
Opgave 1

a Welke voordelen heeft een capillaire kolom ten opzichte van een gepakte kolom?

Veel betere scheiding: hoger schotelgetal

b Welk nadeel is aan een capillaire kolom verbonden?

Kan alleen een heel klein monstervolume verwerken.

Opgave 2

Wat is het verschil tussen een *wall-coated*, *support-coated* en *porous open layer* kolom?

WCOT: Wall coated: de stationaire fase direct op de binnenwand.

SCOT: Support coated: de stationaire fase op een drager met een groter oppervlak.

PLOT: Porous coated: de stationaire fase op een poreuze laag op de binnenwand.

Opgave 3

In welk geval wordt een split-injectie toegepast?

Split: als de kolom geen groot monstervolume kan verwerken, dus bij een capillaire kolom. Maar de concentraties in het monster moeten dan niet heel laag zijn

In welk geval een cold-trap?

Cold trap: capillaire kolom, monster met lage concentraties.

Opgave 4

Welk dragermateriaal wordt het meest toegepast in een gepakte kolom?

Diatomeeënaarde, natuurlijk gevormd silica (siliciumoxide).

Opgave 5

Welke *molecuuleigenschap* is heel belangrijk voor de scheiding bij gaschromatografie?

Moleculen hechten zich meer of minder aan de stationaire fase. Of lossen hier in op. De polariteit van het molecuul is dan de belangrijkste eigenschap. Een apolaire stationaire fase houdt de apolaire moleculen het beste vast. Een polaire fase houdt de polaire moleculen het beste vast.

Opgave 6

Welke fysische constante van de component is heel belangrijk voor de scheiding bij

gaschromatografie?

Dat is vooral het kookpunt.

Opgave 7

Rangschik de volgende typen stationaire fasen naar volgorde van toenemende polariteit: fenyagroepen, C-18, methylgroepen, polyethyleenglycol.

C-18 lange alkylgroepen, apolair.

Methylgroepen ook apolair maar iets minder dan C-18, het dragermateriaal met Si-O-groepen speelt ook een rol.

Fenyagroepen weinig polair, maar de benzeenringen kunnen zich wel iets polair gedragen doordat de π -elektronen niet goed 'gelokaliseerd' zijn, de lading in het deeltje verschuift dan door polaire moleculen die langskomen.

PEG zeer polair door de aanwezigheid van veel (elektronegatieve)zuurstofatomen.

Apolair - - - C-18 - - methylgoep - - fenyagroep - - PEG - - - polair

Opgave 8

In welke volgorde komen de volgende componenten uit de gegeven kolom?

a cyclohexaan (kpt 81 °C) en pentaan-1-ol (kpt 138 °C) bij 150 °C op squalaan;

Squalaan is volkomen apolair. Cyclohexaan zal hierin het beste 'oplossen'.

1^e pentaan-1-ol 2^e cyclohexaan

b methoxybenzeen (kpt 154 °C) en 1-methylethylbenzeen (kpt 177 °C) op polyethyleenglycol bij 170 °C

Polyethyleenglycol (PEG) is zeer polair. Polaire moleculen worden hierop sterk gebonden. Dus:

1^e methylethylbenzeen 2^e methoxybenzeen

c 1,1-dichloorpropaan (kpt 88,1 °C) en 1,3-dichloorpropaan (kpt 120,4 °C) op fenylmethylsiloxaan bij 130 °C.

Beide componenten zijn enigszins polair, de mobiele fase weinig polair. Het kookpuntsverschil zal hier wel de doorslag geven, dus:

1^e 1,1-dichloorpopaan 2^e 1,3-dichloorpropaan

Opgave 9

Welke eisen stelt men aan een detector?

Liefst heb je:

- een hoge gevoeligheid (zodat je lage concentraties ook kunt meten),
- lage ruis (zodat een zwak signaal goed te scheiden is van de ruis),
- grote LDR (zodat hoge concentraties en lage concentraties gemeten kunnen worden),
- algemeen toepasbaar (zodat veel soorten verbindingen gemeten kunnen worden),
- niet duur,
- en het is aantrekkelijk als de componenten heel blijven (zodat de componenten eventueel kunnen worden opgevangen en gemeten met IR of nmr).

Opgave 10

Welke detector heeft de voorkeur voor de scheiding van elk van de onderstaande verbindingen?

- | | |
|--------------------------------|---|
| a alkanen | FID, TCD (algemeen bruikbare detectoren) |
| b halogeenkoolwaterstoffen | ECD (specifiek gevoelig voor halogeen) |
| c alkanolen | FID (algemeen bruikbaar) ECD (gevoelig voor zuurstof) |
| d pesticiden (bevatten S en P) | FPD (specifiek gevoelig voor S en P) |

Opgave 11

- a Wat is een TCD?

Thermische geleidingsdetector, een weerstand wordt gekoeld door langsstromend gas. Als een component voorbij komt is het koelend effect minder. De temperatuur neemt toe en daardoor de weerstand. De stroomsterkte wordt kleiner en levert het signaal.

- b Noem twee voordelen en een belangrijk nadeel.

Algemeen toepasbaar en de componenten blijven heel, je kan dus nog een andere meting aan de GLC koppelen. Nadeel: geringe gevoeligheid en reageert traag waardoor er staartvorming aan de pieken kan voorkomen.

Opgave 12

- a Wat is een FID?

Vlam ionisatie detector, meet elektrische geleiding van het langskomende gas in een vlam. Deze geleiding neemt sterk toe als er in de vlam koolstofverbindingen verbranden (er ontstaan dan geïoniseerde brokstukken).

- b Noem een belangrijk voordeel en een nadeel.

Voordelen: zeer gevoelig, algemeen bruikbaar,

Nadelen: waterstof (als brandstof) nodig, de component verbrandt.

Opgave 13

a Wat is een ECD?

Elektronenvangst detector: meet elektrische geleiding van langskomende component in geïoniseerd stikstofgas. Elektronegatieve atomen vangen elektronen weg waardoor de stroomsterkte sterk daalt.

b Noem een belangrijk voordeel en een nadeel.

Voordeel: zeer gevoelig voor halogenen en stikstof, deze specifieke gevoeligheid kan een voordeel zijn (meting pesticiden bijvoorbeeld).

Nadeel: radioactieve bron nodig, weinig gevoelig voor niet halogeenverbindingen.

Opgave 14

De selectiviteitsfactor voor 1-butanol en *n*-hexaan op een apolaire kolom is 1,7.

a Welke component wordt het sterkst vertraagd?

*Apolaire kolom dus de apolaire component wordt meer vertraagd dan de polaire. 1-butanol komt het eerst uit de kolom daarna *n*-hexaan.*

b Zal de selectiviteitsfactor groter of kleiner zijn dan 1,7, voor de onderstaande verbindingen?

I *n*-hexaan en *n*-heptaan

Kleiner want er is veel minder verschil in polariteit, (ook niet zoveel verschil in kookpunt).

II *n*-hexaan en butaanzuur

Groter, want er is nu meer verschil in polariteit.

Opgave 15

Hoe verandert de resolutiefactor (R_s) als men een gegeven kolom tweemaal zo lang maakt?

Het aantal schotels N wordt dan 2 x zo groot, R_s wordt dan $\sqrt{2}$ maal zo groot:

$$R_s = \frac{1}{4} \times \frac{\alpha - 1}{\alpha} \times \frac{k'}{k' + 1} \times \sqrt{N}$$

Opgave 16

Een GC-kolom heeft een lengte van 15,0 m. Component X heeft een bruto retentie van 7,44 min en component Y: 9,31 min. De piekbreedte aan de basis is voor X: 0,14 min en voor Y: 0,17 min.

- a Bereken R_s voor X en Y.

$$R_s = \frac{\Delta t_R}{w}$$

$$R_s = 9,31 - 7,44 / 0,155 = \mathbf{12,1}$$

- b Bereken N voor X.

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

$$N = 16 \times (7,44 / 0,14)^2 = \mathbf{4,5 \times 10^4}$$

- c Bereken H .

$$H = 15000 \text{ mm} / 4,5 \times 10^4 = \mathbf{0,33 \text{ mm}}$$

Opgave 17

Gegeven de volgende meetwaarden:

component (min)	retentietijd (min)	piekbreedte (basis)
onvertraagd	3,5	
A	6,5	0,18
B	8,7	0,22
C	13,2	0,23
D	17,7	0,34

Bereken:

- a het schotelgetal voor elke piek

$$A: N = 16 \times (6,5 / 0,18)^2 = \mathbf{2,1 \times 10^4}$$

$$B: N = 16 \times (8,7 / 0,22)^2 = \mathbf{2,5 \times 10^4}$$

$$C: N = 16 \times (13,2 / 0,23)^2 = \mathbf{5,3 \times 10^4}$$

$$D: N = 16 \times (17,7 / 0,34)^2 = \mathbf{4,3 \times 10^4}$$

- b de retentiefactor voor elke component

$$A \quad k' = (6,5 - 3,5) / 3,5 = \mathbf{0,86}$$

$$B \quad k' = (8,7 - 3,5) / 3,5 = \mathbf{1,5}$$

$$C \quad k' = (13,2 - 3,5) / 3,5 = \mathbf{2,8}$$

$$D \quad k' = (17,7 - 3,5) / 3,5 = \mathbf{4,1}$$

c de resolutiefactor voor A en B, B en C, C en D.

$$BA: (8,7 - 6,5) / 0,2 = \mathbf{11}$$

$$CB: (13,2 - 8,7) / 0,225 = \mathbf{20}$$

$$DC: (17,7 - 13,2) / 0,29 = \mathbf{15,5}$$

Opgave 18

Bereken de retentie-indices van componenten A, B en C:

component	t'_R (min)
propaan	1,42
<i>n</i> -butaan	2,60
<i>n</i> -pentaan	4,51
<i>n</i> -hexaan	8,06
<i>n</i> -heptaan	15,12
<i>n</i> -octaan	28,14
A	6,73
B	9,05
C	20,85

$$I = 100 \times n + 100 \times \frac{\log(t'_R)_x - \log(t'_R)_n}{\log(t'_R)_{n+1} - \log(t'_R)_n}$$

$$I_A = 100 \times 5 + 100 \times (\log 6,73 - \log 4,51) / (\log 8,06 - \log 4,51) = \mathbf{569}$$

$$I_B = 100 \times 6 + 100 \times (\log 9,05 - \log 8,06) / (\log 15,12 - \log 8,06) = \mathbf{619}$$

$$I_C = 100 \times 7 + 100 \times (\log 20,85 - \log 15,12) / (\log 28,14 - \log 15,12) = \mathbf{752}$$

Opgave 19

Bereken de retentie-indices van componenten A, B en C:

component	t'_R (min)
<i>n</i> -butaan	1,30
<i>n</i> -pentaan	2,51
<i>n</i> -hexaan	5,10
<i>n</i> -heptaan	9,93

<i>n</i> -octaan	19,6
A	4,22
B	12,1
C	18,2

$$I = 100 \times n + 100 \times \frac{\log(t'_R)_x - \log(t'_R)_n}{\log(t'_R)_{n+1} - \log(t'_R)_n}$$

$$I_A = 100 \times 5 + 100 \times (\log 4,22 - \log 2,51) / (\log 5,10 - \log 2,51) = \mathbf{573}$$

$$I_B = 100 \times 7 + 100 \times (\log 12,1 - \log 9,93) / (\log 19,6 - \log 9,93) = \mathbf{729}$$

$$I_C = 100 \times 7 + 100 \times (\log 18,2 - \log 9,93) / (\log 19,6 - \log 9,93) = \mathbf{790}$$

Opgave 20

Opgave 20	Bereken de retentie-indices van componenten A, B en C:
component	t'_R (min)
<i>n</i> -butaan	2,25
<i>n</i> -pentaan	5,30
<i>n</i> -hexaan	12,1
<i>n</i> -heptaan	25,3
<i>n</i> -octaan	56,0
A	6,00
B	14,1
C	32,0

$$I_A = 100 \times 5 + 100 \times (\log 6,00 - \log 5,30) / (\log 12,1 - \log 5,30) = \mathbf{515}$$

$$I_B = 100 \times 6 + 100 \times (\log 14,1 - \log 12,1) / (\log 25,3 - \log 12,1) = \mathbf{622}$$

$$I_C = 100 \times 7 + 100 \times (\log 32,0 - \log 25,3) / (\log 56,0 - \log 25,3) = \mathbf{730}$$

Opgave 21

Gegeven van de homologe reeks van alkanolen, de volgende netto retentietijden:

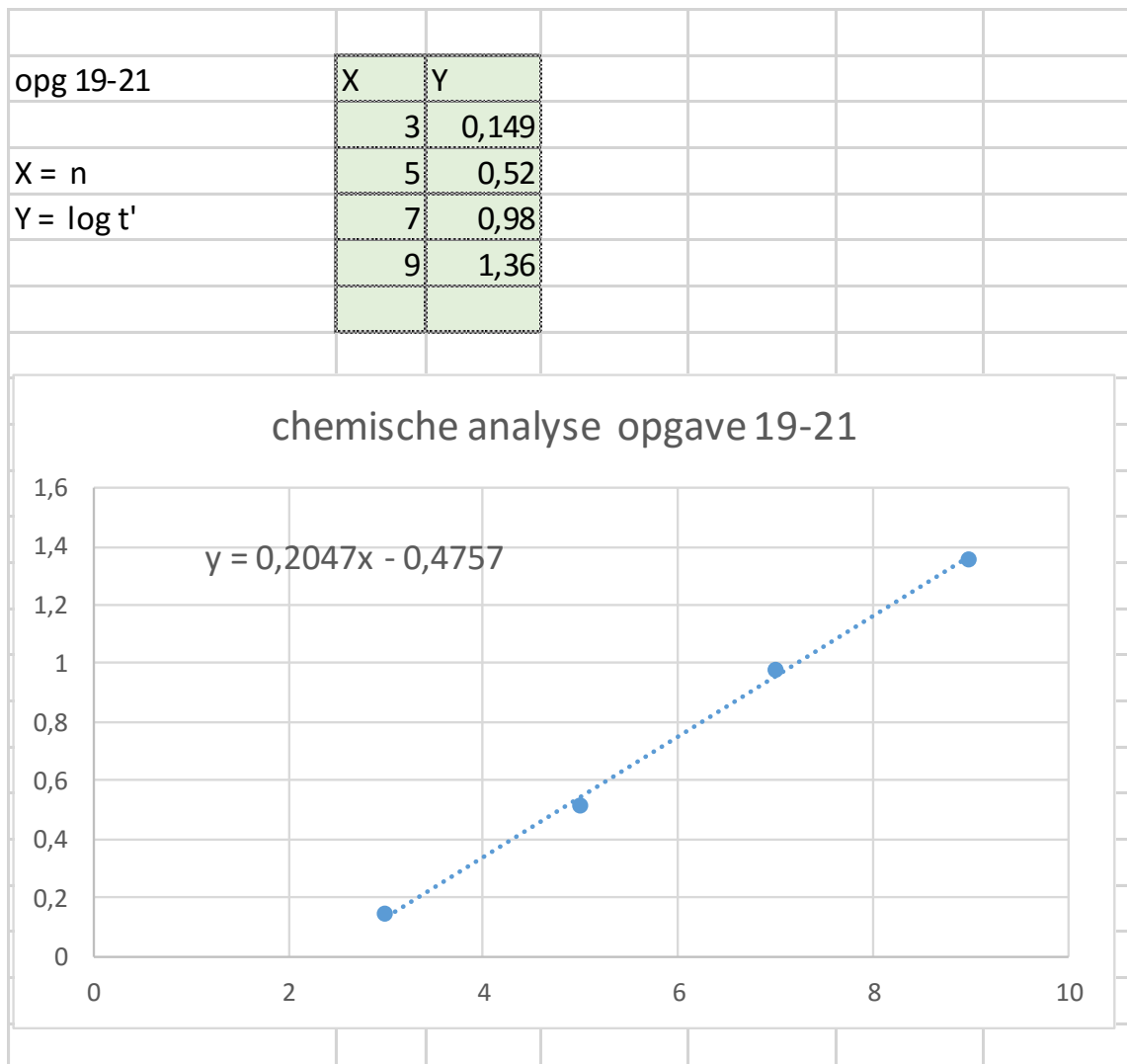
<i>n</i>	t'_R (min)
3	1,41
5	3,31
7	9,55
9	22,9

X 5,90

a Hoeveel C-atomen heeft X?

De nettoretentietijd ligt tussen die van n-pentanol en n-heptanol. Het zal dus gaan om hexanol, dus 6 C-atomen.

b Maak een diagram met $\log(t_R)$ op de Y-as en n op de X-as.



c Welke gereduceerde retentie verwacht je voor n-decanol?

n = 10 ligt buiten de meetreeks maar de verwachting is:

n = 10 dus: $\log t_R' = 0,2047 \times 10 - 0,4757 = 1,57 \rightarrow t_R' = 37,3 \text{ min}$

Opgave 22

Een mengsel van alkanen geeft het volgende resultaat:

component	oppervlak
pentaan	350
octaan	280
decaan	491

Bereken de procentuele samenstelling van het mengsel.

<i>pentaan</i>	$350 / (350+280+491) \times 100\% = \mathbf{31,2\%}$
<i>octaan</i>	$280 / (350+280+491) \times 100\% = \mathbf{25,0\%}$
<i>decaan</i>	$491 / (350+280+491) \times 100\% = \mathbf{43,8\%}$

Opgave 23

Van pentaan en octaan worden oplossingen gemaakt van respectievelijk 50,0 mg/L en 100,0 mg/L. Voor dit standaardmengsel worden oppervlakken gemeten van 226 (pentaan) en 512 (octaan).

Het te analyseren monster levert na injectie van een gelijk volume als bij de standaard, oppervlakken van 95,2 (pentaan) en 127 (octaan).

Bereken de massaconcentraties in het monster.

$$c_x = \frac{O_x}{O_s} \times c_s \quad \blacktriangleright \quad \text{pentaan: } c_x = (95,2 / 226) \times 50,0 \text{ mg/L} = \mathbf{21,1 \text{ mg/L}}$$

$$\text{octaan: } c_x = (127 / 512) \times 100,0 \text{ mg/L} = \mathbf{24,8 \text{ mg/L}}$$

Opgave 24

Voor de bepaling van 2-propanol (dichtheid: 0,786 g/mL) in een waterige oplossing worden standaarden gemaakt door verdunning van respectievelijk 1,0; 2,0; 3,0; 4,0 en 5,0 mL tot steeds 10,0 mL oplossing.

Injectie van steeds 3,0 μ L standaard en vervolgens 3,0 μ L monster, levert de volgende resultaten:

standaard (mL)	oppervlak
1,0	450
2,0	885
3,0	1336
4,0	2254
monster:	1066

De oplossing met 1,0 mL bevat: 1,0 mL \times 0,786 g/mL = 0,786 g in een verdunning van 10 mL
 $0,786 \text{ g} / 0,010 \text{ L} = 78,6 \text{ g/L}$

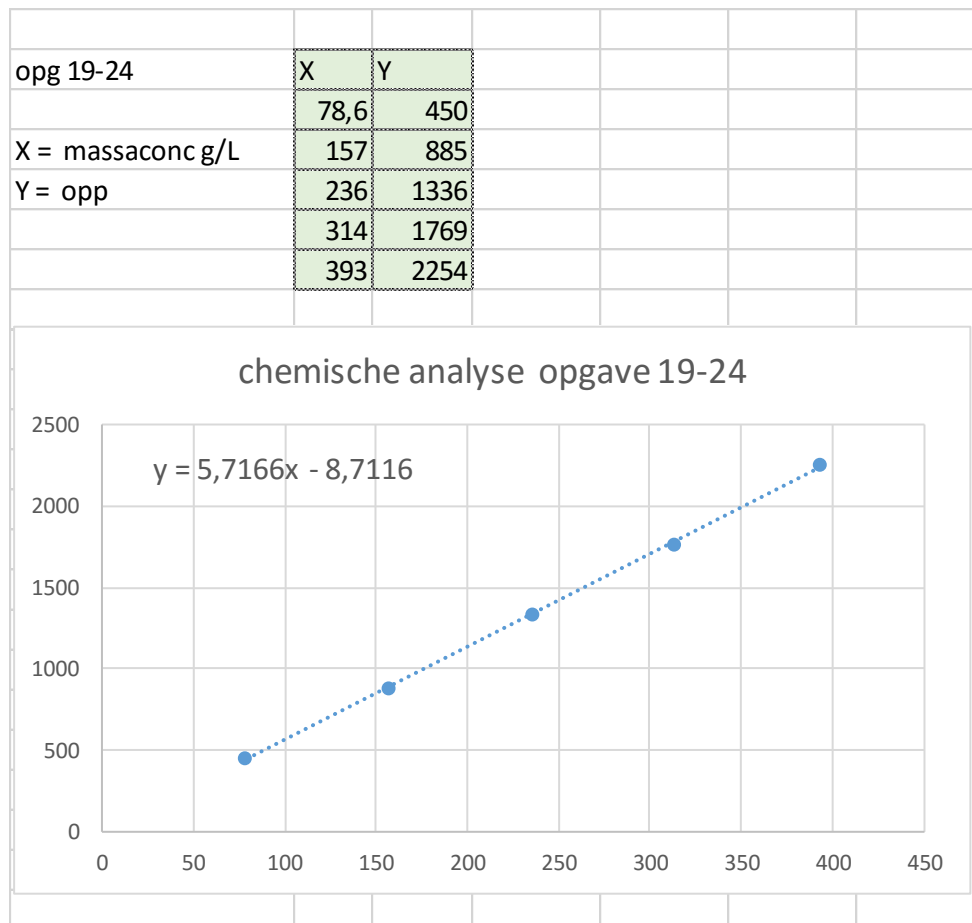
Uitwerkingen van de opgaven uit:

Zo bevatten de andere oplossingen: 157 g/mL, 236 g/mL, 314 g/mL, 393 g/mL.

In tabel:

standaard (mL)	massaconc. (g/L)	Oppervlak
1,0	78,6	450
2,0	157	885
3,0	236	1336
4,0	314	1769
5,0	393	2254
monster:	?	1066

Bepaal de massaconcentratie 2-propanol (g/L) in het monster.



Met de door lineaire regressie gegeven formule: $y = 5,7166x - 8,7116$, berekenen we X voor de gegeven Y-waarde: 1066:

$$1066 = 5,7166x - 8,7116 \quad \blacktriangleright \quad x = \mathbf{188 \text{ g/L}}$$

Opgave 25

. Gegevens standaardmengsel:

Interne standaard		component		
C_{is} (mg/L)	O_{is}	C_x (mg/L)	O_x	f
150	625	A 100	275	
		B 100	592	
		C 100	462	

Gegevens analysemengsel:

Interne standaard		component		
C_{is} (mg/L)	O_{is}	O_x	f	C_x (mg/L)
150	614	A 175	1,516	64,8
		B 455	0,704	78,3
		C 321	0,902	70,7

Bereken voor elke component de relatieve gevoeligheidsfactor (f) en de concentratie in het analysemengsel

$$c_x = f \times \frac{O_x}{O_{is}} \times c_{is}$$

A *standaardmengsel:* $100 = f \times (275 / 625) \times 150 \quad \blacktriangleright \quad f = 1,516$
Analysemengsel: $c_x = 1,516 \times (175 / 614) \times 150 = \mathbf{64,8 \text{ mg/L}}$

B *standaardmengsel:* $100 = f \times (592 / 625) \times 150 \quad \blacktriangleright \quad f = 0,704$
Analysemengsel: $c_x = 0,704 \times (455 / 614) \times 150 = \mathbf{78,3 \text{ mg/L}}$

C *standaardmengsel:* $100 = f \times (462 / 625) \times 150 \quad \blacktriangleright \quad f = 0,902$
Analysemengsel: $c_x = 0,902 \times (321 / 614) \times 150 = \mathbf{70,7 \text{ mg/L}}$

Opgave 26

Gegevens standaardmengsel:

Interne standaard		component		
C_{is}	O_{is}	C_x	O_x	f

(mg/L)		(mg/L)	
500	3585	D 200	1865
		E 500	3990
		F 500	4821

Gegevens analysemengsel:

Interne standaard		component		
C_{is}	O_{is}	O_x	f	C_x
(mg/L)				(mg/L)
250	1894	D 4925	0,769	500
		E 1428	0,898	169
		F 3456	0,744	339

Bereken voor elke component de relatieve gevoeligheidsfactor (f) en de concentratie in het analysemengsel.

D *standaardmengsel:* $200 = f \times (1865 / 3585) \times 500 \quad \blacktriangleright \quad f = 0,769$

Analysemengsel: $c_x = 0,769 \times (4925 / 1894) \times 250 = \mathbf{500 \text{ mg/L}}$

E *standaardmengsel:* $500 = f \times (3990 / 3585) \times 500 \quad \blacktriangleright \quad f = 0,898$

Analysemengsel: $c_x = 0,898 \times (1428 / 1894) \times 250 = \mathbf{169 \text{ mg/L}}$

F *standaardmengsel:* $500 = f \times (4821 / 3585) \times 500 \quad \blacktriangleright \quad f = 0,744$

Analysemengsel: $c_x = 0,744 \times (3456 / 1894) \times 250 = \mathbf{339 \text{ mg/L}}$

Opgave 27

Gegevens standaardmengsel:

Interne standaard		component		
C_{is}	O_{is}	C_x	O_x	f
(mg/L)		(mg/L)		
300	955	G 300	1466	
		H 250	567	
		I 700	872	

Gegevens analysemengsel:

Interne standaard		component		
C_{is}	O_{is}	O_x	f	C_x
(mg/L)				(mg/L)

500	1628	G	879	0,651	176
		H	1137	1,404	490
		I	451	2,56	350

G standaardmengsel: $300 = f \times (1466 / 955) \times 300 \quad \blacktriangleright \quad f = 0,651$

Analysemengsel: $c_x = 0,651 \times (879 / 1628) \times 500 = \mathbf{176 \text{ mg/L}}$

H standaardmengsel: $325 = f \times (567 / 955) \times 300 \quad \blacktriangleright \quad f = 1,404$

Analysemengsel: $c_x = 1,404 \times (1137 / 1628) \times 500 = \mathbf{490 \text{ mg/L}}$

I standaardmengsel: $700 = f \times (872 / 955) \times 300 \quad \blacktriangleright \quad f = 2,56$

Analysemengsel: $c_x = 2,56 \times (451 / 1628) \times 500 = \mathbf{350 \text{ mg/L}}$

Opgave 28

Welke eisen worden gesteld aan een interne standaard?

Interne standaard...

- mag **niet** al aanwezig zijn in het monster,
- moet wel lijken op de te meten componenten,
- de piek ligt vrij in het chromatogram ,
- stabiel,
- niet heel vluchtig