

LC 29: Chromatographie.

Niveau : L1

- Prérequis :
- interaction intermoléculaire: force de VdW, liaison H (L1)
 - interaction lumière / matière (TS)
 - équilibre, constante d'équilibre (L1)
 - changement d'état (L1)
 - polarité d'une molécule (L1)
 - oxydoréduction (L1)

Intro péda : → Notion déjà partiellement abordée au lycée (CCM sur papier).

→ Niveau L1 car techniques réutilisées en TP donc doivent être maîtrisées très tôt dans le cursus scolaire.

→ Après un cours sur les interactions intermoléculaires pour pouvoir expliquer le principe de séparation sur CCM.

→ choix : on se limite à la chromatographie d'adsorption avec l'exemple de la CCM et de sa colonne, et à la chromatographie de partage avec la CPV. ce sont ces techniques que les élèves verront le plus en TP.

Objectif : les élèves puissent mettre en œuvre des protocoles adaptés à leur problème pour l'analyse ou la séparation d'espèces.

TP: En synthèse orga régulièrement : conditions de CCM à trouver

Intro: → Terme "chromatographie" introduit par Mikhaïl Tswett en 1906 : étude sur ses pigments végétaux ⇒ invention de sa chromatographie sur colonne.

→ Def chromatographie : Technique de séparation de molécules par l'interaction entre celles-ci et 2 phases non-miscibles : φ_{sta} et φ_{mob}

→ 2 intérêts : analytique et quantitative.

Objectifs : - Comprendre les interactions mises en jeu.
- Être capable de mettre en œuvre un protocole s'adaptant aux résultats souhaités

1- La CCM : une méthode d'analyse qualitative

→ Intérêts

A) Etude de la phase stationnaire

→ Plusieurs choix : alumine, cellulose ou silice A.S. BERNARD
p. 112
slide avec structure des 3.

→ silice déposé sur un support (verre, aluminium) : SiO_2 + groupe silanol à sa surface
⇒ matériau polaire et protique

→ Interaction avec les composés : VDW et liaison hydrogène
(SiO_2 est plus accepteur que donneur de liaison H) ↳ ADSORPTION

⇒ Plus un composé est polaire, moins il migre.

Tr : L'interaction seule avec la silice semble pouvoir séparer 2 composés. L'éluant est limité à un rôle de support ?

B) Influence du choix du solvant.

→ la migration dépend de : - la solubilisation dans l'éluant
A.S. BERNARD p. 111 - l'adsorption de l'éluant sur la phase stationnaire

⇒ phénomène de remplacement qui entraîne le composé

→ slide avec échelle empirique

→ Exemple avec la CCM des épinards

⇒ R_f à introduire

Tr: Cas des colorants : on les voit directement. Mais comment on fait quand les espèces ne sont pas colorées ?

C) Techniques de révélation.

→ UV : indicateur fluorescent sur les plaques (radiation verte pour une excitation à $\lambda = 254 \text{ nm}$)

Si espèce absorbe dans l'UV ⇒ pas d'excitation des fluorophores.

Exemple : Youtube, "réaliser une CCM" par Rousonc

→ Réaction chimique : exemple de KMnO_4 (seulement pour les espèces réductrices)

Tr: En adaptant les conditions, on peut arriver à séparer tous les composés et à les identifier. Néanmoins, cette analyse ne permet pas de quantifier le rapport entre composés.

II - Chromatographie quantitative

A) Chromatographie sur colonne.

→ Même principe que la CCM mais $\psi_{\text{sta}} = \text{gel de silice}$.

→ Eluant entraîné par ~~expansion~~ gravité

→ Méthode de purification préparative + quantification de la quantité de produit

Faite en fin de traitement pour purifier

Exemple : GRUBER p. 307 A.S. BERNARD p. 138

→ Choix de l'éluant fait à l'aide de CCM, il faut :

- $R_f < 0,3$

A.S. BERNARD p. 134

- $DR_f > 0,1$

→ Quantité de silice : - cas idéal : $30 \text{ g SiO}_2 / \text{g de produit}$

- sinon : 100 g

Tr: Perte de produit durant l'étape de purification donc on ne quantifie pas réellement ses proportions dans le brut réactionnel.

B) Chromatographie en phase gazeuse.

→ PN en 1952

→ Chromatographie de partage :

CULTURE SCIENCE
(2/2)

$$A_{(\varphi \text{ stationnaire})} = A_{(\varphi \text{ mobile})}$$

↓
liquide greffé
sur la face interne d'un capillaire

↳ gaz vecteur inerte

↳ colonne polaire (PEG)

ROUËSSAC p. 46

— apolaire (polysiloxane)

→ slide avec appareil + exemple de chromatogramme

→ molécule caractérisée par un temps de rétention (augmente si le composé interagit avec la colonne)

→ Paramètres d'influence : T_{gaz} et débit du gaz

→ \Rightarrow t_r (séparation moins bonne)

Conclusion : → Plusieurs techniques à adapter selon plusieurs

critère :

CCM
↙ analytique
↘ qualitative

COLONNE
↙ préparative
↘ quantitative

CPV
↙ ana.
↘ quanti.

Ouverture: colonne d'exclusion stérique où on sépare selon la taille
colonne à échange d'ions où on sépare selon la charge

Biblio: - Rouëssac

- Skoog

- Culture Science

- A.S. Bernard