



Försättsblad Prov Original

Kurskod	Provkod	Tentamensdatum
K E 0 1 2 G	4 1 0 0	2 0 1 8 - 0 8 - 2 0
Kursnamn	Kemi GR (B), Analytisk Kemi	
Provnamn	Tentamen	
Ort	Sundsvall	
Termin	H18	
Ämne	Kemi	

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

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: Måndagen den 20 augusti 2018, 5 timmar

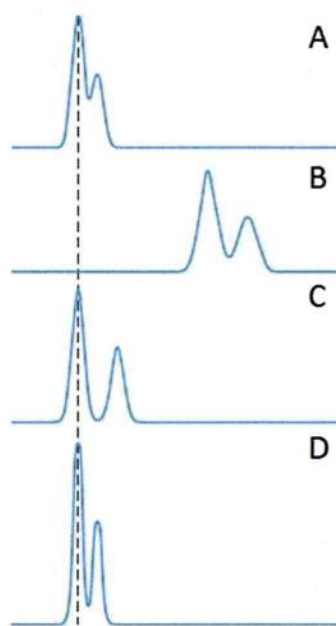
Tillåtna hjälpmedel: Kalkylator, linjal samt bifogad formelsamling

Tentamen omfattar 6 uppgifter om totalt 54 poäng. För godkänt betyg krävs minst 27 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. Grundläggande kromatografi

- a) Rita upp ett kromatogram och sätt ut samtliga beteckningar som behövs för att beräkna **bottentalet** (antal teoretiska bottnar) för det motsvarande kromatografiska systemet. Ange även överensstämmande formel för att beräkna bottentalet.
- b) Medför ett högre **bottental** bättre eller sämre separation mellan två föreningar?
- c) Förklara kortfattat vad **höjden** av en teoretisk botten motsvarar samt ange vilken information du behöver angående kolonnen för att beräkna denna storhet utifrån ditt bottental.
- d) Figuren nedan känns igen från kurslitteraturen. A motsvarar det ursprungliga kromatogrammet och för B till D har olika åtgärder för att förbättra separationen gjorts. Ange vilken av följande förändringar som motsvarar respektive kromatogram B, C och D;



- i. ökat bottental
- ii. ökad kapacitetsfaktor (eng. retention factor)
- iii. ökad selektivitetsfaktor (eng. relative retention)

Ange även korrekt formel för att beräkna kapacitetsfaktorn samt selektivitetsfaktorn och namnge de variabler som ingår.

(3+1+3+5 p)

2. Tillämpad kromatografi

- a) Vid GC-analys och splitless injektion, vad måste du tänka på för att erhålla ett godtagbart kromatogram?
- b) För att erhålla en god upplösning vill du använda en GC-kolonn med så liten innerdiameter och så tunn film av stationärfas som möjligt. Vad är riskerna med denna typ av kolonn?
- c) Vid LC-separation är det vanligt att man använder en stationärfas som ofta benämns oktadekylsilyl (ODS). Hur ser den ut och vilken **typ** av kromatografi tillämpas? Ange även sammansättningen för en typisk mobilfas när denna kolonn används.

(2+2+3 p)

3. Atomär spektroskopi

- a) Para ihop följande atomära spektroskopitekniker med korrekta påståenden (flera påståenden kan stämma för en och samma teknik);

0,5 p erhålls för varje rätt svar, -0,5 p för varje fel svar. Det minsta antal poäng som kan erhållas för uppgiften är 0.

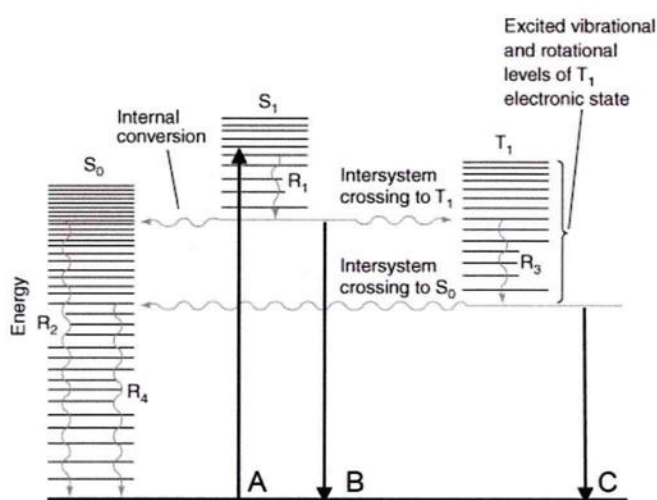
- | | |
|------------------|--------------------------------|
| 1) AAS/flamma, | i. Minst kemiska interferenser |
| 2) AAS/grafitugn | ii. Lägst provåtgång |
| 3) ICP-AES | iii. Mest tidskrävande |
| | iv. Emissionsspektroskopi |
| | v. Sämst detektionsgräns |
| | vi. Fungerar för fasta prover |

- b) Förklara kortfattat uppbyggnaden samt syftet med en **hålkatodlampa**.
- c) Vid atomär absorptionsspektroskopi används en så kallad **chopper**. Vad är det och vad är dess syfte?

(3+3+3 p)

4. Molekylär spektrofotometri

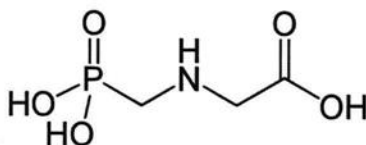
- a) Rita en principfigur för en dubbelstrålig spektrofotometer för molekylär absorptionsmätning och namnge alla väsentliga komponenter.
- b) Namnge de fysikaliska processer som representeras av pilarna markerade A, B och C i energinivådiagrammet nedan.



- c) Med stöd av samma energinivådiagram, förklara hur en exciterad elektron kan återgå till sitt grundtillstånd utan att i processen avge ljus!

(4+1,5+2 p)

5. Glyfosat är en frekvent använd herbicid som bland annat utgör den aktiva substansen i ogräsmedlet Roundup. Ämnet interfererar med syntesen av aromatiska aminosyror i växter, men då denna syntesväg saknas hos däggdjur är ämnet relativt ofarligt för människan. Nyligen har det emellertid återigen blossat upp en diskussion om ämnet kan orsaka cancer vid långvarig exponering.



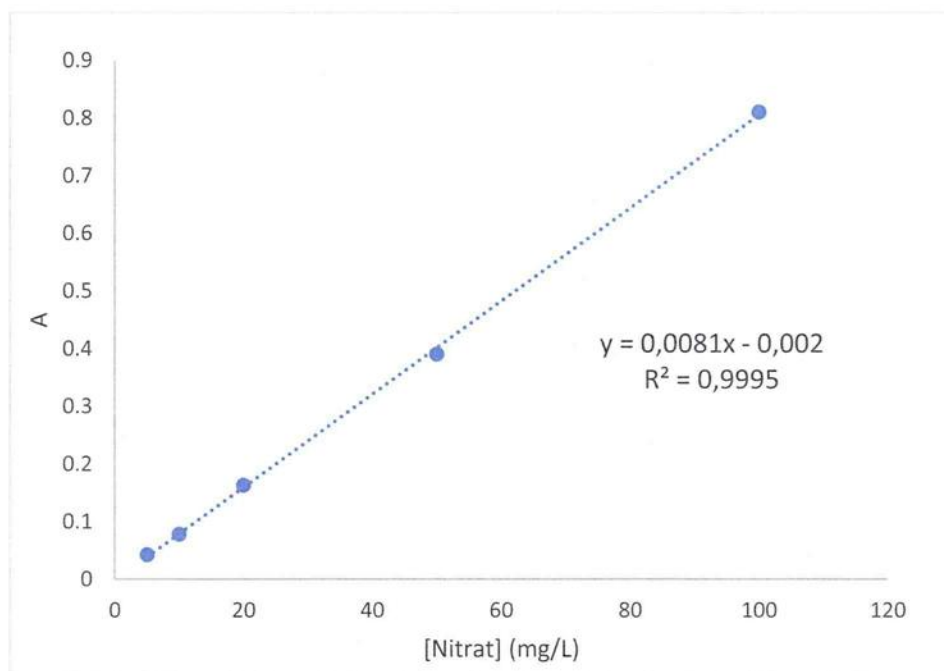
Glyfosat (M=169 g/mol)

- a) Du har fått i uppgift att utveckla en analysmetod för glyfosatrester i glyfosat-resistenta sockerbeter. Steg ett är då att extrahera ämnet från betorna. Hur utför du denna extraktion effektivt? (Tips: Glyfosat löser sig väl i metanol.)
- b) Till själva analysen lämpar sig sedan vätskekromatografi i "reversed phase" kopplat till masspektrometrisk detektion med negativ elektroprayjonisation (LC-ESI-MS). Rita ett blockschema över hela detta system och beskriv huvud-uppgifterna för de ingående komponenterna!
- c) I kromatogrammet för en glyfosatstandard finner du en topp för $m/z=168$. Hur har denna jon bildats?
- d) För slumpvis utvalda prov från ett parti sockerbeter får du följande fem analysresultat: 12, 21, 7, 9 och 16 mg/kg. Anta normalfördelning och nyttja nedanstående t-tabell till att bilda ett 95 % konfidensintervall för medelvärdet av dessa mätningar samt bedöm utifrån detta om partiet ligger signifikant över gränsvärdet för glyfosat, som ligger på 10 mg/kg!

Antal frihetsgrader	t
4	2,78
5	2,57
6	2,45

(2+6+1+4,5 p)

6. Efter sommarens skogsbränder har det lyfts ett varningens finger att dessa kan komma att påverka grundvattenkvaliteten negativt i drabbade områden.
- Grundvatten kan provtas genom så kallade grundvattenrör som förs ner i borrhål i marken. Hur bestämmer du hur dessa ska placeras ut i ett skogsområde för att få så korrekta och representativa värden som möjligt på de parametrar som ska mätas i vattnet?
 - En potentiell förorening som man vill följa upp är polycykliska aromatiska kolväten (PAH:er). Dessa kan överföras kvantitativt ($E > 0,99$) till hexan genom vätske-vätske-extraktion med $D=50$. Hur stor volym hexan måste du då som minst sätta till 10 mL grundvattenprov? (Tips: $V_r = V_{aq}/V_{org}$)
 - Dött organiskt material kan också komma att påverka nitrathalterna i avrinnande vatten. Nitrat kan mätas med ett automatiserat så kallat FIA-system (Flow Injection Analysis), där provet blandas med reagens som ger upphov till ett färgat komplex som sedan detekteras spektrofotometriskt online. Ta hjälp av nedanstående kalibreringskurva för att bestämma nitrathalten i ett grundvatten som ger $A=0,252$ i denna analys!



(1+2+2 p)

Formelsamling analytisk kemi

Spektroskopi

$$E = h\nu = \frac{h\nu}{\lambda}$$

$$n\lambda = d(\sin\theta + \sin\phi)$$

$$\eta_i = \frac{c}{v_i}$$

$$A = \log \frac{P_0}{P} = \epsilon bc$$

Extraktion

$$D = \frac{C_{X,org}}{C_{X,aq}}$$

$$E = \frac{n_{org}}{n_{tot}} = \frac{1}{1 + V_r/D}$$

Kromatografi

$$k = \frac{t_r - t_m}{t_m} = \frac{V_r - V_m}{V_m}$$

$$k = K \cdot \frac{V_s}{V_m} = \frac{C_s V_s}{C_m V_m}$$

$$\alpha = \frac{k_2}{k_1}$$

$$\alpha = \frac{K_2}{K_1}$$

$$N = 16 \left(\frac{t_r}{w_b} \right)^2 = 5.54 \left(\frac{t_r}{w_{1/2}} \right)^2 = \frac{t_r^2}{\sigma^2}$$

$$R_s = \frac{2\Delta t_r}{w_{b1} + w_{b2}} \approx \frac{1,18\Delta t_r}{w_{1/2(1)} + w_{1/2(2)}}$$

$$R_s = \frac{\sqrt{N}}{4} \cdot \frac{\alpha - 1}{\alpha} \cdot \frac{k_2}{k_2 + 1}$$

$$H = \frac{L}{N}$$

$$H = A + B/u_x + Cu_x$$

Statistik

$$\bar{x} = \frac{\sum_i x_i}{n}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$\mu = \bar{x} \pm t \frac{s}{\sqrt{n}}$$

$$s_{pool} = \sqrt{\frac{(n_A - 1)s_A^2 + (n_B - 1)s_B^2}{n_A + n_B - 2}}$$

$$F_{obs} = \frac{s_A^2}{s_B^2} \text{ där } s_A^2 \geq s_B^2$$

$$t_{obs} = \frac{|\bar{x}_A - \bar{x}_B|}{\sqrt{\frac{s_A^2}{n_A} + \frac{s_B^2}{n_B}}}$$

$$t_{obs} = \frac{|\bar{x}_A - \bar{x}_B|}{s_{pool} \sqrt{\frac{1}{n_A} + \frac{1}{n_B}}}$$