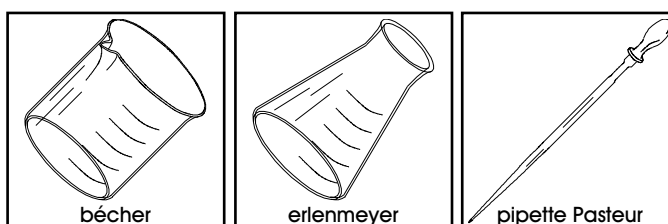


## BUTS

Effectuer la séparation d'un mélange homogène de pigments par chromatographie sur des supports différents, puis avec des solvants différents.



## MATERIEL

1 bécher de 250 ml, 3 erlenmeyers de 250 ml, feuilles de papier filtre, craies de section carrée, encre de Chine noire ou feutres de couleur, pipettes Pasteur, 1 paire de ciseaux.



## REACTIFS

Ethanol ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ), acide acétique ( $\text{CH}_3\text{COOH}$  1M).

$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$	$\text{CH}_3\text{COOH}$
état .....liquide	état .....solution 1 M
MM .....46.07 g/mol	MM .....60.05 g/mol
	
CH F	CH 4
recup O	

## RECOMMANDATIONS

Manipuler avec précaution l'éthanol et l'acide acétique. **Ne pas ingérer, manipuler l'éthanol à l'abri de toute flamme ou source de chaleur.**

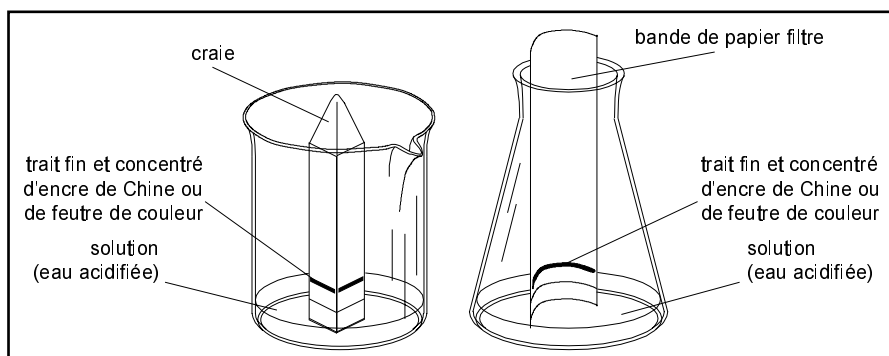
MANIPULATIONS  
ET DISCUSSION

## PREMIERE SERIE DE SEPARATIONS

1. Introduire, dans un bécher ainsi que dans un erlenmeyer, un faible volume d'eau déminéralisée, sur une hauteur de 5 mm environ.

Au moyen d'une pipette Pasteur, ajouter 5-10 gouttes de solution d'acide acétique dans le bécher et l'erlenmeyer, puis agiter pour homogénéiser.

2. Appliquer un trait fin d'encre de Chine noire ou de feutre de couleur sur les 4 faces d'une craie de section carrée, à environ 1 cm de sa base (voir le schéma ci-dessous).



Repasser 2-3 fois sur le trait pour augmenter la quantité d'encre déposée.  
Découper, dans une feuille de papier filtre, une bande de 10-12 cm de hauteur, sur 4-5 cm de largeur.

Appliquer rapidement un trait fin d'encre de Chine ou de feutre de couleur à environ 1 cm de la base de cette bande de papier filtre (voir le schéma précédent).

Repasser éventuellement sur le trait pour augmenter la quantité d'encre déposée, en évitant de la laisser diffuser en une grosse tache.

3. Positionner la craie verticalement dans le bécher, selon le schéma, puis laisser migrer la solution le long de la craie.

Parallèlement, positionner la bande de papier filtre verticalement dans l'erenmeyer, puis laisser migrer la solution le long de cette bande.

Retirer la craie du bécher lorsque la solution atteint son sommet.

De même, retirer la bande de papier filtre de l'erenmeyer lorsque la solution atteint son sommet.

Observer attentivement le résultat de l'opération.

? 1. Recopier sur une feuille de papier, le plus fidèlement possible, l'ordre et la hauteur des taches, telles qu'elles apparaissent sur les faces de la craie et sur la bande de papier filtre à la fin de la séparation.

Indiquer le nom des couleurs.

Si la couleur et l'ordre d'apparition des taches diffèrent entre la craie et la bande de papier filtre, proposer une explication pour rendre compte de ces différences.

#### DEUXIEME SERIE DE SEPARATIONS

4. Introduire, dans un erlenmeyer, un faible volume d'eau déminéralisée, sur une hauteur de 5 mm environ.

Au moyen d'une pipette Pasteur, ajouter 5-10 gouttes de solution d'acide acétique dans l'erenmeyer, puis agiter pour homogénéiser.

Introduire, dans un autre erlenmeyer, un faible volume d'éthanol, sur une hauteur de 5 mm environ.

5. Comme précédemment, découper dans une feuille de papier filtre deux bandes de 10-12 cm de hauteur, sur 4-5 cm de largeur.

Appliquer rapidement un trait fin d'encre de Chine ou de feutre de couleur à environ 1 cm de la base de chacune des bandes.

Repasser éventuellement sur le trait pour augmenter la quantité d'encre déposée, en évitant de la laisser diffuser en une grosse tache.

6. Positionner l'une des deux bandes de papier filtre verticalement dans l'erenmeyer contenant l'eau acidifiée, et l'autre bande dans l'erenmeyer contenant l'éthanol.

Laisser migrer les solutions le long de ces bandes.

Retirer les bandes lorsque les solutions atteignent leur sommet.

Observer attentivement le résultat de l'opération.

? 2. Recopier sur une feuille de papier, le plus fidèlement possible, l'ordre et la hauteur des taches, telles qu'elles apparaissent sur les bandes de papier filtre à l'issue de la séparation.

Indiquer le nom des couleurs.

Si la couleur et l'ordre d'apparition des taches diffèrent entre les deux

bandes de papier filtre, proposer une explication pour rendre compte de ces différences.

? 3. En comparant tous les résultats, indiquer les conditions optimales permettant de séparer l'encre en ses constituants individuels:

Indiquer si la séparation est plus efficace sur la craie ou sur le papier filtre (première série de séparations).

Indiquer si la séparation est plus efficace en présence d'eau acidifiée ou en présence d'éthanol (deuxième série de séparations).

◆ Les séparations chromatographiques sont basées sur la **différence d'affinité** existant, pour une substance donnée, entre un support solide et un solvant.

Le support solide est appelé **phase stationnaire** (dans cette expérience: la craie ou le papier filtre).

Le solvant est appelé **phase mobile** (dans cette expérience: l'eau acidifiée ou l'éthanol).

La migration de la phase mobile le long de la phase stationnaire a lieu par capillarité. Le solvant est véhiculé dans les interstices microscopiques du solide (dans cette expérience, la craie est poreuse et le papier filtre est constitué d'un réseau tridimensionnel de fibres).

En migrant, le solvant entraîne les pigments le long du support solide. Cependant lors de leur transport, les pigments peuvent subir des **interactions positives (attractions) ou négatives (répulsions) avec le support et avec le solvant**.

Ce sont les subtiles différences d'interactions de chaque pigment avec une phase mobile et une phase stationnaire données qui permettent une séparation optimale.

? 4. A la lumière de ces informations, proposer des explications permettant de décrire les résultats obtenus.

Tenir notamment compte de la différence de composition entre la craie (carbonate de calcium, calcaire) et le papier filtre (cellulose de bois), ainsi que de la différence de composition des solvants (eau acidifiée fortement polaire et éthanol partiellement polaire).

? 5. Tenter finalement d'identifier une ou deux taches de couleur qui possèdent une affinité manifestement différente pour les deux phases stationnaires (première série: même phase mobile, phases stationnaires différentes), ou manifestement différente pour les deux phases mobiles (deuxième série: même phase stationnaire, phases mobiles différentes).

#### RECUPERATION ET NETTOYAGE

Récupérer les bandes de papier filtre et la craie dans le récipient de déchets **S (substances solides)**.

Récupérer les pipettes Pasteur utilisées dans la poubelle pour verre usagé.

Récupérer l'éthanol dans le récipient de déchets **O (solvants organiques)**.

Laver la verrerie utilisée à l'eau, puis la rincer à l'eau déminéralisée.

## PREPARATION

**Expérience individuelle.****1. Ethanol:**

Utiliser tel quel.

**2. Solution d'acide acétique 1M:**

Ajuster environ 5.7 ml de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  concentré (100 %; acide acétique glacial) à 100 ml avec de l'eau déminéralisée (suffisant pour plus de 30 étudiants).

**3. Craies:**

Utiliser des craies purement minérales ( $\text{CaCO}_3$ ), de section carrée (p.ex.: craies traditionnelles pour joueurs de cartes).

Les craies pour l'enseignement contiennent généralement de grandes quantités de liants organiques, qui entravent la séparation des pigments.

**4. Encre de Chine noire ou feutres de couleur:**

Les plumes avec encre de Chine Rothring Noir Brillant conviennent particulièrement à cette expérience. Cette encre permet de distinguer, à l'issue des séparations, au moins quatre pigments différents.

Il est d'autre part possible d'utiliser des feutres de couleurs hydrosolubles (répartir les feutres de couleurs différentes entre plusieurs groupes). Les feutres noirs, bleus et rouges de la Migros conviennent parfaitement. Avec d'autres couleurs, certaines séparations sont spectaculaires, mais il est plus difficile d'extraire des informations structurées sur les processus de séparation.

Les solvants organiques présents dans les feutres indélébiles ne permettent pas une séparation optimale des pigments.

**5. Matériel nécessaire pour 1 étudiant:**

1 bécher de 250 ml

3 erlenmeyers de 250 ml

1-2 feuilles de papier filtre

1-2 craies de section carrée

1 plume avec de l'encre de Chine noire ou feutres de couleur hydrosolubles

2-3 pipettes Pasteur

1 paire de ciseaux

**6. Durée de l'expérience:**

Environ 45 min de manipulations.

## DISCUSSION

? 1. Recopier sur une feuille de papier, le plus fidèlement possible, l'ordre et la hauteur des taches, telles qu'elles apparaissent sur les faces de la craie et sur la bande de papier filtre à la fin de la séparation.

Indiquer le nom des couleurs.

Si la couleur et l'ordre d'apparition des taches diffèrent entre la craie et la bande de papier filtre, proposer une explication pour rendre compte de ces différences.

Les mélanges de pigments minéraux et organiques utilisés pour préparer les encres ont des compositions différentes et des polarités distinctes.

On peut par conséquent s'attendre à un ordre de séparation des pigments différent sur les deux phases stationnaires utilisées, la craie (carbonate de calcium) étant une substance peu polaire et le papier filtre (cellulose) étant une substance relativement polaire.

Dans le cas de l'encre de Chine Rothring Noir Brillant, il est possible d'identifier au moins quatre pigments distincts: indigo, bleu turquoise, violet et vert tilleul. L'inversion de l'une ou l'autre de ces teintes sur la craie et sur le papier filtre met clairement en évidence la différence de polarité entre les deux phases stationnaires, puisque le solvant est identique dans les deux cas (eau acidifiée).

- ? 2. Recopier sur une feuille de papier, le plus fidèlement possible, l'ordre et la hauteur des taches, telles qu'elles apparaissent sur les bandes de papier filtre à l'issue de la séparation.

Indiquer le nom des couleurs.

Si la couleur et l'ordre d'apparition des taches diffèrent entre les deux bandes de papier filtre, proposer une explication pour rendre compte de ces différences.

Si une inversion de teinte est observée dans ce cas, elle résulte de la différence d'affinité du pigment considéré entre les deux solvants utilisés (eau acidifiée et éthanol), puisque la phase stationnaire est la même (papier filtre). Cette différence d'affinité est causée par la différence de polarité des solvants (l'eau est plus polaire que l'éthanol), mais également par la différence de solubilité du pigment entre ces deux solvants (l'eau a un pouvoir de solvation plus élevé que l'éthanol, notamment en raison de sa grande polarité).

- ? 3. En comparant tous les résultats, indiquer les conditions optimales permettant de séparer l'encre en ses constituants individuels:

Indiquer si la séparation est plus efficace sur la craie ou sur le papier filtre (première série de séparations).

Indiquer si la séparation est plus efficace en présence d'eau acidifiée ou en présence d'éthanol (deuxième série de séparations).

Expérimentalement, la séparation des pigments est plus efficace sur la cellulose du papier filtre que sur le carbonate de calcium de la craie. Ceci résulte de la faible polarité du carbonate de calcium, de la grande irrégularité de compactage des grains dans la craie, ainsi que de la piètre tenue de la craie dans l'eau acidifiée ( $\text{CaCO}_{3(s)} + 2\text{H}_3\text{O}^+ \rightarrow \text{Ca}^{2+} + \text{CO}_{2(g)} + \text{H}_2\text{O}$ ).

D'autre part, la séparation sur cellulose est plus efficace (meilleure résolution des taches individuelles) avec l'eau acidifiée qu'avec l'éthanol.

- ? 4. A la lumière de ces informations, proposer des explications permettant de décrire les résultats obtenus.

Tenir notamment compte de la différence de composition entre la craie (carbonate de calcium, calcaire) et le papier filtre (cellulose de bois), ainsi que de la différence de composition des solvants (eau acidifiée fortement polaire et éthanol partiellement polaire).

Un pigment particulièrement soluble dans un solvant donné restera dissous dans ce dernier la majeure partie de son temps et migrera à une vitesse proche de la vitesse de migration du solvant.

Inversément, un pigment possédant une forte affinité pour le support solide aura tendance à rester lié à ce dernier la majeure partie de son temps et migrera à une vitesse très lente.

Ce sont les subtiles différences de solubilité de chaque pigment pour un solvant donné, ainsi que les affinités distinctes de chaque pigment pour un support solide donné, qui permettent une séparation optimale. Dans le cas de

cette expérience, les différences nettes de polarité entre le carbonate de calcium et la cellulose d'une part, ainsi qu'entre l'eau acidifiée et l'éthanol d'autre part, sont à l'origine des différences observées dans l'ordre de séparation des pigments.

La séparation est cependant médiocre car les supports solides et les solvants utilisés ne sont pas totalement adaptés. Généralement, les phases stationnaires à base de microparticules de silice sont particulièrement adaptées pour des séparations optimales, que cela soit sur colonne (la phase stationnaire en poudre est tassée dans une colonne et la phase mobile s'écoule dans cette dernière) ou sur couche mince (phase stationnaire couchée sur une plaque de verre, d'aluminium ou de plastique).

L'optimisation d'une séparation chromatographique nécessite d'adapter le solvant ou un mélange de solvants aux substances à séparer; de plus, il est possible de modifier la phase stationnaire (greffe de groupes fonctionnels à la surface de la silice) pour lui conférer une polarité différente.

La chromatographie sur couche mince est une méthode simple et peu coûteuse pour des séparations rapides sans appareillage sophistiqué. La chromatographie sur colonne permet de séparer des composés dont les caractéristiques sont proches, notamment parce que la distance de migration est plus élevée qu'en chromatographie sur couche mince. Il est notamment possible de séparer des isomères organiques sur colonnes de cyclodextrines.

Dans le cas de mélanges de substances liquides, la séparation est effectuée par chromatographie gazeuse, où la phase mobile est un gaz inerte (azote, argon, hélium). La colonne chromatographique est chauffée afin de permettre la volatilisation des substances à séparer.

- ? 5. Tenter finalement d'identifier une ou deux taches de couleur qui possèdent une affinité manifestement différente pour les deux phases stationnaires (première série: même phase mobile, phases stationnaires différentes), ou manifestement différente pour les deux phases mobiles (deuxième série: même phase stationnaire, phases mobiles différentes).**

Voir selon les pigments utilisés.