

NORGES TEKNISK-
NATURVITENSKAPELIGE UNIVERSITET
INSTITUTT FOR KJEMI

EKSAMEN I SEPARASJON OG ANALYSE (KJ6008)

Tirsdag 1. juni 2011

Tid: 10.00-13.00

Oppgavesettet består av: Oppgavetekst 5 sider (inkludert forside) og 4 vedlegg
(Peridesystemet, Oversikt ligninger, Kjemisk skift 1H NMR, "vanlige" IR frekvenser)

Hjelpebidler: Kalkulator

Faglig kontakt under eksamen: Lise Kvittingen

Tlf: 73 59 66 22 eller 48 29 97 06

Sensur: 25. juni 2010

Svar KORT på spørsmålene.

Oppgave 1 (3 poeng)

- Nevn tre vanlige separasjonsmetoder utenom kromatografi som brukes i kjemi.
- Hvilke prinsipper bygger disse metodene på?
- Gi eksempel på forbindelser som vil være egnet å separere med metodene i a)

Oppgave 2 (3 poeng)

- Hva er grunnprinsippet for separasjon i kromatografi?
- Hva menes med å eluere?
- Hva menes med gradient og isokratisk eluering?

Oppgave 3 (3 poeng)

I et kromatogram av A, B og C på en kolonne med 25,0 cm pakkemateriale var retensjonstiden for en ikke-retardert forbindelse (dead or void time) 3,0 min, mens forbindelsene A, B og C ble eluert ved henholdsvis 5,0, 15,0 og 22,0 min. Båndbredden av toppene ved grunnlinjen var henholdsvis 0,4, 1,2 og 1,8 min.

- Beregn antall teoretisk plater for A og B.
- Hva er platehøyden for B?
- Hva er oppløsningen for denne kolonnen for B og C?

Oppgave 4 (4 poeng)

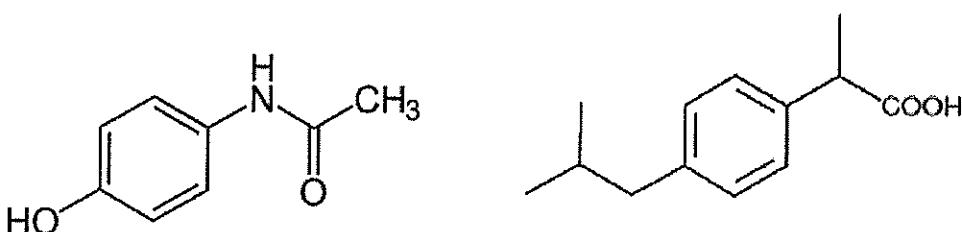
Tusj-farger kan separeres både på kritt og papir med både etanol og vann som mobilfase (elueringsmiddel). Tilsammen utgjør dette 4 systemer.

- Forklar hva som er stasjonær fase og hva som er mobilfase i de fire ulike systemene det er snakk om.
- Forklar kort hvordan man kan demonstrere prinsipper i kromatografi i undervisningssammenheng ved å sammenligne disse fire systemene.

Oppgave 5 (2 poeng)

Virkestoffene (se figur under) i Ibux (til venstre) og Paracet separeres på TLC av silika med følgende mobilfase: heksan: etylacetat: eddiksyre = 65:32:3

- Hvilken av forbindelsene tror du vil ha størst R_f-verdi og hvorfor?
- Begge forbindelsene er fargeløse. Hvordan vi du gå fram for å detektere flekkene på TLC platene?

**Oppgave 6 (2 poeng)**

Under er vist en tynnsjiktplate (silika) der et ekstrakt av løvetannblad er kromatografert med mobilfase av heksan og acetone i forholdet 9 til 1.

- a) Klorofyll og flere komponenter har knapt beveget seg på TLC platen og er følgelig dårlig separert. Hvordan ville du forandre mobil fasen for å separere disse bedre? Begrunn svaret



Oppgave 7 (2 poeng)

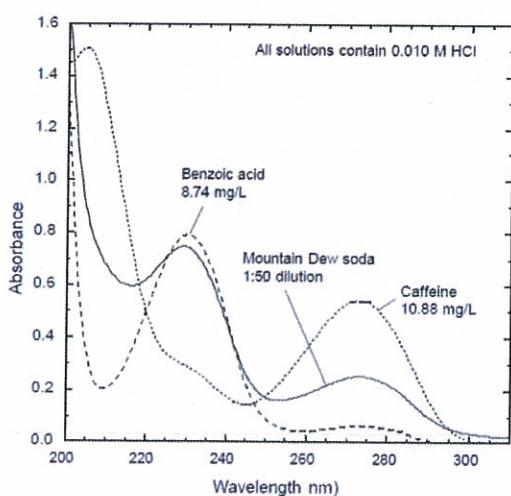
- a) Sett opp de elektromagnetiske strålingsområdene slik at energien er økende: infrarødt lys, gamma-stråler, radiofrekvens/bølger, mikrobølger, ultraviolett lys, røntgenstråler.
b) Hvilke områder i det elektromagnetiske spektret er koblet til overganger mellom energinivåer for de ytre elektronene i molekyler.

Oppgave 8 (2 poeng)

Hva er transmittans og absorbans og hva er sammenhengen mellom disse og Beer's lov?

Oppgave 9 (3 poeng)

Under er spektra av koffein, benzosyre og energi drikken Mountain Dew Soda.



- a) Hvilke to bølgelengder ville du velge for å bestemme koffein og benzosyre innholdet i Mountain Dew soda når du skulle bruke UV-spektrofotometri?
b) Hvilke to parametre trenger du å kjenne for å bestemme konsentrasjonen av kaffein og benzosyre i Mountian Dew soda.
c) Hvorfor må du bruke kvarttskyvette og ikke en glasskyvette eller plastkyvette i dette forsøket?

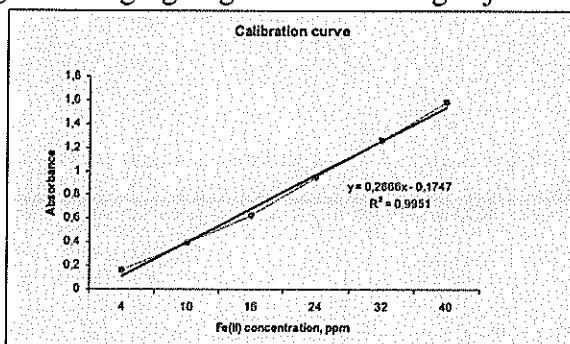
Oppgave 10 (3 poeng)

Jerninnhold kan bestemmes spektrofotometrisk med bruk av 1,10-fenantrolin.

- Hvorfor brukes følgende reagenser i dette forsøket: 1,10-fenantrolin, hydroksylamin, natrium acetate-eddiksyre buffer?
- En standardløsning ble fortynet diverse ganger inntil jernkonsentrasjonene var som vist i tabellen under. Jern(II)-1,10-fenantrolinkompleks ble så laget fra 25 mL alikvoter av disse standardløsningene, og deretter fortynet til 50 mL. Absorbans ble målt ved 510 nm i 1,00 cm kyvette og var som følgende:

Original Fe (II) conc, ppm	Absorbance at 510 nm
4	0,16
10	0,39
16	0,63
24	0,95
32	1,26
40	1,58

En skisse av kalibreringkurven og ligningen for lineær regresjon for disse dataene er vist under:



1,0g matprøve ble knust og ekstrahert med 25 mL vann. Deretter ble jern(II)-1,10-fenantrolinkompleks laget og løsningen ble fortynet til 50 mL. Absorbans av denne løsningen ble målt ved 510 nm i en 1,00 cm kyvette og var 1,470. Bestem jernmengden (i %) i denne matprøven.

Oppgave 11 (2 poeng)

Propan-1-ol kan oksideres til propanal.

- Skriv reaksjonsligningen for reaksjonen (angi oksidasjonsmidlet som [O] over reaksjonspilen om du vil).
- Hvordan kan du bruke IR spektroskopi til å sjekke omsetningen i denne reaksjonen? (Hvilken del/ hvilke deler av et IR spektrum ville gi et enkelt svar på om denne reaksjonen var fullstendig?)

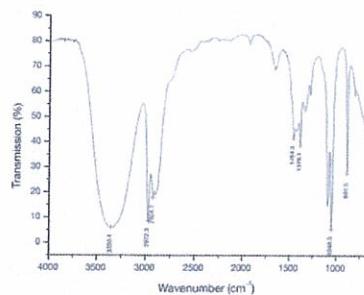
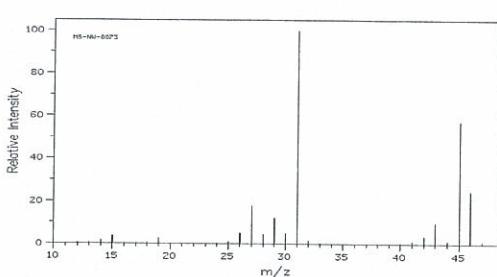
Oppgave 12 (3 poeng)

- Hva er hovedkomponentene i et massespektrometer? Svar kort.
- Ved hvilke m/z verdier forventer du å finne molekylionet for pentan?
- Den høyeste toppen i massespektret av pentan er på m/z= 43. Hvilket fragment er dette?

Oppgave 13 (2 poeng)

Under er et MS og et IR spektrum av en enkel og vanlig organisk forbindelse. Molekylionet ses tydelig i massespektret.

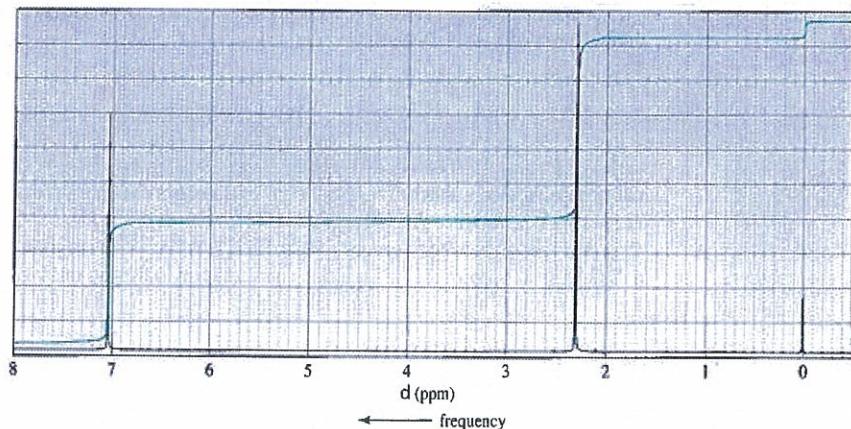
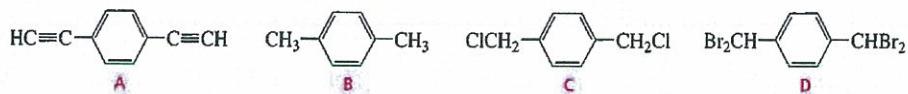
- a) Hvilken forbindelse er avbildet i spektrene. Begrunn svaret kort.

**Oppgave 14** (2 poeng)

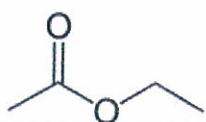
Hvilke(t) H i propanklorid $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Cl}$ vil ha lavest og høyest δ (ppm) i et ^1H NMR spktrum?

Oppgave 15 (2 poeng)

Under er vist et ^1H NMR spektrum og fire forbindelser. Hvilken forbindelse korresponderer med spektret? Begrunn svaret kort.

**Oppgave 16** (3 poeng)

Skisser et ^1H NMR (250MHz) spektrum av etyl acetat ($\text{CH}_3\text{COOCH}_2\text{CH}_3$)



THE PERIODIC TABLE

I

IA

	H	2	IIA
1	Hydrogen 1.008	Be	H
2	Lithium 6.94 9.01	Boron	
3	Na 11 22.99	Mg 12 24.31	

— SYMBOL
— ATOMIC NUMBER
— ATOMIC WEIGHT
— NAME

	13 III A	14 IV A	15 V A	16 VI A	17 VII A	He 2 Helium	Ne 10 Neon
B	C	N	O	F	He	Kr 36 Krypton	Ne 20.18 Neon
5 10.81 Boron	6 12.01 Carbon	7 14.01 Nitrogen	8 16.00 Oxygen	9 19.00 Fluorine			
Al	Si	P	S	Cl	Ar 18 Argon		
13 13 26.98 Aluminum	14 14 26.09 Silicon	15 15 30.97 Phosphorus	16 16 32.07 Sulfur	17 17 35.45 Chlorine			
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Ga
19 39.10 Potassium	20 40.08 Calcium	21 44.96 Scandium	22 50.94 Titanium	23 52.00 Chromium	24 54.94 Manganese	25 55.85 Iron	31 63.55 Nickel
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Rh
37 85.47 Rubidium	38 87.62 Strontium	39 88.91 Yttrium	40 91.22 Zirconium	41 92.91 Niobium	42 95.94 Molybdenum	43 (97.9) Technetium	44 101.07 Rhodium
Cs	Ba	Hf	Ta	W	Re	Os	Pt
55 132.91 Cesium	56 137.33 Barium	57 138.91 Lanthanum	72 178.9 Hafnium	73 180.95 Tantalum	75 186.21 Rhenium	76 190.2 Osmium	78 192.22 Rhodium
Ff	Ra	Ac	Rf	Db	Sg	Bh	Hs
87 223.02 Francium	88 226.03 Radium	89 227.03 Actinium	104 (261) Rutherfordium	105 (262) Dubnium	106 (263) Seaborgium	107 (265) Berkelium	108 (266) Meitnerium
ALKALI METALS	EARTH METALS						
LANTHANIDES	ACTINIDES						
Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb
53 140.12 Cerium	59 140.91 Praseodymium	60 (145) Neodymium	62 150.36 Promethium	63 152.97 Samarium	64 158.93 Europium	65 162.50 Gadolinium	66 164.98 Terbium
Th	Pa	U	Np	Pm	Am	Cm	Bk
90 232.04 Thorium	91 231.04 Protactinium	92 238.03 Uranium	93 237.05 Neptunium	94 (240) Plutonium	95 (243.06) Americium	96 (247) Curium	97 (248) Berkelium
HALOGENS	ALKALI EARTH METALS						
LANthanides	Actinides						
HAYDEN MCNEIL	SPECIALTY PRODUCTS						
www.hmpublishing.com							

NOEN LIGNINGER

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

$$N = 16 \left(\frac{t_R}{W} \right)^2$$

$$H = \frac{B}{u} + C_{SF} u + C_{MF} u$$

$$RS = \frac{\Delta Z}{\frac{W_A}{2} + \frac{W_B}{2}} = \frac{2\Delta Z}{W_A + W_B} = \frac{2[(t_R)_B - (t_R)_A]}{W_A + W_B}$$

$$\alpha = \frac{k_B}{k_A} = \frac{(t_R)_B - t_{MF}}{(t_R)_A - t_{MF}}$$

$$k_A = \frac{t_R - t_{MF}}{t_{MF}} = \frac{t_{SF}}{t_{MF}}$$

$$[A]_i = \left(\frac{V_{aq}}{V_{org}K + V_{aq}} \right)^i [A]_0$$

$$k_A = \frac{t_R - t_{MF}}{t_{MF}} = \frac{t_{SF}}{t_{MF}}$$

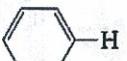
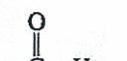
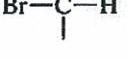
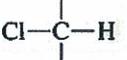
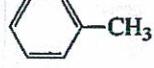
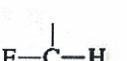
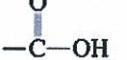
$$\nu = \frac{c}{\lambda}$$

$$T = \frac{P}{P_0}$$

$$A = -\log T = \log \frac{P_0}{P}$$

KJEMISK SKIFT ^1H NMR NMR

Table 14.4 Approximate Values of Chemical Shifts for ^1H NMR^a

Type of proton	Approximate chemical shift (ppm)	Type of proton	Approximate chemical shift (ppm)
$(\text{CH}_3)_4\text{Si}$	0		6.5–8.5
$-\text{CH}_3$	0.9		
$-\text{CH}_2-$	1.3		9.0–10
$-\overset{ }{\text{CH}}-$	1.4		2.5–4
$\begin{array}{c} \\ -\text{C}=\text{C}-\text{CH}_3 \\ \end{array}$	1.7		2.5–4
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ -\text{C}-\text{CH}_3 \end{array}$	2.1		3–4
	2.3		4–4.5
$-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$	2.4	RNH_2	Variable, 1.5–4
$\text{R}-\text{O}-\text{CH}_3$	3.3	ROH	Variable, 2–5
$\begin{array}{c} \\ \text{R}-\text{C}=\text{CH}_2 \end{array}$	4.7	ArOH	Variable, 4–7
$\begin{array}{c} \\ \text{R}-\text{C}=\text{C}-\text{H} \\ \\ \text{R} \end{array}$	5.3		Variable, 10–12
			Variable, 5–8

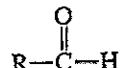
^aThe values are approximate because they are affected by neighboring substituents.

IR FREKVENSER

Table 14.2 Important IR Stretching Frequencies

Type of bond	Wavenumber (cm^{-1})	Intensity
$\text{C}\equiv\text{N}$	2260–2220	medium
$\text{C}\equiv\text{C}$	2260–2100	medium to weak
$\text{C}\equiv\text{C}$	1680–1600	medium
$\text{C}\equiv\text{N}$	1650–1550	medium
	~1600 and ~1500–1430	strong to weak
$\text{C}\equiv\text{O}$	1780–1650	strong
$\text{C}\equiv\text{O}$	1250–1050	strong
$\text{C}\equiv\text{N}$	1230–1020	medium
$\text{O}\equiv\text{H}$ (alcohol)	3650–3200	strong, broad
$\text{O}\equiv\text{H}$ (carboxylic acid)	3300–2500	strong, very broad
$\text{N}\equiv\text{H}$	3500–3300	medium, broad
$\text{C}\equiv\text{H}$	3300–2700	medium

Table 14.3 IR Absorptions of Carbon-Hydrogen Bonds

Carbon-Hydrogen Stretching Vibrations	Wavenumber (cm^{-1})
$\text{C}\equiv\text{C}\equiv\text{H}$	~3300
$\text{C}\equiv\text{C}\equiv\text{H}$	3100–3020
$\text{C}\equiv\text{C}\equiv\text{H}$	2960–2850
	~2820 and ~2720