

771106

Instrumentelle Analytische und Physikalische Chemie Übungen - FAQ

Autoren

Andreas Weber (AW)
Jan Perthold (JP)
Dominik Wendner (DW)
Christoph Öhlknecht (CÖ)

Bitte zuerst lesen!

Das vorliegende Dokument ist als Unterstützung für die Instrumentelle Analytische und Physikalische Chemie Übungen gedacht - von Studierenden, für Studierende. Jeder, der Zugang über den Link hat, darf in diesem Dokument - an der richtigen Stelle - Fragen stellen. Die Idee ist, dass sich dieses Dokument mit der Zeit zu einem umfangreichen Nachschlagewerk entwickelt, welches womöglich auch von KommilitonInnen anderen Semesters zum Nachschauen genutzt werden wird.

Wie funktioniert das?

Es ist im Grunde ganz einfach: Ihr kommt bei einer bestimmten Probe nicht weiter - entweder weil der Rechenweg nicht passt, ihr Probleme beim richtigen Verfassen eines Protokolls habt oder das Gelingen an einer anderen Stelle scheitert. Dann gibt es drei Möglichkeiten:

1. Eure Frage wurde bereits von jemand anderes gestellt und ausreichend beantwortet.
2. Die Frage wurde noch nicht gestellt - dann könnt ihr euer Problem/eure Frage hier eintragen (*die passende Überschrift, also richtige Probe und richtiges Thema, kommentieren*) - wir werden versuchen, diese so schnell und kompetent als möglich zu beantworten.
3. Die Frage wurde bereits von jemand anderes gestellt und beantwortet, die Antwort hilft euch jedoch nicht weiter. In diesem Falle bitte eine neue Frage eröffnen und detaillierter Fragen - damit wir genau wissen, wo euer Problem liegt. Ggf. werden wir dann die neue Frage mit der alten kombinieren.

Welche Regeln sind zu beachten?

- **Wichtig:** Dieses Dokument ist kein Forum und auch kein Diskussionsthread. Jeder darf Fragen stellen, jedoch ist das Antworten den Autoren vorbehalten. Der Grund dieser Regel ist nicht, dass die Autoren sich für besonders wichtig und klug halten, aber unser oberstes Ziel ist, dass hier eine Übersichtlichkeit gewährt bleibt. Dies funktioniert nicht, wenn jeder die Inhalte verändern darf. Die Autoren kümmern sich also nicht nur ums Beantworten der Fragen, sondern auch ums Design und die Struktur dieses Dokuments. Somit ist es auch nur den Autoren gestattet, Inhalte abzuändern oder zu löschen.
- Die Fragen an der richtigen Stelle stellen. Für allgemeine Fragen siehe die gleichnamige Rubrik.
- Fragen werden gestellt, indem man die passende Überschrift (also richtige Probe und richtige Rubrik) mithilfe der Kommentar-Funktion kommentiert. Also die Überschrift markieren, dann Rechtsklick, dann Kommentieren.

- Bitte die Fragen in gut formulierten Deutsch stellen. Im Falle ausländischer Studierender ist auch Englisch möglich.
- Kurz fassen, jedoch die Fragen klar und präzise stellen. Lieber ein Wort zu viel als ein Wort zu wenig schreiben.
- Nicht unterschiedliche Fragen in einer Frage kombinieren, sondern pro Kommentar nur eine Frage stellen. Dieses Dokument soll möglichst übersichtlich gehalten werden, so dass jede bereits gestellte Frage auch für andere leicht aufzufinden ist.
- Du fühlst dich sicher im Umgang mit allem, was das IC Labor betrifft und willst Autor werden? Bitte bei einem der bestehenden Autoren melden!

Allgemeine Fragen, die keine Proben direkt betreffen

F: Protokolle im Allgemeinen betreffend: Es steht im Skript, es sind mathematische Formeln im Formeleditor zu erstellen. Sind damit nur allgemeine Formeln ($n=c*V$ etc.) oder auch schon die Formeln, wo man einsetzt gemeint? $c(\text{EDTA}) * V(\text{EDTA}) = n(\text{Erdalkalitionen})$

A: Generell sollte man alle Formeln mit dem Formeleditor verfassen. Das können entweder allgemeine, wie die oben genannten, oder auch die Rechenwege mit den eingesetzten Zahlen sein.

Hierbei ist auch unbedingt darauf zu achten, stets die Einheiten mitzunehmen/anzuschreiben. Nicht vergessen: Abstand zwischen Zahl und Einheit (zB mol, L, etc) und selbige nicht kursiv. Im Gegensatz dazu sind Größenzeichen (zB c , n , V , etc) unbedingt kursiv zu halten. (DW)
Weiters sind Namen und Formeln von Stoffen auch nicht kursiv. (AW)
Und bei Prozent keinen Abstand verwenden. (AW)

F: Ich habe eine Probe fertig titriert und mir die benötigten Daten ausgerechnet und eingegeben. Nun bekomme ich die Antwort: Fehler: Stabw. Konzentration ist falsch (Rechenfehler). Bedeutet das, dass ich nur diesen einen Rechenfehler gemacht habe, oder kann ich genau so gut auch noch einen Messfehler haben?

A: Das bedeutet zunächst nur, dass die Standardabweichung falsch berechnet wurde. In diesem Zusammenhang auch immer beachten, dass alle Nachkommastellen in die Software eingegeben werden, nicht nur signifikante. Am besten direkt aus Excel übernehmen. Evtl. auch noch die eingegebenen Verbräuche überprüfen und ggf. mit denen abgleichen, die in die Berechnung eingegangen sind. In der Software nicht angegebene Verbräuche dürfen auch nicht für die Berechnungen herangezogen werden!

Jedoch sagt dieser Fehler nichts darüber aus, ob noch weitere Rechenfehler oder Messfehler begangen wurden. Es kann durchaus sein, dass - nachdem der Rechenfehler korrigiert wurde - noch ein Messfehler angezeigt werden wird. (CÖ)

F: Kurze Frage zwecks dem Hinaufladen der Protokolle, wie muss ich die Datei benennen?

A: Die genaue Benennung ist nicht sehr wichtig, da die Protokolle ohnehin über die Software zugeordnet werden. Die Benennung sollte jedoch, um sich etwaigen Ärger mit den Assistenten zu ersparen, den Namen und die Probennummer enthalten. (CÖ)

Zusatz: Ist das Protokoll korrigiert, hängt der jeweilige Betreuer sein Kürzel (Initialen) an den Dateinamen an. Hast du das Protokoll überarbeitet, solltest du ebenfalls deine Initialen anfügen, usw. Das geht solange, bis das Protokoll angenommen ist. (JP)

F: Hi das ist vielleicht eine blöde Frage aber kann mir jemand Anhand eines Beispiels die signifikanten Stellen erklären?

A: Die signifikanten Stellen sind im Prinzip eine Genauigkeitsangabe. Es gibt ein paar wenige Dinge, die du beachten musst, um mit signifikanten Stellen klar zu kommen.

- **Signifikante Stellen haben gar nichts mit Nachkomma-Stellen zu tun.**

- 345 hat 3 signifikante Stellen
- 0,000456 hat 3 signifikante Stellen
- 0,00120 hat 3 signifikante Stellen

Du siehst, die führenden Nullen haben nichts mit den signifikanten Stellen zu tun. Du könntest die Zahl auch als $1,20 \cdot 10^{-3}$ anschreiben.

- **Für die Übungen ausreichend: dein Ergebnis muss so viele signifikante Stellen haben, wie die Messung mit den wenigsten signifikanten Stellen.**

- Du musst dir Überlegen, was eine Messung ist.
- Kalibrationsfunktionen sind keine Messung.
- Allgemein gesagt: hast du die Ergebnisse 3,455; 4,012; 3,886; 3,978; so haben alle 4 signifikante Stellen, du musst dein Ergebnis also auch mit 4 signifikanten Stellen angeben, *egal welche Einheit und wieviele Nachkommastellen* es dann haben würde. Also z.B.: $\bar{x} = 0,003833$ oder $\bar{x} = 383,3$

In Wirklichkeit gibt es eigene Rechenregeln für signifikante Stellen, bei Strichrechnungen hat das Ergebnis so viele Nachkommastellen wie die Zahl mit den wenigsten Nachkommastellen und bei Punktrechnungen so viele signifikante Stellen wie die Zahl mit den wenigsten signifikanten Stellen.

- **Und wie zur Hölle mach ich das jetzt mit der Standardabweichung?!**

- *Ganz einfach:* Die Angabe der SDV hat genauso viele *Nachkommastellen* wie das Ergebnis. Das klingt jetzt vielleicht ein bisschen verwirrend, aber ich darf hier ein kleines Zitat einfügen:
- *"Schau, dein Ergebnis ist 0,916 +- 0,006, was bedeutet, dass der "wahre" Messwert zwischen 0,910 und 0,922 liegt; würdest du jedoch folgendes angeben: $(0,916 \pm 0,00633)$ g/L, so bedeutet dass, dass dein wahres Ergebnis zwischen 0.90967 und 0.92233 liegt - damit hast du mehr Stellen angegeben, als signifikant sind! Verstehst?"*
- Easy oder? Eine Sache noch die immer wieder für Verwirrung sorgt: Hast du z.B.: ein Ergebnis von $\bar{x} = 5,711$ und hast supergenau gearbeitet und deine gerechnete SDV ergibt $s = 0,0000112$ dann gibst du das *nicht als $\pm 0,000$* an, weil das ja nicht stimmen würde, du überlegst dir auch keine neuen Rundungsregeln, sondern schreibst: $c = (5,711 \pm < 0,001)$. (JP)

F: Wie sieht die optimale Vorbereitung auf die Übungsprüfung aus? Bei welchen der Versuche wird besonders auf theoretischen Hintergrund Wertgelegt, bei welchen auf Praktisches, wie z.B. Berechnungen, und Durchführung des Versuchs. Oder wird letzteres dann eher eher bei den Vorbesprechungen unmittelbar vor dem jeweiligen Versuch abgefragt? Vielen Dank, Ig Reinhard

A: Für die Laborprüfung ist es notwendig, sich mit den fundamentalen Prinzipien der im Zuge des Labors durchzuführenden Proben auseinanderzusetzen. Besagtes muss komplett verstanden werden, um im Zusammenhang mit den - zur Prüfung kommenden - Rechen- und Theoriefragen Konnexen herzustellen, die zuvor nicht "auswendig gelernt" werden konnten. Ein guter Indikator für angeeignetes Verständnis ist, wenn es einem möglich ist, die Rechenaufgaben im Anhang des Skriptums 771106 zu rechnen, ohne einen einzigen Blick auf die theoretischen Kapitel zu werfen. Die praktischen Arbeitsschritte jedoch spielen bei der Laborprüfung eine eher untergeordnete Rolle. (CÖ)

F: Zur Bewertung der Messergebnisse (Probe 10):

Ich habe bei der 3. Probe als Analysenmethode Alkalimetrische Rücktitration angegeben, im Protokoll wurde es mir als "unvollständig" zurückgeschickt. Ebenfalls bei der 3. Probe habe ich als Analyt CaCO_3 bzw. H_3O^+ angegeben, laut Schwanninger nicht ganz richtig. Ich hab keine Ahnung was ich sonst hinschreiben soll, da der Begriff Rücktitration eigentlich die gesamte Analyse beschreibt (inklusive chemischer Umsetzung des Analyten!). Beim Analyten hab ich mir gedacht, es könnte auch $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ sein. Um es nicht 10 mal hin und herschicken zu müssen, dachte ich, ich könnte euch zuerst nach eurer Meinung fragen :)

A: Calcium reagiert in wässriger Lösung zu $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$, vermutlich will er das so haben, teilweise ist mir aber auch schon die Formulierung "Calcium aus einer Salzmischung" untergekommen. Vermutlich fehlt ihm bei deiner Formulierung die genaue Angabe darüber, welcher Stoff im Überschuss vorliegt, versuchs mal mit einer ähnlichen Formulierung wie "Indirekte Titration von Calcium mittels Zugabe von HCl und alkalimetrische Rücktitration des HCl-Überschusses". (CÖ)

Zusatz: Für den Analyten will er beim ersten Schritt Carbonat haben, da das Calcium da eigentlich komplett egal ist, und für die Analysemethode einfach sowas hinschreiben wie "Umsetzung von Carbonat mit starker Säure im definierten Überschuss" (AW)

F: In diesem Dokument ist öfters die Rede von einer Dropbox mit nützlichen Dateien. Wo ist die zu finden?

A: Schicke einfach eine eMail an tux@students.boku.ac.at, dann werden wir dich hinzu adden! (CÖ)

F: Zählen offene - also noch nicht angenommene Protokolle - auch als offene Probe? Auch wenn ich bereits das Ergebnis richtig ins System eingegeben habe?

A: Eigentlich ja. Aber den Laboranten sagt man nach, dass sie freundliche und verständliche Leute sind, die gelegentlich mal ein Auge zudrücken und eine zusätzliche Probe ausreichen, auch wenn man damit das "Ausgabe-Limit" überschreitet ;-). (CÖ)

1. Probe - Wasserhärte

Fragen zur Durchführung

Fragen zur Berechnung

Fragen zum Protokoll

Fragen bzgl. Excel

2. Probe - Ammonium nach Parnas-Wagner

Fragen zur Durchführung

Fragen zur Berechnung

Fragen zum Protokoll

Fragen bzgl. Excel

3. Probe - Indirekte Bestimmung von Calcium

Fragen zur Durchführung

Fragen zur Berechnung

F: Hallo, ich hab mal versucht das ganze zu rechnen, unter anderem mit Hilfe von dem Protokoll, das in der DropBox online ist. Mir ist da im Bezug auf die HCl was nicht ganz klar: es ist ein Volumen von 5mL und eine Konz. von 2mol/L, jetzt weiß ich nicht genau warum im Protokoll das online ist in der Rechnung fürs Volumen von HCl 0,0005L verwendet wird, könnte mir das wer erklären? Danke!

A: Überleg dir folgendes: Du löst die Probe in einem 100 mL Messkolben, hast also 5,00 mL HCl in 100 mL (da du den Kolben ja danach mit RO-Wasser auffüllst). Jetzt entnimmst du 10 mL - Aliquote und titrierst diese. Du hast also nur noch 1/10 der 5 mL der HCl (oder besser gesagt der Stoffmenge der HCl) in deinem Aliquot (= 0,0005 L). Im Protokoll wird erst am Ende von der Stoffmenge in dem Aliquot (10 mL) auf die Stoffmenge der Probe (100 mL) zurückgerechnet. (JP)

Fragen zum Protokoll

F: Hey, ich habe ein Problem mit der Standardabweichung der Konzentration. Ich habe anfangs sämtliche Formeln wie ich gerechnet habe (verschiedene n(Ca) Werte von den Verbräuchen berechnet etc) aufgeschrieben und wurde dann angewiesen nur die Allgemeine Formel zu schreiben. Wenn ich aber mit dieser rechne kommt bei mir ein Ergebnis raus das zur Wiederholung der Probe geführt hat weil ein Rechenfehler bei der Standardabweichung der Konzentration besteht. Jetzt weiß ich nicht wie ich das ins Protokoll schreiben soll da ich ja nicht einfach den falschen Wert reinschreiben kann. Habt ihr eine Idee? Danke.

A: Wie du schon bemerkt hast, ist hier die Berechnung der RSD (Relative Standardabweichung) und anschließende Multiplikation des Endergebnisses mit dieser nicht zulässig, da dies nur funktioniert, solange das Ergebnis nur unter Verwendung von Punktrechnung (Mal, Dividiert), nicht aber unter Verwendung von Strichrechnung (Plus, Minus) erhalten wird; hier ist jedoch letzteres der Fall (hiervon kam whs. auch der Rechenfehler, den die Software ausgegeben hat). Anstatt also hier über den Mittelwert der Messwerte (Verbräuche Titration) die Konzentration zu berechnen, muss die Konzentration von Calcium über jeden einzelnen Messwert berechnet werden; schlussendlich kann dann die Standardabweichung über die gewünschte "Allgemeine Formel" errechnet werden, wobei die einzelnen Calciumkonzentrationen in die Berechnung

dieser eingehen: $SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{n-1}}$ (CÖ)

Fragen bzgl. Excel

4. Probe - Ammonnitrat oder Natriumacetat, konduktometrisch

Fragen zur Durchführung

Fragen zur Berechnung

Fragen zum Protokoll

Fragen bzgl. Excel

5. Probe - Oxalsäure oder Eisen, manganometrisch

Fragen zur Durchführung

Fragen zur Berechnung

Fragen zum Protokoll

F: Ich habe in die Zusammenfassung am Ende des Protokolls den Verbrauch der Maßlösung und die Massenkonzentration von Oxalsäure-Dihydrat (beides als Mittelwert +/- Standardabweichung) geschrieben. Nun habe ich das Protokoll zum Verbessern mit dem Kommentar, dass das nicht die ganze Zusammenfassung sei, zurück geschickt bekommen. Was soll ich da noch hinzufügen?

A: Mein Protokoll wurde mit Angabe der Massenkonzentration und des Verbrauchs in der Form "Mittel +/- Stabw.", sowie einer zusätzlichen Tabelle mit den ermittelten Verbräuchen bei der Titration, angenommen. (DW)

Fragen bzgl. Excel

6.Probe - Eisen, photometrisch

Fragen zur Durchführung

F: Meine Probe wurde heute sistiert, weil ich zweimal einen Messfehler hatte. Ich kann mir aber nicht erklären, wie dieser entstanden sein könnte, da ich eigentlich genau nach Protokoll gearbeitet habe. Wo entstehen beim arbeiten an dieser Probe am Leichtesten Fehler, damit ich sie beim nächsten mal hoffentlich nicht mache?

A: Messfehler können bei dieser Probe auf verschiedene Art und Weisen passieren, wichtig ist hier zwischen systematischen und zufälligen Fehlern zu entscheiden. Ein häufiger Fehler ist eine falsche Einwaage, dadurch hast du dann über das ganze Beispiel hinweg einen Fehler. Weiters ist es wichtig, auf die Richtigkeit der Verdünnungen zu achten (ist aber an sich eh im Skript beschrieben, solange du im Bereich von 0.2 bis 1 mg Eisenmasse bist, sollte es hier passen.) Vergiss nicht, die Lösungen (egal ob Probe, Stamm oder Standard) vor jeder Entnahme und Messung zu homogenisieren. Solltest du die Lösungen laut Skriptum hergestellt haben, sollte hier kein Fehler passiert sein.

Beim Messen mit dem Photometer könntest du vergessen haben, einen Wasserblank einzustellen. Wichtig ist es, bei der richtigen Wellenlänge (465 nm) zu messen. Ablesefehler sind bei diesem Beispiel eigentlich nicht wirklich signifikant, da das Photometer auf 4 Stellen genau misst, und meistens nur die 4te Stelle der Extinktion Abweichung hat. Im Allgemeinen sind Küvetten VOR den Messungen mit der zu messenden Substanz durchzuspülen.

Bevor du bei dieser Probe in die Software eingibst, stell immer eine Kalibriergerade auf. Die Extinktionswerte müssen natürlich zwischen dem höchsten und dem tiefsten Wert deiner Gerade liegen, du darfst die Gerade nicht beliebig verlängern! Weiters überleg dir, ob dein Ergebnis sinnvoll ist. Im Notfall mach neue Lösungen und miss einfach noch einmal mit dem Photometer, das geht immer schneller, als dann mit dem Sistieren und Freischalten usw. herumzutun. (AW)

Zusatz: Auch unbedingt darauf achten, dass immer mit demselben Photometer gearbeitet wird! (CÖ)

Zusatz: Zusätzlich auch beachten, dass eventuell durch Verwendung von verschiedenen Küvetten auch Messungenauigkeiten entstehen können, daher auch diese Fehlemöglichkeit beachten. Es ist auch auf Luftblasen in den Küvetten zu achten. (Unbekannt + AW, mag unbekannt nicht mithilfen beim doc?)

Fragen zur Berechnung

Fragen zum Protokoll

F: Zeiner möchte bei meinen Protokoll die ph-Werte von Ammonacetat + Eisessig wissen, nur finde ich nirgends die ph-Werte für die Pufferlösung. Kann mir da jemand weiterhelfen?

A: Du kannst dir den pH-Wert ganz leicht selber ausrechnen. Eisessig ist nichts anderes als reine Essigsäure, Ammonacetat das Ammoniumsalz der Essigsäure. Zur Erinnerung: Den pH-Wert eines Puffers berechnest du entweder über das Massenwirkungsgesetz oder über die Henderson-Hasselbach Gleichung (welche in Wirklichkeit auch nichts Anderes als das umformulierte MWG ist). Vorrechnen kann ich dir das jetzt leider nicht, da ich die Konzentrationen bzw. das Verhältnis der Selbigen nicht kenne, aber hier die Gleichung:
$$pH = pK_s - \log\left(\frac{[HA]}{[A^-]}\right)$$
. Wobei der pKs der Essigsäure laut Wikipedia 4,76 beträgt. (JP)

F: Wieso ist die photometrische Bestimmung in schwach saurer Lösung durchzuführen?

A: Die photometrische Bestimmung ist in jenem pH-Bereich durchzuführen, welche den Umschlasbereich des Indikators deckt, da in diesem Intervall der jeweilige Indikator sowohl in seiner protonierten (HInd) als auch in seiner deprotonierten (Ind-) Form vorliegt. (CÖ)

Fragen bzgl. Excel

7. Probe - Aminosäure, potentiometrisch

Fragen zur Durchführung

Fragen zur Berechnung

F: Hey ich steh bei der Berechnung der pK-Werte etwas an. Kann ich die nur graphisch bestimmen, oder gibt es auch einen anderen Weg?

A: Die Berechnung der pK-Werte erfolgt über den Verbrauch, welcher beim steilen Ansteigen oder steilen Absinken der Kurve (rund um $pH=1$ und $pH=12$) graphisch abgelesen werden kann. Der pK-Wert kann dann über den gemessenen pH-Wert bei halbem Verbrauch abgelesen werden (ist also exakt der pH-Wert bei halbem Verbrauch). (CÖ)

Tipp: Die Titrationskurve kann in Excel sehr einfach in einem xy-Diagramm dargestellt werden. Das ist einerseits für das Protokoll notwendig, andererseits kann man dann aus den Messwerten mit Hilfe der Funktion "TREND" sehr einfach den genauen pH-Wert ermitteln. Selbige Funktion wird auch bei der, auf Grund des Wassers notwendigen, Korrektur der Titrationskurve benötigt. (DW)

F: Hallo, ist es bei der Aminosäure zwingend notwendig die korrigierte Kurve gleich zu berechnen? Reicht es für die Praktikums Software aus, mal bei der rohen Kurve den pK abzulesen?

A: Es ist notwendig, da du nicht die Kurve der Titration der Aminosäure bekommst, sondern die Kurve der Titration von AS+Wasser, wenn du nicht korrigierst und somit nicht die pK ablesen kannst (siehe auch oben). Die Interpolation dauert zwar ein bisschen, jedoch kommst du nicht drumherum. Es befindet sich z.b. in der Dropbox ein Excelfile für diese Probe. (AW)

Fragen zum Protokoll

Fragen bzgl. Excel

8. Probe - Indikator, photometrisch

Fragen zur Durchführung

Fragen zur Berechnung

Fragen zum Protokoll

Fragen bzgl. Excel

9. Probe - Vitamin C, iodometrisch

Fragen zur Durchführung

Fragen zur Berechnung

Fragen zum Protokoll

Fragen bzgl. Excel

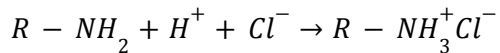
11. Probe - Vitamine, Dünnschichtchromatographie

Fragen zur Durchführung

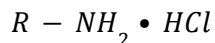
Fragen zum Protokoll

F: Hallo, in meinem Protokoll der DC steht, ich soll die Gegenionen der beiden Vitamine angeben, welche Hydrochloride sind. Kann mir jemand sagen, was genau ich da machen soll?

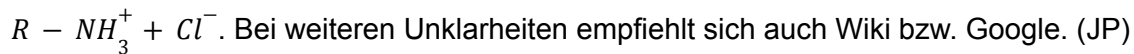
A: Ein Hydrochlorid ist das Salz der Salzsäure und einer korrespondierenden Base. Hydrochloride sind oft die HCl-Salze von organischen Stickstoff-Basen (also von Aminogruppen oder basischen N-Heterocyclen), so auch bei den zwei Vitaminen (B1 & B6, in diesen Fällen Heterocyclen). Bei der Salzbildung einer Aminogruppe mit HCl passiert formal folgendes:



Die Amino-Gruppe dient also als Elektronenpaar-Donator für das Proton (freies Elektronenpaar am Stickstoff). Man kann jetzt sagen, dass sich an die Gruppe formal ein "HCl" angelagert hat, daher spricht man von Hydrochloriden (z.B.: B6.HCl). Wie das jetzt in wässriger Lösung bzw. mit dem Bindungscharakter aussieht, ist ein anderes Thema, deswegen schreibt man bei komplizierten Molekülen oft:



Das Gegenion ist dann meiner Meinung (kann auch falsch sein ;) nach das Chlorid-Anion:



12. Probe - Ionenchromatographie

Fragen zur Durchführung

Fragen zur Berechnung

F: Lineare Interpolation: Ich habe das Protokoll zurückbekommen mit der Begründung falscher Kalibrationsbereich. Also ich habe in meinen Diagramm 2 Standards der jeweiligen Anionen verglichen. Also bei S1 und S2 die Massenkonzentration und die Fläche. Jetzt weiß ich nicht was falsch ist bzw mit welchen werten ich hier interpolieren soll?

A: Naja das kommt darauf an, zwischen welchen Standards die Peakfläche deiner Probe liegt. Prinzipiell interpolierst du (logischerweise) zwischen den beiden Standards, zwischen denen deine Messung liegt. Alles andere wäre ja nicht wirklich Zielführend. (JP)

F: Welche richtige Formel verwende ich bei der Berechnung meiner Massenkonzentration der einzelnen Anionen? Ich hab z.B.: $y = 0,1289x^2 + 16,751x + 18,394$ bei meiner quadratischen Regression für Chlorid. Mein Ansatz wäre über die große Lösungsformel die Massenkonzentration zu berechnen, aber irgendwie hänge ich da.. weil ich mich frage wie ich dann meine Werte von Fläche [$\mu\text{S}/\text{cm} \cdot \text{s}$] berücksichtige?

A: Okey eins nach dem anderen.

1. Vergewissere dich das du die Regressionsgleichung richtig berechnet hast ($y=\text{Peakfläche}$, $x=\text{Konzentration}$) ... sieht bei dir aber eh prinzipiell ganz gut aus.
2. Ist das so, berechnest du die Konzentration immer so, in dem du für y die erhaltene Peakfläche einsetzt und die Gleichung für x (=Konzentration) löst.
3. Speziell bei der quadratischen Regression: egal ob große Lösungsformel oder zuerst Kürzen und dann Kleine, es wird das Selbe herauskommen.
4. Du hast eine Gleichung (gilt für alle 3 Modelle), die dir die Abhängigkeit der Peakfläche von der Konzentration ausdrückt. Allgemein gesagt: Egal wieviele Dimensionen dein Messergebnis hat, du hast ein mathematisches Modell erstellt, das mit (unterschiedlich) guter Genauigkeit den Sachverhalt beschreibt (siehe Bestimmtheitsmaß R^2). (JP)

Fragen zum Protokoll

F: Wie erkennt man, welche Auswertemethode bei einem Anion sich signifikant von einer anderen unterscheidet?

A: Du machst am Schluss (wenn du alles ausgewertet hast usw.) ja das Balkendiagramm mit der doppelten Standardabweichung als Fehlerindikator. Wenn sich die Fehlerindikatoren zweier Methoden überlappen, haben sie keinen sign. Unterschied. (siehe Skriptum S. 67 erster Absatz) (AW)

Fragen bzgl. Excel

13. Probe - Kalorimetrie

Fragen zur Durchführung

Fragen zur Berechnung

Fragen zum Protokoll

Fragen bzgl. Excel

14. Probe - GCMS

Fragen zur Durchführung

Fragen zur Auswertung

Fragen zum Protokoll

F: In den Unterlagen für die GC-MS, steht dass man den Dateinamen der GC-MS Messmethode angeben soll. Was ist damit genau gemeint?

A: Du wertest mithilfe der GCMS-Analysesoftware ja unterschiedliche Dateien aus (Standards, flüssige Probe bzw. feste Probe, Blanks; alle jeweils im SIM oder SCAN-Modus). Die einfachste Methode ist, die Chromatogramme bzw. Massenspektren direkt aus der Software zu kopieren (draufklicken, Strg+C, z.B. in Word Strg+V), dann steht nämlich der Dateiname gleich im Bild als Überschrift. Außerdem siehst du dann auch, dass z.B. das Hintergrundrauschen von Massenspektrum subtrahiert wurde (falls du das gemacht hast) und du hast sämtliche Peakbeschriftungen. Tust du das nicht und machst es über die (weitaus aufwändigere) Screenshot-Methode, sollte der Dateiname aber auch in dem "Fensterrahmen" des jeweiligen Graphen bzw. Spektrums stehen. Wie das Ergebnis der ersten Methode aussieht, kannst du in dem Protokoll in der DropBox einsehen. (JP)

F: Servus! Folgendes, ich hab in meiner flüssigen Probe bei der GC-MS DEHA drinnen gehabt, ich steh jetzt aber irgendwie komplett auf der Leitung wie ich auf die Fragmentationen kommen könnte. Die SIM - Massen sind 147, 129 und 112 für die Fragmente. Kann mir wer weiterhelfen?

A: Hello! Also am einfachsten ist es, wenn du mit nem Programm machst z.b. Accelrys, da du dann die molare Masse immer automatisch kalkulieren kannst. Wie du auf Wiki zum Beispiel siehst ist DEHA eine aliphatische dicarbonsäure (<http://en.wikipedia.org/wiki/File:Bis%282-ethylhexyl%29adipate.png>), deswegen läuft das alles anders ab: Am schwächsten (anscheinend) ist die Bindung der Seitenketten am Sauerstoff, deswegen mal beide weg geben. Jetzt bekommst du aber genau 1 g/mol zuviel (oder zu wenig, bin mir da jetzt nimmer sicher), woran liegt das? (Tipp: Immer Kationen angeben). Der nächste Schritt ist eine Wasserabspaltung. Der übernächste eigentlich auch, jedoch ist der Peak bei 112 anscheinend echt blöd zu machen, weswegen sie in fast alle Protokolle reinschreiben, dass man den weglassen kann. (AW)

F: Auswertesoftware + Versionsnummer und der Name der Datenbank. Bekomme ich diese Infos nur beim PC im Schreibraum, oder kann ich die auch von Zuhause herausfinden? Und wenn, wie?

A: Analysesoftware: MSD ChemStation E.02.02.1431
Name der Messmethodendatei: PHTHALATE_PRAKTIKUM_2012.M
Name der Datenbank: W9N11.L
(Quelle: Facebook LBT-Gruppe)