

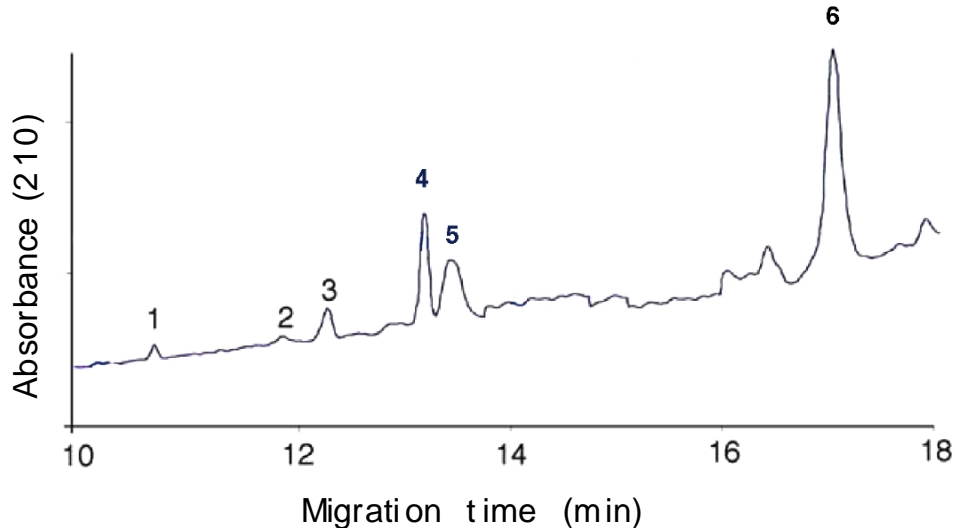
**Schriftliche Prüfung 2. Vordiplom / BSc
Frühling 2005****D – CHAB/BIOL**

Vorname:..... Name:.....

- ◆ Jede Aufgabe wird separat bewertet. Die maximal erreichbare Punktzahl beträgt **36**. Die Maximalnote wird mit mindestens **30** Punkten erreicht.
- ◆ Zeit: **60 Minuten**. Teilen Sie sich Ihre Zeit gut ein!
- ◆ Unleserliche Texte, unklare Formulierungen oder unsaubere Skizzen können nicht bewertet werden. Bitte bemühen Sie sich um eine saubere Darstellung.
- ◆ Beginnen Sie jede Aufgabe auf einem neuen Blatt und schreiben Sie jedes abzugebende Blatt einzeln mit Ihrem Namen an.
- ◆ Dieses Deckblatt ist ausgefüllt abzugeben.
- ◆ Wir bitten Sie um Fairness und wünschen Ihnen viel Erfolg!

Aufgabe 1 10 Punkte

Zur Bestimmung der Konzentration verschiedener Säuren in Bier wurde im Analyzelabor einer Brauerei Kapillarelektrophorese eingesetzt.



Die Peaknummern entsprechen folgenden Substanzen: (1) Oxalsäure, (2) Fumarsäure, (3) Ketoglutar säure, (4) Methyl-fumarsäure, (5) Malonsäure, (6) Bernsteinsäure.

- Berechnen Sie die Auflösung der Peaks 4 und 5.
- Was für ein Detektor wurde eingesetzt ?
- Was für alternative Detektionsmethoden könnten Sie einsetzen ?

Begründen Sie Ihre Antworten.

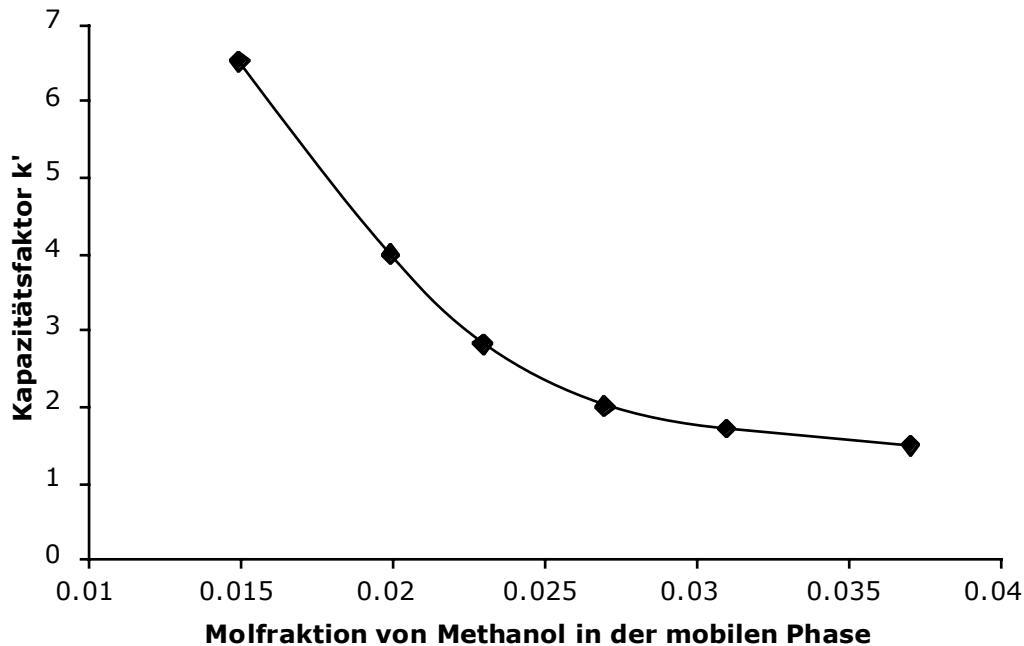
Nach einem betriebswirtschaftlichen Nachdiplomstudium hat der Laborleiter (in der Bierindustrie gibt es kaum Laborleiterinnen) erkannt, dass Zeit Geld ist und beschlossen, mit einer kürzeren Analysezeit wesentlich mehr Biere pro Arbeitstag zu testen.

- Nennen und begründen Sie 3 Massnahmen, mit denen Sie die Analysezeit verkürzen.
- Es besteht der Verdacht, dass während des Brauprozesses Verunreinigungen von Benzol und Phenol ins Bier gelangen. Schlagen Sie eine Änderung des Experimentes vor, so dass diese beiden Substanzen gleichzeitig mit den oben aufgelisteten Säuren in einem elektrophoretischen Experiment getrennt und nachgewiesen werden können. Begründen Sie Ihre Antworten.

Aufgabe 2 3 Punkte

Ein polares Arzneimittel wurde mit Normalphasen-HPLC untersucht. Die mobile Phase besteht zum grössten Teil aus Dichlormethan und zu einem kleineren Teil aus Methanol.

Es wurden sechs Chromatogramme mit leicht unterschiedlicher mobiler Phase aufgenommen. Für jedes Experiment wurde der Kapazitätsfaktor k' bestimmt (siehe Figur).



- a) Wieso nimmt k' bei einem zunehmenden Anteil an Methanol in der mobilen Phase ab? Argumentieren Sie so präzise wie möglich.

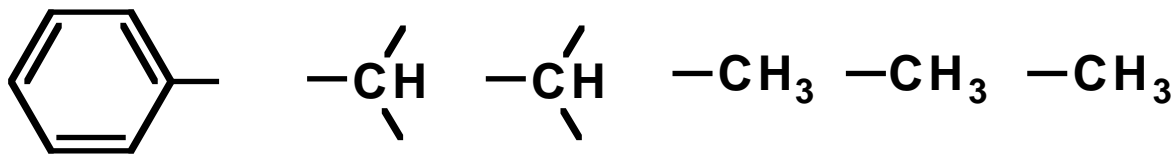
Aufgabe 3 5 Punkte

Auf einem ehemaligen Industriegelände soll eine Schule gebaut werden. Während der Bauarbeiten stellt sich heraus, dass der Boden möglicherweise mit toxischen Dioxinen (das heisst chlorierten Dibenzo-p-dioxinen (CDDs), chlorierten Dibenzofuranen (CDFs) und polychlorierten Biphenylen (PCBs)) verunreinigt ist. Zur Abschätzung des Gefahrenpotentials haben Sie die Aufgabe, die Konzentration dieser Substanzen im Boden zu bestimmen.

- a) Wie arbeiten Sie die Bodenproben auf ?
- b) Was für eine chromatographische Methode wählen Sie zur Trennung der Dioxine? Welchen Detektor setzen Sie ein? Ihnen steht kein MS zur Verfügung.

Aufgabe 4 7 Punkte

Auf der folgenden Seite finden Sie das Massenspektrum und das ^1H -NMR-Spektrum der Verbindung **L18**. Sie besteht aus folgenden Teilstrukturen:

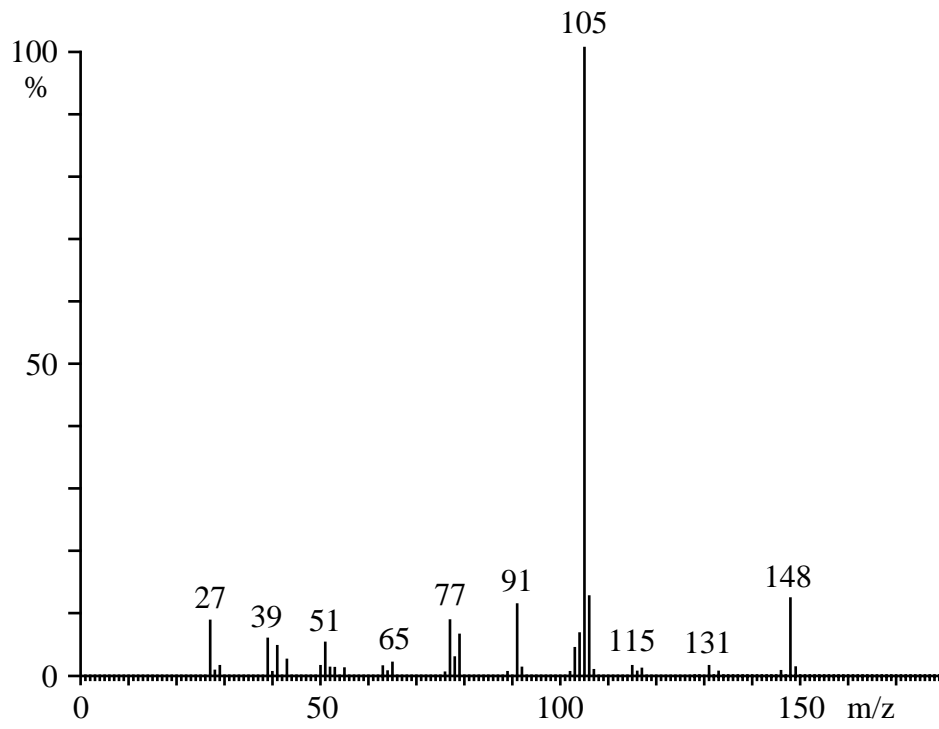
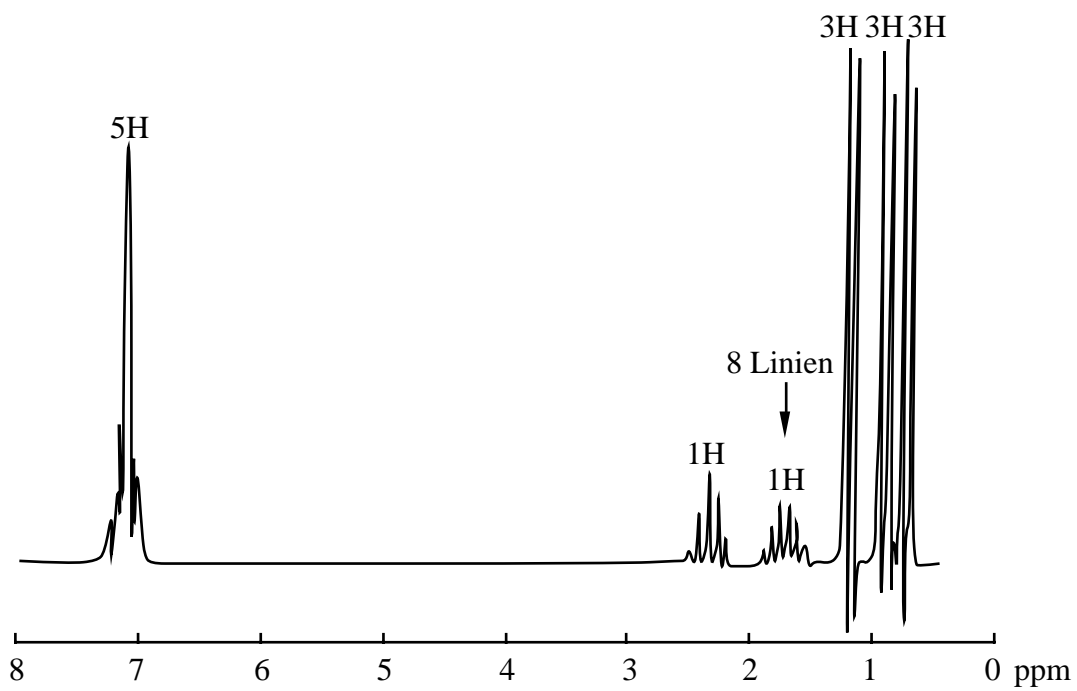


Die Verbindung hat die relative Molmasse $M_r = 148$.

Ein Hinweis zum ^1H -NMR-Spektrum:

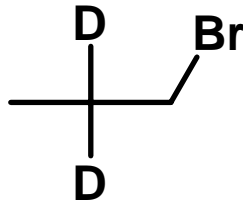
Das Signal bei 1.8 ppm besteht aus 8 Linien. Die äussersten Linien sind im Rauschen der Basislinie verschwunden.

- Zeichnen Sie die Strukturformel von L18.
- Erklären Sie die Aufspaltungsmuster im aliphatischen Bereich.
- Erklären Sie den Basispeak im Massenspektrum. Nehmen Sie die Fragmentierungsregeln zu Hilfe

MS: EI, 70 eV**L18** **$^1\text{H-NMR}$:**100 MHz, aufgenommen in CDCl_3 **L18**

Aufgabe 5 3 Punkte

Unten finden Sie das IR-Spektrum der Verbindung **P17**. Sie hat folgende Struktur:

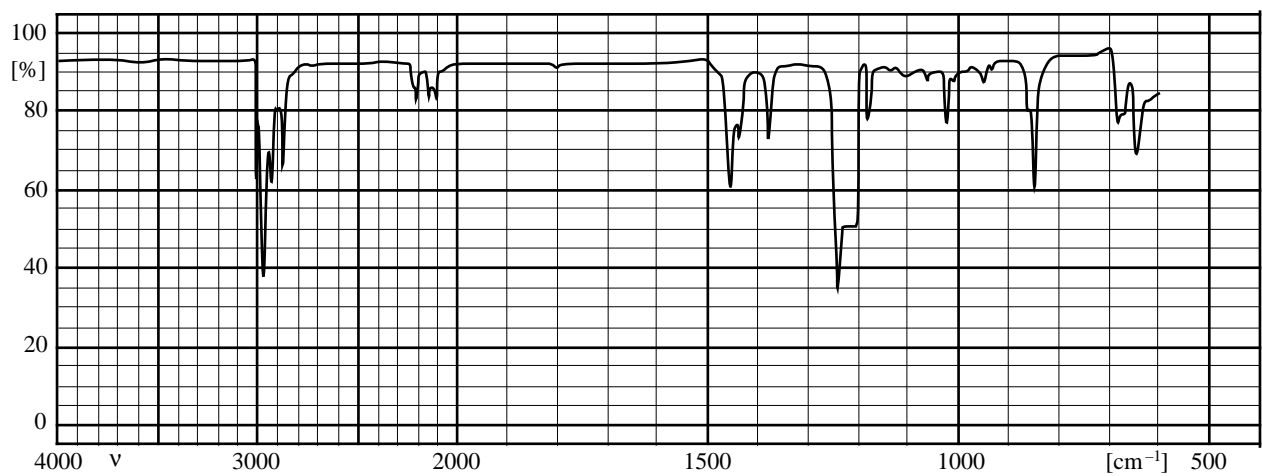


Das Symbol D steht für Deuterium ^2H .

- a) Die Banden in der Nähe von 3000 cm^{-1} stammen von den C–H-Streckschwingungen. Schätzen Sie die Lage der C–D-Streckschwingungen ab. Nehmen Sie an, die Bindungsstärken der C–H- und C–D-Bindungen seien gleich.

IR: aufgenommen in CHCl_3 , Schichtdicke 0.1 mm

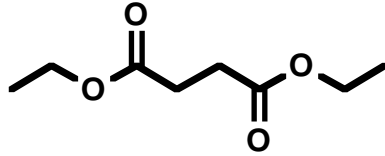
P17



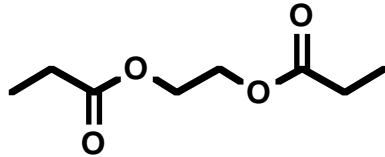
Aufgabe 6 8 Punkte

Auf den folgenden Seiten finden Sie die IR-, Massen-, ^1H -NMR- und ^{13}C -NMR-Spektren der Verbindung **S11**. Für sie werden die alternativen Konstitutionen 1-4 vorgeschlagen. Finden Sie für jede Alternative mindestens zwei spektroskopische Argumente, die gegen sie sprechen.

S11



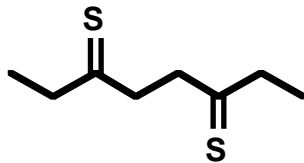
①



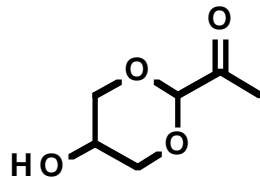
②



③

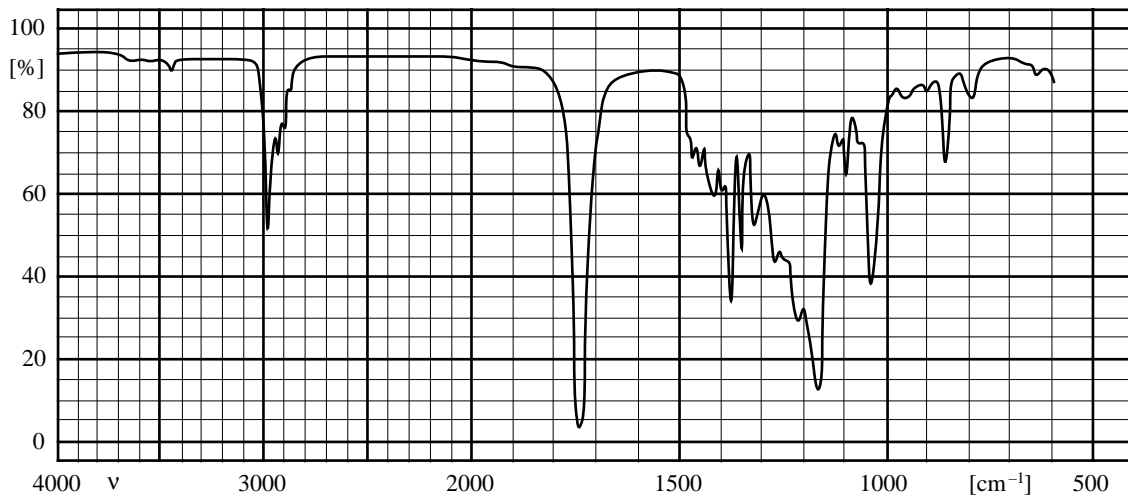


④

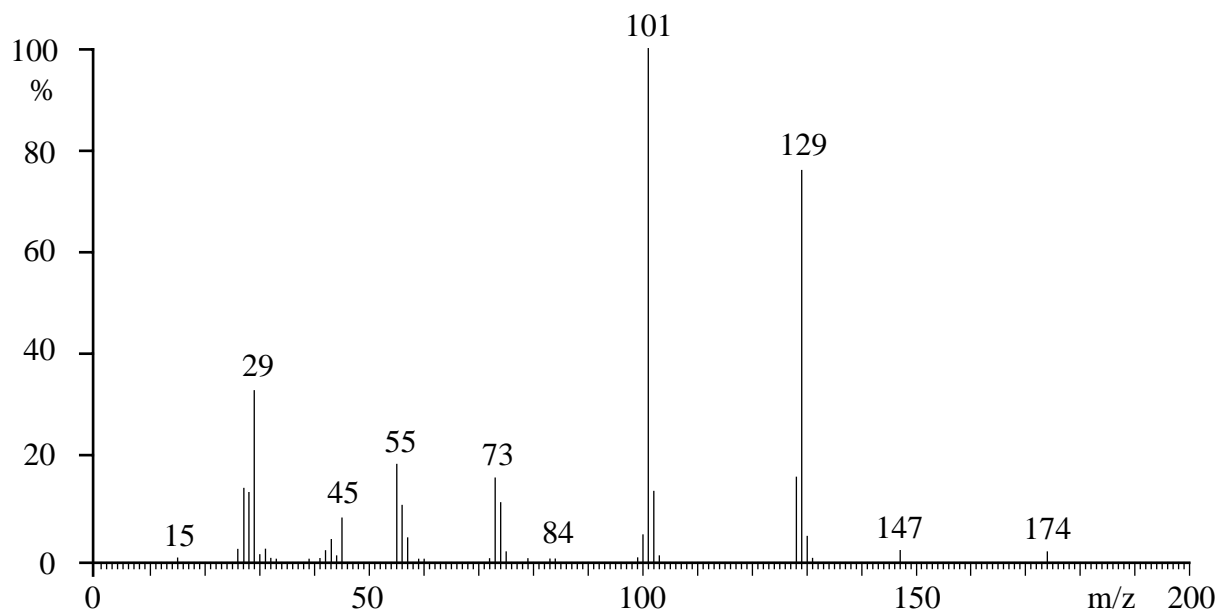


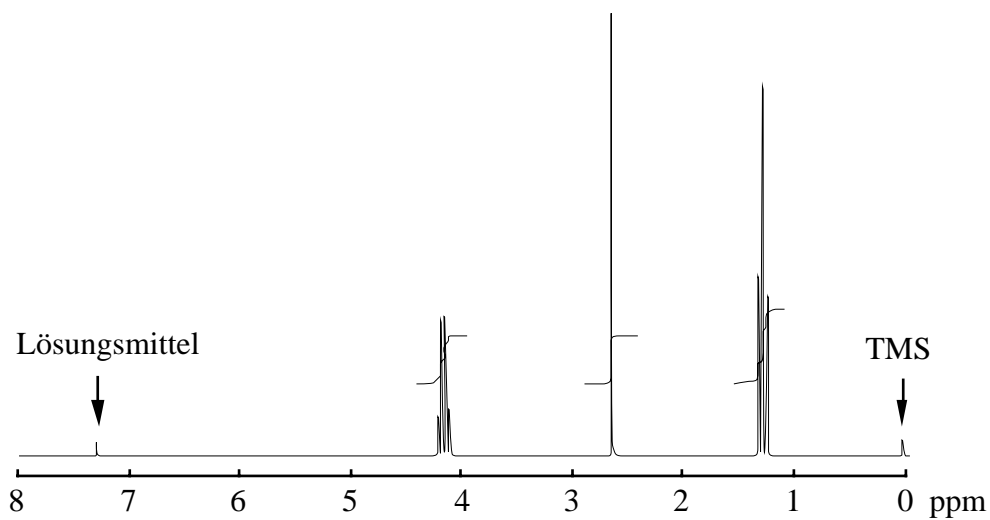
IR: aufgenommen in CHCl_3 , Schichtdicke 0.1 mm

S11



MS: EI, 70 eV



$^1\text{H-NMR}$:**S11**200 MHz, aufgenommen in CDCl_3  **$^{13}\text{C-NMR}$:****S11**50 MHz, protonen-breitbandentkoppelt, aufgenommen in CDCl_3 