

La Chromatographie Phase Gaz (CPG)

En CPG, on ne peut pas *a priori* prévoir les temps de rétention des constituants d'un mélange. Il est donc nécessaire de commencer par effectuer l'analyse de solutions étalons des produits de référence. Lors de l'analyse du mélange, les conditions de **température** et de **pression**, les **conditions d'injection**, la **colonne** et le **détecteur** devront être strictement identiques.

Préparation des références

A l'aide d'un Handbook, compléter le tableau suivant.

	Ethanol	Butanol	Chlorobenzène	Octane	Décane	Ether
$T_{eb} / ^\circ\text{C}$						
$M / \text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$						
d						
Phrases R						
Phrases S						
Moment dipolaire / D	1,7	1,66	1,3	0	0	1,3
Indice de polarité ¹	65,4	60,2	18,8	1,2	0,9	11,7

Préparer quatre tubes à hémolyse contenant environ 1 mL de chacun des 5 produits. Injecter en CPG (HP5890) sur la colonne polaire (FFAP 10m × 0,53mm ; gaz vecteur : $p(\text{H}_2) = 100 \text{ kPa}$, température de l'injecteur : $T_{\text{injecteur}} = 220 \text{ }^\circ\text{C}$, température initiale du four : $T_{\text{four init.}} = 60 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 0,4 min puis rampe de $\Delta T/\Delta t = 50 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, température finale du four : $T_{\text{four final}} = 170 \text{ }^\circ\text{C}$, détecteur de type catharomètre) un volume de 0,1 μL de chacun des produits purs à l'aide d'une seringue de 1 μL .

- Remplir le tableau suivant en reportant les temps de rétention (t_r) et les surfaces indiquées par l'intégrateur (A), les quantités de matière injectées ($n_{\text{injecté}}$) et les masses injectées ($m_{\text{injectée}}$) à calculer à partir des volumes prélevés.

Colonne polaire ; $V_{\text{injecté}} = 0,1 \mu\text{L}$					
	t_r / min	A / unité arbitraire	$\%_{\text{int}} = A_i/A_T$	$n_{\text{injecté}} / \mu\text{mol}$	$m_{\text{injectée}} / \mu\text{g}$
Octane					
Octane					
Décane					
Chlorobenzène					
Ethanol					
Butanol					

- Conclure sur la répétabilité de l'injection en calculant $r_A = \Delta A / \langle A \rangle$ et $r_{t_r} = \Delta t_r / \langle t_r \rangle$ des deux injections d'octane.
- Renouveler dans les mêmes conditions sur la colonne apolaire (HP1 10m × 0,53mm).

Colonne apolaire ; $V_{\text{injecté}} = 0,1 \mu\text{L}$			
	t_r / min	A / unité arbitraire	$\%_{\text{int}} = A_i/A_T$
Octane			
Décane			
Chlorobenzène			
Ethanol			
Butanol			

- En déduire l'influence du changement de polarité de la colonne sur l'ordre de sortie des produits.
- A quel(s) paramètre(s) physico-chimique(s) peut-on relier l'ordre de sortie des produits sur la colonne apolaire ?
- A quel(s) paramètre(s) physico-chimique(s) peut-on relier l'ordre de sortie des produits sur la colonne polaire ? Autrement dit, pourquoi l'octane sort-il en premier ? Pourquoi le chlorobenzène sort-il en dernier ? Pourquoi le butanol sort-il avant-dernier ?

¹ L'indice de polarité est une grandeur comprise entre 0 (substance totalement apolaire) et 100 (valeur prise en référence pour l'eau). Calculé sur la base de grandeurs thermodynamiques (de solubilité et de changement d'état), il met en évidence le caractère plus ou moins polaire d'une molécule.

Préparation du premier mélange

Préparer un mélange en plaçant dans un flacon propre avec précision environ 150 à 200 mg d'octane, de chlorobenzène et de décane. Injecter en CPG sur la colonne apolaire un volume de 0,1 μL :

7. Remplir le tableau suivant en reportant les temps de rétention (t_r) et les pourcentages surfaciques ($\%_{\text{int}} = A_i/A_T$) fournis par l'intégrateur, les pourcentages massiques ($\%(m_i/m_T)$) et molaires ($\%(n_i/n_T)$) à calculer à partir des masses pesées et volumes prélevés.

	Octane	Chlorobenzène	Décane
m / mg			
t_r / min			
$\%_{\text{int}} (A_i/A_T)$			
$\% (m_i/m_T)$			
$\% (n_i/n_T)$			

8. Déduire, en comparant $\%_{\text{int}}$, $\%(m_i/m_T)$ et $\%(n_i/n_T)$, à quelle grandeur est proportionnelle la surface d'un constituant donné du chromatogramme.

Préparation du deuxième mélange

Préparer un deuxième mélange en pesant avec précision environ 150 mg de décane et 150 mg de chlorobenzène.

	Décane	Chlorobenzène
m / mg		

Conditions 1 : Injecter en CPG (HP5890) sur la colonne polaire (FFAP 10m \times 0,53mm ; gaz vecteur : $p(\text{H}_2) = 100 \text{ kPa}$, température de l'injecteur : $T_{\text{injecteur}} = 220^\circ\text{C}$, température initiale du four : $T_{\text{four init}} = 60^\circ\text{C}$ pendant 0,4 min puis rampe de $\Delta T/\Delta t = 50^\circ\text{C}/\text{min}$, température finale du four : $T_{\text{four final}} = 170^\circ\text{C}$, détecteur de type catharomètre) un volume de 0,1 μL du mélange à l'aide d'une seringue de 1 μL .

Conditions 1	Décane		Chlorobenzène	
	Col. polaire	Col. apolaire	Col. polaire	Col. apolaire
t_r / min				
$\%_{\text{int}}$				

Conditions 2 : Injecter en CPG (HP5890) sur la colonne polaire (FFAP 10m \times 0,53mm ; gaz vecteur : $p(\text{H}_2) = 100 \text{ kPa}$, température de l'injecteur : $T_{\text{injecteur}} = 220^\circ\text{C}$, température initiale du four : $T_{\text{four init}} = 60^\circ\text{C}$; rampe de $\Delta T/\Delta t = 30^\circ\text{C}/\text{min}$, température finale du four : $T_{\text{four final}} = 150^\circ\text{C}$, détecteur de type catharomètre) un volume de 0,1 μL du mélange à l'aide d'une seringue de 1 μL .

Conditions 2	Décane		Chlorobenzène	
	Col. polaire	Col. apolaire	Col. polaire	Col. apolaire
t_r / min				
$\%_{\text{int}}$				

9. Conclure sur l'influence des modifications d'injection.

Influence de la présence d'un solvant

Ajouter dans 200 μL du mélange un volume de 5 mL d'éther diéthylique. Injecter dans les conditions 1 sur la colonne polaire un volume de 0,1 μL :

	Ether	Chlorobenzène	Décane
t_r / min			
$\%_{\text{int}}$			

Renouveler sur une colonne apolaire :

	Ether	Chlorobenzène	Décane
t_r / min			
$\%_{\text{int}}$			

10. Conclure sur l'influence de l'ajout d'un solvant volatil.