

## Spektroskopie und Beugung I (NMR) SS 2005 Klausur

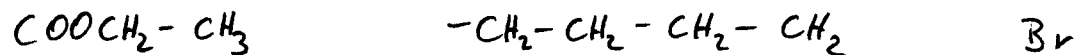
25.07.2005

### Frage 1: (6 Punkte)

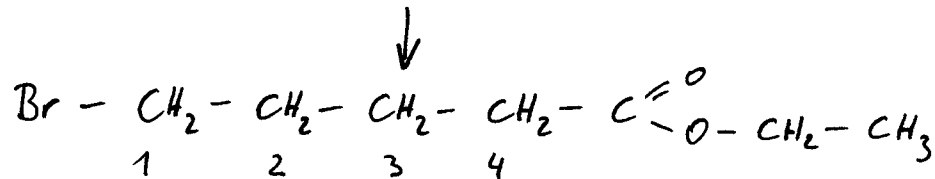
Auf Seite 2 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:  $C_7H_{13}O_2Br$ .

$$DBA' = 1 + \frac{1}{2} (14 - 13 - 1) = 1$$

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund des  $^1H$ -,  $^{13}C$ - und DEPT-Spektren? (3 P)



2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. (1 P)



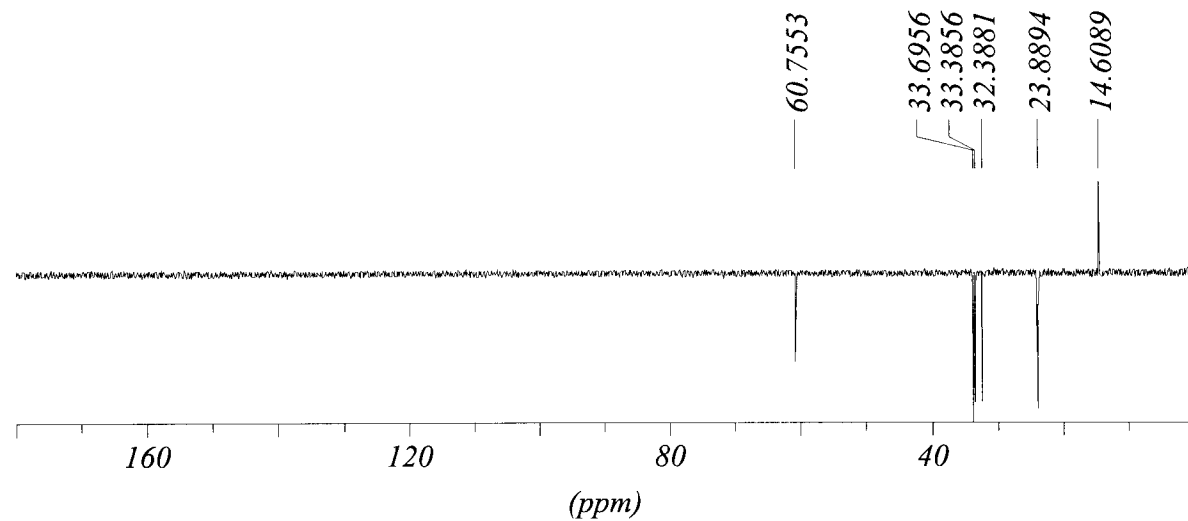
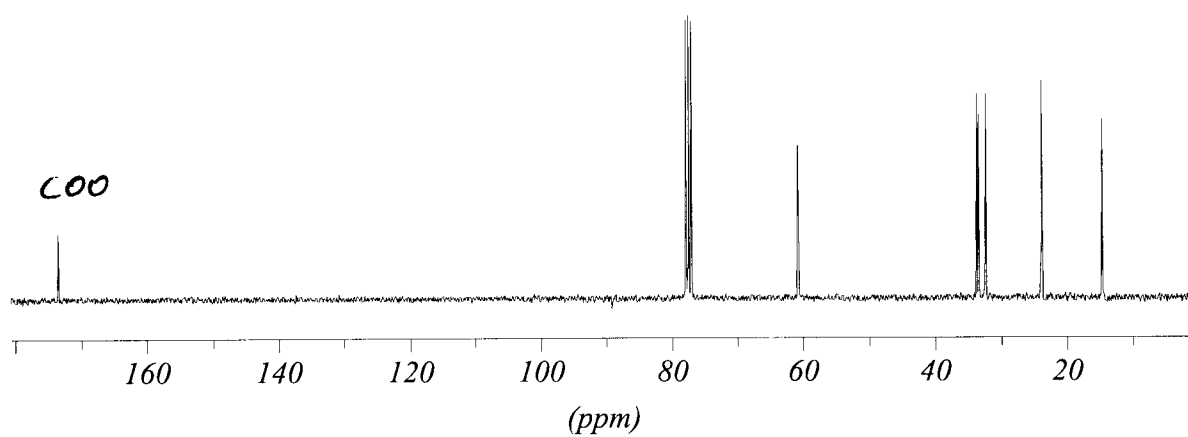
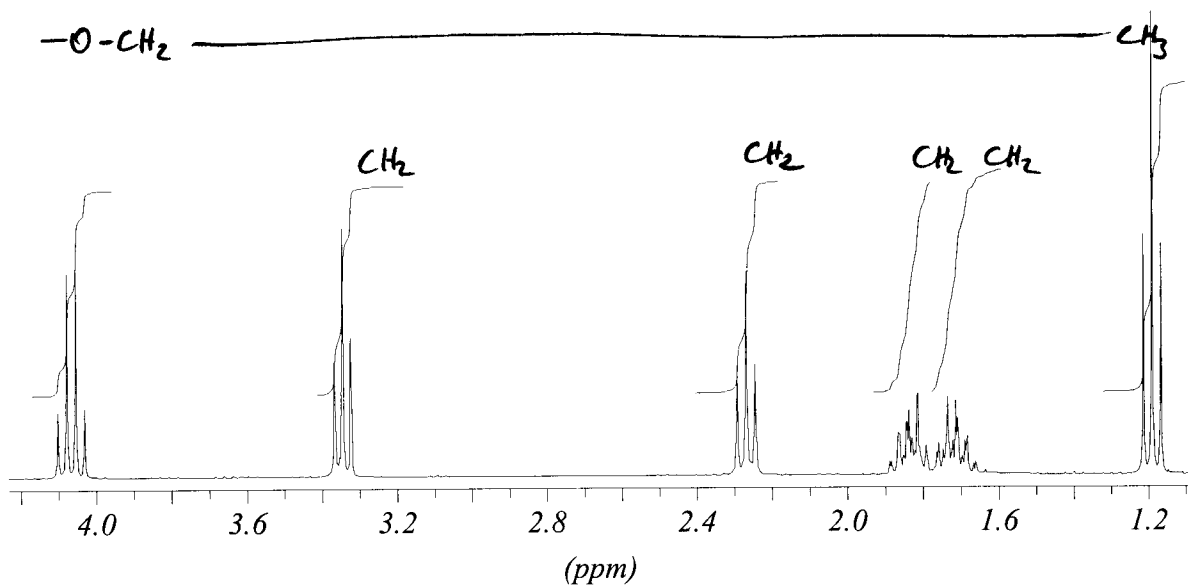
3. Ordnen Sie das  $^{13}C$ -Signal bei 23.9 ppm Ihrer Struktur zu. Begründen Sie! (2 P)

$$1) -2.3 + 9.1 + 9.4 - 2.5 + 20 + 1.2 = 34.9 \text{ ppm}$$

$$2) -2.3 + 9.1 + 9.1 + 9.4 + 10.6 - 1.9 = 34 \text{ ppm}$$

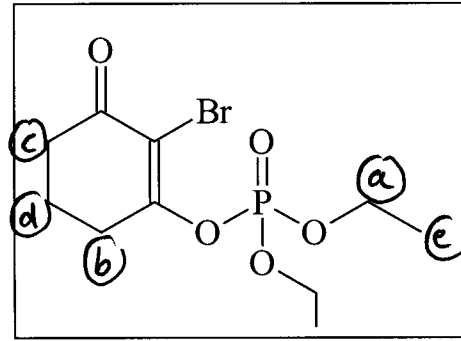
$$3) -2.3 + 9.1 + 9.1 + 9.4 - 3.1 + 2.3 = \underline{24.5 \text{ ppm}}$$

$$4) -2.3 + 9.1 + 9.4 - 2.5 + 0.1 + 20.4 = 34.2 \text{ ppm}$$

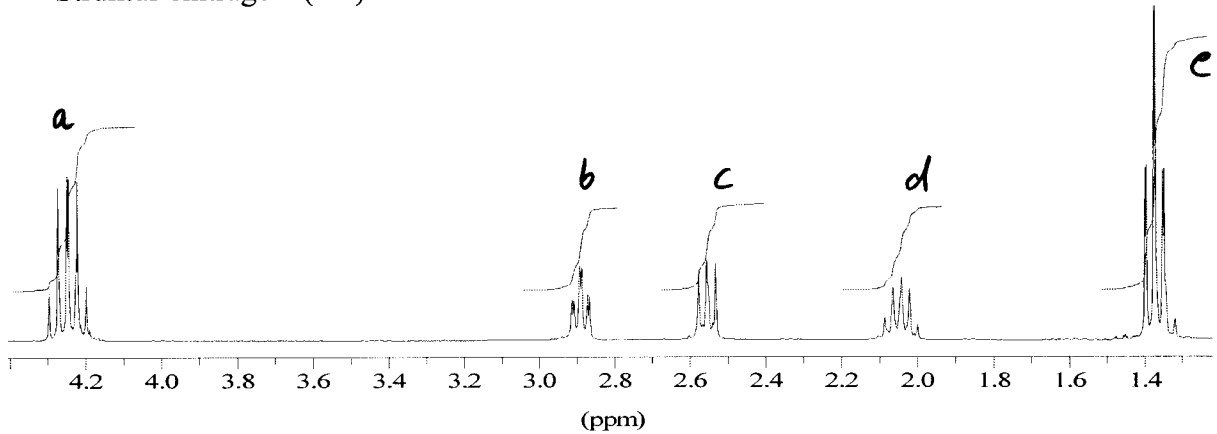


**Frage 2: (8 Punkte)**

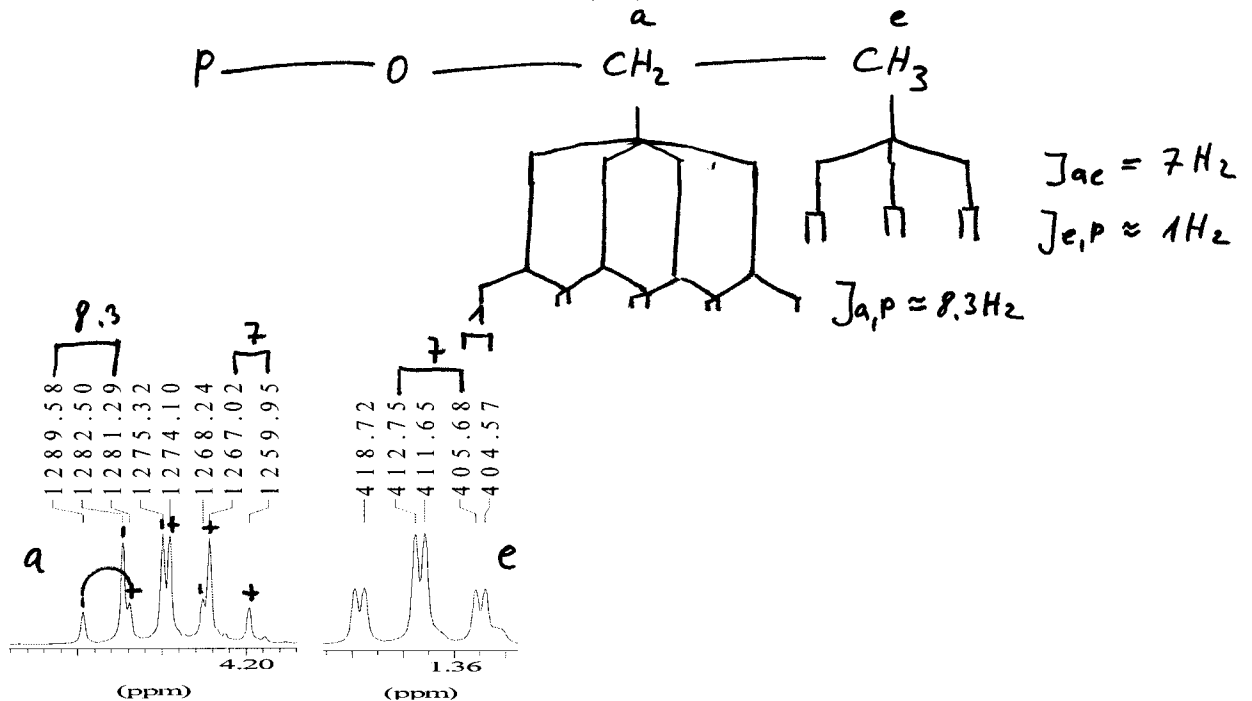
Nebenstehende Verbindung ist gegeben:  
Hinweis:  $^{31}\text{P}$  hat eine Spinquantenzahl  $I = 1/2$ .



1. Ordnen Sie die  $^1\text{H}$ -Signale zu, indem Sie die entsprechenden Buchstaben a – e in obige Struktur eintragen. (2 P)



2. Zeichnen Sie die Splittingschlüssel für die zwei untenstehenden Spektralabschnitte. Bezeichnen Sie, welche Abstände zu welcher Kopplungskonstante gehören und bestimmen Sie deren numerischen Werte. (4 P)



3. Geben Sie das Spinsystem der Verbindung an. (1 P)

$MM'NN'PP' A_2B_3 A'_2B'_3X$

4. Auf welchem NMR-Gerät wurde obiges  $^1\text{H}$ -Spektrum gemessen? (1 P)

300 MHz - Gerät

(4 ppm  $\cong$  1200 Hz)

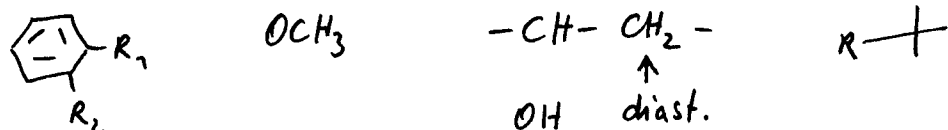
**Frage 3: (10 Punkte)**

Auf Seite 5 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:  $C_{13}H_{20}O_2$ .

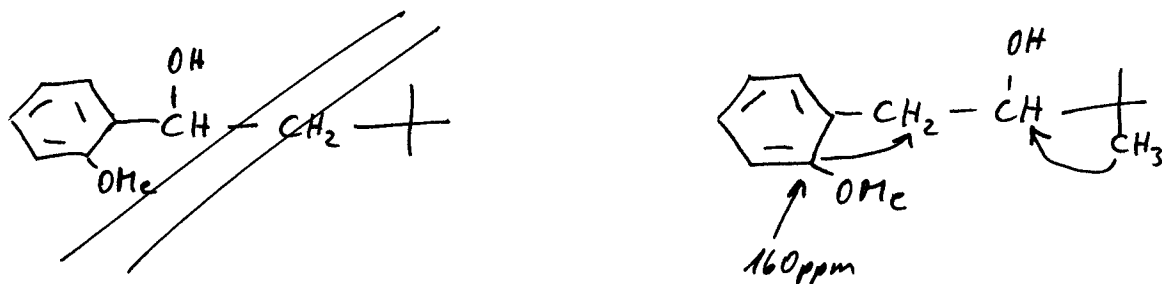
$$DBA = 1 + \frac{1}{2}(26 - 20) = 4$$

Hinweis: Es ist keine Estergruppe enthalten

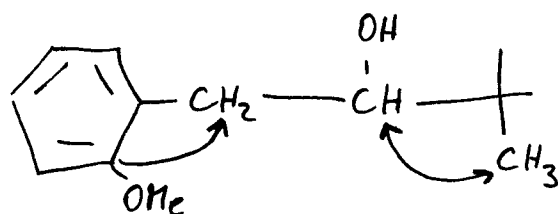
1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der NMR-Spektren? Beachten Sie auch die 2D-Spektren. (4 P)



2. Geben Sie zwei sinnvolle Struktur an. (2 P)

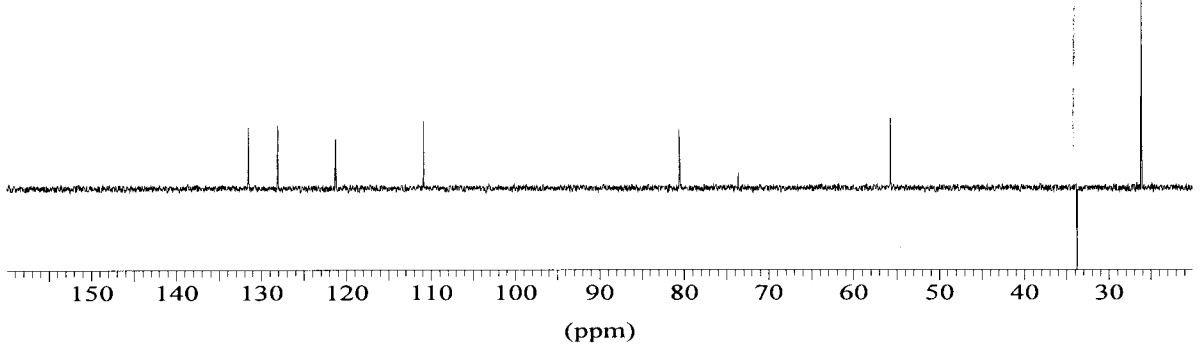
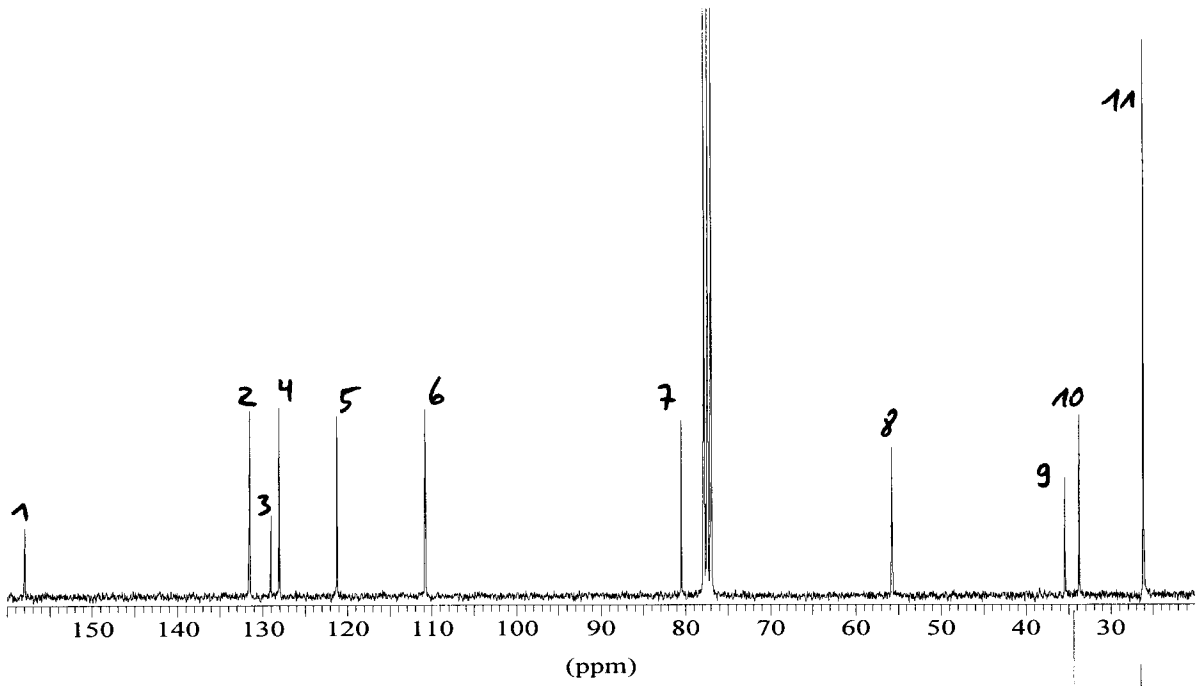
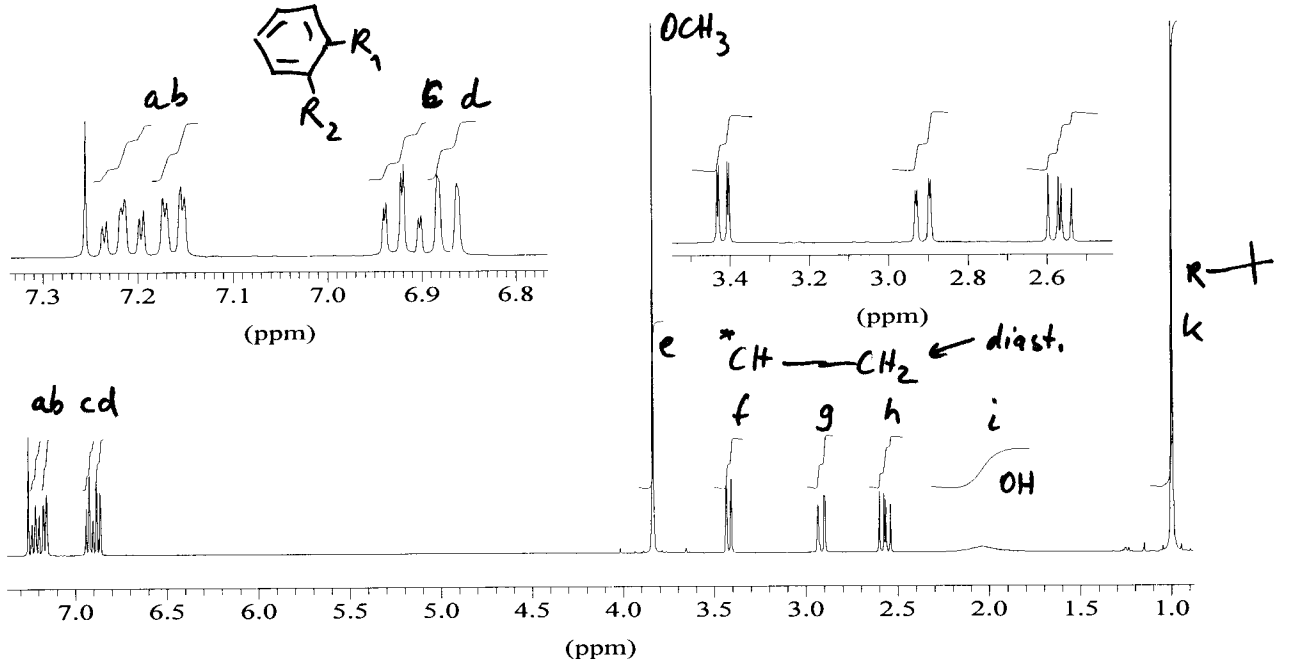


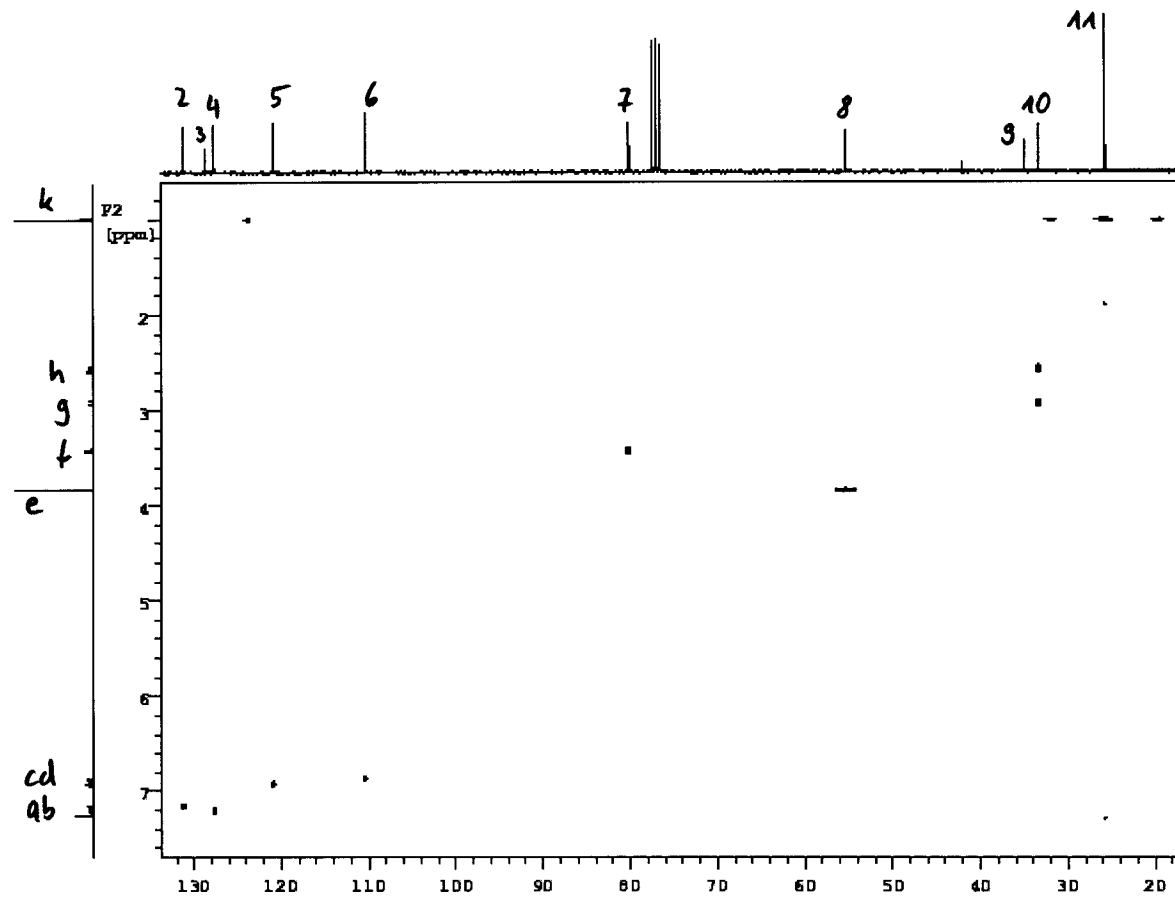
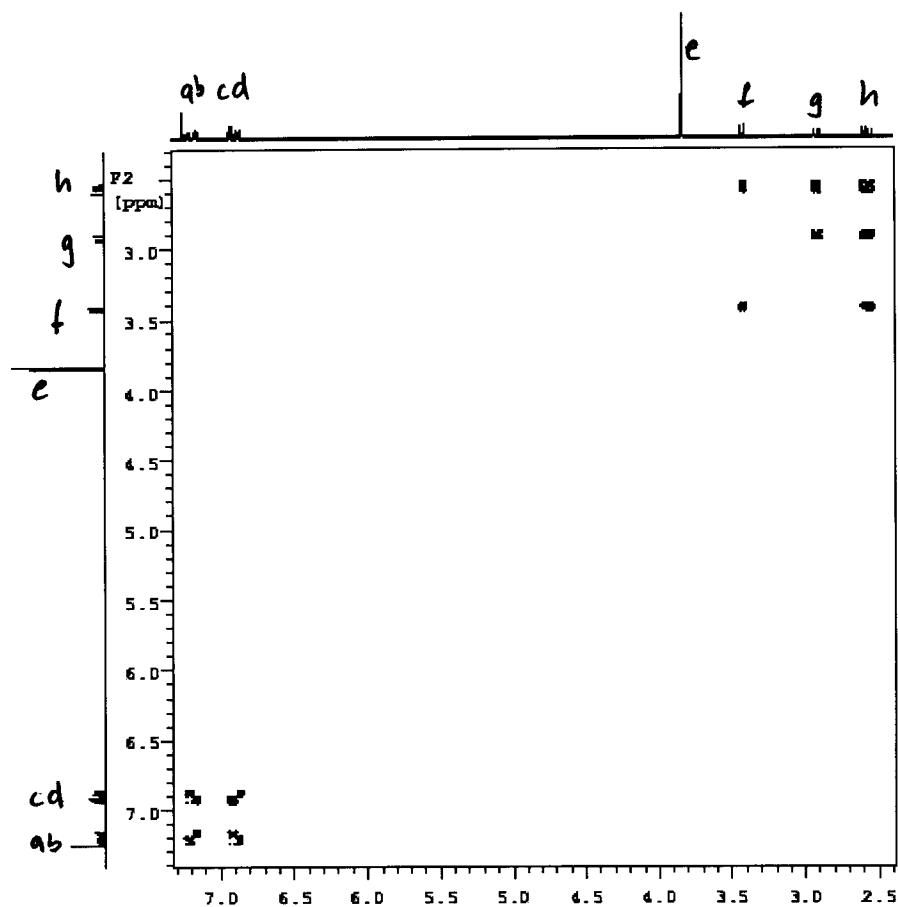
3. Entscheiden Sie sich auf Grund der 2D-Spektren für eine Struktur. Begründen Sie! (3 P)

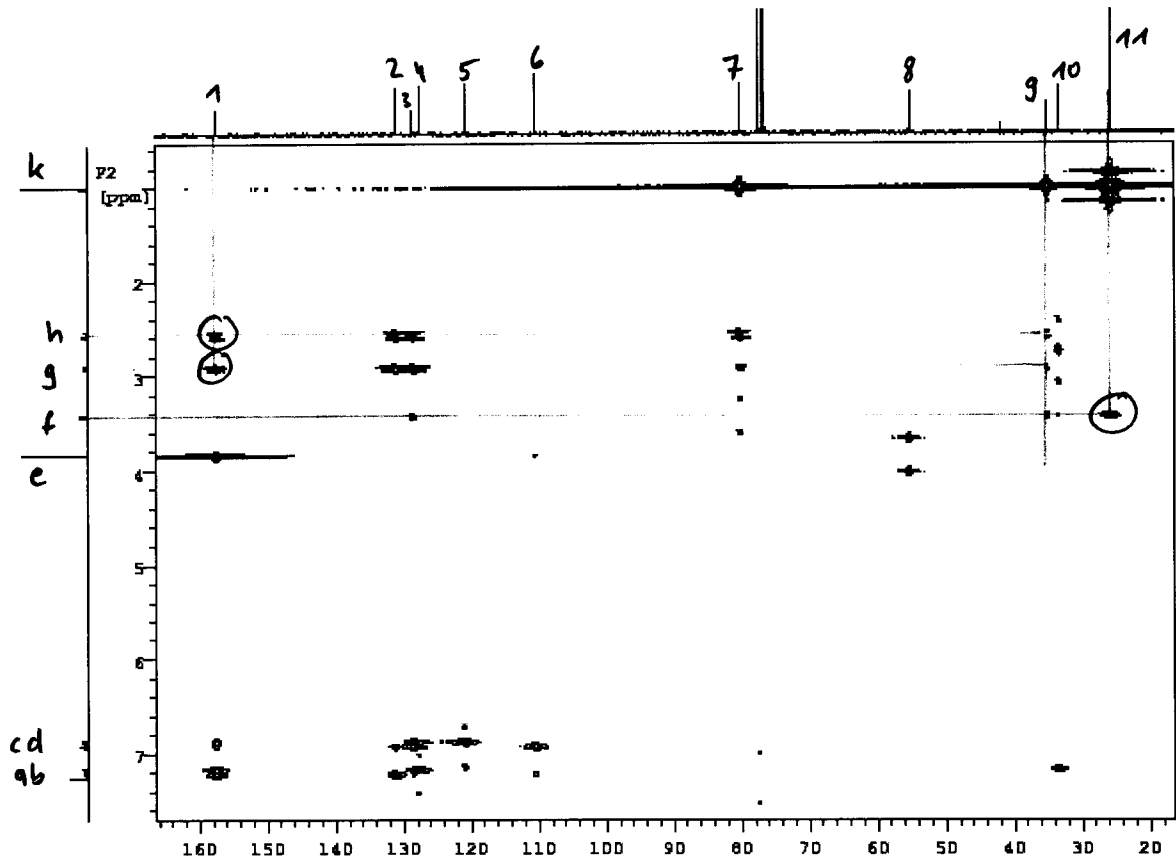


4. Bestimmen Sie das Spinsystem. (1 P)

ABCD E<sub>3</sub> FG H J<sub>9</sub> X

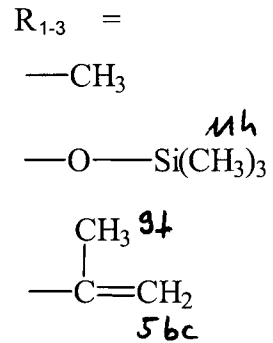
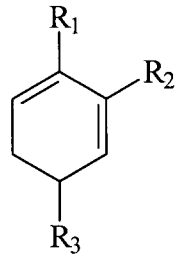




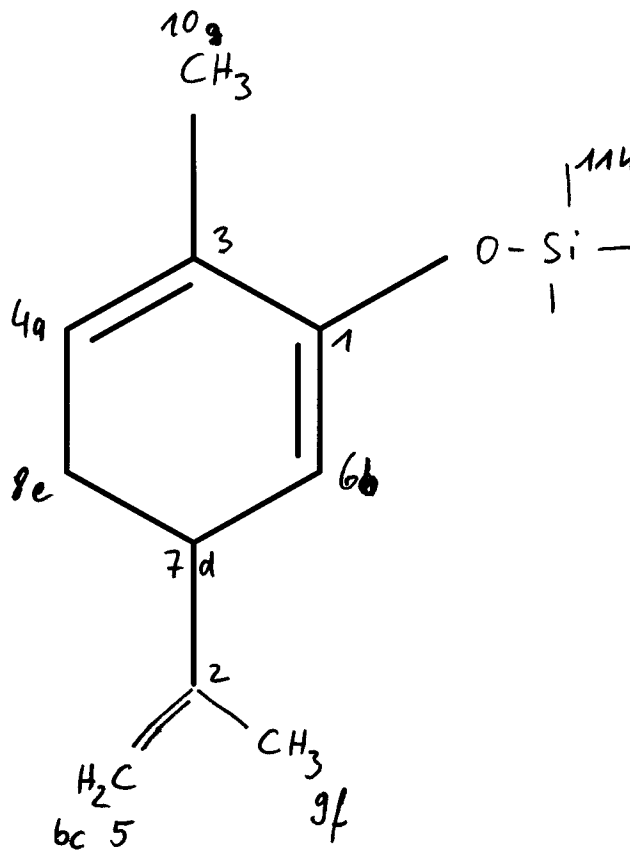


**Frage 4: (14 Punkte)**

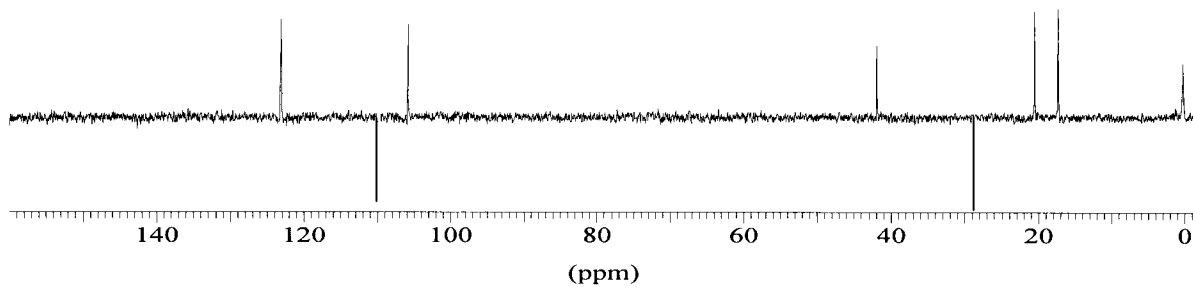
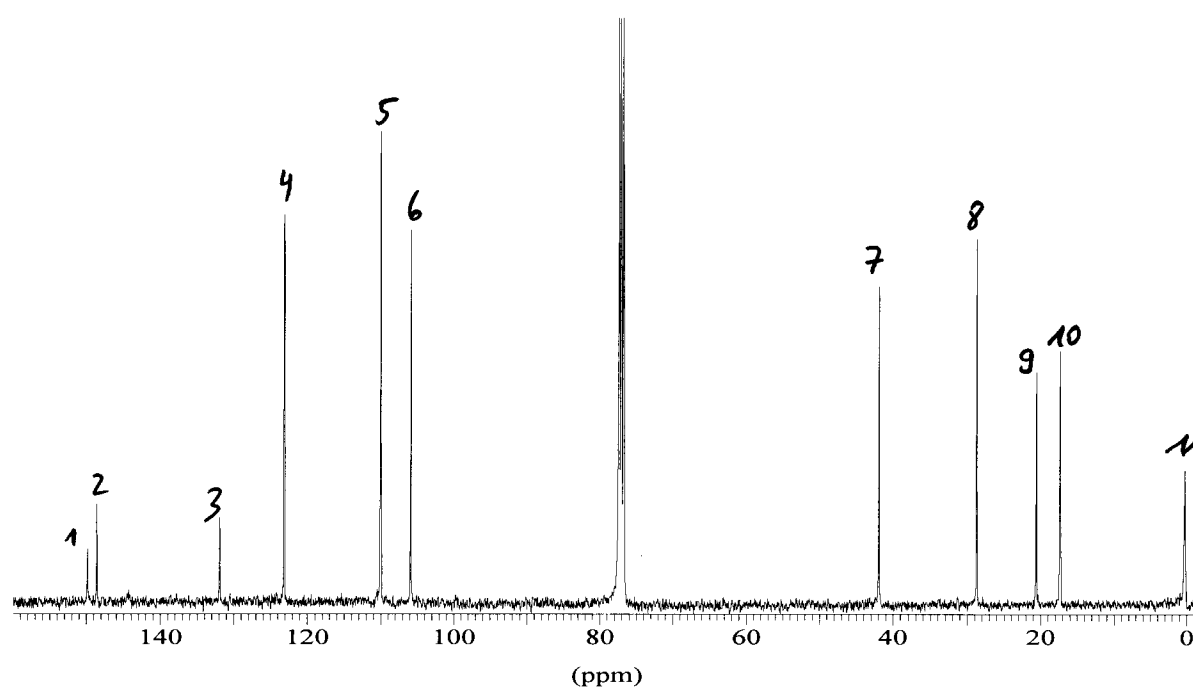
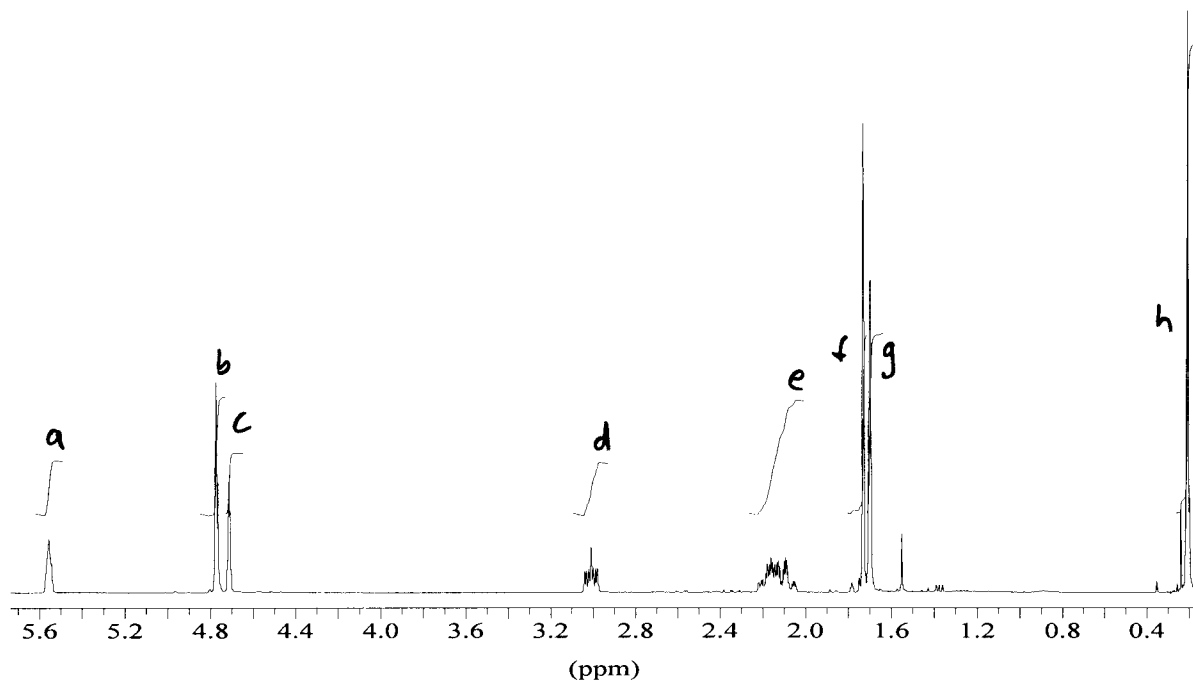
Auf Seite 9 ff sind die NMR-Spektren einer Verbindung gegeben, die aus folgenden 4 Teilen besteht:

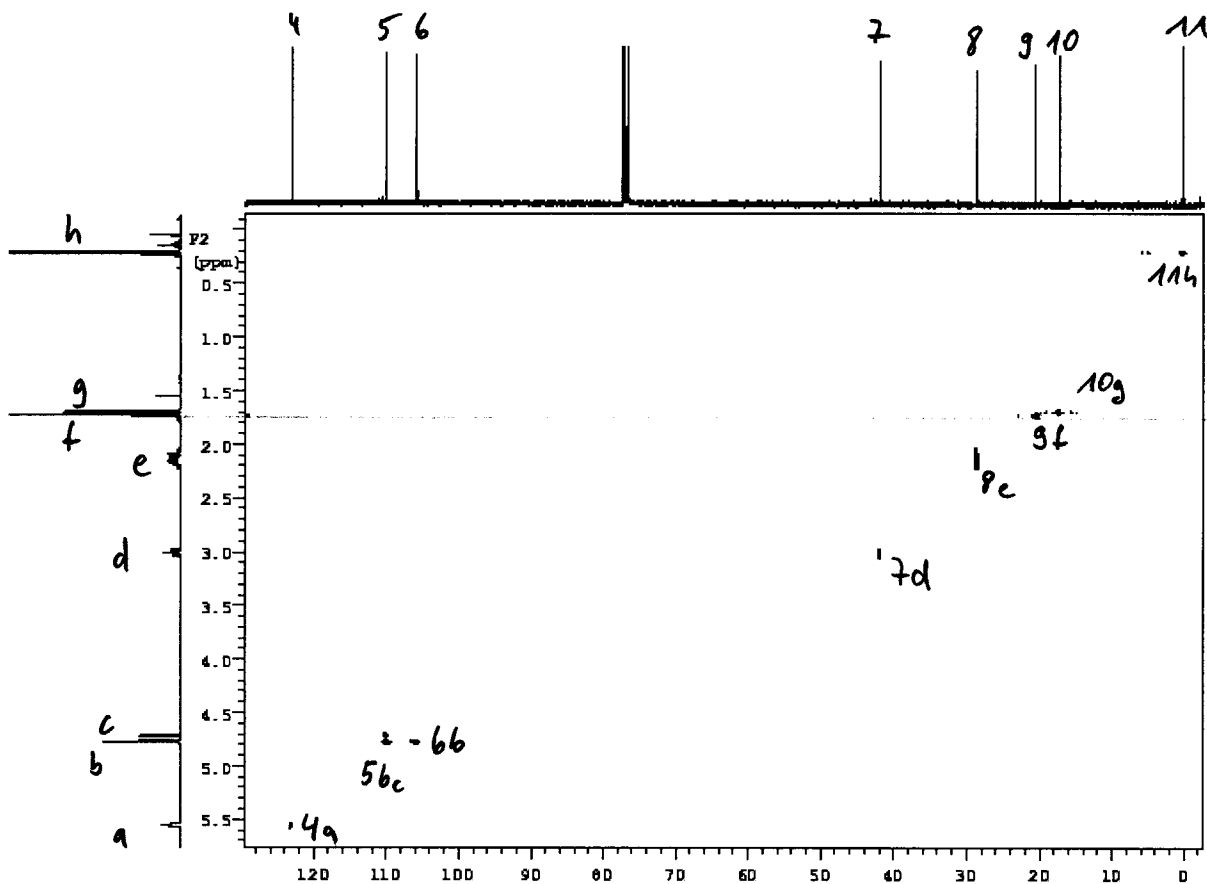
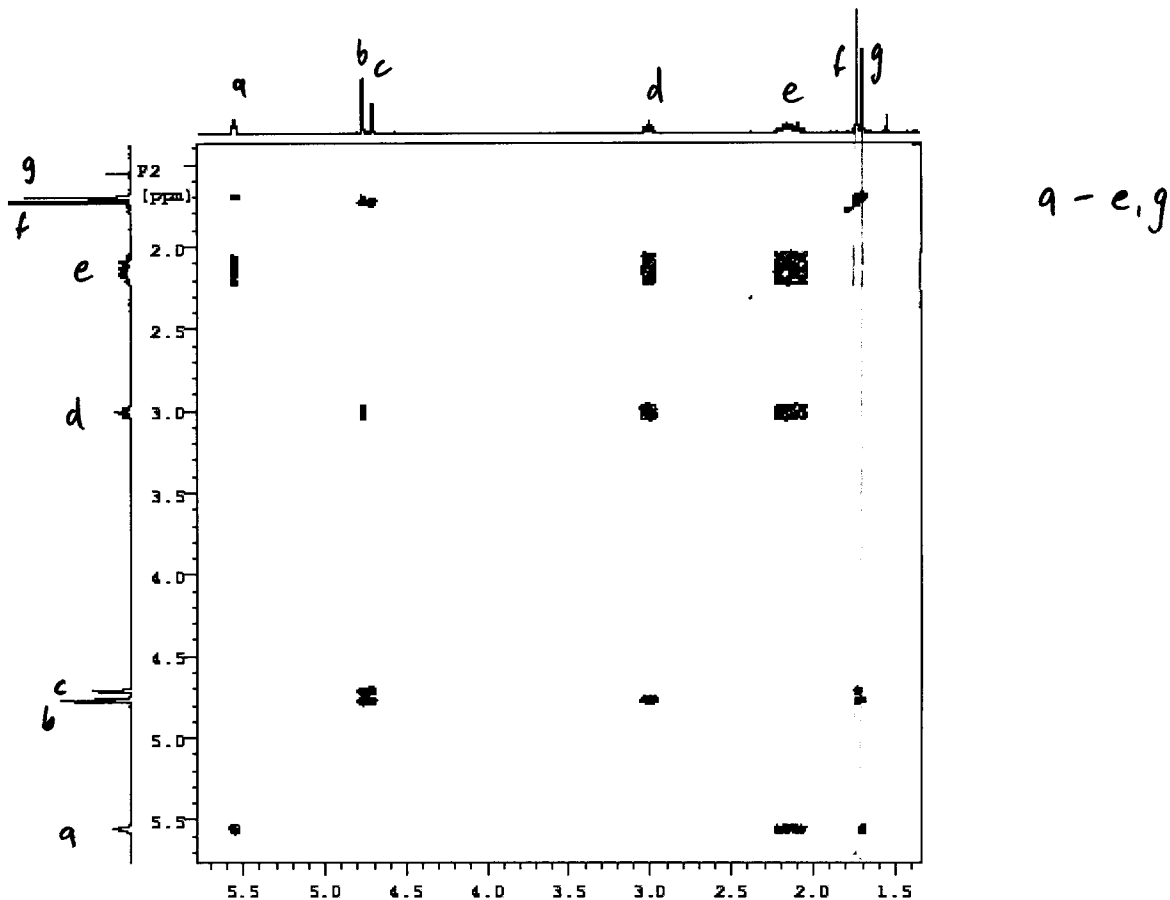


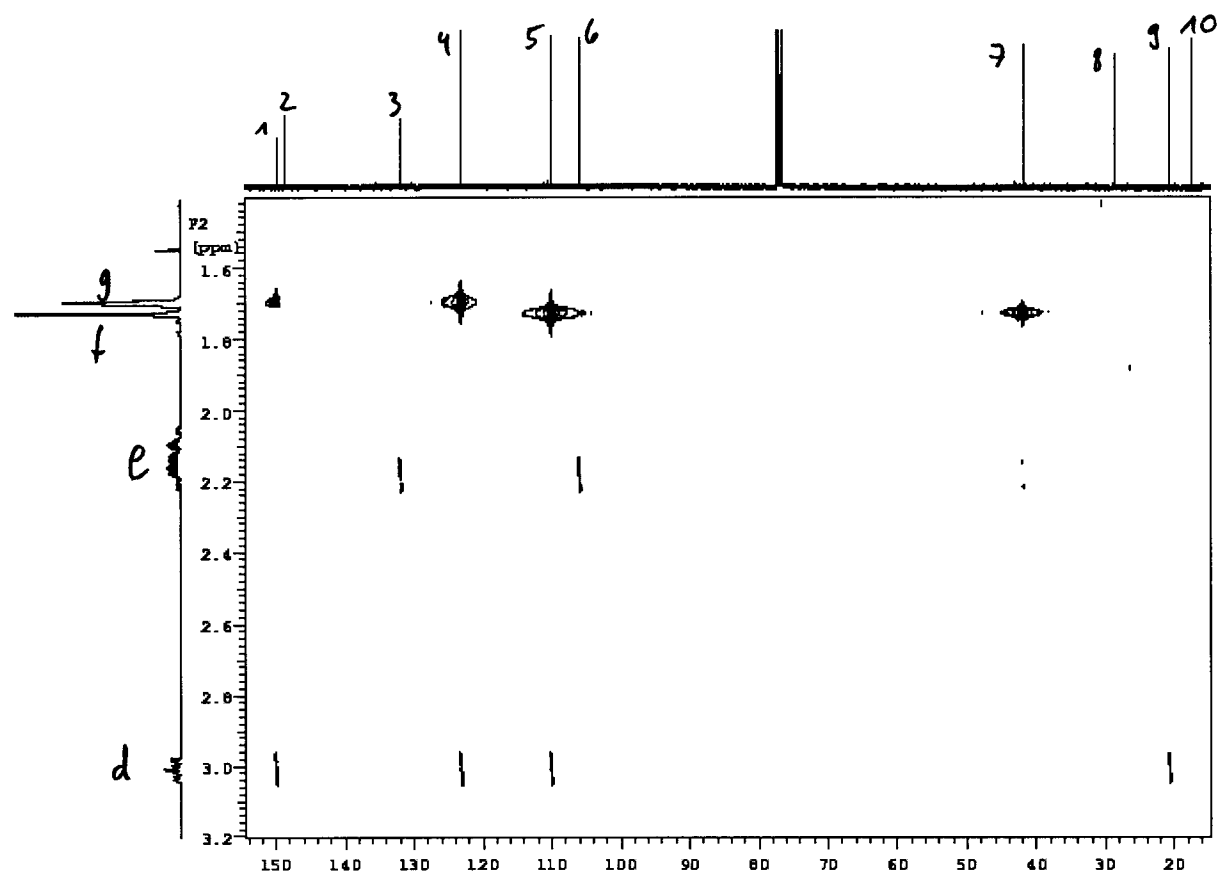
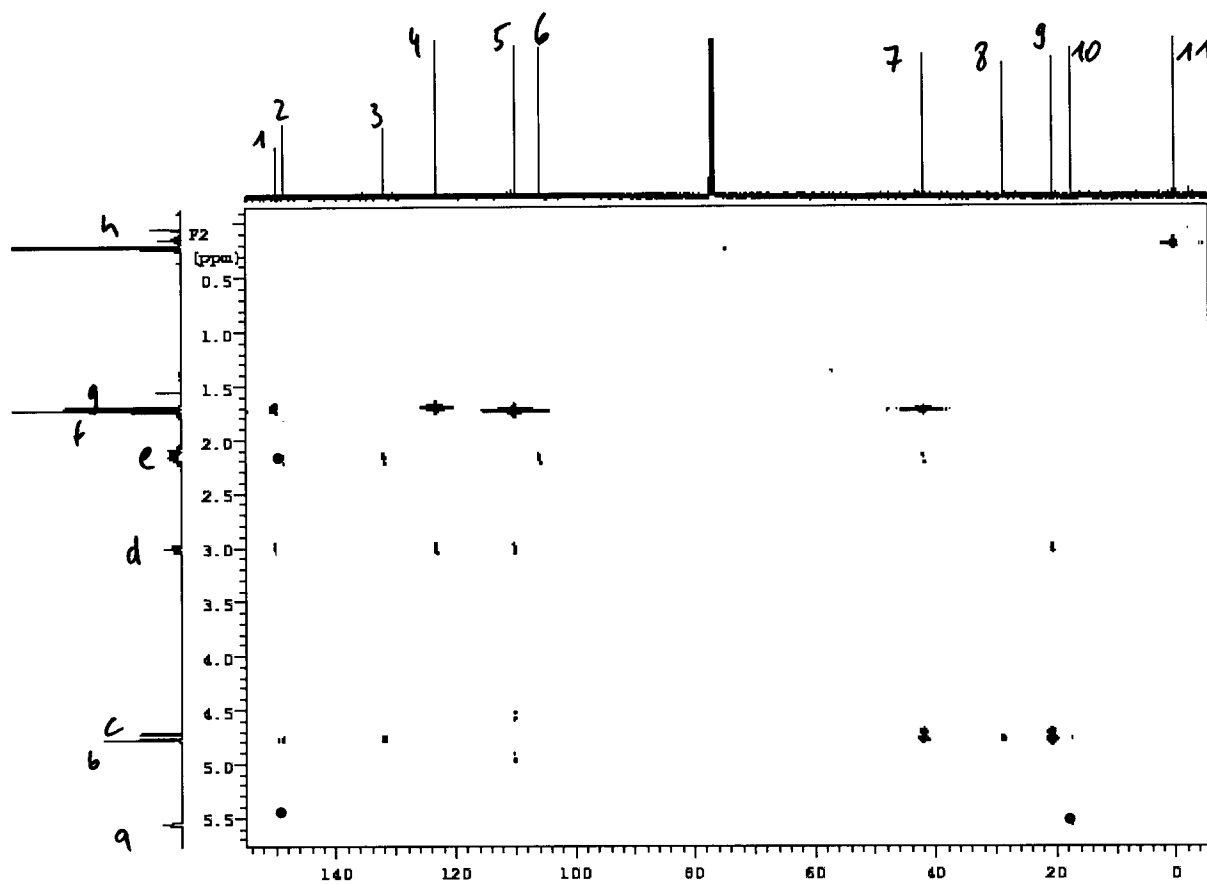
1. Ordnen Sie alle Signale (<sup>1</sup>H und <sup>13</sup>C) zu und setzen Sie die 3 Reste an die richtige Stelle. (10 P)











**Frage 5: Theorie (12 Punkte)**

1. Welche Aussagen sind richtig? (Jeweils mit kurzer Erklärung) (6 P)

Je mehr Substanz gelöst ist,

umso besser ist das Signal zu Rausch-Verhältnis (bei gleicher Messdauer)

richtig  $S/N \sim \text{Substanzmenge}$

desto stärker ist der NOE-Effekt

falsch NOE-Effekt hat mit Relaxation zu tun  
 $^1H$  entkoppelt (eingestrahlt)  $\rightarrow$   $^{13}C$  (daneben) stärker

umso schneller geht die Messung (bei gleichem Signal zu Rausch-Verhältnis)

richtig Meßzeit  $\sim 1/\text{Substanzmenge}^2$

desto größer ist der Dacheffekt im Spektrum.

falsch Dacheffekt tritt auf, wenn die Verschiebungsdifferenz im Verhältnis zur Kopplungskonst. klein ist

desto größer ist die magnetogyrische ~~Konstante~~ Verhältnis

falsch Konstante für  $^1H, ^{13}C \dots$

desto kleiner wird die Larmor-Frequenz

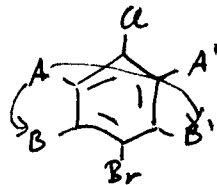
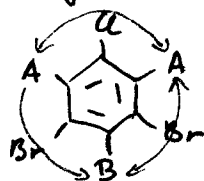
falsch  $\rightarrow$  abhängig von Feldstärke  $B_0$  + Magnetogy. Verhältnis

2. Was bedeutet chemisch äquivalent im Unterschied zu magnetisch äquivalent.

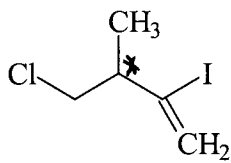
Erklären Sie an Hand eines Beispiels(2 P)

chem. äquivalent: gleiche Verschiebung

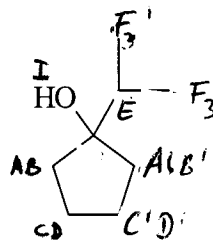
mag. " " " " " + gleiche Kopplung zu allen anderen Kernen



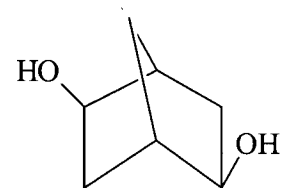
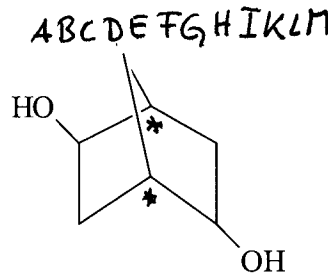
3. Bestimmen Sie das Spinsystem der Protonen(4 P)



ABCDEF<sub>3</sub>



AA'BB'CC'DD'E<sub>3</sub>F<sub>3</sub>I



AA' BB'CC' DD' EE' FF'