

# ANNALES CHIMIE ANA 2 P2

## Plan :

P2 Septembre 2008

P2 Mai 2008

<http://limogespharma.free.fr>

## P2 Septembre 2008

### 1/ Question de cours 1 :

Définir les grandeurs réduites utilisées en chromatographie liquide sur colonnes remplies. Donner les conséquences sur l'intérêt de réduire la taille moyenne des particules en terme de séparation et de détection.

### 2/ Question de cours 2 :

Rendement de la fluorescence.

### 3/ Exercice :

- Rappeler les principes de la loi de Beer-Lambert
- Rappeler les conditions d'utilisation de la loi de Beer-Lambert.
- On dispose de solutions étalons ayant permis d'établir une droite de régression.
  - Dans le cas où tous les points de la gamme sont pris en compte, la régression est :
$$A(\text{AU}) = C(\mu\text{g/L}) \times 0,0049 - 0,003$$
  - Dans le cas où le point aberrant est éliminé, la régression devient :
$$A(\text{AU}) = C(\mu\text{g/L}) \times 0,005$$
  - Calculez l'erreur faite dans les 10% des concentrations les plus diluées de la gamme et les 10% les plus concentrées. Comment limiteriez-vous les erreurs de la régression de la question a) ?

Gamme	
$\mu\text{g/L}$	AU @254nm
1	0,0005
5	0,0025
10	0,005
40	0,02
50	0,025

## P2 Mai 2008

On imagine 3 colonnes de chromatographie en phase inverse, remplies respectivement avec 3 phases identiques dont les supports sont des billes de silice monodisperse dont les tailles moyennes sont respectivement de 3, 5 et 10  $\mu\text{m}$ . Elles ont toutes le même diamètre de 4 mm et les même porosités (porosité interparticulaire de 0,3 et porosité totale de 0,6).

La colonne remplie de billes de 5 $\mu\text{m}$  a une longueur de 10cm, et sa longueur réduite est de 20000. Elle est percolée avec un débit de 1,01 mL/min par une phase mobile méthanol/eau 70-30%(V/V). Dans ce cas, un composé de facteur de capacité de 3 a une HETP réduite de 20000.

On remarque que 45 secondes après l'injection de méthanol pur ou d'eau distillée une petite perturbation de signal est observée par le détecteur (le volume de la boucle d'injection est de 20 $\mu\text{L}$ )

**1/** À quoi correspond cette perturbation ? Donnez l'équation du volume de rétention d'un composé en fonction de son facteur de capacité. (3 pts)

**2/** Calculez les longueurs respectives des colonnes de 3 et 10  $\mu\text{m}$  qui auraient la même longueur réduite. (2 pts)

Si l'on considère que l'on réalise des séparations dans des conditions identiques sur ces trois colonnes, on peut dire que pour un composé donné son HETP réduite est la même dans les trois colonnes ainsi que sa vitesse réduite.

**3/** Calculez les débits auxquels doivent être percolées les colonnes de 10 et 3 $\mu\text{m}$ . Calculez les temps et volume d'élution d'un composé non retenu dans ces deux colonnes. (4 pts)

On imagine un chromatogramme avec 3 composés dont le plus retenu a un facteur de capacité de 5 et une HETP réduite de 15000.

**4/** Calculez le temps d'élution d'un chromatogramme dans ces trois colonnes (pic gaussien, retour à la ligne de base  $t_r + 3\sigma$ ). (3 pts)

**5/** Qu'en concluez-vous ? (1 pt)

On imagine que les détecteurs photométriques utilisés sont analogues dans les 3 systèmes.

**6/** À quoi correspond le signal au sommet du pic (pic gaussien) ? À quoi correspond l'aire du pic ? (2 pts)

**7/** Vous rappellerez la loi de Beer-Lambert, et ses précautions d'emploi. (3 pts)