



# Réunion du Club de CCM 8-9 Juin en Normandie

*Domaine St Clair Etretat – Oril Industrie Bolbec*

Pierre Bernard-Savary, +33 676 29 32 81

# 2ème Atelier CCM - PREP



[www.clubdeccm.com](http://www.clubdeccm.com) :

Le 1er atelier CCM -  
PREP a eu lieu le  
mercredi 10 Mai 2009  
ici même !...



## 2ème Atelier CCM - PREP



### 3 “niveaux” :

- 1- mise au point, et optimisation de la séparation avant transfert, direct ou pas.
- 2- contrôle des fractions après séparation, avec quel niveau d’automatisme.
- 3- la purification sur plaque, une alternative intéressante dans quels cas.

## 2ème Atelier CCM - PREP



**mise au point, et optimisation :**

vario-hptlc CAMAG, avec une méthode standardisée basée sur le triangle de **Snyder**

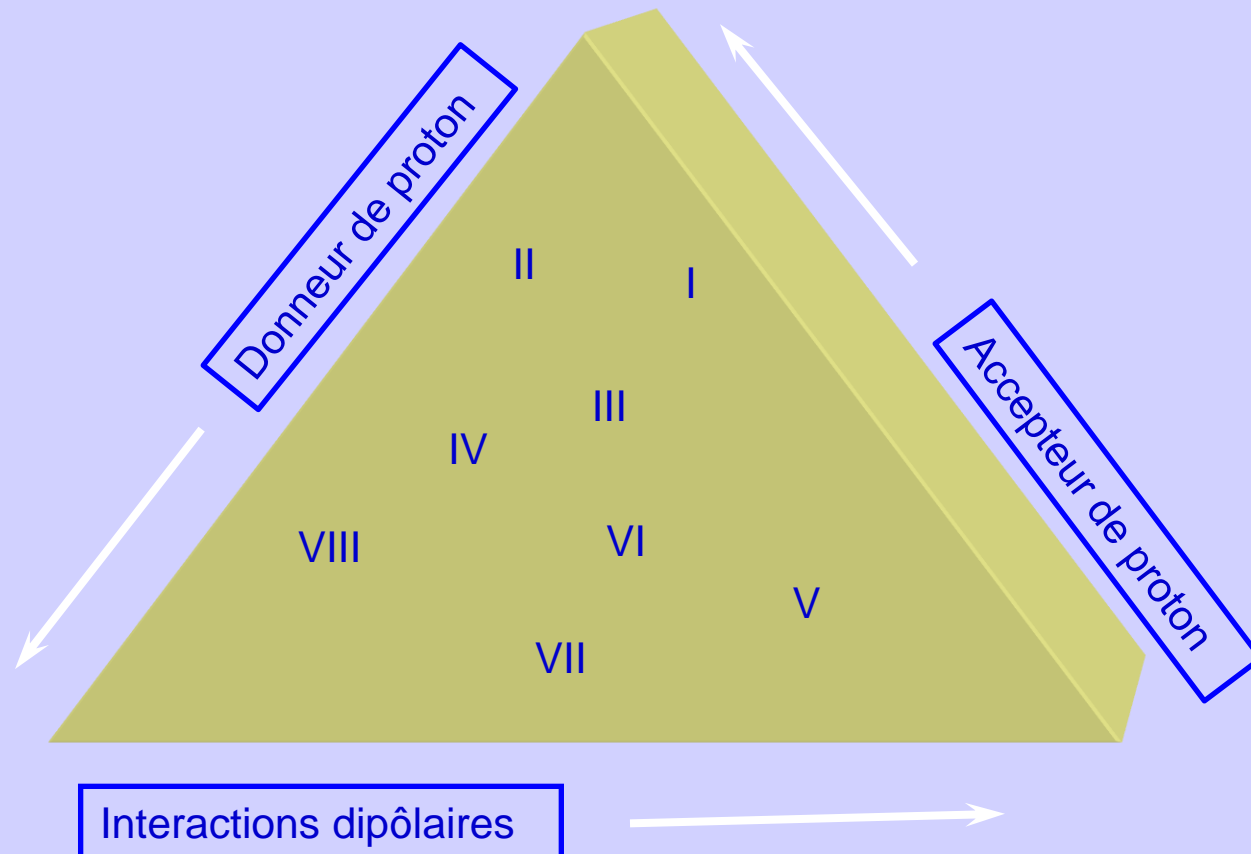
utilisation des cuves 5x10 et des plaques HPTLC 5x5 (prêtes à l'emploi ou découpées au smartcut)

logiciels de transfert ou simple règle de calcul des capacités

# 2ème Atelier CCM - PREP



vario-hptlc CAMAG, avec une méthode standardisée basée sur le triangle de Snyder



# 2ème Atelier CCM - PREP



Group	Solvent	Solvent strength
Decreasing	n-Hexane	0
I	n-Butyl ether	2,1
	Isopropyl ether	2,4
	Methyl-t-butyl ether	2,7
	Diethyl ether*	2,8
II	n-Butanol	3,9
	2-Propanol*	3,9
	1-Propanol	4,0
	Ethanol*	4,3
	Methanol	5,1
III	Tetrahydrofuran*	4,0
	Pyridin	5,3
	Methoxyethanol	5,5
	Dimethyl formamid	6,4

# 2ème Atelier CCM - PREP

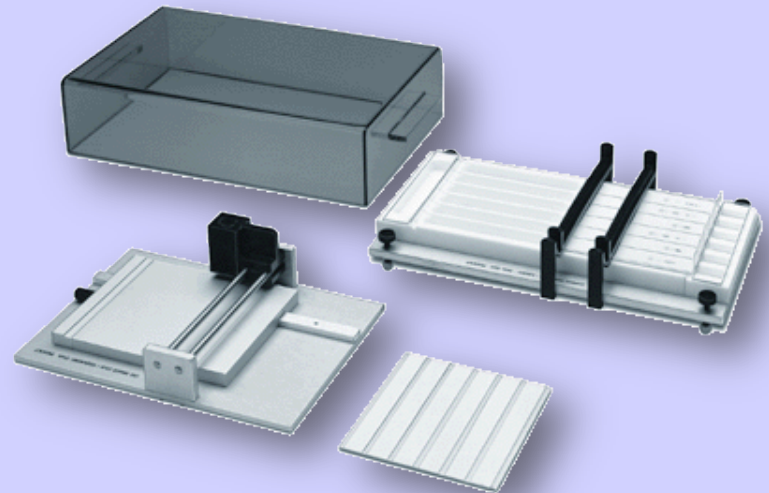
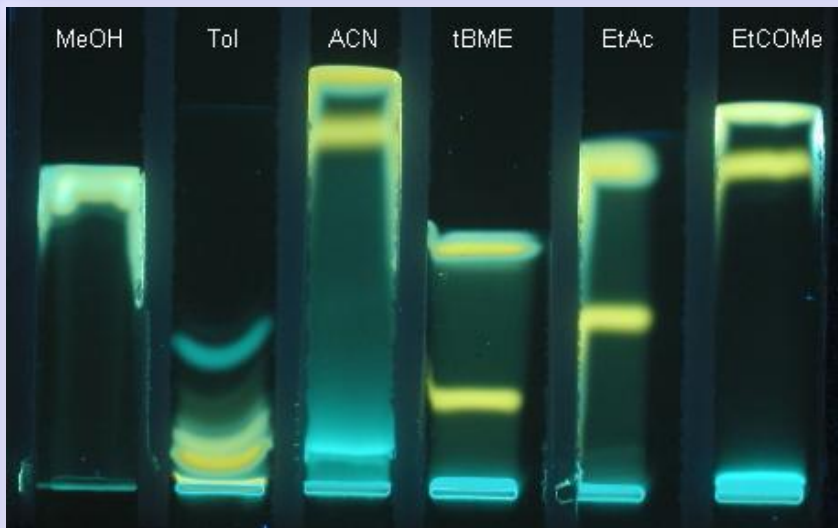


	Solvent	Solvent strength
IV	Acidic acid*	6,0
	Formamide	9,6
V	Dichloromethan	3,1
	1,2-Dichloroethan	3,5
VI	Ethylacetate*	4,4
	Methyl ethyl keton	4,7
	Dioxane*	4,8
	Acetone	5,1
	Acetonitrile	5,8
VII	Toluene*	2,4
	Nitrobenzene	4,4
VIII	Chloroform*	4,1
	Nitromethan	6,0
	Water	10,2

## 2ème Atelier CCM - PREP



vario-hptlc CAMAG, avec choix de 6 solvants sur une seule plaque (méthode Camag).  
Etude possible de la saturation ou de l'humidité ( x 6 essais simultanés par plaque )

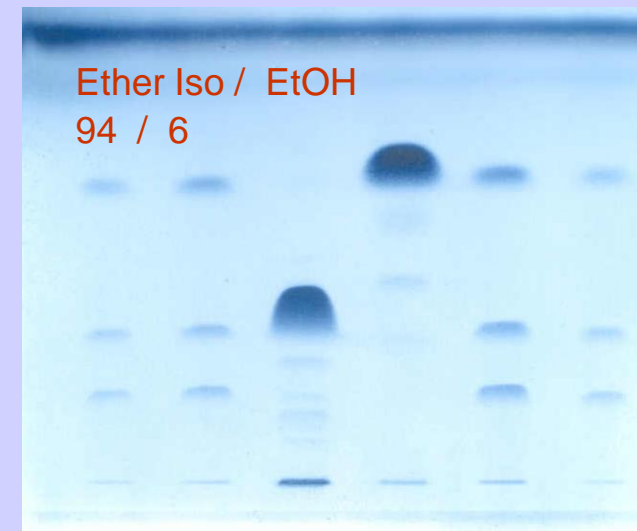
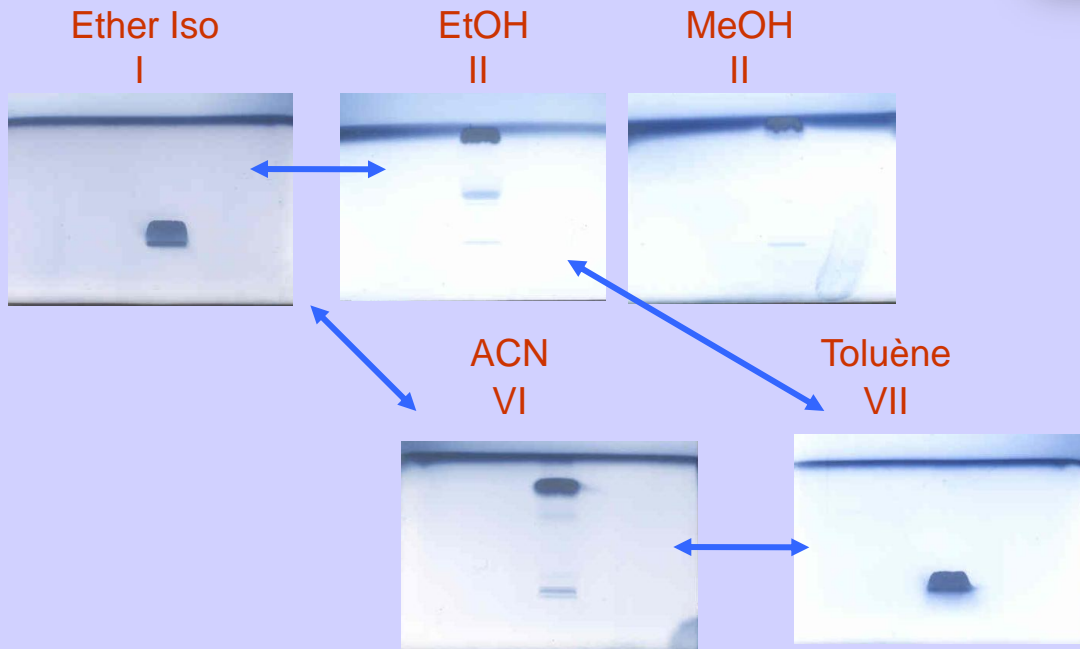
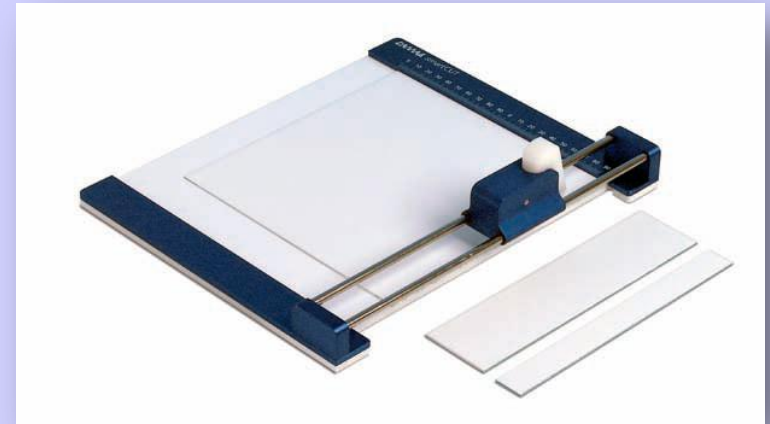




# 2ème Atelier CCM - PREP



utilisation des cuves 5x10 et des plaques HPTLC 5x5 cm (prêtes à l'emploi ou découpées au smartcut)



# 2ème Atelier CCM - PREP



## Logiciels de transfert

### SIMULATION de TRANSPOSITION CCM / Flash Chromatographie

Compléter les cases JAUNES du tableau et sélectionner la cartouche avec les boutons **V1.2 12/2005**

Conditions opératoires CCM	
Conditions en CCM :	Saisir vos conditions opératoires ici.
% solvant éluant (B)	
:	
(% de solvant le plus éluant en CCM)	

CCM		
Indiquer le Rf des différents spots	Front de solvant (Rf = 1,0)	
	Début spot N°1	Rf
	Fin du spot N°1	Rf
	Début spot N°2	Rf
	Fin du spot N°2	Rf
	Début spot N°3	Rf
	Fin du spot N°3	Rf
	Début spot N°4	Rf
	Fin du spot N°4	Rf
	Début spot N°5	Rf
	Fin du spot N°5	Rf
Zone de dépôt (Rf = 0,0)		
Position du produit d'intérêt =		

Cartouche utilisée en Flash	
Modèle :	
Diamètre :	28 mm (Diamètre de la cartouche)
Longueur :	86 mm (Longueur du lit de silice)
Débit recommandé :	10-30 ml/mn (Fonction des solvants utilisés)
Pression maximale :	3 bar

Durée et mode de la purification Flash	
Mode :	

Gradient Flash proposé		
Temps (mn)	% solvant peu éluant (A)	% solvant plus éluant (B)
0		
20		
60		
Débit recommandé : 30 ml/mn. Avec des solvants visqueux, réduire le débit si nécessaire.		

## 2ème Atelier CCM - PREP



### **Contrôle des fractions:**

automatisme off-line grâce à l'ATS4 et à la cuve horizontale 20x10

l'automatisme on-line grâce au duoChrom CAMAG

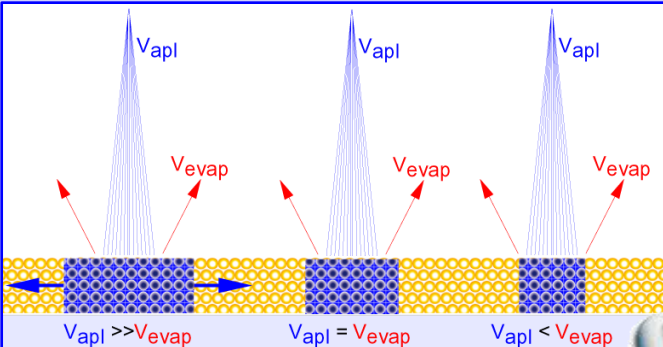
le couplage avec la spectrométrie de masse



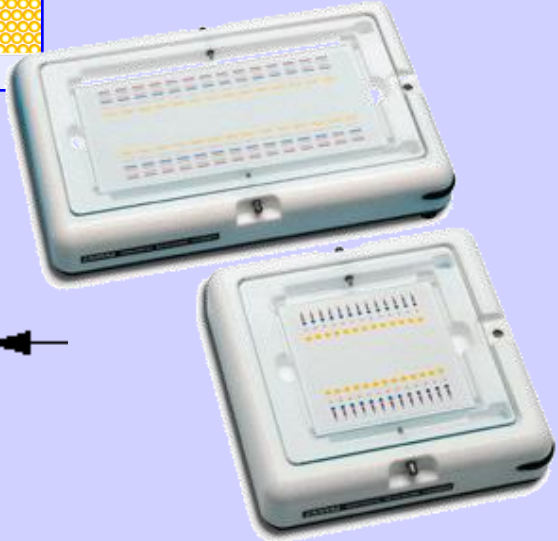
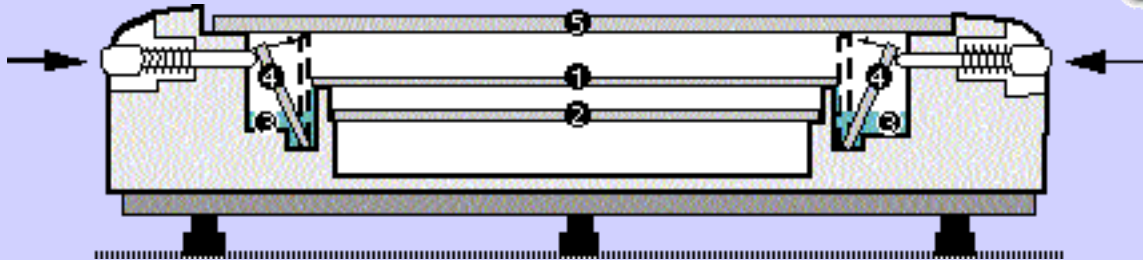
# 2ème Atelier CCM - PREP

## l'ATS4 et la cuve horizontale 20x10

Dépôts en spray ( 100 nL à 1 mL ) et attention à la vitesse de dépôt / solvant



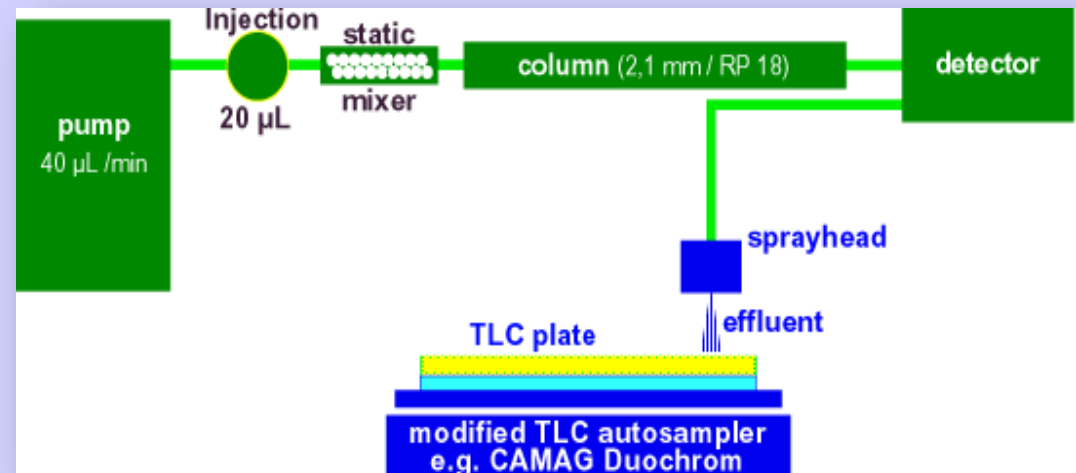
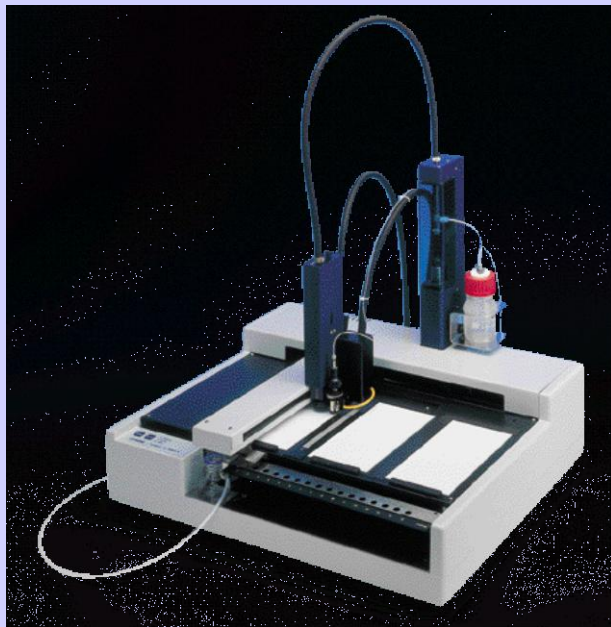
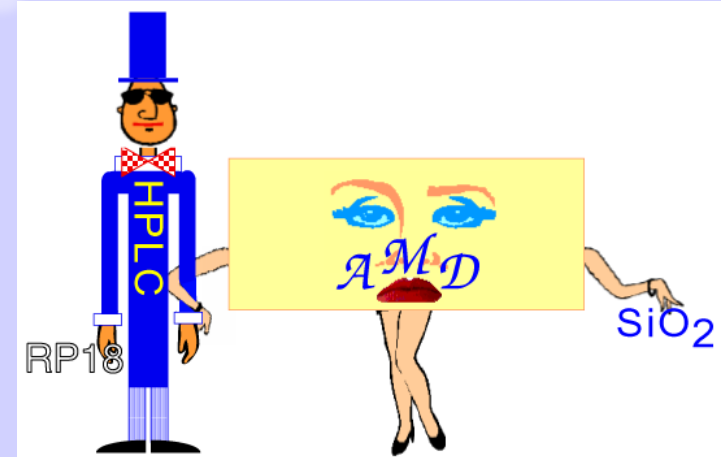
Migration horizontale, jusqu'à 60 échantillons avec 2 mL de solvant



# 2ème Atelier CCM - PREP



l'automatisme on-line grâce  
au DuoChrom CAMAG  
(débit de 100  $\mu\text{L}/\text{mn}$ )

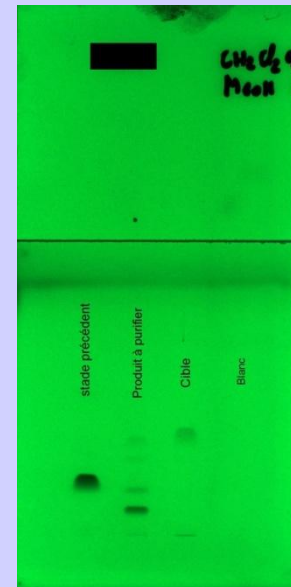
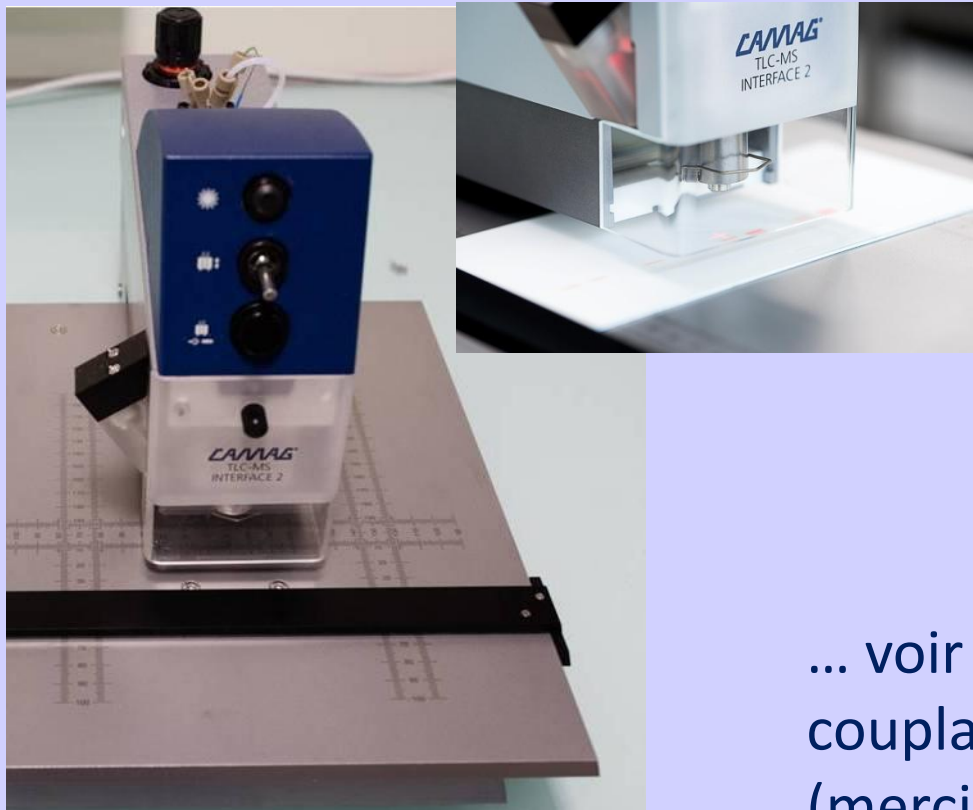


... à quand le prochain ?

# 2ème Atelier CCM - PREP



Contrôle des fractions grâce au couplage MS / 2 avec la spectrométrie de masse

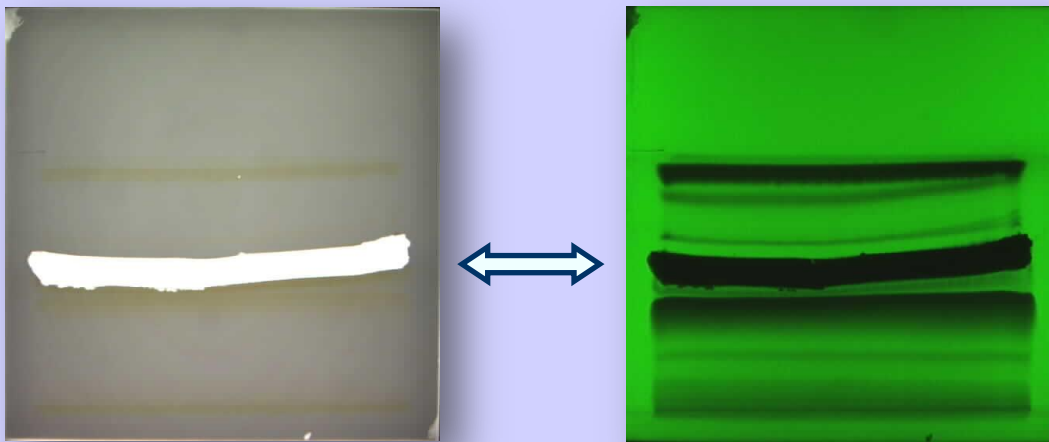


... voir les précédents ateliers couplage MS du Club de CCM (merci à Amélie Havard, Lyon 2015)

## 2ème Atelier CCM - PREP



la **purification sur plaque**, une alternative intéressante dans quels cas ?



(Purification de 160 mg d'échantillon issu de chimie parallèle Plaque de 0,5 mm après retrait de 120 mg sous lumière visible et UV à 254 nm. Merci à François Bretin)

## 2ème Atelier CCM - PREP



### **Vos contributions....**

- Quel retour d'expérience ?
- Quelles difficultés ?
- Quels besoins ?





## 2ème Atelier CCM - PREP

**Et après ....**

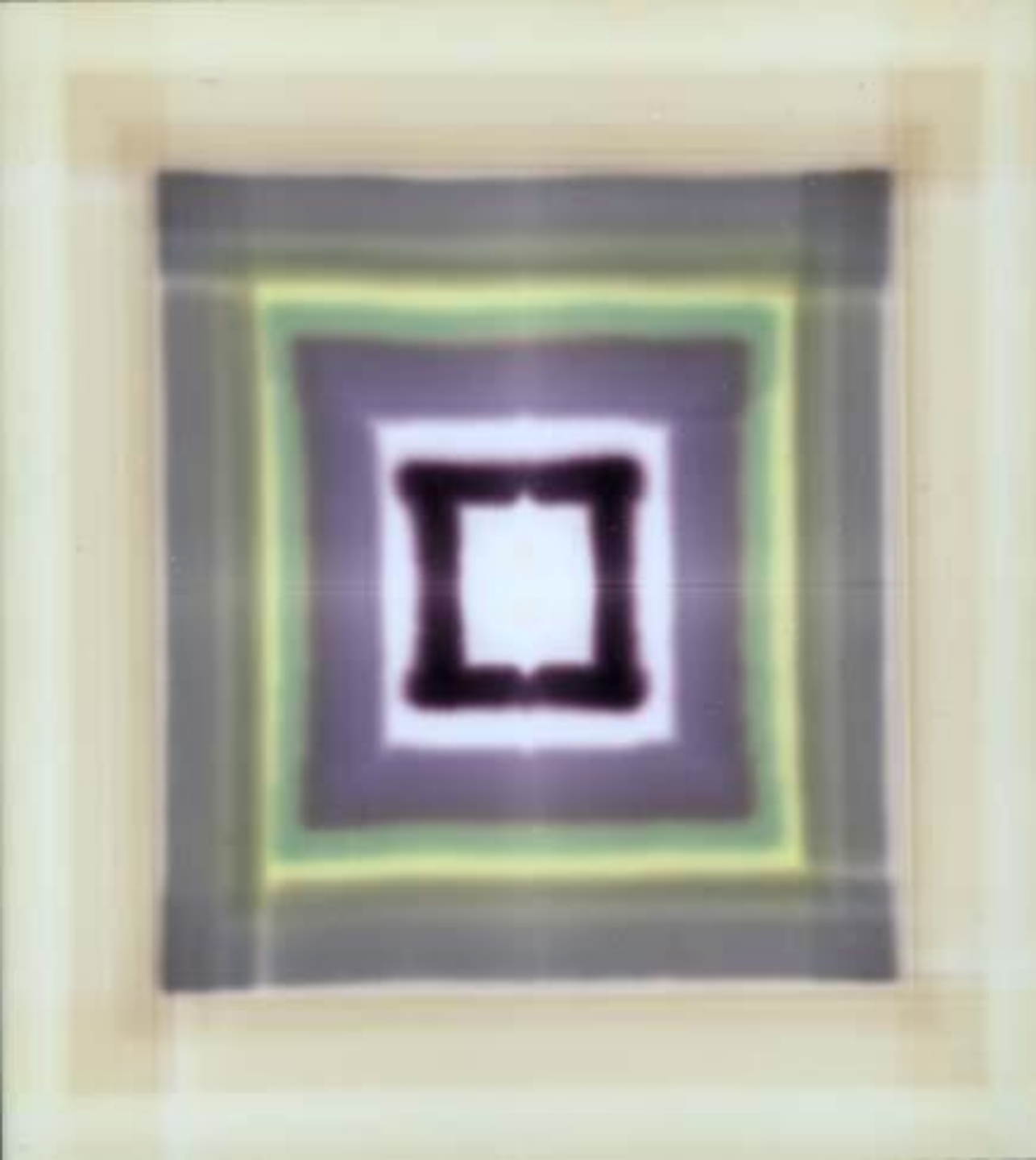
**-Le premier atelier avait donné le coup d'envoi du poster, qu'il faut refaire.**

**Une version corrigée, étendue ?**

( miscibilités, nouveaux éléments..., règles de transposition, quelle taille de poster ? modulaire ou pas ? qui serait prêt à participer ? )

**-formations (académiques, continue,... )**

**-autre chose ... ? communications (SPICA).**



*“Chromart” by  
Herbert Halpaap  
in 1986-1987*