

Mise au point d'un dosage par CLHP

On cherche à doser une solution contenant approximativement 1 g.L^{-1} de phénol. Mettre au point trois protocoles d'analyse par gamme d'étalonnage, méthode des ajouts dosés et étalon interne.

Données physico-chimiques

Phenol

Alternative names

Hydroxy benzene, carboic acid

Reference codes

CAS number	108 95 2	Hazchem code
UN number	1671	EPA code

Physical properties

Molecular weight	94	Cubic expansion coeff (per °C × 10 ³)	0.9
Empirical formula	C ₆ H ₆ O ₁	Surface tension (@55°C dyn/cm)	36.5
Boiling point (°C)	182	Absolute viscosity (@43°C cP)	4.3
Freezing point (°C)	+41	Refractive index (41°C)	1.542
Specific gravity (41/4)	1.058		

Aqueous effluent

Solubility of water in (25°C %w/w) **28.7**

Solvent properties

Solubility parameter	11.3	Kauri butanol value
Dipole (D) @40°C	2.2	Evaporation time (ether = 1)
Dielectric constant (60°C)	10.0	Evaporation time (BuAc = 1)
Polarity (water 100)	94.8	

Extrait de Smallwood I.M., Handbook of Organic Solvent Properties, Arnold, 1996.

Conditions opératoires issues de la bibliographie

Liquid Chromatography/Mass Spectrometry (LC/MS)

The column was Finepak Sil C18S (Jasco), 4.6 mm (i.d.) × 150 mm. The mobile phase, distilled water/acetonitrile (70/30 by vol), was delivered at a flow rate of 1 mL/min at ambient temperature.

Extrait de : Toshimitsu Niwa, Phenol and *p*-Cresol Accumulated in Uremic Serum Measured by HPLC, Clin. Chem., 1993, 39, p. 108-111.

CONDITIONS CHROMATOGRAPHIQUES

- Colonne chromatographique à phase silice greffée C18 (5 µm, dimensions 25 cm x 4,6 mm de diamètre interne par exemple).
- Volume de la boucle d'injection calibrée n µL (n variant de 10 à 20).
- Éluant à optimiser en fonction du type de colonne choisi, en général un mélange méthanol/eau (60/40 v/v) + 0,1 % H₃PO₄.
- Débit de l'éluant : de l'ordre de 1 mL/min.
- Détection U.V. : longueur d'onde 218 nm.



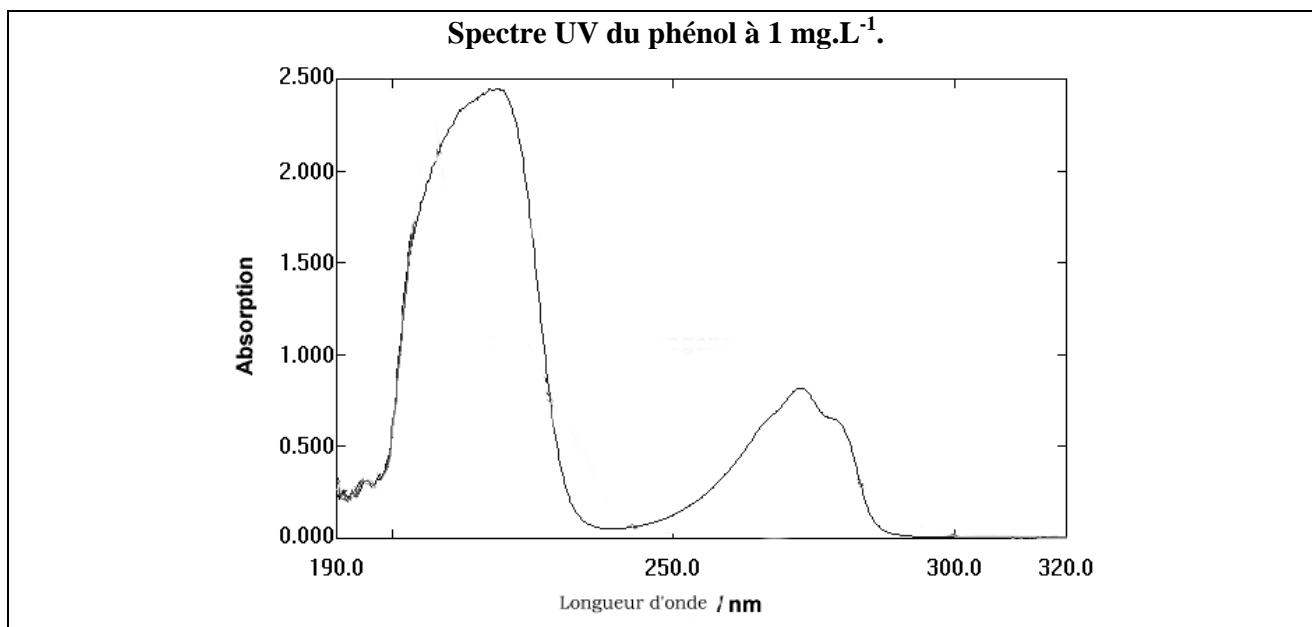
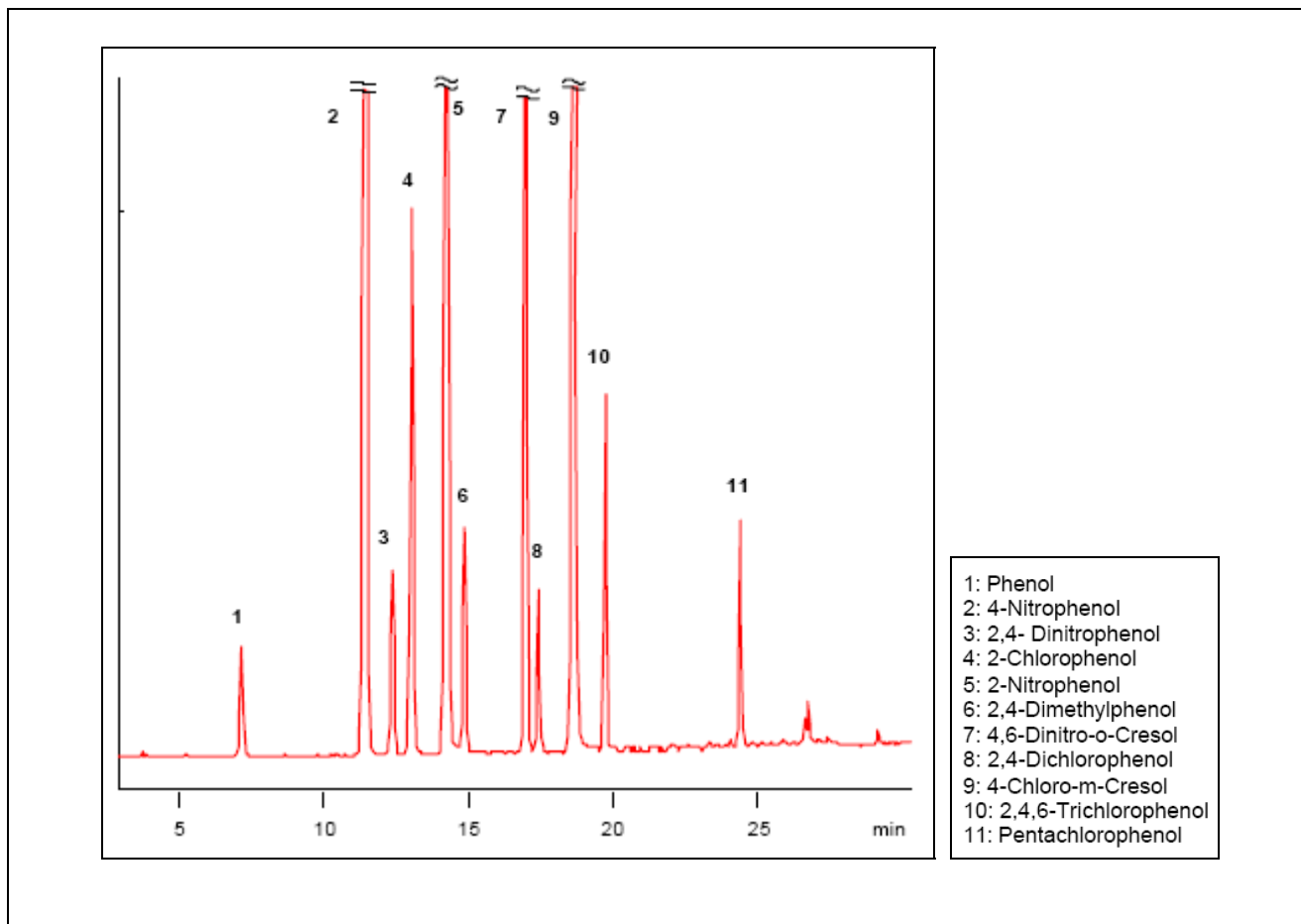
4/5

MÉTROPOL
PHÉNOL ET CRÉSOLS

Fiche 037

Mise à jour 25/08/04

Extrait de : [http://www.inrs.fr/INRS-PUB/inrs01.nsf/IntranetObject-accesParReference/Metropol+037/\\$File/037.pdf](http://www.inrs.fr/INRS-PUB/inrs01.nsf/IntranetObject-accesParReference/Metropol+037/$File/037.pdf)



Conditions d'analyse**Eluant**Solvant 1 : Solvant 2 : Proportions solvant 1 / solvant 2 (V/V) : pH : Débit : **Colonne**Longueur : Diamètre : Diamètre des particules : Température : **Détecteur**Type : Longueur d'onde de travail :

Dosage par courbe d'étalonnage

Etalon

Concentration de la solution étalon : Volume à préparer : Masse à peser :

Echantillon

Dilution préalable : Volume de la fiole : Volume à prélever :

Gamme

Volume des fioles :

CLHP

Volume injecté : Volume de la seringue :

numéro de la fiole	1	2	3	4	5
V(phénol)					
ρ (phénol étalon)					
Aire du pic de phénol					

 ρ (phénol) =

Dosage par la méthode des ajouts dosés

Etalon

Concentration de la solution étalon : Volume à préparer : Masse à peser :

Echantillon

Dilution préalable : Volume de la fiole : Volume à prélever :

Gamme

Volume des fioles :

CLHP

Volume injecté : Volume de la seringue :

numéro de la fiole	1	2	3	4	5
V (phénol à doser)					
V (phénol étalon)					
ρ (phénol étalon)					
Aire du pic de phénol					

 $\rho(\text{phénol}) =$

Dosage à l'aide d'un étalon interne

Choix de l'étalon interne :

Préparation de l'étalon interne

Volume de la fiole :

Concentration en étalon interne :

Volume à préparer :

Masse à peser :

Préparation de l'étalon en phénol

Volume de la fiole :

Concentration en phénol :

Volume à préparer :

Masse à peser :

Préparation de la fiole étalon

Volume de la fiole :

Concentration en étalon interne :

Volume à prélever :

Concentration en phénol :

Volume à prélever :

Préparation de la fiole échantillon

Volume de la fiole :

Volume d'étalon interne à prélever :

Volume de phénol à prélever :

CLHPVolume injecté : Volume de la seringue :

Composé	ρ	A
Etalon interne		
Phénol		

Composé	A	ρ
Etalon interne		
Phénol		

 $\rho(\text{phénol}) =$