

ESERCIZI – INTRODUZIONE ALLE TECNICHE CROMATOGRAFICHE

A SPUNTI DI RIFLESSIONE

1. Spiegare in che modo la distribuzione granulometrica può influire sull'efficienza di una separazione cromatografica.

.....
.....
.....

2. Perché, in genere, la quantità di campione da introdurre nel sistema cromatografico deve essere minima, compatibilmente con il sistema di rivelazione?

.....
.....
.....

3. Spiegare in quale misura la temperatura può influire sul meccanismo di separazione cromatografica e sulla sua selettività.

.....
.....
.....

4. Quale fenomeno viene favorito, se si assottiglia lo spessore del liquido di ripartizione?

.....
.....
.....

5. In che modo la quantità di miscela caricata in testa alla colonna può determinare l'asimmetria dei picchi?

.....
.....
.....

6. Perché non bisogna mai superare la capacità di un sistema cromatografico? E se la si supera, quali sono le conseguenze?

.....
.....
.....

7. In genere, la larghezza dei picchi cromatografici aumenta via via che aumenta il tempo di ritenzione. In base a questa constatazione, spiegare la differenza sostanziale fra il comune concetto di efficienza e la definizione di numero dei piatti teorici.

.....
.....
.....

8. Due colonne hanno rispettivamente 4400 e 4550 piatti teorici, nei confronti di uno stesso composto; la prima è lunga 2 m e la seconda 3 m. In linea di massima, quale colonna è più opportuno scegliere?

.....
.....
.....



9. Dopo avere ottimizzato flusso e temperatura per una determinata separazione gascromatografica, la sua efficienza può ancora essere compromessa da un'iniezione troppo lenta del campione. Spiegare perché.

.....
.....
.....

B PROBLEMI NUMERICI

1. Progettare un metodo semplice per determinare il coefficiente di distribuzione del fenolo fra acqua tamponata a pH 7,5 e una miscela cloroformio/*n*-butanolo.

.....
.....

2. In una separazione gascromatografica di idrocarburi su una colonna capillare lunga 60 m, aria, *n*-esano, cicloesano e *n*-eptano mostrano il seguente comportamento:

	t_R (min)	w_b (min)
aria	0,3	–
<i>n</i> -esano	5,5	0,18
cicloesano	6,1	0,2
<i>n</i> -eptano	6,35	0,35

Assumendo che l'aria sia la sostanza non trattenuta, calcolare:

- il tempo di ritenzione corretto per ciascuna sostanza
- il fattore di separazione fra picchi adiacenti
- il fattore di ritenzione per ciascuna sostanza
- il numero dei piatti teorici per ciascuna sostanza, stabilendo in quale caso la colonna mostra la massima efficienza
- l'altezza equivalente al piatto teorico per ciascuna sostanza
- la risoluzione fra picchi adiacenti, verificando se sia da ritenersi soddisfacente

.....
.....
.....
.....
.....

3. Un picco cromatografico presenta $t_R = 6,5$ mm e larghezza a metà altezza di 0,18 mm. Calcolare il numero di piatti teorici del sistema e l'altezza equivalente al piatto teorico sapendo che la colonna è lunga 100 mm.

.....
.....

4. Il tempo di ritenzione per un dato picco cromatografico è 4,5 mm e la larghezza alla base 0,24 mm; prevedere la larghezza del picco che esce con un tempo di ritenzione doppio, mantenendo costante il numero dei piatti teorici del sistema.

.....
.....



5. Calcolare la velocità ottimale della fase mobile in colonna e il valore minimo di H sapendo che per una determinata sostanza il valore delle tre costanti della van Deemter è: $A = 0,85 \text{ mm}$; $B = 15,6 \text{ mm}^2/\text{s}$; $C = 0,028 \text{ s}$.

.....
.....

6. Calcolare il fattore di asimmetria per un picco cromatografico la cui larghezza ai 10% dell'altezza è di 0,36 mm (a sinistra del punto di massimo) e di 0,68 mm (a destra).

.....
.....

7. La separazione di due sostanze A e B in una colonna cromatografica lunga 2 m ha dato due picchi con tempi di ritenzione (e larghezza), rispettivamente, di 3,8 mm ($w_b = 0,47 \text{ mm}$) e 4,2 mm ($w_b = 0,52 \text{ mm}$). Calcolare:

- a) il numero dei piatti teorici per ciascuna sostanza
- b) la risoluzione
- c) il numero dei piatti teorici ottenuto usando una colonna più lunga, che ha comportato nuovi tempi di ritenzione (e larghezze), rispettivamente, di 5,1 mm ($w_b = 0,53 \text{ mm}$) e di 6,4 mm ($w_b = 0,67 \text{ mm}$).
Quale può essere la lunghezza di questa colonna?

.....
.....
.....
.....

