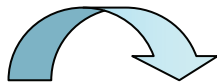


Bestimmung von Salicylsäure durch eine Einpunktkalibrierung im VIS-Bereich

Betrieb

[Ausbildungsrahmenplan Nr. 7.3](#)



Berufsschule

[Rahmenlehrplan Lernfelder 4, 9](#)

Geräte: Fotometer, Polystyrolküvetten, 100-mL-Messkolben, 5-mL-Pipetten, Waage

Chemikalien: reine Salicylsäure (R-Sätze: 22 - 36 / 38, S-Sätze: 26, Xn), Methanol (R-Sätze: 11 - 23 / 25, S-Sätze: 2 - 7 - 16 - 24, VbF: B, T = Giftig, F = leichtentzündlich, fruchtschädigend: D), Eisenchlorid-6-hydrat (R-Sätze: 22 - 38 - 41, S-Sätze: 2 - 13 - 39, Xn)

1. Prinzip

Das Lambert-Beersche-Gesetz beschreibt die Abhängigkeit der Extinktion bei einer bestimmten Wellenlänge von der Schichtdicke d (cm), der Konzentration des Analyten c (mol / L) und der Art des Stoffes in Kombination mit dem Lösemittel. Letzteres ist der molare Extinktionskoeffizient ε .

$$E = \varepsilon \cdot d \cdot c$$

Wenn bekannt ist, dass die Abhängigkeit der Extinktion E von der Konzentration c linear ist und ein Blindwertabgleich gemacht wird, kann eine Einpunktkalibration mit nur einer Kalibrierlösung vorgenommen werden. Dabei muss die Extinktion der Probelösung in der Nähe der Extinktion der Kalibrierlösung gemessen werden.

2. Orientierungsfragen

- (1) Unter welchen Bedingungen darf eine „Einpunktkalibrierung“ vorgenommen werden?
- (2) Welche Vor- und Nachteile hat eine „Einpunktkalibrierung“?
- (3) Welche Maßnahmen müssen getroffen werden, damit die Konzentration der Stammlösung korrekt ist?
- (4) Was versteht man unter „Placebo“?

3. Durchführung

3.1. Herstellung der Anfärbelösung

250 mg Eisen(III)chlorid-6-hydrat werden in einen 100-mL-Messkolben eingewogen, nach dem Lösen in wenig Wasser wird der Kolben bis zur Marke aufgefüllt.

3.2. Herstellung der Salicylsäure-Stammlösung

125 mg Salicylsäure, auf 0,5 mg genau, werden in einen 100-mL-Messkolben eingewogen und mit 50 mL Methanol versetzt. Nach dem vollständigen Lösen wird der Kolben mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

3.3. Herstellung der Probenlösung

Die feste Probe, die aus Salicylsäure und einem Placebomaterial besteht, wird nach dem Homogenisieren vollständig in einen Kolben eingewogen und die Masse notiert. Nach Zugabe von 50 mL Methanol und wenig Wasser wird zunächst die Probe vollständig gelöst und dann mit Wasser bis zur Marke des Kolbens aufgefüllt.

Die Blindlösung, die Kalibrierlösung und die Probenmesslösung müssen gleichzeitig hergestellt und gemessen werden.

3.4. Herstellung der Blindlösung

5,0 mL der Anfärbelösung (Eisen(III)chloridlösung) werden in einen 100-mL-Messkolben pipettiert, der dann bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt wird.

3.5. Herstellung der Kalibrierlösung

5,0 mL der Anfärbelösung (Eisen(III)chloridlösung) und 5,0 mL der **Stammlösung** werden zusammen in einen 100-mL-Messkolben pipettiert, der dann bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt wird.

3.6. Herstellung der Probenmesslösung:

5,0 mL der Anfärbelösung (Eisen(III)chloridlösung) und 5,0 mL der Probenlösung werden zusammen in einen 100-mL-Messkolben pipettiert, der dann bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt wird.

Die Standzeit der Probenmesslösung, der Blindlösung und Kalibrierlösung beträgt zwischen 40 und 50 Minuten.

Zunächst wird bei 525 nm nach einem Nullabgleich die Extinktion der Kalibrierlösung gegen die Blindlösung in 1-cm-Küvetten gemessen. Danach wird die Extinktion der Probenmesslösung gegen die Blindlösung bestimmt.

4. Auswertung

Berechnen Sie mit Hilfe der Einwaage an Probensubstanz, der Einwaage an reiner Salicylsäure, der Extinktion der Probenmesslösung und der Extinktion der Kalibrierlösung den Massenanteil an Salicylsäure in der Probe.

5. Umsetzungsvorschlag für den Ausbildungsbetrieb

5.1. Herstellung der Probe:

100 bis 150 mg reine Salicylsäure, auf 0,5 mg genau gewogen, werden mit ca. 100 -150 mg mg Natriumchlorid vermischt.

5.2. Bewertung

In den folgenden Formeln

$$P = 100 \cdot e^{-\frac{(\Delta-V)^2}{2 \cdot s^2}}$$

$$\Delta = \frac{|\text{Sollwert} - \text{Istwert}|}{\text{Sollwert}} \cdot 100\%$$

bedeuten:

- P Punkte von Hundert
- Δ relative Differenz Soll- und Istwert in %
- s Sigma
- V Vorgabe, innerhalb dieser werden immer 100 Punkte erzielt

Es wird als Vorgabe $V = 0,8 \%$ und $s = 1,5$ vorgeschlagen. Zwischen $\Delta = 0 \%$ und der Vorgabe $V = 0,8 \%$ werden 100 Punkte erzielt.