NTNU
Det skapande universitetet

Institutt for Kjemi

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

Faglig kontakt under eksamen: Knut Schrøder

Tlf.: 922 98 478

Eksamensdato: 12.12.2014

Eksamenstid (fra-til): 09:00 – 13:00

Hjelpemiddelkode/Tillatte hjelpemidler: Lommekalkulator

Annen informasjon: Alle oppgaver skal besvares, men i oppgave 1 svarer du bare på ”ENTEN” eller ”ELLER” oppgaven.

Målform/språk: Bokmål

Antall sider: 4

Antall sider vedlegg: 0

Kontrollert av:

08.12.2014 Knut Schrøder

Dato Sign

Oppgave 1. (3p + 3p + 4p = 10p totalt)

Enten
En svak syre HA (50mL, 0,25M) med $K_a = 1,6*10^{-6}$ skal titreres mot NaOH (0,100M).

a. Sett opp uttrykket for T og T%, og forklar kort hva hensikten med en slik teoretisk beregning av titrerfeil er.

b. Finn teoretisk omslagspunkt for titreringen.

c. Beregn titrerfeilen i prosent (T%) når omslaget inntreffer ved pH = 7,0. Kommenter om prøven er over- eller undertitrert. Angi deretter hvor stor feilen vil være i titrervolum (mL).

$H^+ + A^- = HA$ $K_a=1,6*10^{-6}$
$K_w = 1*10^{-14}$

Eller
Vi har en løsning som inneholder 0,01 M sink. Denne skal titrere mot en 0,05 M standard EDTA-løsning. Titreringen utføres ved pH 10 i en bufferløsning som holder Zn^{2+} i løsning.

a. Sett opp uttrykket for T og T%, og forklar kort hva hensikten med en slik teoretisk beregning av titrerfeil er.

b. Beregn den teoretiske gjenværende Zn^{2+} konsentrasjonen ved ekvivalenspunktet.

c. Beregn titrerfeilen i prosent for denne titreringen hvis man antar at gjenværende sinkkonsentrasjon er $1 * 10^{-9}$ M. Kommenter svaret.

DATA (H_4X = EDTA)
$HX^{3-} = H^+ + X^{4-}$ $K_1 = 5,5 * 10^{-11}$
$Zn^{2+} + X^{4-} = ZnX^{2-}$ $K_{Zn} = 3,2 * 10^{16}$

Oppgave 2. (10p + 10p + 2,5p + 2,5p = 25p totalt)
a. En kobberløsning (Cu^{2+}) i konsentrasjonsområdet 0,01M kan bestemmes både ved bruk av indirekte komplekstitrering (EDTA) og ved bruk av indirekte redokstitrering (iodometi).

Gjør rede for prinsippene for de to metodene, og skisser kort forslag til generelle analytiske prosedyrer for de to metodene. Beskriv viktige generelle feilkilder og interferenser knyttet til de to respektive metodene, og vurder de to metodene mot hverandre i forhold til titreringen av kobberløsningen over.

b. Kobberløsningen over ønskes også analysert med en instrumentell analytisk metode, og det kan velges mellom atomabsorpsjonsspektroskopi med flamme (F-AAS), differensialpuls anodisk strippingvoltammetri (DPASV) eller induktivt koblet plasma massespektrometri (ICP-MS).

Velg en av teknikkene og beskriv kort prinsippene for den valgte analytiske metoden. Forklar kort utfordringen ved å bestemme kobberløsningen beskrevet over med den valgte metoden. Beskriv deretter viktige feilkilder generelt knyttet til valgt instrumentell metode, og vurder denne metoden mot de indirekte titreringene over.

c. Beskriv kort prinsippet for coulometriske metoder, og forklar forskjellen på potensiostatisk coulometri og amperostatisk coulometri.

d. Beskriv kort prinsippet for fotoluminesens spektroskopi, og forklar forskjellen på fluorescens spektroskopi og fosforescens spektroskopi.

Oppgave 3. (4p + 4p + 3p + 4p = 15 poeng)

a. Forklar hvordan man kan gå frem for å kontrollere nøyaktigheten i volumetrisk gassutstyr for bruk i klassisk kjemisk analyse.

b. Forklar kort hva som menes med en primærstandard, og angi viktige krav som stilles til en primærstandarder. Beskriv en prosedyre for innstilling av ***enten*** en 0,1M HCl løsning ***eller*** en 0,1M NaOH løsning.

c. Det skal arbeides med større mengder ammoniakk i et forsøk. Se faresetninger (H-setninger) for ammoniakk gitt under, og foreslå 3 sikkerhetssetninger (P-setninger).

Faresetninger
H221 Brannfarlig gass.
H280 Inneholder gass under trykk; kan eksplodere ved oppvarming.
H314 Gir alvorlige etseskader på hud og øyne.
H331 Giftig ved innånding.
H400 Meget giftig for liv i vann.

d. I forbindelse med specieringsanalyse er det avgjørende å vite om de analytiske metodene som benyttes i seg selv kan påvirke analyseresultatene. Gi en kort forklaring på dette, og gi to eksempler på analytiske metoder som i utgangspunktet ikke vil påvirke resultatene i specieringsanalyse. Gi deretter en kort oversikt over hvordan man kan skille partikulært materiale fra oppløst materiale i en vannprøve.

Oppgave 4. (5p + 2p + 3p = 10 poeng)

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 for dem, og hvordan de brukes ved kromatografi.

b. Tegn skjematisk, og navngi, de viktigste komponentene i et væskekromatografi-(HPLC-) system.

c. Forklar hvorfor den typiske HPLC-injektoren ("Loop-injektoren") er mer - eller er mindre - nøyaktig enn den typiske GC-injektoren (fordampningsinjektoren). Kan det separeres flest enkeltkomponenter i et kapillær-(WCOT-)kolonne-gasskromatogram eller i et standard kolonne HPLC-kromatogram, og med hvilke(t) numerisk(e) uttrykk tallfestes/sammenlignes denne separasjonsevnen?

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

	Riktig	**Galt**
Ioneselektive elektroder har typisk deteksjonsgrense i område 10^{-6} M		
Responsen til ioneselektive elektroder er uavhengige av temperaturen		
E_j kalles overgangspotensialet og har sitt opphav i saltbroen som brukes i systemet, og ioners ulike diffusjonshastighet		
E_j kalles membranpotensialet og er knyttet til ohmsk spenningsfall over membranen		
TISAB buffer er brukes for å hindre at salt som lekker fra referanseelektroden ut i analyttløsningen endrer konsentrasjonen til analytten		
TISAB buffer er brukes for å utjvene forskjeller i ionestyrke, da aktiviteten til ioner er avhengig av ionestyrken		
Emisjonspektroskopi metoden bygger på at prøven eksponeres for en ekstern elektromagnetisk strålingskilde, og mengde absorbert lys som funksjon av bølgelengde registreres		
HPLC teknikk som baserer seg på ionebytting bygger på separasjon basert på elektrostatiske tiltrekning		
I omvendt-fase stasjonærfase-materialer benyttes typisk derivatisert silika med upolare organiske substituenter		
I forbindelse med elueringsmiddel i (HP)LC menes med isokratisk blanding at løsningsmiddel-styrken forandres underveis.		