2} = 0.84$

300134445

②

Partie B:

1- acétate d'éthyle Benzène... = 1 biphenyle = 2

inconclusif

$R_{f1} = 0.99$ $R_{f2} = 0.98$

$R_{f1} = 0.98$ $R_{f2} = 0.98$

même valeur

2- d'hexane Benzène... = 1 biphenyle = 2

conclusif

$R_{f1} = 0.03$ $R_{f2} = 0.36$

$R_{f1} = 0.38$ $R_{f2} = 0.38$

300134445

③

Partie C:

1:9 acétate d'éthyle et d'hexane inconnus: u

o-bromonitrobenzène

m-bromonitrobenzène

p-bromonitrobenzène