

Métodos cromatográficos

Examen, 9 febrero 2005

Nombre:.....

El examen consta de 6 preguntas y 4 problemas con un valor total de 10 puntos (1 cada cuestión). Se han de contestar y resolver en el espacio correspondiente.

1. Técnicas de separación

a) Sitúa las Técnicas de Separación dentro del Proceso Analítico.

b) Extracción líquido-líquido. Define coeficiente de distribución.

c) Intercambio iónico. ¿De qué depende que una resina se hinche más o menos, y como afecta este fenómeno desde un punto de vista analítico?

2. Parámetros básicos en cromatografía. Estimación experimental utilizando un cromatógrafo de gases equipado con un detector de ionización de llama (FID).

a) Tiempo muerto

b) Factor de capacidad

c) Altura de plato teórico

c) Resolución

3. Cromatografía de gases.

a) Detector de captura electrónica (ECD): principios básicos, características y principales aplicaciones.

b) ¿Cuales son, hoy en días, las principales fases estacionarias y los criterios básicos de elección?.

(suponer columna capilar)

4. Cromatografía líquida de alta resolución.

a) Analizamos una misma muestra con tres columnas. Suponiendo que todos los demás parámetros se mantienen constantes y que solo varia el tamaño de partícula, 10, 5 y 3 μm respectivamente, ¿como variarán el tiempo de retención y la anchura de pico? ¿por qué?

b) Justifica por qué su acoplamiento a un detector de masas es mucho más complejo que en el caso de la cromatografía de gases.

c) ¿Cual es el objetivo de hacer “un gradiente de elución”?

5 Electroforesis capilar:

a) ¿Qué es el flujo electrosmótico?

b) ¿Cómo se aplica al análisis de compuestos quirales?

c) ¿Cual es el mecanismo de separación en la Cromatografía Electrocínética Capilar Micelar (MEKC)

a) En la cromatografía de exclusión molecular, la representación del $\log(\text{masa molecular})$ frente al tiempo de retención tiene una forma de “ZETA” (extremos casi verticales y tramo central rectilíneo, de pendiente negativa). Justifícalo.

b) ¿Que se quiere significar por “cromatografía en capa fina bidimensional”?

7. El coeficiente de partición del I_2 entre CHCl_3 y H_2O es 132. a) ¿Qué porcentaje del I_2 disuelto en 100 ml de agua permanecerá en fase acuosa si se extrae una única vez con 50 mL de CHCl_3 ? b) ¿Cual será ese porcentaje si la extracción se realiza sucesivamente con 5 porciones de 10 mL de CHCl_3 ?

8. Bohman y colaboradores describieron un procedimiento de HPLC de fase inversa para el análisis cuantitativo de vitamina A en los alimentos, utilizando el método de adiciones de patrón. En un ejemplo típico, se colocó una muestra de 10,067 g. de cereales en un matraz erlenmeyer de 250 mL. junto con 1 g. de ascorbato sódico, 40 mL. de etanol y 10 mL. de KOH al 50% p/v. Tras refluir durante 330 minutos, se añadieron 60 mL. de etanol y se enfrió la disolución a temperatura ambiente. La vitamina A se extrajo usando tres porciones de 100 mL. de hexano. Las porciones combinadas de hexano se evaporaron y el residuo con la vitamina A se transfirió a un matraz volumétrico de 5 mL. y se enrasó con metanol. Se preparó una adición de patrón de la misma forma, usando una muestra de 9,093 g. de cereal y añadiendo 0,200 mg. de vitamina A. La inyección de la muestra y la adición de patrón en el HPLC produjo áreas de pico de $6,77 \times 10^3$ y $1,32 \times 10^4$, respectivamente. Calcular el contenido en vitamina A de la muestra en $\mu\text{g/g}$ de cereal.

9. Se analiza una mezcla de metilciclohexano y metilciclohexeno mediante cromatografía de gases con una columna rellena de 40 cm, obteniendo los siguientes datos

Compuesto	t_r , min	w, min
aire	1.9	--
metilciclohexano	10.0	0.76
metilciclohexeno	10.9	0.82

¿cuantos platos se necesitarían para obtener una resolución de 1.5?

10. Describe e interpreta los cromatogramas siguientes. ¿Como continuarías para conseguir una correcta resolución de la mezcla? ¿por qué se ajusta el pH a 3.5?