

## Série TD5 Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

### Exercice

L'analyse d'une huile riche en acide gras insaturés par une chromatographie en phase gazeuse dont les conditions expérimentales sont les suivantes : Colonne présente 30m de long et de diamètre interne de 0,25 mm. La phase stationnaire diméthylpolysiloxane (HP-5MS). Température de l'injecteur : 250 °C Température du détecteur MS (interface) : 280 °C ; Gaz vecteur Gaz : Hélium Débit : 1,0 mL/min (constant flow), Volume injecté : 1 µL Solvant : Hexane (ou autre solvant organique volatil compatible), l'analyse a permis de mettre

Les composés identifiés : Méthyl stéarate ( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOCH}_3$ ) (220 °C); Méthyl palmitate ( $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{14}-\text{C}(=\text{O})-\text{O}-\text{CH}_3$ ) (338 °C); Méthyl oléate ( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOCH}_3$ ) (168 °C); méthyl arachidique ( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{COOCH}_3$ ) (215 °C); Méthyl linoléate ( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3(\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH})_2(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{CH}_3$ ) (212 °C)

Composé	Temps de rétention (min)	Largeurs à la base (min)
2	0,8	0,27
3	2,8	0,39
4	3,2	0,50
5	4,1	0,55

$t_m = 0,5\text{min}$

- 1) Combien de composés ont été identifiés ? Justifier votre réponse
- 2) Donner l'ordre de l'élution pour chaque composé ? Justifier cet ordre d'élution
- 3) Déterminer les  $t_r'$  des composés identifiés
- 4) Déterminer le facteur de sélectivité entre les composés 3 et 4. Que représente ce facteur ?

### Exercice 2 :

On analyse un mélange de trois esters (A, B et C) par chromatographie en phase gazeuse (CPG) équipée d'un détecteur FID. Conditions expérimentales : Colonne capillaire (Diméthylpolysiloxane Gaz vecteur : hélium, Température isotherme : 120 °C, Temps mort (temps de passage du gaz non retenu) :  $t_0 = 0,8\text{ min}$

Composé	Temps de rétention (min)	Largeur à la base (min)
A	2,5	0,30
B	4,0	0,40
C	5,5	0,50

- 1) Donner l'ordre d'élution des composés ? justifiez votre réponse
- 2) Calcul du facteur de capacité  $k'$  ? que déduisez vous
- 3) Calcul de l'efficacité de la colonne
- 4) Calcul de la résolution entre deux pics B et C ? que pensez vous

### Exercice 3

On considère les phases stationnaires suivantes utilisées en chromatographie en phase gazeuse (CPG) :

A : 100 % diméthylpolysiloxane, B : 5 % phényl – 95 % diméthylpolysiloxane, C : 50 % phényl – 50 % diméthylpolysiloxane, D : polyéthylène glycol (PEG), E : cyanopropyl polysiloxane

### Question

- 1) Classer ces phases stationnaires de la moins polaire à la plus polaire.

On souhaite séparer le mélange suivant : hexane (apolaire), acétone (polaire), éthanol (très polaire)

- 2) Quelle phase stationnaire choisir pour :
  - a) une séparation basée principalement sur la volatilité ?
  - b) une bonne séparation des composés polaires ?
- 3) Sur une colonne très apolaire : quel composé sortira en premier ? pourquoi ?
- 4) Sur une colonne très polaire : quel composé sortira en premier ? pourquoi ?