

Physique-Chimie chapitre 6  
Extraction et séparation d'espèces chimiques – Séance 5

## 1 Chromatographie sur couche mince

### 1.1 Objectif

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.

.....

### 1.2 Préparation de la cuve

Les substances chimiques à analyser sont plus ou moins solubles dans l'éluant, appelé phase mobile ; cette phase va se déplacer (on dit « *migrer* ») par capillarité le long de la plaque, appelée phase fixe, 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.

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*.

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.

c. Notez la composition de l'éluant utilisé et précisez son éventuelle dangerosité.

.....

.....

.....

d. Complétez le glossaire avec la définition d'*éluant* et de *capillarité*.

### 1.3 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 positions, par deux tirets ou croix équidistants.

e. Dressez un grand schéma de la plaque. Le schéma doit être à la règle et légendé.

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

### 1.4 Dissolution des substances à analyser

Dans des tubes à hémolyse, dissoudre le ou les poudres à analyser dans quelques millilitres d'éthanol, 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.

Point clef! Mauvaise dissolution = échec!

### 1.5 Dépôt des substances à analyser

Les dépôts de chaque substance sont effectués avec des *tubes capillaires*. Il faut faire des 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.

**g.** Complétez le schéma de la plaque précédent ; complétez aussi le glossaire avec la définition de *point de dépôt*.

### 1.6 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.

**h.** Complétez le glossaire avec le mot *développement*.

Lorsque le front de l'éluant parvient à 1 cm environ 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.

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

### 1.7 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.

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

### 1.8 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.

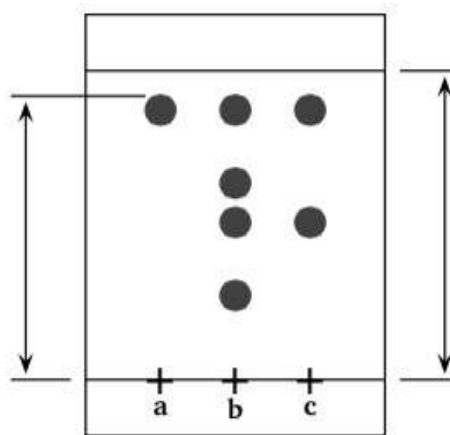
**k.** Dans quel cas se trouve-t-on avec le chromatogramme obtenu précédemment ?

.....

.....

Pour le calcul du rapport frontal, on mesure la hauteur atteinte par le solvant, notée  $D$ , et les hauteurs atteintes par les diverses taches du mélange, notées  $d_1, d_2, \dots$  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 :

$$R_f = \frac{d}{D}$$



*Schéma de principe pour la mesure de la hauteur de migration du constituant n° 1, à compléter.*

**l.** Calculer tous les rapports frontaux (page suivante). Conclure.

## Calculs des rapports frontaux

Rapport frontal n° 1

.....

.....

.....

Rapport frontal n° 2

.....

.....

.....

Conclusion .....

### 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.

### Travail pour lundi 3 décembre

*Nota bene : rapporter les exercices donnés lundi dernier (6.8, 6.9 et 6.10)*

**6.11** N° 1 p. 38 – Mots manquants

**6.12** N° 2 p. 38 – QCM

**6.13** N° 7 p. 39 – Schéma de l'élution

**6.14** N° 8 p. 39 – Colorants alimentaires

Rappel : le devoir surveillé n° 3 est prévu lundi 10 décembre (chapitres 5 et 6).

*Apportez la blouse jeudi 6 décembre !*

**Chromatographie** .....

.....

.....

.....

.....

**CCM** .....

.....

**Éluant** .....

.....

**Capillarité** .....

.....

.....

**Silice** .....

.....

**Point de dépôt** .....

.....

.....

**Développement** .....

.....

**Front du solvant** .....

.....

**Révélation** .....

.....

**Rapport frontal** .....

.....

.....