

LC 7 : CHROMATOGRAPHIE

Introduction Pédagogique

Bibliographie

1. Bernard
2. IUPAC
3. Site de Manon

Niveau : L1

Prérequis :

1. Interactions faibles : Van der Waals ; liaisons hydrogènes
2. Propriété des solvants

Objectifs :

1. Comprendre le principe de la chromatographie
2. Connaître les différentes applications de la chromatographie en synthèse organique

Difficultés :

1. Ordre d'élution des réactifs

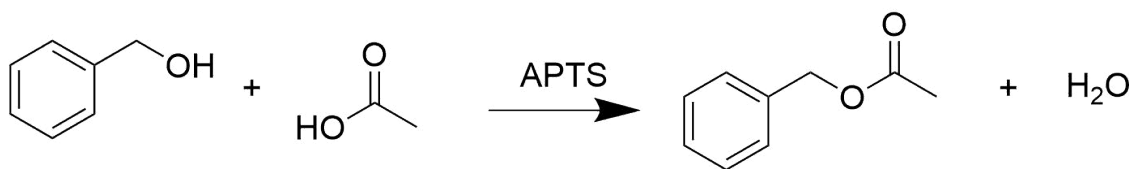
Ce cours a pour objectifs de présenter les techniques de chromatographies à des élèves de L1, techniques qu'ils utiliseront beaucoup dans les TP qu'ils feront dans l'année.

Table des matières

1	Introduction	1
2	Chromatographie sur couche mince	2
2.1	Principe de la migration	2
2.2	Choix de l'éluant	2
2.3	Révélation de la plaque	3
2.4	Méthode expérimentale	3
3	Séparation de composé par chromatographie	3
3.1	Principe de la chromatographie sur colonne	3
3.2	Optimisation des conditions d'élution	3
4	Conclusion	3

1 Introduction

But du jeu : on a réalisé la synthèse de l'acétate de benzyle par une réaction d'estérification. On obtient alors un mélange réactionnel complexe. Comment savoir si la synthèse est terminée ? Et sinon comment séparer le mélange pour n'obtenir que le produit désiré.



2 Chromatographie sur couche mince

Chromatographie d'absorption : phénomène basés sur l'adsorption et la desorption successives du composé d'intérêt.

2.1 Principe de la migration

Une plaque de chromatographie est constituée de 2 phases :

- Une phase stationnaire : généralement une plaque de silice
- Une phase mobile : un éluant dont le rôle est d'entraîner les composés du mélanges.

Lorsqu'on réalise une chromatographie sur couche mince, on place la plaque de silice dans une cuve contenant environ 10 mL d'éluant. L'éluant va alors migrer sur la plaque.

Force motrice : l'éluant réalise des interactions plus favorable avec la silice qu'avec lui-même : la phase mobile va alors chercher à maximiser son contact avec la phase stationnaire : l'éluant monte sur la plaque.

En plaçant les échantillons sur la plaque, il vont pouvoir être entraînés par l'éluant. A la fin de la migration les différents composés auront migrer différemment en fonction des interactions qu'ils réalisent à la fois avec la phase stationnaire et avec la phase mobile.

Ainsi, comme la surface de la silice :

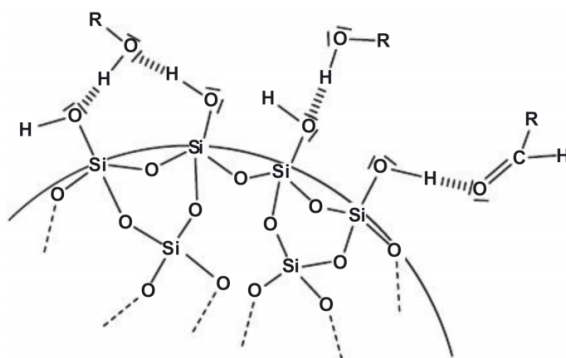


FIGURE 1 – Source : Bernard p128

Plus un composé est polaire plus il sera retenu par la silice, plus il peut réaliser des liaisons hydrogènes plus il sera également retenus

2.2 Choix de l'éluant

Afin d'avoir une migration suffisamment rapide, notre éluant doit être un peu polaire. On essaye d'optimiser la polarité de l'éluant pour avoir la meilleure séparation possible

On utilise généralement un mélange d'acétate d'éthyle et d'éther de pétrole en optimisant leurs proportions pour optimiser la séparation

série éluotrope

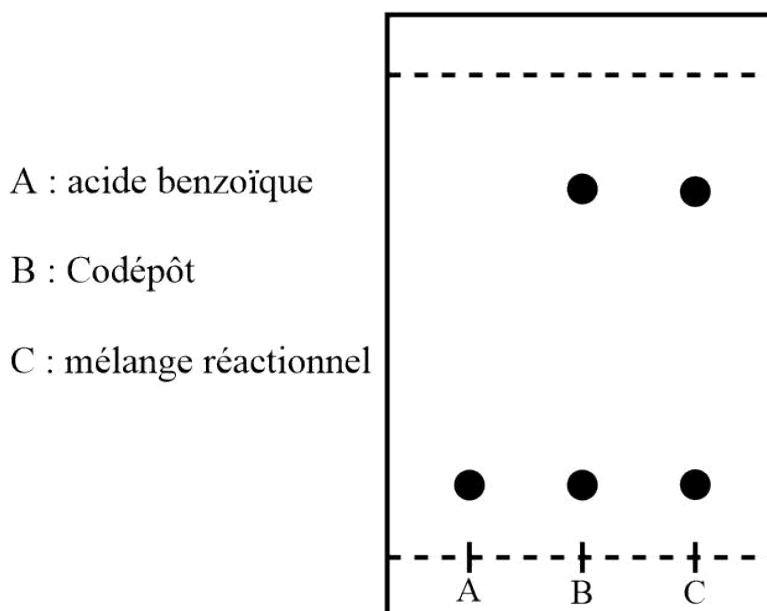
2.3 Révélation de la plaque

- Révélation à l'UV pour les composés aromatiques qui empêche le revêtement de fluorescer.
- Utilisation de méthode chimique : permanganate de potassium qui détruit le squelette carbonée en formant de l'oxyde de manganèse brun.

2.4 Méthode expérimentale

- Comment réaliser un spot : utilisation de capillaire. Ne jamais déposer un produit pur : un produit trop concentré donne des tâches trop large, difficile à analyser.
- On peut contrôler la concentration en révélant les dépôt aux UV
- Interêt du codépôt : permet de faciliter l'attribution des tâches si l'élution n'est pas droite.

A partir du mélange réactionnel obtenu, on a réalisé une chromatographie sur couche mince du mélange :



Le produit obtenu n'est pas pur : il reste encore un peu de réactif : on va chercher à séparer les composés avec une autre technique de chromatographie : la chromatographie sur colonne.

3 Séparation de composé par chromatographie

3.1 Principe de la chromatographie sur colonne

3.2 Optimisation des conditions d'élution

4 Conclusion

Ainsi, on a vu le principe de la chromatographie et comment la mettre en place expérimentalement en TP. La chromatographie sur couche mince permet à la fois d'analyser un

mélange pour contrôler sa pureté mais aussi de déterminer quel éluant permet de séparer au mieux les différents composés de ce mélange.

Nous nous sommes uniquement intéressés dans ce cours à des chromatographies d'absorption mais il existe également d'autres types de chromatographie dite d'échanges comme la chromatographie en phase vapeur qui permet d'analyser quantitativement les mélanges. Vous verrez ces techniques les années prochaines.