

Les Révélateurs en Chromatographie sur Couche Mince

Dangers :

Lumière UV : il faut éviter une exposition prolongée de la peau à la lumière UV.

Solutions corrosives : la préparation des révélateurs chimiques entraîne fréquemment l'utilisation d'acide et de solution aqueuse basique très concentrés.

Sources de chaleurs : la manipulation d'un décapeur thermique est dangereuse. Attention aux brûlures potentielles. Ne pas diriger le courant d'air chaud vers des produits inflammables (solvants).

1. Introduction

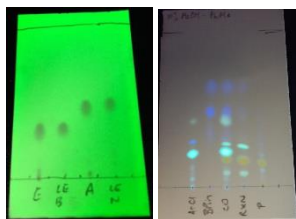
La CCM est une technique analytique très précieuse dans un laboratoire de chimie organique. Elle permet l'analyse rapide d'un composé ou d'un mélange de composés en solution. Grâce à cette technique le chimiste organicien peut en quelques minutes savoir si une réaction chimique a fonctionné et s'il va être aisé ou non de purifier le ou les composés formés.

Cependant, après migration sur une plaque CCM la plupart des composés organiques sont incolores ce qui ne facilite pas son analyse. Pour visualiser les différentes molécules présentes sur une plaque CCM, le chimiste organicien a recours à deux procédures principales :

la lumière UV.

la révélation chimique.

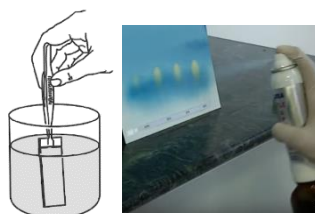
2. La révélation par lumière UV



De nombreuses molécules organiques possèdent des groupements fonctionnels contenant un système de liaisons π étendu, comme les composés aromatiques, les carbonyles α,β -insaturés ou les polyènes. La présence de telles sous-structures confère aux molécules qui les renferment une sensibilité à la lumière UV. Ainsi, en illuminant la plaque CCM avec une lampe UV, à 254 ou 365 nm, il est possible de les visualiser. Ce phénomène est exacerbé grâce au fluorophore qui a été incorporé à la silice déposée sur la plaque. Dès que la plaque est retirée du dispositif lumineux les tâches disparaissent. Il est bien évidemment nécessaire d'entourer les tâches à l'aide d'un crayon de papier pour garder une trace de la révélation.

3. La révélation chimique

a. Intro



Les composés organiques que l'on souhaite analyser par CCM ne possèdent pas forcément des groupements sensibles à la lumière UV. Dans ce cas, il est possible de les rendre visible en traitant la plaque CCM avec un révélateur chimique. Ce type de révélation peut se faire soit par immersion dans une solution, soit par pulvérisation. Les réactifs présents dans la solution ou dans le spray vont réagir avec les molécules adsorbées sur la silice et colorer cette zone. La plupart du temps, la silice dans son intégralité va subir un changement de couleur, mais là où des composés organiques seront présents la couleur sera soit plus intense, soit différente. Pour que la réaction chimique entre les composés analysés et les réactifs se produise (ou pour l'accélérer) après immersion ou pulvérisation, il est souvent nécessaire de chauffer la plaque CCM avec un décapeur thermique ou une plaque chauffante.

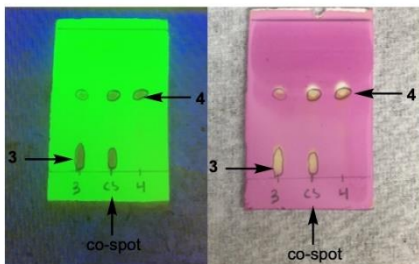
b. La plaque CCM



Il existe plusieurs supports pour la silice en CCM : le plastique, l'aluminium et le verre. Pour une révélation sous lumière UV tous ces supports sont adaptés. Par contre, pour une révélation chimique seul l'aluminium et le verre peuvent être utilisés. Le chauffage et le caractère potentiellement agressif du révélateur

empêche l'utilisation du plastique. C'est l'aluminium qui est privilégié de part sa facilité de découpe, sa finesse et la tenue dans le temps de la silice sur la plaque.

c. Effet indésirable de la révélation par immersion



Une plaque CCM ne peut être révélée qu'une seule fois par un révélateur chimique. S'il est nécessaire d'en utiliser plusieurs, alors il faudra réaliser autant de CCM. Cependant, il est toujours souhaitable de d'abord effectuer une révélation UV, puis une révélation chimique. Lorsque l'on utilise une révélation par immersion, il faut faire attention au «décalage des tâches». En effet, le fait d'immerger la plaque dans une cuve contenant la solution de révélation peut, en fonction de

la composition du révélateur, entraîner une petite migration des composés d'adsorbés sur la plaque. Ainsi, il est possible que les tâches entourées au crayon de papier après révélation UV ne soit pas exactement au même endroit que celle colorées par le révélateur chimique. Ce décalage peut être plus ou moins important. La révélation à l'aide d'un spray n'entraîne pas ce type de problème.

d. Le chauffage



Le chauffage de la plaque CCM, lors de la révélation chimique, doit être bien maîtriser. Que ce soit avec un décapeur thermique ou avec une plaque chauffante. Celui-ci doit être progressif et pas trop long. Certaines molécules vont réagir rapidement avec un chauffage peu intense, puis les tâches vont disparaître rapidement quand la puissance de chauffe va augmenter. D'autres

ne pourront être visualisées qu'à des températures plus importantes. Dans tous les cas, il est souvent contre-productif de chauffer très longtemps une plaque CCM car, au bout d'un moment, la plupart des tâches vont se confondre à la couleur qu'aura pris la silice.

Après refroidissement de la plaque, il est toujours conseiller d'entourer les tâches avec un crayon de papier. Avec certains révélateurs, les tâches disparaissent rapidement et pour d'autre cela prend plus de temps.

e. Les différents révélateurs chimiques

Il existe de nombreux révélateurs chimiques dont la composition va permettre de leur donner un caractère universel ou d'être spécifique de certaines fonctions chimiques. Ainsi, il est possible d'adapter le révélateur aux composés que l'on cherche à analyser. Nous n'allons pas ici dresser une liste exhaustive de tous les révélateurs chimiques pouvant être utilisés, mais seulement nous intéresser à ceux les plus couramment employés.

Réactif	Préparation	Remarques
Iode	Mettre quelques grains d'iode et un morceau de papier filtre dans une cuve.	Spécifique des composés insaturés et aromatiques. Les tâches seront brun foncé.
Sulfate d'ammonium et de cérium	Dans une solution aqueuse d'acide phosphorique à 50% ajouter 1% de $(\text{NH}_4)_4\text{Ce}(\text{SO}_4)_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.	Spécifique des composés azotés basiques de type alcaloïde.
Chlorure ferrique	Dans une solution méthanolique aqueuse à 50% ajouter 1% de FeCl_3 .	Spécifique des phénols.
Ninhydrine	Dissoudre 1,5 g de ninhydrine dans 100 mL de n-butanol puis ajouter 3 mL d'acide acétique.	Spécifique des amino-acides.
Dinitrophénylhydrazine	Dissoudre 12 g de 2,4-dinitrophénylhydrazine dans un mélange de 60 mL d'acide sulfurique, 80 mL d'eau et 200 mL d'éthanol (95%).	Spécifique des aldéhydes et cétones. Donne des tâches jaunes à oranges.
Vanilline	Dissoudre 15 g de vanilline dans un mélange de 250 mL d'éthanol et 2,5 mL d'acide sulfurique.	Universel.
Permanganate de potassium	Dissoudre 1,5 g de KMnO_4 dans un mélange de 1,25 mL de NaOH à 10% et de 200 mL d'eau.	Universel. (adapté aux fonctions oxydables). <i>Conservation = 3 mois.</i>
Molybdate de cérium	Dissoudre 12 g de $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ et 0,5 g de $(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6$ dans un mélange de 235 mL d'eau distillée et 15 mL d'acide sulfurique.	Universel. <i>Protéger la solution à l'aide d'une feuille d'aluminium.</i>
Para-anisaldéhyde	A 135 mL d'éthanol absolu sont ajoutés 5 mL d'acide sulfurique, 1,5 mL d'acide acétique glacial et 3,7 mL de <i>para</i> -anisaldéhyde.	Universel. (fonctions nucléophiles, alcènes, alcynes et aromatiques). <i>Protéger la solution à l'aide d'une feuille d'aluminium.</i>
Acide phosphomolybdique	Dissoudre 10 g d'acide phosphomolybdique dans 100 mL d'éthanol absolu.	Universel.