

Laboratoire n° 3

Extraction

Benoit Zaloum et Mykalina Laggis

Démonstrateur : Malick Diedhiou

Le 27 février 2020

Partie A : extraction de colorants soluble dans l'eau

Tableau des réactifs

Composé	Masse Mol. (g/mol)	Quantité	Densité (g/mol)	mmol
Oxyde de diméthyle	74,12	~2 mL		
Méthylène bleu	0,006	1 goutte		
Méthyle rouge	0,006	1 goutte		
Eau distillée	18,016	~8 mL	1	
Cristal violet aqueux	0,003	1 goutte		
1-butanol	74,121	0,5 mL		
Chlorure de sodium (NaCl)	58,44	Jusqu'à saturation		

Protocole :

- Nous avons commencé par obtenir 4 éprouvettes, un porte-éprouvette, un cylindre gradué 10 mL et des bouchons en plastique
- Nous avons délicatement versé environ 1 mL dans éprouvette 1 et environ 2 mL dans éprouvette 2 de H₂O avec l'aide du cylindre gradué 10 mL (Liquide incolore et inodore)
- Ensuite, on ajoute environ 1 mL d'oxyde de diéthyle dans les deux éprouvettes avec l'aide du cylindre gradué 10 mL. (Liquide incolore et senteur forte d'alcool)
- Dans l'éprouvette 1, on ajoute 1 goutte de bleu de méthylène (colorant bleu, tache et inodore) et dans l'éprouvette 2 on ajoute 1 goutte de rouge méthyle (colorant rouge, tache et inodore).
- Mettre bouchon en plastique et brasser pour 15 s. enlevés bouchon en plastique, car il y a formation d'un gaz.

- On remarque dans l'éprouvette 1 que la couleur bleu foncé s'installe au fond. On peut déterminer qu'il s'est lié avec l'eau, car la phase organique est toujours au fond. De là l'oxyde de diéthyle est incolore et est dans la phase aqueuse est toujours par-dessus.
- On remarque dans l'éprouvette 2 que la couleur rouge est devenue un jaune laiteux (des bulles de H₂O sont prises dans) et aussi qu'elle s'est installée au-dessus. On peut déterminer qu'il s'est lié avec l'oxyde de diéthyle, car la phase aqueuse est toujours au-dessus. De la l'eau est jaune clair et est dans la phase organique est toujours par-dessus.
- Ensuite on verse la solution de l'éprouvette 1 dans l'éprouvette 2.
- Mettre bouchon en plastique et brasser pour 15 s. enlevés bouchon en plastique, car il y a formation d'un gaz.
- On observe instantanément et la solution est qu'un bleu foncé et on peut voir des bulles de gaz se forment au-dessus de la solution. 30 s plus tard, il y a un dégradé de bleu, de transparent à opaque (bas à haut), dans la section d'eau dans la solution et le dessus ses transformé à un turquoise opaque. 90 s plus tard, la solution est stable et ne change plus. Alors, le 3 mL de l'eau en section la plus basse est un blues transparent, le 2 mL oxyde de diéthyle est turquoise laiteux, car il y a des bulles d'eau bleue prise et aussi une mousse opaque au-dessus de tout d'un gaz.
- Il est clair que le bleu méthylène est une meilleure façon de séparer l'eau et l'oxyde de diéthyle, car il ne se mélange pas avec l'oxyde de diéthyle comme fait le rouge méthyle.

L'effet de la salaison

- On prépare deux éprouvettes avec dans les deux 5 mL d'eau, 1 goutte de violet cristal et 0,5 mL de 1-butanol.
- Mettre bouchon en plastique et brasser pour 15 s. enlevés bouchon en plastique, car il y a formation d'un gaz.
- Les deux solutions sont complètement mauve opaque.
- Ajoute du NaCl solide dans un des deux jusqu'à saturation et mettre bouchon en plastique et brasser pour 15 s. enlevés bouchon en plastique, car il y a formation d'un gaz.
- On voit que l'eau avait une coloration mauve pâle opaque à claire (bas à haut) et que le 1-butanol était très mauve foncé opaque. On observe aussi des bulles de 1-butanol sur les côtés de l'éprouvette qui comprend du mauve et cause la dégradation.

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

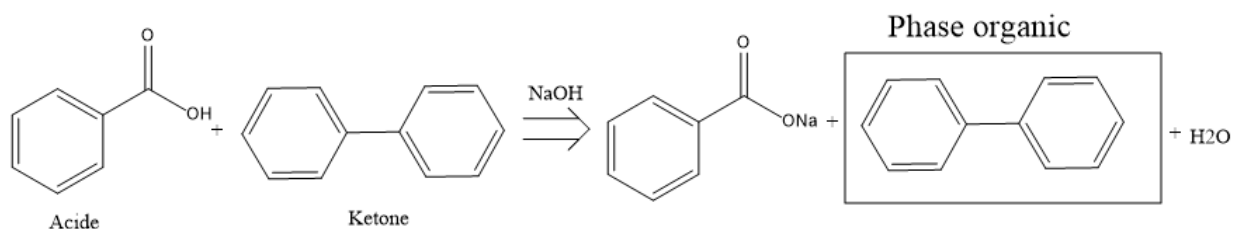
Tableau des réactifs

Composé	Masse Mol. (g/mol)	Quantité	Densité (g/mol)	mmol

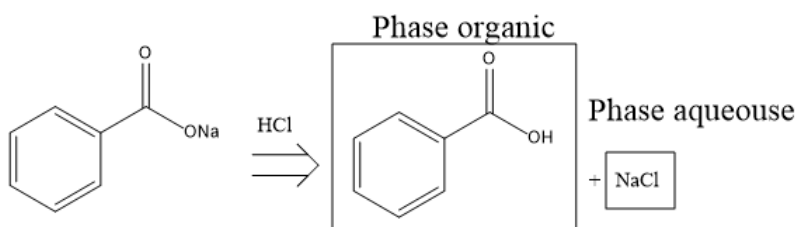
Inconnue 306		0,55 g	
Dichlorométhane	84,93	~10 mL	1,33
Hydroxyde de sodium aqueux (NaOH)	2	30 mL	
Acide chlorhydrique (HCl)	36,46	85 gouttes	
Benzophénone	182,22	1 mL	1,11
Biphényle	154,21	1 mL	1,04

Protocole :

- Nous avons commencé par obtenir une ampoule à décantation, bécher 50 mL, lentille de verre, pesée, éprouvette, cylindre gradué de 50 mL, erlenmeyer de 125 mL, erlenmeyer de 50 mL, bain de glace, 3 plaques CCM et jar avec couvercle.
- On a été donnée l'inconnue 306 solide. Nous avons obtenu 0,55 g de ce solide blanc granuleux inodore avec une lentille de verre sur une pesée.
- On a mis l'inconnue 306 dans un bécher de 50 mL et ensuite verser 10 mL de dichlorométhane pré mesurer. Brasser le bécher un peu pour que le solide se dissolve. (Garder quelque goutte de cette solution dans une éprouvette pour les plaques de CCM plus tard pour le mélange réactionnel)
- La solution doit être versée dans une ampoule à décantation, s'assurer que le robinet est fermé. Rincer le bécher de 50 mL avec 5 mL de dichlorométhane et le verser dans l'ampoule à décantation.
- On ajoute ensuite 10 mL d'une solution de base aqueuse, NaOH (un réactif de séparation), mesurer par un cylindre gradué de 50 mL dans l'ampoule à décantation.
- Placer le bouchon sur l'ampoule à décantation et l'inverser pour commencer le brassage. Vu qu'il y a formation d'un gaz, il faut ouvrir le robinet à chaque 30 s pour enlever la pression et refermer. Il faut faire cela trois fois.
- Le placer sur le support et enlever le bouchon. On peut observer une claire séparation de la phase organique (inférieure) et aqueuse (supérieure).



- De la on exacte graduellement la phase inférieure (organique) dans un erlenmeyer de 50 mL et la phase supérieure (aqueuse) dans un erlenmeyer de 125 mL et mettre de côté.
- Remettre la phase organique dans l'ampoule à décantation pour séparer le plus possible de la section acide de la solution. Et il faut refaire l'extraction 2 autres fois avec le NaOH. Combiner les phases avec leurs phases.
- Prochainement, on place la phase organique de côté et on travaille avec la phase aqueuse pour la ramener à son origine plus de sel (NaCl) avec solution acide, HCl (un réactif de séparation).
- Il faut rendre cette solution très acide avec environ 85 gouttes de HCl. Pour déterminer le pH on a besoin un papier tournesol. Cette réaction doit être faite dans un environnement sécurité. Il est normal que des cristaux de NaCl se forment.
- Après que la solution est très acide, il faut que l'erlenmeyer de 125 mL doive être soumis submerger dans un bain de glace pour environ 5 m pour que les cristaux de NaCl commencent à former des masses.



- Pendant cela, nous avons monté une filtration sous vide.
- On ajoute la solution dans l'entonnoir de Büchner pour séparer le solide NaCl de la nouvelle phase organique. Attendre que le liquide traverse le filtre et pomper pour bien enlever le liquide du filtre pour qu'il sèche plus vite.
- On pèse la masse de la solide finale NaCl et nous remarquons que la masse est 0,14 g. Le rendement est que 25.45% ce qui est très bas comme rendement. La seule explication que je considère est que le HCl était le limitant de la solution et qu'il y a encore des phases aqueuses dans le liquide.
- Il faut préparer 3 plaques CCM. La première plaque a comme solution de référence la phase organique mise de côté depuis la décantation et la solution de l'inconnue 306 origines dans une éprouvette. La deuxième plaque a comme solution de référence la phase aqueuse qui est extraire à la fin de la séparation avec le NaCl et la solution de

l'inconnue 306 origines dans une éprouvette. La troisième plaque on a comme référence le biphényle et le Benzophénone et la solution de l'inconnue 306 origine dans une éprouvette.

- On élue ses plaques de CCM dans un mélange 2:8 d'acétate d'éthyle et d'hexane dans le jar. Les mettre à l'intérieur et refermer. Attendre que le liquide monte à une hauteur, environ 1 cm avant d'atteindre le haut de la plaque.

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

Légende :

D = I = échantillon de solution dichlorométhane mélangé avec l'inconnu 306

O = Phase organique

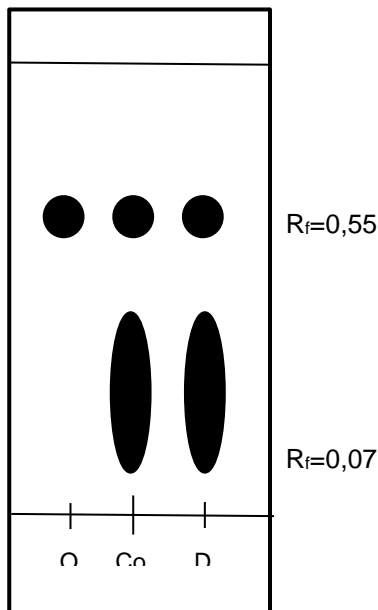
A = Phase aqueuse

Co = Mélange de D et O ou A

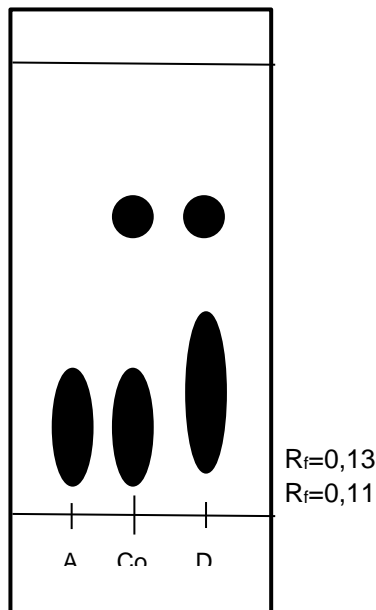
P = Biphényle

Z = Benzophénone

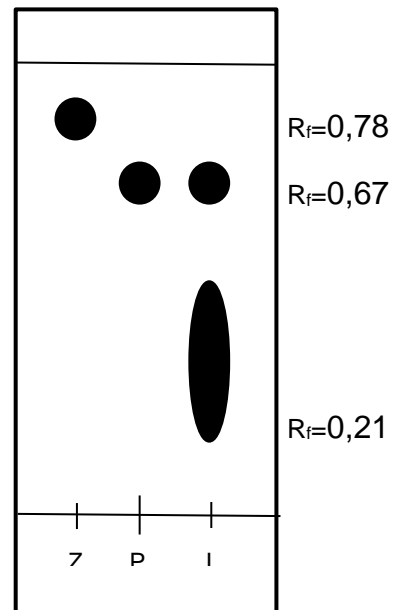
Solution de référence -
Organique



Solution de référence -
Aqueuse



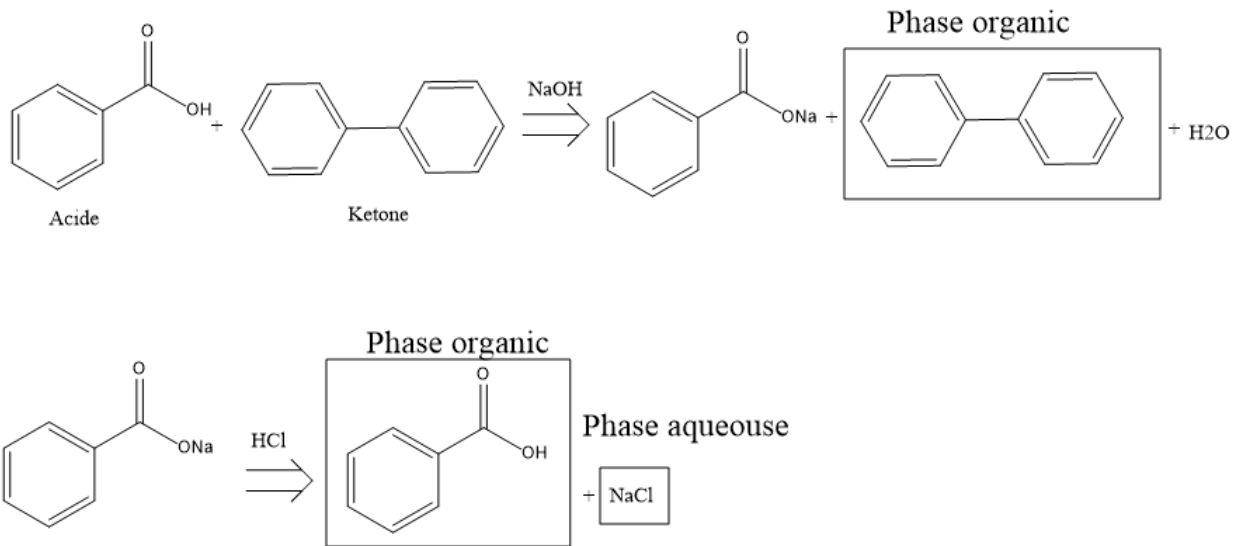
Solution de référence -
Biphényle et Benzophénone



- Retiré et attendre que ça sèche et observer avec une lumière ultraviolette.
- On observe que la phase organique, mise de côté depuis la décantation, on n'est point aligné avec le point de l'inconnue 306 ce qui détermine qu'il est plus au moins identique avec la cétone de l'inconnue 306.
- On observe que la phase aqueuse, qui est extraire à la fin de la séparation avec le NaCl, on est long point un peut moins long que le point de l'inconnue 306 ce qui détermine qu'il n'est pas 100% avec l'acide de l'inconnue 306 et qu'il reste probablement des phases aqueuses qui ont encore leur lien avec le Na.

- On peut conclure avec la plaque trois que la phase organique est le biphényle, car le point est aligné avec le point de l'inconnue 306. Vu que la cétone est le biphényle, l'acide de l'inconnue 306 est l'acide benzoïque.

Organigramme:



Discussion :

Pour la partie A de cette expérience nous avons mélangé dans une éprouvette (éprouvette 1) 1 mL d'oxyde de diéthyle, 1 mL d'eau distillée et une goutte de bleu de méthylène. Dans une autre éprouvette (éprouvette 2), nous avons mélangé 1 mL d'oxyde de diéthyle, 2 mL d'eau distillée et une goutte de rouge de méthyle. Après avoir laissé les phases de l'éprouvette 1 se séparer, nous pouvons remarquer que le colorant (bleu) est présent dans la phase aqueuse. Lorsqu'on observe l'éprouvette 2, qui a plus d'eau que l'éprouvette 1, on peut voir que le colorant (rouge) est dans la phase organique. Pour vérifier si une extraction entre l'oxyde de diéthyle et l'eau serait une bonne façon de séparer un mélange de bleu de méthylène et de rouge de méthyle, nous avons combiné les deux éprouvettes ensemble et mélangé le contenu. Une fois que les phases se sont séparées, on peut voir qu'il y a eu 3 phases distinctes : à la phase inférieure, on voit une solution bleue opaque, à la phase intermédiaire, la solution est plus d'une couleur turquoise, mais encore opaque et pour la phase supérieure, la solution est encore opaque, mais elle est blanche. Ensuite on voulait voir l'effet de la salaison. Pour faire ceci, on a rempli deux éprouvettes avec de l'eau distillée, une goutte de solution aqueuse de violet cristal et du 1-butanol. Dans une des deux éprouvettes, on ajoute du NaCl solide et on

observe la différence entre les deux éprouvettes. On voit que dans l'éprouvette sans le NaCl, que l'eau est placée en bas et le 1-butanol se situe en haut et la solution aqueuse de violet cristal est mélangé avec le 1-butanol. Dans l'éprouvette contenant le NaCl, il n'y a pas eu de séparation des phases donc la solution est homogène. L'extraction est utilisée pour séparer des composés chimiques. Pour la partie B de cette expérience, on veut séparer un mélange de notre inconnu (inconnu 306), qui a été dissous dans du dichlorométhane, et une solution aqueuse de NaOH à 2M. Pendant la première extraction, on vide la phase inférieure, qui est notre phase organique, dans un bécher et ensuite la phase supérieure dans un autre bécher. On fait ensuite deux autres extractions, chaque fois utilisant notre phase inférieure obtenue par l'extraction précédente avec une solution de NaOH à 2M. On avait ensuite acidifié notre extrait aqueux avec du HCl. Ceci nous a pris environ 85 gouttes du HCl pour que notre solution soit fortement acide. On a ensuite attendu environ 25 minutes pour notre solution de se reproduire dans un bain de glace. Il fallait filtrer la solution par gravité et ensuite par filtration sous vide et ceci nous a donné notre produit qu'on a laissé sécher et a pesé 0,14 g. Il reste juste à faire les plaques de CCM après cela. On fait trois plaques différentes : la plaque 1 avait l'échantillon de départ sur un côté et la phase organique de l'autre côté et un mélange des deux au centre, la plaque 2 avait l'échantillon de départ d'un côté, la phase aqueuse dissoute dans du dichlorométhane de l'autre côté et un mélange des deux au centre, et pour la troisième plaque, elle a du biphényle d'un côté, de la benzophénone au centre et le mélange inconnu de l'autre côté. Le 2:8 d'acétate d'éthyle et d'hexane a été utilisé comme éluant pour les plaques. La première plaque nous permet de montrer que l'acide benzoïque a été isolé dans la phase aqueuse puisque tu peux voir la présence de l'acide benzoïque dans la phase aqueuse sur la deuxième plaque et on ne voit pas l'acide benzoïque dans la phase organique sur la première plaque. La troisième plaque nous permet de déterminer que notre inconnu est la benzophénone puisque l'inconnu a un point à la même hauteur que celui de la benzophénone. Comme source d'erreur, il est très facile d'utiliser du matériel qui n'a peut-être pas été bien lavé par la personne qui les ont utilisés avant toi. Ceci pourrait causer une contamination et endommager les résultats du laboratoire donc c'est très important de vérifier que tout est bien lavé et est sec.

Calcul :

L'équation du facteur de rétention (R_f) :

déplacement d'un composé (d_1) / déplacement du front de solvant (d_s)

Partie B :

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

Solution de référence - organique

Référence Inconnu #306

$d_1 = 3,1$ cm (Plus bas) (Plus haut)

$$d_s = 5,6 \text{ cm} \quad d_1 = 0,4 \text{ cm} \quad d_1 = 3,1 \text{ cm}$$

$$R_f = 0,55 \quad d_s = 5,6 \text{ cm} \quad d_s = 5,6 \text{ cm}$$

$$R_f = 0,07 \quad R_f = 0,55$$

Calcul du rendement :

$$(\text{masse finale/masse initiale}) * 100$$

Partie B :

Masse initiale de l'inconnu 306 : 0,55 g

Masse finale de l'inconnu 306 : 0,14 g

Rendement = 25.45%

Questions :

1. Ce serait difficile puisque l'acétone est une solution polaire. Les solutions polaires sont solubles dans l'eau et donc ne pourraient pas se séparer et une extraction ne serait pas possible.
2. L'ajout de NaCl à une éprouvette contenant de l'eau, de l'oxyde de diéthyle et du bleu de méthylène augmenterait la quantité de colorant dans la phase aqueuse, car elle va augmenter les forces ioniques avec l'eau dans la solution. Alors, le bleu méthylène va être forcé à interagir avec l'H₂O encor plus que la norme.

$$3. K_D = (W_1/V_1) / (W_2/V_2)$$

$$= (20,0 \text{ g} / \cancel{100 \text{ mL}}) / (2,0 \text{ g} / \cancel{100 \text{ mL}})$$

$$= 20,0 \text{ g} / 2,0 \text{ g}$$

$$= 10$$

$$10 = (x / \cancel{100 \text{ mL}}) / ((1,4 \text{ g} - x) / \cancel{100 \text{ mL}})$$

$$10(1,4 \text{ g} - x) = x$$

$$x = 14 \text{ g} / 11 = 1,3 \text{ g}$$

4. Extraction 1 :

$$10 = (x / \cancel{50 \text{ mL}}) / ((1,4 \text{ g} - x) / \cancel{100 \text{ mL}})$$

$$10(1,4 \text{ g} - x) = 2x$$

$$x = 14 \text{ g} / 12 = 1,2 \text{ g}$$

Extraction 2 :

$$10 = (r / \cancel{50 \text{ mL}}) / ((0,2 \text{ g} - r) / \cancel{100 \text{ mL}})$$

$$10(0,2 \text{ g} - r) = 2r$$

$$r = 2 \text{ g} / 12 = 0,2 \text{ g}$$

$$x + r = 1,4 \text{ g}$$

- Tu peux ajouter quelque goutte de solvant organique a une des phases et si elle forme différente couche, tu peux savoir que ta solution est la phase aqueuse. Si elle ne forme pas deux phases distinctes, donc ta solution est la phase organique.
- Pour pouvoir séparer un mélange d'amine benzylique et de naphtalène, il faut faire le même processus d'extraction qu'on a fait lors du laboratoire, mais il faut utiliser du HCl pour séparer les solutions au lieu de la NaOH. Ceci permet à l'amine benzylique, qui est une base, de flotter sur la phase aqueuse.

Données brutes

Mikolna Lapp
30005214
13 fev 2020

Lab 3 chimie

Partie A

éprouvette 1 (bleu)

- colorant vas avec eau
- eau au bas
- éther en haut

éprouvette 2 (rouge)

- colorant avec éther (plus jaune que rouge)
- eau en bas
- éther en haut
- éther apparence visqueuse, bulle d'air sur partie supérieur de l'éther

Mélange de 1 et 2

- pas de séparation vite comme 1 et 2
- couleur bleu foncé
- bulle d'air au top

milieu

- partie inférieur → bleu transparent
- centre → bleu opaque
- supérieur → turbulente, opaque

vers le bas

- bas → bleu transparent
- centre → turbulente, opaque
- top → opaque, blanc au la de

Séparation

Première éprouvette

- eau vas au bas
- butanol au haut, très mauvaise couche
- eau a une coloration ombre de jaune au bas & mauvaise pale en haut

2^e éprouvette → aucun changement

Mikolna Lapp
30005214
13 fev 2020

1^e éprouvette - bulle de butanol sur côté de éprouvette qui contient mauvaise et cause de dégradation

Partie B

inconnu 306 → 0,55g

- ampoule dégrève un peu
- séparation → au top →

estérifier

bois 1 erlenmeyer 125ml

- phase inférieur
- dichlorométhane avec inconnu + inconnu

bocher

- phase supérieur

2^e essai → oublier d'enlever bocher

HCl → eu besoin de beaucoup de goutte

temps de refroidissement → 25 min

Mikolna Lapp
30005214
13 fev. 2020

a) b) c)

- échantillon de départ (d) - phase organique (o)

- échantillon de départ (d) - phase aqueuse + dichlorométhane (a)

- bi-phényle (p)

- benzophénone (z)

- mélange non inconnu

300134445
(17/02/20)

Lab 3

Partie A: plan 1.

Partie A:

test tube 1: (éthanol = mixture fort alcool)

- bleu au contact (H_2O) (bleu foncé)
- clair pour éther (rapide)

test tube 2: lactose

- rouge (jaune clair) au dessus éther
↳ miscible → bulles de H_2O près

- H_2O clair au bas (pauvre)

Mélange des deux:

- aucune des couleurs met dans la éther
↳ lactose
- obtient une couleur bleu clair

effet salin:

2 mêmes solutions marées

après $NaCl$ différence (dégradation)

degradation du lactose dans H_2O et est
le lactose ne se lie pas au réducteur (marée)

2

partie B:

lincame = 306 ~~306~~
0,55g

$NaCl = 0,14g$

plaque CCM

