

## APPLICATION DES CHROMATOGRAPHIES SUR COUCHE MINCE ET GAZ-LIQUIDE À L'ANALYSE QUALITATIVE ET QUANTITATIVE DES ESTERS DES ACIDES ALIPHATIQUES DICARBOXYLIQUES

J. BLOOM

Université de Liège, Laboratoire de Bromatologie, 151, Boulevard de la Constitution, 4020 Liège (Belgique)\*

(reçu le 3 septembre 1974; manuscrit modifié reçu le 17 juni 1975)

---

### SUMMARY

*Application of thin-layer and gas-liquid chromatography to the qualitative and quantitative analysis of aliphatic dicarboxylic acid esters*

Qualitative and quantitative analysis of aliphatic dicarboxylic acid esters is not easy. Thin-layer chromatography alone is ineffective. However, good results can be obtained by coupling gas-liquid and thin-layer chromatography.

---

### INTRODUCTION

Les esters des acides dicarboxyliques aliphatiques (adipates, azélates, sébacates, etc.) occupent une place de choix parmi les plastifiants destinés à la fabrication d'emballages pour les denrées alimentaires.

L'analyse spectroscopique vibrationnelle<sup>1,2</sup>, pour l'analyse directe, ne peut amener une identification lorsque plusieurs composés sont en présence.

Parmi les techniques de séparation, la chromatographie sur couche mince a été utilisée avec succès par Copius Peereboom<sup>3</sup>, lequel a été imité par divers auteurs<sup>4-7</sup> avec des bonheurs divers. Haase<sup>8</sup> améliora l'analyse par association de la chromatographie sur couche mince et de la spectroscopie infra-rouge. Toutefois la chromatographie en phase gazeuse, présentant une plus grande souplesse dans la séparation, trouva de nombreux adeptes<sup>14-20</sup> et principalement Guiochon et ses collaborateurs<sup>9-13</sup>.

L'analyse isothermique, utilisée par la majorité des auteurs, présente certaines lacunes que la chromatographie en programmation de température, préconisée par Eposito<sup>14</sup>, Wandel et Tengler<sup>15</sup>, Trowell et Philpot<sup>20</sup> et Krishen<sup>21</sup>, tenta de combler. Cette technique permet l'analyse directe de plastifiants plus lourds c'est-à-dire à chaînes alkyles plus longues. On a aussi utilisé la transestérification des esters et l'analyse des alcools supérieurs.

Les auteurs précités ne purent apporter une technique de séparation que pour

---

\* Directeur: Professeur A. Fouassin.

## TABLEAU I

## NOMENCLATURE

Les esters sont classés dans l'ordre d'élution en chromatographie en phase gazeuse dans les conditions adoptées et dans leur groupe respectif.

No.	Dénomination chimique	Symbole dans le texte	Symbole dans les figures
<i>Esters de l'acide adipique</i>		R <sub>2</sub> Ad	
1	Diméthyle adipate	DMAAd	A
2	Diéthyle adipate	DEAd	B
3	Di- <i>n</i> -propyle adipate	DPrAd	C
4	Di- <i>n</i> -butyle adipate	DBAd	D
5	Diméthoxyéthyle adipate	DMEAAd	E
6	Diéthoxyéthyle adipate	DEEAAd	F
7	Dicyclohexyle adipate	DcHAAd	G
8	Di-(2-éthylhexyle) adipate	D <sub>2</sub> EHAAd	H
9	Benzyle (2-éthylhexyle) adipate	BzEHAAd	I
10	Di-(3,5,5-triméthylhexyle) adipate	D <sub>355</sub> TMHAAd	J
11	Di- <i>n</i> -octyle adipate	DnOAd	K
12	Dibenzyle adipate	DBzAd	L
13	Di- <i>n</i> -nonyle adipate	DnNAAd	M
14	Di- <i>n</i> -décyle adipate	DnDAAd	N
<i>Esters de l'acide azélaïque</i>		R <sub>2</sub> Az	δ
15	Diméthyle azélate	DMAz	γ
16	Diéthyle azélate	DEAz	
17	Diisobutyle azélate	DiBAz	β
18	Di- <i>n</i> -butyle azélate	DBAz	ε
19	Di-(2-éthylhexyle) azélate	D <sub>2</sub> EHAz	ω
20	Di- <i>n</i> -octyle azélate	DnOAz	λ
21	Di- <i>n</i> -nonyle azélate	DnNAz	σ
22	Di- <i>n</i> -décyle azélate	DnDAz	π
<i>Esters de l'acide sébacique</i>		R <sub>2</sub> S	δ
23	Diméthyle sébacate	DMS	Γ
24	Diéthyle sébacate	DES	⊥
25	Di- <i>n</i> -butyle sébacate	DBS	Φ
26	Diéthoxyéthyle sébacate	DEES	Ψ
27	Di-(2-éthylhexyle) sébacate	D <sub>2</sub> EHS	Ω
28	Di- <i>n</i> -octyle sébacate	DnOS	Α
29	Di- <i>n</i> -nonyle sébacate	DnNS	Σ
30	Di- <i>n</i> -décyle sébacate	DnDS	Π
31	Di- <i>n</i> -didécyle sébacate	DnDés	Θ
<i>Étalon interne</i>			
	Arachidate de méthyle	—	Et

un nombre restreint de composants et en évitant les composés à poids moléculaires élevés.

Nous nous sommes efforcés de mettre au point une méthode à la fois qualitative et quantitative d'analyse de mélanges des esters adipiques, azélaïques et sébaciques.

## Nomenclature

Dans un but de simplification dans le texte, nous avons adopté un certain

nombre de symboles pour désigner les esters étudiés. Ils sont classés dans le Tableau I suivant l'ordre d'élution en chromatographie en phase gazeuse dans les conditions adoptées et dans leur groupe respectif.

### *Qualité des plastifiants*

Les esters proviennent des établissements Eastman-Kodak (Rochester, N.Y., É.U.), Fluka (Buchs, Suisse) et U.C.B. (Drogenbos, Belgique) et sont tous de qualité "pour analyse", "purum" ou "practical".

Certains esters ont été préparés à partir des alcools dont la pureté a été vérifiée par chromatographie en phase gazeuse sur colonne de 1% de QF-1.

Ces esters ont été synthétisés par chauffage à reflux de 8 h d'un mélange d'acide dicarboxylique et de l'alcool désiré dans un rapport molaire de 1 à 10 en présence d'un peu d'acide sulfurique concentré et de gel de silice anhydre. On neutralise l'acide puis on extrait à l'hexane. Le solvant et l'alcool en excès sont éliminés par distillation sous vide. La purification de l'ester est réalisée par chromatographie sur couche mince préparative sur gel de silice G de 1 mm d'épaisseur (E. Merck, Darmstadt, R.F.A.). On dépose en bande et une séparation efficace est obtenue avec le milieu d'élution (heptane-acétate d'éthyle, 85:15) pour une migration sur 15 cm.

### CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

Dans le Tableau II, nous reprenons les résultats donnés par certains des auteurs précités qui ont obtenu des séparations satisfaisantes sur plaque de gel de silice G (0.25 à 0.3 mm d'épaisseur) mais pour un nombre très limité d'esters (les huit premières colonnes).

Nous avons obtenu une résolution satisfaisante pour un nombre nettement plus important d'esters que nous avons utilisés précédemment: (A) mélange quaternaire<sup>22</sup>: dichlorométhane-tétrachlorure de carbone-hexane-acétate d'éthyle (75:10:10:5); (B) mélange ternaire<sup>22</sup>: hexane-tétrachlorure de carbone-acétate d'éthyle (60:35:15); (C) mélange binaire<sup>23</sup>: isooctane-acétate d'isoamyle (85:15).

### *Partie expérimentale*

Les milieux d'élution sont préparés dans la cuve 60 min avant la migration. Nous avons utilisé les plaques de gel de silice préparées (Merck, type F<sub>254</sub>, 0.25 mm) sur support en verre et préalablement activées pendant 30 min à 105 °C et refroidies sous exsiccateur. Nous déposons sous courant d'air chaud une prise d'essai de 5  $\mu$ l des divers esters en solution dans le sulfure de carbone (concentration 5  $\mu$ g  $\mu$ l) à 2.0 cm du bord inférieur de la plaque. La migration est réalisée sur une distance de 15  $\pm$  1 cm à la température de 23 °C.

Après dessiccation, on pulvérise sur la plaque une solution à 3.5% d'acide phosphomolybdique (réactif Merck) et on chauffe à 160 °C pendant près de 60 min. Les spots sont alors jaunes ou grisâtres sur fond vert clair.

### *Résultats*

Les valeurs des  $R_F$  correspondants sont rassemblées dans le Tableau II respectivement pour les adipates, azélates et sébacates (colonnes A, B et C).

TABLEAU II

VALEURS DES  $R_F$  ET  $R_S^*$ 

Milieu d'éluion: (I) dichlorométhane; (II) éther de pétrole (40-60 °C)-diéthyléther (80:20); (III) isooctane-acétate d'éthyle (85:15); (IV) isooctane-acétate d'éthyle (90:10); (V) benzène-acétate d'éthyle (95:5); (VI) dibutyléther-hexane (80:20); (A) mélange quaternaire: dichlorométhane-tétrachlorure de carbone-hexane-acétate d'éthyle (75:10:10:5); (B) mélange ternaire: hexane-tétrachlorure de carbone-acétate d'éthyle (60:35:15); (C) mélange binaire: isooctane-acétate d'isoamylk (85:15).

Ester	Milieu d'éluion										
	I <sup>a</sup>	I <sup>b</sup>	I <sup>c</sup>	II <sup>a</sup>	III <sup>a</sup>	IV <sup>a*</sup>	V <sup>a*</sup>	VI <sup>a*</sup>	A	B	C
<i>R<sub>2</sub>Ad</i>											
DMA <sub>d</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	0.51	0.41	0.22
DEA <sub>d</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	0.61	0.51	0.32
DPrA <sub>d</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	0.68	0.62	0.42
DBA <sub>d</sub>	—	—	0.33	0.50	0.54	—	—	—	0.73	0.69	0.48
DMEA <sub>d</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	0.19	0.10	0.05
DEEA <sub>d</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	0.24	0.17	0.09
DcHA <sub>d</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	0.72	0.75	0.55
D <sub>2</sub> EHA <sub>d</sub>	0.44	0.50	0.40	0.70	0.67	—	—	—	0.83	0.86	0.72
BzEHA <sub>d</sub>	—	0.51	—	—	—	—	—	—	—	—	—
DnOA <sub>d</sub>	0.42	0.49	—	—	—	—	—	—	—	—	—
DBzA <sub>d</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
DnNA <sub>d</sub>	0.44	0.50	—	—	—	—	—	—	—	—	—
DnDA <sub>d</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
DiBA <sub>d</sub>	—	—	—	—	—	0.83	0.86	0.85	—	—	—
D <sub>355</sub> TMHA <sub>d</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	0.79	0.88	0.74
<i>R<sub>2</sub>Az</i>											
DMA <sub>z</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	0.76	0.55	0.35
DEA <sub>z</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	0.81	0.66	0.48
DiBA <sub>z</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	0.88	0.83	0.69
DBA <sub>z</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	0.91	0.79	0.68
D <sub>2</sub> EHA <sub>z</sub>	—	—	0.45	0.75	0.75	—	—	—	0.95	0.93	0.83
DnOA <sub>z</sub>	—	0.46	—	—	—	—	—	—	—	—	—
DnNA <sub>z</sub>	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
<i>R<sub>2</sub>S</i>											
DMS	—	—	—	—	—	—	—	—	0.64	0.73	0.35
DES	—	—	—	—	—	—	—	—	0.73	0.77	0.44
DBS	0.41	—	—	—	—	1.00	1.00	1.00	0.85	0.84	0.61
D <sub>2</sub> EHS	0.61	—	0.55	0.85	0.68	—	—	—	0.95	0.90	0.73
DnNS	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
DnDS	—	—	—	—	—	—	—	—	0.95	0.90	0.77
DnDdS	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
DEES	—	—	—	—	—	—	—	—	0.14	0.13	0.09

$$^* R_S = R_F/R_{F_{DBS}}$$

Il est toutefois difficile de réaliser la chromatographie d'un mélange des esters de ces trois acides, malgré les séparations obtenus entre les esters d'une série homologue.

## CHROMATOGRAPHIE GAZ-LIQUIDE

La diversité des phases stationnaires utilisées est aussi importante que :

nombre des chercheurs qui ont abordé ce sujet: Apiézon L<sup>18</sup>, SE-30<sup>8,13-16</sup>, OV-17<sup>20</sup>, UC-W98<sup>21</sup>, UCON 50-HB.280X<sup>22</sup>, Carbowax 20M<sup>20</sup> et LAC-2R-446<sup>15</sup>.

Nous avons adopté la même phase que pour les esters de l'acide phthalique<sup>23</sup>, soit une silicone QF-1 (trifluoropropyl méthyl silicone), qui nous donne une bonne résolution et des pics réguliers.

### Partie expérimentale

*Appareil et méthode.* Nous avons utilisé un chromatographe Packard Série 7400 à double colonnes et à détecteurs à ionisation de flamme.

Les colonnes spirales en verre d'une longueur de 8 ft. et d'un diamètre inté-

TABLEAU III

VALEURS DES LOGARITHMES DES VOLUMES DE RÉTENTION CORRIGÉS ( $\log V_R$ ) ET DES TEMPS DE RÉTENTION ( $t_R$ ) RELATIFS À L'ÉTALON INTERNE

Esters	$\log V_R$					$t_R^*$ (160-250°C, 3°C/min)
	160°C	180°C	200°C	220°C	240°C	
DMA <sub>d</sub>	1.42803	1.20459	—	—	—	0.07
DEA <sub>d</sub>	1.62825	1.38068	—	—	—	0.12
DMA <sub>z</sub>	1.97210	1.67441	1.39943	—	—	0.24
DPrA <sub>d</sub>	1.97210	1.67441	1.39943	—	—	0.24
DMS	2.12388	1.80324	1.49896	—	—	0.30
DEA <sub>z</sub>	2.17815	1.84557	1.51917	—	—	0.35
DBA <sub>d</sub>	2.27644	1.94495	1.63831	1.36023	—	0.43
DES	2.32329	1.97819	1.66102	1.36023	—	0.47
DMEA <sub>d</sub>	2.51553	2.16720	1.82540	1.55308	—	0.64
DEEA <sub>d</sub>	2.63312	2.26998	1.92231	1.64787	—	0.79
DiBA <sub>z</sub>	2.66392	2.30150	—	1.64787	—	0.83
DBA <sub>z</sub>	2.77326	2.39405	—	1.74478	—	0.96
DBS	2.93415	2.53829	—	1.86003	—	1.17
DcHA <sub>d</sub>	3.13468	2.74461	2.38095	2.07053	1.81029	1.50
D <sub>2</sub> EHA <sub>d</sub>	3.26417	2.84433	2.45068	2.11639	1.81029	1.69
DEES	—	—	—	—	—	—
BzEHA <sub>d</sub>	3.46773	3.03582	2.62474	2.27274	1.95751	1.97
D <sub>355</sub> TMHA <sub>d</sub>	3.46773	3.03582	2.62474	2.27274	1.95751	1.98
DnOA <sub>d</sub>	3.50514	3.03582	2.62474	2.27274	1.95751	1.99
OBzA <sub>d</sub>	3.63854	3.17424	2.76741	2.41149	2.07561	2.27
DnNA <sub>d</sub>	—	—	—	—	—	2.42
D <sub>2</sub> EHA <sub>z</sub>	3.79989	3.29929	2.86183	2.47938	2.13360	2.47
D <sub>2</sub> EHS	—	3.41794	—	2.57187	2.23051	2.73
DnOA <sub>z</sub>	—	—	—	—	—	2.80
DnDA <sub>d</sub>	—	3.55677	3.09550	2.69388	2.32393	2.96
DnOS	—	—	—	—	—	3.06
DnNA <sub>z</sub>	—	—	—	2.82254	2.45236	3.24
DnNS	—	—	—	2.93208	2.54578	3.46
DnDA <sub>z</sub>	—	—	—	—	—	3.74
DnDS	—	—	—	3.13412	2.73111	3.90
DnDdS	—	—	—	—	3.09581	5.00
arachidate de méthyle	—	—	—	—	—	1.00

\* Relatif à l'arachidate de méthyle = 1.00 (étalon interne).

rieur de 1.8 mm sont remplies de Chromosorb Q (100-120 mesh) imprégné à 1% de QF-1 (Applied Science Labs., State College, Pa., É.U.).

Les conditions expérimentales sont les suivantes: gaz vecteur,  $N_2$ , débit de 16 ml/min; compacité de la colonne, pression de 29 p.s.i. à 200 °C pour un débit de 16 ml/min; débit air, 200 ml/min; débit  $H_2$ , 38 ml/min; potentiel aux électrodes, 200 V; atténuation à  $3 \cdot 10^{-10}$  mA; enregistreur Honeywell de 1 mV; déroulement du papier 12 in./h; injecteur et détecteur sont à température isotherme de 260 °C; température du four, programmation de température de 3 °C/min à partir de 160 °C jusqu'à 250 °C.

Le sulfure de carbone, employé comme solvant, donne une faible signal qui ne gêne pas la détection des esters à courtes chaînes alkyles.

*Étude de la colonne.* Les quantités injectées sont de l'ordre de 0.5  $\mu$ l contenant de 2 à 5  $\mu$ g d'esters des acides dicarboxyliques afin d'éviter la surcharge de la colonne et de conserver son efficacité maximale.

Les courbes de variation de la hauteur équivalente du plateau théorique (HEPT) en fonction du débit ( $F$ ) ont été déterminées à 220 °C pour le di-2-éthylhexyle adipate, le di-2-éthylhexyle azélate et le di-2-éthylhexyle sébacate après 350 h de travail. Les courbes n'ont pas été établies après conditionnement, car nous avons montré précédemment<sup>22,23</sup> que la variation d'efficacité était négligeable après 400 h de travail pour un tel type de colonne (QF-1).

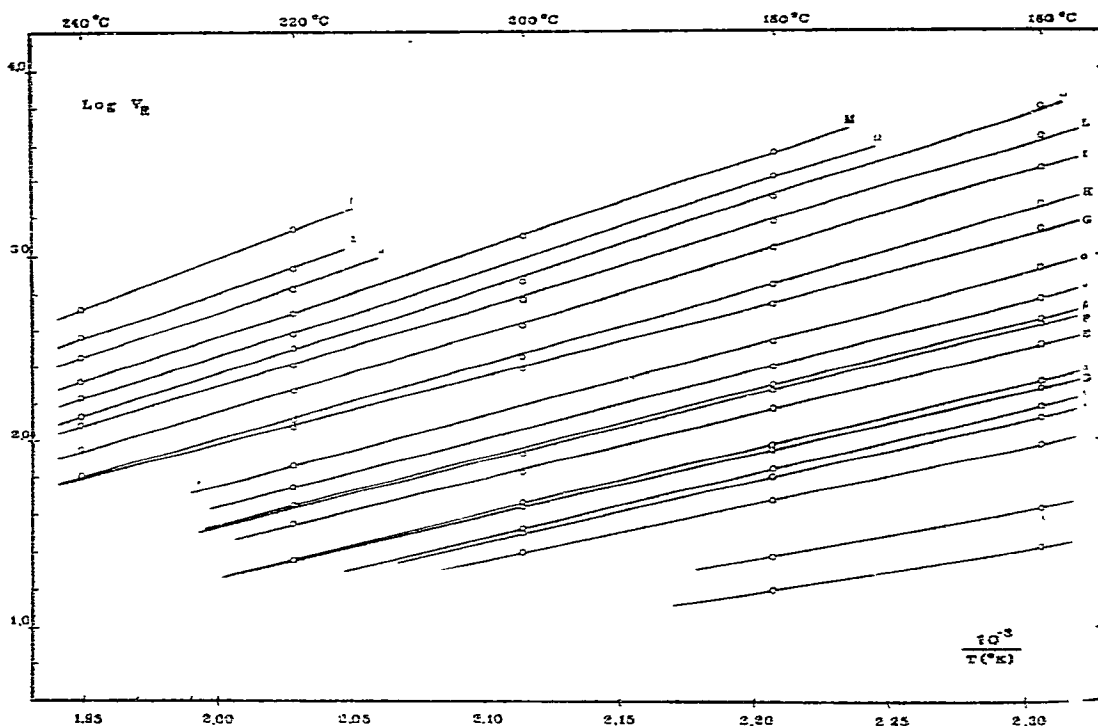


Fig. 1.  $\log V_R$  en fonction de  $10^{-3}/T$  (°K) pour les esters: DMA<sub>d</sub>, DEAd, DMA<sub>z</sub>, DPrAd, DM<sup>c</sup>DEAz, DBAd, DES, DMEAd, DEEAd, DiBAz, DBAz, DBS, DcHAD, D<sub>2</sub>EHAd, BzEHAd, D<sub>3</sub>TMHAD, DnOAd, DBzAD, D<sub>3</sub>EHAz, D<sub>2</sub>EHS, DnNAz, DnDS, aux températures isothermiques d 160°, 180°, 200°, 220° et 240°C.

L'efficacité maximale est obtenue pour un débit de gaz vecteur voisin de 16 ml/min pour les trois esters.

### Expression des résultats

Simultanément aux volumes de rétention corrigée du facteur de James et Martin<sup>25</sup>, nous établirons les valeurs des temps de rétention relatifs à l'arachidate de méthyle pris comme étalon interne.

L'examen des variations linéaires des volumes de rétention corrigés de divers esters en fonction de l'inverse de certaines isothermes ( $^{\circ}\text{K}$ ) — 160  $^{\circ}\text{C}$ , 180  $^{\circ}\text{C}$ , 200  $^{\circ}\text{C}$ , 220  $^{\circ}\text{C}$  et 240  $^{\circ}\text{C}$ , Tableau III et Fig. 1 — nous a permis de déterminer les conditions de programmation linéaire de température afin d'obtenir une séparation suffisante de l'ordre de  $4\sigma$  ( $\sigma$  = demi largeur du pic à 0.6  $h^{26}$ ).

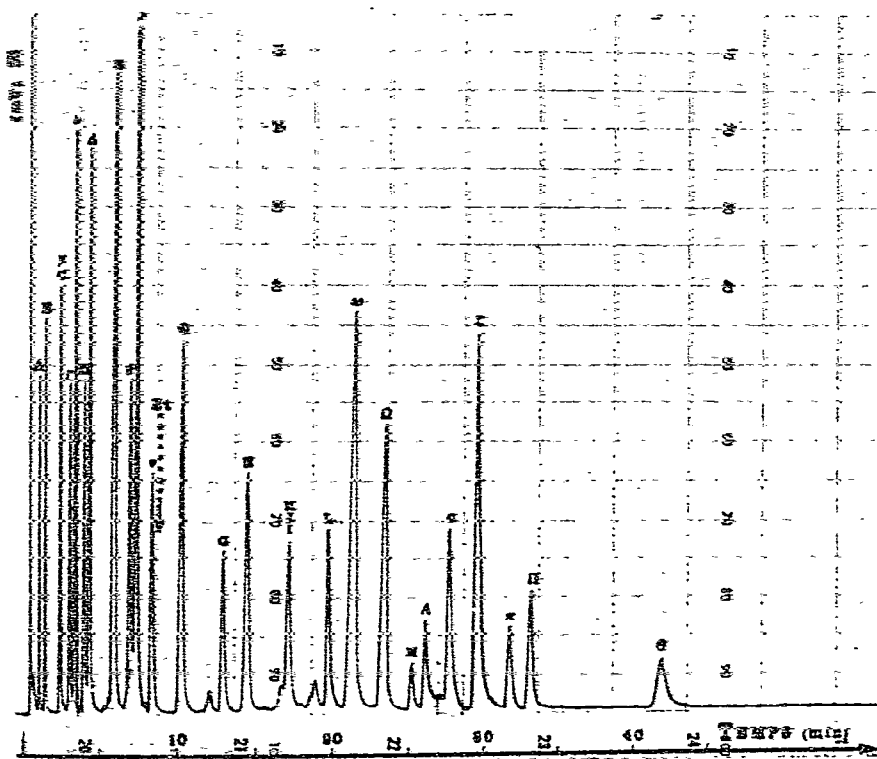


Fig. 2. Chromatogramme obtenu avec une colonne de 8 ft. de QF-1, 1% sur Chromosorb Q (100-20 mesh). Températures: injecteur et détecteur, 260 $^{\circ}\text{C}$ ; colonne, programmation de température à 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  à partir de 160 $^{\circ}\text{C}$  jusqu'à 250 $^{\circ}\text{C}$  (cf. Tableau I).

Le chromatogramme obtenu, dans les conditions énoncées ci-dessus, est repris dans la Fig. 2. Les temps de rétention par rapport à l'arachidate de méthyle sont repris dans le Tableau III.

Tous les esters étudiés et chromatographiés simultanément sont bien résolus à exception du doublet DMAZ-DPrAd et du triplet BzEHAd-D<sub>355</sub>TMHAd-DnOAd.

## DISCUSSION

La résolution obtenue par la chromatographie sur couche mince est satisfaisante dans chacune des trois familles étudiées. Elle ne l'est plus assez dans le cas d'un mélange des esters des deux ou trois familles, tandis que la chromatographie en phase gazeuse permet de mettre nettement en évidence près de 25 des constituants.

Si le doublet DMAz-DPrAd peut être résolu grâce à la chromatographie sur couche mince dans le solvant binaire C, il n'en est pas de même des BzEHAd-D<sub>355</sub>TMHAd-DnOAd, qui ne peuvent être différenciés, même pas par la valeur de leur  $\log V_R$  à une isotherme déterminée.

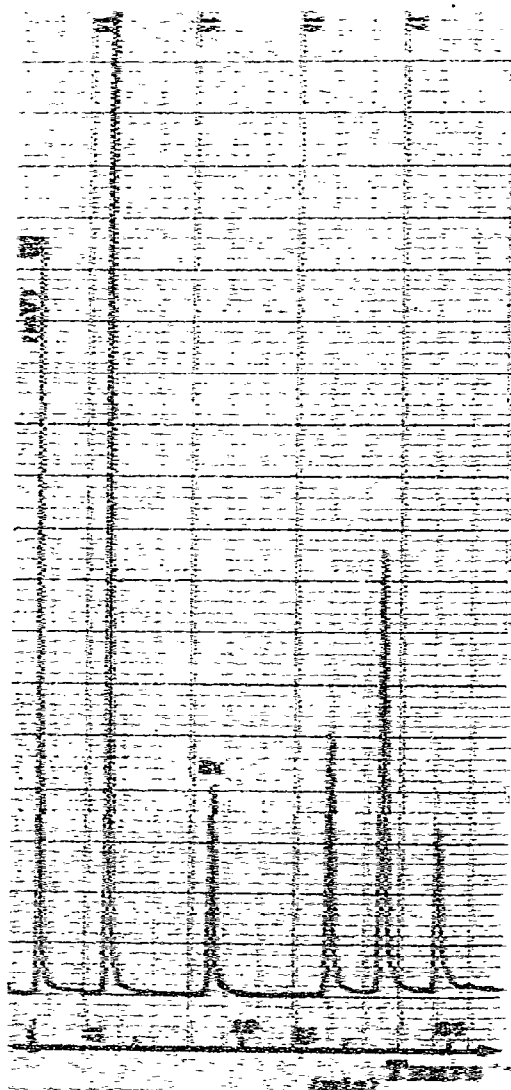
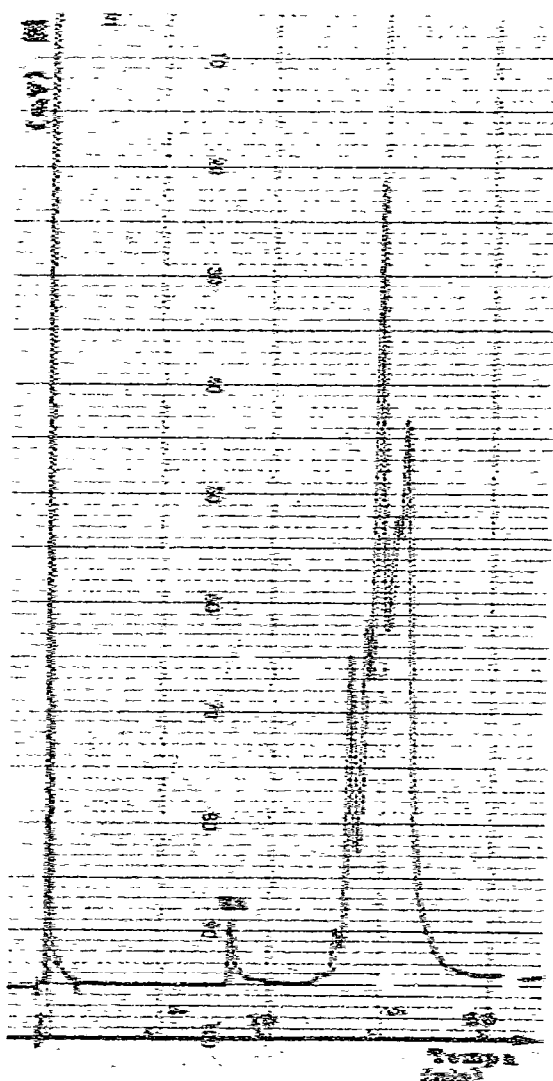


Fig. 3. Chromatogramme du Duropiaze DIOA (Durham Chemicals).

Fig. 4. Chromatogramme de l'Adimoli BB (Bayer).



## ANALYSE QUANTITATIVE

Dans les conditions de températures choisies, la limite de détection passe de 100 ng à 120 ng respectivement pour les composés élués rapidement ou lentement.

L'analyse quantitative par rapport à l'étalon interne (arachidate de méthyle) de chacun des constituants est réalisable sur ce type de colonne de même que pour les phthalates et les phosphates comme nous l'avons déjà mentionné<sup>22,23</sup>.

Toutefois, comme ces composés se prêtent aisément à une transestérification quantitative, nous pouvons réaliser le dosage classique des esters méthyliques, préalablement étalonnés, par rapport au diméthyle phthalate.

Dans ce cas, on utilise une colonne de DEGS imprégnée à 20% sur Chromosorb W-AW (60-80 mesh) de 6 ft. en isotherme à 200 °C avec un débit d'azote de 30 ml/min.

Les diagrammes d'étalonnage sont établis en exprimant les rapports des aires des pics en fonction des rapports des concentrations de l'ester et de l'étalon<sup>22,23</sup>.

Ces deux possibilités nous permettent de réaliser un dosage individuel ou/et global des constituants de chaque famille.

## APPLICATION À L'ANALYSE DE PRODUITS INDUSTRIELS

Nous avons soumis deux produits industriels à notre analyse dans les conditions énoncées, le Duroplaze DIOA de chez Durham (Birtley, Grande Bretagne) (DiOAd) et l'Adimoll BB de chez Bayer (Leverkusen, R.F.A.) (BBzAD).

L'examen des chromatogrammes (Fig. 3 et 4) nous permet de caractériser divers constituants principaux (Tableau IV), et montrer l'intérêt de cette méthode en "quality control" dans les usines.

TABLEAU IV  
ANALYSE DE PRODUITS INDUSTRIELS

<i>Produit commercial</i>	<i>No. de pics*</i>	<i>t<sub>R</sub></i>	<i>Attributions</i>
Duroplaze DIOA (Origine: Durham Chemicals)	Ét	1.00	—
	1	1.58	indéterminé
	2	1.65	D <sub>2</sub> EHAd
	3	1.73	indéterminé
	4	1.80	indéterminé
	5	1.89	indéterminé
Adimoll BB (Origine: Bayer)	Ét	1.00	—
	1	0.41	DBAd
	2	1.67	D <sub>2</sub> EHAd
	3	1.98	BzEHAd
	4	2.28	DBzAd
	6	1.96	D <sub>355</sub> TMHAd BzEHAd DnOAd

\* Pics principaux.

## REMERCIEMENTS

Nous tenons à remercier les différentes firmes pour leur gracieuse complaisance dans la fourniture des échantillons.

## RÉSUMÉ

La chromatographie sur couche mince s'est avérée insuffisante pour un mélange des esters des acides aliphatiques carboxyliques mais l'association avec la chromatographie en phase gazeuse nous a permis dans les conditions décrites de séparer et doser aisément et rapidement trente et un esters d'acides dicarboxyliques aliphatiques.

## BIBLIOGRAPHIE

- 1 J. Ogura et S. Kawawata, *Euka. Binūra Toporima*, 9 (1969) 18.
- 2 D. Hummel, *Kunststoffe*, 55 (1962) 102.
- 3 J. W. Copius Peereboom, *J. Chromatogr.*, 4 (1960) 323.
- 4 D. Braun, *Chimia*, 19 (1965) 77.
- 5 E. Hagen, *Plaste Kautsch.*, 15 (1968) 557.
- 6 M. Swiatecka et H. Zowall, *Polimery*, 14 (1969) 165; *C.A.*, 71 (1969) 113585d.
- 7 G. B. Campbell, A. A. Foxton et R. L. Worsdall, *Lab. Pract.*, 19 (1970) 369.
- 8 H. Haase, *Kautsch. Gummi*, 21 (1968) 9.
- 9 J. Zulaica, C. Landault et G. Guiochon, *Bull. Soc. Chim. Fr.*, (1962) 1294.
- 10 J. Zulaica et G. Guiochon, *Bull. Soc. Chim. Fr.*, (1963) 1242.
- 11 J. Zulaica et G. Guiochon, *C. R. Acad. Sci. (Paris)*, 255 (1962) 524.
- 12 J. Zulaica et G. Guiochon, *Anal. Chem.*, 35 (1963) 1724.
- 13 L. Jacque et G. Guiochon, *Chim. Anal.*, 49 (1967) 3.
- 14 G. G. Esposito, *Anal. Chem.*, 35 (1963) 1439.
- 15 M. Wandel et H. Tengler, *Kunstst. Rundsch.*, 12 (1965) 559.
- 16 M. Gillio-Tos et A. Vimercati, *Kunststoffe*, 56 (1966) 409.
- 17 H. Haase, *Kautsch. Gummi*, 20 (1967) 501.
- 18 V. D. Feofanov, N. F. Tolikina et O. N. Belyatskaya, *Zh. Anal. Khim.*, 23 (1968) 956.
- 19 F. I. M. Tunstall, *Anal. Chem.*, 42 (1970) 542.
- 20 J. M. Trowell et M. C. Philpot, *Anal. Chem.*, 41 (1969) 166.
- 21 A. Krishen, *Anal. Chem.*, 43 (1971) 1130.
- 22 P. J. Bloom, *J. Chromatogr.*, 75 (1973) 261.
- 23 P. J. Bloom, *J. Chromatogr.*, 72 (1972) 35.
- 24 S. T. Jankowski et P. Garner, *Anal. Chem.*, 37 (1965) 1709.
- 25 R. T. James et A. J. P. Martin, *Biochem. J.*, 50 (1952) 679.
- 26 H. Strickler et E. Kováts, *J. Chromatogr.*, 8 (1962) 289.