

1/70

UNIVERSITÉ D'ALGER
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département de Génie Chimique

1ED

PROJET DE FIN D'ETUDES

PREPARATION ET ETUDE
D'UNE PHASE STATIONNAIRE
POUR CHROMATOGRAPHE
EN PHASE VAPEUR

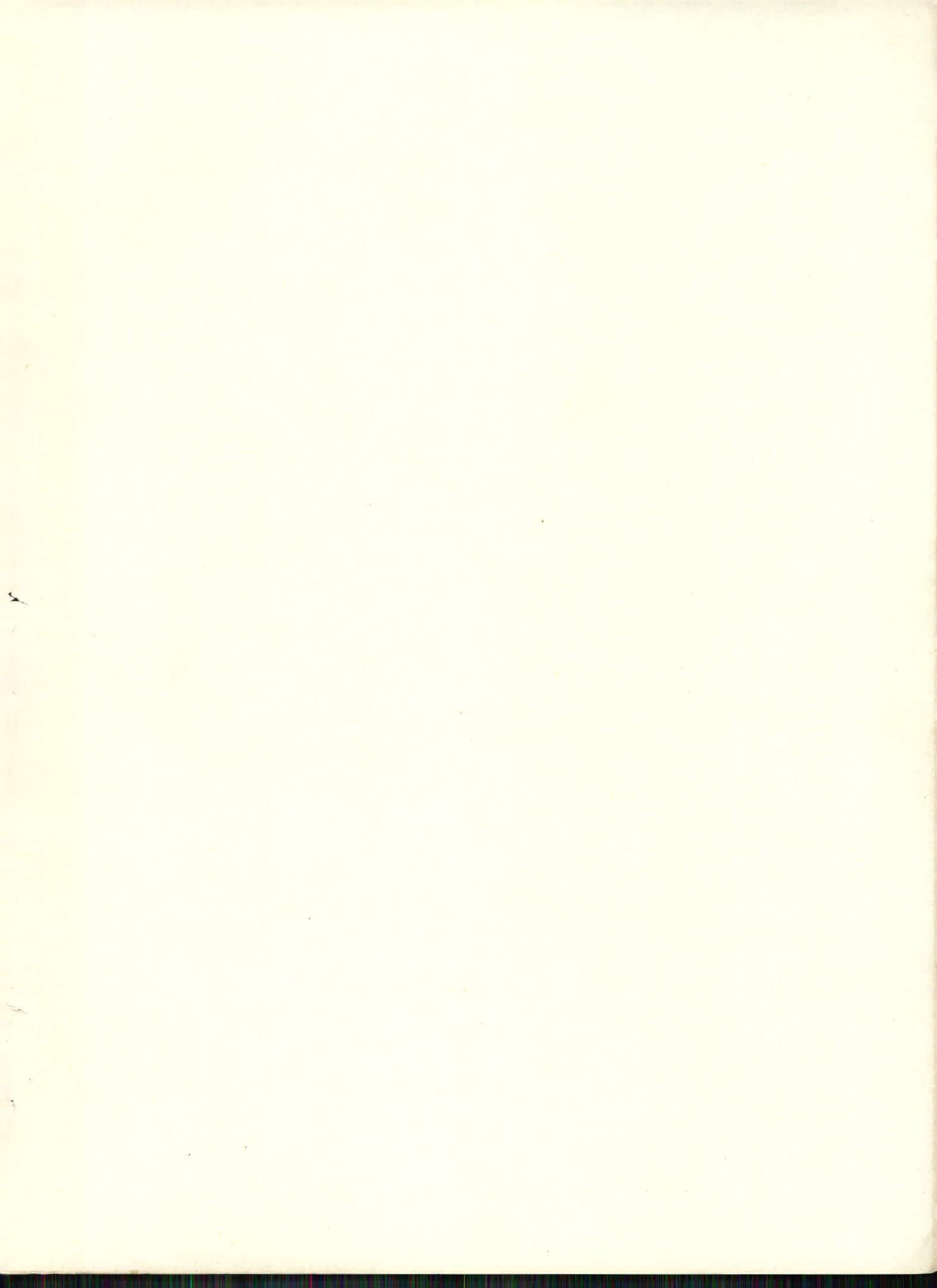
Proposé par

M. F.C. THYRION, Dr. Sc.

Étudié par

BERRA Abdelmadjid

Année Universitaire 1969-1970



UNIVERSITÉ D'ALGER
ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département de Génie Chimique

PROJET DE FIN D'ETUDES

PREPARATION ET ETUDE
D'UNE PHASE STATIONNAIRE
POUR CHROMATOGRAPHE
EN PHASE VAPEUR

Proposé par
M. F.C. THYRION, Dr. Sc.

Etudié par
BERRA Abdelmadjid

Année Universitaire 1969-1970

Que Mr.F.THYRION trouve ici l'expression de ma
profonde gratitude et mes remerciements les plus
chaleureux pour l'aide précieuse qu'il m'a accordée
à la réalisation de cette étude.

Je n'oublierai pas de remercier également
Mr.DIBOUN qui a été à l'origine de ce travail.

Mes remerciements vont aussi à tous les professeurs
et assistants de l'ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE
qui ont contribué à ma formation d'Ingénieur.

S O M M A I R E

	Pages
Résumé	1
I. Bases théoriques	
1) Introduction	2
2) Définitions des grandeurs de rétention	3
3) Théorie des plateaux	4
4) Théories cinétiques	5
5) Influence de la température	7
II. Partie expérimentale	
1) Appareillage	8
2) Préparation des colonnes	
a) Préparation de la graisse	10
b) Supports	11
c) Réalisation de la phase fixe	11
d) Conditionnement des colonnes	12
e) Analyse thermogravimétrique	12bis
3) Détermination de la polarité selon BROWN	13
4) Températures d'ébullition des substances utilisés	15
5) Détermination du coefficient de perte de charge j	17
6) Etalonnage de la température des colonnes	18
7) Détermination de la vitesse du gaz porteur	18
III. Résultats	19
IV. Conclusion	48

R E S U M E

Dans ce travail nous nous sommes proposés d'étudier les propriétés de séparation d'une phase stationnaire obtenue par époxydation de l'huile de lin.

Une étude thermogravimétrique nous a permis de déterminer le domaine de stabilité de la graisse. La mesure de la polarité de cette phase suivant la méthode de Brown indique qu'elle peut jouer efficacement le rôle de donneur d'électrons. Nous avons effectivement vérifié cette caractéristique en établissant les isothermes de VAN DEEMTER pour les classes de substances suivantes: halogénures, alcools, cétones, dérivés aromatiques et aliphatiques.

L'influence de la granulométrie du support et du taux d'imprégnation a été également mise en évidence.

--- 0000000 ---

I. BASES THEORIQUES

1) Introduction:

La chromatographie en phase gazeuse est devenue en quelques années une méthode puissante et fine pour séparer, identifier des corps gazeux ou volatilisables. Elle permet en outre de doser des substances dans un mélange et de rechercher certaines propriétés thermodynamiques. Cette méthode de séparation consistait initialement en une migration différentielle des substances à séparer le long d'une colonne remplie d'un adsorbant et parcourue par un gaz inerte. Mais assez rapidement elle fut modifiée: on substitue à l'adsorbant un liquide peu volatil adsorbé sur un support solide inerte. Le principe de la séparation est différent dans les deux méthodes; dans la première on se basait sur la différence d'adsorbabilité alors que dans la seconde on mettait à profit la différence de répartition de la substance entre la phase gazeuse et la phase liquide. On parle alors:

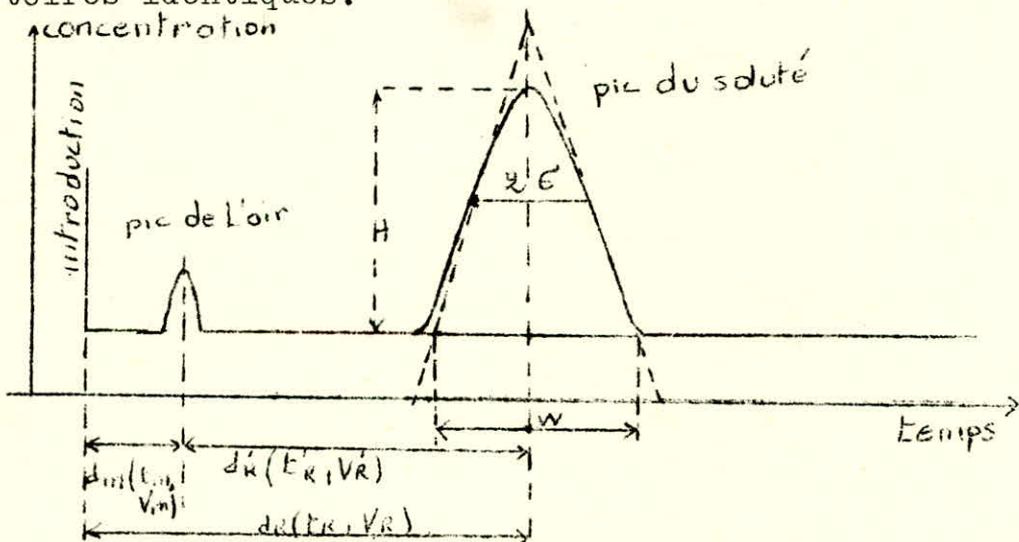
- de chromatographie d'adsorption ou chromatographie gaz-solide si la colonne est remplie d'un adsorbant.
- de chromatographie de partage ou gaz-liquide si la colonne est remplie d'un support imprégné d'un liquide peu volatil.

Les substances à séparer s'appellent les solutés, le gaz qui les véhicule, le gaz porteur ou vecteur. Le mélange solutés-gaz porteur ou phase mobile circule sur le garnissage de la colonne appelé aussi phase fixe ou stationnaire. On s'intéressera par la suite exclusivement à la chromatographie de partage. Dans ce cas on définit un coefficient de partage K :

$$K = \frac{\text{masse de vapeur par unité de volume de phase fixe}}{\text{" " " " " " " " " " " " mobile}}$$

2) Définitions des grandeurs de rétention:

On utilise un détecteur différentiel qui mesure la concentration instantanée des solutés dans la phase mobile. La colonne étant parcourue uniquement par le gaz vecteur, l'enregistreur trace une ligne droite ou ligne de base. Si on introduit un soluté, celui-ci se manifeste sur l'enregistrement par deux pics ou un seul suivant que l'air a également été introduit ou non. Si on considère une chromatographie idéale basée sur un phénomène thermodynamique réversible le soluté émergera suivant un régime gaussien et le pic obtenu a la forme de la courbe en cloche de Gauss. La distance entre le pic de l'air et le pic du soluté est constante pour un soluté donné dans des conditions opératoires identiques.



Le temps de rétention t_R est le temps nécessaire pour qu'un soluté parcourt toute la colonne. Le volume de rétention V_R est défini par la relation :

$$V_R = D_s \cdot t_R$$

où D_s est le débit de gaz porteur à la sortie de la colonne à température déterminée.

On définit aussi des grandeurs de rétention réduites:

- temps de rétention réduit $t'_R = t_R - t_m$
- volume de rétention réduit:

$$V'_R = D_s \cdot t'_R = D_s (t_R - t_m) = V_R - V_m$$

où V_m et t_m sont les volume et temps de rétention de l'air. Ces grandeurs supposent que la vitesse linéaire u_m du gaz dans la colonne est égale en tous points de celle-ci. En tenant compte de la perte de charge introduite par le garnissage qui cause un gradient de vitesse, on introduit un coefficient de perte de charge j (de James et Martin) /

$$j = \frac{3}{2} \cdot \frac{(P_e/P_s)^2 - 1}{(P_e/P_s)^3 - 1}$$

où P_e et P_s sont les pressions à l'entrée et à la sortie de la colonne.

On définit alors les grandeurs de rétention limites:

- volume de rétention réduit limite $V_N = j \cdot V_R'$
- volume de rétention spécifique $V_g = V_N \cdot \frac{273}{m_f \cdot T_c}$

où m_f est la masse de la phase fixe

T_c est la température de la colonne.

Plusieurs théories essaient d'expliquer les phénomènes intervenant dans la séparation chromatographique, l'une assimile la chromatographie à une distillation ou plutôt à un entraînement à la vapeur, l'autre se base surtout sur les phénomènes physiques permettant le cheminement du soluté le long de la colonne (transfert de masse, mécanique des milieux poreux, etc).

3) Théorie des plateaux:

Une colonne à chromatographie peut être assimilée à une suite de barboteurs-laveurs en nombre n portant mgr de solvant immobile et tels que les gaz qui s'en échappent soient en équilibre physique avec la solution qui s'y trouve. Les substances ayant une volatilité assez faible passent lentement et sortiront diluées dans une grande quantité de vapeur. Chacun de ces barboteurs constitue un plateau théorique. En chromatographie, le plateau théorique est l'épaisseur de la colonne telle que la phase mobile et la phase fixe soient en équilibre.

Ce qui permet de définir une hauteur équivalente à un plateau théorique ou HEPT supposée constante tout le long de la colonne.

Le nombre de plateaux théoriques et la hauteur équivalente à un plateau théorique sont constants pour un soluté donné et dans des conditions expérimentales bien définies. On les obtient d'une manière empirique par les expressions suivantes :

$$\text{nombre de plateaux théoriques: } n' = \left(\frac{dR}{\sigma}\right)^2 = 16 \left(\frac{dR}{W}\right)^2$$

$$\text{avec } W = 4.6$$

nombre de plateaux théoriques effectifs ou facteur de séparation : $n(\text{ou } S) = 16. \left(\frac{dR}{W}\right)^2$

C'est ce facteur qu'on calculera par la suite .La HEPT est donnée par : $\text{HEPT} = h = \frac{L}{n}$

où L est la longueur de la colonne .

Le nombre de plateaux théoriques dépend de la nature du soluté mais il est indépendant de la masse du soluté sauf si la colonne est surchargée .

4) Théories cinétiques:

Dans ces théories, on tient compte des véritables phénomènes physiques qui permettent aux solutés de parcourir la colonne sous la forme d'une zone qui s'élargit plus ou moins à mesure que le chemin parcouru augmente.

VANDEEMTER a introduit tous les facteurs reliés à ces phénomènes dans une formule permettant le calcul de h(HEPT)

$$h = 2\lambda d_p + 2\gamma D_m/u + \frac{8}{\pi^2} \frac{K'}{(1+K')^2} \frac{e^f u}{D_f}$$

où λ : paramètre sans dimensions tenant compte des irrégularités de remplissage de la colonne.

γ : facteur de correction dû à la sinuosité des chemins parcourus par le gaz dans la colonne.

d_p : diamètre des particules du support.

D_m : coefficient de diffusion moléculaire en phase mobile.

u : vitesse linéaire du gaz porteur.

e_f : épaisseur moyenne du film en phase fixe.

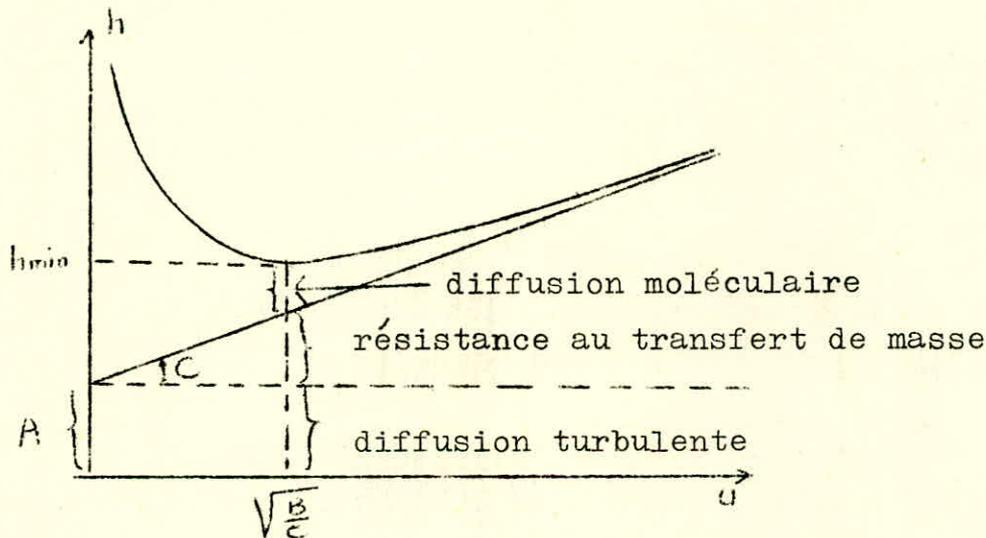
D_f : coefficient de diffusion moléculaire en phase fixe.

$$K' = K \frac{\text{fraction de volume de phase fixe}}{\text{fraction de volume de phase mobile}}$$

Cette formule se met simplement sous la forme

$$h = A + \frac{B}{u} + C.u$$

Interprétation graphique:



La courbe est une hyperbole passant par un minimum

$$h_{min} = A + 2\sqrt{B.C} \quad \text{pour} \quad u_{op} = \sqrt{B/C}$$

La pente de l'asymptote est C et l'ordonnée à l'origine A .

Pour appliquer cette formule il faut que la vitesse linéaire u soit considérée comme constante le long de la

colonne. Pour cela, il faut que le rapport P_e/P_s soit proche de 1 c'est à dire que la perte de charge soit faible.

La HEPT est une mesure directe du pouvoir de résolution de la colonne. Plus h est petit, plus une colonne de longueur L donnée renferme de plateaux théoriques donc plus le pouvoir de séparation est élevé.

Pour une colonne, un gaz porteur et une phase fixe donnés, le pouvoir de résolution dépend du soluté .

5) Influence de la température:

Il existe une relation entre le volume de rétention et la chaleur latente de vaporisation des substances. En effet on a démontré que sur un faible intervalle de température : $\ln V'_R = a \cdot \ln p^\circ + b'$ où p° est la tension de vapeur du soluté à la température de la colonne.

En considérant la relation de Clausius-Clapéyron

$$\ln p^\circ = - \frac{H}{RTc} + b''$$

où H est la chaleur latente de vaporisation

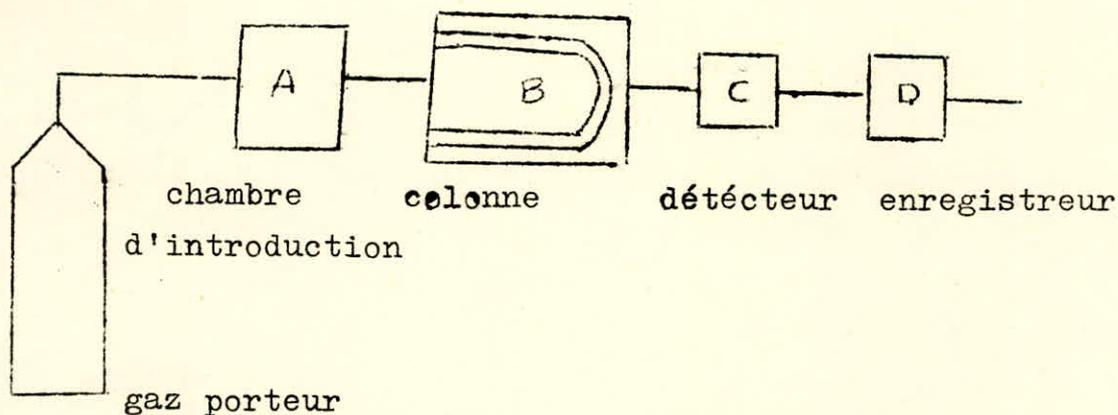
On obtient : $\ln V'_R = a \cdot \frac{H}{RTc} + b$

a et b sont des caractéristiques d'une série d'homologues

II. PARTIE EXPERIMENTALE

1) Appareillage:

Un appareillage de chromatographie en phase gazeuse telqu'il se présente sur le schéma comprend les éléments suivants:



-une réserve de gaz porteur H_2 : celui-ci doit être aussi pur que possible. Le choix du gaz porteur dépend du type de détecteurs utilisés. Si on travaille avec un détecteur basé sur la conductibilité thermique on emploie l'Hydrogene ou l'Hélium qui ont une conductivité thermique élevée

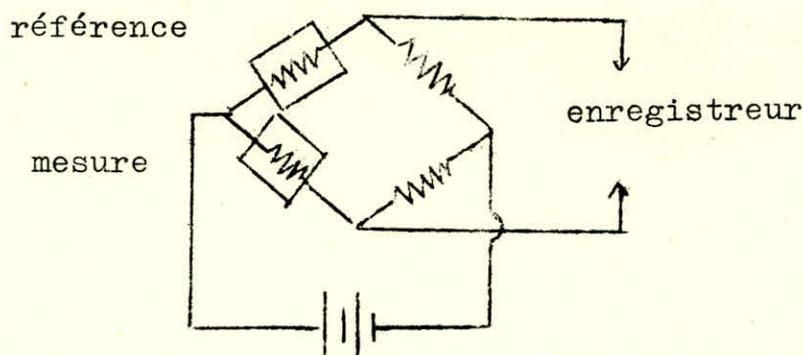
	<u>Conductivité thermique (Cal/Sec.Cm.°C.)</u>	
	0°C	100°C
F	—	—
H_2	39,6	49,94
H_e	33,6	39,85
CH_4	7,20	—
N_2	5,68	7,18
Ar	3,88	5,09
CO_2	3,39	5,06

-une chambre d'injection à une température supérieure à celle de la colonne pour permettre une vaporisation instantanée des solutés.

-une colonne thermostatisée, par circulation d'air chaud pour maintenir une température constante.

-détecteur: Catharomètre à filaments.

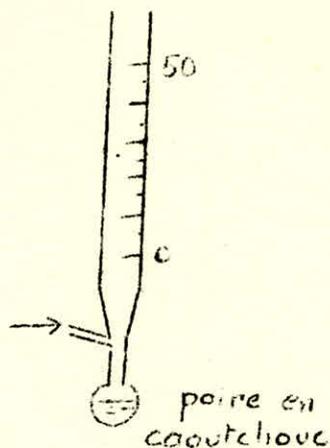
Le principe est basé sur les relations existant entre la conductivité thermique et la résistance électrique. Un courant d'intensité constante parcourt un élément sensible à la température (tel que platine, tungstène) placé dans le courant gazeux. Quand l'équilibre entre l'apport d'énergie par effet joule et la dissipation d'énergie est atteint, l'élément sensible se trouve porté à une certaine température. Celle-ci est fonction de l'intensité du courant, de la conductivité thermique de la phase gazeuse. L'arrivée d'un soluté élué par le gaz porteur modifie la conductivité thermique du milieu, il y a donc variation de la température et par suite de la résistance électrique. Pour enregistrer ces variations de résistance on insère l'élément sensible dans un pont de Wheatstone. Dans une branche circule le gaz vecteur pur et dans la seconde le mélange gazvecteur-soluté.



Chromatographe utilisé : Beckman GC 2A

Enregistreur : Honeywell LTD

-Débitmètre à savon:



Il est constitué d'une burette et d'une poire en caoutchouc. On appuie sur la poire renfermant une solution moussante: il se forme ainsi des films de savon qui se déplacent sous l'action du gaz vecteur (Hydrogène). Le temps mis pour parcourir la distance entre deux traits de la burette nous permet de calculer le débit D'_s .

Pour tenir compte de la tension de vapeur de l'eau on corrige ce débit:

$$D(T_a) = D'_s \frac{P - \pi_{H_2O}(T_a)}{P}$$

où P est la pression atmosphérique.

A la température de la colonne on aura :

$$D_s(T_c) = D_s(T_a) \frac{T_c}{T_a}$$

2) Préparation des colonnes:

a) Préparation de la phase stationnaire:

Le liquide utilisé est l'huile de lin. Celle-ci est un mélange de quatre acides gras en C_{18} :

linoléique (3 doubles liaisons: 9-10, 12-13, 15-16)

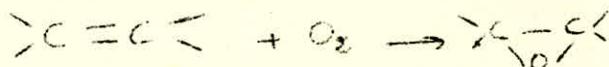
linoléique (2 doubles liaisons: 9-10, 12-13)

oléique (1 double liaison : 9-10) et

stéarique (saturé).

Les chiffres indiquent la position des doubles liaisons. C'est une huile siccative à indice d'iode compris entre 170 et 185.

On met à profit la présence des liaisons éthyléniques pour effectuer une époxydation.



Les réactions d'époxydation ne sont pas totales.

Effectivement, par Infra-rouge, on a décelé les bandes caractéristiques de l'époxyde et de la fonction alcool ainsi qu'une faible bande caractéristique de la liaison éthylénique. La graisse de coloration jaune obtenue par époxydation est soit utilisée comme telle après dégazage prolongé ou on lui fait subir un traitement thermique à 150°C pendant quatre heures. Durant ce traitement sa coloration passe au brun.

b) Supports:

Supports	densité	pores	Surface spécifique: m ² /g	granulométrie: Mesh
Chromosorb W	2,3	> 5	0,6 - 1,3	30/60
Fire Brick C ₂₂	2,15	< 5	4 - 6	60/80

c) Préparation de la phase fixe:

Dans un bécher on met une quantité suffisante de support calculée à partir du volume de la colonne et des caractéristiques du support. On choisit un taux d'imprégnation (de 10% pour les deux premières colonnes et 15% pour la troisième). La quantité de graisse à employer est fixée par ce taux. Elle est solubilisée dans du chloroforme. Après cela il suffit de verser cette solution sur le support. On chasse ensuite le solvant par évaporation sur un bain de sable. L'agitation est importante et doit être effectuée soigneusement afin d'éviter de briser les grains.

Pour réaliser une homogénéisation suffisante et obtenir une répartition uniforme de la graisse ; l'agitation sera effectuée jusqu'à évaporation complète du solvant .On réalise ainsi une couche liquide très fine sur le support.

Le remplissage est assez long et difficile si le support est le chromosorb W et assez facile dans le cas du Fire - Brick. Pour réaliser un bon tassement on utilise un vibreur électrique.

La phase stationnaire choisie ne doit pas présenter de volatilité ou de signe de décomposition à la température d'utilisation. Comme la graisse obtenue par époxydation semblait être sensible aux divers traitements thermiques, nous nous sommes limités à la température maximale d'utilisation de 134,5 °C.

d) Conditionnement de la colonne :

La colonne, montée dans le chromatographe, est parcourue par le gaz vecteur (Hydrogène) à sa température limite d'utilisation : 134,5 ° C. Ce conditionnement permettra de chasser les impuretés volatiles. La stabilité est obtenue après environ trois heures de traitement.

Types de colonnes utilisées.

colonne	support		phase station-		taux d'imp- régation	longueur (m)	dia mètre ext mm
	type	masse (gr)	naire trait- ement	masse (gr)			
I	Ch.W	11,2	150°C 4 h	1,1	10%	1,83	6,35
II	"	13,256	néant	1,326	10%	"	"
III	F.B.	18,557	"	2,783	15%	"	"

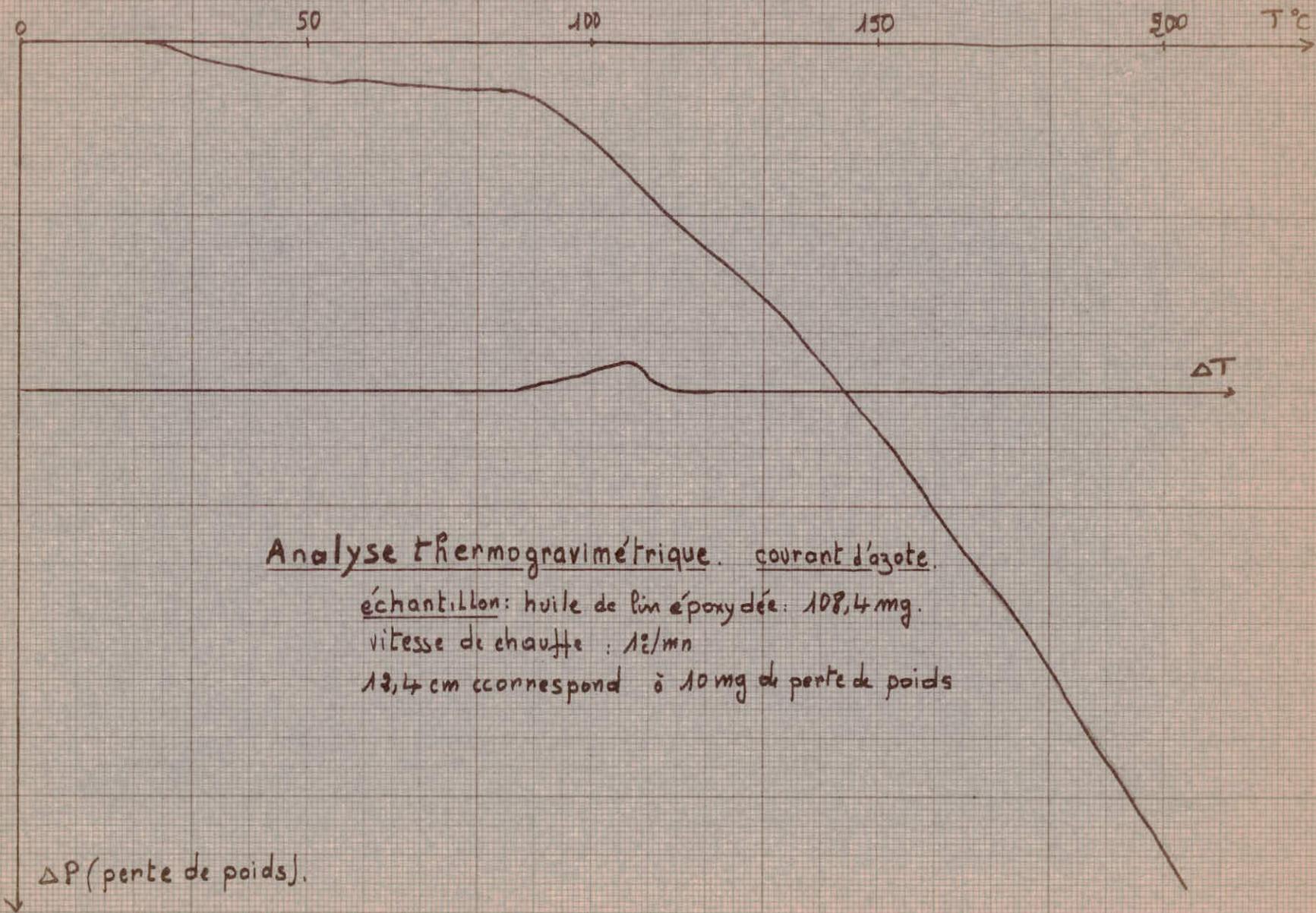
e). Analyse thermogravimétrique.

La phase stationnaire étant sensible à la température, il est apparu intéressant de réaliser une étude thermogravimétrique dans des conditions semblables à l'utilisation de cette phase en chromatographie. Cette étude est donc effectuée en présence d'un gaz inerte, en l'occurrence l'azote.

Le domaine de température est compris entre 20 et 200°C.

On constate que:

la perte de poids est très faible jusqu'à la température de 100°C environ (masse de l'échantillon = 108,4mg, perte de poids = 1,6mg). Par ailleurs l'A.T.D (différence de température) reste horizontale; ce qui indique que cette perte de poids n'est pas due à une réaction chimique. A température supérieure à 100°C la perte de poids devient plus marquée et l'A.T.D indique une réaction faiblement exothermique aux environs de 115-120°C. L'ATD revient ensuite à sa ligne initiale horizontale. La perte de poids augmente régulièrement; à 200°C celle-ci est de 11,5mg soit 10,6% de la masse de l'échantillon.



Analyse thermogravimétrique. courant d'azote.

échantillon: huile de lin époxydée: 108,4 mg.

vitesse de chauffe : 12/mn

12,4 cm correspond à 10 mg de perte de poids

3) Détermination de la polarité de la phase stationnaire.

Brown propose un classement à 3 solutés, un non polaire (N), un accepteur d'électrons (A) et un donneur d'électrons (D).

Nous utilisons les produits de référence suivants:

N = n-octane

A = tétra-chlorure d'éthane

D = dioxanne

ON détermine alors pour chaque soluté les volumes de rétention spécifiés que, dans les mêmes conditions opératoires V_{gN}, V_{gD}, V_{gA} .

On calcule les fractions de rétention:

$$F_N = \frac{V_{gN}}{\sum V_g}, \quad F_A = \frac{V_{gA}}{\sum V_g}, \quad F_D = \frac{V_{gD}}{\sum V_g}$$

On reporte ces valeurs sur un diagramme triangulaire et on obtient ainsi la position relative de la phase stationnaire utilisée. L'inconvénient de cette méthode est que la position du point dépend des 3 solutés de référence.

dans les tableaux suivants on trouvera les diverses valeurs de V_A, V_N, V_D pour la colonne II dont l'époxyde n'a pas subi de traitement thermique à 150°C.

Température = 104,5°C Débit = 104 cm³/mn
(à 104,5°C)

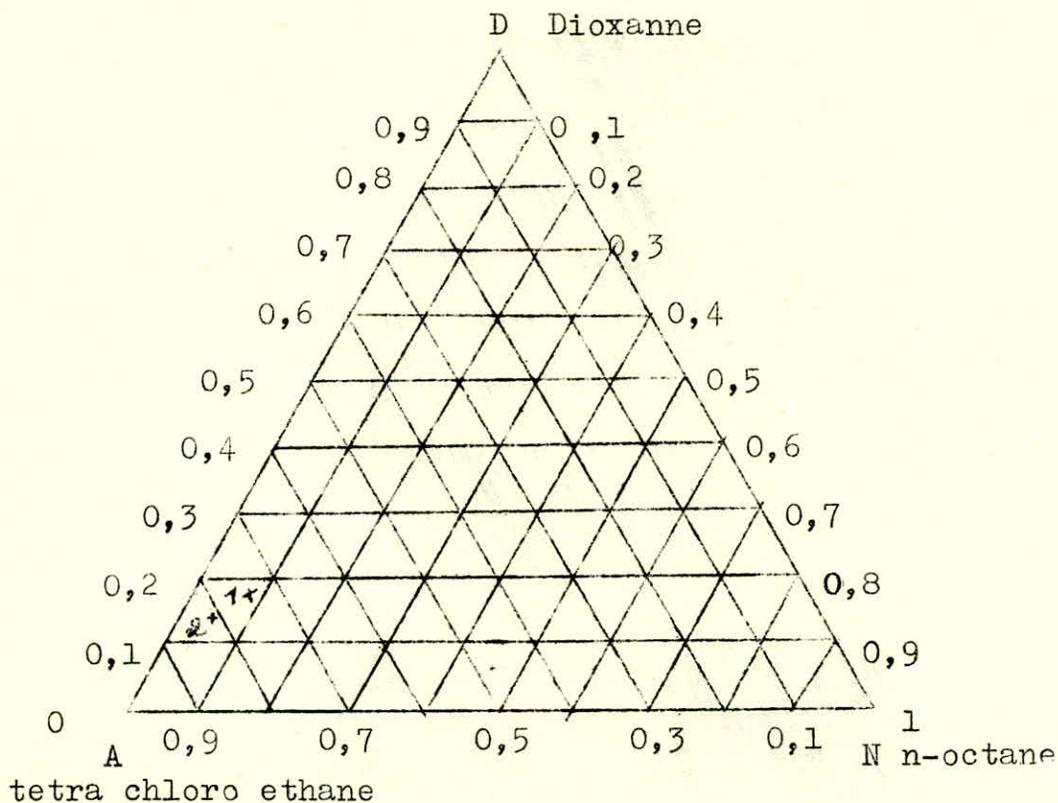
Solutés	d _R mm	t _R sec	V _R (cm ³)	V _g /j	F
tétra-chlorure d'éthane	100	480	832	455	0,807
dioxanne	17,5	83,7	145	79,5	0,141
n-octane	6,5	31	53,8	29,4	0,052

Température = 104,5°C

Débit (104,5°C) = 104 cm³/mn

! solutés	! d' _R mm	! t' _R sec	! V' _R cm ³	! V/j g	! F
! tétra-chlorure					
! d'éthane	! 34,5	! 165	! 314	! 159	! 0,765
! dioxanne	! 7,5	! 36	! 68,4	! 34,6	! 0,168
! n-octane	! 3	! 14,4	! 27,4	! 13,85	! 0,067

Diagramme de polarité



où 1 : 134,5°C
2 : 104,5°C

La phase devrait particulièrement convenir pour séparer des substances du type A telles que les halogénures. Cependant pour étudier l'efficacité de séparation de la phase stationnaire d'une manière aussi complète que possible nous nous sommes efforcés d'étudier diverses classes de substances.

La plupart des substances utilisées sont de qualité "Purissimum". Leurs températures d'ébullition sont rassemblées dans les tableaux ci-dessous. Les quantités injectées sont de l'ordre de 2-4 μ l.

4) Substances utilisées et leurs points d'ébullition.

Alcanes.

Substance!	T _{eb}	!
Pentane	36,2	!
Hexane	69	!
Heptane	98,5	!
Octane	126	!

Aromatiques

Substances!	T _{eb}	!
Benzène	80,1	!
Toluène	111	!

Alcools

Substances	T _{eb} °C!
Méthanol	64,7
Ethanol	78,4
Propanol	97
Butanol	117
Iso-butylrique	108
Iso-amylique	131,5
Allylique	97,1
Iso-propanol	82
Ter-amylique	102
Sec-butanol	99,5

Cétones.

Acétone	56,3
Méthyl-ethyl-cétone	79,5
Méthyl-isobutyl-cétone	117
Pinacolone	106,5
Acétyl-acétone	107
Cyclopentanone	130,5

Halogénures

!Substances !	T _{eb} °C !
!1-bromo-propane !	71 !
!2-bromo-propane !	59,4 !
!2-chloro-2méthyl! propane !	50,7 !
!1-chloro-butane !	78 !
!Bromo-tri-chloro! méthane !	104 !
!tri-chloro- éthylène !	87 !
!tetra-chloro- éthane !	130,5 !

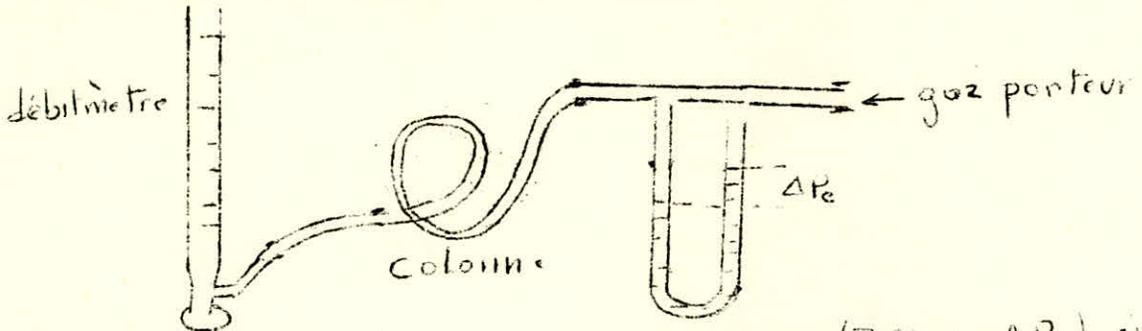
! substances !	T _{eb} °C !
!chloro-benzène!	132 !
!bromo-benzène !	155 !
!bromo-butane !	100,3 !
!tétra-chloro- méthane !	77 !
!iodure de méthyl	42,5 !
! iodure de méthylène !	181 !

5) Détermination du coefficient de perte de charge j

On calcule j à partir de la formule :

$$j = \frac{(Re/\rho_s)^2 - 1}{2(Re/\rho_s)^3 - 1}$$

On mesure la pression d'entrée P_e et le débit $D(T_a)$ à la température ambiante par le dispositif suivant :



La pression d'entrée est $P_e = P_{atm} + \Delta P = (760 + \Delta P_e)$ cmHg

On a ainsi P_e en fonction de D . Les valeurs de P_e , D et j sont données dans les tableaux suivants.

Colonne II

Débit (cm ³ /mn)	ΔP (cmHg)	j
32,4	15	0,896
53,0	21,6	0,87
71,5	29,3	0,83
96,0	37,2	0,793
122	44,5	0,76
122,5	45,3	0,76
150,5	53,3	0,722
201,0	66,7	0,675
230,0	73,7	0,65
256,0	79,5	0,633

Colonne III

Débit (cm ³ /mn)	ΔP cm Hg	j
28,2	13	0,91
40,3	15,7	0,91
66,7	24,6	0,845
90,4	32	0,82
110,5	37,7	0,82
130,5	43,5	0,766
154,0	49,5	0,742
168,0	52,8	0,73
193,0	59,8	0,697
194,0	59,8	0,697
231,0	67,5	0,674
264,0	74,5	0,647
293,0	79,7	0,633

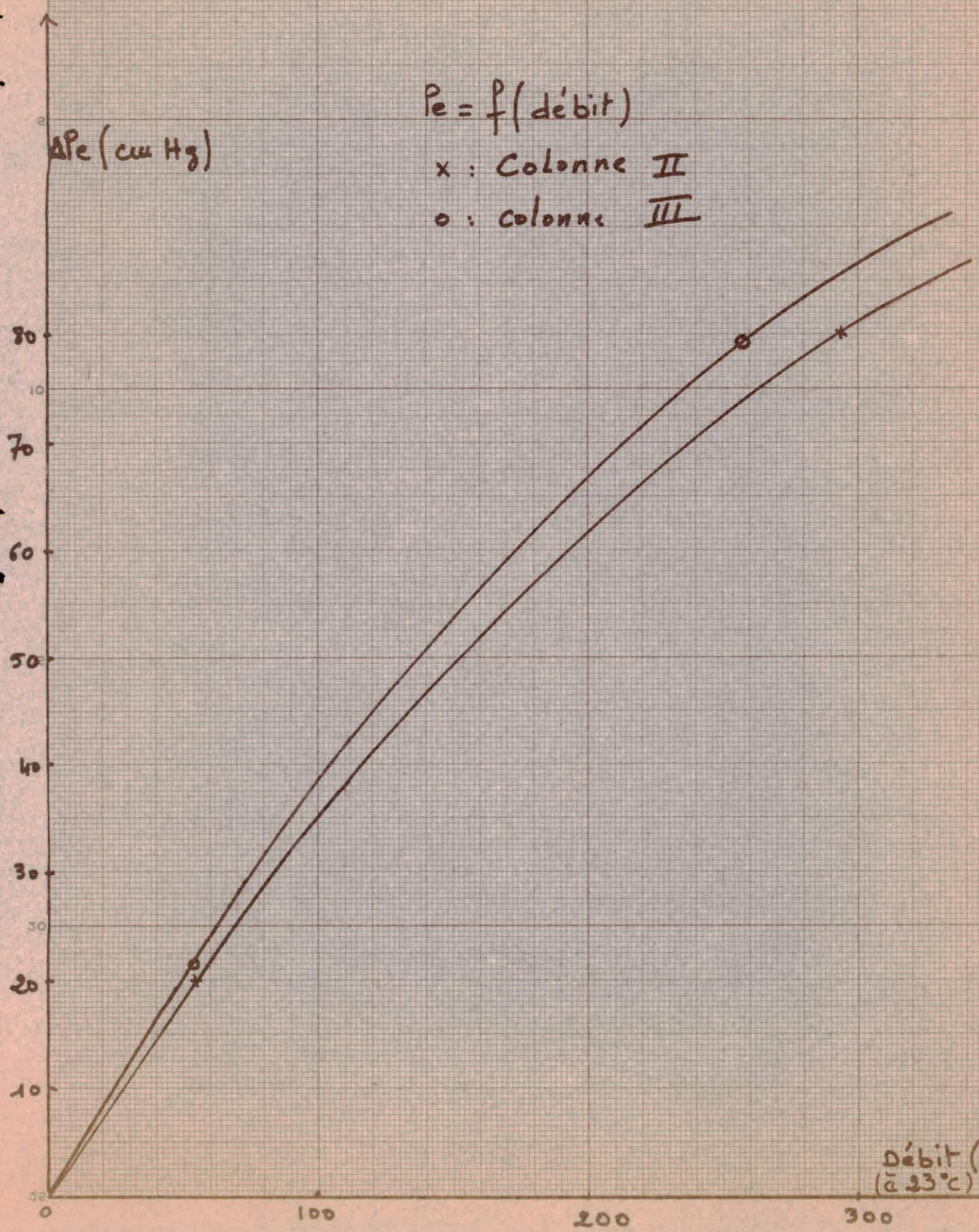
Le coefficient de perte de charge j est faible, ceci indique que le tassement a été bien réalisé.

$$P_e = f(\text{débit})$$

x : Colonne II

o : colonne III

ΔP_e (cm Hg)



Débit (cm³/mn)
(à 23°C)

6) Etalonnage de la température des colonnes:

Les températures de travail ont été déterminées au moyen d'un thermocouple fer-constantin : elles sont de 72°C, 104,5°C , 134,5°C .

7) Détermination de la vitesse du gaz porteur

La vitesse du gaz porteur est calculée à partir du temps de rétention de l'air t_m .

$$t_m = d_m / \varepsilon$$

où ε est la vitesse de déroulement du papier sur l'enregistreur

$\varepsilon = 0,21 \text{ mm/sec} .$

La vitesse u du gaz porteur est :

$$u = \frac{L}{t_m} = \frac{183 \times \varepsilon}{d_m}$$

On obtient alors :

$u = \frac{2306}{d_m} \text{ cm/mn}$

d_m est en mm

--- oooooooooo ---

III. RESULTATS

Nous donnons dans ce qui suit les tableaux des principaux résultats concernant les substances étudiées sur les différentes colonnes. Nous avons obtenu les isothermes de VAN DEEMTER pour chaque substance.

Un exemple concret de calcul d'isothermes dans le cas des halogénures figure dans le tableau ci-dessous.

Pour les autres classes de substances nous nous sommes bornés à indiquer les conditions optimum de travail, c'est-à-dire une HEPT minimum à laquelle correspond une vitesse de gaz porteur optimum.

-- -- 000000000000 -- --

1). Calcul des isothermes des halogénures sur colonne II et III .

2). Isothermes de VAN DEEMTER pour les substances les plus représentatives des autres classes .

3). Tableaux résumé des conditions optimum de travail pour les diverses substances .

4). Chromatogrammes :

-- d'un mélange d'alcools sur colonne III

-- d'un mélange d'halogénures sur colonne III

-- -- 000000000000 -- --

Colonne III. Halogénures .Isotherme 72°C

Substances	D <i>cm³/mm</i>	d _R <i>mm</i>	d' _R <i>mm</i>	W <i>mm</i>	n	h <i>mm</i>	u <i>cm/mm</i>
air		20					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		116	96	21	334	5,48	
CH ₃ CHBrCH ₃		80	60	15	256	7,15	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		119,5	99,5	20,5	378	4,85	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃	21,7	236,5	206,5	33,5	605	3,03	114,8
(CH ₃) ₃ CCl		56,5	36,5	11,5	162	11,3	
CCl ₄		128,5	108,5	27,2	254	7,2	
CHCl = CCl ₂		363	343	54	648	2,83	
CH ₃ I		71	51	17,5	136	13,5	
air		10,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		56,5	46	9,5	374	4,9	
CH ₃ CHBrCH ₃		42	31,5	7,5	283	6,46	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		64	53,5	10,5	416	4,4	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃	41,4	129,5	119	17	785	2,33	218
(CH ₃) ₃ CCl		30	19,5	7	125	14,7	
CCl ₄		72,5	63	13,5	338	5,4	
CHCl = CCl ₂		126	115,5	17	738	2,48	
BrCCl ₃		188,5	178	27	695	2,63	
CH ₃ I		41	30,5	8	234	7,8	
air		7					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		43,5	36,5	7	436	4,2	
CH ₃ CHBrCH ₃		29,5	22,5	5,5	269	6,8	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		41	34	6,5	438	4,17	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃	71,4	82,5	75,5	10,5	830	2,2	328
(CH ₃) ₃ CCl		20	13	5	108	16,9	
CCl ₄		45,5	38,5	8	371	4,93	
CHCl = CCl ₂		78	71	10	807	2,26	
BrCCl ₃		117	110	16,5	713	2,57	
CH ₃ I		24,5	17,5	4,25	270	6,76	
Vitesse de déroulement du papier double = 0,42 mm/s							
air		10					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		61,5	51,5	10	426	4,3	
CH ₃ CHBrCH ₃		49	39	10	243	7,52	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		70	60	9,5	640	2,86	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃	104,5	119	109	16	744	2,46	460
(CH ₃) ₃ CCl		28	18	7	105	17,4	
CCl ₄		66	56	13	349	5,24	
CHCl = CCl ₂		112,5	102,5	15	748	2,45	
BrCCl ₃		170	160	26,5	583	3,14	
CH ₃ I		38,5	28,5	7	266	6,9	

Colonne III. Halogénures . Isotherme 72°C

Substances	D <i>cm²/min</i>	d _R <i>mm</i>	d' _R <i>mm</i>	W <i>mm</i>	n	h <i>mm</i>	u <i>cm²/min</i>
air		8					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		46,5	38,5	8	372	4,92	
CH ₃ CHBrCH ₃		33,5	25,5	7	213	8,6	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		47	39	8	381	4,8	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃		93	85	13	686	2,67	
(CH ₃) ₃ CCl	142,5	22,5	14,5	6,5	80	22,9	573
CCl ₄		52	44	10,5	282	6,5	
CHCl=CCl ₂		87,5	79,5	12	704	2,6	
BrCCl ₃		132	124	21	556	3,29	
CH ₃ I		29,5	21,5	5,5	245	7,46	
air		6,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		38	31,5	7	325	5,63	
CH ₃ CHBrCH ₃		27,5	21	6	196	9,36	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		38,5	32	7	334	5,47	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃		75	68,5	11	620	2,95	
(CH ₃) ₃ CCl	188	18,5	12	5,25	83	22	705
CCl ₄		41,5	35	9	243	7,54	
CHCl=CCl ₂		71,5	65	10,5	615	2,96	
BrCCl ₃		107	100,5	18	500	3,66	
CH ₃ I		23,5	17	4,5	229	8	
air		5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		29,5	24,5	6	267	6,84	
CH ₃ CHBrCH ₃		22	17	5,25	165	11,1	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		31	26	6	301	6,1	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃		60	55	9,5	536	3,42	
(CH ₃) ₃ CCl	251,5	15	10	4,5	79,2	23,1	918
CCl ₄		33,5	28,5	8	303	9	
CHCl=CCl ₂		57	52	9	534	3,42	
BrCCl ₃		86	81	16	410	4,46	
CH ₃ I		19	14	4	195	9,4	

Colonne III. Halogénures. Isotherme 104,5°C.

Substances.	D cm ³ /mm	d _R mm	d' _R	W (mm)	n	h (mm)	u (mm)
air		23,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		77,5	54	17,5	153	12	
CH ₃ CHBrCH ₃		62,5	39	14	125	14,7	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		79	55,5	18,5	144	12,7	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃		130,5	107	24,5	306	6	
(CH ₃) ₃ CCl	17,7	46,5	23	10	85	21,6	98
CCl ₄		71,5	48	14	189	9,7	
BrCCl ₃		175	151,5	34	318	5,74	
CHCl = CCl ₂		124	100,5	28	206	8,87	
air		10,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		33,5	23	6	235	7,8	
CH ₃ CHBrCH ₃		26,5	16	5	162	11,3	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		34,5	24	5,5	306	6	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃		58	47,5	9	445	4,1	
(CH ₃) ₃ CCl	43	20,5	10	4	100	18,3	218
CCl ₄		37	26,5	7	230	7,95	
BrCCl ₃		78,5	68	12	514	3,56	
CHCl = CCl ₂		54,5	44	9	384	4,76	
CHCl = CHCl ₂							
C ₆ H ₅ Cl		180,5	170	26	685	2,68	
C ₆ H ₅ Br		356					
CH ₃ I		24	13,5	5	117	15,7	
air		6,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		21,5	15	3,9	237	7,74	
CH ₃ CHBrCH ₃		17	10,5	3,1	184	9,95	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		21,5	15	3,2	352	5,2	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃		37,5	31	5,5	509	3,6	
(CH ₃) ₃ CCl	75	13	6,5	2,5	108	17	353
CCl ₄		23,5	17	4	290	6,32	
BrCCl ₃		49,5	43	7	605	3,03	
CHCl = CCl ₂		34,5	28	5,2	464	3,95	
CHCl ₂ CHCl ₂		302	295,5	39	920	2	
C ₆ H ₅ Cl		115,5	109	14	975	1,88	
C ₆ H ₅ Br		230	223,5	26	1184	1,54	
CH ₃ I		16	9,5	3,5	118	15,5	
air		4,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		16	11,5	3	235	7,8	
CH ₃ CHBrCH ₃		12,5	8	2,5	163	11,2	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		15,5	11	2,5	310	5,9	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃		27	22,5	3,8	562	3,26	
(CH ₃) ₃ CCl	108	9,5	5	2	100	18,3	512
CCl ₄		17,25	12,75	3	290	6,32	
BrCCl ₃		36,5	32	5	656	2,8	
CHCl = CCl ₂		25,5	21	3,8	488	3,75	
CHCl ₂ CHCl ₂		220	215,5	26	1100	1,66	
C ₆ H ₅ Cl		84	79,5	10	1010	1,81	
C ₆ H ₅ Br		166,5	162	19	1165	1,57	
CH ₃ I		11	6,5	2,5	108	117	

Colonne III. Halogénures. Isotherme 104,5°C

Substances	D cm ³ /mn	d_R (mm)	d'_R	W mm	n	h mm	U cm/mn
air		3,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃	150	12,5	9	2,3	245	7,5	656
CH ₃ CHBrCH ₂ CH ₃		10	6,5	2,1	153	11,9	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		12,5	9	2	325	5,64	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃		21	17,5	3,3	451	4,06	
(CH ₃) ₃ CCl		7	3,5	1,5	87	21	
CCl ₄		13,5	10	2,5	256	7,5	
BrCCl ₃		29	25,5	4	652	2,81	
CHCl=CCl ₂		20	16,5	3	483	3,79	
CHCl ₂ CHCl ₂		171,5	168	20	1130	1,62	
C ₆ H ₅ Cl		65,5	62	8	960	1,91	
C ₆ H ₅ Br		130	126,5	16	1000	1,83	
CH ₃ I		8,5	5	2	100	18,3	
air		3					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃	198	10	7	1,9	218	8,4	763
CH ₃ CHBr ₂ CH ₃		8	5	1,7	138	13,2	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		10	7	1,7	273	6,73	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃		18	15	2,8	457	4	
(CH ₃) ₃ CCl		6	3	1,3	85	21,5	
CCl ₄		11	8	2	256	7,15	
BrCCl ₃		23	20	3,6	496	3,7	
CHCl=CCl ₂		16	13	2,5	432	4,24	
CHCl ₂ CHCl ₂		140	137	16	1175	1,56	
C ₆ H ₅ Cl		53,5	50,5	7	831	2,2	
C ₆ H ₅ Br		106,5	103,5	12,5	1096	1,67	
CH ₃ I		7,5	4,5	1,8	100	18,3	
air		2,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃	260	8,5	6	1,6	224	8,16	920
CH ₃ CHBr ₂ CH ₃		6,5	4	1,4	131	14	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		8,5	6	1,5	256	7,15	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃		12	9,5	2	360	5,01	
(CH ₃) ₃ CCl		5	2,5	1,2	69	26,4	
CCl ₄		9	6,5	1,8	208	8,78	
BrCCl ₃		19	16,5	3	485	3,78	
CHCl=CCl ₂		13,5	11	2,2	400	4,57	
CHCl ₂ CHCl ₂		113,5	111	14	1010	1,82	
C ₆ H ₅ Cl		43	40,5	5,5	865	2,12	
C ₆ H ₅ Br		86,5	84	11	930	1,97	
CH ₃ I		6	3,5	1,5	79	21	

Substances	D_{20}^{20} <i>c. n. 20/20</i>	d_{20}^{20} <i>mm</i>	d_{20}^{20} <i>R</i>	W_{20} <i>mm</i>	n	h <i>mm</i>	u <i>cal/m</i>
air		23,5					
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_3$		51,5	28	12	87	21	
$\text{CH}_3\text{CHBrCH}_3$		43	19,5	10,5	55	32,2	
$\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$		51	27,5	12	84	21,8	
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$		76,5	53	16	176	10,4	
$(\text{CH}_3)_3\text{CCl}$	18,3	36,5	13	8,8	37	49	97,8
CCl_4		54,5	31	12,5	99	18,6	
BrCCl_3		95	71,5	17,5	268	6,85	
$\text{CHCl}=\text{CCl}_2$		72,5	49	16,5	141	13	
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$		186	162,5	37	310	5,9	
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Br}$		340	316,5	56	510	3,6	
CH_3I		42	18,5	11,5	42	44,2	
air		10,5					
$\text{CHBrCH}_2\text{CH}_3$		23	12,5	5	100	18,3	
$\text{CH}_3\text{CHBrCH}_3$		20	9,5	4	91	20,2	
$\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$		23	12,5	5	100	18,3	
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$		34	23,5	6	245	7,45	
$(\text{CH}_3)_3\text{CCl}$	42,5	15,75	5,25	3	49	37,5	219
CCl_4		25	14,5	5	135	13,6	
BrCCl_3		44	33,5	7	368	4,97	
$\text{CHCl}=\text{CCl}_2$		33,5	23	6,5	200	9,15	
CHCl_2CHCl		187	176,5	27	685	2,67	
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$		86,5	76	13	547	3,34	
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Br}$		155,5	145	20,5	800	2,28	
CH_3I		20	9,5	5,2	53	34,3	
CH_2I_2		223	212,5	33	664	2,76	
air		6,5					
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_3$		15	8,5	3	129	14,2	
$\text{CH}_3\text{CHBrCH}_3$		13	6,5	2,5	108	17	
$\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$		14,5	8	3	113	16,1	
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$		21,75	15,25	3,5	304	6,02	
$(\text{CH}_3)_3\text{CCl}$	71	10,5	4	2	64	28,6	353
CCl_4		15,25	8,75	3	136	13,5	
BrCCl_3		27	20,5	4	422	4,35	
$\text{CHCl}=\text{CCl}_2$		20,5	14	4	197	9,3	
$\text{CHCl}_2\text{CHCl}_2$		116,5	110	15,5	802	2,29	
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$		54	47,5	7,5	643	2,85	
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Br}$		98,25	91,75	12	937	1,96	
CH_3I		13	5,5	2,8	62	29,7	
CH_2I_2		141,5	135	19,5	768	2,38	

Colonne III. Halogénures. Isotherme 134,5°C

Substances	D	d_R	d'_R	W	n	h	u
air		4,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		10,5	6	2	144	12,7	
CH ₃ CHBrCH ₃		8,75	4,25	1,7	113	16,2	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		10,25	5,75	2	133	13,8	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃		15,25	10,75	2,5	298	6,15	
(CH ₃) ₃ CCl		7,2	2,7	1,5	52	35,3	
CCl ₄	108	11	6,5	2,25	134	13,7	510
BrCCl ₃		19,5	15	3	400	4,58	
CHCl=CCl ₂		14,75	10,25	3	187	9,77	
CHCl ₂ CHCl ₂		83,5	79	10,5	905	2,02	
C ₆ H ₅ Cl		38	33,5	5	720	2,54	
C ₆ H ₅ Br		70,5	66	8,5	960	1,9	
CH ₃ I		8,5	4	2	64	28,6	
CH ₂ I ₂		102,5	98	15	700	2,61	
air		3,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		8,25	4,75	1,5	160	11,45	
CH ₃ CHBrCH ₃		7	3,5	1,3	116	15,8	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		8	4,5	1,5	144	12,7	
CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ CH ₃		12	8,5	2	290	6,32	
(CH ₃) ₃ CCl		6	2,5	1,25	64	28,6	
CCl ₄		8,5	5	1,75	130	14	
BrCCl ₃	151	15,5	12	2,5	370	4,95	654
CHCl=CCl ₂		11,5	8	2,4	178	10,3	
CHCl ₂ CHCl ₂		64,5	61	8	930	1,97	
C ₆ H ₅ Cl		30	26,5	4	705	2,6	
C ₆ H ₅ Br		54	50,5	7	832	2,2	
CH ₃ I		6,5	3	1,5	64	28,6	
CH ₂ I ₂		78,5	75	11	744	2,44	

Colonne III. Halogénures. Isotherme 134,5°C (suite)

Substances	D	d_R	d'_R	W	n	h	u
air		2,8					
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_3$		6,55	3,75	1,2	156	11,7	
$\text{CH}_3\text{CHBrCH}_3$		5,5	2,7	1,1	86	19	
$\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$		6,5	3,7	1,2	152	12	
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$		9,8	7	1,7	272	6,74	
$(\text{CH}_3)_3\text{CCl}$		5,05	2,25	1,2	56	32,6	
CCl_4	203	7	4,2	1,5	126	14,6	820
BrCCl_3		12,55	9,75	2	381	4,8	
$\text{CHCl}=\text{CCl}_2$		9,3	6,5	2	166	11	
$\text{CHCl}_2\text{CHCl}_2$		51,8	49	6,5	912	2	
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$		24,5	21,7	3	833	2,2	
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Br}$		43,5	40,7	5	1060	1,72	
CH_3I		5,5	2,7	1,35	64	28,6	
CH_2I_2		63,8	61	9	736	2,5	
air		2,25					
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_3$		5,5	3,25	1	140	13	
$\text{CH}_3\text{CHBrCH}_3$		4,5	2,25	1	82	22,5	
$\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$		5,25	3	1	144	12,7	
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$		8	5,75	1,4	271	6,76	
$(\text{CH}_3)_3\text{CCl}$		4	1,75	1	49	37,2	
CCl_4	265	5,75	3,5	1,25	125	14,6	1015
BrCCl_3		10,25	8	1,8	317	5,77	
$\text{CHCl}=\text{CCl}_2$		7,5	5,25	1,5	197	9,3	
$\text{CHCl}_2\text{CHCl}_2$		42,25	40	5	1023	1,78	
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$		19,75	17,5	2,75	649	2,82	
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Br}$		35,25	33	4,5	864	2,1	
CH_3I		4,25	2	1,1	53	34,7	
CH_2I_2		51,5	49,25	7	793	2,31	

1).

Colonne II. Halogénures .Isotherme: 72°C

-26-

Substances	Débit <i>cm³/min</i>	d _r <i>mm</i>	d' <i>r</i>	W <i>mm</i>	n	h <i>mm</i>	u <i>cm/hr</i>
air		25					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		75	50	21	91	20,1	
CH ₃ CH Br CH ₃		59	34	17	64	28,6	
CH ₂ Cl CH ₂ CH ₂ CH ₃	17,6	76,5	51,5	20	106	17,3	91,5
(CH ₃) ₃ CCl		43,5	18,5	13	32	56,5	
CHCl = CCl ₂		132,5	107,5	35	151	12,1	
BrCCl ₃		200	175	53	175	10,5	
CH ₃ I		51,5	26,5	15	50	36,8	
air		13					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		38	25	9	123	14,9	
CH ₃ CHBrCH ₃		29	16	7,5	73	25,1	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		38,5	25,5	9	129	14,2	
(CH ₃) ₃ CCl	39,5	21,5	8,5	6	32	57	177
CHCl = CCl ₂		66	53	15	200	9,1	
BrCCl ₃		97,5	84,5	25	183	10	
CH ₃ I		26	13	6	75	24,4	
AIR		7,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		23	15,5	6	107	17,1	
CH ₃ CH BrCH ₃		17,5	10	4,5	79	23,1	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		23,5	16	5,5	135	13,5	
(CH ₃) ₃ CCl	67	13,5	6	4,5	28	64,3	306
CHCl = CCl ₂		41	33,5	9	223	8,24	
BrCCl ₃		62	54,5	16,5	175	10,5	
CH ₃ I		16,5	9	4	81	22,6	
air		5,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		20	14,5	5,5	111	16,4	
CH ₃ CHBrCH ₃		13	7,5	3,5	74	24,9	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		20,5	15	5	144	12,7	
(CH ₃) ₃ CCl	99	10	4,5	3,5	26	69	418
CHCl = CCl ₂		30	24,5	7	197	9,3	
BrCCl ₃		43,5	38	12,5	148	12,4	
CH ₃ I		12	6,5	2,5	108	16,9	

Colonne II .Isotherme 72°C (suite)

Halogénures

Substances	Débit cm ³ /min	d _R mm	d' _R mm	W mm	n	h mm	u cm/min
air		4					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		13	9	3,4	112	16,3	
CH ₃ CHBrCH ₃		9	5	2,6	59	31	
CHClCH ₂ CH ₂ CH ₃		13,5	9,5	3,5	118	15,5	
(CH ₃) ₂ CCl	140	7	3	2,5	23	79,5	575
CHCl=CCl ₂		23	19	5,2	214	8,5	
BrCCl ₃		34,5	30,5	11	123	14,9	
CH ₃ I		9,5	5,5	2	122	15,0	
air		3					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		10,5	7,5	3	100	18,3	
CH ₃ CHBrCH ₃		7	4,5	2,5	51	35,5	
CHClCH ₂ CH ₂ CH ₃		11	8	3,2	100	18,3	
(CH ₃) ₂ CCl	184	6	3	2,5	23	79,5	763
CHCl=CCl ₂		18,5	15,5	5	154	11,9	
BrCCl ₃		27,3	24,3	9	117	15,7	
CH ₃ I		8	5	2	100	18,3	
air		2,5					
CHBrCH ₂ CH ₃		8,5	6	2,5	92	20	
CH ₃ CHBrCH ₃		6	3,5	2,2	40	45,3	
CHClCH ₂ CH ₂ CH ₃		9	6,5	2,5	108	17	
(CH ₃) ₂ CCl	244	4,5	2	2,5	10	179	920
CHCl=CCl ₂		15	12,5	4	157	11,7	
BrCCl ₃		22,5	20	9	79	23,1	
CH ₃ I		6	3,5	2	49	37,4	

Substances	D ₂₀ cm ³ /mm	d _R mm	d' _R mm	W mm	n	h mm	u cm/mm
air		25,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		46,5	21	13	41	43,8	
CH ₃ CHBrCH ₃		39	13,5	12	20	90	
(CH ₃) ₃ CCl	18,7	33,5	8	9	12	145	90
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		46,5	21	13	41	43,8	
CHCl = CCl ₂		64,5	39	17,5	79	23	
BrCCl ₃		89	63,5	20	162	11,3	
C ₆ H ₅ Cl		187,5	162	46	199	9,2	
CH ₃ I		37,5	12	10,5	21	87,4	
air		12					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		22	10	6	44	41	
CH ₃ CHBrCH ₃		18	6	4,7	26	70,2	
(CH ₃) ₃ Cl		16	4	3,5	21	87,3	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		21	9	5	52	35,3	
CHCl = CCl ₂		30,5	18,5	7,5	97	18,8	
BrCCl ₃	42,4	42	30	9,5	160	11,5	192
C ₆ H ₅ Cl		89	77	19	263	6,9	
CH ₂ Cl ₂ CH ₂ Cl ₂		221,5	209,5	46	333	5,5	
CH ₃ I		18	6	5	23	79,5	
CH ₂ I ₂		274	262	74	202	9,1	
air		7,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		14	6,5	4	42	43,4	
CH ₃ CHBrCH ₃		11,5	4	2,5	41	44,6	
(CH ₃) ₃ CCl		10	2,5	2	25	73,3	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		13,5	6	3,2	56	32,5	
CHCl = CCl ₂		19,5	12	5	92	19,9	
BrCCl ₃	70	26,5	19,5	7,5	108	16,9	307
C ₆ H ₅ Cl		57	49,5	12	272	6,74	
CH ₂ Cl ₂ CH ₂ Cl ₂		142,5	135	30	325	5,6	
CH ₃ I		11	3,5	2,7	25	72,4	
CH ₂ I ₂		179	171,5	48	205	8,9	
air		6					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		10	4	2,5	41	44,6	
CH ₃ CHBrCH ₃		9	3	2	36	51	
(CH ₃) ₃ CCl		7,5	1,5	1,5	16	114,5	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		10,3	4,3	2,3	56	32,7	
CHCl = CCl ₂		15	9	3,2	126	14,5	
BrCCl ₃	104	20,5	14,5	5,5	111	16,5	383
C ₆ H ₅ Cl		43	37	9	270	6,76	
CH ₂ Cl ₂ CH ₂ Cl ₂		104,5	98,5	21	352	5,2	
CH ₃ I		8,3	2,3	1,6	31	57,8	
CH ₂ I ₂		130	124	35	202	9,07	

Colonne II . Halogénures .

Isotherme 104,5°C (suite).

substances	D cm ³ /mm	d _p mm	d _r mm	W mm	n	h mm	u cm ³ /mm
air		4,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		7,5	3	2	36	50,8	
CH ₃ CHBrCH ₃		7	2,5	2	25	73,4	
(CH ₃) ₂ CCl		6	1,5	1	27	67,8	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		8	3,5	2	49	37,4	
CHCl=CCl ₂		11,5	7	2,6	116	15,8	
BrCCl ₃	144	15,5	11	4	121	15,2	510
C ₆ H ₅ Cl		33	29	6,5	320	5,7	
CHCl ₂ CHCl ₂		81,5	77	17	328	5,6	
CH ₃ I		6,5	2	1,5	28	64	
CH ₂ I ₂		110,5	96	25,5	227	8,0 ⁵	
air		3,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		5,75	2,25	1,6	31	57,5	
CH ₃ CHBrCH ₃		5,8	2,3	1,5	37	48,6	
(CH ₃) ₂ CCl		4,8	1,3	1,	27	67,8	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		6	2,5	1,6	39	47	
CHCl=CCl ₂	192	9,5	6	2,4	110	18,3	654
BrCCl ₃		12,5	9	3,5	105	17,3	
C ₆ H ₅ Cl		26,5	23	5	338	5,42	
CHCl ₂ CHCl ₂		66,5	63	15	281	6,5	
CH ₃ I		5	2	1,5	28	64	
CH ₂ I ₂		83,5	80	24	178	10,3	
air		2,5					
CH ₂ BrCH ₂ CH ₃		4,75	2,25	1,4	41	44,4	
CH ₃ CHBrCH ₃		4	1,5	1	36	50,8	
(CH ₃) ₂ CCl		3,7	1,2	1	24	79,4	
CH ₂ ClCH ₂ CH ₂ CH ₃		5	2,5	1,5	44	41	
CHCl=CCl ₂		7,5	5	2,2	83	22	
BrCCl ₃	255	10	7,5	3	100	18,3	915
C ₆ H ₅ Cl		21	18,5	5	219	8,34	
CHCl ₂ CHCl ₂		52,5	50	12	278	6,6	
CH ₃ I		4,5	2	1,5	28	64	
CH ₂ I ₂		66,5	64	18	202	9,06	

Colonne II Halogénures .Isotherme 134,5°C

substances	D cm ³ /mm	d mm R	d' mm R	W mm	n	h mm	u cm/inn
air		26					
CHCl ₂ =CCl ₂		44,5	18,5	13	32	56,6	
BrCCl ₃		56	30	12	100	18,3	
CHCl ₂ CHCl ₂	18,5	178	152	46	175	10,4	89
C ₆ H ₅ Cl		92	66	24	121	15,1	
CH ₂ I ₂		227	201	49,5	264	6,9	
air		12,5					
CHCl ₂ =CCl ₂		21,5	9	5,3	46	39,7	
BrCCl ₃		26,5	14	7	64	28,6	
CHCl ₂ CHCl ₂	42	88	65,5	20	174	10,5	184
C ₆ H ₅ Cl		45	32,5	10	170	10,8	
CH ₂ I ₂		118	106	25,5	277	6,6	
air		7,5					
CHCl ₂ =CCl ₂		13	5,5	3	54	34	
BrCCl ₃	70,4	16	8,5	4	72	25,4	306
CHCl ₂ CHCl ₂		65	57,5	12	368	4,96	
C ₆ H ₅ Cl		27	19,5	6	170	10,8	
CH ₂ I ₂		86	78,5	15,5	410	4,46	
air		5,5					
CHCl ₂ =CCl ₂		9,5	4	2,25	50	36,3	
BrCCl ₃		12,5	7	2,8	100	18,3	
CHCl ₂ CHCl ₂	105	40	34,5	9,5	211	8,67	418
C ₆ H ₅ Cl		21	15,5	4,5	190	9,6	
CH ₂ I ₂		55	49,5	12,5	252	7,3	
air		4,5					
CHCl ₂ =CCl ₂		8	3,5	2	49	37,4	
BrCCl ₃	148	9,5	5	2	100	18,3	512
CHCl ₂ CHCl ₂		31,5	27	7	238	7,7	
C ₆ H ₅ Cl		16	11,5	3,5	173	10,6	
CH ₂ I ₂		42,5	38	9,5	256	7,2	
air		3,5					
CHCl ₂ =CCl ₂		6,5	3	1,8	44	41	
BrCCl ₃		7	3,5	2	49	37,4	
CHCl ₂ CHCl ₂	194	25,5	22	6	214	8,5	654
C ₆ H ₅ Cl		13,5	10	3	178	10,3	
CH ₂ I ₂		34	30,5	8	234	7,8	
air		2,5					
CHCl ₂ =CCl ₂		5	2,5	1,5	44	41,3	
BrCCl ₃		6	3,5	1,6	77	23,8	
CHCl ₂ CHCl ₂	265	20	17,5	4,5	242	7,6	917
C ₆ H ₅ Cl		10,5	8	2,5	163	11,2	
CH ₂ I ₂		27,5	25	6,5	237	7,7	

LES PAPIERS CANSON France

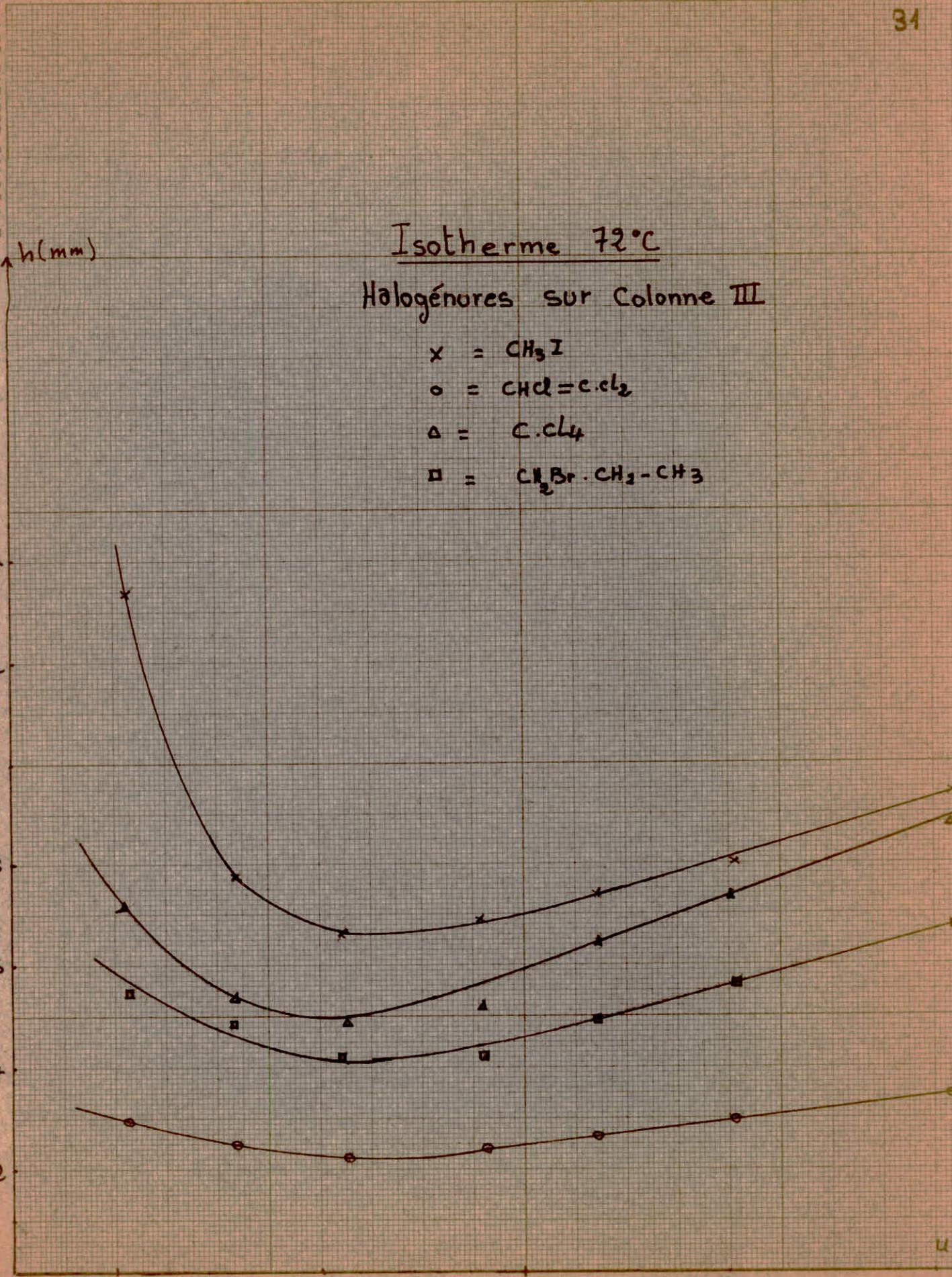
Isotherme 72°C

Halogénures sur Colonne III

- x = CH₃I
- o = CH₂=C.Cl₂
- Δ = C.Cl₄
- = CH₂Br·CH₂-CH₃

h(mm)

14
12
10
8
6
4
2



u

LES PAPIERS CANSON France

h (mm)

Isotherme 72°C

Halogénures Colonne II

△ $\text{CHCl}=\text{CCl}_2$

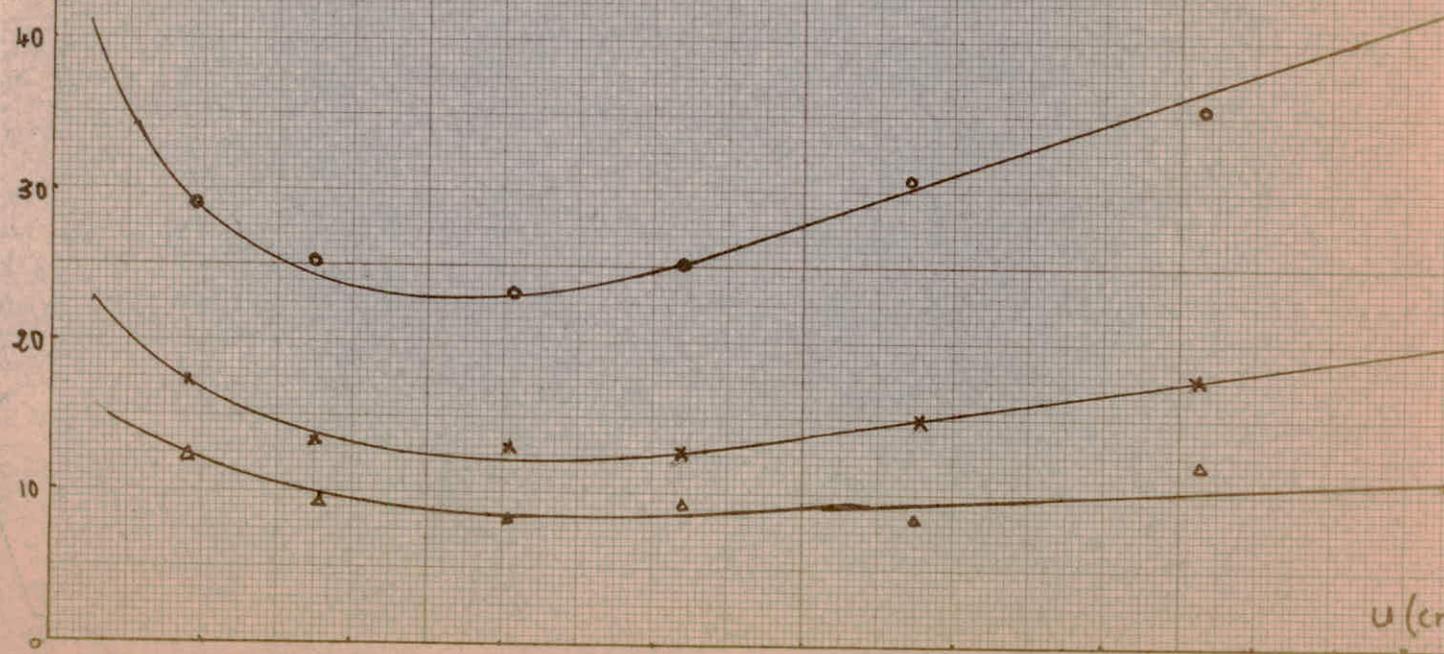
x $\text{CH}_2\text{Cl}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_3$

o $\text{CH}_3-\text{CHBr}-\text{CH}_3$

60
50
40
30
20
10
0

100 300 500 700 900

u (cm)



2) Isothermes de VAN DEEMTER pour les substances les plus représentatives des autres classes.

LES PAPIERS CANNON France

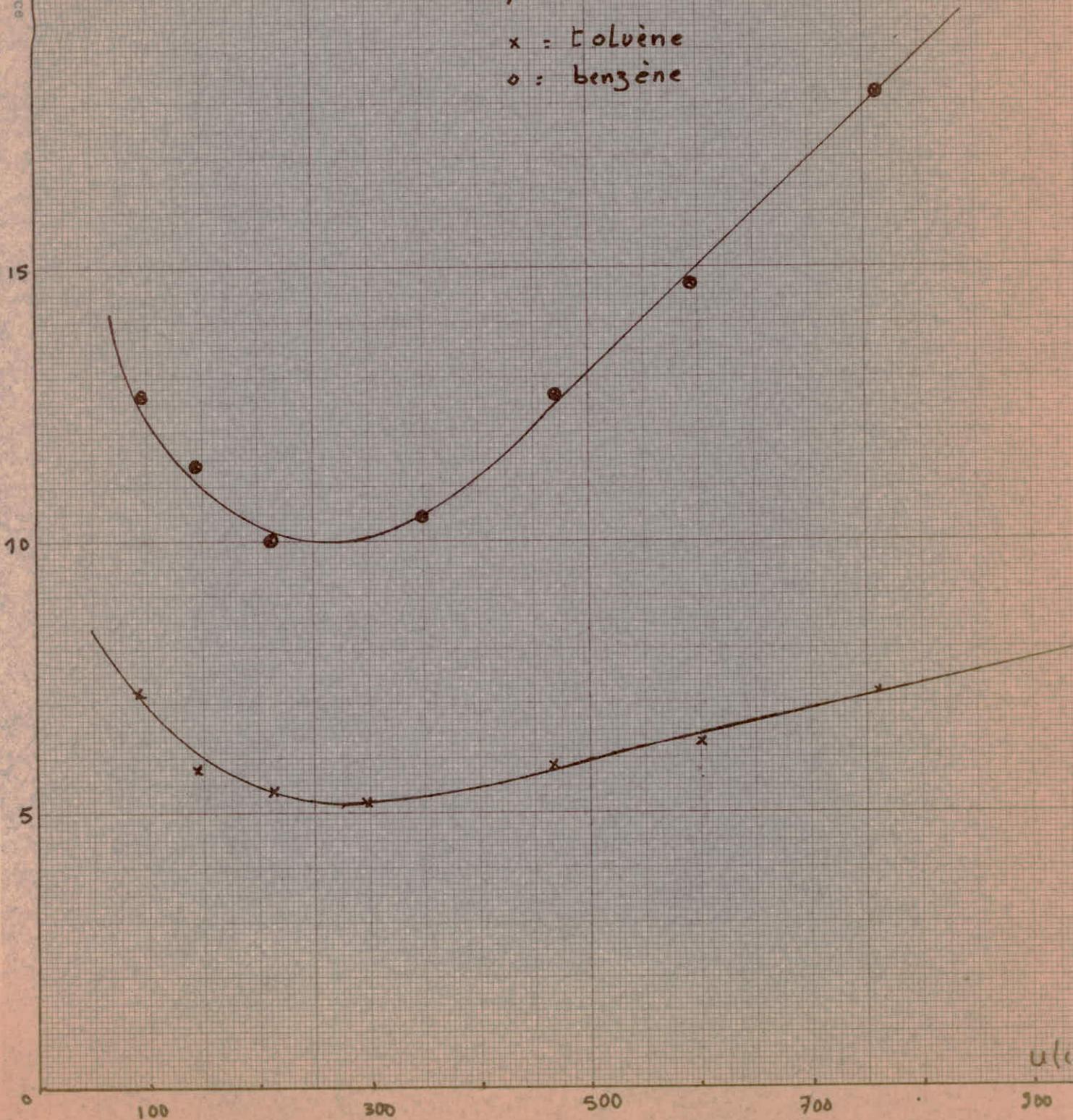
h(mm)

Isotherme 72°C

Aromatiques. Colonne I

x : Toluène

o : benzène



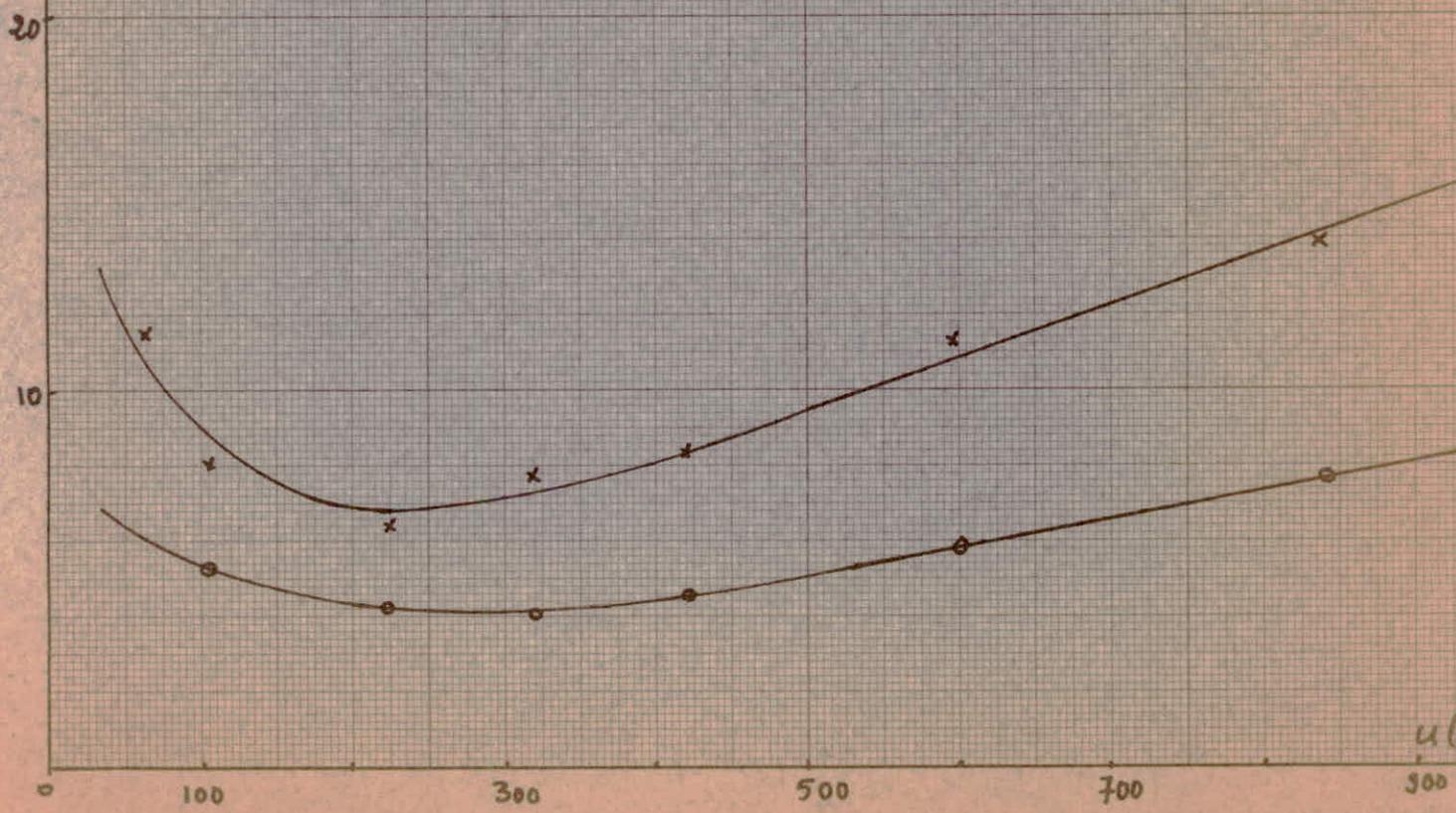
u (cm)

LES PAPIERS CANSON France

$h(\text{mm})$

Isotherme 72°c
Aromatiques . Colonne II

x = benzène
o = toluène



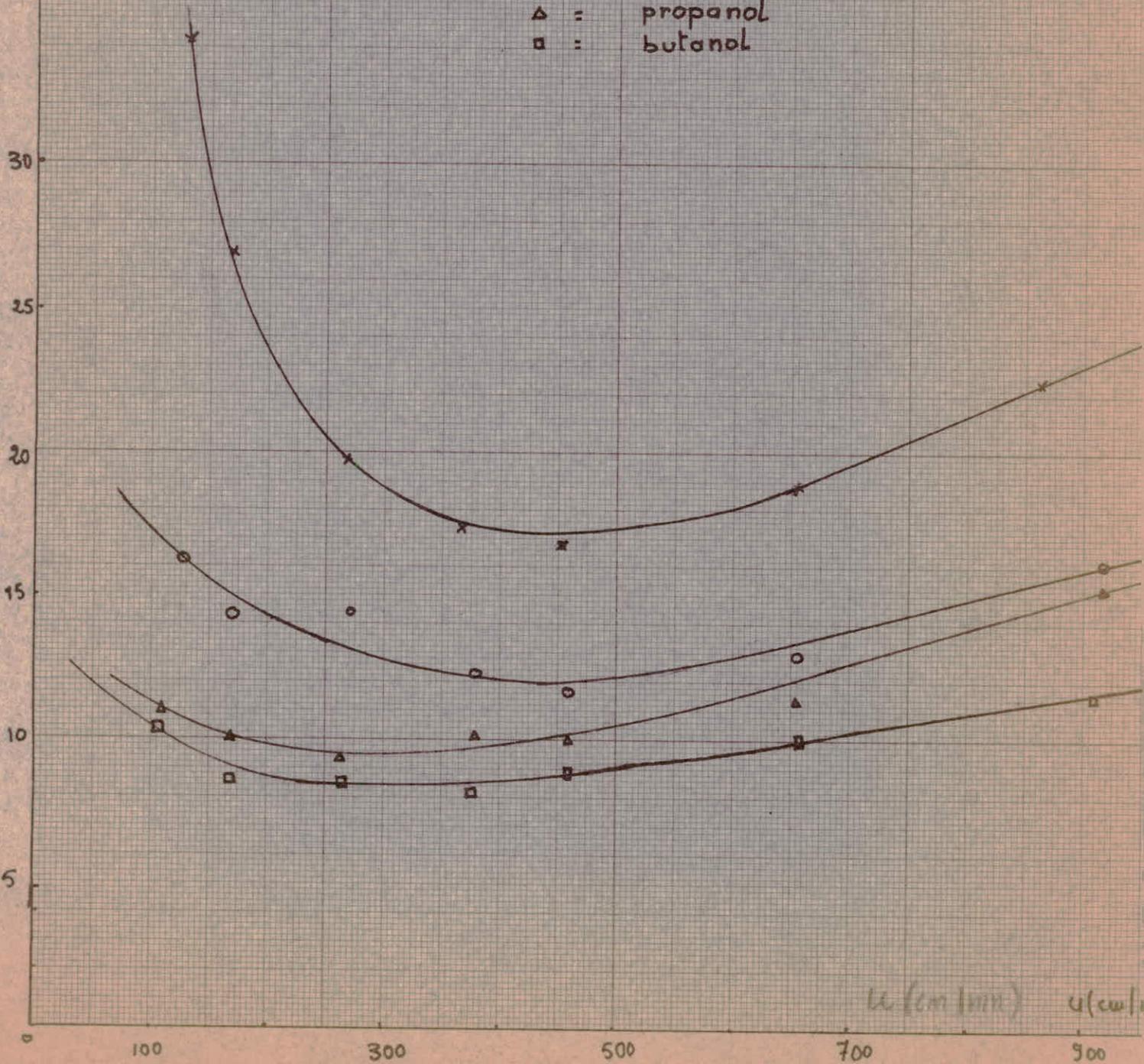
46

20
LES PAPIERS CANSON
France
h (mm)

30
Isotherme 72°C

Alcools. Colonne II

- x : méthanol
- o : éthanol
- Δ : propanol
- : butanol



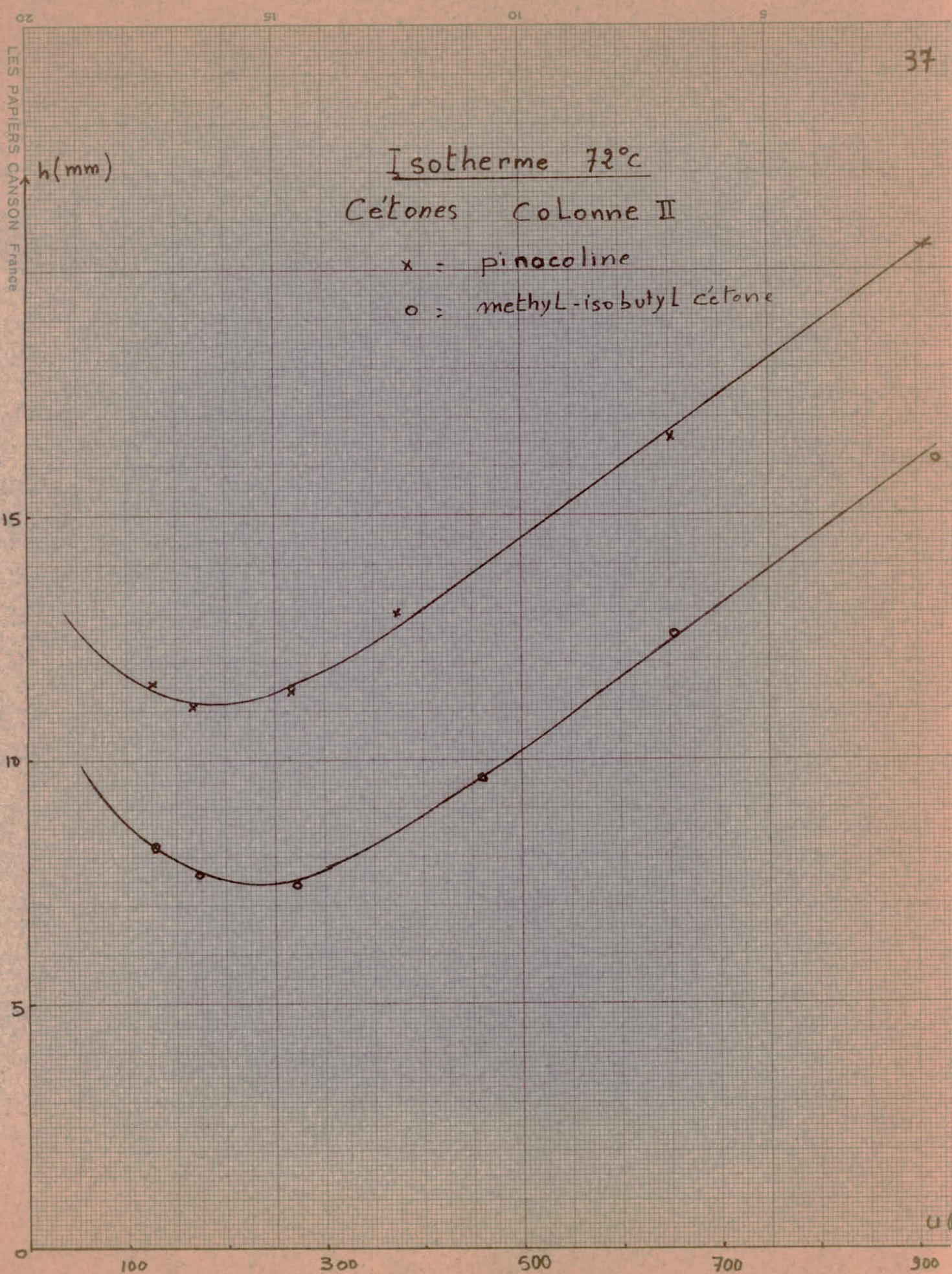
Isotherme 72°C

Cétones Colonne II

x = pinacoline

o = méthyl-isobutyl cétone

h (mm)



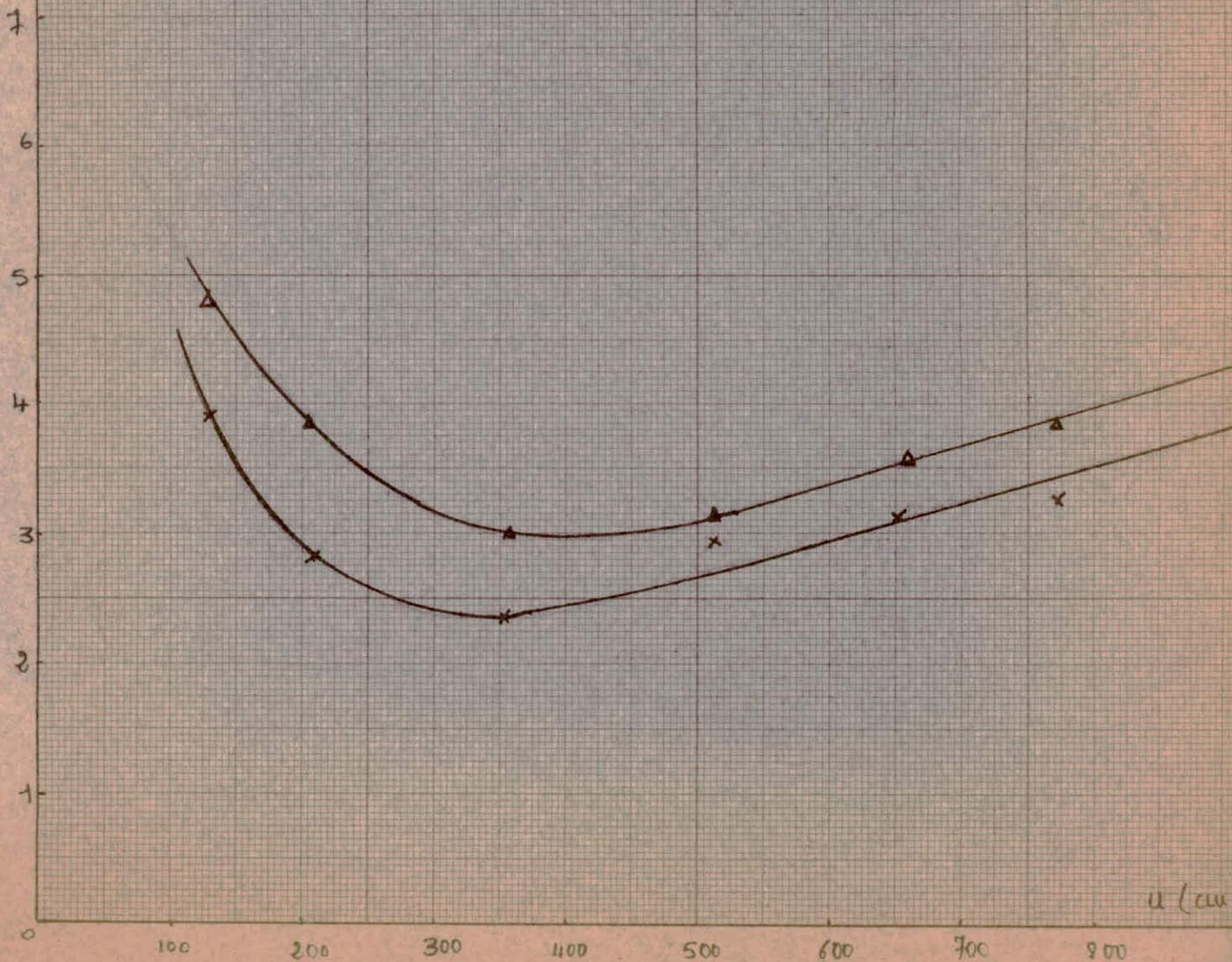
h (mm)

Isotherme 104,5°C

Alcools sur Colonne III

 Δ = sec butanol

x = ter-amylque



3). Tableaux résumé des conditions optimum de travail pour les diverses substances (déterminées graphiquement).

Colonne I

Alcanes.

Exemple de séparation

à une vitesse proche de l'optimum

$$D=516\text{m}^3/\text{mn} ; u=210\text{ cm/mn.}$$

Isotherme 72°C

Substances	h_{\min} cm	u_{op} cm/mn
pentane	22	200
hexane	4,7	310
heptane	1;8	180
octane	1	150

d'_R mm	W mm	n	h mm
1,5	2,1	8	224
4,5	3	36	50;9
10,5	4,25	98	18,8
26	8	170	10,8

Isotherme 104,5°C

Substances	h_{\min}	u_{op}
pentane	38	300
hexane	14,8	250
heptane	5,1	220
octane	2,7	200

$$D=51,5\text{cm}^3/\text{mn} ; u=222\text{cm/mn.}$$

d'_R	W	n	h
1	1,9	4	412
2,1	2,4	12	149
4,5	3	36	50,9
8,5	3	128	14,3

Isotherme 134,5°C

Substances	h_{\min}	u_{op}
hexane	21	430
heptane	9	500
octane	6	320

$$D=93,5\text{cm}^3/\text{mn} ; u=369\text{cm/mn.}$$

d'_R	W	n	h
1	1,4	8	224
1,5	1,3	21	86
2	1,5	28	64,4

Aromatiques

Isotherme 72°C

Substances	h_{\min}	u_{op}
benzène	1	265
toluène	0,51	275

$$D=51\text{cm}^3/\text{mn} ; u=210\text{cm/mn.}$$

d'_R	W	n	h
27	8	183	10
67,5	15,5	336	5,5

Isotherme 104°C.

Substances	h_{\min}	u_{op}
benzène	2,5	250
toluène	0,9	270

$$D=51,5\text{cm}^3/\text{mn} ; u=222\text{cm/mn.}$$

d'_R	W	n	h
10,75	5	73	25,22
23,25	7	178	10,32

Isotherme 134,5°C

Substances	h_{\min}	u_{op}
benzène	6,1	220
toluène	2	450

$$D=93,5\text{cm}^3/\text{mn} ; u=369\text{ cm/mn.}$$

d'_R	W	n	h
2,6	2	27	67,8
5,3	2,4	78	23,45

Colonne II

Alcanes

Exemple de séparation.

Isotherme 72°C

Substances.	h_{min} cm	u_{op} cm/mn
pentane	11	270
hexane	2,1	220
heptane	1,3	190
octane	0,6	235

$D=43,5\text{cm}^3/\text{mn}$. $u=221\text{cm}/\text{mn}$.

d'_R mm	W mm	n	h mm
3	2,5	23	79,5
7	3	87	21,2
15,5	4,8	166	11
38	10	230	7,96

Isotherme 104,5°C

pentane	24	300
hexane	4,5	280
hexane	3,3	300
octane	2,3	200

$D=59,3\text{cm}^3/\text{mn}$. $u=233\text{cm}/\text{mn}$.

1,2	1,7	8	229
2,5	1,6	39	46,8
5	2,5	64	28,8
11	5	78	23,6

Isotherme 134,5°C

pentane	33	335
hexane	13	390
heptane	9	200
octane	6,8	425

$D=83\text{cm}^3/\text{mn}$. $u=360\text{cm}/\text{mn}$.

1	1,5	6	305
1,3	1,4	14	132
2,5	2,3	19	96,3
4,2	3,8	20	91,5

Aromatiques.

Isotherme 72°C.

Substances	h_{min} cm	u_{op}
benzène	0,68	230
toluène	0,40	285

$D=43,5\text{cm}^3/\text{mn}$. $u=221\text{cm}/\text{mn}$.

d'_R mm	W mm	n	h mm
35,8	8,5	285	6,43
86,5	18,5	351	5,22

Isotherme 104,5°C.

$D=59,3\text{cm}^3/\text{mn}$; $u=233\text{cm}/\text{mn}$.

benzène	0,7	275
toluène	0,9	240

13,5	5,2	108	16,95
28	8	194	9,43

Isotherme 134,5°C.

$D=83\text{cm}^3/\text{mn}$; $u=360\text{cm}/\text{mn}$

benzène	5,6	300
toluène	5,6	220

5,5	4	30	60,5
9,5	7	29	62,3

Colonne II

Alcools.

Exemple de séparation.

Isotherme 72°C

$D=105\text{cm}^3/\text{mn}$; $u=380\text{cm}/\text{mn}$.

Substances	h_{\min} (cm)	u_{op} cm/mn
CH_2OH	1,72	450
$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	1,2	450
$\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$	0,95	300
$\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$	0,84	300
$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{OH}$	0,8	150
$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	0,5	100
$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\text{OH}$	0,68	500

d'_R (mm)	W (mm)	n	h (mm)
9	3,5	106	17,4
14	4,6	149	12,3
33,5	10	179	10,2
76,5	20	234	7,8
48	15	163	11,2
131	36,5	205	8,95
28,5	10	130	14,1

Isotherme 104,5°C.

$D=47,4\text{cm}^3/\text{mn}$; $u=200\text{cm}/\text{mn}$.

Substances	h_{\min}	u_{op}
CH_2OH	8,4	385
$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	4,5	330
$\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$	1,6	125
$\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$	1,2	130
$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{OH}$	2,0	180
$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	0,8	120
$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\text{OH}$	1,7	200

d'_R	W	n	h
6	6	16	114,5
10	6,4	39	46,6
21,5	9,4	84	21,8
46	16,5	122	15
31	12	107	17
72	25,4	128	14,3
24,5	9,6	104	17,5

Isotherme 134,5°C.

$D=107\text{cm}^3/\text{mn}$; $u=418\text{cm}/\text{mn}$.

Substances	h_{\min}	u_{op}
CH_2OH	11,8	470
$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	9,6	600
$\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$	3,3	370
$\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$	1,8	335
$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{OH}$	2,4	410
$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$	0,9	400
$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\text{OH}$	2,0	420

d'_R	W	n	h
1	2,6	2	773
2	2	16	114
4	2,3	48	37,7
8	3,2	100	18,3
6	2,75	76	24,1
12,5	3,5	205	8,93
4	2	64	28,6

Colonne II.Cétones.Exemple de séparation.Isotherme 72°C

Substances	h_{\min} cm	u_{op} cm/mn
CH_3COCH_3	2,4	300
$\text{C}_2\text{H}_5\text{COCH}_3$	0,96	220
$(\text{CH}_3)_3\text{C}\text{COCH}_3$	1,11	200
$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3$	0,74	

 $D=67\text{ cm}^3/\text{mn}$; $u=270\text{cm}/\text{mn}$.

d'_R mm	W mm	n	h mm
10	4,6	76	24,2
22	6,5	184	9,94
43	13,6	160	11,45
62,5	16	245	7,5

Isotherme 104,5°C.

Substances	h_{\min}	u_{op}
CH_3COCH_3	5,1	250
$\text{C}_2\text{H}_5\text{COCH}_3$	2,5	250
$(\text{CH}_3)_3\text{CCOCH}_3$	1,9	140
$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3$	1,3	170

 $D=72,7\text{ cm}^3/\text{mn}$; $u=200\text{cm}/\text{mn}$.

d'_R	W	n	h
6,8	4,6	35	52
12,8	6	73	25,1
35,5	9,4	229	8
43,7	11	253	7,24

Isotherme 134,5°C.

Substances	h_{\min}	u_{op}
CH_3COCH_3	13,5	350
$\text{C}_2\text{H}_5\text{COCH}_3$	4,7	550
$(\text{CH}_3)_3\text{C}\text{COCH}_3$	2,5	370
$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3$	2	380
$\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$	0,64	420
Cyclopentanone	0,7	400

 $D=107\text{ cm}^3/\text{mn}$; $u=418\text{cm}/\text{mn}$.

d'_R	W	n	h
1,5	1,6	14	130
3	2	36	51
5	2,5	64	28,6
6,5	2,8	86	21,2
17	4	288	6,35
17	4,2	262	7

Colonne II.

Halogénures.

Isotherme 72°C.

Exemple de séparation.

$D=67\text{cm}^3/\text{mn}$; $u=306\text{cm}/\text{mn}$.

Substances	h_{\min} (cm)	u_{op} (cm/mn)
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_3$	1,4	250
$\text{CH}_3\text{CHBrCH}_3$	2,3	270
$\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	1,2	320
$(\text{CH}_3)_3\text{CCl}$	5,65	100
$\text{CHCl}=\text{CCl}_2$	0,85	350
BrCCl_3	0,95	220
CH_3I	1,7	400

d'_R (mm)	W (mm)	n	h (mm)
15,5	6	107	17,1
10	4,5	79	23,1
16	5,5	135	13,5
6	4,5	28	64,3
33,5	9	223	8,24
54,5	16,5	175	10,5
9	4	81	22,6

Isotherme 104,5°C.

$D=104\text{cm}^3/\text{mn}$; $u=383\text{cm}/\text{mn}$.

Substances	h_{\min}	u_{op}
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_3$	4,1	190
$\text{CH}_3\text{CHBrCH}_3$	4,8	570
$\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	3,2	310
$(\text{CH}_3)_3\text{CCl}$	6,7	535
$\text{CHCl}=\text{CCl}_2$	1,4	350
BrCCl_3	1	180
$\text{CHCl}_2\text{CHCl}_2$	0,5	250
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$	0,6	350
CH_3I	6,4	530

d'_R	W	n	h
4	2,5	41	44,6
3	2	36	51
4,3	2,3	56	32,7
1,5	1,5	16	114,5
9	3,2	126	14,5
14,5	5,5	111	16,5
98,5	21	352	5,2
37	9	270	6,76
2,25	1,6	32	57,8

Isotherme 134,5°C.

$D=105\text{cm}^3/\text{mn}$; $u=418\text{cm}/\text{mn}$.

Substances	h_{\min}	u_{op}
$\text{CHCl}=\text{CCl}_2$	3,5	320
BrCCl_3	1,85	470
$\text{CHCl}_2\text{CHCl}_2$	0,5	300
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$	0,65	330
CH_2I_2	0,35	280

d'_R	W	n	h
4	2,25	51	36,3
7	2,8	100	18,3
34,5	9,5	211	8,67
15,5	4,5	190	9,6
49,5	12,5	252	7,3

Colonne III.

Halogénures.

Isotherme 72°C

Substances.	h_{\min} (cm)	u_{op} (cm/mn)
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_3$	0,41	340
$\text{CH}_3\text{CHBrCH}_3$	0,66	240
$\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	0,41	310
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	0,21	330
$\text{CHCl}=\text{CCl}_2$	0,22	380
BrCCl_3	0,25	300
CCl_4	0,5	315
CH_3I	0,66	350

Isotherme 134,5°C.

Substances	h_{\min} (cm)	u_{op} (cm/mn)
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_3$	1,13	700
$\text{CH}_3\text{CHBrCH}_3$	1,61	500
$\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	1,2	770
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	0,6	450
$(\text{CH}_3)_3\text{CCl}$	2,65	515
CCl_4	1,34	300
BrCCl_3	0,44	380
$\text{CHCl}=\text{CCl}_2$	0,91	280
$\text{CHCl}_2\text{CHCl}_2$	0,2	500
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$	0,26	480
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Br}$	0,18	340
CH_3I	2,78	510
CH_2I_2	0,23	380

Isotherme 104,5°C.

Substances	h_{\min}	u_{op}
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_3$	0,75	300
$\text{CH}_3\text{CHBrCH}_3$	1,0	340
$\text{CH}_2\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	0,47	420
$\text{CH}_2\text{BrCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	0,32	430
$(\text{CH}_3)_3\text{CCl}$	1,7	355
CCl_4	0,62	415
BrCCl_3	0,27	420
$\text{CHCl}=\text{CCl}_2$	0,36	500
$\text{CHCl}_2\text{CHCl}_2$	0,15	650
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Cl}$	0,18	400
$\text{C}_6\text{H}_5\text{Br}$	0,15	450
CH_3I	1,54	300

Exemple de séparation.

Isotherme 72°C :

$$D=71,4\text{cm}^3/\text{mn} ; u=328\text{cm}/\text{mn}.$$

voir page 20

Isotherme 104,5°C :

$$D=75\text{cm}^3/\text{mn} ; u=353\text{cm}/\text{mn}.$$

voir page 23.

Isotherme 134,5°C :

$$D=71\text{cm}^3/\text{mn} ; u=353\text{cm}/\text{mn}.$$

voir page 25.

Colonne III.Alcools.Exemple de séparation.

à une vitesse proche de l'optimum.

Isotherme 104,5°C.D=118cm³/mn ; u=510cm/mn.

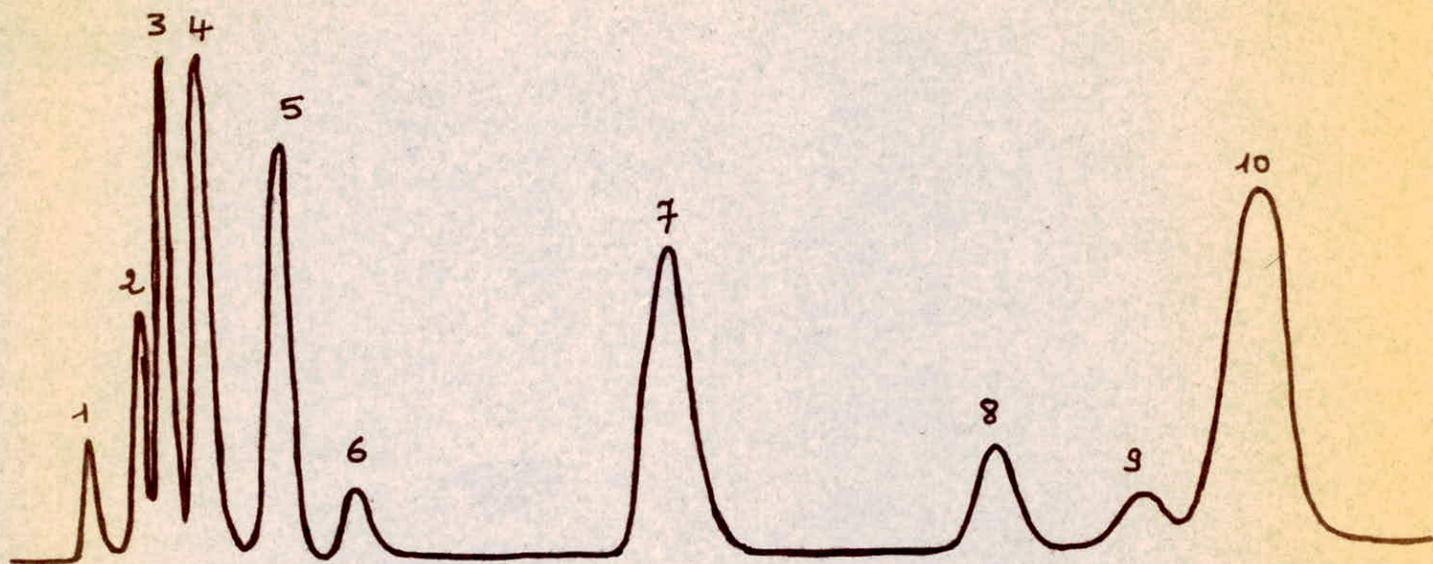
Substances	h_{\min} (cm)	u_{opt} (cm/mn)
CH ₃ OH	1,26	700
C ₂ H ₅ OH	0,67	720
C ₃ H ₇ OH	0,3	470
C ₄ H ₉ OH	0,22	400
(CH ₃) ₂ CHCH ₂ OH	0,27	450
C ₂ H ₅ CHOHCH ₃	0,3	400
CH ₃ CHOHCH ₃	0,71	500
(CH ₃) ₂ CHCH ₂ CH ₂ OH	0,17	500
C ₂ H ₅ CHOH(CH ₃) ₂	0,24	350

d'_R (mm)	W (mm)	n	h (mm)
6,5	2,5	108	15,1
11	2,8	247	7,4
23	3,8	600	3,05
47,5	7	736	2,5
32	5	672	2,72
24	4	576	3,18
12	3	256	7,15
73	9,5	945	1,94
28	4,5	621	2,95

Isotherme 134,5°C.D=73,3cm³/mn; u=330cm/mn.

Substances	h_{\min} cm	u_{opt} cm/mn
CH ₃ OH	4;12	320
C ₂ H ₅ OH	2;35	375
C ₃ H ₇ OH	1,06	280
C ₄ H ₉ OH	0,47	330
(CH ₃) ₂ CHCH ₂ OH	0,6	370
C ₂ H ₅ CHOHCH ₃	0,63	350
CH ₃ CHOHCH ₃	1,43	340
(CH ₃) ₂ CHCH ₂ CH ₂ OH	0,29	330
C ₂ H ₅ CHOH(CH ₃) ₂	0,58	350

d'_R mm	W mm	n	h mm
5	3	45	41,1
6,5	3	75	24,4
12,5	3,8	173	10,6
24,5	5	384	4,76
17,5	4	307	5,96
14	3,3	288	6,35
8	2,8	130	14
37	6	608	3,01
15,5	3,5	314	5,84



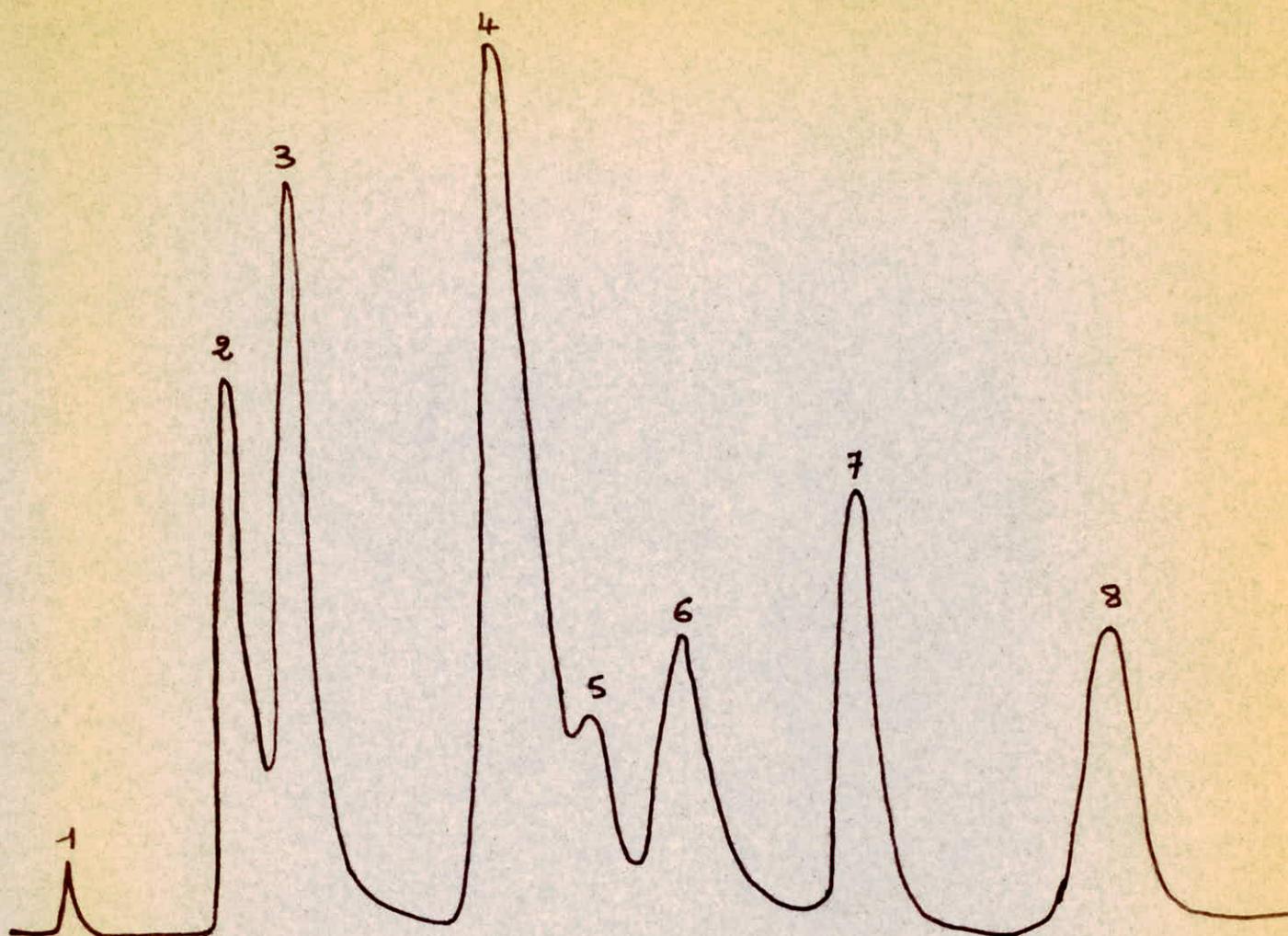
Analyse d'un mélange d'halogénures.

Colonne III

Débit (à 72°C) = 42,5 cm³/mn

Température : 72°C.

1 air	6. Bn.C.cl ₃
2 (CH ₃) ₃ -C.Cl	7. C ₆ H ₅ Cl
3. CH ₃ .CHBr.CH ₃	8 C ₆ H ₅ Br
4 CH ₂ BrCH ₂ CH ₃	9 CHCl ₂ -CHCl ₂
5 CH ₂ BrCH ₂ CH ₂ .CH ₃	10 C H ₂ I ₂ .



Analyse d'un mélange d'alcools.

Colonne III
 Débit (à 104,5°C) = 74,3 cm³/mn
 Température = 104,5°C

- | | |
|--------------|------------------|
| 1: air. | 5. ter-amylique. |
| 2. méthanol. | 6. iso-butanol. |
| 3. éthanol. | 7. butanol. |
| 4. propanol. | 8. iso-amylique. |

IV. Conclusions:

1) Efficacité de la séparation:

Comme on pouvait le pressentir d'après l'étude de la polarité, la phase stationnaire semble particulièrement convenir à la séparation des substances ~~accepteurs~~ d'électrons telles que les halogénures. Mais par suite de la présence de fonctions hydroxylées, les alcools et les cétones sont également bien séparés. A l'intérieur d'une même classe, l'efficacité de séparation est d'autant meilleure que le nombre d'atomes de carbone est élevé: on retrouve là le principe général suivant lequel une similitude entre la longueur de chaîne du soluté et de la phase stationnaire favorise la séparation.

2) Influence de la granulométrie:

Les performances de la phase stationnaire semblent être augmentées si on utilise un support de granulométrie moyenne (Firebrick): à ce sujet on comparera les résultats obtenus avec les colonnes II et III. On évitera cependant de tirer les conclusions hâtives puisque les taux d'imprégnation des deux phases sont légèrement différents.

3) Effet de la température:

En parcourant les tableaux donnant les valeurs de h_{\min} aux diverses températures, on constate qu'en général toutes les classes de substances étudiées présentent une meilleure efficacité de séparation à 72°C. Comme les qualités d'absorption de la phase étudiée sont dues entre autres aux liaisons hydrogène qu'elle forme avec les solutés et aux interactions du type donneur-accepteur d'électrons, une élévation de température aurait pour effet de diminuer la stabilité de ces types de liaisons.

On constate de plus que l'effet de la température est plus marqué sur les dérivés oxygénés que sur les dérivés halogénés.

L'analyse thermogravimétrique vient confirmer les résultats de séparation obtenus aux diverses températures ; on constate en effet que la phase est stable jusqu'à la température de 95°C ce qui confirme que l'efficacité de séparation soit bonne pour les températures inférieures. A des températures voisines de 100°C la stabilité est encore satisfaisante , par contre à des températures supérieures la phase subit des modifications très importantes.

Ceci ne doit pas nous étonner puisqu'il est bien connu que les époxydes sont très sensibles à toute élévation de température.

---000000---

BIBLIOGRAPHIE

Chromatographie en chimie organique et biologique.

E. LEDERER

Manuel de chromatographie en phase gazeuse.

J. TRANCHANT.

Cours d'analyse instrumentale donné à l'E.N.P.A

Matière grasse et dérivés, cours donné à l'université
de LOUVAIN

---oooOooo---

