

MÈTODES CROMATOGRÀFICS LLICENCIATURA DE QUÍMICA**EXAMEN FINAL 2a convocatòria 2on semestre Curs 2005-2006****Nom: COGNOMS:**

1. La taula següent mostra els coeficients de selectivitat d'una resina sulfònica Dowex-50 en forma de H^+ i amb un índex d'entrecreuament de 8, pels cations alcalins. Aquesta resina està formada pel copolímer poliestirè-divinilbenzè.

cations	Li^+	Na^+	K^+	Rb^+	Cs^+
coeficient de selectivitat	0.79	1.56	2.28	2.49	2.56

Respon, breument, a les següents qüestions: **[1 punt]**

- a) Defineix el concepte de coeficient de selectivitat d'una resina.
- b) Calcula el coeficient de selectivitat del següent procés d'intercanvi:
- $$RSO_3^- K^+_{(r)} + Cs^+_{(d)} = RSO_3^- Cs^+_{(r)} + K^+_{(d)}$$
- c) Què és l'índex d'entrecreuament d'una resina? Com afecta l'índex d'entrecreuament a la capacitat d'inflament d'una resina?
2. Descriu el fonament del detector d'ionització de flama (FID). Compara aquest detector amb un altra detector emprat habitualment en un cromatògraf de gasos, tot indicant els avantatges i desavantatges del FID. **[1 punt]**
3. Per quins motius es realitza una derivatització en cromatografia de gasos? **[1 punt]**
4. Explica què és l'índex de Kovats. Per què serveix? **[0.75 punts]**
5. En què consisteix la cromatografia líquida d'adsorció? Comenta el tipus de fase estacionària i fase mòbil que utilitza. En quins tipus de compostos s'aplica aquesta cromatografia? **[0.75 punts]**
6. Tenim una mostra "A" formada per n-hexà, metanol i benzè i una mostra "B" formada per acetat d'etil, dietilèter i nitrometà. Indica, i raona, quin serà l'ordre d'elució dels compostos (en cada mostra) si fem una cromatografia líquid-líquid en fase normal. **[1 punt]**
7. Fes un esquema d'un instrument de cromatografia de fluids supercrítics (SFC), i anomena les diferents parts. Quins avantatges té la SFC en comparar-la amb la cromatografia de gasos? I en comparar-la amb la cromatografia líquida d'alta resolució? **[1 punt]**
8. S'injecten 2 μL d'una mescla de benzè (B) i toluè (T) en un cromatògraf de gasos i s'obtenen els següents temps de retenció ajustats: $(t'_R)_B = 1.2 \text{ min}$ i $(t'_R)_T = 2.5 \text{ min}$.
Calcula:
- El factor de selectivitat.
 - El temps mort, si el cabal de la fase mòbil és de 3.0 mL/min i el volum de la columna de 750 μL .
 - Per una resolució de 0.95 y suposant que l'amplada en la base del pic toluè fos el doble que la del benzè ¿quins són els valors d'amplada de pic en la base per a cada solut?
 - La resolució obtinguda si la columna té 125 plats teòrics.
 - Indica si existeix solapament entre pics en l'apartat "d" **[1 punt]**

9. Volem separar una mostra que conté 4 compostos mitjançant HPLC de fase inversa i disposem de dues fases mòbils:

Fase mòbil 1: tetrahidrofur:aigua 30% en volum de tetrahidrofurà

Fase mòbil 2: metanol:aigua 40% en volum de metanol

- Quina fase mòbil té una força solvent més alta (major força eluotròpica)?
- Amb quina fase mòbil aconseguirem factors de retenció més baixos?
- Si amb la fase mòbil triada a l'apartat "b" dos dels compostos tenen factors de retenció acceptables (suposem entre 1 i 5), però no presenten bona resolució entre sí, ¿quina modificació faries en la fase mòbil? Raona-ho. [0.75 punts]

Dades: TAULA: força solvent en fase normal (P') i en fase inversa (S_i)

	P'	S _i
n-hexà	0.1	
tetraclorur de carboni	1.6	
isopropilèter	2.4	
toluè	2.4	
dietilèter	2.8	
tetrahidrofurà	4.0	4.4
cloroform	4.1	
etanol	4.3	3.6
acetat d'etil	4.4	
dioxà	4.8	3.5
metanol	5.1	3.0
acetonitril	5.8	3.1
nitrometà	6.0	
etilenglicol	6.9	
aigua	10.2	0

10. Un àcid HA es distribueix entre cloroform i aigua en funció del pH. Calcula el nombre d'extraccions successives necessàries per extreure el 99.9 % d'aquest àcid d'una dissolució clorofòrmica, si utilitzem dissolucions aquoses de pH=4, i el volum de dissolució aquosa que es fa servir és sempre el 20% del volum total de la dissolució que es vol extreure. [1 punt]

Dades. HA $K_D = 100$ $K_a = 10^{-4}$

11. La cafeïna present en comprimits analgèsics es pot determinar mitjançant HPLC. Es preparen un conjunt de dissolucions patró de cafeïna i s'injecten 10 µl en el cromatògraf emprant una vàlvula d'injecció. Els resultats obtinguts es mostren en la següent taula: [0.75 punts]

Concentració de cafeïna (mg/l)	Senyal (unitats arbitràries)
50.0	8354
100.0	16925
150.0	25218
200.0	33584
250.0	42002

Posteriorment, es col·loca un comprimit analgèsic en un vas de precipitats i s'hi afegeix 10 ml de metanol. Una vegada dissolt l'analit, es transfereix quantitativament tota la dissolució a un matràs de 25 ml i s'enrasa amb metanol. A continuació es filtra la mostra i una al·lquota de 1.00 ml es transfereix a un matràs volumètric de 10 ml, que s'enrasa amb metanol. En injectar 10 µl d'aquesta dissolució en el cromatògraf, obtenim un senyal de 21469 per la cafeïna. Calcula

quants mil·ligrams de cafeïna conté el comprimit analgèsic.