

Expérience 3

Extraction

CHM 1721 -

Démonstrateur (TA):

Département de chimie

Université d'Ottawa

Procédure: Comme décrite dans le manuel de laboratoire (Venkateswaran, Durst, Scaiano, Ogilvie, Flynn, 2020) dans les pages 1-7 qui expliquent l'expérience 3: Extraction.

Observations:

Partie A:

Extraction	Observations
1- Solution bleu	<ul style="list-style-type: none"> - Phase aqueuse plus grande et se situe en bas - Bleu foncé, opaque en bas - Partie transparente sur le dessus qui représente la phase organique -
2- Solution rouge	<ul style="list-style-type: none"> - Solution est de couleur jaunâtre - Transparent en bas - Opaque au dessus - Petites bulles sur le dessus
3- Mélange des deux	<ul style="list-style-type: none"> - Ligne claire et très mince sur le dessus - Phase organique qui est juste en dessous de la ligne claire - Phase organique est plutôt opaque - Phase aqueuse se situe en dessous et est bleue et transparente
4- Violet	<ul style="list-style-type: none"> - Solution uniforme - Couleur violette - Opaque
5- Violet + NaCl	<ul style="list-style-type: none"> - Couche violette opaque (2mm) sur le dessus - Bulles violettes un peu partout dans la phase aqueuse - Couleur dégradée (transparent en bas et violet foncé en haut)

Partie B

Extraction	Observations
1	Les 2 phases sont de la même couleur (incolore) Phase organique (en bas) plus grande Petites bulles sur le dessus Ligne claire qui sépare les 2 phases Inodore
2	Formation de bulles sur le dessus qui ont vite disparues Comme la première extraction Débris de bouchon dans la solution
3	Formation de bulles sur le dessus qui disparaissent Comme les 2 autres extractions

Plaques de CCM:

À noter que le solvant utilisé pour les trois plaques est un mélange 2:8 d'acétate d'éthyle

Tableau 1. Plaque CCM du mélange inconnu et de la phase organique

Plaque 1	D_1 (cm)	D_s (cm)	R_f
Inconnu	3,2	4,8	0,67
Phase organique	3,2	4,8	0,67

Tableau 2. Plaque CCM de l'inconnu et du produit de la phase aqueuse

Plaque 2	D_1 (cm)	D_s (cm)	R_f
Inconnu	2,5	4,5	0,56
Produit de la phase aqueuse	2,4	4,5	0,53

Tableau 3. Plaque CCM du biphényl, benzophénone et inconnu

Plaque 3	D_1 (cm)	D_s (cm)	R_f
Biphényl	3,4	4,6	0,74
Benzophénone	2,8	4,6	0,61
Inconnu	2,8	4,6	0,61

Figure 1. Représentation de la plaque CCM de l'inconnu et de la phase organique

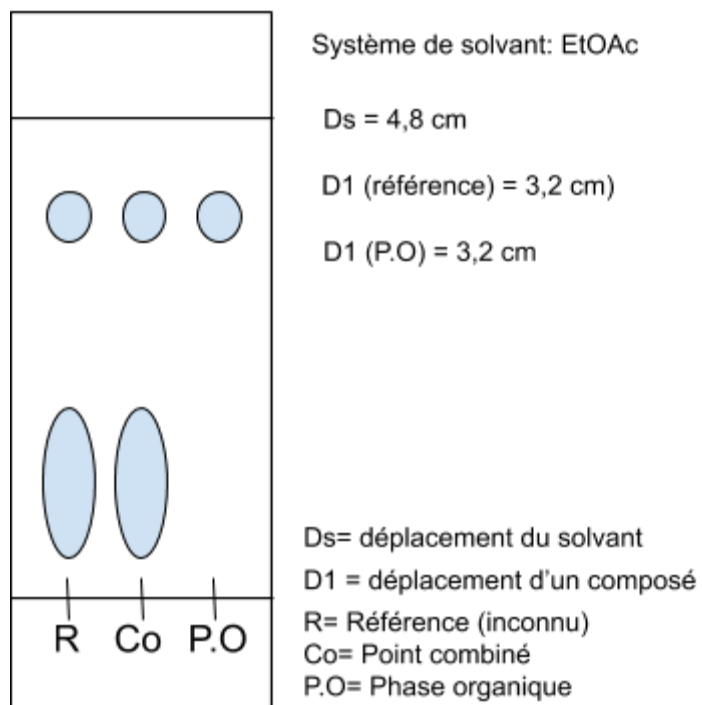


Figure 2- Représentation de la plaque CCM de l'inconnu et du produit de la phase aqueuse

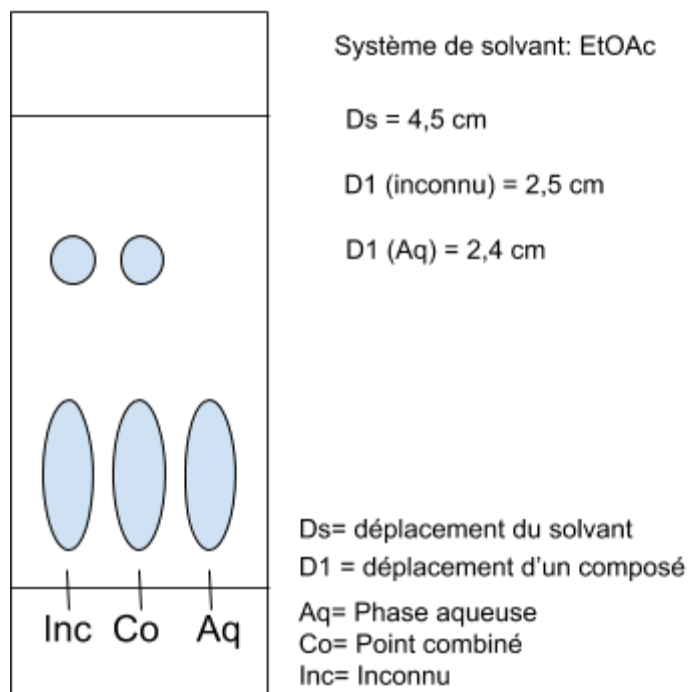


Figure 3- Représentation de la plaque CCM du biphényl, benzophénone et inconnu

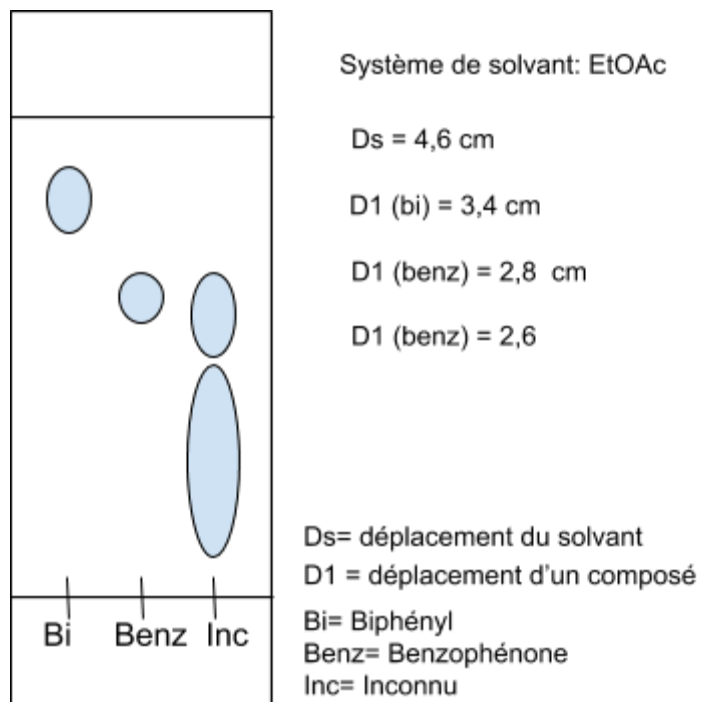


Tableau des résultats

# de l'inconnu	346
Masse initiale	0,72 g
Masse obtenue de l'acide benzoïque	0,68 g
Composition	Acide benzoïque
% de composition (combien d'acide benzoïque était le mélange initial)	94,44 %

Discussion

Lors de la partie A, nous avons observé l'effet de salaison du NaCl. Dans une éprouvette, nous avons mélangé une solution d'eau, une solution aqueuse violette ainsi que du butanol. Dans l'autre éprouvette, nous avons ajouté les mêmes substances en plus d'ajouter du NaCl. Après avoir bien mélangé la solution contenant le sel, nous avons remarqué que des bulles violettes étaient présentes d'un côté de la phase aqueuse (en bas) et que la phase organique (en haut) était de couleur violette foncée et opaque. La couleur violette est repoussée vers la phase organique. Ceci peut être expliqué par le fait que les composés organiques peu solubles en phase aqueuse sont repoussés davantage vers la phase organique, la phase du haut puisque le sel (NaCl) cause des forces ioniques. (Venkateswaran et collab., 2020) La phase aqueuse est saturée en NaCl, conséquemment, le violet ne peut plus être dissous. Un concept important lorsqu'on évalue les phases organiques et inorganiques est la densité des solvants (Venkateswaran et collab., 2020). Lorsqu'un solvant est plus dense, il descend dans le fond, tandis qu'un solvant moins dense va monter dans le contenant. Dans la partie A le solvant de la phase organique est moins dense, ainsi la phase organique se retrouve en haut de la phase aqueuse. Dans la partie B, c'est le contraire qui se produit.

Lors de la partie B, nous avons fait la séparation d'un mélange inconnu à l'aide d'une extraction fondée sur la réactivité. Notre inconnu (#346) était soit un mélange de benzophénone et d'acide benzoïque ou un mélange de biphényle et d'acide benzoïque. L'extraction est utilisée pour séparer différents composés chimiques dans un mélange. L'extraction entre deux liquides a comme objectif de purifier un échantillon basée sur la différence de solubilité dans deux phases qui ne peuvent se mélanger (Zysman-Colman, s.d.). L'eau est la phase aqueuse, tandis que la phase organique est le solvant organique. Nous avons effectué trois extractions en réutilisation la phase organique. Ceci était pour purifier le mieux que possible cette phase (Venkateswaran et collab., 2020). Lors des extractions, nous avons ajouté du NaOH à l'ampoule de décantation. Le NaOH est utilisé pour l'extraction, car il a la capacité de produire les 2 phases, soit la phase aqueuse et la phase organique. Dans la phase aqueuse, on retrouve les composés ioniques et/ou

les composés très polaires (Venkateswaran et collab., 2020). Dans la phase organique, on retrouve les composés organiques neutres. Pour arriver à donner une charge à un composé qui était neutre, on utilise le NaOH car il enlève un proton à l'acide et ainsi, l'acide devient chargé. Alors, sans le NaOH, on ne pourrait produire la phase aqueuse avec l'acide benzoïque qui provient de la phase organique puisqu'il n'y aurait pas de charges.

Par la suite, lors de la filtration, on veut redonner le proton perdu à l'acide benzoïque pour qu'on soit capable de récupérer celle-ci de la phase aqueuse. Alors, on a ajouté du HCl. Cela a fait que l'acide benzoïque a regagné son proton et ainsi elle a eu une charge neutre. En conséquence, elle n'est plus soluble dans la phase aqueuse et cela fait le précipité que nous avons observé en ajoutant les gouttes de HCl. Nous ajoutons l'acide pour quand nous avons ajouté les gouttes de HCl, nous avons remarqué que nous devions ajouter un montant très élevé de gouttes afin que notre solution obtienne un pH acide. En fait nous avons ajouté au-dessus de 120 gouttes pour arriver à une solution acide. Pour calculer le pH, nous avons utilisé un papier tournesol et la couleur rose indiquait une solution acide. Lorsque nous avons réussi à avoir une solution acide, nous avons refroidi la solution dans le bain de glace. Cela nous a permis de recueillir un précipité solide. Après que le précipité est recueilli, on a fait la filtration puis le séchage pour avoir l'acide benzoïque, séparée de la phase organique. Pour mieux comprendre cette explication, se baser sur l'organigramme dans l'annexe du rapport.

Après avoir acidifié la phase aqueuse pour récupérer l'acide benzoïque, nous avons mis la solution dans un bain de glace pour ensuite collecter le solide qui a été formé. Ceci représente le précipité solide de l'acide benzoïque de la phase aqueuse. Nous avons ensuite filtré la solution à l'aide d'un papier filtre pour recueillir le solide. Ainsi, la filtration sous-vide nous a aidés à enlever le solvant et à conserver seulement le précipité d'acide benzoïque. Il y avait des sources d'erreurs possibles lors de la filtration sous-vide. Par exemple, il est possible que le papier filtre ne fût pas bien placé dans le fond de l'entonnoir Büchner au moment que nous avons ajouté notre solution. D'ailleurs il se peut que le papier filtre ne fût pas d'une grandeur idéale et qu'il ne collectait pas tout le précipité.

Ensuite, nous avons laissé le papier filtre sécher à l'air. Celui-ci contenait le précipité qui provient de la phase aqueuse. Lorsqu'il était sec, nous l'avons pesé. Le papier et le produit solide pesaient 0,88 g les deux ensemble. Après avoir soustrait la masse du papier, nous avons obtenu une masse de 0,68 g de précipité solide. Ce précipité devrait représenter l'acide benzoïque. Il est important de comprendre qu'il y a possibilité de source d'erreur en calculant cette masse puisqu'il est possible que sans l'avoir remarqué nous avons produit un précipité de NaCl en acidifiant la phase aqueuse. Cela affecterait la masse recueillie. Par contre, sans prendre ceci en considération, nous avons été capables de calculer le pourcentage de rendement. La masse initiale de l'inconnu #346 était de 0,72 g tandis que la masse finale était de 0,68 g de produit solide qui représente l'acide benzoïque. En nous basant sur le calcul du pourcentage de composition (voir annexe 1.0), nous avons conclu que le pourcentage de composition est 94,44 % d'acide benzoïque dans l'inconnu initial. Ainsi, notre pourcentage de rendement est 94,44 %. De plus, une autre source d'erreur est qu'il est possible que le papier n'était pas complètement sec quand nous l'avons pesé suite à la filtration. Si cela était le cas, la masse mesurée pour le produit solide de la phase aqueuse serait plus grande que la masse réelle car la masse d'eau présente dans le papier serait une source d'erreur.

En observant les plaques de CCM, on peut constater que notre mélange inconnu contient en fait du benzophénone puisqu'il n'y a pas de point dans la colonne du biphenyle à la même hauteur que le point de l'inconnu (voir figure 3). On observe que dans la colonne de l'inconnu et dans la colonne du benzophénone, il y a des points à la même hauteur, ce qui signifie qu'une substance dans chacun des mélanges contient la même polarité. Celle-ci est le benzophénone. Ainsi, il est possible de constater que le mélange inconnu contenait de l'acide benzoïque et du benzophénone. D'ailleurs, si on regarde la plaque CCM qui compare l'inconnu avec le produit de la phase aqueuse (voir figure 2), on remarque que le long ovale représente l'acide benzoïque. Nous avons conclu ceci puisque nous savons que l'acide benzoïque est présent dans l'inconnu tout comme dans la phase aqueuse, mais pas dans la phase organique (voir figure 1).

Conclusion

Bref, nous avons réussi à utiliser la technique d'extraction pour séparer la phase aqueuse, qui contenait de l'acide benzoïque, de la phase organique, qui contenait l'inconnu. Ensuite, grâce à la filtration du produit aqueux et de l'analyse des plaques CCM, nous avons déterminé que l'échantillon inconnu était en fait du benzophénone.

Réponses aux questions

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

L'extraction est utilisée afin de séparer les composés chimiques formant un mélange. Cette séparation se fait grâce à une différence de solubilité des composés dans deux solvants immiscibles, c'est-à-dire, des liquides qui ne se mélangent pas. Cependant, l'eau et l'acétone sont des solvants miscibles. Il serait donc très difficile de séparer ces deux composés puisque ceux-ci se mélangeraient dès le début de la réaction.

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?

Le NaCl est un composé ionique. Ceci dit, les forces ioniques générées par le sel poussent les composés organiques peu solubles encore plus vers la phase organique. De plus, la phase aqueuse ne peut plus dissoudre le bleu puisque celle-ci est saturée en NaCl. Donc, pour ces deux raisons, l'ajout de NaCl diminuerait la quantité de colorant dans la phase aqueuse, ce dernier serait poussé vers la phase organique.

3. Le composé Y a une solubilité de 2,0 g/100 mL dans l'eau et de 20 g/100 mL dans l'oxyde de diéthyle. Quelle masse du 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?

$$K_D = [A]_{(\text{eau})} / [A]_{(\text{oxyde de diéthyle})}$$

$$K_D = 2,0 \text{ g/100 mL} / 20 \text{ g/100 mL}$$

$$K_D = 0,1$$

$$K_D = (W1 / V1) / (W2 / V2)$$

$$W1 = (K_D \times V1 \times W2) / V2$$

$$W1 = (0,1 \times 100 \text{ mL} \times 1,4 \text{ g}) / 100 \text{ mL}$$

$$W1 = 0,14 \text{ g}$$

La masse du composé Y obtenue après une seule extraction est de 0.14 g

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?

Première extraction :

$$W1 = (K_D \times V1 \times W2) / V2$$

$$W1 = (0,1 \times 100 \text{ mL} \times 1,4 \text{ g}) / 50 \text{ mL}$$

$$W1 = 0,28 \text{ g}$$

Deuxième extraction :

$$W1 = (K_D \times V1 \times W2) / V2$$

$$W1 = (0,1 \times 100 \text{ mL} \times 0,28 \text{ g}) / 50 \text{ mL}$$

$$W1 = 0,056 \text{ g}$$

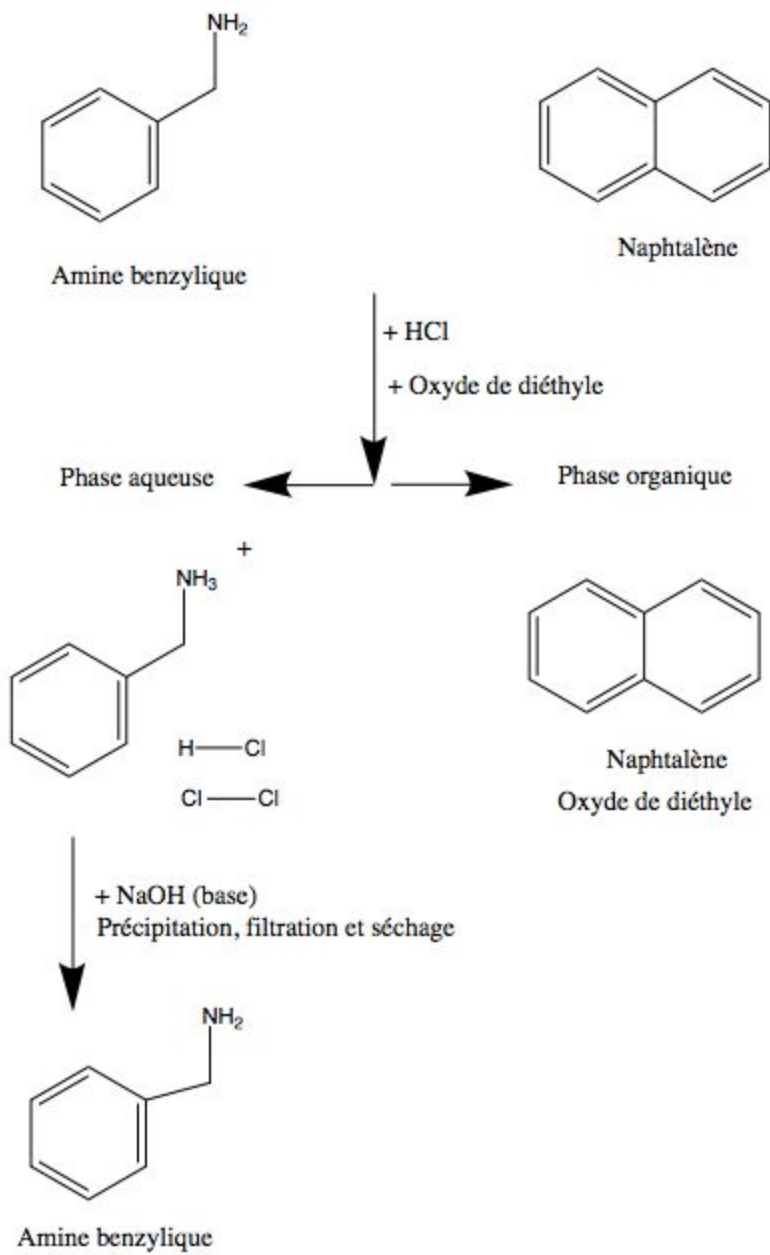
La masse du composé Y obtenu après 2 extractions avec 50 mL d'oxyde de diéthyle est de 0,056 g.

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

Lorsqu'on n'est pas certain quelle phase est laquelle, il suffit de faire tomber une goutte de solvant organique dans le mélange. Cette goutte va rejoindre la phase qui lui appartient. Alors, on peut déterminer que la phase aqueuse est la phase qui n'a pas attiré la goutte de solvant organique. La phase organique est la phase qui a attiré la goutte. Aussi, on peut utiliser la même méthode en utilisant une goutte d'eau. Celle-ci va être attirée par la phase aqueuse, car c'est la phase qui lui ressemble (Venkateswaran et collab., 2020).

6. Décrivez comment séparer un mélange d'amine benzylique (base organique) et de naphthalène. Les 2 composés sont insolubles dans l'eau, mais solubles dans l'oxyde de diéthyle.

Pour séparer un mélange d'amine benzylique et de naphthalène, il faut commencer par ajouter un acide comme du HCl. Cela va faire que l'amine benzylique va gagner un proton et ainsi devenir chargé. Grâce à cette charge, l'amine benzylique va devenir soluble dans l'eau. De l'autre côté, le naphthalène va rester neutre et ne va pas être soluble dans l'eau. Ainsi, le processus d'extraction avec l'ampoule à décantation va permettre de séparer la phase aqueuse (contenant l'amine benzylique dans l'eau) de la phase organique (contenant le naphthalène dans l'oxyde de diéthyle). Ensuite on peut ajouter une base comme le NaOH pour recueillir l'amine benzylique de la phase aqueuse. Ensuite on peut filtrer à vide la solution pour séparer le précipité et ensuite le faire sécher. Cela va permettre de séparer l'amine benzylique du naphthalène.



Annexe:

Calculs:

1.0 Exemple de calcul pour déterminer le Rf

$$R_f = D_1 / D_s$$

$$R_f = 3,2 \text{ cm} / 4,8 \text{ cm}$$

$$R_f = 0,67$$

1.1 Exemple de calcul pour déterminer le pourcentage de composition

Masse initiale: 0,72

Masse finale: 0,68

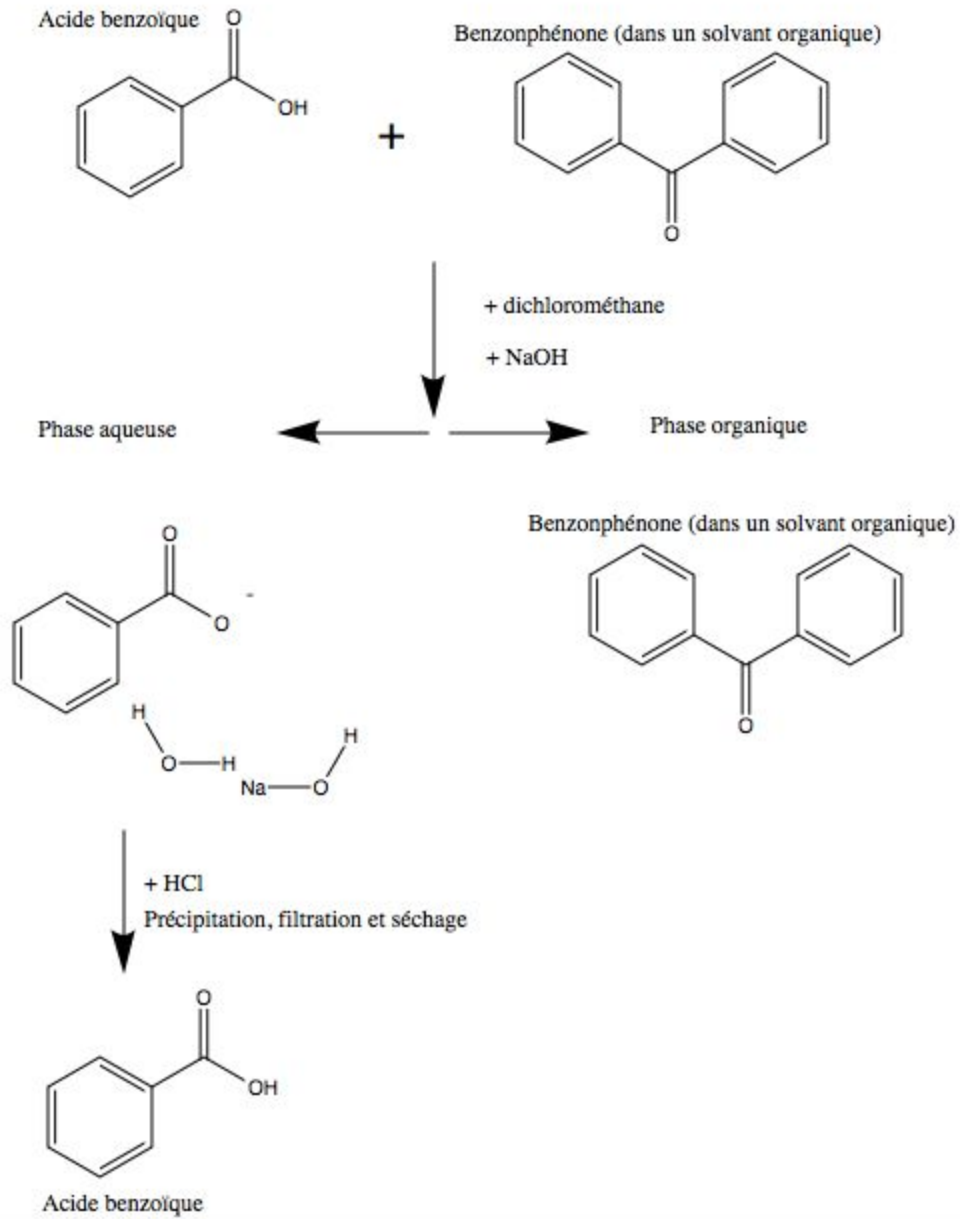
$$\% \text{ de composition} = (\text{masse finale} / \text{masse initiale}) \times 100$$

$$\% \text{ de composition} = (0,68 / 0,72) \times 100$$

$$\% \text{ de composition} = 94,44 \%$$

2.0 Organigramme

Organigramme



Références :

- Manuel de laboratoire de chimie organique I, *Expérience 3 : Extraction*, (2020). Dr. Tony Durst, Dr. Tito Scaiano, Dr. William Ogilvie, Dr. Alison Flynn. Révisé par Dr. Rashmi Venkateswaran.
- Zysman-Colan, E. (s.d). TECHNIQUE : Extraction liquide-liquide. Université de Sherbrooke. Tiré de :
<http://www.zysman-colman.com/courses/chm302/Extraction.pdf>