

Høgskolen i Østfold
Avdeling for ingeniør- og realfag

EKSAMENSOPPGAVE

Fag: IRK21515 Instrumentell analyse 1

Lærer: Birte J. Sjursnes

Sensurfrist: Fredag 15. januar 2016

Grupper: Kjemi	Dato: 16.12.2015	Tid: 09:00 – 13:00
Antall oppgavesider: 4	Antall vedleggsider: 5	
Hjelpemidler: "Book of data" eller andre godkjente formelsamlinger Godkjent kalkulator		
KANDIDATEN MÅ SELV KONTROLLERE AT OPPGAVESETTET ER FULLSTENDIG		

Vedlegg 1: Formler

Oppgave 1

- a) For å bestemme sammenheng mellom respons og konsentrasjon til en analytt kan man benytte ulike kalibreringsmetoder.
- Beskriv kalibreringsmetoden «Ekstern standard».
 - For hvilke typer prøver bør man benytte «Ekstern standard»? Begrunn svaret.
- b) Beskriv kort følgende begreper knyttet til evaluering av analysemetode:
- Sensitivitet/følsomhet
 - Nøyaktighet
 - Deteksjonsgrense

Oppgave 2

- a) Når en stråle med hvitt lys treffer et prisme, så bøyes strålen og bølgelengdene (som vi ser som farger) skiller seg. Dette fenomenet beskrives ved «refraksjon» og «dispersjon». Angi hva disse begrepene innebærer, og forklar hvordan dette viser hvorfor lysstråler bøyes og bølgelengdene skiller seg.
- b) Beskriv kort hvordan "vacuum photomultiplier tubes" virker.

Oppgave 3

To av laboratorieoppgavene har vært analyse av kalsium og natrium i vannløsning. Begge elementene har vært analysert på et instrument for atomabsorpsjon utstyrt med flamme hvor man også kan måle flamme-emisjon.

- a) Beskriv atomabsorpsjon og atomemisjon ved flamme. Beskrivelsen bør minimum inneholde mest vanlige teknikk for innføring av analytt og overføring til gassfase, i hvilke form analytten bør være for analyse, hvordan eksitasjon foregår og hva som måles.
- b) Angi hvilken teknikk som ble brukt for hvert element. Hvorfor er det vanlig å bruke flamme-emisjon for det ene elementet?
- c) I disse analysene ble det tilsatt KCl og $\text{La}(\text{NO}_3)_3$ for å motvirke interferens. Beskriv hvilken type interferens hver av tilsetningene skal motvirke og hvordan tilsetningene virker. Angi hvilket tilsetningsmiddel som ble brukt for hvert element.

Oppgave 4

- a) Beskriv ICP (Inductively Coupled Plasma) for måling av atomemisjon.
- b) Hva er fordelene ved bruk av plasma i forhold til flamme for måling av atomemisjon?

- c) Hvilke to typer elektronoverganger (transisjoner) er viktigst i praktisk UV-Vis spektroskopi?
- d) Hvilke typer funksjonelle grupper og/eller atomer må en organisk forbindelse ha for å absorbere stråling i UV-Vis-område? Hva kalles slike grupper?

Oppgave 5

- a) Luminescens er molekylær emisjon. Luminescens deles inn i fotoluminescens og kjemisk luminescens. Gi en beskrivelse av disse to formene for luminescens.
- b) Fotoluminescens deles videre opp i fluorescens og fosforescens.
 - 1) Beskriv hva fluorescens og fosforescens er. Legg spesielt vekt på forskjeller.
 - 2) Ranger bølgelengde for eksitasjon, fluorescens og fosforescens etter lengde.
- c) Forklar hvordan og hvorfor fluorescensintensitet til et molekyl i løsning varierer med løsningsens temperatur og viskositet.

Oppgave 6

- a) Cesium (Cs) er mye brukt i fotoceller og TV-kamera. Det har den laveste ioniseringsenergien av alle stabile elementer. Hva er max kinetisk energi for et fotoelektron revet løs fra Cs av stråling med bølgelengde 550 nm? Hvis bølgelengden er over 660 nm så blir ingen elektroner revet løs.
- b) Beregn hastighet (v), frekvens (ν) og bølgelengde (λ) for natrium D-linje, $\lambda = 589 \text{ nm}$, i honning som har en brytningsindeks på n_D (honning) = 1,50.

- c) Et interferensfilter skal lages for å kunne isolere absorpsjonsbåndet ved 1537 cm^{-1} for nitrobensen.
- 1) Basert på 1. ordens interferens, hvilken tykkelse må det dielektriske laget ha? Brytningsindeks (n_D) for dielektrisk er 1,34.
 - 2) Hva er bølgelengden for 2. ordens interferens?

Oppgave 7

- a) Treverdige krom danner et kompleks med difenylcarbamid hvis molare absorptivitet er $4,17 \times 10^4 \text{ liter mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$ ved 540 nm. Beregn:
- 1) Absorbans for en $7,68 \times 10^{-6} \text{ M}$ løsning av komplekset i en 1,00 cm celle ved 540 nm.
 - 2) Transmittansen i prosent for løsningen i 1).
 - 3) Den celletykkelse som trengs for at en $2,56 \times 10^{-6} \text{ M}$ løsning skal ha samme absorbans som under 1).
 - 4) Den konsentrasjon av komplekset som skal ha en absorbans på 0,649 ved 540 nm når det benyttes en 1,00 cm celle.
- b) Phenylbutazone tabletter skal inneholde 100 mg aktivt preparat pr. tablett. For å bestemme dette ble det veid ut en mengde på 30 tabletter (6,3020 g) og knust til fint pulver. Av dette ble 0,2026 g av pulveret ekstrahert med alkohol, filtrert og filtratet fortynnet til 100 ml med alkohol. En delmengde på 10 ml av denne løsningen ble fortynnet til 1000 ml med 0,1 M NaOH. Den målte absorbanseverdien i en 1,00 cm celle var 0,622. Ifølge tabell i oppslagsverk er absorptiviteten $66,00 \text{ liter g}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. Beregn antall mg aktivt preparat i en tablett.

Svaret SKAL vise beregningen!

Formler – IRK21515 Instrumentell analyse 1

Kalibrering, sammenheng mellom respons og konsentrasjon av analytt

Ekstern standard: $c_x = \frac{y-b}{m}$ hvor $y = \text{respons}$
 $x = \text{konsentrasjon av analytt}$
 $m = \text{stigningstall}$
 $b = \text{skjæringspunkt}$

Intern standard: $c_x = \frac{\left(\frac{\text{respons analytt}}{\text{respons intern standard}} \right) - b}{m}$

Standard tilsetning: $c_x = \frac{bc_s}{mV_x}$ hvor $c_x = \text{konsentrasjon av analytt}$
 $c_s = \text{konsentrasjon av tilsatt standard}$
 $V_x = \text{volum tilsatt prøve}$

eller fra ekstrapolert volum ($-V_0$): $c_x = \frac{V_0 c_s}{V_x}$

Elektromagnetisk stråling, basic

$v = \nu\lambda$ hvor $v = \text{hastighet (m/s)}$
 $\nu = \text{frekvens (s}^{-1} \text{ eller Hz)}$
 $\lambda = \text{bølgelengde (m)}$
 I vakuum: $v = c = 3,000 \times 10^8 \text{ m/s}$

$\bar{\nu} = \nu/c = 1/\lambda$ hvor $\bar{\nu} = \text{bølgetall (cm}^{-1}\text{)}$

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

hvor

E = energi (J)

h = Plank's konstant = $6,626 \times 10^{-34}$ Js

ν = frekvens (s^{-1})

Diverse størrelser

Elektronvolt, eV: $1 \text{ J} = 6,24 \times 10^{18} \text{ eV}$

Avogadro's tall = $N_A = 6,022 \times 10^{23}$ enheter/mol

Hastighet for elektromagnetisk stråling i vakuum: $c = 3,000 \times 10^8 \text{ m/s}$

Plank's konstant: $h = 6,626 \times 10^{-34} \text{ Js}$

Refraksjon og refleksjon

Brytningsindeks, def.: $n_i = \frac{c}{v_i}$

hvor n_i = brytningsindeks for frekvens/bølgelengde i

v_i = hastighet i medium

Snell's lov: $\frac{n_2}{n_1} = \frac{v_1}{v_2} = \frac{\sin \theta_1}{\sin \theta_2}$

for stråling som beveger seg fra medium 1 med brytningsindeks n_1 og hastighet v_1 til medium 2 med brytningsindeks n_2 og hastighet v_2 , og θ_1 er innfallsvinkel og θ_2 er refraksjonsvinkel.

Brytningsindeks angis ofte som n_D fordi den måles som brytning av D-linje for Na.

Andel refleksjon for stråle som treffer grenseflate mellom to medier:

$\frac{I_r}{I_0} = \frac{(n_2 - n_1)^2}{(n_2 + n_1)^2}$ hvor I_r er intensitet for reflektert stråle, I_0 er intensitet for innkommende stråle og n_1 og n_2 er brytningsindekser for de to mediene.

Fotoelektrisk effekt

Max kinetisk energi for fotoelektron: $KE_m = h\nu - \omega$

hvor ω = arbeidsfunksjon

ν = frekvens

$$\text{Dette gir: } E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} = KE_m + \omega$$

Absorbans og transmittans

$$A = -\log T = \log(P_0/P)$$

hvor A = absorbans

T = transmittans

P_0 = styrke av innkommende stråling

P = styrke av transmittert stråling

Beer's lov: $A = \epsilon bc$

hvor ϵ = molar absorptivitet ($\text{liter mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$)

b = lengde av lysvei (cm)

c = konsentrasjon av analytt (mol/liter)

Filter og gitter

Bølgelengde sluppet gjennom av interferens-filter: $\lambda = \frac{2dn_D}{n}$

hvor d = tykkelse av dielektrisk materiale

n_D = brytningsindeks for dielektrisk materiale

n = interferensorden

Bølgelengde som gjennomgår konstruktiv interferens for Echellette-type gitter:

$$n\lambda = d(\sin i + \sin r)$$

hvor d = avstand mellom linjer (riller)

i = innfallsvinkel

r = diffraksjonsvinkel (refleksjonsvinkel)

n = interferensorden

Resiprok lineær dispersjon for Echellette-type gitter:

$$D^{-1} = \frac{d \cos r}{nf} \approx \frac{d}{nf}$$

når r er liten ($< 20^\circ$)

hvor d = avstand mellom linjer (riller)

r = diffraksjonsvinkel (refleksjonsvinkel)

n = interferensorden

f = fokallengde

Oppløsning til Echellette-type gitter: $R = \frac{\lambda}{\Delta\lambda} = nN$

hvor λ = gjennomsnittsbølgelengde for de to bølgelengdene som kan skilles

$\Delta\lambda$ = differanse mellom de to bølgelengdene

n = interferensorden

N = Antall linjer (riller) opplyst av stråling fra inngangsslit

Bølgelengde som gjennomgår konstruktiv interferens for Echelle-type gitter:

$$n\lambda = 2d \sin \beta$$

hvor d = avstand mellom linjer (riller)

β = innfallsvinkel \approx diffraksjonsvinkel

n = interferensorden

Resiprok lineær dispersjon for Echelle-type gitter:

$$D^{-1} = \frac{2d \cos \beta}{nf}$$

hvor d = avstand mellom linjer (riller)

β = innfallsvinkel \approx diffraksjonsvinkel

n = interferensorden

f = fokallengde

Evne til å samle innkommende stråling:

Hastighet = f-nummer $F = f/d$

hvor f = fokallengde for kollimerende linse/speil

d = diameter for kollimerende linse/speil