

2023 Juni Examen

Instrumentele Analytische Chemie

Lector: S.Aricks, 2u20 normaal maar iedereen mocht 3u (+30% extra tijd)

Drie vragen/delen, met deelvragen. Zelfde delen als de drie thema's in de cursus. Chromatografie (9 punten), Fotometrie (8 punten), Elektrometrie (3 punten).

OPMERKING: Ik denk niet dat ik alle vragen nog wist dus kan zijn dat er een paar missen.

Vraag 1) Chromatografie (9 punten)

1a) zelfde als Juni examen 2022

De verbetering komt van de verbeter sleutel van het juni examen van 2022.

VRAAG 1] CHROMATOGRAFIE (9 punten)

1a] Gegeven: de relatie tussen retentietijd en verdelingscoëfficiënt

$$\frac{L}{t_R} = u \cdot \left(\frac{1}{1 + K \cdot \frac{V_S}{V_M}} \right)$$

Gevraagd:

Leid van hieruit de "praktische definitie" af (voor experimentele bepaling vanuit het chromatogram) van de capaciteitsfactor. Noteer tussenstappen en verklaar symbolen.

Geef eveneens de betekenis (in woorden) van deze capaciteitsfactor én de ideale grenzen waartussen deze ligt (met telkens één zin toelichting).

capaciteitsfactor = $k' = K \cdot V_S / V_M$ (uit formule) /0,25

u = snelheid mobiele fase = L / t_M (met t_M = dode tijd) /0,25

Dus:

$$\frac{L}{t_R} = \frac{L}{t_M} \cdot \left(\frac{1}{1 + k'} \right)$$

$$k' = \frac{t_R}{t_M} - 1 = \frac{t_R - t_M}{t_M} = \frac{t_R'}{t_M} \quad /0,25 \quad \text{met } t_R' = \text{gecorrigeerde retentietijd} \quad /0,25$$

Betekenis: de capaciteitsfactor geeft weer hoeveel langer een component in de stationaire fase verblijft (teller) tov zijn tijd in de mobiele fase (noemer) /0,5

Ideale grenzen:

$k' > 1$ /0,25 als k' te klein is (te dicht bij 0), ligt de piek te dicht bij de solventpiek (dode tijd) en is de piek dus mogelijk niet goed zichtbaar of overlapt deze

$k' < 5$ /0,25 als k' te groot is, duurt het te lang vooraleer de component elueert

1b) Meerkeuze vraag met verklaring

Meerkeuze vraag: Zijn HETP en resolutie recht of omgekeerd evenredig met de piekbreedte? Duidt het juiste antwoord aan en **verklaar**. En geef de **definitie** van HETP en resolutie.

- a) HETP en resolutie zijn beide evenredig met de piekbreedte.
- b) HETP en resolutie zijn beide omgekeerd evenredig met de piekbreedte.
- c) HETP is omgekeerd evenredig met de piekbreedte en resolutie is evenredig met de piekbreedte.
- d) HETP is evenredig met de piekbreedte en resolutie is omgekeerd evenredig met de piekbreedte.

1c) Leg volgende begrippen bondig uit. (2 punten)

- EOF
- Derivatisatie bij GC
- IEC supressor

1d & e) zelfde als Juni examen 2022

De verbetering komt van de verbeter sleutel van het juni examen van 2022.

1f] Omcirkel het juiste antwoord en geef bondig een verklaring/redenering:

De elutievolgorde van een mengsel van Cl^- en F^- (zelfde grootte-orde van concentratie) bij CE en IEC (anionenwisselaar in OH^- -vorm) is:

- (a) dezelfde: eerst Cl^- , dan F^-
- (b) dezelfde: eerst F^- , dan Cl^-
- (c) omgekeerd: bij IEC eerst Cl^- , bij CE eerst F^-
- ☒ (d) omgekeerd: bij IEC eerst F^- , bij CE eerst Cl^- antwoord d is correct /0,25

(Ter info:

chloor heeft atoomnummer 17 en fluor heeft atoomnummer 9 in het periodiek systeem.)

Verklaring: chloride is als naakte ion het grootste, maar rekening houdend met de gehydrateerde ionstraal, is fluoride het grootste /0,25

Bij IEC wordt het kleinste gehydrateerd ion het sterkst weerhouden door de kolom en zal dit dus het laatste elueren (dus fluoride eerst). /0,5

Bij CE ondervindt het kleinste gehydrateerd ion het minste wrijvingsweerstand, waardoor dit eerst elueert (dus chloride eerst). /0,5

1g] Omcirkel het juiste antwoord (in DRUKLETTERS) en vul aan (in één zin):

De "gecorrigeerde 100% methode" is een KWALITATIEVE / KWANTITATIEVE methode. /0,25
Hierbij corrigeert men voor de verschillende individuele responsfactoren van de componenten.....
...../0,25..... (de uitwerking van de methode is niet gevraagd)

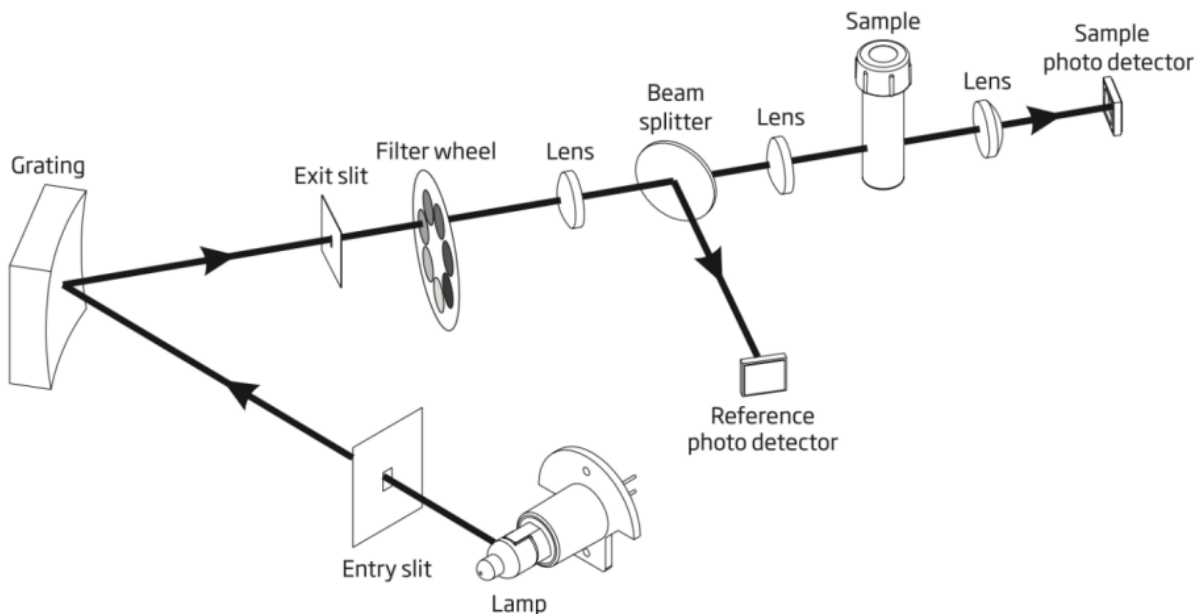
Vraag 2) Fotometrie (8 punten)

2a) Omcirkel de juiste antwoorden over onderstaande tekening en verklaar beide omcirkelde antwoorden.

(natuurlijk stond het antwoord niet er onderaan bij zoals in de tekening)



APPARTUUR – schema's



HI 801 Iris
Split beam spectrofotometer

15

2b) Geef 2 gelijkenissen en 2 verschillen uit de apparatuurschema's van moleculaire spectrofluorimetrie en AAS, op niveau van het concrete type van de bouwstenen. De apparatuurschema's zelf moeten niet gegeven worden. Geef telkens bondig uitleg.

- **Gelijkenissen (2)**

1. Detector, beiden PM
2. Zelfde soorten golflengteselectoren, monochromators.

- **Verschillen (2)**

1. Verschillende lichtbron
2. Verschillende staalhouder: kuvet vs. atomisator

2c) zelfde als Juni examen 2022

De verbetering komt van de verbeter sleutel van het juni examen van 2022.

2d] De gevoeligheid voor Pb analyse met AAS ligt op 0,10 ppm (dit betekent dat deze concentratie van ionen in het analiet een absorptie van 1% oplevert). Bereken in welk concentratiegebied je de ijkoplossingen voor een Pb analyse zou bereiden. Geef hierbij ook een schets van de ijklijn ter ondersteuning van je antwoord.

Absorptie 1% betekent $\%T = 99\%$ of $T = 0,99$ of $A = 2 - \log \%T = 0,0044$
Dus het punt $x = 0,10$ ppm (c) en $y = 0,0044$ (A) ligt op de ijklijn. /0,5

Indien we uitgaan van een rechte, zou $A = 1$ bereikt worden op
 $c = 0,10 \text{ ppm} / 0,0044 = 22,7 \text{ ppm}$ /0,25

Echter, de ijklijn bij AAS is niet perfect lineair, maar vertoont een afbuiging (grafiek: $A = y$ -as /0,25, $c = X$ -as /0,25, afwijking lineaire curve bij hogere concentratie /0,25), zodat een hogere concentratie ingesteld moet worden om $A = 1$ te bekomen (en volgens de experimentele beperking op wet Lambert-Beer is 0 – 1 het bruikbaar gebied /0,25), bv. 25 of 30 ppm → concentratiegebied ijkoplossingen: 0 – 25 à 30 ppm /0,25

Vraag 3) Elektrometrie (3 punten)

3a) zelfde als Juni examen 2022

De verbetering komt van de verbeter sleutel van het juni examen van 2022.

VRAAG 3] ELEKTROMETRIE (3 punten)

3a] Bij potentiometrische analyses met een ISE wordt vaak een ISA gebruikt. Waarvoor staan de afkortingen ISE en ISA? Leg het gebruik van een ISA bondig uit.

ISE = iongevoelige elektrode (ion sensitive electrode)

ISA = ionic strength adjustor

/2x 0,25

Bij directe potentiometrie moet men ervoor zorgen dat de activiteitscoëfficiënt steeds dezelfde is (zowel bij de ijkoplossingen als bij de onbekende, die men wenst te interpoleren op de ijklijn). Dit wordt bekomen door een ISA (een niet-interfererend zout in vrij hoge concentratie) toe te voegen aan ijkoplossingen en onbekende (in dezelfde concentratie), waardoor de ionische sterkte in al deze oplossingen door de ISA bepaald wordt en de activiteitscoëfficiënt op die manier dezelfde wordt voor alle oplossingen.

/0,5

Revision #3

Created 10 June 2023 12:12:31 by Miles Morales

Updated 10 June 2023 12:56:28 by Miles Morales