

Schriftliche Prüfungen

Semesterkurs Analytische Chemie I

Sommer 2011

BSc MATL

Vorname: _____ Name: _____

- Es sind alle Aufgaben zu lösen. Jede Aufgabe wird separat benotet.
- **Zeit: 60 Min.** Teilen Sie sich Ihre Zeit gut ein.
- Es sind alle Hilfsmittel mit Ausnahme von Computern und Telekommunikation erlaubt.
- Unleserliche Texte, unklare Formulierungen oder unsaubere Skizzen können nicht bewertet werden. Bitte bemühen Sie sich um eine saubere Darstellung.
- Beginnen Sie jede Aufgabe auf einem neuen Blatt und schreiben Sie jedes abzugebende Blatt einzeln mit Ihrem Namen und Vornamen an.
- Notizen zwischen den Spektren werden nicht bewertet!
- Dieses Deckblatt ist ausgefüllt abzugeben. Die Aufgabenstellung ist ebenfalls einzureichen.
- Wir bitten Sie um Fairness und wünschen Ihnen viel Erfolg!

Prüfungsaufgabe 1: Spektrenübung 1

Auf den folgenden Seiten finden Sie die IR-, Massen-, ^{13}C -NMR und ^1H -NMR-Spektren der Verbindung **Z29**.

Gehen Sie von einer 5-Ring-Struktur mit $M_r = 129$ aus!

Beachten Sie, dass die Signale im IR bei 1800 und 1700 cm^{-1} zu einem Teil der Struktur gehören, der die gleiche funktionelle Gruppe zweifach enthält.

- a) Ermitteln Sie die Strukturelemente, Summenformel und Doppelbindungsäquivalente der Verbindung **Z29**. Welche spektralen Daten legen Sie Ihrer Auswahl zugrunde? Verwenden Sie für die NMR-Spektren die beigefügte Tabelle.
- b) Leiten Sie aus den gefundenen Strukturelementen die Konstitution von **Z29** her.
- c) Ordnen Sie **in der beigefügten Tabelle** alle Signale in den NMR-Spektren soweit möglich zu.

Vorname:

Name:

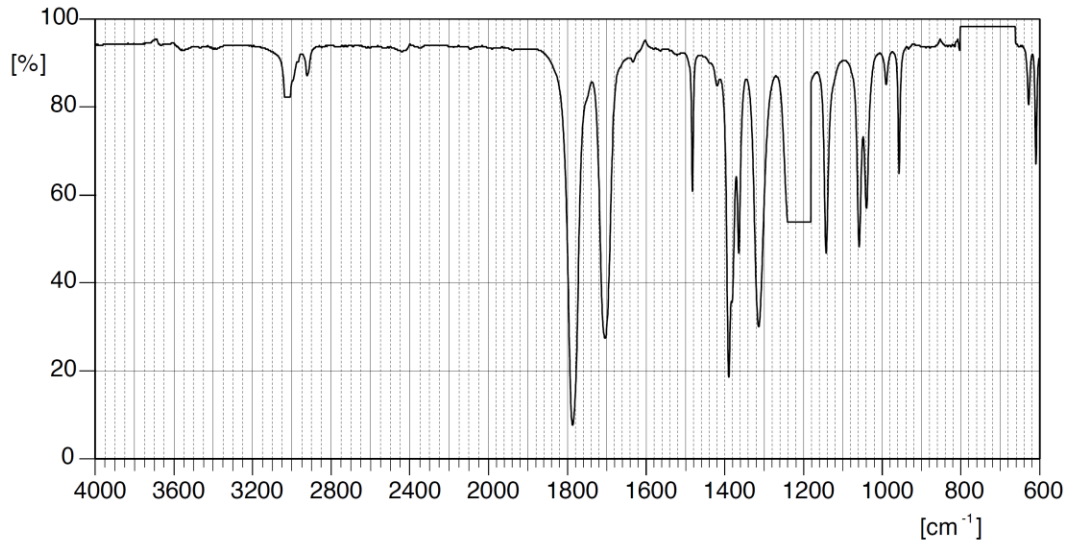
**zu Prüfungsaufgabe 1: Spektrenübung 1 a) und c) $^1\text{H-NMR}$ -
Interpretation**

δ in ppm	Anzahl Protonen (a)	Interpretation (a)	Zuordnungs- Nr. (c)

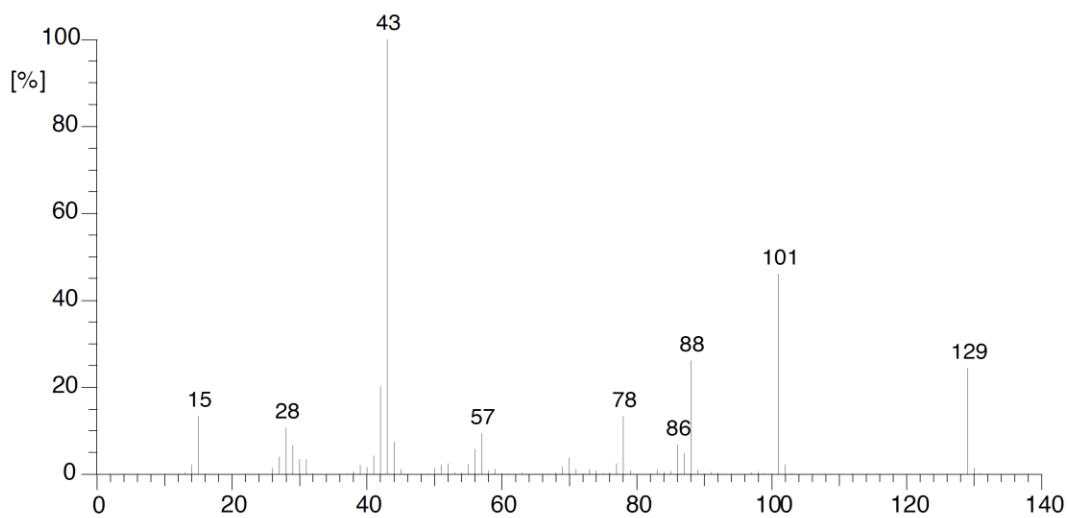
**zu Prüfungsaufgabe 1: Spektrenübung 1 a) und c) $^{13}\text{C-NMR}$ -
Interpretation**

δ in ppm	Interpretation (a)	Zuordnungs-Nr. (c)

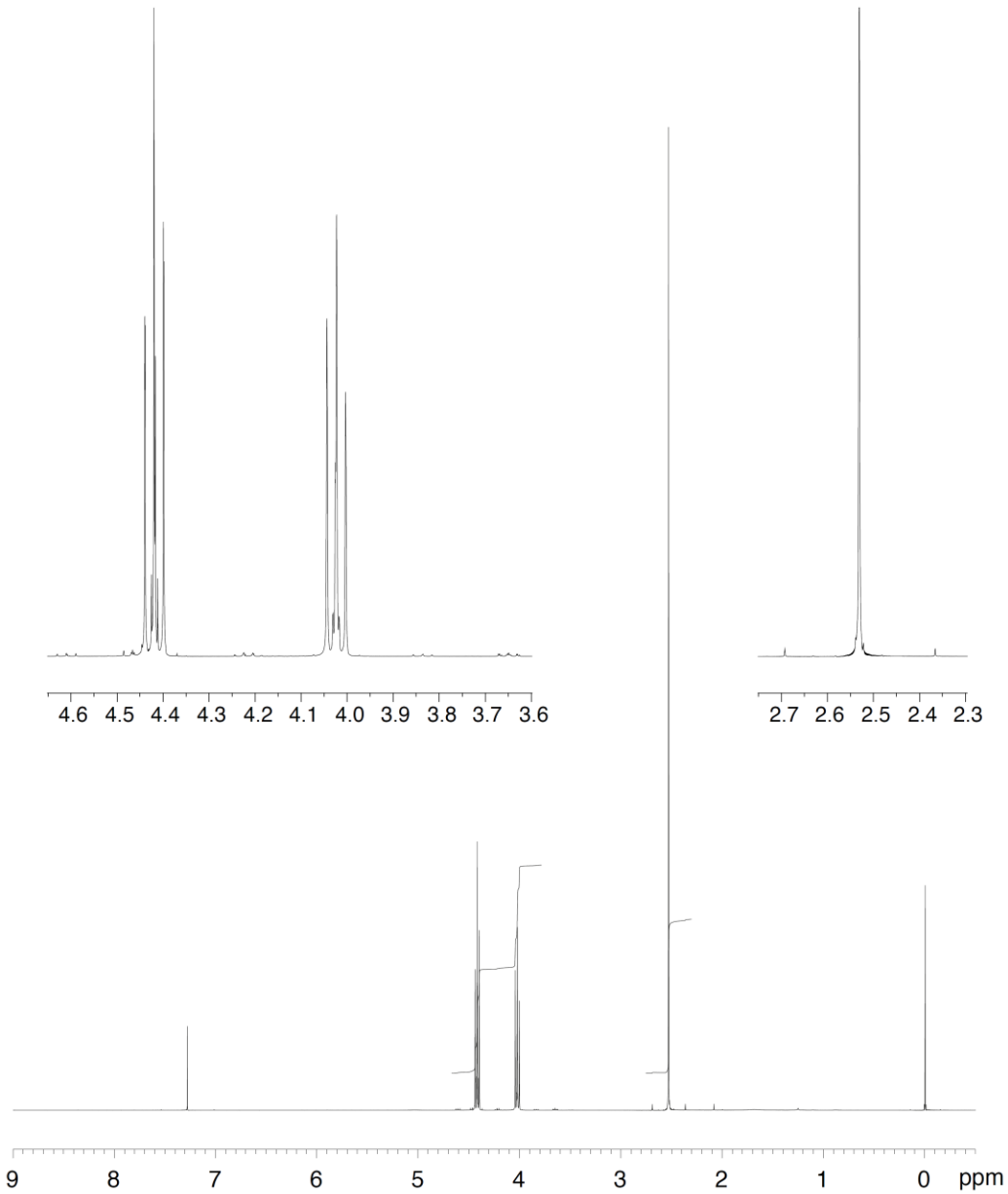
IR: Perkin-Elmer Modell Spectrum 100
aufgenommen in CHCl_3



MS: EI, 75 eV, SDBS-Nr. 33663



¹H-NMR: 400 MHz, aufgenommen in CDCl₃



Aufgabe 2 Elementanalytik

Die Stöchiometrie von $\text{Ca}_{0.4}\text{Mn}_{0.6}\text{TiO}_3$ soll bestimmt werden, da man das Verhältnis von Kalzium zu Mangan zur Charakterisierung neuer physikalischen Eigenschaft benötigt. Die Molmasse der Verbindung ist 144.9 g/mol und die Probe liegt in Pulverform vor. Es stehen Ihnen insgesamt zwei Kilogramm des weissen Pulvers zur Verfügung.

1) Beschreiben Sie die Probenahme und die Probenvorbereitung die notwendig ist, um eine der in der Vorlesung behandelten Analysenmethoden einsetzen zu können.

2) Entscheiden Sie sich für eine Analysenmethode und erklären Sie deren Aufbau und Funktionsweise.

3) Geben Sie den Kalibrationsbereich für alle Elemente an, in denen Sie die Konzentration (entsprechend Ihrer gewählten Verdünnung) optimal messen können.

4) Das Labor liefert ihnen das folgende Resultat:



Welche Angaben würden Sie zusätzlich benötigen, um das Resultat zu beurteilen. Spekulieren Sie über mögliche Fehlerquellen, die zu der Abweichung von der erwarteten Zusammensetzung geführt haben könnten.

Zusatzfrage) Wie würden Sie die Richtigkeit Ihrer Analyse überprüfen?