 <p>Laboratoire Pluridisciplinaire de Criminalistique <small>Les Sciences Physiques et Chimiques au Service de la Justice</small></p>	<h1>MANIPULATION CCM</h1>	<p>Auteur : Dr. Guillaume BOUDARHAM</p>
<p>Fête de la science 2020</p>	<p>Travaux pratiques (durée : 4h) Analyse des encres de stylos à bille par CCM</p>	<p>Version 5 18/09/2020</p>

Dans ce TP, vous allez utiliser la **chromatographie sur couche mince** pour examiner diverses encres provenant de stylos à bille noirs de marques et de modèles différents.

Avant toute manipulation, n'oubliez pas de mettre des gants, une blouse et des lunettes de protection. N'oubliez pas de laver votre matériel après chaque manipulation !

Les mélanges de produits chimiques seront réalisés sous une hotte.

I. Matériels

Avant de commencer, identifiez bien le matériel mis à votre disposition sur les paillasses (voir annexe

1) ainsi que les bouteilles en verre fumé pour jeter les déchets liquides :


- | | |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"> - Plaques CCM avec zone de concentration - 1 cuve pour CCM + couvercle - 11 piluliers en verre (3 mL) + capuchons - Capillaires en verre (1μL) - Pipettes Pasteur en verre + tétine - Micropipette 100 - 1 000 μL + cônes - 1 éprouvette graduée (10 mL) - 3 béchers à bec (25 mL) - 1 fiole Erlenmeyer (100 mL) - 3 pipettes graduées (1 mL, 5 mL, 10 mL) - 2 flacons de laboratoire (250 mL) - 1 guide de dépôt | <ul style="list-style-type: none"> - Paire de ciseaux pour CCM - Pince métallique longue - Pince métallique courte - Scalpel - Feuilles de papier blanc - Equerre et règle graduées - Crayon de papier - Torches UV ($\lambda = 254$ nm, 365 nm, 395 nm) - Paire de lunettes oranges - Sèche-cheveux - Minuteur - Marqueur noir |
|--|--|

Echantillons (10 stylos à bille noirs) :

- **A1, A6** (BIC)
- **B1, B2, B5** (PAPER MAT)
- **C1, C9, C12** (PILOT)
- **D1** (SCHNEIDER)
- **F1** (MAPPED)

Produits chimiques

- Méthanol (alcool)
- Ethanol (alcool)
- N-butanol ou butan-1-ol (alcool)
- Acétate d'éthyle ou éthanoate d'éthyle (ester)

 <p>Laboratoire Pluridisciplinaire de Criminalistique <small>Les Sciences Physiques et Chimiques au Service de la Justice</small></p>	<h1>MANIPULATION CCM</h1>	<p>Auteur : Dr. Guillaume BOUDARHAM</p>
<p>Fête de la science 2020</p>	<p>Travaux pratiques (durée : 4h) Analyse des encres de stylos à bille par CCM</p>	<p>Version 5 18/09/2020</p>

II. Protocole expérimental


Préparation des échantillons : extraction des encres du papier

1. En utilisant les stylos mis à votre disposition, dessinez et coloriez un rectangle 1 cm × 0.2 cm de côté sur une feuille de papier blanc. Indiquez à côté la référence du stylo utilisé. Laissez sécher 10 minutes à l'air libre. **N'oubliez pas de refermer les stylos après usage.**
2. A l'aide du scalpel, prélevez les bandes colorées précédentes. Placez chacune d'elles dans un pilulier à l'aide de la pointe du scalpel en indiquant sur celui-ci la référence du stylo utilisé. **Lavez votre scalpel au méthanol avant chaque nouveau prélèvement.**
3. A l'aide du scalpel, prélevez une bande de papier non colorée de 1 cm × 0.2 cm de côté. Placez cette bande dans un pilulier en indiquant sur celui-ci « Témoin ».
4. **Extraction** : à l'aide de la micropipette, remplissez les 11 piluliers avec 300 µL (0,3 mL) de méthanol. **Refermez chaque pilulier avant de remplir le suivant.** Agitez les piluliers et posez-les sur la paillasse dans l'ordre de remplissage. Appelez l'enseignant.

Notez dans votre compte-rendu ce que vous observez (apparence des encres sur le papier, couleur des solutions dans les piluliers, etc.).

Préparation de l'éluant

Dans une fiole Erlenmeyer, mélangez 13 mL de *n*-butanol, 3 mL d'éthanol et 4 mL d'eau. **Vous utiliserez des pipettes graduées pour prélever les produits chimiques dans un bécher (ne pas prélever directement dans les bouteilles).** Agitez délicatement et versez le mélange dans un flacon de laboratoire (bouchon bleu) en indiquant sur celui-ci « Système II » et la date de la préparation.


 <p>Laboratoire Pluridisciplinaire de Criminalistique Les Sciences Physiques et Chimiques au Service de la Justice</p>	<h1>MANIPULATION CCM</h1>	<p>Auteur : Dr. Guillaume BOUDARHAM</p>
<p>Fête de la science 2020</p>	<p>Travaux pratiques (durée : 4h) Analyse des encres de stylos à bille par CCM</p>	<p>Version 5 18/09/2020</p>

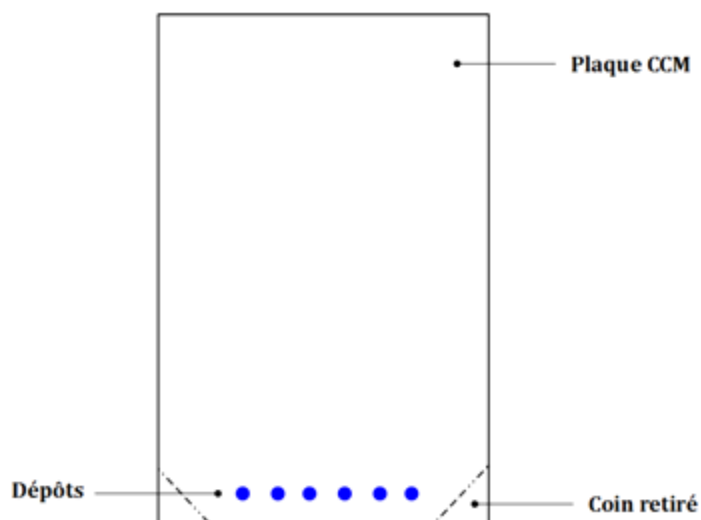
Dépôts

Veillez à ne pas toucher la surface des plaques CCM avec vos doigts sans gant ni les prendre par les bords pour ne pas les abîmer. Elles sont à manipuler avec précaution ! Elles pourront être séchées préalablement dans une étuve (100 °C pendant 10 min) pour obtenir de meilleurs résultats.

1. A l'aide d'une paire de ciseaux pour CCM, découpez soigneusement un carré de 10 cm × 10 cm dans une plaque non abîmée et posez-le sur une feuille de papier essuie-tout. Vous sélectionnez la partie de la plaque sans la zone de concentration. Afin d'éviter les « effets de bord » lors du développement, retirez les coins inférieurs de votre plaque. Appelez l'enseignant.
2. A l'aide d'un capillaire (1 µL) et en vous aidant du guide de dépôt, injectez sur la plaque 4 µL de chacune des solutions contenues dans les piluliers en s'arrangeant pour avoir des spots les plus fins possibles. **Vous injecterez ce volume en quatre fois (4 × 1 µL) avec un seul capillaire en injectant au même endroit et en laissant sécher un peu avant chaque nouvelle injection. Changez de capillaire avant de passer au pilulier suivant. Veillez à bien remplir (et vider) complètement le capillaire en regardant monter (et descendre) la solution à l'intérieur.**
3. Laissez sécher à l'air libre. Appelez l'enseignant.



 <p>Laboratoire Pluridisciplinaire de Criminalistique Les Sciences Physiques et Chimiques au Service de la Justice</p>	<h1>MANIPULATION CCM</h1>	Auteur : Dr. Guillaume BOUDARHAM
Fête de la science 2020	Travaux pratiques (durée : 4h) Analyse des encres de stylos à bille par CCM	Version 5 18/09/2020




Saturation de la cuve

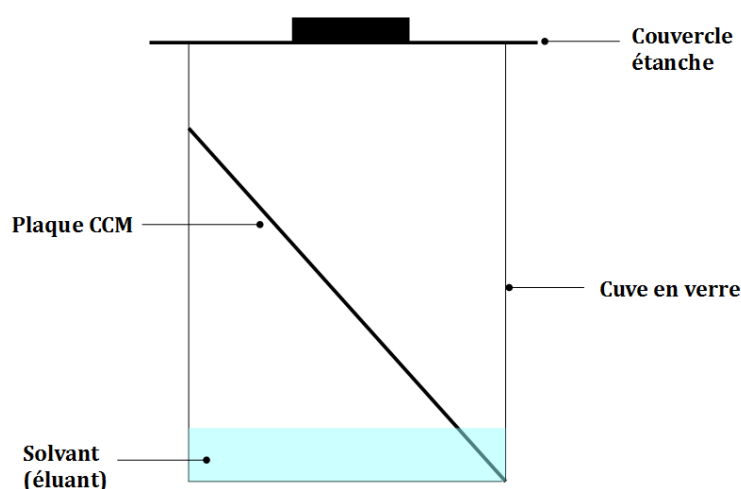
A l'aide d'une pipette pasteur, remplissez l'éprouvette graduée avec 6 mL d'éluant puis versez son contenu dans la cuve CCM. Recouvrez la cuve avec son couvercle et attendez 15 minutes que les vapeurs de solvant remplissent la cuve. Appelez l'enseignant.

Développement

1. A l'aide de la pince métallique longue, placez la plaque dans la cuve (dépôts en bas) **en faisant attention à ce que les dépôts ne trempent pas dans l'éluant**. Fermez la cuve avec le couvercle.
2. Attendez environ 35 minutes que le front de l'éluant cesse de monter.
3. Retirez la plaque et posez-la sur la paille sur une feuille de papier essuie-tout. Refermez la cuve.
4. A l'aide d'une règle, tirez un trait de crayon à papier sur le front de l'éluant **en n'appuyant pas trop fort**. Appelez l'enseignant.

 <p>Laboratoire Pluridisciplinaire de Criminalistique Les Sciences Physiques et Chimiques au Service de la Justice</p>	<h1>MANIPULATION CCM</h1>	<p>Auteur : Dr. Guillaume BOUDARHAM</p>
<p>Fête de la science 2020</p>	<p>Travaux pratiques (durée : 4h) Analyse des encres de stylos à bille par CCM</p>	<p>Version 5 18/09/2020</p>


5. Séchez votre plaque au sèche-cheveux. Indiquez sur la plaque les références des stylos utilisés, la date et le protocole utilisé (volume d'extraction, volume injecté, etc.).



III. Visualisation

1. Observez la plaque en lumière visible puis dans la pénombre à l'aide des torches UV ($\lambda = 254 \text{ nm}$, 365 nm et 395 nm) et de la paire de lunettes oranges.
2. Utilisez un scanner haute résolution pour numériser votre plaque dans le domaine visible (48 bits couleurs, enregistrement au format TIF). Effectuez les traitements d'image qui s'imposent (contraste, gamma, etc.) afin de faire apparaître très clairement les taches colorées. **Nettoyez proprement la vitre du scanner à l'éthanol avant et après utilisation.**

Notez dans votre compte-rendu ce que vous observez qualitativement (apparence des taches ? de nouvelles taches apparaissent-elles sous UV ?). A quoi correspondent ces taches ?

 <p>Laboratoire Pluridisciplinaire de Criminalistique <small>Les Sciences Physiques et Chimiques au Service de la Justice</small></p>	<h1>MANIPULATION CCM</h1>	<p>Auteur : Dr. Guillaume BOUDARHAM</p>
<p>Fête de la science 2020</p>	<p>Travaux pratiques (durée : 4h) Analyse des encres de stylos à bille par CCM</p>	<p>Version 5 18/09/2020</p>

IV. Résultats

1. Pour chaque tache, calculez le rapport frontal R_f et remplissez les tableaux I de votre compte-rendu.
2. A partir de ces résultats, remplissez le tableau II de votre compte-rendu qui regroupe toutes les combinaisons possibles de paires de stylos examinés.

V. Conclusion générale

Dans votre compte-rendu, conclure de manière générale sur l'aptitude de la chromatographie sur couche mince à différencier :

- des encres provenant de stylos à bille de marques différentes ;
- des encres provenant de stylos à bille de même marque mais de modèles différents.

VI. Manipulations complémentaires

L'objectif de ces manipulations est d'observer ce qui se passe si on change d'éluant et de plaque chromatographique.

- Reprenez le protocole de ce TP mais en utilisant cette fois-ci l'éluant appelé « *Système I* » composé de 10 mL d'acétate d'éthyle, 5 mL d'éthanol et 5 mL d'eau.
- Reprenez le protocole de ce TP mais en exploitant cette fois-ci la zone de concentration des plaques CCM (l'enseignant vous expliquera comment l'utiliser) en utilisant le *Système I* puis le *Système II*.

Noter dans votre compte-rendu les différences que vous observez avec le premier protocole utilisé. Quel protocole vous semble le plus adapté pour différencier ces encres ?



Laboratoire
Pluridisciplinaire de
Criminalistique
Les Sciences Physiques et Chimiques
au Service de la Justice

MANIPULATION CCM











Auteur : Dr.
Guillaume
BOUDARHAM


Fête de la science
2020

Travaux pratiques (durée : 4h)
**Analyse des encres de stylos à bille par
CCM**


Version 5
18/09/2020


Annexe 1 : Quelques matériels utilisés dans ce TP

			
<i>Fioles Erlenmeyer</i>	<i>Bécher à bec</i>	<i>Eprouvette graduée</i>	<i>Pipette Pasteur</i>
			
<i>Cuve pour CCM</i>	<i>Pilulier (ou vial)</i>	<i>Pipette graduée</i>	<i>Pissette</i>
			
<i>Micropipette</i>	<i>Flacons de laboratoire</i>		

 <p>Laboratoire Pluridisciplinaire de Criminalistique <small>Les Sciences Physiques et Chimiques au Service de la Justice</small></p>	<h1>MANIPULATION CCM</h1>	Auteur : Dr. Guillaume BOUDARHAM
Fête de la science 2020	Travaux pratiques (durée : 4h) Analyse des encres de stylos à bille par CCM	Version 5 18/09/2020

Compte - rendu

 <p>Laboratoire Pluridisciplinaire de Criminalistique <small>Les Sciences Physiques et Chimiques au Service de la Justice</small></p>	<h1>MANIPULATION CCM</h1>	Auteur : Dr. Guillaume BOUDARHAM
Fête de la science 2020	Travaux pratiques (durée : 4h) Analyse des encres de stylos à bille par CCM	Version 5 18/09/2020

 <p>Laboratoire Pluridisciplinaire de Criminalistique <small>Les Sciences Physiques et Chimiques au Service de la Justice</small></p>	<h1>MANIPULATION CCM</h1>	<p>Auteur : Dr. Guillaume BOUDARHAM</p>
<p>Fête de la science 2020</p>	<p>Travaux pratiques (durée : 4h) Analyse des encres de stylos à bille par CCM</p>	<p>Version 5 18/09/2020</p>

Synthèse de vos résultats :


Tableaux I et I bis : Caractéristiques des taches

Stylo A1 : Marque : Modèle :

	Tache 1	Tache 2	Tache 3	Tache 4	Tache 5	Tache 6	Tache 7	Tache 8
Couleur								
Intensité								
Fluorescence								
R _f								

Stylo B2 : Marque : Modèle :

	Tache 1	Tache 2	Tache 3	Tache 4	Tache 5	Tache 6	Tache 7	Tache 8
Couleur								
Intensité								
Fluorescence								
R _f								

 <p>Laboratoire Pluridisciplinaire de Criminalistique <small>Les Sciences Physiques et Chimiques au Service de la Justice</small></p>	<h1>MANIPULATION CCM</h1>	<p>Auteur : Dr. Guillaume BOUDARHAM</p>
<p>Fête de la science 2020</p>	<p>Travaux pratiques (durée : 4h) Analyse des encres de stylos à bille par CCM</p>	<p>Version 5 18/09/2020</p>

Stylo C9 : **Marque :** **Modèle :**

	Tache 1	Tache 2	Tache 3	Tache 4	Tache 5	Tache 6	Tache 7	Tache 8
Couleur								
Intensité								
Fluorescence								
R_f								

Stylo F1 : **Marque :** **Modèle :**

	Tache 1	Tache 2	Tache 3	Tache 4	Tache 5	Tache 6	Tache 7	Tache 8
Couleur								
Intensité								
Fluorescence								
R_f								



 <p>Laboratoire Pluridisciplinaire de Criminalistique <small>Les Sciences Physiques et Chimiques au Service de la Justice</small></p>	<h1>MANIPULATION CCM</h1>	<p>Auteur : Dr. Guillaume BOUDARHAM</p>
<p>Fête de la science 2020</p>	<p>Travaux pratiques (durée : 4h) Analyse des encres de stylos à bille par CCM</p>	<p>Version 5 18/09/2020</p>


Tableau II : Similarités des encres

	A1	A6	B1	B2	B5	C1	C9	C12	D1	F1
F1										
D1										
C12										
C9										
C1										
B5										
B2										
B1										
A6										
A1										

Légende

 pas de différence significative

 différences significatives

 incertain

Conclusion générale