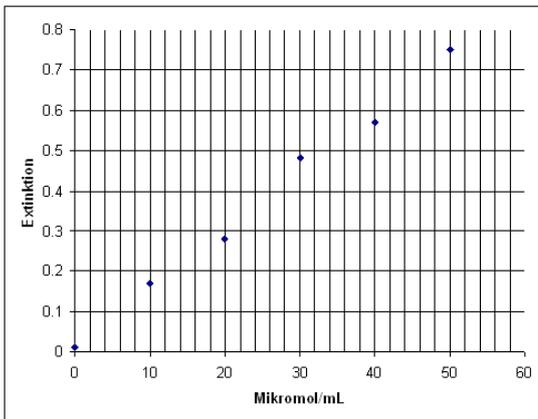


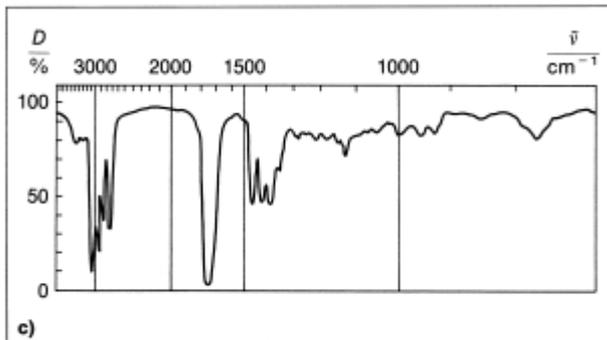
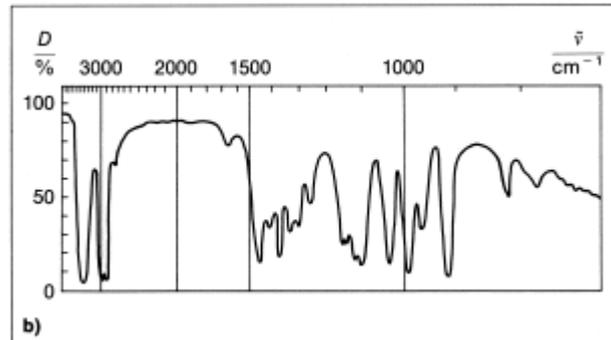
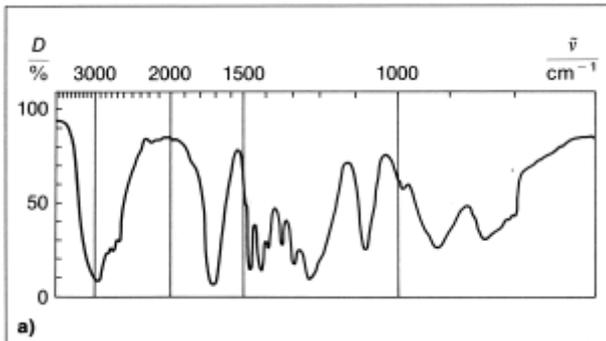
## Analytik

### Übung 1



Von einer Substanz soll der molare Extinktionskoeffizient bestimmt werden. Der Laborant hat mässig exakt verdünnt. Er hat jeweils die auf der x-Achse angegebene Zahl an Mikromol (Millionstelmol) in einem Milliliter Lösungsmittel gelöst. Trotzdem können die Werte verwendet werden, wenn grafisch ausgemittelt wird. Berechnen Sie den molaren Extinktionskoeffizienten und geben Sie dessen Einheit richtig an.

### Übung 2



Die IR-Spektren a), b) und c) gehören zu den Verbindungen Butan-2-ol, Butanal und Propansäure. Ordnen Sie die Spektren den entsprechenden Verbindungen zu.

### Übung 3

Gegeben sind folgende MS-Peakdaten (in Klammern der %-Wert der Signalhöhe/-intensität):

Substanz 1:  $m/z$  86 (25%) ; 71 (18%) ; 58 (20%) ; 43 (100%)

Substanz 2:  $m/z$  86 (25%) ; 57 (100%) ; 29 (70%)

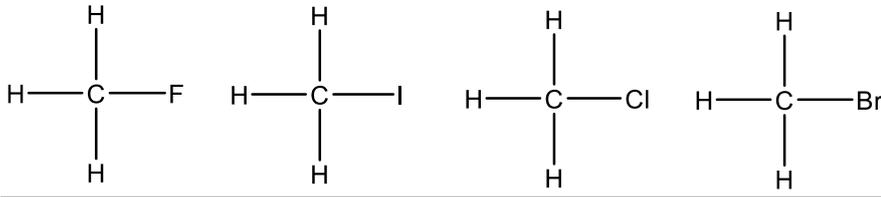
Als Substanzen kommen nur folgende Verbindungen in Frage: Pentan-2-on sowie Pentan-3-on.

Ordnen Sie die entsprechenden Verbindungen zu und begründen Sie Ihre Auswahl.

Beginnen Sie mit dem Aufzeichnen der jeweiligen Lewis-Strukturformel.

### Übung 4

Wie sehen die  $^1\text{H}$  Signale der folgenden Verbindungen aus und welches der Moleküle zeigt die stärkste chemische Verschiebung (grösste ppm)?



### Übung 5

Gegeben ist das  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum der Verbindung Crotonsäureethylester (Struktur unten ersichtlich). Die Integrationswerte der sechs Signale von links nach rechts sind: 1,1,2,3,3

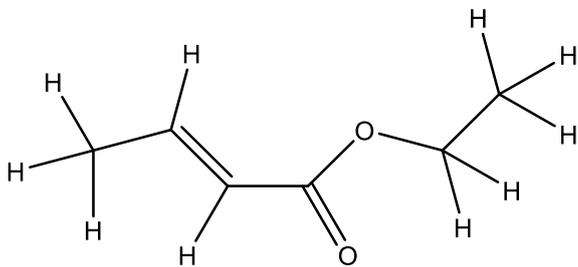
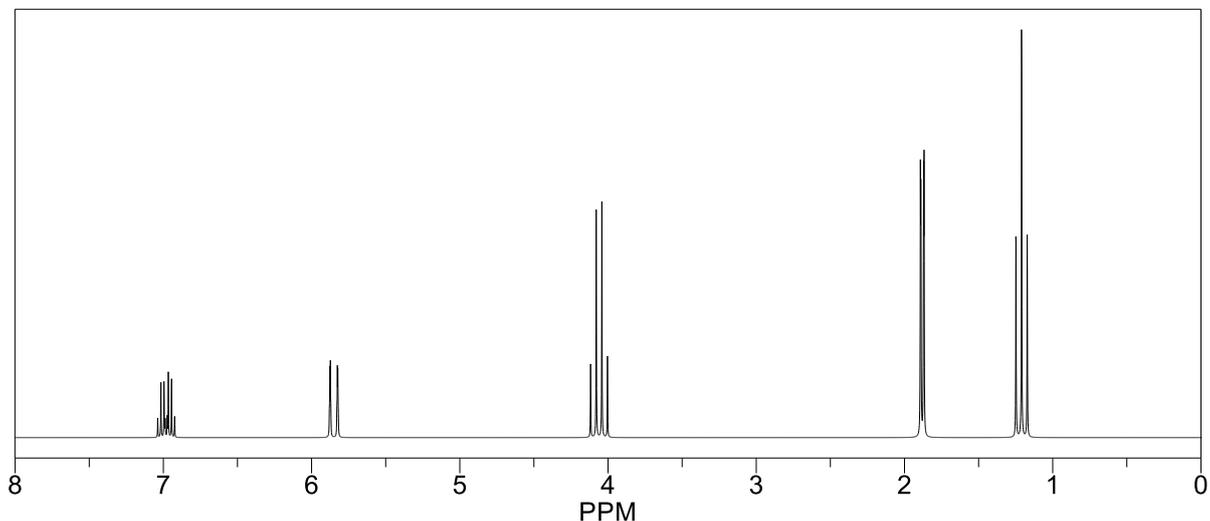


Bild 1 Gesamtspektrum



Ordnen Sie jedem Signal das entsprechende Proton/Protonengruppe zu. Ihre Bearbeitungsreihenfolge sollte von rechts nach links im NMR-Spektrum verlaufen. Begründen Sie so ausführlich wie möglich Ihre Auswahl. Tip: Das Signal bei 7 ppm ist mit Ihrem NMR-Kennntnisstand nur über den Integrationswert zuzuordnen!

### Übung 6

Ein im Handel erhältliches Flüssiggas-Produkt ergibt bei der GC-Analyse folgendes Chromatogramm:



Beschriften Sie die Achsen und interpretieren Sie das Ergebnis so ausführlich wie möglich (Gehen Sie dabei auch auf das Etikett "Butangas" ein).

### Übung 7

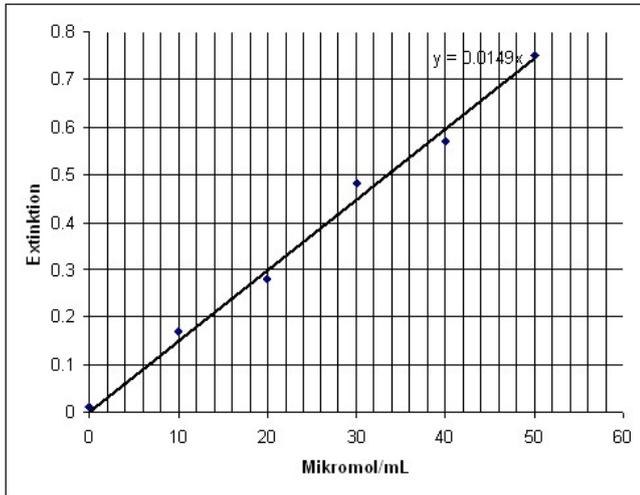
Bei der vollständigen Oxidation von 0,525g einer Verbindung, die nur aus Kohlenstoff-, Wasserstoff- und Sauerstoffatomen aufgebaut ist, werden 1,022 g Kohlenstoffdioxid und 0,603 g Wasser gebildet. 0,087g der unbekanntes Verbindung nehmen nach dem Verdunsten ein Volumen von 45 ml bei Zimmertemperatur und 1013 hPa ein. Bestimmen Sie die Summenformel der Verbindung. Stellen Sie einige mögliche Strukturformeln auf.

Hinweise:

- 1 mol einer beliebigen Substanz nimmt als Gas bei Zimmertemperatur ein Volumen von 24 L/mol ein
- Bei einer vollständigen Oxidation einer Substanz, die nur aus C, H und O besteht entstehen bei der Verbrennung nur  $\text{CO}_2$  und  $\text{H}_2\text{O}$ .

### Lösung für Übung 1

Eine Regressionsgerade ergibt Bsp. für den Wert 30 Mikromol die Extinktion 0.45. Weil die Konzentrationen direkt proportional zu den Extinktionen sind, ergibt das für 1 mol in 1 L (1000 mL) den Wert  $1/0.00003 \cdot 1000$  einen 33.3fach höheren Wert, also ca  $15 \text{ Lmol}^{-1}$ .



### Lösung für Übung 2

Name	Atomgruppe	Schlüsselbande
Butan-2-ol	O-H	3350 $\text{cm}^{-1}$
Butanal	C=O	1730 $\text{cm}^{-1}$
Propansäure	C=O O-H	1720 $\text{cm}^{-1}$ 3000 $\text{cm}^{-1}$

### Lösung für Übung 3

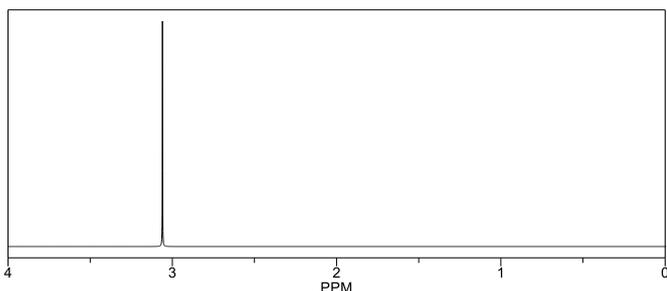
Substanz 1: Pentan-2-on

Substanz 2: Pentan-3-on

Z.B. Masse 43 ist  $\text{C}_3\text{H}_7$  und das ist nur bei Pentan-2-on möglich, also ist das Substanz 1. Andere Begründungen möglich.

### Lösung für Übung 4

Unten ist das Spektrum von  $\text{CH}_3\text{Cl}$  dargestellt. Ein Singulett, da alle Protonen gleich sind. Das Fluorisomere wäre nach links verschoben, das Iod nach rechts. Grund sind die EN-Werte. Je höher der Wert bei den Nachbarn ist, umso stärker wird der Kern entblösst und spürt das starke äussere Magnetfeld, wodurch die Energie zum Umklappen grösser wird. Referenz ist Tetramethylsilan  $(\text{CH}_3)_4\text{Si}$  mit dem ganz schwach elektronegativen Silizium. Dadurch sind alle Elektronen bei den H-Kernen und schirmen ab und folglich liegt Tetramethylsilan so weit rechts wie kaum ein anderes Molekül. Iod ähnelt mehr dem Tetramethylsilan mit seiner EN von 2.2 (Si 1.7), ist also stärker rechts.



## Lösung für Übung 5

Von rechts nach links:

1.3 ppm: Triplett aus 3 Protonen (Integral) → 2 identische Nachbarn → CH<sub>3</sub> ganz rechts in Crotonsäureethylester

1.9 ppm: Dublett aus drei Protonen → 1 Nachbarproton → CH<sub>3</sub> ganz links in CSEE.

4.2 ppm: 2 Protonen → zweite Protonengruppe von rechts in CSEE

5.8 ppm: Dublett aus 1 Proton → ein Nachbar → unterstes Proton in CSEE

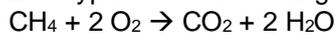
## Lösung für Übung 6

Abszisse: Retentionszeit    Ordinate: Je nach Detektor z.B. Wärmeleitfähigkeit

Es handelt sich sicher nicht um reines Butan, da noch drei bis vier andere Peaks mit geringerer Fläche vorhanden sind. Die beiden ganz kleinen sind Stoffe, welche kleinere v.d.Waals-Wechselwirkungen als Butan zum Trägermaterial in der Säule entwickeln, also z.B. Propan und Ethan, die Peaks mit grösserer Retentionszeit müssen auch grössere Moleküle sein, z.B. Pentan und Hexan.

## Lösung für Übung 7

Eine typische Verbrennungsreaktion eines Kohlenwasserstoffs sieht zum Beispiel so aus:



Wir lernen daraus:

Die Anzahl CO<sub>2</sub>-Moleküle ist = Anzahl C in der Verbindung

Die Anzahl Wassermoleküle mal 2 ist die Anzahl H-Atome in der Verbindung.

### **Bestimmung der C-Atome:**

1.022 g CO<sub>2</sub> sind **0.02322 mol** (1.022/44)

### **Bestimmung der H-Atome:**

0.603 g H<sub>2</sub>O sind **0.0335 mol** (0.603/18) H<sub>2</sub>O-Moleküle oder 0.067 mol H-Atome

### **Rückrechnung zur Bestimmung der O-Atome:**

0.02322 mol C-Atome (pro mol 12 g) → 0.279 g

0.067 mol H-Atome (pro mol 1 g) → 0.067 g

Total:            0.346 g

Wir haben aber 0.525 g der Verbindung, also sind 0.179 g davon Sauerstoffatome, das sind 0.179/16= 0.0112 mol. Wir haben also eine Roh-Summenformel von C<sub>0.023</sub>H<sub>0.067</sub>O<sub>0.0112</sub>. Normieren wir bezüglich der kleinsten Zahl (0.0112) müssen wir mal 89.28 rechnen und kriegen: C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O.

Es könnte aber auch ein Vielfaches davon sein.

Verdampfen wir 0.087 g der Verbindung, erhalten wir 0.045 L. Weil ein mol eines beliebigen Gases 24 L messen, sind diese 0.045L = 0.0019 mol. Wir wissen: 0.0019 mol wiegen 0.087 g oder 1 mol ist 46 g. Das ist gerade die Masse von C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O. Es kann sich um Ethanol oder um Dimethylether handeln.