

Pentanolbepaling

Ter bepaling van het pentanolgehalte wordt aan 2,0615 g monster 0,1153 g hexanol toegevoegd. Van dit mengsel wordt 2 μL ingespoten in een gaschromatograaf. De piekoppervlakken zijn respectievelijk 1200 en 1500 eenheden.

Onder gelijke omstandigheden wordt 2 μL ijkmengsel, bestaande uit 0,9230 g pentanol en 0,6011 g hexanol ingespoten. De oppervlakken zijn nu respectievelijk 1642 en 2312 eenheden.

- 1 Bereken het massapercentage pentanol in het monster.

GC-analyse

In een gaschromatograaf wordt een oplossing met 0,010 M analiet en 0,015 M interne standaard ingespoten. De pieksignalen zijn respectievelijk 6158 en 11967 eenheden.

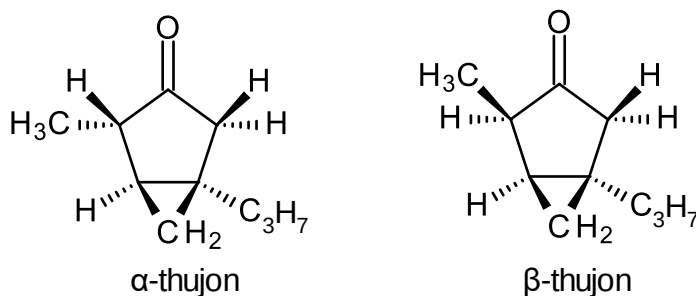
- 2 Bereken de responsfactor van dit analiet in vergelijking tot de interne standaard.

Vervolgens wordt de onbekende concentratie van het analiet in een monster bepaald. Men neemt 1,0 mL van het monster en 0,50 mL 0,036 M interne standaard. De pieksignalen zijn respectievelijk 1853 en 1231.

- 3 Bereken de concentratie van het analiet in het monster.

Absint (examen 2009-II)

Absint is een sterk alcoholisch extract van diverse kruiden, waaronder alsem (*Artemisia absinthium*). De drank kreeg een slechte naam, doordat sommige drinkers tekenen van waanzin gingen vertonen of blind werden. Daarom is absint in veel landen lange tijd verboden geweest. De genoemde gezondheidseffecten worden niet alleen veroorzaakt door het hoge alcoholgehalte. Rond 1900 werd ontdekt dat in absint ook de verbinding thujon voorkomt. In experimenten met proefdieren bleek deze stof schadelijke werkingen te hebben. In de natuur komen twee soorten thujon voor: α -thujon en β -thujon.



Volgens de normen van de Europese Unie mag absint maximaal 35 mg thujon (α en β samen) per kg bevatten. De Voedsel en Waren Autoriteit controleert het gehalte thujon in absint.

De bepaling gaat als volgt:

- Er wordt een standaardoplossing gemaakt van α -thujon, β -thujon en een referentiestof A. De concentraties van deze stoffen zijn bekend.
- Dit mengsel wordt in een gaschromatograaf geanalyseerd. Hierbij worden de oppervlaktes van de pieken in het chromatogram gemeten (bepaling 1).
- Vervolgens wordt een mengsel gemaakt van absint en stof A. De concentratie van stof A hierin is even groot als in de standaardoplossing.
- Dit mengsel van absint en stof A wordt ook in de gaschromatograaf geanalyseerd, en de oppervlaktes van de pieken in het chromatogram worden gemeten (bepaling 2).

Uit de gemeten piekoppervlaktes kunnen de gehalten α -thujon en β -thujon in absint worden berekend. In onderstaande tabel zijn de piekoppervlaktes (zonder eenheid) vermeld van α -thujon en stof A die bij zo'n bepaling zijn gemeten.

	piekoppervlakte α -thujon	piekoppervlakte stof A
bepaling 1 (standaardmengsel)	27025	23181
bepaling 2 (absint)	7927	3776

- 4 Bereken de concentratie, in $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$, van α -thujon in de onderzochte absint. Ga ervan uit dat door het toevoegen van stof A aan de absint het volume niet toeneemt en dat tijdens de bepaling stof A niet met andere stoffen reageert. Gebruik bovenstaande gegevens en het gegeven dat in de standaard-oplossing de concentratie van α -thujon gelijk is aan $1,36\cdot 10^{-5} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.
- 5 Bereken of de onderzochte absint voldoet aan de door de Europese Unie gestelde norm. Gebruik in de berekening de volgende gegevens:
 - dichtheid van absint: $0,92\cdot 10^3 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$;
 - massa van een mol thujon: 152,2 g
 - concentratie van β -thujon in de onderzochte absint: $7,38\cdot 10^{-5} \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.

Uitwerkingen

- 1 Eerst de responsfactor berekenen met ijkmengsel:

$$\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}: m = 0,9230 \text{ g}$$

$$M = 88,146 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$n = \frac{m}{M} = \frac{0,9230}{88,146} = 0,01047 \text{ mol}$$

$$\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}: m = 0,6011 \text{ g}$$

$$M = 102,172 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$n = \frac{m}{M} = 0,005883 \text{ mol}$$

$$\frac{Opp_{C5}}{n_{C5}} = F \cdot \frac{Opp_{C6}}{n_{C6}}$$

$$\frac{1642}{0,01047} = F \cdot \frac{2312}{0,005883}$$

$$F = \frac{1642 \cdot 0,00588}{0,0105 \cdot 2312} = 0,3990$$

Nu de responsfactor bekend is, rekenen met het monster:

$$\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}: m = 0,1153 \text{ g}$$

$$M = 102,172 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$n = \frac{m}{M} = 0,001128 \text{ mol}$$

$$\frac{Opp_{C5}}{n_{C5}} = F \cdot \frac{Opp_{C6}}{n_{C6}}$$

$$\frac{1200}{n_{C5}} = 0,3990 \cdot \frac{1500}{0,001128}$$

$$n_{C5} = \frac{1200 \cdot 0,001128}{0,3990 \cdot 1500} = 0,002262 \text{ mol}$$

$$\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}: n = 0,002262 \text{ mol}$$

$$M = 88,146 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$$

$$m = n \cdot M = 0,002262 \cdot 88,146 = 0,1994 \text{ g}$$

$$\text{massa}\% = \frac{0,1994}{2,0615} \cdot 100 = \underline{\underline{9,674 \text{ massa}\%}}$$

$$2 \quad \frac{Opp_A}{[A]} = F \cdot \frac{Opp_{IS}}{[IS]}$$

$$\frac{6158}{0,010} = F \cdot \frac{11967}{0,015}$$

$$F = \frac{6158 \cdot 0,015}{0,010 \cdot 11967} = 0,77$$

- 3 Let op: Aangezien 0,50 mL 0,036 M interne standaard wordt toegevoegd aan 1,0 mL monster, worden beide oplossing verdund!

Verdunningsfactor voor de interne standaard: $\frac{0,50 + 1,0}{0,50} = 3,0$

De concentratie van interne standaard in het monster is dus $\frac{0,036}{3,0} = 0,012 \text{ M}$

$$\frac{1853}{[A]} = 0,77 \cdot \frac{1231}{0,012}$$

$$[A] = \frac{1853 \cdot 0,012}{0,77 \cdot 1231} = 0,023 \text{ M}$$

Let op! Deze berekende concentratie is dus de molariteit in het monster én toegevoegde interne standaard. Het monster zonder interne standaard was 1,0 mL en door toevoegen van de interne standaard is ook het monster verdund: 1,5×.

De concentratie in het oorspronkelijke monster was dus $1,5 \cdot 0,023 = \underline{\underline{0,035 \text{ M}}}$

- 4 Responsfactor berekenen met bepaling 1. Concentratie interne standaard is niet bekend, dus laten we staan in de vergelijking:

$$\frac{Opp_A}{[\alpha\text{-thujon}]} = F \cdot \frac{Opp_{IS}}{[IS]}$$

$$\frac{27025}{1,36 \cdot 10^{-5}} = F \cdot \frac{23181}{[IS]}$$

$$F = 8,57 \cdot 10^4 \cdot [A]$$

Nu bepaling 2 gebruiken:

$$\frac{Opp_A}{[\alpha\text{-thujon}]} = F \cdot \frac{Opp_{IS}}{[IS]}$$

$$\frac{7927}{[\alpha\text{-thujon}]} = 8,57 \cdot 10^4 \cdot [IS] \cdot \frac{3776}{[IS]}$$

In de opgave staat de concentratie interne standaard in beide bepalingen gelijk is, dus deze kunnen we wegstrepen en antwoord berekenen:

$$\frac{7927}{[\alpha\text{-thujon}]} = 8,57 \cdot 10^4 \cdot \cancel{[IS]} \cdot \frac{3776}{\cancel{[IS]}} \Rightarrow [\alpha\text{-thujon}] = \underline{\underline{2,45 \cdot 10^{-5} \text{ M}}}$$

- 5 De Europese norm is 35 mg per kg absint, dus nemen we een massa van 1,0 kg absint en rekenen dit om naar volume:

$$\begin{aligned} \text{Absint: } m &= 1,0 \text{ kg} \\ \rho &= 0,92 \cdot 10^3 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} = 0,92 \text{ kg} \cdot \text{L}^{-1} \\ V &= \frac{m}{\rho} = \frac{1,0}{0,92} = 1,087 \text{ L} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Thujon: } c &= 2,45 \cdot 10^{-5} + 7,38 \cdot 10^{-5} = 9,83 \cdot 10^{-5} \text{ M} \quad (\text{Totale molariteit thujon}) \\ n &= c \cdot V = 9,83 \cdot 10^{-5} \cdot 1,087 = 1,07 \cdot 10^{-4} \text{ mol} \\ M &= 152,2 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \\ m &= n \cdot M = 1,07 \cdot 10^{-4} \cdot 152,2 = 0,016 \text{ g} = 16 \text{ mg} \end{aligned}$$

Dus deze absint bevat 16 mg thujon per kilogram en dat is minder dan de norm, dus oké.