

ΕΡΩΤΗΣΕΙΣ ΚΑΙ ΠΡΟΒΛΗΜΑΤΑ ΚΕΦΑΛΑΙΟΥ 26

26Z ΕΡΩΤΗΣΕΙΣ ΚΑΙ ΠΡΟΒΛΗΜΑΤΑ

- 26-1** Να ορισθούν τα ακόλουθα:
- | | |
|------------------------------|------------------------------------|
| (α) έκλυση | (ζ) παράγοντας εκλεκτικότητας |
| (β) κινητή φάση | (η) ύψος πλάκας |
| (γ) στατική φάση | (θ) διαμήκης διάχυση |
| (δ) σταθερά κατανομής | (ι) διάχυση περιδίνησης |
| (ε) χρόνος κατακράτησης | (ια) διαχωριστική ικανότητα στήλης |
| (στ) παράγοντας κατακράτησης | (ιβ) υγρό έκλυσης |
- 26-2** Να περιγραφεί το πρόβλημα της συνολικής έκλυσης.
- 26-3** Ποιες μεταβλητές οδηγούν στη διεύρυνση των ζωνών;
- 26-4** Ποια είναι η διαφορά μεταξύ των χρωματογραφιών αερίου-υγρού και υγρού-υγρού;
- 26-5** Ποια είναι η διαφορά μεταξύ των χρωματογραφιών υγρού-υγρού και υγρού-στερεού;
- 26-6** Ποιες μεταβλητές είναι πιθανόν να επηρεάσουν την τιμή α για ένα ζεύγος αναλυτών;
- 26-7** Πώς μπορεί να ρυθμισθεί ο παράγοντας κατακράτησης μιας ουσίας;
- 26-8** Περιγράψτε μια μέθοδο για τον προσδιορισμό του αριθμού των πλακών μιας στήλης.
- 26-9** Ποια είναι η επίδραση της διακύμανσης της θερμοκρασίας στα χρωματογραφήματα;
- 26-10** Γιατί το ελάχιστο σε ένα διάγραμμα ύψους πλάκας-ταχύτητας ροής εμφανίζεται σε χαμηλότερες ταχύτητες ροής στην υδροχρωματογραφία σε σχέση με την αεριοχρωματογραφία;
- 26-11** Τί είναι η βαθμιδωτή έκλυση;
- 26-12** Για μια στήλη υδροχρωματογραφίας είναι γνωστά τα ακόλουθα δεδομένα:
- | | |
|-------------------------|--------------|
| μήκος πληρωμένης στήλης | 25,7 cm |
| ταχύτητα ροής | 0,313 mL/min |
| V_M | 1,37 mL |
| V_S | 0,164 mL |

Ένα χρωματογράφημα μίγματος των ουσιών A, B, C και D παρέχει τα ακόλουθα δεδομένα:

Ουσία	Χρόνος κατακράτησης, min	Εύρος βάσης κορυφής (W), min
Μη κατακρατούμενη	3,1	–
A	5,4	0,41
B	13,3	1,07
C	14,1	1,16
D	21,6	1,72

Να υπολογισθούν:

- (α) Ο αριθμός των πλακών από κάθε κορυφή.
- (β) Η μέση τιμή και η τυπική απόκλιση του N .
- (γ) Το ύψος πλάκας της στήλης.
- 26-13** Από τα δεδομένα του Προβλήματος 26-12 να υπολογισθούν για κάθε ουσία (A, B, C και D):

- (α) Ο παράγοντας κατακράτησης.
 (β) Η σταθερά κατανομής.
- 26-14** Από τα δεδομένα του Προβλήματος 26-12 να υπολογισθούν για τις ουσίες B και C:
 (α) Η διαχωριστική ικανότητα.
 (β) Ο συντελεστής εκλεκτικότητας.
 (γ) Το απαιτούμενο μήκος στήλης για επίτευξη διαχωριστικής ικανότητας ίσης προς 1,5.
 (δ) Ο απαιτούμενος χρόνος για τον διαχωρισμό των B και C με διαχωριστική ικανότητα ίση προς 1,5.
- 26-15** Από τα δεδομένα του Προβλήματος 26-12 για τις ουσίες C και D, να υπολογισθούν:
 (α) Η διαχωριστική ικανότητα.
 (β) Το απαιτούμενο μήκος στήλης για επίτευξη διαχωριστικής ικανότητας ίσης προς 1,5.
- 26-16** Τα ακόλουθα δεδομένα ελήφθησαν με χρωματογραφία αερίου-υγρού με μια πληρωμένη στήλη μήκους 40 cm:

Ουσία	t_R , min	$W_{1/2}$, min
Αέρας	1,9	–
Μεθυλοκυκλοεξάνιο	10,0	0,76
Μεθυλοκυκλοεξένιο	10,9	0,82
Τολουόλιο	13,4	1,06

Να υπολογισθούν:

- (α) Ο μέσος αριθμός θεωρητικών πλακών από τα δεδομένα.
 (β) Η τυπική απόκλιση του μέσου αριθμού του (α).
 (γ) Το μέσος ύψος πλάκας της στήλης.
- 26-17** Από τα δεδομένα του Προβλήματος 26-16 να υπολογισθεί η διαχωριστική ικανότητα για τα:
 (α) Μεθυλοκυκλοεξένιο και μεθυλοκυκλοεξάνιο.
 (β) Μεθυλοκυκλοεξένιο και τολουόλιο.
 (γ) Μεθυλοκυκλοεξάνιο και τολουόλιο.
- 26-18** Εάν ήταν επιθυμητή μια διαχωριστική ικανότητα ίση προς 1,5 για τη διάκριση μεθυλοκυκλοεξανίου και μεθυλοκυκλοεξένιου (Πρόβλημα 26-16),
 (α) Πόσες πλάκες θα χρειαζόνταν;
 (β) Ποιο θα έπρεπε να είναι το μήκος της στήλης εάν γινόταν χρήση του ίδιου υλικού πλήρωσης;
 (γ) Ποιος θα ήταν ο χρόνος κατακράτησης για το μεθυλοκυκλοεξένιο για τη στήλη του Προβλήματος 26-16β;
- 26-19** Εάν οι τιμές των V_S και V_M για τη στήλη του Προβλήματος 26-16 ήσαν 19,6 και 62,6 mL, αντίστοιχα, και η μη κατακρατούμενη κορυφή αέρα εμφανιζόταν μετά από 1,9 min, να υπολογισθούν:
 (α) Ο παράγοντας κατακράτησης κάθε μίας από τις τρεις ενώσεις.
 (β) Η σταθερά κατανομής για κάθε μία από τις τρεις ενώσεις.
 (γ) Ο παράγοντας εκλεκτικότητας για τα μεθυλοκυκλοεξάνιο και μεθυλοκυκλοεξένιο.
 (δ) Ο παράγοντας εκλεκτικότητας για τα μεθυλοκυκλοεξένιο και τολουόλιο.
- 26-20** Ποιες είναι οι μεταβλητές που οδηγούν (α) σε διεύρυνση των ζωνών και (β) στον διαχωρισμό των ζωνών.
- 26-21** Ποια θα ήταν η επίδραση στη χρωματογραφική κορυφή, εάν η εισαγωγή του δείγματος γινόταν με πολύ αργό ρυθμό;

- 26-22** Από πειράματα είναι γνωστό ότι οι σταθερές κατανομής των ουσιών Μ και Ν μεταξύ ύδατος και εξάνιου ($K = [M]_{\text{H}_2\text{O}}/[M]_{\text{εξάν.}}$) είναι 6,01 και 6,20. Οι δύο ουσίες διαχωρίζονται με έκλυση με εξάνιο σε μια στήλη πληρωμένη με πηκτή (gel) πυριτίας στην οποία έχει προσροφηθεί ύδωρ. Ο λόγος V_S/V_M για την πλήρωση είναι 0,422.
- (α) Να υπολογισθεί ο παράγοντας κατακράτησης για κάθε ουσία.
 (β) Να υπολογισθεί ο παράγοντας εκλεκτικότητας.
 (γ) Πόσες πλάκες χρειάζονται για να επιτευχθεί διαχωριστική ικανότητα 1,5;
 (δ) Ποιο μήκος στήλης χρειάζεται εάν το ύψος πλάκας του υλικού πλήρωσης είναι $2,2 \times 10^{-3}$ cm;
 (ε) Εάν χρησιμοποιηθεί ταχύτητα ροής 7,10 cm/min, πόσος χρόνος θα χρειασθεί για την έκλυση και των δύο ουσιών;
- 26-23** Να επαναληφθούν οι υπολογισμοί του Προβλήματος 26-22 για $K_M = 5,81$ και $K_N = 6,20$.
- 26-24** Οι σχετικές επιφάνειες κορυφών αεριοχρωματογραφήματος μίγματος οξικού μεθυλεστέρα, προπιονικού μεθυλεστέρα και *n*-βουτυρικού μεθυλεστέρα ήσαν 17,6, 44,7 και 31,1, αντίστοιχα. Να υπολογισθεί η επί τοις εκατό περιεκτικότητα σε κάθε ουσία, εάν η αντίστοιχες τιμές των σχετικών αποκρίσεων του ανιχνευτή ήσαν 0,65, 0,83 και 0,92.
- 26-25** Στον επόμενο πίνακα δίνονται οι σχετικές επιφάνειες πέντε αεριοχρωματογραφικών κορυφών κατά τον διαχωρισμό πέντε στεροειδών. Επίσης δίνονται και οι αντίστοιχες σχετικές αποκρίσεις του ανιχνευτή. Να υπολογισθεί η επί τοις εκατό περιεκτικότητα κάθε συστατικού στο μίγμα.

Στεροειδές	Σχετική επιφάνεια κορυφής	Σχετική απόκριση ανιχνευτή
Δεϋδροεπιανδροστερόνη	27,6	0,70
Οιστραδιόλη	32,4	0,72
Οιστρόνη	47,1	0,75
Τεστοστερόνη	40,6	0,73
Οιστριόλη	27,3	0,78