

Schriftliche Prüfung Analytische Chemie I Winter 2013/2014

Vorname: _____ Name: _____

Legi-Nr.: _____

- 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 auf 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:

Im **separaten Handout** finden Sie die IR-, Massen, ^{13}C -NMR und ^1H -NMR-Spektren der Verbindung **B01**.

Bearbeiten Sie die folgenden Fragen. Ziel: Ermittlung der Konstitution von **B01**.

Zum IR-Spektrum (2 Punkte):

Welcher Schwingung/welchen Schwingungen ordnen Sie die folgenden Banden zu:

Bandenposition	Schwingung
1720 cm^{-1}	
2850 cm^{-1} bis 3100 cm^{-1}	

Finden Sie im IR-Spektrum Hinweise auf:

- einen Aromaten? ja nein
- ein freies azides Proton? ja nein
- eine Säure? ja nein
- eine Dreifachbindung? ja nein

Zum MS (3 Punkte):

Bitte beachten:

*Bei dem Signal bei $m/z = 100$ handelt es sich um das **Molekülionsignal!***

Finden Sie im MS-Spektrum Hinweise auf

- Halogene? ja nein
- einen Aromaten? ja nein
- Stickstoff? ja nein

Erklären Sie, wieso positiv geladene Ionen erzeugt werden, obwohl die Moleküle mit Hilfe von Elektronen ionisiert werden.

Zum ¹H-NMR Spektrum (5 Punkte):

Werten Sie aus den im Spektrum eingezeichneten Integralkurven das Verhältnis der Wasserstoffatome aus.

Wie würden Sie die Multiplizitäten der folgenden Signale beschreiben?

Im Bereich welcher typischer Strukturelemente liegen diese Signale?

Verwenden Sie dabei in der unten stehenden Tabelle:

Multiplizität(z.B): s für Singulett d für Dublett t für Triplett q für Quartett Präfix br für breite Signale	Strukturelement(z.B): unfunktionalisiertes Alkan austauschbares Proton Aromat Olefin funktionalisiertes Alkan
--	--

Hinweis: Ignorieren Sie die kaum sichtbare Feinaufspaltung auf den Signalen.

Signal	Integral- verhältnis	Multiplizität	mögliches Strukturelement
6.41-6.37 ppm			
6.14-6.07 ppm			
5.82-5.79 ppm			
4.20 ppm			
1.29 ppm			

Zum ^{13}C -NMR Spektrum (2 Punkte):

Handelt es sich bei den folgenden Signalen um C / CH / CH_2 oder CH_3 ?

166.2 ppm:

130.3 ppm:

128.6 ppm:

60.4 ppm:

14.1 ppm:

Zum Gesamten (7 Punkte):

Welche Summenformel leiten Sie unter Verwendung aller bisher gesammelten Informationen ab?

Wie viele Doppelbindungsäquivalente ergeben sich daraus (Rechnung, nicht nur das Ergebnis)?

Welche Strukturelemente können Sie mit allen bisher gesammelten Informationen ableiten?

Welche Konstitution schlagen Sie für das Gesamtmolekül vor?

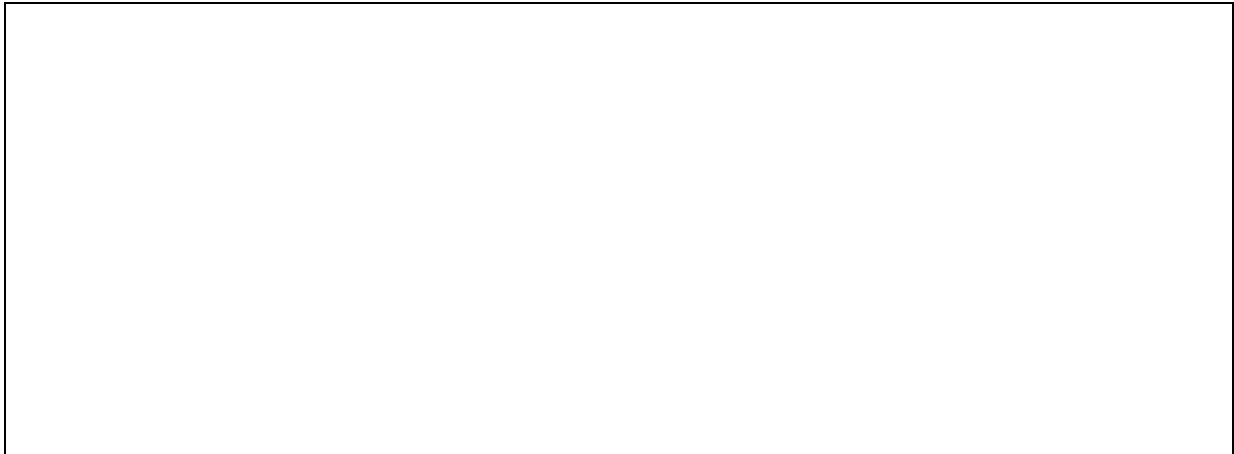
Versehen Sie die H-Atome Ihres Molekülvorschlags mit einer Nummerierung und ordnen Sie diese Atome (bzw. die entsprechenden Nummern) den entsprechenden Signalen im ^1H -NMR und ^{13}C -NMR Spektrum zu, indem Sie die Zahlen unten eintragen.

Zum MS:

Welche Fragmentierung/Umlagerung schlagen Sie vor, um den Basispeak bei $m/z = 55$ zu erklären?

Bitte verwenden Sie Elektronenflusspfeile.

Hinweis: Wenn Sie die Konstitution des Moleküls nicht ermitteln konnten, zeichnen Sie ein Fragment, um dass es sich typischerweise handeln könnte.



Prüfungsaufgabe 2

Der Meteorit (**Meteor von Tscheljabinsk**) welcher am 15. Februar 2013 rund um die Stadt Tscheljabinsk im russischen Ural nieder gegangen ist zerbrach beim Eintritt in die Erdatmosphäre in viele Bruchstücke. Sie sind verantwortlich für das Zusammentragen der einzelnen Bruchstücke und sollen auch sicherstellen, dass es sich um echte Bruchstücke handelt.

- Sie haben genug Personen zur Verfügung, mit welchem technischen Hilfsmittel würden sie die Einschlagsbahn absuchen und nach welchem Muster würden Sie ihre Leute aussenden?
- Für ein erstes schnelles Überprüfen der Meteorite sollen Sie die Konzentration von Nickel in den Eisenmeteoriten bestimmen (Meteorite bestehen aus mindestens 8 Gewichtsprozent Nickel). Mit welcher schnellen und günstigen Methode, welche in der Vorlesung behandelt wurde, würden Sie die Analyse durchführen.
- Ausgehend von b) beschreiben sie die Probenvorbereitung und die Verdünnung.
- Geben Sie den Kalibrationsbereich für die in c) gewählte Probenvorbereitung an.
- Multiple Choice
 - Die folgenden Intensitäten auf der Ce 418.660 nm Linie wurden gemessen, was ist die Untergrund äquivalente Konzentration (BEC)? Kreuzen Sie die Richtige Antwort an und geben Sie die verwendete Formel an.

2 µg/g [cps]	Blank [cps]	
35689	350	<input type="checkbox"/> 0.0220 µg/g
35718	475	<input type="checkbox"/> 0.0223 µg/g
36461	310	<input type="checkbox"/> 0.0137 µg/g
36108	361	<input type="checkbox"/> 0.0110 µg/g
36918	498	

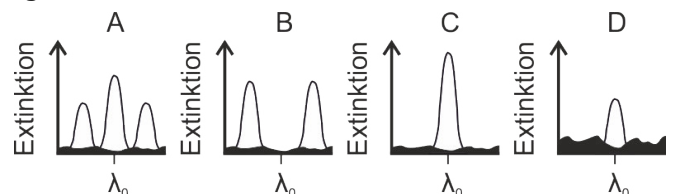
Auf eine Frage oder unvollständige Aussage folgen vier Antworten oder Ergänzungen. Jede davon ist zu beurteilen, ob sie richtig oder falsch ist, und entsprechend mit (+) oder (-) zu bezeichnen. Alle Antworten richtig beantwortet 1 Punkt, 3 Antworten richtig beantwortet 1/2 Punkt, sonst 0 Punkte.

- Welche Zerstäuber würden sie für die Analyse von Suspensionen einsetzen?

Ja	Nein	
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Mikrokonzentrischer Zerstäuber
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Burgener Zerstäuber
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	V-Spalt Zerstäuber
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Meinhard Zerstäuber

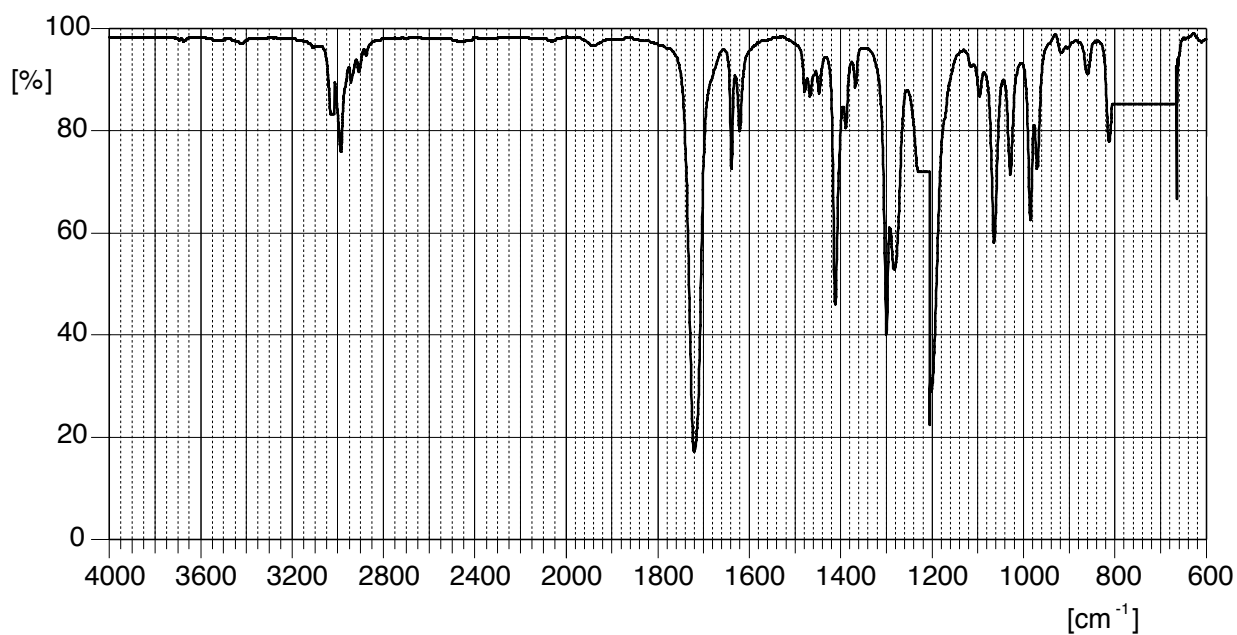
- Ordnen Sie die folgenden vier Abbildungen den entsprechenden Zuständen des Magnetfeldes während der Zeemann Untergrundkorrektur bei der AAS zu.

- Kein Magnetfeld, mit Analyt
- Kein Magnetfeld, kein Analyt
- Longitudinales Magnetfeld, mit Analyt
- Transversales Magnetfelds, mit Analyt

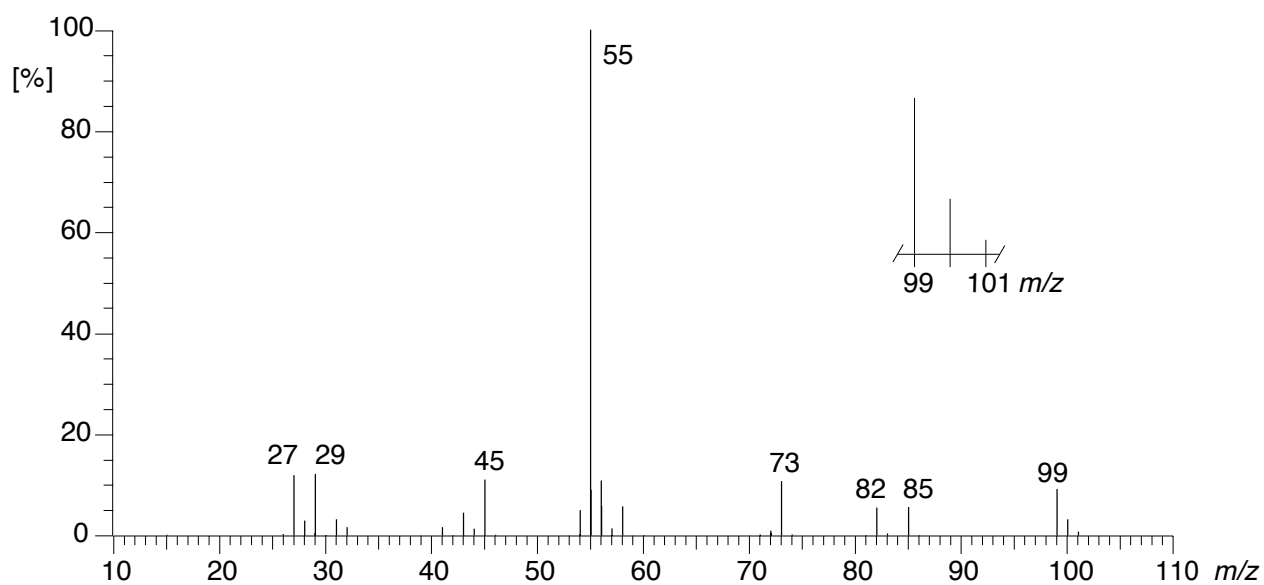


Zusatzfrage) Wie würden Sie die Richtigkeit der Nickelbestimmung validieren?

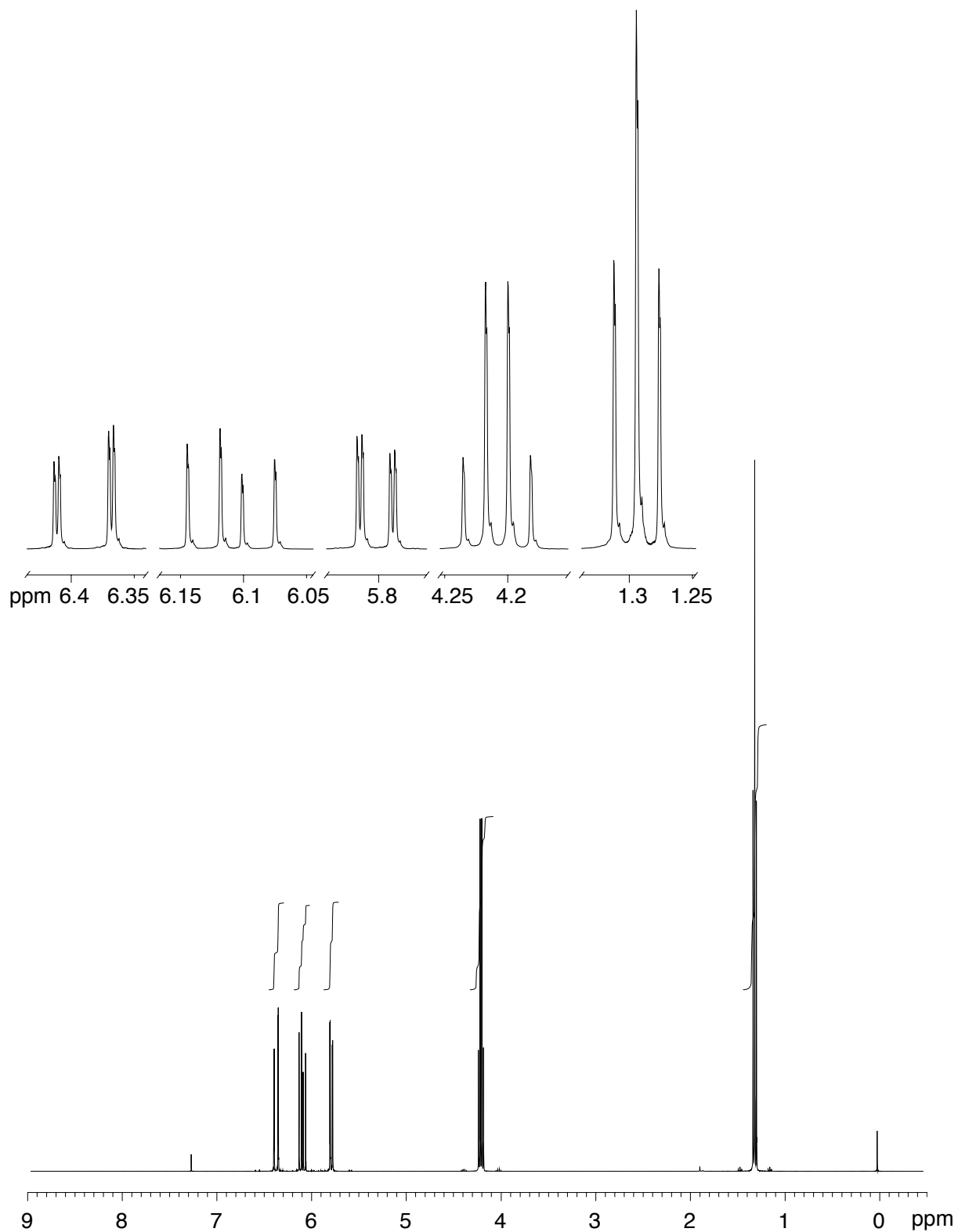
IR: Perkin Elmer Modell Spectrum 100
 CHCl₃



MS: EI, 75 eV



¹H-NMR: 400 MHz, aufgenommen in CDCl₃



¹³C-NMR: 100 MHz, aufgenommen in CDCl₃
 oben: breitband-entkoppelt
 unten: DEPT

