



Ort: Freitag, 15. Juli 2005, 10.30-12.30 Uhr

Matrikel-Nr.: .....

Prüfer: Prof. Dr. Schrader

Anzahl abgegebener Prüfungsbögen: .....

- Maximale Punktzahl: 50 (zum Bestehen sind mindestens 40 % = 20 Punkte erforderlich)
- Prüfungsbögen und Aufgabendeckblatt sind mit der Matrikel-Nr. zu versehen. Prüfungsbögen bitte durchnummerieren und zusammen mit den Aufgabenblättern abgeben.
- Bei der Angabe von Zahlenwerten ist auf Einheiten und eine sinnvolle Anzahl von Stellen zu achten. Verwenden Sie unbedingt die bereits vorgegebenen Symbole, ansonsten ist u.U. keine Bewertung möglich
- Bitte dokumentenechten Stift verwenden. Mit Bleistift Geschriebenes wird nicht bewertet.

**Angabe von Konstanten**

- Plancksches Wirkungsquantum:  $h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$

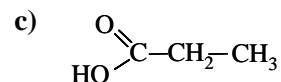
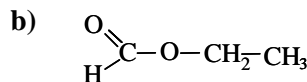
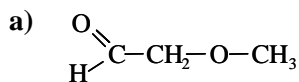
**Aufgaben**

1. Erläutern Sie die wesentlichen Komponenten des FT-IR-Spektrometers, das Sie im Praktikum „Instrumentelle Analytik“ benutzt haben. Geben Sie jeweils die Funktion der Komponenten an.

Warum befindet sich in dem Gerät ein Laser mit rotem Licht einer Wellenlänge?

(9 Punkte)

2. Zur Auswahl stehen folgende Verbindungen:



Das Protonen-NMR-Spektrum der Abbildung 1 im Anhang stammt von einer dieser Verbindungen.

- a) Um welche Verbindung handelt es sich? Begründen Sie Ihre Entscheidung, indem Sie zeigen, dass alle relevanten Eigenschaften der beobachteten Signale bzw. Signalgruppen mit der postulierten Struktur übereinstimmen (Tabelle der chem. Verschiebungen im Anhang).
- b) Um wie viel unterscheiden sich die Energien der eingestrahlten Radiowellen für die am weitesten auseinander liegenden Peaks in Tabelle 2 zum Spektrum in Abbildung 1?

(21 Punkte)



3. Beschreiben Sie die Auswertung für einen Time-of-flight-Massenanalysator. Die Moleküle wurden vor dem Analysator ionisiert und mittels einer Hochspannung beschleunigt (Beschleunigungsenergie:  $E = z \cdot e \cdot U$ ; z: Ladungszahl des Ions, e: Elementarladung, U: Spannung). Anschließend werden die Ionen über einen Detektor erfasst.

Welche Messgrößen müssen Sie ermitteln, um die übliche Angabe Masse pro Ladungszahl (m/z) für die Moleküle zu erhalten? Wie sind diese Größen mit einander verknüpft, um m/z zu ermitteln?

(8 Punkte)

4.  $\beta$ -Carotin ist ein wichtiger natürlicher Farbstoff, der zum Beispiel Bestandteil vieler Lebensmittel ist.
- $\beta$ -Carotin ist ein orange-gelber Farbstoff, bei welcher Wellenlänge etwa wird der höchste Extinktionskoeffizient im sichtbaren Bereich des Lichtes liegen.
  - Die Substanz kann zum Beispiel aus Algenkulturen aufgereinigt werden. Die Konzentration eines Extraktes in Hexan soll anhand seiner Lichtabsorption im oben genannten Maximum 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  $\beta$ -Carotin in 200 Liter Extrakt, bei einer Extinktion von 1,34 für eine 1:100 verdünnte Probe des Extraktes (Küvette von 10 mm Durchmesser)?
  - Bei der unter b) 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 b) gemachte systematische Fehler, wenn 4 % der Ausgangsintensität auf diesem Wege in der Probe von anderen Substanzen absorbiert wurden, welche nicht in der Standardlösung waren?

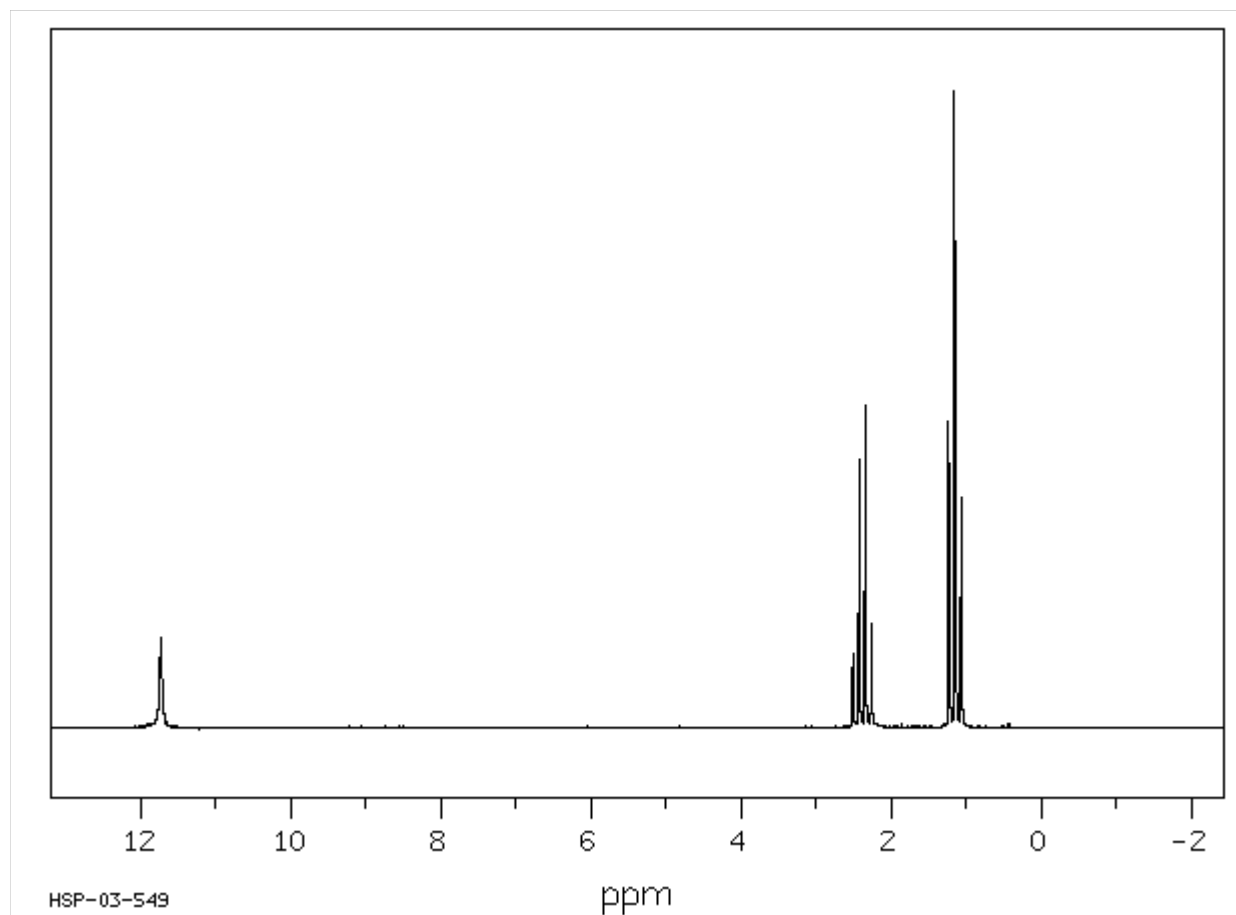
(12 Punkte)

Viel Erfolg bei der Bearbeitung!

(Gesamtpunktzahl: 50)

**Tabelle 1: Chemische Verschiebungen für Protonen in unterschiedlichen funktionellen Gruppen**

$\delta$ [ppm]	Funktionelle Gruppe
0,8 bis 2	R-CH <sub>3</sub>
1,3 bis 2	R-CH <sub>2</sub> -R'
1 bis 5,5	R-OH
2 bis 2,5	O=RC-CH <sub>2</sub> -R'
3,3 bis 4,2	R-O-CH <sub>3</sub>
3,7 bis 5	R-O-CH <sub>2</sub> -R'
9,3 bis 10,7	Aldehyde
9 bis 12	Carbonsäuren

**Abbildung 1: Protonen-NMR-Spektrum eines kleinen organischen Moleküls, das mit einer Trägerfrequenz von 89,56 MHz aufgenommen wurde.****Tabelle 2: Chemische Verschiebungen und Integrale der im Spektrum von Abbildung 1 beobachteten Peaks**

$\delta$ [ppm]	Integral [bel. Einheiten]
11,734	851
2,521	211
2,435	521
2,352	678
2,267	263
1,239	731
1,155	1338
1,071	537