



SS 2007, 17. Juli, 10.30-12.30 Uhr

Matrikel-Nr.:

Hilfsmittel: ohne

Name :

Prüfer: Prof. Dr. Schrader

Anzahl abgegebener Prüfungsbögen:

Hinweise

- Maximale Punktzahl: 50 (zum Bestehen sind mindestens 40 % = 20 Punkte erforderlich)
- Beschriebene Prüfungsbögen und die Aufgabenblätter sind mit der Matrikel-Nr. (und 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.
- Bitte dokumentenechte Stifte für Schrift verwenden.

Aufgaben (Gesamtpunktzahl: 50)

1. Dimethylsulfid ($\text{CH}_3)_2\text{S}$ ist das analoge Molekül zu Schwefelwasserstoff H_2S mit Methylgruppen statt Wasserstoffatomen und soll für den Meeresgeruch maßgeblich verantwortlich sein. Sie sollen die Menge von Dimethylsulfid in der Gasphase über einem Fermenter bestimmen. Dazu stehen prinzipiell folgende Methoden zur Verfügung:

- ^1H -NMR-Spektroskopie
- Vis-Spektroskopie
- IR-Spektroskopie
- MALDI-Massenspektrometrie

a) Geben Sie für jede Methode an, wovon bei diesem Molekül demnach theoretisch Signale detektiert werden können.

b) Welche der nutzbaren obigen Methoden ist aus welchen Gründen geeignet oder weniger geeignet für eine quantitative Bestimmung kleiner Konzentrationen (Stichworte bzw. Tabelle)? Wenn Sie nur eine der genannten Methoden einsetzen dürfen, welche würden Sie bevorzugen und warum?

(13 Punkte)



2. a) Benennen Sie die wesentlichen Komponenten für den Aufbau eines Fluoreszenzphotometers. Beschreiben Sie kurz das Messprinzip und heben Sie einen prinzipielle Unterschied gegenüber einem UV-Detektor hervor (anhand von z.B. Aufbau/Messung/Sensitivität/Spezifität)?

b) Warum wird Fluoreszenz so gerne in der Bioanalytik eingesetzt? Ein rekombinantes Protein soll über Fluoreszenz quantifiziert werden, was müssten Sie für die Vorbereitung einer solchen Messung unternehmen bzw. beachten?

(13 Punkte)

3. a) Simulieren Sie ein ESI-Massenspektrum von einem Peptid der mittleren Molekülmasse 6000 u (etwa die Molekülmasse von Insulin). Gehen Sie davon aus, dass die höchste Signalintensität beim fünffach positiv geladenen Ion auftritt und dass zwei weitere Signale im Spektrum auftreten (jeweils links und recht vom Hauptsignal). Berechnen Sie die Signallagen und skizzieren Sie das Spektrum als Strichspektrum.

b) Skizzieren Sie weiterhin einen Ausschnitt des Spektrums, der für das fünffach geladene Ion die Isotopenverteilung als Strichspektrum aufzeigt (Intensitäten nur grob abschätzen). Wie würde sich dieser Teil des Spektrums unterscheiden, wenn Sie Spektren mit einer Auflösung (entspricht m/z -Wert geteilt durch Peakbreite in halber Höhe) von 1.000 bzw. von 10.000 miteinander vergleichen? Was bedeutet der Unterschied für die Auswertung der Messung, (vor allem wenn Sie das Peptid in einer Mischung detektieren)?

(14 Punkte)

4. β -Carotin ist ein wichtiger natürlicher Farbstoff, der unter anderem Bestandteil vieler Lebensmittel ist.

a) Die Substanz kann zum Beispiel aus Algenkulturen aufgereinigt werden. Die Konzentration eines Extraktes in Hexan soll anhand seiner Lichtabsorption im Extinktionsmaximum bestimmt werden. Der Extinktionskoeffizient für eine Lösung in Hexan beträgt $139.500 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$. Wie groß ist die Menge an β -Carotin in 500 Liter Extrakt, bei einer Extinktion von 0,67 für eine 1:200 verdünnte Probe des Extraktes (Küvette von 10 mm Durchmesser)?

b) Bei der unter a) vorgenommenen Bestimmung wurde nicht berücksichtigt, dass im Extrakt noch andere Farbstoffe vorhanden sind, die ebenfalls an der genannten Stelle absorbieren. Wie groß ist der bei a) gemachte systematische Fehler, wenn 6 % der Ausgangsintensität auf diesem Wege in der Probe von anderen Substanzen absorbiert wurden, welche nicht in der Standardlösung waren?

(10 Punkte)

Ende der Aufgaben – Viel Erfolg bei der Bearbeitung!