

# Chromatographies analytiques

Biblio: - Analyse chimique, F. Rouessac

- Techniques expérimentales en chimie, A-S Bernard
- Fundamentals of analytical chemistry, D. Shoog (= Chimie Analytique)
- Culturesciences

- T.I. p1485, CPV

## I) Historique et déf.

Inventée au XX<sup>e</sup> par le russe Tswett → séparat mélange de pigments végétaux sur colonne de carbonate de calcium. (Bernard p 111, Shoog p 864, Rouessac p 6)

Chromatographie: méthode de séparat basée sur la migration différentielle entre une  $\varphi$ . stat<sup>ne</sup> et une  $\varphi$ . mobile.

## II) Chromatographie sur couche mince (fiche n° 20, Bernard) Rouessac p 100-106

= chromatographie d'adsorpt

\* Signat' dépend de: → l'adsorpt des composés sur la  $\varphi$ . stat<sup>ne</sup>

→ la solubilisation des composés dans l'éluant

→ l'adsorpt de l'éluant sur la  $\varphi$ . stat<sup>ne</sup> ("à la place" des composés).

\* Gouvernée par interact' fbles: VdW ou l.H → polarité et proticité = importantes.

### A) Phase stationnaire (schéma de Bernard p 112)

= soit silice ( $\text{SiO}_2$ ) déposée sur verre, Al ou plastq ac gpts silanols en surf  
ou en alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

→ polaire; protique

Rq: Pour un m<sup>e</sup> éluant, un composé est ⊕ retenu si ⊕ polaire et protq → ⊕ d'interact' ac silice

### B) Phase mobile = éluant (schéma p 112 Bernard)

= caract. par sa polarité et proticité.

Rq: → ⊕ éluant polaire et protq → ⊕ les composés vont migrer → ⊕ d'interact' ac composé.

C) Révélateur

- \* Visuel si composés colorés
- \* Ac UV si " abs. UV. (254 nm)
- \* Ac un agent  $X_T$  (ac. phosphomolybdique,  $K_2MnO_4$  ...)

D) Interprétation

\* On déf le rapport frontal:  $R_f = \frac{\text{dist. parcourue par soluté}}{\text{dist. parcourue par éluant}}$   $\rightarrow$  caract. d'une exp.  $X_T$  ac un éluant et une  $T. stat^{on}$  donnée.

(Rouessac p.105) Facteur de rétention:  $k = \frac{1}{R_f} - 1$

Rq: CC  $\Pi$  quantitatives (ac densitomètre) cf Rouessac p.105

III) Chromatographies <sup>analytiques</sup> sur colonne: HPLC et CPV

PN 1552 A) Chromatographie en phase gaz (Rouessac chap 3; Skoog chap 32)   
 *cultures océaniques*   
 *schéma gé*

= Chromatographie de partage

\*  $T. mobile$  = gaz vecteur inerte ( $H_2, N_2$  ...)

\* Injecteur  $\rightarrow$  à vaporisation directe

$\rightarrow$  ac ou sans division pour les colonnes capillaires

$\rightarrow$  à T programmable

$\rightarrow$  à fd de colonne

\* Colonne:  $\rightarrow$  remplies ac support poreux et inerte fait ac diatomites

$\rightarrow$  capillaires: g $\acute{e}$ t en silice fondue de g $\acute{e}$ de pureté

} schéma cf cultures océaniques

\*  $T. stat^{on}$ :  $\rightarrow$  polysiloxanes

$\rightarrow$  Polyéthylène glycol (PEG)

$\rightarrow$   $T. chirale$  (ex: ac cyclodextrines)

$\rightarrow$   $T. stationnaires solides$

} cf Rouessac

\* Détecteurs → à ionisation de flamme : combustion échantillon en ions et part. chargés → courant ionique → détect.

→ thermoionique

→ à capture d'e<sup>-</sup>

→ à photoionisation

} = sélectifs

\* Indices de rétention et cotés des p. stat<sup>ne</sup> (cf Rouessac p 80-84)

↳ droites de Kovats et indice de rétention de Kovats

↳ cotés de  $\tau_c$  Reynolds des p. stat<sup>ne</sup>

Rq: → t<sub>p</sub> rétention ↑ si composés interagissent avec colonne et → qd T four ↑ ou débit de gaz ↑ (→ ⊖ bonne séparation).

B) High-Performance Liquid Chromatography (cf fiche<sup>chromato</sup> de méth. de séparat)

Rouessac chap 2

Shoog chap 33