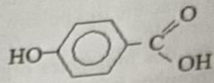
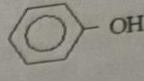


2 But de l'étude

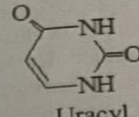
Etude de la séparation d'un mélange d'esters de l'acide parahydroxybenzoïque ou **parabens** (méthyl, éthyl, propyl, butyl et heptylparaben), de phénol et d'uracyl sur colonne Hypersil 5 μm C18 avec un mélange eau-acétonitrile.



Acide parahydroxybenzoïque



Phénol



Uracyl

3 Etude

3.1 Recherche du meilleur éluant

Réaliser l'étude du mélange en mode isocratique. Suivre le mode opératoire fourni en séance de TP. Faire plusieurs injections en faisant varier les proportions d'eau et d'acétonitrile (paramètres de base : 50-50%).
Etudier le même mélange en mode gradient (variation de 20% à 90% d'acétonitrile en 20 minutes).

Pendant l'acquisition des chromatogrammes :

- Indiquer dans votre compte-rendu, à partir des documents fournis, ce que sont les parabènes. Quelle est leur formule chimique ? Quels sont leurs avantages et inconvénients ?
- Auparavant, la détection se faisait à une longueur d'onde soigneusement choisie. Indiquer dans votre compte-rendu quel est le type de détecteur utilisé dans ce TP ? Quel est l'intérêt par rapport aux détecteurs utilisés par le passé.
- Ne pas oublier de noter toutes les conditions expérimentales dans votre compte-rendu.

Chromatogrammes :

Repérer le temps de rétention correspondant au dernier pic dans chacune des injections précédentes et les comparer. En vous aidant de la documentation jointe, indiquer quel principe permet de séparer les produits et comment l'augmentation du pourcentage d'acétonitrile modifie les temps de rétention. Pourquoi l'utilisation du mode gradient est-il pertinent ?

3.2 Identification et dosage de l'uracile

Par la méthode des surcharges, identifier le pic de l'uracile et déterminer sa concentration dans le mélange.

3.3 Identification du pic correspondant au phénol

En examinant le spectre du phénol, retrouver ce composé sur les 5 chromatogrammes enregistrés.

3.4 Synthèse des réponses

36 : 11

<http://goo.gl/forms/HT3Le6U4qx>

mg/L

0.5

inj 6 à 6,488

TP HPLC Analyse des parabens

Sample Name : Mode isocratique
 Sample ID : 50 % acétonitrile
 Data Filename : B01-inj1.lcd
 Method Filename : bin1 Methode TP.lcm
 Date Acquired : 17/12/2021

Temperature :

Chromatogramme

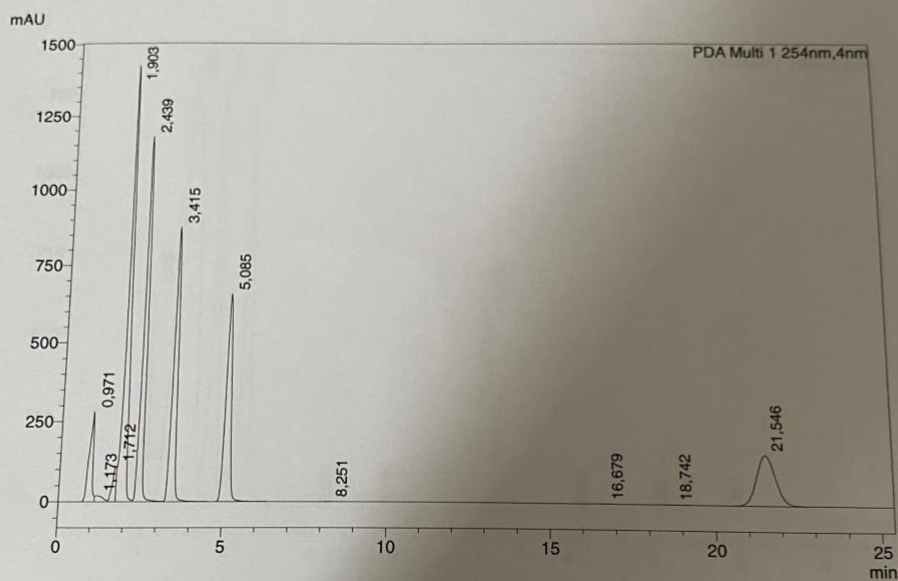


Tableau des pics

| PDA Ch1 254nm | | | |
|---------------|-----------|----------|---------------|
| Peak# | Ret. Time | Area | Name |
| 1 | 0,971 | 2299062 | |
| 2 | 1,173 | 320437 | |
| 3 | 1,712 | 836522 | |
| 4 | 1,903 | 10830379 | <i>phénol</i> |
| 5 | 2,439 | 8754402 | |
| 6 | 3,415 | 7798666 | |
| 7 | 5,085 | 7417308 | |
| 8 | 8,251 | 13917 | |
| 9 | 16,679 | 11015 | |

TP HPLC

Analyse des parabens

Sample Name : Mode isocratique
 Sample ID : 70 % acétonitrile
 Data Filename : B01-inj02.lcd
 Method Filename : bin1 Methode TP.lcm
 Date Acquired : 17/12/2021

Temperature : 85 C
 oven Temp : 22,4 C

Chromatogramme

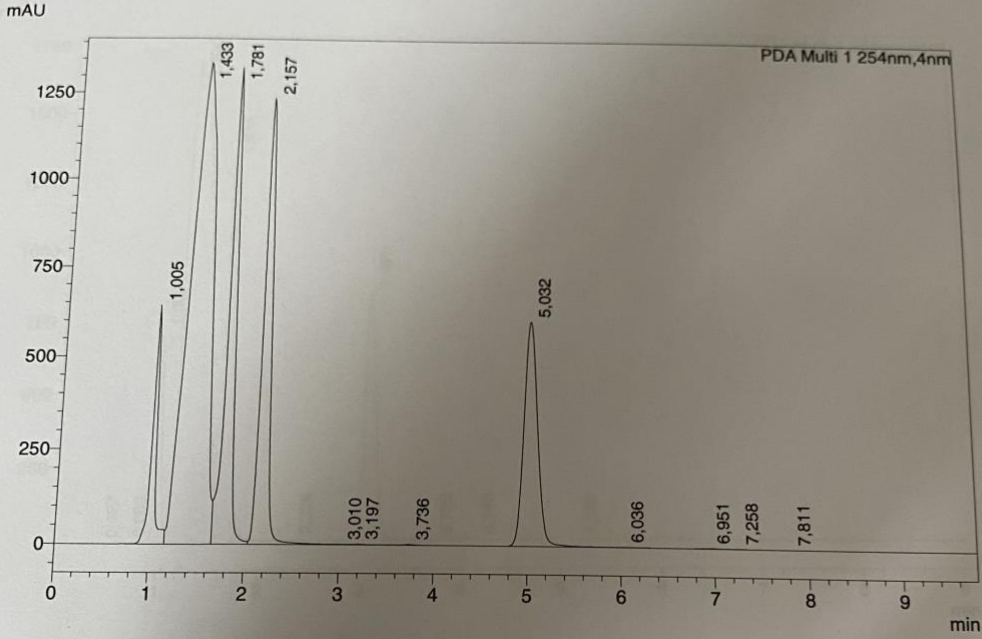


Tableau des pics

| PDA Ch1 254nm | | | |
|---------------|-----------|----------|------|
| Peak# | Ret. Time | Area | Name |
| 1 | 1,005 | 2237335 | |
| 2 | 1,433 | 21095176 | |
| 3 | 1,781 | 7235286 | |
| 4 | 2,157 | 7397731 | |
| 5 | 3,010 | 3486 | |
| 6 | 3,197 | 7331 | |
| 7 | 3,736 | 12997 | |
| 8 | 5,032 | 6145993 | |
| 9 | 6,036 | 1796 | |

TP HPLC

Analyse des parabens

Sample Name : Mode isocratique
 Sample ID : 80 % acétonitrile
 Data Filename : B01-inj03.lcd
 Method Filename : bin1 Methode TP.lcm
 Date Acquired : 17/12/2021

Temperature : 85 °C
 Oven Temp 27,5 °C

Chromatogramme

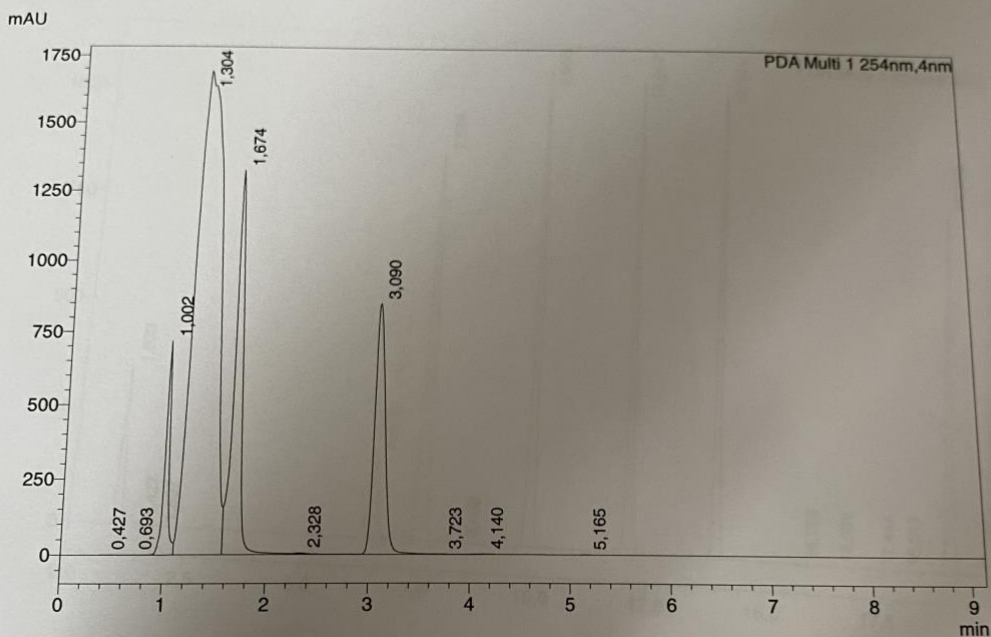


Tableau des pics

| PDA Ch1 254nm | | | |
|---------------|-----------|----------|------|
| Peak# | Ret. Time | Area | Name |
| 1 | 0,427 | 1918 | |
| 2 | 0,693 | 1775 | |
| 3 | 1,002 | 2054256 | |
| 4 | 1,304 | 28245005 | |
| 5 | 1,674 | 7206105 | |
| 6 | 2,328 | 20228 | |
| 7 | 3,090 | 6177528 | |
| 8 | 3,723 | 1285 | |
| 9 | 4,140 | 20042 | |

TP HPLC

Analyse des parabens

Sample Name : Mode isocratique
Sample ID : 20 % acétonitrile
Data Filename : B01-inj04.lcd
Method Filename : bin1 Methode TP.lcm
Date Acquired : 17/12/2021

Temperature : 85 C
over beam 22,8 C

Chromatogramme

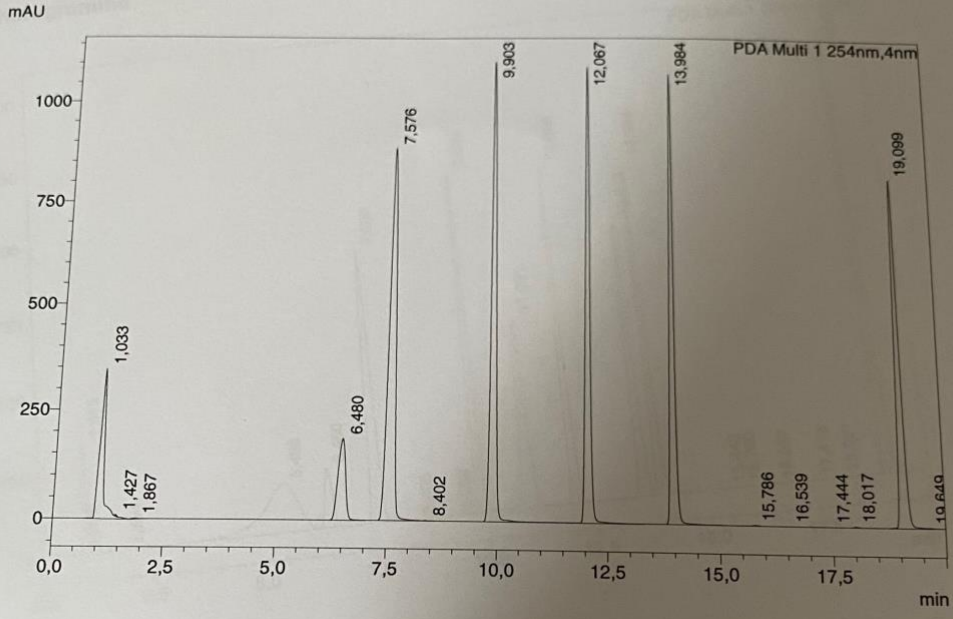


Tableau des pics

| PDA Ch1 254nm | | | |
|---------------|-----------|---------|------|
| Peak# | Ret. Time | Area | Name |
| 1 | 1,033 | 2657326 | |
| 2 | 1,427 | 10300 | |
| 3 | 1,867 | 19908 | |
| 4 | 6,480 | 2211828 | |
| 5 | 7,576 | 9276753 | |
| 6 | 8,402 | 2111 | |
| 7 | 9,903 | 8436033 | |
| 8 | 12,067 | 7495175 | |
| 9 | 13,984 | 7133811 | |

TP HPLC

Analyse des parabens

Sample Name : Mode gradient
 Sample ID : 20 % acétonitrile
 Data Filename : B02-inj5.lcd
 Method Filename : Methode TP B02.lcm
 Date Acquired : 10/12/2021

Temperature : 80 °C
over Day : 22,5 °C

Chromatogramme

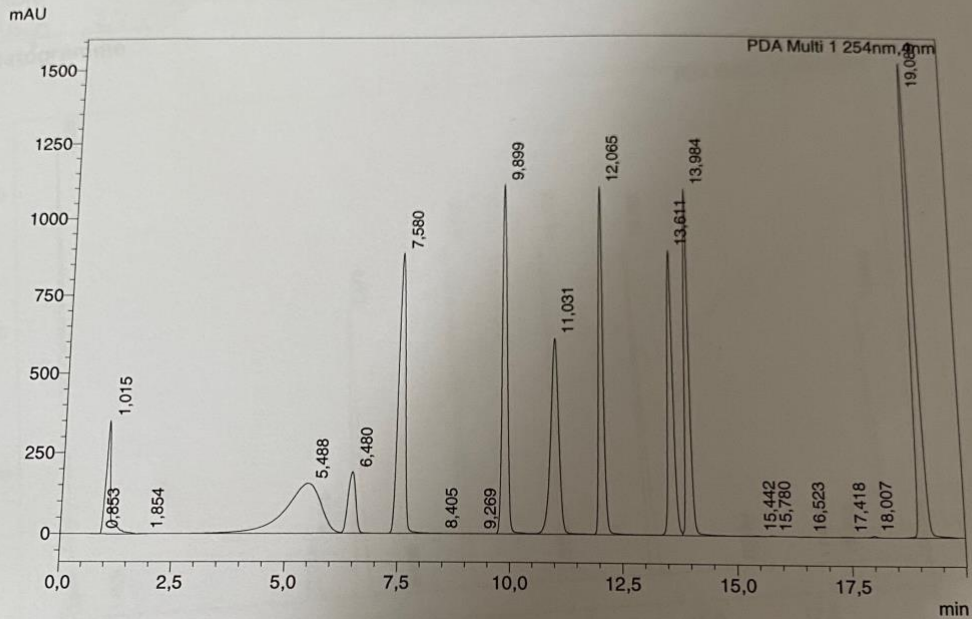


Tableau des pics

| PDA Ch1 254nm | | | |
|---------------|-----------|---------|---------------|
| Peak# | Ret. Time | Area | Name |
| 1 | 0,853 | 5224 | |
| 2 | 1,015 | 2645938 | |
| 3 | 1,854 | 8665 | |
| 4 | 5,488 | 8478255 | |
| 5 | 6,480 | 2280272 | <i>phénol</i> |
| 6 | 7,580 | 9451291 | |
| 7 | 8,405 | 1195 | |
| 8 | 9,269 | 1096 | |
| 9 | 9,899 | 8581104 | |

TP HPLC

Analyse des parabens

Sample Name : Mode gradient
 Sample ID : % acétonitrile
 Data Filename : B01-inj06.lcd
 Method Filename : bin1 Methode TP.lcm
 Date Acquired : 17/12/2021

Temperature : 85°C
guler long 27/56

Chromatogramme

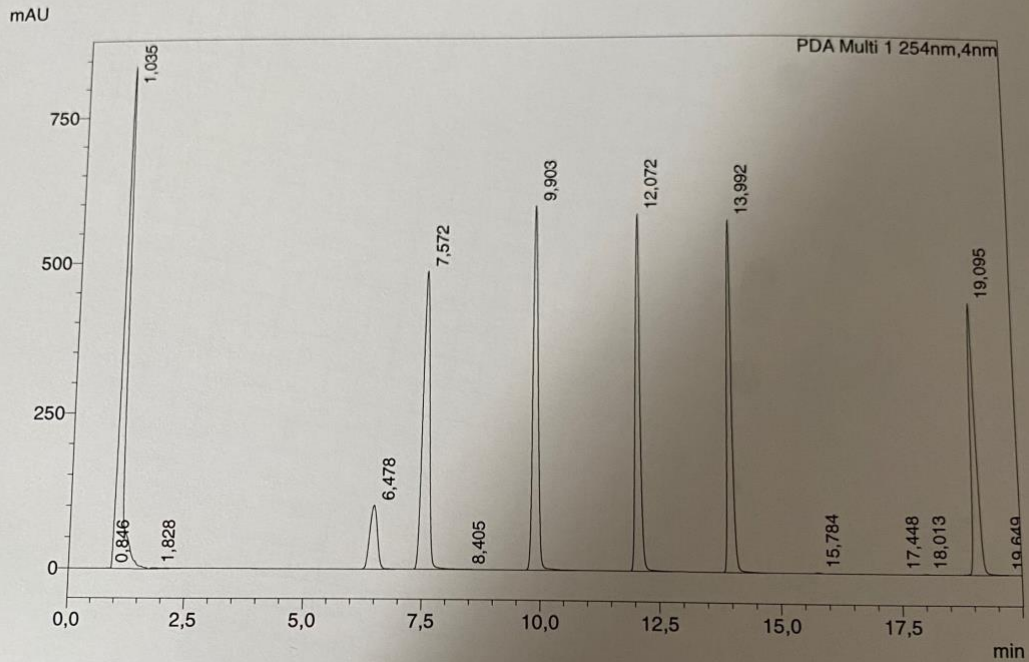


Tableau des pics

| PDA Ch1 254nm | | | |
|---------------|-----------|---------|---------------|
| Peak# | Ret. Time | Area | Name |
| 1 | 0,846 | 3497 | |
| 2 | 1,035 | 6188203 | |
| 3 | 1,828 | 27378 | |
| 4 | 6,478 | 1138517 | <i>phénol</i> |
| 5 | 7,572 | 4846149 | |
| 6 | 8,405 | 1076 | |
| 7 | 9,903 | 4417834 | |
| 8 | 12,072 | 3925652 | |
| 9 | 13,992 | 3742154 | |