

**Tentamen
Chemische Analysemethoden**

25 oktober 2006 (14.00 – 17.00)

Deel 2 Open boek (voor 78 punten)

Beschikbare tijd: 140 minuten

Vraag 1 Rekenen in de chemische analyse (18 punten)

1.1 Uit ruime ervaring met diverse metingen is gebleken dat de concentratie van ijzer in een monster **0.137 wt %** is. Een nieuwe analytische methode geeft: **0.129, 0.133, 0.136, 0.130, 0.128** en **0.131 wt %**. Komen deze meetuitkomsten overeen met de bekende waarde (95% betrouwbaarheidsniveau)? Licht je antwoord toe. (6 punten)

(Let op! Ja/Nee zonder toelichting = 0 punten).

1.2. **15.0 mg** van een verbinding met moleculair gewicht **384.63** werd opgelost in **5 mL** oplosmiddel (5-mL maatkolf).

Een **1.00-mL** aliquot werd genomen en aangevuld tot **10 mL** (in een 10-mL maatkolf)

Reken uit:

a. Concentratie in de 5-ml maatkolf (1 punt)

b. Concentratie in de 10-ml maatkolf (2 punten)

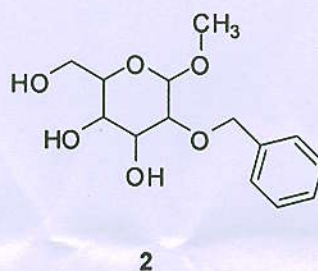
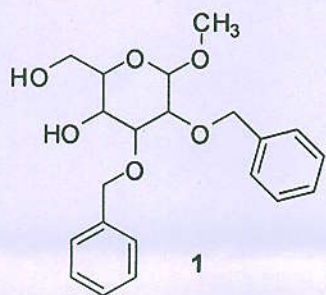
Een monster uit de 10-ml maatkolf werd geplaatst in een UV-VIS spectrofotometer (**0.500-cm** cuvet) en gaf een absorptie van **0.634** bij **495 nm**. Reken uit: c. de molaire extinctiecoëfficiënt (ϵ_{495} , $M^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$) op deze golflengte. (3 punten)

1.3. Reken uit de relatieve intensiteit van de isotopenpieken in het massaspectrum van BH_2Cl . (6 punten)

Je mag er van uitgaan dat waterstof slechts 1 isotoop bevat.

Vraag 2. Chromatografie (20 punten)

2.1 Stel een chromatografische methode voor, die gebruik maakt van een gradiënt, om verbindingen 1 en 2 van elkaar te scheiden. De verbindingen zijn oplosbaar in mengsels $\text{MeOH}/\text{H}_2\text{O}$, acetonitril/ H_2O en $\text{MeOH}/\text{CH}_2\text{Cl}_2$.



Geef:

Een stationaire fase (2 punten)

Een mobiele fase (2 punten)

Een gradiënt (met welk eluens begin je en met welk eindig) (4 punten)

Een detector/detectiemethode (2 punten)

2.2 Een gaschromatogram afgebeeld in **bijlage 1** is afkomstig van een mengsel van drie koolwaterstoffen: adamantaan, diamantaan en triamantaan. Het signaal op de y-as is van een "flame ionization detector"

a. Stel voor dat de temperatuur van de kolom met 50°C wordt verhoogd. Beschrijf (kwalitatief) de verandering in de retentietijd van diamantaan. (2 punten)

b. Stel dat verbinding X is geïnjecteerd en geeft een piek die 1 mm breed is ($w=1\text{mm}$)

De retentie tijd van X is groter dan die van adamantaan en de resolutie R tussen deze componenten is gelijk aan 4.

Teken de piek van X op het chromatogram uit de bijlage. (2 punten)

(Aanname: de piekhoogte van X = de piekhoogte adamantaan)

Geef de formule waarmee je de positie van de piek afkomstig van X hebt bepaald (2 punten)

Reken uit:

c. De molaire verhouding tussen diamantaan en triamantaan in het mengsel waar het chromatogram afkomstig van is (2 punten)

d. Het schotelgetal (N) voor triamantaan (2 punten)

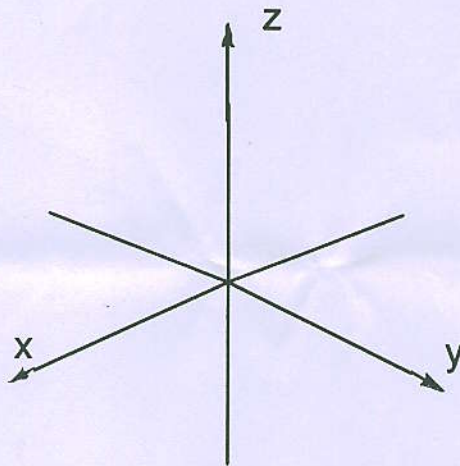
Vraag 3 Structuuropheldering en NMR (30 punten)

3.1. Ken de signalen in ^{13}C NMR spectrum uit **bijlage 2** zo volledig mogelijk toe (10 punten)

3.2. Geef de structuur die overeenkomt met de spectroscopische gegevens uit **bijlage 3**. Licht je antwoord toe. (15 punten)

(Let op! Een structuur zonder toelichting = 0 punten)

3.3. Teken het effect van 45°_x puls op de "bulk magnetisation" in het "rotating frame" (Figuur 1) (5 punten)



Figuur 1.

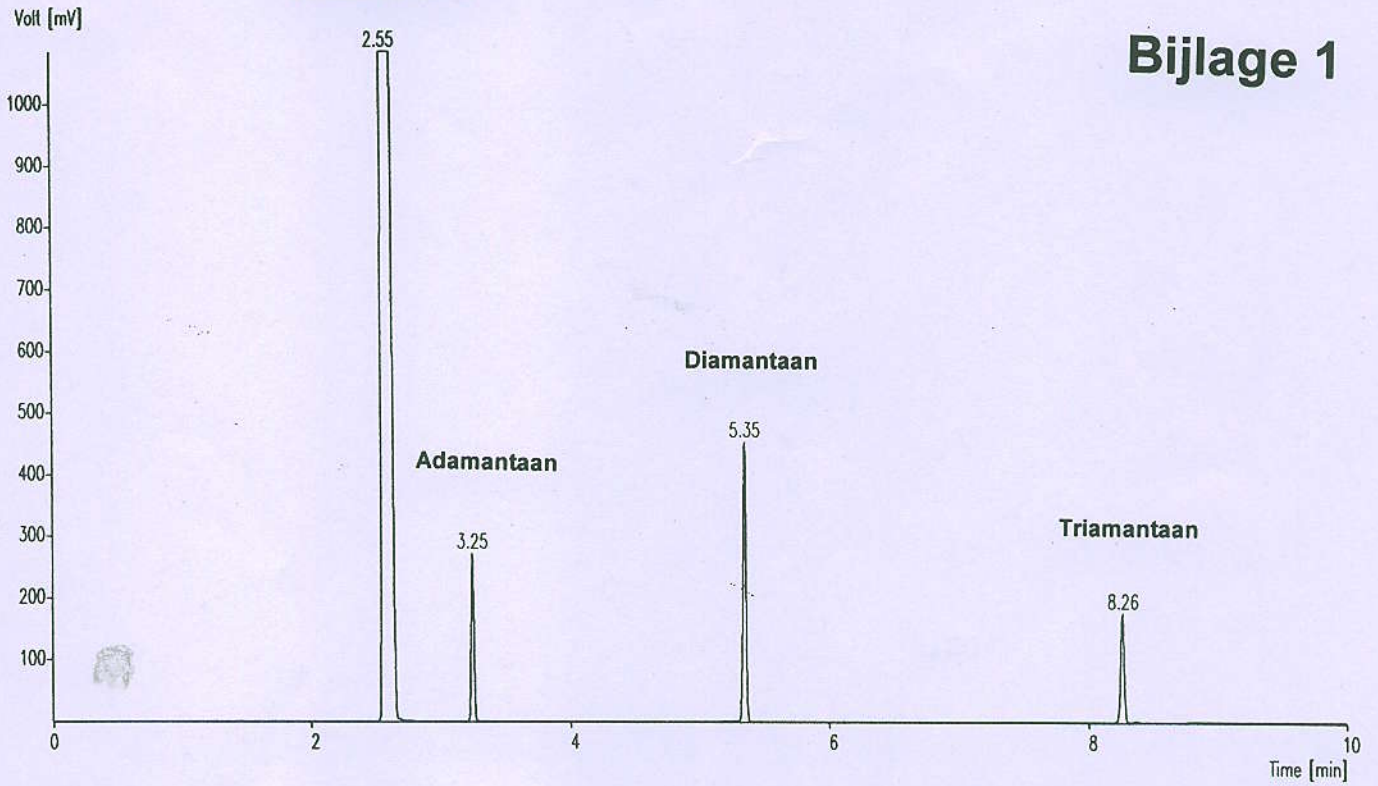
Vraag 4 Kristallografie (10 punten)

1) Suppose that you are trying to phase a centric reflection by single isomorphous replacement. You have obtained an error-free native crystal structure factor amplitude measurement of **12** and an error-free mercury derivative crystal structure factor amplitude measurement of **8**.

Via direct methods, you have determined the positions of the mercury atoms and have calculated the structure factors from them: they have an amplitude of **4** and a phase of **270** degrees. What is the phase of the native structure factor? Please draw a diagram to show how you obtained your answer.

een component
zonder retentie

Bijlage 1



[chromsettings]
username=Amar
substance=
date=20/09/07
time=18:25:25
channel=1

3.4 cm = 2 min

[peaks]

nr	time [min]	height [mV]	area [mV.min]	area [%]
1	2.551	1.085E+03	1.0304E+02	81.065082
2	3.245	2.707E+02	6.4117E+00	5.044473
3	5.348	4.522E+02	1.2160E+01	9.566748
4	8.260	1.749E+02	5.4956E+00	4.323697

Bijlage 2

GH050, C13APT, CDCl3

