

## Auto-évaluation 2

Pour réaliser cet auto-test, vous pouvez vous aider de votre formulaire. La partie QCM peut comporter une ou plusieurs bonnes réponses.

### **I. Chromatographie en phase liquide d'élution (CPL)**

#### 1. Eluants en chromatographie CPL.

Répondre aux affirmations suivantes :

	<b>Vrai</b>	<b>Faux</b>
▪ En chromatographie CPL le(s) solvant(s) qui constitue(nt) l'éluant doit / doivent être dégazé(s).	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Dans le cas où l'éluant est constitué de plusieurs solvants, ces derniers ne sont pas forcément miscibles entre eux.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Dans le cas où l'éluant est constitué de plusieurs solvants : si la quantité de chaque solvant qui constitue l'éluant ne varie pas en fonction du temps, on parle d'une élution en mode gradient.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Dans le cas où l'éluant est constitué de plusieurs solvants : si la quantité de chaque solvant qui constitue l'éluant ne varie pas en fonction du temps, on parle d'une élution en mode isocratique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

#### 2. Les organes d'un chromatographe CPL.

Répondre aux affirmations suivantes :

	<b>Vrai</b>	<b>Faux</b>
▪ Les injecteurs en CPL sont non reproductibles.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Les injecteurs en CPL autorisent toutes les méthodes d'étalonnage.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

	Vrai	Faux
▪ Le volume mort lié à la connexion entre l'injecteur et la colonne chromatographique doit être minimal pour assurer un écart-type optimum sur les pics chromatographiques.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Les colonnes chromatographiques utilisées en CPL (HPLC, IC et SEC) sont des colonnes open tubular.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Les colonnes chromatographiques utilisée en CPL (HPLC, IC et SEC) génèrent une perte de charge liée à la loi de Darcy.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Les colonnes chromatographiques utilisées en CPL (HPLC, IC et SEC) font au maximum 30 cm de longueur.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En CPL (HPLC, IC et SEC), le temps mort peut être calculé grâce à la porosité de la colonne chromatographique $\varepsilon$ , son volume $V_C$ et le débit d'éluant $F_V$ comme : $t_M = (\varepsilon V_C / F_V)$ .	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Le volume mort lié à la connexion entre la colonne chromatographique et le détecteur doit être maximal pour assurer un écart-type optimum sur les pics chromatographiques.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

## **II. Chromatographie HPLC**

### 1. Domaine d'application de la chromatographie HPLC.

D'un point de vue structural, l'HPLC convient pour séparer des solutés :

- de masses molaires en général inférieures à  $2000 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
- de masses molaires en général supérieures à  $2000 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
- de toute volatilité
- thermo-sensibles

D'un point de vue chimique, l'HPLC convient pour séparer des solutés :

- apolaires
- moyennement polaires
- polaires
- fortement polaires
- ionisables
- purement ioniques dont la charge est écrantée
- purement ioniques dont la charge ne peut être écrantée

Parmi les détecteurs suivants, sélectionner le(s) détecteur(s) couramment utilisé(s) en HPLC :

- UV-Vis
- Fluorescence
- RID
- Conductométrique

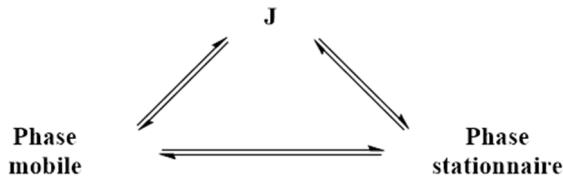
Parmi les détecteurs suivants, sélectionner le(s) détecteur(s) universel(s) utilisé(s) en HPLC :

- UV-Vis
- Fluorescence
- RID
- Conductométrique

Quels types d'électrons doivent être présents dans un soluté pour que ce dernier soit détectable en UV-Vis ?

## 2. Principes de séparation en chromatographie HPLC.

Le principe de l'HPLC repose sur le schéma d'interactions suivant :



Lorsque l'on s'intéresse à la chromatographie d'élution comme c'est le cas en HPLC, la phase mobile est dénommée éluant.

Répondre aux affirmations suivantes :

	Vrai	Faux
▪ En HPLC, le principe de séparation découle d'une compétition entre les solutés et la phase mobile pour la phase stationnaire.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En HPLC, le principe de séparation est gouverné par la température de la colonne chromatographique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Une séparation HPLC est réalisée à température ambiante voire à température modérée ( $T < T_{eb, éluant}$ ).	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En HPLC, pour sélectionner la phase stationnaire à utiliser pour séparer un mélange donné, je dois maximiser l'interaction éluant / phase stationnaire.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En HPLC, pour réduire le temps de chromatographie, je dois favoriser l'interaction éluant / phase stationnaire.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En HPLC, les solutés n'ont pas besoin d'être solubles dans l'éluant.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

### 3. La nature des phases stationnaires utilisées en chromatographie HPLC.

Une phase stationnaire dite normale est :

- une phase stationnaire apolaire
- une phase stationnaire polaire

Une phase stationnaire dite inverse est :

- une phase stationnaire apolaire
- une phase stationnaire polaire

Une phase stationnaire dite normale permet de séparer des solutés :

- apolaires
- peu polaires
- moyennement polaires
- polaires
- fortement polaires
- ionisables
- purement ioniques dont la charge peut être écrantée
- purement ioniques dont la charge ne peut être écrantée

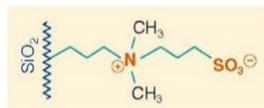
Une phase stationnaire dite inverse peut permettre de séparer des solutés :

- apolaires
- peu polaires
- moyennement polaires
- polaires
- fortement polaires
- ionisables
- purement ioniques dont la charge peut être écrantée
- purement ioniques dont la charge ne peut être écrantée

Concernant la nature des phases stationnaires utilisée en HPLC, cocher la ou les cases qui convient / conviennent :

	normale	inverse	HILIC	adsorption	partage	affinité
SiO <sub>2</sub>						
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>						
Graphite						
SiO <sub>2</sub> -NH <sub>2</sub>						
SiO <sub>2</sub> -CN						
SiO <sub>2</sub> -phényle						
SiO <sub>2</sub> -C <sub>2</sub>						
SiO <sub>2</sub> -C <sub>8</sub>						
SiO <sub>2</sub> -C <sub>18</sub>						
Cyclodextrine						
SiO <sub>2</sub> -SAB*						

\* SiO<sub>2</sub>-SAB



Répondre aux affirmations suivantes :

	<b>Vrai</b>	<b>Faux</b>
▪ Sur une phase stationnaire normale, les solutés les plus retenus sont les solutés apolaires.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Sur une phase stationnaire inverse, les solutés les plus retenus sont les solutés apolaires.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Une phase stationnaire d'adsorption est insensible à la pureté des éluants utilisés.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Une phase de partage obtenue par modification de silice peut être utilisée dans une gamme de pH allant de 2 à 12.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Une phase de partage obtenue par modification de particules en PS-DVB peut être utilisée dans une gamme de pH allant de 2 à 12.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Pour une phase de partage normale obtenue par modification de silice, il est préférable de modifier /écranter les groupes silanols résiduels.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Pour une phase de partage inverse obtenue par modification de silice, il est préférable de modifier / écranter les groupes silanols résiduels.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Pour une phase de partage inverse obtenue par modification de silice, la présence de groupes silanols résiduels engendre souvent une rétention gouvernée par plusieurs mécanismes.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ L'utilisation d'une phase stationnaire HILIC permet de réaliser une chromatographie en phase normale dans des conditions de phase inverse.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

#### 4. La nature des éluants utilisés en chromatographie HPLC

Parmi les propositions suivantes, choisir celle(s) qui correspond(ent) aux gradients utilisés en HPLC :

- gradient de solvant organique (gradient de composition)
- gradient de pH
- gradient de force ionique
- gradient de température
- gradient de masse volumique

En considérant le cas d'une séparation réalisée avec un éluant binaire (constitué de deux solvants), choisir la / les réponse(s) qui convient / conviennent :

Soit une séparation sur phase normale :

- le solvant de base est un solvant très polaire.
- le solvant de base est un solvant peu polaire.
- le solvant sélectif est un solvant très polaire.
- le solvant sélectif est un solvant peu polaire.
- au départ d'un mode gradient l'éluant doit être le moins polaire possible.
- au départ d'un mode gradient l'éluant doit être le plus polaire possible.
- en mode gradient, la quantité de solvant très polaire doit augmenter au cours du temps.
- en mode gradient, la quantité de solvant peu polaire doit augmenter au cours du temps.

Soit une séparation sur phase inverse :

- le solvant de base est un solvant très polaire.
- le solvant de base est un solvant peu polaire.
- le solvant sélectif est un solvant très polaire.
- le solvant sélectif est un solvant peu polaire.
- au départ d'un mode gradient l'éluant doit être le moins polaire possible.
- au départ d'un mode gradient l'éluant doit être le plus polaire possible.
- en mode gradient, la quantité de solvant très polaire doit augmenter au cours du temps.
- en mode gradient, la quantité de solvant peu polaire doit augmenter au cours du temps.

Répondre aux affirmations suivantes :

	Vrai	Faux
▪ Lors de la séparation d'acides organiques, le pH de l'éluant hydro-organique doit être très supérieur au $pK_a$ le plus élevé.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Lors de la séparation d'acides organiques, le pH de l'éluant hydro-organique doit être très inférieur au $pK_a$ le plus petit.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Lors de la séparation de bases organiques, le pH de l'éluant hydro-organique doit être très supérieur au $pK_a$ le plus élevé.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Lors de la séparation de bases organiques, le pH de l'éluant hydro-organique doit être très inférieur au $pK_a$ le plus petit.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ La nature chimique de l'éluant à travers sa capacité à interagir par établissement de liaisons hydrogène ou interactions dipolaires peut influencer la séparation.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

## 5. Les méthodes d'amélioration en chromatographie HPLC.

Donner le domaine de  $k'$  pour lequel une chromatographie HPLC est optimale :

Répondre aux affirmations suivantes :

	Vrai	Faux
▪ En HPLC, il est conseillé d'augmenter la longueur de la colonne chromatographique pour augmenter significativement le nombre de plateaux théoriques.	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
▪ En HPLC, une augmentation de la température de la colonne chromatographique augmente le nombre de plateaux théoriques.	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
▪ En HPLC, une augmentation de la température de la colonne chromatographique dégrade la résolution de la séparation.	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
▪ En HPLC, l'augmentation du diamètre des particules de la phase stationnaire augmente le nombre des plateaux théoriques.	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>
▪ En HPLC, l'augmentation du diamètre des particules de la phase stationnaire augmente la perte de charge de la colonne chromatographique.	<input type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>

### **III. Chromatographie IC**

#### 1. Domaine d'application de la chromatographie IC.

D'un point de vue structural, l'IC convient pour séparer des solutés :

- de masses molaires en général inférieures à  $2000 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
- de masses molaires en général supérieures à  $2000 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
- de toute volatilité
- thermo-sensibles

D'un point de vue chimique, l'IC convient pour séparer des solutés :

- apolaires
- moyennement polaires
- polaires
- fortement polaires
- ionisables
- purement ioniques dont la charge est écrantée
- purement ioniques dont la charge ne peut être écrantée

Parmi les détecteurs suivants, sélectionner le(s) détecteur(s) couramment utilisé(s) en IC :

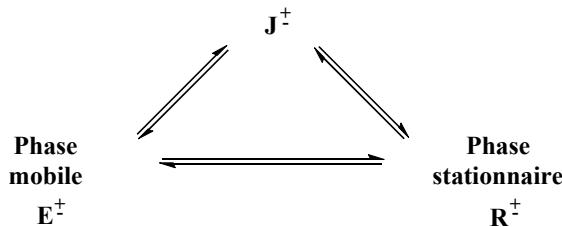
- UV-Vis
- Fluorescence
- RID
- Conductométrique

Parmi les détecteurs suivants, sélectionner le(s) détecteur(s) universel(s) utilisé(s) en IC :

- UV-Vis
- Fluorescence
- RID
- Conductométrique

## 2. Principes de séparation en chromatographie IC.

Le principe de l'IC repose sur le schéma d'interactions suivant :



Lorsque l'on s'intéresse à la chromatographie d'élution comme c'est le cas en IC, la phase mobile est dénommée éluant.

Répondre aux affirmations suivantes :

- |   | Vrai                     | Faux                     |
|---|--------------------------|--------------------------|
| ▪ En IC, le principe de séparation découle d'une compétition entre les solutés et la phase mobile pour la phase stationnaire. | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| ▪ En IC, le principe de séparation est gouverné par la température de la colonne chromatographique.                           | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |
| ▪ Une séparation IC est réalisée à température ambiante voire à température modérée ( $T < T_{eb}$ , éluant).                 | <input type="checkbox"/> | <input type="checkbox"/> |

	Vrai	Faux
▪ En IC, pour sélectionner la phase stationnaire à utiliser pour séparer un mélange donné, je dois utiliser une phase stationnaire dont la charge de surface est identique à la charge des solutés.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En IC, pour réduire le temps de chromatographie, je dois favoriser l'interaction éluant / phase stationnaire.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En IC, les solutés n'ont pas besoin d'être solubles dans l'éluant.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En IC, les solutés peuvent être dissous dans l'eau pure.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

### 3. La nature des phases stationnaires utilisées en chromatographie IC.

Concernant la nature des phases stationnaires utilisée en IC, cocher la ou les cases qui convient / conviennent :

Dans le tableau suivant, les acides et les bases sont organiques.

	cations	anions	acides (exclusion de Donan)	bases (exclusion de Donan)
R-SO <sub>3</sub> H				
R-COOH				
R-NR <sub>3</sub> OH				
R-NH <sub>3</sub> OH				

Donner l'ordre d'élution ( $t_R$  croissants) correspondant à la séparation d'un mélange de Na<sup>+</sup>, Li<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, Cs<sup>+</sup>, Rb<sup>+</sup> sur une phase stationnaire sulfonate :

Donner l'ordre d'élution ( $t_R$  croissants) correspondant à la séparation d'un mélange de Na<sup>+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Fe<sup>3+</sup> sur une phase stationnaire sulfonate :

Donner l'ordre d'élution ( $t_R$  croissants) correspondant à la séparation d'un mélange de  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{Br}^-$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{I}^-$  sur une phase stationnaire ammonium quaternaire :

Donner l'ordre d'élution ( $t_R$  croissants) correspondant à la séparation d'un mélange de  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$  sur une phase stationnaire ammonium quaternaire :

#### 4. La nature des éluants utilisés en chromatographie IC

Parmi les propositions suivantes, choisir celle(s) qui correspond(ent) à la nature des éluants utilisés en IC :

- phase aqueuse
- phase aqueuse comportant un faible pourcentage de solvant organique
- phase aqueuse comportant un faible pourcentage d'additif organique
- phase hydro-organique (concentration quasi-équivalente entre une phase aqueuse et un solvant organique)
- solvant(s) organique(s)
- solvant(s) organique(s) comportant un faible pourcentage d'additif organique

Choisir le ou les éluant(s) compatibles pour la séparation de cations :

- solution d'acide fort dilué
- solution d'acide faible dilué
- solution de base forte diluée
- solution de base faible diluée

Choisir le ou les éluant(s) compatibles pour la séparation d'anions :

- solution d'acide fort dilué
- solution d'acide faible dilué
- solution de base forte diluée
- solution de base faible diluée

Parmi les propositions suivantes, choisir celle(s) qui correspond(ent) aux gradients utilisés en IC :

- gradient de solvant organique (gradient de composition)
- gradient de pH
- gradient de force ionique
- gradient de température
- gradient de masse volumique

Répondre aux affirmations suivantes :

Vrai	Faux
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Pour séparer des acides ou des bases organiques par exclusion de Donnan, il faut que le pH de l'éluant favorise la forme neutre et ionique des solutés à séparer.	
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

	<b>Vrai</b>	<b>Faux</b>
▪ En IC, le pic système est relatif à l'ion éluant.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En IC, on peut effectuer un gradient de force ionique sans changer le pH de l'éluant.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En IC, pour effectuer un gradient de force ionique sans changer le pH de l'éluant on doit travailler avec une solution tampon comme éluant.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En IC, on a besoin d'un suppresseur lorsque l'éluant est un acide faible ou une base faible.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En IC, le rôle d'un suppresseur est d'éliminer la forte conductivité associée à l'utilisation d'un éluant d'acide fort ou de base forte lorsque l'on procède à une détection conductométrique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Lors de la séparation de cations, l'unité de suppression doit libérer OH <sup>-</sup> avant une détection conductométrique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Lors de la séparation d'anions, l'unité de suppression doit libérer OH <sup>-</sup> avant une détection conductométrique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Lors de la séparation de cations, l'unité de suppression peut être une colonne cationique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Lors de la séparation de cations, l'unité de suppression peut être une colonne anionique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ L'unité de suppression doit présenter un volume le plus petit possible.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Lorsque l'unité de suppression est une colonne, elle doit présenter une capacité disponible plus petite que celle de la colonne de séparation.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

## 5. Les méthodes d'amélioration en chromatographie IC.

Donner le domaine de  $k'$  pour lequel une chromatographie IC est optimale :

Répondre aux affirmations suivantes :

	Vrai	Faux
▪ En IC, il est conseillé d'augmenter la longueur de la colonne chromatographique pour augmenter significativement le nombre de plateaux théoriques.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En IC, l'utilisation d'une phase stationnaire pelliculaire est recommandée pour une séparation rapide.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En IC, pour chromatographier plus rapidement, on peut augmenter la concentration en ion éluant.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En IC, l'augmentation de la température de la colonne chromatographique augmente le nombre de plateaux théoriques.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En IC, l'augmentation de la température de la colonne chromatographique augmente les temps de rétention des solutés.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En IC, l'augmentation de la capacité disponible de la colonne chromatographique diminue les temps de rétention des solutés.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Pour diminuer le temps de rétention d'un cation des éléments de transition (d ou f), on peut procéder à une complexation de ce dernier.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ On peut faire varier le temps de rétention d'anions issus de polyacides en jouant sur le pH de l'éluant.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

## **IV. SEC**

### 1. Domaine d'application de la chromatographie SEC.

D'un point de vue structural, la SEC convient pour séparer des solutés :

- de masses molaires en général inférieures à  $2000 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
- de masses molaires en général supérieures à  $2000 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
- de toute volatilité
- thermo-sensibles

D'un point de vue chimique, la SEC convient pour séparer des solutés :

- apolaires
- moyennement polaires
- polaires
- fortement polaires
- ionisables
- purement ioniques dont la charge est écrantée
- purement ioniques dont la charge ne peut être écrantée

Parmi les détecteurs suivants, sélectionner le(s) détecteur(s) couramment utilisé(s) en SEC :

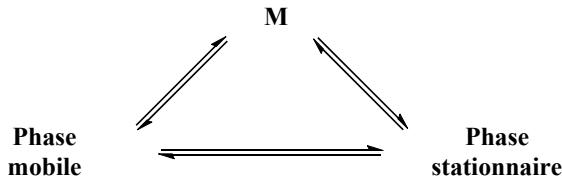
- UV-Vis
- Fluorescence
- RID
- Conductométrique

Parmi les détecteurs suivants, sélectionner le(s) détecteur(s) universel(s) utilisé(s) en SEC :

- UV-Vis
- Fluorescence
- RID
- Conductométrique

## 2. Principes de séparation en chromatographie SEC.

Le principe de la SEC repose sur le schéma d'interactions suivant :



Lorsque l'on s'intéresse à la chromatographie d'élution comme c'est le cas en SEC, la phase mobile est dénommée éluant.

Concernant le principe de la SEC, cocher la ou les cases qui convient / conviennent :

Le volume de phase mobile physique  $V_{mo}$  est :

- $V_i$
- $V_p$
- $V_i + V_p$

Le volume mort ou volume de phase mobile effective  $V_M$  est :

- $V_i$
- $V_p$
- $V_i + V_p$

Le volume de phase stationnaire effectif  $V_S$  est :

- $V_i$
- $V_p$
- $V_i + V_p$

Réécrire l'équation  $V_{R(M)} = V_M + K_{D(M)}V_S$  en fonction des réponses données ci-avant :

Répondre aux affirmations suivantes :

	Vrai	Faux
▪ En SEC, le principe de séparation découle d'une compétition entre les solutés et la phase mobile pour la phase stationnaire.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SEC, l'éluant ne sert qu'à dissoudre les solutés et à les faire pénétrer dans la phase stationnaire.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SEC, le principe de séparation est gouverné par la température de la colonne chromatographique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En général, une séparation SEC est réalisée à température ambiante.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SEC, la température de la colonne chromatographique influe sur la viscosité du couple éluant/soluté qui doit être la plus petite possible.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

	<b>Vrai</b>	<b>Faux</b>
▪ En SEC, la température de la colonne chromatographique peut se situer au-dessus de la température d'ébullition de l'éluant.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SEC, pour sélectionner la phase stationnaire à utiliser pour séparer un mélange donné, je dois utiliser une phase stationnaire qui présente des interactions d'adsorption, dipolaires, par liaisons hydrogène avec les solutés du mélange.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SEC, c'est l'éluant immobilisé dans un gel qui sert de phase stationnaire.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ La SEC peut être considérée comme une méthode de filtration par taille.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ La SEC peut être utilisée pour déterminer la masse molaire d'une macromolécule inconnue.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

### 3. La nature des phases stationnaires utilisées en chromatographie SEC.

Répondre aux affirmations suivantes :

	<b>Vrai</b>	<b>Faux</b>
▪ Les gels organiques utilisés comme phase stationnaire ont des pores dont la taille varie en fonction du taux de réticulation du gel.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Plus le taux de réticulation d'un gel est important, plus ses pores seront volumineux.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Pour une séparation optimale, la taille des pores de la phase stationnaire doit être proche de la taille des macromolécules à séparer.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Les gels utilisés comme phase stationnaire en SEC acceptent des pressions de phase mobile élevées.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

	<b>Vrai</b>	<b>Faux</b>
▪ Pour séparer au mieux un mélange de macromolécules, on peut mettre plusieurs colonnes chromatographiques en série.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Un gel hydrophobe est utilisé pour chromatographier des macromolécules hydrophiles.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Un gel hydrophobe est utilisé pour chromatographier des macromolécules hydrophobes.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SEC, les macromolécules les plus petites sont éluées en premier.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SEC, les macromolécules les plus grosses sont éluées en premier.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SEC, les macromolécules les plus grosses sont éluées avec un $K_D = 1$ .	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SEC, les macromolécules les plus grosses sont éluées avec un $K_D = 0$ .	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SEC, les macromolécules doivent être éluées avec $0 < K_D < 1$ .	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

#### 4. La nature des éluants utilisés en chromatographie SEC

Parmi les propositions suivantes, choisir celle(s) qui correspond(ent) à la nature des éluants utilisés en SEC :

- phase aqueuse
- phase aqueuse comportant un faible pourcentage de solvant organique
- phase aqueuse comportant un faible pourcentage d'additif organique
- phase hydro-organique (concentration quasi-équivalente entre une phase aqueuse et un solvant organique)
- solvant(s) organique(s)
- solvant(s) organique(s) comportant un faible pourcentage d'additif organique

Remplir le tableau suivant en cochant la ou les cases qui convient / conviennent :

	Filtration sur gel (GFC)	Perméation de gel (GPC)
Solutés hydrosolubles		
Solutés organosolubles		
Gel hydrophile		
Gel hydrophobe		
Eluant aqueux		
Eluant organique		

### 5. Les méthodes d'amélioration en chromatographie SEC.

Donner le domaine de  $k'$  typique pour la chromatographie SEC :

Répondre aux affirmations suivantes :

- |  | <b>Vrai</b>              | <b>Faux</b>                         |
|--|--------------------------|-------------------------------------|
| ▪ En SEC, la nature macromoléculaire des solutés engendre une viscosité importante du couple macromolécules / éluant.                            | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> |
| ▪ En SEC, une viscosité importante du couple macromolécules / éluant n'est pas problématique.  | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> |
| ▪ En SEC, l'élution est réalisée à haute température pour diminuer la viscosité du couple macromolécules / éluant.                               | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> |
| ▪ En SEC, pour avoir une bonne séparation, on doit veiller à ce que $K_{D(M)}$ soit supérieur à 1.   | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> |
| ▪ En SEC, pour avoir une bonne séparation, on doit appliquer un débit de phase mobile assez élevé lorsque l'on sépare de grosses macromolécules. | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> |
| ▪ En SEC, pour avoir une bonne séparation, on doit se placer dans le domaine de la courbe de Van Deemter dominé par <b>B</b> .                   | <input type="checkbox"/> | <input checked="" type="checkbox"/> |

## **V. Chromatographie SFC**

### 1. Domaine d'application de la chromatographie SFC.

D'un point de vue structural, la SFC convient pour séparer des solutés :

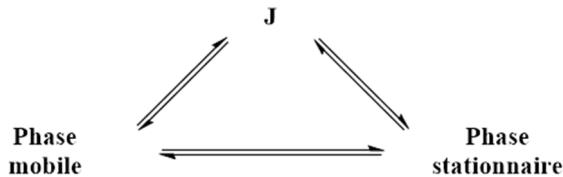
- de masses molaires en général inférieures à  $2000 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
- de masses molaires en général supérieures à  $2000 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$
- de toute volatilité
- thermo-sensibles

D'un point de vue chimique, la SFC convient pour séparer des solutés :

- apolaires
- moyennement polaires
- polaires
- fortement polaires
- ionisables
- purement ioniques dont la charge est écrantée
- purement ioniques dont la charge ne peut être écrantée

## 2. Principes de séparation en chromatographie SFC.

Le principe de la SFC repose sur le schéma d'interactions suivant :



Lorsque l'on s'intéresse à la chromatographie d'élution comme c'est le cas en SFC, la phase mobile est dénommée éluant.

Répondre aux affirmations suivantes en considérant une SFC dérivée de l'HPLC :

	Vrai	Faux
▪ En SFC, le principe de séparation découle d'une compétition entre les solutés et la phase mobile pour la phase stationnaire.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SFC, le principe de séparation est gouverné par la température de la colonne chromatographique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Une séparation SFC est réalisée au couple pression-température permettant d'avoir l'éluant sous forme supercritique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SFC, pour sélectionner la phase stationnaire à utiliser pour séparer un mélange donné, je dois maximiser l'interaction éluant / phase stationnaire.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SFC, pour réduire le temps de chromatographie, je dois favoriser l'interaction éluant / phase stationnaire.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SFC, les solutés n'ont pas besoin d'être solubles dans l'éluant.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

### 3. La nature des éluants utilisés en SFC dérivée de l'HPLC.

Parmi les fluides supercritiques suivants, sélectionner celui qui est le plus utilisé en SFC :

- alkanes
- SF<sub>6</sub>
- SO<sub>2</sub>
- Xe
- N<sub>2</sub>O
- CO<sub>2</sub>
- NH<sub>3</sub>
- isopropanol

Parmi les propositions suivantes, choisir celle(s) qui permet(tent) d'augmenter la polarité d'un fluide supercritique :

- augmentation de la pression à température constante
- augmentation de la température à pression constante
- incorporation d'un modificateur polaire
- incorporation d'eau avec du CO<sub>2</sub> supercritique
- incorporation d'eau et de méthanol avec du CO<sub>2</sub> supercritique

Répondre aux affirmations suivantes :

	Vrai	Faux
▪ En SFC, on peut incorporer au fluide supercritique un modificateur polaire en toutes proportions.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ Le CO <sub>2</sub> supercritique pur peut être aussi polaire que le méthanol.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SFC, on peut procéder à un gradient croissant de masse volumique du fluide supercritique pour augmenter sa polarité.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SFC, on peut procéder à un gradient croissant de température du fluide supercritique pour augmenter sa polarité.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SFC, on peut procéder à un gradient croissant de modificateur polaire pour augmenter la polarité du fluide supercritique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SFC, on peut procéder à plusieurs gradients simultanés pour améliorer une séparation.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

#### 4. La nature des phases stationnaires utilisées en chromatographie SFC.

- phases stationnaires normales
- phases stationnaires inverses
- phases stationnaires GFC (Gel Filtration Chromatography)
- phases stationnaires GPC (Gel Permeation Chromatography)
- phases stationnaires à base de résines échangeuses de cations
- phases stationnaires à base de résines échangeuses d'anions
- phases stationnaires chirales (cyclodextrines)

## 5. Les méthodes d'amélioration en chromatographie SFC.

Donner le domaine de  $k'$  pour lequel une chromatographie SFC est optimale :

Répondre aux affirmations suivantes :

	Vrai	Faux
▪ En SFC, la faible viscosité du fluide supercritique entraîne des temps de chromatographie plus courts qu'en HPLC.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SFC, la plage des vitesses d'écoulement de la phase mobile utilisable est plus petite qu'en HPLC.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SFC, la variation de la température de la colonne chromatographique joue à la fois un rôle sur la polarité et sur la viscosité du fluide supercritique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ La SFC possède un nombre de plateaux théoriques plus important que l'HPLC.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SFC, la diminution du diamètre des particules de la phase stationnaire diminue le nombre de plateaux théoriques de la colonne chromatographique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
▪ En SFC, la diminution du diamètre des particules de la phase stationnaire diminue la perte de charge de la colonne chromatographique.	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>