

Abschlusstest zur Vorlesung Analytische Chemie (SS 2005)

Gruppe A

1) 100 mL einer 0,02 molaren Ammoniaklösung ($pK_B=4,77$) werden mit Salzsäure ($c=0,1$ mol/L) titriert. Wie ist der pH-Wert vor Beginn der Titration? Wie ist der pH-Wert am Äquivalenzpunkt? Beachten Sie die Verdünnung. (8P)

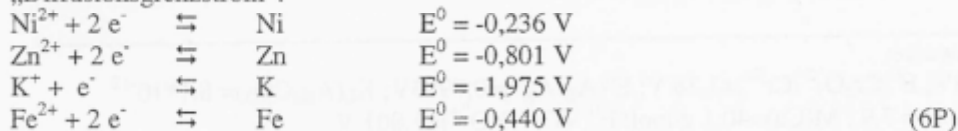
2) Sie haben folgende Halbzellen, welche über eine Salzbrücke verbunden sind:
Platin / 0,1 mol/L Kaliumdichromat, 0,1 mol/L Chrom(III)chlorid bei pH 3 und
Platin / $Br_2(g)$, $p(Br_2=1bar)$ / 0,1 mol/L KBr.
Formulieren Sie die Redoxgleichungen. Errechnen Sie die beiden Halbzellenpotentiale und die Spannungsdifferenz. Welche Zelle ist die positive? In welche Richtung läuft die Redoxreaktion ab, also welche Spezies wird oxidiert, welche reduziert? (12P)

3) Silber wird aus 500 mL einer wässrigen Lösung ($c=0,01$ mol/L) mit Natriumcarbonatlösung ($c=0,5$ mol/L) gefällt. Als Indikatorelektrode für die potentiometrische Endpunktsbestimmung dient ein Silberdraht, als Vergleichselektrode wird eine Kalomelektrode verwendet. Berechnen Sie die Potentialdifferenz nach Zugabe von 4,9 mL und 5,1 mL Natriumcarbonatlösung. Die Verdünnung durch die Titration kann dabei vernachlässigt werden. Welche Silberionenkonzentration liegt am Äquivalenzpunkt vor? (12P)

4) Calcium wird aus 100mL einer Lösung durch Zugabe von Oxalat (Ox) gefällt. Durch Ansäuern wird der abgetrennte Niederschlag gelöst und mit Kaliumpermanganatlösung ($c=0,05$ mol/L) titriert, dabei wird das Oxalat ($C_2O_4^{2-}$) zu CO_2 oxidiert. Es werden 23 mL Kaliumpermanganatlösung verbraucht. Wie viel g Calcium enthielt die Lösung? Formulieren Sie die Redoxgleichungen. Wieviel mg Calcium blieben in Lösung, wenn bei der Fällung ein Oxalat-Überschuss von 0,1 mol/L erzeugt wurde? (12P)

5) Wie groß ist das Potential einer äquimolaren Mischung von VO^{2+} und VO_2^+ bei pH 4? (6P)

6) Zeichnen Sie qualitativ ein Polarogramm (incl Achsenbeschriftung) einer Lösung, die Ni^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{2+} und K^+ enthält und erklären Sie daran die Begriffe „Halbstufenpotential“ und „Diffusionsgrenzstrom“:



7) Zeichnen Sie die beiden „extremen“ Etylendiamintetraessigsäure-Strukturen , a) in sehr sauren Lösungen b) in stark alkalischen Lösungen. (4P)

8) Sie führen eine Titration mit konduktometrischer Endpunktdetektion aus. Zeichnen Sie qualitativ den Verlauf der Leitfähigkeit als Funktion des Titrationsgrades für eine

- A) Titration einer starken Säure mit einer starken Base
- B) Titration einer schwachen Säure mit einer starken Base
- C) Fällungstitration (KCl mit AgNO_3)

(6P)

9) Bei der Injektion einer benzolhaltigen Probe in einen Gaschromatographen wird 123 Sekunden nach der Injektion das Luftsignal beobachtet. 15 Minuten und 23 Sekunden später wird auch das Benzolsignal vom Detektor registriert, wobei dieses Signal eine Basislinienbreite von 19 Sekunden aufweist (50m lange Dünnschichtsäule (0.32 mm i.D., Filmdicke 5 μm)).

- A) Wie hoch ist eine theoretische Trennstufe des chromatographischen Systems?
- B) Was geschieht in Bezug auf die Trennleistung, wenn statt der 0.32 mm-Dünnschichtsäule (Innendurchmesser) eine ansonsten identische Trennsäule mit einem inneren Durchmesser von 0.1 mm eingesetzt wird?
- C) Was geschieht mit der Retentionszeit von Benzol wenn die Dicke der stationären Phase erniedrigt wird?
- D) Was geschieht mit der Retentionszeit von Benzol wenn die Temperatur des Ofens erhöht wird?
- E) Was geschieht mit dem Luftsignal bei den Bedingungen D)?

(10P)

10) Die van-Deemter Gleichung ist eine der Grundgleichungen in der Chromatographie.

- A) Was ist der grundsätzliche Unterschied bezüglich der van-Deemter Gleichung zwischen einer gepackten und einer Kapillarsäule in der Gaschromatographie? (kurze Erläuterung, event. Skizze).
- B) Skizzieren Sie qualitativ (inkl. Achsenbeschriftung) den Einfluß des Trägerpartikeldurchmessers auf die van-Deemter-Kurven für Partikeldurchmesser von 10, 5 und 3 μm für ein flüssigchromatographisches System.

(6P)

11) Schaut man sich die Form einer Emissionslinie einer Hohlkathodenlampe genauer an, tritt im Zentrum der Linie oftmals eine Einbuchtung auf. Wie bezeichnet man dieses Effekt und wie kommt er zustande? (kurze Erläuterung)

(4P)

12) Bei der Flammen-AAS können bei Betrieb mit Acetylen/Sauerstoff und Acetylen/Distickstoffoxid annähernd gleiche Temperaturen erreicht werden. In welcher Eigenschaft unterscheiden sich die beiden Gasmischungen als Brenngase, sodass üblicherweise mit Acetylen/ N_2O gearbeitet wird?

(4P)

Angaben und Hinweise:

$E^0(\text{Br}_2/\text{Br}^-) = 1,098\text{V}$; $E^0(\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/\text{Cr}^{3+}) = 1,36\text{V}$; $E^0(\text{Ag}/\text{Ag}^+) = 0,7993\text{V}$; $K_L(\text{Ag}_2\text{CO}_3) = 8,1 \cdot 10^{-12} \text{ mol}^3/\text{L}^3$; $pK_L(\text{CaOx}) = 7,9$; $M(\text{Ca}) = 40,1 \text{ g/mol}$; $E^0(\text{VO}_2^+/\text{VO}^{2+}) = 1,001\text{V}$

$$N_{th} = 16 \left(\frac{t(B)}{b_{Basis}} \right)^2, \text{ Nernst Faktor} = 0,059\text{V}$$

Rechnen mit 4 signifikanten Stellen, Ergebnis mit 3 signifikanten Stellen.