

▶ ▶ Quand ?

▪ A la fin d'une synthèse, on peut réaliser une CCM pour vérifier la pureté d'un produit (solide ou liquide) et l'identifier.

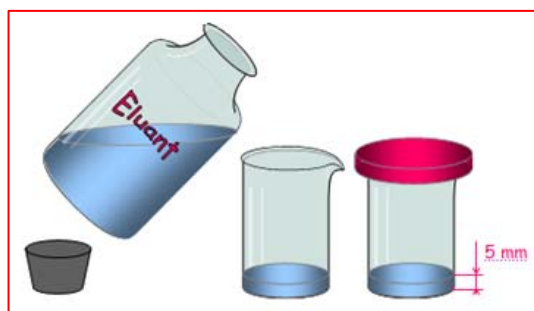
▶ ▶ Pourquoi ?

▪ Le rapport frontal d'un composé dans un éluant donné est une grandeur caractéristique. Mesurer un rapport frontal permet donc de s'assurer de la nature d'un composé en le comparant avec un produit de référence. De plus, lorsque l'éluant est bien choisi, on peut séparer les constituants d'un mélange. En testant un produit, on peut ainsi s'assurer de sa pureté ou au contraire identifier les différents composés présents.

▶ ▶ Le principe

▪ Cette méthode est basée sur la plus ou moins grande affinité de chaque constituant pour la phase stationnaire (plaque de silice) et la phase mobile (éluant).

▶ ▶ Le protocole



a. Préparation de la cuve

- Verser l'éluant dans la cuve, sur une hauteur de 0,5 à 1 cm.
- Fermer la cuve pour la saturer en vapeurs d'éluant.
- La cuve est placée sur la paillasse de manière à pouvoir déposer la plaque et l'en ressortir sans avoir à déplacer la cuve.

b. Préparation des échantillons

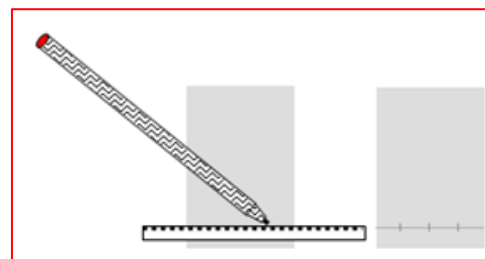
- Préparer les échantillons à déposer en solubilisant tous les produits à déposer dans un solvant volatil (une pointe de spatule dans 1mL). On pourra déposer par exemple : le produit à analyser, les réactifs de départ, un échantillon commercial du produit synthétisé

c. Préparation de la plaque

- Ne jamais mettre les doigts sur la plaque. On la saisit par les bords ou avec une pince.

- A 1 cm du bas de la plaque, tracer à la règle un trait au crayon à papier (sans appuyer pour ne pas détériorer la couche de silice). Cette ligne est appelée ligne de dépôt.

- Repérer avec le crayon les différents emplacements de dépôt en indiquant succinctement en dessous de quoi il s'agit (par exemple P pour produit, R pour référence). Les dépôts doivent être distants d'au minimum 0,5 cm les uns des autres et des bords.

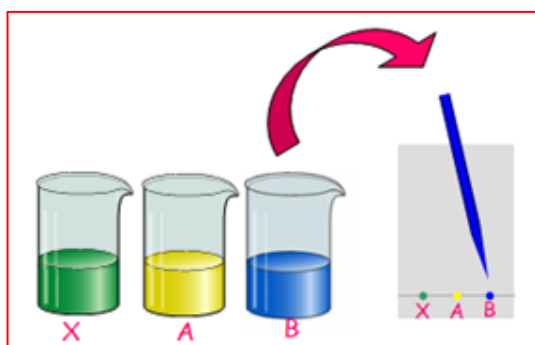


- Effectuer les dépôts à l'aide d'un capillaire, placé perpendiculairement à la plaque de silice. Les taches ne doivent pas excéder 2 mm de diamètre.

- Sécher la plaque à l'air ou à l'aide d'un sèche-cheveux.

Il est recommandé si possible de contrôler la taille des dépôts sous la lampe UV :

Si les taches sont trop larges, elles risquent de se recouvrir lors de l'éluion. Il faut alors recommencer en diluant d'avantage les échantillons.



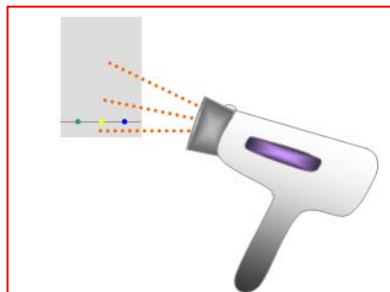
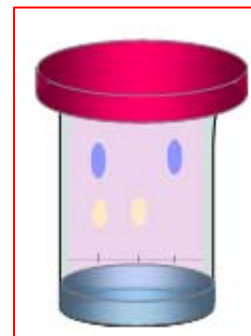
Si les taches sont trop peu visibles, on peut réitérer le dépôt.

d. Elution de la plaque

- Déposer la plaque dans la cuve, le plus verticalement possible en prenant soin que la ligne de dépôt ne touche pas l'éluant (attention donc à ne pas mettre trop d'éluant dans la cuve).

- Refermer la cuve, et ne plus la déplacer pendant toute la migration de l'éluant.

- Quand le front de l'éluant arrive à environ 1 cm du bord supérieur de la plaque, retirer la plaque de la cuve et repérer immédiatement le front de l'éluant par un



trait de crayon.

- Sécher la plaque, à l'air ou au sèche-cheveux.

e. Révélation de la plaque

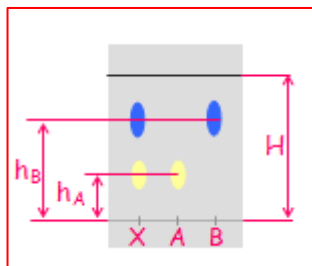
▪ Si les taches sont colorées, le résultat est visible. Sinon il faut révéler la plaque à l'aide d'une des méthodes suivantes.

- A la lampe UV : les plaques utilisées sont (en général) recouvertes d'une substance fluorescente : placée sous une lampe UV, la plaque

émet une lumière verte. Si les composés déposés sur la plaque absorbent le rayonnement UV, les dépôts apparaîtront sous la lampe UV sous forme de taches sombres (car les composés déposés empêchent la plaque de fluorescer). Cette méthode pourra être utilisée pour les composés qui absorbent dans l'UV, par exemple ceux qui possèdent des doubles liaisons conjuguées

Entourer les tâches sous la lampe UV en protégeant vos yeux à l'aide de lunettes adaptées.

- Avec un révélateur chimique : le diiode est souvent utilisé pour la révélation de composés organiques car il forme avec ces composés des complexes bruns. Pour cela, placer la plaque dans une cuve contenant des cristaux de diiode. Des taches brunes apparaissent aux endroits où le diiode réagit avec les dépôts.



f. Calcul des rapports frontaux

▪ La distance parcourue par le composé est mesurée au centre de la tache, ou en haut de la traînée le cas échéant.

▶ ▶ Remarque

▪ Deux composés différents peuvent avoir des rapports frontaux proches, attention donc à ne pas conclure sur cette seule donnée.

▪ S'il s'agit d'un produit formé en TP, conclure sur la pureté du produit : si plusieurs taches apparaissent, le produit n'est pas pur.

▪ Comparer les rapports frontaux (produit synthétisé, réactifs, références) et conclure quand à la composition du produit analysé.