|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Instrumentalanalytisches Grundpraktikum  **AAS / FES** | | | |
| **Name:** | Florian Kluibenschedl | **Gruppe:** | 6 |
| **Matrikelnummer:** | 11805747 | **Datum Durchführung:** | 09.01.2020 |
| **Abgabe/Korrektur:** |  | **Datum Abgabe:** | 15.01.2020 |
| **Literatur:** | Skoog, Leary: „Instrumentelle Analytik“ Springer Verlag  Arbeitsunterlagen Instrumentalanalytisches Grundpraktikum für Chemiker  weiter Literatur siehe Protokoll! | | |
| **Dozent, Tutoren:** | Michael Sasse, MSc., Mag. Klemens Losso | | |

|  |  |
| --- | --- |
| **Praktische Durchführung und Ergebnisse** | |
| **1. Geräteparameter:** | |
| *Gerät* | AAnalyst 800 PERKIN ELMER |
| *Brenngas* | Acetylen |
| *Flussrate (Brenngas)* | 2.0 mL/min |
| *Oxidans* | Luft |
| *Flussrate (Oxidans)* | 17.0 mL/min |
| *Lampenstrom* | 11mA |
| *Detektionswellenlänge (Pb)* | 283.3 nm |
| *Detektionswellenlänge (Ca)* | 422.7 nm |

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **2. Quantitative Analyse:** | | | | |
| **a.) Herstellung der Einzelstandards für die FES von Ca** | | | | |
| **Standard** | **c (Urstandard) / (mg/l)** | **c (Standard) / (mg/l)** | **V (Standard) / ml** | **V(Urstandard) / ml** |
| Standard 1 | 100 | 0 | 100 | 0 |
| Standard 2 | 100 | 5 | 100 | 5 |
| Standard 3 | 100 | 10 | 100 | 10 |
| Standard 4 | 100 | 15 | 100 | 15 |
| Standard 5 | 100 | 20 | 100 | 20 |
|  | | | | |
| **b.) Kalibriergerade für die FES von Ca** | | | | |
|  | | | | |
| *Abbildung 1. Messdaten und Kalibriergerade für die FES von Ca in der Form y = b + ax.* | | | | |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **c.) Ergebnisse der FES von Ca** | | | |
| Standard Nr. | c (Standard) / (mg/l) | I(422,7) |
| 1 | 0 | 27 |
| 1 | 0 | 34 |
| 1 | 0 | 38 |
| 2 | 5 | 151 |
| 2 | 5 | 145 |
| 2 | 5 | *142* |
| 3 | 10 | *268* |
| 3 | 10 | *273* |
| 3 | 10 | *279* |
| 4 | 15 | *377* |
| 4 | 15 | *384* |
| 4 | 15 | *386* |
| 5 | 20 | *503* |
| 5 | 20 | *505* |
| 5 | 20 | *511* |
| **Parameter der Kalibrierung** | | | | |
| Anstieg a | 23.66 | *Abschnitt b* | | *31.6* |
| se(a) | 0.21 | *se(b)* | | *2.58* |
| R2 | 0.9990 | *sy* | | *5.776* |
| F | 12584.75 | *df* | | *13* |
| **Ergebnisse der Probenmessung** | | | | |
| Nr. | I(422,7) | c / (mg/l) |
| 1 | 291 | 11.0 |
| 2 | 303 | 11.5 |
| 3 | 298 | 11.3 |
| **Endergebnis** | |
| c (Probe) / ppm | VB / ppm |
| 11.3 | 0.334 |

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **d.) Herstellung der Standards und Messergebnisse für die AAS von Pb** | | | | |
| **Standard** | **c (Standard) / (mg/l)** | **V (Standard) / ml** | **V(Probe) / ml** | **E(283,3)** |
| Standard 1 | 0 | 0 | 10 | 0.028 |
| Standard 1 | 0 | 0 | 10 | 0.028 |
| Standard 1 | 0 | 0 | 10 | 0.025 |
| Standard 2 | 5 | 5 | 10 | 0.033 |
| Standard 2 | 5 | 5 | 10 | 0.031 |
| Standard 2 | 5 | 5 | 10 | 0.033 |
| Standard 3 | 10 | 10 | 10 | 0.033 |
| Standard 3 | 10 | 10 | 10 | 0.038 |
| Standard 3 | 10 | 10 | 10 | 0.039 |
| Standard 4 | 15 | 15 | 10 | 0.044 |
| Standard 4 | 15 | 15 | 10 | 0.043 |
| Standard 4 | 15 | 15 | 10 | 0.045 |
| Standard 5 | 20 | 20 | 10 | 0.045 |
| Standard 5 | 20 | 20 | 10 | 0.051 |
| Standard 5 | 20 | 20 | 10 | 0.048 |
| **e.) Kalibriergerade für die AAS von Pb** | | | | |
|  | | | | |
| *Abbildung 2. Messdaten und Kalibriergerade für die AAS von Pb in der Form y = b + ax.* | | | | |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Parameter der Kalibrierung** | | | |
| Anstieg a | 0.001 07 | 0.0269 | *Abschnitt b* |
| se(a) | 0.000 08 | 0.0009 | *se(b)* |
| R2 | 0.9396 | 0.002067 | *sy* |
| F | 202.1434 | 13 | *df* |

|  |  |
| --- | --- |
| **Endergebnis** | |
| c (Probe) / ppm | VB / ppm |
| 125.7 | 27.3 |