

Examen Final**Exercice 1 :**

I/ Répondez par vrai ou faux et justifiez votre réponse

- 1/ La chromatographie est une méthode de caractérisation structurale.
- 2/ En chromatographie d'exclusion stérique, les molécules sont séparées selon leur taille.
- 3/ En CES, lorsque les molécules sont totalement exclus de la phase stationnaire donc $K_d=1$.
- 4/ le volume interstitiel V_i représente le volume de phase mobile nécessaire pour transporter, d'une extrémité à l'autre de la colonne, une petite molécule supposée exclue des pores.
- 5/ Pour une molécule qui diffuse totalement, son volume $V_e = V_p$
- 6/ La chromatographie d'adsorption s'applique pour la séparation des composés apolaires de masses moléculaires inférieure à 3000
- 7/ La chromatographie ionique est une chromatographie en phase liquide permettant d'isoler ou de purifier une substance apolaire.
- 8/ Pour séparer des anions, on choisit un échangeur anionique comme un polymère greffé avec des groupements SO_3H
- 9/ En CI, le groupement fonctionnel est lié par covalence au matrice.
- 10/ Les groupes siloxanes et silanols permettent à la silice de retenir les composés par des liaisons hydrogènes.

II/ Donner les trois étapes de principe pour la chromatographie échangeuse d'anions.

Exercice 2:

Un mélange de chaînes droites d'hydrocarbures : C_nH_{2n+2} est séparé par une chromatographie sur colonne. Le pic M est dû à un corps non absorbé ; le pic A est celui de C_3H_8 ; le pic F est celui de $C_{20}H_{42}$. La colonne mesure 120 cm de longueur et est utilisée à température constante avec un débit de gaz de $50,0 \text{ cm}^3/\text{min}$. On trouve les données concernant les temps de rétention et la largeur des pics dans le tableau suivant.

Pic	M	A	B	C	D	E	F
t_R, s	15	60	100	110	140	165	235
w_t, s	Petit	9,00	15,00	16,50	21,00	24,75	35,25

- 1- Trouver le nombre de plateaux théoriques N_A en se basant sur le pic A ?
- 2- Calculer la résolution entre les pics B-C, D-E ?
- 3- Quelle longueur de colonne aurait il fallu pour que la résolution des pics B et C ait été de $R = 1,5$? -

4- En déduire la nouvelle résolution des pics D et E ?

5- Déterminer le t_R de F sur une colonne de longueur déterminée au (3)?

Exercice 3 :

Une colonne d'exclusion stérique a un diamètre de 1.6 cm et une longueur l de 20 cm. les pores occupent 30% et le volume entre les particules 45%.

- a) Calculer le volume de la colonne.
- b) A quel volume les molécules totalement exclues sortiraient de la colonne ?
- c) A quel volume sortiraient les plus petites molécules ?
- d) Déterminer le coefficient K pour un soluté élué à 25 mL.

Correction de l' Examen

Corrigé Exercice 1 : (9.5 pts)

I/ Répondez par vrai ou faux et justifiez votre réponse

1/ La chromatographie est une méthode de caractérisation structurale. **Faux (0.5 pt)**

-La chromatographie est une méthode de séparation (0.5 pt)

2/ En chromatographie d'exclusion stérique, les molécules sont séparées selon leur taille.

Vrai (0.5 pt)

3/ En CES, lorsque les molécules sont totalement exclus de la phase stationnaire donc

$K_d=1$. **Faux (0.5 pt)**

-En CES, lorsque les molécules sont totalement exclus de la phase stationnaire donc

$K_d=0$. (0.5 pt)

4/ le volume interstitiel V_i représente le volume de phase mobile nécessaire pour transporter, d'une extrémité à l'autre de la colonne, une petite molécule supposée exclue des pores. **Faux (0.5 pt)**

-le volume interstitiel V_i représente le volume de phase mobile nécessaire pour transporter, d'une extrémité à l'autre de la colonne, une grosse molécule supposée exclue des pores. (0.5 pt)

5/ Pour une molécule qui diffuse totalement, son volume $V_e = V_p$. **Faux (0.5 pt)**

-Pour une molécule qui diffuse totalement, son volume $V_e = V_i + V_p$. (0.5 pt)

6/ La chromatographie d'adsorption s'applique pour la séparation des composés apolaires de masses moléculaires inférieure à 3000 . **Vrai (0.5 pt)**

7/ La chromatographie ionique est une chromatographie en phase liquide permettant d'isoler ou de purifier une substance apolaire. **Faux (0.5 pt)**

-La chromatographie ionique est une chromatographie en phase liquide permettant d'isoler ou de purifier une substance chargée électriquement. (0.5 pt)

8/ Pour séparer des anions, on choisit un échangeur anionique comme un polymère greffé avec des groupements SO_3H . **Faux (0.5 pt)**

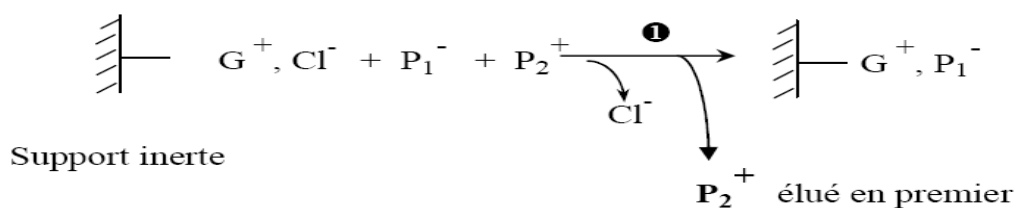
- Pour séparer des anions, on choisit un échangeur anionique comme un polymère greffé avec des groupements NR_3OH . (0.5 pt)

9/ En CI, le groupement fonctionnel est lié par covalence au matrice. **Vrai (0.5 pt)**

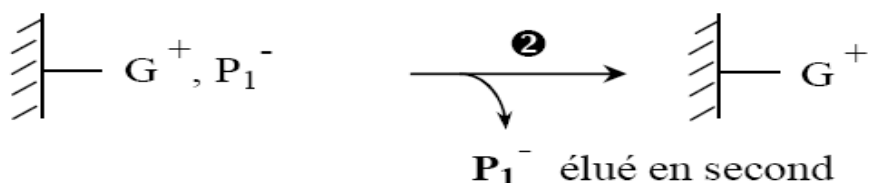
10/ Les groupes siloxanes et silanols permettent à la silice de retenir les composés par des liaisons hydrogènes. **Vrai (0.5 pt)**

II/ Donner les trois étapes de principe pour la chromatographie échangeuse d'anions.

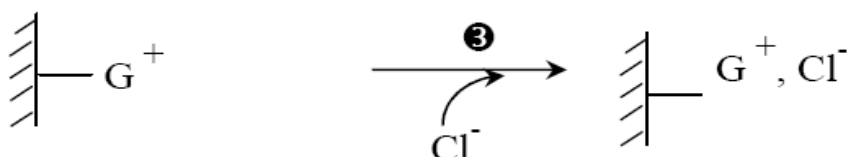
- FIXATION (0.5 pt)



- élution à l'aide d'un gradient de pH ou de force ionique (0.5 pt)



- REGENERATION (0.5 pt)



Corrigé Exercice 2 (5,5 pts):

1- le nombre de plateaux théoriques N_A

(0.5 pt) $N_A = 16 t_{RA}/W_A^2 = 711$ pt (0.5 pt)

2- la résolution entre les pics B-C, D-E

(0.25 pt) $R_{B-C} = 2(t_{RC} - t_{RB}) / (W_B + W_C) = 0.63$ (0.5 pt)

(0.25 pt) $R_{D-E} = 2(t_{RE} - t_{RD}) / (W_E + W_D) = 1.09$ (0.5 pt)

3- Quelle longueur de colonne aurait il fallu pour que la résolution des pics B et C ait été de $R = 1,5$?

-On a R est proportionnel à la racine carré de L (0.5 pt)

$R_1 / \sqrt{L_1} = R_2 / \sqrt{L_2}$ donc : $L_2 = L_1 \times R_2^2 / R_1^2 = 120 \times (1.5)^2 / (0.63)^2 = 680.3 \text{ cm}$ (0.5 pt)

4- En déduire la nouvelle résolution des pics D et E ?

$R_{B-C} = 0.63 \longrightarrow R'_{B-C} = 1.5$ (0.5 pt)

$R_{D-E} = 1.09 \longrightarrow R'_{D-E} = ?$

$R'_{D-E} = 2.59$ (0.5 pt)

5- Déterminer le t_R de F sur une colonne de longueur déterminée au (3)?

(0.5 pt)-On a t_R est proportionnel à L , donc : $t_{R1}/L_1 = t_{R2}/L_2 \implies t_{R2}=1332.2 \text{ S}$ (0.5 pt)

Corrigé Exercice 3 (5 pts):

a) Volume de la colonne: (0.5 pt) $V = \pi r^2 l = 40.19 \text{ mL}$ (0.5 pt)

$V_p = 12.06 \text{ mL}$ (30%) (0.5 pt)

$V_i = 18.08 \text{ mL}$ (45%) (0.5 pt)

b) Molécules totalement exclues: (0.5 pt) $V_e = V_i = 18.08 \text{ mL}$ (0.5 pt)

c) Petites molécules: (0.5 pt) $V_e = V_p + V_i = 30.14 \text{ mL}$ (0.5 pt)

d) Pour un composé élué à 25 mL

(0.5 pt) $K = \frac{V_e - V_i}{V_p} = (25 - 18,08)/12.06 = 0.57$ (0.5 pt)