

Concours d'accès au doctorat LMD 2019/2020

Epreuve de base : les méthodes de séparation classiques et chromatographiques (Coef : 1 - Durée : 1h30)

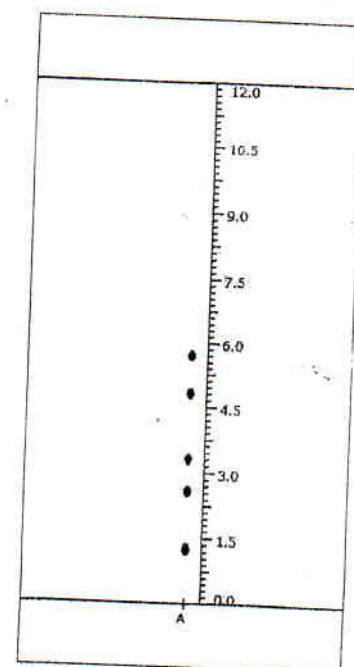
Questions de cours (7 pts)

- 1- Quelles sont les différentes parties constituant une CPG et une CLHP ?
- 2- Citer trois types de détecteurs utilisables en CLHP.
- 3- On veut séparer un mélange inconnu par chromatographie en phase inverse avec un éluant acétonitrile et H₂O (50% / 50%). Les pics obtenus sur le chromatogramme se chevauchent. Pour améliorer la séparation de ce mélange, doit-on utiliser une concentration plus forte ou plus faible en acétonitrile?
- 4- On veut séparer un mélange inconnu sur phase normale avec un éluant comme hexane et méthyl-
butylether (50% / 50%). Les pics se chevauchent. Pour améliorer la séparation de ce mélange, doit-on utiliser une concentration plus forte ou plus faible en hexane?
- 5- Dans la théorie de la chromatographie, comment appelle-t-on le paramètre H? Pour une bonne séparation en chromatographie, H doit être grand ou petit? Justifiez votre réponse.
- 6- Que veut dire une analyse CLHP en mode isocratique? Est-ce qu'il existe un autre mode? Si oui décrivez-le.
- 7- Quel est la condition nécessaire pour détecter les composés par un détecteur à photo-ionisation en CLHP.
- 8- L'allure d'un pic chromatographique suit une courbe de Gauss. Ce pic est souvent caractérisé par les quatre paramètres t_R , ω , δ , et σ . Donner la signification de chacun de ces paramètres.
- 9- Qu'appelle-t-on "chromatographie en phase normale" ? Quel est la différence avec celle de la phase inverse?

Exercice 1 (3.5 pts)

On dispose d'un mélange dont la composition chimique est inconnue.
Le résultat de la CCM est présenté dans la figure ci-contre.

- 1- A quoi sert une chromatographie sur couche minces?
- 2- La migration des composés en CCM se fait par quel phénomène ?
- 3- Quels sont les méthodes de révélation qui sont généralement utilisées en CCM ?
- 4- Parmi les espèces susceptibles de constituer le mélange, lesquelles sont présentes dans l'échantillon?



Espèces chimiques	A	B	C	D	E	F	G
Rapport frontale R_f	0,21	0,27	0,80	0,40	0,47	0,10	0,90

Exercice 2 (5.5 pts)

Un mélange de deux composés volatiles X et Y est séparé par une chromatographie. L'analyse est réalisée avec une colonne de longueur de 3,50 m, et une hauteur équivalente à un plateau théorique de 0,08 cm/plateau. Un pic d'air non absorbé apparaît au bout de 18 s. Les résultats obtenus dans les conditions citées ci-dessus sont :

Composé X: $k' = 6$

$\sigma = 8,5$ s

Composé Y: $k' = 9,21$

$\sigma = 20,4$ s

- 1- Comment appelle-t-on la technique d'analyse utilisée? Justifier.
- 2- Déterminer le nombre de plateaux théoriques N ?
- 3- Déterminer les temps de retentions des deux composés.
- 4- Calculer le facteur de résolution entre le composé X et Y. Commenter le résultat obtenu.
- 5- Pour améliorer les performances de la séparation, on peut allonger la colonne ou améliorer le pouvoir de rétention de la phase stationnaire. Quel est la longueur de la colonne qu'il faudrait utiliser pour avoir une résolution de 1.5 ? Sachant que R est proportionnel à $\sqrt{N}$.

Exercice (4 pts)

Un jeune spécialiste en chimie analytique veut analyser de manière quantitative, les % massiques des composés A et B, auxquels il a ajouté des masses connues d'un composé C comme étalon. Il a aussi préparé trois solutions étalons en pesant des quantités des composés et en les diluants à 100 mL. Il a injecté 0.2 μ L de chaque solution et a déterminé les aires des pics relatives. Les détails sont indiqués dans le tableau suivant:

Composé	Solution 1		Solution 2		Solution 3	
	Masse (g)	Aire du pic	Masse (g)	Aire du pic	Masse (g)	Aire du pic
A	0,05	151	0,125	387	0,2	622
B	0,03	470	0,065	1035	0,1	1553
C	0,1	1685	0,1	1660	0,1	1668

- 1- Quel est la méthode qui est utilisée par le chimiste? Le produit C représente quoi?
- 2- Donner trois critères majoritaires sur lesquelles le choix de l'étalon C est basé?
A 0.1 g de l'étalon C en solution dans 100 mL de solvant, le chimiste a ajouté 0.5 g de l'échantillon à analyser. Il a encore une fois injecté 0.2 μ L de la solution ainsi préparée et a obtenu le résultat d'airs de pics suivant: A: 511 B: 881 C: 1671
- 3- Donner la masse de A et B dans l'échantillon

Bon Courage