

Université Larbi ben M'Hidi. Oum El Bouaghi.

Examen de méthodes chromatographiques de séparation

3^{ème} licence chimie pharmaceutique (2024)

Durée 1h30

Exercice 1.

Un mélange de deux composés A et B conduit après migration à deux taches aux caractéristiques suivantes (distances X et diamètre du spot ω):

$$X_A = 27\text{mm} \quad \omega_A = 2\text{mm}$$

$$X_B = 33\text{mm} \quad \omega_B = 2,5\text{mm}$$

la migration du front de solvant dans cette expérience est de 60mm

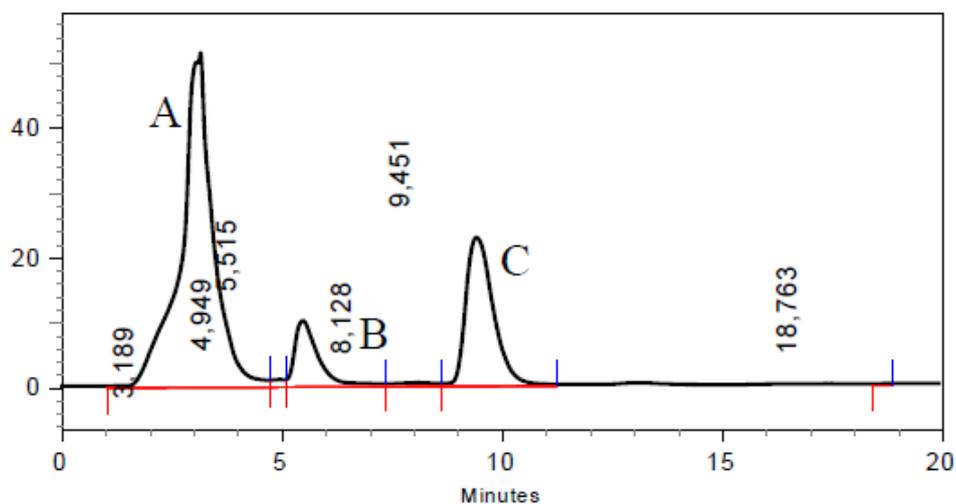
1. Calculer R_f , N et H pour chacun des composés
2. Calculer le facteur de résolution entre les deux composés A et B
3. Etablir la relation entre le facteur de sélectivité et R_f des deux composés. Calculer sa valeur numérique.

Exercice 2.

A quels pics correspondent les composés suivants : benzène, éther diéthylique et *n*-hexane. les conditions expérimentales sont: la colonne a 4 mm de diamètre, 150 mm de long. Le débit est de 1mL/min.

La phase stationnaire est constituée de greffons de chaînes aliphatiques à 18 carbones.

L'élution est faite par un mélange isocratique (mélange maintenu constant durant l'élution) de méthanol (60%) et d'eau (40%).



Exercice 3:

1. La chromatographie sur papier (CP) est une chromatographie de partage liquide-liquide qui permet de séparer et d'identifier les espèces chimiques d'un mélange **vraie ou faux**
2. La CP est employé principalement pour l'analyse de composés très apolaires. **vraie ou faux**
3. La pompe d'un chromatographe a pour rôle d'assurer l'écoulement du composé à analyser dans la colonne. **vraie ou faux**
4. La chromatographie d'adsorption s'applique pour la séparation des composés apolaires de masses moléculaires inférieure à 3000. **vraie ou faux**
5. La chromatographie de partage en phase inverse s'applique à la séparation de molécules très polaires, ainsi qu'à de nombreux pesticides de polarité variée. **vraie ou faux**
6. La chromatographie d'échange d'ions est utilisée pour séparer des molécules ionisables, quelle que soit leur taille. **vraie ou faux**

Exercice 4:

Sur une colonne HPLC (phase stationnaire : C18), 15cm x 4,6mm, remplie de particules de 5 μ m, avec l'acétonitrile (CH₃CN) comme phase mobile et à une température de 30°C, on mesure un temps mort de 1,07 mn.

Dans ces conditions, on obtient la séparation ci-contre entre les 2 amphétamines :

Amphétamine (A) :

Temps de rétention = 2,40 min,
largeur du pic à mi-hauteur $\delta = 5$ sec.

Méthamphétamine (M) :

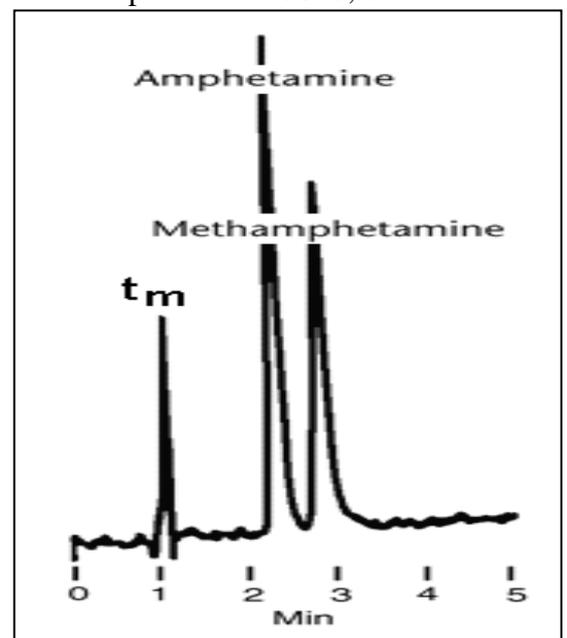
Temps de rétention = 2,85 min,
largeur du pic à mi-hauteur $\delta = 6$ sec.

1- Calculez le facteur de séparation α

2- Calculez le facteur de résolution R

3- Évaluez le nombre de plateau théorique de la colonne N
en utilisant la relation de Purnell

4- Calculez la différence d'énergie libre de dissolution $\Delta(G)$ entre ces 2 produits dans la phase stationnaire ($R = 8,31 \text{ J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$)



Corrigé de l'examen : Méthodes chromatographiques de séparation

3^{ème} licence chimie pharmaceutique (2023)

Exercice 1: (8pts)

- a) $R_{f(A)} = 0,45$; $R_{f(B)} = 0,55$; $N_A = 2916$; $N_B = 2788$; $H_A = 9,26 \times 10^{-4}$ cm;
 $H_B = 1,18 \times 10^{-3}$ cm.
- b) $R = 2,67$;
- c) $\alpha = 1,49$.

Exercice 2:(3pts)

1. Ether diéthylique, 2. Benzene, 3. n-hexane

Exercice 3: (3pts)

1. La chromatographie sur papier (CP) est une chromatographie de partage liquide-liquide qui permet de séparer et d'identifier les espèces chimiques d'un mélange: **vraie**
2. La CP est employé principalement pour l'analyse de composés très apolaires. **faux**
3. La pompe d'un chromatographe a pour rôle d'assurer l'écoulement du composé à analyser dans la colonne: **faux**
4. La chromatographie d'adsorption s'applique pour la séparation des composés apolaires de masses moléculaires inférieure à 3000: **vraie**
5. La chromatographie de partage en phase inverse s'applique à la séparation de molécules très polaires, ainsi qu'à de nombreux pesticides de polarité variée :**vraie**
6. La chromatographie d'échange d'ions est utilisée pour séparer des molécules ionisables, quelle que soit leur taille : **vraie**

Exercice 4: (6pts)

$$\alpha = \frac{t'_r(M)}{t'_r(A)} = \frac{k'(M)}{k'(A)}$$

$$k' = t'_R / t_M$$

1- $k'(A) = 1,243$ et $k'(M) = 1,664$ d'où $\alpha = 1,338$.

2- $R = 1,118$

3- D'après la relation de Purnell

$$R = \frac{1}{4} \left(\frac{\alpha - 1}{\alpha} \right) \left(\frac{k_B}{1 + k_B} \right) \sqrt{N_B}$$

$N = 5390$ plateaux théoriques d'après Purnell

4- $\Delta(G) = -RT \ln(\alpha) = -733 \text{ J/mol}$