

NMR-Spektroskopie in Flüssigkeiten
WS 2007/08

Übungsaufgaben 3

1. Welche Spektren erwarten Sie a) für ein AX-Spinsystem, b) für ein AA'XX'-Spinsystem und c) für ein AM₂X-Spinsystem? Geben Sie für jedes der Spinsysteme die Art der beobachteten Multipletts sowie die Zahl der zu erwartenden Linien. Welche der Spektren sind höherer Ordnung und welche sind nach erster Ordnung zu verstehen?
2. Wie lassen sich die Kopplungskonstanten im Falle eines AA'XX'-Spinsystems aus dem NMR-Spektrum entnehmen, wenn alle zu erwartenden Linien beobachtet werden? Wie wird diese Art der Spektralanalyse bezeichnet?
3. Welches ¹H- und welches ¹³C-NMR-Spektrum würden Sie für das Isotopomere ¹H-¹³C≡¹²C-¹H von Acetylen erwarten? Aus welchem Spektrum lassen sich alle Kopplungskonstanten am einfachsten bestimmen und wie?
4. Beschreiben Sie eine einfache Pulsfolge, mit der Sie ¹H beobachten können. Nennen Sie dabei alle Ereignisse im ¹H-Kanal in chronologischer Reihenfolge. Was geschieht mit der ¹H-Magnetisierung während der Pulsfolge. Beschreiben Sie dies mit einem Vektordiagramm im rotierenden Koordinatensystem.
5. Wie ist die longitudinale Relaxationszeit T₁ definiert? Beschreiben Sie die experimentelle Bestimmung von T₁ mit der „inversion recovery“ Methode.
6. Beschreiben Sie die CPMG-Pulsfolge (Vektordiagramm im rotierenden Koordinatensystem). Welche wichtige Größe lässt sich mit Hilfe dieser Pulsfolge bestimmen?
7. Welche Aufgabe haben Refokussierungspulse? Warum ist es notwendig solche Pulse in eine Pulsfolge zu integrieren?
8. Wie ist die digitale Auflösung in einem NMR-Spektrum definiert? Wie lässt sich nachträglich (nach erfolgter Aufnahme des Spektrums) die digitale Auflösung verbessern? Wird dadurch der Inhalt des Spektrums verändert?
9. Wie lässt sich das Signal/Rausch-Verhältnis eines NMR-Spektrums nachträglich verbessern? Worauf muss man für ein besseres Signal/Rausch-Verhältnis verzichten?
10. Was versteht man unter „line narrowing“? In welchen Fällen ist die Anwendung dieses Verfahrens sinnvoll?
11. Sie haben eine Verbindung hergestellt, die eine Reihe von „Problemkohlenstoffatomen“ enthält. Welche Anweisungen würden Sie dem NMR-Operator für die Aufnahme eines ¹³C-NMR-Spektrums Ihrer Verbindung geben, damit diese Kohlenstoffatome im NMR-Spektrum gut beobachtet werden können?