

**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)

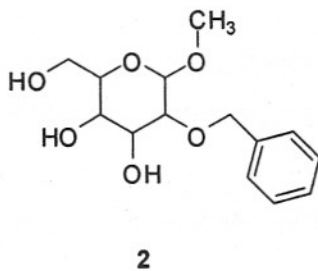
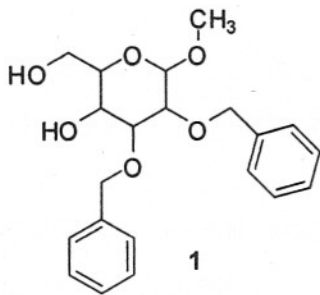
Een monster uit de 10-ml maatkolf werd geplaatst in een UV-VIS spectrofotometer (**0.500-cm** cuvet) en gaf een absorptie van **0.634** bij **495 nm**. Reken uit: **c.** de molaire extinctiecoëfficiënt ( $\epsilon_{495}$ ,  $M^{-1} \cdot cm^{-1}$ ) op deze golflengte. (3 punten)

1.3. Reken uit de relatieve intensiteit van de isotopenpieken in het massaspectrum van  $\text{BH}_2\text{Cl}$ . (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/ $\text{H}_2\text{O}$  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  $50^{\circ}\text{C}$  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)

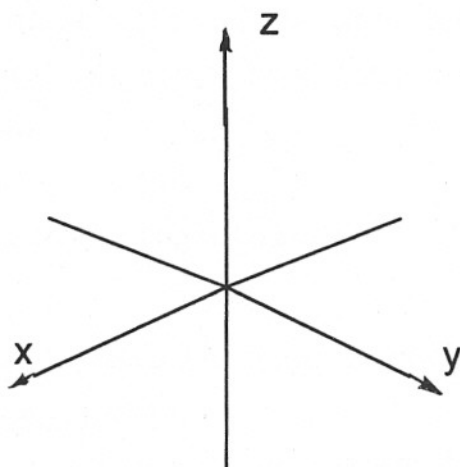
### Vraag 3 Structuuropheldering en NMR (30 punten)

3.1. Ken de signalen in  $^{13}\text{C}$  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  $45_x^\circ$  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.