

Étude par chromatographie en phase gazeuse des propriétés de rétention de trois phases stationnaires cristaux liquides substitués latéralement

Félix Perez¹, Philippe Berdagué¹, Jean-Pierre Bayle¹, Jacques Courtieu¹,
Souleirmane Boudah², Saïd Sebih², Moulay-Hassane Guermouche^{2*}

¹ Laboratoire de chimie structurale organique, Bt 410,
Université de Paris Sud, 91405 Orsay cedex, France ;

² Institut de chimie, USTHB, BP n° 32, El-Alia, Bab-Ezzouar, Alger, Algérie

(Reçu le 5 janvier 1996 ; accepté le 27 avril 1996)

Résumé — Les propriétés analytiques de trois phases stationnaires «cristal liquide» substitué latéralement sont présentées. Les cristaux liquides nématiques utilisés sont :

* 2-hexyloxy-3-méthyl-4-(4-éthoxybenzoyloxy)-4'-(4-*trans*-*n*-pentylcyclohexanecarbonyloxy)azobenzène noté CL₁.

* 4-cyano-2',3'-diméthyl-4'-(4-heptylbenzoyloxy)azobenzène noté CL₂.

* 4-(4'-(4''-dodécyloxyphényl)-azobenzoyloxy)salicylidène imine *N*-propyl noté CL₃.

Grâce à l'utilisation de colonnes capillaires, les propriétés des trois phases ont été déterminées et comparées. Les trois phases «cristal liquide» séparent les isomères de position d'hydrocarbures aliphatiques, aromatiques et polyaromatiques. Des résultats intéressants ont été obtenus lors de la séparation des composés volatils des huiles essentielles. La phase CL₁, possédant une chaîne latérale, montre de meilleures performances comparativement aux deux autres phases.

chromatographie en phase gazeuse / cristaux liquides / nématique / propriétés de rétention

Summary — Investigation of analytical properties of three laterally-substituted liquid crystals by gas chromatography. The analytical properties of the stationary phases of the following three nematic liquid crystals are presented: 2-hexyloxy-3-methyl-4-(4-ethoxybenzoyloxy)-4'-(4-*trans*-*n*-pentylcyclohexanecarbonyloxy)azobenzene, referred to as CL₁; 4-cyano-2',3'-dimethyl-4'-(4-heptylbenzoyloxy)azobenzene, referred to as CL₂; and 4-(4'-(4''-dodecyloxyphenyl)azobenzoyloxy)salicylidene imine *N*-propyl, referred to as CL₃. Using capillary columns, the retention properties of the three phases were determined and compared. The three liquid crystals separate positional isomers of aliphatic, aromatic and polyaromatic hydrocarbons. Interesting results were obtained in the chromatography of some volatile essential oil constituents. Compared to the two other liquid crystals, CL₁, containing the lateral alkoxy chain, exhibits the best performances.

gas chromatography / liquid crystal / nematic / retention property

Introduction

Les cristaux liquides sont employés en chromatographie en phase gazeuse depuis les années soixante [1, 2]. De nombreux travaux rendent compte de leurs performances analytiques dans divers domaines et en particulier dans la séparation d'isomères d'alcane [3], d'alcènes [4], de composés benzéniques [5, 6], d'hydrocarbures polyaromatiques [7-9], des constituants aromatiques des huiles essentielles [10-12].

Les cristaux liquides utilisés peuvent être monomères [1-12] ou polymères [13]. Les colonnes employées sont conventionnelles [14] ou capillaires [15]. De façon générale, les molécules mésogènes utilisées dans ces études ne possèdent pas de substituants latéraux. Les substituants latéraux rigides sont connus pour perturber profondément l'association des molécules dans l'état

cristal liquide [16]. Cependant si le substituant est flexible, tel une chaîne alcoxyle, celui-ci peut s'orienter dans le champ nématique le long de l'axe moléculaire et ainsi ne perturber que peu les propriétés mésogènes [17].

Dans ce travail, nous avons donc essayé de mettre en évidence l'influence d'une substitution latérale sur les propriétés de rétention de trois cristaux liquides nématiques par chromatographie en phase gazeuse. Les trois composés choisis sont présentés sur la figure 1 et contiennent trois cycles aromatiques dans le cœur mésogène avec deux jonctions azo et ester. Ils ne diffèrent que par le type de substitution rigide ou flexible, polaire ou apolaire.

— Le premier, noté CL₁, possède une chaîne latérale hexyloxy et un cycle alicyclique supplémentaire dans le cœur mésogène afin de posséder une plage nématique suffisante :

* Correspondence et tirés à part

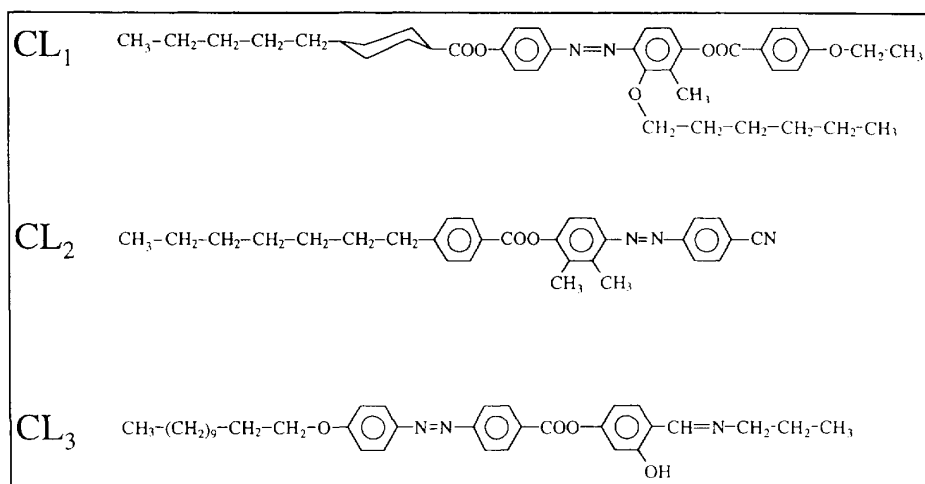


Fig 1. Formules développées des cristaux liquides étudiés.

* 2-hexyloxy-3-méthyl-4-(4-éthoxybenzoyloxy)-4'-(4-*trans*-*n*-pentylcyclohexanecarbonyloxy)azobenzène (4-éthoxybenzoate de 3-hexyl-2-méthyl-4-{4-[(4-pentylcyclohexanecarbonyl)oxy]phényldiazényl}phényle).

– Le second noté CL₂ possède deux groupements méthyle latéraux :

* 4-cyano-2',3'-diméthyl-4'-(4-heptylbenzoyloxy)-azobenzène (4-heptylbenzoate de 4-[4-(cyanophényl)-diazényl]-2,3-diméthylphényle).

– Le troisième noté CL₃ possède un groupement hydroxy latéral engagé dans une liaison hydrogène intramoléculaire :

* 4-(4'-(4''-dodécyloxyphényl)azobenzoyloxy)-salicylidène imine *N*-propyl (4-[4-(dodécyloxyphényl)-diazényl]benzoate de 3-hydroxy-4-[(propylimino)-méthyl]phényle).

Partie expérimentale

Synthèse et réactifs

Les trois cristaux liquides CL₁, CL₂ et CL₃ ont été synthétisés selon des méthodes décrites précédemment [19, 20]. La pureté des composés synthétisés a été vérifiée par RMN ¹H sur un spectromètre Bruker AM 250.

Les alcanes, isoalcanes et les composés aromatiques utilisés comme solutés sont de chez Fluka (Suisse), les produits naturels de Meyreau-Boiveau (France).

Appareillage

Le chromatographe en phase gazeuse utilisé est un HP5730A équipé d'un détecteur FID et d'un injecteur Split/Splitless. Les colonnes capillaires sont en verre borosilicaté de longueur 25 m et de 0,25 mm de diamètre interne pour les composés CL₁ et CL₂ et de 20 m de longueur et 0,2 mm de diamètre interne pour CL₃. Elles sont traitées et désactivées au laboratoire selon la méthode de Rijks [18]. Elles sont ensuite imprégnées de cristaux liquides par la méthode dynamique.

Les températures de transition ont été déterminées par analyse thermique différentielle (ATD) sur un appareil Mettler FP 80 équipé d'un four FP 85. La nature des mésophases

a été étudiée à l'aide d'un microscope polarisant Olympus BH-2 au travers d'une sonde Mettler FP 82.

Résultats et discussion

Températures de transition des cristaux liquides

Pour les trois composés, les températures de transition, de l'état solide à l'état nématique et de l'état nématique au liquide isotrope, ont été déterminées à la montée en température à une vitesse de 10 °C/min. Ces températures sont consignées dans le tableau I. Il est à noter que le composé CL₁ présente une transition solide-solide (K₁ → K₂) précédant la mésophase qui a été attribuée au changement de conformation de la chaîne latérale dans la phase solide. Par ailleurs, ce composé a une plage nématique relativement plus large que celles des composés CL₂ et CL₃ induite par le quatrième cycle contenu dans le cœur mésogène.

Tableau I. Températures de transitions des cristaux liquides CL₁, CL₂ et CL₃ obtenues par analyse thermique différentielle.

Transition	CL ₁	CL ₂	CL ₃
solide-solide (K ₁ → K ₂)	72,5 °C		
solide-nématique (K → N)	88,5 °C	100,3 °C	107,5 °C
nématique-liquide (N → I)	237,5 °C	214,5 °C	181,6 °C

Propriétés de rétention des trois cristaux liquides

La méthodologie de l'étude analytique a été mise au point lors de précédentes études [21, 22]. Les propriétés de rétention des cristaux liquides CL₁, CL₂ et CL₃ ont été mises en évidence en utilisant des colonnes capillaires décrites dans la partie expérimentale. Les résultats concernant quelques séparations sont présentés dans les figures 2, 3 et 4. Les résultats complémentaires sont portés dans le tableau II. Leur étude nous a permis de préciser les points fondamentaux suivants :

Tableau II. Temps de rétention des différents produits testés sur les colonnes capillaires remplies des cristaux liquides CL₁, CL₂ et CL₃.

Composés	Température (°C)			tr (min)		
	CL ₁	CL ₂	CL ₃	CL ₁	CL ₂	CL ₃
Alkanes						
<i>n</i> -décane	60	60	60	7,2	5,0	3,1
2,3-diméthyl-octane	60	60	60	6,7	4,9	2,9
2,6-diméthyl-octane	60	60	60	6,8	4,9	2,9
3,5-diméthyl-octane	60	60	60	6,9	4,9	2,9
4-méthyl-nonane	60	60	60	7,0	4,9	2,9
<i>n</i> -tridécanne	90	60 puis 4°/min	110	8,7	7,8	2,1
2-méthyl-dodécane	90	60 puis 4°/min	110	8,0	7,15	2,0
3-méthyl-dodécane		60 puis 4°/min	110		7,1	2,0
4-méthyl-dodécane	90	60 puis 4°/min	110	7,9	7,1	2,0
5-méthyl-dodécane	90	60 puis 4°/min	110	7,8	7,0	2,0
<i>n</i> -octadécane	160	130	160	10,3	5,8	6,0
8-méthyl-heptadécane	160	130	160	8,6	5,0	4,8
4-méthyl-heptadécane	160	130	160	9,4	5,2	5,2
3-méthyl-heptadécane	160	130	160	9,6	5,4	5,32
2-méthyl-heptadécane	160	130	160	9,9	5,2	5,2
6-méthyl-heptadécane	160	130	160	9,0	5,0	4,8
<i>n</i> -eicosane	200	150	180	9,0	5,6	6,12
3-méthyl-nonadécane	200	150	180	8,8	5,2	5,75
2,6,10,14-tétraméthyl-hexadécane	200	150	180	8,2	3,8	3,6
Aromatiques						
toluène	50	50	60	6,2	3,2	3,0
éthyl-benzène	50	50	60	6,5	3,4	3,1
<i>o</i> -xylène	50	50	60	6,8	4,0	3,4
<i>m</i> -xylène	50	50	60	6,6	3,6	3,2
<i>p</i> -xylène	50	50	60	6,6	3,6	3,2
isopropyl-benzène	60	60	100	6,3	3,6	2,0
propyl-benzène	60	60	100	6,6	3,8	2,0
1,3,5-triméthyl-benzène	60	60	100	7,1	3,8	2,0
<i>tert</i> -butyl-benzène	60	100	100	6,8	3,2	2,0
isobutyl-benzène	60	100	110	7,2	3,4	2,0
<i>para</i> -cymène	60	100	110	8,0	3,6	2,2
1,3-diéthyl-benzène	60	100	110	7,6	3,7	2,2
Polyaromatiques						
naphtalène	100 puis 4°/min	90 puis 4°/min	140	8,2	5,2	3,2
2-méthyl-naphtalène	100 puis 4°/min	90 puis 4°/min	140	9,5	6,6	4,4
1-méthyl-naphtalène	100 puis 4°/min	90 puis 4°/min	140	9,8	7,0	4,8
acénaphène	160 puis 4°/min	110 puis 4°/min	180	9,1	5,4	4,2
acénaphthylène	160 puis 4°/min	110 puis 4°/min	180	9,0	5,2	4,1
fluorène	160 puis 4°/min	110 puis 4°/min	180	10,0	7,2	7,2
phénanthrène	180			14,4		
anthracène	180			15,0		
benzo[a]-fluorène	210			19,2		
benzo[b]-fluorène	210			19,8		
Chlorobenzènes						
<i>m</i> -dichlorobenzène	90 puis 4°/min	100	140	6,9	3,8	2,4
<i>o</i> -dichlorobenzène	90 puis 4°/min	100	140	7,1	4,2	2,6
Produits naturels						
eucalyptol	60	100 puis 4°/min	150	9,2	3,3	2,1
limonène	60	100 puis 4°/min	150	9,5	3,3	2,1
camphre	80 puis 4°/min	100 puis 4°/min	150	8,0	4,6	2,8
thymol	120 puis 4°/min	120 puis 4°/min	150	9,7	6,2	5,1
carvacrol	120 puis 4°/min	120 puis 4°/min	150	9,9	6,6	5,4
β -cédrène	120	100	140	9,4	5,6	4,2
α -cédrène	120	100	140	9,2	5,4	4,0
estragole	100 puis 4°/min	130 puis 4°/min	150	10,7	3,0	2,8
anéthole	100 puis 4°/min	130 puis 4°/min	150	12,0	3,6	3,6
linalol	100 puis 4°/min	100 puis 4°/min	140	8,8	5,2	3,1
acétate de linalyle	100 puis 4°/min	100 puis 4°/min	140	7,1	4,6	2,6
nérol	100 puis 4°/min	100 puis 4°/min	140	7,6	5,0	3,2
géraniol	100 puis 4°/min	100 puis 4°/min	140	8,0	5,6	3,6
eugénol	120 puis 4°/min	100 puis 4°/min	150	9,6	7,2	5,0
isoeugénol	120 puis 4°/min	100 puis 4°/min	150	11,6	8,4	6,6
α -pinène	90 puis 4°/min	100	100	6,3	3,2	2,0
β -pinène	90 puis 4°/min	100	100	6,6	3,4	2,2
Esters méthyliques						
C13:0		120 puis 4°/min	140 puis 4°/min	5,0	5,4	
C14:0		120 puis 4°/min	140 puis 4°/min	6,1	7,0	
C15:0		120 puis 4°/min	140 puis 4°/min	7,4	8,8	
C16:0		120 puis 4°/min	140 puis 4°/min	9,0	11,0	
C17:0		120 puis 4°/min	140 puis 4°/min	10,8	14,0	
C18:0		120 puis 4°/min	140 puis 4°/min	12,4		
C18:1		120 puis 4°/min	140 puis 4°/min	12,6		
C18:2		120 puis 4°/min	140 puis 4°/min	12,8		

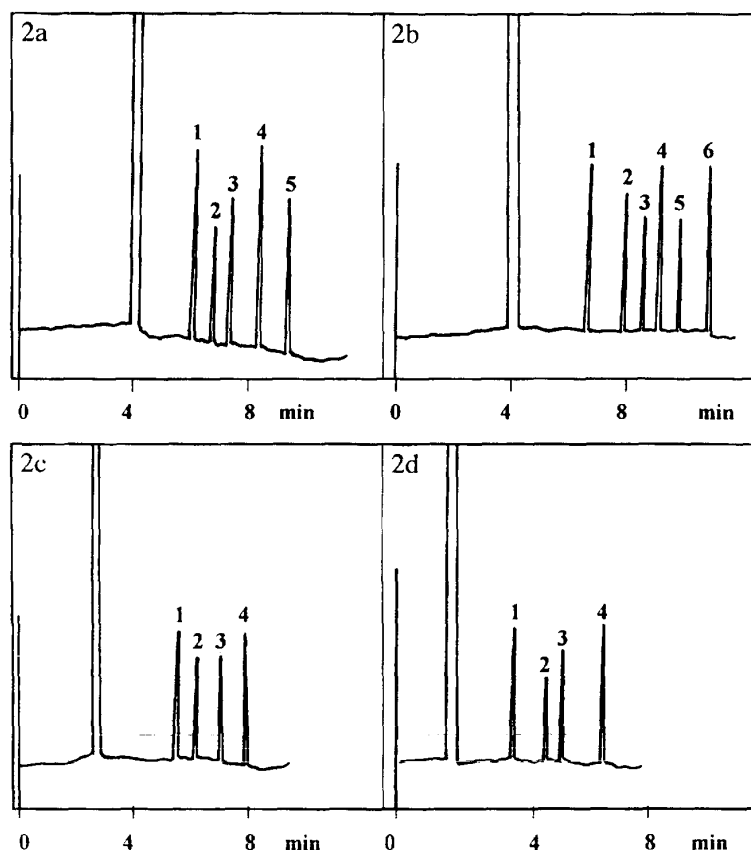


Fig 2. Séparation d'isomère d'alcane.

2a : Isomères du décane sur CL₁ ; température de la colonne : 50 °C

1 : 2,3-diméthylheptadécane ; 2 : 2,6-diméthylheptadécane ; 3 : 3,5-diméthylheptadécane ; 4 : 4-méthylheptadécane ; 5 : *n*-décane.

2b : Isomères de l'octadécane sur CL₁ ; température de la colonne : 160 °C

1 : 8-méthylheptadécane ; 2 : 6-méthylheptadécane ; 3 : 4-méthylheptadécane ; 4 : 3-méthylheptadécane ; 5 : 2-méthylheptadécane ; 6 : *n*-octadécane.

2c : Isomères de l'octadécane sur CL₂ ; température de la colonne : 130 °C

1 : 8-méthylheptadécane + 6-méthylheptadécane ; 2 : 4-méthylheptadécane + 2-méthylheptadécane ; 3 : 3-méthylheptadécane ; 4 : *n*-octadécane

2d : Isomères de l'octadécane sur CL₃ ; température de la colonne : 160 °C

1 : 8-méthylheptadécane + 6-méthylheptadécane ; 2 : 4-méthylheptadécane + 2-méthylheptadécane ; 3 : 3-méthylheptadécane ; 4 : *n*-octadécane.

• Similarités

– D'une manière générale, l'efficacité des trois colonnes exprimée en nombre de plateaux théoriques *N* est comparable comme le montre le tableau III. Pour chaque cristal liquide, indépendamment de la longueur de la colonne et des conditions de remplissage, la phase mésomorphe présente une meilleure efficacité comparative aux phases solide et isotrope.

Par ailleurs, les trois phases permettent d'éluer à des températures relativement basses des composés à haut point d'ébullition. Par exemple, le tridécane (température d'ébullition = 235,4 °C) est chromatographié à 90 °C sur CL₁. Il faut seulement une température de 150 et de 180 °C pour éluer l'eicosane (température d'ébullition = 343 °C) respectivement sur CL₂ et CL₃.

– Les trois cristaux liquides manifestent des propriétés de séparation même au dessous de la température de transition solide-nématique. Par exemple, la figure 2a montre qu'il est possible de séparer de manière

Tableau III. Efficacités comparées des cristaux liquides CL₁, CL₂ et CL₃ dans les phases anisotropes (solide et nématique) et dans la phase isotrope.

Phase stationnaire	État	Nombre de plateaux/m
CL ₁	solide (K ₁ et K ₂)	2 900
	nématique	3 600
	liquide isotrope	2 600
CL ₂	solide	2 900
	nématique	3 100
	liquide isotrope	2 800
CL ₃	solide	2 600
	nématique	2 900
	liquide isotrope	2 500

satisfaisante les isomères du décane à 50 °C en utilisant la phase CL₁ dont la température de transition solide-

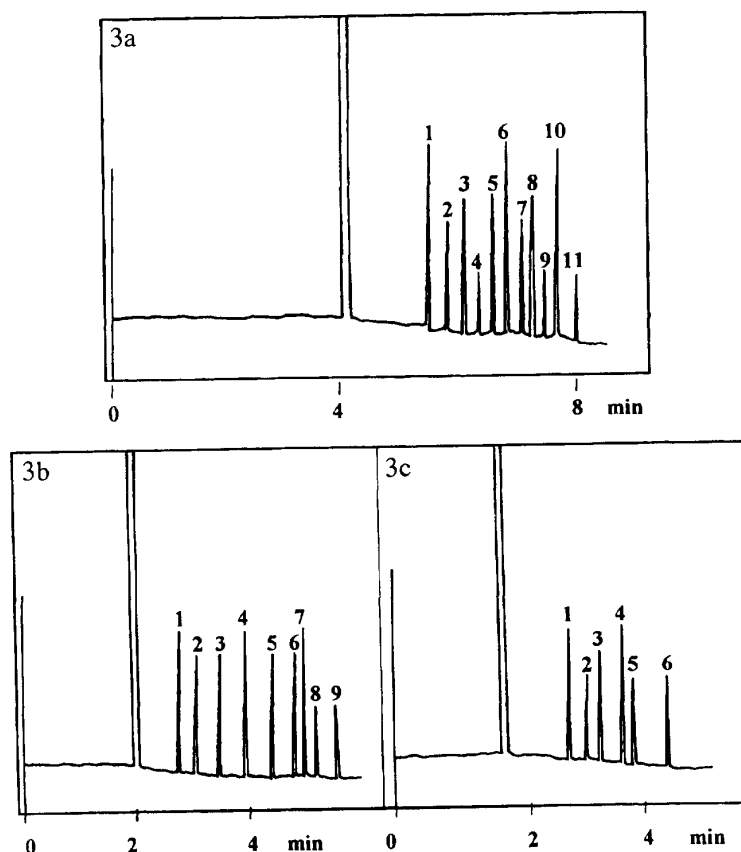


Fig 3. Séparation des isomères aromatiques.

3a : Isomères aromatiques sur CL₁; température programmée à 2 °C/min à partir de 50 °C.

1 : toluène; 2 : éthylbenzène; 3 : *m* + *p*-xylène; 4 : *o*-xylène; 5 : isopropylbenzène; 6 : propylbenzène; 7 : 1,3,5-triméthylbenzène; 8 : *tert*-butylbenzène; 9 : isobutylbenzène; 10 : 1,3-diéthylbenzène; 11 : *para*-cymène.

3b : Isomères aromatiques sur CL₂; température isotherme à 60 °C pendant 2 min puis programmation à 8 °C/min.

1 : toluène; 2 : éthylbenzène; 3 : *m* + *p*-xylène; 4 : *o*-xylène; 5 : isopropylbenzène; 6 : propylbenzène + 1,3,5-triméthylbenzène; 7 : *tert*-butylbenzène; 8 : isobutylbenzène; 9 : 1,3-diéthylbenzène + *para*-cymène

3c : Isomères aromatiques sur CL₃; température isotherme à 60 °C pendant 2 min puis programmation à 8 °C/min.

1 : toluène; 2 : éthylbenzène; 3 : *m* + *p*-xylène; 4 : *o*-xylène; 5 : isopropylbenzène + propylbenzène + 1,3,5-triméthylbenzène; 6 : isobutylbenzène + 1,3-diéthylbenzène + *tert*-butylbenzène + *para*-cymène.

cristal liquide est de 88,5 °C. D'autres résultats similaires concernant les phases CL₂ et CL₃ sont présentés dans le tableau II.

• Différences

Comparativement à CL₂ et CL₃, CL₁ présente une meilleure sélectivité vis-à-vis des alcanes, des hydrocarbures aromatiques, polyaromatiques et des composés volatils des huiles essentielles.

– Il est possible de séparer totalement les isomères de position d'alcane sur CL₁ et partiellement en utilisant CL₂ et CL₃. A titre d'exemple, la figure 2 montre la résolution des isomères de l'octadécane en utilisant CL₁ (2b), CL₂ (2c) et CL₃ (2d), la meilleure séparation est obtenue avec la phase CL₁ (fig 2b). Ce résultat est confirmé par les valeurs des temps de rétention consignés dans le tableau II qui concernent les isomères du *n*-décane, *n*-tridécane, *n*-octadécane et *n*-eicosane. Par exemple, les isomères du décane sont complètement séparés sur CL₁ alors que leurs temps de rétention

sont identiques sur CL₂ et CL₃. La proportion plus importante de partie aliphatique ainsi que l'introduction d'une chaîne latérale portée par le cycle aromatique central sont sans doute responsables de cette séparation.

– Dans le cas des hydrocarbures aromatiques les trois phases ne séparent pas le *mé*ta et le *para*-xylène (tableau II). Une différence est observée entre CL₂ et CL₃ lors de la chromatographie des isomères possédant 3 ou 4 carbones aliphatiques sur le cycle aromatique. CL₁ donne une séparation complète de ces isomères en isotherme (tableau II) et en programmation de température (fig 3a, 3b, 3c). Dans les deux cas, CL₃ donne des résultats peu concluants pour ces composés.

– Les trois phases stationnaires permettent de chromatographier de manière satisfaisante les hydrocarbures polyaromatiques (tableau II). Le domaine d'existence plus large de la phase nématique CL₁ permet en plus de séparer correctement les plus lourds d'entre eux tels que les benzofluorènes (fig 4a, 4b, 4c).

– Les propriétés de rétention de ces trois phases peuvent être appréciées également dans le domaine des

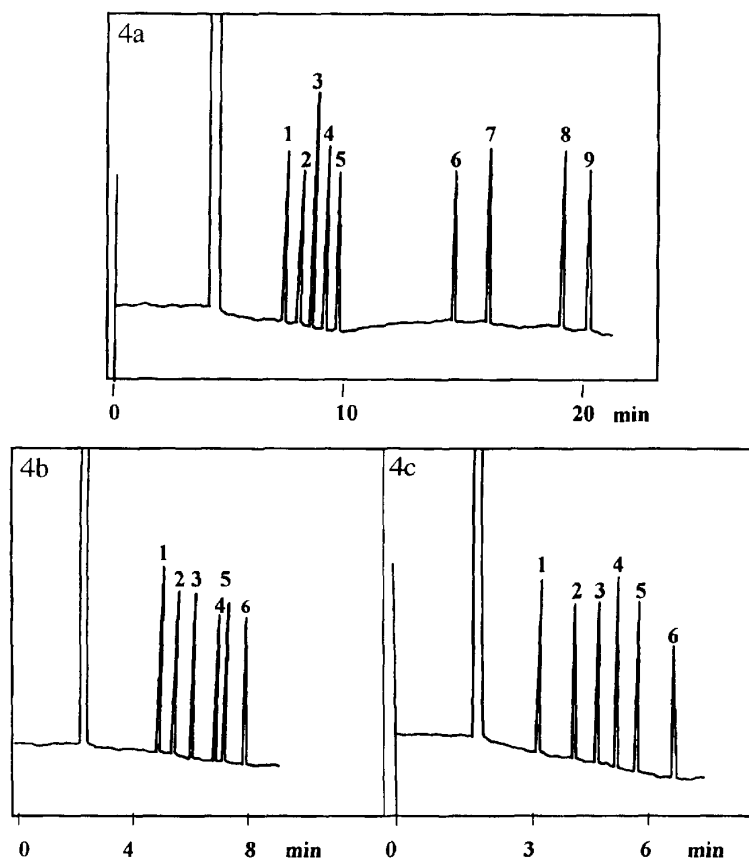


Fig 4. Séparation des hydrocarbures polyaromatiques.

4a : hydrocarbures polyaromatiques sur CL₁; température isotherme à 100 °C pendant 4 min puis programmation à 8 °C/min.

1 : naphthalène; 2 : 2-méthyl-naphthalène; 3 : 1-méthyl-naphthalène; 4 : acénaphthène; 5 : fluorène; 6 : phénanthrène; 7 : anthracène; 8 : benzo[a]fluorène; 9 : benzo[b]fluorène

4b : hydrocarbures polyaromatiques sur CL₂; température programmée à 4 °C/min à partir de 90 °C.

1 : naphthalène; 2 : 2-méthyl-naphthalène; 3 : 1-méthyl-naphthalène; 4 : acénaphthylène; 5 : acénaphthène; 6 : fluorène.

4c : hydrocarbures polyaromatiques sur CL₃; température programmée à 4 °C/min à partir de 140 °C.

1 : naphthalène; 2 : 2-méthyl-naphthalène; 3 : 1-méthyl-naphthalène; 4 : acénaphthylène; 5 : acénaphthène; 6 : fluorène.

composés volatils des huiles essentielles. Ainsi, il est connu que le couple limonène-eucalyptol est généralement non résolu en utilisant des phases stationnaires classiques apolaires (du type diméthylpolysiloxane par exemple) mais sont séparés lorsqu'on emploie des phases stationnaires polaires telles que le polyéthylène glycol de masse moléculaire 20000. Dans notre cas, CL₁ est la seule phase à séparer ce couple (tableau II). D'un autre côté, le linalol et l'acétate de linalyle présents dans l'essence de lavande sont séparés totalement sur des phases apolaires et partiellement sur des phases polaires. Les trois cristaux liquides CL₁, CL₂ et CL₃ en donnent des chromatogrammes satisfaisants comme le montre le tableau II.

Ceci indique clairement que l'utilisation de molécules mésogènes substituées latéralement par un motif flexible permet d'allier le pouvoir de séparation relatif aux colonnes polaires et apolaires. De nombreux exemples relatifs aux composés volatils présents dans les huiles essentielles sont consignés dans le tableau II.

Conclusion

Les trois cristaux liquides étudiés présentent des caractères analytiques intéressants. Leurs efficacités sont plus grandes dans leur phase nématique par comparaison aux phases solide et liquide. Il est à signaler que CL₁, CL₂ et CL₃ possèdent des propriétés de séparation même au dessous de la température de transition solide-phase nématique. L'introduction d'un substituant latéral ne modifie pas de manière dramatique les propriétés de séparation induites par les molécules mésogène. Cependant, d'une manière générale et **grâce à une proportion plus importante de partie aliphatique**, CL₁ présente une sélectivité plus grande vis-à-vis des alcanes, des hydrocarbures aromatiques, polyaromatiques et des composés volatils présents dans les huiles essentielles. Elle manifeste des performances analytiques supérieures à CL₂ et CL₃. L'introduction d'une chaîne latérale au cœur de la molécule permet sans doute d'accentuer ce phénomène en diluant l'effet associatif de la partie aromatique. Ainsi, les isomères de

position des alcanes sont totalement séparés par CL₁, mais partiellement par CL₂ et CL₃ (fig 3). Une remarque similaire peut être faite au sujet des hydrocarbures benzéniques isomères possédant 3 ou 4 carbones sur le cycle aromatique. Du fait de sa plage nématique plus large, CL₁ est la seule à permettre l'élution des hydrocarbures polyaromatiques les plus lourds. Pour les composés volatils présents dans les huiles essentielles, les trois cristaux liquides ont des propriétés analytiques remarquables comparativement aux phases polaires ou apolaires classiques.

Références

- 1 Kelker H, *Z Anal Chem* (1963) 198, 254
- 2 Kelker H, *Ber Bunsenges Phys Chem* (1963) 67, 698
- 3 Sojak L, Kraus G, Farkas P, Ostrovsky I, *J Chromatogr* (1984) 294, 155
- 4 Sojak L, Kraus G, Farkas P, Ostrovsky I, *J Chromatogr* (1982) 249, 29
- 5 Sojak L, Kraus G, Ostrovsky I, *J Chromatogr* (1985) 323, 414
- 6 Martire DE, Nikolic A, Vasanth KL, *J Chromatogr* (1979) 178, 401
- 7 Haky JE, Muschik GM, *J Chromatogr* (1981) 214, 161
- 8 Ghatge BB, Bhalerao NV, *J Chromatogr* (1991) 549, 423
- 9 Nishioka M, Jones BA, Tarbet BJ, Bradshaw JS, Lee ML, *J Chromatogr* (1986) 357, 79
- 10 Betts TJ, Moir CM, Tassone AI, *J Chromatogr* (1991) 547, 335
- 11 Betts TJ, *J Chromatogr* (1990) 513, 311
- 12 Betts TJ, *J Chromatogr* (1991) 588, 231
- 13 Naikawadi KP, Mc Govern AM, Karasek FW, *Can J Chem* (1987) 65, 970
- 14 Betts TJ, *J Chromatogr* (1992) 605, 276
- 15 Kraus A, Schumann U, Kraus G, Khone B Praefcke K, *J Chromatogr* (1992) 609, 277
- 16 Gray GW, *Liquid Crystals and Plastic Crystals*, Ellis Horwood, Chichester, 1974
- 17 Berdagué P, Perez F, Judeinstein P, Bayle JP, *New J Chem* (1995) 19, 293
- 18 Franken JJ, Rutten GAFM, Rijsk JA, *J Chromatogr* (1976) 126, 117
- 19 Bayle JP, Bui E, Perez F, Courtieu J, *Bull Soc Chim Fr* (1989) 4, 534
- 20 Bui E, Bayle JP, Perez F, Courtieu J, *Bull Soc Chim Fr* (1991) 127, 61
- 21 Berdagué P, Perez F, Bayle JP, Courtieu J, Abdelhadi O, Guermouche S, Guermouche MH, *Chromatographia* (1995) 40, 581
- 22 Berdagué P, Perez F, Bayle JP, Courtieu J, Abdelhadi O, Guermouche S, Guermouche MH, *J High Resolut Chromatogr* (1995) 18, 304