NTNU
Det skapende universitet

Institutt for kjemi

# Eksamensoppgave i KJ2050, Analytisk kjemi, grunnkurs

**Faglig kontakt under eksamen: Øyvind Mikkelsen**
**Tlf.: 92899450**

**Eksamensdato: 18.12.13**
**Eksamenstid (fra-til): 09:00 – 13:00**
**Hjelpemiddelkode/Tillatte hjelpemidler: Lommekalkulator**

**Annen informasjon: Alle oppgavene skal besvares, men i oppgave 1 velges en av de to ENTEN / ELLER seksjonene, i oppgave 3d velges en av de to ENTEN / ELLER oppgavene.**

**Målform/språk: Bokmål**
**Antall sider: 5 (inkl. forsiden)**
**Antall sider vedlegg: 0**

**Kontrollert av:**

Dato Sign

Merk! Studenter finner sensur i Studentweb. Har du spørsmål om din sensur må du kontakte instituttet ditt. Eksamenskontoret vil ikke kunne svare på slike spørsmål.

**Oppgave 1. (3p + 3p + 4p; 10p totalt)**

**ENTEN**
Vi har 50 mL av den svake syren HCN (0,05M) som skal titreres mot NaOH (0,1M).

a) Sett opp utrykk for titrefeilen (T) og den relative titrerfeilen (T%).

b) Regn ut teoretisk endepunkt for titreringen.

c) Du har to indikatorer tilgjengelig; alizaringult R med omslagspunkt ved pH 11 og bromtymolblått med omslagspunkt ved pH 7. Regn ut relativ titrfeil (T%) for de to indikatorene, og konkluder ut fra dette hvilken indikator som vil være den best egnede.

**ELLER**
Vi har en 50 mL vannprøve som inneholder 0,08 M løst kobber ($Cu^{2+}$). Denne skal titreres mot en 0,1 M standard EDTA-løsning. Titreringen utføres i en ammoniumbufferløsning med pH 9,5.

a) Sett opp utrykk for titrefeilen (T) og den relative titrerfeilen (T%).

b) Regn ut den teoretiske gjenværende $Cu^{2+}$ konsentrasjonen ved ekvivalenspunktet.

c) Regn ut relative titrerfeilen (T%) for denne titreringen hvis man antar at gjenværende kobberkon-sentrasjon er i området $1 * 10^{-9}$ til $1 * 10^{-11}$ M. Kommenter svaret.

DATA til oppgave 1

$K_{a(HCN)} = 4,9 * 10^{-10}$
$K_w = 1,0 * 10^{-14}$

($H_4X$ = EDTA)
$HX^{3-} = H^+ + X^{4-}$ $K_1 = 5,5 * 10^{-11}$
$Cu^{2+} + X^{4-} = CuX^{2-}$ $K_{Cu} = 6,0*10^{18}$

**Oppgave 2. (3p + 6p + 4p + 4p + 3p = 20p totalt)**

Det skal bestemme hardhet (mengde $Ca^{2+}$) i en prosessvannprøve. Typisk ligger hardheten på rundt 50 mg Ca/L. Når prøven tas er pH rundt 4, og i tillegg til kalsium er det også rundt 100 mg/L beryllium i prøveløsningen.

a) Foreslå en prosedyre som baserer seg på direkte komplekstitrering med bruk av EDTA for å bestemme kalsium uten at det blir nevneverdig interferens fra beryllium med utgangspunkt i prøven over. Nødvendig data et gitt til slutt i oppgaven.

b) Du vil kvalitetssikre kvantifiseringen av kalsium ved å analysere prøven med en annen egnet analytisk teknikk som bygger på et annet fysikalsk-kjemisk prinsipp enn komplekstitrering. Forutsett at beryllium nå er fjernet, og foreslå en alternativ analytisk metode for bestemmelse av kalsium i konsentrasjonsområdet gitt over. Beskriv i korte trekk det fysikalsk-kjemiske prinsippet for denne alternative metoden.

c) Diskuter de to metodene for kalsiumbestemmelse mot hverandre med hensyn på mulige feilkilder, optimale konsentrasjonsområder, interferere og praktisk gjennomføring.

d) Prøven det jobbes med over inneholder beryllium. Det skal gjennomføres en risikovurdering med hensyn på arbeidet med løsninger som inneholder beryllium. Se faresetninger gitt under og gjør en forenklet risikovurdering ved å foreslå henholdsvis 3 R og S setninger.

Faresetninger
H315 Irriterer huden.
H317 Kan utløse en allergisk hudreaksjon.
H319 Gir alvorlig øyeirritasjon.
H350i Kan forårsake kreft ved innånding.
H373 Kan forårsake organskader ved langvarig eller gjentatt eksponering.

e) Hva menes med indirekte komplekstitrering? Illustrer svaret med et eksempel på en slik titrering.

DATA til oppgave 2 a

$K_{sp}$ $Ca(OH)_2$ = $5{,}0 * 10^{-6}$
$K_{sp}$ $Be(OH)_2$ = $6{,}9 * 10^{-22}$

($H_4X$ = EDTA)
$Ca^{2+} + X^{4-} = CaX^{2-}$ $K_{Ca} = 4{,}5 * 10^{10}$
$Be^{2+} + X^{4-} = BeX^{2-}$ $K_{Be} = 5{,}0 * 10^{9}$

**Oppgave 3. (3p + 6p + 3p + 3p = 15p totalt)**

a) Gi en kort oversikt over analysemetoder der man utnytter ulike oksidasjonstrinn av iod.

b) Beskriv prosedyrer 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.

c) Gjør kort rede for det fysikalsk-kjemiske grunnlaget for hvordan UV-VIS spektroskopi fungerer. Skisser typiske bestanddeler i et UV-VIS instrument, og plasseringen av disse i forhold til hverandre. Hvordan går man frem for å kunne gjøre en kvantifisering i denne metoden, og hvordan sikre man seg at resultatet blir så nøyaktig som mulig?

**ENTEN**
d) Beskriv kort hvordan jern i en vannprøve kan bestemmes gravimetrisk. Hvilke faktorer vil være med å påvirke og bestemme nedre deteksjonsgrense for metoden? Vurder viktige feilkilder og interferenser i metoden.

**ELLER**
d) Beskriv kort hvordan klorid i en vannprøve kan bestemmes gravimetrisk. Hvilke faktorer vil være med å påvirke og bestemme nedre deteksjonsgrense for metoden? Vurder viktige feilkilder og interferenser i metoden.

**Oppgave 4. (5p + 2p + 3p + 5p; 15p totalt)**

a) I kromatografi kan det brukes ulike prosesser til å få til separasjonen av prøvekomponentene (et eksempel på det er ionebytting). Nevn minst to andre prosesser/separasjonsprinsipper som brukes ved spesifikke kromatografiske teknikker, forklar kort prinsippet på dem, og hvordan de brukes ved kromatografi.

b) Skisser et kromatogram (f.eks. HPLC) for en to-komponentblanding og tegn inn:

- retensjonstid for analytt 1 og 2,
- oppholdstid for mobilfasen,
- basisbredden av analytt-toppen 2.

Spesifiser x-aksen, og bruk gjerne de typiske symbolene.

c) Hvis du skal beskrive retensjonen av et stoff uavhengig av dimensjonene (lengde o.l.) til kromatografisystemet, hvilke "generelle" parametere brukes vanligvis for det (gi navn, og formel for utregning basert på data fra kromatogrammet) ved henholdsvis tynnsjiktkromatografi (TLC) og kolonnekromatografi, f.eks. HPLC?

d) Tegn skjematisk, og navngi, de viktigste komponentene i en gasskromatograf.
Hva er de omtrentlige dimensjonene av en typisk moderne gasskromatografikolonne (vi gir LITT slingringsmonn). Diskuter kort forskjellene mellom en selektiv og en uselektiv (generell) GC-detektor.

**Oppgave 5. (10p totalt)**
Kryss av for riktig eller uriktig påstand

| | **Riktig** | **Galt** |
|---|---|---|
| I voltammetri måler vi mengde stoff ved hjelp av et instrument som kan måle spenning som funksjon av strøm. | | |
| Differensialpuls anodisk stripping voltammetri er en analytisk metode som spesielt egner seg godt til å bestemme lave konsentrasjoner av metaller, som f. eks bly, kadmium, kobber, og kvikksølv. | | |
| Differensialpuls anodisk stripping voltammetri er en analytisk metode som spesielt egner seg godt til å bestemme gasser som $N_2$, $CO_2$, $H_2$ osv. | | |
| Differensialpuls anodisk stripping voltammetri er en analytisk metode som spesielt egner seg godt til å bestemme halogenider. | | |
| Emisjonsspektroskopi metoden omfatter bruk av varme eller elektrisk energi. | | |
| For pH glass elektroden skyldes alkalisk feil at elektroden også gir respons for alkaliske ioner, og dermed viser en mer basisk pH. | | |
| Volhart titreringen brukes for indirekte bestemmelse av halogenidioner, ved at $Ag^+$ titreres mot standard tiocyanat løsning og med $Fe^{3+}$ tilsatt som indikator. | | |
| Volhart titreringen brukes for indirekte bestemmelse av halogenidioner, ved at løsningen titreres mot $Ag^+$ og med $CrO_4^{2-}$ som indikator. | | |
| I statistisk behandling av data representerer konfidensnivåene sannsynligheten i prosent for at man skal finne den ”sanne verdi” innenfor et gitt intervall. | | |
| Q- testen krever at dataene er normalfordelt. | | |