

**OMSLAG FOR EKSAMENSBESVARELSE**  
**COVER FOR EXAMINATION ANSWER PAPERS**

KJ 2050  
2010

For invigilator:

Det oppførte antall ark er kontrollert

Inspektør: *P. H. Anagnostis*

## Oppg 1)

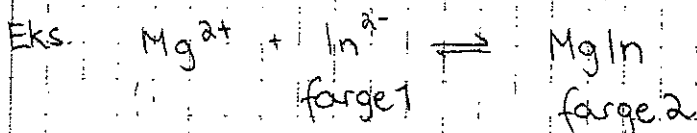
a) Vi har 3 ulike titreringer med EDTA:

- Direkte titrering:

Denne kan utføres om det finnes en god indikator til kationet i prøven for EDTA titrering.

En god indikator er en forbindelse som binder godt til kationet, men ikke bedre enn til EDTA.

Indikatoren må også ha ulik farge for å være bundet til kationet, og ikke bundet:



I direkte titrering blir det titrert <sup>standard</sup> EDTA-løsning direkte mot analytten, og tilsatt volum krytles opp (EDTA)

mot konsentrasjonen av analytten. EDTA reagerer i et 1:1 forhold med kationer.

- I tilbake titrering blir det tilsatt et overskudd av EDTA til analytten. Overskuddet av EDTA tilbake titreres med en standard løsning (ofte  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ) og en passende indikator (indikator som er god for  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ )

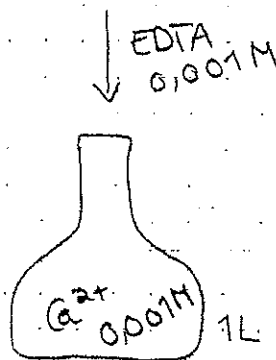
Denne metoden kan benyttes særlig om det ikke er noen passende indikator for analytten.

- For trenghingsmetoden blir også benyttet om det ikke er noen passende indikator for analytten. Her blir prøve løsningen med et kation tilsatt et EDTA-kompleks (ofte Mg-EDTA). Dette brukes

forts. oppg 1a

for eksempel hvor  $\text{Ca}^{2+}$  skal bestemmes. Mg-EDTA  
tilsettes.  $\text{Ca}^{2+}$  som danner mer stabilt kompleks  
med EDTA enn  $\text{Mg}^{2+}$  byttes ut med  $\text{Mg}^{2+}$  i et  
1:1 forhold slik at dette påvirker ikke analysen.  
Eriol er en god indikator for  $\text{Mg}^{2+}$  og kan tilsettes  
og direkte titrering kann så benyttes.

b)



$$\text{pH} = 12, \quad [\text{H}^+] = 10^{-12}$$

Konsentrasjonene av  $\text{Ca}^{2+}$  og EDTA er lik.  
→ må tilsette 1 L EDTA

$$T = (\text{HX}^{3-}) + (\text{X}^{4-}) - (\text{Ca}^{2+})$$

Ved endepunktet er  $T = 0 \rightarrow (\text{HX}^{3-}) + (\text{X}^{4-}) = (\text{Ca}^{2+})$

$$\frac{(\text{X}^{4-})(\text{H}^+)}{(\text{HX}^{3-})} = 5,5 \cdot 10^{-11} = K_a$$

$$\frac{(\text{X}^{4-})(10^{-12})}{(\text{HX}^{3-})} = 5,5 \cdot 10^{-11}$$

$$(\text{HX}^{3-}) = 0,0182(\text{X}^{4-}) \rightarrow \text{setter inn i T}$$

$$0,0182(\text{X}^{4-}) + (\text{X}^{4-}) = (\text{Ca}^{2+})$$

$$1,0182(\text{X}^{4-}) = (\text{Ca}^{2+})$$

forts. oppg. 1

$$b) (X^{4-}) = \frac{(Ca^{2+})}{1,0182}$$

$$\frac{(CaX^{2-})}{(Ca^{2+})(X^{4-})} = 5,0 \cdot 10^{10}$$

$$\text{hvor } (CaX^{2-}) = \frac{0,001M \cdot 1x}{2x} \\ = \underline{0,0005M}$$

$$\frac{0,0005}{(Ca^{2+})(Ca^{2+})} = 5,0 \cdot 10^{10}$$
$$\frac{0,0005}{1,0182} = 5,0 \cdot 10^{10}$$

$$\text{og } (X^{4-}) = \frac{(Ca^{2+})}{1,0182}$$

$$\sqrt{(Ca^{2+})^2} = \sqrt{\frac{1,0182 \cdot 0,0005}{5,0 \cdot 10^{10}}}$$

$$(Ca^{2+})_{\text{eq}} = \underline{\underline{1,01 \cdot 10^{-7} M}}$$

Titrerfeil:

$$T\% = \frac{((HX^{3-}) + (X^{4-}) - (Ca^{2+}))x}{(CaX^{2-})x} \cdot 100\%$$

$$(Ca^{2+}) = 1 \cdot 10^{-6} M, (CaX^{2-}) = 0,0005 M$$

Beregn nu  $(X^{4-})$

$$\frac{(CaX^{2-})}{(Ca^{2+})(X^{4-})} = 5,0 \cdot 10^{10}$$

$$\frac{0,0005}{1 \cdot 10^{-6} \cdot 5,0 \cdot 10^{10}} = (X^{4-})$$

$$(X^{4-}) = 1 \cdot 10^{-8} M$$

$(HX^{3-})$  er fortsatt gitt som  $0,0182(X^{4-})$  fordi pH er den samme.

$$(HX^{3-}) = 0,0182 \cdot 1 \cdot 10^{-8} = 1,82 \cdot 10^{-10}$$

Setter inn i T%:

$$T\% = \frac{1,82 \cdot 10^{-10} + 1 \cdot 10^{-8} - 1 \cdot 10^{-6}}{0,0005} \cdot 100\% = \underline{\underline{-0,1980\%}}$$

Vi ser at selv om gjennværende kalsiumkonsentrasjon er ganske mye større enn den teoretiske har vi en ganske liten feilprosent.

Den er negativ (undertitring) og dette stemmer fordi det er for mye  $Ca^{2+}$  igjen i forhold til beregnet teoretisk ( $1,01 \cdot 10^{-7}$ )

c) 2ppm Mg

$$2 \text{ mg/L Mg} = 0,002 \text{ g/L}$$

$$\frac{0,002 \text{ g/L}}{24 \text{ g/mol}} = 8,33 \cdot 10^{-5} \text{ M}$$

$$4\% \text{ av } 8,33 \cdot 10^{-5} \text{ M} = \underline{\underline{3,33 \cdot 10^{-6} \text{ M}}}$$

$$T = ((HX^{3-}) + (X^{4-}) - (Ca^{2+}) + (Mg^{2+})) \checkmark$$



+ fordi det må forbrukes mer EDTA, altså må svaret bli mer positivt

$$T\% = \frac{(AX^{3-}) + (X^{1-}) - (Ca^{2+}) + (Mg^{2+})}{(CaX^{2-})} \cdot 100\%$$

(CaX<sup>2-</sup>) ↖ må ha med  
betrykkes for MgX<sup>2-</sup>  
også

$$T\% = \frac{1,82 \cdot 10^{-10} + 1 \cdot 10^{-8} - 1 \cdot 10^{-6} + 3,33 \cdot 10^{-6}}{0,0005} \cdot 100\%$$

$$\underline{T\% = 0,4680\%}$$

Svaret er rimelig da Mg<sup>2+</sup> også titreres og  
det forbrukes med EDTA.

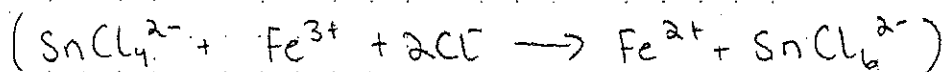
T% endret seg fra negativt (i b) til  
positivt (i c). I dette tilfellet er altså  
løsningen overtitrert (pga positiv T%)

## Oppg. 2.

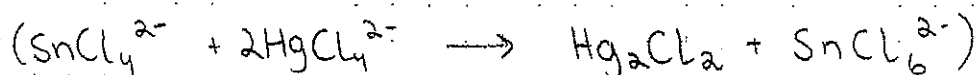
a) Jerninnholdet i prøven kan bestemmes i en redokstitrering med dikromat. Sulfat vil ikke interferere.

- Først må det forsikres om at jernet ligger kun på formen  $Fe^{2+}$  (fordi dette skal oksideres til  $Fe^{3+}$  og gir feil hvis noe av jernet allerede ligger på formen  $Fe^{3+}$ )

- Prøven varmes dermed opp til koking og tilsettes  $SnCl_2$  for å redusere all  $Fe^{3+}$  til  $Fe^{2+}$



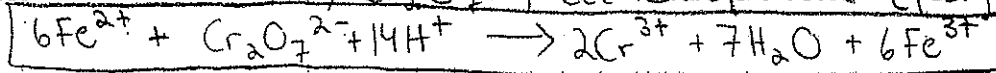
- Overskuddet av  $SnCl_2$  ødelegger for analysen og det tilsettes  $HgCl_2$  for å hindre dette (når løsningen er avkjølt).



For mye overskudd av  $SnCl_2$  gjør at det blir dannet elementært Hg ved tilsetts av  $HgCl_2$  og ønskes ikke!

For å hindre for stort overskudd bruker vi fargen til  $Fe^{3+}$  til å bedømme når det er nok tilsatt  $SnCl_2$ .

- løsningen tilsettes svovelsyre og fosforsyre (for å stabilisere jern) og det titreres umiddelbart med dikromat  $Cr_2O_7^{2-}$ , til endepunkt (fargeendri).



- Må foregå i surt miljø!

- Indikatoren for titreringen må skifte farge under ulike oksidasjonsstater og ha et redokspotensial mellom jern og dikromats potensia

forts oppg. 2

a) Sulfat kan bestemmes via fellingsgravimetri (analytt overføres til tungtløselig bunnfall som filtreres, tørkes/glødes og veies. Bunnfallet med kjent sammensetning slik at det kan beregnes mengde analytt ut fra veing).

Det kan benyttes at sulfat felles med Barium ( $\text{Ba}^{2+}$ , MEN; det er kjent at jern medfeller (positiv feil) og jern ønses derfor fjernet fra løsning.

- Jern fjernes fra løsning ved å benytte løsebytter (kationbytter = bytter ut kationer fra løsning)  
kationbytter som kan benyttes er Dowex 50

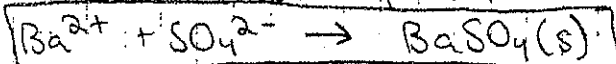
- Kationbytter aktiveres med HCl, røres i noen minutter

Vaskes så med destillert vann til negativ test for  $\text{Cl}^-$  (tester med  $\text{AgNO}_3$ ) og  $\text{pH} > 4$

kationbytter overføres til byrette m/glassullpropp.

- Prøve sendes igjennom relativt saute  $\rightarrow$  jern blir fjernet. <sup>det</sup> Vaskes igjennom kationbytteren til at det blir negativ test for sulfat av vaskewannet (for å unngå tap av  $\text{SO}_4^{2-}$ ). Tester med  $\text{BaCl}_2$ .

- løsning varmes opp til oppunder kokepunktet og tilsettes saute  $\text{BaCl}_2$ . Hvit bunnfall blir dannet. Tilsetter til det ikke dannes bunnfall mer + litt i overskudd.



- Avkjøles og filtreres på blattbånd filterpapir. løsningen testes for sulfat (med  $\text{BaCl}_2$ ) for å sjekke om felling er fullstendig.



forts opp 2

- a)
- filter papir overføres til digel (glødet på  $600^{\circ}\text{C}$  til konstant vekt) og tørkes litt på  $110^{\circ}\text{C}$
  - filter papir glødes bort på mellembrenner
  - Bunnfallet glødes på  $600^{\circ}\text{C}$  til konstant vekt. Mengde  $\text{SO}_4^{2-}$  kan bestemmes ut fra mengde  $\text{BaSO}_4$ .

b) Feilkilder redokstitrering:

Må titrere i surt miljø, hvis ikke går dikromat over til kromat, og jern kan dessuten da felles som jernhydroksid.

Hvis prøven inneholder forbindelser som også blir oksidert av dikromat vil disse interferere og det må da tilsettes mer dikromat enn nødvendig.

Hvis det er for stort overskudd av  $\text{SnCl}_2$  når  $\text{HgCl}_2$  tilsettes vil det dannes elementært kvikksølv som vil skape feil.

Det er veldig viktig at all  $\text{Fe}^{3+}$  er redusert til  $\text{Fe}^{2+}$  før titreringen starter, hvis ikke vil det bli tilsatt for lite dikromat og vi vil få negativ feil.

Konsentrasjonen til dikromat (standard løsning) er viktig. Hvis vi antar den for å være noe annet enn den er går dette ut over resultatene.

## Oppg 2

### b) Feilkilder gravimetri

- Hvis fellingen ikke er fullstendig vil en negativ feil oppstå. Det er viktig at bunnfallet består av store partikler for å unngå tap av stoff ved filtrering. Dette oppnås ved lav overmetning, som igjen oppnås ved lav fellingshastighet. Dette får vi til ved å tilsette salte, ved nok så høy temperatur og ha relativt lave konsentrasjoner av fellingsreagens.
- Stoff kan også gå tapt ved vasking, og kan blåse bort fra filterpapir/digel
- Medfelling er en veldig viktig interferens!

Ulike typer medfelling:

Overflateadsorpsjon: partikkel som setter seg fast på overflate til en  $BaSO_4$ -partikkel.  $\rightarrow$  gir positiv feil. Hindres ved refelling

Miksedekrystaller: Ioner med lik radius som  $Ba^{2+}/SO_4^{2-}$  eller lik størrelse kan bytte plass med ionene  $\uparrow$  og gi positiv eller negativ feil. Kan unngås ved maskering (forbindelse tilsettes for å reagere med ionet som interfererer)

### Okklusjon

Partikkel som vokser inn i en  $BaSO_4$  partikkel.

Gir positiv feil. Unngås ved lav fellingshastighet

### Mekanisk inneslutning

Får dannet  $BaSO_4$ -ring av partikler som fanger inne litt løsting. Ved tørking fordamper væsken, men faste stoffer blir igjen.  $\rightarrow$  Positiv feil.

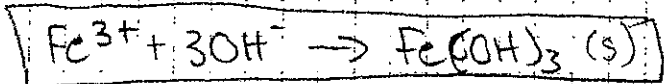
Unngås ved lav fellingshastighet

forts. oppg 2

- b) Hvis alt jern ikke blir felt med feller det, og skaper positivt feil.
- Bunnfallet må være av kjent sammensetning!!!!
  - Vekten må være nøyaktig for godt resultat

En annen måte å bestemme jern (0,05-0,5M) på er å felle det som  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  og glødes til  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

Fremgangsmåte:



Alt jern må foreligge som  $\text{Fe}^{3+}$  for å få et bunnfall av kjent sammensetning, hvis ikke vil feil oppstå

Dette oppnås ved å tilsette  $\text{HNO}_3$ , salpetersyre og koke løsningen i noen minutter. Tester med

$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$  for å sjekke om oksidasjonen av  $\text{Fe}^{2+} \rightarrow \text{Fe}^{3+}$  er fullstendig. 1 dråpe av prøven tas ut og fortynnes til 1ml

av denne tilsettes  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ . Hvis blå farge opptrer må mer  $\text{HNO}_3$  tilsettes og løsning kokes mer.

Hvis ikke helles den fortynnede løsningen tilbake i

prøven. Prøveløsningen fortynnes og varmes opp igjen.

Tilsettes så saltet en 1:1  $\text{NH}_3$ -løsning til felling er fullstendig (sjekkes m/pH-papir)

Bunnfallet filtreres på sortbånd filterpapir og vaskes med varm  $\text{NH}_4\text{NO}_3$  til negativ test for

$\text{Cl}^-$  (testes med  $\text{AgNO}_3$ ). Filterpapiret overføres så

til en digel (på forhånd glødet ( $850^\circ\text{C}$ ) til konstant vekt) og tørkes litt på  $110^\circ\text{C}$ . Filterpapiret

glødes så på melkebrenner og bunnfallet glødes på  $850^\circ\text{C}$ .  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  går da over til  $\text{Fe}_2\text{O}_3$

til konstant vekt

forts 2

b) Feilkilder er de samme som for gravimetri  
av  $\text{BaSO}_4$ .

$\text{NH}_3$  bør ikke tilsettes for raskt  $\rightarrow$  små partikler  
som lett går bort  
under filtrering...

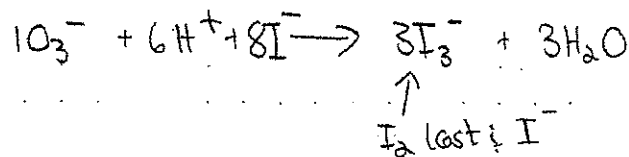
Oppg. 3

a)  $\text{Cu}^{2+}$  kan bestemmes via iodometrisk titrering  
ved at et overskudd av kaliumjodid (KI) tilsettes.  
Det felles  $\text{CuI}$  og dannes en ekvivalent mengde  
jod. Joden titreres så mot en standard  
natriumbiosulfat løsning. Natriumbiosulfat-løsning  
innstilles mot kaliumjodat

Iodometri er indirekte titrering av jod. Brukes til å  
bestemme oksiderende analytter. Endepunktet bestemmes  
ved at stivelse tilsettes mot slutten av en titrering,  
farge blir blå fordi  $\text{I}_2$  "reagerer" med stivelsen. Titrerer  
til blå farge forsvinner, da er det ikke noe  $\text{I}_2$  igjen  
i løsningen. Titreringen foregår i surt miljø, fordi  
jodid danner hypojoditt i basisk miljø. I svært  
surt miljø danner biosulfaten elementært svovel  
og ønskes heller ikke.

Innstilling av natriumbiosulfaten ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )

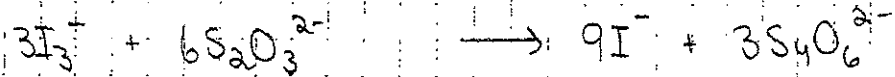
Fast kaliumjodat veies ut og løses i vann. Det tilsettes  
kaliumjodid og saltsyre, HCl. Følgende reaksjon skjer:



### Oppg 3

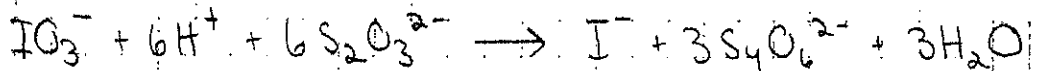
a) Jod blir dannet som titreres mot natriumtiosulfat-løsningen som skal standardiseres.

Da skjer følgende reaksjon:

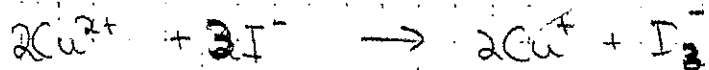


når gul farge  
nesten borte →  
tilsetter  
stivelse

Total reaksjon for innstilling



Kobberprøven tilsettes svovelsyre og kokes i noen minutter (hvit gass  $SO_2$  dannes for å fjerne  $NO_3^-$ ). Prøven blir så tilsatt ammoniakke til blått kobberkompleks ble dannet og svovelsyre tilsettes til blått kobberkompleks forsvinner + litt i overskudd. Prøven kan nå tilsettes kaliumjodid i overskudd:

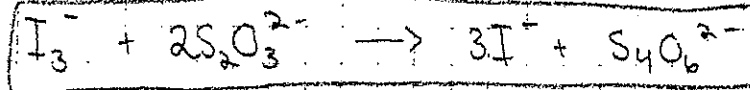


←  $I_2$  løst i  $I^-$

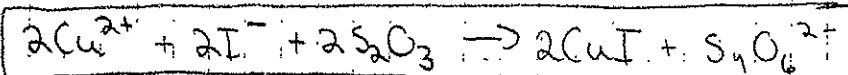


Det felles  $CuI$  og dannes er ekvivalent mengde jod. Dette tilbake titreres med den standardiserte tiosulfat-løsningen; vi får

tilsetter stivelse når gul farge nesten er borte + KEN for skapere ende punkt



Totalt



### Oppg 3

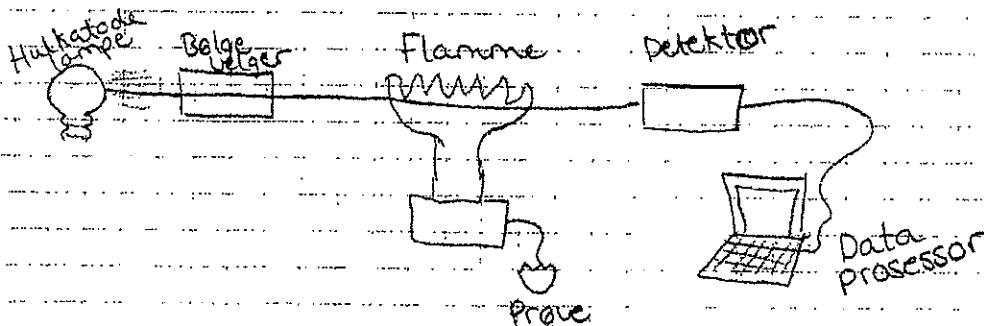
- a) Kobber kan da bestemmes ut i fra støkiometriske forhold mellom  $\text{Cu(II)}$  og biosulfat!
- b) To andre metoder som kan benyttes i bestemmelse av kobber er Atomabsorpsjonsspektroskopi (AAS) og Elektrogravimetri.

AAS går ut på at forbindelser til vanlig befinner seg i en tilstand med minst mulig energi (grunntilstand). Når forbindelser blir utsatt for sterk varme atomiseres de, og ulike grunnstoff i atomer tilstand kan ta opp energi (absorbere) i ulike bølgelengder som er karakteristisk for ulike grunnstoff. Dette kan brukes til å detektere ulike grunnstoff. Jo høyere konsentrasjon det er av et grunnstoff, jo mer energi kan absorberes. Når energi absorberes går grunnstoffet opp i en eksitert tilstand, men går raskt tilbake til grunntilstanden da denne er mest stabil.

AAS brukes en Hvilkekatodelampe som strålingskilde (energikilde) for energi som skal absorberes, og som oftest en flamme (2000-3000 K) for å atomisere grunnstoffene (flamme-AAS). Finnes også grafittovn til å atomisere.

Hvilkekatodelampen har en anode av tungsten og en sylindrisk katode besejlet av glass som inneholder en inert gass (ofte Argon).

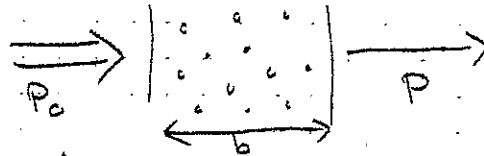
#### Skjematisk fremstilling



### Oppg 3

b) Prøven suges opp i en beholder og ender opp i flammer hvor forbindelsene blir atomisert og bestrålt med hukatodelampen. Ulike grunnstoff krever ulike hukatodelamper, slik at hukatodelampen må være en for kobber. Kobber absorberer stråling, slik at utkommende stråling er mindre enn innkommende.

pga  
absorpsjon  
av ulike  
bølglengder



Absorbansen,  $A = \log \frac{P_0}{P}$

Det er denne endringen i stråling som blir detektert og absorbansen er knyttet til konsentrasjon via

Beers lov:  $A = abc$

- $a$ : konsentrasjon
- $b$ : lengden som strålingen går gjennom
- $c$ : proporsjon faktoren

Ved å måle for standardløsninger finner man  $a$  og konsentrasjonen av uljente prøver kan så bestemmes av kobber *med kobber*

Feilkilder er overlappende tapper, grunnstoff som absorberer omtrent lik bølglengde interfererer og gir feilaktig resultat.

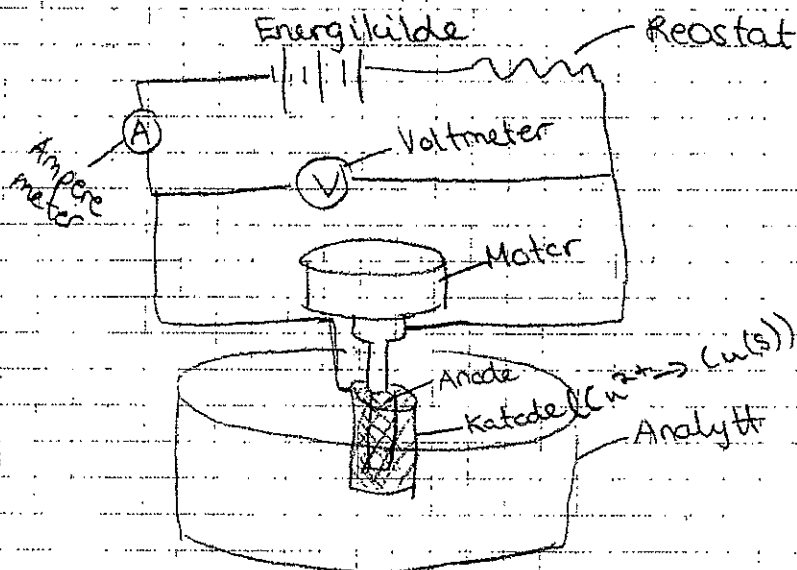
AAS bestemmer all mengde kobber i prøver, ikke bare løste ioner. Hvis det kun er  $Cu^{2+}$  som skal bestemmes og noe kobber ligger som fast stoff blir det en positiv feil. I konsentrerte løsninger får vi avvik fra Beers lov, og det er tidkrevende

### Oppg 3

b) å lage standardløsninger og sjekke for disse.  
Siden bare kobber skal bestemmes trengs  
bare en hullkatedelampe, men om flere  
grunnstoffer skulle ha blitt detektert hadde  
det tatt lang tid. AAS kan bestemme ca.  
60 grunnstoffer (metaller)

I Elektrogravimetri deponeres analytten på en  
veid arbeids elektrode som veies igjen etter deponering  
og tørrt.

Fremgangsmåten er enkel og veiling er vanskelig  
å gjøre feil på. Den vanligste metoden innen  
elektrogravimetri er å holde potensialet over  
cellen konstant. Oppsettet ser slik ut:



Katoden som er arbeids elektroden består som regel  
av platinagitter formet som sylinder.

Potensialet over cellen måles og reguleres med reostaten  
(holdes konstant under deponering)

I elektrogravimetri så kan lettreduserbare kationer,  
som kobber separeres fra kationer som er



3b)

Vanskeligere å redusere enn  $H^+$  og lettreduserbare forbindelser som nitrat.

Når analytt konsentrasjonen avtar så blir potensialet over katoden mer og mer negativt  $\rightarrow$  andre forbindelser kan begynne å deponeres før alt kobber er deponert  $\rightarrow$  positiv feil.

Dette hindres ved å tilsette hjelpereagens  $\rightarrow$  reduseres uten å avsettes på elektroden / påvirke deponeringen. Nitrat brukes til dette.

Fremgangsmåte.

Pt katode renses med  $HNO_3$ , vann og aceton, setter opp som på forrige side. Setter spenning på 3V  $\rightarrow$  ( $Cu(NO_3)_2$  tilsettes  $HNO_3$  først)

Kobber deponeres. Etter en stund tilsettes

urea for å reagere med nitritt (fra nitrat)

som ellers hadde skapt feil.

Spenning tas på helt til slutt  $\rightarrow$  vasker elektrode m/ fast kobber på samme måte. Veier (differanse tilsvarende mengde kobber)

Måler bare redoksaktivitet i fraksjon, del som kan undergå redoksreaksjon ( $Cu^{2+}$ )

Skaper ikke feil slik AAS kan gjøre i dette

tilfellet. Litt mer følsom enn  $(ppm)$  enn  $(10^{-4}M)$  i volumetri, men

AAS enda mer følsom (ppm-ppb)

Andre stoffer kan ha deponert i tillegg  $\rightarrow$  positiv feil. Vanskelig å vite når deponeringen er ferdig

3b)

Iodometri: feilkilder:

Iodløsninger er flyktige og reagerer med luft

Dette skaper fort feil resultater.

Iodometri er ikke like følsom som de andre metodeene og har mange feilkilder.

Hvis natriumtiosulfaten har feil konsentrasjon blir resultatet av titreringen også feil

tiosulfaten må innstilles jevnlig!

lett å overtitrere, endepunktet kommer plutselig!

hvilken metode som er best avhenger om man skal bestemme kun  $\text{Cu}^{2+}$  eller total mengde kobber og hva prøven ellers inneholder.

Informasjon om prøven trengs for å velge best metode. konsentrasjon har også noe å si.

Iodometri kan ikke brukes ved for lav konsentrasjon (Under  $10^{-4}$ )

Oppg 4

Volhard

$\text{Ag}^+$  bestemmes med titring av  $\text{KSCN}$  med  $\text{Fe}^{3+}$  som indikator

Kan også brukes til bestemmelse av halider ved tilbake titring av  $\text{Ag}^+$ . Viktig:  $\text{AgCl}$  må filteres bort da  $\text{AgSCN}$  er mer tungtløselig enn  $\text{AgCl}$  for tilbake titring

$\text{AgCl}$  (ikke  $\text{AgI}$ ,  $\text{AgBr}$ )

tilsette overskudd av  $\text{Ag}^+$

Lab 1, 2, 3, 4  
Lab 5, 6, 7, 8  
Lab 9, 10, 11  
Lab 12, 13, 14

### Oppg 4

forts. Volhard

Når KSCN er tilsatt og  $Ag^+$  er brukt opp vil  $Fe^{3+}$  og  $SCN^-$  danne  $FeSCN^{2+}$  som er et rødt kompleks. Endepunktet er altså når løsningen blir rød.

Sur miljø  
hvis ikke felles  
jern (III) som  
 $Fe(OH)_3$

### Mohr

Halider bestemmes i titrering med  $AgNO_3$  med kromat,  $CrO_4^{2-}$  som indikator

Når  $Ag^+$  tilsettes i overskudd dannes mursteinsrødt  $Ag_2CrO_4(s)$ , bunnfall.

Må titreres i nøytralt miljø fordi  $Ag_2O$  dannes i basisk miljø og  $Cr_2O_7^{2-}$  dannes i surt miljø.

### Oppg 5

a) Stripping voltammetri:

Veldig god metode for å bestemme tungmetaller (spermengde). Det grense = ppb og litt mindre

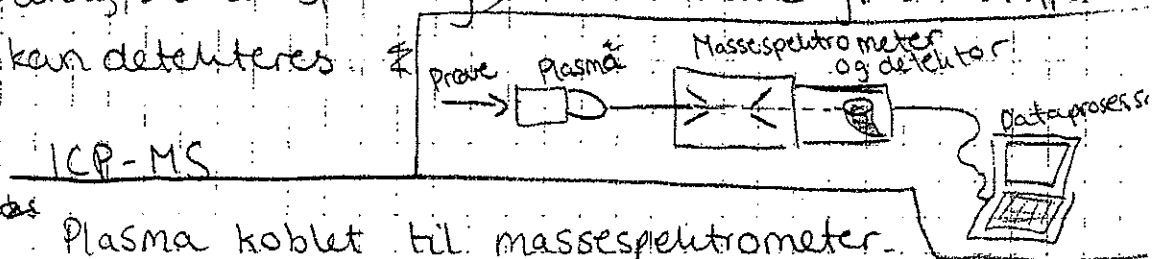
Elektrokjemisk metode der strøm som funksjon av spenning blir målt

3 elektroder benyttes: Arbeids, referanse og mot-elektroden. Det er på arbeids elektroden red/oks sljer. Spenningen reguleres mellom arbeids og referanse elektroden, og strømmen måles mellom arbeids og motelektroden. Det som måles er frie ioner og svake komplekser. Sterke komplekser og faststoff kan løses med sterk syre og dermed også bestemmes

§ Det som skjer er at når arbeids elektroden blir påsatt stor negativ spenning reduseres metaller på elektroden. Området rundt elektroden blir det liten konsentrasjon og joner vil diffundere hit.

Når spenningen staus og gradvis gjøres mer positiv, begynner metaller å oksideres av (strippes av) ved ulike potensialer som

følge av spenningsreluka, og det vil registrere en strøm som følge av redoksreaksjonen som skjer. Oppis et voltammogram (strøm som funksjon av spenning) hvor ulike grunnstoffer kan detekteres.



~~Plasma~~ Plasma koblet til massespektrometer.

Plasma er en varm, delvis ionisert gass. I ICP-MS er Argonplasma brukt, består av Ar atomer, ioner og elektroner. Er 6000-10000 K og atomiserer og ioniserer prøver som blir pumpet inn.

Ionene som blir dannet i plasmaet kommer til massespektrometret som er en kvadropol (4 stålstenger som settes ulik ladning på). Tillater kun ioner med gitte masse-ladnings forhold passere på ulike tidspunkt. Slik separeres og detekteres de ulike ionene. Kvadropolen gjør at isotopforhold også kan bestemmes! Elektronene treffer

5.

detektoren som er en lyegleformet såkalt elektronmultiplikator hvor  $1e^-$  kan generere hele  $10^8$  elektroner. Bli omgjort til elektrisk signal som overføres til dataprosessor.

Bestemmer totalmengde. Deteksjonsgrense: ppt-pp  
også litt under

5b) stoffer finnes i ulike former, species, hvor noen av dem er elektrolabile (kan undergå redoksreaksjon, er ustabile og vil bli stabile)  
Voltammetri måler bare den elektrolabile fraksjonen, mens ICP-MS måler total mengde og kan også gi informasjon om isotopforhold (om det er noen radionuklider).

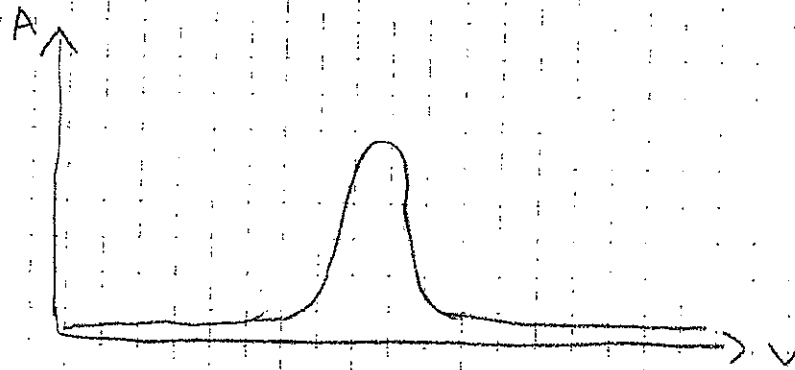
Hvis det da er f.eks. giftighet som skal studeres så kan voltammetri måle den aktuelle giftigheten her og nå, mens ICP-MS kan benyttes til å måle den potensielle giftighet som kan oppstå ved klimaforandringer etc.

Ved å benytte begge ser man hvor mye som ligger på elektrolabilform i forhold til den totale fraksjonen.

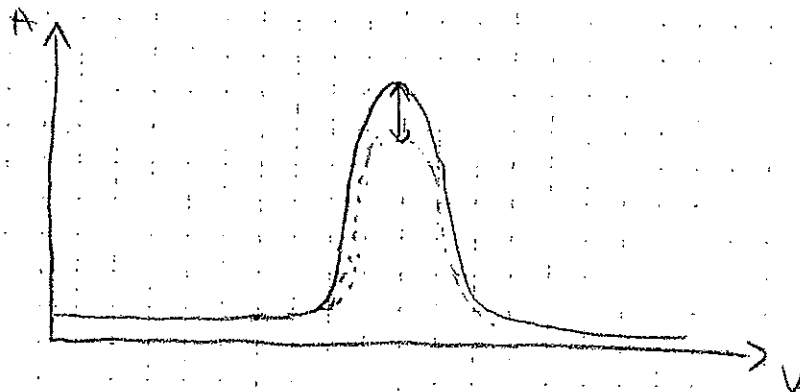
Voltammetri kan også benyttes til automatiske målinger i en elv. f.eks og kan dermed samle inn resultater kontinuerlig. Dette kan

brukes til å oppdage utslipp...

5c) I stripping voltammetri kan det først analyseres på analytten, og man kan få et voltammogram som ser slik ut:



Så kan det tilsettes en standardløsning, hvor det samme stoffet som analytten har en nøyaktig kjent konsentrasjon og det analyseres på nytt:



Det nye voltammogrammet vil få en høyere topp og vi vet noe om forholdet av høydene på de to analysene og kan dermed bestemme analytten kvantitativt. Med denne metoden slipper man å lage x-antall standardløsninger.

SC) I ICP-MS kan standardkurve benyttes for at bestemme en forbindelse kvantitativt. For at lave en standardkurve må det laves standardløsninger hvor analyttens koncentration er nøjagtig kjent, og disse tjøres den analyser på. Ud i fra disse kan det laves en standardkurve som man lser av, oppmot resultatene på en uljent prøve.

	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	×	
Responsten til ioneselektive elektroder er uavhengige av temperaturen		×
Ioneselektive elektroder har en logaritmisk respons	×	
pH-glasselektroden viser ofte for høy pH (altså mer basiskt) en riktig i sterkt basiskt 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.	×	