

# LC.7 Chromatographie

Marie

## | Élément imposé – Chromatographie sur couche mince

**Niveau :** L1 (BTS métier de la chimie)

**Pré-requis :**

- Propriétés des solvants : moment dipolaire, caractère protogène (L1)
- Interprétation de la solubilité des solutés et de la miscibilité des solvants (L1)
- Première approche de la chromatographie sur couche mince (secondaire)

**Difficultés :**

- Utilisations de CCM pour mettre en oeuvre la séparation sur colonne
- Rationaliser le sens de déplacement des espèces (capillarité/ gravité)

**Activité :**

- TP : tosylation du citronellol, séparation du réactif et du produit
- TD : Calculs de  $r_f$  et interprétation de CCM en synthèse multiétapes

**Objectifs :**

- Mettre en oeuvre une séparation sur colonne à l'aide de raisonnements qualitatifs de CCM préalable

**Biblio :**

- Skoog
- Rouessac
- Techniques expérimentales prépa

## Plan proposé

1	Vocabulaire . . . . .	2
2	Retour sur la chromatographie sur couche mince . . . . .	2
	2.1 Principe . . . . .	2
	2.2 Montage expérimental . . . . .	2
	2.3 Choix de l'éluant et du support . . . . .	2
	2.4 Révélation . . . . .	3
3	Méthode préparative : colonne de chromatographie . . . . .	3
	3.1 Principe . . . . .	3
	3.2 Montage expérimental . . . . .	3
	3.3 Choix des conditions expérimentales . . . . .	3

# Intro pédagogique

## Leçon

### Intro

Chromatographie sur papier (colorants dans feutre). Objectif : séparer les colorants de l'épinard

## 1 Vocabulaire

**Chromatographie** : Technique de séparation de constituants d'un mélange entraînés par **une phase mobile** à travers **une phase stationnaire**.

- Chromatographie planaire
- Chromatographie sur colonne (billes dans colonne + gravité)

## 2 Retour sur la chromatographie sur couche mince

### 2.1 Principe

**CCM** : Chromatographie d'adsorption planaire (différent d'absorption)

Liaisons faibles entre la plaque et les composés : Van der Waals et liaisons hydrogènes

Phase stationnaire = adsorbant et phase mobile = éluant

Intéactions entre chacun des 3 composants : composé, phase mobile et phase stationnaire

### 2.2 Montage expérimental

3 spots sur la plaque : Produit, co-dépot et brut

On laisse éluer dans une plaque et on repère les points. Calcul des rapports frontaux :

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

### 2.3 Choix de l'éluant et du support

**Adsorbant** :

1. silice ( $\text{SiO}_2$ ) : polaire et protique
2. Alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) : acide, basique, neutre
3. cellulose

Silice sensible (fragile) aux hautes et bas pH (mais utilisé à 95% dans l'industrie)

**Eluant** : Affinité envers la phase stationnaire et le composé [Chlorophile polaire et beta carotène apolaire]

Eluant polaire (phénomène de remplacement en plus des effets de solubilité)

Si éluant = 100% ether de pétrole :  $r_f = 1$  ou  $0$  donc pb de séparation

70% éther de pétrole et 30% acétate d'éthyle : séparation moins bien mais si d'autres composés on les voit ?? PAS D'INVERSION D'ELUTION

## 2.4 Révélation

1. Lecture directe
  2. Ultraviolet (254 nm) : espèces conjugués
  3. Oxydarion :  $\text{KMnO}_4$ ,  $\text{I}_2$ , acide phosphomolybdique (violet ou vert à brun ( $\text{MnO}_2$ ))
- Méthode analytique

## 3 Méthode préparative : colonne de chromatographie

### 3.1 Principe

Chromatographie d'absorption sur colonne : gravité

### 3.2 Montage expérimental

Dessin : colonne :

1. coton (pas de solide directement)
2. sable
3. gel de silice ( $d=0.5$ )
4. sable (surface bien droite)

### 3.3 Choix des conditions expérimentales

CCM préalables : INVERSION DE SENS entre CCM et colonne

Critères :

- élution rapide :  $r_f$  grands
  - Bonne séparation : différence de  $r_f$  grand
- Avantage de colonne : gradient de solvant

## Conclusion

CCM pour étudier le mélange (corps pur ou mélange)

Méthode séparative de colonne

Chromatographie spécifique

## Questions/Réponses

Questions	Réponses
<i>Comparaison avec électrophorèse</i>	pas chromatographie : gel d'agarose avec puits et différence de potentiel : dépend de la charge et de la taille
<i>Ordre des énergies ?</i>	VdW unités de kJ/mol, LH dizaines de KJ/mol
<i>Silice ?</i>	donneuse de LH par silanol et accepteur de LH
<i>Alumine</i>	Alumine déshydraté neutre et donc aprotique
<i>Trainées plus ou moins marquées ?</i>	
<i>Méthanol ?</i>	Composés polaires
<i>Critère pour colonne</i>	différence de $r_f$ de 0.3
<i>Niveau ?</i>	Première année de BTS
<i>Quel niveau exp ?</i>	Pas silice partout, des fois buvard
<i>Attente CCM au lycée ?</i>	
<i>Objectifs ?</i>	Expliquent les choix faits dans le protocole
<i>Différence éluant solvant</i>	Eluant interagit avec la silice
<i>Choix de l'exemple :</i>	Coloré, et épinards
<i>Séparation de la silice avec ajout brusque de solvant polaire ?</i>	Interactions polaires éluant et silice = compacté en haut

## Debrief

Didactique : choix de la séquence pédagogique  
Pédagogique : comment transmettre  
possible de se limiter que à CCM  
Programme BTS (référentiel métiers de la chimie) (pas de programme en DUT)  
Attention CCM vue à plein de niveaux ; approche TP cours possible (cours explicite le tp)  
Objectif : comment améliorer le choix de l'éluant en fonction des problèmes  
Construire le raisonnement avec les exemples de CCM  
Manque prérequis sur interactions  
Trainées en CCM : interactions très très fortes avec la silice (amine, acide carboxyliques) OU saturation de la silice