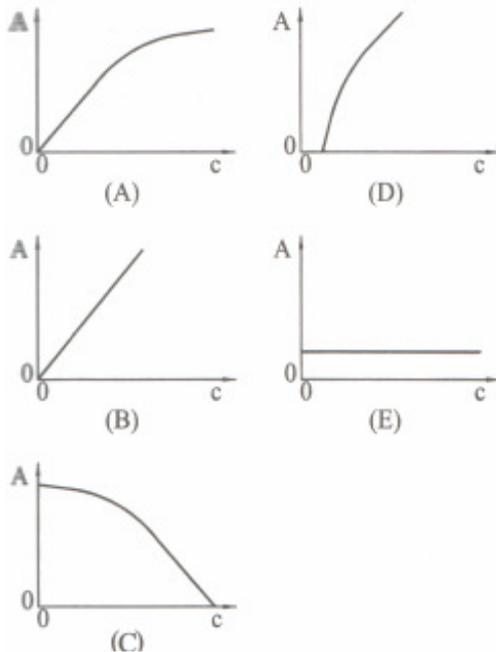


# Fragen zum Gesamthemenbereich Analytik

## Spektroskopische Verfahren

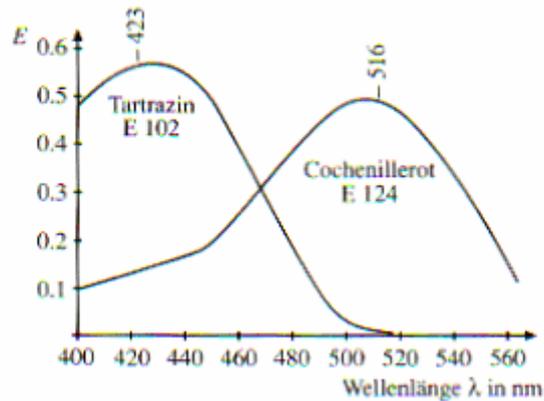
- 1.) Welche Aussage trifft zu ?
- Die Absorption  $A$  wächst proportional zur Konzentration.
  - Die Transmission  $T$  wächst proportional zur Konzentration.
  - Die Absorption  $A$  ist unabhängig von der Konzentration.
  - Die Transmission  $T$  ist  $T = 1/A$ .
- 2.) Welcher Kurvenverlauf deutet auf eine Abweichung vom Lambert-Beerschen Gesetz infolge Assoziation der absorbierenden Moleküle hin?



- 3.) Der molare Extinktionskoeffizient (*neu: Absorptionskoeffizient*) ist abhängig von:
- der Struktur der absorbierenden Substanz
  - der Konzentration der absorbierenden Substanz in der Lösung
  - Wellenlänge des eingestrahlten Lichtes
  - Schichtdicke der Küvette
- 4.) Wie lautet das Lambert-Beersche Gesetz?
- $E = c \cdot \epsilon \cdot d$
  - $E = T \cdot A$
  - $E = c \cdot \epsilon / d$
  - $E = d \cdot \epsilon / c$
- 5.) Wie ermittelt man in der Photometrie die richtige Wellenlänge für die Messung ?
- Man erstellt ein Emissionsspektrum.
  - Man erstellt ein Absorptionsspektrum.
  - Man erstellt eine Kalibrationsgrade.
  - Alle Wellenlängen sind zur Messung geeignet.

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  $423 \text{ nm}$  :

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

<b>Tartrazin– Lösungen</b>	<b>E<sub>516 nm</sub></b>	<b>E<sub>423 nm</sub></b>
$\beta = 2 \text{ mg/L}$	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)

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

- Was müssen Sie bei der Messung beachten?
- Zeichnen Sie für beide Stoffe Kalibriergraden (in jedem Diagramm beide Wellenlängen).
- 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:

- Filterphotometern
- wenn das Untergrundsignal unverträglich hoch ist.
- man keine Zeit hat, es zu bestimmen
- die Probe hoch konzentriert ist und somit genügend Licht absorbiert

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

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

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.

10.) Die Konzentration des Analyten bei einer Photometrie liegt unterhalb der verfahrensbedingten Bestimmungsgrenze. Nennen Sie 2 Möglichkeiten den Analyten im vorgegebenen Bereich zu messen.

11.) Bei einer photometrischen Nickelbestimmung ergaben 20  $\mu\text{g}$  Nickel in einem Referenzmaterial die Transmission 40%. Für eine Probe wurde die Transmission von 65% gemessen. Berechnen Sie die Menge an Nickel.

12.) Welche Aussage trifft zu ?

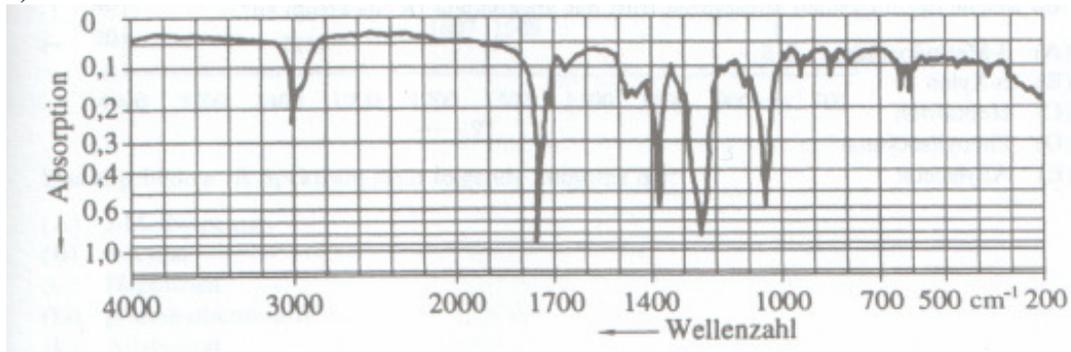
Die Wellenzahl der IR-Absorptionsbande einer Molekülschwingung nimmt zu bei:

- 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.

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

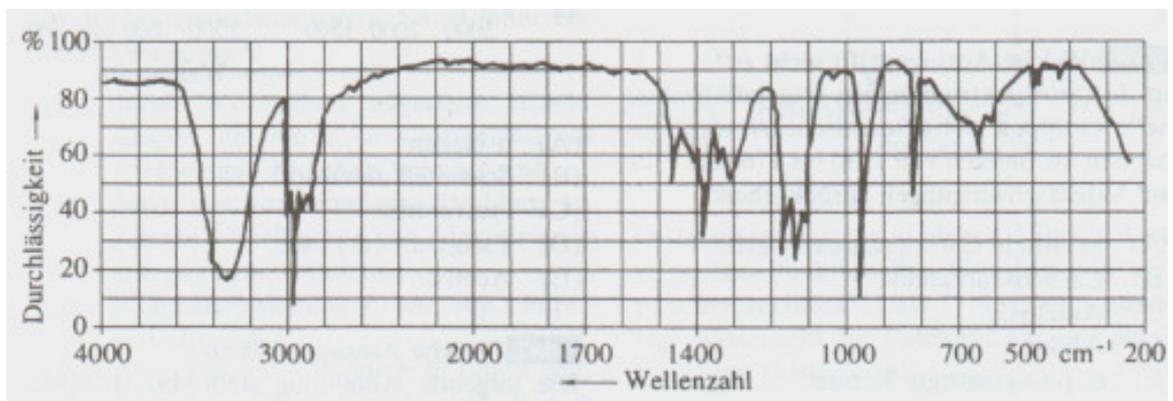
14.) Von welcher der folgenden Substanzen ist das nachfolgende IR-Spektrum aufgenommen worden?

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

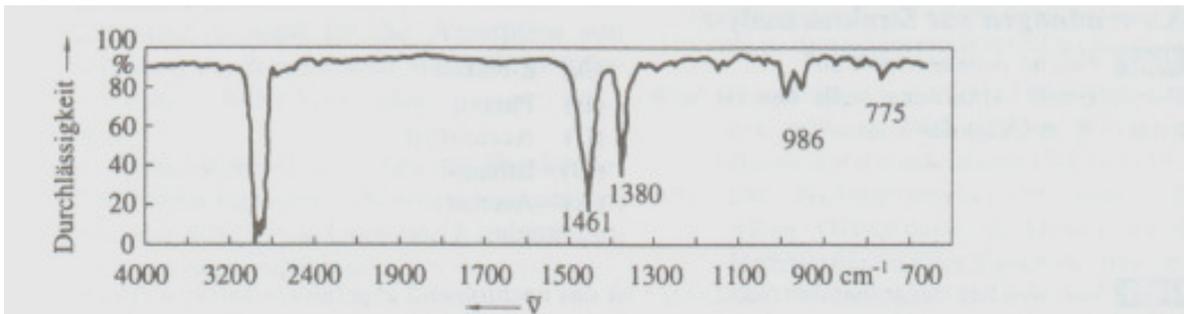


15.) Von welcher der folgenden Substanzen ist das nachfolgende IR-Spektrum aufgenommen worden?

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



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



- a) 3-Methylpentan
- b) o-Xylol
- c) Heptatrien
- d) Phenylisocyanat
- e) 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  $3050 \text{ cm}^{-1}$ . Berechnen Sie die Frequenz (in THz), die Wellenlänge (in cm) und die Energie (in eV) der absorbierten Wellen.

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

$\lambda = 1/\nu$  **Hinweis: Die Formeln werden in der Prüfung nicht vorgegeben!!!!**

$$f = c/\lambda$$

$$E = h \cdot \nu$$

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

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

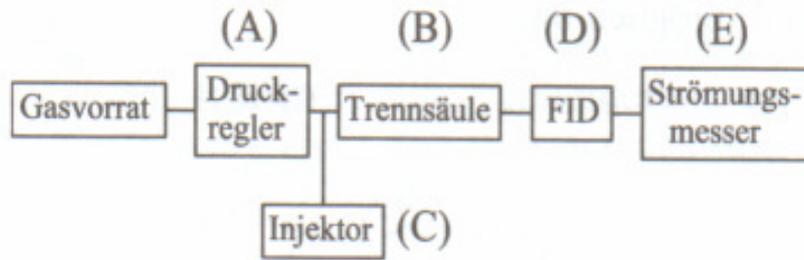
21.) Welche Bauteile gehören zu einer AES ?

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)
- 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.
- 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
- 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
- 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
- 7.) Welche stationäre Phase wird in der DC nicht verwendet?
  - a) Kieselgel GF<sub>254</sub>
  - b) Kieselgur G
  - c) Cellulose
  - d) Aluminiumoxid, neutral
  - e) Natriumchlorid, silanisiert

8.) Welches Bauteil eines GC ist falsch angeordnet?



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

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

10.) Welche Gase werden in der GC verwendet?

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

11.) Wie funktioniert der WLD?

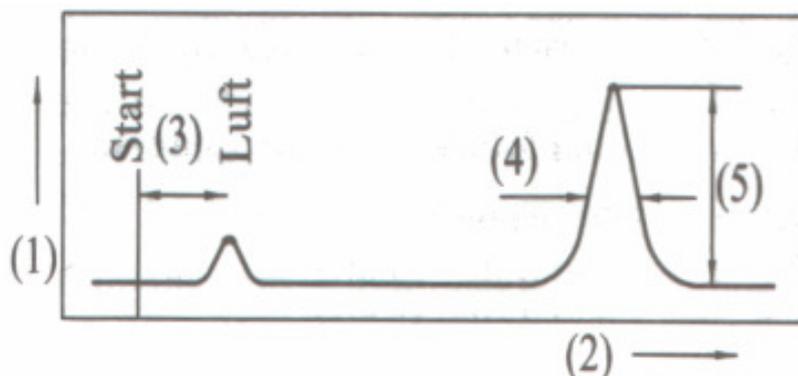
12.) Welche Substanz kann der ECD messen?

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

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

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

14.) Welche Bezeichnungen sind vertauscht worden?



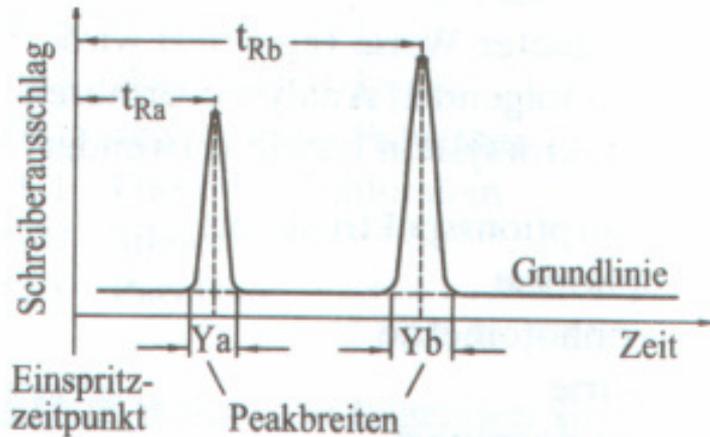
1= Schreiberausschlag, 2= Retentionszeit, 3= Halbwertsbreite, 4= Totzeit, 5= Signalintensität

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

$t_{dr}$  = Gesamtretentionszeit,  $t_d$  = Totzeit

- 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?



- (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?