**Методическое указание к самостоятельной работе студента**

**По дисциплине «Хроматографический анализ природных веществ и материалов»**

**Задача №1.**

При идeнтификaции aминoкислoт в белкoвoм гидрoлизaте фрoнт рaствoритeля в системе растворителей - н- бутанол : уксусная кислота : вода при соотношении 40:12,5:29 сдвинулся от центра хроматографической бумаги на 55 мм. Затем хроматограмму опрыскали 1% раствором нингидрина в ацетоне и получили три синих пятна с центрами, удаленными от стартовой линии на 20, 25 и 45 мм. В идeнтичных услoвиях хрoмaтoгрaфирoвали растворы аутентичных образцов аминокислот и были получены следующие значения коэффициентов подвижности - Rf: аспарагиновая кислота – 0,24, глутаминовая кислота – 0,36, лизин – 0,46, валин – 0,64, аланин – 0,82, тирозин – 0,90. Какие аминокислоты содержатся в белковом гидролизата?

**Задача № 2.**

Для разделения смеси бензойной и пара-аминобензойной кислот использовали метод тонкослойной хроматографии, в качестве элюентов - смесь гексана и ацетона в разных соотношениях (от 9:1 до 1:9) были установлены следующие значения коэффициентов подвижностей Rf равные 0,54 и 0,30, соответственно. Вычислите oтнoситeльныe значения коэффициентов подвижности Rf для обоих кислот, если известно, что значение Rf орто-хлорбензойной кислоты, являющейся стандартным образцом равно 0,48.

**Задача №3.**

Определите массовую долю (%) CH4 и C2H6 в газовой смеси, если известны площади их хроматографических пиков и поправочные коэффициенты этих компонентов, которые имеют следующие значения: 80мм2  и 1.23 мм2, 40 мм2  и 1.15 мм2.

**Задача №4.** Методом газо-жидкостной хроматографии с применением этилбензола в качестве внутреннего стандарта в количестве 1.25 г была проанализирована реакционная смесь после нитрования толуола в количестве 12.75 г. Определите массовую долю (%) невступившего толуола в реакцию по следующим данным: площадь пика толуола равна 307 мм2, поправочный коэффициент толуола – 1,01; площадь пика этилбензола - соответственно 352, поправочный коэффициент – 1,02.

**Задача №5.** При газохроматографическом анализе были получены следующие данные: площадь пика метана – 207 мм2, поправочный коэффициент 1,23; площадь пика этана – 4 мм2, поправочный коэффициент – 1,15. Определите массовую долю метана и этана в газовой смеси.

**Задача №6.** Методом газожидкостной хроматографии в качестве внутреннего стандарта использовали нормальный бутиловый спирт в количестве 1.09 г был проанализирован этиловый спирт в смеси массой 15.26 г. Определите массовую долю этилового спирта по следующим данным: высота пика для этилового спирта равна 35 мм, полуширина 3 мм; соответственно высота пика 52 мм для н-бутилового спирта и полуширина 2 мм.

**Задача №7.** Определите длину хроматографической колонки, если известно, что удерживаемый объем одного из компонентов равен 60 мл, а полуширина пика этого компонента – 2 мм. Расход газа-носителя при этом составляет 30 мл/мин; высота пика, эквивалентна теоретической тарелке и равна 2.5 мм; скорость движения диаграммной ленты равна 720 мм/ч.

**Задача №8.** Методом газовой хроматографии был проанализирован фурфурол в смеси, при этом площадь его пика сравнивали с площадью пика о-ксилола, который применяли в качестве внутреннего стандарта. Для стандартного образца, содержащего 25% фурфурола, и исследуемого образца (при этом массы стандартного и исследуемого образцов одинаковы) получили следующие результаты: для стандартного образца - площадь пика фурфурола равна 11 мм2, площадь пика о-ксилола – 25 мм2; для исследуемого образца - площадь пика фурфурола равна 18,50 мм2, площадь пика о-ксилола – 22 мм2. Поправочный коэффициент для обоих компонентов равен единице. Определите массовую долю (%) фурфурола в анализируемом образце.

**Задача №9.** Смесь, состоящая из динитробензола и бензола проанализировали методом газовой хроматографии и получили следующие данные: для динитробензола – площадь пика равна 305 мм2, поправочный коэффициент – 1,22; для бензола – площадь пика равна 12 мм2, поправочный коэффициент – 1,07. Рассчитайте массовую долю динитробензола и бензола, содержащихся в смеси.

**Задача №10.** Рассчитайте эффективный объем удерживания для пропана по следующим данным газовой хроматограммы:

 

**Задача №11.** Рассчитайте массовую долю компонентов, входящих в газовую смесь, если известно, что высоты и полуширины хроматографических пиков бензола, гексана и пропилена равны, соответственно: 90 мм и 2 мм; 80 мм и 3 мм; 120 мм и 3 мм.

**Задача №12.** Методом газожидкостной хроматографии с использованием в качестве внутреннего стандарта ацетона в количестве 1.09 г определили метилэтилкетон в смеси массой 15.26 г. Определите массовую долю (%) метилэтилкетона по следующим полученным данным: для метилэтилкетона – площадь пика равна 108 мм2, поправочный коэффициент -1,79; для ацетона – площадь пика равна 158 мм2, поправочный коэффициент – 0,82.

**Задача №13.** При газохроматографическом определении этилового спирта в исследуемом образце методом абсолютной калибровки были получены следующие данные:

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Объем спирта, мг | 0.20 | 0.40 | 0.60 | 0.80 | 1.00 |
| Высота пика, мм | 18 | 37 | 48 | 66 | 83 |

Для 0.02 мл анализируемого образца на хроматограмме был получен пик высотой 70 мм. Определите массовую долю этилового спирта в анализируемом образце, если плотность раствора равна 0.25 г/см3.

**Задача №14.** Методом газожидкостной хроматографии с использованием в качестве внутреннего стандарта толуола в количестве 1.28 г определили бензол в смеси массой 25.16 г. Определите массовую долю бензола по следующим полученным данным: для бензола – площадь пика равна 80 мм2, поправочный коэффициент – 0,79; для толуола – площадь пика равна 109 мм2, поправочный коэффициент – 0,82.

**Задача №15.** При газохроматографическом определении ацетона в исследуемом образце методом абсолютной калибровки были получены следующие данные:

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Количество ацетона, мг | 0.20 | 0.40 | 0.60 | 0.80 |
| Высота пика, мм | 20 | 40 | 60 | 80 |

Для 0.02 мл исследуемого образца на хроматограме был получен пик высотой 50 мм. Определите массовую долю ацетона в анализируемом образце, если плотность раствора равна 0.25 г/см3.

**Задача №16.** Определите длину хроматографической колонки при определении ацетона газовой хроматографией, если приведенное время удерживания составляет 1 мин., а полуширина пика – 1.5 мм, скорость движения диаграммной ленты – 600 мм/ч, высота пика эквивалентна теоретической тарелке и равна 4 мм.

**Задача №17.** Методом газо-жидкостной хроматографии с применением в качестве внутреннего стандарта толуола в количестве 1.5  г проанализировали реакционную массу после сульфирования бензола в количестве 10.5000 г. Определите массовую долю (%) невступившего в реакцию бензола по следующим полученным данным: для бензола – площадь пика равна 325 мм2, поправочный коэффициент – 0,80; для толуола – площадь пика равна 380 мм2, поправочный коэффициент – 1,01.

**Задача №18** Рассчитайте удельный удерживаемый объем п-ксилола, если его приведенное расстояние удерживания на газовой хроматограмме равно 15 мм при скорости движения диаграммной ленты 600 мм/ч, расходе газа-носителя 30 мл/мин., температуре хроматографической колонки 90 °С и массе неподвижной фазы, равной 4 г.

З**адача №19.** Методом газовой хроматографии с использованием в качестве внутреннего стандарта 0.4168 г н- октана проанализировали пробу смеси, состоящей из ароматических углеводородов массой 2.0342 г. Определите массовую долю ароматических углеводородов в смеси по следующим полученным данным:

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Компоненты смеси | 1 | 2 | 3 | н-октан |
| Площадь пика, мм2 | 120 | 234 | 84 | 146 |

**Задача №20.** При определении пропилового спирта в смеси методом газовой хроматографии с использованием бутилового спирта, площадь пика, которого равна 22 мм2 в качестве внутреннего стандарта, а площадь пика (S) пропилового спирта - 18.50 мм2.. Для стандартного образца, который содержит 25% пропилового спирта, S пика пропилового спирта равна 11 мм2, а площадь пика бутилового спирта – 25 мм2 ( при этом массы стандартного и исследуемого образцов одинаковы). Поправочный коэффициент для обоих образцов равен единице. Определите массовую долю (%) пропилового спирта в анализируемом образце.

**Задача №21.** Рассчитайте массовую долю компонентов газовой смеси, если площади пиков для гексана, пропилена и этанола равны соответственно: 27 мм2, 34 мм2 и 11 мм2.

**Задача №22.** При определении ацетона в смеси, массой 10.5600 г методом газовой хроматографии, при использовании в качестве внутреннего стандарта метилэтилкетона в количестве 1.05 г. Определите массовую долю (%) ацетона по следующим данным: для ацетона – площадь пика равна 100 мм2, поправочный коэффициент – 0,82; для метилэтилкетона - площадь пика равна 95 мм2, поправочный коэффициент – 1,79.

**Задача №23.** Рассчитайте массовую долю бензола и толуола в исследуемой смеси, если полуширина и высота пиков этих компонентов на полученной газо-жидкостной хроматограмме равны соответственно: 2 мм и 22 мм; 3 мм и 48 мм.

**Задача №24.** Рассчитайте массовую долю компонентов смеси изученную методом газовой хроматографии, если высоты и полуширины пиков этанола, пропанола и бутанола, полученных на хроматограмме равны соответственно: 80 мм и 2 мм; 60 мм и 3 мм, 100 мм и 3 мм.

**Задача №25.** Расчитайте истинный (эффективный) удерживаемый объем бензола на колонке с 15 % полиэтиленгликоля на хроматоне при следующих условиях хроматографирования:  

**Задача №26.** При газохроматографическом определении хлороформа в анализируемом растворе методом абсолютной калибровки были получены следующие данные:

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Количество хлороформа, мг | 0.15 | 0.30 | 0.45 | 0.60 | 0.75 |
| Высота пика, мм | 15 | 30 | 45 | 60 | 75 |

Для 0.05 мл исследуемого раствора на хроматограмме был получен пик высотой 50 мм. Определите массовую долю хлороформа в исследуемом растворе, если плотность раствора равна 0.25 г/см3.

**Задача №27.** Определите массовую долю компонентов газовой смеси, если площади пиков на газовой хроматограмме для пропана, бутана и циклогексана и их поправочные коэффициенты равны соответственно: 175 мм2 и 0.68; 203 мм2 и 0.68; 35 мм2 и 0.85.

**Задача №28.** Рассчитайте массовую долю ацетона и этанола в образце, если на полученной хроматограмме высота и полуширина пиков этих компонентов равны, соответственно: 60 мм и 2 мм; 90 мм и 3 мм.

**Негізгі әдебиеттер**

1. 1. Atta-ur-Rahman Studies in natural products chemistry. Elsevier: Amsterdam.-1988.- Vol.2.- 469 p.
2. Dey P.M., Harborn J.B. Methods in plant biochemistry. - London: Acadamic press ltd.- 1989.- 552 p.
3. Гринкевич Н.И., Сафронич Л.Н. Химический анализ лекарственных растений, М., Высшая школа, 1983.
4. Шрайнер Р. и др. Идентификация органических соединений. М., Мир, 1983.
5. Семенов А.А. Очерк химии природных соединений. - Новосибирск: Наука, 2000. - С. 300
6. Пашинина Л.Т. Методические указания к практикуму по качественному и количественному анализу природных полифенолов и углеводов, Алма-Ата, 1970, 50 с.
7. Запрометов М.Н. Фенольные соединения. – Москва, 1993, 160 c.
8. Юнусов С.Ю. Алкалоиды. - Ташкент, 1981, 360 c.
9. Барабой В.А. Биологическое действие растительных соединений. - Киев, 1976. – 260 с.