

Exercice chimie analytique

Une méthode chromatographique a été développée pour analyser trois composés présents dans des crèmes solaires. Ces trois composés ont la capacité d'absorber les rayonnements ultraviolets dans la même zone du spectre de la lumière :

- Benzophénone-3 (composé A),
- Ester isooctylique de l'acide diméthylaminobenzoïque (composé B),
- 4-tert-butyl-4'-méthoxydibenzoylméthane (composé C),

Les analyses sont réalisées par chromatographie liquide haute performance avec une détection dans l'UV à 283 nm. Le temps mort est de 0,23 min. Les temps de rétention des différents composés sont de 4,35 min, de 6,51 min et de 8,43 min et des largeurs à la base de 36 s, 40 s et 42 s pour les composés A, B et C respectivement.

Question 1

Calculer la sélectivité pour les couples A-B et B-C.

Question 2

Calculer la résolution pour les couples A-B et B-C et définissez la paire critique. La résolution est-elle suffisante pour garantir la séparation des 3 composés?

Des solutions standards constitués d'un mélange des trois composés ont été préparées dans une solution de méthanol acide aux concentrations indiquées dans le tableau suivant. 10 μ L de chaque solution standard sont injectés et les aires des pics chromatographiques suivantes ont été obtenues :

Concentration (% ; m/v)	Aire des pics (mUA /min)		
	Composé A	Composé B	Composé C
0,005	86 129	132 057	24 486
0,010	161 382	264 114	51 072
0,015	243 487	396 171	74 258
0,020	325 627	528 228	98 345

Question 3

Exprimer les concentrations des solutions standards en mg/L.

Une crème solaire est saisie par des douanes pour une suspicion de contrefaçon. Elle revendique la présence des composés A, B et C à des teneurs de 5,0 % +/- 0,1 %, 3,0 % +/- 0,1 % et 1,0% +/- 0,05 % pour les composés A, B et C respectivement. L'analyse d'un échantillon est effectuée à partir d'une pesée de 2,3450 g de crème. Cette prise d'essai est mélangée à 10 mL de méthanol en milieu acide en considérant que l'extraction des trois composés est de 100 %. Ensuite, un volume de 0,5 mL du surnageant est prélevé et introduit dans une fiole jaugée de 25 mL. Le volume est complété à 25 mL avec du méthanol acide. 10 μ L de cette solution sont injectés et 4 pics chromatographiques sont détectés.

Tr (min)	Signal
2,37	18590
6,51	367985
9,34	5232
11,83	50232

Question 4

Parmi les composés A, B et C, identifier lequel(lesquels) est(sont) présent(s) et conclure sur la conformité en composition de la crème.

Question 5

Calculer la concentration de chaque composé A, B et C exprimé en mg/L dans la solution analysée.

Question 6

Calculer la concentration de chaque composé A, B et C dans l'échantillon de crème, en exprimant le résultat en % (m/m) (g de composé/100 g d'échantillon). Conclure à la conformité en teneur pour chaque composé.

Proposition de réponse et barème

Question 1 (6 points)

$$\alpha A/B = (6,51 - 0,23) / (4,35 - 0,23) = 1,52 \quad 3 \text{ pts}$$

$$\alpha B/C = (8,43 - 0,23) / (6,51 - 0,23) = 1,31 \quad 3 \text{ pts}$$

Question 2 (8 points)

$$R_s A/B = 2 \times (6,51 - 4,35) / (36/60 + 40/60) = 3,41 \quad 3 \text{ pts (1 formule+2 AN)}$$

$$R_s B/C = 2 \times (8,43 - 6,51) / (40/60 + 42/60) = 2,81 \quad 3 \text{ pts (1 formule+2 AN)}$$

$R_s > 1,5$, séparation suffisante 1 pt

La paire critique est B/C car la résolution est la plus petite 1 pt

Question 3 (4 points)

Concentration en % (m/v) correspond à g/100mL 2 pts

Donc 50, 100, 150 et 200 mg/L 2 pts

Question 4 (6 points)

Composé B présent 2 pts

Composés A et C non présents 2 pts

Non conforme 2 pts

Question 5 (6 points)

Composé B : droite de régression proportionnelle $y = 264114 x$ 2 pts

Pour signal = 367985 on a une concentration de 139 mg/L 2 pts

Composés A et C = 0 mg/L 2 pts

Question 6 (10 points)

Teneur des composés A et C = 0% - non conforme 2 pts

Teneur du composé B

Soit Q_0 , la quantité de composé B dans 2,3450 g d'échantillon

$$Q_0 = (139 \times 25 / 1000) \times 10 / 0,5$$

Donc $Q_0 = 69,5$ mg de composé B dans 2,3450 g d'échantillon

Soit 29,64 g de composé B pour 1 g d'échantillon

Soit 2,964g de composé B pour 100 g d'échantillon, soit 2,96% (m/m) 6 pts

Composé B conforme sur la teneur car dans l'intervalle [2,90% - 3,10%] 2pts