



SS 2008, 15. Juli, 10.30-12.30 Uhr

Matrikel-Nr.:

Hilfsmittel: ohne (PSE ausgeteilt)

Name :

Prüfer: Prof. Dr. Schrader

Anzahl abgegebener Prüfungsbögen:

Hinweise

- 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.
-

Aufgaben (Gesamtpunktzahl: 50, Bestehen jedes Teilgebiets ist erforderlich)

1. Sie haben Glycin aus einer Lösung mit Kupfer(II)carbonat ausgefällt. Durch erneutes Auflösen einer Teilmenge des gefällten Komplexes $[\text{Cu}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{N})]$ in Wasser soll die Ausgangsmenge quantitativ bestimmt werden. Dazu stehen prinzipiell folgende Methoden zur Verfügung:

- ^{13}C -NMR-Spektroskopie
- Vis-Spektroskopie
- AAS

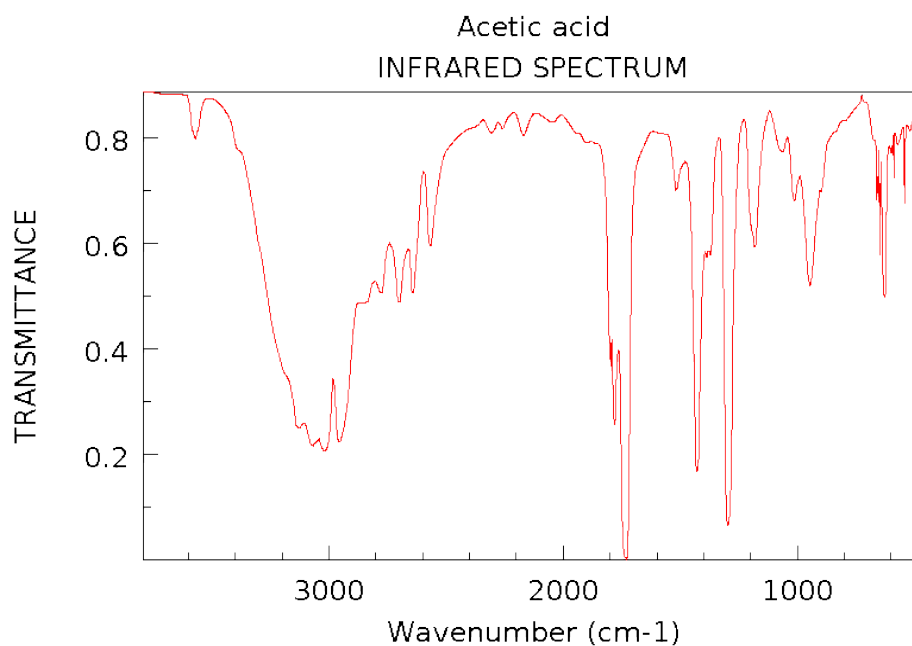
a) Was wird jeweils durch die eingestrahlte Energie in der Probe angeregt?

b) Nennen Sie für jede der obigen Methoden einen wesentlichen Vor- oder Nachteil für die oben genannte Aufgabenstellung.

(6 Punkte)



2. Unten ist das IR-Spektrum von Essigsäure (CH_3COOH) angegeben.
- Erläutern Sie, warum und von welchen Teilen des Moleküls deutliche spektrale Informationen zu erwarten sind. Ordnen Sie drei dieser Informationen in dem unten angegebenen Spektrum in etwa zu.
 - Warum sind die etwa gleich intensiven Signale über 3000 cm^{-1} und unter 2000 cm^{-1} so unterschiedlich breit?
 - Schätzen Sie für das Peakminimum bei 1420 cm^{-1} die Wellenlänge, die Frequenz, die Absorption (früher: Extinktion) und das Energiequantum der Strahlung ab.
- (12 Punkte)**



3. UV-Detektor einer HPLC-Anlage mit einfacher Einwellenlängenmessung:
- Aus welchen Bauteilen ist er prinzipiell aufgebaut? Wie funktioniert die Konzentrationsbestimmung? Was verteuert den Aufbau beim DAD-Detektor und was rechtfertigt diesen Preis?
 - Durch zu starken Druckabfall nach der Säule bzw. vor dem Detektor, kann die Löslichkeit von Gasen sehr stark abfallen. Die Bildung von Gasblasen äußert sich in deutlichen Intensitätsschwankungen bei der Detektion mit einer Wellenlänge. Solche Störungen sind sehr ungünstig, wenn quantitative Analysen unter GLP-Bedingungen erstellt werden. Wie wirken sich diese auf Präzision, Genauigkeit, Reproduzierbarkeit und Nachweisgrenze aus?
- (10 Punkte)**

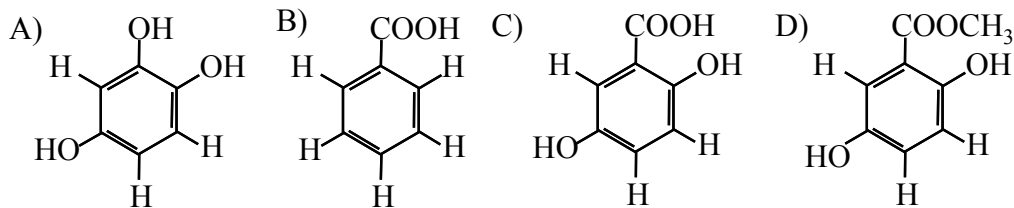


4. Mit einem MALDI-TOF-MS wird ein Peptid der monoisotopischen molekularen Masse von 2041,2 Da vermessen. Skizzieren Sie einen Ausschnitt des Massenspektrums mit dem monoisotopischen und dem ersten Isotopenpeak des zu erwartenden Signals,
- für den linearen Messmodus, bei einer Auflösung von 2000 (FWHM).
 - für den Reflectron-Messmodus, bei einer Auflösung von 10000 (FWHM).
 - und erläutern Sie damit kurz, warum und welche unterschiedlichen Größen für beide Experimente ermittelt werden.

(11 Punkte)

5. Unten sind vier verschiedene Moleküle angegeben. Eines davon wird als Matrix für MALDI-MS (mit dem üblichen Stickstofflaser bei 337 nm) verwendet.
- Benennen Sie drei wesentliche Funktionen einer MALDI-Matrix. Begründen Sie damit, warum nur eines der Moleküle wirklich geeignet ist und warum die anderen auszuschließen sind.
 - Geben Sie an, woran Sie die unterschiedlichen Moleküle in dieser Auswahl anhand eines H-NMR-Spektrum ausreichend voneinander unterscheiden können sollten. (Die chemische Verschiebung, siehe Tabelle, ist nicht unbedingt ausreichend).

(11 Punkte)



Protonenlage	δ
Aliphatische Methylgruppe, R-CH ₃	0,8 - 1,0
Aliphatische Methylengruppe, R ₂ -CH ₂	1,0 - 1,3
Aromatische Methylgruppe, Ar-CH ₃	2 - 2,5
Thiol, R-SH	1 - 4
Aliphatischer Alkohol, R-OH	1 - 6
Aromatische Hydroxylgruppe, Ar-OH	4,5-8
Aromatische Protonen, Ar-H	6 - 9
Aldehyd, R-CHO	9,5 - 10,5
Carbonsäure, R-COOH	> 9

Ende der Aufgaben – Viel Erfolg bei der Bearbeitung!