

Introduction pratique à la CPG

Séparation d'alcools, analyse de boissons alcoolisées et/ou de moûts de fermentations alcooliques.

1. Conditions communes à toutes les chromatographies

- Matériel Thermo Focus GC
- Injecteur : 240°C, mode division (split) 1/50, volume injecté vers 1 à 3 µL
- Colonne : TR-Wax 30 m x 0,32 mm ID (internal diameter) ; 0,25 µm de phase greffée polyéthylèneglycol (capillaire à phase greffée polaire supportant les injections d'eau)
- Gaz vecteur : diazote à 1mL/min
- Détecteur : FID, 240 °C réglé en sensibilité (échelle 0 à -3, réglage à -2)
- Traitement des données : acquisition informatique, logiciel « azur » ou « chroméléon »

2. Séparation de différents alcools

2.1 Préparation des échantillons

Préparer (en fioles jaugées de 50 mL puis flaconnage étanche) les solutions suivantes :
(Dans le tableau ci-dessous, les concentrations sont en % v/v à la température ambiante 20°C)

M : méthanol à 2 % (1000 µL qsp 50 mL en fiole jaugée)	E : éthanol à 2 %
P : propan-1-ol à 2 %	B : butan-1-ol à 2 %
I : 3-Méthylbutan-1-ol (alcool isoamylique) à 2 %	Q : propan-2-ol à 2 %
PI : butan-1-ol à 2 % + 3-Méthylbutan-1-ol (alcool isoamylique) à 3 %	MEPBIQ : méthanol à 2 % + éthanol à 4 % + propan-1-ol à 1 % + propan-2-ol à 2 % + butan-1-ol à 4 % + 3-Méthylbutan-1-ol (alcool isoamylique) à 1 %

Note. Chaque binôme étudiant retient la solution qui lui a été attribuée et réalisera avec un « run » chromatographique (voir §3).

2.2 Séparations isothermes à 90°C

Régler la température du four en mode isotherme à 90°C. Régler la durée des analyses sur 25 minutes. Analyser les 8 échantillons préparés comme indiqué ci-dessus.

Compte-rendu individuel :

- chromatogramme annoté.

Compte-rendu global à l'analyse de l'ensemble des manipulations réalisées par le groupe :

- justifier l'ordre d'éluion de tous les alcools proposés. Commenter en particulier l'éluion comparée éthanol / propan-2-ol.

*Données : températures d'ébullition à pression atmosphérique : méthanol 65°C éthanol 79°C
propan-1-ol 97°C propan-2-ol 82,4°C butan-1-ol 117°C 3-Méthylbutan-1-ol 130°C*

2.3. Analyse du mélange MEPBI en mode gradient de température

Proposer un mode opératoire pour améliorer (mieux séparer éthanol et propan-2-ol) et optimiser (gain de temps) l'analyse du mélange MEPBIQ grâce, par exemple, à une étape en gradient de température. Tester le mode opératoire.

Compte-rendu : chromatogramme annoté.

3. Dosage de l'éthanol d'une boisson alcoolisée

Travail de groupe de TP. Chaque binôme se voit attribuer une échantillon à préparer et une chromatographie à réaliser.

Préparer (en fioles jaugées de 50 mL puis flaconnage étanche) les solutions suivantes :
(Dans le tableau ci-dessous, les concentrations sont en % v/v à la température ambiante 20°C)

E4B : éthanol à 4 % + B : butan-1-ol à 2 %	E1B : éthanol à 1 % + butan-1-ol à 2 %
E3B : éthanol à 3 % + B : butan-1-ol à 2 %	E1/2B : éthanol à 0,5% + butan-1-ol à 2 %
E2B : éthanol à 2% + butan-1-ol à 2 %	

Analyser selon les condition du paragraphe 2.2.

Tracer la fonction (surface du pic éthanol / surface du pic butanol) = f(rapport des concentrations de l'éthanol au butanol). Conclure.

Utiliser désormais le programme de chromatographie suivant : 90°C pendant 10 minutes puis rampe à 5°C/min jusqu'à 200°C puis isotherme à 200°C pendant 4 minutes. Dans un premier temps, injecter vers 1 µL de boisson alcoolisée rhum ou whisky et enregistrer le chromatogramme. Puis, dans une fiole jaugée de 50 mL, introduire exactement 2 mL de boisson et 0,5 mL de butan-1-ol qsp 50 mL avec H₂O. Injecter vers 1 µL et enregistrer le chromatogramme.

Compte-rendu :

- chromatogrammes annotés ;
- étalonnage ;
- calcul de la concentration en éthanol de l'échantillon analysé (en % V/V). Le choix de l'étalon interne est-il critiquable ?

6. Bibliographie

Documentation technique Thermo : technical note 20078 accessible à <http://www.thermo.com/com/cda/product/detail/1,1055,10119651,00.html>
Données fournies par Didier caquet