

1- Les substances A et B ont des temps de rétention respectivement égaux à 16,40 et 17,63 min sur une colonne de 30,0cm. Une espèce non retenue passe sur la colonne en 1,30min. Les largeurs (à la base) des pics de A et B sont respectivement égales à 1,11 et 1,21 min. Calculez la résolution de la colonne

- A. $R_s=1,03$
- B. $R_s=1,04$
- C. $R_s=1,06$ ✗
- D. $R_s=1,10$
- E. $R_s=1,12$

2- D'après les données de la question1, calculez le nombre moyen de plateaux théoriques dans la colonne

- A. $N=3493$ ✗
- B. $N=3397$
- C. $N=3567$
- D. $N=3895$
- E. $N=3445$ ✗

3- D'après les données de la question1, calculez la longueur de la colonne nécessaire pour obtenir une résolution de 1,5

- A. $L=35\text{cm}$
- B. $L=47\text{cm}$
- C. $L=55\text{cm}$
- D. $L=60\text{cm}$ ✗
- E. $L=65\text{cm}$

4- les données suivantes ont été obtenues par chromatographie gaz-liquide sur une colonne remplie de 40cm :

Composé	Tr/min	$W_{1/2}/\text{min}$
Air	1,9	-
Méthylcyclohexane	10,0	0,76
Méthylcyclohexène	10,9	0,82
Toluène	13,4	1,06

V_s et V_m valent respectivement 19,6 et 62,6 mL et un pic non retenu apparaît après 1,9min. Calculez le coefficient de distribution de chaque constituant

- A. $K_1=13, K_2=12, K_3=16$
- B. $K_1=15, K_2=16, K_3=18$
- C. $K_1=11, K_2=10, K_3=09$
- D. $K_1=14, K_2=15, K_3=19$ ✗
- E. $K_1=12, K_2=17, K_3=20$

5- Moody a étudié l'efficacité d'une séparation par GC de la 2-butanone sur une colonne remplie de dinonyl phthalate. L'évaluation de la hauteur d'un plateau en fonction du débit a donné une équation de Van Deemter pour laquelle A est égal à 1,65 mm, B à 25,8 mm. mL.min⁻¹ et C à 0,0236 mm.min.mL⁻¹. Quels est le débit optimal et la hauteur d'un plateau théorique à ce débit?

- A. $D=30\text{ mL/min}, H=4.20\text{ mm}$
- B. $D=33\text{ mL/min}, H=3.20\text{ mm}$ ✗
- C. $D=33\text{ mL/min}, H=6.20\text{ mm}$
- D. $D=43\text{ mL/min}, H=5.70\text{ mm}$
- E. $D=50\text{ mL/min}, H=8.93\text{ mm}$

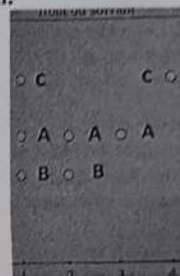
6- D'après les données de la question5, pour les colonnes tubulaires ouvertes, le terme A n'est plus nécessaire. Si les termes B et C restent inchangés, quels sont le débit optimal et la hauteur d'un plateau théorique à ce débit?

- A. $D=33\text{ mL/min}, H=1.56\text{ mm}$ ✗
- B. $D=33\text{ mL/min}, H=3.20\text{ mm}$
- C. $D=36\text{ mL/min}, H=6.20\text{ mm}$
- D. $D=43\text{ mL/min}, H=5.70\text{ mm}$
- E. $D=50\text{ mL/min}, H=8.93\text{ mm}$

7- D'après les données de la question5 et les résultats de la question 6, combien de plateaux théoriques supplémentaires y aura-t-il dans la colonne tubulaire par rapport à la colonne remplie?

- A. 2,1 fois plus ✗
- B. 2,6 fois plus
- C. 2,9 fois plus
- D. 3,3 fois plus
- E. 4,6 fois plus

8- La figure ci-contre représente une plaque de chromatographie (CCM) après révélation.



Les substances pures sont les dépôts :

- A. 1 et 2
- B. 2 et 3
- C. 3 et 4 ✗
- D. 2 et 4
- E. Aucune réponse n'est juste

ResiPharmaTM

9- D'après les données de la question 8, les dépôts 1, 2, 3 et 4 donnent naissance à des taches A, B et C

- A. 1, 2 et 3 renferment tous trois une espèce chimique en commun notée A ✗
- B. 1, 2 et 3 renferment une autre espèce chimique en commun notée B
- C. 1 et 4 renferment tous deux une autre espèce chimique en commun notée C ✗
- D. 1 et 2 renferment l'espèce pure 3 ✗
- E. 2 renferme l'espèce pure 4

10- Parmi les propositions suivantes concernant la chromatographie de partage à polarité de phase inversée, indiquez celle(s) qui est (sont) exacte(s) :

- A. La phase mobile est polaire ✗
- B. La phase stationnaire est polaire
- C. La phase stationnaire possède des greffons de type chaîne alkyl ou de type phényle
- D. Les solutés sont élués par polarité croissante
- E. Les solutés sont élués par polarité décroissante ✗

11- Parmi les propositions suivantes sur les méthodes chromatographiques, quelle(s) est (sont) celle(s) qui est (sont) exacte(s) ?

- A. Le détecteur à ionisation de flamme est un détecteur utilisé en chromatographie liquide
- B. La colonne de chromatographie en phase gazeuse est toujours placée dans un four thermostaté
- C. La phase stationnaire silice greffée C18 permet de réaliser des chromatographies de partage ✗
- D. La phase mobile utilisée en chromatographie liquide d'échanges d'ions est une phase tamponnée ✗
- E. Tous les détecteurs utilisés en chromatographie en phase gazeuse détruisent les substances à analyser

12- Parmi les propositions suivantes laquelle ou (lesquelles) est (sont) exacte(s) ? La chromatographie à polarité de phases inversée

- A. Utilise une phase stationnaire polaire
- B. Utilise une phase mobile hydro-organique
- C. Peut être appliquée aux espèces ionisées
- D. élue en premier les solutés les plus polaires ✗
- E. Utilise une phase stationnaire en silice vierge

13- Pour analyser un composé en chromatographie à polarités de phase inversées, la phase mobile peut être constituée :

- A. D'hexane
- B. D'un mélange de méthanol et d'eau ✗
- C. D'un mélange d'acétonitrile et d'eau ✗
- D. D'un mélange d'hexane et d'eau
- E. D'un mélange d'hexane et de méthanol

14- Parmi les propositions suivantes sur les détecteurs utilisés en chromatographie liquide, quelle(s) est (sont) celle(s) qui est (sont) exacte(s) ?

- A. le réfractomètre différentiel mesure en continu la différence d'indice de réfraction entre la phase mobile et l'effluent de la colonne chromatographique. ✗
- B. Le réfractomètre peut être utilisé en mode gradient.
- C. Détecteur à diffusion de la lumière (DDL) est non destructif et universel.
- D. Le Spectrofluorimètre est non utilisé pour l'analyse des traces.
- E. Le détecteur électrochimique est spécifique des solutés électroactifs.

15- Parmi les propositions suivantes concernant la CPG (chromatographie en phase gazeuse), la ou lesquelles(s) est (sont) exacte(s) ?

- A. Elle s'applique aux composés gazeux et aux composés volatils non thermodégradables.
- B. Il n'existe qu'un seul type de colonnes : les colonnes capillaires.
- C. Il existe différents types d'injecteurs dont l'injecteur à vaporisation directe. ✗
- D. La phase stationnaire de la chromatographie de partage est un solide adsorbant.
- E. On utilise un détecteur thermoionique pour les composés halogénés.

16- Des composés aromatiques non polaires sont séparés par HPLC. La phase stationnaire est une phase inverse C18 constituée de greffons de chaînes aliphatiques à 18 carbones. L'éluant utilisé est un mélange 65% méthanol / 35% H₂O. Comment la rétention serait-elle modifiée en utilisant un mélange avec 90% de méthanol ?

- A. Temps de rétention plus courts. ✗
- B. Temps de rétention plus long.
- C. L'élution est plus rapide. ✗
- D. L'élution est plus lente.
- E. Temps de rétention ne change pas.

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

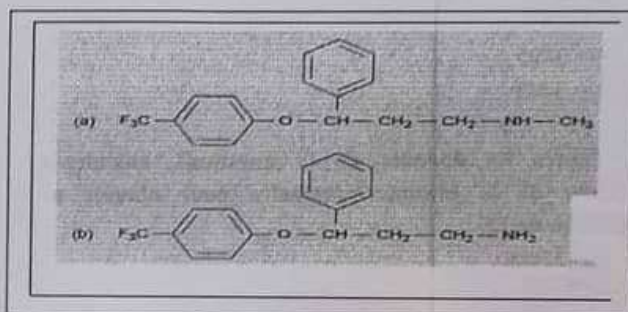
1 acide linoléique $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{H}$

2 acide arachidique $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{CO}_2\text{H}$

3 acide oléique $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{CO}_2\text{H}$

A. 3, 2, 1 B. 1, 3, 2 C. 2, 3, 1 D. 3, 1, 2 E. 1, 2, 3

18- La fluoxétine (a) est un autre nom pour l'antidépresseur Prozac. La détermination de la fluoxétine et de son métabolite la norfluoxétine(b) dans le sérum est une partie importante du suivi de son utilisation thérapeutique. L'analyse est compliquée par la matrice complexe de échantillons de sérum. Une extraction en phase solide suivie d'une analyse HPLC à l'aide d'un détecteur à fluorescence fournit la sélectivité et les limites de détection nécessaires.



Quel est le but d'inclure une extraction initiale en phase solide ?

- A. Eviter l'obstruction de la colonne
- B. Diminuer la fixation de certains composés sur la phase stationnaire ✗
- C. Augmenter la fixation de certains composés sur la phase stationnaire
- D. Diminuer la résolution
- E. Augmenter la résolution ✗

19- Protocole de dosage de la fluoxétine : Une quantité connue de l'antidépresseur protriptyline est ajoutée à un échantillon de sérum, servant d'étalon interne. Après l'extraction en phase solide une portion aliquote est injectée dans une colonne C8 (15-cm, 4,6 mm, 5µm). Un mélange isocratique en phase mobile composé d'acétonitrile et d'eau à 37,5 : 62,5 v / v (contenant 1,5 g de perchlorate de tétraméthylammonium et 0,1 mL de HClO₄ à 70% v / v) est utilisé pour éluer l'échantillon. La détection s'effectue avec un détecteur de fluorescence.

Si les pics de la fluoxétine et de la protriptyline ne sont pas suffisamment résolus, comment pourriez-vous modifier la phase mobile pour améliorer leur séparation ?

- A. Augmentation de la quantité d'acétonitrile et diminution de la quantité d'eau dans la phase mobile ✗
- B. Diminution de la quantité d'acétonitrile et augmentation de la quantité d'eau dans la phase mobile ✗
- C. Choisir un autre détecteur
- D. Augmentation le débit
- E. Diminution de la longueur de la colonne

ResiPharmaTM

On procède à une séparation ci-contre de deux amphétamines sur colonne HPLC (phase stationnaire : C18) 4,5 cm x 4,6mm, remplie de particules de 5µm avec l'acétonitrile (CH₃CN) comme phase mobile et à une température de 30°C. On mesure un temps mort de 1.07min.

Dans ces conditions on obtient la séparation ci-contre entre les 2 amphétamines :

Amphétamine (A) : temps de rétention = 2,4min ; largeur du pic à mi-hauteur $\omega_{(A)} = 5s$

Amphétamine (B) : temps de rétention = 2,85min ; largeur du pic à mi-hauteur $\omega_{(B)} = 6s$

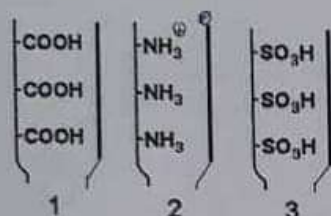
Calculez le facteur de séparation ?

- A. $\alpha = 1,243$ B. $\alpha = 1,664$ C. $\alpha = 1,338$
D. $\alpha = 1,833$ E. $\alpha = 1,067$

21. Calculez le facteur de résolution entre ces deux amphétamines (de la question 20)

- A. $R = 1,118$ B. $R = 0,081$ C. $R = 1,34$
D. $R = 2,89$ E. $R = 3,4$

22- Laquelle des résines suivantes correspond à un échangeur anionique faible ?



- A. Résine 1.
B. Résine 2. ✗
C. Résine 3.
D. Les résines 1 et 3.
E. Aucune.

23- En CI, les paramètres qui contrôlent la rétention des composés sont :

- A. La masse molaire puis la charge des composés.
B. La polarité puis le rayons ionique des composés.
C. La charge puis le rayon ionique des composés. ✗
D. La charge puis la polarité des composés.
E. aucune.

24- On veut séparer l'acide L-glutamique (Glu), la L-leucine (Leu) et la L-lysine (Lys) par chromatographie sur une résine substituée par des groupements (-SO₃⁻). On dépose ces acides aminés sur la colonne, à pH= 2, puis on élue en amenant progressivement le pH à 10. L'ordre d'élution est :

	Glu	Leu	Lys
pH _i	3,22	5,98	9,74

- A. Leu, Glu, Lys.
B. Lys, Leu, Glu.
C. Glu, Leu, Lys. ✗
D. Glu, Lys, Leu.
E. Leu, Lys, Glu.

25- Dans une expérience de CPG, on injecte un mélange d'alcane linéaire à 4, 5, 6 atomes de carbones. Les temps de rétention sont respectivement 280s, 320s, 380s en régime isotherme à 80°C. Calculez le temps mort ?

- A. 200s B. 260s C. 300s D. 180s E. 240s

26- Dans une séparation d'un mélange d'hydrocarbures, les temps de rétention corrigés suivants ont été mesurés

Propane	2.23 min	1.33
Isobutane	5.71 min	2.41
Butane	6.67 min	2.50

Quel est l'indice de rétention de Kovats pour chacun de ces hydrocarbures ?

- A. Ipropane = 400, Ibutane = 300, Iisobutane = 435
B. Ipropane = 350, Ibutane = 420, Iisobutane = 386
C. Ipropane = 223, Ibutane = 571, Iisobutane = 667
D. Ipropane = 320, Ibutane = 410, Iisobutane = 547
E. Ipropane = 300, Ibutane = 400, Iisobutane = 386

27- Parmi les propositions suivantes sur la chromatographie en phase gazeuse, quelle(s) est (sont) celle(s) qui est (sont) fausse(s) ?

- A. Le catharomètre est un détecteur spécifique des molécules soufrées.
B. Un spectrofluorimètre peut être utilisé pour la détection en chromatographie en phase gazeuse.
C. la cyanopropylméthylsiloxane est une phase stationnaire apolaire.
D. le FID est un détecteur non destructif. ✗
E. le mode splitless est préconisé pour l'analyse des traces et des échantillons dilués. ✗

28. Le domaine supercritique en SFC correspond à ;

- A. Une température supérieure à la température critique et une pression inférieure à la pression critique.
B. Une température inférieure à la température critique et une pression inférieure à la pression critique.
C. une température inférieure à la température critique et une pression supérieure à la pression critique.
D. une température supérieure à la température critique et une pression supérieure à la pression critique. ✗
E. Aucune

29. Le CO₂ supercritique ;

- A. Permet de solubiliser des composés apolaires.
B. Est caractérisé par une grande densité. ✗
C. Permet de développer des procédés à basse température pour des produits thermosensibles.
D. Ses propriétés ne changent pas en fonction des conditions opératoires.
E. Toutes les réponses sont justes.

30- En électrophorèse :

- A. Le point isoélectrique : valeur du pH pour laquelle il n'y a aucune migration électrophorétique ✗
B. Le point isoélectrique : valeur du pH pour laquelle il y a migration électrophorétique
C. Le point isoionique : défini dans l'eau pure ✗
D. Le point isoionique : défini dans un milieu complexe
E. Le point isoionique : les molécules ont une migration électrophorétique maximale.

EXAMEN DE LA 3EME ANNEE DE PHARMACIE /CHIMIE ANALYTIQUE EMD1 2018-2019

Date de l'épreuve : 02/02/2019

Page 1/1

Corrigé Type

Barème par question : 0,666667

N°	Rép.
1	C
2	E
3	D
4	D
5	B
6	A
7	A
8	C
9	ACD
10	ACE
11	BCD
12	C
13	BC
14	ACE
15	AC
16	AC
17	B
18	ABE
19	B
20	C
21	D
22	B
23	C
24	C
25	A
26	E
27	ABC
28	D
29	AC
30	AC



Dr. Kasra A.N
