***CLHP:* Séparation d’acide salicylique et d’acide acétylsalicylique**

**(Appareil No )**

|  |  |
| --- | --- |
| NOM  Prénom : | date : |
| NOM  Prénom : | GROUPE : |
| Enseignant : |  |

1. **recherche des conditions de séparation**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Phase mobile**  **Composition** | **Débit**  **(mL/min)** | **Pression**  **(bar)** | **Pic** | **Solution**  **NaNO3** | **Solution témoin b** | |
| Pic 1 | Pic2 |
|  |  |  | Temps de rétention |  |  |  |
| Largeur à mi-hauteur |  |  |  |
| Facteur de rétention |  |  |  |
| Résolution |  |  | |
|  |  |  | Temps de rétention |  |  |  |
| Largeur à mi-hauteur |  |  |  |
| Facteur de rétention |  |  |  |
| Résolution |  |  | |
|  |  |  | Temps de rétention |  |  |  |
| Largeur à mi-hauteur |  |  |  |
| Facteur de rétention |  |  |  |
| Résolution |  |  | |

Définir le temps mort (t0). Quel est l’effet de la composition de la phase mobile sur le t0 ? Pourquoi ?

Quelle formule est utilisée pour calculer la résolution ?

Indiquer quelles sont les conditions retenues pour la séparation. Pourquoi ?

1. **commentaires sur la loi de darcy**

Est-ce que les résultats obtenus sont en accord avec la loi de Darcy (variation de la pression en fonction de la viscosité et du débit)?

1. **identification**

En vous basant sur vos manipulations répondre à la question : l’acide acétylsalicylique est-il le pic 1 ou le pic 2 ?

1. **Essai limite**

En se basant sur les protocoles de préparation décrits dans la pharmacopée européenne (annexe III), calculez les concentrations des solutions :

- solution à examiner :

- solution témoin a :

A partir des chromatogrammes obtenus, remplir le tableau suivant :

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
|  | **tr acide salicylique** | **Aire acide salicylique** |
| **Solution témoin a** |  |  |
| **Solution à examiner** |  |  |

**Acide salicylique :** aire solution à examiner / aire solution témoin a =

Donnez la spécification de la pharmacopée concernant la teneur en acide salicylique :

D’après vos résultats, est-ce que le lot de matière première testée (solution à examiner) est conforme ?

1. **Quantification**

Quelle est la concentration d’acide salicylique dans la **solution à examiner ?**