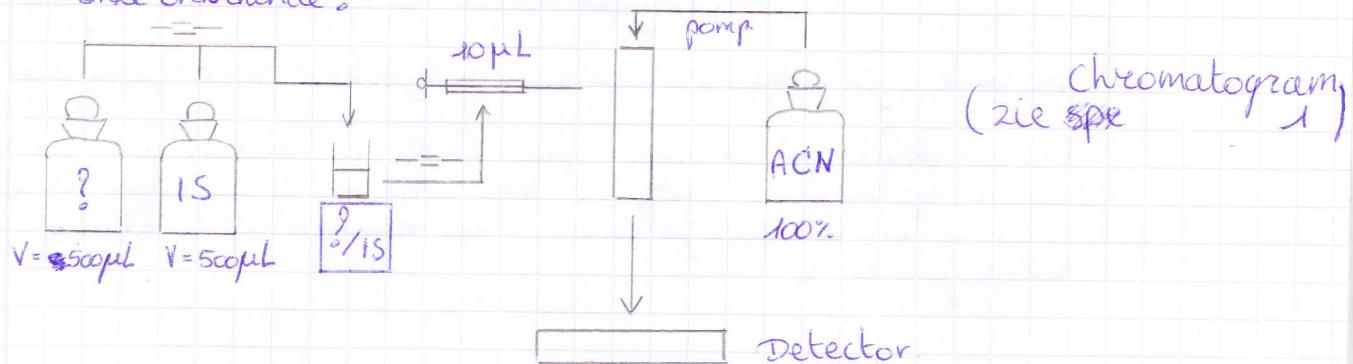


Scheiden van polycyclische aromatische stoffen en hun oxidaatproducten via HPLC* Inleiding

In dit prakticum zullen we een onbekend polycyclische aromatische mengsel analyseren aan de hand van HPLC (high performance liquid chromatography). Door vergelijking van ons de retentietijden op de chromatogrammen, met deze van enkele referentie producten. Hierdoor kunnen we nagaan welke aromaten zich in onze onbekende bevinden.

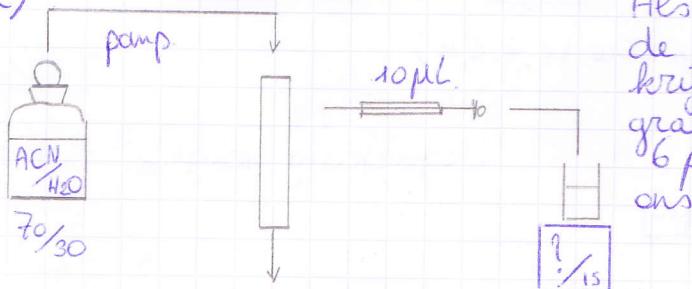
* Uitvoering

- 1) Eerst doen we isokratische elutie uit met ~~ons~~ 100% acetonitrile over onze onbekende.



Wanneer ons eluens een concentratie heeft van 100% zien we op ons chromatogram dat de verschillende pieken die we waarnemen, zeer dicht op elkaar liggen omdat te vermijden zullen we met een 70/30 verhouding elueren, hierdoor zullen de pieken verder uiteen liggen.

- 2)



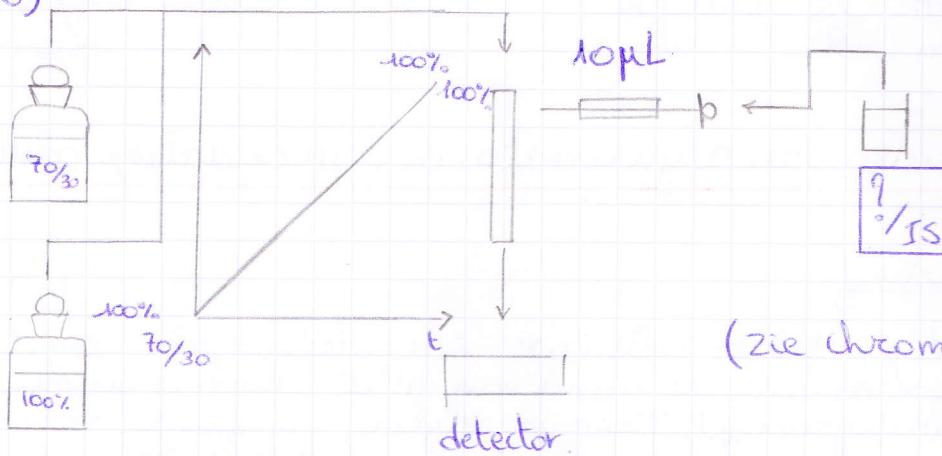
Als we onze scheiding doen met de eluens verhouding 70/30 krijgen we een veel beter chromatogram. We onderscheiden duidelijk 6 pieken. Jammer genoeg duurt ons experiment 17 min.

Hoe kunnen we nu ervoor zorgen dat onze pieken duidelijk zijn te onderscheiden, maar sneller worden waargenomen?

Gradient: We stellen ons toestel zodanig in dat we beginnen met 70/30 verhouding als eluens, en ~~ons~~ eindigen met 100% ACN eluens. Zodanig dat de apolaire componenten sneller worden waargenomen.

Wij kiezen voor een lineaire gradient.

3)



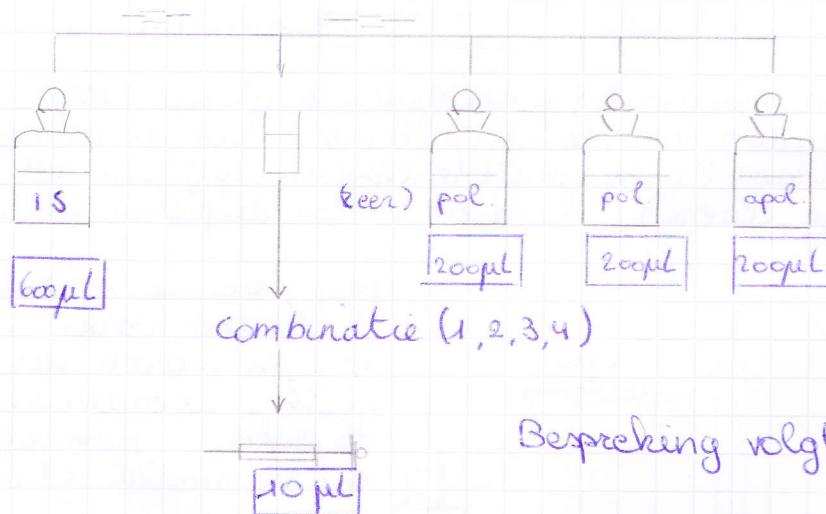
(zie chromatogram 3)

Hier zien we dus dat we nog steeds 6 duidelijke pieken hebben, maar dat de retentie tijden wel een stuk korter zijn geworden. (1 min)

4) Nu gaan we onder dezelfde eluenscondities, 4 chromatogrammen opstellen waarbij we onze 9 referentiestoffen gebruiken.

De verkregen pieken worden dan vergeleken met deze van de onbekende.

Om een duidelijk chromatogram te krijgen zullen we de referentie piekjes opdelen in groepjes met telkens 1 zeer apolaire, 1 minder polaire en 1 zeer polaire. Zo kunnen we achteraf gemakkelijker identificeren.



zie ook bijgevoegde tabel.

Bespreking volgt.

5) Plaatgetal N_p

Het plaatgetal staat voor de kwaliteit van de scheiding.

$$N_p = \frac{z t_R}{W}$$

$z = 2,35 \pm 0,01$ wanneer we de breedte W op halve hoogte meten.

We berekenen het plaatgetal voor combinatie 1. zie ook tabel 6 in bijlage

Combinatie 1

Foutenberekening

piek 1

$$N_p = \frac{z^2 t_r^2}{w^2} = \frac{2,35^2 \cdot 0,5896^2}{0,17^2} = 66,7$$

$$MF_{Np} = \sqrt{\left(\frac{\partial N_p}{\partial z} \cdot MF_z\right)^2 + \left(\frac{\partial N_p}{\partial t_r} \cdot MF_{t_r}\right)^2 + \left(\frac{\partial N_p}{\partial w} \cdot MF_w\right)^2}$$

$$\frac{\partial N_p}{\partial z} = \frac{2z \cdot t_r^2}{w^2} \Rightarrow MF_z \cdot \frac{\partial N_p}{\partial z} = \left(0,01 \cdot \frac{2 \cdot 2,35 \cdot 0,5896^2}{0,17^2}\right)^2$$

$$\frac{\partial N_p}{\partial t_r} = \frac{2z^2 t_r}{w^2} \Rightarrow MF_{t_r} \cdot \frac{\partial N_p}{\partial t_r} = \left(0,0001 \cdot \frac{2 \cdot 2,35^2 \cdot 0,5896}{0,17^2}\right)^2$$

$$\frac{\partial N_p}{\partial w} = -\frac{2z^2 t_r^2}{w^3} \Rightarrow MF_w \cdot \frac{\partial N_p}{\partial w} = \left(0,06 \cdot \frac{-2 \cdot 2,35^2 \cdot 0,5896^2}{0,17^3}\right)^2$$

$$MF_{Np} = \sqrt{\dots} = 0,6.$$

piek 1 $N_p = 66,7 \pm 0,6$

piek 2

zie hierboven

$$N_p = \frac{z^2 t_r^2}{w^2} = \frac{2,35^2 \cdot 0,678^2}{0,17^2} = 88,7$$

$$MF_{Np} = \sqrt{\sum \left(\frac{\partial N_p}{\partial x_i} \cdot MF_i\right)^2} = 0,8$$

piek 2 $N_p = 88,7 \pm 0,8$

piek 3

$$N_p = \frac{z^2 t_r^2}{w^2} = \frac{2,35^2 \cdot 0,8126^2}{0,17^2} = 127$$

$$MF_{Np} = 1$$

piek 3 $N_p = 127 \pm 1$

piek 4

$$N_p = \frac{z^2 t_r^2}{w^2} = \frac{2,35^2 \cdot 1^2}{0,17^2} = 192 +$$

$$MF_{Np} = 2$$

piek 4 $N_p = 192 \pm 2$

$$\text{pulse } w = 0,14 \pm 0,06 \text{ mm}$$

$$w = 0,06$$

$$\underline{\underline{HFE = w \cdot \sqrt{\left(\frac{1,18}{0,1}\right)^2 + \left(\frac{1,10}{0,04}\right)^2 + \left(\frac{1,13}{0,05}\right)^2}}}$$

$$w = 0,14 \text{ mm}$$

$$1,14 \text{ cm} = 0,1 \text{ cm}$$

$$* w = 0,3 \text{ cm} \pm 0,1 \text{ cm} \quad 18,10 \text{ mm} \pm 0,01 \text{ mm}$$

$$\text{pulse } \text{recellTR} = 0,5896 \pm 0,001 \text{ mm}$$

$$\underline{\underline{HFRTR = 0,5896 \sqrt{\left(\frac{0,001}{0,001}\right)^2 + \left(\frac{0,001}{0,002}\right)^2}}}$$

$$\text{recellTR} = \frac{L_R}{L_{R15}} = 0,5896$$

vb voor pulse 1 in combinatorie 1

$$\underline{\underline{HFLR = \text{recellTR} \cdot \sqrt{\left(\frac{HFLR}{L_R}\right)^2 + \left(\frac{HFLR_{15}}{L_{R15}}\right)^2}}}$$

$$* \text{recellTR} = \frac{L_R}{L_{R15}} \rightarrow$$

Aanpassing we moet een 15 wektien kunnen maken we moeten dit result kunnen berekenen. Hierbij de goede formule is L_R / L_{R15} . Hierbij de formule we ook de juiste resultante w .

Resultaat

Normalisatie van zouden de plant getallen deze gaan met zijn aantal aan alle pulsen. We kunnen dan kunnen berekenen dat de planten de middelbare te middelen tussen de pulsen.

Besprekking

*

- Op het chroomatogram kan het onbekende besthouwt omdat geen enkele soortenstof met de laatste piek. Deze piek heeft op de 15,2 sec. De piek heeft een grote hoogte en de piek is goed gescheiden van de andere pieken.
- Het chroomatogram kan de volgende conclusies opleveren:
 - De piek die op de 15,2 sec. ontstaat moet de piek van de onbekende stof zijn.
 - De piek die op de 15,2 sec. ontstaat moet de piek van de onbekende stof zijn.
 - De piek die op de 15,2 sec. ontstaat moet de piek van de onbekende stof zijn.

Ideale/ideale

Relevant command?

autonomous, authority, culture in physics
and mechanics, materialism, material culture
and management, but also the social sciences,
economics, politics, law, etc.
In addition, there is a significant influence of
theoretical physics on mathematics, chemistry,
and other sciences.

* Conclusion

This means that theoretical physics is the basis
of all natural sciences. It is the
most fundamental science. It is the
basis of the development of society.
Theoretical physics is the basis of
the development of society. It is the
basis of the development of society.
Theoretical physics is the basis of
the development of society. It is the
basis of the development of society.

Theoretical physics is the basis of
the development of society.

What is the relationship between
theoretical physics and society?
Theoretical physics is the basis of
the development of society. It is the
basis of the development of society.
Theoretical physics is the basis of
the development of society. It is the
basis of the development of society.
Theoretical physics is the basis of
the development of society. It is the
basis of the development of society.

Chrom-Card Strip-Chart

30.51

Lineaire oranje
onbeïnflue

10.102

b
bezanthrone

5.813

17.78

24.14

(mVolt)

11.41

Indandion
bezanthrone



acenaphthalene



7.533

anthracene



8.248

Pyrene

9.482

Indanthrene

0.00

2.42

4.84

5.04

7.26

9.68

-1.33

12.10

11.41

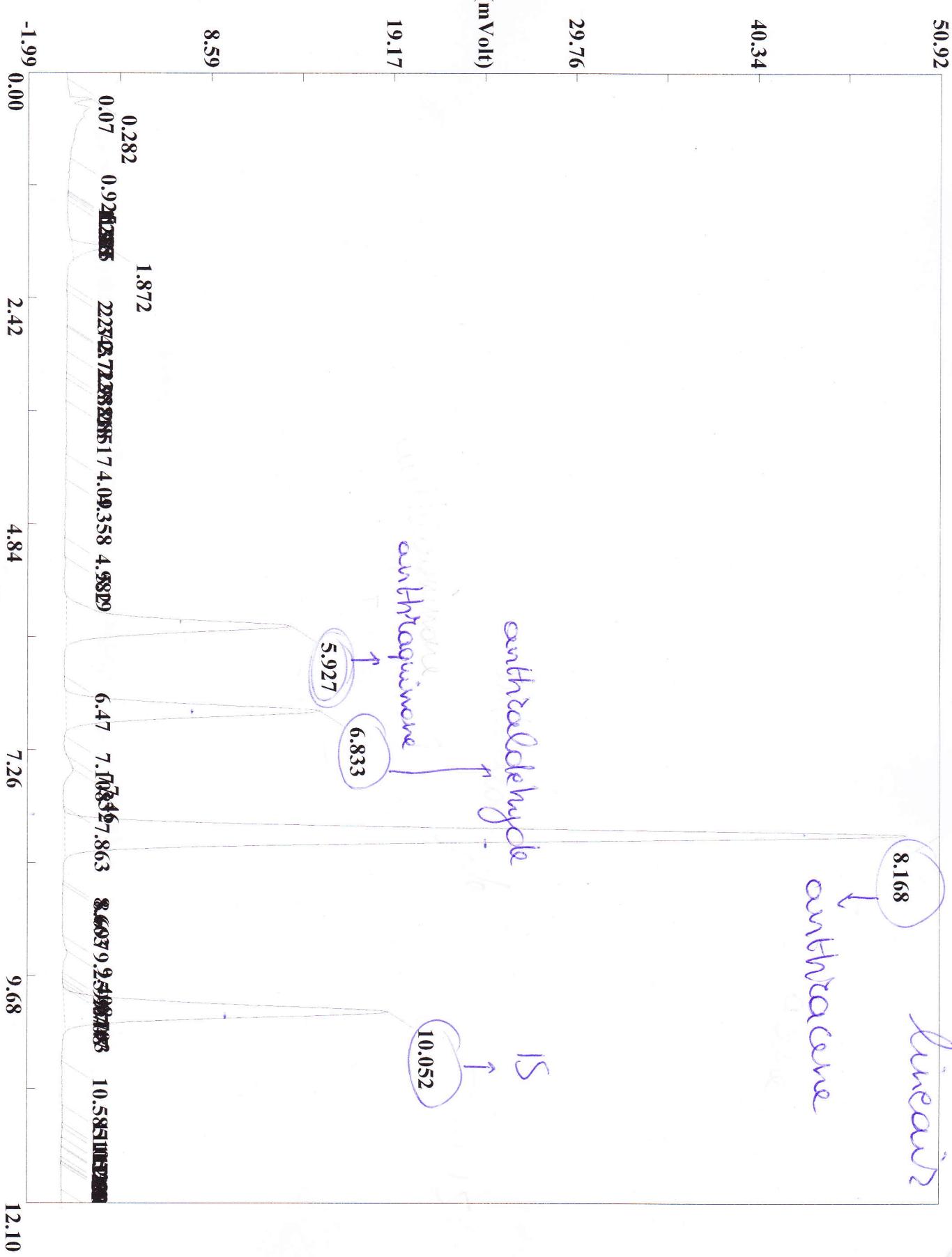
17.78

24.14

30.51

Chrom-Card Strip-Chart

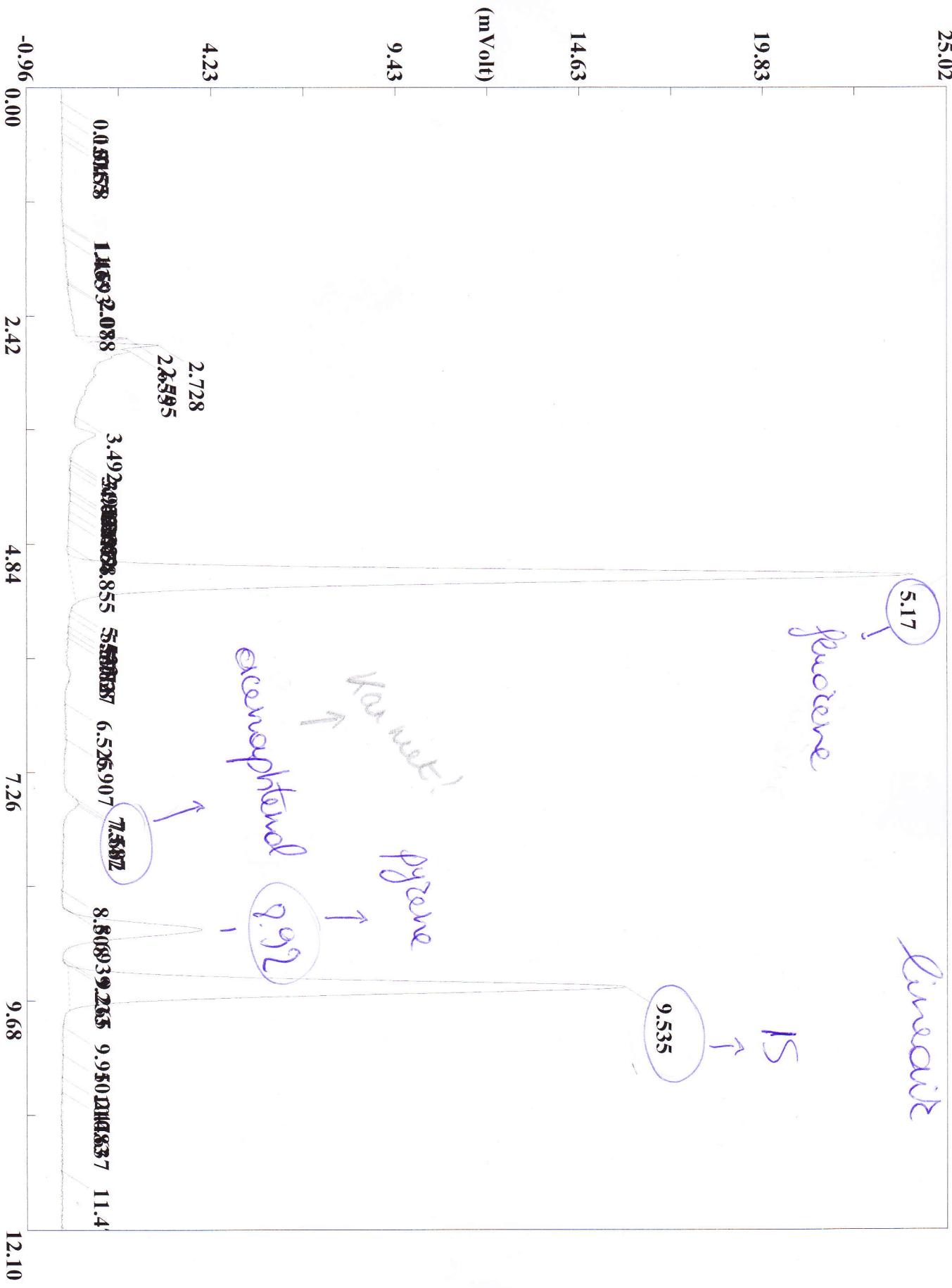
Combinate 1



Chrom-Card Strip-Chart

Combination 2

25.02

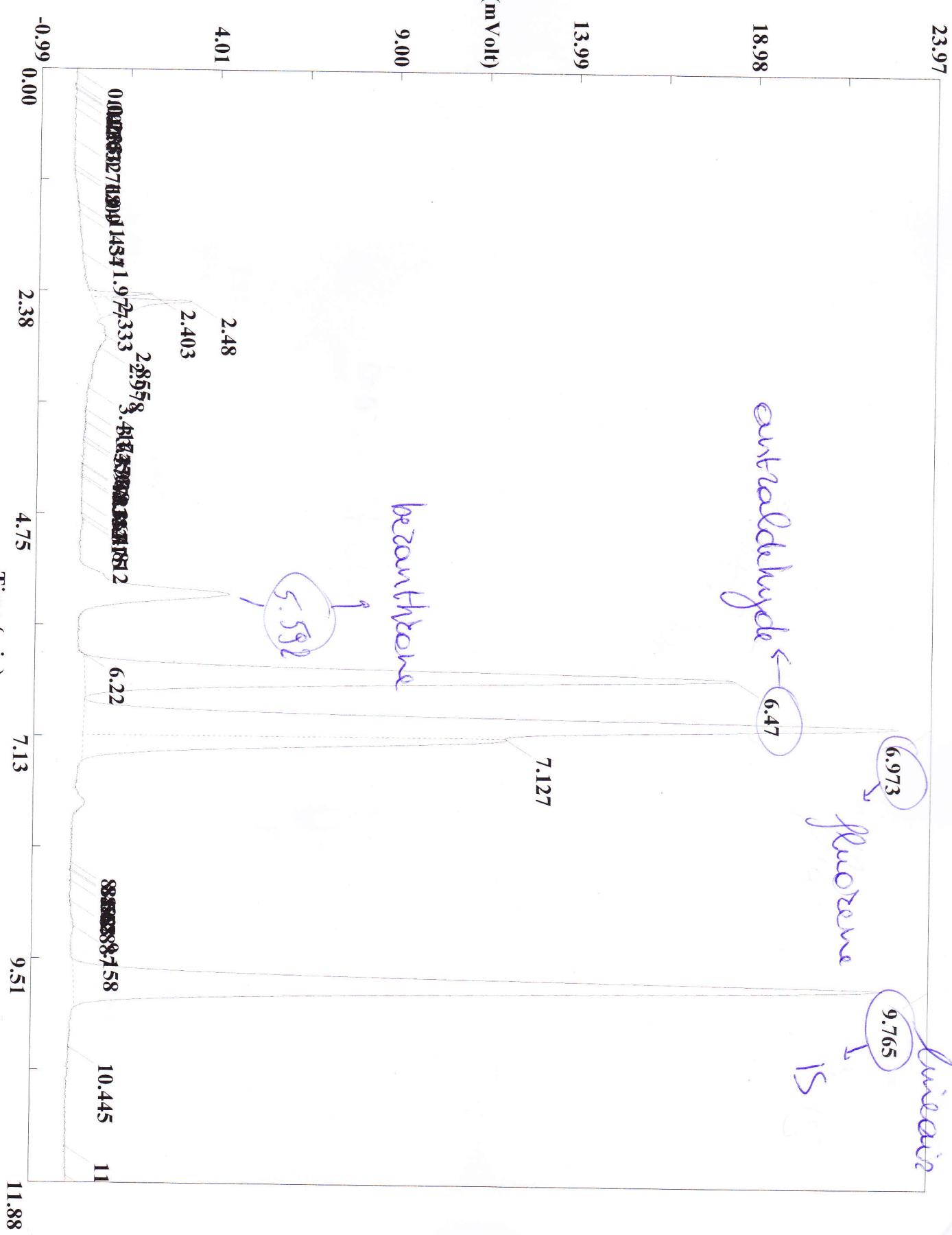


Filename C:\Mars en thomas 4.DAT
 Sample name : DFGMA093 Analyzed : 10/17/2011 15:58

23.97

Chrom-Card Strip-Chart

Unlabelled



Filename C:\...Mars en themes 5.DAT
Sample name :DfchA094 Analysed :10/17/2011 16:11

Chrom-Card Strip-Chart

14.75

combine. 4
linear

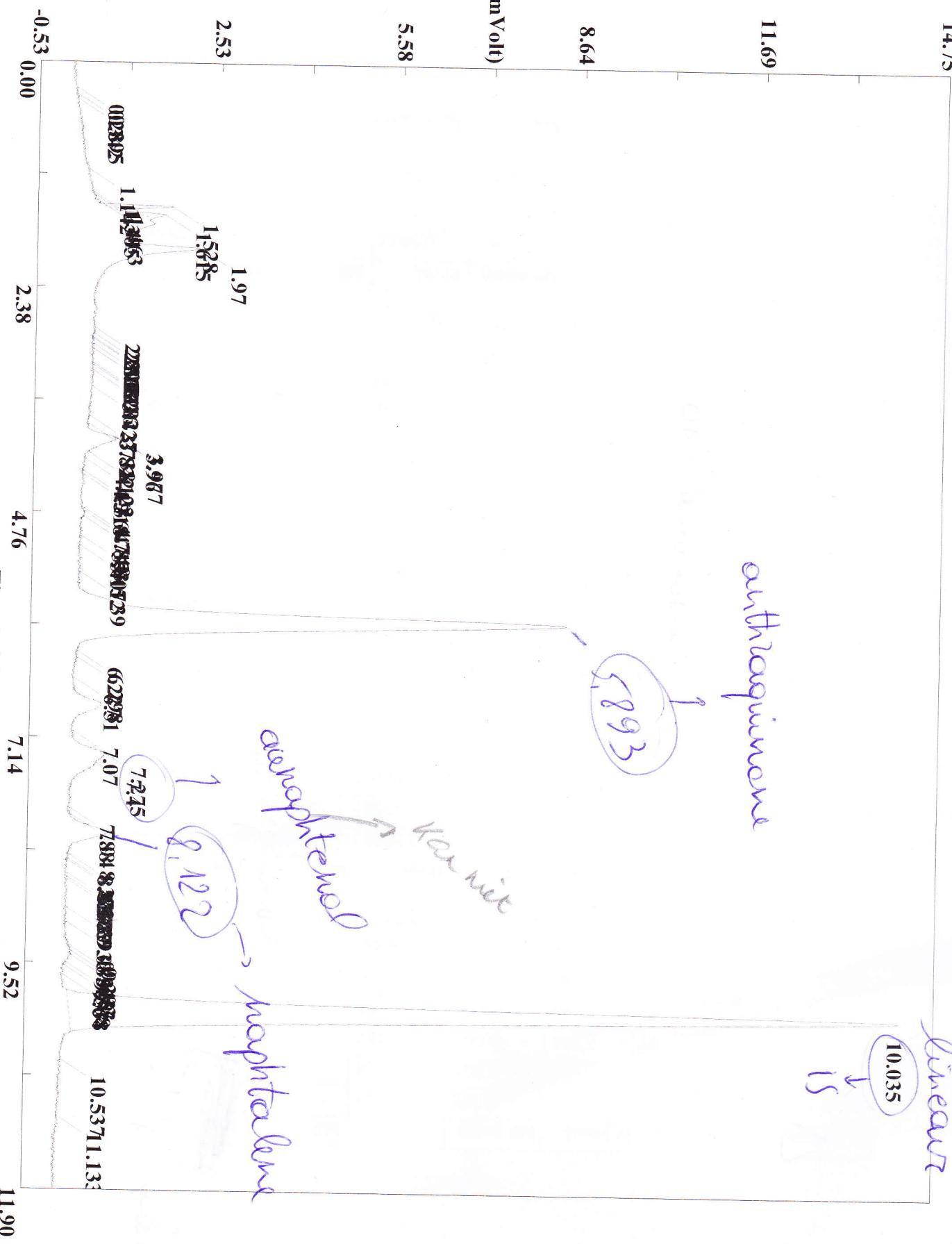


Table 5: Relative retentietijden van combinatie 4

Combinatie 4	Piek	Tr (min)	MF (min)	Tr rel.	MF	Stof	
1	5,893	0,001	0,5872	0,0001	anthraquinone		
2	7,275	0,001	0,7250	0,0001	acenaphtheneol		
3	8,122	0,001	0,8094	0,0001	naphthalene		
4	10,035	0,001	1,0000	0,0001	IS		

Table 4: Relative retentietijden van combinatie 3

Combinatie 3	Piek	Tr (min)	MF (min)	Tr rel.	MF	Stof	
1	5,592	0,001	0,5727	0,0001	bezantrone		
2	6,470	0,001	0,6626	0,0001	antraldehyde		
3	6,973	0,001	0,7141	0,0001	fluorene		
4	9,765	0,001	1,0000	0,0001	IS		

Table 3: Relative retentietijden van combinatie 2

Combinatie 2	Piek	Tr (min)	MF (min)	Tr rel.	MF	Stof	
1	5,170	0,001	0,5422	0,0001	fluorene		
2	7,587	0,001	0,7957	0,0001	acenaphtheneol		
3	8,920	0,001	0,9355	0,0001	pyrene		
4	9,535	0,001	1,0000	0,0001	IS		

Table 2: Relative retentietijden van combinatie 1

Combinatie 1	Piek	Tr (min)	MF (min)	Tr rel.	MF	Stof	
1	5,927	0,001	0,5896	0,0001	anthraquinone		
2	6,833	0,001	0,6798	0,0001	antraldehyde		
3	8,168	0,001	0,8126	0,0001	anthracene		
4	10,052	0,001	1,0000	0,0001	IS		

Table 1: Relative retentietijden van onbekende

Onbekende	Piek	Tr (min)	MF (min)	Tr rel.	MF	Stof	
1	1,830	0,001	0,1812	0,0001	/		
2	5,813	0,001	0,5754	0,0001	bezantrone		
3	7,533	0,001	0,7457	0,0001	acenaphtheneol		
4	8,248	0,001	0,8165	0,0001	anthracene		
5	9,482	0,001	0,9386	0,0001	pyrene		
6	10,102	0,001	1,0000	0,0001	IS		

Bijlagen

Table 6: Berekening van platgetal voor combinatie 1

Platgetal	Combinatie 1	Piek	Breedte (cm)	MF (cm)	Breedte (min)	MF (min)	Np	MF Np	z + MF	2,35	0,01
	4	0,3	0,1	0,17	0,06	192	2				
	3	0,3	0,1	0,17	0,06	127	1				
	2	0,3	0,1	0,17	0,06	88,7	0,8				
	1	0,3	0,1	0,17	0,06	66,7	0,6				