

Abschlussklausur zum Praktikum Analytische Chemie im WS 2004/2005

1) Ionenchromatographie (12 P)

- Wie muss eine stationäre Phase aufgebaut sein, wenn man Kationen trennen will (Beispiel, Strukturformel)?
 - Nennen Sie einen Eluenten, der in der Kationenchromatographie verwendet werden kann.
 - Wieso werden Suppressoren in der Ionenchromatographie eingesetzt? Nennen Sie beispielhafte Reaktionen, die in einem Suppressor ablaufen (Austauschreaktion, eventuelle Folgereaktion).
 - Skizzieren Sie ein typisches Chromatogramm für die Trennung von Chlorid und Sulfat, kennzeichnen Sie die Werte eindeutig, die Sie für die qualitative und quantitative Analyse brauchen.
- X e) Warum wird im Praktikum kein Suppressor verwendet?

2) Ionenselektive Elektroden (10 P)

Sie wollen mit einer ionenselektiven Elektrode Na^+ bestimmen. Zur Kalibrierung messen Sie das Potential gegen eine Kalomel-Elektrode bei zwei verschiedenen Konzentrationen von Na^+ . Die erste Lösung wird aus 10 mL einer Stammlösung hergestellt und mit 10%-iger KCl-Lösung auf 100 mL aufgefüllt. Die zweite Lösung wird aus einer Verdünnung der ersten bereitet, indem man 10 mL der Lösung wiederum auf 100 mL auffüllt. Die Stammlösung wurde aus 0,585 g NaCl ($M=58,5 \text{ g/mol}$) in 100 mL 10%-iger KCl-Lösung bereitet. Das gemessene Potential ist 0,118 V für die konzentrierte und 0,060 V für die verdünnte Lösung.

- Für die anschließend gemessene Probe lesen Sie 0,088 V ab. Welche Konz. an Na^+ (mg/L) hat die Probe.
- Warum werden die Kalibrierlösungen in KCl-Lösung angesetzt?

3) Redox titrationen (11 P)

Es soll der Gehalt an Sulfid in einer Lösung ermittelt werden. Hierzu wird ein Aliquot der Lösung in ein definiertes Volumen Jodlösung pipettiert und mit Thiosulfatlösung rücktitriert. Es kommt eine Natriumthiosulfatlösung zum Einsatz, die eine Sollkonzentration von 0,1 mol/L enthält, deren Titer aber noch bestimmt werden muss. Zur Titerbestimmung werden 0,5101 g Jod ($M = 253,8$) mit 43,3 mL Thiosulfatlösung bis zum Umschlagspunkt titriert. Zur Analyse des Sulfids werden 20 mL der Probelösung in genau 20 mL Jodlösung (Sollkonzentration 0,1 mol/L, Titer = 1,06) gegeben. Bei der anschließenden Rücktitration mit Thiosulfat werden 15,3 mL verbraucht.

- Welches ist der normalerweise verwendete Indikator?
- Formulieren Sie die Reaktionsgleichungen.
- Wie ist der bestimmte Titer der Thiosulfatlösung?
- Welche Konzentration an Sulfid (mol/L) enthält die Probe?

Aliquot aus 100 mL Kollon

Anmerkung: Da Jod sehr flüchtig ist, muss für die Titerbestimmung des Thiosulfats eine recht aufwendige Prozedur durchgeführt werden.

4) Komplexometrie (7 P)

- Was versteht man unter der Zähigkeit eines Liganden?
- Was ist ein Chelatkomplex und warum ist dieser begünstigt?
- Wieviel mL 0,050 molarer EDTA Lösung benötigt man um das Ca in 0,4397 g einer Mineralprobe zu bestimmen, die aus 81,4 % $\text{CaHPO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ (172,09 g/mol) besteht.

5) Photometrie / AAS / AES (20 P)

- a) Schreiben Sie die Formel für das Lambert-Beer'sche Gesetz in seiner exponentiellen und der linearisierten Form hin. Wie ist die Extinktion definiert?
- b) Bis zu welchem maximalen Extinktionswert soll man höchstens photometrische Messungen durchführen und warum?
- c) Wozu dient der Monochromator bei der AAS, wozu bei der Photometrie? Wo befindet sich der Monochromator jeweils im Aufbau eines Photometers bzw. eines AAS-Gerätes?
- × d) Nennen Sie zwei Elemente, die sich für die Hydridtechnik eignen. Warum ist diese Technik vorteilhaft (Begründung)?
- × e) Welche Vorteile bietet die elektrothermische Atomisierung? In welche Schritte unterteilt man die Aufheizphase (z.B. bei der Analyse einer Vollblutprobe), welche Prozesse laufen in den jeweiligen Temperaturstufen ab?

6) Coulometrie (12 P)

Alkene können durch die Addition von Brom, das „in situ“ erzeugt wird, coulometrisch bestimmt werden.

- a) Skizzieren Sie den typischen Aufbau einer coulometrischen Titration (wie im Praktikum) und benennen Sie die Bauteile.
- b) Warum wird häufig eine Salzbrücke verwendet?
- c) Formulieren Sie die Reaktionsgleichung für die Reaktion eines Alkens mit Brom.
- d) Formulieren Sie Anoden- und Katodenreaktion, unter der Annahme einer wässrigen Lösung von NaBr im Anoden- und Katodenraum.
- e) Wenn bei einer konstanten Stromstärke von 4,825 mA 595 Sekunden zur vollständigen Umsetzung benötigt werden, wie viel mol Alken lagen dann vor? ($F=96500 \text{ C/mol}$)

Summe Punkte = 72

Viel Erfolg !