



Eidgenössische Technische Hochschule Zürich  
Swiss Federal Institute of Technology Zurich

**Schriftliche Prüfungen**  
**Semesterkurs Analytische Chemie I**  
**Winter 2010/2011**  
**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.
- Dieses Deckblatt ist ausgefüllt abzugeben. Die Aufgabenstellung ist ebenfalls einzureichen.
- Wir bitten Sie um Fairness und wünschen Ihnen viel Erfolg!



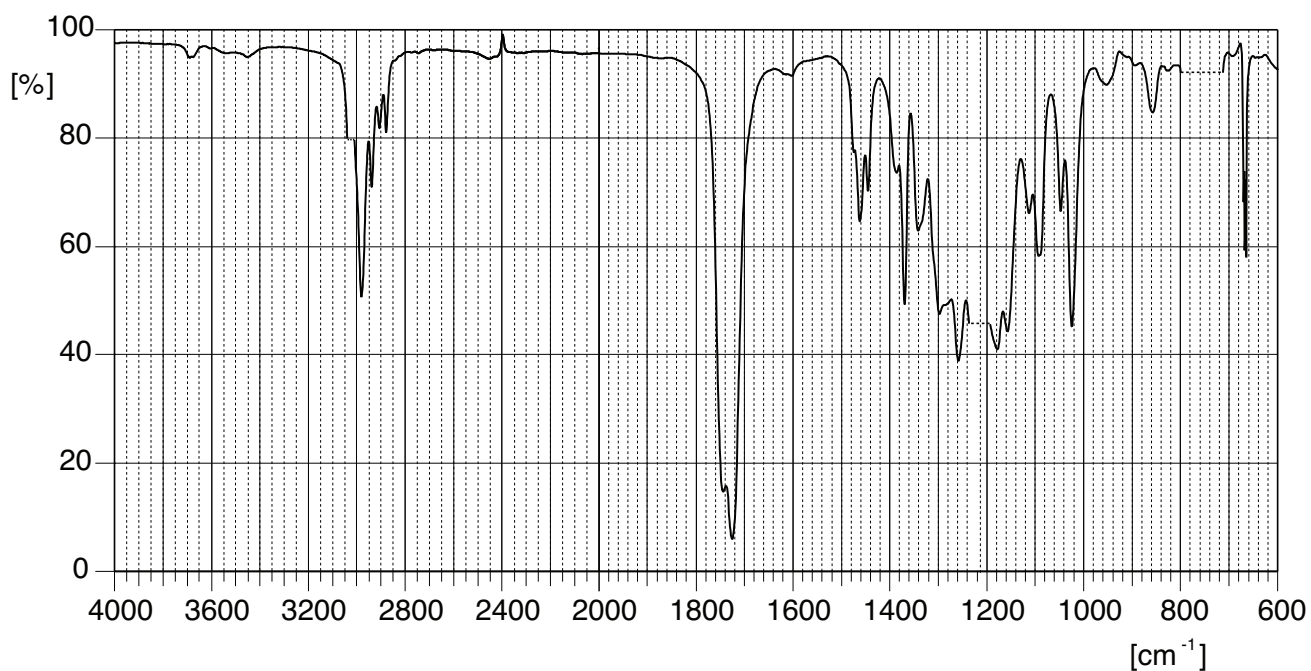
Eidgenössische Technische Hochschule Zürich  
Swiss Federal Institute of Technology Zurich

### Prüfungsaufgabe 1: Spektrenübung

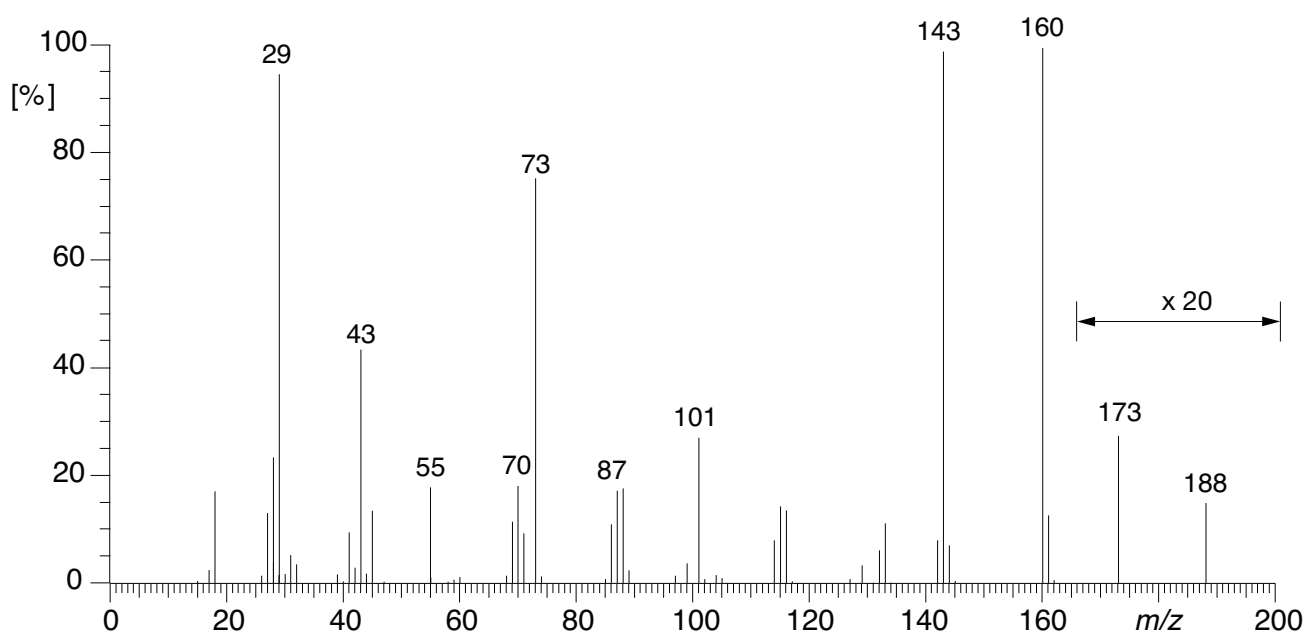
Auf den folgenden Seiten finden Sie die IR-, Massen-,  $^{13}\text{C}$ -NMR und  $^1\text{H}$ -NMR-Spektren der Verbindung **Z27**.

- a) Ermitteln Sie die Strukturelemente der Verbindung **Z27**. Welche spektralen Daten legen Sie Ihrer Auswahl zugrunde?
- b) Leiten Sie aus den gefundenen Strukturelementen die Konstitution von **Z27** her.
- c) Ordnen Sie **tabellarisch** die wichtigsten Signale im IR- und MS-Spektrum sowie alle Signale in den NMR-Spektren soweit möglich zu.

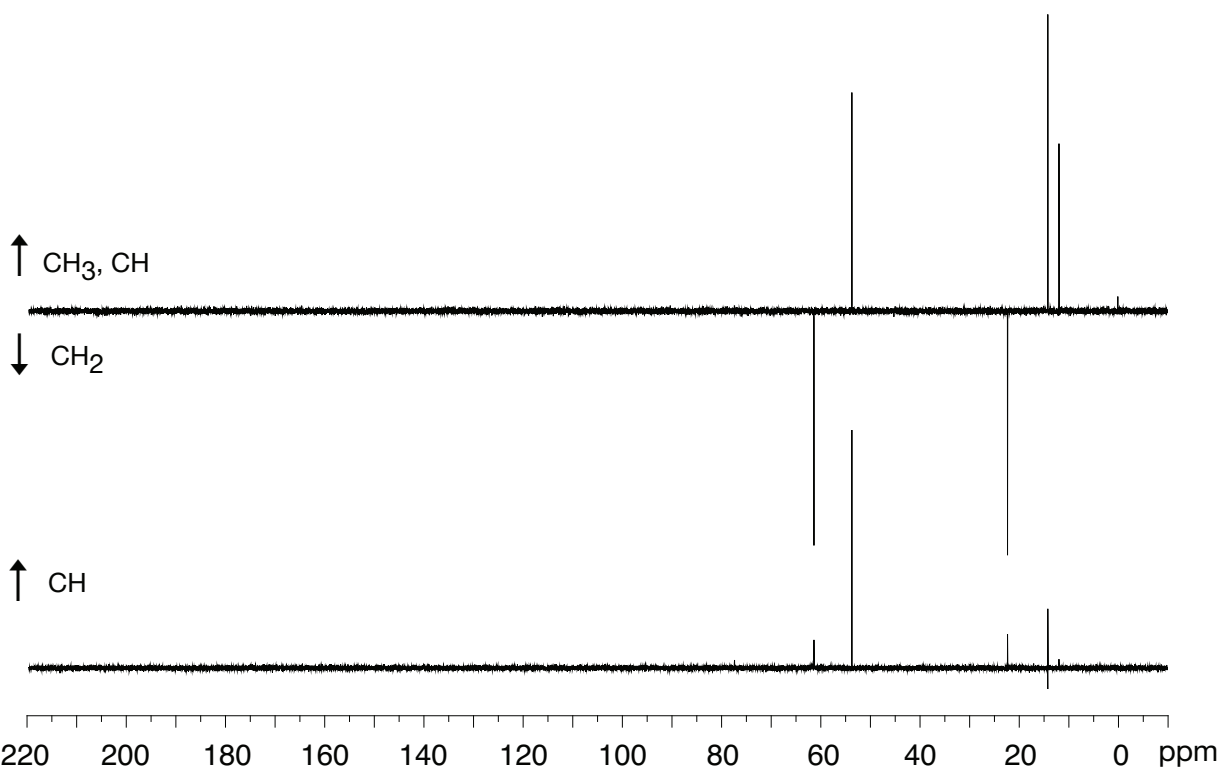
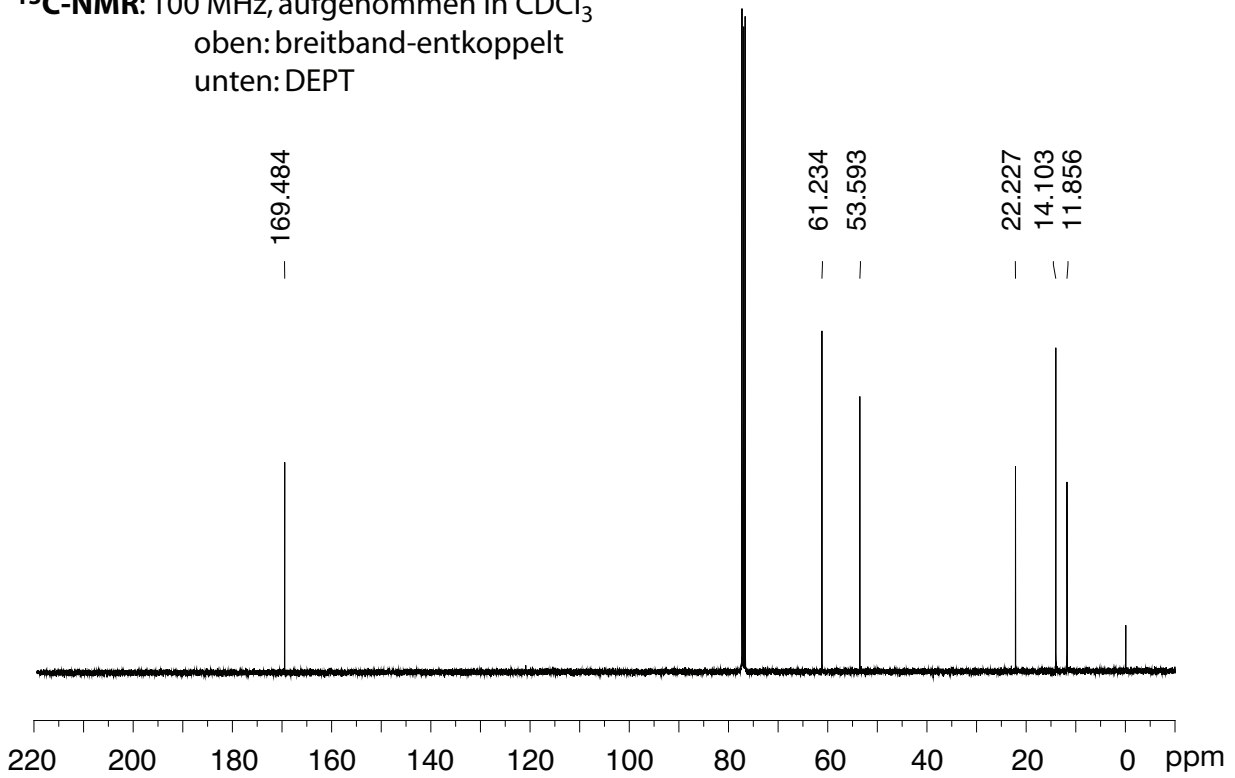
IR: Perkin-Elmer Modell Spectrum 100  
aufgenommen in  $\text{CHCl}_3$



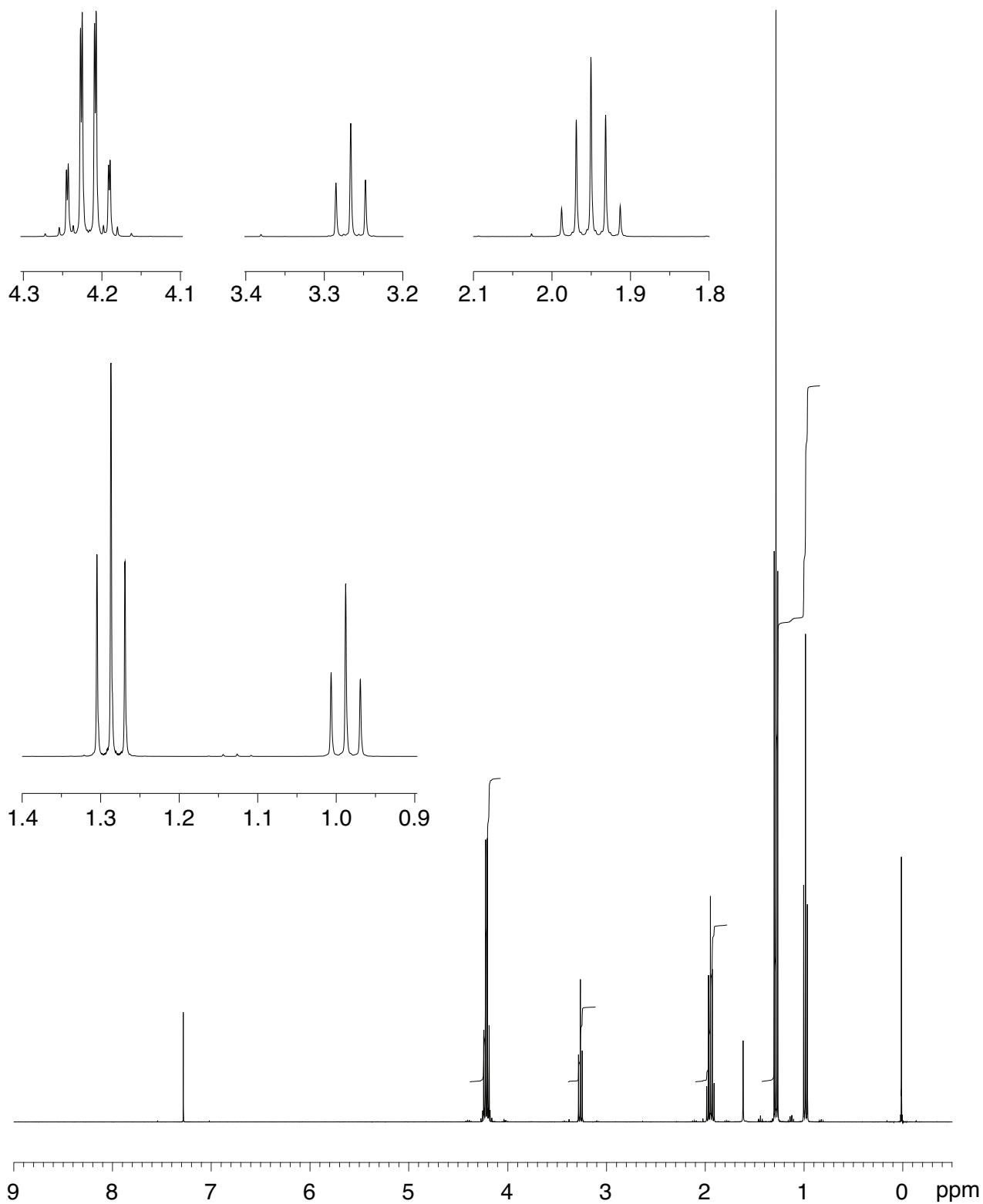
MS: EI, 30 eV



$^{13}\text{C-NMR}$ : 100 MHz, aufgenommen in  $\text{CDCl}_3$   
oben: breitband-entkoppelt  
unten: DEPT



$^1\text{H-NMR}$ : 400 MHz, aufgenommen in  $\text{CDCl}_3$



**Prüfungsaufgabe 2: Elementanalytik**

Anhand der Analyse von Baumringen soll die Emission einer Industrieanlage auf die Umwelt untersucht und bestimmt werden. Pro Jahresring wurde von 20 Bäumen jeweils 1 Gramm Probe aus einem Jahresring separiert. Um die letzten 10 Jahre rekonstruieren zu können, müssen 200 Proben analysiert werden. Die folgenden Elemente sollen quantifiziert werden und der erwartete Konzentrationsbereich ist ebenfalls angegeben.

**Hauptelemente** Na, Mg, K und Ca (> 1 Gewichts-%)

**Spurenelemente** Ni, Zn, Cd und Pb (0.1 – 100 mg/kg)

- 1) Erklären Sie mit Hilfe einer schematischen Darstellung, von welchen Stellen Sie Proben genommen hätten.
- 2) Welche (in der Vorlesung behandelten) Methoden sind für die Konzentrationsbestimmung der Haupt- und Spurenelemente geeignet? Erklären Sie für **eine dieser Methoden** den Aufbau und die Funktionsweise.
- 3) Beschreiben Sie die Probenvorbereitung für die **Spurenelemente** von der Probennahme bis zur Analysenprobe, die dann gemessen werden kann. Definieren Sie den Bereich für die Kalibration und die Kalibrationsmethode.
- 4) Für die Bestimmung von Pb erhalten Sie von zwei unterschiedlichen Laboratorien die folgenden Kalibrationskurven:

	Labor 1	Labor 2
Konzentration ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	Intensität (cps)	Intensität (cps)
20	100	100
40	200	200
60	250	300
80	275	400
100	300	500

Die Intensität in einer ausgewählten Probe wurde von beiden Laboratorien mit 250 cps gemessen. Berechnen Sie die Konzentration von Pb. Diskutieren Sie die beiden Ergebnisse und begründen Sie, welches Ergebnis Sie als Analytiker akzeptieren würden.

Zusatzfrage: Wie können Sie eindeutig beweisen, dass die Verunreinigung von der Industrieanlage verursacht wurde?