

Instrumentelle Analytik**Teilgebiet Spektroskopie**Diplomprüfung im Studiengang Biotechnologie
(Fachnummer BT205)Fachhochschule
WeihenstephanFakultät
Biotechnologie und Bioinformatik

WS 06/07, 9. Feb. 2007, 14.00-16.00 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.

Aufgaben (Gesamtpunktzahl: 50)*H-NMR nochmal anschauen*

- Sie sollen die Menge von Kohlendioxid in der Gasphase über einem Fermenter, in dem Alkohol hergestellt wird, bestimmen. Dazu stehen prinzipiell folgende Spektroskopiearten zur Verfügung: Vis; IR; ^{13}C -NMR; Flammen-AAS
 - Geben Sie für jede Methode an, ob und welche Art von Wechselwirkungen mit den Kohlendioxid-Molekülen auftreten können und wovon Sie damit ein Signal detektieren würden.
 - Welche andere Komponenten in der Gasphase können bei den verwendbaren Methoden auch Signale ergeben? Bewerten Sie kurz den Einfluss dieser Störungen für die Messung.
 - Begründen Sie kompakt, welche der genannten Methoden Sie einsetzen würden, um eine empfindliche und genaue Messung vorzunehmen.
(14 Punkte)
- Erläutern Sie ein Flammen-Atomabsorptions-Spektrometer, wie Sie es auch im Praktikum „Instrumentelle Analytik“ kennen gelernt haben.
 - Geben Sie für drei wesentliche Komponenten jeweils die Bezeichnung und die genaue Funktion der Komponenten an (nicht: Steuerungsrechner).
 - Was und wie wird mit diesem Gerät quantitativ analysiert? Erläutern Sie das Messprinzip.
 - Benennen und erläutern Sie, außer bezüglich der Flamme, einen wesentlichen Unterschied gegenüber einem Photometer zur Messung der Absorption von Molekülen (es gibt mehrere).
(12 Punkte)



3. Das Protein Myoglobin (Molmasse etwa 18.000 u) hat eine gut detektierbare Absorption im Bereich des grünen Lichtes aufgrund einer Häm-Fe-Gruppe. Der Extinktionskoeffizient bei 580 nm beträgt $15.000 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$. (Extinktion: $E = \log [I_0/I]$; Transmission: $T = I/I_0$).

a) Wie groß ist die Extinktion einer Lösung von 0,5 mg/mL Myoglobin, die mit einem Detektor bei 580 nm mit einer Durchflusszelle von 1 mm Durchmesser während einer chromatographischen Trennung gemessen wird?

b) Bei der Chromatographie wurde noch ein zweites Signal bei 280 nm aufgenommen. Nach einer Faustregel hat eine Proteinlösung dabei eine Extinktion von etwa 1 bei einer Konzentration von 1 g/L und einer Schichtdicke von 1 cm (1 AU). Um welchen Faktor unterscheidet sich die Transmission bei dieser Wellenlänge verglichen zu a) (größer oder kleiner)? Welche Messung ist damit empfindlicher?

(12 Punkte)

4. Gegeben sei das nebenstehend gezeigte Molekül. Von dem Molekül soll ein ^1H -NMR-Spektrum simuliert werden.

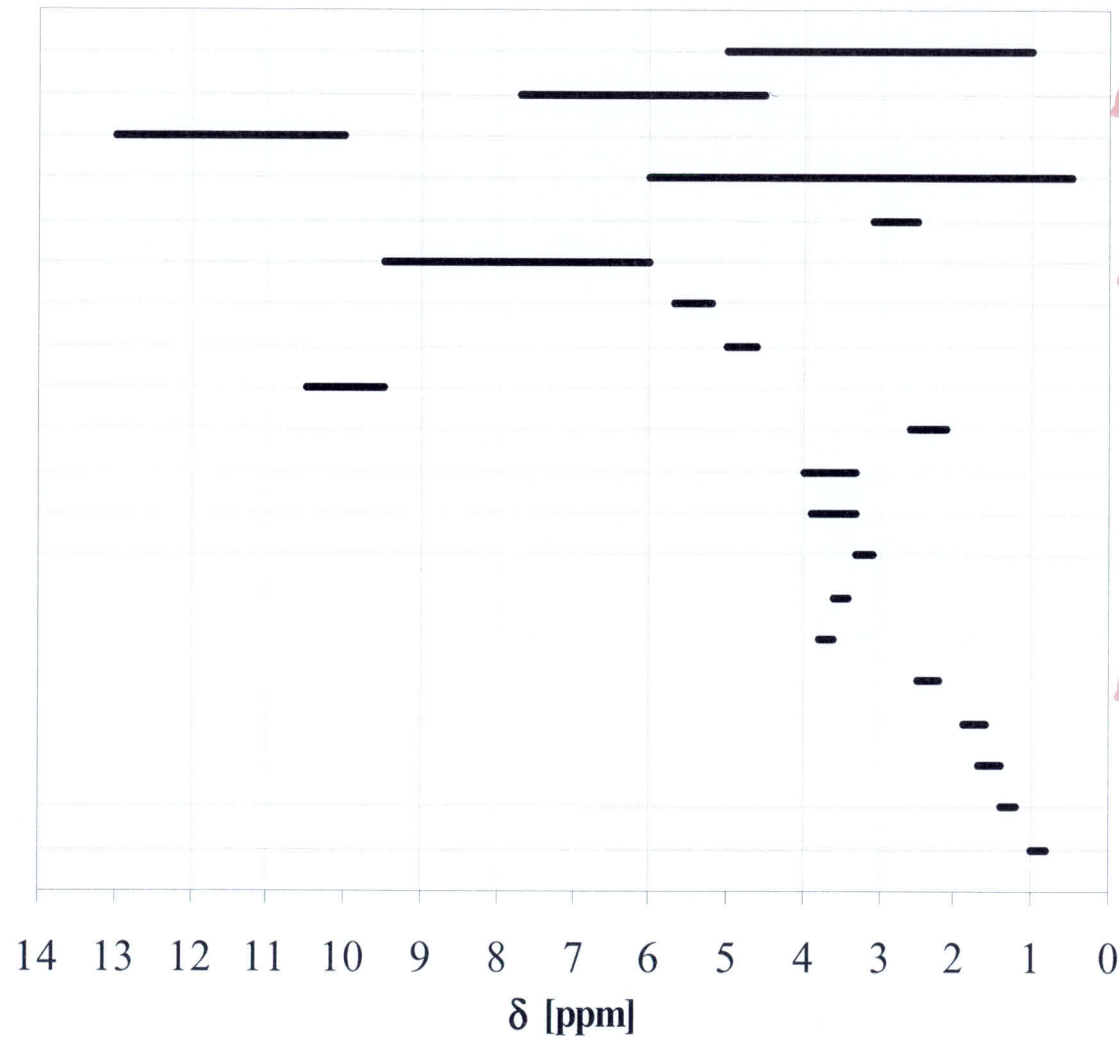
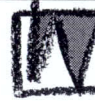
a) Verwenden Sie die Daten im Anhang, um die chemischen Verschiebungen der verschiedenen Protonen des Moleküls in einer Tabelle abzuschätzen.

b) Erstellen Sie eine Skizze des Spektrums, in der die Intensitäten aller Signale (auch Multipllettstrukturen) als Funktion der chemischen Verschiebung dargestellt sind. Die Summe aller Signalintensitäten soll 1800 betragen.

(12 Punkte)



Ende der Aufgaben – Viel Erfolg bei der Bearbeitung!



Anhang

- Aliphatische Amino-Protonen R-NH₂
- Aromatische Hydroxyl-Protonen Ar-OH
- Aliphatische Carboxyl-Protonen RCOOH
- Aliphatische Hydroxyl-Protonen ROH
- Acetylen-Protonen RC≡CH
- Aromatische Protonen Ar-H
- Olefinische Protonen R₂C=CRH
- Olefinische Protonen, R₂C=CH₂
- Aldehyd-Protonen RCHO
- Methyl-Protonen an Ketonen RCOCH₃
- Alkyl-Protonen an Alkoholen HOCH₂R
- Äther-Protonen ROCH₂R
- Alkyl-Iodide RCH₂I
- Alkyl-Bromide RCH₂Br
- Alkyl-Chloride RCH₂Cl
- Aromatische Methylprotonen Ar-CH₃
- Alkyl-Protonen R₂C=CRCH₃
- Alkyl-Protonen R₃CH
- Alkyl-Protonen RCH₂CH₃
- Alkyl-Protonen RCH₃