

# **Expérience 1 :** **Chromatographie sur Couche** **Mince**

Nom: Shelina Azad Kassim

Numéro d'étudiant: 300101676

TA: Julia MEYER

Numéro de section: Z04

Partenaire de LAB: Mariam

## 1 Protocole

Explication de la réalisation de cette expérience se trouve dans le manuel de laboratoire de la page 1 à 4.

## 2 Observation

On prépare les plaques CCM et sur chaque plaque on place une goutte de solution à l'aide d'un capillaire (référence, mélange, échantillon) comme il est montré sur la figure 6 (p4 du Manuel de Laboratoire).

- Partie A : Détermination des composés d'une solution inconnue à l'aide de la CCM

On place sur la première plaque une goutte de **benzophénone** et sur la deuxième plaque une goutte de **biphényle** comme solution de référence ensuite une goutte de l'échantillon (**les cristaux #54 dissous dans le dichlorométhane**), et sur le point combiné la solution on réunit les deux. On utilise comme solvant du **2:8 acétate d'éthyle et de l'hexane**.

- Les cristaux perdent leurs opacités en devenant plus clair lorsque combiné avec du dichlorométhane ;
- La benzophénone, le diphényle, l'acétate d'éthyle, et l'hexane sont transparent ;
- Chaque solution posée sur la plaque sèche en quelques seconde ;

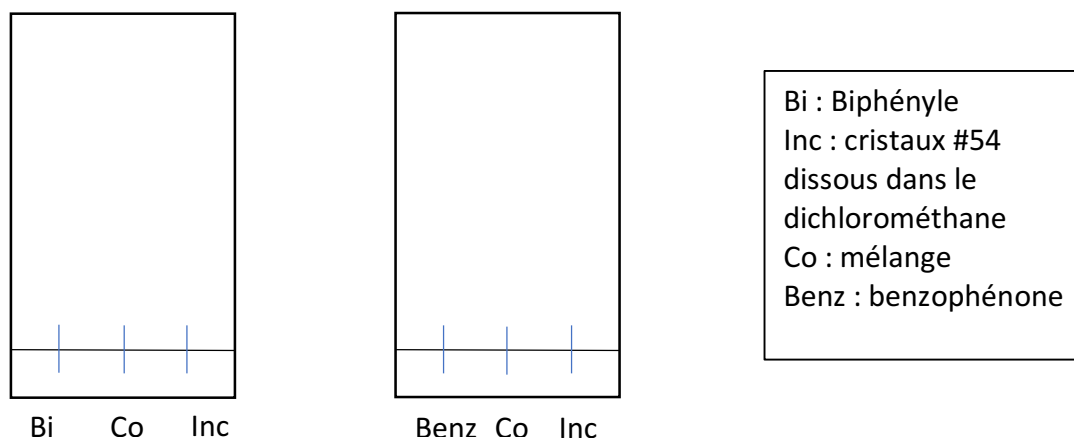


Figure 1. Représentation des plaques CCM avant leur élution.

- Pendant leurs développements on peut constater que le front de solvant augmente graduellement ;
- Après les avoir sorti de notre récipient d'éluion les plaques sèchent à nouveaux en quelque seconde ;
- Visualisation des plaques avec une lampe UV :

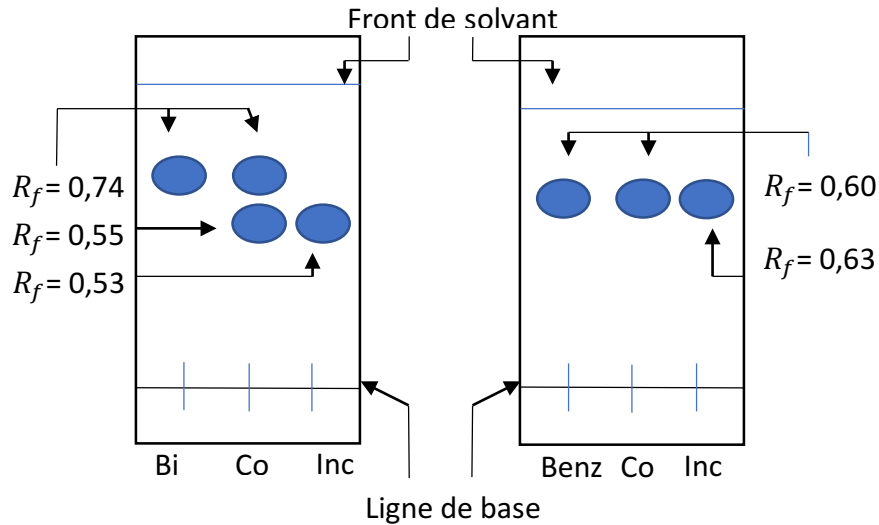


Figure 2. Représentation des plaques CCM sous la lampes UV

- Partie B : Effet du solvant sur la CCM

Comme pour la partie précédente on va préparer les plaques avec les mêmes éléments (benzophénone, biphényle, solution des cristaux #54 dissous dans du dichlorométhane), l'élément que l'on va modifier est le solvant, et on va employer de l'acétate d'éthyle et de l'hexane à la place.

- L'hexane est un solvant transparent ;
- L'acétate d'éthyle est un solvant transparent ;
- L'hexane et l'acétate d'éthyle s'évapore rapidement ;
- Ci-dessous la représentation des plaques CCM sous une lampe UV :

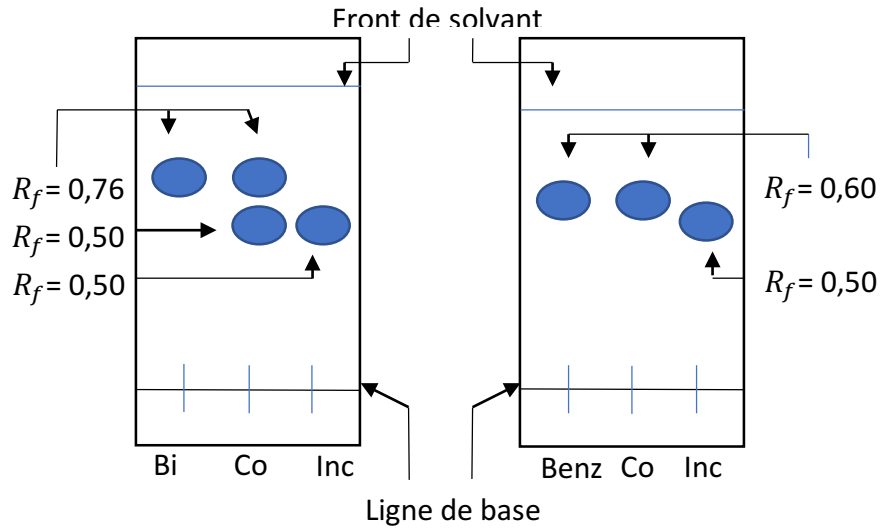


Figure 3 : représentation des plaques CCM sous lampes UV après avoir été développé dans de l'EtOAc

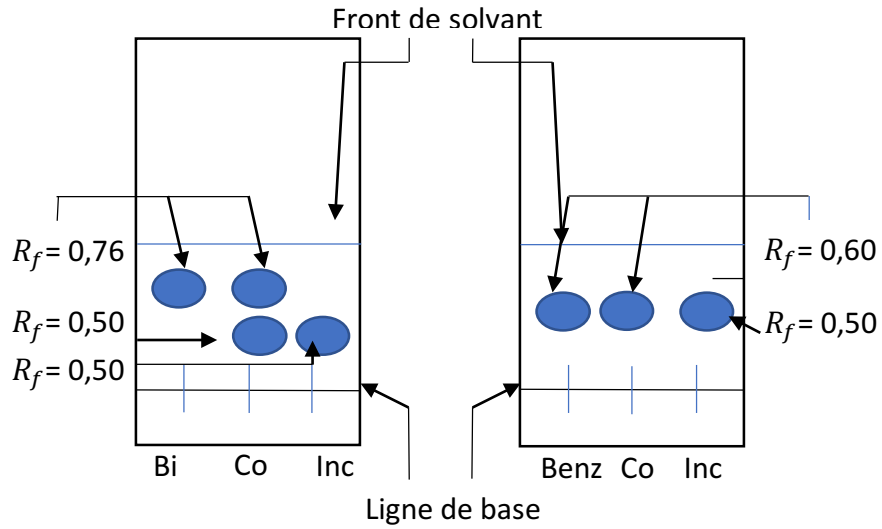


Figure 4 : représentation des plaques CCM sous lampes UV après avoir été développé dans de l'hexane

- Partie C : Séparation et détermination d'une solution inconnue

Dans cette partie de l'expérience on a utilisé 3 plaques CCM avec référence : o-bromonitrobenzène, m-bromonitrobenzène et p-bromonitrobenzène. Comme solvant on a utilisé un mélange de 9:1 d'hexane et d'acétate d'éthyle (EtOAc) et ZO4 comme inconnue.

- o-bromonitrobenzène, m-bromonitrobenzène et p-bromonitrobenzène sont transparent.
- Après l'éluion des plaque CCM elles n'ont pas séchées entièrement.
- Ci-dessous la représentation des plaques CCM sous une lampe UV :

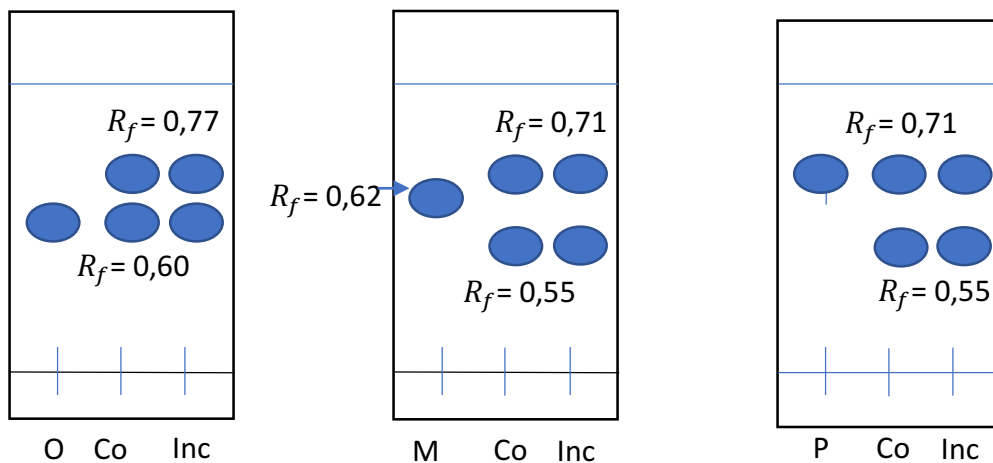


Figure 5 : représentation des plaques CCM sous lampes UV après avoir été développé dans de l'EtOAc

O : o-bromonitrobenzène,  
M : m-bromonitrobenzène  
P : p-bromonitrobenzène  
Inc : ZO4

### 3 Discussion

- Partie A : Détermination des composés d'une solution inconnue à l'aide de la CCM.

Pour cette première partie de l'expérience on a reçu des cristaux inconnu (#54) que l'on a dissous dans du dichlorométhane et le but de cette expérience était d'identifier ces cristaux grâce à la CCM. La chromatographie sur couche mince est une technique de chromatographie plane dont la phase mobile est liquide. Elle est souvent utilisée pour séparer des mélanges. Elle est composée de deux phase. La première est stationnaire et elle représente une couche mince de matériel absorbant (souvent du gel silice), la deuxième est mobile (phase liquide) et elle représente un solvant qui va permettre au composé de se séparer le long de la phase stationnaire.

Grace aux solutions de références, (benzophénone et biphenyl) et en analysant les plaques CCM (voir figure 2) on peut en conclure que notre échantillon est principalement constitué de benzophénone car le  $R_f$  de l'échantillon et de la benzophénone sont identique ( $R_f = 0,60$ ). De plus l'orsqu'on associe le biphenyl et l'échantillon on peut constater qu'ils ont été séparés parce qu'ils ne sont pas identique. Par contre lorsqu'on associe le benzophénone et l'échantillon on remarque qu'il n'y a qu'un seul rond (voir figure 2) car la solution est constituée de deux composant identique.

- Partie B : Effet du solvant sur la CCM

Pour la deuxième partie de notre expérience on refait exactement la même procédure que dans la première partie sauf qu'au lieu d'utiliser du EtOAc on utilise de l'hexane comme solvant. Voici un tableau qui compare les  $R_f$  des deux parties de l'expérience.

On peut constater que les chiffres sont très différents mais qu'ils gardent la même consistance. De plus si on analyse les plaques CCM (voir figure 3) on constate que le front de solvant est beaucoup plus bas du côté hexane. On sait aussi que l'hexane a une polarité plus faible que l'EtOAc. L'utilisation d'un solvant moins polaire défavorise l'affinité d'un composé avec celui-ci ce qui ralentit le déplacement du composé le long de la plaque. En conclusion, les plaques CCM élué dans de l'acétate d'éthyle ont un front de solvant plus élevé que les plaques CCM élué dans de l'hexane à cause de la différence de polarité des deux solvant.

	EtOAc	Hexane
<b>Rf Biphényle</b>	<b>0,76</b>	<b>0,60</b>
<b>Rf Point combiné</b>	<b>0,76 0,50</b>	<b>0,73 0,37</b>
<b>Rf Echantillon</b>	<b>0,50</b>	<b>0,31</b>
<b>Rf Benzophénone</b>	<b>0,60</b>	<b>0,37</b>
<b>Rf Point combiné</b>	<b>0,60</b>	<b>0,37</b>
<b>Rf Echantillon</b>	<b>0,50</b>	<b>0,31</b>

- Partie C : Séparation et détermination d'une solution

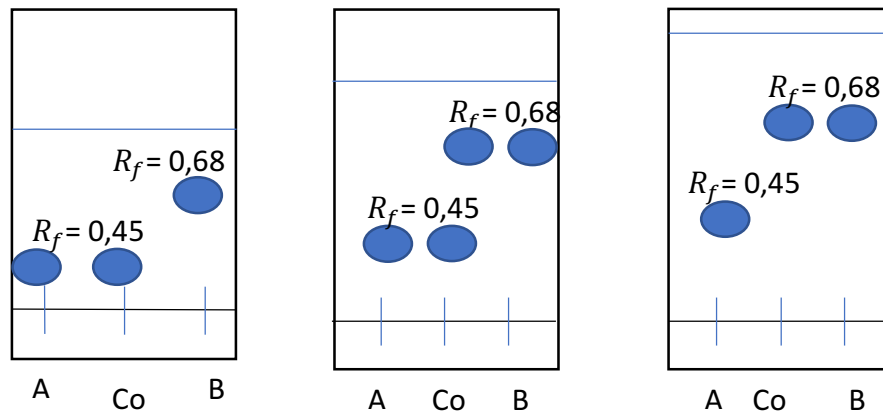
Pour cette dernière partie de l'expérience on a reçu une solution (inconnue) et 3 solutions de références et le but de l'expérience est d'identifier l'inconnu à partir des références. Après l'éluion on a constaté qu'il y a eu contamination de la plaque contenant du o-bromonitrobenzène et m-bromonitrobenzène car on a trainé à les plonger dans le solvant, cela a rendu beaucoup plus dure de distinguer les ronds (sur les plaques) car ils étaient tous très rapprochés. Si on examine les résultats ( $R_f$  et plaques CCM) on constate que l'inconnue est constituée de deux éléments (voir figure 5), elle a aussi plus au moins le même  $R_f$  que l'o-bromonitrobenzène et p-bromonitrobenzène.

- Rf O-bromonitrobenzène : 0,60
- Rf P-bromonitrobenzène : 0,71
- Rf inconnue : 0,60 - 0,77(plaque 1) ; 0,53 – 0,71 (plaque 2) ; 0,71 – 0,55 (plaque 3)

On peut donc en déduire que l'échantillon est essentiellement composé de O-bromonitrobenzène et de P-bromonitrobenzene.

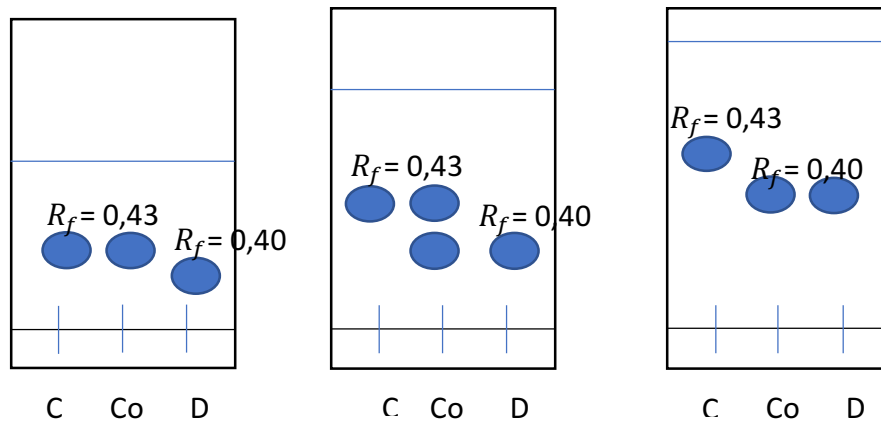
### QUESTIONS

1. Car on veut le comparer à la solution de référence.
2. L'augmentation de polarité d'un solvant augmente l'affinité d'un composé avec celui-ci ce qui permettra d'accélérer le déplacement du composé le long de la plaque. L'augmentation de polarité des composés ne ferait que les ralentir.
- 3.



d. Comme A se transforme en B il est préférable d'utiliser A comme référence car c'est l'effet que l'échantillon a sur la solution de référence qu'on veut étudier et non l'inverse.

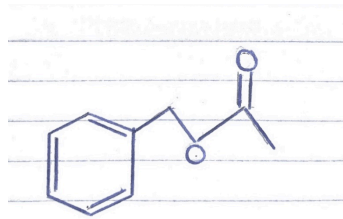
4.



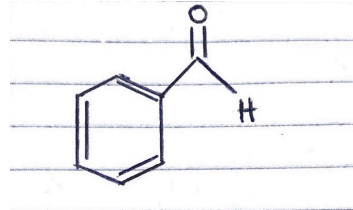
d. Il est important d'utiliser un point composé car il nous permet de comparer nos résultats finaux.

5.

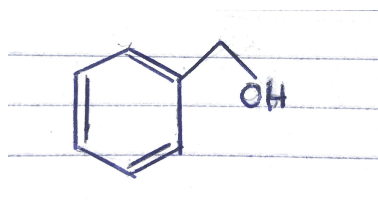
i. Acétate de benzyle



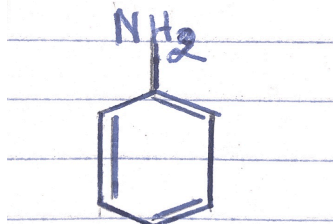
Benzaldéhyde



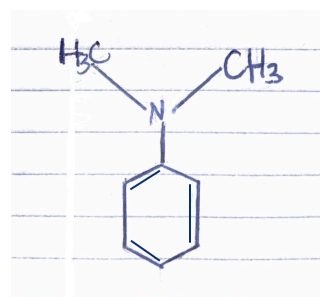
Alcool benzylique



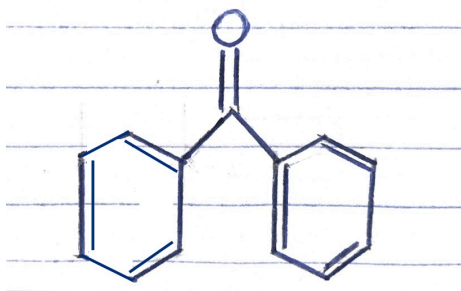
ii. Aniline



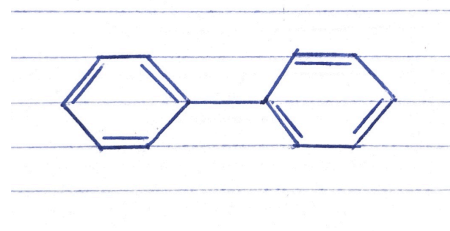
N-diméthylaniline



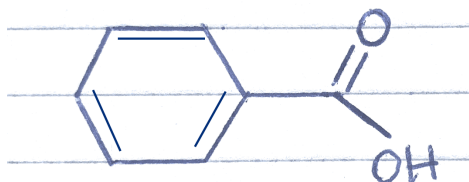
iii. Benzophénone



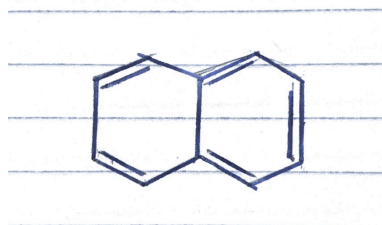
Biphényle



Acide benzoïque



Naphtalène



- c. 1. Aniline
2. Acétate de benzyle
3. Naphtalène
4. Biphényle
5. Benzophénone
6. Acide benzoïque
7. N-diméthylaniline
8. Benzaldéhyde
9. Alcool benzylique

d. Afin de les placer correctement j'ai utilisé leurs électronégativités (C= 2,55 ; H : 2,20 ; N :3,04).

#### 4 Sources

- Manuel de laboratoire
- [https://fr.wikipedia.org/wiki/Chromatographie\\_sur\\_couche\\_mince](https://fr.wikipedia.org/wiki/Chromatographie_sur_couche_mince)
- [http://www.sciences-en-ligne.com/DIST/Data/Ressources/lic2/chimie/chi\\_exp/chromatographie/chromato\\_couch\\_mince.htm](http://www.sciences-en-ligne.com/DIST/Data/Ressources/lic2/chimie/chi_exp/chromatographie/chromato_couch_mince.htm)

## 5 Données brutes

**PARTIE #1**

**Inc #54**

UP de échantillon  
contient du Benz

**Calcul Rg (dans EtOAc)**

$Rg_{Bi} = 3,5 / 4,7 = 0,74$	$Rg_{Benz} = 2,6 / 4,3 = 0,60$
$Rg_{Bi\ dans\ Co} = 3,5 / 4,7 = 0,74$	$Rg_{Co} = 2,7 / 4,3 = 0,63$
$Rg_{Inc} = 2,6 / 4,7 = 0,55$	$Rg_{Inc} = 2,6 / 4,3 = 0,60$
$Rg_{Inc\ dans\ Co} = 2,5 / 4,7 = 0,53$	

**PARTIE #2**

**Acétate EtOAc**

**Hexane**

**Calcul Rg Hexane**

$Rg_{Bi} = 1 / 1,5 = 0,6$	$Rg_{Benz} = 0,6 / 1,6 = 0,37$
$Rg_{Bidan\ Co} = 1 / 1,5 = 0,73$	$Rg_{Co} = 0,6 / 1,6 = 0,37$
$Rg_{Inc} = 0,6 / 1,6 = 0,37$	$Rg_{Inc} = 0,5 / 1,6 = 0,31$
$Rg_{Inc\ dans\ Co} = 0,5 / 1,6 = 0,31$	

**Calcul Rg EtOAc**

$Rg_{Bi} = 3,6 / 4,7 = 0,76$	$Rg_{Benz} = 2,8 / 4,7 = 0,60$
$Rg_{Bidan\ Co} = 3,6 / 4,7 = 0,76$	$Rg_{Co} = 2,8 / 4,7 = 0,60$
$Rg_{Inc} = 2,7 / 4,7 = 0,50$	$Rg_{Inc} = 2,7 / 4,7 = 0,50$
$Rg_{Inc\ dans\ Co} = 2,7 / 4,7 = 0,50$	

**Hexane**

**Calcul Rg Hexane**

$Rg_{Bi} = 1 / 1,5 = 0,6$	$Rg_{Benz} = 0,6 / 1,6 = 0,37$
$Rg_{Bidan\ Co} = 1 / 1,5 = 0,73$	$Rg_{Co} = 0,6 / 1,6 = 0,37$
$Rg_{Inc} = 0,6 / 1,6 = 0,37$	$Rg_{Inc} = 0,5 / 1,6 = 0,31$
$Rg_{Inc\ dans\ Co} = 0,5 / 1,6 = 0,31$	

**PARTIE # 3**

**INCONNU T dans EtOAc**

O-bromonitrobenzène      m-bromonitrobenzène      p-bromonitrobenzène

O Co Inc

M Co Inc

P Co Inc

Point à noter  
on a plus du  
temps consacré  
de la partie  
dans EtOAc

on a pas de M

**Co Paul Rg.**

R<sub>10</sub>:  $\frac{2,6}{2,7} / 4,3 = 0,68$  0,60

R<sub>9</sub> dans Co:  $2,6 / 4,3 = 0,60$

R<sub>8</sub> Inc dans Co:  $3,3 / 4,3 = 0,77$

R<sub>7</sub> Inc 1:  $3,3 / 4,3 = 0,77$

(0) R<sub>6</sub> Inc 2:  $2,6 / 4,3 = 0,60$

R<sub>5</sub> M:  $\frac{2,8}{2,7} / 4,5 = 0,62$  0,60

R<sub>4</sub> Inc 1 dans Co:  $3,2 / 4,5 = 0,71$

R<sub>3</sub> Inc 2 dans Co:  $2,3 / 4,5 = 0,51$

R<sub>2</sub> Inc 1:  $3,2 / 4,5 = 0,71$

R<sub>1</sub> Inc 2:  $2,4 / 4,5 = 0,53$

R<sub>8</sub> P:  $3,2 / 4,5 = 0,71$

R<sub>7</sub> Inc 1 dans Co:  $3,2 / 4,5 = 0,71$

R<sub>6</sub> Inc 2 dans Co:  $2,5 / 4,5 = 0,55$

R<sub>5</sub> Inc 1 (P):  $3,2 / 4,5 = 0,71$

R<sub>4</sub> Inc 2:  $2,5 / 4,5 = 0,55$