



Schriftliche Prüfung BSc Frühling 2006

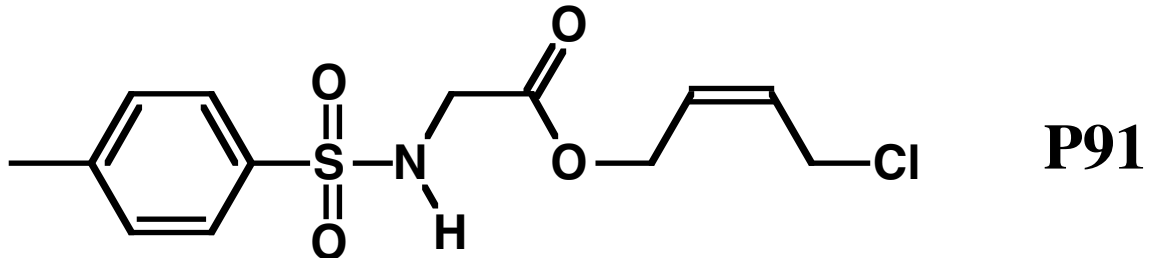
D – CHAB/BIOL

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!
(Disziplinarverordnung RSETH 361.1)

Aufgabe 1 6 Punkte

Auf den folgenden Seiten finden Sie die IR-, Massen-, ^1H -NMR- und ^{13}C -NMR-Spektren der Verbindung **P91**. Sie weist folgende Konstitution auf:



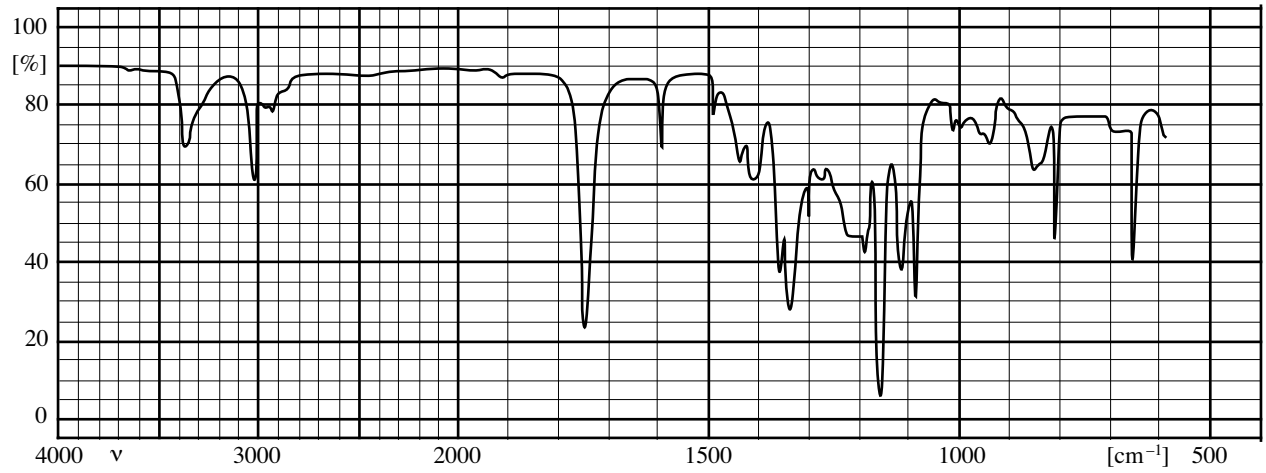
Die Verbindung hat die relative Molmasse $M_r = 331$.

Hinweis zum ^1H -NMR-Spektrum: Das Signal bei 5.2 ppm gehört zur NH-Gruppe. Die Linien sind leicht verbreitert, was für die Interpretation des Spektrums keine weitere Konsequenz hat.

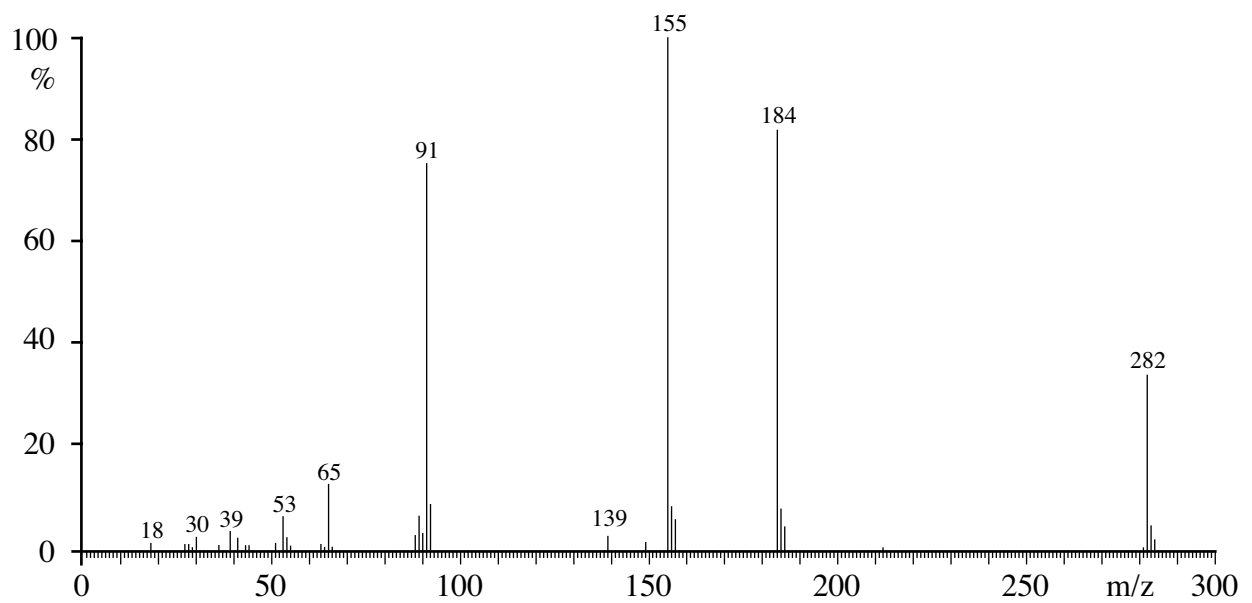
- Es wird vorgeschlagen, das Fragment bei m/z 91 entspreche der Zusammensetzung SO_2NCH . Finden Sie ein spektroskopisches Argument, das klar dagegen spricht.
- Erklären Sie das Signal bei m/z 184 im Massenspektrum. Nehmen Sie dazu die Fragmentierungsregeln zu Hilfe.
- Die SO_2 -Gruppe hinterlässt ihre Spuren im IR-Spektrum bei 1340 cm^{-1} und 1170 cm^{-1} . Warum erscheinen zwei Banden? Benennen Sie die Banden, oder beschreiben Sie die Bewegungen der drei beteiligten Atome.
- P91** enthält ein Cl-Atom. In welchem Spektrum würden Sie am ehesten nach Spuren des Cl-Atoms suchen? Warum? Sind Sie bei **P91** erfolgreich?

IR: Perkin-Elmer Modell 125
aufgenommen in CHCl_3 , Schichtdicke 0.1 mm

P91

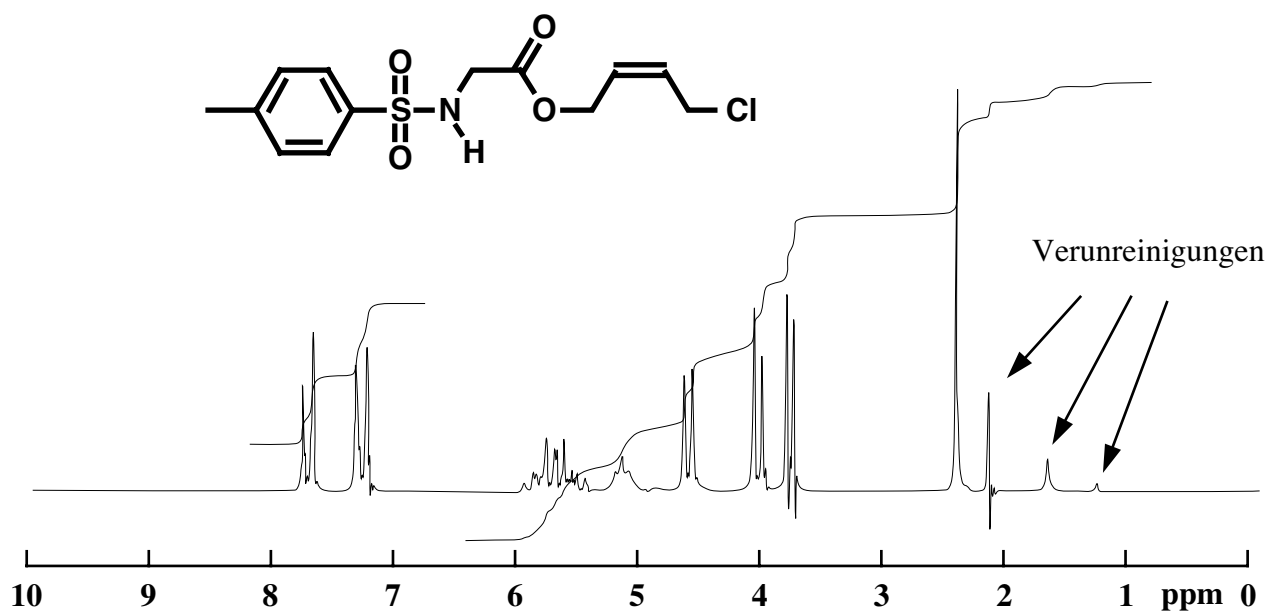


MS: EI, 70 eV



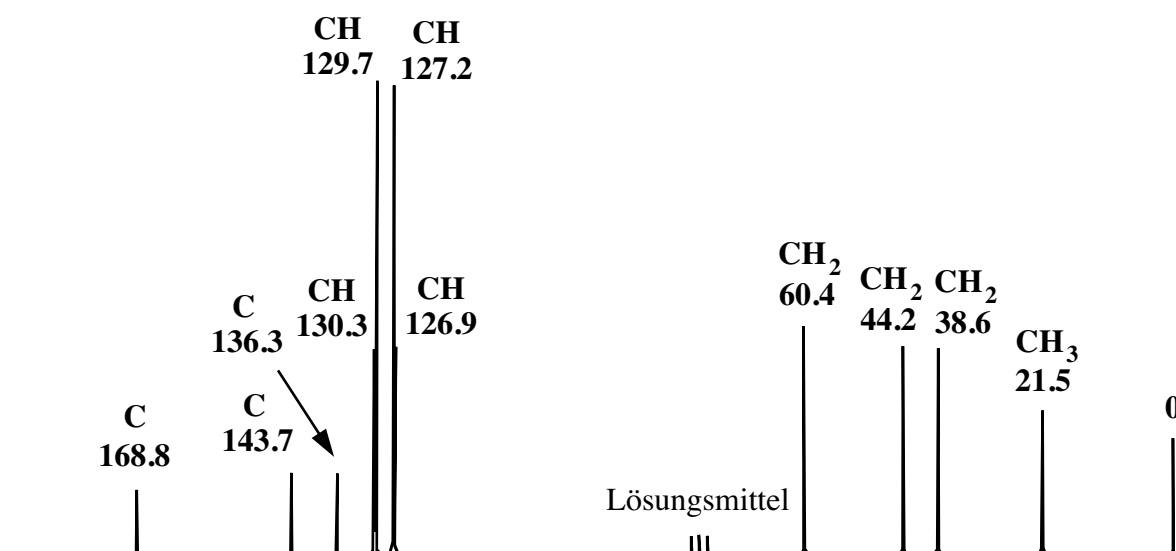
$^1\text{H-NMR}$: 100 MHz, aufgenommen in CDCl_3

P91



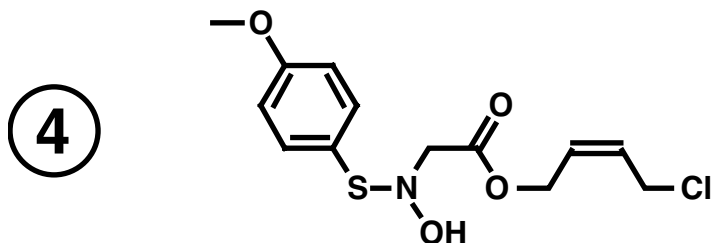
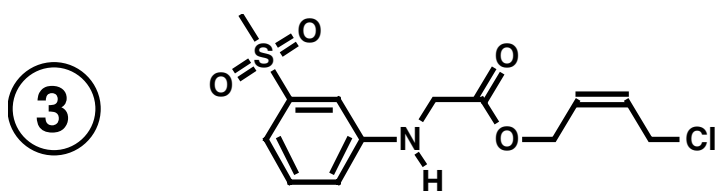
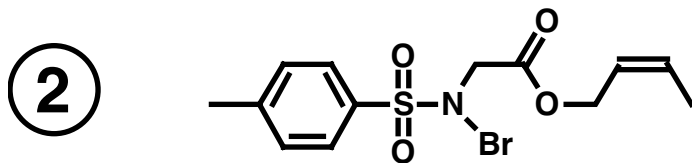
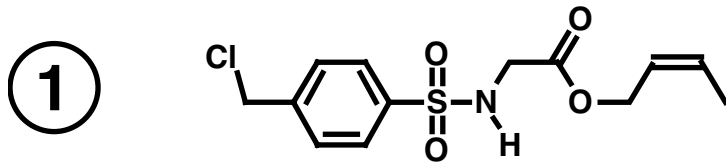
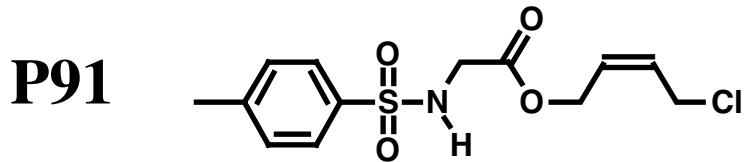
$^{13}\text{C-NMR}$: 25 MHz, protonen-breitbandentkoppelt
aufgenommen in CDCl_3

P91



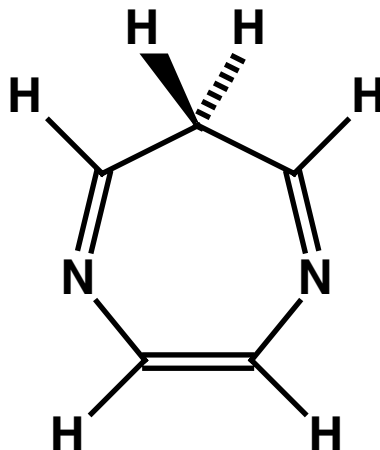
Aufgabe 2 8 Punkte

Für die Verbindung **P91** werden die alternativen Konstitutionen 1-4 vorgeschlagen. Finden Sie für jede Alternative mindestens zwei spektroskopische Argumente, die gegen sie sprechen.



Aufgabe 3 4 Punkte

Beim unten stehenden Molekül darf für die Betrachtung der NMR-Spektren angenommen werden, dass sich die Ringatome in einer Ebene befinden, wobei die Ringebene eine Spiegelebene darstellt.

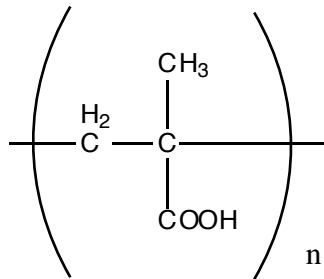


- Bezeichnen Sie die Protonen mit den Buchstaben a, b, ... , wobei Protonen mit gleicher chemischer Verschiebung im ^1H -NMR-Spektrum den gleichen Buchstaben erhalten.
- Skizzieren Sie für die Protonen jeden Buchstabens das Aufspaltungsmuster im ^1H -NMR-Spektrum, oder verwenden Sie die Begriffe "Singlett", "Dublett", etc. Nehmen Sie erste Ordnung an. Kopplungen über vier oder mehr Bindungen haben keinen Einfluss auf das Spektrum.

Aufgabe 4 7 Punkte

Polymethacrylsäure (PMA), ein Kunststoff, soll so hergestellt werden, dass die Moleküle ein Molekulargewicht von 1000 Da haben. Die Synthese ergibt jedoch nicht nur die gewünschte Molekülmasse, sondern eine Verteilung von verschiedenen großen Polymermolekülen.

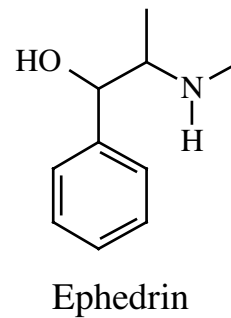
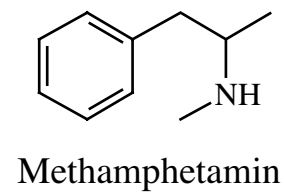
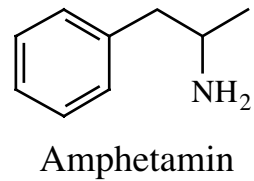
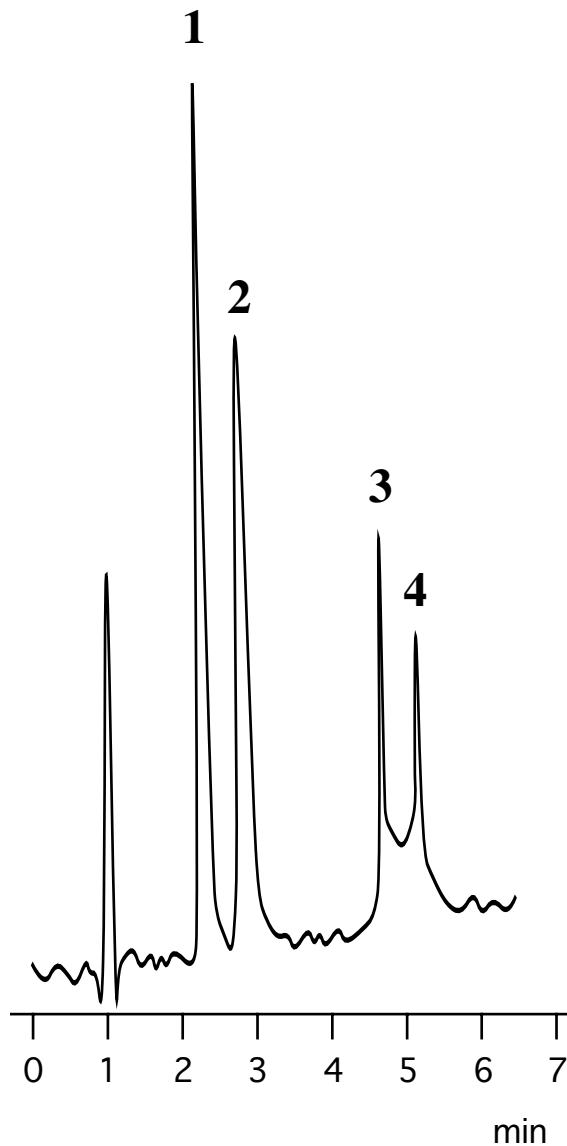
Abgebildet ist eine Monomereinheit von PMA:



- Mit welcher Trennmethode bestimmen Sie die Molekülmassenverteilung des PMA-Polymers? Begründen Sie Ihre Wahl.
- Welche Detektionsmethode verwenden Sie dabei? Begründen Sie Ihre Wahl.
- Was könnte man tun, um nur die gewünschte PMA-Molekülgröße von 1000 Da zu isolieren?
Wie stellen Sie sicher, dass Sie dabei tatsächlich und nur das PMA-Polymer mit der gewünschten Molekülmasse isoliert haben?

Aufgabe 5 11 Punkte

Unten stehendes Chromatogramm zeigt eine Reihe von Substanzen, die stimulierend auf den menschlichen Körper wirken und deshalb auch als Dopingmittel eingesetzt werden:



Amphetamine in der Blutprobe:

1: Amphetamin, 2: Methamphetamin, 3: Ephedrin, 4: unbekannte Substanz.

Sie erhalten Blutproben von Sportlern, die an einem großen Wintersportereignis teilnahmen, und sollen die Konzentrationen der oben aufgeführten Substanzen in den Blutproben bestimmen.

- a) Wie bereiten Sie die Probe auf, um danach die Amphetamine quantitativ bestimmen zu können?
- b) Was für eine Trennmethode und Detektionsmethode verwenden Sie? Begründen Sie Ihre Wahl.
- c) Bestimmen Sie den Selektivitätsfaktor für die Substanzen 1 und 2.
- d) Die in der Figur gezeigte Trennmethode ist nicht für alle zu bestimmenden Substanzen zufriedenstellend (siehe Auflösung für Peaks 3 und 4). Zählen Sie mindestens drei Maßnahmen auf, wie Sie versuchen würden, die Trennmethode prinzipiell zu verbessern.