



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

Tirsdag 20. desember 2011 kl. 9.00 – 13.00.

Oppgavesettet er på tre sider. Tillatte hjelpemidler: lommekalkulator.

Alle oppgaver skal besvares, men i *oppgave 2e* besvares *et av de to alternativene "ENTEN" eller "ELLER"*. Tilsvarende besvares *et av de to alternativene enten/eller* i *oppgave 3c*.

Sensurfrist 27. januar 2012 (3 uker + 10 dager).

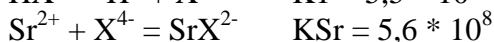
Kontaktpersoner under eksamen: Øyvind Mikkelsen (928 99 450)

Oppgave 1. (5p + 7p + 2p + 3p + 3p = 20p totalt)

Vi har 50 mL løsning med 0,005 M strontium. Denne skal titrere mot en 0,01 M standard EDTA-løsning. Titreringen utføres ved pH 12,5 i en bufferløsning som holder Sr^{2+} i løsning, og med mureksid som indikator.

- Sett opp uttrykket for titerfeilen (T), og beregn den teoretiske gjenværende Sr^{2+} konsentrasjonen ved ekvivalenspunktet.
- Beregn titerfeilen i prosent for denne titreringen hvis man antar at gjenværende strontiumkonsentrasjon er i området $1 \cdot 10^{-5}$ til $1 \cdot 10^{-7}$ M. Kommenter svarene.
- Vi tenker i et nytt tilfelle; prøven over kan i noen tilfeller også inneholde signifikante mengder av løste Li^+ eller Cu^{2+} ioner. Dannelseskonstantene for EDTA kompleksene med Li^+ og Cu^{2+} er på hhv $8,9 \cdot 10^2$ og $6,0 \cdot 10^{18}$. Hvilket av disse ionene vil spesielt kunne interferere i en eventuell EDTA titrering under betingelsene gitt i a?
- Det finnes forskjellig måter å bestemme kationkonsentrasjonen ved EDTA-titreringer. Det skal bestemmes Ca^{2+} med EDTA titrering. Beskriv hvordan dette kan gjøres ved direkte titrering, tilbake-titrering, og "fortrengningsmetoden" (displacement method). Angi også i hvilke typiske tilfeller det er hensiktsmessig å velge den enkelte metode.
- Beskriv kort en alternativ metode for Ca^{2+} bestemmelse i konsentrasjonsområdet $1 \cdot 10^{-2}$ M til $1 \cdot 10^{-5}$ M, og vurder denne metoden mot komplekstitreringen med hensyn på viktige feilkilder og interferenser.

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



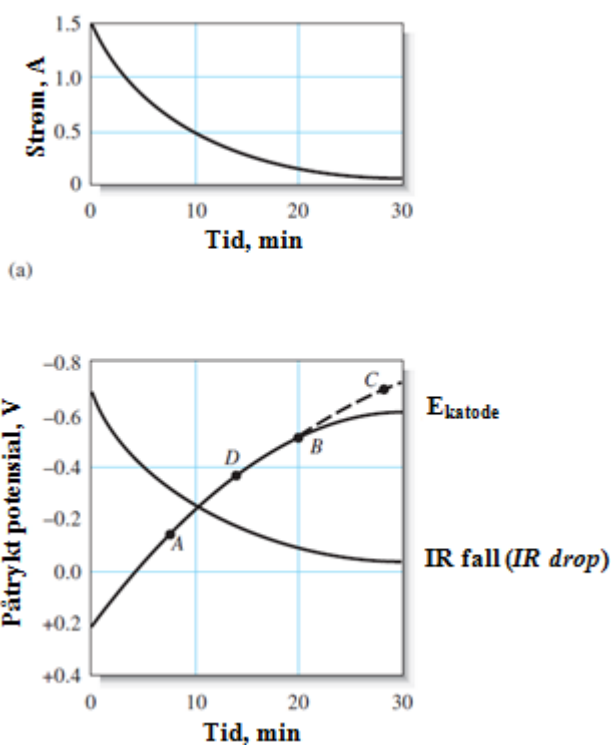
Oppgave 2. (5p + 3p + 2p + 2p + 5p = 17p totalt)

a. Fellingsgravimetri er basert på at prøveløsningen tilsettes et kjemisk reagens som danner en tungt løselig forbindelse med analytten. Medfelling er en mulig feilkilde i denne metoden. Gjør rede for ulike typer av medfelling, og forklar hvordan disse kan påvirke resultatet og hvordan man kan gå frem for å få et bedre resultat.

b. Forklar kort prinsippet for elektrogravimetri (uten kontroll av katodepotensial), og gjør en kort evaluering av denne metoden mot fellingsgravimetri med hensyn på feilkilder, interferenser, nøyaktighet og presisjon.

c. Hva slags katode- og anodemateriale vil være egnet for bestemmelse av henholdsvis kobber og sink i elektrogravimetri?

d. Studer Figur 1 og forklar hva som observeres her i en elektrogravimetrisk analyse, og forklar videre hvorfor det tilsettes depolarisator som for eksempel nitrat i slike analyser.



Figur 1

ENTEN

e. Beskriv prosedyre og gjør en sammenligning av gravimetrisk og spektrofotometrisk bestemmelse av jern. Vurder viktige feilkilder og interferenser i de to metodene. Beskriv hvordan kvantifiseringen gjøres i de to metodene.

ELLER

e. Beskriv prosedyre og gjør en sammenligning av elektrogravimetrisk og iodometrisk bestemmelse av kobber. Vurder viktige feilkilder og interferenser i de to metodene. Beskriv hvordan kvantifiseringen gjøres i de to metodene.

Oppgave 3. (2p + 2p + 4p = 8p totalt)

- a. Hvilke krav stilles til en primærstandard i titreringsforsøk. Hva er forskjellen på endepunkt og ekvivalenspunkt i en titrering?
- b. Hvorfor har mange fargeindikatorer et omslagspunkt på ± 1 pH enhet i syre-base titreringer? Nevn noen andre metoder for å bestemme endepunktet i titreringer generelt.
- c. Beskriv en detaljert prosedyre for innstilling av *enten* en 0,1M HCl løsning *eller* en 0,1M NaOH løsning.

Oppgave 4. (10p + 5p = 15p totalt)

- a. Beskriv prinsippene for ICP-MS og atomabsorpsjonsspektroskopi. Angi deretter hva disse metodene brukes til og omtrentlig deteksjonsområde for metodene.
- b. Definer kort "speciering", og forklar deretter kort hva som er viktig med hensyn på valg av analytisk metode i forbindelse med specieringsstudier.

Oppgave 6. (10p)

Kryss av for riktig eller uriktig påstand

	Riktig	Galt
Jodid kan oksideres til jod i luft.		
Iod et viktig titreringsreagens fordi det er et sterkt oksidasjonsmiddel, og dermed kan brukes til å bestemme sterkt reduserende reagenser i nærvær av svake.		
$\text{OCl}^- + 2\text{I}^- + 2\text{H}^+ = \text{Cl}^- + \text{I}_2 + \text{H}_2\text{O}$		
$\text{I}_2 + \text{OH}^- = \text{IO}^- + \text{I}^- + \text{H}^+$		
Fellingstitrering med sølvnitrat brukes for å bestemme kationer som sink, magnesium og kalsium.		
Volhart titreringen går i korte trekk ut på at Fe^{3+} bestemmes ved titrering med tiocyanat, med Ag^+ tilsatt som indikator.		
Potensiometri bygger på måling av potensial ved tilnærmet null strøm i den elektrokjemiske kretsen.		
Ioneselektive elektroder har en logaritmisk respons.		
Voltammetri et en analytisk metode som spesielt egner seg godt til å bestemme alkalie og jordalkaliemetaller.		
Voltammetri er en følsom teknikk med deteksjonsgrenser for flere viktige spor- og tungmetaller i ppt - ppb området.		