



Försättsblad Prov Original

Kurskod	Provkod	Tentamensdatum
K E 0 2 7 G	T 2 0 0	2 0 1 8 - 0 6 - 0 5
Kursnamn	Kemi GR (B), Kemisk jämvikt och kemiska analysmetoder	
Provnamn	Kemiska analystekniker	
Ort	Sundsvall	
Termin	V18	
Ämne	Kemi	

Mittuniversitetet
Avdelningen för naturvetenskap
Kursansvarig: Dan Bylund (010-142 89 09)
Madelen Olofsson (010-142 88 67)

TENTAMEN i Kemi GR(B), Analytisk kemi, 7.5 hp samt Kemi GR(A), Kemisk jämvikt och kemiska analysmetoder, 12 hp, moment analytisk kemi

Tid: Tisdagen den 5 juni 2018, 5 timmar

Tillåtna hjälpmedel: Kalkylator, linjal samt bifogad formelsamling

Tentamen omfattar 6 uppgifter om totalt 64 poäng. För godkänt betyg krävs minst 32 poäng (50%), och samtliga lärandemål uppfyllda. Skriv namn/kod på alla papper som lämnas in. Skriv endast en uppgift på varje inlämnat blad.

Lycka till!

1. På ditt sommarjobb ska du analysera paracetamol, naproxen och diklofenak med LC-UV. Metodspezifikationen och resultat finns nedan.

Metodspezifikation:

Kolonn: Kinetex C18 (10 cm * 2,1 mm, partikeldiameter 2,6 µm) från Phenomenex. Kolonnmaterial utgör 45 % av kolonnens totalvolym.
Mobilfas: 15:85 Acetonitril:buffert (myrsyra + ammoniumformiat)
Mobilfasflöde: 180 µL/min
Detektion: Fotodiodarray (DAD)

Resultat från första analysen:

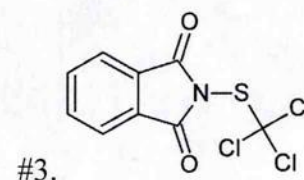
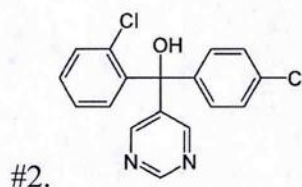
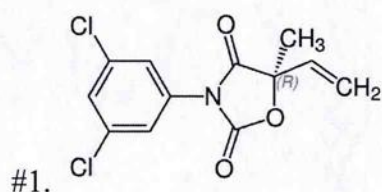
Analyt	Retentionstid (min)	Toppbredd bas (sekunder)
Paracetamol	5,8	24
Naproxen	7,2	32
Diklofenak	15,3	51

- Vilken **typ** av kromatografi tillämpas med avseende på stationärfasen? Räkna även upp de övriga fyra typerna av kromatografisk separation.
- Ange vilken av de tre analyterna som är minst polär och förklara hur du kom fram till detta.
- Beräkna selektivitetsfaktorn (*eng. relative retention*) för topparna 1 och 2. Redovisa fullständiga beräkningar.
- Din chef anser att metoden tar för lång tid. Du får inte byta kolonn eller använda en kolonntermostat. Hur kan du förändra elueringen så att diklofenak eluerar tidigare utan att samtidigt försämrade separationen mellan paracetamol och naproxen?
- Kinetex-kolonnen du använder är en så kallad *core-shell* kolonn. Hur skiljer sig denna från konventionella kolonnmaterial och vilken term i van Deemter ekvationen påverkas om du **inte** skulle använda en *core-shell* kolonn.
- Detektionen av de tre analyterna undersöks med spektrofotometri i den ultravioletta regionen. Vad sker i molekylen när den absorberar ultraviolet ljus?
- Redogör kort för skillnaderna mellan en fotodiod array detektor (DAD) och en vanlig UV/VIS- detektor.

(2+1+3+2+2+1+2 p)

2. På ditt examensarbete ska du utföra spåranalys av tre fungicider (vinclozolin, fenarimol och folpet) med GC-ECD. Din handledare rekommenderar dig att använda en (cyanopropyl-fenyl)_{0,14}-(dimetyl)_{0,86}-polysiloxankolonn (intermediärt polär) som är 30 m lång, har en innerdiameter på 0,32 mm och en stationärfas-tjocklek på 2,5 µm. Du kommer att tillämpa splitless-injektion och temperaturprogrammering. Bärgasen består av 5 % metan i argon. Din handledare har redan testkört metoden en gång och ger dig data från analysen:

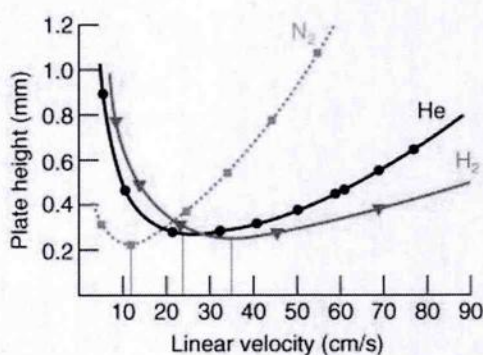
Nr.	Analyt	Retentionstid (min)	Toppbredd ½ höjden (min)
1	Vinclozolin	15	0,14
2	Fenarimol	22	0,25
3	Folpet	30	0,3



Innan din handledare släpper ut dig på lab vill hand kolla upp dina kunskaper gällande gaskromatografi!

- Vilka två kemisk-fysikaliska egenskaper hos analyterna påverkar separationen i ett GC-system?
- Vad innebär temperaturprogrammering och vad kallas elueringsförfarandet om det **inte** är temperaturprogrammerat?
- Splitless-injektion är en av tre typer av injektion. Ange de övriga två.
- Om splitless injektion tillämpas, hur måste du då anpassa initialtemperaturen i kolonnugnen med avseende på lösningsmedlet? Motivera kort varför?
- Detektionen sker som sagt med en så kallat ECD. Vad står förkortningen för och varför valdes denna detektor för just denna analys?

- f) Din handledare ber dig även att uppskatta kolonnens effektivitet. Beräkna bottenhöjd samt antal teoretiska bottnar med avseende på den sist eluerade toppen.
- g) I din analys ska du använda en relativt ovanlig bärigas (5 % metan i argon). Du är ivrig att imponera på din handledare och vill därför föreslå en annan bärigas för att erhålla en så snabb analys som möjligt utan att göra avkall på effektiviteten på separationen? Till din hjälp kan du se en van Deemter-plot för de tre vanligaste bärgaserna nedan. Vilken bärgas väljer du och varför?



- h) Tyvärr tillåter inte din handledare dig att byta bärgas eftersom metan i argon lämpas sig väl till den valda detektorn. Däremot får du tillåtelse att köpa en ny kolonn om du vill! Om du bortser från stationärfasens sammansättning, ange **två** parametrar gällande själva kolonnen som skulle kunna varieras för att öka effektiviteten för separationen?
- i) Du vill trots allt undersöka separationen med en annan sammansättning på stationärfasen. Om du då t ex vill testa en mer opolär kolonn, minskar eller ökar du inblandningen av cyanopropyl-fenyl?

(1+2+1+2+3+3+2+3+1 p)

