

Tema 6. Actividad 1.

1º. Los siguientes datos corresponden a una columna para cromatografía de líquidos:

Longitud 24,7 cm

Flujo de fase móvil 0.5 mL/min

El cromatograma de una mezcla de especies A, B C y D proporciona los siguientes datos

Calcular:

- El número de platos para cada pico, su valor medio y su desviación estándar.
- altura de plato de la columna.
- Para los picos B y C, el factor de retención, el factor de selectividad y la resolución

	Tiempo de retención, min	Anchura del pico en la base (W), min
no retenido	3,1	—
A	5,4	0,41
B	13,3	1,07
C	14,1	1,16
D	21,6	1,72

2º. Para determinar el contenido de analito en una muestra problema se preparó una serie de disoluciones patrón a las que se les añadió una concentración de patrón interno de 2 ppm. Las disoluciones se analizaron por GC obteniéndose las áreas de pico que se muestran en la tabla.

Concen. analito ppm	Concen. PI ppm	Área analito	Área patrón interno	Área relativa
2	2	80	7.41	
4	2	135	8.08	
6	2	260	11.30	

Muestra problema

Cx	2	240	12.18	
----	---	-----	-------	--

3º. Para determinar el contenido de  $\gamma$ -nonalactona en un yogurt se prepararon 5 disoluciones patrón a las que se les añadió una concentración de patrón interno de 50 ppm. Las disoluciones se analizaron por GC obteniéndose las áreas de pico que se muestran en la tabla.

Disoluciones patrón $\gamma$ -nonalactona	10 ppm	20 ppm	30 ppm	40 ppm	50 ppm
Área $\gamma$ -nonalactona	84,1	171,2	249,1	335,8	405,8
Área patrón interno	451,2	463,4	458,5	470,3	464,7

Sabiendo que el yogurt fue preparado de la misma manera, conteniendo igualmente 50 ppm de patrón interno, calcula en tu hoja de examen la concentración de  $\gamma$ -nonalactona en dicho producto.

	Yogurt
Área $\gamma$ -nonalactona	217.2
Área patrón interno	463.4

- 4°. The following data were obtained for four compounds separated on a 20-m capillary column.

Compound	$t_r$ (min)	$w$ (min)
A	8.04	0.15
B	8.26	0.15
C	8.43	0.16

- (a) Calculate the number of theoretical plates for each compound and the average number of theoretical plates for the column. (b) Calculate the average height of a theoretical plate. (c) Explain why it is possible for each compound to have a different number of theoretical plates.
- 5°. Using the data from Problem 4, calculate the resolution and selectivity factors for each pair of adjacent compounds. For resolution, use both equations 12.1 and 12.21, and compare your results. Discuss how you might improve the resolution between compounds B and C. The retention time for an unretained solute is 1.19 min.

Equation 12.1

$$R = \frac{t_{r,B} - t_{r,A}}{0.5(w_B + w_A)} = \frac{2\Delta t_r}{w_B + w_A}$$

Equation 12.21

$$R = \frac{1}{4} \sqrt{N_B} \left( \frac{\alpha - 1}{\alpha} \right) \left( \frac{k'_B}{1 + k'_B} \right)$$

6°. The concentration of pesticide residues on agricultural products, such as oranges, may be determined by GC-MS.<sup>25</sup> Pesticide residues are extracted from the sample using methylene chloride, and the concentrations of the extracted pesticides are concentrated by evaporating the methylene chloride to a smaller volume. Calibration is accomplished using anthracene-d<sub>10</sub> as an internal standard. In a study to determine the parts per billion of heptachlor epoxide on oranges, a 50.0-g sample of orange rinds was chopped and extracted with 50.00 mL of methylene chloride. After removing any insoluble material by filtration, the methylene chloride was reduced in volume, spiked with a known amount of the internal standard, and diluted to 10 mL in a volumetric flask. Analysis of the sample gives a peak-area ratio ( $A_{\text{anal}}/A_{\text{int stan}}$ ) of 0.108. A series of calibration standards, each

containing the same amount of anthracene-d<sub>10</sub> as the sample, give the following results.

ppb Heptachlor Epoxide	$A_{\text{anal}}/A_{\text{int stan}}$
20.0	0.065
60.0	0.153
200.0	0.637
500.0	1.554
1000.0	3.198

Report the concentration of heptachlor epoxide residue (in nanograms per gram) on the oranges.