

CHROM. 11,387

Note

Dosage d'eau et solutés polaires dans les solvants aromatiques par Porapak Q modifié de phase nitrile

M. LAFOSSE

Laboratoire Chimie Organique Physique et Chromatographie, U.E.R. Sciences, F-45045 Orleans Cedex (France)

(Reçu le 10 juillet 1978)

L'analyse de l'eau dans les solvants polaires (alcools) et aromatiques est réalisée aisément en employant comme support un polymère poreux de grande surface par exemple le Porapak Q (Waters Assoc., Milford, Mass., É.U.).

L'action de ce support se fait par adsorption sur les noyaux aromatiques du copolymère styrène-divinylbenzène et aussi par absorption dans les pores. Le premier effet est prépondérant et l'élution de l'eau et des alcools est très rapide. Au contraire, celle des hydrocarbures aromatiques se fait avec une traînée et un temps très long (Fig. 1). On peut diminuer ces phénomènes en chauffant ($t < 230^\circ$) mais il est préférable d'agir en isotherme car ces analyses se font souvent avec l'hélium comme gaz vecteur et une détection par conductivité thermique qui ne se prête guère à la programmation de température¹.

Le problème est parfois complexe: dosage d'eau et d'hydrocarbures aromatiques à l'état de traces dans les alcools, ou dosage d'eau, d'alcools et de solvants résiduels provenant des containers et se trouvant dans les hydrocarbures aromatiques.

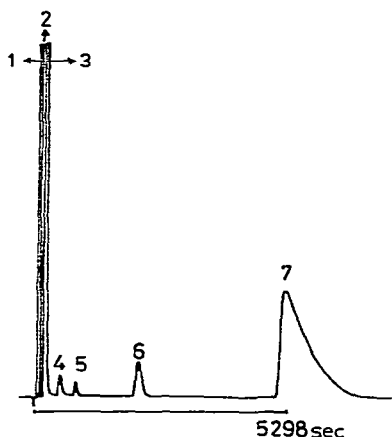


Fig. 1. Chromatographie sur colonne de Porapak Q, 1.5 m, 1/8 pouce. Température, 170°. Pression d'entrée de l'azote, 2 bar. 1 = Méthanol; 2 = éthanol; 3 = isopropanol; 4 = méthyléthylcétone; 5 = benzène; 6 = toluène; 7 = xylène-1.2.

Une analyse isotherme à plus haute température aurait pour effet de resserrer les alcools légers près de l'eau et de ramener certains solvants à l'état de traces dans la traînée de l'isopropanol (Fig. 2a).

En nous appuyant sur des travaux antérieurs²⁻⁵ nous avons par ailleurs⁶ quantifié la prépondérance du phénomène d'adsorption gaz-liquide sur la dissolution des hydrocarbures aromatiques dans diverses phases nitriles déposées en faible quantité sur des supports de grande surface. Ces deux phénomènes diminuent avec l'augmentation de la température³.

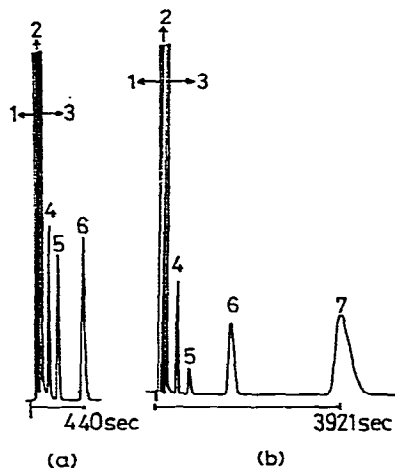


Fig. 2. (a) Chromatographie des solutés cités en Fig. 1. Mêmes conditions; température 200°. (b) Chromatographie des solutés cités en Fig. 1. Colonne Porapak Q + 5% Tétrakis (cyanoéthoxy) butane, 1.5 m, 1/8 pouce, température, 170°. Pression d'entrée de l'azote, 2 bar.

Grâce à ces observations nous avons garni partiellement le Porapak Q (600-650 m²/g) d'un film de Tétrakis-cyanoéthoxy-butane (TKCB) pour diminuer les fortes interactions des solutés aromatiques avec le copolymère styrène divinylbenzène. Les facteurs de capacité k' des solutés polaires ne varient presque pas avec le taux d'imprégnation par contre ceux des hydrocarbures aromatiques diminuent comme le montrent les grandeurs $\alpha_{i,j}$ relatives à l'éthanol (j) (Tableau I).

L'emploi du Porapak Q en chromatographie gaz-liquide-solide^{7,8} nous a permis de réaliser l'analyse des différents solutés en un temps plus court et les pics

TABLEAU I

RÉTENTION RELATIVE À L'ÉTHANOL ($\alpha_{i,j}$) SUR LES DIFFÉRENTS SUPPORTS PORAPAK Q IMPRÉGNÉS, À 160°

Solutés	Tétrakis (cyanoéthoxy) butane (%)			
	0	1	5	10
Isopropanol	1.64	1.56	1.43	1.34
Benzène	6.04	5.16	4.21	3.36
Toluène	14.46	10.79	8.17	6.74

de l'isopropanol et des hydrocarbures aromatiques sont rendus symétriques grâce au dépôt de TKCB (Fig. 2b). Sur ce chromatogramme l'eau n'est pas mentionnée car l'analyse a été réalisée avec l'azote et un détecteur à ionisation de flamme. Pour l'analyse en routine (eau + solvants) nous avons employé l'hélium et un détecteur à conductivité thermique dans les mêmes conditions ce qui accélère l'analyse, et l'eau qui est le premier pic devant le méthanol reste symétrique.

Ajoutons qu'il est préférable d'agir de cette manière car cela évite de travailler à température élevée. La couche monomoléculaire de phase nitrile ainsi déposée est moins volatile que le volume correspondant de phase stationnaire car elle est localisée dans un champ de forte adsorption de l'adsorbant.

BIBLIOGRAPHIE

- 1 W. E. Harris et H. W. Habgood, *Programmed Temperature Gas Chromatography*, Wiley & Sons, New York, 1966, p. 25.
- 2 R. Martin, *Anal. Chem.*, 33 (1961) 347.
- 3 R. L. Pecsok, A. De Yllana et A. Abdul-Karim, *Anal. Chem.*, 36 (1964) 452.
- 4 C. Eon et G. Guiochon, *J. Colloid Interface Sci.*, 45 (1973) 521.
- 5 D. E. Martire, *Anal. Chem.*, 38 (1966) 244.
- 6 M. Lafosse et C. Eon, soumis pour publication.
- 7 G. E. Baiulescu et V. A. Ilie, *Stationary Phases in Gas Chromatography*, Pergamon Press, Oxford, 1975, p. 111.
- 8 R. S. Evans, *Gas Chromatography Applications*, Becker, Delft (The Netherlands), 1972, p. 42.