

# **Instrumentelle Analytik**

## Praktikumsordnung für das SS 2009

### *1. Eingangsvoraussetzungen und Anmeldung*

Die Anmeldung zum Praktikum setzt die bestandene Diplom-Vorprüfung voraus. Die Anmeldung findet bei der Informationsveranstaltung zum organisatorischen Ablauf des Praktikums am 14.04.2009 um 16 Uhr c.t. in Hörsaal 1 oder 2 statt. Wenn die Diplom-Vorprüfung erst nach Ablauf der ersten vier Semesterwochen vollständig abgelegt sein wird, kann in Ausnahmefällen unter Vorbehalt mit dem Praktikum begonnen werden (Nachweis über die vollständig bestandene Diplom-Vorprüfung spätestens bis zum 08.05.2009).

### *2. Ziel des Praktikums*

Aufbauend auf den im Grundstudium erworbenen Kenntnissen sollen die physikalischen Grundlagen moderner instrumentell-analytischer Verfahren in der Chemie vermittelt werden. Mit der Durchführung ausgewählter Versuche soll die Anwendung analytischer Methoden in der Praxis eingeübt werden. Dabei soll vor allem die Beurteilung einzelner Analysemethoden hinsichtlich ihrer Aussagekraft bei unterschiedlichen Fragestellungen im Vordergrund stehen.

### *3. Durchführung des Praktikums*

Das Praktikum besteht aus drei Teilen. Der erste Teil beschäftigt sich mit den physikalischen Grundlagen instrumentell-analytischer Methoden. Er wird im SS 2009 im Rahmen der Bachelorveranstaltung BCh 4.3 (Physikalische Chemie IV – Spektroskopie) durchgeführt.

Im zweiten Teil wird die Analytik von Molekülverbindungen behandelt. Er wird im SS 2009 im Rahmen der Bachelorveranstaltung BCh 4.2 (Methoden der Strukturaufklärung und Stofftrennung) durchgeführt. Zusätzlich muss ein zweiwöchiges Praktikum im Anschluss an die Vorlesungszeit erfolgreich absolviert werden.

Der dritte Teil behandelt die Analytik von Feststoffen. Er wird im SS 2009 nach gesondertem Zeitplan durchgeführt.

Der Stoff wird durch Vorlesungen, Seminare und praktische Übungen vermittelt.

Die Vorlesungen zur Veranstaltung BCh 4.3 finden dienstags von 8.00 bis 10.00 Uhr im Hörsaal PC statt. Die dazugehörigen Seminare finden freitags von 11.00 bis 13.00 Uhr statt.

Die Vorlesungen und Seminare zur Veranstaltung BCh 4.2 finden mittwochs von 8.00 bis 10.00 Uhr im Hörsaal 1 oder R. 1.104 und freitags von 8.00 bis 10.00 Uhr im Hörsaal 2 statt. Die Vorlesungen zum Teil Analytik von Festkörpern finden montags und mittwochs von 11.15 bis 13.00 Uhr in Hörsaal 2 statt. Die Seminare und praktischen Übungen finden in der Regel in der Zeit von 14.00 bis 18.00 Uhr statt (s. Zeitplan). (Die Termine der Veranstaltungen werden jeweils rechtzeitig bekannt gegeben. Grundsätzlich können jedoch kurzfristige Verschiebungen einzelner Veranstaltungen erfolgen.)

Zusätzlich werden Tutorien angeboten, die als Vorbereitung von Vorlesungen, Seminaren und Übungen der Wiederholung von Stoff dienen, der im Grundstudium bzw. in vorangegangenen Veranstaltungen des Praktikums vermittelt wurde. Die Teilnahme an den Tutorien ist freiwillig.

#### *4. Anwesenheitspflicht*

Die regelmäßige Teilnahme an den Vorlesungen, Seminaren und Übungen ist Voraussetzung für die erfolgreiche Durchführung des Praktikums. Bei Abwesenheit muss nachgewiesen werden, dass dafür ein wichtiger Grund vorlag (bei Krankheit Attest). Darüber hinaus muss in einem solchen Fall in geeigneter Form nachgewiesen werden, dass der in der verpassten Veranstaltung behandelte Stoff beherrscht wird.

#### *5. Aufgaben*

Die in den Teilbereichen "Physikalische Grundlagen", "Analytik von Feststoffen" und "Analytik von Molekülverbindungen" zu erledigenden Aufgaben werden von den Praktikumsleitern für jeden Teil einzeln festgelegt (s. Anhänge G, F, M).

#### *6. Leistungsnachweis*

Der Leistungsnachweis über die erfolgreiche Teilnahme am Praktikum setzt die vollständige Erledigung aller Praktikumsaufgaben voraus. Er erfolgt durch Nachweis der erworbenen Kenntnisse in drei Klausuren, die jeweils den Stoff eines Praktikumsteils behandeln. Der Nachweis gilt als erbracht, wenn alle drei Klausuren bestanden wurden. Bei Nichtbestehen einer Klausur besteht die Möglichkeit, diese bis zum Ende des Semesters einmal zu wiederholen.

Sollte der Leistungsnachweis bis zum Ende des SS 2009 (30.09.2009) nicht (vollständig) erbracht sein, müssen im WS 2009/10 die Praktikumssteile wiederholt werden, die nicht bestanden wurden. Dabei liegt es im Ermessen der jeweiligen Praktikumsleiter, je nach

Kenntnisstand der/des Studentin/en die Wiederholung einzelner Praktikumsaufgaben zu erlassen bzw. diese durch geeignete andere Aufgaben zu ersetzen.

## **Anhang G: Aufgaben im Seminar/Praktikumteil "Physikalisch-Chemische Grundlagen"**

Aufgabe des Vorlesungsteils "Physikalisch-chemische Grundlagen" ist, aufbauend auf den Kenntnissen der Quantenmechanik das theoretische Basiswissen analytischer, spektroskopischer Verfahren zu vermitteln. Zusätzlich werden ausgewählte experimentelle Methoden besprochen.

Im SS 2009 wird dieser Praktikumsteil im Rahmen der Bachelor-Veranstaltung BCh 4.3 (Physikalische Chemie IV – Spektroskopie) durchgeführt. Alle Regelungen zur Erbringung des Leistungsnachweises, die für Bachelorstudent(inn)en gelten, gelten auch für Diplomstudent(inn)en, die die Veranstaltung BCh 4.3 als Äquivalenzveranstaltung zum entsprechenden Teil des Praktikums Instrumentelle Analytik besuchen.

Der Leistungsnachweis wird in Form einer Klausur erbracht. Geplante Klausurtermine sind Montag, 27.07.2009 und Montag, 14.09.2009. Zur Vorbereitung auf die Klausur werden wöchentlich vorlesungsbegleitende und -vertiefende Übungen ausgegeben. Die bearbeiteten Lösungen sind in der Folgewoche vor der Veranstaltung abzugeben. Die Lösungen der Aufgaben werden dann in den Seminaren (freitags 11-13 Uhr) besprochen.

## **Anhang M: Aufgaben im Praktikumsteil „Analytik von Molekülverbindungen“**

Der theoretische Teil (Vorlesung und Seminare) des Praktikumsteils „Analytik von Molekülverbindungen“ wird im SS 2009 im Rahmen der Bachelor-Veranstaltung BCh 4.2 (Methoden der Strukturaufklärung und Stofftrennung) durchgeführt. Für diesen Teil gelten die gleichen Regeln wie für Bachelorstudent(inn)en.

Zusätzlich muss ein zweiwöchiges Praktikum zur Stofftrennung und Analyse absolviert werden. Dieses findet statt in der Zeit vom 27.07., 14.00 Uhr (Platzvergabe) bis 07.08.2009. Im Rahmen dieses Praktikumsteils müssen folgende Aufgaben komplett erledigt werden:

- **Demonstration** von **Spinworks**
- **Demonstration** der **UV-Vis-** und **IR-Spektroskopie**
- **Demonstration** einer Trennung per **Säulenchromatographie** an Kieselgel
- **Demonstration** der **Massenspektrometrie** und **Demonstration** der **NMR-Spektroskopie** mit Anfertigung eines **gemeinsamen Protokolls** (NMR, MS; im Rahmen von BCh 4.2)
- **Trennung** eines Zweistoffgemisches per Säulenchromatographie, Analyse der Substanzen per  $^1\text{H}$ -,  $^{13}\text{C}$ -NMR- und Infrarot- und UV/Vis-Spektroskopie, Massenspektrometrie und Anfertigung eines **Protokolls**
- **Trennung** eines Dreistoffgemisches per Säulenchromatographie, Analyse der Substanzen per  $^1\text{H}$ -,  $^{13}\text{C}$ -NMR- und Infrarotspektroskopie, Massenspektrometrie und Anfertigung eines **Protokolls**
- **Bestimmung** einer unbekanntenen Substanz anhand diverser Spektren und Anfertigung eines **Protokolls**

Das Praktikumlabor ist von Dienstag, den 28.07. bis Freitag, den 07.08.2009 durchgehend von **9.00 – 18.00** Uhr geöffnet.

Die anzufertigenden Protokolle sind bei der/beim zuständigen Assistentin/en abzugeben (zu Inhalt und Form der Protokolle wird zu Beginn des Praktikums ein Musterprotokoll ausgegeben). Jedes **Protokoll** wird maximal **dreimal** vom Betreuer korrigiert. Bereits die erste Abgabe eines jeden Protokolls muss in Form und Stil dem **Musterprotokoll** entsprechen. Die vorherigen Abgaben des Protokolls müssen zusammen mit der korrigierten Version abgegeben werden. Dabei tragen die Praktikanten dafür Sorge, dass die Assistenten eine

angemessene Zeit zur Korrektur haben (mindestens 1+x Werktage (x hat ein positives Vorzeichen!!)). **Protokolle** müssen **sofort** nach **Beendigung** der zugehörigen praktischen Arbeiten angefertigt werden, d.h. nach dem ersten Versuch wird unmittelbar das dazugehörige Protokoll angefertigt. Nach dem 07.08.2009 können die Protokolle von Montag, den 10.08.2009 bis einschließlich Montag, den 17.08.2009 werktags jeweils von **14:00 bis 15:00 Uhr** im **Assistenten-Zimmer** abgegeben und abgeholt werden. Um zum ersten Klausurtermin zugelassen zu werden, müssen alle Protokolle spätestens am **Montag, den 17.08.2009 (15.00 h)** in geeigneter Form vorhanden sein. Werden dann noch säumige Protokolle am Freitag, den 21.08.2009 bei Prof. Waldvogel (7.00-9.00 h) abgegeben und entsprechen inhaltlich und in der Form den Anforderungen ohne weitere Nachbesserungen, so kann die Teilnahme an der zweiten Klausur erteilt werden.

Wiederholer des molekülchemischen Teils oder Teilnehmer, denen der praktische Teil aufgrund von Vorleistungen an anderen Universitäten erlassen worden ist, bearbeiten lediglich theoretische Aufgaben. Diese umfassen die Bestimmung von **sechs** unbekannt Substanzen anhand ihrer Spektren. Zu jeder Substanz muss ein **Protokoll** angefertigt werden. Die Substanzdaten können **nur** in den **ersten 5 Praktikumstagen** (spätestens Freitag, den 31.07.2009) im Computerraum des IA-Praktikums bearbeitet werden, danach sind die Computer für Wiederholer gesperrt.

Alle **Praktikumsaufgaben** müssen **positiv** attestiert worden sein, um zur **Abschlussklausur** zugelassen zu werden. Voraussichtliche Klausurtermine sind Freitag, 21.08.2009 und Mittwoch, 30.09.2009.

## **Anhang F: Aufgaben im Praktikumsteil „Analytik von Feststoffen“**

### **I. Kristallografie**

1. Aufnahme des Pulverdiffraktogramms einer unbekanntes Substanz  
(Kristallsystem: kubisch, tetragonal oder hexagonal/trigonal)
2. Bestimmung der  $2\theta$ - bzw. d-Werte (computerunterstützt)
3. Indizierung des Diffraktogramms („zu Fuß“)
4. Identifizierung der Substanz anhand der ICDD-Datenbank
5. Bestimmung der Struktur einer AB-Verbindung durch Berechnung von Struktur-  
faktoren zweier möglicher Strukturtypen und Vergleich mit gemessenen Intensitäten
6. Suche der Strukturdaten der in 4. identifizierten Substanz in der ICSD-Datenbank
7. Visualisierung (Diamond) und Diskussion der Kristallstruktur

### **II. Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)/ Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX)**

1. Vollständige Symmetrie- und Metrikbestimmung eines Kristalls anhand eines Satzes  
von TEM-Aufnahmen
2. Identifizierung durch Datenbankrecherche

### **III. Schwingungsspektroskopie**

1. Aufnahme des Ramanspektrums einer unbekanntes Substanz, die eine komplexe  
Baugruppe enthält
2. Berechnung der Erwartungsspektren für zwei verschiedene Geometrien anhand der  
 $A_xB_y$ -Formel der komplexen Baugruppe
3. Bestimmung der Lagesymmetrie der komplexen Baugruppe in der Substanz anhand  
des ICSD-Eintrags
4. Bestimmung der möglichen Lagegruppensplittings
5. Diskussion der Spektren
6. Bearbeitung von theoretischen Aufgaben

#### IV. Magnetochemie

1. Durchführung einer Suszeptibilitätsmessung einer paramagnetischen Substanz nach der Gouy-Methode
2. Bestimmung der magnetischen Suszeptibilität und Berechnung der Anzahl ungepaarter Elektronen
3. Recherche der Literaturdaten, Diskussion der Ergebnisse
4. Bearbeitung von theoretischen Aufgaben

#### V. Festkörper-Kernresonanzspektroskopie

1. Bestimmung von Abschirmungstensoren aus MAS-Spektren
2. Bestimmung von Dipolwechselwirkungen und Atomabständen aus FK-NMR-Spektren

Vor den von den Student(inn)en durchzuführenden Versuchen wird in Form eines Gesprächs mit der/dem jeweiligen Assistentin/en überprüft, ob das zur Durchführung des Versuchs notwendige praktische und theoretische Hintergrundwissen vorhanden ist. Sollte sich dabei herausstellen, dass eine sinnvolle Durchführung des Versuchs nicht möglich ist, muss der Versuch an einem anderen Termin nachgeholt werden.

Zu jeder Praktikumsaufgabe ist von jeder/jedem Studentin/en ein Protokoll anzufertigen, das bei der/beim zuständigen Assistentin/en abzugeben ist (zu Inhalt und Form der Protokolle: s. Anhang Protokolle). Sollte das Protokoll grobe, auf den ersten Blick ersichtliche Mängel aufweisen (z. B. Lose-Blatt-Sammlung, Fehlen aufgenommener Messwerte/Spektren etc.), wird die/der zuständige Assistent/in das Durchsehen des Protokolls verweigern.

Weist das Protokoll Mängel auf, so ist nach Besprechung mit der/dem Assistentin/en eine vollständige, korrigierte Version zu erstellen. Sollte dieses korrigierte Protokoll immer noch nicht den Anforderungen entsprechen, muss das Protokoll vor erneuter Korrektur mit dem Praktikumsleiter (Prof. Beck) besprochen werden.

Die Erledigung aller Praktikumsaufgaben inklusive der Abgabe jeweils eines vollständigen und richtigen Protokolls muss bis zum 25.08.2009 erfolgen. Die/Der jeweilige Assistent(in) bestätigt dies durch Unterschrift auf dem Testatzettel. Das bedeutet explizit, dass die Assistent(inn)en keine Unterschrift zwischen dem 25.08.2009 und 01.09.2009 leisten werden. Die Teilnahme an der Klausur ist nur mit vollständig unterschriebenem Testatzettel möglich.

Student(inn)en, die im WS 2008/09 den Praktikumsteil F wiederholen, erhalten zu jedem Themenkomplex eine individuelle Aufgabe. Diese muss bis zu dem entsprechenden Seminar so bearbeitet werden, dass sie an der Tafel vorgerechnet und erläutert werden kann. Dabei sollen auch weiterführende Fragen zur gestellten Aufgabe beantwortet werden können. Für die Themenbereiche Kristallographie/Röntgenbeugung, Magnetochemie und FK-NMR muss außerdem ein einseitiges Handout vorbereitet werden, das nach dem Seminar in elektronischer Form an die Praktikumssteilnehmer verschickt werden kann. Dieses soll keine Musterlösung enthalten, sondern den Lösungsweg skizzieren und auf die entsprechenden relevanten Hintergründe verweisen. Das Handout ist vor dem Seminar mit der/dem jeweiligen Assistentin/en zu besprechen.

Diejenigen Wiederholer, die ihre Aufgabe aus zeitlichen Gründen nicht oder nicht zufriedenstellend an der Tafel vorrechnen konnten, müssen spätestens zwei Tage später zusätzlich zum Handout eine schriftliche Ausarbeitung bei der/beim jeweiligen Assistentin/en abgeben. Diese Ausarbeitung soll im Sinne einer ausführlichen Musterlösung den kompletten Lösungsweg enthalten.

Die Assistenten quittieren die korrekte Bearbeitung der Aufgaben (an der Tafel oder schriftlich) durch ihre Unterschrift auf dem Laufzettel.

Die Zulassung zur Klausur ist nur mit vollständig unterschriebenem Laufzettel möglich. Die voraussichtlichen Klausurtermine sind Montag, 31.08.2009 und Montag, 21.09.2009.

## **Anhang: Protokolle**

### Sinn

Der Sinn der Protokolle besteht darin, die (korrekte) Durchführung und Auswertung der Versuche zu dokumentieren. Anhand des Protokolls sollte ein(e) andere(r) Chemiker(in) in die Lage versetzt werden, den Versuch nachzuvollziehen und zu den gleichen Ergebnissen zu kommen.

Allgemein ist das Schreiben von Protokollen eine Übung in der schriftlichen Kommunikation mit anderen (Natur-)Wissenschaftler(inne)n, wie sie in der Diplom- und Doktorarbeit sowie in Veröffentlichungen gefordert wird. Dabei sollen logische Gedankengänge mit Hilfe der deutschen und der chemischen (Formel-)Sprache nachvollziehbar dargelegt werden.

### Formales

Protokolle sind als Einheit abzugeben, z. B. in einem Hefter. Die Seiten müssen nummeriert sein.

Protokolle müssen lesbar sein, d. h. die Sätze müssen vollständig sein. Von Hand geschriebene Protokolle müssen ebenfalls eine „Formatierung“ haben. Vor der Abgabe des Protokolls ist dieses nochmals auf Vollständigkeit, Rechtschreibung und Zeichensetzung zu kontrollieren.

Korrigierte Protokolle sind zusammen mit dem/den vorangegangenen Protokoll(en) abzugeben. Korrekturen sind in zusammenhängenden Sinnabschnitten vorzunehmen.

### Strukturierung und Aufbau

Das Protokoll soll folgende Punkte enthalten: Ziel des Versuchs/Aufgabenstellung, theoretischer Hintergrund, verwendete Formeln, Messapparatur, Probenvorbereitung, Messdaten (aufgenommene Spektren etc.), (nachvollziehbarer) Rechenweg, eventuell grafische Auswertung, Ergebnis, Diskussion des Ergebnisses.

Der Inhalt ist in einer logisch aufeinander aufbauenden Weise zu strukturieren. Rechnungen müssen sowohl die allgemeine Formel wie auch alle eingesetzten Werte (mit Einheiten!) enthalten. Ergebnisse sind in vollständigen Sätzen mitzuteilen.

### Tabellen, Diagramme

Tabellen müssen eine Überschrift haben, die Inhalt von Zeilen und Spalten eindeutig bezeichnet.

Diagramme müssen eine Unterschrift haben. Die Achsen von Koordinatensystemen sind zu beschriften, Größen und Einheiten sind anzugeben. Bei der Zeichnung von Hand sind Millimeterpapier und spitzer Bleistift zu verwenden. Geraden werden mit dem Lineal gezogen. Mit dem Computer angefertigte Diagramme sollen in einer Größe ausgedruckt werden, bei der Strichstärke/Punktstärke und dargestellte Funktion in einem sinnvollen Verhältnis zueinander stehen.

Tabellen und Diagramme stehen nicht für sich, ihre Aussage ist im Text zu erläutern mit Bezugnahme auf die entsprechende Tabelle/das entsprechende Diagramm.

### Theoretische Aufgaben

Für die Bearbeitung theoretischer Aufgaben gilt sinngemäß das gleiche wie für die Auswertung von Versuchen. Insbesondere sind die gestellten Aufgaben sowie dazugehöriges weiteres Material (z. B. Spektren) beizuheften.