

IV .1 Problématique du sujet de thèse

Dans le cadre de cette thèse, nous nous sommes intéressés à la synthèse et la caractérisation d'un nouveau mésogène cristal liquide de formule :

« **1-[4-methoxybenzylidene amino]-4-[2-methylthio -1, 3,4-oxadiazole-5-yl] benzène** » par différentes techniques expérimentales tel que la spectrométrie infrarouge, la résonance magnétique nucléaire, la microscopie à lumière polarisée (MOP) et la calorimétrie différentiel à balayage DSC.

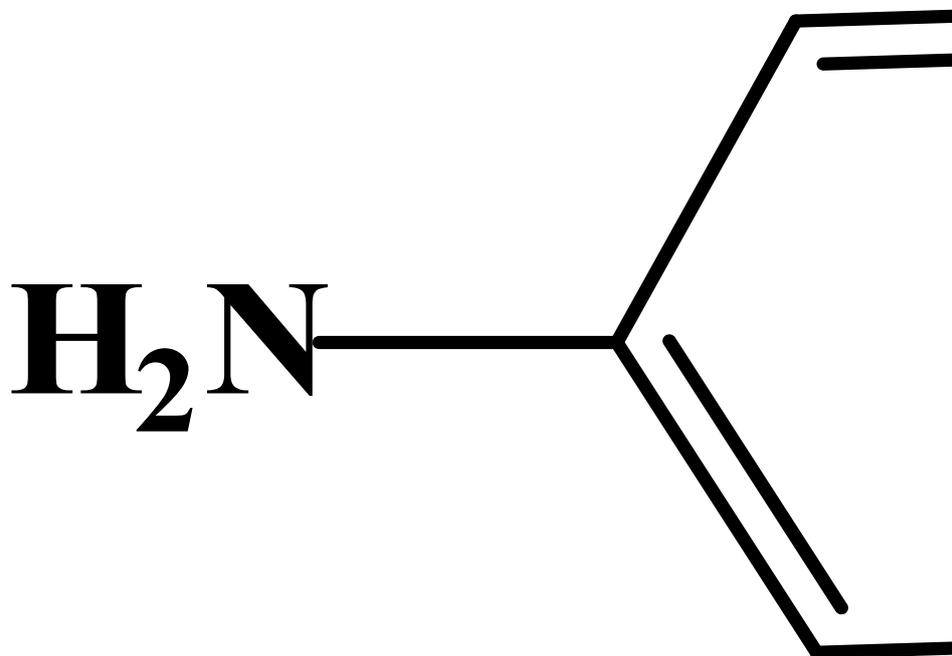
Notre étude s'est portée aussi sur l'utilisation du mésogène synthétisé comme phase stationnaire en chromatographie en phase gazeuse, afin de réaliser une étude thermique et thermodynamique on a injectée deux séries de composés isomères.

La synthèse a été conduite avec succès en cinq étapes (schéma 1) avec un rendement global appréciable, toutefois suffisant pour obtenir une quantité du mésogène de l'ordre de quelques grammes nécessaires à l'étude de ce mésogène (caractérisation structurale, propriétés mésomorphes et étude par chromatographie en phase gazeuse).

Le Protocol de synthèse s'est réalisé selon les étapes suivantes :

1. Réaction d'estérification.
2. Réaction de substitution.
3. Réaction de cyclisation
4. Réaction d'alkylation.
5. Réaction de condensation.

L'identification des produits intermédiaires a été effectuée par la mesure du point de fusion suivi d'une caractérisation par spectroscopie infrarouge, la structure du produit final est confirmée par résonance magnétique nucléaire.



Acide 4-aminc

Produit V :

«1-[4-methoxybenzylidene amino]-4-[2-methylthio-1,3,4-oxadiazole-5-yl] benzène ».

Schéma 1 : Protocol de synthèse du mésogène étudié.

IV.2 Préparation des produits intermédiaires

IV.2.1 Synthèse du 4-aminobenzoate d'éthyle (Produit intermédiaire I)

Le point de départ de cette synthèse est la préparation du 4-aminobenzoate d'éthyle (schéma 2), nommé aussi benzocaïne qui est utilisée en médecine comme anesthésique local d'usage externe. La réaction est représentée sur le Schéma 2. La première étape est une réaction d'estérification entre l'acide 4-aminobenzoïque et l'éthanol absolu distillé en présence d'acide sulfurique concentré.

Acide 4-aminobenzoïque

Produit I

Schéma 2 : Réaction d'estérification.

Le tableau (1) rassemble les caractéristiques physiques du produit I préparé ainsi que le rendement obtenu, qui sont en accord avec la littérature ^[73].

Tableau 1 : Caractéristiques physiques et rendement du produit I.

4-aminobenzoate d'éthyle	Température de fusion T _f (°C)		Rendements Rdt (%)	
	mesuré	littérature	réalisé	littérature
C ₉ H ₁₁ NO ₂	89°C°	91 °C	85%	89%

IV .2.1 .1 Caractérisation par infrarouge

La spectroscopie infrarouge (figure 32) a permis de mettre en évidence la présence du groupement ester avec une bande intense à **1700.9 cm⁻¹** caractérise la vibration de la liaison (C=O) conjuguée avec le noyau aromatique de l'ester. Le spectre infrarouge comporte aussi trois bandes d'absorption : **1511.9 cm⁻¹**, **1594.8 cm⁻¹** et **1629.6 cm⁻¹** correspondantes à la liaison (C=C) aromatique. Les liaisons C-H aliphatiques se caractérisent par la présence des bandes d'absorption à **2985.3 cm⁻¹**, une bande apparaît à **1172.5 cm⁻¹** est attribuée à la

liaison (C-O-C) de l'éther, la fonction amine primaire (NH_2) est confirmée par la présence de deux bandes à environ 3344cm^{-1} et 3426.9cm^{-1} .

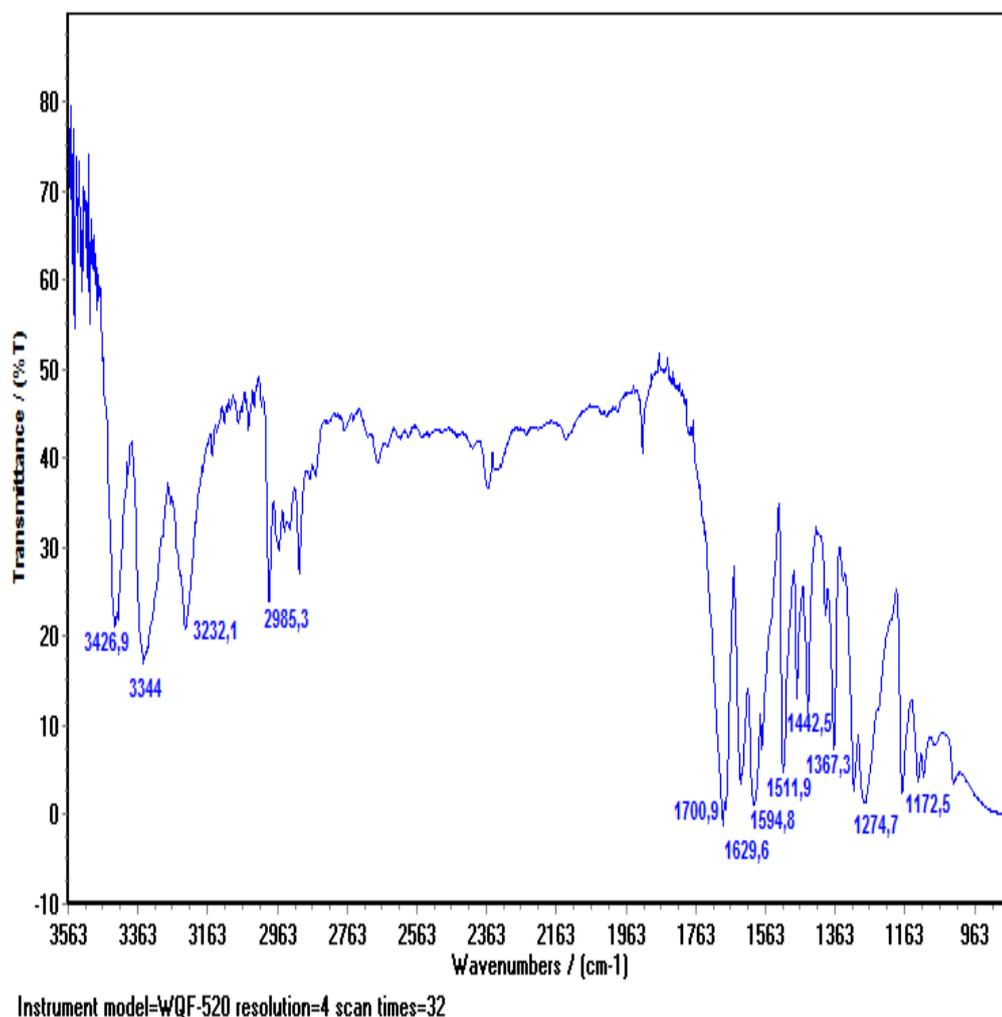


Figure 32 : Spectre infrarouge du 4-aminobenzoate d'éthyle (effectué dans le KBr).

IV .2.1.2 Mécanisme de la réaction d'estérification

La réaction d'estérification (schéma 3) a eu lieu en présence d'un milieu acide utilisé comme catalyseur, les protons H^+ de l'acide sulfurique subissent une attaque nucléophile par l'oxygène de la fonction carbonyle de l'acide 4-aminobenzoïque formant ainsi l'ion OH^+ , suivi par la formation d'un carbocation. En présence de l'éthanol, l'ester est formé par départ d'une molécule d'eau ^[74].

Schéma 3: Mécanisme réactionnel proposé pour la synthèse du 4-aminobenzoate d'éthyle.

IV.2.2 Synthèse du 4-aminobenzohydrazide (Produit intermédiaire II)

La deuxième étape dans le Protocole de synthèse est une réaction de substitution, l'ester obtenu dans la réaction précédente est solubilisé dans l'éthanol, suivi de l'ajout de l'hydrazine monohydrate pour former le produit intermédiaire II qui est le 4-aminobenzohydrazide (schéma 4).

4-aminobenzoate d'éthyle

Produit II

Schéma 4 : Réaction de substitution.

Le produit obtenu est sous forme de cristaux blancs, Le tableau 2 montre le point de fusion mesuré ainsi que le rendement obtenu comparé à celui de la littérature^[75].

Tableau 2: Caractéristiques physiques et rendement du produit II.

4-aminobenzohydrazide	Température de fusion T _f (°C)		Rendements Rdt (%)	
	mesuré	littérature	réalisé	littérature
C ₇ H ₉ N ₃ O	223°C	221 à 228 C°	72%	76%

IV.2.2 .1 Caractérisation par Infra rouge

L'analyse du spectre IR du produit II (figure 33) indique la disparition totale de la bande d'absorption qui caractérise la vibration (C-H) aliphatique et celle du groupement éther, par conséquent la formation de l'hydrazide est confirmé par l'apparition d'une bande d'élongation forte à (1646.9 cm^{-1}) caractérise la liaison (C=O) de l'amide. Deux autres bandes à 1548.6 cm^{-1} et 1589.1 cm^{-1} correspondantes à la vibration de la liaison (C=C) aromatique, et une bande à (3284.2 cm^{-1}) correspondante à la vibration d'élongation de la liaison (N-H) indique aussi la formation de l'amide.

La présence de la fonction amine primaire (NH_2) est confirmée par deux bandes d'absorption à (3380.6 cm^{-1}) et (3473.2 cm^{-1}). Deux autres bandes l'une à (1351.9 cm^{-1}) et l'autre à (1024 cm^{-1}) correspond à la vibration d'élongation du groupement (C-N) de l'amine primaire.

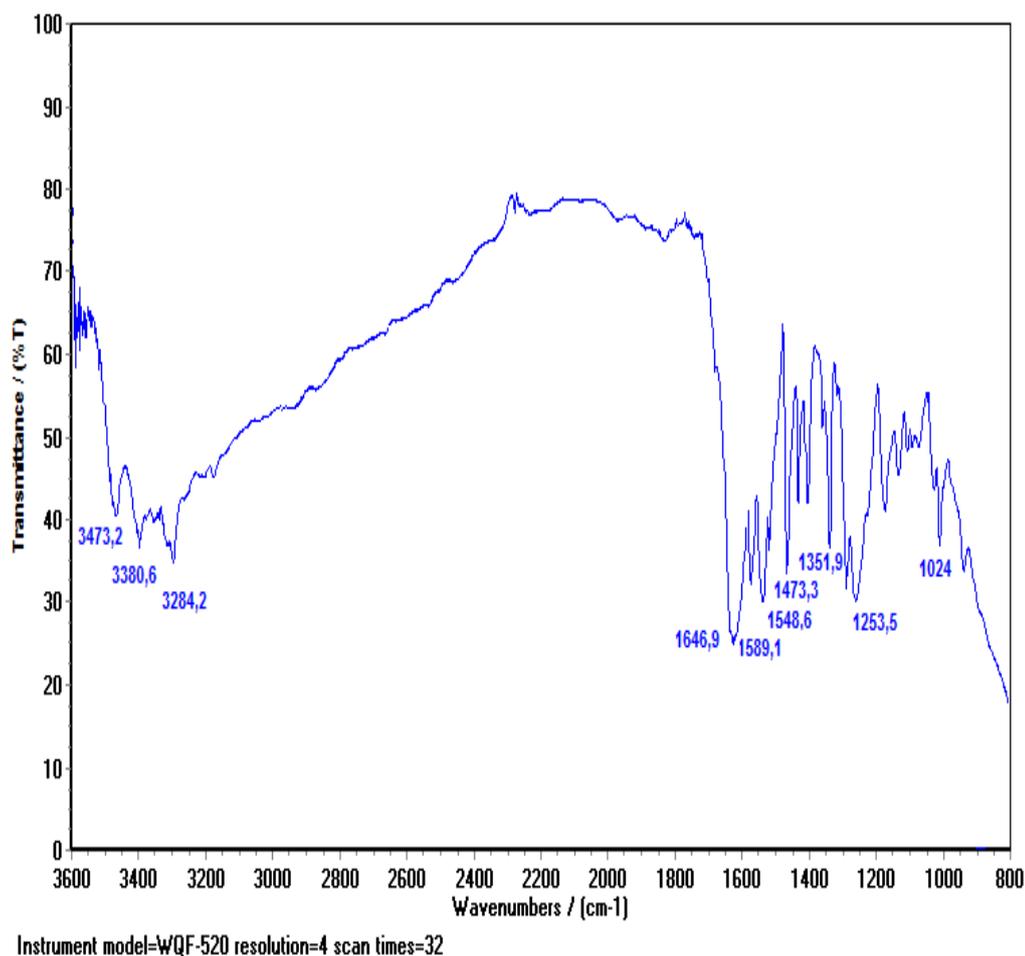


Figure 33: Spectre infrarouge du 4-aminobenzohydrazide (effectué dans le KBr).

IV.2.2 .2 Mécanisme de la réaction de substitution

Le mécanisme proposé dans cette réaction (schéma 5) introduit comme première étape l'attaque du doublet libre de l'azote au carbone du groupement ester, suivi d'un départ du groupement ethoxy (OC₂H₅), puis la formation du composé hydrazide^[74] .

Schéma 5: Mécanisme réactionnel proposé pour la synthèse du 4-aminobenzohydrazide.

IV.2.3 Synthèse de 5-(4-aminophenyl)-1, 3,4-oxadiazole-2-thio

(Produit intermédiaire III)

Cette réaction est une cyclisation, d'où on abouti à la formation du cycle oxadiazole. L'hydrazide est solubilisé dans l'éthanol, suivi d'une addition d'une base (hydroxyde de potassium KOH), puis l'ajout du disulfure de carbone (CS₂) comme étape finale (schéma 6).

4-aminobenzohydrazide

Produit III

Schéma 6 : Réaction de cyclisation.

Le produit III est sous forme de cristaux jaune pale, le rendement réalisé ainsi que la température de fusion mesuré confirme celle de la littérature^[76] (tableau 3).

Tableau 3 : Caractéristiques physiques et rendement du produit III.

5-(4-aminophenyl)-1, 3,4-oxadiazole-2-thio	Température de fusion T _f (°C)		Rendements Rdt (%)	
	mesuré	littérature	réalisé	littérature
C ₈ H ₇ N ₃ OS	241°C	240 à 241C°	96.5%,	96%

IV.2.3.1 Caractérisation par infrarouge

L'analyse du spectre infrarouge du composé III (figure 34) indique l'apparition d'une bande d'absorption à (**2792.4 cm⁻¹**) qui correspond à la vibration de la liaison (S-H) de thiol et deux bandes à (**3452 et 3374.8 cm⁻¹**) caractérisant le groupement amine (NH₂).

Le spectre révèle aussi la disparition des bandes qui caractérisent les groupements (C=O) et (N-H) de l'amide et l'apparition par contre d'une bande à (**1621.8 cm⁻¹**) correspond à la vibration (C=N) dans le cycle oxadiazole, la présence de l'éther aromatique est confirmé par l'apparition d'un pic à (**1292.1 cm⁻¹**).

Le cycle oxadiazole dans le produit III est souvent présent sous forme d'un équilibre tautomère (Schéma 7), ceci est confirmé par l'apparition d'une bande à une longueur d'onde de (**3018.7 cm⁻¹**) caractéristique de la liaison N-H.

Schéma 7 : Présence de l'équilibre tautomère

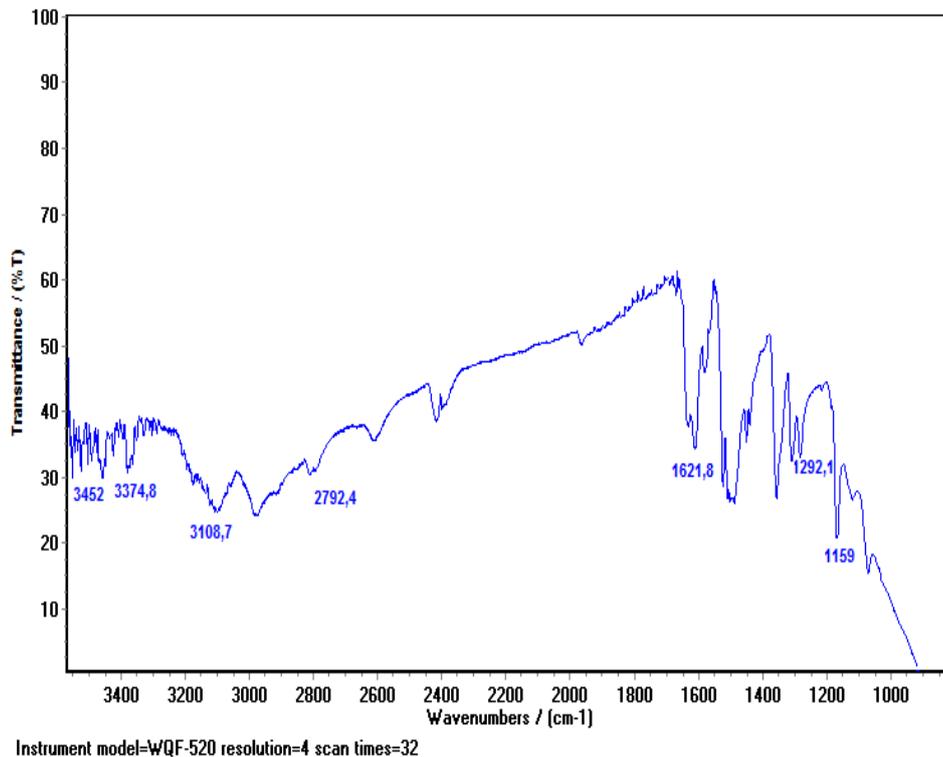


Figure 34: Spectre infrarouge du 5-(4-aminophenyl)-1,3,4-oxadiazole-2-thio (effectué dans le KBr).

IV.2.3.2 Mécanisme de la réaction de cyclisation

La cyclisation (Schéma 8) se fait en premier lieu par l'attaque nucléophile de l'ion enolate de l'hydrazide sur le disulfure de carbone CS₂ en présence de l'hydroxyde de potassium et l'éthanol comme solvant, un produit intermédiaire (A) se forme.

Une addition nucléophile du groupement de l'amine se fait sur le groupement (C=S) pour former le composé intermédiaire (B), puis le composé (C). L'étape suivante est l'élimination d'une molécule de H₂S à l'état gazeux formant ainsi le sel (composé D), en présence de l'acide chloridrique le composé (D) se transforme en produit intermédiaire III^[74].

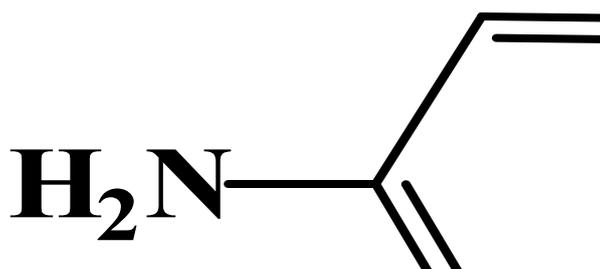


Schéma 8: Mécanisme réactionnel proposé pour la synthèse du
« 5-(4-aminophenyl)-1, 3,4-oxadiazole-2-thio ».

IV.2.4 Synthèse du 4-[5-(methylsulfanyl)-1, 3,4-oxadiazol-2-yl] aniline (Produit IV)

En présence de l'éthanol comme solvant et l'hydroxyde de potassium KOH, le produit III subit une alkylation par l'iodo méthane (schéma 9).

5-(4-aminophenyl)-1, 3,4-oxadiazole-2-thio

produit IV

Schéma 9 : Réaction d'alkylation.

Le produit IV est obtenu sous forme d'un précipité orange pâteux, le tableau Ci-dessous présente le point de fusion et le rendement réalisé comparé à celui de la littérature^[77].

Tableau 4 : Caractéristiques physiques et rendement du produit IV.

4-[5-(methylsulfanyl)-1,3,4-oxadiazol-2-yl] aniline	Température de fusion Tf (°C)		Rendements Rdt (%)	
	C ₉ H ₉ N ₃ OS	mesuré 139.7°C	Littérature 139.7°C à 140.7°C	réalisé 47%

IV.2.4 .1 Caractérisation par infrarouge

Le spectre infrarouge du composé IV (figure 35) révèle la disparition de la bande caractéristique du groupement thiol et l'apparition d'un pic à (2979.5 cm⁻¹) correspondant au groupement alkyle (CH₃), ceci confirme que la réaction d'alkylation a été réalisée.

D'autre part, les deux bandes caractéristiques de la fonction amine persistent à 3378.7 et 3344 cm⁻¹.

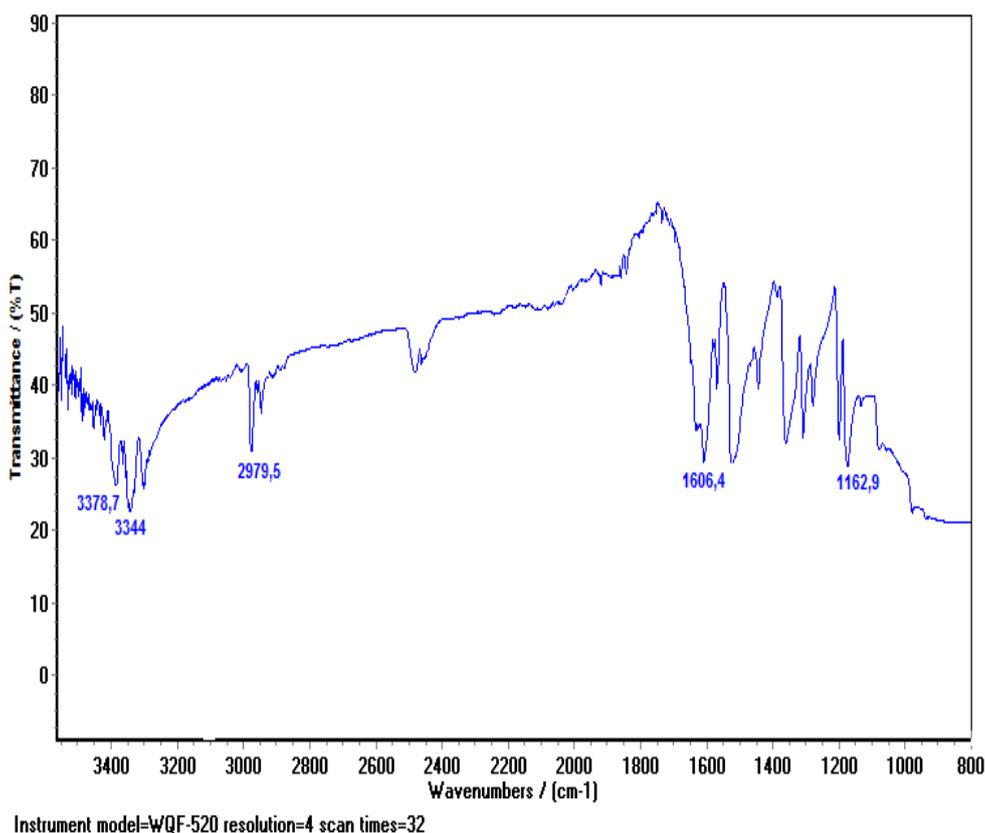


Figure 35 : Spectre infrarouge du 4-[5-(methylsulfanyl)-1,3,4-oxadiazol-2-yl] aniline (effectué dans le KBr).

IV.2.4.2 Mécanisme de la réaction d'alkylation

Le mécanisme réactionnel (schéma 10) proposé pour la réaction d'alkylation comporte l'attaque du nucléophile de l'ion sulfide sur l'iodo méthane selon une réaction de substitution nucléophile^[74].



Schéma 10: Mécanisme réactionnel proposé pour la synthèse du
« 4-[5-(methylsulfanyl)-1,3,4-oxadiazol-2-yl] aniline ».

IV.2.5 Synthèse du produit V

Le but de cette étape finale est de préparer une base de Schiff qui est notre produit final V :

(1-[4-methoxybenzylidene amino]-4-[2-methylthio-1,3,4-oxadiazole-5-yl] benzène)

Un mélange équimolaire du produit IV et du P-methoxy benzaldéhyde sont dissoutes dans l'éthanol absolu en présence d'acide acétique glacial (schéma 11).

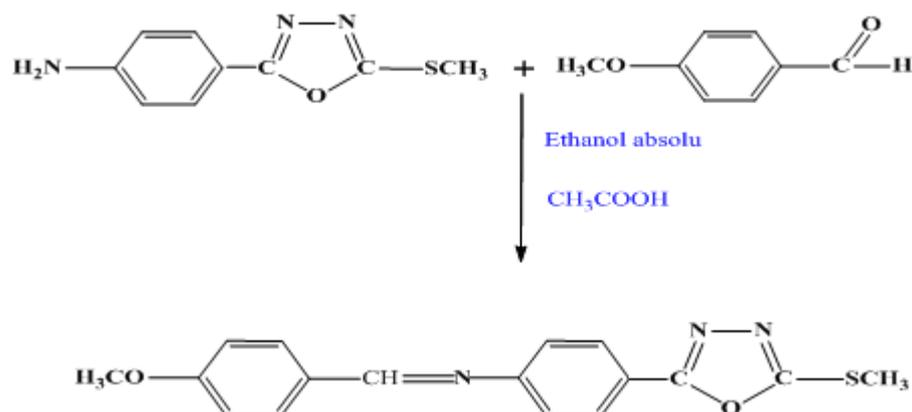


Schéma 11 : Réaction de condensation.

Le produit **V** obtenu est sous forme de cristaux blancs avec un rendement qui atteint 90% [78].

IV.2.5.1 Caractérisation par résonance magnétique nucléaire du proton RMN¹H

L'analyse du spectre RMN¹H du produit **V** (figure 36) montre les signaux suivants :

- A **8.6 ppm**, on enregistre un singulet correspondant au proton du groupement imine qui est le plus déblindé dans cette structure.
- deux doublets dédoublait entre **7.1 ppm** et **8.2 ppm** caractérisent l'existence des protons appartenant aux deux cycles aromatiques.
- A **2.6 ppm**, un signale singulet apparait correspond à trois protons du groupement méthyle liés à l'atome du soufre.
- A **3.8 ppm**, on observe un singulet caractérisant les protons du groupe méthoxy.

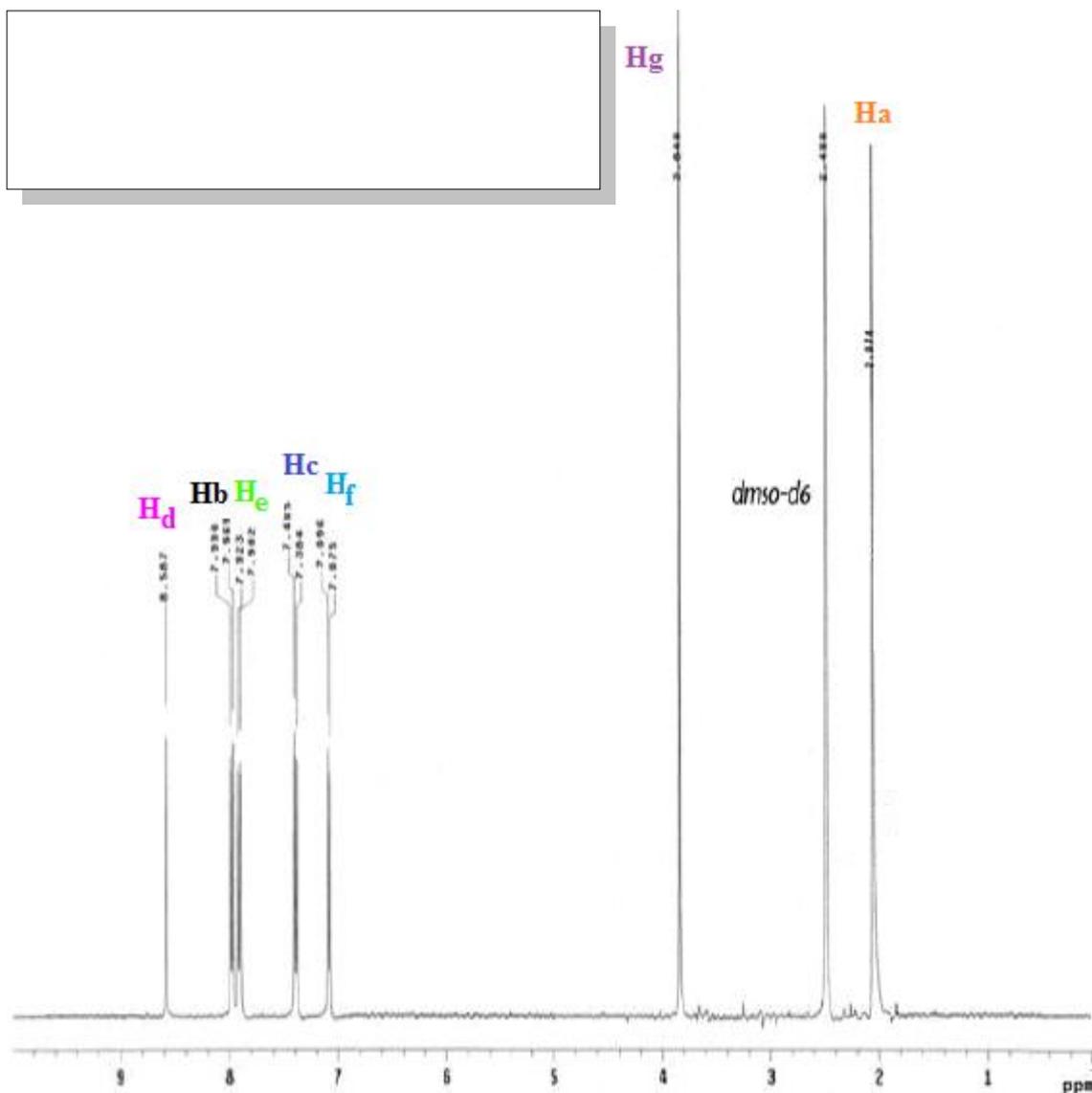


Figure 36 : Spectre RMN¹H du composé V (enregistré dans le DMSO).

IV.2.5.2 Caractérisation par résonance magnétique nucléaire du carbone RMN¹³C

L'analyse par RMN¹³C (figure 37) fournit des informations supplémentaires et permet de confirmer la structure du produit final déduite de l'analyse du spectre de protons.

L'interprétation du spectre RMN¹³C révèle :

- La présence d'un pic à **16.5 ppm** caractéristique du carbone C₁ du groupement méthyle lié à l'atome de soufre.
- L'apparition d'un pic à **163.3 ppm** correspondant au carbone C₂ présent dans le cycle oxadiazole.

- Le pic du deuxième carbone C₃ présent dans le cycle oxadiazole est apparu à **165.5 ppm**.
- La présence de quatre signaux correspondants aux carbones (C₄, C₅, C₆, C₇) du cycle aromatique (A) à : **120 ; 127.5; 123 ; 154.7 ppm**.
- L'enregistrement d'un pic attribué au carbone C₈ appartenant au groupement imine à **162 ppm**.
- La présence de quatre signaux correspondants aux carbones (C₉, C₁₀, C₁₁, C₁₂) du cycle aromatique (B) à : **128.5 ; 131 ; 114.3 ; 162.3 ppm**.
- La présence d'un signal correspondant au carbone C₁₃ caractéristique du groupe méthoxy à environ **55 ppm**.

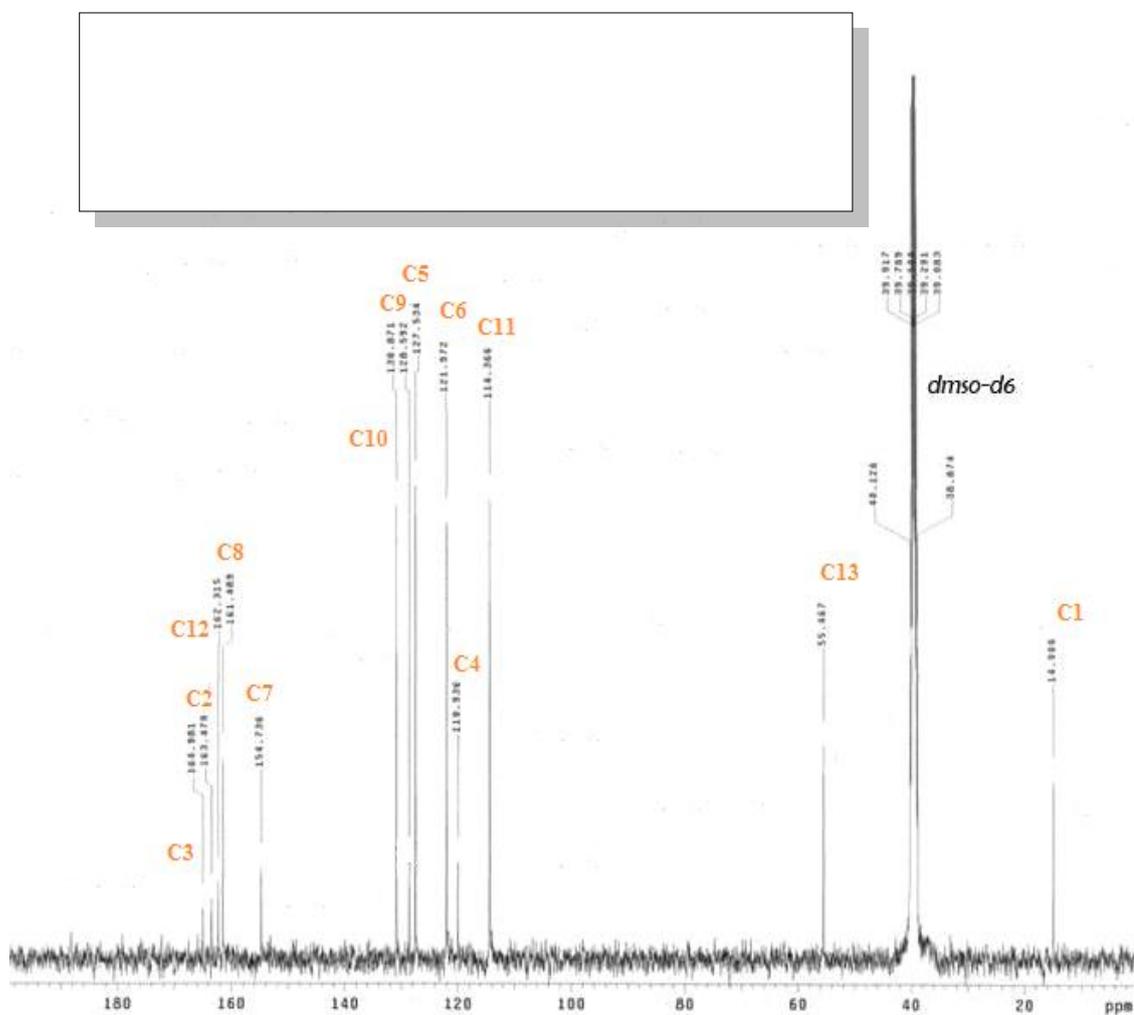


Figure 37 : Spectre RMN¹³C du composé V(enregistré dans le DMSO).

IV.2.5.3 Mécanisme de la réaction de condensation

La synthèse du produit final est une réaction de préparation d'une base de Schiff. Les bases de Schiff peuvent être synthétisées généralement à partir d'amines aromatiques et d'un composé carbonyle par addition nucléophile formant une imine.

Le mécanisme (schéma 12) proposé pour cette réaction est une addition nucléophile sur la fonction carbonyle du P-methoxy benzaldéhyde, suivi d'une élimination d'une molécule d'eau [74]

Schéma 12 : Mécanisme réactionnel proposé pour la synthèse du produit final V.

IV.3 Comparaison des rendements de synthèse

La synthèse des composés intermédiaires a montré des rendements satisfaisants, ces résultats ce sont avérés reproductibles et en accord avec ceux de la littérature comme le montre la (figure 38). Le produit final a atteint un rendement satisfaisant de 90%.

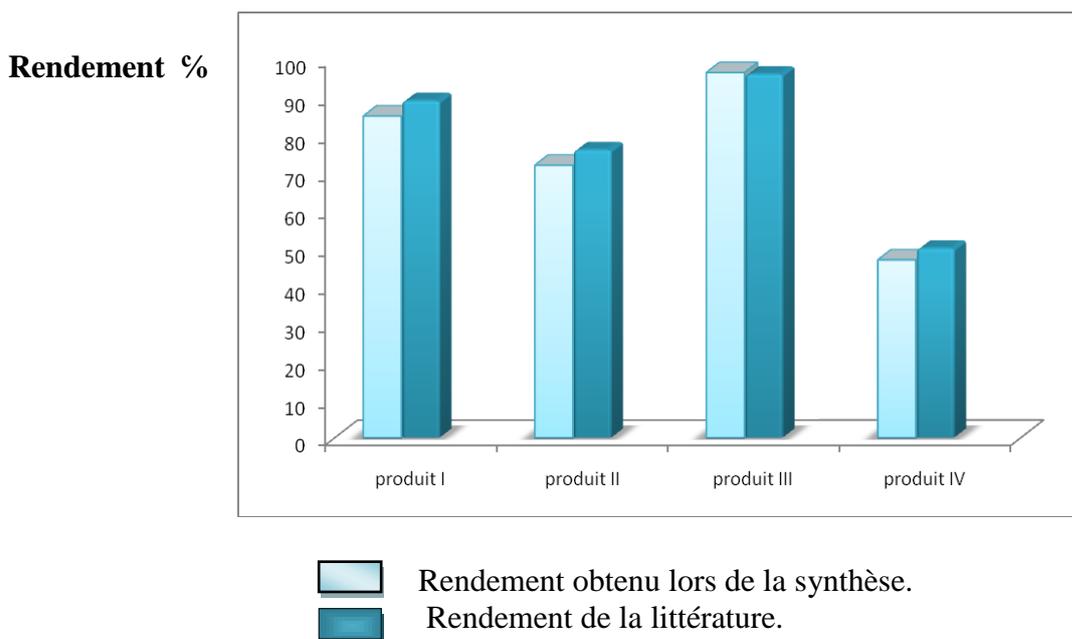


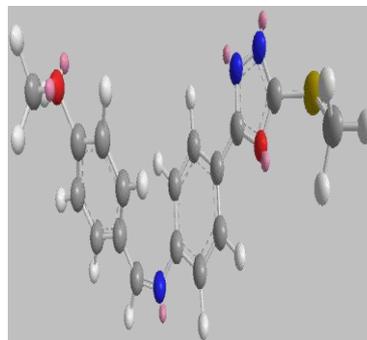
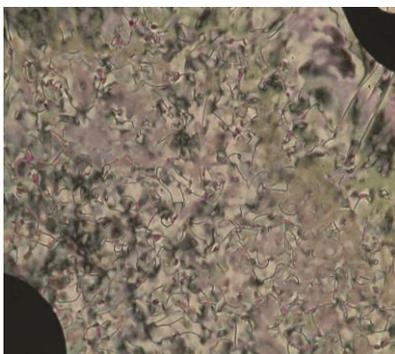
Figure 38 : Comparaison des rendements de synthèse.

IV.4 Caractérisation des propriétés mésomorphes

IV.4.1 Microscopie à lumière polarisée (MOP)

Les observations réalisées à l'aide du microscope polarisant (MOP) montrent le type de la mésophase obtenue, d'après l'image enregistrée (figure 39), on remarque une texture caractéristique de la phase nématique N. Les fils décrits dans la littérature qui sont à l'origine de l'appellation nématique (du grec, nematos) sont clairement visibles.

Une simulation par le logiciel biochem montre la disposition spatiale du cristal Liquide, cette structure nous confirme la géométrie du mésogène synthétisé, il s'agit d'un mésogène de forme calamitique et présentant une phase nématique (figure 39).



a)

b)

Figure 39 : a) texture du cristal liquide synthétisé par microscope polarisant (MOP),
b) Représentation du mésogène modélisé avec biochem.

IV.4.2 Calorimétrie différentielle à balayage DSC

L'étude thermique du produit final a été effectuée par la calorimétrie à balayage électronique DSC afin de déterminer le domaine d'existence de la phase nématique d'après le résultat obtenu, on constate que notre mésogène est énantiotrope c'est-à-dire qu'il développe la mésophase nématique par chauffage et non pas par refroidissement.

On a remarqué aussi que l'existence de la phase nématique s'étend sur un domaine ΔT égale à environ 16 C°

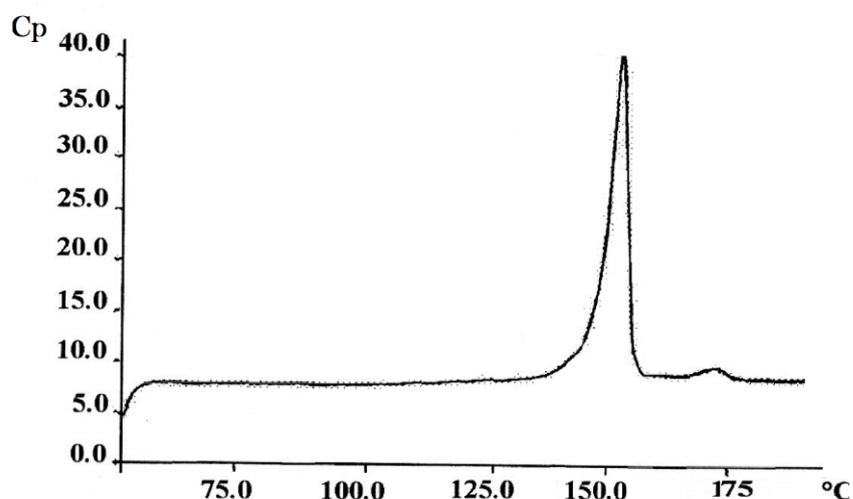


Figure 40 : Thermogramme enregistré du mésogène synthétisé.

Les résultats des températures de transition de phase sont illustrés ci après (tableau 5)

Tableau 5 : Température de transition de phase du mésogène.

Cristal liquide	Transition de phase $S \rightarrow N$	Transition de phase $N \rightarrow I$
« 1-[4-methoxybenzylidene amino]4-[2-methylthio-1,3,4-oxadiazoleyl]benzene »	155 C°	171.4 C°

S= solide, I = liquide isotrope, N = phase nématique,

IV.5 Caractérisation du mésogène par chromatographie en phase gazeuse

Les méthodes de séparation par chromatographie ont toujours constitué l'un des moyens importants de la chimie analytique. La valeur d'une méthode de séparation chromatographique dépend des applications à réaliser par cette méthode.

Dans le cadre de cette thèse, nous avons opté à l'application de la chromatographie en phase gazeuse inverse dans la caractérisation des propriétés mésomorphes de notre cristal liquide synthétisé, en effet la chromatographie en phase gazeuse nous a permis de confirmer les résultats obtenues par l'analyse thermique différentielle et la microscopie à lumière polarisée.

L'analyse thermique différentielle DSC a mis en évidence l'existence du domaine de transition de phase ou de mésophase dans notre cristal liquide synthétisé,

La texture observée par microscope polarisant a confirmé l'existence de la phase nématique du mésogène étudié.

D'autre part l'étude qu'on a investie par la chromatographie en phase gazeuse était de réaliser une étude thermique et thermodynamique afin de confirmer les résultats cités précédemment, donc notre but est d'identifier les températures de transition solide – nématique, ainsi la transition nématique - liquide.

Pour déterminer les températures de transition de phase, on a injecté des composés isomères dans un intervalle de températures allant de 100 C° à 175C°, les retentions des composés isomères obtenues nous ont permis de calculer les paramètres chromatographiques suivants :

- $\ln V_g$ en fonction de $1000/T$.
- $\ln \gamma^\infty$ en fonction de $1000/T$.
- ΔH^E en fonction de $1000/T$.

IV.5.1 L'étude thermique

Pour effectuer cette étude, on a exploité le paramètre du volume de rétention spécifique V_g , et le facteur de capacité K' , cependant l'allure des courbes obtenues était semblables, donc on s'est contenté d'exploiter les résultats obtenues par le paramètre du volume de rétention spécifique V_g . Pour cela on injecté deux séries d'isomères :

- **Le cis- décaline et le trans- décaline.**
- **Le 1.2.4.triméthylbenzène et le 1.3.5.triméthylbenzène**

Les valeurs du volume de rétention ont été calculé à partir de l'équation :

$$V_g = (V_N / m_s) \cdot (273/T) = (t_R \cdot D_S / m_s) \cdot (273/T) \text{ avec}$$

D_S : débit du gaz vecteur à la sortie de la colonne.

m_s : masse de la phase stationnaire.

t_R : temps de rétention.

T : température de la colonne.

Les temps de rétention sont déterminés à partir des temps de rétentions enregistrés sur les chromatogrammes.

- **Etude du volume de rétention spécifique des isomères cis- décaline et trans- décaline**

L'évolution du volume de rétention spécifique en fonction de l'inverse de la température du cis- decaline et trans- décaline à montré l'apparition d'une cassure très nette au niveau de la courbe au alentour de la température $T = 171 \text{ C}^\circ$, et une autre faible cassure à environ 155 C° (figure 41).

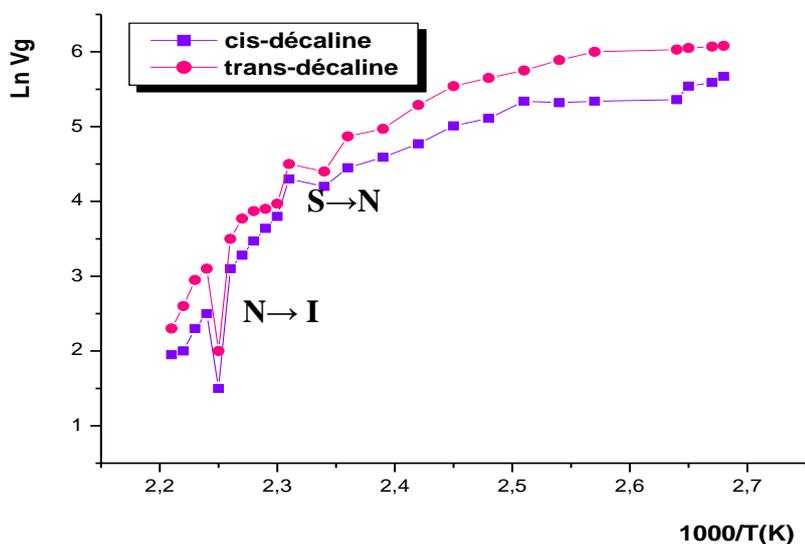


Figure 41: Variation de Ln Vg en fonction de 1000/ T (cis- décaline , trans- décaline).

- **Etude du volume de rétention spécifique des isomères 1.2.4.trimethylbenzene et le 1.3.5.trimethylbenzene**

On remarque que les temps de rétentions du 1..2.4.trimethylbenzene et le 1.3.5.trimethylbenzene ont des valeurs plus basses que celles des composés des décalines, du

à la température d'ébullition basse que celle des décalines, d'autre part la courbe de $\ln V_g$ en fonction de $1000/T$ (figure 42) montre une discontinuité très claire au domaines d'existence de la mésophase, c'est-à-dire à 155 C° et à 171 C° .

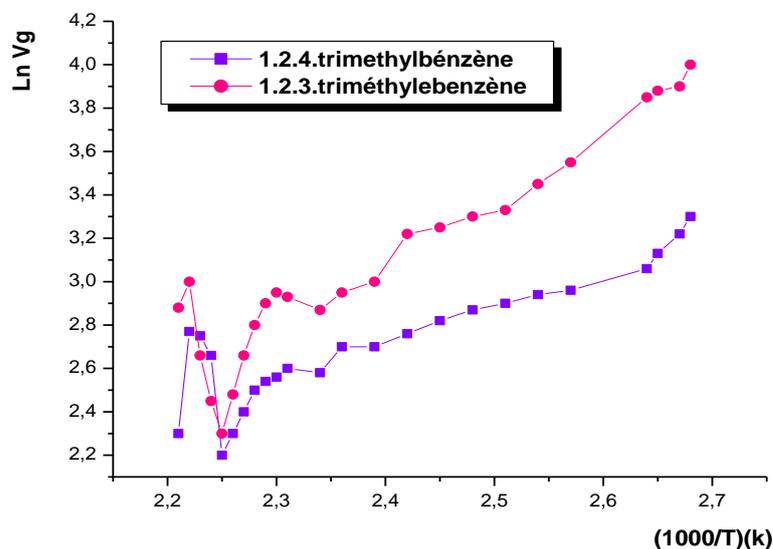


Figure 42 : Variation de $\ln V_g$ en fonction de $1000/T$ (1..2.4.triméthylbenzene, 1.3.5.triméthylbenzene).

IV.5 .2 Etude thermodynamique

Deux paramètres thermodynamiques ont été exploités dans cette étude, celui de l'enthalpie et le coefficient à dilution infinie γ^∞ , pour exploiter ces paramètres on a injecté les mêmes isomères utilisés précédemment.

- **Etude du paramètre γ^∞ des isomères cis -décaline et trans décaline**

Les valeurs du coefficient à dilution infinie sont calculés à partir de l'équation suivante : $\gamma^\infty = 273.15.R/ V_g.M_s.p^\circ$ (chapitre II).

L'exploitation de ce paramètre montre pour ces deux isomères l'apparition de deux cassures nettes à $T= 171\text{ C}^\circ$, et une autre très nette aussi à $T= 155\text{ C}^\circ$ pour l'isomère cis (Figure 43).

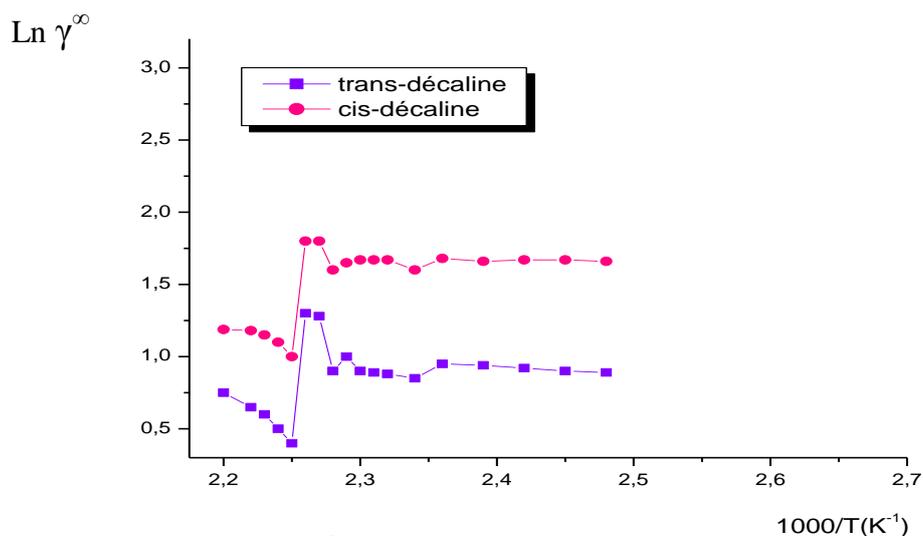


Figure 43: Variation de γ^∞ en fonction de $1000/T$ (cis- décaline , trans- décaline).

• Etude du paramètre γ^∞ des isomères 1..2.4.trimethylbenzene et le 1.3.5.trimethylbenzene

L'exploitation de ce paramètre montre pour ces deux isomères l'apparition de la température de transition nématique- liquide à environ $T= 171\text{ C}^\circ$, par contre la transition de phase solide-nématique n'a pas pu être déterminée pour cette série d'isomères (Figure 44).

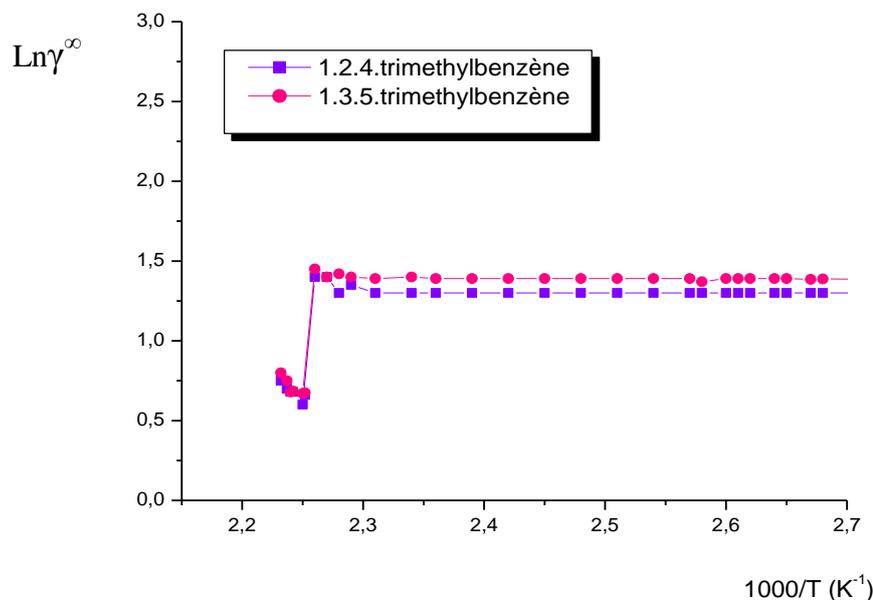


Figure 44 : Variation de γ^∞ en fonction de $1000/T$ (1..2.4.trimethylbenzene, 1.3.5.trimethylbenzene).

• **Etude du paramètre enthalpie ΔH^E des isomères cis- decaline et trans- décaline**

Les valeurs de l'enthalpie ΔH^E ont été calculés à partir des valeurs du coefficient à dilution infinie γ^∞ suivant l'équation : $\Delta H^E = R \ln (\gamma^\infty)_{T_2} - R \ln (\gamma^\infty)_{T_1} / (1 / T_2) - (1 / T_1)$ (chapitre II)..

Une cassure à la température de transition nématique – liquide ($T = 171\text{ C}^\circ$) est facilement remarquée dans les deux composés isomères . Pour la transition solide - nématique, une faible cassure est apparue (figure 45, 46).

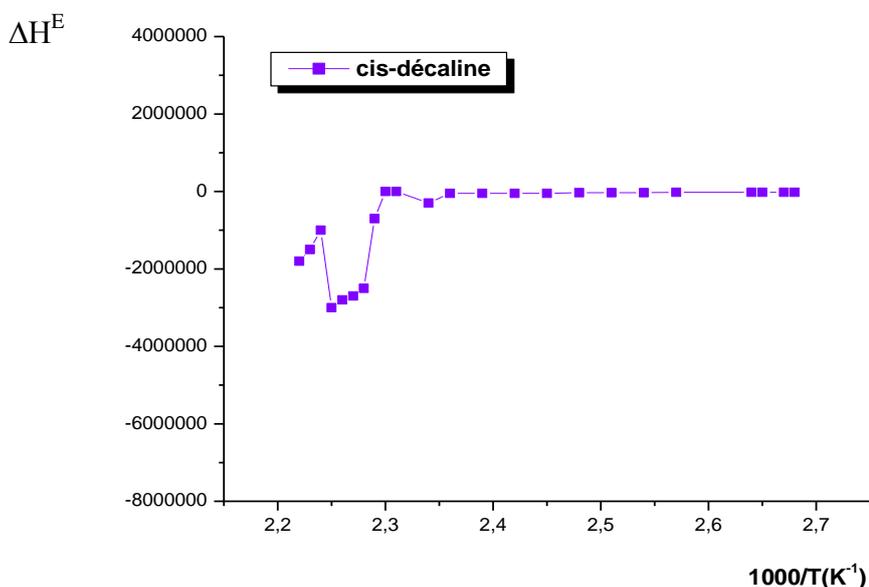


Figure 45: Variation de ΔH^E en fonction de $1000/ T$ (cis- décaline).

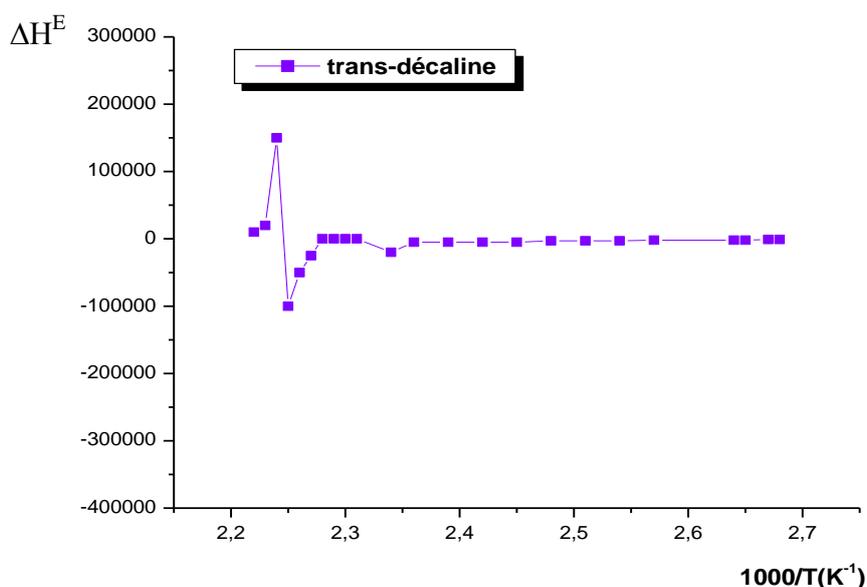


Figure 46 : Variation de ΔH^E en fonction de $1000/ T$ (trans- décaline).

- Etude du paramètre Enthalpie ΔH^E des isomères 1..2.4.trimethylbenzene et le 1.3.5.trimethylbenzene

Les deux isomères ont montré des cassures très faibles au domaine d'existence de la transition solide-nématique ($T= 155\text{ C}^\circ$), une cassure est apparue plus aux moins visibles à $T = 170\text{C}^\circ$ pour l'isomère 1.3.5.trimethylbenzene (figure 47,48).

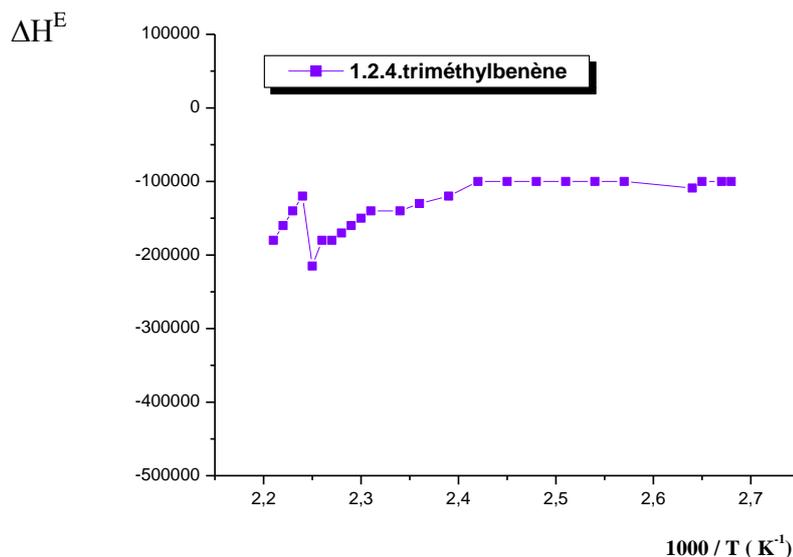


Figure 47: Variation de ΔH^E en fonction de $1000/ T$. (1..2.4.trimethylbenzene).

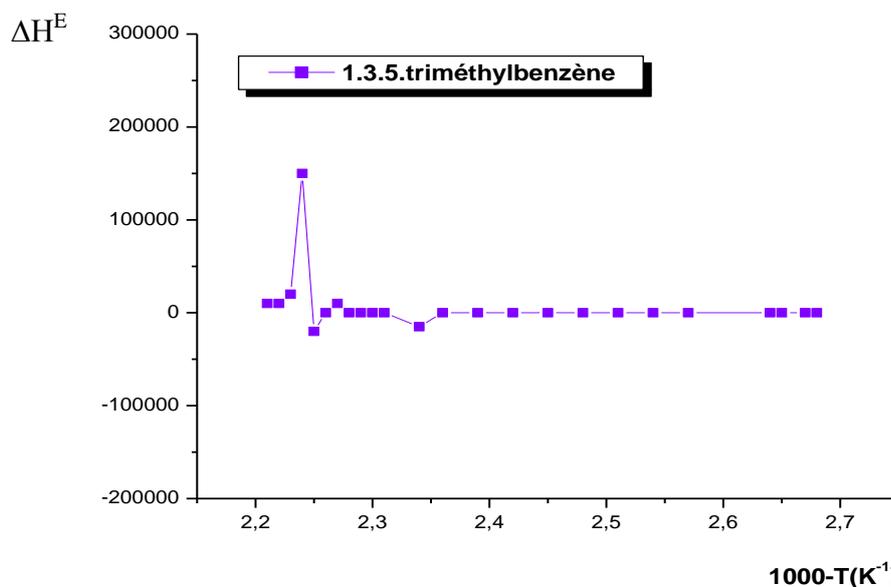


Figure 48: Variation de ΔH^E en fonction de $1000/ T$ (1.3.5.trimethylbenzene).

IV.5 .3 Exploitation des résultats chromatographiques

L'étude entreprise par la chromatographie en phase gazeuse inverse nous a permis de d'identifier les températures de transition de phase du mésogène synthétisé, tous les paramètres chromatographiques exploités ont présenté presque les mêmes domaines d'existence de la mésophase excepté pour le coefficient à dilution infinie γ^∞ de la série 1.2.4. triméthylbenzène et le 1.3.5. triméthylbenzène qui n'a pas montré le domaine de transition solide-nématique.

D'autre part l'existence des transitions de phases solide- nématique et nématique-liquide a été mise en évidence par l'apparition d'une cassure sur les courbes exploitées. On a observé une cassure au alentour de la température $T = 155^\circ\text{C}$ correspondante à la température de transition de la phase solide à la phase nématique, et une deuxième cassure à environ $T = 171^\circ\text{C}$ correspondante à la température de transition de la phase nématique au liquide isotrope.

De ce fait on conclue que l'utilisation de la chromatographie en phase gazeuse était efficace pour compléter et confirmer les résultats obtenue par les méthodes précédentes, le domaine d'existence des mésophases a été bien déterminé.