

CONTRÔLE DE QUALITÉ DE LA COMPOSITION DES MÉDICAMENTS CONTRE LE MAL DE TÊTE PAR CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

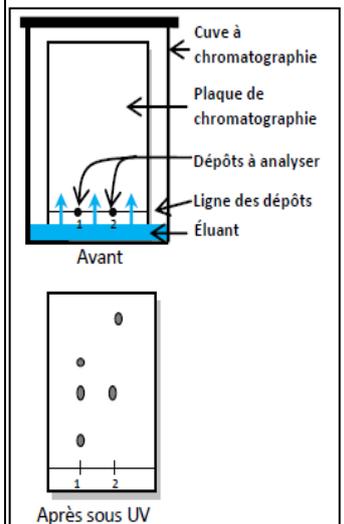
A- Généralités

La chromatographie sur couche mince:

La chromatographie est une technique physique d'identification et de séparation d'espèces chimiques constituant un mélange. Cette technique est très utile pour analyser la composition d'un mélange, c à d, de vérifier par comparaison la présence d'une ou plusieurs espèces dans un mélange.

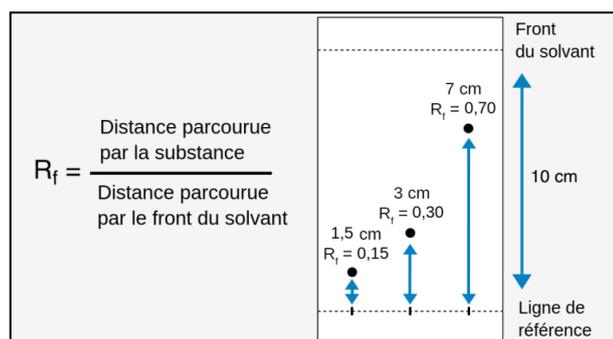
Principe du CCM :

- La CCM est basée sur la différence d'affinité des espèces chimiques pour deux phases : une phase stationnaire ou fixe constituée par le support (plaque CCM) et une phase mobile appelée éluant, constituée d'un mélange de solvants.
- Une plaque CCM est une plaque de plastique ou d'aluminium recouverte d'une mince couche de silice constituant la phase fixe.
- Ces solides ont des propriétés adsorbantes : ils forment des interactions de Van der Waals et parfois des liaisons hydrogène avec les molécules éluées.
- Le Silice est polaire : *séparation par polarité*
 - ✓ Interaction polaire/polaire : Migration lente
 - ✓ Interaction polaire/apolaire : Migration rapide



Le rapport frontal

Le rapport frontal (R_f) ou facteur de rétention d'un composé est le rapport de la distance ligne de dépôt-composé sur la distance ligne de dépôt-front de solvant. Il est compris entre 0 et 1, et est caractéristique du composé, du matériau de la plaque et du système d'éluant. $R_f = dx/ds$ ou bien $R_f = h/H$



B- Objectif

On se propose ici de déterminer la composition des trois médicaments aspirine, doliprane et codolyc ou codoliprane, par séparation à base du CCM, et faire comparaison entre eux.

C- Matériel et produits

Matériel :

- Mortier + Pilon
- Bêchers
- Éprouvette graduée 10 ml
- Agitateur magnétique.
- Plaque de chromatographie avec gel de silice
- Cuve de chromatographie
- Pince
- Tube capillaire ou cure-dent

Produits:

- Comprimés de **Doliprane®** (PA : *paracétamol*), la boîte et la notice
- Comprimés d'**Aspirine** (PA : *acide acétylsalicylique*), la boîte et la notice
- Comprimés de **Codolyc** ou bien **Codoliprane** (PA : *paracétamol et acide acétylsalicylique*), la boîte et la notice
- Solution d'éluant adapté est un mélange de :
 - ✓ 60% d'*acétate de butyle* ou bien *éthanoate d'éthyle*
 - ✓ 40% de *cyclohexane*
 - ✓ Quelques gouttes d'*acide acétique*.
- Diode ou permanganate de potassium
- Eau distillée

D- Mode opératoire

Mise en œuvre d'une CCM

1) préparation des composés à analyser

La CCM ne peut analyser que des liquides. Si on veut analyser la composition de solides (exp comprimé), on doit :

- *Ecraser un comprimé de chaque* (avec un pilon dans un mortier).
- *Dans un verre de montre, en dissoudre une pointe de spatule dans un peu de solvant* (exemple : acétate de butyle/éthanoate d'éthyle ou éthanol).
- *Ou bien un comprimé broyé dans 10 ml de solvant*

2) *préparation de la plaque*

- Ne pas mettre les doigts sur la silice (face blanche de la plaque).
- Tenir la plaque verticalement.
- Tracer, avec un crayon de bois sans appuyer, un trait à 1.5 cm du bord inférieur de la plaque (ligne des dépôts).
- Sur cette ligne, **indiquer des repères** pour localiser et se souvenir de chaque dépôt (laisser un espacement d'environ 1 cm entre chaque goutte, et entre les gouttes et les bords de la plaque).
- Ecraser légèrement le bout d'un cure-dent pour l'aplatir.
- Faire des dépôts, à l'aide du **cure-dent**, déposé, aux endroits prévus et **en changeant de cure-dent pour chaque dépôt**, une goutte de chaque liquide à analyser sur la plaque de chromatographie :
 - ✓ En A une goutte d'aspirine
 - ✓ En B une goutte de doliprane
 - ✓ En C une goutte de codolyc ou bien codoliprane

3) *préparation de la cuve*

- Introduire dans la cuve le mélange de solvant d'éluion sur une **hauteur de 5 à 10 mm** (Sous la hotte).
- Fermer la cuve avec un couvercle.

4) *Éluion*

- Placer la plaque dans la cuve, en vérifiant **que le niveau de l'éluant se situe SOUS la ligne de base**.
- **Remettre le couvercle** sur la cuve et laisser l'éluant monté progressivement.
- Retirer la plaque de silice quand **le front de solvant arrive à environ 1cm du bord supérieur du papier**. (Au bout de 15 minutes).
- **Sécher la plaque**.

5) *Révélation à la vapeur de diiode*

Lorsqu'on souhaite analyser par chromatographie un mélange d'espèces chimiques incolores, il est nécessaire de révéler la plaque de chromatographie. Ceci peut être réalisé à l'aide de diiode.

- La plaque est placée dans une cuve saturée en vapeurs de diiode.
- Le diiode réagit avec de nombreuses molécules organiques en formant des composés jaunes ou bruns.