



Matrikel-Nr.: .....

Hilfsm.: 1 Bl. + TR (PSE verteilt)

Name : .....

Prüfer: Prof. Dr. Schrader

Anzahl abgegebener Prüfungsbögen: .....

- Beschriebene Prüfungsbögen und die Aufgabenblätter sind mit der Matrikel-Nr. (oder Name) zu versehen und alles zusammen am Ende der Prüfung abzugeben.
- Teilschritte und Begründungen sind unbedingt anzugeben, um volle Punktzahl zu erreichen oder bei falschen Ergebnissen anteilige Punkte zu erhalten.
- Bei der Angabe von Zahlenwerten ist auf Einheiten und eine sinnvolle Anzahl von Stellen zu achten. Verwenden Sie die bereits vorgegebenen Symbole.

**Aufgaben (Gesamtpunktzahl: 60)****1. NMR-Spektroskopie:**

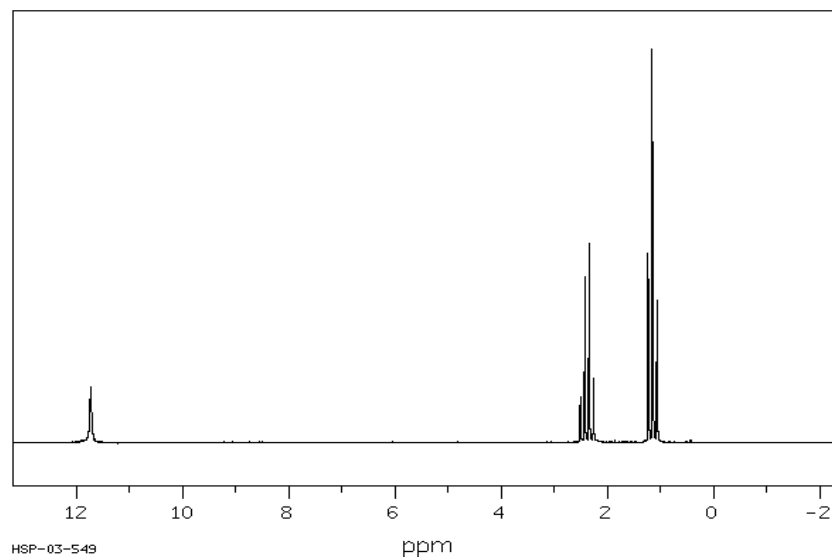
a) Welche Art von Kernen eignet sich grundsätzlich für eine NMR-Messung? Was bedeutet Resonanzfrequenz und wovon hängt sie ab?

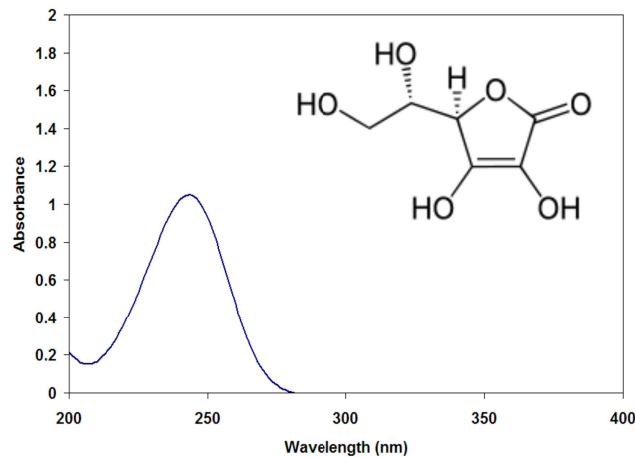
b) Warum haben nicht alle  $^1\text{H}$ -Kerne in Propionsäure ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{COOH}$ ,  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum siehe unten) die gleiche Resonanzlinie? Was bedeutet die Achsenbeschriftung „ppm“?

c) Warum ist das Signal-zu-Rausch-Verhältnis für ein einziges NMR-Spektrum schlecht? Wie verbessert es sich, wenn es für eines den Wert 1 hat und davon 100 Spektren aufaddiert werden?

d) Was sind Multipletts und wodurch entstehen sie? Erläutern Sie ein Beispiel für ein Tripletts anhand von Propionsäure und geben Sie an, wie es genau zustande kommt.

e) Schätzen Sie für ein Signal im Spektrum die Wellenlänge, die Frequenz und die molare Anregungsenergie ab, wenn ein 300 MHz-Spektrometer verwendet würde.

**(14 Punkte)**



## 2. UV-Spektrometrie:

- Beschreiben Sie den Aufbau eines UV-Spektrometers. Benennen Sie vier wesentliche Bauteile und deren Funktion/Eigenschaften.
- Erläutern Sie das apparative Messprinzip, die eigentliche Messgröße und die üblicherweise angegebene Größe (spektrales) Absorption(smaß). Erläutern Sie damit, warum eine Erhöhung der Absorption von 2 auf 3 für viele Spektrometer zu nichtlinearen Effekten bei Konzentrationsbestimmungen führt.
- Oben ist ein UV-Spektrum von Vitamin C angegeben. Erläutern Sie es kurz. Welche Wellenlänge würden Sie demnach für eine HPLC-Trennung für dieses Molekül wählen, wenn die erwartete Konzentration sehr niedrig bzw. relativ hoch ist?
- Wovon werden bei diesem Molekül im obigen Messbereich Signale erhalten? Warum ist deren Peakbreite so hoch?

**(14 Punkte)**

## 3. Sie sollen den genauen Partialdruck von Butanol in der Gasphase über einem Bioreaktor bestimmen. Dazu stehen prinzipiell folgende Methoden zur Verfügung: $^{13}\text{C}$ -NMR, Vis-Spektroskopie, IR-Spektroskopie, MALDI-MS und GC/EI-MS

- Geben Sie für jede Methode an, ob und ggf. wovon bei diesem Molekül demnach Signale detektiert werden können sollten.
- Welche der nutzbaren obigen Methoden ist aus welchen Gründen geeignet oder weniger geeignet für eine quantitative Bestimmung (Stichworte bzw. Tabelle)? Wenn Sie nur eine der genannten Methoden einsetzen dürften, welche würden Sie demnach bevorzugen?
- Welche Auswirkungen haben die anderen Komponenten der Gasphase (Stickstoff, Sauerstoff, Argon, Wasser, Aceton, Ethanol) auf Ihre bevorzugte Methode?

**(12 Punkte)**



**4. ESI-MS-Spektrometrie:**

Gegeben ist das Peptid Angiotensin I, mit der monoisotopischen Molekülmasse 1295,7 Da (10 Aminosäurereste,  $C_{62}H_{89}N_{17}O_{14}$ ).

- a) Simulieren Sie ein theoretisches Massenspektrum in einer Skizze des Spektrums, wenn ein oder zwei Protonen an das Molekül binden.
- b) Skizzieren Sie zusätzlich Ausschnitte, die die Isotopenverteilung als Strichspektrum mit jeweils drei Peaks aufzeigt (Intensitäten grob abschätzen).
- c) Wie sieht dieser Teil des Spektrums aus, wenn Sie Spektren mit einer Auflösung von 2600 aufnehmen? Wäre damit die Isotopen-Unterscheidung möglich? Wie ändert sich das Bild bei einer Auflösung von etwa 400?

**(11 Punkte)**

**5. Qualitätssicherung:**

- a) Nennen Sie ein typisches Qualitätssicherungssystem, dessen Zweck sowie zwei praktische Konsequenzen dazu.
- b) Erläutern Sie anhand eines Beispiels, für drei von den vier Begriffen Qualifizierung, Verifizierung, Kalibrierung und Validierung, was damit bezweckt werden soll bzw. in was sie sich unterscheiden.

**(9 Punkte)**

Ende der Aufgaben – Viel Erfolg bei der Bearbeitung!