

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

--	--	--	--	--	--	--

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

[illegible]

--	--	--	--	--	--	--	--

Université d'Oum El Bouaghi.

Examen de méthodes chromatographiques de séparation

3^{ème} licence chimie pharmaceutique (2026)

Durée 1h30

Exercice 1: (6pts)

Un mélange de six iodures d'alkyle est séparé par chromatographie gazeuse à l'aide d'une colonne remplie de poudre de brique réfractaire enrobée d'huile de silicone (longueur $L = 365$ cm). La colonne est chauffée de telle sorte que sa température croisse linéairement durant toute l'opération. Le tableau donne les résultats relevés.

Pic	Identité	t_R (min)	ω (min)	Température (°C)	Surface (cm ²)
1	Air	$t_M = 0,5$	Petite	55	Petite
2	CH ₃ I	6,60	0,55	100	13,0
3	C ₂ H ₅ I	9,82	1,00	127	12,0
4	Iso-C ₃ H ₇ I	11,90	1,04	139	10,0
5	<i>n</i> -C ₃ H ₇ I	13,04	1,08	148	7,2
6	CH ₂ I ₂	19,10	1,60	193	2,0

- (a) Calculer la résolution entre les pics 2-3, 3-4, 4-5, 5-6 ?
- (b) la séparation vous convient elle ?
- (c) Quelle longueur de colonne aurait il fallu pour que la résolution des pics 4 et 5 ait été de $R' = 1,5$?

Exercice 2: (6pts)

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 3: (8pts)

Sur une colonne HPLC (phase stationnaire : C18), 15cm x 4,6mm, remplie de particules de 5mm, avec l'acétonitrile (CH_3CN) 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.

Methamphétamine (M) :

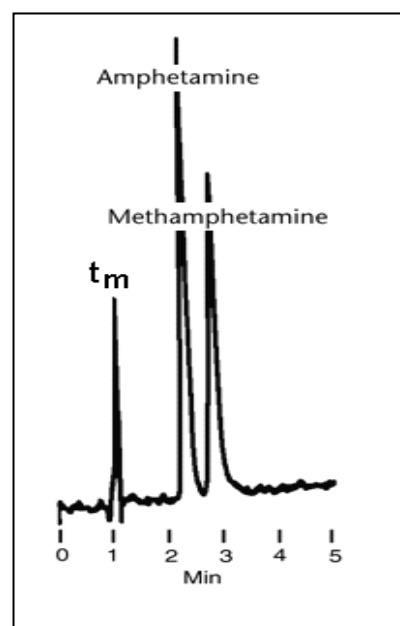
Temps de rétention = 2,85 min,
largeur du pic à mi-hauteur $\delta = 6$ sec.

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 ($R = 8,31 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$)



Corrigé de l'examen : Méthodes chromatographiques de séparation

3^{ème} licence chimie pharmaceutique (2026)

Exercice 1: (6pts)

(a) Formule $R = 2 (t_B - t_A) / (\omega_B + \omega_A)$

$$R_{2-3} = 2 (9,82 - 6,6) / (0,55 + 1) = 4,15$$

$$R_{3-4} = 2 (11,9 - 9,82) / (1 + 1,04) = 2,04$$

$$R_{4-5} = 2 (13,04 - 11,9) / (1,04 + 1,08) = 1,08$$

$$R_{5-6} = 2 (19,1 - 13,04) / (1,6 + 1,08) = 4,52$$

(b) Les pics 4 et 5 sont mal résolus.

(c) Comme R est proportionnel à $\sqrt{L}$, alors, $R'/R = \sqrt{L'/L}$

$$\text{Ainsi, } (1,5/1,08) = \sqrt{L'/365} \quad L' = 365 \cdot (1,5/1,08)^2 = 704 \text{ cm}$$

Exercice 2: (6pts)

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 3: (8pts)

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

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

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

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