

### 3 PROTOKOLL-ERSTELLUNG

In der nachstehenden Aufstellung sind alle aus der Sicht des Analytikers wichtigen Punkte angeführt, welche bei der Erstellung eines Protokolls und damit der Dokumentation einer Analyse berücksichtigt werden sollten.

Allgemeines:

- Informationen zu dem Durchführenden (Name, Matr. Nr., Platznummer).
- Zeitverlauf (Ausgabe, Abgabe).
- Aufgabenstellung: Um welche Problemstellung handelt es sich? Wie war die Probe beschaffen und was war mit dieser zu tun (hier: was war zu analysieren?)?

Durchführung:

- Es soll kurz beschrieben werden wie die Analyse erfolgte, sodass diese nachvollzogen werden kann. Dabei gilt es die wichtigen Arbeitsschritte mit den entsprechenden Angaben zu verwendeten Reagentien (Volumina, Konzentrationen), eingestellten Temperaturen, verwendeten Geräten und Vorrichtungen etc. zu dokumentieren.
- Wenn chemische Reaktionen durchgeführt wurden und insbesondere, wenn diese die Grundlage der eigentlichen quantitativen Analyse waren, ist unbedingt eine korrekte Reaktionsgleichung anzugeben.
- Wenn Rechnungen durchgeführt werden so sind diese so darzustellen, dass diese leicht nachvollzogen werden können. So soll eine lückenlose Argumentationskette von den erhaltenen Messwerten bis zum letztendlich angegebenen Endergebnis gespannt werden.

Angabe der Ergebnisse

- Bei der Angabe des Ergebnisses soll der Analyt klar benannt und dessen Konzentration auf die argumentierbaren, signifikanten Stellen genau angegeben werden. Hier ist auch auf die korrekte Einheit zu achten.
- Bei Wiederholmessungen (das ist der Regelfall), ist die erhaltene Streuung im Endergebnis zu dokumentieren. Neben dem erhaltenen Mittelwert muss auch der dazugehörige Streubereich unter Angabe der angenommenen statistischen Sicherheit angeführt werden.

Zur Verdeutlichung der oben genannten Punkte ist ein Musterprotokoll angeführt.

# Protokoll

## GRAVIMETRISCHE CHLORID-BESTIMMUNG

### Aufgabenstellung:

Bestimmung des Chlorid-Gehalts einer unbekanntes wässrigen Probe durch gravimetrische Fällung als schwerlösliches Silberchlorid in Gegenwart von Salpetersäure.

### Bestimmung des Chlorid-Gehalts:

- Reaktionsgleichung:  $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightarrow \text{AgCl}$
- Durchführung:

Ein Aliquot von 50 mL Probelösung wird mit 1ml konz. Salpetersäure versetzt, und mit Wasser auf ein Gesamtvolumen von etwa 100 mL verdünnt. Anschließend wurde unter ständigem Rühren das Fällungsreagenz zugetropft, wobei sich ein weißer Niederschlag von AgCl bildete. Nach dem Prüfen auf Vollständigkeit wurde die Lösung inklusive Niederschlag kurz zum Sieden erhitzt, und über Nacht im Dunkeln auf Raumtemperatur abgekühlt. Nach dem Abfiltrieren des Niederschlags durch einen G4 Glassintertiegel wurde der Niederschlag mit verdünnter Salpetersäure gewaschen und im Trockenschrank bei einer Temperatur von 130°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Für die Bestimmung der Chlorid-Konzentration der erhaltenen Probelösung wurden in Summe 5 Bestimmungen durchgeführt.

- Auswertung:

Die Auswaagen an AgCl wurden jeweils aus der Differenz zwischen dem Gewicht des Tiegels plus Niederschlag und dem zugehörigen Leergewicht bestimmt. Für die Berechnung der Einzel-Ergebnisse der durchgeführten Versuche wurden nachstehende Gleichungen verwendet, die erzielten Resultate sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

$$\text{Gravimetrischer Faktor: } f_{(\text{Cl}^-)} = M_{(\text{Cl}^-)} / M_{(\text{AgCl})} = 35.45 / (35.45 + 107.88) = 0.2473$$

$$\text{Masse Cl- im Aliquot: } m_{(\text{Cl}^-)} = m_{(\text{AgCl})} * f_{(\text{Cl}^-)}$$

$$\text{Gehalt in g/L: } c_{(\text{Cl}^-)} = m_{(\text{Cl}^-)} * 20$$

Versuch	1.Fällung	2.Fällung	3.Fällung	4.Fällung	5.Fällung
Auswaage (g)	0.2477	0.2512	0.2492	0.2528	0.2551
$m_{(Cl^-)}$ im Aliquot	0.0613	0.0621	0.0616	0.0625	0.0631
Chloridgehalt (g/L)	1.225	1.243	1.233	1.251	1.262

Tabelle 1: Ergebnisse der durchgeführten Chloridbestimmungen

Aus den Ergebnissen der 5 Einzelbestimmungen wurden unter Verwendung der nachstehenden Formeln die in Tabelle 2 angeführten Werte für Mittelwert, Standardabweichung und Streubereich der Analyse berechnet:

$$\bar{x}_{arithm} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

$$S = s * t_{(f,P)} \quad \text{wobei } f = n - 1 = 4 \text{ und } t_{(4,95\%)} = 2,776$$

Mittelwert (n=5) in g/L	1.2427
Standardabweichung (s) in g/L	0.0144
Streubereich ( $S^{95\%}$ ) in g/L	0.0179

Tabelle 2: Statistische Kenngrößen der Analyse

Ergebnis der Untersuchung auf den Chlorid-Gehalt  
(mit einer stat. Sicherheit von 95%):

**Die Konzentration an  $Cl^-$  in der Probe beträgt:  $1.243 \pm 0.018$  g/L**