

Chromatographie en phase vapeur (CPV, GC)

CHM302 – 11/09/08 – Cours 6

Chromatographie en phase gazeuse

Chromatographie de partage

Méthode analytique

Principe de séparation :

Les produits sont séparés selon leur différence de solubilité dans la phase stationnaire

Applications :

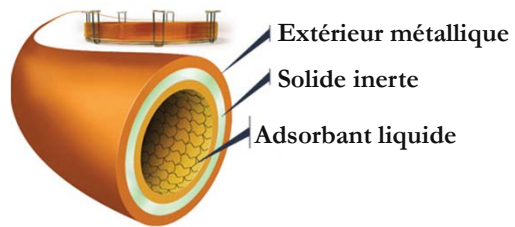
Très petites quantités (< 1 mg) de produits thermiquement stables assez volatils ($T_{\text{éb}} < 250 \text{ °C}$)



Chromatographie en phase gazeuse

Phase stationnaire : Liquide adsorbé à la surface d'un solide inerte

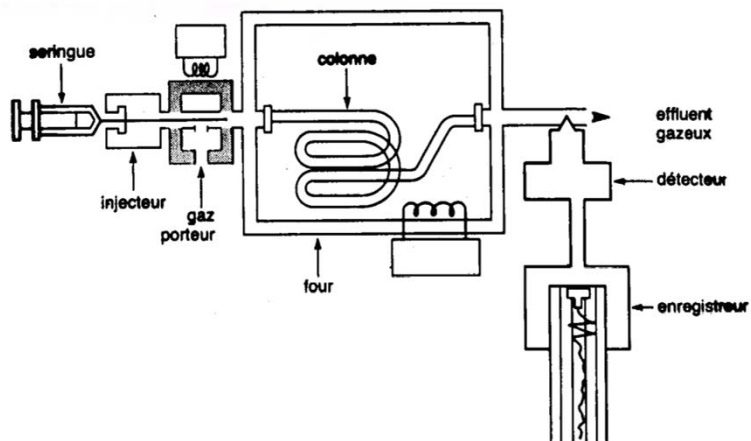
Phase mobile : Gaz vecteur (He, N₂)



3

Chromatographie en phase gazeuse

Les éléments d'un chromatographe :



4

Chromatographie en phase gazeuse

Les éléments d'un chromatographe :

- Seringue: 1-10 μL
Rincage : Et_2O , Acétone, échantillon
- Injecteur
Vaporisation de l'échantillon: $T^\circ_{\text{injection}} > T^\circ_{\text{éb}}$ (min 20-30°)
- Colonne placée dans un four
Différents types:
 - Colonne paquetée (diamètre 2-3 mm, longueur 2-4 m)
 - De type capillaire (diamètre 0,1-0,2 mm, longueur 20-60 m).

Il existe des centaines d'absorbants différents de polarité variable.

5

Chromatographie en phase gazeuse

Les éléments d'un chromatographe :

- Détecteur
Différents types :
 - Ionisation de flamme (FID)
 - Capture d'électron
 - Conductibilité thermique
 - Spectromètre de masse (GC-MS)
- Intégrateur
Enregistrement du signal en fonction du temps
Intégration (calcul de la surface) des pics
L'aire est \sim proportionnelle à la concentration du produit...?

$t = 0 \text{ min} \rightarrow$ injection

$t_r =$ temps de rétention

Le temps de rétention dépend des conditions expérimentales.

\rightarrow Prenez-les en note!

6

Chromatographie en phase gazeuse

Principe de séparation et ordre de sortie des produits :

Les composés se retrouvent en équilibre entre la phase mobile (dans laquelle ils sont gazeux) et la phase stationnaire (dans laquelle ils sont liquides).

À $T^{\circ}_{\text{ambiante}}$, la concentration des composés organiques dans le gaz vecteur est faible. La colonne est dans un four à T° programmable. Lorsque T° à P_0 donc la concentration dans le gaz vecteur augmente.

Les produits sont séparés en fonction de leur différence d'affinité pour la phase stationnaire et la phase mobile.

- Sur une colonne **polaire** : Produits **non-polaires** sortent en premier.
- Sur une colonne **non-polaire** : Produits **polaires** sortent en premier.

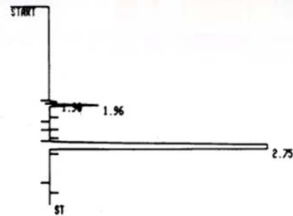
} $T^{\circ}_{\text{éb}}$

L'influence de la $T^{\circ}_{\text{éb}}$ est *majeure* dans le cas d'une colonne non-polaire.

7

Chromatographie en phase gazeuse

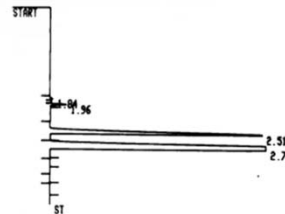
Exemples de chromatogrammes :



RUN # 53 OCT/15/02 15:17:49

RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
1.96	445110	BH	0.029	0.706
1.96	2612500	SMB	0.026	4.146
2.75	5.9994E+07	+SPB	0.115	95.148

TOTAL AREA= 6.3811E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00



RUN # 54 OCT/15/02 15:27:18

RT	AREA	TYPE	AR/HT	AREA%
1.84	137110	D PV	0.024	1.832
1.96	837070	D VB	0.025	27.530
2.51	2.2340E+07	SBB	0.051	71.249
2.75	5.7774E+07	+SPB	0.111	

TOTAL AREA= 8.1008E+07
MUL FACTOR= 1.0000E+00

Ratio GC, pas proportionnel au nombre de moles

$A = k m$

8



Chromatographie en phase gazeuse

Facteurs influençant la qualité de la séparation :

- Longueur de la colonne
- Diamètre de la colonne
- Nature de la colonne
- Débit du gaz vecteur
- Température du four

Analyse quantitative vs qualitative :

- Utilité d'un étalon interne

Préparation d'un échantillon :

- Quantité ? Produit pur ? Solvant d'injection?