

Musterlösungen zu quantitativen Verfahren in der Chromatographie - Biolaboranten

1.1

Dreisatz: 13,78 ng/mL

$$f = \frac{\text{Gehalt}}{\text{Signaleinheiten}}$$

$$f = \frac{\text{Gehalt}}{\text{Signaleinheiten}} = \frac{16,49 \frac{\text{ng}}{\text{mL}}}{17184 \text{ AU}} \approx 9,6 \cdot 10^{-4} \frac{\text{ng}}{\text{mL} \cdot \text{AU}} \quad \beta = f \cdot A \approx 9,6 \cdot 10^{-4} \frac{\text{ng}}{\text{mL} \cdot \text{AU}} \cdot 14357 \text{ AU} \approx 13,78 \frac{\text{ng}}{\text{mL}}$$

2.1

Wächst der Gehalt um 7,5 mg/L, so nimmt das Signal um 2037 AU (=19186 AU – 17149 AU) zu. Eine Zunahme von 1752 AU (=18901 - 17149 AU) entspricht also einem Zuwachs von 6,45066 mg/L. Der Gehalt der eingespritzten Probe beträgt also ca. 36,45 mg/L.

3.1

3.1 a) Z wird empfindlicher detektiert, da ein kleinerer Gehalt ausreicht, um dieselbe Fläche (1000 AU) zu erzeugen.

$$3.2 \text{ b) } RF = \frac{\text{Signalfläche}}{\text{Gehalt}} = \frac{A}{X}$$

5.1

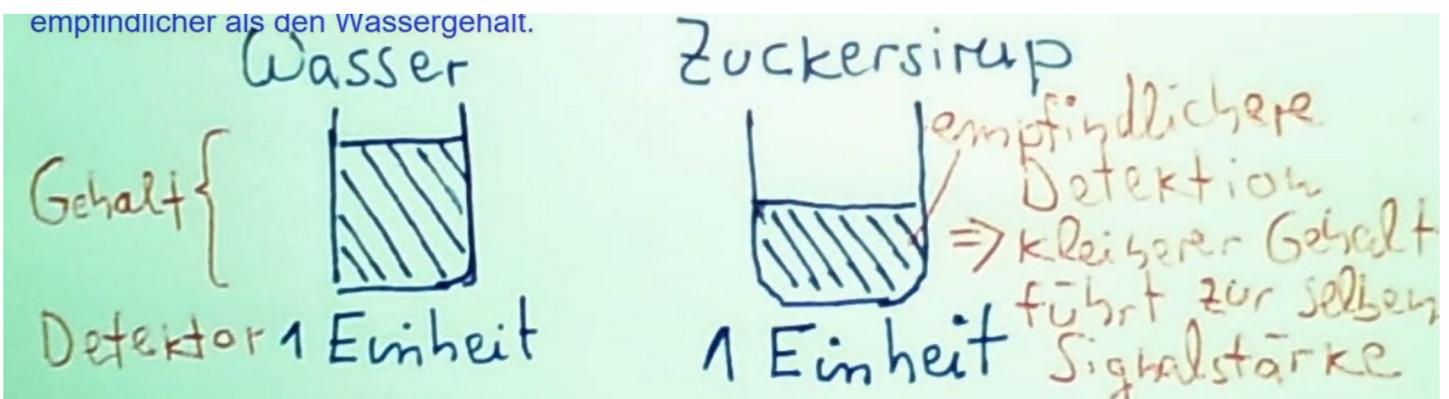
5.1a)

45 Liter Wasser \cong 210 Einheiten Wasserx Liter Zuckersirup \cong 160 Einheiten Zuckersirup $\Rightarrow x \approx 34,286$ Liter.

5.1b)

Dies ist nur eine grobe Schätzung, da es sich um unterschiedliche Stoffe handelt, die vom Detektor (Waage) nicht gleich empfindlich detektiert werden.

Da die Dichte von Zuckersirup höher ist, entspricht 1 Einheit beim Wiegen, einem kleineren Zuckersirupgehalt (Volumen) als beim Wasser. Die Waage detektiert also den Zuckersirupgehalt empfindlicher als den Wassergehalt.



5.1.c)

$$RF_{\text{Wasser}} = \frac{\text{Signal}}{\text{Gehalt}} = \frac{160 \text{ Einheiten}}{30 \text{ Liter}} = 5,333 \frac{\text{Einheiten}}{\text{Liter}} \quad RF_{\text{ZS}} = \frac{\text{Signal}}{\text{Gehalt}} = \frac{128 \text{ Einheiten}}{21 \text{ Liter}} = 6,095 \frac{\text{Einheiten}}{\text{Liter}}$$

$$\frac{RF_{\text{Wasser}}}{RF_{\text{Zuckersirup}}} = \frac{5,333 \frac{\text{Einheiten}}{\text{Liter}}}{6,095 \frac{\text{Einheiten}}{\text{Liter}}} \approx 0,875$$

Das Ergebnis der Schätzung muss noch mit 0,875 multipliziert werden (da es noch zu hoch ist)..

$$\text{Zuckersirupgehalt} = 34,286 \text{ Liter} \cdot 0,875 \approx 30,000 \text{ Liter}$$

5.1d)

Das Ergebnis wird dadurch nicht beeinflusst, da die Veränderung des Messergebnisses sowohl den Zuckersirup als auch das Wasser in gleichem Ausmaß, d.h. um den selben Faktor, betrifft.

5.2

X = Zuckersirup S = Wasser

5.3

$$\frac{\text{Gehaltverhältnis}(X/S) \text{ in Probe}}{\text{Signalverhältnis}(X/S) \text{ in Probe}} = \frac{\text{Gehaltverhältnis}(X/S) \text{ in Referenz}}{\text{Signalverhältnis}(X/S) \text{ in Referenz}}$$

$$\frac{\frac{x}{45 \text{ L}}}{\frac{160 \text{ E}}{210 \text{ E}}} = \frac{\frac{21 \text{ L}}{30 \text{ L}}}{\frac{128 \text{ E}}{160 \text{ E}}} \Rightarrow x = 30,00 \text{ L}$$

5.5 (Interner Standard als Einpunktkalibrierung)

a) Ermitteln Sie aus nun aus den Peakflächen der Probelösung das Volumen des Analyten als „Isoduroläquivalent“ (als ob es Isodurool wäre).

$$21048 \sim x$$

$$18433 \sim 0,5 \mu\text{L} \quad x = 0,5709325666 \mu\text{L Isodurool-Äquivalente}$$

b) Rechnen Sie in das Xylenvolumen um. Welche Größe benötigen Sie hierfür?

Volumen an Xylen in Referenzlösung: 1,75 μL

$$MF = \frac{\text{Gehalt}(X) \cdot \text{Signal}(S)}{\text{Signal}(X) \cdot \text{Gehalt}(S)} = \frac{1,75 \mu\text{L} \cdot 16072 \text{ AU}}{22035 \text{ AU} \cdot 0,5 \mu\text{L}} \approx 2,5528477$$

$$V(X) = 2,5528477 \cdot 0,5709325666 \mu\text{L} \approx 1,457503889 \mu\text{L}$$

c) Berechnen Sie die Volumenkonzentration in der Probe.

$$\varphi(X) = V(X)/V(\text{Lsg.}) = 1,457503889 \mu\text{L} / 250 \mu\text{L} \approx 0,00583 \cong 0,583\%$$

Alternative Berechnung mit vorgefertigter Formel: X: Analyt, S: Standardsubstanz

$$\frac{\text{Gehaltverhältnis}(X/S) \text{ in Probe}}{\text{Signalverhältnis}(X/S) \text{ in Probe}} = \frac{\text{Gehaltverhältnis}(X/S) \text{ in Referenz}}{\text{Signalverhältnis}(X/S) \text{ in Referenz}}$$

$$\frac{\frac{x}{0,5\mu L}}{\frac{21048}{18433}} = \frac{\frac{1,75\mu L}{0,5\mu L}}{\frac{22035}{16072}} \Rightarrow x = 1,457503889\mu L$$