

Atelier scientifique MPS – L’analyse chimique – Partie 1
Chromatographie – Séance 1

La *chromatographie* est une méthode utilisée pour l’identification d’espèces chimiques. On va réaliser une chromatographie *sur couche mince* (CCM en abrégé), qui consiste à déposer les substances à analyser sur une plaque, à placer la plaque dans une cuve quelques minutes, puis à analyser le résultat.

a. Notez l’objectif du jour.

.....

b. Cette technique fait intervenir de nombreux mots nouveaux ; à la fin de la fiche, complétez les mots *chromatographie* et *CCM* dans le petit *glossaire*.

1 Préparation de la cuve

Les substances chimiques à analyser sont plus ou moins solubles dans l’éluant ; celui-ci va se déplacer (*migrer*) par capillarité le long de la plaque, entraînant plus ou moins les substances déposées.

Ce « plus ou moins » est l’une des difficultés majeure de la chromatographie sur couche mince : il convient de bien choisir l’éluant, afin d’avoir des résultats exploitables.

Pour éviter que l’éluant ne s’évapore au fur et à mesure de sa montée sur la plaque, il est *très important* de saturer la cuve en vapeurs d’éluant, en plaçant l’éluant dans celle-ci au moins dix minutes avant d’introduire la plaque, et en bouchant la cuve.

Différents éluants sont disponibles, se répartir le travail.

c. Notez la composition de l’éluant utilisé.

.....

.....

.....

d. Complétez le glossaire avec la définition de *solvant*, d’éluant, de *soluté*, de *capillarité*.

2 Préparation de la plaque

Sur une plaque recouverte de silice, tracer un trait très fin au crayon de papier à 1 cm du bas, et repérer sur ce trait deux ou trois positions, par deux ou trois tirets ou croix équidistants.

e. Dressez un grand schéma légendé de la plaque.

f. Complétez le glossaire avec le mot *silice*.

3 Dissolution des substances à analyser

Dans des tubes à hémolyse, dissoudre le ou les poudres à analyser dans quelques millilitres d’éthanol ou d’acétate de butyle, à verser goutte-à-goutte à l’aide d’une pipette simple. Concentrer au maximum ces solutions (ne pas trop les diluer en ajoutant trop de solvant).

Remarque : l’utilisation de solvants organiques volatils et inflammables nécessite l’utilisation de la ventilation et l’absence stricte de flamme dans la salle.

g. Complétez le glossaire avec la définition d’*inflammable*.

4 Dépôt des substances à analyser

Les dépôts de chaque substance sont effectués avec des *tubes capillaires*. Il faut faire de très petits dépôts, sans quoi les substances déposées vont se mélanger entre elles lors de l'*élution*.

Effectuez ces dépôts, et contrôlez leurs tailles sous la lampe UV.

h. Complétez le schéma de la plaque précédent ; complétez aussi le glossaire avec les définitions de *ligne de dépôt* et *point de dépôt*.

5 Développement de la plaque

Le développement consiste à faire monter l'éluant sur la plaque par capillarité : c'est la migration.

Le volume d'éluant versé dans la cuve ne doit pas être trop élevé, afin de ne pas submerger les dépôts ; la plaque ne doit pas toucher les parois de la cuve, et l'ensemble doit être laissé parfaitement immobile tout au long du développement.

i. Complétez le schéma de la plaque précédent, montrant la plaque en cours de développement. Complétez le glossaire avec le mot *développement*.

Lorsque le front de l'éluant parvient à 1 cm du haut de la plaque, la retirer de la cuve. Repérer alors rapidement le front de l'éluant, à l'aide d'un trait au crayon de papier, et sécher par agitation.

j. Complétez le glossaire avec la définition de *front de solvant*.

6 Révélation des taches

Lorsque les substances analysées sont colorées, leur révélation est immédiate ; dans le cas contraire, on peut procéder à une *révélation* :

- aux ultraviolets ;
- au diode ;
- au permanganate de potassium...

On dispose de plaques sensibles aux ultraviolets. Les placer sous la lampe UV. Ce que l'on observe correspond à ce que l'on appelle une *migration* des taches.

Marquer au crayon de papier les positions successives atteintes par les divers constituants. Joindre cette plaque, appelée alors *chromatogramme*, au compte-rendu.

k. Complétez le glossaire avec le terme *révélation*.

7 Identification des composés

On peut interpréter le résultat de deux manières :

- Par comparaison avec un corps pur ou un mélange connu. Contrainte : il faut avoir le produit pur en réserve au laboratoire, et en faire un dépôt à côté de l'extrait à analyser à chaque fois ;
- Par calcul du *rapport frontal* R_f de chaque tache, ce rapport (défini ci-dessous) étant caractéristique pour chaque corps pur, et comparaison avec une table contenant tous les rapports frontaux de toutes les substances connues. Contrainte : il faut rechercher dans des tables numériques.

l. Dans quel cas se trouve-t-on avec le chromatogramme obtenu précédemment ?

.....
.....

Pour le calcul du rapport frontal, on mesure la hauteur atteinte par le solvant, notée D_S , et les hauteurs atteintes par les diverses taches du mélange, notées D_{C_1} , D_{C_2} , ... toutes ces hauteurs étant mesurées à partir de la *ligne de base*, c'est-à-dire le trait de crayon tracé au bas de la plaque. Pour chaque tache, on calcule le rapport frontal :

$$R_f = \frac{D_C}{D_S}$$

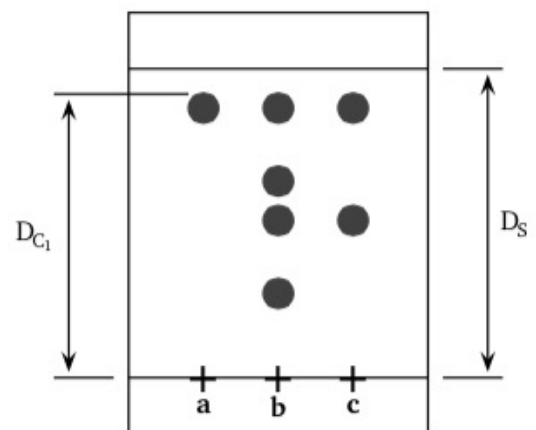


Schéma de principe pour la mesure de la hauteur de migration du constituant noté C_1 .

m. Calculer tous les rapports frontaux (page suivante). Conclure.

Calculs des rapports frontaux

Rapport frontal n° 1

.....

.....

.....

Rapport frontal n° 2

.....

.....









.....

Conclusion









Compétences évaluées

Voici les compétences évaluées au cours de cette séance, dans l'ordre d'évaluation :









- Réaliser, manipuler, appliquer des consignes.

| Auto-évaluation | Évaluation professeur |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|     |     |





- Savoir s'évaluer.

| Auto-évaluation | Évaluation professeur |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|     |     |

- Manifester curiosité, motivation à travers des activités conduites ou reconnues par l'établissement.

| Auto-évaluation | Évaluation professeur |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|     |     |

Voici le mode d'évaluation retenu pour ces compétences :

-  J'ai réussi tout seul ;
-  J'ai compris mais j'ai fait quelques erreurs ;
-  J'ai encore besoin de m'entraîner ;
-  Je n'ai pas compris, il faut que je recommence.

Données

Paracétamol (4-acétylaminophénol)
Poudre cristalline blanche ;
Température de fusion : 168°C ;
Soluble dans l'eau chaude, peu soluble dans l'eau froide ;
Facilement soluble dans l'éthanol.

Aspirine (acide acétylsalicylique)
Poudre cristalline blanche ;
Température de fusion : 135°C ;
Soluble dans l'eau chaude, peu soluble dans l'eau froide ;
Facilement soluble dans l'éthanol.

Chromatographie

.....

.....

CCM

.....

Solvant

.....

Éluant

.....

Soluté

.....

Capillarité

.....

Silice

.....

Inflammable

.....

Ligne de dépôt

.....

Point de dépôt

.....

Développement

.....

Front du solvant

.....

Révélation

.....

Rapport frontal

.....

.....