Eidgenössische Technische Hochschule Zürich
Swiss Federal Institute of Technology Zurich

Schriftliche Prüfung
Analytische Chemie I Winter 2012/2013

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: Spektrenübung 1 (MATL)

Auf den folgenden Seiten finden Sie die IR-, Massen-, ^{13}C-NMR und ^{1}H-NMR-Spektren der Verbindung **A27.**

a) Ermitteln Sie die Summenformel und die Doppelbindungsäquivalente der Verbindung **A27** und leiten Sie ab, ob und welche Art von Ringen, Doppelbindungen und funktionellen Gruppen im gesuchten Molekül vorhanden sind**.**
Welche spektralen Daten legen Sie Ihrer Auswahl zugrunde?
Verwenden Sie für die NMR-Spektren die beigefügten Tabellen.

b) Leiten Sie aus den gefundenen Strukturelementen die Konstitution von **A27** her.

c) Ordnen Sie in den beigefügten Tabellen alle Signale in den NMR-Spektren soweit wie möglich zu.

d) Woher stammt das Multiplett bei 40 ppm im ^{13}C-NMR-Spektrum?
Aus wie vielen Signalen besteht dieses Multiplett?

e) Woher kommt das schwache Signal bei 0 ppm im ^{1}H-NMR-Spektrum?

Bemerkung:
Anhand des Kopplungsmusters im ^{1}H-Spektrum sind 3 Konstitutionen ableitbar, zwischen welchen Sie nicht unterscheiden müssen.

Vorname: Name:

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

δ in ppm	Anzahl Protonen	Interpretation	Zuordnungs-Nr.

Bitte zeichnen Sie unter diesen Satz Ihren Strukturvorschlag für A27 und benennen Sie die entsprechenden Atome mit Zahlen, die Sie für die Zuordnung verwenden!

Strukturvorschlag für **A27**:

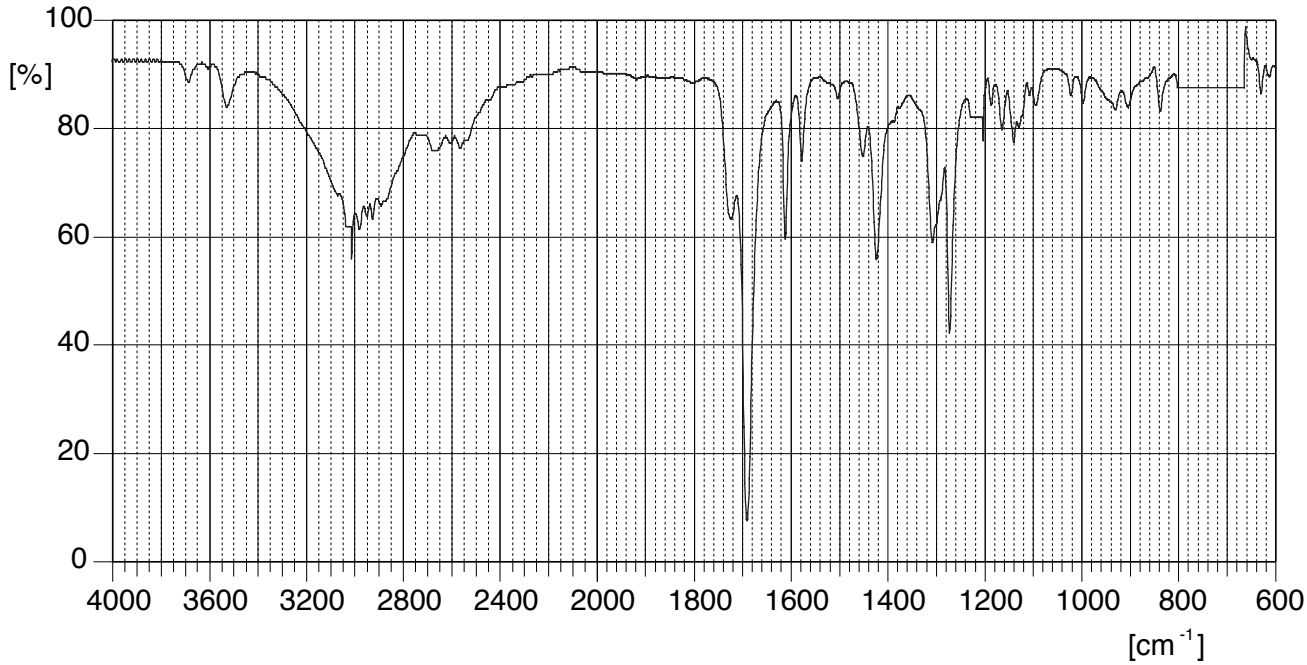
zu Prüfungsaufgabe 1: Spektrenübung 1 a) und c) ^{13}C-NMR-Interpretation

δ in ppm	Interpretation	Zuordnungs-Nr.

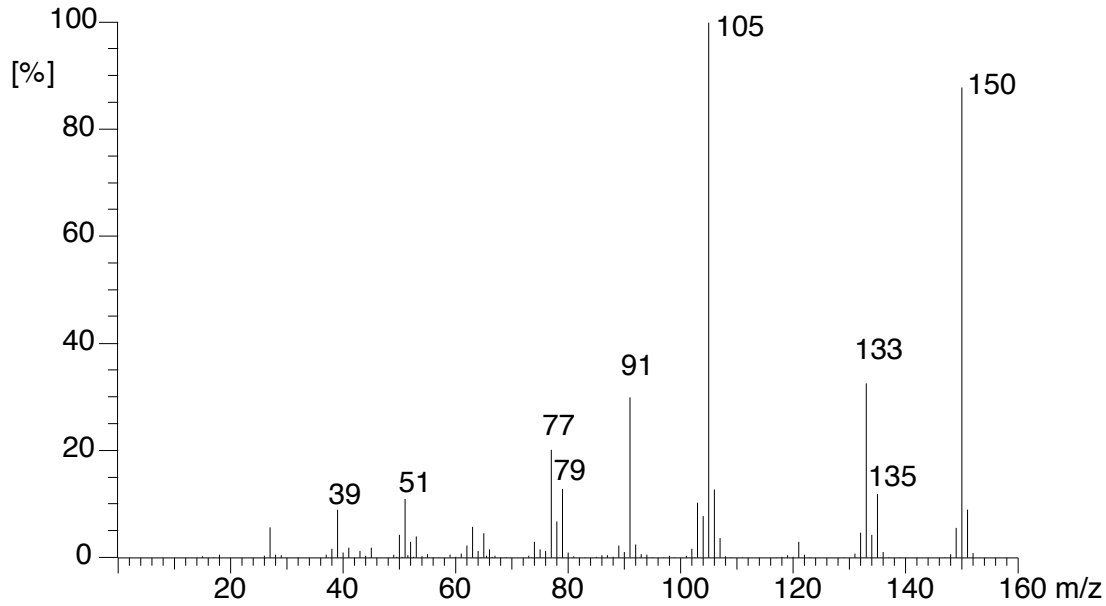
Bitte zeichnen Sie unter diesen Satz Ihren Strukturvorschlag für A27 und benennen Sie die entsprechenden Atome mit Zahlen, die Sie für die Zuordnung verwenden!

Strukturvorschlag für **A27**:

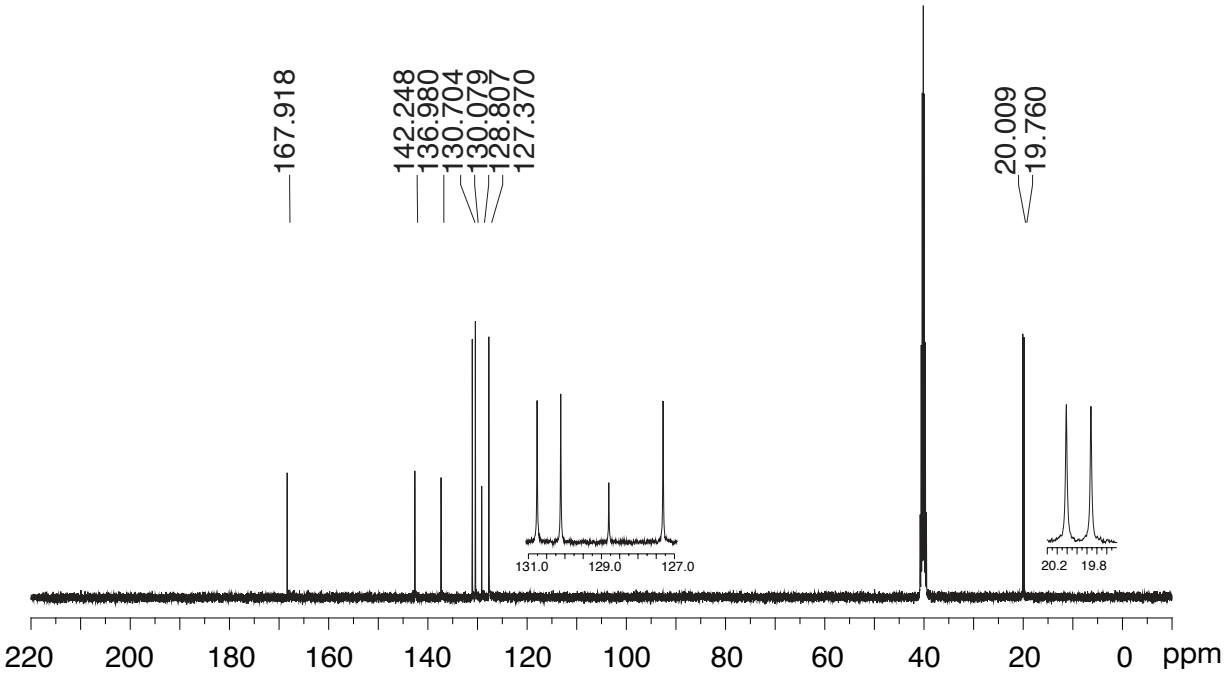
IR: Perkin-Elmer Spectrum 100 Optica
in $CDCl_3$

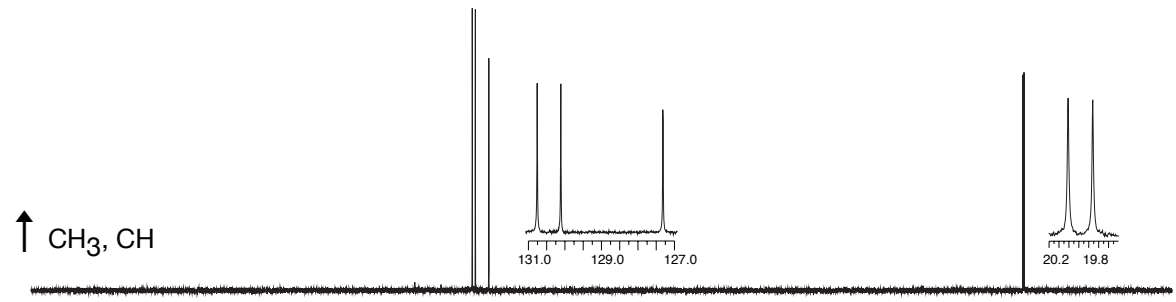


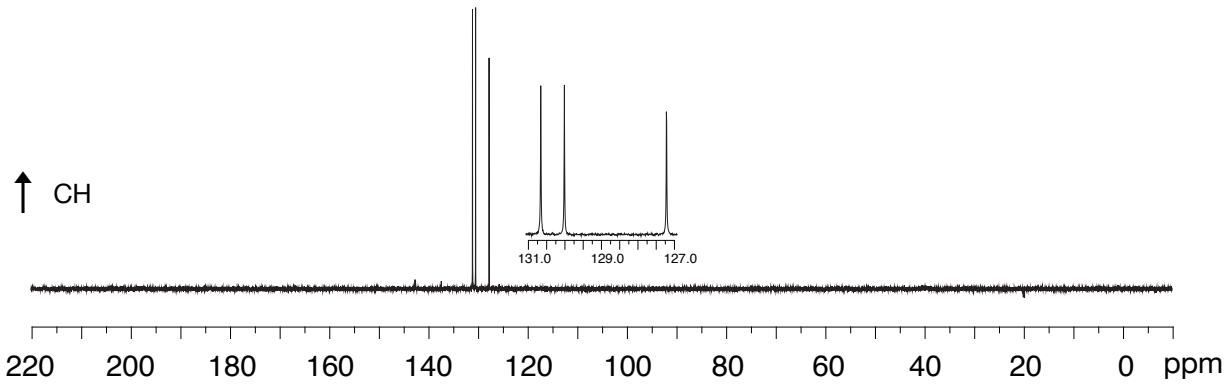
MS: EI



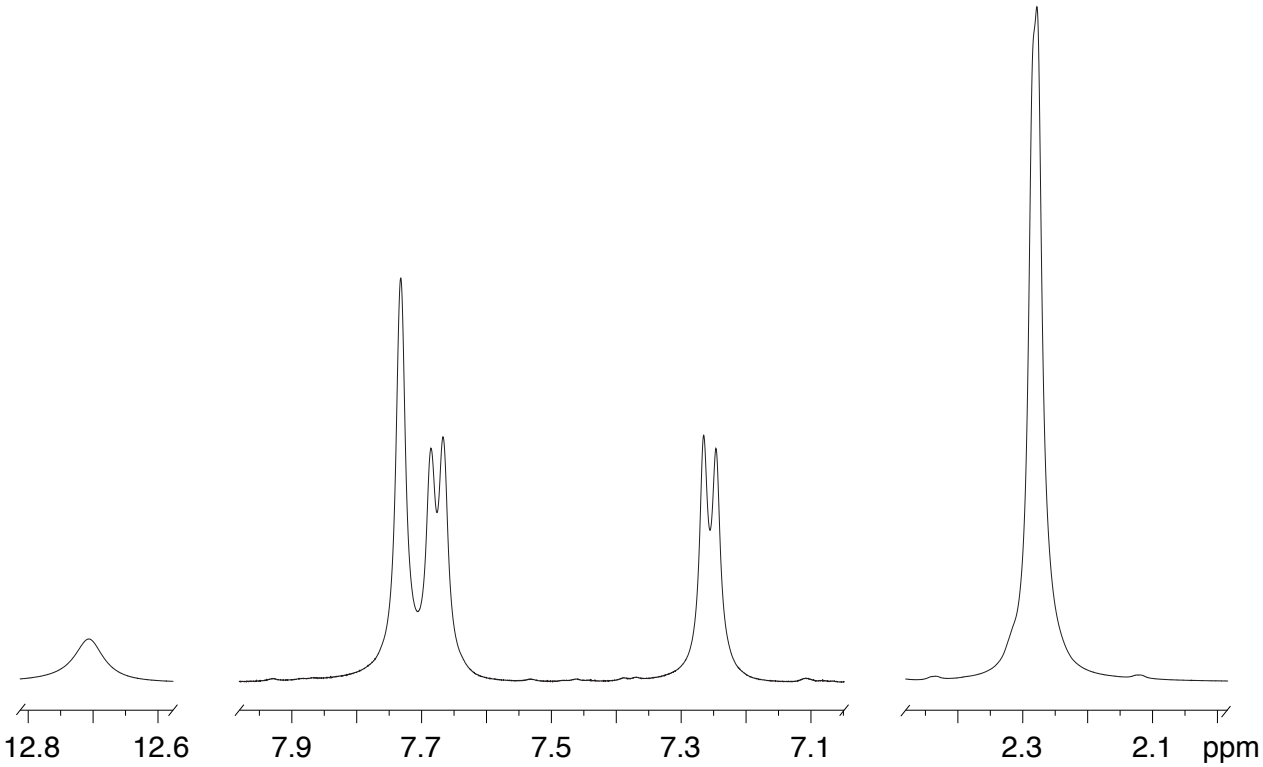
^{13}C-NMR: 100 MHz, aufgenommen in DMSO (*d6*)
oben: breitband-entkoppelt
unten: DEPT

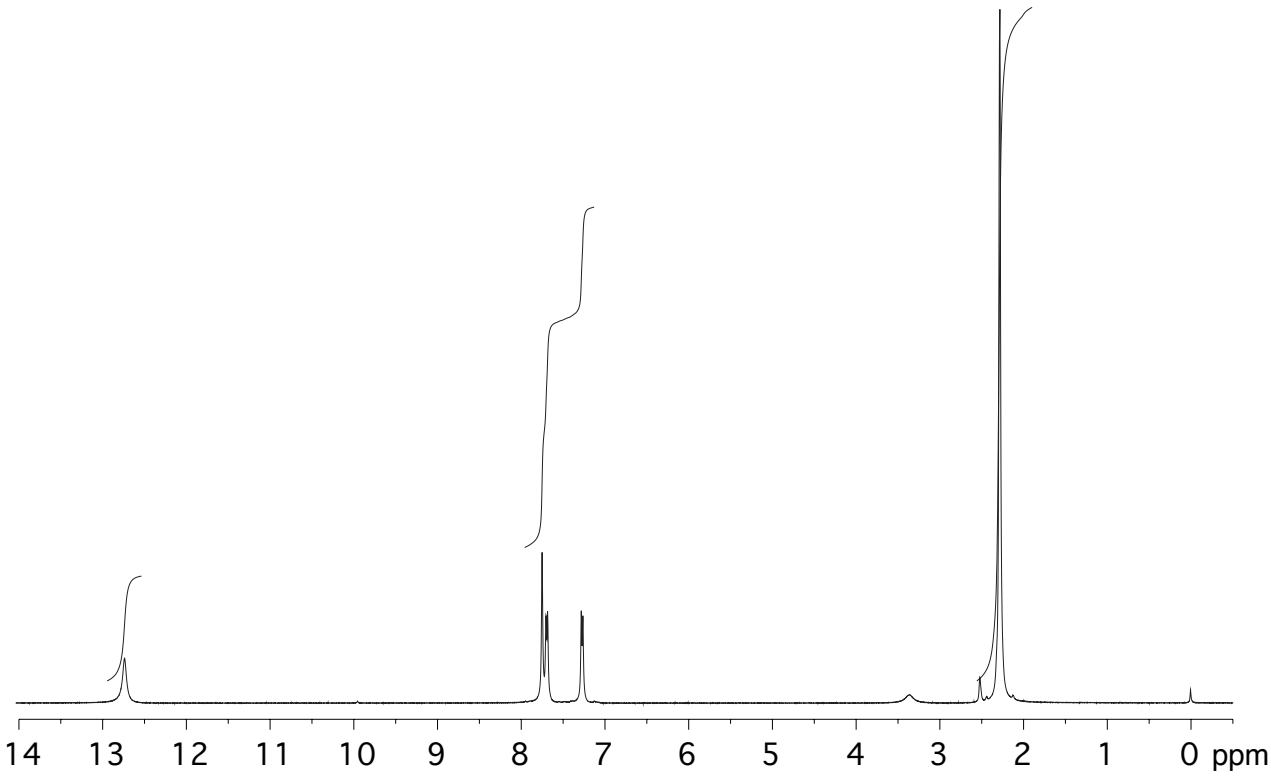






^{1}H-NMR: 400 MHz, aufgenommen in DMSO (*d6*)





Prüfungsaufgabe 2

Sie sollen regelmässig eine Mineralquelle auf die Zusammensetzung untersuchen. Die Mineralquelle hat im langjährigen Durchschnitt einen Kochsalzgehalt von 1.5 g/L. Bestimmen Sie die Konzentration von Calcium. Kupfer, Zink und Cadmium. Die zu erwartenden Konzentrationen finden Sie in Tabelle 1.

Ca	200 mg/kg
Cu	3 mg/kg
Zn	200 mg/kg
Cd	0.5 mg/kg

Tabelle 1: Erwartete Konzentrationen von Calcium, Kupfer, Zink und Cadmium in der Probe.

a) Welche in der Vorlesung behandelte Probenahmestrategien würden Sie zur Kontrolle einer Mineralquelle benutzten? Begründen Sie ihre Auswahl.

b) Beschreiben Sie die Probenvorbereitung bis zur Messlösung und gehen Sie im Detail auf die Verdünnungen ein.

c) Anhand der von Ihnen gewählten Verdünnungen in b): Geben Sie den Bereich für die Kalibration für die vier Elemente an (gemäss der erwarteten Konzentrationen in Tabelle 1)

d) Bestimmen Sie anhand der Daten in Tabelle 2 bis Tabelle 4 die Konzentration von Eisen in den drei Proben, sowie die Nachweisgrenze.

Untergrund korrigierte Intensität (cps)	50	100	150	200	250
Konzentration (µg/kg)	10	20	30	40	50

Tabelle 2: Die gemessen Daten der externen Kalibration von Eisen.

Eisen	Probe 1	Probe 2	Probe 3
Untergrund korrigierte Intensität der Probe (cps)	123	125	127

Tabelle 3: Bestimmung der Untergrund korrigierten Intensität der Proben.

Intensität des Untergrundes (cps)	9.3	10.9	9.4	9.4	9.2	10.4	9.4	10.3	9.1	9.3

Tabelle 4: 10 Wiederholungsmessungen des Untergrundes auf Eisen.

Zusatzfrage) Welchen Typ von Spektrometer würden Sie für diese Routineanalytik einsetzten wenn die Messungen relativ rasch durchführbar sein sollen ?