

Schriftliche Prüfung
529-0051-00S Analytische Chemie I
Winter 2017

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 Spektrenaufgabe Vorwärtslösung

Im **separaten Handout** finden Sie die IR-, Massen-, ^{13}C -NMR und ^1H -NMR-Spektren der Verbindung **C05**.

Bearbeiten Sie die folgenden Fragen.

Ziel: Ermittlung der Konstitution von **C05**.

Zum IR Spektrum (4 Punkte):

(I) Ordnen Sie die Bande bei 2994 cm^{-1} der entsprechenden Molekülschwingung zu.

(II) Wie ist der Zusammenhang zwischen der Wellenzahl und der Frequenz der entsprechenden Schwingung?

(III) Von welchen Faktoren hängt die Position einer Bande im IR-Spektrum ab? Erklären Sie den Fall eines hypothetischen zwei atomigen Moleküls.

Zum MS (4 Punkte):

(I) Erklären Sie das Isotopenmuster für **a)** den Basispeak und **b)** den Peak bei m/z 122.

(II) Welche Ionisationsmethode wurde verwendet? Erklären Sie die Methode.

Zum ^1H -NMR-Spektrum (2 Punkte):

(I) Welchen Ursprung haben die drei Peaks im ^1H -NMR-Spektrum?

Zum ^{13}C -NMR-Spektrum (1 Punkte):

(I) Bestimmen Sie die Art des Kohlenstoffs mit Hilfe der ^{13}C -NMR-Spektren.

Chemische Verschiebung	C, CH, CH ₂ , CH ₃
30 ppm	
81 ppm	

Zum Gesamten (15 Punkte):

(I) Wie lautet die Summenformel des gesuchten Moleküls **C05**?

(II) Berechnen Sie die Anzahl der Doppelbindungsäquivalente mit Hilfe der Summenformel. (Geben Sie die Rechnung an.)

(III) Welche Strukturelemente sind im gesuchten Molekül **C05** vorhanden? Berücksichtigen Sie alle bisher gesammelten Informationen.

(IV) Zeichnen Sie die Konstitution des Moleküls **C05**.



(V) Welches Fragment ist für das Signal bei 52 m/z im Massenspektrum verantwortlich? Geben Sie die Summenformel an und schlagen Sie eine Struktur für das Fragment vor.



(VI)

a) Welches Strukturelement im Molekül **C05** ist nicht im IR-Spektrum sichtbar? Begründen Sie.

b) Würde man dieses Strukturelement im Raman-Spektrum sehen? Begründen Sie.



Prüfungsaufgabe 2: Elementanalytik

1. Multiple Choice

Es ist jeweils zu beurteilen, ob die Aussage richtig oder falsch ist. Kreuzen Sie zutreffendes an:
Jeweils alles richtig beantwortet: 1 Punkt; 3 Antworten richtig beantwortet: 0,5 Punkte; sonst 0 Punkte.

a) Welche Fragestellung kann prinzipiell mit Methoden der Elementanalytik beantwortet werden?

Richtig	Falsch	
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Quantifizierung von Titandioxid-Nanopartikeln in Ketchup
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Detektion von Zinnober in Gemälden
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Toxikologische Untersuchung von Teigwaren bezüglich Acrylamid
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Bestimmung des Schwermetalleintrag in einen Fjord durch ein Schiffsunglück

b) Welche Aussagen treffen auf Analysen mittels ICP-OES zu?

Richtig	Falsch	
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Quantifizierungen mittels ICP-OES basieren auf dem Lambert-Beer'schen Gesetz.
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Die Emission steigt linear mit der Analytkonzentration.
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Die Temperatur steigt exponentiell mit der Analytkonzentration.
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Die spektrale Auflösung sinkt mit steigender Matrixkonzentration.

c) In Gletschereis aus dem Himalaja soll Blei bestimmt werden. Welche Kriterien muss die Analysenmethode unbedingt erfüllen?

Richtig	Falsch	
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Selektivität
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Mobilität
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	geringer Platzbedarf
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Automatisierung

d) Eine Cadmium-Analyse mit ICP-OES mit Standardaddition zur Quantifizierung führt zu falschen Ergebnissen. Was sind mögliche Ursachen?

Richtig	Falsch	
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Kontamination während der Probenvorbereitung
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	spektrale Interferenz
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Ionisierungsinterferenz
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Transportunterschiede zwischen Probe und Standard

d) Wählen Sie eine Methode aus, die sich für diese Analyse eignet (1 P)

- ICP-OES Flammen-AAS ETV-AAS

a. Wie erfolgt Provokation, Reaktion und Detektion bei dieser Methode? (0.5 P)

Provokation:

Reaktion:

Detektion:

b. Nennen Sie zwei mögliche Interferenz bei dieser Methode und jeweils wie diese korrigiert bzw. berücksichtigt werden können (1 P).

e) Wie würden Sie kalibrieren? Geben Sie die Methode an und die Konzentrationsbereiche. (1 P)

f) Nehmen Sie an, Sie hätten, entsprechend der oben gemachten Angaben, für Ni 20 ± 2 mg/kg und für Gd 9 ± 2 mg/kg bestimmt. Während der Gd Wert im Erwartungsbereich gefunden wird, ist der Nickelwert deutlich tiefer als erwartet. Folgt daraus, dass Ihr Ergebnis falsch ist? Begründen Sie Ihre Antwort kurz. (1 P)