

Série TD 1 « Chromatographie »

Exercice 1 :

On a réalisé la chromatographie de deux échantillons A et B, et d'un corps pur servant de référence noté R.

L'étude du chromatogramme a permis de repérer les positions des différentes taches après révélation.

- ✓ Front du solvant : **8 cm**.
- ✓ Echantillon A : on relève deux taches situées à **3 cm** et **5 cm** de la ligne de base.
- ✓ Echantillon B : on relève une seule tache située à **6 cm** de la ligne de base.
- ✓ Echantillon référence : **Rf = 0,75**.

1- Dessiner le chromatogramme.

2- Sachant que le rapport frontal de la mente est $R_f = 0,75$, est ce que l'échantillon A contient la mente ?

3- Cette chromatographie permet-elle d'identifier un ou plusieurs corps pur contenus dans les échantillons A et B?

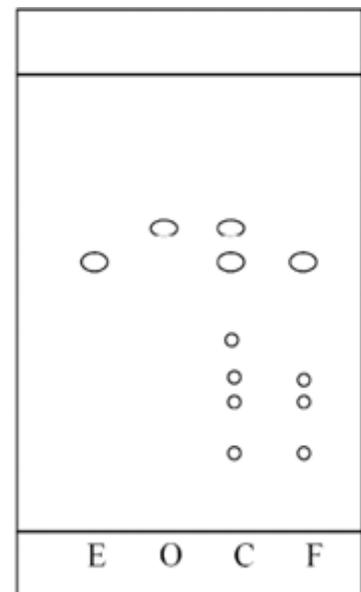
Exercice 2 :

Sur une plaque CCM en silice, nous effectuons les dépôts de quatre solutions dans le dichlorométhane : l'eugénol (E), l'acétate d'eugényle (O), l'essence de girofle (C) et l'essence de giroflier (F) L'éluant est le toluène. Après révélation, nous obtenons le chromatogramme donné par la figure ci- après.

1- Discuter la composition des deux essences (C) et (F).

2- Indiquer, parmi les deux composés (E) et (O), celui qui est le plus polaire dans l'éluant utilisé. Justifier votre réponse. Calculer son rapport frontal.

3- Que devient ce R_F si on utilise un éluant plus polaire ?



Exercice 3 :

Les mycotoxines sont des molécules toxiques libérées par les moisissures. L'analyse par CPG des deux mycotoxines, nivalénol et déoxynivalénol, conduit à :

Colonne capillaire : 10 m x 0.53 mm	Température : 260°C
Débit : 1.2 ml/mn , Vitesse linéaire : $\mu = 544.2 \text{ cm/min}$	Gaz vecteur N₂ , Détecteur FID
ω (nivalénol) = 0.167 min	ω (deoxynivalénol) = 0.176
t_r (nivalénol) = 3.9 min	t_r (deoxynivalénol) = 4.1 min

- 4- Calculez le **temps mort (min)** et le **volume mort (mL)**.
- 5- Calculez le **facteur de sélectivité α** entre les deux solutés analysés.
- 6- Calculez le **facteur de résolution R_s** dans ces conditions d'analyse. **Discuter.**
- 7-Quelle colonne, de même diamètre et même phase stationnaire, faudrait-il-utiliser pour obtenir la séparation du nivalénol et du déoxynivalénol avec une **résolution de 1,5**. *R_s est proportionnel à la racine de L* (L étant la longueur de la colonne).

Exercice 4

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse de deux composants **A** et **B** conduit à la détermination des temps de rétention : **A : 3,9 min ; B : 4,1 min**.

La colonne utilisée présente la même efficacité vis-à-vis des deux solutés $N_{th} = 8671$.

Conditions : - Colonne **capillaire** OPTIMA 1701, $r_f 0,35\mu m$, **10m x 0,53mm** ; - Injection : $1\mu L$; - Gaz vecteur : N_2 , débit **1.2mL/min** ; - Température : $260^\circ C$; - Détecteur : **FID**.

- 1- Donner le **principe** et la **différence** entre les détecteurs **FID** et **TDC**.
- 2- Calculez le **temps mort (min)** et le **volume mort (mL)**.
- 3- Calculez le **facteur de sélectivité** entre les deux solutés analysés.
- 4- Calculez le **facteur de résolution** dans ces conditions d'analyse. **Discuter.**
- 5- Quelle colonne, de même diamètre et même phase stationnaire, faudrait-il-utiliser pour obtenir la séparation du Composé **A** et **B** avec une **résolution de 1,5** et un temps d'analyse minimal.

Exercice 5 :

Les conditions opératoires pour une analyse HPLC sont les suivantes :

Longueur de la colonne 10cm	Température : $20^\circ C$
Débit : 1ml/mn	Teneur en méthanol : 35%
Pression en tête de la colonne : $69 \cdot 10^5 Pa$	Temps mort : 41s

Le tableau des résultats est le suivant :

Nom du soluté	Largeur à mi-hauteur (s)	Temps de rétention (s)
Uracile (a)	10,9	69
Phénol(b)	13,1	182

Déterminer :

- 1- Les temps de rétention réduit t_r' et les facteurs de capacité (facteur de rétention) k' .
- 2- Le nombre de plateaux théoriques N_{th} (efficacité).
- 3- La hauteur équivalente à un plateau théorique **Hept**.
- 4- Le facteur de séparation (facteur de sélectivité) α , le facteur de résolution **R_s** .

Exercice 6 :

Nous étudions la séparation de trois composés par chromatographie haute performance. L'expérience a lieu à **20 °C** avec une pression en tête de colonne de **49.105 Pa**. Le débit de la phase mobile est de **1 mL.min⁻¹** et la longueur de la colonne est de **15 cm**. La phase mobile traverse la colonne dans **41 s**. La séparation chromatographique a donné les résultats présentés dans le tableau ci-dessous: Résultats de la séparation par **HPLC** de trois composés.

Composés	t _R (min)	w (min)
Toluène	1,83	0,14
Diéthylphtalate	2,62	0,34
Diméthylphtalate	3,23	0,42

- 1- Quel est le **principe** de la chromatographie ?
- 2- Calculer la **vitesse linéaire moyenne** de la phase mobile.
- 3- Calculez le **facteur de rétention** et le **nombre de plateaux théoriques**.
- 4- Calculez les **facteurs de sélectivité** et de **résolution**.