

Chromatographie qualitative

Exercice n°1

En chromatographie d'élution, la résolution entre les pics *I* et *2* s'exprime comme suit :

$$R_{s(I,2)} = \frac{t_{R(2)} - t_{R(I)}}{\frac{1}{2}(w_{(I)} + w_{(2)})}$$

Montrer que si la base des deux pics $w_{(I)}$ et $w_{(2)}$ est la même l'expression correspond à la relation de Purnell :

$$R_{s(I,2)} = \frac{\sqrt{N_{(2)}}}{4} \times \left(\frac{\alpha_{(I,2)} - 1}{\alpha_{(I,2)}} \right) \times \left(\frac{k'_{(2)}}{1 + k'_{(2)}} \right)$$

Exercice n°2

Une séparation chromatographique donne un pic dont la largeur à 10% de hauteur est de 0,085 min. Sachant que le facteur d'asymétrie est de 1,024, calculer le facteur de traînée. Que peut-on en conclure ? De quelle manière peut-on améliorer la symétrie de ce pic chromatographique ?

Exercice n°3

Deux substances *A* et *B* ont des temps de rétention de 16,40 min (*A*) et 17,63 min (*B*) sur une colonne de 30 cm de long. Le temps mort de la colonne est de 1,30 min. Les largeurs de pic à la base sont de 1,11 min (*A*) et 1,21 min (*B*).

Calculer la résolution entre les pics *A* et *B*, les facteurs de rétention des deux solutés, le nombre de plateaux théoriques et la HEPT. Calculer les constantes de distribution de *A* et *B* sachant que les volumes de phase mobile et stationnaire effectives et physiques sont équivalents, soit 1,37 mL et 0,164 mL respectivement.

Pour améliorer les performances de la séparation, on peut allonger la colonne ou améliorer le pouvoir de rétention de la phase stationnaire. Afin de quantifier ces deux approches, on s'intéresse aux points suivants :

Calculer la longueur de colonne qu'il faudrait utiliser pour avoir une résolution de 1,5.

Calculer le temps de rétention qu'auraient **A** et **B** sur cette nouvelle colonne.

Calculer la HETP nécessaire pour obtenir une résolution de 1,5 avec la même colonne et les temps de rétention donnés ci-dessus.

Donner votre avis sur la démarche à suivre.

Exercice n°4

En chromatographie en phase liquide et en phase gazeuse, on peut observer dans des conditions chromatographiques particulières que la différence entre les temps de rétention bruts de deux espèces homologues double lorsque l'on ajoute un atome de carbone.

En considérant que le temps mort est le temps de rétention brut d'un alcane linéaire hypothétique à 0 atome de carbone : $t_M = t_{R(C_0)}$ et en désignant $\Delta t = (t_{R(C_1)} - t_{R(C_0)})$, calculer t_M et Δt en vous basant sur les alcanes linéaires C_6 et C_7 dont les temps de rétention bruts sont donnés ci-après. Les données présentées dans le tableau suivant ont été obtenues en chromatographie en phase gazeuse à différentes températures de colonne chromatographique avec un débit de phase mobile de $1,2 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. Compléter le tableau en utilisant les données pour C_6 et C_7 et en donnant les moyennes de t_M et Δt .

Température	90°C	110°C	130°C
$t_{R(C_6)}$	2,440 min	2,267 min	2,142 min
$t_{R(C_7)}$	2,668 min	2,388 min	2,212 min
Δt			
t_M			

Les valeurs de $\overline{t_M}$ et $\overline{\Delta t}$ sont-elles indépendantes de la température ?

Etablir la formule qui permet de calculer le temps de rétention brut d'un alcane linéaire à n atomes de carbone $t_{R(C_n)}$ en fonction de n , t_M et Δt .