

Warum das Ganze?

Sehr viele analytische Bestimmungen mit allen möglichen (Groß-)Geräten sind nur möglich, weil zusätzlich zur Probe auch Kalibrierlösungen eines Analyts (X) mit bekannten Gehalten mit dem Gerät untersucht werden. Beispiele:

| Gerät (von klein nach groß sortiert) | Signal/Messwert |
|--|--|
| Pyknometer, Aräometer | Dichte |
| Fotometer | Absorbanz |
| Chromatograph (z.B. HPLC) | Peakfläche |
| Spektroskop (z.B. Atomabsorptionsspektrometer) | Absorbanz, Transmission, diverse Einheiten („units“) |

Zwischen dem Gehalt (Konzentration, Massenanteil) und dem Signal gibt es zumindest in einem gewissen Bereich häufig einen linearen Zusammenhang.

Mithilfe des Kalibrierdiagramms und dem Messsignal, das eine Probe mit unbekanntem Gehalt an Analyt liefert, kann man den Gehalt des Analyts in der Probe bestimmen, beispielsweise graphisch:

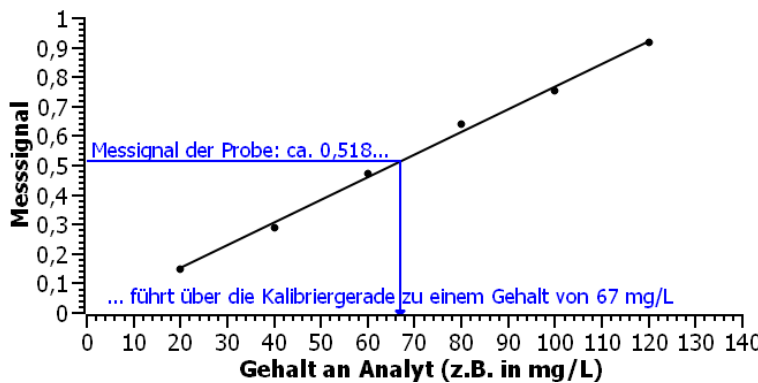


Abb.1: typische Kalibriergerade (mit graphischer Bestimmung des Gehalts der Probe)

Die einzelnen Kalibrierlösungen sind typischerweise gleichmäßig über den Kalibrierbereich verteilt, im Beispiel oben mit einer Schrittweite von 20 mg/L. Sie werden alle aus derselben Stammlösung (Konzentrat) durch gezieltes Verdünnen angesetzt. Somit handelt es sich also um eine klassische Verdünnungsaufgabe: Das jeweils erforderliche Volumen der Stammlösung wird mit einer oder mehreren Vollpipetten entnommen und in einem Messkolben auf das geforderte Zielvolumen verdünnt.

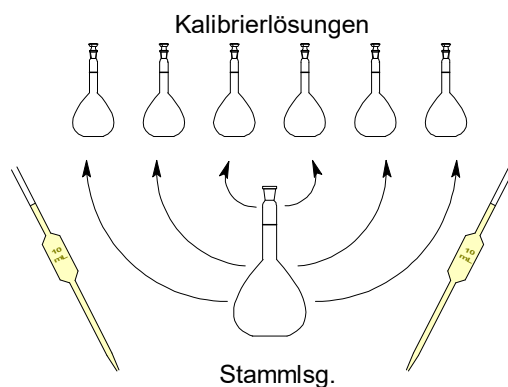


Abb. 2: Herstellung von Kalibrierlösungen aus einer Stammlsg.

Manchmal ist es auch so, dass die Stammlösung selbst auch als Kalibrierlösung genutzt wird. Sie muss dann natürlich die konzentrierteste Kalibrierlösung sein, denn die anderen werden daraus ja durch Verdünnung hergestellt. Ob die Stammlösung selbst auch eine Kalibrierlösung ist, hängt von der Aufgabenstellung ab. Diese muss genau gelesen werden. Ist darüber keine Information enthalten, kann man sich selber aussuchen, ob man eine separate Stammlsg. ansetzt, oder ob sie Bestandteil der Kalibrierlösungen ist.

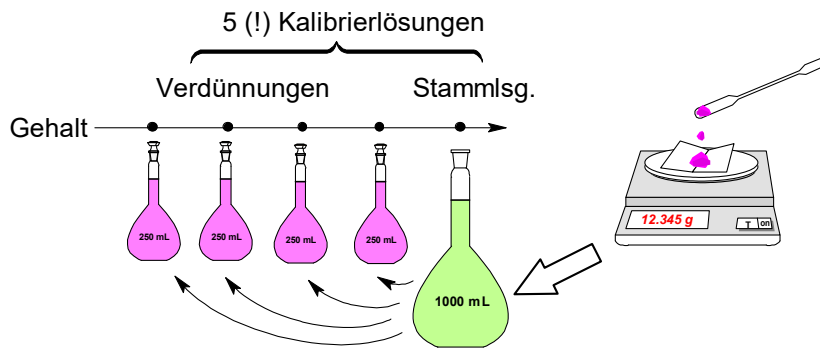


Abb. 3. Situation, wenn die Stammlösung zu den Kalibrierlösungen gehört. Die Stammlsg. kann z.B. aus einem Feststoff hergestellt werden.

Man will in jedem Fall selber als Laborant(in) festlegen, welche Volumina der Stammlösung in die Messkolben zur Verdünnung überführt werden sollen, denn nicht jedes Volumen lässt sich geschickt pipettieren. So sind bei Vollpipetten nur bestimmte Volumina üblich: (1 mL), (2 mL), 5 mL, 10 mL, 20 mL, 25 mL, 50 mL. Es muss berechnet werden, welchen Gehalt eine Stammlösung haben muss, damit man mit den gewünschten Transfervolumina (Pipettenvolumina) alle Kalibrierlösungen herstellen kann.

Beispielaufgabe und Rechenschema

- Aus einer Eisen(III)-chlorid-Stammlösung (FeCl_3) sollen 5 Kalibrierlösungen mit jeweils 50 mL hergestellt werden. Die benötigten Konzentrationen sollen den Bereich bis $\beta(\text{Fe}^{3+}) = 75 \text{ mg/L}$ gleichmäßig abdecken. Das Herstellen der Kalibrierlösungen soll mit 5 mL-Vollpipetten (oder Vielfache davon: 10 mL, 20 mL, 25 mL) erfolgen. Welche Konzentration $\beta(\text{FeCl}_3)$ in mg/L muss die Stammlösung haben und wie werden die einzelnen Verdünnungen daraus hergestellt?
- Wie wird die Stammlösung aus Eisen(III)-chlorid-Hexahydrat angesetzt, wenn man ein kleine Volumenreserve einplant?

TEILAUFGABE a)

Schritt 1: Festlegen der Gehalte der Kalibrierlösungen

5 Lösungen sollen gleichmäßig bis $\beta(\text{Fe}^{3+}) = 75 \text{ mg/L}$ verteilt werden. d.h. die Lösungen unterscheiden sich um die Schrittweite $75 \text{ mg/L} : 5 = 15 \text{ mg/L}$. \Rightarrow

Gehalte $\beta(\text{Fe}^{3+})$ der 5 Kalibrierlösungen: 15 mg/L, 30 mg/L, 45 mg/L, 60 mg/L und 75 mg/L.

Schritt 2: Bestimmung des kleinsten pipettierbaren Volumens und welche Gehaltsänderung durch das Pipettieren dieses Volumens ergeben soll.

Das kleinste pipettierbare Volumen ist 5 mL. Pipettiert man dieses Volumen, so muss sich eine Gehaltsänderung von 15 mg/L (= Schrittweite) ergeben. Pipettiert man 1 mal 5 mL, so ergibt sich ein Gehalt von 15 mg/L, 2 mal 5 mL (10 mL) ergibt 30 mg/L.

Schritt 3: Berechnung des erforderlichen Gehalts der Stammlösung (z.B. mithilfe der Verdünnungsformel)

$$\underbrace{\beta_1 V_1}_{\text{Verdünnung}} = \underbrace{\beta_2 V_2}_{\text{Konzentrat}} \Rightarrow \beta_2 = \frac{\beta_1 V_1}{V_2} \Rightarrow \beta_2 = \frac{15 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \cdot 50 \text{ mL}}{5 \text{ mL}} = 150 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

Selbstverständlich kann man auch mit den anderen Kalibrierlösungen prüfen, dass derselbe Gehalt für die Stammlösung resultiert. Das muss ja auch so sein, weil ja alle Kalibrierlösungen aus derselben Kalibrierlösungen hergestellt werden sollen. Pipettiert man z.B. 3 mal 5 mL (=15 mL) Konzentrat, so soll ja 45 mg/L resultieren. Also:

$$\underbrace{\beta_1 V_1}_{\text{Verdünnung}} = \underbrace{\beta_2 V_2}_{\text{Konzentrat}} \Rightarrow \beta_2 = \frac{\beta_1 V_1}{V_2} \Rightarrow \beta_2 = \frac{45 \frac{\text{mg}}{\text{L}} \cdot 50 \text{ mL}}{15 \text{ mL}} = 150 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$$

Schritt 4: Zusammenfassende Angabe der Herstellung der einzelnen Kalibrierlösungen

- Kalibr_I: 5 mL Stammlsg. in einen 50 mL-Messkolben pipettieren und bis zur Marke mit H₂O auffüllen.
- Kalibr_II: 10 mL (2 mal 5 mL) in einen 50 mL-Messkolben pipettieren und bis zur Marke mit H₂O auffüllen.
- Kalibr_III: 15 mL (3 mal 5 mL) in einen 50 mL-Messkolben pipettieren und bis zur Marke mit H₂O auffüllen.
- Kalibr_IV: 20 mL (4 mal 5 mL) in einen 50 mL-Messkolben pipettieren und bis zur Marke mit H₂O auffüllen.
- Kalibr_V: 25 mL (5 mal 5 mL) in einen 50 mL-Messkolben pipettieren und bis zur Marke mit H₂O auffüllen.

TEILAUFGABE b)

Schritt 1: Zusammenzählen des benötigten Volumen an Stammlösung und Aufrundung

$$5 \text{ mL} + 10 \text{ mL} + 15 \text{ mL} + 20 \text{ mL} + 25 \text{ mL} = 75 \text{ mL}$$

Mit Reserve werden 100 mL hergestellt, denn das ist eine übliche Messkolbengröße.

Schritt 2: Berechnung des erforderlichen Portion Ausgangsstoff

Hier kann ich Ihnen kein allgemein gültigen Rechenweg geben, denn je nach Ausgangsstoff sind verschiedene Rechnungen durchzuführen. Das müssten Sie aber alles schon können!

Hier: Da die Lösung 150 mg/L Fe³⁺ enthält, sind in den 100 mL 15 mg Fe³⁺ enthalten. Da sind ca. 0,0002685765 mol Fe³⁺. Diese Stoffmenge ist auch in 0,0002685765 mol FeCl₃·6H₂O enthalten, denn jedes FeCl₃·6H₂O-Teilchen enthält 1 Fe³⁺. Da sind ca. 0,07259 g, gerundet also **72,6 mg FeCl₃·6H₂O**. Diese Masse wird in einen 100 mL-Messkolben gelöst.

Berechnen Sie selber alle entsprechenden Verdünnungsaufgaben auf dem Aufgabenblatt (Verdünnungsaufgaben aus dem Laboralltag): [Link zum Aufgabenblatt](#).