

I. LA CHROMATOGRAPHIE

1) Définition

- Le mot **chromatographie** vient du grec *chrôma*: la couleur. À l'origine, c'était une technique de séparation de substances colorées, mais elle est aujourd'hui utilisée pour tous types de mélanges.
- La **chromatographie** est une méthode physique de **séparation et d'identification** des constituants d'un mélange.
- Il existe différentes techniques de chromatographie.

2) principe

La chromatographie permet de séparer et d'identifier les espèces chimiques d'un mélange. Elle est basée sur leur différence d'affinité pour deux phases : la phase stationnaire, ou phase fixe, et la phase mobile appelée éluant, et constituée d'un mélange de solvants.

- Le résultat d'une chromatographie est un **chromatogramme**. Sur celui-ci, on observe des taches à des hauteurs différentes par rapport à la ligne de dépôt. Ce sont les différents constituants du mélange. Ils sont **séparés**.

3) Qu'est-ce que la CHROMATOGRAPHIE SUR PAPIER ?

La chromatographie sur papier est une chromatographie **de partage** basée sur la différence de solubilité des espèces à séparer entre deux phases :

- la phase stationnaire, ou phase fixe, est formée par l'eau liée aux molécules de cellulose du papier ;
- la phase mobile, appelée éluant, est un mélange liquide de solvants qui migrent par capillarité dans le papier, entraînant les espèces déposées sur celui-ci.

Les espèces les plus solubles dans la phase mobile se déplacent plus que les autres ; les plus solubles dans la phase stationnaire y sont davantage retenues et migrent moins.

4) Qu'est-ce que la chromatographie SUR COUCHE MINCE (C.C.M.) ?

- La phase stationnaire est un solide, généralement de la silice ou de l'alumine, étalé en couche mince sur une plaque en matière plastique ou en aluminium.
- La phase mobile, ou éluant, est un liquide qui monte par capillarité, entraînant les composés déposés au bas de la plaque.

- La chromatographie sur couche mince (C.C.M.) est une chromatographie **d'adsorption**. L'adsorption est due à la formation de liaisons entre les molécules de l'espèce chimique étudiée et la phase stationnaire.

La séparation est basée sur la différence de vitesse de déplacement des espèces. Cette vitesse dépend de la capacité d'adsorption de l'espèce par la phase stationnaire et de la force d'entraînement de cette espèce par l'éluant.

5) Qu'est-ce qu'une chromatographie SUR COLONNE ?

- La chromatographie sur colonne est une chromatographie d'adsorption.
- La phase stationnaire est un solide, le plus souvent silice ou alumine remplissant une colonne.
- L'échantillon est déposé en haut de la colonne. La séparation des espèces chimiques est obtenue par l'écoulement continu d'une phase mobile, ou éluant, à travers la colonne. La séparation est basée sur des différences des vitesses d'entraînement, vers le bas de la colonne, des substances contenues dans l'échantillon. Ces vitesses dépendent de la capacité d'adsorption de l'espèce par la phase stationnaire, et de la force d'entraînement de cette espèce par l'éluant.

6) Révélation du chromatogramme

Les constituants des produits analysés donnent souvent des taches invisibles.

La révélation permet de faire apparaître les différentes taches.

On peut utiliser diverses techniques :

- révélation aux vapeurs de diiode: on place la phase fixe dans un flacon rempli de vapeurs de diiode ;
- révélation au permanganate : on plonge la phase fixe dans une cuve remplie d'une solution de permanganate de potassium ;
- révélation aux ultraviolets : on place la phase fixe sous une lampe à UV. Les différentes taches correspondant aux constituants du mélange apparaissent. En l'absence de rayonnement, on ne voit rien.

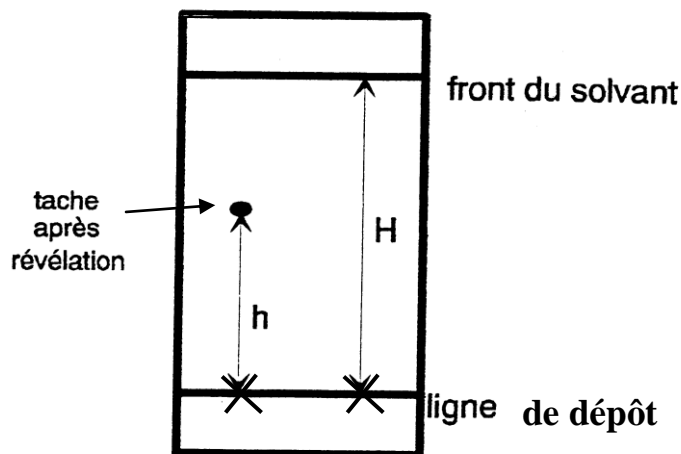
7) Rapport frontal

- On appelle **rapport frontal** R_f d'une espèce chimique le quotient de la distance h parcourue par l'espèce par la distance H parcourue par l'éluant pendant le même temps.

$$R_f = \frac{\text{distance parcourue par le constituant}}{\text{distance parcourue par l'éluant}} = \frac{h}{H}$$

h et H en cm ; R_f sans unité.

- Pour chaque espèce chimique, le R_f dépend de la phase fixe et de l'éluant



Exercices

Faire exo résolu page 125 + page 126 n°06 et p 128 n°10

TP spé Chimie n°2	Chromatographie	Terminale
--------------------------	------------------------	------------------

MANIPULATION PRELIMINAIRE

- Dans un mortier introduire 1 spatule de paprika
- Rajouter 10 mL d'un solvant constitué d'un mélange de 90 % d'éther de pétrole et de 10 % d'éthanol absolu (il se trouve sur le bureau)
- bien triturer le mélange puis transvaser le dans un bécher et fermer le bécher avec de la paraffine (qui se trouve sur le bureau) et laisser reposer jusqu'à l'expérience II. 2)

I. CHROMATOGRAPHIE SUR PAPIER

1) Principe (voir cours)

On dépose une goutte de substance à analyser sur une feuille de papier Wattman. On plonge la plaque dans une cuve à chromatographie contenant un éluant qui s'élève par capillarité le long de la feuille et entraîne les espèces chimiques déposées sur le papier.

Plus la solubilité de la substance dans l'éluant est grande, plus la tache correspondante atteindra une hauteur importante.

2) Manipulation

- Introduire dans 1 bécher 10 mL d'éluant.

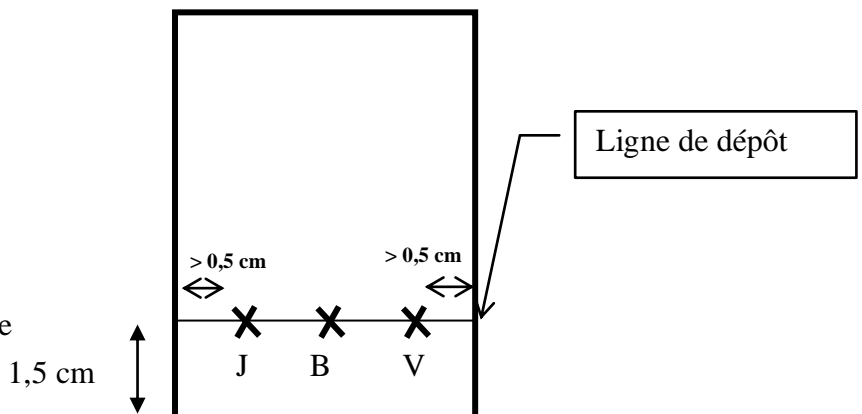
Remarque : L'éluant utilisé est constitué d'eau salée à 50g L⁻¹.

- Fermer le bécher avec une plaque en verre ou une soucoupe.
- Préparer 1 feuille de papier Wattman : tracer au **crayon** un trait léger à environ 1,5 cm du bord **inférieur**, et y repérer trois croix équidistantes (cf dessin ci dessous)

- Déposer à l'aide d'un cure dent :

- * une goutte de colorant jaune (solution de jaune de tartrazine E102)
- * une goutte de colorant bleu (solution de bleu patenté E131)
- * une goutte de colorant vert.

- Introduire la feuille dans le bécher (trait vers le bas) en le maintenant verticale à l'aide d'un cure dent (voir le montage sur le bureau)



Attention : l'éluant ne doit pas atteindre la ligne de base.

- Refermer le bécher et laisser éluer jusqu'à environ 1 cm du bord supérieur. **Ne pas déplacer le bécher.**
- Sortir la plaque et marquer d'un trait de crayon le front du solvant (hauteur atteinte par l'éluant).
- Laisser évaporer le solvant.

3) Questions

- L'eau salée permet elle la séparation des colorants ? Justifier.
- Quelle est la composition du colorant vert ?
- Déterminer le rapport frontal du jaune et du bleu sur le chromatogramme 3.
- Le rapport frontal est-il modifié si l'espèce chimique (ici le jaune par exemple) est contenue dans un mélange (ici le colorant vert) ?
- Quel est l'intérêt d'une chromatographie ?

II. CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE C.C.M.

1) Principe

On dépose une goutte de substance à analyser sur une plaque recouverte d'une fine couche de silice (adsorbant). On plonge la plaque dans une cuve à chromatographie contenant un éluant qui s'élève par capillarité le long de la plaque.

2) Extraction et séparation des pigments du paprika

a) Mode opératoire

Verser 10 mL d'éluant (il se trouve sur le bureau, c'est le même produit que celui utilisé comme solvant dans l'expérience préliminaire) dans un bécher et fermer le bécher avec une plaque en verre.

Remarque : L'éluant utilisé est un mélange de 90 % d'éther de pétrole et de 10 % d'éthanol absolu

- Tracer sur la plaque C.C.M un trait léger de crayon à environ 1,5 cm du bord inférieur et y mettre une croix.
- Déposer à l'aide d'un cure dent sur ce repère 2 ou 3 gouttes d'extrait de paprika.
- Introduire la plaque dans la cuve (trait vers le bas)
- Réaliser la chromatographie comme précédemment.

b) Questions

- Combien de pigments (couleurs) ont-ils été séparés par cette méthode ?
(coller le chromatogramme sur la copie)
- Comment peut-on expliquer ces séparations ?

3) Identification de l'eugéno

a) Mode opératoire

- Verser 10 mL d'éluant (il se trouve sur le bureau) dans un bécher et fermer avec une plaque en verre.

Remarque : L'éluant utilisé est un mélange de 70 % de cyclohexane et de 30 % d'acétate d'éthyle

- Sur une autre plaque C.C.M., tracer un trait léger de crayon à environ 1,5 cm du bord inférieur et y mettre 2 croix équidistantes.
- En dessous des croix, écrire le nom des produits que vous allez déposer
- Y déposer à l'aide d'un cure dent :
 - une goutte de la solution à analyser : solution récupérée lors de l'hydrodistillation du clou de girofle (TP précédent).
 - une goutte d'une solution commerciale d'eugéno (témoin)
- Introduire la plaque dans la même cuve.
- Refermer le couvercle et laisser éluer jusqu'à environ 2 cm du bord supérieur.
- Sortir la plaque, marquer d'un trait la hauteur atteinte par l'éluant et laisser évaporer le solvant.

b) Révélation du chromatogramme

- L'eugéno étant incolore, il faut révéler le chromatogramme : Éclairer la plaque avec une lampe UV
- Marquer la position des taches au crayon.

c) Questions

- Coller le chromatogramme obtenu.
- Quel est le but de cette manipulation ? Conclusion.
- Déterminer le rapport frontal de l'eugéno et du produit extrait par distillation.

MATERIEL AU BUREAU :

- Film paraffine
- Papier Wattman
- Plaque pour CCM silice
- Cure dent
- 3 béchers de 100 mL
- 2 béchers de 50 mL
- 1 marqueur
- lampe à UV
- 1 spatule

PRODUITS AU BUREAU :

- solutions récupérées lors de l'hydrodistillation du clou de girofle
- solution commerciale d'eugénol
- Paprika
- colorant alimentaire jaune, bleu, vert
- 200 mL d'un solvant constitué d'un mélange de 90% d'éther de pétrole et de 10 % d'éthanol
- 200 mL d'un solvant constitué d'un mélange de 70% de cyclohexane et de 30 % d'acétate d'éthyle
- 200 mL d'une solution d'eau salée à 50 gL⁻¹

MATERIEL PAR GROUPE :

- mortier en porcelaine
- 3 béchers de 100 mL
- 1 plaque de verre (ou soucoupe en porcelaine)
- 1 feuille de papier Wattman
- 5 cure dent
- 2 plaques pour CCM silice
- 1 éprouvette graduée de 10 mL
- 1 pissette d'eau
- gants et lunettes

PRODUITS PAR GROUPE :