

Nom :

Durée : 1h.30

Prénom :

Examen : Techniques d'analyse

- 3
- 1- Vous avez un échantillon que vous voulez analyser par chromatographie, quels sont les critères que vous allez prendre en considération dans le choix du type de technique ?

Les différentes techniques sont complémentaires plutôt que concurrentes. Le choix de l'une ou l'autre dépend :

- 1. de la nature du soluté : gaz, liquide volatil, liquide peu volatil, solide, macromolécule, espèce organique, polaire, ionique,...*
- 2. du but de l'analyse : identification, contrôle de pureté, purification de produits (colonnes préparatives), suivi de réaction en continu pour optimiser des paramètres, dosages, quantification...*

- 3
- 2- Quelles sont les caractéristiques des rotors à godets mobiles ? Ensuite citez leurs inconvénients.

se réorientent lors de la centrifugation. En effet, les godets sont disposés sur des crochets ou un système à bascule. Quand la rotation du rotor débute les godets (et les tubes qu'ils contiennent), sous l'effet de la force centrifuge, se réorientent et passent en position horizontale. Les particules peuvent donc sédimenter directement dans le fond du tube sans jamais heurter les parois du tube. Elles s'accumulent dans le fond du tube à centrifuger. Le principal inconvénient de ce type de rotor est qu'il ne peut pas atteindre des vitesses très élevées comparé à l'autre. En effet, les godets en position horizontale allongent énormément le rayon du rotor, ce qui rend plus difficile de lui imprimer des vitesses de rotations élevées.

- 3
- 3- Vous avez un mélange de protéines (liquide incolore) avec des masses très proches que vous voulez caractériser, quelle technique allez-vous choisir ? Justifiez votre réponse et citez brièvement les étapes de cette technique.

Electrophorèse : SDS page (avec explication)

- 3
- 4- En utilisant la spectroscopie, comment peut-on identifier une molécule inconnue dissoute dans un solvant ?

Un spectre UV-visible comporte toujours une longueur d'onde (λ_{max}) pour laquelle l'absorbance est maximale (A_{max}). λ_{max} est une grandeur caractéristique du composé analysé. Elle peut donc permettre d'identifier l'espèce chimique en solution. Cependant des molécules proches peuvent avoir des λ_{max} très similaires. La forme du spectre a aussi son importance. Afin d'obtenir un spectre UV-visible, la solution est soumise aux rayonnements dont la longueur d'onde est

comprise dans l'intervalle 200-400 nm (domaine des ultraviolets) et dans l'intervalle 400-800 nm (domaine de la lumière visible). Pour chaque longueur d'onde, l'absorbance est mesurée et les données recueillies sont utilisées pour tracer les variations de l'absorbance (en ordonnées) en fonction de la longueur d'onde (en abscisse). Le graphique ainsi obtenu constitue un spectre UV-visible.

3- 5- Quelles sont les conditions à respecter afin d'avoir de bonnes mesures en spectroscopie ?

Afin de ne pas fausser les mesures, la cuve et le solvant choisis ne doivent pas absorber les rayonnements émis par le spectroscope. Les faces de la cuve placée dans le faisceau UV-visible doivent être parfaitement propres et exemptes de rayures. Pour un bon fonctionnement, la lampe doit être régulièrement changée. Le réseau de diffraction doit être vérifié afin de s'assurer qu'il n'y a pas un décalage entre la longueur d'onde demandée et la longueur d'onde réelle. Il faut également s'assurer qu'aucune bulle ou impureté pouvant impacter le rayonnement incident ne soit présentes.

6- D'après les informations acquises lors du TP sur la chromatographie sur couche mince (CCM), faites une comparaison avec la chromatographie sur colonne.

Chromatographie sur couche mince	Chromatographie sur colonne
<p>5</p> <ul style="list-style-type: none"> -la silice est placée sur une plaque d'aluminium . -permet la séparation des produits. -la CCM est effectuée contre la gravité. -Nécessite moins de temps. -Ne consomme pas beaucoup d'éluant. - on ne peut pas contrôler la vitesse de séparation. -l'échantillon est déposé en bas de la plaque . 	<ul style="list-style-type: none"> -la silice (gel) est placée dans une colonne. -permet la purification des produits. - La chromatographie sur colonne fonctionne sous gravité. -Nécessite beaucoup de temps. -Consomme une grande quantité d'éluant. -on peut contrôler la vitesse de séparation. -L'échantillon est déposé au sommet de la colonne