NTNU
Det skapande universitetet

Institutt for Kjemi

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

Faglig kontakt under eksamen: Øyvind Mikkelsen

Tlf.: 928 99 450

Eksamensdato: 9.12.2015

Eksamenstid (fra-til): 09:00 – 13:00

Hjelpemiddelkode/Tillatte hjelpemidler: Lommekalkulator

Annen informasjon: Alle oppgaver skal besvares, men i oppgave 3 svarer du bare på ”ENTEN” eller ”ELLER” oppgavene.

Målform/språk: Bokmål

Antall sider: 4 (inklusive denne forsiden)

Antall sider vedlegg: 0

Kontrollert av:

29.11.2015 Kurt Schjøde

Dato Sign

Oppgave 1. (5p + 3p + 7p = 15p totalt)

a. Gjør rede for prinsippene for komplekstitrering, og forklar forskjellen på direkte titrering, tilbaketitrering, og ”fortrengningsmetoden” (displacement method).

b. Foreslå en egnet primærstandard for standardisering av EDTA løsning, og beskriv kort de viktigste trinnene i en slik standardisering.

c. Vi har 50 mL med vannprøve som inneholder 0,02 M løst magnesium. Denne skal titreres mot en 0,05 M standard EDTA-løsning. Titreringen utføres i en bufferløsning med pH 9,5.

- Sett opp uttrykket for titrerfeilen (T) og titrerfeilen i prosent (T%). Beregn den teoretiske gjenværende Mg^{2+} konsentrasjonen ved ekvivalenspunktet.

- Beregn titrerfeilen i prosent for denne titreringen hvis man antar at gjenværende kalsiumkonsentrasjon er i området $1 * 10^{-4}$ M til $1*10^{-6}$ M. Kommenter svaret.

DATA (H_4X = EDTA)
$HX^{3-} = H^{+} + X^{4-}$ $K_1 = 5,5 * 10^{-11}$
$Mg^{2+} + X^{4-} = MgX^{2-}$ $K_{Mg} = 4,9 * 10^{8}$

Oppgave 2. (5p + 4p + 3p + 3p + 2,5p + 2,5p = 20 poeng totalt)

a. Gjør kort rede for det fysikalsk-kjemiske grunnlaget for spektroskopiske metoder, og forklar deretter hvordan metoden atomabsorpsjonsspektroskopi med flamme (FAAS) fungerer. Skisser typiske bestanddeler i et FAAS 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? (Ikke beskriv feilkilder under denne oppgaven).

b. Beskriv kort med tekst og skisse om metoden ICP-MS, og forklar kort hva denne metoden brukes til. Ved analyse av hardhet i vann med ICP-MS og komplekstitrering vil man kunne få ulike resultater, gi noen mulige forklaringer på dette.

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

d. Forklar hvordan voltammetri skiller seg fra metodene i oppgave 2b, og beskriv kort hva metoden differensialpuls stripping voltammetri typisk benyttes til.

e. Beskriv en generell prosedyre for risikovurdering av et klassisk titreringsforsøk innen analytisk kjemi.

f. Med utgangspunkt i formlene gitt under beskriv kort hvordan man statistisk kan sammenligne om to analytiske metoder gir samme resultat.

$$t = \frac{\bar{d} - 0}{s_d / \sqrt{N}} \qquad s_d = \sqrt{\frac{\sum (d_i)^2 - \frac{(\sum d_i)^2}{N}}{N - 1}}$$

Oppgave 3. (5p + 10p = 15p totalt)

ENTEN:
a. Gjør rede for direkte og indirekte bruk av jod i redokstitrering.

b. En kobberløsning (Cu^{2+}) i konsentrasjonsområdet 0,01M bestemmes jodometrisk. Beskriv sentrale feilkilder som kan opptre i denne metoden, og hvordan disse vil påvirke resultatet. Foreslå deretter en alternativ metode for bestemmelse av kobber i samme konsentrasjonsnivå, og beskriv viktige feilkilder knyttet til denne alternative metoden. Vurder så metodene mot hverandre i forhold til kobberløsningen gitt i denne oppgaven.

ELLER:
a. Gjør rede for gravimetri som metode for bestemmelse av metallioner i vann, og forklar deretter kort forskjellen mellom gravimetri og fellingstitrering.

b. En jernløsning (Fe^{3+}) i konsentrasjonsområdet 0,01M skal bestemmes ved gravimetri. Beskriv sentrale feilkilder som kan opptre i denne metoden, og hvordan disse vil påvirke resultatet. Foreslå deretter en alternativ metode for bestemmelse av jern i samme konsentrasjonsnivå, og beskriv viktige feilkilder knyttet til denne alternative metoden. Vurder så metodene mot hverandre i forhold jernløsningen gitt i denne oppgaven.

Oppgave 4. (5p + 5p = 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 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)
Kryss av for riktig eller uriktig påstand

I fotoluminescensspektroskopi måles emisjon av fotoner etter absorpsjon	**Riktig**	**Galt**
Emisjonsspektroskopi metoden bygger på at prøven eksponeres for en ekstern elektromagnetisk strålingskilde, og mengde absorbert lys som funksjon av bølgelengde registreres		
Tilfeldige feil medfører en forskyvning av normalfordelingen		
Konfidensintervallet angir relativ verdi mellom maks og min verdi		
I Volhart titreringen bestemmes kationer gjennom overskudd av bromid som danner farge med Fe^{3+}		
I Mohr titreringen bestemmes klorid og andre halogenider ved titrering med Ag+, med CrO_4^{2-} som indikator		
I Mohr titrering titreres det i nøytralt miljø for ikke å få dannet AgO eller $Cr_2O_7^{2-}$		
Responsen til ioneselektive elektroder er avhengige av temperaturen		
E_j kalles overgangspotensialet og har sitt opphav i slitasje på elektrodeoverflaten.		
TISAB buffer er brukes for å hindre at salt som lekker fra referanseelektroden ut i analyttløsningen endrer konsentrasjonen til analytten		
TISAB buffer brukes for å utjevne forskjeller i ionestyrke, da aktiviteten til ioner er avhengig av ionestyrken		