

Correction colle internat Chimie analytique

10 septembre

Pour contrôler une solution buvable de Nifedipine, dosée à 50 mg/10 mL, des analyses par chromatographie liquide haute performance avec étalon interne sont réalisées.

Préparation de la solution à examiner : Introduire 1 mL de solution buvable dans une fiole jaugée de 100 mL et compléter avec de l'eau pour préparation injectable. Diluer de nouveau au 1/50. Prélever 1 mL de cette solution diluée et introduire 2 μ L d'une solution d'étalon interne à 0,5 μ g/mL (le volume de solution ajouté est considéré comme nul).

Préparation de la solution standard : A partir d'une solution de référence en nifédipine à 1,2 μ g/mL, prélever 1 mL de cette solution et introduire 2 μ L d'une solution d'étalon interne à 0,5 μ g/mL (le volume de solution ajouté est considéré comme nul).

Analyse des solutions standard et à examiner : Injecter 20 μL de solution dans la boucle de 50 μL . Après intégration des pics du chromatogramme, on mesure l'aire des pics chromatographiques (AUC), les temps de rétention (T_r) et la largeur à la base (ω) pour les pics de la nifédipine et de l'étalon interne.

		T_r (min)	ω (sec)	AUC (mAU)
Solution à examiner	Nifédipine	4,4	12	3200
	Etalon interne	5,55	15	3100
Solution standard	Nifédipine	4,4	12	3420
	Etalon interne	5,55	15	3000

1) Calculer l'efficacité de la colonne et la résolution entre les deux pics. (10 points)

Efficacité :

$$N = 16 \times \left(\frac{tr}{\omega} \right)^2$$

AN : Les deux réponses sont acceptées

– A partir du pic de nifédipine : $N = 16 \times \left(\frac{4,4 \times 60}{12} \right)^2 = 7744$

– A partir du pic de nifédipine : $N = 16 \times \left(\frac{5,55 \times 60}{15} \right)^2 = 7885$

2 points formule
2 points pour l'AN
1 point pour la valeur

Résolution :

$$R_s = 2 \times \left(\frac{tr_B - tr_A}{\omega_A + \omega_B} \right)^2$$

AN : $R_s = 2 \times \left(\frac{5,55 \times 60 - 4,4 \times 60}{12 + 15} \right) = 5,1$

2 points formule
2 points pour l'AN
1 point pour la valeur

2) Calculer la durée minimale de l'analyse (en minutes) permettant l'élution totale des deux composés. (5 points)

Durée minimale :

$$T_{\min} = t_r B + 2 \times \omega$$

$$T_{\min} = 5,55 \times 60 + 2 \times 15$$

$$T_{\min} = 363 \text{ secondes soit } 6,05 \text{ min}$$

2 points formule
2 points pour l'AN
1 point pour la valeur

3) Calculer la concentration en étalon interne dans la solution à examiner en $\mu\text{g/mL}$. (5 points)

$$C_{EI} = \frac{n_{EI} \text{ introduit}}{V_{total}} = \frac{C_{EI} \text{ solution mère} \times V_{EI} \text{ solution mère}}{V_{total}}$$

$$\text{AN : } C_{EI} = \frac{0,5 \times 2 \cdot 10^{-3}}{1} = 0,001 \text{ mg/mL}$$

$$\text{Soit } C_{EI} = 1 \mu\text{g/mL}$$



2 points formule
2 points pour l'AN
1 point pour la valeur

4) En considérant le rapport des signaux nifédipine/étalon interne proportionnel au rapport des concentrations, calculer la concentration de la nifédipine dans la solution à examiner en $\mu\text{g/mL}$. (5 points)

Sachant le rapport des signaux proportionnel au rapport des concentrations:

$$\frac{AUC_{\text{nifédipine}}}{AUC_{EI}} = f\left(\frac{C_{\text{nifédipine}}}{C_{EI}}\right)$$

Sachant c_x est la concentration de nifédipine dans la solution à examiner :

Solution à examiner	3200/3100		$c_x/1$
Solution standard	3420/3000		1,2/1

$$\frac{3200}{3100} \times \frac{1,2}{1} = \frac{3420}{3000} \times \frac{C_x}{1}$$

$$\text{Donc } C_x = \frac{3200}{3100} \times \frac{3000}{3420} \times \frac{1,2}{1} \times 1 = 1,08 \mu\text{g/mL}$$

2 points pour la méthode
2 points pour l'AN
1 point pour la valeur

6) En déduire la concentration de la nifédipine de la solution buvable, exprimée en mg/10 mL et en déduire l'erreur relative (%). Les spécifications étant de +/-10%, conclure sur la conformité de la préparation. (15 points)

En tenant compte des dilutions réalisées pour préparer la solution à examiner : dilution au 1/100 puis 1/50

La concentration en nifédipine dans la solution buvable C_o est :

$$C_o = 1,08 \times 100 \times 50 = 5\,433 \mu\text{g/mL}$$

$$\text{Soit } C_o = 54,33 \text{ mg/10 mL}$$

2 points pour la méthode

2 points pour l'AN

1 point pour la valeur

Erreur relative :

$$\text{ER (\%)} = \frac{C_{\text{calculée}} - C_{\text{théo}}}{C_{\text{théo}}} \times 100 = \frac{54,33 - 50}{50} \times 100 = 8,7\%$$

2 points pour la méthode

2 points pour l'AN

1 point pour la valeur

ER (%) de 8,7 % étant compris dans les spécifications de +/- 10%

La solution buvable est conforme.

5 points