

Corrigé type : Contrôle Expertise

Exercice 1 :

I-

1. Résolution de la colonne :

La résolution se calcule avec la formule :

$$R_s = \frac{\Delta t_R}{\bar{w}} = \frac{t_{R,B} - t_{R,A}}{(w_A + w_B)/2}$$

$$R_s = \frac{17,63 - 16,40}{(1,11 + 1,21)/2} = \frac{1,23}{1,16} = 1,06$$

$$R_s = 1,06$$

2. Nombre de plateaux théoriques :

$$N = 16 \left(\frac{t_R}{w} \right)^2$$

$$N_A = 16 \left(\frac{16,40}{1,11} \right)^2 = 16 \times (14,77)^2 = 3481$$

$$N_B = 16 \left(\frac{17,63}{1,21} \right)^2 = 16 \times (14,57)^2 = 3397$$

$$N_{moy} = 3439$$

3. Hauteur de plateau théorique équivalente (HETP) :

$$H = \frac{L}{N} = \frac{30 \text{ cm}}{3439} = 8,7 \times 10^{-3} \text{ cm} = 87 \mu\text{m}$$

II- Amélioration de la séparation

1. Longueur de colonne pour une résolution de 1,5 :

La résolution est proportionnelle à la racine carrée du nombre de plateaux :

$$\frac{R'_s}{R_s} = \sqrt{\frac{N'}{N}} = \sqrt{\frac{L'}{L}}$$

$$L' = L \times \left(\frac{R'_s}{R_s} \right)^2 = 30 \times \left(\frac{1,5}{1,06} \right)^2 = 30 \times 2,00 = 60 \text{ cm}$$

$$L' = 60 \text{ cm}$$

2. Temps de rétention de B sur la nouvelle colonne :

$$t'_{R,B} = t_{R,B} \times \frac{L'}{L} = 17,63 \times \frac{60}{30} = 35,26 \text{ min}$$

$$t'_{R,B} = 35,26 \text{ min}$$

3. HETP nécessaire pour $R_s = 1,5$ avec une colonne de 30 cm :

On doit augmenter N' pour obtenir $R_s = 1,5$ sur 30 cm :

$$N' = N \times \left(\frac{R'_s}{R_s} \right)^2 = 3439 \times \left(\frac{1,5}{1,06} \right)^2 = 3439 \times 2,00 = 6878$$

$$H'_{ETP} = \frac{L}{N'} = \frac{30}{6878} = 4,36 \times 10^{-3} \text{ cm} = 43,6 \mu\text{m}$$

$$H' = 43,6 \mu\text{m}$$

Exercice 2

1- Volume mort et volumes de rétention

Le volume est donné par la formule : $V_i = t_i \times D$

où D est le débit (15,0 ml/min) et t le temps.

- **Volume mort** : $V_M = 0,5 \text{ min} \times 15,0 = 7,5 \text{ ml}$
- **Volume de rétention de A** : $V_A = 5 \text{ min} \times 15,0 = 75 \text{ ml}$
- **Volume de rétention de B** : $V_B = 12 \text{ min} \times 15,0 = 180 \text{ ml}$

2- Volumes réduits

Les volumes réduits représentent le volume passé dans la phase stationnaire : $V'_i = V_i - V_M$

- **Temps réduit de A** : $t'_A = 5 - 0,5 = 4,5 \text{ min}$
- **Temps réduit de B** : $t'_B = 12 - 0,5 = 11,5 \text{ min}$

Les volumes réduits :

- $V'_A = 4,5 \times 15,0 = 67,5 \text{ ml}$
- $V'_B = 11,5 \times 15,0 = 172,5 \text{ ml}$

3- Coefficients de rétention

Le coefficient de rétention ou facteur de capacité se calcule par : $k' = \frac{t'_R}{t_M}$

- $k'_A = \frac{4,5}{0,5} = 9$
- $k'_B = \frac{11,5}{0,5} = 23$

4- Largeurs à la base des pics

La largeur à la base se calcule par : $\omega = \frac{4 \times t_R}{\sqrt{N}}$

Pour le composé A ($t_R = 300 \text{ s}$) :

$$\omega_A = \frac{4 \times 300}{\sqrt{5000}} = \frac{1200}{70,71} = 17,0 \text{ s}$$

Pour le composé B ($t_R = 720 \text{ s}$) :

$$\omega_B = \frac{4 \times 720}{\sqrt{5000}} = \frac{2880}{70,71} = 40,8 \text{ s}$$

5- Hauteur de plateau théorique

La hauteur équivalente de plateau se calcule par : $H = \frac{L}{N}$

$$H = \frac{200 \text{ cm}}{5000} = 0,04 \text{ cm/plateau} = 400 \text{ } \mu\text{m/plateau}$$

6- Sélectivité

Le facteur de sélectivité (ou sélectivité) est : $\alpha = \frac{t'_B}{t'_A} = \frac{k'_B}{k'_A}$

$$\alpha = \frac{11,5}{4,5} = 2,56$$

7- Résolution

La résolution entre deux pics est donnée par : $R = \frac{2(t_B - t_A)}{\omega_B + \omega_A}$

$$R = \frac{2(720 - 300)}{40,8 + 17,0} = \frac{2 \times 420}{57,8} = 14,5$$

8- Interprétation des résultats :

Les **coefficients de rétention** $k'_A = 9$ et $k'_B = 23$ sont très élevés, indiquant que les composés sont fortement retenus par la phase stationnaire. Cela se traduit par des temps de rétention longs (5 et 12 minutes) et un **élargissement significatif des pics** (17 et 40,8 secondes).

La **Résolution R = 14,5** est **excellente** et indique une séparation quasi-parfaite des deux composés. Cependant, ce résultat révèle un **manque d'optimisation du compromis** entre le temps d'analyse et la qualité de la séparation.

Conclusion : Il serait préférable d'augmenter légèrement la température de la colonne pour réduire les facteurs de capacité, diminuer les temps de rétention et perdre un peu en résolution (par exemple, obtenir $R \approx 1,5$, ce qui reste acceptable) afin de raccourcir significativement la durée totale de l'analyse.