

# LC 7: Méthode de séparation en chimie - chromatographies

## Element imposé

Chromatographie sur couche mince

## Introduction pédagogique

**Niveau** L1 (BTS métiers de la chimie)

### Prérequis :

- Propriétés des solvants = moment dipolaire, caractère protogène (L1)
- Interprétation de la solubilités des solutés et de la miscibilité des solvants (L1)
- Interactions faibles
- Première approche de la CCM (secondaire)

### Difficultés :

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

### Biblio :

- Skoog
- Rouessac
- Techniques experimentales prépa

### Activités liées

- TP Tosylation du citronellol, séparation réactif/produits
- TD calcul de  $r_f$  et interpretation de CCM en synthèse multi étape

**Objectif** Mettre en oeuvre une séparation sur colonne à l'aide de raisonnements qualitatifs et de CCM préalables.

# Introduction

## 1 Vocabulaire

Définition de chromatographie, phase mobile et stationnaire etc

## 2 Retour sur la chromatographie sur couche mince

### 2.1 Principe

CCM liaison faible

### 2.2 Montage experimental

Parler codépot Schéma de avant et après elution CCM. Définition de rapport frontaux.

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

Adsorbant (silice, alumine, cellulose...). Projection structure silice/alumine. Silice sensible aux haut et bas pH (Plus utilisé en industrie) Eluant : affinité envers la phase stationnaire et le composé à séparer ether de pétrole (pas idéal car on sait pas si B corps pur ou non)

Dépot fait mais comment on le révèle ?

### 2.4 Révélation

Lecture directe, UV (espèce conjugué), Oxydation (Mno4 violet à MnO2 marron)

## 3 Méthode préparative : colonne

### 3.1 Principe

Protection schema experimental d'une colonne de chromato, def à l'oral de methode préparative.

### 3.2 Montage experimental

Schema d'une colonne

### 3.3 Choix des conditions expérimentales

CCM mais dans l'autre sens.

## 4 Conclusion

## 5 Question

- On peut inverser l'ordre d'éluion des constituants? Non
- Qu'est ce qui est ajouté par rapport aux prérequis? Didactique, rationalisation de ce qui monte ou pas (avant : corps pur ou mélange). En TD dvpé ce qu'ils vont faire.
- Scientifique : electrophorèse : qu'est ce que c'est? Est ce que c'est une chromato? Non
- Fonctionnement electrophorèse? Gel d'agarose, taille : plus grand au début, plus petit au bout, à taille similaire plus chargé en bas.
- Electrophorèse est elle une chromato? Non
- ODG des froces/liaisons "faibles" et lesquels interviennent le plus? LH (50 kJ/mol) > VdW (5-10 kJ/mol)
- Silice donneuse ou accepteuse de LH? Donneuse : assez rare de pas faire de LH.
- Silice (polaire/protique) alumine (Acide ou basique)
- Comparable? Non et alumine protique ou non selon la préparation.

- Conséquence sur l'élution (les LH)? Carboxylate, différence d'élution pour 1 même composé car certains captes les H de la silice puis quand elle en a plus différente.
- Trainés plus ou moins marquée pourquoi? Interaction très forte avec la silice et saturation si trop concentré (éluant devient le composé, l'éluant doit saturer la silice pas le composé (pour remplacement)).
- Sur plaque affiché : commenter choix éluant (méthanol très polaire, donc si composés très polaire marche bien.
- Chromato planaire pour séparer? Possible en découpant mais peu utilisé
- Si séparation trop grande pb?  
Didactique :
- Dans quel ordre TP/cours ou cours/TP? cours puis TP
- Attente CCM lycée selon les niveaux? Seconde : corps pur ou mélange sur papier buvare.
- Qu'est ce qui est attendu après? Explique les choix faits dans le protocole et proposer des améliorations.
- Solvant/éluant, raison de faire la différence? Solvant solvate seulement. Eluant = mélange de solvant et interaction avec la phase stationnaire.
- Eluant plus que juste solvation? Oui interaction silice.
- Interet rapport frontale?
- Parralèle avec temps de retention? Temps mort.
- Pourquoi l'exemple de séparation chlorophyle beta carotène? visible.
- Ajout d'un coup ether de pétrole/ acetate d'éthyle? Eclatement colonne
- Pourquoi? Que faire pour l'éviter? Acetate d'éthyle compacte plus la colonne, et gradient de solvant.

## 6 Retour