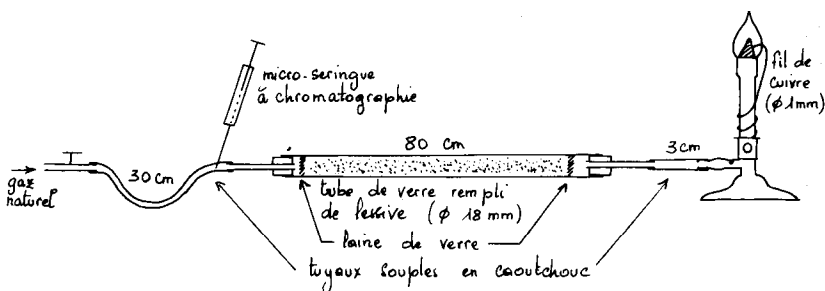


Un chromatographe en phase gazeuse à peu de frais

par Danielle PREVOTEAU,
L.T. de Gennevilliers (92230).

La chromatographie en phase gazeuse est une méthode très utilisée en chimie pour séparer et analyser de petites quantités de produit. Le chromatographe en phase gazeuse est un appareil assez complexe et surtout très onéreux. On peut cependant construire un modèle très bon marché, avec un matériel de laboratoire commun, permettant ainsi d'illustrer cette méthode devant des élèves.

L'appareil que nous allons décrire ne permettra pas de séparer n'importe quels produits, mais seulement des produits volatils, pour permettre une injection à température ambiante, et que l'on pourra détecter simplement à la sortie de la colonne.



Le chromatographe comprend trois parties principales :

- la chambre d'injection,
- la colonne où se fait la séparation,
- le détecteur.

Le gaz vecteur sera ici le gaz de ville.

1) LA ZONE DE SEPARATION.

Elle consiste en un tube de verre rempli d'un détergent en granulés (Tide), bouché à chaque extrémité par des petits morceaux de laine de verre. Une des extrémités est reliée à une sortie de gaz naturel, à l'aide d'un tuyau en caoutchouc. L'autre extrémité est directement reliée au détecteur à l'aide d'un tuyau souple.

2) LA ZONE D'INJECTION.

L'injection doit se faire impérativement près de l'entrée de la colonne. Les échantillons sont injectés directement dans le courant de gaz naturel, à travers le tuyau en caoutchouc, à l'aide d'une micro-seringue à chromatographie.

3) LE DETECTEUR.

La détection utilise le test de Beilstein : un composé halogéné passant dans le gaz produit sur le cuivre une flamme bleu-vert, à condition que l'extrémité du fil de cuivre plonge dans la zone réductrice de la flamme.

Les opérations doivent être conduites de la façon suivante :

Le gaz est ouvert, le bec est allumé et le fil de cuivre ajusté pour donner une flamme claire. Un échantillon d'un composé halogéné (CH_2Cl_2 , CHCl_3 , CCl_4 , $\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$, $\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{Cl}$...) est injecté en même temps que l'on déclenche le chronomètre. On mesure le temps de rétention du produit dans les conditions de l'expérience (temps qui sépare l'injection, de l'apparition de la flamme verte).

Avant de recommencer une nouvelle injection, il faut attendre que la colonne soit purgée (on dit retrouver une flamme bleue).

Les temps de rétention sont concordants à plus ou moins 10 s près.

Pour des échantillons de 1 μl , on a trouvé :

CHCl_3 $t_r = 6$ minutes,

CCl_4 $t_r = 4$ minutes,

CH_2Cl_2 $t_r = 2$ minutes.

Si on injecte un mélange de composés halogénés, on observe plusieurs pics d'intensité pour la flamme verte. On sépare très bien CH_2Cl_2 et CHCl_3 , ou bien les cis et trans dichloroéthylène dans un mélange.

Cette méthode est sensible puisqu'elle permet de détecter des traces de chloroforme lorsqu'un mélange eau-chloroforme a été agité, en injectant la phase aqueuse.

Cette manipulation a été expérimentée en lycée technique, pour des élèves de terminale F_6 .

BIBLIOGRAPHIE

Journal of Chemical Education.