

Purification des PCBs par chromatographie sur colonne de Florisil

Matériel

1 colonne en verre pour la chromatographie (40cm x 1cm)
1 ballon cœur de 100ml
1 becher de 50ml
1 cylindre gradué de 50ml
1 petite fiole en verre
four à moufle
1 coupelle en porcelaine
laine de verre lavée
pipette Pasteur

Produits

Florisil (silicate de magnésium) 60-100 mesh (Fluka 46385)
n-hexane (Carlo Erba)
eau supra pur MQ
sulfate de sodium anhydre (Merck)
isooctane (Romil)

Mode opératoire

Préparation de l'adsorbant

Le Florisil est activé à 640°C pendant 2 heures, ensuite refroidi à 130°C pendant 2 heures en le laissant dans une étuve, puis refroidi à température ambiante au dessiccateur. Le Florisil est désactivé avec l'addition de 4% poids/poids d'eau supra pur MQ. Une fois activé, il est stocké dans des bouteilles brunes à l'abri de la lumière et doit être utilisé dans les 24 heures qui suivent.

Préparation de la colonne

Remplir avec du n-hexane une colonne de chromatographie équipée d'un robinet et préalablement munie d'un manchon de laine de verre. Ajouter 5g de Florisil, lentement et en tapotant pour éviter des bulles d'air. Verser par-dessus 4g de sulfate de sodium anhydre. Tasser en tapotant les parois de la colonne. Vider le n-hexane jusqu'à environ 0.5 cm du niveau supérieur du sulfate de sodium.

Entrainement par solvant de l'échantillon

Ajouter l'extrait concentré précédemment avec une pipette Pasteur. Eluer jusqu'à 0.5 cm. Rincer le ballon avec quelques ml de n-hexane. Rajouter dans la colonne en rinçant les parois. Eluer presque à sec. Ajouter et éluer avec 50 ml de n-hexane, 1-2 gouttes par seconde. Recueillir le n-hexane dans un ballon cœur de 100ml. Evaporer au Rotavap jusqu'à 0.5 ml. Transvaser quantitativement l'extrait, à l'aide d'une pipette Pasteur, dans une petite fiole en verre préalablement pesée. Rincer le ballon avec 1 x 1ml d'isooctane. Concentrer sous flux d'azote à 0.5 ml. Peser la fiole et la fermer avec un septum puis l'injecter sur un chromatographe en phase gazeuse équipé d'un détecteur de masse (GC-MS).