



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN
Vienna University of Technology



Fakultät
Technische Chemie

**„Quantitatives Analytisches Praktikum“
LVA 164.249**

*Andreas LIMBECK
Martina MARCHETTI-DESCHMANN*

Institut für Chemische Technologien und Analytik
FB Instrumentelle Analytische Chemie



Inhalts-Übersicht

Einleitung

TU Studien-Bibliothek

- Lehrmaterial und Unterlagen
- Karteikarte zur Dokumentation

Innovationspreis Studium & Lehre 2010

- erweitertes Lehrmaterial: Videos
- Computer-unterstützter Einführungstest
- Upload und Korrektur von Protokollen
- Report-Generator

Ausblick und Zusammenfassung

Einleitung

LVA 151.432 Übungen aus Analytischer Chemie II

- 9 Stündige Lehrveranstaltung
- 9 verschiedene Übungen aus 4 Bereichen
- je eine mündliche Besprechungen pro Fachgebiet
- Grundlagen: Vorlesungen ACI und ACII
- eine Abhaltung pro Semester
- max. 42 Studenten pro Kurs
- 9 Assistenten plus ein Laborant



**erprobtes Konzept, ausreichend Übungszeit,
genügend Laborplatz, optimale Betreuung**

Einleitung

Studienplanumstellung: Bachelor/Master-System

LVA 164.249 Quantitatives Analytisches Praktikum

- 4 ECTS Punkte
- 8 verschiedene Übungen aus 7 Bereichen
- erforderlicher Durchsatz: 80 – 100 Studenten

Randbedingungen:

- Hörerlabor: 48 Studenten-Arbeitsplätze
- 6 Assistenten plus ein Laborant



neues Konzept für die Abwicklung erforderlich

Einleitung

Probleme

- verringerte Übungszeit für Studenten
- erhöhter Zeitaufwand für Besprechungen/Korrekturen
- weniger Zeit für die Betreuung der Studenten

Lösungsansatz:

- verbesserte Unterlagen
- Reduktion der Anzahl an Besprechungen
- automatisierte Korrektur der Ergebnisse



Abwicklung über die TU Studien-Bibliothek

TU Studien-Bibliothek

Informationen zu:

Organisation und Ablauf der Lehrveranstaltung

- Praktikumsleitfaden
- Durchführung der wichtigsten Grundoperationen
- Arbeitsvorschriften für die einzelnen Übungen
- zusätzliche Literatur und theoretische Unterlagen



[Startseite Bookshelf](#)

TU Studien-Bibliothek

Karteikarte:

Protokollierung aller Studenten-Leistungen

- Besprechungen
- Dokumentation der abgegebenen Proben
- Abgabe von Ergebnissen
- aktueller Beurteilungsstand



Karteikarte

Erweitertes Lehrmaterial: Videos

2 ARBEITSVORSCHRIFTEN QUANTITATIVER ÜBUNGSTEIL

2.1 GRAVIMETRISCHE NICKELBESTIMMUNG

Die Probe für die Nickelbestimmung wird in flüssiger Form ausgegeben, daher ist für diese Übung ein sauberes 250 ml Messkolben einzuzureichen, welcher nach Erhalt der Probe mit deionisiertem Wasser bis zur Marke aufzufüllen ist. Für die Analyse wird ein aliquot von 25 ml Probe in einem 400 ml Becherglas mit ca. 1 ml konz. HCl (ca. 20 Tropfen) versetzt, und mit deionisiertem Wasser auf ein Volumen von etwa 150 ml verdünnt, und anschließend mit der Brennerflamme bis fast zum Sieden erhitzt. Nach der langsamen Zugabe des Fällungsreagens (eichung Siedevorgang möglich) wird unter leichtem Rühren konz. NH₃ zugegeben bis etwa die Mitte des Pufferbereiches erreicht wird. Bei diesem pH-Wert entsteht der stetig rote Ammoniumniederschlag, den man zur Verbesserung der Filterbarkeit mit einem Uhrglas abdeckt und für ca. 30 Minuten abkühlen lässt. Nachstehende Abbildung 1 zeigt das für die Durchführung benötigte Inventar.



Abbildung 1: Inventar zur Durchführung der Nickel-Fällung

Anschließend wird der noch warme Niederschlag durch einen D3 Glassintertrichter abfiltriert, dazu ist der in Abbildung 2 gezeigte apparative Aufbau zu verwenden. Für eine quantitative Bestimmung muss der Niederschlag vollständig in den Trichter gebracht werden. Im Becherglas anhaftende Reste können mit Hilfe des Gummischabers und mehreren kleinen Portionen warmen Waschwassers in den Sintertrichter übergeführt werden. Anschließend muss der Niederschlag mit dem restlichen Waschwasser (in Summe etwa 100 ml Wasser) gewaschen werden, um das Fällungsreagens sowie die Bestandteile der Pufferlösung vollständig vom Niederschlag zu entfernen.

EINFÜHRUNG IN DIE QUANTITATIVE ANALYSE

SEITE 9



Abbildung 2: Aufbau für die Filtration bei der Nickel-Fällung

Nach dem Waschen wird der Niederschlag bei 110-120°C für ca. 2 Stunden im Trockenschrank getrocknet. Nach dem Abkühlen im Exsikkator kann der Trichter gewogen werden. Das Trocknen und Wägen ist bis zur Gewichts Konstanz zu wiederholen. Aus der Differenz zum Leergewicht des Trichters kann die Auswaage an Niederschlag bestimmt werden. Nach jeder Bestimmung muss das Leergewicht des Trichters neu ermittelt werden. Den Niederschlag kann man durch vorsichtiges Abheben des Kochens mit der Spatel entfernen, verbleibende Reste löst man durch Befeuern mit einigen ml konz. HCl.

Aus dem Ergebnis für die erste Bestimmung – die nur einen Richtwert für die Nickelkonzentration liefern soll – kann die richtige Reagenzmenge für die nachfolgenden Analysen ermittelt werden. Der Reagenzüberschuss sollte 20-50% betragen.

Reagens: 1%ige alkoholische Lösung = 1g Diazetylloxim in 100ml Lösung.
Auswaage max. 200mg.

Zu beachtende Fehlerquellen:

Der Niederschlag ist in siedendem Wasser und besonders in Alkohol etwas löslich => der Niederschlag soll daher noch warm (handwarm) abfiltriert und mit warmem Wasser gewaschen werden.

Bei unzureichender Menge an Fällungsreagens bzw. bei falschem pH-Wert kann die Fällung unvollständig sein => daher in der saftesten Lösung unbedingt auf Vollständigkeit der Fällung prüfen. Dies kann durch Kontrolle und eventueller Nachjustierung des pH-Wertes bzw. durch erneute Zugabe von Fällungsreagens erfolgen, sollte sich dabei ein Niederschlag bilden so war die Fällung unvollständig.

Diazetylloxim bildet in saurem Milieu auch mit Palladium einen kanarigen Niederschlag. In ammoniakalischem Milieu entsteht mit zweiseitigem Eisen eine rote Lösung und mit Wismut ein gelber Niederschlag.

EINFÜHRUNG IN DIE QUANTITATIVE ANALYSE

SEITE 10

Videos zur korrekten Durchführung von Arbeitsschritten

Computer-unterstützter Einführungstest

Besprechungen: für den Erhalt einer Probe ist ein Leistungsnachweis über die für die Durchführung notwendigen theoretischen bzw. praktischen Kenntnisse zu erbringen

LVA 164.249 Quantitatives Analytisches Praktikum

2 Besprechungen zu jeweils etwa 10-15 Minuten

➡ zu großer Zeitbedarf ➡ Multiple-Choice Test



Einführungstest

Upload und Korrektur von Protokollen

Abbruch Änderungen speichern

Studierende(r) Matthias Gerhardus Platznummer 07
e0925624 Gruppe B
matthiasgerhardus@gmx.at

Vorbesprechungen | Test Nasschemie | Analysenproben | Statistische Auswertung | Anmerkungen | **Protokolle**

Abgabedatum	Probe	Dateiname	Status	Anmerkungen
17.Nov.2010 10:26:34	Calcium/Magnesium	Komplexometrie_GERHARDUS_MATTHIAS.pdf	OK	
26.Nov.2010 10:48:23	Phosphorsäure	Phosphorbestimmung_GERHARDUS_MATTHIAS.pdf	OK	
26.Nov.2010 11:21:32	Nickel	Gewimetriche_Nickelbestimmung_GERHARDUS_MATTHIAS.pdf	mangel/fehlerhaft	bei Angabe des E...
01.Dez.2010 17:34:46	Eisen	Gewimetriche_Eisenbestimmung.pdf	OK	
01.Dez.2010 17:41:11	Chrom	Oxidimetrie_GERHARDUS_MATTHIAS.pdf	gelöscht	
01.Dez.2010 17:42:04	Chrom	Oxidimetrie_GERHARDUS_MATTHIAS.pdf	OK	
01.Dez.2010 17:51:26	Kalium/Natrium	Natriumbestimmung_GERHARDUS_MATTHIAS.pdf	gelöscht	
01.Dez.2010 17:51:29	Kalium/Natrium	Natriumbestimmung_GERHARDUS_MATTHIAS.pdf	gelöscht	
01.Dez.2010 17:51:52	Kalium/Natrium	Natriumbestimmung_GERHARDUS_MATTHIAS.pdf	OK	
01.Dez.2010 17:52:48	Messdateneuswertung	QA2reg_GERHARDUS_MATTHIAS.pdf	OK	welches Konfiden...
01.Dez.2010 17:53:05	Messdateneuswertung	QA2test_GERHARDUS_MATTHIAS.pdf	OK	
02.Dez.2010 20:36:16	Photometrie	Proteinanalyse.docx	gelöscht	
03.Dez.2010 07:57:56	Photometrie	Proteinanalyse.docx	gelöscht	
03.Dez.2010 07:58:01	Photometrie	Proteinanalyse.docx	OK	

Beurteilung Test Nasschemie erfolgreich absolviert ja Details dazu Gesamtpunkte 14.50

Zahl der negativen Besprechungen 0
Zahl der fehlerhaften Protokolle 1
Zahl der Wiederholungen 0

Zeugnisnote sehr gut

Report-Generator

Reportgenerator
Report erzeugen

Matrikelnummer
 Name
 Platznummer
 Gruppe
 Wiederholungen
 mangelhafte Protokolle

Nasschemie-Test
 alle Besprechungen
 nur negative Besprechungen
 offene/fehlerhafte Proben
 nicht angesehene Protokolle
 Abweichungen der Analysen

Anmerkungen
 letzte Aktivität
 Gesamtpunkte
 Zeugnisnote

Auswertung für
 Gruppe A
 Gruppe B

164.249

Matrikel	Name	Platz	nicht angesehene Protokolle
e0925838	Ritter Viktoria	32	
e0725450	Rückemann Melanie	33	
e0826865	Schaub Julia	34	
e0828413	Schermann Christoph	35	Phosphorsäure, Photometrie
e0925971	Schrotshamer Sabrina	36	
e0653704	Schwarz Markus	37	
e0928049	Scotland Juri	38	Kalium/Natrium, Photometrie, Phosphorsäure
e0927162	Seifried Marco	39	
e0727850	Stanisavjevic Svetlana	40	
e0926235	Steindl Johannes	41	
e0725215	Stelzl Julia	42	
e0925807	Stepan Thomas	43	
e0826868	Trinkl Lukas	44	
e0927445	Veiter Lukas	45	
e0926878	Wagner Charlotte	46	
e0535059	Werchota Mark	47	
e0926064	Yazgan Mete	48	

Ausblick

Verwendung der verbliebenen Stud.Ass-Stunden

- Erweiterung der Arbeitsunterlagen
- Ausarbeitung weiterer Test-Fragen

Zusammenfassung

- | | |
|-----------------------------|--------------------------|
| TU-Studienbibliothek | Kursmanager |
| • Lehrmaterial / Unterlagen | • Verwaltung von Proben |
| • Abgabe von Ergebnissen | • Einführungstest |
| • Upload von Protokollen | • Upload von Protokollen |
- Studenten: bessere Vorbereitung, mehr „Laborzeit“
 - Assistenten: intensivere Betreuung möglich