EXTRAKCE:

Př. 1

Distribuční poměr jodu mezi vodu a sirouhlík je *D*c = 588. Kolikrát je třeba protřepat 1 litr nasyceného roztoku jodu ve vodě vždy čerstvým podílem 50 ml sirouhlíku, aby výsledná koncentrace jodu ve vodě byla 1 mg.l-1? Rozpustnost jodu ve vodě je při dané teplotě 0,30 g.l-1.

CHROMATOGRAFIE:

Př. 2

Směs cyklohexanu (složka A) a heptanu (složka B) byla dělena plynovou chromatografií na koloně délky L = 2,50 m. Byly zjištěny retenční vzdálenosti dr,A=8,30 cm, dr,B=9,10 cm a šířky píků na úrovni nulové linie YA = 0,94 cm, YB = 1,06 cm. Vzdálenost nezadržované složky byla dM=1,60 cm.

Vypočítejte:

a) rozlišení složek A a B podle obou existujících rovnic,

b) Jak dlouhá by musela být kolona, aby rozlišení bylo 1,00 (ostatní podmínky jsou nezměněny).

Př. 3

Plynovou chromatografií byla na koloně 110 cm analyzována směs esterů a byly zjištěny následující hodnoty retenčních časů tR (min) a šířek píků na úrovni nulové linie Yt (min).

Vypočítejte

1. hodnoty kapacitních poměrů pro tři estery
2. počet pater (průměr) a výšku teoretického patra
3. hodnoty separačních faktorů pro sousední dvojice píků
4. rozlišení pro obě sousedící dvojice píků

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | Složka | tR (min) | Yt (min) |
|  | Vzduch | 0,3 | - |
| 1 | Methylacetát | 1,98 | 0,19 |
| 2 | Methylpropionát | 4,16 | 0,39 |
| 3 | methylbutyrát | 7,93 | 0,79 |

Př. 4

Směs složená z nerozvětvených alkanů C15 (tR = 7,4 min), C16 (tR = 11,0 min), C17 (tR = 17,4 min)
a ze vzorku obsahujícího tři deriváty naftalenu (tR: 8,6; 13,5; 15,4 min). Separace byla provedena
na kapilární koloně o délce 50 m a vnitřním průměru 0,2 mm se stacionární fází polyfenyletherem
při 180 °C; mrtvý retenční čas byl 2,0 min. Z hodnot retenčních časů vypočtěte pro složky 1, 2 a 3 retenční indexy a identifikujte je na základě dat v tabulce.

|  |  |
| --- | --- |
| látka | I |
| Naftalen | 1539 |
| 2-methylnaftalen | 1646 |
| 1-methylnaftalen | 1674 |

|  |  |
| --- | --- |
| látka | I |
| 2,6-dimethylnaftalen | 1749 |
| 1,6-dimethylnaftalen | 1764 |
| 2,3-dimethylnaftalen | 1800 |

Př. 5

Směs obsahující methanol, ethanol, butanol a další dvě neznámé složky byla analyzována
na plynovém chromatografu. Na chromatogramu byly odečteny eluční vzdálenosti jednotlivých píků; eluční vzdálenost neabsorbované složky byla 0,5 cm. Jestliže první a druhý pík náleží methanolu
a ethanolu, zjistěte, zda všechny složky jsou nerozvětvené primární alkoholy
a v kladném případě které?

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| pík | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| dR, cm | 2,0 | 2,7 | 4,0 | 5,2 | 7,4 |

Př. 6

Plynovou chromatografií s kapilární kolonou (25 m, i.d. 0,32 mm) s nepolární stacionární fází ND5 byl analyzován obsah p-xylenu v technické směsi aromatických uhlovodíků. Jako vnitřní standard byl použit toluen. Analýza kalibračního roztoku obsahujícího 16,9 mg *p*-xylenu a 18,7 mg toluenu v 1 ml hexanu byla dvakrát opakována a zjištěné plochy píků jsou v tabulce. Roztok se vzorkem byl tvořen 18,6 mg vzorku technické směsi, 17,0 mg toluenu a 1 ml hexanu. Analýza byla opět provedena dvakrát, výsledky jsou v tabulce. Vypočítejte obsah p-xylenu ve vzorku v hmotnostních procentech.

|  |
| --- |
| Plocha píku (kalibrace) |
| p-xylen | toluen |
| 24898 | 26877 |
| 21443 | 22797 |

|  |
| --- |
| Plocha píku (analýza) |
| p-xylen | toluen |
| 13797 | 19679 |
| 17143 | 24450 |

Př. 7

Při stanovení benzo[a]pyrenu v elektrárenském popílku byl extrakt ze vzorku popílku analyzován kapalinovou chromatografií s UV detekcí (254 nm). Jako vnitřní standard byl benzo[b]chrysen. Ke 2 ml extraktu bylo přidáno 200 μl standardního roztoku benzo[b] chrysenu v hexanu o koncentraci
50 mg.ml-1. K analýze bylo dávkováno 20 μl připravené směsi vzorku a vnitřního standardu. Plocha píku benzo[a]pyrenu byla 3,21 mV.s, plocha píku benzo[b] chrysen 1,83 mV.s. Kolik miligramů benzo[a]pyrenu obsahuje 1 ml extraktu?

Molární absorpční koeficienty při 254 nm: εb[a]p= 3,98.104 l.mol.cm-1, εb[b]p= 2,45.104 l.mol.cm-1.
Molární hmotnosti: Mb[a]p=252,3 g.mol-1, Mb[b]c=278,4 g.mol-1