

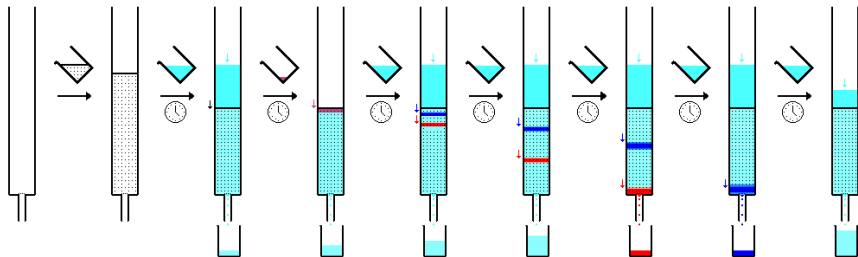
# Cvičení z analytické chemie

Tereza Uhlíková

April 23, 2025

# Chromatografie

separace látek na základě různé přilnavosti ke stacionární fázi



# Chromatografie

Distribuční konstanta  $K_D = \frac{[A]_{\text{mob}}}{[A]_{\text{stac}}}$

Retenční čas - doba, kterou potřebovala daná látka k průchodu od nástřikového zařízení k detektoru  $t'_R = t_R - t_M$

Retenční faktor (kapacitní poměr)  $k = \frac{t_R - t_M}{t_M} = \frac{t'_R}{t_M}$

Retenční objem  $V_R = t_R \cdot F_M$ , kde  $F_M$  je průtok mobilní fáze

Počet pater (=účinnost kolony)  $N = 16 \left( \frac{t_R}{W_b} \right)^2 = 5,54 \left( \frac{t_R}{W_{\frac{h}{2}}} \right)^2$

$W$  – šířka píku:  $b$  – u základny;  $\frac{h}{2}$  – v polovině výšky píku

Výška patra  $H = \frac{L}{N}$ ,  $L$  – délka kolony

# Chromatografie

Separační faktor, nebo retenční poměr

$$\alpha = \frac{K_{D,2}}{K_{D,1}} = \frac{k_2}{k_1} = \frac{t'_{R,2}}{t'_{R,1}}$$

Rozlišení a) odečtením z experimentálně naměřeného chromatogramu

$$R_S = \frac{t_{R,2} - t_{R,1}}{0,5 \cdot (W_{b,2} + W_{b,1})}$$

b) odvozený teoretický vztah

$$R_S = \frac{\sqrt{N}}{4} \cdot \frac{\alpha - 1}{\alpha} \cdot \frac{k_2}{k_2 + 1}$$

Výsledky rozlišení z obou vztahů se mohou mírně lišit.

Retenční index

$$I = 100 \left[ z + \frac{\log t'_R(A) - \log t'_R(z)}{\log t'_R(z+1) - \log t'_R(z)} \right]$$

# Příklad 1

Kapalinovou chromatografií byly na koloně délky  $L = 30$  cm (kolona 1) pro látky A a B zjištěny retenční časy  $t_R(A) = 16,4$  min a  $t_R(B) = 17,6$  min. Za stejných podmínek byl zjištěn retenční čas nezadržované složky  $t_M = 1,30$  min. Šířky píků na základně byly  $W_b(A) = 1,11$  min a  $W_b(B) = 1,12$  min.

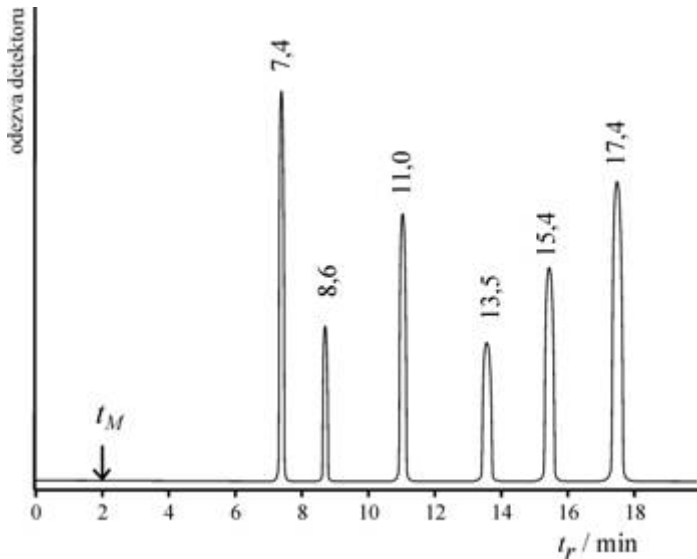
Vypočítejte:

- počet pater  $N$  pro obě složky a průměrnou hodnotu,
- výšku patra  $H$ ,
- rozlišení složek A a B (ze vztahu uvažujícího počet pater),
- délku kolony 2 potřebou k dosažení rozlišení  $R_S = 1,5$ ,
- čas potřebný k eluci látky B na koloně 2.

[3722; 0,081; 1,076; 62; 36,37]

## Příklad 2

Na obr. je uveden chromatogram směsi složené z nerozvětvených alkanů



## Příklad 2

Na obr. je uveden chromatogram směsi složené z nerozvětvených alkanů  $C_{15}$  ( $t_R = 7,4$  min),  $C_{16}$  ( $t_R = 11,0$  min) a  $C_{17}$  ( $t_R = 17,4$  min) a ze vzorku obsahujícího tři deriváty naftalenu ( $t_R$ : 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 odečtených na chromatogramu vypočítejte pro složky 1, 2 a 3 retenční indexy a identifikujte tyto složky na základě dat v tabulce.

| látka            | $I$  | látka                | $I$  |
|------------------|------|----------------------|------|
| naftalen         | 1539 | 2,6-dimethylnaftalen | 1749 |
| 2-methylnaftalen | 1646 | 1,6-dimethylnaftalen | 1764 |
| 1-methylnaftalen | 1674 | 2,3-dimethylnaftalen | 1800 |

[naftalen 2-methylnaftalen; 1-methylnaftalen]

## Příklad 3

Směs obsahující metanol, etanol a další neznámou složku byla analyzována na plynovém chromatografu s kolonou plněnou Inertonem s 3% (m/m) Carbowaxu 400 při teplotě 80 °C a průtoku nosného plynu 20 ml/min. Na chromatogramu byly odečteny retenční časy ( $t_R$ ) a šířky píků u základny ( $W$ ).

|             | nezadrž.složka | metanol | etanol | neznámá složka |
|-------------|----------------|---------|--------|----------------|
| $t_R$ (min) | 0,50           | 2,00    | 2,70   | 5,23           |
| $W$ (min)   |                | 0,43    | 0,68   | 0,56           |

- Určete, s jakým rozlišením byly metanol a etanol separovány.
- Určete jejich separační faktor.
- Zjistěte, zda neznámá složka je nerozvětvený primární alkohol obsahující 4 uhlíky.

(Nápověda: logaritmus redukovaného retenčního času látky je úměrný počtu atomů uhlíku  $z$ , tedy  $\log t'_R = a + bz$ , kde  $a$  a  $b$  jsou konstanty).

[1,216; 1,467; ano]