



## Auswahl an schriftlichen Prüfungsfragen zu Teil 1

# Analytische Chemie II (3.5 ECTS, Neu) VL Nummer 164.178

- a. Ein Stoff A und seine Verunreinigung B (beide mit Masse  $m_A = m_B = 1$ ) sind durch **Extraktion** voneinander zu trennen. Berechnen Sie, wie viele Extraktionsschritte notwendig sind, um den Stoff A *quantitativ* abzutrennen, wenn  $K_A = 3$ . Es werden gleiche Volumina der organischen und wässrigen Phase angenommen. Berechnen Sie zugleich, wie die Selektivität dieser Stofftrennung ist, wenn  $K_B = 1/2$ .

b. Führen Sie zum Vergleich eine **Gegenstrom-Extraktion nach Craig** wiederum mit jeweils gleichen Volumina  $V_I = V_{II}$  durch, wobei Sie die Konzentrationsverhältnisse nach  $n = 3$  Extraktionsstufen ermitteln sollen ! Berechnen Sie in jeder Phase jedes Gefäßes die Selektivität der Trennung !
- a. Definieren Sie (mit Formeln) die Begriffe „**Verteilungskoeffizient**“ und „**Verteilungsverhältnis**“. Welche Voraussetzungen müssen erfüllt sein, damit der Verteilungs-koeffizient angewendet werden kann ? Leiten Sie die Formel für das Verteilungsverhältnis ab (unter der Annahme des Vorliegens einer schwachen Säure).

b. Berechnen Sie, wie sich die Extraktionsausbeute eines sauren Pflanzenschutzmittels (Bentazon,  $pK_s = 2.9$ ) mit dem pH verändert, wenn  $c_0 = 10^{-6}$  mol/L,  $V_I = 1$  L,  $V_{II} = 10$  mL,  $K = 10^{+2.8}$  und die Extraktion bei pH = 7 und bei pH = 1 durchgeführt wird.
- Erläutern Sie die Begriffe *normal phase* und *reversed phase* in der **Flüssigkeitschromatographie** ! Wie ist die Elutionsreihenfolge für drei Substanzen zunehmender Polarität  $A < B < C$  für beide Säulentypen ? Wie lässt sich die Elution der drei Analyten in beiden Chromatographie-Modi beschleunigen ? Wie ist die physikalische Beschaffenheit der stationären Phasen und wie sind sie an der Oberfläche jeweils chemisch modifiziert ? Was ist der typische Einsatzbereich von NP- und RP-Chromatographie und welche der beiden Formen hat daher die größere Bedeutung ?
- Erläutern Sie die Grundlagen chromatographischer Trennung ! Nennen Sie auch nicht-chromatographische Trennverfahren und erläutern Sie, warum diese nicht zur Chromatographie zählen.

Ein Stoff mit  $K = 20$  soll quantitativ aus einer Reaktionsmischung abgetrennt werden. Berechnen und begründen Sie, ob es vorteilhafter ist, nur einen Extraktionsschritt anzuwenden und welches Lösungsmittel-volumen dazu notwendig wäre (bei einem Volumen  $V = V_I$  des wässrigen Reaktionsgemisches), oder ob mehrere Extraktionsschritte mit gleichem Volumen vorteilhafter sind.
- Erläutern Sie, von welchen Faktoren die Trennleistung in der Flüssigkeitschromatographie abhängt (mit Gleichungen) ! Wie können Sie diese Faktoren nutzen bzw. variieren, um die Trennleistung zu verbessern ? Was ist der effektivste Weg, um die Trennleistung zu verbessern ?

6. **Skalierung von Trennverfahren:** Diskutieren Sie die Zusammenhänge zwischen Trennleistung, Kapazität und Trenngeschwindigkeit in der HPLC, und wie sie diese Faktoren beeinflussen können. Welche Faktoren bestimmen die Kapazität einer Trennsäule (Formel) ? Welche Arten der „Überladung“ werden in der präparativen Chromatographie angewandt und wann kommen sie zum Einsatz ? Erläutern Sie dies anhand von schematisierten Chromatogrammen !
  
7. Beschreiben Sie die Grundlagen sowie die experimentelle Realisation der **Elektrophorese** ! Gehen Sie dabei auf die unterschiedlichen Formen der Realisation ein und erklären Sie auch insbesondere, nach welchen Kriterien die Trennung in den unterschiedlichen Varianten der Elektrophorese erfolgt ! Wie erfolgt die Detektion und was sind generelle Vor- und Nachteile dieser Technik ?
  
8. Beschreiben Sie die Grundlagen sowie die experimentelle Realisation der **Kapillarelektrophorese** ! Gehen Sie dabei besonders auch auf die Probenaufgabe und auf die Detektion ein ! Diskutieren Sie Vor- und Nachteile dieser Technik und Unterschiede (oder Ähnlichkeiten) im Vergleich zur Ionenchromatographie und zur Isotachophorese !
  
9. Vergleichen Sie die Flachbett-Elektrophorese mit der Kapillar-Elektrophorese in Hinblick auf ihr Trennprinzip, ihre instrumentelle Realisierung (insbes. Auch Probenaufgabe und Detektion), Betriebsweise, Anwendungsbereich, Vor- und Nachteile (mit Skizzen) !
  
10. Definieren Sie die Begriffe „**Signal**“ und „**Rauschen**“ ! Welche Ursachen kennen Sie für Rauschen ? (Geben Sie die Bezeichnungen dieser Rauscharten an und erläutern Sie diese kurz (ggfs. mit Formel) !) Beschreiben Sie – detailliert, also mit Darstellung des Prinzips, Gleichungen oder Skizzen - drei von Ihnen gewählte Möglichkeiten, das Rauschen einer Messung herabzusetzen !