

Informations S.C.F.

39 Réunions

- 39 Séminaire de la S.C.F. du jeudi 29 avril 1976, à Paris
- 39 Journées d'étude sur la spectroscopie des photo-électrons : les 28, 29 et 30 avril 1976, à Lyon
- 39 Division de chimie analytique : Journée sur l'extraction liquide-liquide du lundi 3 mai 1976, à Paris

40 Communiqués

Assemblée annuelle 1976

Division de chimie analytique : Journées d'électrochimie 1977

Division de chimie organique : Assemblée annuelle

Sections du Sud-Est et de l'Ouest de la S.C.F. : Apports de la R.M.N. à la connaissance des structures chimiques et biologiques

- 40 Compte rendu des séances des Sections régionales
- 44 Demandes et offres diverses
- 45 Fiche d'inscription à l'Assemblée annuelle

Réunions

Séminaires de la S.C.F.

Séance du jeudi 29 avril 1976

Ce séminaire, organisé par la Division de chimie organique, aura lieu le jeudi 29 avril, à 14 h 30, dans l'Amphi. A, E.N.S.C.P., 11, rue Pierre-et-Marie-Curie, 75005 Paris.

Les conférences suivantes seront présentées :

Quelques renseignements utiles concernant l'art du dédoublement, par M. J. Jacques (Laboratoire de chimie organique des hormones, Collège de France).

Méthodes modernes de détermination de la pureté énantiomérique, par M. J.-P. Guetté (Conservatoire National des Arts et Métiers).

Un résumé des conférences sera distribué aux auditeurs en début de séance.

Journées d'étude sur la spectroscopie des photoélectrons Lyon, 28-30 avril 1976

La réunion est placée sous l'égide de la Société Chimique de France et du G.A.M.S. Elle se tiendra à l'amphithéâtre de l'Institut de Physique Nucléaire, Université Claude-Bernard, Lyon I, 43, boulevard du 11-Novembre-1918, 69621 Villeurbanne.

Les textes intégraux des communications seront publiés dans un volume ou éventuellement, dans une revue.

Les personnes désirant recevoir une fiche d'inscription sont priées de s'adresser à : M. Tran Minh Duc, Institut de Physique Nucléaire, Laboratoire de chimie, 43, boulevard du 11-Novembre-1918, 69621 Villeurbanne, France.

Le programme de ces Journées est le suivant :

Mercredi 28 avril

9 heures, Accueil; Allocutions d'ouverture.

9 h 30, Mme C. Caroli, MM. D. Lederer, B. Roulet et D. Saint-James (Groupe de physique des solides de l'E.N.S., Université Paris VII) : *Résultats qualitatifs de la théorie de la photoémission.*

11 heures, Y. Baer (École Polytechnique Fédérale, Zurich) :

La signification des spectres de photoélectrons dans les solides. 12 heures, G. Dufour, R. C. Karnatak, J. M. Mariot et C. Bonnelle (Laboratoire de chimie physique, Université Pierre-et-Marie-Curie, Paris) :

Influence du mode de création de la lacune sur les spectres Auger des terres rares.

14 h 30, R. Hoogewijs, L. Fiermans et J. Vennik (Laboratorium voor Kristallografie en Studie van de Vaste Stof, Rijks-Universiteit Gent, Belgique) :

Les énergies de relaxation en photoémission.

15 h 30, Mlle L. Fève, MM. R. Fontaine, R. Caillat et M. Cassir (C.E.A., Section de chimie analytique appliquée, Fontenay-aux-Roses) : *Compensation de l'effet de charge en spectroscopie d'électrons ESCA.*

16 h 30, F. Wuilleumier (Université Paris Sud) :

Spectroscopie photoélectronique en physique atomique (E.S.P.A.).

17 h 30, J. J. Pireaux, R. Caudano, J. Riga et J. J. Verbist (Laboratoire de spectroscopie électronique, Facultés Universitaires de Namur, Belgique) et S. Swensson, E. Basilier, P.-A. Malmqvist, U. Gelius et K. Siegbahn (University of Uppsala, Physics Institute, P.O. Box 530, S-751 21 Uppsala 1, Sweden) :

Formation d'une structure de bande dans un solide uni-dimensionnel et importance de la relaxation électronique durant la photoionisation des alcanes.

Jeudi 29 avril

9 heures, Y. Petroff, R. Pinchaux, P. Thiry et D. Dagneaux (Université Paris VI, Équipe de physique du solide de L.U.R.E.), J. Lecante, Y. Ballu, C. Guillot, J. Paigne et G. Chauvin (C.E.N. Saclay) et R. Cinti (C.N.R.S. Grenoble) :

Distribution énergétique et angulaire des photoélectrons émis par des surfaces solides. Intérêt du rayonnement synchrotron.

10 heures, F. Pauty, M. Matula et P. Vernier (Laboratoire de photo-électricité, Faculté des Sciences de Dijon) :

Distribution énergétique et angulaire des photoélectrons émis sous l'action du proche ultra-violet.

11 heures, Nguyen T. T. A. et R. Cinti (C.N.R.S., Groupe des transitions de phase, Grenoble) :

Distribution énergétique et angulaire des photoélectrons émis par une surface (100) de nickel. Surface pure. Surface contaminée par du soufre adsorbé.

11 h 30, J. Lecante et Y. Petroff (Équipe de physique du solide de L.U.R.E.) :

Étude de la photoémission spatiale de monocristaux de molybdène propres ou recouverts d'adsorbats. (Rayonnement synchrotron de L.U.R.E.).

12 heures, Y. Jugnet, G. Hollinger, P. Pertosa, L. Porte et Tran Minh Duc (Institut de Physique Nucléaire, Université Claude-Bernard, Lyon I) : *Spectroscopie XPS et UPS des interactions O₂, CO, CO₂... avec une surface de cobalt polycristallin.*

14 h 30, T. Robert (Université de l'État, Mons, Belgique) :

Les raies satellites en XPS dans les solides.

15 h 30, D. Simon, C. Perrin et G. Bardolle (Université d'Orléans) : *Contribution à l'étude par ESCA de certains composés du Nb et du Ti. Applications à la détermination de la nature des couches superficielles, lors de l'oxydation ménagée du Nb, du Ti et de l'alliage Nb/Ti.*

16 h 30, D. Brion et J. Escard (I.R.C.H.A., C.N.R.S., Vert-le-Petit) : *Application de la spectroscopie des photoélectrons à l'analyse quantitative des surfaces.*

17 h 30, G. Blaise (Laboratoire de physique du solide, Université Paris Sud), J. P. Contour (Laboratoire de physico-chimie instrumentale, Université Paris VII) et C. Leclère (Compagnie des Métaux Précieux, Ivry) :

Analyse de la surface d'alliages platine-rhodium par spectrométrie de photoélectrons induits par rayons X et par spectrométrie de masse à ionisation secondaire.

Vendredi 30 avril

9 heures, G. Hollinger, Y. Jugnet, P. Pertosa, L. Porte et Tran Minh Duc (Institut de Physique Nucléaire, Université Claude-Bernard, Lyon I) : *Caractérisation par XPS des solides et couches minces.*

10 heures, Mme C. Tenret-Noël et M. J. Verbist (Laboratoire de spectroscopie électronique, Facultés Universitaires de Namur, Belgique) et Y. Gobillon (Laboratoire central de recherches, Solvay et Co, Bruxelles, Belgique) :

Étude par spectrométrie de photoélectrons (ESCA) des étages d'oxydation dans l'oxyde de molybdène (MoO₃) partiellement réduit par l'hydrogène.

11 heures, C. K. Jørgensen (Département de chimie minérale, analytique et appliquée, Université de Genève, Suisse) :

ESCA appliquée à la chimie de coordination.

12 heures, A. Baldy, Y. Limouzin et J. C. Maire (Laboratoire organo-métallique, Faculté des Sciences et Techniques, 13397 Marseille Cedex 4) et C. Azokpota et C. Pommier (Centre Scientifique et Polytechnique, Laboratoire de chimie physique, 93206 Saint-Denis Cedex 1) :

Étude par spectroscopie d'effets structuraux dans une série de composés du benzène chrome tricarbonyle.

12 h 30, J. Riga et J. Verbist (Laboratoire de spectroscopie électronique, Facultés Universitaires de Namur, Belgique) et M. H. J. Koch (Research Laboratories, Janssen Pharmaceutica, Beerse, Belgique) :

Étude par spectrométrie de photoélectrons (ESCA) de la distribution des charges dans une série de neuroleptiques.

14 h 30, J. Vedrine (Institut de Recherches sur la Catalyse, C.N.R.S., Villeurbanne) :

Étude des catalyseurs par ESCA.

15 h 30, C. Legras, D. Courteix, G. Nicolaon et P. Bono (Département piles à combustibles, Alstom, Massy) :

Étude ESCA de la préparation de catalyseurs métalliques supportés.

16 heures, R. Barbaray, J. P. Contour et G. Mouvier (Laboratoire de physico-chimie instrumentale, Université Paris VII) :

Analyse des particules d'aérosols atmosphériques par spectrométrie de photoélectrons induits par rayons X.

16 h 30, J. Grimblot et J. P. Bonnelle (Laboratoire de catalyse et physico-chimie des surfaces, Université des Sciences et Techniques de Lille, Villeneuve-d'Ascq) :

Étude par ESCA de l'influence de traitements réducteurs sur la répartition et l'état chimique du cobalt déposé sur alumine.

Division de chimie analytique

Journée sur l'extraction liquide-liquide

Cette Journée, organisée par la Division de chimie analytique, aura lieu le lundi 3 mai 1976 à partir de 14 heures, à l'École de Physique et de Chimie Industrielles, 10, rue Vauquelin, 75005 Paris.

Le programme est le suivant :

Professeur R. Bautista (Iowa State University) :
The development and application of predictive thermodynamic models for liquid-liquid extraction systems.
A. Levêque (Société Rhône-Poulenc) :
Titre non communiqué.
C. Madic et G. Keohly (C.E.A., Fontenay-aux-Roses) :
Séparation des éléments transuraniens par extraction liquide-liquide.
G. Durand (Université de Montpellier) :
Utilisation et applications des milieux fondus pour l'extraction liquide-liquide à haute température.

Communiqués

Assemblée annuelle 1976

L'Assemblée annuelle se tiendra dans le Domaine universitaire de Grenoble, à Saint-Martin-d'Hères, les 24, 25 et 26 mai 1976. Les transports seront assurés des hôtels au Domaine universitaire, par des cars. Les repas (15 F) pourront être pris au restaurant universitaire. Les tickets seront en vente le matin à 10 h 30.

Programme général

Lundi 24 mai 1976

9 h à 9 h 30, Ouverture de l'Assemblée annuelle.
9 h 30 à 10 h 30, Conférence de la Division de chimie physique et chimie minérale, par le Professeur E. Bertaut (Grenoble).
10 h 30, Pause.
11 h à 12 heures, Conférence de la Division de chimie organique, par le Professeur Burgi (Zurich).
14 h 30 à 16 heures, Séances de communications ou tables rondes des Divisions de la S.C.F.
16 heures, Pause.
16 h 30 à 17 h 30, Conférence de la Division de chimie analytique, par le Professeur G. Charlot (Paris).

Mardi 25 mai 1976

9 h à 10 heures, Conférence de la Division de l'enseignement de la chimie, par le Professeur G. Delacôte (Paris).
10 heures, Pause.
11 h à 12 heures, Conférence de la Division de chimie organique, par le Professeur M. Gielen (Bruxelles).
14 h 30 à 16 heures, Visites de laboratoires (*).
16 h à 18 heures, Séance de communications et tables rondes des Divisions de la S.C.F.

20 heures, Banquet de l'Assemblée annuelle.

Mercredi 26 mai 1976

9 h à 10 heures, Conférence de la Division de chimie physique et minérale, par le Professeur C. Wagner.
10 heures, Pause.
10 h 15 à 12 heures, Assemblée générale annuelle de la Société Chimique de France; approbation des comptes et remise des prix aux lauréats de la S.C.F.

Programme des Membres associés

Sont prévues : l'excursion de la Grande Chartreuse le lundi 24 mai (départ 14 heures, prix 30 F) et la visite du vieux Grenoble le mardi 25 mai (départ 9 heures, prix 22 F).

Une fiche d'inscription, à renvoyer d'urgence aux organisateurs, se trouve à la fin de ce fascicule, page 45.

(*) Les laboratoires suivants pourront être visités : Centre de recherches de P.U.K. de Voreppe, Centre de recherches de L'air liquide de Sassenage, Centre d'Études Nucléaires de Grenoble, Institut Laüe-Langevin de Grenoble, Laboratoire grenoblois de Résonance magnétique, Centre universitaire de Chambéry.

Pour la visite de ces laboratoires, s'inscrire d'urgence auprès de M. Mathieu, E.N.S.E.E.G., Domaine universitaire de Saint-Martin-d'Hères, B.P. 44, 38401 Saint-Martin-d'Hères.

Division de chimie analytique

Journées d'électrochimie 1977

Les journées d'électrochimie 1977 auront lieu à Rennes les 1^{er}, 2 et 3 juin. Les thèmes retenus seront précisés ultérieurement.

Division de chimie organique

La Division de chimie organique présentera à l'Assemblée annuelle de Grenoble des communications orales sous la forme traditionnelle (15 minutes d'exposé suivies de 5 minutes de discussion). Pour paraître dans *L'actualité chimique* de mai 1976, les résumés, rédigés selon les indications de *L'actualité chimique* de février 1975, p. 45, doivent parvenir *impérativement* avant le 22 avril 1976 au Secrétaire de la Division, M. M. Maumy, Société Chimique de France, 250, rue Saint-Jacques, 75005 Paris.

Sections du Sud-Est et de l'Ouest

Apports de la R.M.N. à la connaissance des structures chimiques et biologiques
Université de Nice
7, 8, 9 octobre 1976

En 1968, puis 1973, ont été organisées, dans la région Provence-Côte-d'Azur, des Journées d'études R.M.N. Nous souhaitons reprendre ce type de manifestation dans un cadre européen et nous vous proposons les principaux thèmes exposés ci-dessous.

Aspects structuraux et dynamiques, concernant : les espèces organiques, inorganiques, organométalliques; les espèces biologiques (à l'exclusion de l'étude des membranes et des organes intacts).
Aspects analytiques et instrumentaux.

Comité d'organisation

Pr. Anteunis M. (Gand, Belgique); Pr. Azzaro M. (Nice, France); Pr. Briand C. (Marseille, France); Dr. Cavalli L. (Sesto, Italie, sous réserve); Pr. Crevat A. (Marseille, France); Pr. Fromageot P. (Gif-sur-Yvette, France); Pr. Laszlo P. (Liège, Belgique); Pr. Lewis P. M. E. (Londres, Angleterre); Pr. Mannschreck (Ratisbonne, R.F.A.); Pr. Martin G. J. (Nantes, France); Pr. Mavel G. (Paris, France); Pr. Vincent E. (Marseille, France); Pr. Wuthrich K. (Zurich, Suisse).

Pour toute demande d'inscription, s'adresser au Secrétariat permanent : M. M. Azzaro, Laboratoire de chimie physique organique, Université de Nice, Parc Valrose, 06034 Nice Cedex. Tél. (93) 51.91.00, poste 333.

Compte rendu des séances des Sections régionales

Section de Grenoble

Réunion du mardi 18 mars 1975

Présidence : R. Téoule

Au cours de cette réunion consacrée aux méthodes de séparation chromatographiques, les communications suivantes ont été présentées :

Chromatographie en phase liquide à haute performance, par M. Porthault.

L'état actuel de la chromatographie en phase liquide à haute performance, technique en plein développement, a été exposé succinctement.

L'actualité chimique - Avril 1976

Ce succès a été attribué essentiellement aux récents progrès dans les phases stationnaires et à la technologie de l'appareillage. Après une brève discussion des grandeurs fondamentales et une présentation des principaux modules d'un ensemble chromatographique à grande vitesse, il est montré comment l'introduction récente des phases stationnaires à granulométrie fine (5-10 μm) et régulière a permis de qualifier cette technique de très performante. L'emploi de colonnes analytiques courtes à très haute efficacité permet souvent de ne travailler qu'à pression moyenne voire faible. L'intérêt de la technique, a été ensuite illustré par des exemples intéressant la chimie organique, la chimie minérale, la biochimie, le secteur pharmaceutique... en chromatographie d'absorption, de partage et d'échange d'ions.

(Laboratoire de chimie analytique III, Université de Lyon, 43, boulevard du 11-Novembre-1918, 69621 Villeurbanne.)

État actuel de la chromatographie sur couches minces,
par A. Lamotte.

La chromatographie sur couches minces reste une technique très utilisée; les dix mille publications ont été dépassées dans ce domaine. Par rapport à la chromatographie gazeuse elle offre un plus grand choix de phases mobiles et elle est utilisable pour un plus grand nombre de substances; par rapport à la chromatographie liquide elle offre des avantages sur le plan détection-révélation. Elle est malheureusement handicapée vis-à-vis de ces dernières par son manque d'automatisme. Bien que simple, la pratique de la technique soulève un certain nombre de problèmes dont les plus importants sont liés au degré d'hydratation des couches et à l'influence de la phase vapeur du solvant. Après avoir connu une période initiale principalement consacrée aux applications qualitatives puis ensuite le développement d'analyse quantitative, nous avons vu se développer les études plus théoriques sur le processus chromatographique et sur l'étude des interactions soluté-phase mobile-phase stationnaire. Actuellement la chromatographie sur couches minces se développe dans le domaine de la « préparative » et sert de plus en plus de technique de recherche de systèmes chromatographiques transposables en chromatographie en colonnes.

(Laboratoire de chimie organique, École de Chimie de Lyon, 43, boulevard du 11-Novembre-1918, 69621 Villeurbanne.)

Application de la chromatographie en phase liquide à la séparation des traces d'hydrocarbures aromatiques polycycliques dans les poussières atmosphériques et les résidus de combustion,
par M. C. Lopez.

Une méthode d'extraction des composés organiques fixés sur les résidus solides et de séparation des hydrocarbures aromatiques polycycliques contenus dans ces résidus est décrite. Cette séparation met en jeu des méthodes physico-chimiques d'analyse telles que la chromatographie sur couches minces et la chromatographie en phase liquide haute pression. L'auteur donne un bref aperçu des problèmes technologiques rencontrés en chromatographie liquide haute pression. (C.E.N.G., S.P.E.E.-I.S.E., B.P. 85, Centre de Tri, 38041 Grenoble Cedex.)

Quelques réalisations nouvelles en chromatographie en phase gazeuse,
par J. M. Vergnaud.

Différentes méthodes nouvelles élaborées dans le laboratoire de chimie analytique sont présentées. La chromatographie avec programmation de la pression, pour laquelle le temps de rétention est calculé sans approximation. Un normogramme reliant les différents paramètres permet de déterminer très vite le temps de rétention. Cette méthode est couplée avec la chromatographie avec inversion, durant l'inversion, et permet un gain de temps et un resserrement des pics. La chromatographie avec inversion peut être couplée avec la programmation de température, et les résultats obtenus sont bien meilleurs qu'avec la méthode isotherme. Le but est de permettre de réunir sur un même chromatogramme des solutés de volatilités très différentes.

(Laboratoire de chimie analytique et chimie industrielle, U.E.R. de Sciences, Université de Saint-Étienne.)

Analyse par chromatographie en phase gazeuse de polluants atmosphériques,
par Annie Tregoures.

Après un bref rappel de la nature des polluants, de leur origine, de leur état physico-chimique, la méthode utilisée dans notre laboratoire est exposée. Deux cas sont envisagés :

1. la teneur du composé recherché est suffisante pour une analyse classique de chromatographie en phase gazeuse,

2. cette teneur n'est pas suffisante, il faut alors préconcentrer les polluants avant toute analyse. Des applications sont données. (C.E.N.G., S.P.E.E.-I.S.E., B.P. 85, Centre de Tri, 38041 Grenoble Cedex.)

La chromatographie d'affinité,
par G. Defaye.

Le principe général de la chromatographie d'affinité est rappelé : un ligand ayant une affinité pour la macromolécule biologique à purifier est fixé sur une matrice insoluble; à partir d'un mélange complexe, seule la macromolécule ayant une affinité pour ce ligand est retenue. Une élution ultérieure conduit à la molécule purifiée.

Les paramètres principaux sont étudiés :

1. Choix du ligand : le ligand doit avoir une affinité suffisante pour la macromolécule à purifier ($K_D < 10^{-4}$ M). La valeur de la constante de dissociation détermine l'essentiel des conditions expérimentales.
2. Choix du support : les différents supports sont examinés : cellulose, gel de polyacrylamide, dextran. L'agarose semble le meilleur support et le plus utilisé. Cependant, l'emploi de billes de verre comme support semble se développer, celles-ci étant enrobées soit d'agarose (3), soit de zirconium, pour diminuer les interactions de type non spécifiques.

3. La nécessité d'un bras entre le ligand et la matrice est illustrée par quelques exemples, en particulier par une purification de β -galactosidase.

4. Les techniques d'élution sont divisées en deux types, soit élution non spécifique (changement de pH, force ionique, température, etc...), soit élution spécifique avec un excès de ligand de haute affinité pour la protéine.

Quelques exemples sont plus particulièrement étudiés : le plasminogène purifié sur colonne agaroselysine dont l'élution par un gradient d'acide ϵ -amino-caproïque conduit à l'obtention de deux formes de plasminogène (4).

une étude du transporteur mitochondrial de l'A.D.P. : purification d'une protéine de liaison de l'atractyloside, sur agarose hemisuccinate de l'atractyloside (5).

la transcortine de serum humain (6) dont l'élution avec du cortisol portant un groupement nitroxyde a permis des études en Résonance Paramagnétique Électronique (7).

(1) P. Cuatrecasas dans Biochemical aspects of Reactions on solid supports, G. R. Stark Éditeur, Academic Press, New York et Londres, 1971, p. 79.

(2) G. R. Lowe et P. D. G. Dean, Affinity Chromatography, John Wiley and Sons, Londres, New York, Sydney, Toronto, 1974.

(3) W. H. Scouten, International Laboratory, 1974, p. 13-24.

(4) G. E. Siefing Fr et F. J. Castellino, *J. Biol. Chem.*, 1974, 249, 7742-7746.

(5) G. Brandolin, C. Meyer, G. Defaye, P. M. Vignais et P. V. Vignais, *F.E.B.S. Letters*, 1974, 46, 149-153.

(6) F. Le Gaillard, A. Racadot, N. Racadot-Leroy et M. Dautrevaux, *Biochimie*, 1974, 56, 99-108.

(7) M. Basset et G. Defaye, Fourth International Congress on Hormonal Steroids, Mexico City, Sept. 1974. *J. of Steroid Biochemistry*, 1974, 5, 339.

(C.E.R.M.O., Domaine Universitaire, Cedex 3, 38041 Grenoble.)

Application du couplage chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse à la détermination du site d'oxydation dans les polysaccharides,

par MM. C. Bosso, J. Defaye et Mme A. Gabelle.

Les méthodes classiques de détermination du degré et du site d'oxydation (1) dans les polysaccharides souffrent généralement de sévères limitations dues à divers facteurs dont la difficulté d'appréciation du degré d'hydratation et à un manque de spécificité dû au caractère hétérogène des réactions. Utilisant une méthode d'oxydation de diols vicinaux secondaires mise au point dans le laboratoire (2) sur des dérivés monosaccharidiques modèles, les auteurs étudient l'application de cette réaction à des homopolysaccharides linéaires liés α et β -1,4 du type cellulose (3, 4) et amylose (5), suivie d'une réduction par un agent deutériant sous différentes conditions, hydrolyse du polysaccharide et examen en couplage chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse des alditols peracétylés partiellement deutériés correspondants. Les résultats indiquent que l'étape de réduction est critique, et qu'en particulier la difficulté d'accès de l'agent réducteur peut conduire à une énolisation intermédiaire préalable, à l'origine d'une hétérogénéité au niveau du polysaccharide réduit non explicable par les règles usuelles de stéréospécificité anomérique et qui se traduit en particulier par l'incorporation de

plusieurs atomes de deutérium. Ces données montrent que nombre de méthodes classiques d'estimation peuvent conduire à une interprétation erronée du site d'oxydation initial.

- (1) J. W. Green, *Methods Carbohydr. Chem.*, 1963, 3, 49-54.
- (2) J. Defaye et A. Gabelle, *Carbohydr. Res.*, 1974, 35, 264-269; *ibid.*, *Carbohydr. Res.*, 1975, sous presse.
- (3) H. Bredereck, *Tetrahedron Lett.*, 1967, p. 695-698.
- (4) J. Defaye et A. Gabelle, *Pulp. Pap. Can.*, 1974, 75, 50-53.
- (5) M. L. Wolfrom et P. Y. Wang, *Carbohydr. Res.*, 1970, 12, 109-114. (*Centre de Recherches sur les Macromolécules Végétales, C.N.R.S., B.P. 53, 38041 Grenoble.*)

La pyrolyse couplée à la C.G.L. et des applications,
par Cl. Waysman, D. Matelin et C. Luu Duc.

La pyrolyse apporte une solution simple, et peu onéreuse à l'analyse des substances peu volatiles, des substances solides, et des polymères, par C.G.L. Elle consiste à fractionner la macromolécule par un chauffage rapide à des températures de l'ordre de 300 à 1 000 °C. Les produits de ce craquage thermique seront immédiatement injectés dans le chromatographe.

La pyrolyse dépend de la température, de plus, elle est influencée par plusieurs facteurs : la taille de l'échantillon, le temps de montée de la température, la durée de la pyrolyse... Ces facteurs agissent sur la reproductibilité des pyrogrammes. Aussi, les perfectionnements portés sur les différents types de pyrolyseurs consistent-ils à réduire ou à éliminer l'influence des facteurs précités. Les progrès récents dans ce domaine correspondent aussi à des générations successives de pyrolyseurs : fours, pyrolyseurs à filament, pyrolyseur à température limitée par point de Curie, pyrolyseur à filament à température régulée. La pyrolyse couplée à la chromatographie en phase gazeuse trouve de nombreuses applications :

dans l'industrie : analyse des matières premières, du caoutchouc, des peintures, des vernis et des textiles...

dans la recherche : analyse des polymères, détermination de structure...

en biologie : analyse des peptides, des protéines, analyse toxicologique. Des essais d'utilisation de cette méthode comme élément de diagnostic, par comparaison des produits biologiques normaux et pathologiques, ont été réalisés dans ce domaine.

(*Faculté de Médecine et de Pharmacie de Grenoble, 38700 La Tronche.*)

La chromatographie en phase gazeuse et le contrôle des médicaments
par J. Alary.

Le contrôle des médicaments tire profit des méthodes chromatographiques en phase gazeuse, qu'il s'agisse de l'identification ou du dosage des matières premières entrant dans la fabrication des médicaments ou encore de la détermination du principe actif renfermé dans le médicament lui-même.

Cette technique est même indispensable lorsque ces principes actifs sont des molécules volatiles, ne renfermant pas de groupement fonctionnel facilement accessible par les méthodes d'analyse courantes. C'est le cas en particulier de certains terpènes (eucalyptol, camphre, menthol) qui peuvent même dans certains cas se trouver en mélange. Par la détermination des temps de rétention dans des conditions opératoires bien codifiées, l'identification peut être réalisée. Le dosage sera obtenu avec une bonne précision en mesurant la surface des pics et grâce à la technique de « l'étalon interne ».

Cette méthode permet également de vérifier la pureté de certaines molécules organiques à activité thérapeutique ou encore d'étudier la stabilité du médicament au cours du stockage. C'est donc un procédé d'analyse de plus en plus utilisé en pratique.

(*Faculté de Médecine et de Pharmacie de Grenoble, 38700 La Tronche.*)

Section de Lyon

Réunion du vendredi 7 novembre 1975

Présidence : M. J. Huet

Au cours de cette réunion, M. J. L. Imbach (Université de Montpellier) a présenté la conférence suivante :
Nucléoside et vecteur sucre : synthèse, détermination de structure et activité biologique (application en chimiothérapie anti cancéreuse).

Séance du jeudi 20 novembre 1975

Présidence : M. R. Cohen-Adad

Au cours de cette réunion, M. Lacombe (Université de Paris XI) a présenté la conférence suivante :
Phénomènes d'électrotransport dans les oxydes des métaux de transition : fer, manganèse, nickel, titane, zirconium. Relation avec l'oxydation à haute température.

Séance du vendredi 19 décembre 1975

Présidence : M. A. Laurent

Au cours de cette réunion, M. J. Mellor (Université de Southampton) a présenté la conférence suivante :
Oxydation d'hydrocarbures saturés. Aspects mécanistiques.

Section de Poitiers-Limoges-Tours

Réunion du vendredi 3 octobre 1975

Présidence : S. Pickarski

Au cours de cette réunion qui a eu lieu à l'U.E.R. des Sciences de Tours, les communications suivantes ont été présentées :

Stable isotope variations in nature : application to some problems in the earth sciences,
par T. F. Anderson.

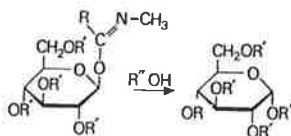
Variations in the isotopic composition of several elements of low atomic number have important applications in geochemical research. The principal cause of isotopic fractionation is small differences in the thermodynamic properties of isotopic substances. These differences can produce fractionation by (1) isotopic exchange reactions between compounds at chemical equilibrium, (2) kinetic processes, in which light isotopic species react somewhat more rapidly, and (3) other physico-chemical processes such as phase change. The principal mechanism of carbon isotope fractionation is photosynthesis. As a consequence, the terrestrial reservoir of oxidized carbon compounds (marine limestones) is enriched in ¹³C relative to the reservoir of reduced carbon (the biosphere and sedimentary organic matter). Carbon isotope studies have also been useful in defining the processes which lead to the development of petroleum and natural gas. Consistent and systematic relationships in the oxygen isotope composition of minerals suggest that isotope equilibrium is attained in most rock-forming processes. Laboratory calibration of equilibrium fractionation between minerals have permitted the determination of « isotopic temperatures » in rocks. These temperatures generally agree with temperatures estimated by other criteria. Because of isotope effects in the global hydrologic cycle, there is a systematic depletion of ¹⁸O and D in meteoric waters relative to ocean water. This systematic isotopic relationship has permitted us to demonstrate that geothermal waters are derived from local precipitation and also to determine the chronology of climatic variations in the past 10⁶ years by the isotopic analyses of glacial ice and of pelagic carbonate sediments.

(*University of Illinois, Urbana, Ill., U.S.A.*)

Un nouveau procédé de glycosylation : la méthode à l'imidate,
par J.-R. Pougny et P. Sinaÿ.

La synthèse stéréospécifique et à haut rendement de glycosides 1,2-*cis* demeure un des problèmes majeurs de la chimie des oses. Nous proposons ici une nouvelle solution.

Le *N*-méthylacétamide ou le *N*-méthylbenzamide réagissent, en présence de sels d'argent, avec le chlorure de tétra-*O*-benzyl-2,3,4,6- α -D-glucopyranoside pour donner respectivement les imidates **1** et **2** de configuration 1,2-*trans*.



Ces imidates conduisent rapidement, par action de divers alcools en milieu acide, à des glycosides 1,2-*cis*. L'efficacité de cette méthode sera démontrée par une synthèse stéréosélective d'un dérivé de l'isomaltose. (Laboratoire de biochimie structurale, U.E.R. de Sciences Fondamentales et Appliquées, 45045 Orléans Cedex.)

Conformation de quelques molécules à propriétés antifibrillantes. Hypothèse de structure du pharmacophore, par J. P. Paubel, P. Courrière et P. Nivière.

Les auteurs, en utilisant la méthode P.C.I.L.O., ont déterminé la structure privilégiée de quatre antifibrillants appartenant à des familles différentes. Les molécules, dans leur structure préférée, possèdent une analogie intéressante : trois fonctions (le noyau aromatique, un oxygène et l'azote d'une amine tertiaire) se retrouvent à des distances constantes. Il semblerait donc que l'activité antifibrillante soit due à l'existence de cette structure constante et particulière : le pharmacophore. (Laboratoire de chimie organique thérapeutique, 2 bis, boulevard Tonnelé, 37000 Tours.)

Le système $\text{InF}_3\text{-UF}_4$, par B. Gaudreau et J.-C. Champamaud-Mesjard.

L'étude du système $\text{InF}_3\text{-UF}_4$ par diffraction X a permis de mettre en évidence un composé défini $\text{U}_2\text{InF}_{11}$ de symétrie monoclinique, et deux domaines $(\text{InU})\text{F}_{3+\infty}$, l'un basé sur le type ReO_3 , l'autre sur le type VF_3 . Cette étude s'insère dans un travail plus vaste consacré aux systèmes $\text{InF}_3\text{-MF}_4$. (Laboratoire de chimie minérale B, U.E.R. Sciences, 123, rue A.-Thomas, 87100 Limoges.)

Synthèse et étude structurale du tellurate (VI) de thallium (III) Tl_2TeO_6 , par R. Pressigout, D. Mercurio et B. Frit.

Tl_2TeO_6 est le dernier tellurate isolé de la famille des tellurates de métaux trivalents de formule générale M_2TeO_6 . Il a été préparé par oxydation d'un mélange intime de Tl_2CO_3 et de TeO_2 . Sa stabilité thermique sous atmosphère d'oxygène a été précisée. Il cristallise dans le système trigonal, groupe d'espace P 321, avec une maille hexagonale de paramètres :

$$a = 9,070 \text{ \AA}, \\ c = 4,984 \text{ \AA}, \\ Z = 3.$$

Sa structure a été résolue par analyse de 1 505 réflexions indépendantes et affinée jusqu'à une valeur finale du facteur $R = 0,057$. Comme Lu_2TeO_6 et In_2TeO_6 , Tl_2TeO_6 est isotype de Na_2SiF_6 . Les anions O^{2-} constituent un empilement hexagonal compact légèrement déformé dont le 1/3 et le 1/6 des lacunes octaédriques sont respectivement occupés par les cations Tl^{3+} et Te^{6+} . (Laboratoire de Chimie Structurale, U.E.R. des Sciences, 123, rue Albert-Thomas, 87100 Limoges, France.)

Mise en évidence du rôle des atomes de carbone interstitiels dans le processus de graphitisation, par J. P. Rouchy et L. Gatineau.

La présence d'atomes de carbone interstitiels au cours de la graphitisation d'un coke de brai de houille est détectée sur la fonction de distribution radiale des distances interatomiques. Sur deux échantillons traités à 2 050 et 2 100 °C, il a été possible de mettre en évidence une nouvelle distance C-C de 1,90 Å, ce qui permet de situer l'atome interstitiel à 1,2 Å au-dessus ou en dessous du centre de l'hexagone

élémentaire de graphite. Cette distance n'apparaît pas pour d'autres températures, car les atomes sont répartis au hasard entre les couches pour des températures inférieures et sont balayés pour des températures de traitement supérieures. (Centre de Recherche sur les Solides à Organisation Cristalline Imparfaite, rue de la Férollerie, Orléans, France).

Spectre d'émission et d'absorption du monoiodure de bore, par J. Lebreton et J. Ferran.

Le spectre d'émission est obtenu à l'aide d'un tube de Schuler modifié afin de pouvoir utiliser un solide ayant une tension de vapeur suffisante, tel que BI_3 . Ce composé doit être distillé sous vide dans le tube à décharge avant l'expérience et le gaz vecteur est l'argon qui atténue les émissions de I_2 . Le spectre est formé d'une douzaine de bandes situées entre 5 700 et 6 125 Å qui appartiennent au système $\sigma^3\pi_0^+ \rightarrow X^1\Sigma^+$ de BI. L'analyse vibrationnelle de ces têtes de bandes ainsi que l'analyse rotationnelle des bandes (0-0) et (1-0) ont donné les résultats suivants :

$$\nu_e \simeq 16\,058 \text{ cm}^{-1}; \omega_e' \simeq 645 \text{ cm}^{-1}; \omega_e'' \simeq 574 \text{ cm}^{-1}; \\ B_e' \simeq 0,363 \text{ cm}^{-1}; B_e'' \simeq 0,389 \text{ cm}^{-1}; r_e'' \simeq 2,14 \text{ \AA}.$$

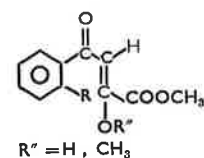
Le spectre d'absorption de BI a été obtenu par photolyse par éclair de vapeurs de BI_3 diluées dans l'hélium. Seules deux bandes situées à 3 489,3 et 3 491,0 Å sont observées et elles appartiennent très probablement à la transition $A^1\pi \leftarrow X^1\Sigma^+$ de BI. L'existence de la molécule de monoiodure de bore est ainsi démontrée pour la première fois. (Laboratoire de chimie générale, Tours.)

Isomérisation des butènes sur oxyde de magnésium, par J. L. Lemberon, G. Perot, M. Guisnet et R. Maurel.

Nous avons étudié en réacteur chromatographique pulsé l'isomérisation du butène-1 et des butènes-2 *cis* et -2 *trans* sur MgO à 60 °C. Sur ce catalyseur, l'isomérisation *cis-trans* ne se fait que par l'intermédiaire du butène-1; le butène-1 donne initialement 4 fois plus de butène-2 *cis* que de butène-2 *trans*. L'injection de CO_2 rend le catalyseur inactif. L'isomérisation du butène-2 *cis-2,3d_2* et du butène-2 *cis-1,4d_2* se fait sans échange d'hydrogène avec le catalyseur; on observe un effet isotopique très important en isomérisation du butène-2 *cis-1,4d_2*.

Ces résultats sont en accord avec un mécanisme par carbanions allyliques formés sur les sites basiques du catalyseur. (Groupe de Recherches sur la catalyse en chimie organique, E.R.A. n° 371, U.E.R. Sciences Fondamentales et Appliquées, Université de Poitiers, 40, avenue du Recteur-Pineau, 86022 Poitiers.)

Étude de la structure et approche de la conformation d'une série de β -benzoylacrylates de méthyle, par J. Auger.



Les études par spectroscopie infrarouge et R.M.N. ont montré que tous les composés à l'état solide se trouveraient dans la conformation *s-cis*. Par contre en solution, les composés où $R' = \text{H}$ garderaient la conformation *s-cis* tandis que pour les composés où $R' = \text{CH}_3$ il apparaîtrait la conformation *s-trans* au plus à raison de 25%. (Laboratoire de chimie organique thérapeutique, 2 bis, boulevard Tonnelé, 37000 Tours.)

Demandes et offres diverses

A vendre :

Bull. Soc. Chim. de 1967 à 1974 inclus. Tables générales : a) 1917-1926 ; b) 1927-1933.

Écrire à M. Jullien Paul, 9, rue des Filmins, 92330 Sceaux.

Jeune algérien, Dr en Chimie, Université de Paris, sérieuses références professionnelles (domaine élastomères, matières plastiques, chromato-spectro). Connaissance parfaite en langues française et arabe, notions d'anglais, étudiera toutes propositions chimiques industrielles ou commerciales pour l'Algérie. Écrire à : Kerboub, 47, avenue Paul-Langevin, 92260 Fontenay-aux-Roses.

Recherche livres d'occasion :

Cinétique chimique appliquée (Jungers), ed. Technip.

Analyse cinétique de la transformation chimique (Jungers et Sajus), ed. Technip. Chimie générale-Cinétique chimique (Panetier et Souchay).

Écrire à R. Bonnaire, 2, rue Gustave-Larroumet, 75015 Paris.

A vendre :

Collection du Bulletin de la Société Chimique de France des années 1961 à 1974, par

année ou en totalité. Écrire J. F. Laporte, 21, rue du Midi, 92200 Neuilly.

Ingénieur, 27 ans, Production et transformation plastique. C.N.A.M. Paris et M. Sc. Chim. (Université Montréal). Angl. 3 années expér. professionnelles. Cherche poste recherche appliquée. Développement. Domaine des matériaux plastiques. Écrire à Claude Boisserie, chez Vincent Carrier, 3, square J.-P.-Thimbaud, 93100 Montreuil. Tél. 858.80.63.

Jeune docteur (28 ans) diplômé du Polytechnicum de Zurich cherche place pour un stage post-doctoral. Spécialité : chimie organique physique. Écrire à Y. de Julien de Zélicourt, 5, rue Ruhmkorff, 75017 Paris.

J.F., 25 ans, Dr 3^e cycle, chimie organique, cherche emploi dans laboratoire recherche ou fabrication, dans le Sud de la France. Écrire à Mlle R. M. Authier, 4, rue Jean-Amade, 66000 Perpignan.

A vendre :

Chemical Abstracts 1950 à 1959 inclus, volumes reliés avec tables d'auteurs de matières et de formules.

Bull. Soc. Chim. 1935-1947 mémoires et

documentation ; 1948-1950 mémoires également reliés. Écrire Soc. Chim. n° 229.

A vendre :

Chromatographe en phase gazeuse « Intersmat » type IGC 12M, à double colonne (adapté pour $\Phi=1/4$), avec détection par catharomètre. Appareil pour chromatographie analytique en excellent état (révision en septembre 1975). Acheté fin 1970. Écrire Soc. Chim. n° 230.

A vendre :

Un chromatographe en phase gazeuse « Carlo Erba » Fractovap, modèle C.V. série 200, à double colonne avec programmation linéaire de température et détection par catharomètre. Appareil équipé d'un ensemble automatique d'injection et de prélèvement pour chromatographie préparative et d'un discriminateur de pics. Matériel ayant peu servi et en parfait état, acheté en 1969. Écrire Soc. Chim. n° 231.

Chargé de Recherche C.N.R.S. (Chimie Organique Physique) échangerait son poste, pour une année universitaire, avec Maître-Assistant (Université Paris ou Orsay). Écrire Société Chimique n° 232.