

Fragen zum Gesamtthemenbereich Analytik

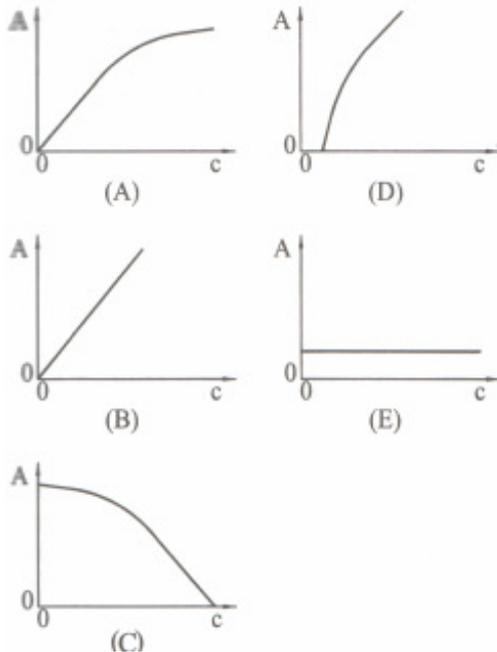
Spektroskopische Verfahren

1.) Welche Aussage trifft zu ?

- a) Die Absorption A wächst proportional zur Konzentration.
- b) Die Transmission T wächst proportional zur Konzentration.
- c) Die Absorption A ist unabhängig von der Konzentration.
- d) Die Transmission T ist $T = 1/A$.

Lösung :a

2.) Welcher Kurvenverlauf deutet auf eine Abweichung vom Lambert-Beerschen Gesetz infolge Assoziation der absorbierenden Moleküle hin?



Lösung:a

3.) Der molare Extinktionskoeffizient (*neu: Absorptionskoeffizient*) ist abhängig von:

- a) der Struktur der absorbierenden Substanz
- b) der Konzentration der absorbierenden Substanz in der Lösung
- c) Wellenlänge des eingestrahnten Lichtes
- d) Schichtdicke der Küvette

Lösung : a, c da d und c festgelegt sind!

4.) Wie lautet das Lambert-Beersche Gesetz?

- a) $E = c \cdot \epsilon \cdot d$
- b) $E = T \cdot A$
- c) $E = c \cdot \epsilon / d$
- d) $E = d \cdot \epsilon / c$

Lösung:a

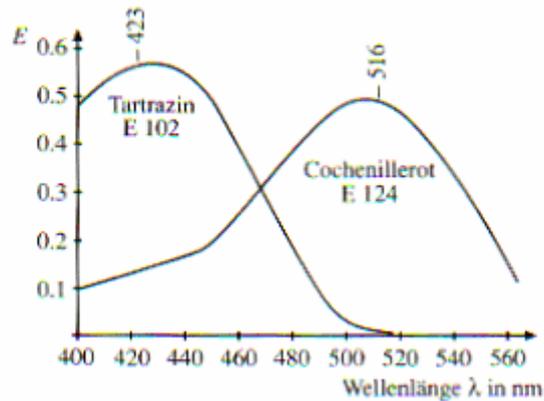
5.) Wie ermittelt man in der Photometrie die richtige Wellenlänge für die Messung ?

- a) Man erstellt ein Emissionsspektrum.
- b) Man erstellt ein Absorptionsspektrum.
- c) Man erstellt eine Kalibrationsgrade.
- d) Alle Wellenlängen sind zur Messung geeignet.

Lösung :b

6.) Im folgenden sollen zwei Proben (als binäres Gemisch) photometrisch bestimmt werden:

Absorptionsspektren von Tartrazin und Cochenillerot in Wasser



Extinktionswerte zur Anfertigung von Kalibriergraden bei $\lambda = 516 \text{ nm}$ und 423 nm :

Cochenillerot – Lösungen	E_{516 nm}	E_{423 nm}
$\beta = 2 \text{ mg/L}$	0,085	0,021
$\beta = 5 \text{ mg/L}$	0,213	0,055
$\beta = 10 \text{ mg/L}$	0,425	0,109

Tartrazin– Lösungen	E_{516 nm}	E_{423 nm}
$\beta = 2 \text{ mg/L}$	0,000	0,113
$\beta = 5 \text{ mg/L}$	0,000	0,280
$\beta = 10 \text{ mg/L}$	0,001	0,561

Extinktionswerte für die Probe (Verdünnung 1 :2)

$$E_{516 \text{ nm}} = 0,159 \quad E_{423 \text{ nm}} = 0,433$$

- a.) Was müssen Sie bei der Messung beachten? Bei Tartrazin ist die Absorption von Cochenillerot zu berücksichtigen
- b) Zeichnen Sie für beide Stoffe Kalibriergraden (in jedem Diagramm beide Wellenlängen).
- c) Bestimmen Sie die Massenkonzentration für beide Farbstoffe in der Probe (Verdünnung beachten!). Eine zeichnerische Auswertung ist ausreichend.

7.) Welche Aussage trifft zu ?

Vom Absorptionsmaximum abweichend zu messen tritt auf bei:

- a) Filterphotometern
- b) wenn das Untergrundsignal unvermeidbar hoch ist.
- c) man keine Zeit hat, es zu bestimmen
- d) die Probe hoch konzentriert ist und somit genügend Licht absorbiert
- Lösung: a,b

8.) Warum erscheinen Lösungen (wichtig bei der VIS-Spektroskopie) farbig?

- a) Die Moleküle absorbieren bestimmte Wellenlängen (Anregung von Elektronen), der Rest wird als Farbe sichtbar.
- b) Vom weißen Licht wird ein bestimmter Anteil absorbiert, je nach dem welche Farbe absorbiert wird, nimmt man die Komplementärfarben als Reststrahlung wahr.
- c) Farben bei der Photometrie können durch farbkomplexe mit konjugierten Doppelbindungen entstehen. Je mehr Doppelbindungen eine Substanz hat, um so farbiger wirkt sie.

Lösung: a, b,c

9.) Bei der spektroskopischen Untersuchung einer Probelösung wurde festgestellt, dass die Matrixbestandteile die photometrische Messung stören. Deshalb soll eine Flüssig- Flüssig Extraktion durchgeführt werden. Nennen Sie 3 Eigenschaften der Lösungsmittel, die diese haben sollte.

Lösung : nicht miteinander mischbar, unterschiedl. Dichte, schnell von einander trennbar, keine Reaktion mit dem Analyten

10.) Die Konzentration des Analyten bei einer Photometrie liegt unterhalb der verfahrensbedingten Bestimmungsgrenze. Nennen Sie 2 Möglichkeiten den Analyten im vorgegebenen Bereich zu messen.
Lösung: Schichtdicke der Küvette erhöhen, Anreicherung auf einer Ionenaustauschersäule, Bildung eines anderen Farbkomplexes und anderer Wellenlänge

11.) Bei einer photometrischen Nickelbestimmung ergaben 20 μg Nickel in einem Referenzmaterial die Transmission 40%. Für eine Probe wurde die Transmission von 65% gemessen. Berechnen Sie die Menge an Nickel.
Lösung: 9,5 μg

12.) Welche Aussage trifft zu ?

Die Wellenzahl der IR-Absorptionsbande einer Molekülschwingung nimmt zu bei:

- a) zunehmenden Massen der beteiligten Atome/Moleküle.
- b) abnehmenden Massen der beteiligten Atome/Moleküle.
- c) Zunehmender Bindungsstärke zwischen den Massen der beteiligten Atomen/Molekülen.
- d) Abnehmender Bindungsstärke zwischen den Massen der beteiligten Atomen/Molekülen.

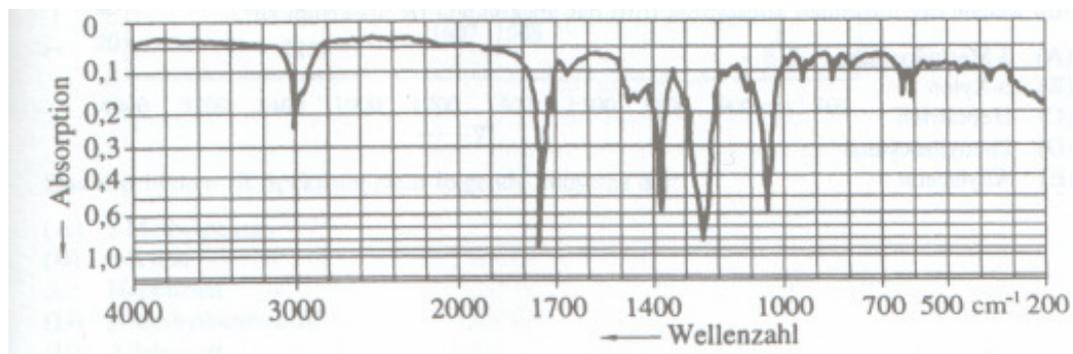
Lösung: b, c

13.) Was versteht man unter Valenz und Deformationsschwingung? Welche der beiden Schwingungen besitzt die höhere Wellenzahl und warum?

14.) Von welcher der folgenden Substanzen ist das nachfolgende IR-Spektrum aufgenommen worden?

- a) Benzoesäuremethylester
- b) Essigsäure
- c) Essigsäureethylester
- d) Cyclohexan
- e) Harnstoff

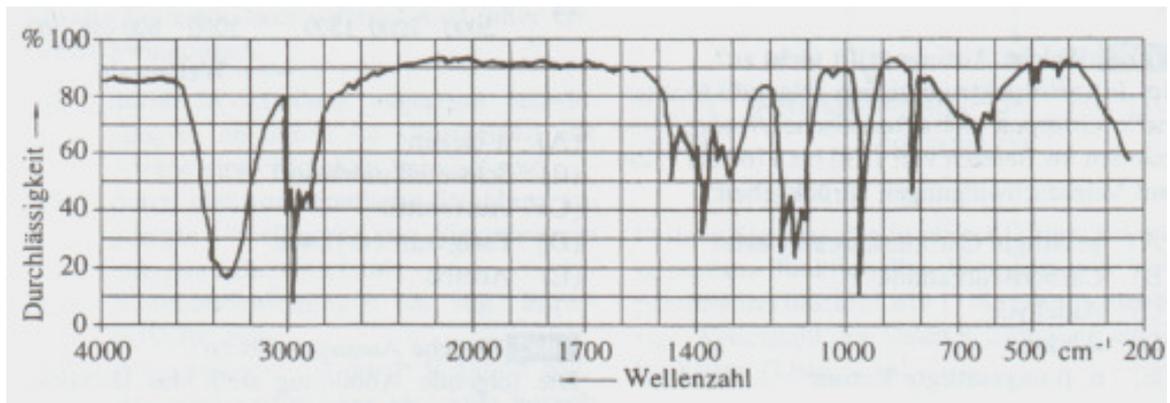
Lösung:c



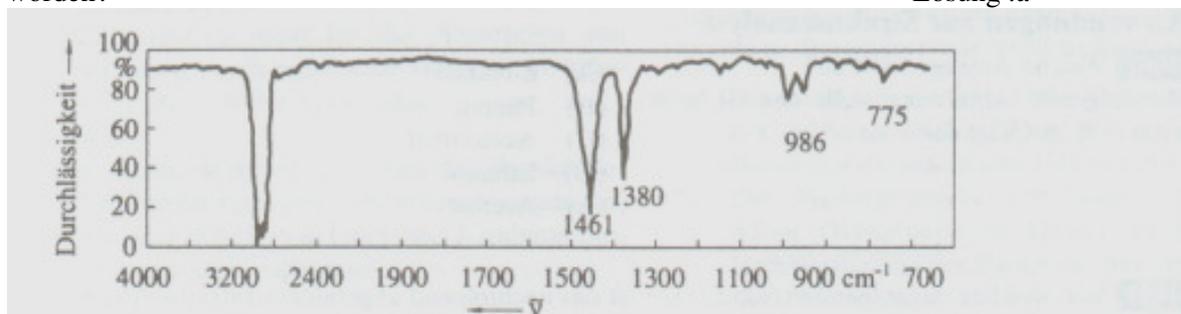
15.) Von welcher der folgenden Substanzen ist das nachfolgende IR-Spektrum aufgenommen worden?

- a) Aceton
- b) Chlorbenzen
- c) Chloroform
- d) N-Hexan
- e) Isopropanol

Lösung :e



16.) Von welcher der folgenden Substanzen ist das nachfolgende IR-Spektrum aufgenommen worden? Lösung :a



- 3-Methylpentan
- o-Xylol
- Heptatrien
- Phenylisocyanat
- Allyacetat

17.) Welche Aggregatzustände können mit der IR gemessen werden und wie muss die Probe vorbereitet werden?

18.) Bei der IR-Spektroskopie liegt die Absorptionsbande am Aromaten ring bei der Wellenzahl 3050 cm^{-1} . Berechnen Sie die Frequenz (in THz), die Wellenlänge (in cm) und die Energie (in eV) der absorbierten Wellen.

$$c = 3,00 \cdot 10^8 \text{ m/s}, \quad h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}, \quad 1\text{eV} = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ J}$$

$$\lambda = 1/\nu = 1/3050 \text{ cm} = 3,278 \cdot 10^{-4} \text{ cm} = 3,278 \cdot 10^{-6} \text{ m}$$

$$f = c/\lambda = 3 \cdot 10^8 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} / 3,278 \cdot 10^{-6} \text{ m} = 9,15 \cdot 10^{13} \text{ Hz} = \underline{91,5 \text{ THz}}$$

$$E = h \cdot \nu = 9,15 \cdot 10^{13} \text{ s}^{-1} \cdot 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s} = 6,062 \cdot 10^{-20} \text{ J} = \underline{0,378 \text{ eV}}$$

19.) Welche Fehlerquellen können bei der AAS auftreten und wie können diese Fehler behoben werden?

20.) Welche Vorteile hat ein Graphitofen in der AAS ?

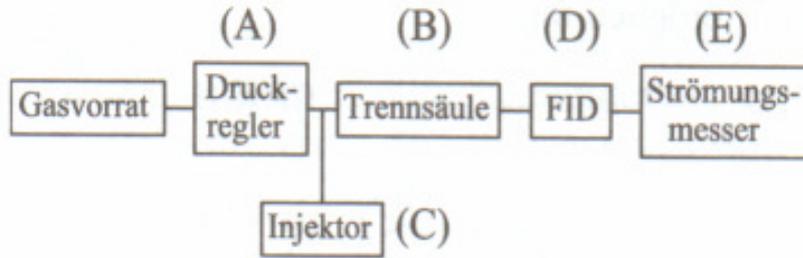
21.) Welche Bauteile gehören zu einer AES ?

22.) Welche Vorteile hat die ICP?

Chromatographische Verfahren

- 1.) Erklären Sie kurz die Begriffe : mobile Phase, stationäre Phase, Rf –Wert
- 2.) Die chromatographische Trennung von Substanzen bei der Säulenchromatographie kann erfolgen durch :
 - a) Lösungsverteilung
 - b) Ionenaustausch
 - c) Adsorption
 - d) Ausschluß (Siebeffekt) alle 4 richtig
- 3.) Das Auskleiden der DC-Kammer mit Filterpapier, das mit der mobilen Phase getränkt ist dient zur Sättigung der Kammer mit der mobilen Phase, weil:
 - a) überall die Konzentration der mobilen Phase gleich ist und somit die Rf-Werte reproduzierbar sind.
 - b) die Polarität der mobilen Phase in der Kammer überall gleich ist und somit auch die Trennung optimiert ist.
 - c) sich die Auflösung der stationären Phase verzögert.
 - d) man weniger Lösungsmittel verbraucht. a,b,d
- 4.) Welche der folgenden Aufzählungen stellt eine elutrope Reihe bei polaren Sorbentien dar (zunehmendes Elutionsvermögen)?
 - a) Petrolether, Benzen, Chloroform, Aceton, Methanol
 - b) Aceton, Methanol, Chloroform, Benzen, Petrolether
 - c) Benzen, Chloroform, Aceton, Methanol, Petrolether
 - d) Petrolether, Methanol, Aceton, Chloroform, Benzen a
- 5.) Welche Reihenfolge stellt eine elutrope Reihe dar?
 - a) Cyclohexan, Ethanol, Chloroform, Wasser
 - b) Cyclohexan, Chloroform, Ethanol, Wasser
 - c) Chloroform, Cyclohexan, Wasser, Ethanol
 - d) Chloroform Ethanol, Cyclohexan, Wasser
 - e) Wasser, Chloroform, Cyclohexan, Ethanol b
- 6.) Welche Folge gibt die elutrope Reihe der genannten mobilen Phasen für die Chromatographie an Kieselgel richtig wieder?
 - a) Wasser Methanol, Aceton, Petrolether, Ether
 - b) Wasser, Methanol, Aceton, Ether, Petrolether
 - c) Methanol, Wasser , Aceton, Petrolether, Ether
 - d) Methanol, Wasser, Petrolether, Aceton, Ether b
- 7.) Welche stationäre Phase wird in der DC nicht verwendet?
 - a) Kieselgel GF₂₅₄
 - b) Kieselgur G
 - c) Cellulose
 - d) Aluminiumoxid, neutral
 - e) Natriumchlorid,silanisiert e

8.) Welches Bauteil eines GC ist falsch angeordnet? E



9.) Welches Bauteil braucht man für die GC nicht? c

- a) Säulenofen
- b) Injektor
- c) Entwicklungskammer
- d) Detektor
- e) Stömungsregler

10.) Welche Gase werden in der GC verwendet? alle

- a) Argon
- b) Kohlendioxid
- c) Stickstoff
- d) Wasserstoff

11.) Wie funktioniert der WLD?

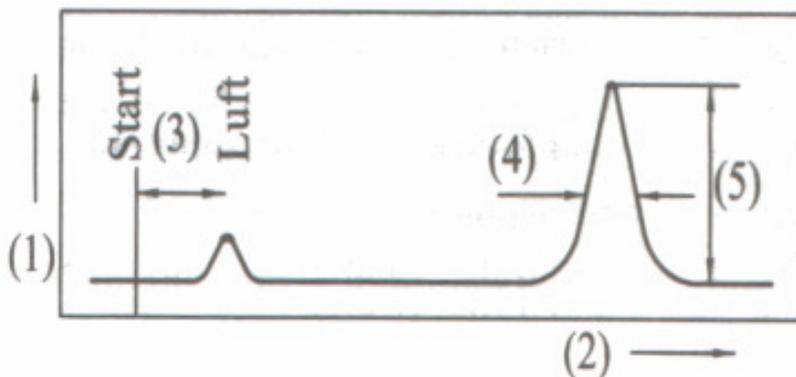
12.) Welche Substanz kann der ECD messen? b

- a) Kohlenwasserstoffe
- b) Halogenhaltige Verbindungen
- c) Alkohole
- d) Alle organischen Verbindungen

13.) Bei welchem Detektor handelt es sich um einen unspezifischen Detektor? c

- a) ECD
- b) FID
- c) WLD

14.) Welche Bezeichnungen sind vertauscht worden? 3 und 4



1= Schreiberausschlag, 2= Retentionszeit, 3= Halbwertsbreite, 4= Totzeit, 5= Signalintensität

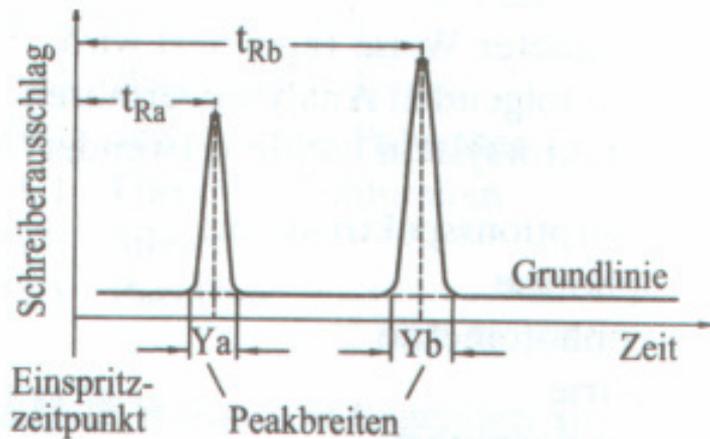
15.) Welches ist die richtige Formel zur Berechnung der Nettoretentionszeit t_r ?

t_{dr} = Gesamtretentionszeit, t_d = Totzeit

b

- a) $t_r = t_{dr} + t_d$
- b) $t_r = t_{dr} - t_d$
- c) $t_r = t_d - t_{dr}$
- d) $t_r = t_d \cdot t_{dr}$
- e) $t_r = t_{dr} / t_d$

16.) Wie wird die Auflösung R_s zweier Peaks in der GC berechnet? c



(A) $R_s = \frac{t_{Rb} + t_{Ra}}{Y_a + Y_b}$

(B) $R_s = \frac{t_{Rb} - t_{Ra}}{Y_a - Y_b}$

(C) $R_s = \frac{2(t_{Rb} - t_{Ra})}{Y_a + Y_b}$

(D) $R_s = \frac{2(t_{Rb} + t_{Ra})}{Y_a \cdot Y_b}$

(E) $R_s = \frac{4(t_{Rb} + t_{Ra})}{Y_a^2 + Y_b^2}$

17.) Durch welche Faktoren wird in der HPLC die Trennung bzw. Retentionszeit bestimmt?

18.) In einem GC-Chromatogramm tritt ein Fronting (Heading) auf. Welcher Fehler kann vorliegen und wie kann man ihn beheben?

19.) Welche Bedingungen muss ein Stoff erfüllen, um mit der GC bestimmbar zu sein?