

Praktikum:

- ☐ BAC/2.Sem.: "Analytik"
☒ BCUC/4.Sem.: "Analytik"
☐ BCUU/4.Sem.: "Analytik"
☐ BWIWU/4.Sem.: "Analytik"

- ☐ Protokoll genehmigt
☐ Protokoll korrigieren
☐ Rücksprache erbeten
☐ Protokoll registriert

Protokoll

Versuch: Molekülspektroskopie/UV-VIS-Bereich/Photometrie
3.3 Mehrkomponentenanalytik: Simultanbestimmung von Mn und Cr

1 Probenvorbereitung:

Herstellen von je ($N_C =$) 3 Einkomponenten-Kalibrierlösungen K für Mn und Cr (Konz. s.u.)
 Herstellen von ($N_V =$) 3 Zweikomponenten-Validierlösungen (Konz. s.u.)
 Empfangen von ($N_A =$) 2 Analysenlösungen (A1 und A2)

2 Auswahl der empfindlichsten Mess-Stellen (Wellenlängen):

- 2.1 Nehmen Sie die Absorptionsspektren des Permanganat- und des Dichromat-Anions auf.
 (jeweils mittlere Konzentration, Ausdrucken als **Anlage 1**)
 2.2 Wählen Sie die jeweils beste Messwellenlänge für die Photometrie aus:
 Komponente 1 (Analyt Permanganat) $\lambda_{1,MAX} = 525 \text{ nm}$
 Komponente 2 (Analyt Dichromat) $\lambda_{2,MAX} = 352 \text{ nm}$
 3.3 Diskutieren Sie die Chance, die einzelnen Komponenten in **Gemischen** störungsfrei bei dem jeweiligen λ_{MAX} photometrisch bestimmen zu können.

3 Kalibrierung:

- 3.1 Ignorieren der Querempfindlichkeit (traditionelle Kalibrierung)
 3.1.1 Vermessen Sie beide Kalibriererserien (je dreimal) bei jeweils beiden λ_{MAX} .

Mess-Ergebnisse der Kalibrierlösungen

Komponente : K_0 Permanganat

Wellenlänge : $\lambda_{1, max} = 525 \text{ nm}$

Kalibrierlösung	Absorbanz 1	Absorbanz 2	Absorbanz 3	Mittelwert
K1: 0,08 mmol l ⁻¹	0,4860	0,1859	0,1860	0,1860
K2: 0,16 mmol l ⁻¹	0,3686	0,3685	0,3684	0,3685
K3: 0,32 mmol l ⁻¹	0,7282	0,7279	0,7279	0,7280

Komponente : Permanganat

Wellenlänge : $\lambda_{2, max} = 352 \text{ nm}$

Kalibrierlösung	Absorbanz 1	Absorbanz 2	Absorbanz 3	Mittelwert
K1: 0,08 mmol l ⁻¹	0,0988	0,0997	0,0998	0,0994
K2: 0,16 mmol l ⁻¹	0,1847	0,1843	0,1841	0,1844
K3: 0,32 mmol l ⁻¹	0,3647	0,3651	0,3653	0,3650

Komponente : Dichromat

Wellenlänge : $\lambda_{1, max} = 525 \text{ nm}$

Kalibrierlösung	Absorbanz 1	Absorbanz 2	Absorbanz 3	Mittelwert
K1: 0,15 mmol l ⁻¹	0,0023	0,0023	0,0022	0,0023
K2: 0,30 mmol l ⁻¹	0,0140	0,0140	0,0140	0,0140
K3: 0,45 mmol l ⁻¹	0,0088	0,0088	0,0088	0,0088

Komponente : Dichromat
Wellenlänge : $\lambda_{2, \max} = 352$

Kalibrierlösung	Absorbanz 1	Absorbanz 2	Absorbanz 3	Mittelwert
K1: 0,15 mmol l ⁻¹	0,4744	0,4744	0,4743	0,4744
K2: 0,30 mmol l ⁻¹	0,9332	0,9332	0,9333	0,9332
K3: 0,45 mmol l ⁻¹	1,3858	1,3858	1,3859	1,3858

3.1.2 Stellen Sie die Kalibrierkurven für Mn (bei $\lambda_{1, \max}$ und bei $\lambda_{2, \max}$) in einem Diagramm dar.
Stellen Sie die Kalibrierkurven für Cr (bei $\lambda_{1, \max}$ und bei $\lambda_{2, \max}$) in einem Diagramm dar.
(Abgeben als **Anlage 2**)
Diskutieren und vergleichen Sie die Empfindlichkeit der Kalibrierungen.

3.1.3 Berechnen Sie für Mn (nur bei $\lambda_{1, \max}$) und für Cr (nur bei $\lambda_{2, \max}$) die Geradenparameter und bewerten Sie die (Einkomponenten-)Kalibriergeraden hinsichtlich

- Leerwert a_0
- Empfindlichkeit a_1
- Bestimmtheitsmaß $B = r$ (vermerken auf **Anlage 2**)

3.2 Berücksichtigen der Querempfindlichkeiten (ohne Analytwechselwirkung)
(Simultane Kalibrierung, beruhend auf *Einkomponenten*-Kalibrierlösungen)

3.2.1 Berechnen Sie die partiellen Empfindlichkeiten.
(siehe Versuchsanleitung Gl. 2; abgeben als **Anlage 3**)

$$\begin{aligned} a_{11} &= 2,3010 \\ a_{12} &= 0,0272 \\ a_{22} &= 3,1176 \\ a_{21} &= 1,1785 \end{aligned}$$

4 Überprüfen Sie die beiden Einkomponenten-Kalibriergeraden anhand ausgewählter *Zweikomponenten*-Validierlösungen.

	KMnO ₄	K ₂ Cr ₂ O ₇	KMnO ₄	K ₂ Cr ₂ O ₇	Absorbanz bei $\lambda_{1, \max}$	Absorbanz bei $\lambda_{2, \max}$
	Teile	Teile	mmol/l	mmol/l		
V1	1 x K2	1 x K1	0,08	0,075	0,1810	0,3598
V2	1 x K1	2 x K3	0,026	0,3	0,0638	0,9786
V3	1 x K3	2 x K1	0,106	0,1	0,2345	0,4479

Ergebnisse der Validierung

Validierlösung	V1	V2	V3
Soll-Konzentration Mn =	0,08	0,026	0,106
gefunden (bei $\lambda_{1, \max}$) =	0,077	0,0255	0,101
Differenz, absolut	0,003	0,0005	0,005
Soll-Konzentration Cr =	0,075	0,3	0,1
gefunden (bei $\lambda_{2, \max}$) =	0,112	0,32	0,14
Differenz, absolut	0,037	0,02	0,04

5 Analyse

Analyse	Mn (mmol/l)	Cr (mmol/l)	Gegeben von kleinem Zettel
1	0,213	0,1	
2	0,2	0,15	

Vermessen Sie die Analysenlösungen je dreimal und, berechnen Sie die Konzentrationen *ohne* und *mit* Berücksichtigung der Querempfindlichkeiten.

Wellenlänge : $\lambda_{1, \max} = 525$

	Absorbanz 1	Absorbanz 2	Absorbanz 3	
Probe A1	0,5103	0,5107	0,5104	
Probe A2	0,4807	0,4807	0,4805	

Wellenlänge : $\lambda_{2, \max} = 352$

	Absorbanz 1	Absorbanz 2	Absorbanz 3	
Probe A1	0,6023	0,6028	0,6036	
Probe A2	0,7362	0,7362	0,7361	

Analysen-Ergebnisse (ohne Berücksichtigung Querempfindlichkeit)

Probe	Komponente	N _A	\bar{x}_A	cnf(\bar{x}_A)	"wahrer x _A "	Fehler (%)
A1	Mn	3	0,2234	$\pm 2,29 \cdot 10^{-4}$	0,213	4,90
	Cr	3	0,1920	$\pm 5,36 \cdot 10^{-4}$	0,1	91,96
A2	Mn	3	0,1517	$\pm 9,44 \cdot 10^{-5}$	0,2	24,14
	Cr	3	0,2358	$\pm 4,72 \cdot 10^{-5}$	0,15	57,22

Analysen-Ergebnisse (mit Berücksichtigung Querempfindlichkeit, Berechnung Anlage 4)

Probe	Komponente	N _A	\bar{x}_A	cnf(\bar{x}_A)	"wahrer x _A "	Fehler (%)
A1	Mn	3	0,2206	$\pm 2,24 \cdot 10^{-4}$	0,213	3,54
	Cr	3	0,1101	$\pm 5,22 \cdot 10^{-4}$	0,1	10,02
A2	Mn	3	0,2070	$\pm 1,25 \cdot 10^{-4}$	0,2	3,51
	Cr	3	0,1579	$\pm 1,43 \cdot 10^{-6}$	0,15	5,25

Gegenüberstellung der Analysen-Ergebnisse (\bar{x}_A)

für die o.a. Kalibriermodelle

Probe	Komponente	ohne Querempfindlichkeit	mit Querempfindlichkeit	"wahrer x _A "
A1	Mn	0,2234	0,2206	0,213
	Cr	0,1920	0,1101	0,1
A2	Mn	0,1517	0,2070	0,2
	Cr	0,2358	0,1579	0,15