

Objectifs

- Réaliser et interpréter une chromatographie sur couche mince (mélanges colorés et incolores).

Matériel

- | | |
|--|--|
| - 2 béchers de 50 mL | - 1 spatule |
| - 2 béchers de 100 mL | - 1 bande de papier pour chromatographie |
| - 2 récipients avec couvercle pour chromatographie | - 1 plaque pour CCM |
| - 3 cures dents | - sèche cheveux |

Produits

- | | |
|---|--|
| - éluant pour chromatographie des colorants alimentaires (mélange d'éthanol et d'eau salée) | - colorants alimentaire (rouge, vert, jaune et marron) |
| - Eluant pour la chromatographie de l'eugénoL (mélange cyclohexane et acétate d'éthyle) | - le distillat du TP précédent |
| | - eugénoL du commerce |
| | - Lampe à U.V. |

1. Effectuer une C.C.M. (Fiche méthode p332+DIAPORAMA)

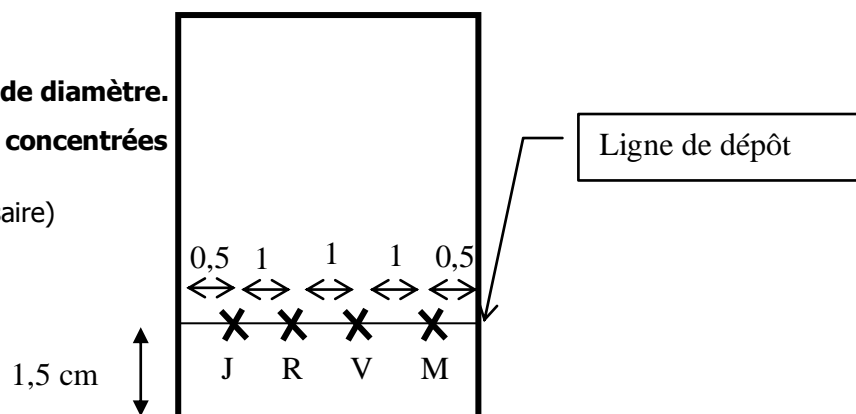
2. Réalisation d'une chromatographie de colorants alimentaires

Expérience

- Chercher sur le bureau l'éluant N°01 (c'est un mélange **d'eau salée et d'éthanol**)
- Dans un bécher en verre de 100 mL, versez sur une hauteur d'environ 0,5 cm, l'éluant N°01
- Prenez une plaque de chromatographie sur couche mince (CCM) en papier **sans y poser les doigts** pour ne pas y déposer d'impuretés. Elle est appelée **le support**.
- Tracez, sans appuyer, un trait de crayon dans le sens de la largeur à environ 1,5 cm du **bord inférieur**. Ce trait est la ligne de base ou de dépôt.
- A environ 0,5 cm des bords, dessinez 4 croix équidistantes **notés J (jaune), V (vert), R (rouge), M (marron)** espacés d'environ 1 cm.
- A l'aide de cure-dents, déposez en chacun des points le colorant respectif. On procède par petites touches brèves, de façon à obtenir une tâche de diamètre d'environ 2 mm.

ATTENTION :

- Les taches ne doivent pas dépasser 2 mm de diamètre.
- Elles doivent être peu étendues, mais très concentrées
- Laissez sécher (refaite la manipulation si nécessaire)
- Appeler le prof pour vérification



Elution

- Mettre la plaque **à la verticale** dans le bécher contenant l'éluant N°01 et laisser éluer.

ATTENTION :

- La ligne de dépôt ne doit pas tremper dans l'éluant.
- Ne pas déplacer le récipient pendant l'élution.

Questions

- Qu'observez-vous lors de l'élution?
- On dit que la plaque et l'éluant constituent deux phases distinctes. Quelle est la phase liquide ? la phase solide ?

Révélation du chromatogramme

- Quand le front du solvant est à environ 1 cm du bord supérieur sortez le chromatogramme du bocal et marquez rapidement le front du solvant (hauteur atteinte par l'éluant) à la règle et au crayon.

Interprétation du chromatogramme

Le colorant jaune ne contient qu'un seul constituant (la tartrazine ou E 102) car on ne voit qu'une seule tache

- c. Que contient le colorant marron ? vert ? rouge ? justifiez
- Coller le chromatogramme sur le rapport
- Sur le chromatogramme obtenu précédemment mesurer H et h pour les différents constituants du colorant vert.
- d. **Calculer le rapport frontal** (noté R_f) de ces différents constituants.

3. Chromatographie d'une huile essentielle

Objectif

L'huile essentielle de clou de girofle contient principalement de l'eugénol.

Lors du TP précédent, nous avons extrait l'huile essentielle des clous de girofle par hydrodistillation. Nous nous proposons de séparer les constituants de l'huile essentielle extraite et d'effectuer une comparaison avec de l'eugénol pur du commerce, en réalisant une chromatographie sur couche mince (CCM). Nous pourrions ainsi vérifier que ce que vous avez obtenu par hydrodistillation dans le TP précédent est bien de l'huile essentielle de clou de girofle.

Réalisation de la chromatographie



ATTENTION : manipuler le cyclohexane sous la hotte avec gants et lunettes de protection et refermer le flacon dès que possible

- Chercher sur le bureau l'éluant N°02 (c'est un mélange de 70% de cyclohexane et de 30 % d'acétate d'éthyle)
- Dans le deuxième bécher en verre de 100 mL, versez sur une hauteur d'environ 0,5 cm, l'éluant N°02.
- Prenez une plaque de chromatographie sur couche mince (CCM) sans y poser les doigts pour ne pas y déposer d'impuretés.
- Tracez, sans appuyer, un trait de crayon dans le sens de la largeur à environ 1,5 cm du **bord inférieur**. Ce trait est la ligne de base ou de dépôt.
- A environ 1 cm des bords, dessinez 2 croix équidistantes notées :

E : C'est de l'huile essentielle de clou de girofle pure, achetée dans le commerce (il se trouve sur le bureau)

H : Ce que vous avez obtenu par hydrodistillation lors du TP précédent

- A l'aide de cure-dents, déposez en chacun des points le produit respectif. On procède par petites touches brèves, de façon à obtenir une tache de diamètre d'environ 2 mm.

ATTENTION :

- **N'appuyez pas trop fort pour ne pas abîmer la plaque de silice**
- **Les taches ne doivent pas dépasser 2 mm de diamètre.**
- **Elles doivent être peu étendues, mais très concentrées**

- Laissez sécher (refaite la manipulation si nécessaire)
- Mettre la plaque **à la verticale** dans un récipient contenant l'éluant. Fermer avec une plaque en verre et laisser éluer

ATTENTION :

- **La ligne de dépôt ne doit pas tremper dans l'éluant.**
- **Ne pas déplacer le récipient pendant l'élution.**

- Quand le front du solvant est à environ 0,5 cm du bord supérieur sortez le chromatogramme du bocal et marquez rapidement le front du solvant (hauteur atteinte par l'éluant) à la règle et au crayon.
- Séchez la plaque.

Observations et révélation

- On n'observe rien, car les constituants sont incolores. Il est nécessaire d'effectuer un traitement appelé **révélation**.
- On peut rendre les taches visibles, par révélation avec **des vapeurs de diode, des U.V. ou une solution de permanganate de potassium**.

- Nous utiliserons **les U.V** comme révélateur.

- Mettre gants et lunettes de protection, puis disposer la plaque sous la lampe à U.V.
- Marquer la position des taches en les entourant d'un trait de crayon.

Exploitation

- e. L'affirmation « **l'huile essentielle de clou de girofle** est un mélange d'arômes » est-elle justifiée ?
- f. Que signifie le fait que **l'huile essentielle de clou de girofle pure, achetée dans le commerce** et le produit que vous avez obtenu **par hydrodistillation** présentent une tache au même niveau ?
- Coller le chromatogramme sur votre rapport
- Une espèce chimique peut être **caractérisée** par un nombre que l'on appelle **rapport frontal** (noté R_f).
- Sur le chromatogramme obtenu précédemment, mesurer H et h pour l'eugénol
- g. calculer le rapport frontal de **l'huile essentielle de clou de girofle pure**.



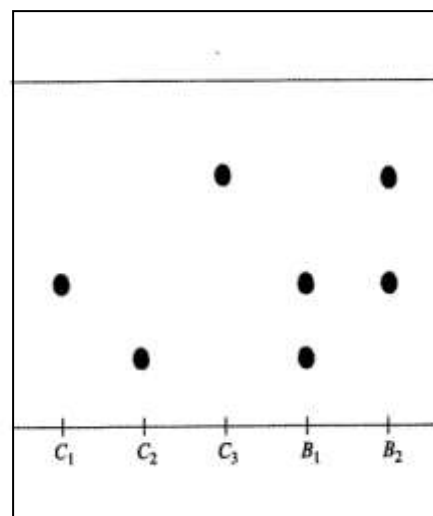
Récupérer le cyclohexane en fin d'expérience

4. Pour s'entraîner

1) Déterminer un rapport frontal

On réalise, sur un support donné et avec un éluant approprié, la chromatographie des colorants rouges C1, C2 et C3 présents dans deux types de bonbons rouges B1, et B2. Le chromatogramme obtenu est représenté ci-contre.

- a) Rappeler la définition du rapport frontal R_f .
- b) Déterminer le rapport frontal de chacun des colorants. C1, C2 et C3
- c) Le bonbon B1 est-il une espèce pure ? Justifier
Même question pour B2 ?
- d) En déduire, en justifiant la réponse, quels colorants contiennent les bonbons B1 ? B2 ?



2) Déterminer un chromatogramme

Les sirops de fruits et les sodas contiennent très souvent des colorants. On dispose de trois sirops : deux de grenadine, G, et G2, et un d'orange, O. Tous contiennent des colorants.

- G, contient du jaune orangé S (code E 110) et de l'azorubine rouge (code E 122).
- G2 contient de l'azorubine et du rouge cochenille (code E 124).
- O ne contient que du jaune orangé S.

On réalise la chromatographie d'extraits de ces sirops.

Avec le support et l'éluant utilisés, les rapports frontaux R_f des colorants valent :

- R_f (E 110) = 0,65
- R_f (E 122) = 0,75
- R_f (E 124) = 0,60.

- a) La plaque à chromatographie est un rectangle de 3,0 cm sur 7,0 cm. Sachant que l'éluant a migré de 5,0 cm, dessiner le chromatogramme obtenu pour ces trois sirops.
- b) En admettant que le colorant qui migre le plus soit celui qui est le plus soluble dans l'éluant, indiquer, parmi ces trois colorants, celui qui est le plus soluble dans l'éluant utilisé.
- c) Quels tests peut-on réaliser pour mettre en évidence la présence d'eau et de glucose dans ces sirops ?

Matériel

- **2 béchers de 50 mL**
- **2 béchers de 100 mL**
- **2 récipients avec couvercle pour chromatographie**
- **3 cures dents**
- **1 spatule**
- **1 bande de papier pour chromatographie**
- **1 plaque pour CCM**
- **sèche cheveux**
- **Lampe à U.V.**

Produits

- **éluant pour chromatographie des colorants alimentaires (mélange d'éthanol et d'eau salée)**
- **Eluant pour la chromatographie de l'eugénol (mélange à 70% de cyclohexane et 30% d'acétate d'éthyle)**
- **colorants alimentaire (rouge, vert, jaune et marron)**
- **les distillats (eugénol +limonène) du TP précédent**
- **eugénol du commerce**

