

**NOREGS TEKNISK-
NATURVITSKAPELEGE UNIVERSITET
INSTITUTT FOR KJEMI**

Fagleg kontakt under eksamen:

Namn: 1.aman. Anne Fiksdahl

Tlf.: 735 94094

EKSAMEN I FAG SIK 3038 / MNK KJ 253

KROMATOGRAFI

Torsdag 30. mai 2002
Tid: kl. 9.00 - 14.00 (5 timer)
(2,5 vekttall)

Språkform: Nynorsk (fire - 4 - sider)

Hjelpemiddel: B1 - Typegodkjent kalkulator med tomt minne, tillaten etter liste utarbeidd av NTNU. Trykte eller handskrivne hjelpemiddel er ikkje tillate brukt.

Sensur fell onsdag 19. juni 2002.

1. Innan kromatografisk teori nyttar ein desse forkortingane/omgrepene:

(12p) k (eller k'), α , t_R , R_S , N , N_{eff} og $HETP$ (H).

- Kva kallar ein kvart av desse omgrepene; forklar kort kva forkortingane/omgrepene uttrykkjer.
- Kva er minimumsverdien for α og for R_S ?
- Kva forkortinger/omgrep over gir berre eigenskapane ved kolonna, uavhengig av kva substansar som skal kromatograferast?
- Kva for nokre av parametrane over kan aukast for å gi ei auke i R_S ?
- Korleis kan ein uttrykkje N_{eff} ved hjelp av parametrane over?
- Kva er samanhengen mellom k' , t_R og t_0 ?

2. (8p) Du skal analysera ei blanding av N_2 , CH_4 , CO_2 og H_2S . Føreslå:

- i) ein eigna kromatografisk analysemetode (dvs. eit kromatografisk prinsipp),
- ii) kolonnetyper,
- iii) den mest eigna detektoren og
- iv) de(n) mest eigna mobile fasen(e).

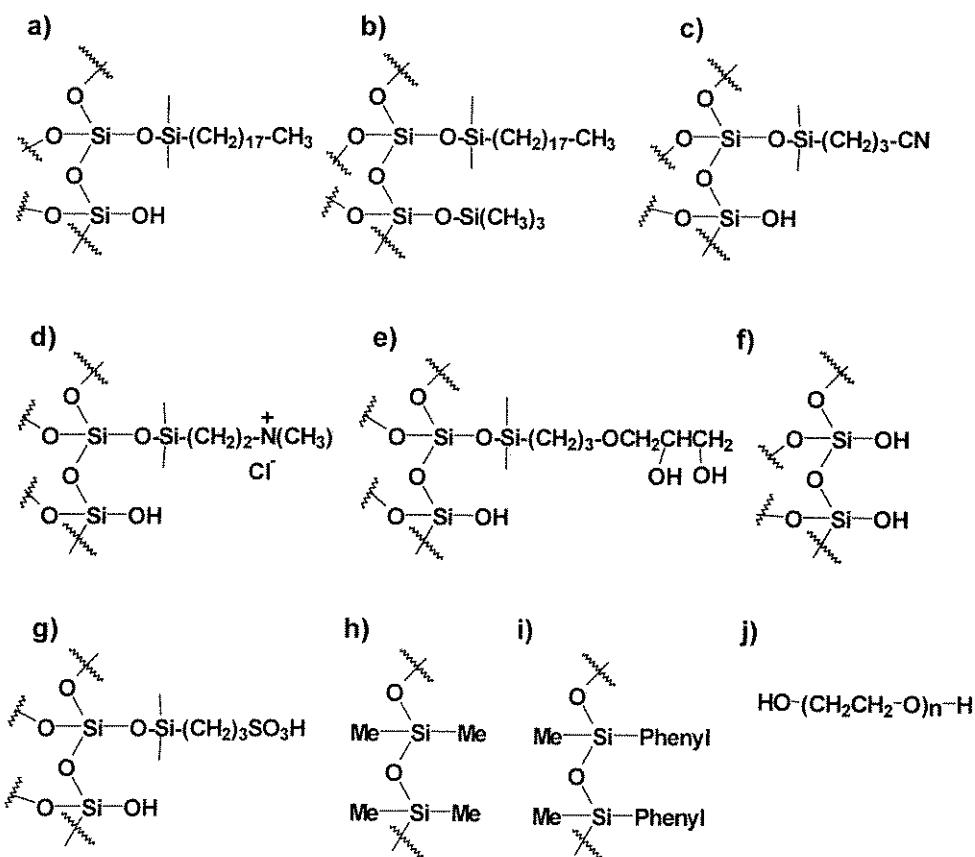
Gi ein kort kommentar til kvart svar.

3.

- a) (3p) Kva for tre typar gradientar kan ein nytte for SFC (superkritisk fluid kromatografi) ?
- b)(3p) Skissér eit diagram som viser korleis tettleiken av eit superkritisk fluid varierer med trykk og temperatur.
- c) (3p) Kva for tre typar sambindingar kan SFC særleg nyttast til ?
- d) (8p) Namngi fire detektorar som kan nyttast for SFC. Gi, for kvar av dei, plasseringa av restriktoren i høve til detektoren. Forklar årsaka til plasseringa.

4. Kva nyttar ein sambindingane a) – j) til ? (Sjå delstrukturar).

(10x2p) Gi eit namn eller ei nemning for kvar sambinding og kommentér eigenskapane.



5. Føreslå venta elueringsrekjkjefølgje og eigna detektor for HPLC-analyse av dei respektive sambindingane i a) – d) ved dei føresetnadene som er gitt under:

- a) (2p) etylbenzen, *p*-isopropyltoluen og 2-etyltoluen;
kolonne/stasjonær fase: C18; eluent: acetonitril/vann (70/30);

(5.)

- b) (2p) codein, morfin og 6-acetymorfin;
kolonne/stasjonær fase: SiO₂;
eluent: heksan/diklor-
metan/MeOH (75/20/5);

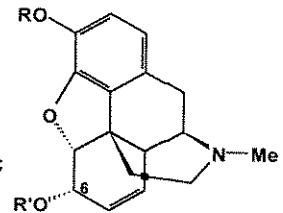
- c) (2p) codein, morfin og 6-acetymorfin;
kolonne/stasjonær fase : ODS (oktadekylsilyl);
eluent: MeOH/acetonitril;

- d) (3p) OPA- (ortoftalaldehyd-) derivat av respektive *n*-dekylamin, *n*-butylamin, *n*-oktylamin og *n*-heksylamin; kolonne/stasjonær fase: C18; eluent: acetonitril/vann (25/75). Kan du gi den kjemiske strukturen for eit av OPA-derivata over?

- e) (4p) Korleis vil retensjonstidene, t_R , halvhøgdebreiddene, $t_{w0,5}$, retensjonsfaktor, k , (=kapasitetsfaktor, k') og oppløysingsevne, R_S , for toppane i kromatogramma over endrast dersom mobil fase-hastigheita blir dobla ?

Strukturar:

codein; R = Me, R' = Ac
morphin; R og R' = H
6-Ac-morphin, R = H, R' = Ac



6.

- a) (3p) Kva for ønska eigenskapar (gi 3) bør ein stasjonær fase for gass-væske-kromatografi, GLC, ha ?
- b) (3p) Kva for beregassar vil eigne seg for GLC-analyse av propanon og propan-2-ol ?
- c) (1p) Kvifor eignar ikkje gass-faststoff-kromatografi, GSC, seg for "vanlege" organisk kjemiske føremål ?
- d) (2p) Kvifor blir andre injeksjonssystem nytta for kapillær GC (HRGC) enn for pakka kolonner ?
- e) (3p) Vis med skisser typiske GLC-kromatogram for respektive pakka og kapillær-kolonne slik at skilnaden tydeleg kjem fram. Kva er årsaka til skilnaden ?

Basert på informasjonen gitt under, rekn ut:

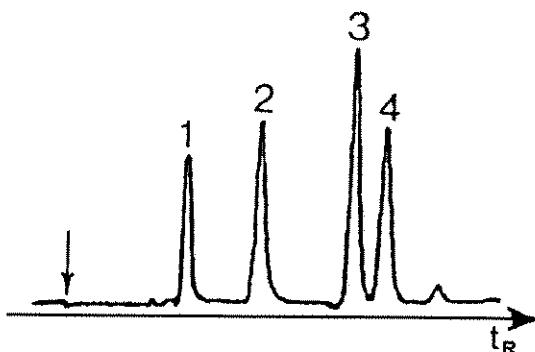
- f) (2p) Kor mange % av respektive isopropylamin og dietylamin føreligg i den mobile fasen ?
- g) (4p) To uttrykk kan nyttast for å rekna ut oppløysinga, R_S , av sambinding 3 og 4. Gjer utrekningane på begge dei to måtane (svara kan bli noko ulike).
- h) (1p) Korleis er verdien for t_0 som gitt i tabellen under rekna ut frå dei oppgitte data ?
- i) (2p) Forklar kvifor elueringsrekjkjefølgja er som venta i kromatogrammet.
- j) (1p) Kva slags kromatografisk prinsipp er denne analysen eit døme på ?
- k) (2p) Kva fordeler og ulemper har ein, vanlegvis, ved bruk av N₂ som beregass ?

Data til oppgåvane 6.f)- 6.j) :

Primary, secondary, tertiary amines C₃-C₆

Separation of underivatized volatile amines on a wide-bore fused silica CP-Sil 5 CB column

Technique	: GC-capillary
Column	: 10 m x 0.53 mm fused silica WCOT CP-Sil 5 CB (5.0 μ m) (Cat.no. 7645)
Temperature	: 50° C → 200° C, 5° C/min
Carrier gas	: N ₂ , 10 kPa (0.1 bar), 52 cm/s
Injector	: direct
	T = 300° C
Detector	: FID, 100 × 10 ⁻¹² Afs T = 275° C
Sample size	: 0.2 μ l
Solvent sample	: tetrachloroethene (perchloroethylene)



Peak identification: (t ₀)	Topp	t _R	t _{w,0,5}
		(0,32 min)	
1. isopropylamine	1	1,12 min	6,7 sec
2. diethylamine	2	1,98 min	8,0 sec
3. diisopropylamine	3	2,97 min	8,2 sec
4. triethylamine	4	3,23 min	9,3 sec