

TP N° 1 : Extraction et chromatographie sur couche mince (ccm) d'un arôme de vanille**Capacités expérimentales**

- 🌀 Elaborer et mettre en œuvre un **protocole de séparation de deux espèces dissoutes dans une phase liquide**
- 📖 Interpréter la solubilité d'une espèce chimique moléculaire
- 🌀 **Séparer un soluté du solvant** : Expliquer **l'intérêt de l'évaporateur rotatif**
- 🌀 Réaliser une **extraction liquide-liquide** .
- 📖 Identifier la nature des phases dans une ampoule à décanter
- 📖 Interpréter la **miscibilité** totale, partielle ou nulle de deux solvants
- 🌀 Mettre en œuvre **une chromatographie sur couche mince (ccm)** pour la caractérisation d'un produit
- 📖 Justifier le choix de la méthode de **révélation** utilisée
- 📖 Interpréter **l'ordre d'élution des différentes espèces** en relation avec leurs propriétés physico-chimiques et les caractéristiques de la phase stationnaire et de l'éluant

Introduction

La vanilline est l'arôme le plus utilisé au monde (15.000 tonnes par an) parmi lesquelles 40 tonnes proviennent des gousses du vanillier « les vanilles », une orchidée tropicale originaire d'Amérique Centrale. La vanilline est utilisée dans les crèmes glacées, yaourts, biscuits, confiseries... Devant la demande croissante des consommateurs pour les arômes « vanille », les chimistes ont inventé une molécule n'existant pas à l'état naturel, l'éthylvanilline dont le pouvoir aromatisant est 5 fois plus grand que celui de la vanilline ainsi que l'acétate de vanilline (document 1)

But : On souhaite extraire l'arôme de vanille du sucre vanillé commercial et identifier s'il s'agit de la vanilline, de l'éthylvanilline ou de l'acétate de vanilline.

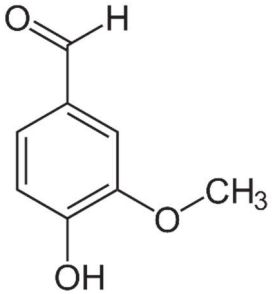
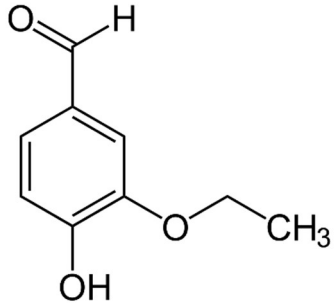
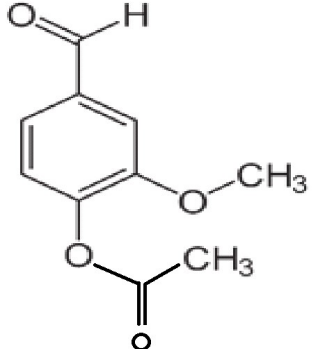
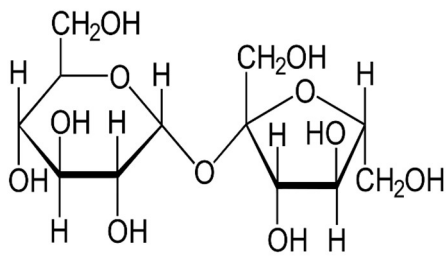
Compte-rendu :

Introduction : Rappeler le but du TP et comparer la polarité des espèces chimiques à séparer

- 1- Séparation des deux espèces chimiques constituant le sucre vanillé
 - Protocole
 - Schémas légendés (verrerie, matériel, contenu)
 - Identifier la nature des phases dans l'ampoule à décanter et préciser leur composition.
 - Interpréter la solubilité des espèces chimiques dans les solvants
- 2- Identification de l'arôme de vanille
 - Protocole
 - Schémas de la plaque de silice avant et après élution
 - Méthode de révélation utilisée et justification du choix (Penser à écrire des formes mésomères pour les molécules conjuguées !)
 - Interprétation du chromatogramme
 - a) Expliquer l'ordre d'élution des différentes espèces chimiques sur la plaque de silice
 - b) Détermination du rapport frontal des espèces présentes
 - c) Analyse détaillée

Conclusion : nature de l'arôme extrait

Document 1 :

Nom et formule chimique de la molécule	<p style="text-align: center;">Vanilline</p>  <p style="text-align: center;">Ethylvanilline</p>  <p style="text-align: center;">Acétate de vanilline</p> 	<p style="text-align: center;">Saccharose</p> 
Soluble dans les solvants	Eau, alcool, éthanoate d'éthyle	Eau

Document 2 : Densités de quelques molécules

Nom	Vanilline	Ethylvanilline	Acétate de vanilline	Saccharose	Ethanoate d'éthyle	Alcool	Eau
Densité	1,1	1,2	1,2	1,6	0,92	0,78	1,0

Document 3 : La phase stationnaire(silice) est un support POLAIRE PROTOGENE

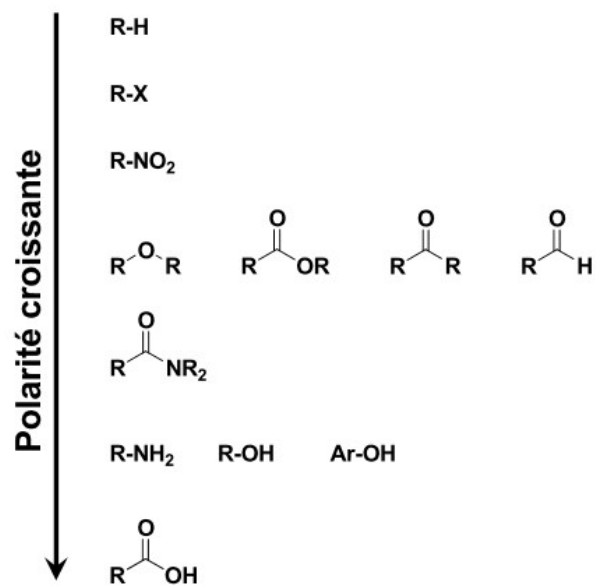
Le gel de silice est polaire, il a par conséquent une plus grande affinité pour les composés polaires:

Un composé peu polaire est peu adsorbé.

Un composé polaire est très adsorbé.

Rq : Les ions monoatomiques ou polyatomiques ne migrent pas sur un support de silice. Ils sont trop polaires...

Les composés polaires très adsorbés se retrouvent en bas de la plaque de silice tandis que les apolaires peu adsorbés sont entraînés par l'éluant et se retrouvent en haut.



Document 4 : La phase mobile ou ELUANT (mélange de solvants)

Une phase mobile liquide est appelée **éluant**. C'est elle qui fait migrer les composés, son choix est donc important.

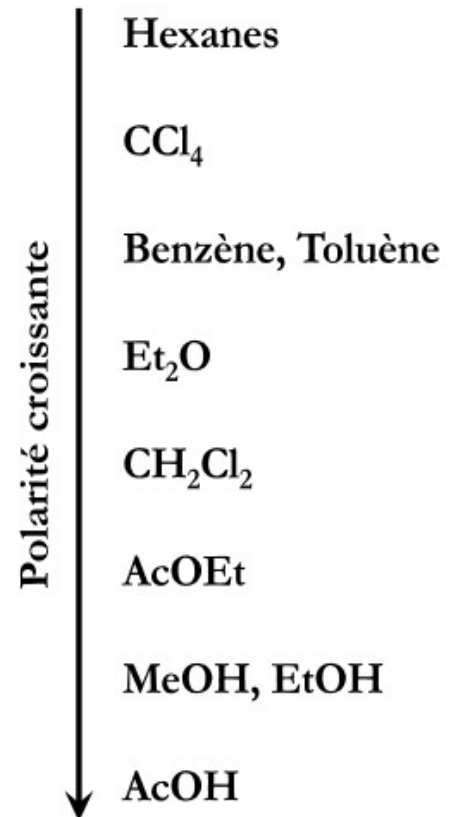
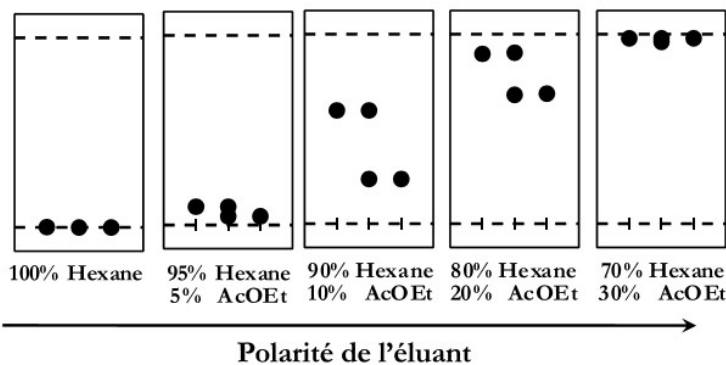
- la **polarité** de l'éluant va déterminer à quelle vitesse le composé migre.

Moins un composé est polaire, moins il s'accroche à l'adsorbant, plus il migre avec l'éluant. → **Choix d'un éluant peu polaire**

Plus un composé est polaire, plus il s'accroche à l'adsorbant, moins il migre avec l'éluant. → **Choix d'un éluant polaire**

Mélanger des solvants (miscibles entre eux !) permet d'adapter la polarité de l'éluant.

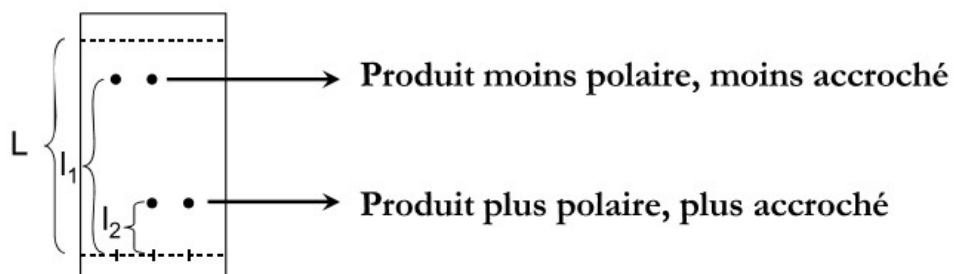
Exemple :



*L'éluant doit aussi solubiliser le composé à analyser

Document 5 : Rapport frontal ou rétention frontale R_f

Le R_f (rapport frontal ou rétention frontale) est caractéristique d'un produit dans un éluant donné et pour une phase stationnaire donnée.

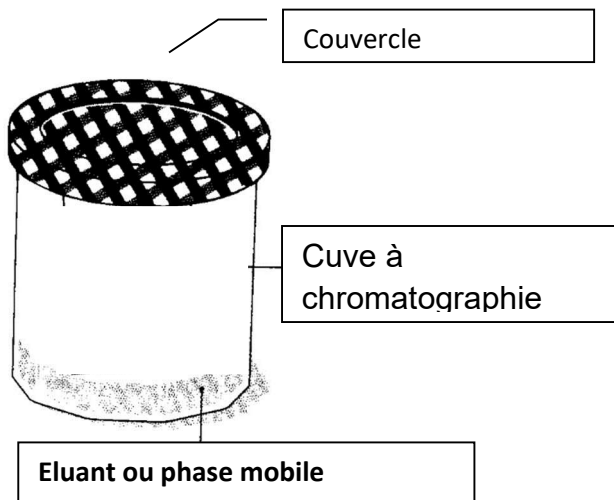


$$R_f = \frac{\text{Hauteur de migration}}{\text{Hauteur du front de solvant}} = \text{valeur entre 0 et 1}$$

$$R_{f1} = l_1/L ; \quad R_{f2} = l_2 / L$$

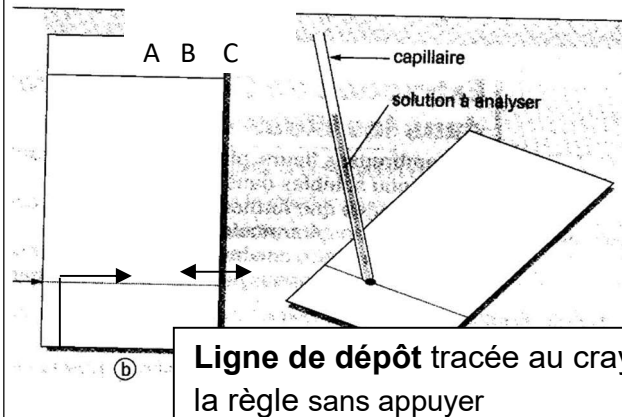
DOCUMENT 6 - FICHE TECHNIQUE : CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE (CCM)

Préparation de la cuve



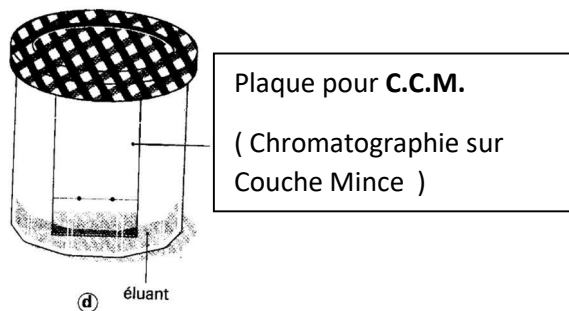
Introduire 10 mL d'éluant.
Saturer la cuve en vapeurs en la fermant

Préparation de la plaque



Utiliser une pince (pas les doigts) pour tenir la plaque. Corner une extrémité. Travailler à plat sur une feuille de papier. Faire trois repères au crayon sur la ligne de dépôt pour déposer les échantillons (A 1 cm du bord droit et gauche). Sécher. Laisser 1 cm si possible entre chaque dépôt.

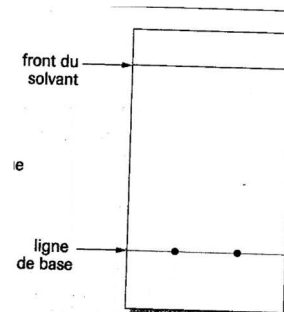
Elution



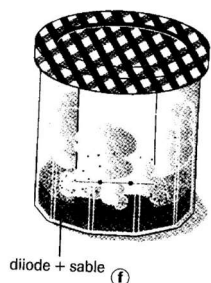
Introduire la plaque avec une pince bien **verticale**. L'éluant ne doit pas dépasser la ligne de dépôt avant élution. **NE PLUS TOUCHER A LA CUVE DURANT LA MIGRATION.**

Après élution

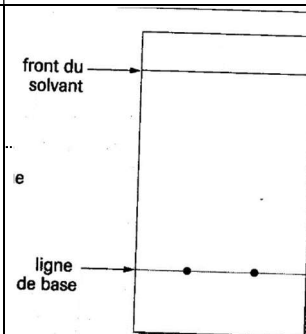
Sortir la plaque avec la pince et **marquer immédiatement la ligne de front au crayon**. Bien sécher au sèche-cheveux



Révélation (Cas de tâches incolores)



Activer la plaque en la chauffant.
Mettre la plaque au contact du révélateur (Diode, Permanganate de potassium, DNPH, réactif de Molish, etc ...)



Cas des tâches incolores révélées sous la lampe UV.

Entourer immédiatement les tâches et repérer la hauteur de migration h_a de chaque tâche pour déterminer le rapport frontal R_f .

Document 7 : Protocole et Analyse d'un chromatogramme (CCM)

 **Protocole** de la chromatographie sur couche mince :

- Saturer une cuve à chromatographie contenant l'éluant en la bouchant.
- Sur la ligne de dépôt d'une couche mince de silice, déposer les composés à l'aide de capillaires
- Sécher.
- Eluer.
- Après élution, retirer la plaque de la cuve et marquer la ligne de front du solvant.. Sécher.
- Révéler si besoin sous une lampe UV ou chimiquement à l'aide de révélateurs

 **ANALYSER, CONDUIRE UN RAISONNEMENT : interprétation d'un chromatogramme :**

- Etape 1 : LECTURE VERTICALE

Compter le nombre de tâches apparues après élution pour un chromatogramme donné (Ex 1 tâche pour le chromatogramme de L ci-dessous et 5 tâches pour le chromatogramme de H)

Interpréter : chaque tâche correspond à un constituant.

Plusieurs tâches : c'est un mélange (plusieurs constituants)

Une seule tâche : c'est une espèce chimique pure

- Etape 2 : LECTURE HORIZONTALE

Repérer les espèces qui ont les mêmes hauteurs de migration

Interpréter : Ce sont les mêmes

♥ Propriété à citer « Deux espèces chimiques **identiques**, pures ou dans un mélange, ont la même hauteur de migration » ou « La hauteur de migration est **CARACTERISTIQUE** d'une espèce chimique pour une chromatographie donnée... »

-Etape 3 : Conclure en identifiant certaines espèces chimiques et le cas échéant, qualifier l'échantillon de mélange