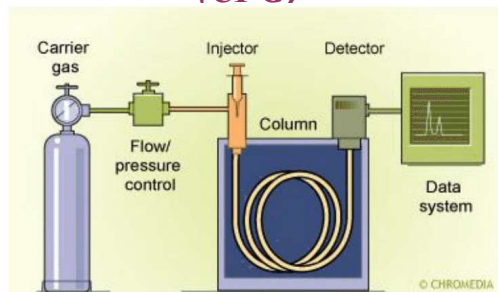
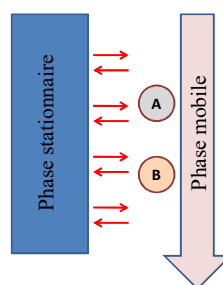


Chromatographie en phase gazeuse (CPG)



Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

1- Généralités sur la CPG



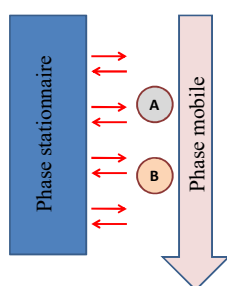
➤ Méthode de séparation de composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par élévation de température sans décomposition.
➤ les analytes doivent être stables aux températures exposées dans l'injecteur et/ou dans la colonne.

➤ Phase stationnaire **liquide** ou **solide**
➤ Phase mobile **GAZEUSE**

➤ La séparation exige des quantités de l'ordre de **mg** seulement ; parfois même de **µg**. (**pg** pour certains composés).

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

1- Généralités sur la CPG



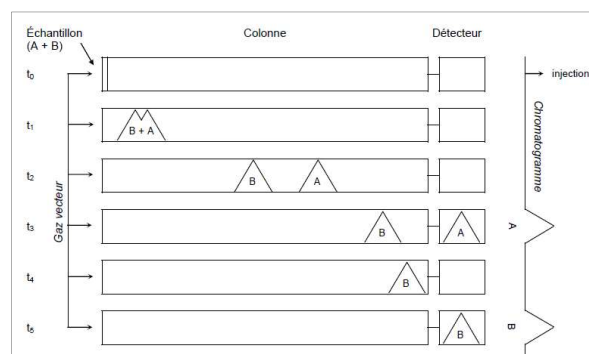
➤ ÉCHANGE de molécule GAZEUSE entre phase stationnaire et phase mobile

Mécanisme de rétention:

➤ Adsorption
➤ Partage

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

2- Principe de la CPG

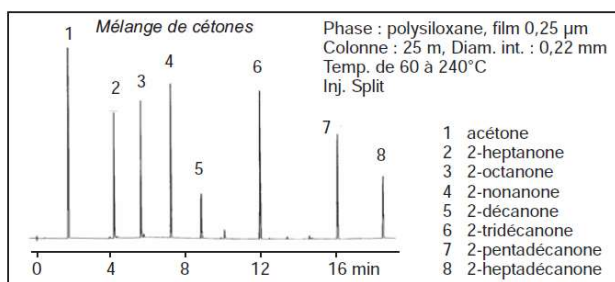


Séparation d'un mélange de deux composés en CPG

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

2- Principe de la CPG

Exemple de séparation d'un mélange de cétones



Chromatogramme d'un mélange de cétones.

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

3- Types de la CPG

Chromatographie gaz solide (CGS) :

Chromatographie d'adsorption. Peu utilisée en raison des traînées dans les pics d'élution provoquées par la non linéarité du processus d'adsorption.

Chromatographie gaz liquide (CGL) :

Basée sur le partage des constituants à séparer, les solutés, entre une phase gazeuse mobile inerte appelée gaz vecteur et une phase liquide fixée sur la surface d'un support poreux inactif.

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

4- Appareillage

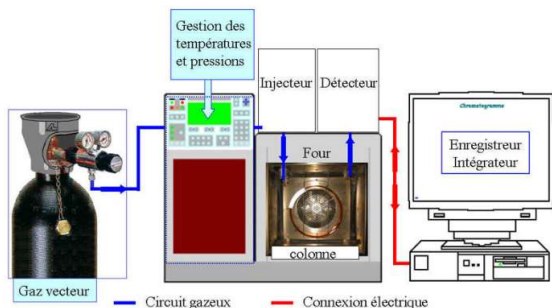


Schéma de fonctionnement d'une chaîne chromatographique gazeuse

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

4- Appareillage

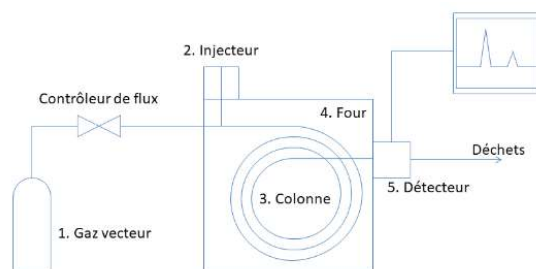


Schéma simplifié d'un chromatographe en phase gazeuse

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

4- Appareillage

4-1- Gaz vecteur

- **Nature** : Gaz inerte
 - ✓ Hélium
 - ✓ Diazote
 - ✓ Argon
 - ✓ Dihydrogène...
- **Propriété** : inerte vis-à-vis des solutés et des PS.

Il n'y a pas d'interaction entre le gaz et la phase stationnaire

Il n'y a pas d'interaction entre le gaz et les solutés

Le gaz doit être d'une très grande pureté

- **Choix du gaz vecteur** :
 - ✓ Détecteur utilisé
 - ✓ Coût de fonctionnement...

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

4- Appareillage

4-2- Système d'injection (Injecteur)

Permet l'introduction de l'échantillon dans le chromatographe, par l'intermédiaire d'une micro-seringue dont la capacité varie habituellement de 1 à 10 μL .

■ Rôle

- Interface permet d'introduire l'échantillon dans le chromatographe.
- Système de vaporisation (dans le cas d'un échantillon liquide ou solide).
- Organe de transfert dans la colonne chromatographique.



Seringue de 10 μL , utilisé en CPG.

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

4- Appareillage

4-3- Four

Enceinte thermostatée dans laquelle se trouve la colonne possédant un **système de ventilation**.



Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

4- Appareillage

4-3- Four

- Élément essentiel dans les chromatographes modernes
- Il doit posséder une excellente stabilité thermique (jusqu'à 450°C)
- Homogénéité de la température assurée par un ventilateur
- Programmeur de température
- Doit chauffer et refroidir très rapidement

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

4- Appareillage

4-4- Colonne (PS)

- Deux principaux types de colonne en CPG

• Les colonnes remplies

- ✓ Verre, métal
- ✓ Courte (1 à 10 m) et épaisse (1 à 4 mm)



• Les colonnes capillaires

- ✓ Silice fondue
- ✓ Longue (10 à 100 m) et très fine (100 à 250 µm)



Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

4- Appareillage

4-4- Colonne (Phase Stationnaire)

Il existe plusieurs critères importants pour choisir une phase stationnaire :

- Elle ne doit pas réagir avec les solutés
- Elle doit être thermiquement stable
- Elle doit avoir une faible volatilité
- Elle doit avoir une polarité adaptée aux composants de l'échantillon.

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

4- Appareillage

4-5- Détecteur

- Les détecteurs sont des dispositifs qui rendent compte des changements de composition de l'éluant en sortie de colonne par la mesure de propriétés chimiques ou physiques.
- La réponse doit être aussi proportionnelle que possible à la quantité injectée.

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

4- Appareillage

4-5- Détecteur

- 3 types de détecteurs :

1. **Les détecteurs Universels** : Détecteur à conductivité thermique (DCT) ou catharomètre, Détecteur à ionisation de flamme (DIF).
2. **Les détecteurs Spécifiques** : Détecteur à capture d'électrons (DCE), Photomètre de flamme : (F.P.D.) ...etc
3. **Les détecteurs Couplés** :
Détecteur Infrarouge.
Détecteur de masse: GC-MS : spectromètre de basse résolution

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

4- Appareillage

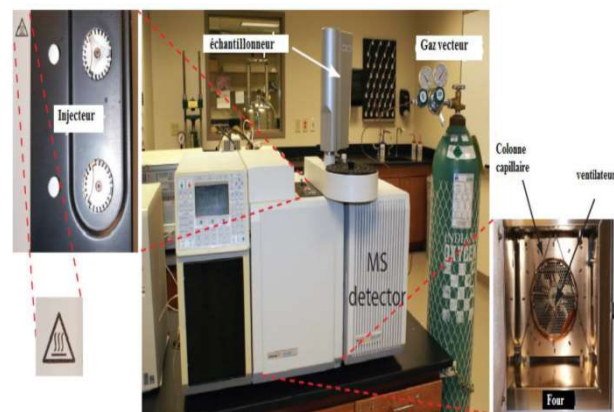
4-5- Détecteur

- 2 types de réponse

- Proportionnelle au débit massique
- Proportionnelle à la concentration du soluté dans la phase mobile

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

4- Appareillage



Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

5- Optimisation de séparation

Plusieurs facteurs influencent la séparation d'un mélange analysé par CPG

- ◆ La température
- ◆ Le débit du gaz vecteur
- ◆ La longueur de la colonne
- ◆ La nature de la phase stationnaire

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

5- Optimisation de séparation

5-1- La température

La température est un paramètre majeur en GPG

Le volume de rétention V_R varie selon la loi :

$$\text{Log}(V_R) = (a/T) + b$$



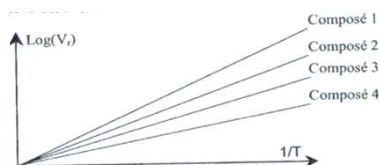
Si T augmente : le volume de rétention diminue et donc le temps de rétention diminue

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

5- Optimisation de séparation

5-1- La température

Représentation de l'équation $\text{Log}(V_R) = (a/T) + b$ pour une série de composés homologues



- Plus la température est forte, plus la séparation est rapide
- A très forte température, il n'y a plus de séparation

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

6- Avantages et inconvénients de la CPG

6-1- Avantages:

- ** Analyse rapide, généralement en quelques minutes
- ** Efficace, offrant une haute résolution
- ** Sensible, détectant facilement les ppm et souvent les ppb
- ** Analyse quantitative très précise, RSD typiques de 1 à 5 %
- ** Nécessite de petits échantillons, généralement μL
- ** fiable et relativement simple
- ** Peu coûteuse

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

6- Avantages et inconvénients de la CPG

6-1- Inconvénients :

- ** Limité aux échantillons volatils
- ** Ne convient pas aux échantillons thermiquement labiles
- ** Assez difficile pour les grands échantillons préparatoires
- ** Nécessite une spectroscopie, généralement une spectroscopie de masse, pour la confirmation de l'identification des pics

Chromatographie en phase gazeuse (CPG)

7- Domaines d'applications

6-1- Applications quantitatives :

La chromatographie en phase gazeuse est largement utilisée pour l'analyse d'un large éventail d'échantillons dans les laboratoires **environnementaux, cliniques, pharmaceutiques, biochimiques, alimentaires et pétrochimiques**.

6-1- Applications qualitatives :

Identification des composants d'un mélange