

Faglig kontakt under eksamen:
Institutt for kjemi, Gløshaugen
Navn: prof. Anne Fiksdahl
Tlf.: 94094

EKSAMEN I FAG TKJ 4105/KJ 2053

KROMATOGRAFI

Fredag 28. mai 2004
Tid: kl. 9.00 – 13.00

Sensuren faller 18. juni.

Hjelpeemidler: B1 - Typegodkjent kalkulator med tomt minne, i henhold til liste utarbeidet av NTNU tillatt. Ingen trykte eller håndskrevne hjelpeemidler tillatt.

Oppgave 1

Indikér hvorvidt følgende kromatografiske metoder er

- i) hhv. **fordelings-** eller **adsorpsjons-kromatografi** og
- ii) **GLC, GSC, LLC eller LSC:**

| Kromatografisk metode | i) ford./ads. | ii) GLC/GSC/LLC/LSC |
|---|---------------|---------------------|
| Papirkrom. (PC) | | |
| Tynnskikt (TLC, silica) | | |
| HPLC (normal fase) | | |
| Gasskrom.(pakket kolonne, Stasjonær fase: silicon) | | |
| Gasskrom.(kapillær kolonne, Stasjonær fase: zeolitt sieve) | | |
| Kolonnekrom. (CC, silica) | | |

(12p)

Oppgave 2. GC/HPLC

- a) Lag en skjematisk tegning av instrument og tilbehør for hhv. et
 i) GC-system, ii) HPLC-system (4p)
- b) Tegn den kjemiske strukturen og navngi den mest brukte stasjonære fasen anvendt i hhv.
 i) GLC), ii) HPLC (4p)
- c) Angi typiske dimensjoner (ca lengde og diameter) på kolonner benyttet for hhv.
 i) GLC), ii) HPLC (4p)
- d) Skissér og forklar kort et vanlig injeksjonssystem for hhv.
 i) GLC), ii) HPLC (4p)
- e) Nevn tre detektorer benyttet for hhv.
 i) GLC), ii) HPLC (6p)
- f) Nevn tre typiske mobil faser benyttet for hhv.
 i) GLC), ii) HPLC (4p)
- g) Hvilke type forbindelser egner seg *ikke* for GLC analyse? Nevn tre egenskaper. (3p)
 Hvilke type forbindelser egner seg for analyse vha. GSC?
 Nevn én egenskap og fire typiske forbindelser. (3p)
- h) Hva karakteriserer mobil fasene som benyttes for hhv.
 i) normal fase/NF-HPLC, ii) omvendt fase/RP-HPLC?
 Nevn et eksempel på hver. Basert på det aktuelle kromatografiske prinsipp, forklar hvorfor akkurat denne mobil fasen egner seg for hhv.
 i) NF-HPLC , ii) RP-HPLC.
 Hvordan kan sammensetningen av mobil fase endres for å gi raskere eluering i hhv.
 i) NF-HPLC, ii) RP-HPLC? (8p)
- i) Foreslå ulike systemer bestående av egnet kromatografisk metode og detektor valgt blant begrepene under for separasjon/analyse av blandingene i) – vi):
 Egnet system for separasjon av:
 eks) C₃ – C₁₀ alkaner: GLC-FID
 i) isomere av diklorfenoler: ----
 ii) N₂, methane, argon, O₂: ----
 iii) klorerte alkaner: ----
 iv) polystyren blandinger: ----
 v) C₁ – C₆ alkoholer (ROH): ----
 vi) polyaromatiske hydrocarboner: ---- (10p)

Velg blant de kromatografiske metodene: GLC, GSC, HPLC, SEC/gelfiltrering, SFC.

Velg blant detektorene: UV-detektor, FID, RI-detektor, ECD, fluorescens-detektor, TCD.

(Det kan være flere egnede systemer for hver blanding)

Oppgave 3. TLC

- Tegn en eluert TLC plate, merk av eluentfront og appliseringspunkt,
- vis hvordan R_f verdi beregnes, og
- angi i hvilket R_f område man oppnår best effektivitet. (3p)

- Hva er oftest benyttet som stasjonære fase for TLC? Skisser den kjemiske strukturen. (2p)
- Hvilke krefter forårsaker særlig retensjon på TLC? (1p)

- Nevn 6 løsningsmidler som ofte benyttes som eluenter for TLC.
- Rangér dem etter økende løsningsmiddelstyrke.
- Hva er symbolet for løsningsmiddelstyrke? (6p)

- Hva er isoeluotropiske blandinger? (2p)

Oppgave 4. Annet

- a) Beskriv kort grunnprinsippene, fordeler og typiske anvendelsesområder for SFC. Hvordan er i) løselighetsegenskaper, ii) tetthet, iii) diffusjonskoeffisient og iv) viskositeten til en superkritisk fluid sammenlignet med gass/væske? (7p)

- b) Hvilken type forbindelser (nevnt én egenskap for hver) egner seg for analyse vha.:
i) ionebytter kromatografi, ii) SEC /gelfiltrering iii) kapillærelektroforese (3p)

- c) Hvilken type forbindelser, nevnt et eksempel for hver, vil *ikke* detekteres vha.:
i) FID ii) ECD iii) UV detektor iv) fluorescens detektor (8p)

- d) Adsorpsjonskromatografi baserer seg på interaksjonen mellom kromatografert stoff og adsorpsjonsmidlet i konkurranse med mobil fase.
 - Hvilke molekulære krefter virker under en adsorpsjonsprosess? (4p)
 - I adsorpsjonskromatografi er retensjonen influert av adsorpsjonsmidlet og mobil fase, gitt ved ligningen:

$$\log K = \log V_a + \alpha (S^0 - A_s \epsilon^0)$$

Angi navn og betydning for hvert symbol (K , V_a , α , S^0 , A_s , ϵ^0). (6p)

Beskriv noen (minst to) praktiske konsekvenser som variasjon i parametrerne over gir for graden av retensjon og analysetid. (2p)