

Instrumentele analytische chemie (CB, CM, CP)

- [2013 juni examen](#)
- [2015 augustus examen](#)
- [2015 juni examen](#)
- [2016 juni examen](#)
- [2017 augustus examen](#)
- [2017 juni examen](#)
- [Juni 2022](#)
- [2023 Juni Examen Instrumentele Analytische Chemie](#)
- [2024 Juni Examen Instrumentele analytische chemie](#)

2013 juni examen

Dit examen was vroeger voor zowel CC als CB, CM & CP. Momenteel is dit vak verschillend voor deze 2 groepen. Mogelijks is dus niet elke vraag relevant

1) KOLOMCHROMATOGRAFIE (7p) :

- a) Onderscheid maken tussen HPLC en GC (geef beide blokschema's)
- b) Wat is de mobiele fase ?
- c) Wat is de stationaire fase ? (HPLC : RPLC verklaren ; GC : onderscheid tussen 2 kolommen maken)
- d) Vernoem 2 detectoren die je kunt gebruiken
- e) Toepassing
- f) Van Deemter vergelijking (2 grafieken tekenen , zeggen welke experimentele waarde gedetecteerd moeten worden , welke factor het verschil veroorzaakt bij GC en HPLC)
- g) Tekening krijg je en CIEF uitleggen (2de vraag hoe kun je proteïnen detecteren -> mobilisering met NaCl)
- h) Het fractioneringsbereik bij exclusiechromatografie uitleggen

2) FLUORIMETRIE (4p) :

- a) Onderscheid maken tussen fluorimetrie en neflometrie (beide blokschema's tekenen)
- b) Zeggen wat het basis doel is van beide technieken
- c) Welke detector gebruik je ? (algemeen + vb)
- d) Welke golflengte selector gebruik je ? (algemeen + vb)
- e) Toepassing van beide (algemeen + vb)
- f) Bij fluorimetrie welk concentratiegebied werk je het beste (LAAG/HOOG) en welk verschijnsel treedt op ?
- g) Techniek dat lijkt op neflometrie (turbimetrie) en verschil uitleggen tussen beiden

3) Absorptie (3p)

- a) Uitleggen van vlam AAS enkel straal aan de hand van blokschema en elke onderdeel bondig bespreken
- b) Wat wordt er als 2de atomisator gebruikt ? wat zijn de voordelen van de techniek ? welke andere werkwijze moet gevolgd worden ?

4) Toepassing/oefening (3p)

- a) OEFENING : 2 roosters met $d_1 = 12\,000$ spleten/cm en $d_2 = 4000$ spleten/cm gemeten bij 400 nm en 700 nm , bepaal de hoek α ($\lambda = d \sin(\alpha)$) (vergeet niet om te zetten van nm naar m !)
- b) Teken bovenstaande situatie uit , voeg er ook splitter aan toe met draagpunt bij 550 nm en schets de

grafieken

c) Naarmate er meer spleten zijn heb je GROTERE/KLEINERE roosterconstante d , waardoor je SMALLERE/BREDERE absorptiepieken hebt , waardoor je MINDER/MEER golflengte moeten geselecteerd worden

5) ELEKTROCHEMIE (3p)

a) Verschijnselen die conductimetrie beïnvloeden

b) $\dots = G \cdot (s/L)$; vul ... aan en benoem ... met eenheid en (s/L) benoemen met bijhorende eenheid

c) mobiliteit tabel gegeven vul eenheid in van uw mobiliteit

d) titratiecurve van HCl en NaOH tekenen en verklaren , teken titratiecurve van NH_4Cl en NaOH erbij

2015 augustus examen

Dit examen was vroeger voor zowel CC als CB, CM & CP. Momenteel is dit vak verschillend voor deze 2 groepen. Mogelijks is dus niet elke vraag relevant

lector: S. Arickx

VRAAG 1 (7 punten)

- a) HPLC en GC met elkaar vergelijken (blokschema's, mobiele/stationaire fase, detectoren, keuze kolom afhankelijk van..., kolommen, toepassing, elutieprobleem oplossen door)
- b) Van Deemter vergelijking geven + elke term benoemen. Grafiek voor GC en HPLC tekenen en zeggen welke term het verschil bepaalt en waarom dit verschillend is

VRAAG 2 (6 punten)

De afwijkingen op de wet van Lambert-Beer geven, uitleggen, oplossing geven en grafisch voorstellen.

VRAAG 3 (3 punten)

- a) Geef de formule voor de specifieke geleidbaarheid, leg dit uit en geef de eenheid.
- b) Doe hetzelfde voor de equivalente geleidbaarheid
- c) De titratiecurve van AgNO_3 met NaCl geven en het verloop hiervan uitleggen a.d.h.v. de mobiliteiten (deze zijn gegeven).

VRAAG 4 (4 punten)

- a) Oefening op roosterconstante + aanduiden wat juist is in een zin (gaat over de roosterconstante, wat er gebeurt als deze kleiner/groter wordt)
- b) Een tekening is gegeven en jij moet een bepaald onderdeel benoemen en uitleggen hoe het werkt (dit was een holle kathode lamp)
- c) De voornaamste techniek om plasma te creëren is Wordt plasma gebruikt bij emissie of absorptie en leg bondig uit.

2015 juni examen

Dit examen was vroeger voor zowel CC als CB, CM & CP. Momenteel is dit vak verschillend voor deze 2 groepen. Mogelijks is dus niet elke vraag relevant

lector: S. Arickx

VRAAG 1 (6 punten)

2 chromatogrammen + uitleg gekregen

- a) Wat is gebonden fase chromatografie?
- b) Type kolom uitleggen + is dit NPLC of RPLC?
- c) Gradiënt elutie uitleggen
- d) hoe bekom je telkens een evengroot aan analiet volume in de kolom?
- e) Hoe gebeurt de detectie? Leg kort uit
- f) Oefeningen op capaciteitswaarde en resolutie. Resultaten ook interpreteren en voor wat deze 2 een waarde zijn (vb: migratiesnelheid)

VRAAG 2 (6 punten)

Vergelijk vlamfotometrie en moleculaire fluorimetrie met elkaar.

- a) Leg het principe uit van beide technieken
- b) Teken het blokschema van beide technieken
- c) Leg de gebruikte golflengteselektor uit (en geve deze ook) van beide technieken
- d) Eigenschappen van de gebruikte lichtbron (en geve deze ook) van beide technieken geven
- e) Uitleggen voor wat het kan gebruikt worden als analysemethode (en geef een voorbeeld)
- f) De ijklijnen van deze technieken lopen in praktijk niet lineair. Teken hoe deze wel verlopen en leg in een zin uit hoe dit komt.

VRAAG 3 (4 punten)

- a) Geef de 3 technieken waarmee eiwitten kunnen bepaald worden bij capillaire elektroforese + geef het principe van elke techniek
- b) Halfschaduw polarimeter getekend op 135° . Kleur wat je ziet door de lens (dus in de 2 halve cirkels)
- c) *vergeten*

VRAAG 4 (4 punten)

- a) Ag/AgCl referentie elektrode uitleggen + tekenen
- b) Dubbel junctie uitleggen + tekenen
- c) 2 referentie-elektrode geven + uitleggen + voorbeeld geven
- d) Een synoniem voor de conductimetrische mobiliteit is Teken hiervan een grafiek. Geef ook het symbool en de eenheid.

2016 juni examen

Dit examen was vroeger voor zowel CC als CB, CM & CP. Momenteel is dit vak verschillend voor deze 2 groepen. Mogelijks is dus niet elke vraag relevant

lector: S. Arickx

Vraag 1 (6 punten)

Twee figuren gegeven van gebonden fase chromatografie.

- a) wat wordt algemeen bedoeld met "gebonden fase chromatografie"?
- b) verduidelijk over welk type kolom het hier gaat. bespreek eveneens de stationaire fase. Gaat het hier om RPLC of NPLC?
- c) zijn er aandachtspunten m.b.t. de mobiele fase (voorbereidende stappen)? Leg daarnaast uit wat men met "gradiënt elutie" bedoelt. Waarom wordt dit toegepast?
- d) Hoe kan men ervoor zorgen dat er steeds eenzelfde volume geïnjecteerd wordt? (vb. 50 µL)
- e) De scheiding van twee componenten op een chromatografische kolom wordt o.a. bepaald door het verschil in migratiesnelheid. Wat is migratiesnelheid? Bespreek in verband hiermee de retentietijd en de verdelingscoëfficiënt en leidt de relatie af tussen deze twee parameters. (Gegeven: t_m/t_r = verhouding van het aantal mol opgeloste stof in MF tot het totaal aantal mol opgeloste stof in de gehele kolom)

Vraag 2 (6 punten)

Vergelijk vlamfotometrie en AAS (met vlam) door volgende vragen te beantwoorden.

- a) Geef het BASISPRINCIPE (omcirkel telkens het juiste antwoord) waarop elke techniek gebaseerd is en omschrijf dit principe. ATOMAIRE / MOLECULAIRE en ABSORPTIE / EMISSIE
- b) Teken het (algemene) BLOKSCHEMA voor elke techniek. Geef voor elke bouwsteen de algemene benaming van het onderdeel en één specifiek mogelijk type. Indien in het schema een atomisator aanwezig is, teken deze dan in detail. Gebruik in het schema twee kleuren: één kleur voor de gemeenschappelijke onderdelen (kleur:), een ander kleur (kleur:) voor de verschillende onderdelen.
- c) Geef de functie(s) van de vlam
- d) Toepassing van deze techniek: algemeen en een concreet voorbeeld geven voor elk.

e) Ijklijn: de ijklijn is geen rechte. Schets deze ijklijn (vergeet de assen niet te benoemen) en duid de afwijking(en) aan.

f) Extra: naast de vlam, kan in principe ook een gebruikt worden. Deze heeft als voordeel dat

Vraag 3 (4 punten)

a) Leg de werking van de H^+ gevoelige elektrode uit (geef hierbij een tekening ter ondersteuning van je antwoord).

b) Wat is een "gecombineerde" H^+ gevoelige elektrode? Leg uit in woorden en schets ook dit type elektrode (met aanduiding van de verschillende onderdelen).

Vraag 4 (4 punten)

a) Een kolom (te gebruiken voor gelchromatografie) die een gel bevat met een hoge graad van crosslinking, zal een LAGE/HOGE "water regain" waarde hebben en een relatief KLEINE/GROTE "uitsluitingslimiet" (omcirkel telkens het juiste antwoord).

b) Omcirkel de juiste antwoorden (keuze staan telkens in drukletters) in onderstaande stelling over een transmissierooster: Hoe meer spleten er aanwezig zijn per cm (d.w.z. hoe KLEINER/GROTER de roosterconstante d), des te KLEINER/GROTER de variantie in α moet zijn om hetzelfde golflengtegebied te doorlopen, zodat met dezelfde slitopening er MINDER/MEER golflengten geselecteerd worden en de bandbreedte dus KLEINER/GROTER is. Toon deze stelling aan m.b.v. onderstaande oefening over twee transmissieroosters. Het eerste rooster heeft 12000 spleten/cm, het tweede rooster heeft 4000 spleten/cm. Aangezien de lichtbron enkel wit PC licht (400-700 nm) uitzendt, worden enkel de eerste orde golflengten beschouwd. Bereken voor beide roosters de in te stellen hoek α om MMC licht van 400 nm te produceren, alsook de hoek α om MC licht van 700 nm te bekomen. Stel voor beide roosters de spreiding schematisch voor.

c) Bij conductimetrie beïnvloeden de afstand (l) tussen de twee elektroden en het oppervlak (S) van de elektroden de gemeten geleidbaarheid. De verhouding van deze twee parameters (l/S) wordt ook de genoemd [eenheid]. Van welke grootte worden in onderstaande tabel enkele cijfergegevens weergegeven? Vul het correcte symbool ervan aan in de tabel en geef zowel de korte als de lange benaming: Tabel gegeven.

2017 augustus examen

Dit examen was vroeger voor zowel CC als CB, CM & CP. Momenteel is dit vak verschillend voor deze 2 groepen. Mogelijks is dus niet elke vraag relevant

Vraag 1: KOLOMCHROMATOGRAFIE (7p)

- a) Onderscheid maken tussen HPLC en GC (geef beide blokschema's)
- b) Wat is de mobiele fase ?
- c) Wat is de stationaire fase ? (HPLC : RPLC verklaren ; GC : onderscheid tussen 2 kolommen maken)
- d) Vernoem 2 detectoren die je kunt gebruiken
- e) Toepassing + voorbeeld
- f) Van Deemter vergelijking (2 grafieken tekenen , zeggen welke experimentele waarde gedetecteerd moeten worden , welke factor het verschil veroorzaakt bij GC en HPLC)

Vraag 2: Wet van Lambert-Beer (6 punten)

De afwijkingen geven op Lambert-Beer, uitleggen met grafieken.

Vraag 3 (4 punten)

- a) Geef de formule voor de specifieke geleidbaarheid, leg dit uit en geef de eenheid.
- b) Doe hetzelfde voor de equivalente geleidbaarheid
- c) De titratiecurve van AgNO_3 met NaCl geven en het verloop hiervan uitleggen a.d.h.v. de mobiliteiten (deze zijn gegeven).

Vraag 4 (3 punten)

- a) Geef de formule, betekenis en eenheid van conductiviteit.
- b) De voornaamste techniek om plasma te creëren is Wordt plasma gebruikt bij emissie of absorptie en leg bondig uit.
- c) Een tekening is gegeven en jij moet een bepaald onderdeel benoemen en uitleggen hoe het werkt (dit was een holle kathode lamp)

2017 juni examen

Dit examen was vroeger voor zowel CC als CB, CM & CP. Momenteel is dit vak verschillend voor deze 2 groepen. Mogelijks is dus niet elke vraag relevant

Vraag 1 (6 punten) Ionchromatografie: 2 chromatogrammen van zowel anionwisselaar en kationwisselaar.

- a) waarom komt het ene anion voor het andere anion uit de kolom? waarom komt het ene kation na het andere uit de kolom?
- b) het verband tussen de MF en SF bij anionwisselaar.
- c) welke twee detecties zijn er, leg beide bondig uit (tekening)
- d) formule resolutie geven en hoe je hier aankomt.

Vraag 2 Vergelijking tussen AAS en (moleculaire) spectrofluorimetrie.

- a) beide principes geven
- b) Teken het (algemene) BLKSCHEMA voor elke techniek. Geef voor elke bouwsteen de algemene benaming van het onderdeel én één specifiek mogelijk type. Gebruik in het schema 2 kleuren: één kleur voor de gemeenschappelijke onderdelen (kleur:), een andere kleur (kleur:.....) voor de verschillende onderdelen.
- c) lichtbron, golflengteselector, detector
- d) toepassingen geven, algemeen en een concreet voorbeeld.
- e) afwijking in de ijklijn geven in een grafiek, afwijking in één zin uitleggen, grafiek benoemen en afwijking aanduiden.

Vraag 3

- a) Leg de werking van de H^+ gevoelige elektrode uit (geef hierbij een tekening ter ondersteuning van je antwoord)
- b) Wat is een "gecombineerde" H^+ gevoelige elektrode? Leg uit in woorden en schets ook dit type elektrode (met aanduiding van de verschillende onderdelen).

Vraag 4 (4 punten)

- a) oef op concentratie en absorptie
- b) molaire conductometrie, een synoniem geven. Een tabel was gegeven hiervan, moest de juiste eenheid invullen.
- c) 4 grafieken gegeven. Grafiek aanduiden die voor AgNO_3 en LiCl was.

VRAAG 1] CHROMATOGRAFIE (9 punten)

1a] Gegeven: de relatie tussen retentietijd en verdelingscoëfficiënt

$$\frac{L}{t_R} = u \cdot \left(\frac{1}{1 + K \cdot \frac{V_S}{V_M}} \right)$$

Gevraagd:

Leid van hieruit de "praktische definitie" af (voor experimentele bepaling vanuit het chromatogram) van de capaciteitsfactor. Noteer tussenstappen en verklaar symbolen.

Geef eveneens de betekenis (in woorden) van deze capaciteitsfactor én de ideale grenzen waartussen deze ligt (met telkens één zin toelichting).

capaciteitsfactor = $k' = K \cdot V_S / V_M$ (uit formule) /0,25

u = snelheid mobiele fase = L / t_M (met t_M = dode tijd) /0,25

Dus:

$$\frac{L}{t_R} = \frac{L}{t_M} \cdot \left(\frac{1}{1 + k'} \right)$$

$$k' = \frac{t_R}{t_M} - 1 = \frac{t_R - t_M}{t_M} = \frac{t_R'}{t_M} \quad /0,25 \quad \text{met } t_R' = \text{gecorrigeerde retentietijd} \quad /0,25$$

Betekenis: de capaciteitsfactor geeft weer hoeveel langer een component in de stationaire fase verblijft (teller) tov zijn tijd in de mobiele fase (noemer) /0,5

Ideale grenzen:

$k' > 1$ /0,25 als k' te klein is (te dicht bij 0), ligt de piek te dicht bij de solventpiek (dode tijd) en is de piek dus mogelijk niet goed zichtbaar of overlapt deze

$k' < 5$ /0,25 als k' te groot is, duurt het te lang vooraleer de component elueert

1b] Welke combinatie van diffusiecoëfficiënten is de beste om een zo hoog mogelijke efficiëntie te bekomen? (omcirkel het juiste antwoord)

- 1) zowel een lage D_S als een lage D_M
- 2) een lage D_S en een hoge D_M
- ☒ 3) een hoge D_S en een lage D_M /0,25
- 4) zowel een hoge D_S als een hoge D_M

Licht je gekozen antwoord bondig toe (en specificeer daarin voor elke diffusiecoëfficiënt welke concrete term – in woorden, geen wiskundige vergelijking en geen grafiek - in de van Deemter vergelijking beïnvloed wordt én hoe dit juist gebeurt). De volledige van Deemter vergelijking hoeft niet gegeven en besproken te worden!

De longitudinale diffusie-term (uitspreiding van een component bij stroming met de mobiele fase volgens de lengterichting van de kolom) is evenredig met de diffusiecoëfficiënt van de component in de mobiele fase. Immers, als een component gemakkelijker beweegt in de mobiele fase (grote D_M), zal deze zich meer "uitsmeren". We willen een kleine term (want kleine H of HETP geeft een grote efficiëntie N), dus een kleine D_M . /1

De massa-transfer term in/uit de stationaire fase is omgekeerd evenredig met de diffusiecoëfficiënt van de component in de stationaire fase. Immers, wanneer een component gemakkelijk beweegt in de stationaire fase (grote D_S), zal de uitwisseling (oplossen in en opnieuw uit de stationaire fase) goed en vlot gebeuren en zal de term (en dus ook H of HETP) klein zijn. /1

(Opmerking: D_M stond vroeger ook in de massa-transfer term in de mobiele fase, toen de partikels nog onvoldoende mooi waren en er uitstulpingen met stilstaande mobiele fase rond de stationaire fase zaten. In dat geval was D_M best voldoende hoog. Maar aangezien dit de dag van vandaag niet meer van toepassing is, geldt dit niet meer.) (eventueel /0,25 indien eerste niet volledig ok)

1c] Waarvoor staan de letters "HP" in HPLC? Verklaar de oorsprong van "HP" en geef hiertoe een bijpassende grafiek (vergeet de assen niet te benoemen!) ter ondersteuning van je antwoord.

HP = high performance (hoge performantie) /0,25

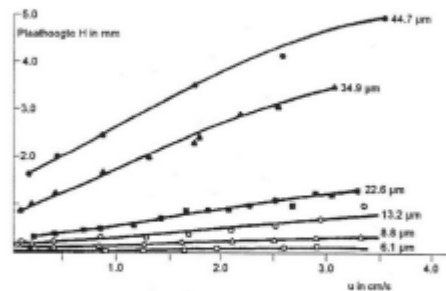
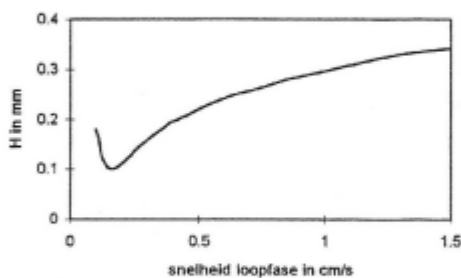
→ Vroeger was LC weinig efficiënt, maar door korrelgroottevermindering van de stationaire fase verbeterde de scheiding. Echter, scheidingen duurden te lang (met veel diffusie als

Academiejaar: 2021-2022
Opleiding: PBa Chemie
Fase: 2
Examinator(en): S. Arickx
OPO: Instrumentele analytische chemie (MBC39B/MBC67B)
OLA: Instrumentele analytische chemie: theorie en oefeningen (MBC39b/MBC67c)
Activiteit: Schriftelijk examen
schatte) studiepunten: 5
gelaten hulpmiddelen: Rekenmachine
Datum: 15/06/2022
Beginuur: 8u30
Toegestane tijdsduur: Dit examen is voorzien op een examentijd van 2 uur 20 minuten. Alle studenten mogen gebruik maken van 3 uur (= reguliere examentijd + 30% extra).



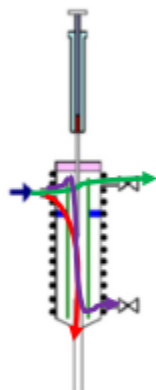
Student:**VERBETERSLEUTEL**..... Nummer:

gevolg). Wanneer men de korrelgroottevermindering combineerde met een hogere druk (van de mobiele fase door de kolom), werd een mooi scheidingsresultaat bekomen. /0,5



Van Deemter vergelijking in grafiek: 4x /0,25
y-as = H of HETP (theoretische plaat hoogte of hoogte equivalent van een theoretische plaat)
x-as = u (snelheid van de mobiele fase)
verloop: dalend – minimum – stijgend
aanduiding daling curve (in zijn geheel) door korrelgroottevermindering stationaire fase
(waardoor men bij hogere snelheden kon werken zonder in te boeten op efficiëntie)

1d] Het binnenkomend gasdebiet (aangegeven met de pijl bovenaan links in *Figuur 1*, die een vaak gebruikte injector bij GC voorstelt) wordt typisch in 3 "delen" verdeeld. Teken deze 3 "flows" op de figuur (telkens vertrekkend van de pijl), en duid ze aan met nummers 1, 2 en 3. Benoem ze en verduidelijk deze "flows" elk met één zin uitleg.



Figuur 1 Een veelgebruikt type injector bij capillaire gaschromatografie (bron: Interscience)

Academiejaar: 2021-2022
Opleiding: PBa Chemie
Fase: 2
Examinator(en): S. Arickx
OPO: Instrumentele analytische chemie (MBC39B/MBC67B)
OLA: Instrumentele analytische chemie: theorie en oefeningen (MBC39b/MBC67c)
Activiteit: Schriftelijk examen

Geschatte) studiepunten: 5
Toegestane hulpmiddelen: Rekenmachine
Datum: 15/06/2022
Beginuur: 8u30

Toegestane tijdsduur: Dit examen is voorzien op een examentijd van 2 uur 20 minuten. Alle studenten mogen gebruik maken van 3 uur (= reguliere examentijd + 30% extra).



Student:**VERBETERSLEUTEL**..... Nummer:

- "flow 1": **septum purge** /0,25
Klein constant debiet draaggas langs de onderkant van het septum om dit schoon te houden (zodat er geen "ghost peaks" ontstaan) /0,25
- "flow 2": **column flow** /0,25
Debiet draaggas naar de kolom (verhoudingsgewijze dezelfde ratio staal naar kolom)
- "flow 3": **split flow** /0,25
Debiet draaggas dat afgesplitst wordt (via "split valve") en verhoudingsgewijze dezelfde ratio staal afsplitst

1f] Omcirkel het juiste antwoord en geef bondig een verklaring/redenering:

De elutievolgorde van een mengsel van Cl^- en F^- (zelfde grootte-orde van concentratie) bij CE en IEC (anionenwisselaar in OH^- -vorm) is:

- (a) dezelfde: eerst Cl^- , dan F^-
- (b) dezelfde: eerst F^- , dan Cl^-
- (c) omgekeerd: bij IEC eerst Cl^- , bij CE eerst F^-
- ☒ (d) omgekeerd: bij IEC eerst F^- , bij CE eerst Cl^- antwoord d is correct /0,25

(Ter info:

chloor heeft atoomnummer 17 en fluor heeft atoomnummer 9 in het periodiek systeem.)

Verklaring: chloride is als naakte ion het grootste, maar rekening houdend met de gehydrateerde ionstraal, is fluoride het grootste /0,25

Bij IEC wordt het kleinste gehydrateerd ion het sterkst weerhouden door de kolom en zal dit dus het laatste elueren (dus fluoride eerst). /0,5

Bij CE ondervindt het kleinste gehydrateerd ion het minste wrijvingsweerstand, waardoor dit eerst elueert (dus chloride eerst). /0,5

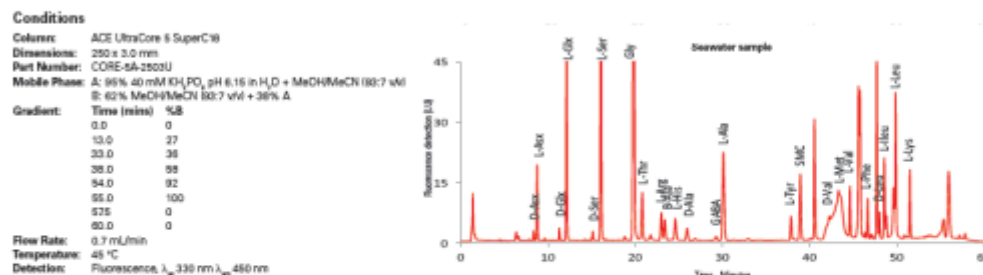
1g] Omcirkel het juiste antwoord (in DRUKLETTERS) en vul aan (in één zin):

/0,25

De "gecorrigeerde 100% methode" is een KWALITATIEVE / KWANTITATIEVE methode. Hierbij corrigeert men voor de verschillende individuele responsfactoren van de componenten.....
...../0,25..... (de uitwerking van de methode is niet gevraagd)

VRAAG 2] FOTOMETRIE (8 punten)

2a] Gegeven:



Figuur 2 Scheiding van de enantiomeren van enkele aminozuren in zeewater

(bron: ACE – UPLC and HPLC columns: Complete applications guide, beschikbaar op www.ace-hplc.com).

Ter info: ACE = merknaam, MeCN = acetonitrile, MeOH = methanol).

Gevraagd: Waarom staan bij de aangegeven "detection" in *Figuur 2* twee verschillende golfenqtes vermeld? Leg bondig uit!

Bij fluorescentie wordt de opgenomen energie (door bestraling met licht van een golflengte waarvoor de moleculen gevoelig zijn, dit is de **excitatie-golflengte**, te vinden via het absorptiespectrum, hier 330 nm) meestal afgegeven onder een **combinatie van warmte en licht**. Hierdoor is de energie o.v.v. licht kleiner (dan de excitatie-energie) of de golflengte (de **emissie-golflengte**, hier 450 nm) **dus groter**. Dit is de **Stokes shift** (het emissiespectrum is opgeschoven naar grotere golflengtes tov het absorptie-spectrum). 4x /0,25

2b] Geef 2 gelijkenissen en 2 verschillen uit de apparatuurschema's van AAS en nefelometrie, op niveau van het concrete type van de bouwstenen. De apparatuurschema's moeten niet gegeven worden. Geef telkens bondig uitleg.

Gelijkenissen:

1/ heel gevoelige detector: fotomultiplier /0,25

- bij AAS wegens het gebruik van monochromatisch licht (lijnspectrum atomen) en hierdoor dus de lage intensiteit van het licht op de detector /0,25
- bij nefelometrie wegens het kleine effect (lichtverstrooiing) en meting in 1 richting (hoek van 90°) /0,25

2/ blancoregeling bv. via de voeding van de detector (of lichtbron, of via diafragma) /0,25

- bij AAS wordt op die manier de absorbantie op 0 gezet wanneer een blanco wordt aangezogen /0,25
- bij nefelometrie wordt op die manier de intensiteit van het verstrooide licht op 0 geregeld wanneer een blanco in de kuvet of staalhouder zit /0,25

Verschillen:

1/ staalhouder /0,25

- bij AAS is een atomisator aanwezig (vlam + verstuivingskamer) om de ionen om te zetten tot een wolk van atomen (atomaire absorptie) /0,25
- bij nefelometrie is een soort kuvet aanwezig waarin de oplossing van deeltjes zit (moleculen, lichtverstrooiing) /0,25

2/ golflengteselector /0,25

- bij AAS moet een monochromator (meestal rooster) aanwezig zijn aangezien er met zo monochromatisch mogelijk licht gewerkt moet worden (instrumentele beperking wet van Lambert-Beer en lijnspectrum = absorptiespectrum van atomen) /0,25
- bij nefelometrie is er niet noodzakelijk een golflengteselector aanwezig (lichtverstrooiing is een niet-selectieve absorptie), enkel indien er bijvoorbeeld absorptie zou plaatsvinden (en dan volstaat vaak een filter) /0,25

(opmerking: lichtbron bij AAS moet een lijnspectrum uitzenden → holle kathodelamp, lichtbron bij nefelometrie moet heel intens zijn → laser of Xe lamp)
(eventueel ook hoek waaronder gemeten wordt, al is dit geen echt "type" van onderdeel)

2c] Onder "atomaire emissie" horen verschillende analysetechnieken thuis. Wat is de reden hiervoor? Leg bondig uit en geef eveneens 3 verschillende technieken waarbij je dit illustreert.

Aan atomaire emissie gaat steeds **excitatie** vooraf. /0,25

Atomen moeten in een aangeslagen toestand gebracht worden, vooraleer ze (bij het terugvallen naar de grondtoestand) licht gaan uitzenden. /0,25

Deze excitatie kan via een lichtbron of warmtebron (bij moleculen enkel met lichtbron):

- vlamfotometrie: excitatie (en atomisatie) via vlam /0,5
- atomaire fluorimetrie: excitatie met lichtbron (atomisatie via vlam) /0,5
- ICP-AES: excitatie (en atomisatie) via plasma /0,5

2d] De gevoeligheid voor Pb analyse met AAS ligt op 0,10 ppm (dit betekent dat deze concentratie van ionen in het analiet een absorptie van 1% oplevert). Bereken in welk concentratiegebied je de ijkoplossingen voor een Pb analyse zou bereiden. Geef hierbij ook een schets van de ijklijn ter ondersteuning van je antwoord.

Absorptie 1% betekent $\%T = 99\%$ of $T = 0,99$ of $A = 2 - \log \%T = 0,0044$
Dus het punt $x = 0,10$ ppm (c) en $y = 0,0044$ (A) ligt op de ijklijn. /0,5

Indien we uitgaan van een rechte, zou $A = 1$ bereikt worden op
 $c = 0,10 \text{ ppm} / 0,0044 = 22,7 \text{ ppm}$ /0,25

Echter, de ijklijn bij AAS is niet perfect lineair, maar vertoont een afbuiging (grafiek: $A = y$ -as /0,25, $c = X$ -as /0,25, afwijking lineaire curve bij hogere concentratie /0,25), zodat een hogere concentratie ingesteld moet worden om $A = 1$ te bekomen (en volgens de experimentele beperking op wet Lambert-Beer is 0 – 1 het bruikbaar gebied /0,25), bv. 25 of 30 ppm → concentratiegebied ijkoplossingen: 0 – 25 à 30 ppm /0,25

VRAAG 3] ELEKTROMETRIE (3 punten)

3a] Bij potentiometrische analyses met een ISE wordt vaak een ISA gebruikt. Waarvoor staan de afkortingen ISE en ISA? Leg het gebruik van een ISA bondig uit.

ISE = iongevoelige elektrode (ion sensitive electrode)

ISA = ionic strength adjustor

/2x 0,25

Bij directe potentiometrie moet men ervoor zorgen dat de activiteitscoëfficiënt steeds dezelfde is (zowel bij de ijkoplossingen als bij de onbekende, die men wenst te interpoleren op de ijklijn). Dit wordt bekomen door een ISA (een niet-interfererend zout in vrij hoge concentratie) toe te voegen aan ijkoplossingen en onbekende (in dezelfde concentratie), waardoor de ionische sterkte in al deze oplossingen door de ISA bepaald wordt en de activiteitscoëfficiënt op die manier dezelfde wordt voor alle oplossingen.

/0,5

3b] In de algemene uitdrukking $U = K + S \cdot \log a_i$ kan S weergegeven worden als $S = 2,303 \cdot (R \cdot T / z_i \cdot F)$. Waarvoor staat S in deze formule (beschrijf in woorden en geef een grafiek waarop je S aanduidt)? Wat is z_i in de gegeven formule voor S?

S = slope = helling = rico in ijklijn = Nernst factor (één beschrijving volstaat) /0,25

z_i = lading van het ion /0,25

Grafiek: Y-as = U (spanning)

X-as = $\log c$

Lineaire curve (niet door de oorsprong) met rico = S

/0,5

(sommigen hebben pH op de X-as en dan een dalende rechte, dit is ook goed)

3c] Geef het stelsel van vergelijkingen (zonder verdere uitwerking) bij een enkelvoudige monsteradditie (uitgevoerd met een gecombineerde ISE). Verklaar gebruikte symbolen.

$$U_1 = K + S \cdot \log (y_i \cdot c_s) \quad /0,25$$

$$U_2 = K + S \cdot \log \left(y_i \cdot \left[\frac{c_X \cdot V_X + c_S \cdot V_S}{V_X + V_S} \right] \right) \quad /0,5$$

Met verklaring symbolen: /0,25

c_X = onbekende concentratie

c_S = concentratie standaard

V_X = volume onbekende

V_S = volume standaard

2023 Juni Examen

Instrumentele Analytische Chemie

Lector: S.Aricks, 2u20 normaal maar iedereen mocht 3u (+30% extra tijd)

Drie vragen/delen, met deelvragen. Zelfde delen als de drie thema's in de cursus. Chromatografie (9 punten), Fotometrie (8 punten), Elektrometrie (3 punten).

OPMERKING: Ik denk niet dat ik alle vragen nog wist dus kan zijn dat er een paar missen.

Vraag 1) Chromatografie (9 punten)

1a) zelfde als Juni examen 2022

De verbetering komt van de verbeter sleutel van het juni examen van 2022.

VRAAG 1] CHROMATOGRAFIE (9 punten)

1a] Gegeven: de relatie tussen retentietijd en verdelingscoëfficiënt

$$\frac{L}{t_R} = u \cdot \left(\frac{1}{1 + K \cdot \frac{V_S}{V_M}} \right)$$

Gevraagd:

Leid van hieruit de "praktische definitie" af (voor experimentele bepaling vanuit het chromatogram) van de capaciteitsfactor. Noteer tussenstappen en verklaar symbolen.

Geef eveneens de betekenis (in woorden) van deze capaciteitsfactor én de ideale grenzen waartussen deze ligt (met telkens één zin toelichting).

capaciteitsfactor = $k' = K \cdot V_S / V_M$ (uit formule) /0,25

u = snelheid mobiele fase = L / t_M (met t_M = dode tijd) /0,25

Dus:

$$\frac{L}{t_R} = \frac{L}{t_M} \cdot \left(\frac{1}{1 + k'} \right)$$

$$k' = \frac{t_R}{t_M} - 1 = \frac{t_R - t_M}{t_M} = \frac{t_R'}{t_M} \quad /0,25 \quad \text{met } t_R' = \text{gecorrigeerde retentietijd} \quad /0,25$$

Betekenis: de capaciteitsfactor geeft weer hoeveel langer een component in de stationaire fase verblijft (teller) tov zijn tijd in de mobiele fase (noemer) /0,5

Ideale grenzen:

$k' > 1$ /0,25 als k' te klein is (te dicht bij 0), ligt de piek te dicht bij de solventpiek (dode tijd) en is de piek dus mogelijk niet goed zichtbaar of overlapt deze

$k' < 5$ /0,25 als k' te groot is, duurt het te lang vooraleer de component elueert

1b) Meerkeuze vraag met verklaring

Meerkeuze vraag: Zijn HETP en resolutie recht of omgekeerd evenredig met de piekbreedte? Duidt het juiste antwoord aan en **verklaar**. En geef de **definitie** van HETP en resolutie.

- a) HETP en resolutie zijn beide evenredig met de piekbreedte.
- b) HETP en resolutie zijn beide omgekeerd evenredig met de piekbreedte.
- c) HETP is omgekeerd evenredig met de piekbreedte en resolutie is evenredig met de piekbreedte.
- d) HETP is evenredig met de piekbreedte en resolutie is omgekeerd evenredig met de piekbreedte.

1c) Leg volgende begrippen bondig uit. (2 punten)

- EOF
- Derivatisatie bij GC
- IEC supressor

1d & e) zelfde als Juni examen 2022

De verbetering komt van de verbeter sleutel van het juni examen van 2022.

1f] Omcirkel het juiste antwoord en geef bondig een verklaring/redenering:

De elutievolgorde van een mengsel van Cl^- en F^- (zelfde grootte-orde van concentratie) bij CE en IEC (anionenwisselaar in OH^- -vorm) is:

- (a) dezelfde: eerst Cl^- , dan F^-
- (b) dezelfde: eerst F^- , dan Cl^-
- (c) omgekeerd: bij IEC eerst Cl^- , bij CE eerst F^-
- ☒ (d) omgekeerd: bij IEC eerst F^- , bij CE eerst Cl^- antwoord d is correct /0,25

(Ter info:

chloor heeft atoomnummer 17 en fluor heeft atoomnummer 9 in het periodiek systeem.)

Verklaring: chloride is als naakte ion het grootste, maar rekening houdend met de gehydrateerde ionstraal, is fluoride het grootste /0,25

Bij IEC wordt het kleinste gehydrateerd ion het sterkst weerhouden door de kolom en zal dit dus het laatste elueren (dus fluoride eerst). /0,5

Bij CE ondervindt het kleinste gehydrateerd ion het minste wrijvingsweerstand, waardoor dit eerst elueert (dus chloride eerst). /0,5

1g] Omcirkel het juiste antwoord (in DRUKLETTERS) en vul aan (in één zin):

De "gecorrigeerde 100% methode" is een KWALITATIEVE / ☒ KWANTITATIEVE methode. /0,25
Hierbij corrigeert men voor de verschillende individuele responsfactoren van de componenten.....
...../0,25..... (de uitwerking van de methode is niet gevraagd)

Vraag 2) Fotometrie (8 punten)

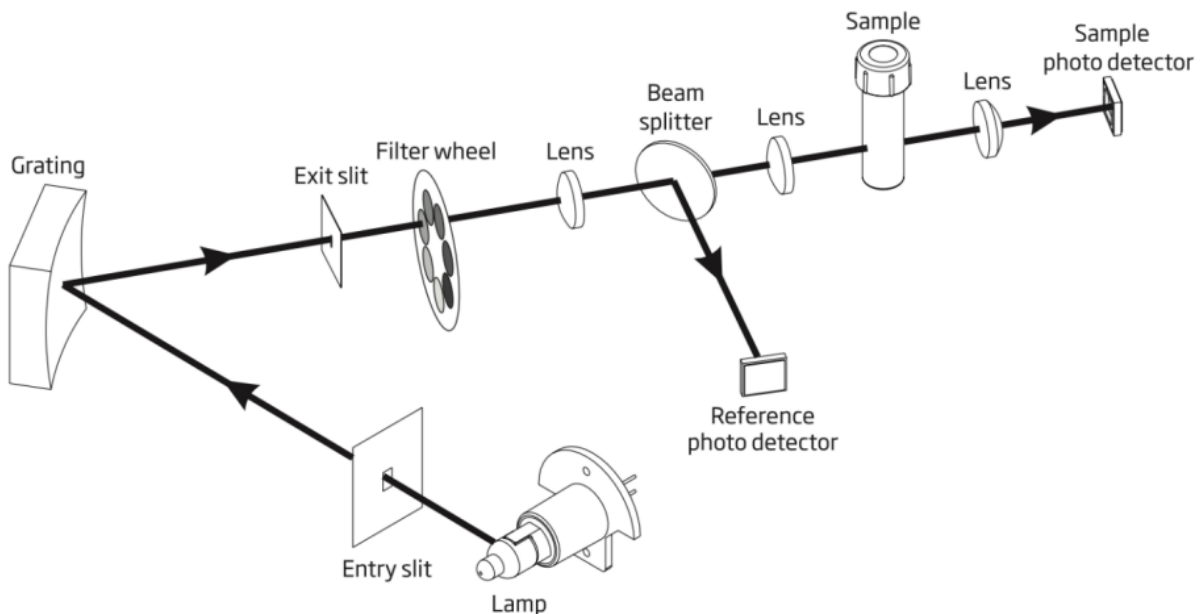
2a) Omcirkel de juiste antwoorden over onderstaande tekening en verklaar beide omcirkelde antwoorden.

(natuurlijk stond het antwoord niet er onderaan bij zoals in de tekening)

Dit is een **split beam**/dubbel beam **fotometer**/spectrofotometer?



APPARTUUR – schema's



HI 801 Iris
Split beam spectrofotometer

15

2b) Geef 2 gelijkenissen en 2 verschillen uit de apparatuurschema's van moleculaire spectrofluorimetrie en AAS, op niveau van het concrete type van de bouwstenen. De apparatuurschema's zelf moeten niet gegeven worden. Geef telkens bondig uitleg.

- **Gelijkenissen (2)**

1. Detector, beiden PM
2. Zelfde soorten golflengteselectoren, monochromators.

- **Verschillen (2)**

1. Verschillende lichtbron
2. Verschillende staalhouder: kuvet vs. atomisator

2c) zelfde als Juni examen 2022

De verbetering komt van de verbeter sleutel van het juni examen van 2022.

2d] De gevoeligheid voor Pb analyse met AAS ligt op 0,10 ppm (dit betekent dat deze concentratie van ionen in het analiet een absorptie van 1% oplevert). Bereken in welk concentratiegebied je de ijkoplossingen voor een Pb analyse zou bereiden. Geef hierbij ook een schets van de ijklijn ter ondersteuning van je antwoord.

Absorptie 1% betekent $\%T = 99\%$ of $T = 0,99$ of $A = 2 - \log\%T = 0,0044$
Dus het punt $x = 0,10$ ppm (c) en $y = 0,0044$ (A) ligt op de ijklijn. /0,5

Indien we uitgaan van een rechte, zou $A = 1$ bereikt worden op
 $c = 0,10 \text{ ppm} / 0,0044 = 22,7 \text{ ppm}$ /0,25

Echter, de ijklijn bij AAS is niet perfect lineair, maar vertoont een afbuiging (grafiek: $A = y$ -as /0,25, $c = X$ -as /0,25, afwijking lineaire curve bij hogere concentratie /0,25), zodat een hogere concentratie ingesteld moet worden om $A = 1$ te bekomen (en volgens de experimentele beperking op wet Lambert-Beer is 0 – 1 het bruikbaar gebied /0,25), bv. 25 of 30 ppm → concentratiegebied ijkoplossingen: 0 – 25 à 30 ppm /0,25

Vraag 3) Elektrometrie (3 punten)

3a) zelfde als Juni examen 2022

De verbetering komt van de verbeter sleutel van het juni examen van 2022.

VRAAG 3] ELEKTROMETRIE (3 punten)

3a] Bij potentiometrische analyses met een ISE wordt vaak een ISA gebruikt. Waarvoor staan de afkortingen ISE en ISA? Leg het gebruik van een ISA bondig uit.

ISE = iongevoelige elektrode (ion sensitive electrode)

ISA = ionic strength adjustor

/2x 0,25

Bij directe potentiometrie moet men ervoor zorgen dat de activiteitscoëfficiënt steeds dezelfde is (zowel bij de ijkoplossingen als bij de onbekende, die men wenst te interpoleren op de ijklijn). Dit wordt bekomen door een ISA (een niet-interfererend zout in vrij hoge concentratie) toe te voegen aan ijkoplossingen en onbekende (in dezelfde concentratie), waardoor de ionische sterkte in al deze oplossingen door de ISA bepaald wordt en de activiteitscoëfficiënt op die manier dezelfde wordt voor alle oplossingen.

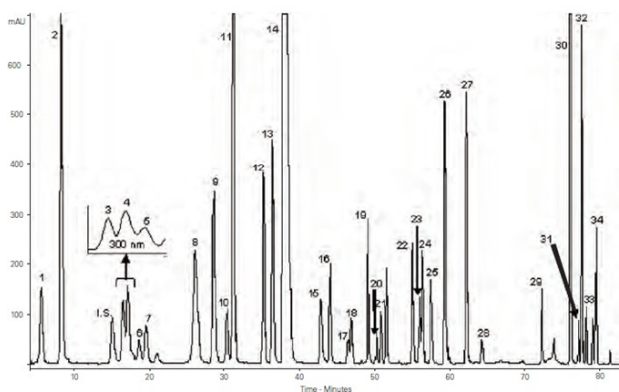
/0,5

2024 Juni Examen

Instrumentele analytische chemie

Deel 1: Chromatografie (/8)

Conditions			Analytes		
Column:	ACE 5 C18-HL		1. Aspartic acid	13. GABA	25. Phenylalanine
Dimensions:	250 x 4.6 mm		2. Glutamic acid	14. Proline	26. Ornithine
Part Number:	ACE-321-2546		3. Asparagine	15. Histamine	27. Lysine
Mobile Phase:	A: 25 mM acetate buffer (pH 5.8)		4. Serine	16. Tyrosine	28. Spermidine
	B: MeCN/MeOH (80/20 v/v)		5. Hydroxyproline	17. Ammonium ion	29. Tyramine
Gradient:	Time (mins)	%B	6. Glutamine	18. Arginine	30. Putrescine
	0.0	45	7. Histidine	19. Valine	31. Tryptamine
	20.0	60	8. Glycine	20. Methionine	32. Cadaverine
	20.5	17	9. Threonine	21. Cysteine	33. Phenylethylamine
	23.5	17	10. β -Alanine	22. Isoleucine	34. Isoamylamine
	65.0	40	11. Arginine	23. Tryptophan	I.S. L-2-Aminoadipic acid
	73.0	72	12. α -Alanine	24. Leucine	
	78.0	82			
	82.0	100			
	85.0	100			
Flow Rate:	0.8 mL/min				
Injection:	20 μ L				
Temperature:	16 $^{\circ}$ C				
Detection:	DAD, 260, 280 and 300 nm				
Sample:	Derivatization with diethyl ethoxymethylmalonate				



Zo'n soort figuur gegeven. (vraag a-d gingen over figuur)

a) Is het NPLC of RPLC? Leg uit (geef volledige naam van afkorting)

b) Op welke manier wordt de mobiele fase gebruikt?

c) Piek 2 en 3 zijn gescheiden, verklaar dit a.d.h.v. de gegevens (t_R , H, W en A gegeven)

d) iets van de vorm van een absorptiecel (tekenen en uitleggen)

e) Afkortingen: geef volledige naam en leg bondig uit

- SSL
- CIEF
- d_p bij Van Deemtervergelijking

f) Na^+ en K^+ ionen in IEC, kationenwisselaar (in H^+ vorm)

- Is MilliQ water goed als mobiele fase? Waarom wel/niet?
- Welke stof elueert eerst?
- Geleidbaarheidsmetingen: gebruik van suppressor. Waarom? En geef voorbeeld van een goede suppressor en leg uit.

Deel 2: Fotometrie (/8)

a) Omcirkel juiste antwoorden:

Dit is een split beam/double beam fotometer/spectrofotometer

b) Schema van AAS was gegeven, maar er zit ergens een fout in. Wat is de fout en geef een oplossing?

c) Geef 2 gelijkenissen en 2 verschillen in type bouwstenen voor Moleculaire spectrofluorimetrie en Nefelometrie.

d) Titratie van Fe^{3+} met EDTA en Cu^{2+} als indicator. Wat is het titratieverloop? Geef 2 grafieken, 1 met A op y-as en 1 met U (mV) op y-as. Leg a.d.h.v. 1 grafiek uit.

e)

Deel 3: Elektrometrie (/4)

a) Teken Elektronische conductometer, en benoem alle grote onderdelen en leg deze uit in 1 zin

b) Leg uit hoe je kan zien bij een 2 puntscalibratie dat uw elektrode nog goed is. Geef een grafiek

c) Formule van enkelvoudige monsteradditie afleiden (geef belangrijke tussenstappen)