

## Abschlusstest zum AC-II Praktikum „Quantitative Analyse“

WS 2003/04

31. März 2004

(maximale Punktzahl: 100)

### 1. Komplexbimetrie

- a) Zeichnen Sie die Strukturformeln von EDTA, NTA und Dimethylglyoxim! Kennzeichnen Sie die Koordinationsstellen und geben Sie die Zähigkeit der Komplexbildner an! (6 P)
- b) Beschreiben Sie (mit Reaktionsgleichungen) die komplexometrische Bestimmung von Cobalt durch Rücktitration! Welche Bedingungen müssen bezüglich der Komplexstabilitäten gegeben sein? Wieso muss in gepufferter Lösung gearbeitet werden, und warum kann Cobalt nicht direkt titriert werden? (6 P)
- c) Beschreiben Sie kurz, wie Sulfat komplexometrisch bestimmt werden kann! (3 P)

**Σ 15 P**

### 2. Redoxtitrationen

- a) Welche Eigenschaften müssen chemische Verbindungen aufweisen, damit sie als Urtiter verwendet werden können? Nennen Sie zwei Urtitersubstanzen, die zur Einstellung einer  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung verwendet werden können! (6 P)
- b) 0,555 g einer chromhaltigen Stahlprobe werden vollständig aufgeschlossen. Nach erfolgter Oxidation des dreiwertigen Chroms und Maskierung des dreiwertigen Eisens wird die saure Aufschlusslösung auf 250 mL aufgefüllt. Je ein 50 mL Aliquot wird viermal mit einer  $0,05 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$   $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lösung ( $t = 1,0124$ ) titriert, und bis zum Erreichen des Äquivalenzpunktes werden folgende Volumina verbraucht: i) 21,34 mL, ii) 22,01 mL, iii) 21,88 mL und iv) 21,76 mL.  
( $M_{\text{Cr}} = 52 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ ,  $M_{\text{O}} = 16 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ ,  $M_{\text{S}} = 32,1 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ ,  $M_{\text{Fe}} = 55,8 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ )
- Nennen Sie ein geeignetes Oxidationsmittel für die Oxidation des dreiwertigen Chroms (Reaktionsgleichungen)! (4 P)
- Nennen Sie zwei Möglichkeiten, dreiwertiges Eisen zu maskieren! (2 P)
- Geben Sie zwei Möglichkeiten an, den Äquivalenzpunkt zu indizieren! (2 P)
- Berechnen Sie den Chromgehalt in der Stahlprobe (Mittelwert in Gew.-%) und geben Sie die Standardabweichung an! (10 P)

**Σ 24 P**

### 3. Potentiometrie

- a) Nennen Sie zwei Beispiele für eine Elektrode 2. Art! Leiten Sie die jeweils potentialbestimmenden Nernst-Gleichungen für diese Elektroden her! (6 P)
- b) 100 mL einer  $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  NaCl-Lösung wird mit einer  $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  AgNO<sub>3</sub>-Lösung titriert, und die Spannungsdifferenz verfolgt. Das Potential der Referenzelektrode beträgt konstant 0,241 V. Berechnen Sie die jeweilige Spannungsdifferenz nach Zugabe von 65, 100 und 103 mL AgNO<sub>3</sub>-Lösung!  
(Nernst-Faktor = 0,059 V,  $K_L = 10^{-10} \text{ mol}^2\cdot\text{L}^{-2}$ ,  $E^0(\text{Ag}/\text{Ag}^+) = 0,799 \text{ V}$ ) (6 P)
- c) Chlorid lässt sich titrimetrisch auch mit visueller Endpunkterkennung bestimmen. Nennen Sie eine Methode und beschreiben Sie die Vorgehensweise! (2 P)

**Σ 14 P**

### 4. Coulometrie

- a) Erläutern Sie den Unterschied zwischen der galvanostatischen und potentiostatischen Coulometrie! Skizzieren Sie die unterschiedlichen Aufbauten und die I/t-Diagramme! (6 P)
- b) Nennen Sie vier Vorteile der coulometrischen Titration gegenüber der klassischen Titration! (4 P)
- c) Welche vier Arten der coulometrischen Titration gibt es? Nennen Sie jeweils ein Beispiel mit Reaktionsgleichung! (4 P)
- d) Eine coulometrische Zelle besteht aus einer Kupferanode in  $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  NaCl und einer Platinkathode in  $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$  HNO<sub>3</sub>, die durch eine Salzbrücke miteinander verbunden sind. Es fließt ein Strom mit konstanter Stärke von 0,02196 A, und an der Kathode entstehen 49,22 mL H<sub>2</sub> (T = 303 K und p =  $0,996\cdot 10^5 \text{ Pa}$ ).  
Geben Sie die Reaktionsgleichungen des Anoden- und Kathodenprozesses an!  
Wie viel mol H<sub>2</sub> sind entstanden ( $R = 8,31 \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$ )?  
Für die Titration des Kupfers wurden 47,36 mL EDTA-Lösung gebraucht. Welche Molarität besitzt die EDTA-Lösung?  
Wie lange dauerte die Elektrolyse (in Stunden)? (7 P)

**Σ 21 P**

### 5. Photometrie

- a) Zeichnen Sie schematisch den Aufbau eines Einstrahlphotometers und beschriften Sie die einzelnen Bauteile! (4 P)
- b) Sowohl in der Photometrie als auch in der AAS werden Lampen verwendet, die sich jedoch grundlegend unterscheiden. Nennen Sie je ein Beispiel für eine in der Photometrie und eine in der AAS verwendete Lampe und erklären Sie die Unterschiede in Bezug auf die Spektren (Skizze)! (4 P)
- c) Sie wollen Sulfat photometrisch bestimmen. Hierfür machen Sie es sich zunutze, dass Bariumchromat in neutraler Lösung löslich und in ammoniakalischer Lösung unlöslich ist. Sie geben zu Ihrer neutralen Analysenlösung einen Überschuss BaCrO<sub>4</sub>-Lösung, so dass Sulfat vollständig als BaSO<sub>4</sub> ausfällt. Danach fällen Sie

den Überschuss von Bariumchromat durch Zugabe 10%iger Ammoniaklösung wieder aus. Nach dem Abfiltrieren analysieren Sie im Filtrat die überschüssige Menge an Chromat photometrisch. Zur Auswertung nehmen Sie eine externe Kalibrierung auf, deren Geradengleichung (Extinktion gegen Chromatgehalt [mg]) wie folgt lautet:  $y = 0,1 \text{ mg}^{-1}x + 0,004$

Die Extinktion Ihrer Probe beträgt 0,5. Zur Herstellung der Probe entnahmen Sie ein 10 mL Aliquot und behandelten dieses nach Vorschrift. Berechnen Sie die Menge an Sulfat in mg, die Ihnen in Ihrem 100 mL Messkolben ausgegeben wurde.

( $M_{\text{Chromat}} = 116 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ ;  $M_{\text{Sulfat}} = 96,1 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ )

(4 P)

**Σ 12 P**

## 6. Allgemeines

- Erklären Sie kurz folgende Begriffe: i) Robustheit, ii) Selektivität, iii) Richtigkeit, und iv) definitive Verfahren. (4 P)
- Nennen Sie drei Möglichkeiten, mit denen bei einem Analysenverfahren chemische bzw. physikalische Störungen berücksichtigt werden können! (3 P)
- Was ist der Unterschied zwischen der Flammen- und Graphitrohr-AAS? Welche Vorteile bietet das letztgenannte Verfahren? (3 P)
- Skizzieren Sie schematisch einen Photomultiplier und erläutern Sie die Funktionsweise! (4 P)

**Σ 14 P**