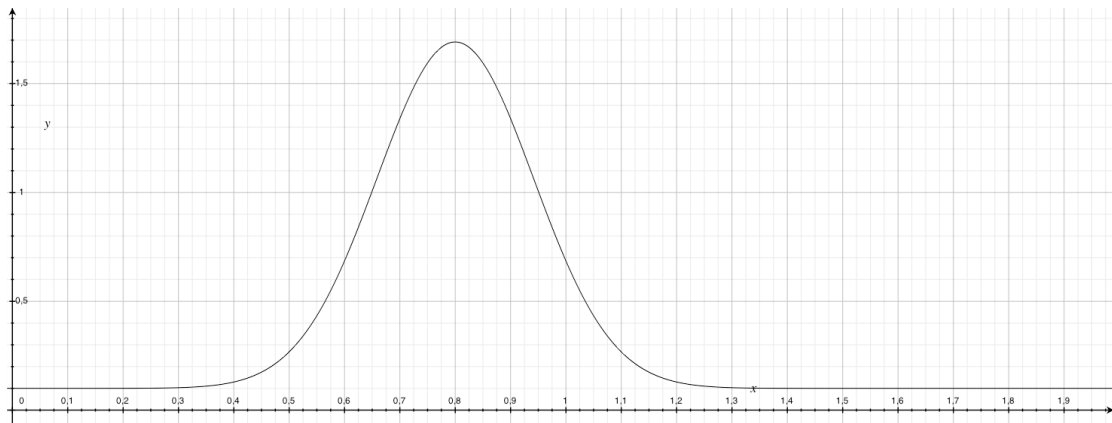


Série n°4

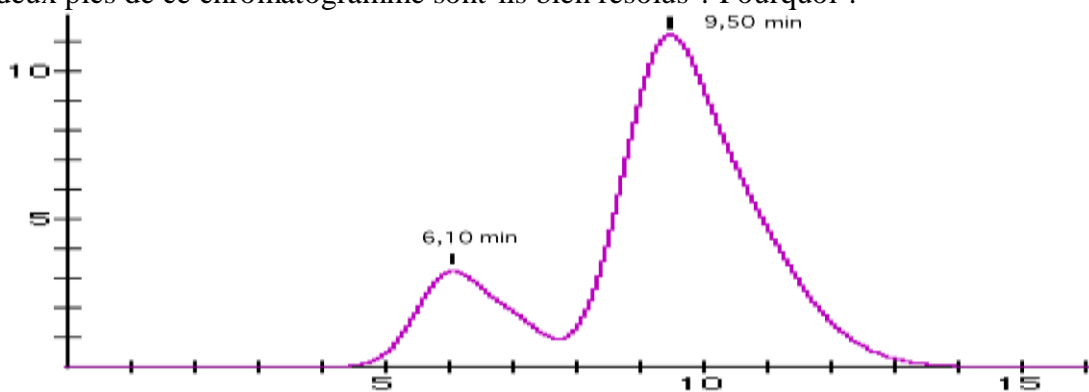
Exercice 1:

– L'allure d'un pic chromatographique suit une courbe de Gauss. Ce pic est caractérisé par les quatre paramètres t_R , σ , δ , ω

- 1- Donner la signification de chacun de ces paramètres.
- 2- Placer chacun d'entre-eux sur le pic ci-dessous en justifiant brièvement



3 – Donner une formule permettant de calculer le facteur de résolution entre deux pics chromatographiques et l'appliquer au chromatogramme ci-après. A votre avis, les deux pics de ce chromatogramme sont-ils bien résolus ? Pourquoi ?



Exercice 2 :

Pour analyser les acides organiques contenus dans du jus de raisin muscat on utilise une colonne chromatographique de 10 cm de longueur et 1 mm de diamètre interne. Elle contient une phase stationnaire constituée de sphères de polystyrène réticulée avec du divinylbenzène; leur diamètre est de 1 μm et leur porosité de 0,64. Elle est utilisée avec une phase mobile composée d'une solution aqueuse d'acide phosphorique à 0,06 N dont le débit est de 25 $\mu\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$. La température est de 35°C. Les analyses de 5 μL d'un mélange d'acides organiques en solution à 0,4 g pour 100 mL, ou d'un jus de raisin filtré sur membrane 0,2 μm et préalablement additionné de 0,4 g d'acide fumarique pour 100 mL sont schématisées sur la figure 1 (l'acide fumarique est considéré comme absent du jus de raisin).

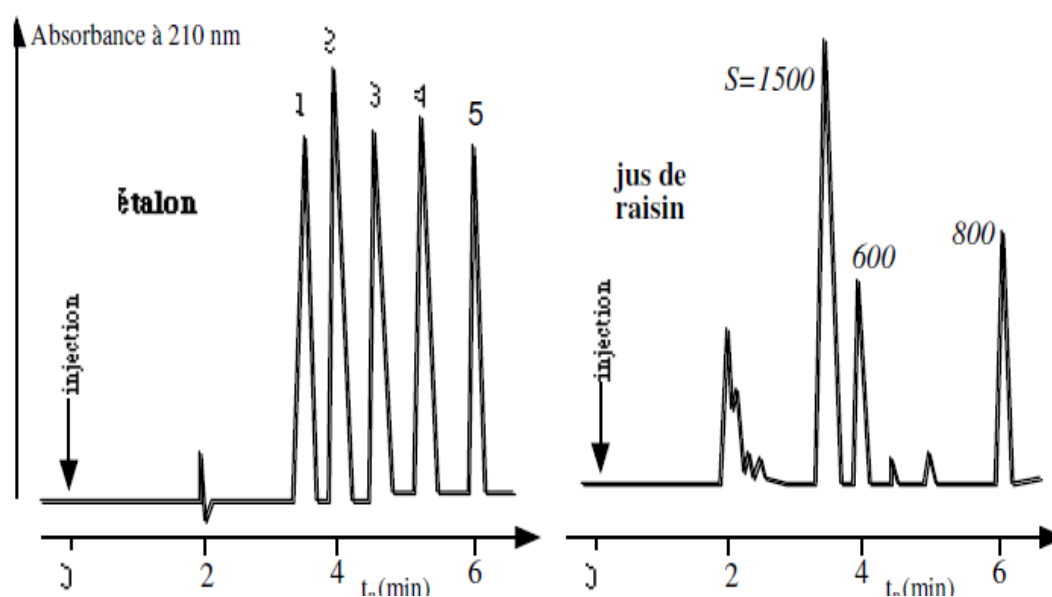


Figure 1 : chromatogrammes étalon et dosage (1 : acide tartrique; 2 : acide ascorbique; 3 : acide malique ; 4 acide succinique ; 5 : acide fumarique).
acide tartrique : $\text{COOH-CHOH-CHOH-COOH}$ $S = 1000$ (exprimée en unité arbitraire)

acide ascorbique : $\text{CO-COH=COH-CH-CHOH-CH}_2\text{OH}$ $S = 1200$

acide malique : $\text{COOH-CH}_2\text{-CHOH-COOH}$ $S = 1050$

acide succinique : $\text{COOH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-COOH}$ $S = 1125$

acide fumarique : COOH-CH=CH-COOH $S = 975$

- 1- Expliquez le principe de cette séparation chromatographique.
- 2-Quelle est la valeur de t_0 .
- 3- Quels sont le facteur de capacité et la HEPT des acides tartrique et ascorbique.
- 4- Quel serait l'effet d'une augmentation de la température de la colonne ?
- 5-Comment diminueriez-vous les temps de rétention pour accélérer l'analyse ?
- 6-Quelle est la concentration en acide tartrique du jus ? Quel est le rôle de l'acide fumarique ?

Exercice 3 :

On cherche à analyser de manière quantitative les % en masse de benzo(a)pyrène (BaP) et de fluoranthène (Fluo) auxquels on ajoute des quantités déterminées d'un HAP deutéré (HAPD) comme étalon interne.

1 - Quels sont les critères qui déterminent le choix de l'étalon interne ?

On prépare 3 solutions étalons en pesant des quantités des composés indiqués dans le tableau suivant et en le diluant à 100 mL dans des fioles.

Composé	solution 1	solution 2	solution 3
BaP	0,05g	0,125g	0,2g
Fluo	0,03g	0,065g	0,1g
HAPD	0,1g	0,1g	0,1g

On injecte 0.1 μ L de chaque solution et on détermine les aires des pics

Composé	solution 1	solution 2	solution 3
BaP	151	387	622
Fluo	470	1035	1553
HAPD	1685	1660	1668

A 0.1g d'HAPD en solution, dans 100 mL, on ajoute 0.5 g d'échantillon à analyser. On injecte 0.1 μ L de la solution ainsi préparée et l'aire des pics et de l'étalon interne est déterminée :

BaP : 511

Fluo : 881

HAPD : 1671

2- Quelle est la méthode de quantification et donner la masse de BaP et Fluo dans l'échantillon.