

## **TD01 : La chromatographie (corrigé)**

### **Exercice 01 :**

1. La technique de chromatographie permet de séparer les différentes espèces chimiques présentes dans un mélange, et de les identifier par comparaison à des espèces chimiques pures.
2. La solution de permanganate de potassium permet de révéler les tâches présentes sur le chromatogramme.
3. L'extrait de chocolat n'est pas un corps pur, mais un mélange car le chromatogramme montre la présence de plusieurs tâches pour l'échantillon A (lecture verticale).
4. L'échantillon A correspondant à l'extrait du chocolat montre la présence 4 espèces chimiques (4 tâches).
5. Parmi les 4 tâches présentes, on ne peut en identifier que deux, par comparaison avec l'extrait B et C (lecture horizontale) :
6. Rapports frontaux :  $R_f = h/H$  ( $R_B = 2/6 = 0.3$  -  $R_C = 3.9/6 = 0.6$ )  
Les 2 tâches correspondant aux 2 extraits B et C ont les mêmes rapports frontaux que celles des 2 espèces chimiques identifiables contenues dans l'extrait du chocolat.  
L'extrait du chocolat contient donc, entre autres, de la caféine et de la théobromine.

### **Exercice 02 :**

1. Les pesticides sont des POP : donner la signification de ce sigle et leurs principales caractéristiques.

POP = Polluants Organiques Persistants

Principales caractéristiques :

- ils perdurent dans l'environnement
- ils s'accumulent dans les graisses et via la chaîne alimentaire chez l'Homme
- ils sont dispersés dans l'environnement via les courants atmosphériques et marins
- ils sont dangereux pour la santé : cancers, altération du système immunitaire, problèmes de reproduction...

2. Dans le domaine de l'agriculture les pesticides sont aussi appelés produits phytosanitaires ou biocides. Citer les trois principales catégories de biocides.

Les herbicides (pour lutter contre les mauvaises herbes), les fongicides (pour lutter contre les champignons) et les insecticides (pour lutter contre les insectes).

3. La nature chimique des pesticides est très variée. Citer 4 classes de pesticides.

Hydrocarbures cycliques chlorés et dérivés organochlorés

Organophosphores

Carbamates

Organométalliques

Acides phénoxyalcanoïques

Triazines

Urées substituées

Polychlorobiphényles (PCB)

### Exercice 03 :

1. définition des mycotoxines.

Les toxines de moisissures ou mycotoxines (de « mycos » : champignon) sont des molécules de faible masse moléculaire issues du métabolisme secondaire des micro-organismes lorsque ceux-ci sont soumis à des conditions environnementales stressantes (températures trop élevées ou trop basses, degré d'humidité faible, limitation en substrats et nutriments, compétitivité interspèces...).

2. Que signifie le sigle LC-MS ?

chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse

3. L'observation à l'oeil nu des céréales est-elle suffisante pour affirmer la présence ou l'absence de mycotoxines ? Justifier.

Toute moisissure n'est pas apte à produire des mycotoxines en conséquence tout aliment moisi ne renferme pas des mycotoxines. De plus les mycotoxines peuvent persister dans l'aliment après disparition des mycètes.

4. Citer les étapes préliminaires de préparation des échantillons.

Broyage, centrifugation, extraction en milieu organique, partition liquide-liquide (chromatographie).

5. Pourquoi doit-on procéder à une étape de purification puis de concentration de l'extrait ?

L'analyse des mycotoxines étant une analyse de traces : les molécules à analyser sont présentes en très faible quantité dans l'aliment qui est un milieu complexe.

6. L'analyse conduit aux résultats suivants :

Temps de rétention des témoins : ochratoxine A 15,2 minutes, zéaralénone 14,2 minutes, fumosine B 12,5 minutes, DON 11, 4 minutes et aflatoxine B 7,5 minutes

7. Dans l'extrait on mesure une substance dont le volume de rétention est de 21,0 mL.

a) Pour chaque mycotoxine témoin donner le nom d'un micro-organisme producteur.

ochratoxine A *Aspergillus* ou *Penicillium*

zéaralénone, DON déoxynivalénol, fumosine B *Fusarium*

Aflatoxine *Aspergillus*

b) Déterminer la substance mise en évidence dans l'extrait. Chaque calcul devra être justifié par une formule littérale.

Calculs  $k' = 9,5$  L = 22,4 cm  $t_R = 14,2$  minutes donc zéaralénone.