



EXAMINATION IN KJ 2050, ANALYTICAL METHODES I (7,5 sp)

Monday 13th December 2010, 9.00 – 13.00.

There are 3 pages in this document. Allowed auxiliary equipment: pocket calculator

All the questions should be answered, however in question 5 select one of the two selectable questions (Either / Or).

Deadline for examination results: 13th of January 2011 (3 weeks + 10 days).

Contact person during the examination: Øyvind Mikkelsen (928 99 450)

Task 1 (5p + 10p + 2.5p)

a. There are different ways to determine cation concentration by use of EDTA-titration. Explain the difference of direct titration, back titration, and the displacement method.

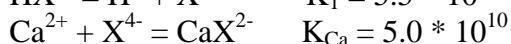
b. We have 1 liter of water sample containing 40 ppm (0,001 M) dissolved calcium. This sample is to be titrated with a 0,001 M standard EDTA-solution. The titration is carried out in a buffer solution at pH 12.

- Calculate the theoretical equilibrium concentration of calcium at the endpoint of this titration.

- Calculate the titration error in percent for this titration if we assume that the actual concentration of calcium is $1 \cdot 10^{-6}$ M at the end of the titration. Give comments to the calculated answer.

c. We assume further that the water sample also contains 2 ppm of Magnesium, and a total of 4% of this amount is also consumed in the titration (calcium concentration is still assumed to be $1 \cdot 10^{-6}$ M at the observed end point). Give the new expression for the titration error when also the error from magnesium is included, and calculate the new titration error in percent. Give comments to the calculated answer.

DATA ($H_4X = \text{EDTA}$)



Formula weight; Ca \approx 40 g/mol, Mg \approx 24 g/mol

ppm = mg/l

Task 2 (5p + 5p)

An industrial company needs to analyse solutions of iron sulphate in the range of 0.05 to 0.5 M.

- a. Make a schematic description of a possible analytical method with procedure for determination of the iron content in these samples, and a possible method with procedure for the quantification of the sulphate content in the samples.
- b. Point out some significant sources of errors for the two described methods, and also describe an alternative analytical method with procedure for the determination of the iron content in the given concentration area.

Task 3 (5p + 7.5p)

- a. Describe the analytical procedure for iodometric titration of copper (Cu^{2+}) in a copper nitrate solution.
- b. Describe the analytical procedures and briefly the theoretical principles for two alternative methods for copper determination in similar samples as above, and discuss these methods in view of sensitivity and sources of errors compared to the iodometric titration.

Task 4 (5p)

- a. Explain briefly the principles of the Volhard titration and the Mohr titration.

Task 5 (5p + 5p + 5p)

EITHER

- a. Describe briefly the principles of chromatography.
- b. Give in detail a description of quantification by external standard method.
- c. Give in detail a description of determination of toluene in gasoline by chromatography.

OR

- a. Describe briefly the principles of ICP-MS and stripping voltammetry.
- b. Define the words "speciation" and "electrolabile fraction", and explain how the results from these two methods can be used together to excess useful information about the speciation conditions in a sample.
- c. Explain how we can make quantification in ICP-MS by use of standard curve and by use of standard addition in stripping voltammetry.

Task 6 (10p)

Indicate by check off if the following statements are correct to wrong.

	Correct	Wrong
Potentiometry is based on measurements of a potential under condition of approximately zero current flowing in the electrochemical circuit.		
Ion selective electrodes typically has a detection limit in the range of 10^{-6} M		
The response for ion selective electrodes are independent of temperature		
Ion selective electrodes has a logarithmic response		
Glass electrodes for pH often reports an higher pH (more basic) in strongly alkaline solutions		
Internal solution used in a pH-electrode is normally 0.1 M NaOH		
It's possible to find the endpoint in acid- base titrations by measuring the pH during titration		
In a traditional system for pH-measurement we find two reference electrodes; one internal and one external		
KSCN is a primary standard		
Hardness in water is often defined as the total calcium and magnesium content, and can be determined by EDTA titration		



EKSAMEN I KJ 2050, GRUNNKURS I ANALYTISK KJEMI (7,5 sp)

Mandag 13. desember 2010 kl. 9.00 – 13.00.

Oppgavesettet er på tre sider. Tillatte hjelpemidler: lommekalkulator.

Alle oppgaver skal besvares, men i oppgave 5 besvares "ENTEN(5a,b,c)" eller "ELLER(5a,b,c)".

Sensurfrist 13. januar 2011 (3 uker + 10 dager).

Kontaktpersoner under eksamen: Øyvind Mikkelsen (928 99 450)

Oppgave 1. (5p + 10p + 2,5p)

a. Det finnes forskjellig måter å bestemme kationkonsentrasjonen ved EDTA-titreringer. Forklar forskjellen på direkte titrering, tilbaketitrering, og "fortrengningsmetoden" (displacement method).

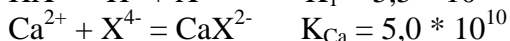
b. Vi har 1 liter med vannprøve som inneholder 40 ppm (0,001 M) løst kalsium. Denne skal titreres mot en 0,001 M standard EDTA-løsning. Titreringen utføres i en bufferløsning med pH 12.

- Beregn den teoretiske gjenværende Ca^{2+} konsentrasjonen ved ekvivalenspunktet.

- Beregn titerfeilen i prosent for denne titreringen hvis man antar at gjenværende kalsiumkonsentrasjon er $1 \cdot 10^{-6}$ M. Kommenter svaret.

c. Vi tenker oss at vannprøven over også inneholder 2 ppm magnesium, der totalt 4% medtitreres (gjenværende kalsium er fortsatt $1 \cdot 10^{-6}$). Sett opp uttrykket for titerfeilen der også feilen fra magnesium inkluderes, og beregn hva den nye titerfeilen blir i prosent. Kommenter svaret.

DATA ($\text{H}_4\text{X} = \text{EDTA}$)



Formelvekt; $\text{Ca} \approx 40$ g/mol, $\text{Mg} \approx 24$ g/mol.

ppm = mg/l

Oppgave 2. (5p + 5p)

En bedrift har behov for å analysere løsninger av jernsulfat i området 0.05 til 0.5 M.

- Lag en skjematisk beskrivelse av en mulig fremgangsmåte for bestemmelse av jerninnholdet i prøvene og tilsvarende en mulig fremgangsmåte for også å bestemme sulfatinnholdet.
- Angi de viktigste feilkildene i de to analysenemethodene beskrevet over, og beskriv en alternativ fremgangsmåte for bestemmelse av jerninnholdet i det angitte konsentrasjonsområdet.

Oppgave 3. (5p + 7,5p)

- Beskriv fremgangsmåte for iodometrisk titrering av kobber (Cu^{2+}) i en kobbernitratløsning.
- Beskriv fremgangsmåter og kort de teoretiske prinsippene for to alternative metoder som kan benyttes for bestemmelse av kobber i tilsvarende løsning som over, og diskuter metodene mot den iodometriske titreringen med hensyn på følsomhet og mulige feilkilder.

Oppgave 4. (5p)

- Skisser kort prinsippene for Volhard titreringen og Mohr titreringen.

Oppgave 5. (5p + 5p + 5p)

ENTEN

- Beskriv kort prinsippene for kromatografi.
- Gjør rede for kvantifisering ved ekstern standard metoden.
- Gjør rede for hvordan man kan bestemme touleninnhold i bensin.

ELLER

- Beskriv kort prinsippene for ICP-MS og stripping voltammetri.
- Definer kort “speciering” og “elektrolabil fraksjon”, og forklar hvordan resultatene fra de to metodene over kan benyttes i sammenheng for å få nyttig informasjon om specieringsforhold.
- Forklar hvordan man kan kvantifisere en forbindelse i ICP-MS ved bruk av standardkurve og ved bruk av standard tilsetning i stripping voltammetri.

Oppgave 6. (10p)

Kryss av for riktig eller uriktig påstand

	Riktig	Galt
Potensiometri bygger på måling av potensial ved tilnærmet null strøm i den elektrokjemiske kretsen		
Ioneselektive elektroder har typisk deteksjonsgrense i område 10^{-6} M		
Responseren til ioneselektive elektroder er uavhengige av temperaturen		
Ioneselektive elektroder har en logaritmisk respons		
pH-glasselektroden viser ofte for høy pH (altså mer basisk) en riktig i sterkt basisk miljø		
Den indre løsningen i en pH-elektrode er oftest 0.1 M NaOH		
Man kan finne endepunkt i syrebasetitreringer ved å måle pH under titrering		
I et tradisjonelt system for pH-måling inneholder to referanseelektroder -en intern i pHelektroden og en ekstern som det måles mot.		
KSCN er en primær standard		
Hardhet i vann defineres som totalt kalsium- og magnesiuminnhold og kan bestemmes ved EDTA titrering.		



EKSAMEN I KJ 2050, GRUNNKURS I ANALYTISK KJEMI (7,5 sp)

Måndag 13. desember 2010 kl. 9.00 – 13.00.

Eksamensoppgåva er gjeven på tre sider. Tillata hjelpemiddel: lommekalkulator.

Alle oppgåver skal svarast på, men i *oppgåve 5 løysast "ENTEN(5a,b,c)" eller "ELLER(5a,b,c)"*.

Sensurfrist 13. januar 2011 (3 veker + 10 dagar).

Kontaktperson under eksamen: Øyvind Mikkelsen (928 99 450)

Oppgåve 1. (5p + 10p + 2,5p)

a. Det finnes forskjellig måtar å bestemme kationkonsentrasjonen ved EDTA-titreringer. Forklar forskjellen på direkte titrering, tilbaketitrering, og "fortrengningsmetoden" (displacement method).

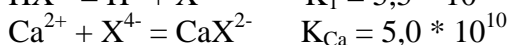
b. Vi har 1 liter med vassløysning som inneheld 40 ppm (0,001 M) løyst kalsium. Denne skal titrerast mot ein 0,001 M standard EDTA-løysning. Titreringa utførast i ein bufferløysning ved pH 12.

- Berekn den teoretiske attverande Ca^{2+} konsentrasjonen ved ekvivalenspunktet.

- Berekn titrerfeilen i prosent for denne titreringa om enn antar at attverande kalsiumkonsentrasjon er $1 \cdot 10^{-6}$ M. Gi kommentar til svaret.

c. Vi tenker oss at vassprøven over også inneheld 2 ppm magnesium, der totalt 4% medtitrerast (attverande kalsiumkonsentrasjon er framleis $1 \cdot 10^{-6}$). Sett opp uttrykket for titrerfeilen der også feilen frå magnesium inkluderast, og berekn kva den nye titrefeilen blir i prosent. Gi kommentar til svaret.

DATA ($\text{H}_4\text{X} = \text{EDTA}$)



Formelvekt; $\text{Ca} \approx 40$ g/mol, $\text{Mg} \approx 24$ g/mol.

ppm = mg/l

Oppg ve 2. (5p + 5p)

Ein bedrift har behov for   analysere l ysningar av jernsulfat med konsentrasjon mellom 0.05 til 0.5M.

a. Gje ein skjematisk beskriving av ein mogleg framgangsm te for bestemming av jerninnhaldet i pr ver som over, og tilsvarande ein mogleg framgangsm te for ogs    bestemme sulfatinnhaldet.

b. Angi dei viktigaste feilkjeldane i dei to analysemetodane i oppg va over, og beskriv ein alternativ framgangsm te for bestemming av jerninnhaldet i det nemnte konsentrasjonsomr det.

Oppg ve 3. (5p + 7,5p)

a. Beskriv framgangsm te for iodometrisk titrering av kobbar (Cu^{2+}) i ein kobbarnitrat-l ysning.

b. Beskriv framgangsm tar og kort dei teoretiske prinsippa for to alternative metodar som kan nyttast for   bestemme kobbar i tilsvarande l ysingar som over, og diskuter metodane mot den iodometrisk titreringa med omsyn p  sensitiviteten og moglege feilkjelder.

Oppg ve 4. (5p)

a. Skisser kort prinsippa for Volhard titreringen og Mohr titreringen.

Oppg ve 5. (5p + 5p + 5p)

ANTEN

a. Beskriv kort prinsippa for kromatografi.

b. Grei ut om kvantifisering ved ekstern standard metoden.

c. Grei ut om korleis ein kan bestemme toulens innhald i bensin.

ELLER

a. Beskriv kort prinsippa for ICP-MS og stripping voltammetri.

b. Definer kort "speciering" og "elektrolabil fraksjon", og forklar korleis resultat fr  dei to metodane over kan nyttast i samband for   f  nyttig informasjon om specieringsforhold.

c. Forklar korleis ein kan kvantifisering i ICP-MS ved bruk av standardkurve og ved bruk av standard tilsetning i stripping voltammetri.

Oppgave 6. (10p)

Kryss av for riktig eller uriktig påstand

	Riktig	Galt
Potensiometri byggjer på måling av potensial ved tilnærma null strøm i den elektrokjemiske kretsen (krinsen)		
Ioneselektive elektrodar har typisk deteksjonsgrense i område 10^{-6} M		
Responsten til ioneselektive elektrodar er uavhengig av temperatur		
Ioneselektive elektrodar har ein logaritmisk respons		
Glaselektroden for pH måling gir ofte høgare pH (altså meir basisk) enn rett verdi i sterke basiske løysningar		
Den indre løysinga i ein pH-elektrode er oftast 0.1 M NaOH		
Ein kan finne endepunkt i syrebasetitreringar ved å måle pH under titrering		
I eit tradisjonelt system for pH-måling inneheld to referanseelektrodar -ein intern i pHelektroden og ein ekstern som det målast mot		
KSCN er ein primær standard		
Hardleik i vatn kan definerast som totalt kalsium- og magnesiuminnhald og bestemmes ved EDTA titrering		

