

CAN 306
Techniques de séparation
Examen intra

Date : Vendredi 21 février 2014	Local : D3-2037
Heure : 13h30-15h20	
Responsable : Pedro A. Segura	Nom, Prénom :

Consignes :

- Aucune documentation n'est permise.
- L'usage de calculatrice programmable est interdit.
- La feuille d'équations est à la page 11.

Question #1	/20
Question #2	/15
Question #3	/15
Question #4	/15
Question #5	/25
Question #6	/10
Total	/100

- 1) Indiquer avec une coche (✓) quelles techniques de séparation préparatoires sont les plus appropriées pour séparer les analytes et les matrices du tableau 1. Expliquer brièvement votre choix.

Tableau 1. DA=digestion acide, SPE=extraction sur phase solide, SPME=micro-extraction sur phase solide, MSPD=dispersion de matrice en phase solide.

Analytes et matrices	DA	SPE	SPME	MSPD	Explication
Traces de bases organiques de masse molaire 200-800 g/mol dans l'eau potable					
Zn et Mn dans les tissus des plantes					
Composés organiques neutres de masse molaire 200-800 g/mol dans les tissus de poisson					
Acides organiques de masse molaire 200-800 g/mol dans les eaux usées					
Molécules organiques de masse molaire 50-400 g/mol dans un espace de tête					

CAN 306
Examen intra
Réponses

Nom, Prénom :

- 2) Calculer et expliquer les rendements obtenus durant l'extraction liquide-liquide de la base B (constante de partage=2, pK_a de son acide conjugué=4) dans 100 mL d'eau avec un solvant organique avec les conditions suivantes :
- Volume de solvant organique utilisé pour réaliser l'extraction=100 mL, pH de la solution aqueuse=3, nombre de fois que l'extraction a été réalisée=3;
 - Volume de solvant organique utilisé pour réaliser l'extraction=10 mL, pH de la solution aqueuse=6, nombre de fois que l'extraction a été réalisée=3.

CAN 306
Examen intra
Réponses

Nom, Prénom :

- 3) La sulfadiméthoxine (Figure 1) est un antimicrobien ayant deux pK_a (2.13 et 6.08). Parmi les modes d'extraction sur phase solide suivants : échange anionique, échange cationique, phase inverse, phase normale; lesquels peuvent être utilisés pour extraire cet antimicrobien de l'urine?

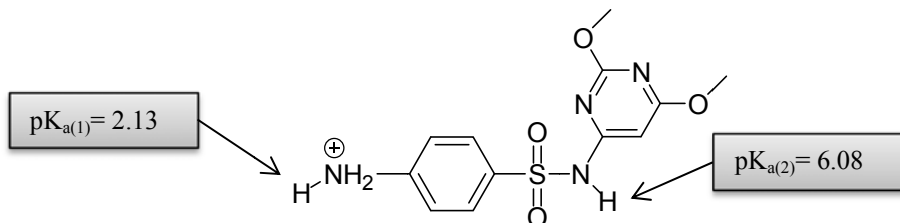


Figure 1. Structure moléculaire de la sulfadiméthoxine.

- 4) Les chromatogrammes de la figure 2 montrent l'effet de la composition de la phase mobile (%B), sur le temps de rétention du même soluté *S*. L'analyse a été réalisée avec une colonne de type C₁₈ et la phase mobile était composée d'un mélange de solvant A (H₂O) et de solvant B (méthanol).

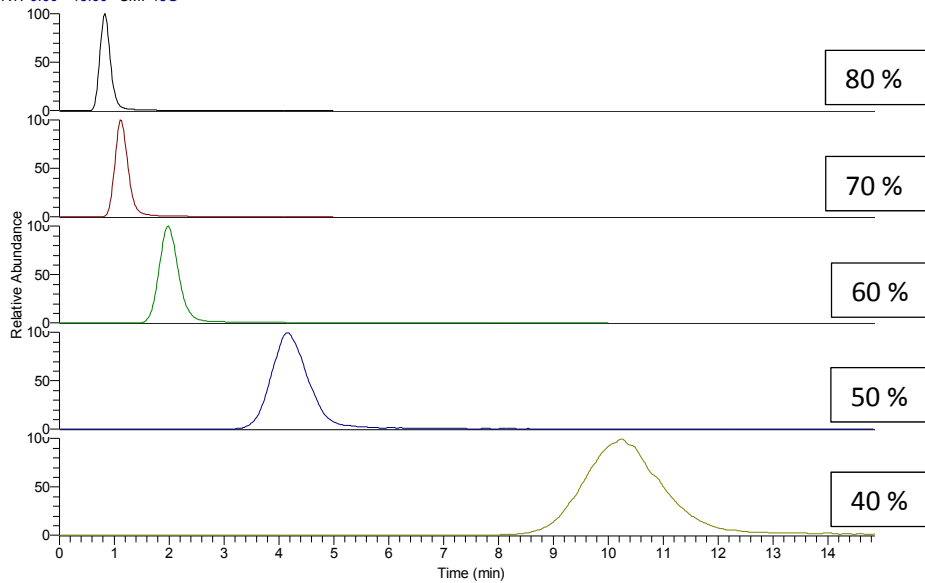


Figure 2. Chromatogrammes du soluté *S*.

- Expliquer l'effet du pourcentage de méthanol dans la phase mobile sur le temps de rétention du soluté *S*.
- Est-ce que le temps mort est le même dans ces 5 conditions? Pourquoi?

CAN 306
Examen intra
Réponses

Nom, Prénom :

- 5) Un mélange de molécules organiques a été séparé par chromatographie liquide en phase inverse (Figures 3A et 3B) utilisant deux colonnes C₁₈ de caractéristiques différentes :

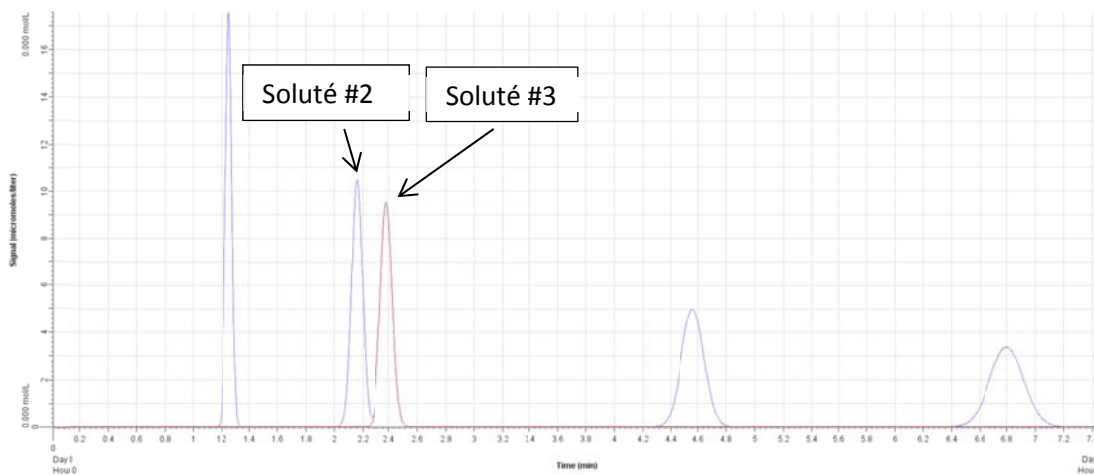


Figure 3A Conditions : pourcentage de B (méthanol) dans la phase mobile=75%; longueur de la colonne=10 cm, diamètre interne de la colonne=2.1 mm, diamètre des particules=10.0 μm , température= 25 °C. Temps mort=0.89 min; temps de rétention_(soluté #2)=2.16 min; largeur du pic à la base_(soluté #2)=0.15 min; temps de rétention_(soluté #3)=2.38 min; largeur du pic à la base_(soluté #3)=0.17 min; débit=0.25 mL/min. viscosité de la phase mobile=1.24 cP.

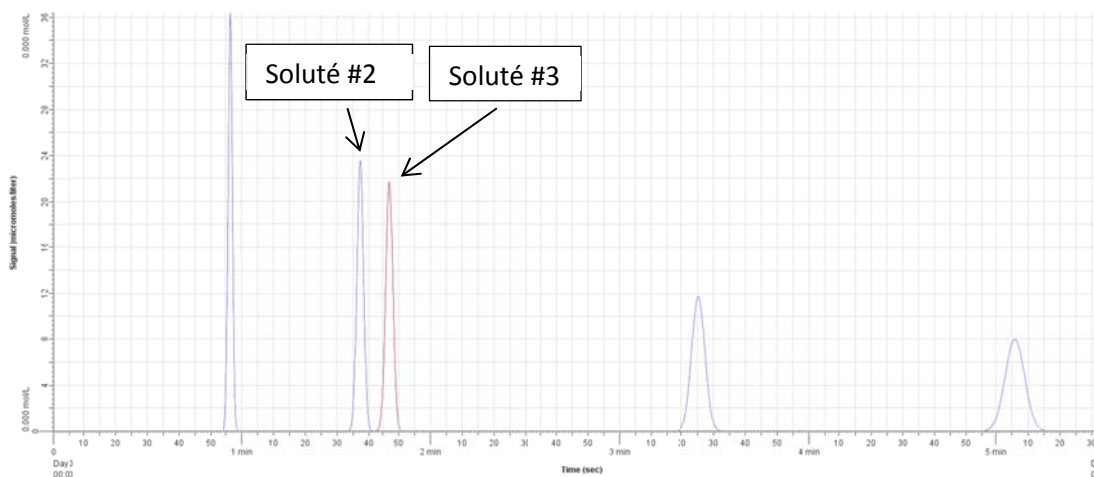


Figure 3B. Conditions : pourcentage de B (méthanol) dans la phase mobile=75%; longueur de la colonne=7.5 cm, diamètre interne de la colonne=2.1 mm, diamètre des particules=3.5 μm , température= 25 °C. Temps mort=0.67 min; temps de rétention_(soluté #2)=1.62 min; largeur du pic à la base_(soluté #2)=0.07 min; temps de rétention_(soluté #3)=1.79 min; largeur du pic à la base_(soluté #3)=0.07 min; débit=0.25 mL/min. viscosité de la phase mobile=1.24cP.

- a. Calculer la résolution des solutés #2 et #3 dans les séparations des figures 3A et 3B. Est-ce que les deux séparations sont acceptables? Expliquer.
- b. Est-ce que la sélective pour les solutés #2 et #3 augmenterait, resterait la même ou diminuerait si le pourcentage du solvant B dans la phase mobile est de 50% plutôt que de 75%? Pourquoi?
- c. Calculer la hauteur équivalente à un plateau théorique pour le soluté # 3 dans les deux séparations. Quelle colonne est la plus efficace et pourquoi?
- d. Dans quelle séparation observera-t-on la pression plus élevée? Expliquer.

CAN 306
Examen intra
Réponses

Nom, Prénom :

- 6) Dans quelles situations est-il avantageux d'utiliser un gradient de composition?
Expliquer.

CAN 306
Examen intra
Équations

$K' = \frac{[A^{x-}]^y_{résine} [E^{y-}]^x_{solution}}{[E^{y-}]^x_{résine} [A^{x-}]^y_{solution}}$	$\sigma_E^2 = \lambda L d_p$
$K_D = \frac{[A^{x-}]^y_{solide}}{[A^{x-}]^y_{solution}}$	$\sigma_L^2 = \frac{fL}{u}$
$R_i (\%) = \left[1 - \left(\frac{1}{1 + K \left(\frac{V_{org}}{V_{aq}} \right)} \right)^i \right] \times 100\%$	$\sigma_{TM}^2 = f L d_p^2 u$
<i>Note : pour un acide ou une base, K est remplacé par D_{HA} ou D_B</i>	
$D_{HA} = \frac{K[H^+]}{[H^+] + K_a}$	$u (cm/s) = L/t_0$
$D_B = \frac{K K_a}{[H^+] + K_a}$	$\sigma_{totale}^2 = \sigma_E^2 + \sigma_L^2 + \sigma_{TM}^2$
$k = \frac{t_R - t_0}{t_0} = \frac{t'_R}{t_0}$	$H = \frac{(\sigma_E^2 + \sigma_L^2 + \sigma_{TM}^2)}{L}$
$\alpha = \frac{t_{R(b)}}{t_{R(a)}} = \frac{k_b}{k_a}$	$H = A + \frac{B}{u} + Cu$
<i>Note : $\alpha \geq 1$, alors $k_b \geq k_a$</i>	
$N = 16 \left(\frac{t_R}{W} \right)^2 = 5.54 \left(\frac{t_R}{W_{1/2}} \right)^2$	$\log k = \log k_w - S\phi$
$H = \frac{L}{N}$	$\phi_t = \phi_{t=0} + \left(\frac{\Delta\phi}{t_G} \right) t$
$P \approx \frac{2500L\eta F}{d_p^2 d_c^2}$	$pK_a = pH - \log \left(\frac{[A^-]}{[HA]} \right)$
<i>Note : P en psi, L en mm, F en mL/min, η en cP, d_c en mm et d_p en μm</i>	
$A_s = B/A$	$pK_a = pH - \log \left(\frac{[B]}{[BH^+]} \right)$
$N = \frac{41.7 \left(\frac{t_R}{W_{0.1}} \right)^2}{(B/A) + 1.25}$	$k = k^0(1 - F) + k^{\pm}F$
$R_s = \left(\frac{\sqrt{N}}{4} \right) \left(\frac{k_b}{1 + k_b} \right) \left(\frac{\alpha - 1}{\alpha} \right)$	$F = \frac{1}{1 + 10^{(pK_a - pH)}}$
<i>Note : $k_b = k$ du pic le plus retenu de la paire.</i>	<i>Note : F pour un acide</i>
$R_s = \frac{2[t_{R(b)} - t_{R(a)}]}{W_a + W_b}$	$F = \frac{1}{1 + 10^{(pH - pK_a)}}$
$TF = (A + B)/2A$	<i>Note : F pour une base</i>