



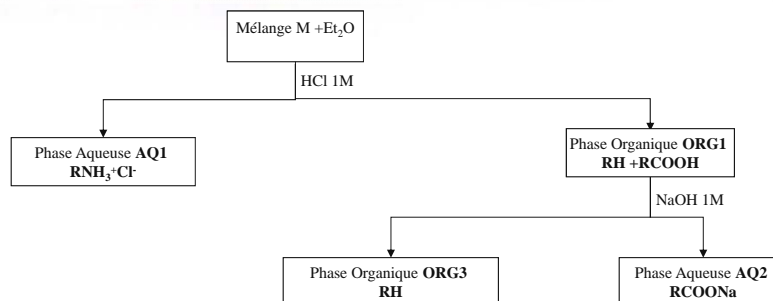
Expérience 4 : Séparation et identification de deux produits organiques

Séparation et identification de deux produits organiques

Les mélanges d'inconnus sont constitués de deux produits organiques (2 x 750 mg) qui sont soit:

- Deux produits neutres (R-H)
- Un produit acide (R-COOH) et un produit neutre (R-H)
- Un produit basique (R-NH₂) et un produit neutre (R-H)

Séparation de deux produits organiques

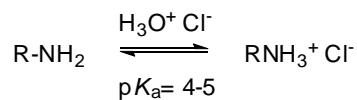


3

Séparation de deux produits organiques

- 1) Dissoudre le mélange d'inconnus dans ~100 mL Et₂O.
 - Garder un échantillon de la solution d'inconnus.
 - Tout doit être dissous.
 - Importance de la précision ?
- 2) Dans une ampoule à décantation, extraire avec 50 mL HCl 1 M (pH = 1).

- Importance de la précision ?
- Qu'est-ce que l'on protone ?



- Tous les produits donc le $\text{p}K_a \geq 4$ sont protonés.

4

Séparation de deux produits organiques

- Séparer la phase organique (Et₂O) et la phase aqueuse acide.
- Extraire la phase organique avec 50 mL HCl 1 M. Pourquoi ?
 - Que contient chacun de mes erlenmeyers??



Phase organique
~100 mL Et₂O

Produit(s) neutre(s) (RH)
Produit acide (RCOOH)



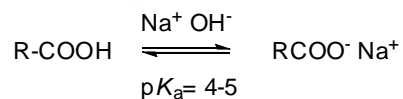
Phase aqueuse acide
~100 mL H₂O

Produit basique
protonné (RNH₃⁺)

5

Séparation de deux produits organiques

- Extraire la phase organique avec 50 mL NaOH 1 M (pH = 13).
 - Qu'est-ce que l'on déprotone ?



- Tous les produits donc le $\text{p}K_a \leq 10$ sont déprotonés.
- Séparer les phase et extraire la phase organique avec une seconde portion de 50 mL NaOH 1 M.
 - Pourquoi ?

6

Séparation de deux produits organiques

Et maintenant, que contient chacun de mes erlenmeyers ??



Phase organique
~100 mL Et₂O

Produit(s) neutre(s) (RH)



Phase aqueuse acide
~100 mL H₂O

Produit basique
protonné (RNH₃⁺)



Phase aqueuse basique
~100 mL H₂O

Produit acide
déprotonné (RCOO⁻)

7

Séparation de deux produits organiques

7) Laver la phase organique avec 50 mL H₂O

- Pourquoi ?

8) Sécher la phase organique avec MgSO₄ anhydre, filtrer et évaporer le solvant sur le rotavap.

- Que vient-on d'isoler ?



Phase organique
~100 mL Et₂O

Produit(s) neutre(s) (RH)



Produit(s) neutre(s)
isolé(s) !

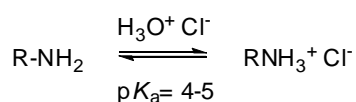
8

Séparation de deux produits organiques

9) Isolement du produit basique.

- Basifier la phase aqueuse acide avec NaOH 25% (6 M) jusqu'à pH = 12-13.

Pourquoi utiliser du NaOH si concentré pour basifier?
Pourquoi jusqu'à pH = 12-13 ? Comment savoir le pH ?



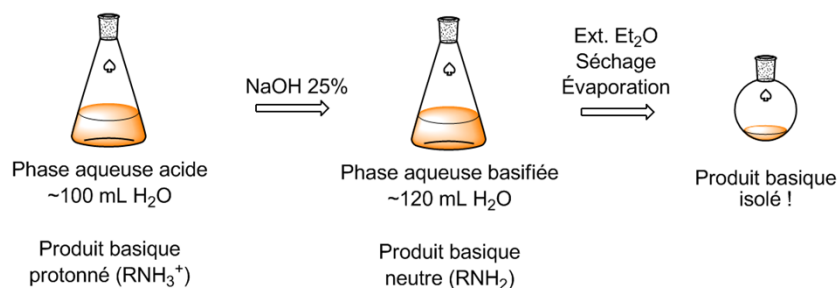
- S'il y a un produit basique présent, il est maintenant sous forme neutre, donc plus soluble dans un solvant organique que dans H₂O.

9

Séparation de deux produits organiques

9) Isolement du produit basique.

- Extraire la phase aqueuse avec 2 x Et₂O
- Laver la phase organique avec H₂O
- Sécher la phase organique avec MgSO₄ anhydre, filtrer, évaporer le solvant au rotavap.



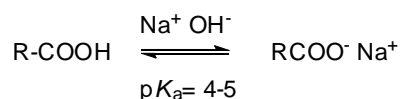
10

Séparation de deux produits organiques

10) Isolement du produit acide.

- Acidifier la phase aqueuse basique avec HCl 25% (8 M) jusqu'à pH = 1-2.

Pourquoi utiliser du HCl si concentré pour acidifier?
Pourquoi jusqu'à pH = 1-2 ?



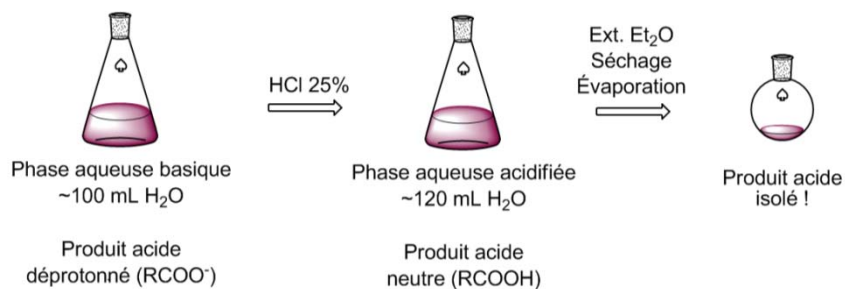
- S'il y a un produit acide présent, il est maintenant sous forme neutre, donc plus soluble dans un solvant organique que dans H₂O.

11

Séparation de deux produits organiques

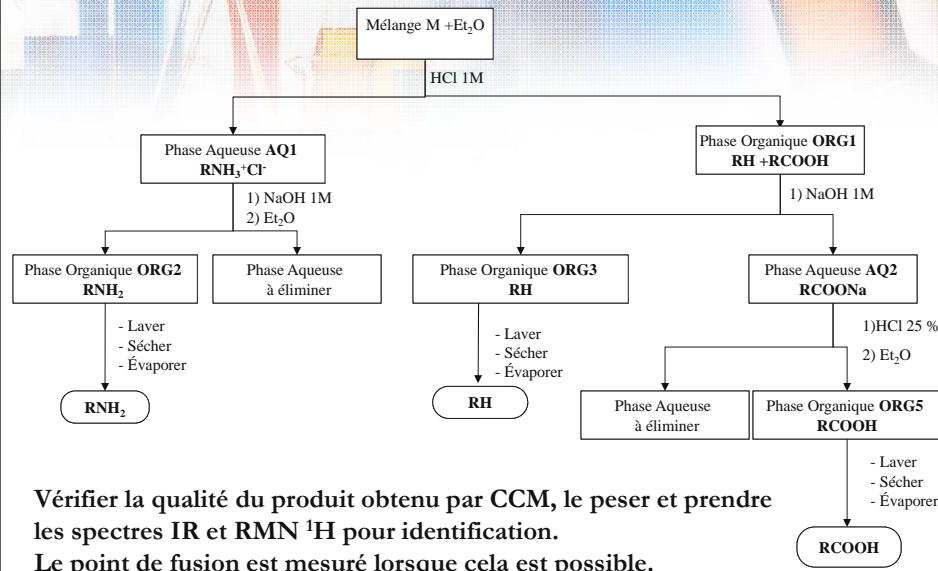
9) Isolement du produit acide.

- Extraire la phase aqueuse avec 2 x Et₂O
- Laver la phase organique avec H₂O
- Sécher la phase organique avec MgSO₄ anhydre, filtrer, évaporer le solvant au rotavap.



12

Séparation de deux produits organiques



Séparation de deux produits organiques

Remarques :

Le *problème* de la précipitation d'un produit suite à la neutralisation de la solution aqueuse d'extraction...

→ Produit organique neutre solide peu, voire pas soluble dans l'eau précipite.

→ Précaution : tout dissoudre

NE JAMAIS JETER UNE SOLUTION AVANT LA FIN DU LABO !!!

Les produits ainsi obtenus sont des produits *bruts*. Ils ont été séparés/isolés mais n'ont pas été purifiés.

Séparation de deux produits organiques

Une fois toutes les procédures ont été réalisées:

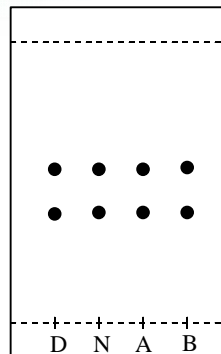


D: Mélange de départ
N: Résultats des extractions
pour les produits neutres
A: pour les produits acides
B: pour les produits basiques

Séparation de deux produits organiques

Exemple 1:

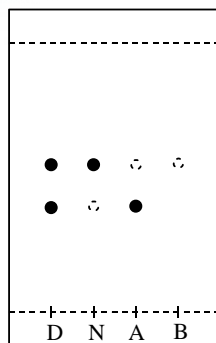
- N= 840 mg
- A= 85 mg
- B= 75 mg



Séparation de deux produits organiques

Exemple 2 :

- N= 540 mg
- A= 450 mg
- B= 45 mg



On procédera finalement à la purification par flash du produit(s) neutre(s) la semaine suivante.