

Mainz, 8. Februar 2003

**Abschlußtest zur Vorlesung Analytische Chemie für Studierende der Chemie
im 3. bzw. 4. Semester (WS 2002/2003)**

1. Gravimetrie

- a) Nennen Sie drei von der Art ihrer Ausführung her unterschiedliche gravimetrische Methoden. 3 P
- b) Gehört die Gravimetrie zu den Relativ- oder Absolutmethoden und nennen Sie zwei weitere Bestimmungsmethoden, die die gleiche Zuordnung wie die Gravimetrie hat. 3 P
- c) Was versteht man unter dem gravimetrischen Faktor und sollte man diesen möglichst klein oder möglichst groß gestalten – und warum? 3 P
- d) Durch welche meßtechnische Versuchsführung kann man Elementselektivität bei der Elektrogravimetrie erreichen und nach welcher Gesetzmäßigkeit besteht hierbei eine Konzentrationsabhängigkeit? (Kurz erläutern und entsprechendes Gesetz angeben) 3 P

2. Volumetrische Bestimmungsmethoden

- a) Sie sollen die Konzentration einer Ammoniaklösung durch Titration mit einer HCl-Titratorlösung bestimmen. In diesem Zusammenhang beantworten Sie folgende Fragen:
- Formulieren Sie die Reaktionsgleichung, die zur Berechnung des pH-Wertes am Äquivalenzpunkt relevant ist. Reagiert die Lösung am Äquivalenzpunkt sauer, neutral oder alkalisch? 4 P
 - Nehmen Sie an, Sie hätten eine 0,1 molare Ammoniaklösung vorliegen ($pK_B=5$). Wie ist der pH-Wert dieser Lösung zu Beginn der Titration, bei Erreichen des halben Titrationsgrades und am Äquivalenzpunkt? (Verdünnung durch Titrator bei Berechnung vernachlässigen) 9 P
- b) Sie sollen Fe(II) in saurer Lösung mit einer Kaliumpermanganatlösung als Titrator bestimmen. In diesem Zusammenhang beantworten Sie folgende Fragen:
- Stellen Sie die stöchiometrische Reaktionsgleichung auf. 5 P
 - Wie kann hierbei eine visuelle Endpunktindikation erfolgen? 1 P
 - Wie groß ist die Äquivalenzzahl für Kaliumpermanganat bei dieser Reaktion und wie würde sich diese verändern, wenn Sie die Titration in neutraler Lösung durchführen würden – und warum? 3 P
- c) Iodid und Iodat reagieren in saurer Lösung zu elementarem Iod, was z.B. zur Quantifizierung von Iodat verwendet werden kann.
- Formulieren Sie die entsprechende Reaktionsgleichung 5 P
 - Mit welchem Titrator quantifiziert man anschließend das entstandene Iod und geben Sie auch hierfür die Reaktionsgleichung an. 5 P

3. Trennmethoden

- a) Nehmen Sie an, Sie hätten ein Gemisch von relativ stark polaren, aber nicht ionischen und thermisch nicht sehr stabilen Verbindungen vorliegen. Welche chromatographische Methode wäre hierbei zur Trennung zu bevorzugen und warum? Wie sollte die Polarität des Elutionsmittels im Vergleich zu derjenigen der zu trennenden Substanzen sein? 4 P
- b) Eine Mischung der Halogenide soll getrennt werden.
- Welchen Ionenaustauscher würden Sie verwenden und welche funktionelle Gruppe hätte dieser (Formel)? 3 P
 - Wie wäre die Elutionsreihenfolge der Halogenide und warum (kurze Erklärung)? 4 P
 - Was unterscheidet im Wesentlichen die Ionenchromatographie von der „klassischen“ Ionenaustauschchromatographie und welche Vorteile hat die IC? 3 P
- c) Was versteht man unter nicht-isothermer GC und welche Vorteile bietet ihre Anwendung? 2 P

4. Elektroanalytische Bestimmungsmethoden

- a) Eine 0,1 molare Silbernitrat-Lösung wird mit einer eingestellten Chlorid-Lösung titriert. Dieser Vorgang kann potentiometrisch verfolgt werden, wenn als Arbeitselektrode eine Ag-Elektrode verwendet wird. Berechnen Sie das Potential an der Arbeitselektrode zu Beginn und am Äquivalenzpunkt dieser Titration ($E^{\circ}(\text{Ag}/\text{Ag}^+) = 0,8 \text{ V}$; Nernst-Faktor = 0,059 V; $L_p(\text{AgCl}) = 10^{-10} \text{ mol}^2/\text{L}^2$) 8 P
- b) Welche Referenzelektrode würden Sie bei dieser Titration verwenden und warum (kurze Begründung)? 2 P
- c) Gassensitive Meßsonden beruhen häufig auf potentiometrischen Messungen. Erklären Sie in diesem Zusammenhang eine CO_2 -Meßsonde anhand entsprechender Formelgleichungen und machen dabei deutlich, was hierbei letztendlich potentiometrisch bestimmt wird. 4 P
- d) Skizzieren Sie den Kurvenverlauf eines Voltammogramms (Koordinatenbezeichnungen nicht vergessen!) und kennzeichnen darin die Punkte bzw. Größen, die eine qualitative sowie eine quantitative Bestimmung erlauben. 4 P

5. Optische Bestimmungsmethoden

- a) In welchem Wellenlängenbereich wird bei der Photometrie, der AAS und AES gearbeitet? Welcher Teilbereich davon ist der sichtbare Bereich? Warum kann man mit diesen Gerätschaften unter normalen Bedingungen nicht bei Wellenlängen deutlich kleiner 200 nm messen? Wieso sind diese Methoden nicht mehr bei Wellenlängen im Bereich von 1000 nm und mehr nutzbar? 4 P
- b) Für welche optischen Methoden gilt das Lambert-Beersche Gesetz? Skizzieren Sie den Strahlengang in einem AAS von der Lichtquelle bis zum Monochromator und tragen Sie – soweit möglich – die in diesem Gesetz enthaltenen Größen an der richtigen Stelle ein. 6 P
- c) Ist – bei Analyse gleicher Elemente – die AES oder die AAS empfindlicher (kurze Begründung)? Wie ist Empfindlichkeit für instrumentelle Methoden definiert und zeigen Sie dies anhand eines Diagramms mit Einzeichnung einer Kurve für eine empfindliche sowie unempfindliche Methode. 6 P
- d) Man unterscheidet Analysenverfahren u.a. nach Mono-, Oligo- und Multi-Elementmethoden. Zu welchen gehören AES und AAS und nennen Sie zu jeder der anfangs aufgezählten Methoden eine weitere. Welche prinzipiellen Unterschiede bestehen zwischen einem AES- und AAS-Spektrum und was hat dies bezüglich möglicher, spektroskopischer Störungen zur Folge? 6 P

Summe

100 Punkte