

Fenni Soumia
-602-

1- Lors d'une séparation à contre courant, après 3 opérations on veut déterminer la fraction de quantité présente dans la colonne 1, on aura :

- a- $T_1 = 3y^3z^1$
- b- $T_2 = 3y^2z^1$
- c- $T_2 = 3y^2z^2$
- d- $T_4 = 4y^2z^1$

ResiPharmaTM

2- Dans la séparation à contre courant :

- a- Plus le nombre d'opérations augmente, plus les quantités existantes dans les colonnes extrêmes sont faibles.
- b- Plus le nombre d'opérations augmente, plus les quantités existantes dans les colonnes extrêmes sont grandes.
- c- Au bout d'un nombre important d'opérations, on peut atteindre pour des concentrations molaires des valeurs supérieures à $1/N$ (nombre d'Avogadro).
- d- Au bout d'un nombre important d'opérations, on peut atteindre pour des concentrations molaires des valeurs inférieures à $1/N$ (nombre d'Avogadro).

3- En chromatographie :

- a- Plus N est grand, plus la colonne est efficace.
- b- Le facteur de capacité k est défini en mode gradient d'élution.
- c- Le facteur de capacité k est défini en régime isocratique.
- d- Le facteur de rétention varie avec le débit ou la longueur de la colonne

4- La méthode de l'étalonnage interne :

- a- Augmente les erreurs dues à l'injection de l'échantillon, la vitesse d'écoulement et les variations d'état de la colonne.
- b- Minimise les erreurs dues à l'injection de l'échantillon, la vitesse d'écoulement et les variations d'état de la colonne.
- c- L'étalon interne est introduit à une concentration connue dans l'échantillon.
- d- Fait appel aux coefficients de réponse absolus

5- Le dosage d'un médicament S à partir du plasma est effectué par chromatographie HPLC avec détection UV à 254 nm. Après une première injection, on mesure la largeur du pic à la base $w = 15$ secondes (s). En sachant que la hauteur d'un plateau théorique est de $7,9 \mu m$ et que la colonne présente un nombre de plateau de 6327, quelle est la longueur de la colonne utilisée

- a- $L = 6$ cm
- b- $L = 5$ cm ✓
- c- $L = 10$ cm
- d- $L = 1$ cm

$$N = \frac{L}{H} \Rightarrow L = N \times H$$

$$L = 6327 \times 7,9 \times 10^{-6}$$

$$L = 0,0499 \text{ m} \times 10^2$$

$$L = 4,99 \text{ cm} \approx 5 \text{ cm}$$

6- La CCM :

- a- Le mécanisme de rétention repose seulement sur le phénomène d'adsorption
- b- Est une méthode d'analyse quantitative inscrite à la pharmacopée européenne ✓
- c- Est une méthode d'analyse purement qualitative
- d- La chromatographie bidimensionnelle utilise deux éluations successives avec deux éluants différents

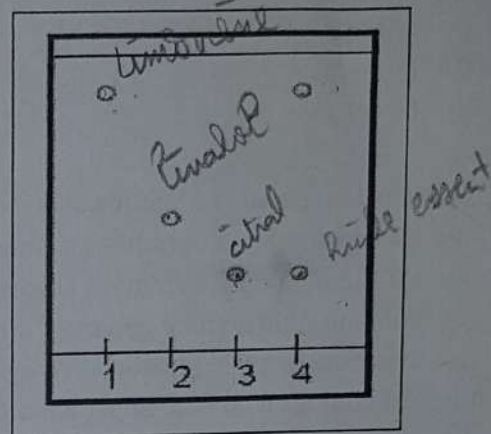
✓ 7- On effectue la CCM d'une l'huile essentielle. On réalise les dépôts suivants :

- Dépôt 1 : Limonène
- Dépôt 2 : Linalol
- Dépôt 3 : Citral
- Dépôt 4 : huile essentielle.

La plaque est placée, verticalement, dans un fond d'éluant. Après élution et révélation, on obtient le chromatogramme ci-dessous.

Quels sont les constituants de l'huile essentielle ?

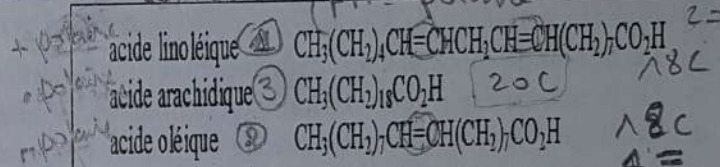
- a- Limonène, Linalol, Citral
- b- Limonène, Linalol
- c- Linalol, Citral
- d- Limonène, Citral ✓



ResiPharmaTM

✓ 8- Quel est l'ordre d'élution des acides suivants en HPLC avec une colonne dont la phase stationnaire est de type C18 et comme phase mobile un tampon formiate pH= 9 (C = 200 mM) ?

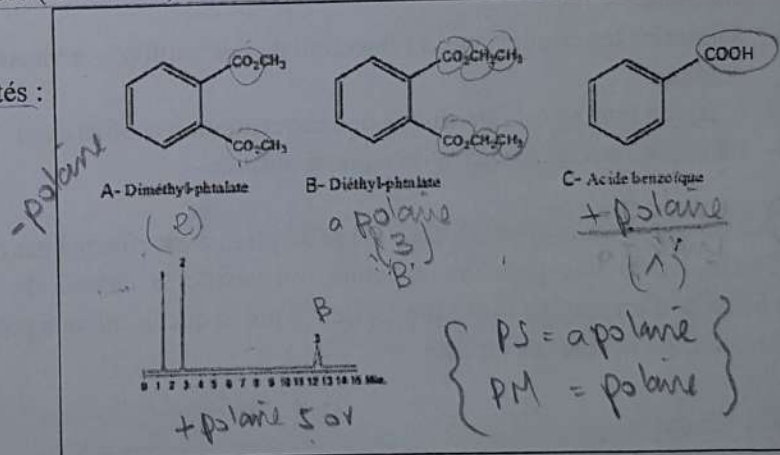
- a- Acide linoléique, acide arachidique, acide oléique
- b- Acide oléique, acide arachidique, acide linoléique
- c- Acide linoléique, acide oléique, acide arachidique ✓
- d- Acide oléique, acide linoléique, acide arachidique



✓ 9- Une colonne a 4 mm de diamètre, 150 mm de long. Le débit de la phase mobile est de 1 mL/min. La phase stationnaire est une C18. L'élution de trois composés (ci-dessous) est faite par un mélange isocratique de méthanol (58%) et d'eau (42%) avec 1% d'acide acétique.

A quels pics correspondent les composés représentés :

- a- 1 = A, 2 = B, 3 = C
- b- 1 = A, 2 = C, 3 = B
- c- 1 = C, 2 = A, 3 = B ✓
- d- 1 = B, 2 = A, 3 = C



10-On veut séparer 3 acides-aminés : l'acide L-glutamique(Glu), la L-leucine(Leu) et la L-lysine(Lys) par chromatographie sur une résine polystyrénique substituée par des groupements sulfonate ($-\text{SO}_3^-$). Les pH isoélectriques de l'acide L-glutamique, de la L-leucine et de la L-lysine sont respectivement : 3,22 ; 5,98 ; 9,74, à 25°C. On dépose ces 3 acides aminés sur la colonne, à pH= 2, puis on élue en amenant progressivement le pH à 7.

Quel est l'ordre d'élution ?

- a- La Glu est élué en premier, puis la Leu l'est ensuite, la Lys reste fixé à la colonne.
- b- La Leu est élué en premier puis la Glu l'est ensuite.
- c- La Glu est élué en premier puis la Leu et ensuite la Lys.
- d- La Leu est élué en premier puis la Glu et ensuite la Lys.

11- Pour séparer un mélange de protéines, on utilise une colonne comportant une phase à base de cellulose carboxyméthylée. Le diamètre interne de la colonne est de 0.75 cm et sa longueur 20 cm. Le pH de la phase mobile est ajusté à 4.8. Le débit de la phase mobile est réglé à 1 mL/min. Le volume mort est de 3 mL. On note qu'il apparaît trois pics correspondant aux volumes d'élution V_1 à V_3 de 12, 18 et 34 mL.

a) quel est le type de la phase stationnaire ?

- ☒ a- cationique
- ☐ b- anionique
- ☒ c- cationique faible
- ☐ d- anionique faible

ResiPharmaTM

b) En augmentant le pH de la phase mobile, comment évolueront les temps de rétention de ces trois composés ?

- ☐ a- augmentés
- ☒ b- diminués
- ☐ c- inchangés
- ☐ d- aucune réponse n'est juste

12- Une colonne de filtration sur gel a un rayon r de 0.80 cm et une longueur l de 20 cm.

a) Calculer le volume de la colonne.

- ☐ a- 30,9 ml
- ☐ b- 45,6 ml
- ☒ c- 40,2 ml
- ☐ d- 39,1 ml

$$V = r^2 \times \pi \times l$$

$$V = 0,8^2 \times 3,14 \times 20$$

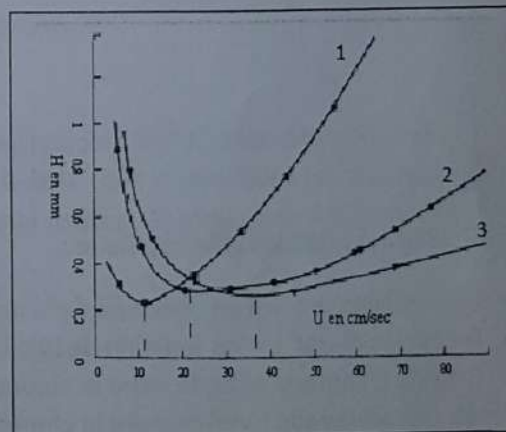
$$V = 40,19 \approx 40,2 \text{ ml} = 40,2 \text{ cm}^3$$

b) Le volume V_i de la phase mobile en dehors des particules du gel est de 18.1 ml et le volume total de la phase mobile est de 35.8 ml. Déterminer le coefficient K pour un soluté élué à 27.4 mL.

- ☐ a- 0.42
- ☐ b- 0.32
- ☐ c- 0.28
- ☐ d- 0.52

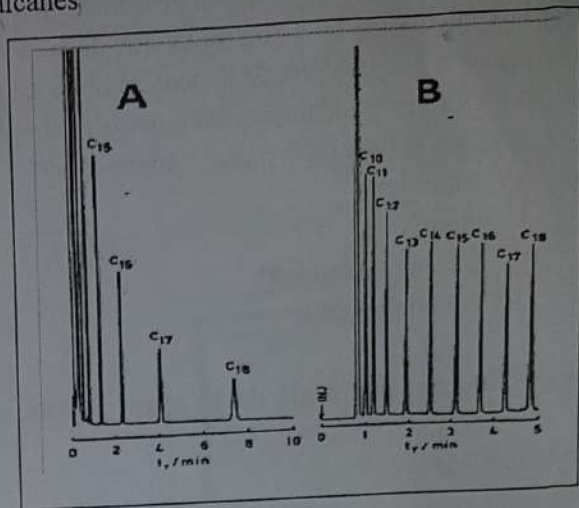
13- D'après les Courbes de Van Deemter, déterminez les gaz correspondants aux courbes :

- ☒ a- 1 : N_2
- ☐ b- 1 : He
- ☐ c- 2 : H_2
- ☒ d- 3 : H_2



- ✓ 14- Cette figure reproduit deux chromatogrammes d'un mélange d'alcanes linéaires C10-C18, avec deux modes de fonctionnement différents du four du chromatographe

- a- A : mode isotherme
 b- B : mode isotherme
 c- A : mode programmation de température
 d- B : mode programmation de température



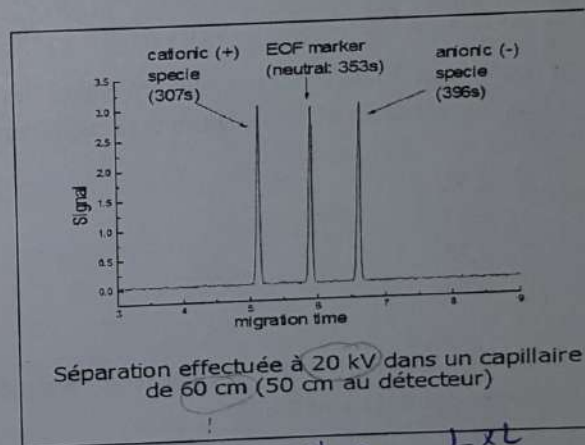
- ✓ 15- Dans les colonnes capillaires à film :WCOT :

- a- la paroi interne est tapissée d'un mince film de phase stationnaire liquide
 b- la surface interne est imprégnée de fines particules poreuses (diatomite) recouvertes d'un mince film de phase stationnaire liquide.
 c- la paroi interne est imprégnée d'une fine couche d'adsorbant
 d- le nombre de plateaux théoriques est plus faible qu'avec les colonnes remplies

- ✓ 16- Quelle est la mobilité électrophorétique de l'espèce cationique (cationic specie) ?

- a- $+0.48 \times 10^{-4} \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$
 b- $+0.63 \times 10^{-4} \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$
 c- $-0.63 \times 10^{-4} \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$
 d- $-0.48 \times 10^{-4} \text{ cm}^2 \cdot \text{V}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$

ResiPharmaTM



- 17- l'électrochromatographie capillaire :

- a- Le déplacement est en fonction de la migration électrophorétique
 b- Le déplacement est en fonction de la migration électrophorétique et de la rétention chromatographique.
 c- Est une technique hybride entre la chromatographie en phase gazeuse et l'électrophorèse capillaire.
 d- Est une technique hybride entre la chromatographie en phase liquide et l'électrophorèse capillaire.

$$\mu_{ep} = \frac{V_{ep}}{E} = \frac{L \times t}{t \times V} = \frac{60 \times 50}{3.075 \times 20 \times 10^3}$$



2015/2016

Module : Chimie Analytique II. Durée : 1h30

Corrigé

1	B	1pt
2	AD	1pt
3	AC	1pt
4	BC	1pt
5	B	1pt
6	BD	1pt
7	D	1pt
8	C	1pt
9	C	1pt
10	A	1pt
11	a)C b)B	1pt 1pt
12	a)C b)D	1pt 1pt
13	AD	1pt
14	AD	1pt
15	A	1pt
16	B	2pts
17	BD	1pt

ResiPharmaTM

KAARAR Med Nadjib
Maître Assistant
Hospitalo-Universitaire
en Chimie Analytique