

**Spektroskopie und Beugung I (NMR)**  
**SS 2007 Nachholklausur**

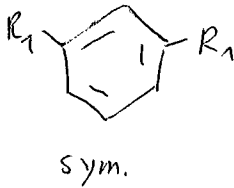
4.9.2007

Lösung

**Frage 1: (7 Punkte)**

Auf Seite 2 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:  $C_{16}H_{22}O_4$ .

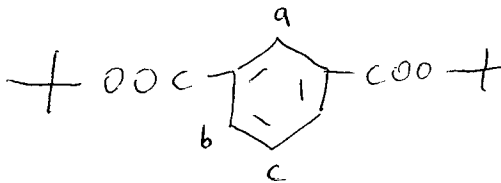
1. Welche ~~Struktur~~<sup>Fragmente</sup> finden Sie auf Grund des  $^1H$ -,  $^{13}C$ - und DEPT-Spektren? (3 P)



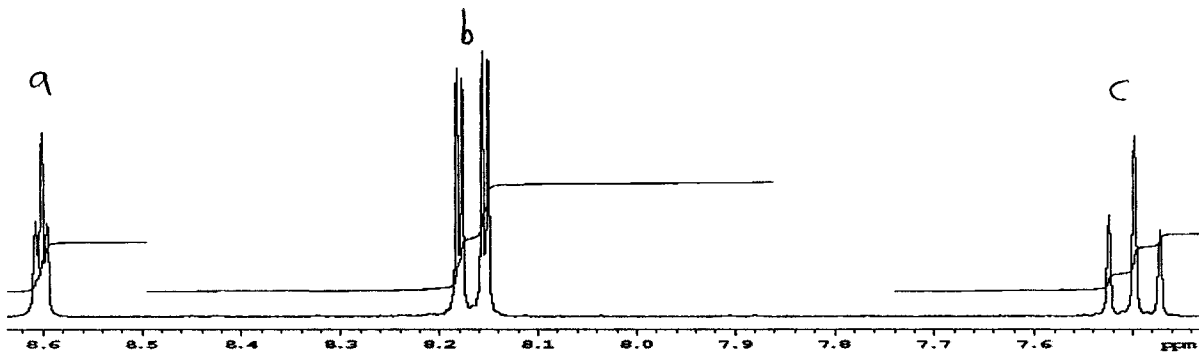
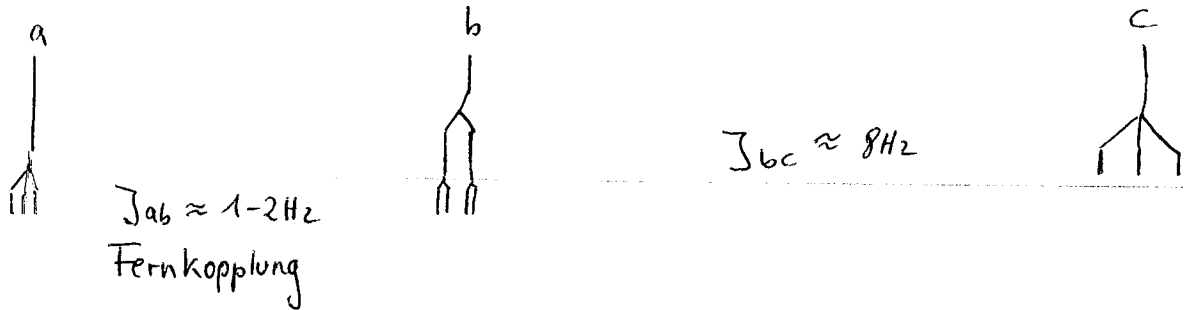
2 × COO

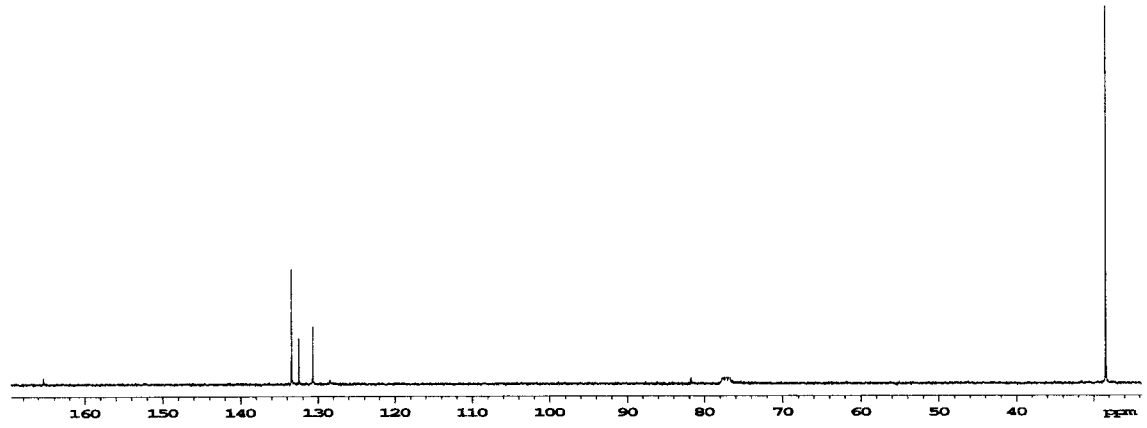
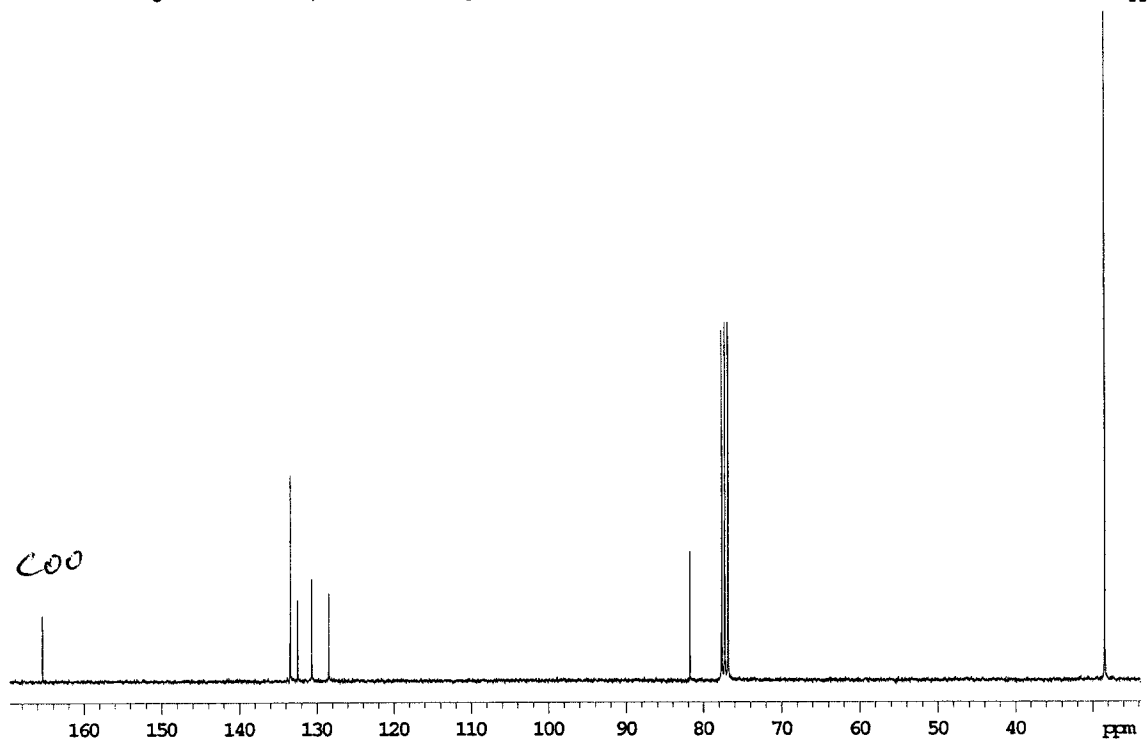
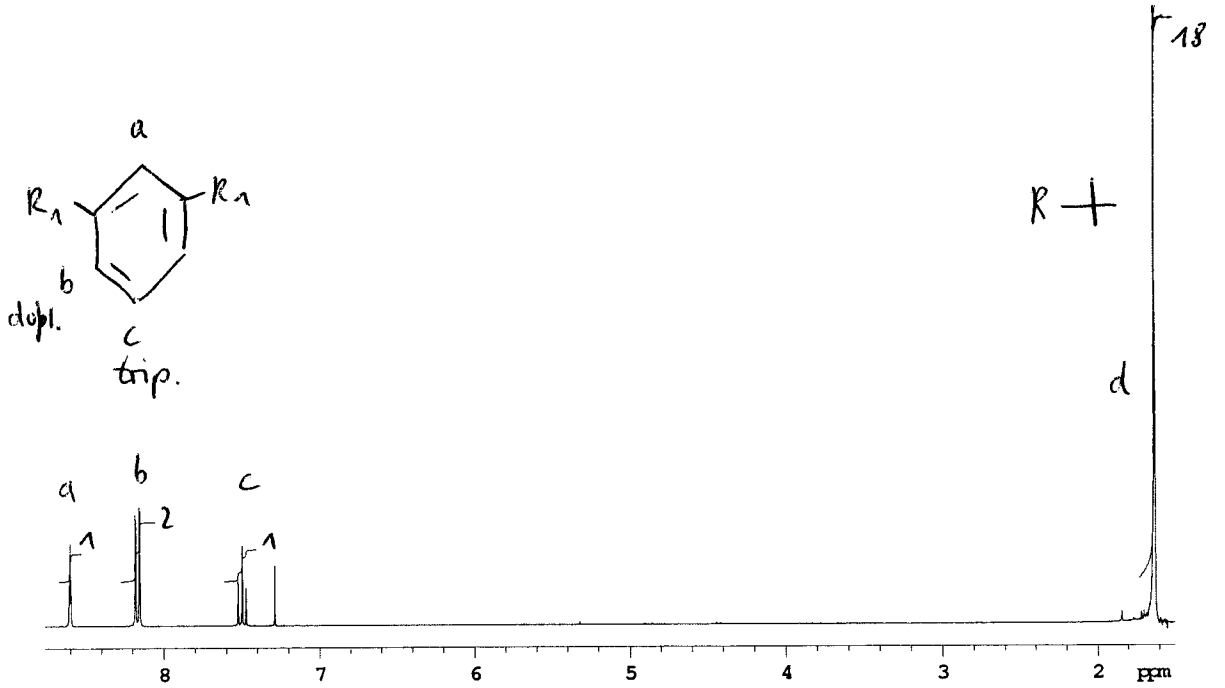
2 × R-

2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an und ordnen Sie die  $^1H$ -Signale zu. (2 P)



3. Zeichnen Sie den Splittingschlüssel für die aromatischen Protonen. (2 P)

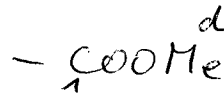
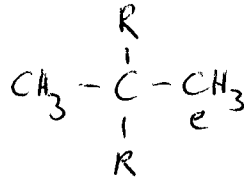
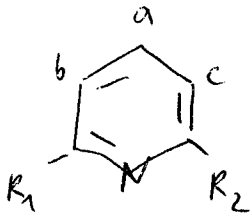




**Frage 2: (11 Punkte)**

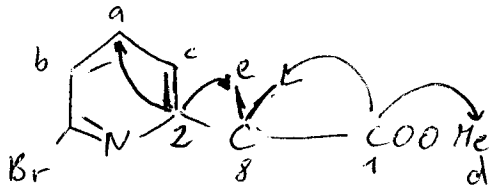
Auf Seite 4 sind die NMR-Spektren eines Pyridin-Derivates mit folgender Summenformel abgebildet:  $C_{10}H_{12}BrNO_2$ .

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



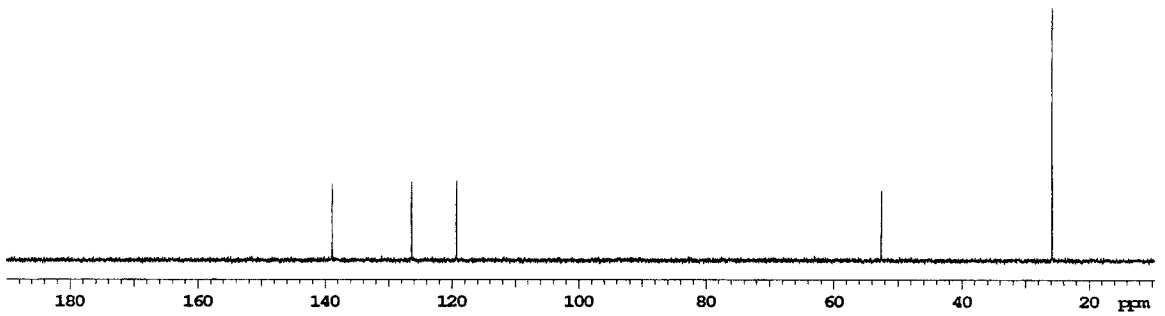
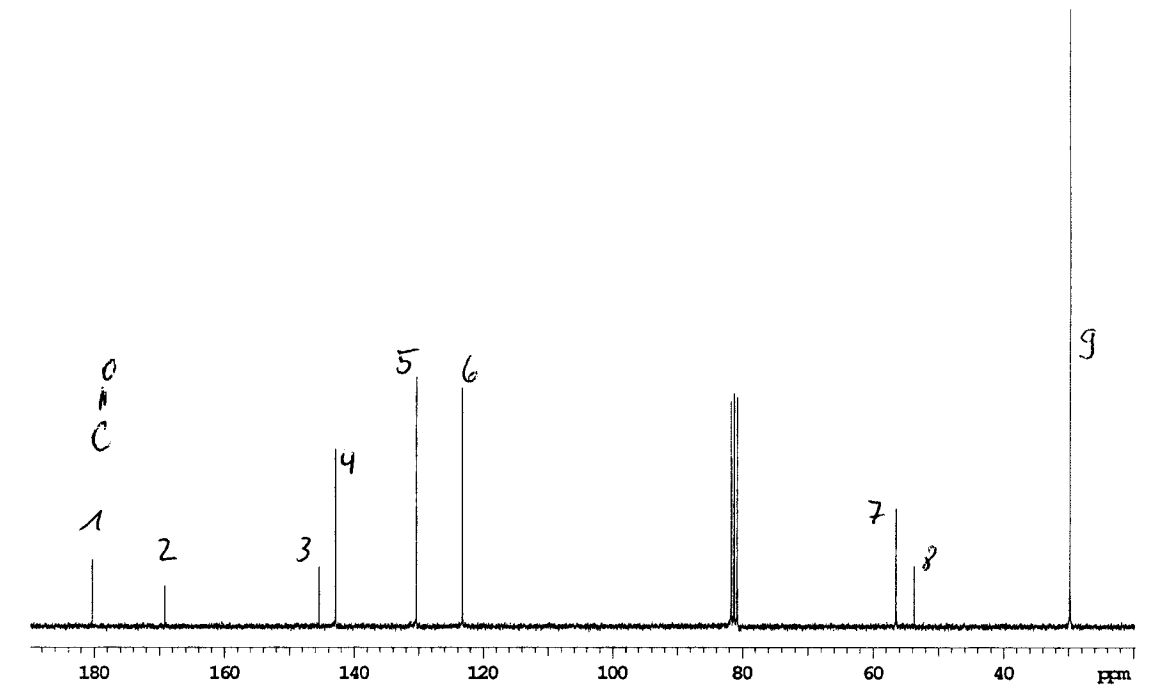
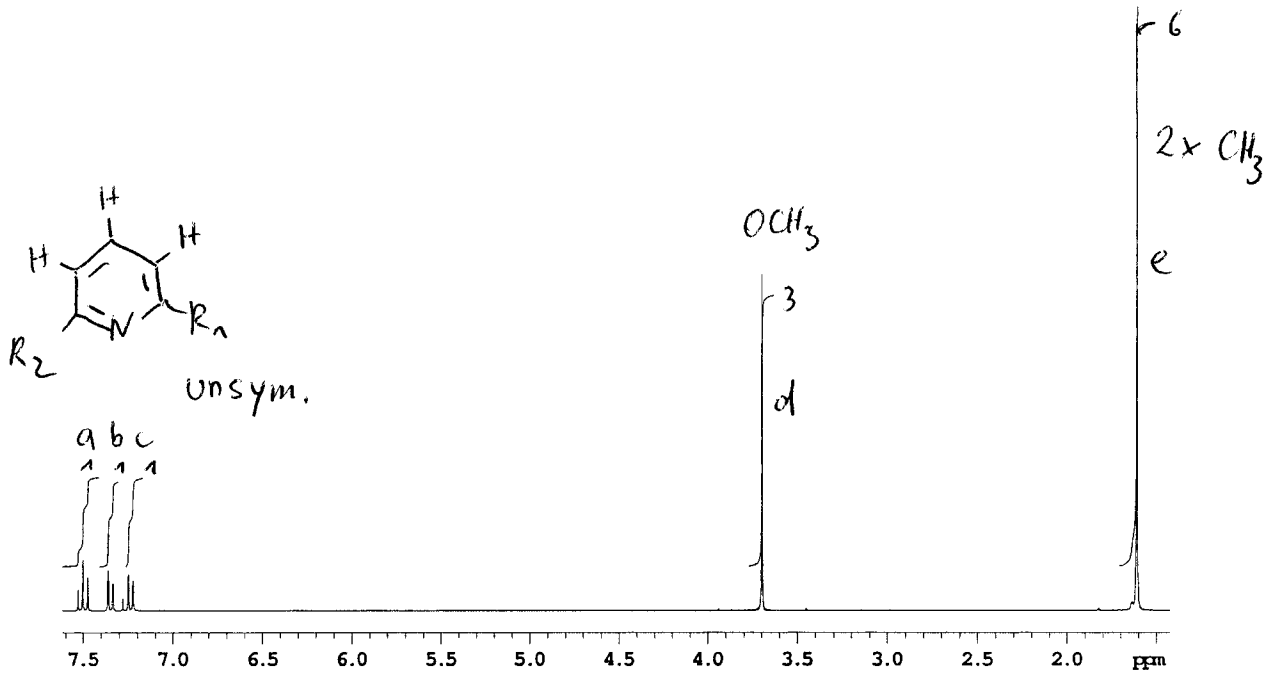
2. Ordnen Sie möglichst viele Signale zu, um dann auch das HMBC-Spektrum interpretieren zu können. (3 P)

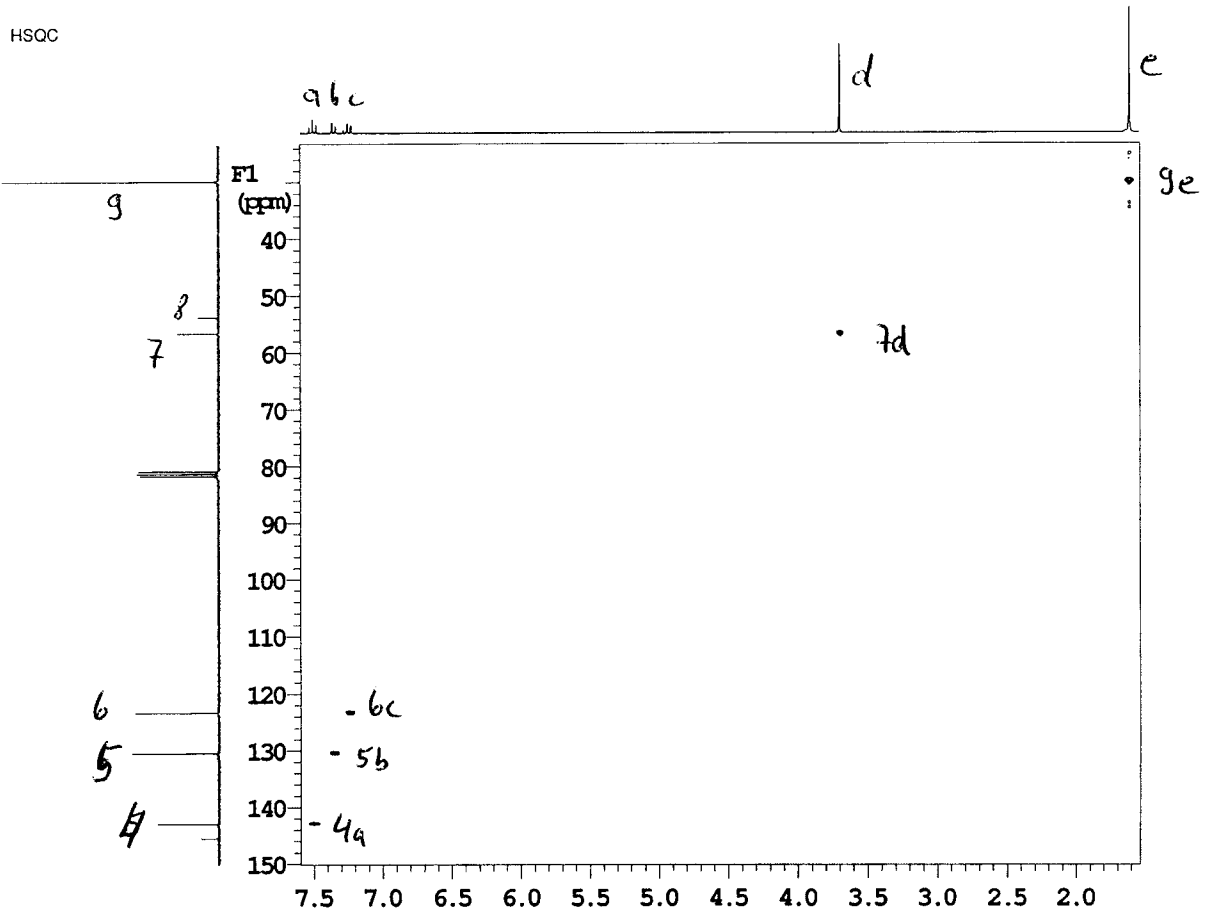
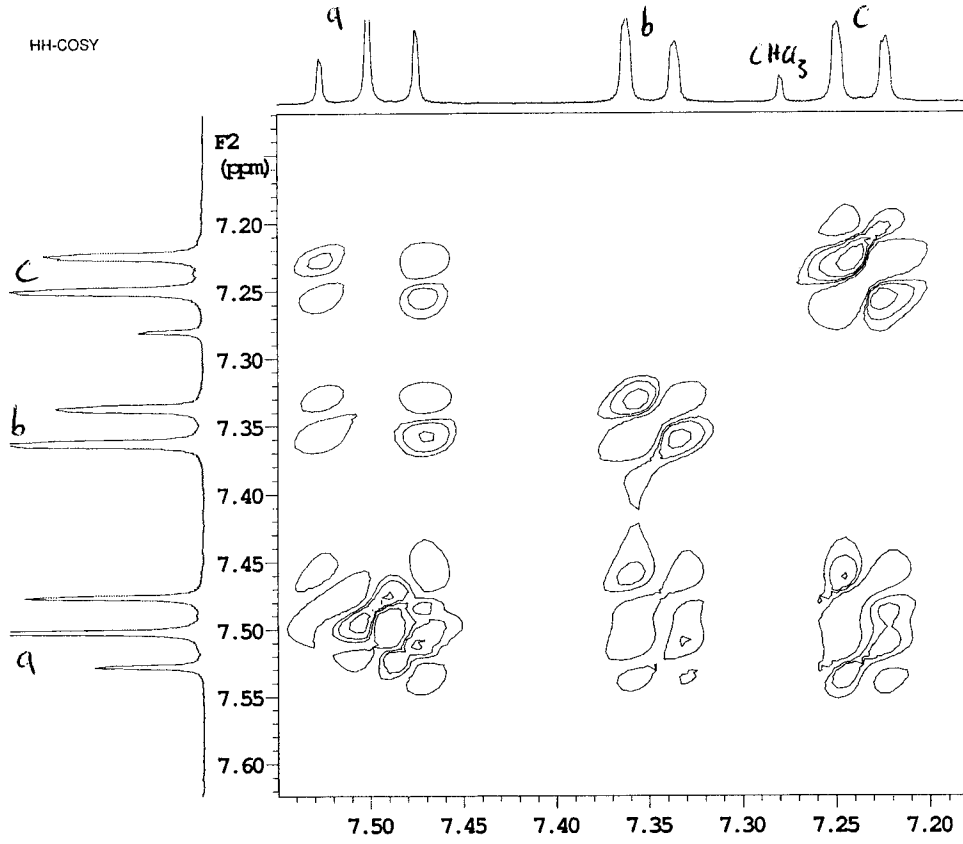
3. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. Beachten Sie dabei das HMBC-Spektrum (~~2~~<sup>3</sup> P)



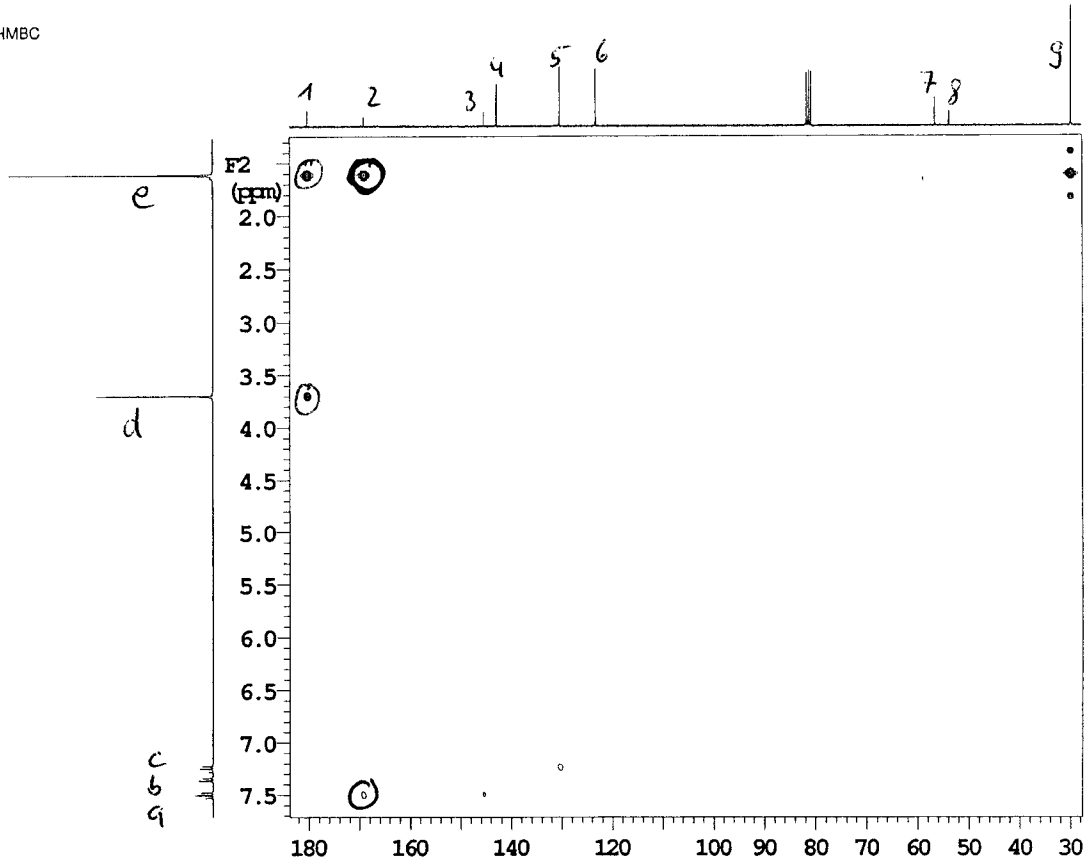
4. Ordnen Sie die C-Atome 1, 2 und ~~X~~ zu und zeichnen Sie die sichtbaren Kopplungen im HMBC-Spektrum und in Ihre Struktur ein. (~~2~~<sup>3</sup> P)

Siehe 3.





HMBC

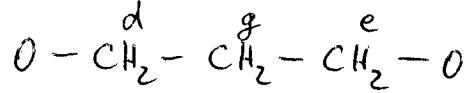
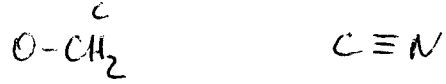
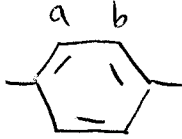


**Frage 3: (10 Punkte)**

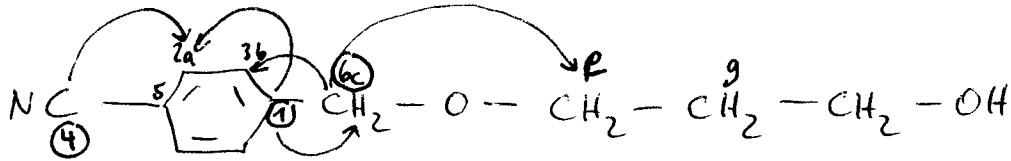
Auf Seite 8 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:  $C_{11}H_{13}NO_2$

Hinweis: CN-Gruppe enthalten!

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der NMR-Spektren?. Ordnen Sie die Signale so gut wie möglich zu. (5 P)



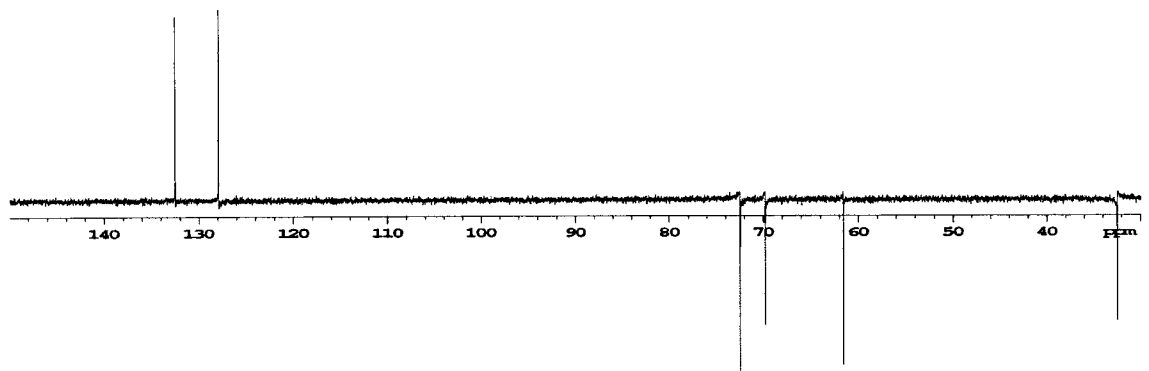
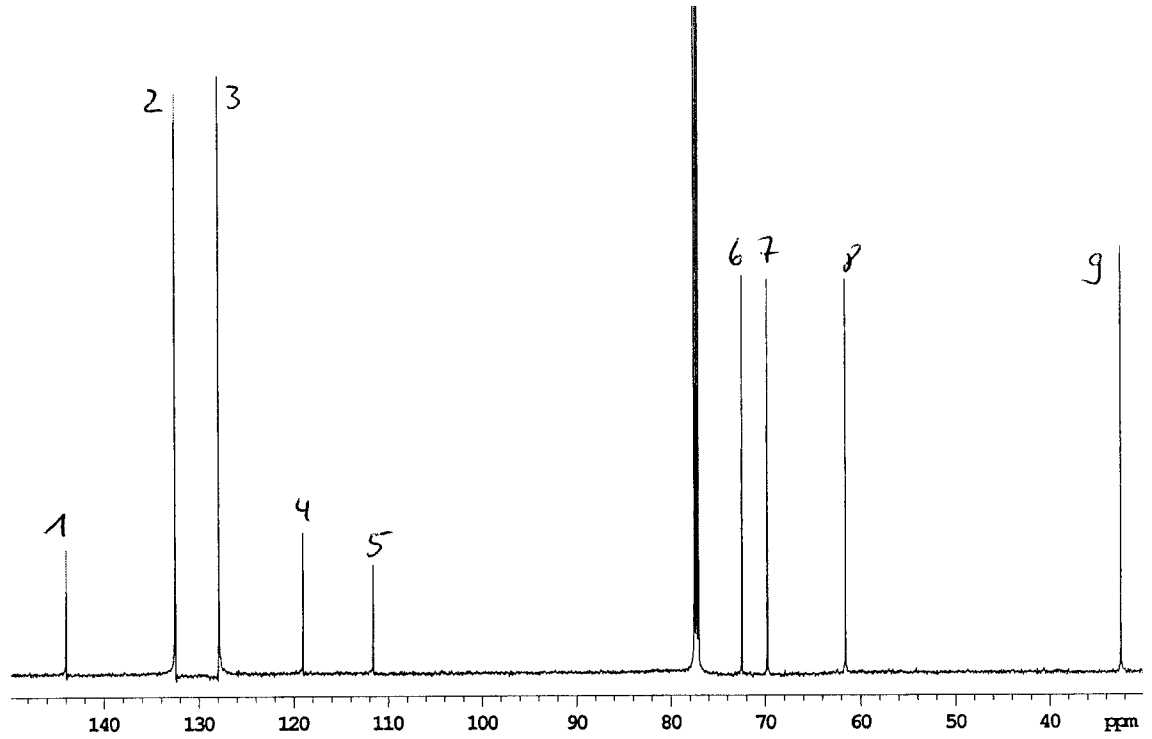
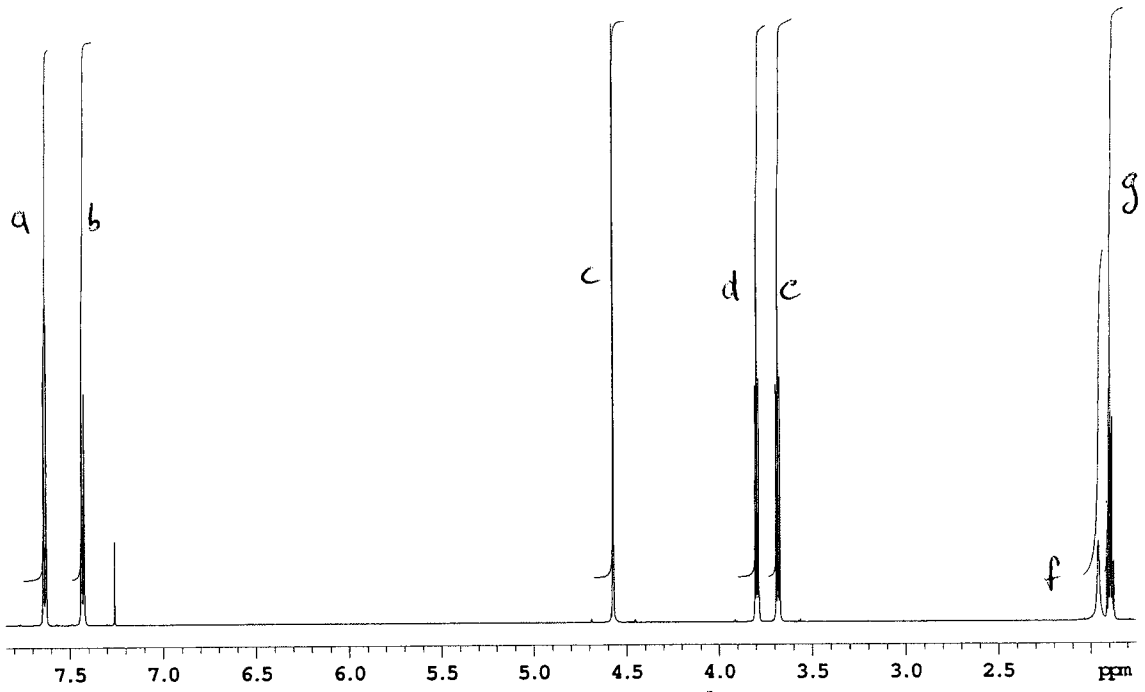
2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. (2 P)



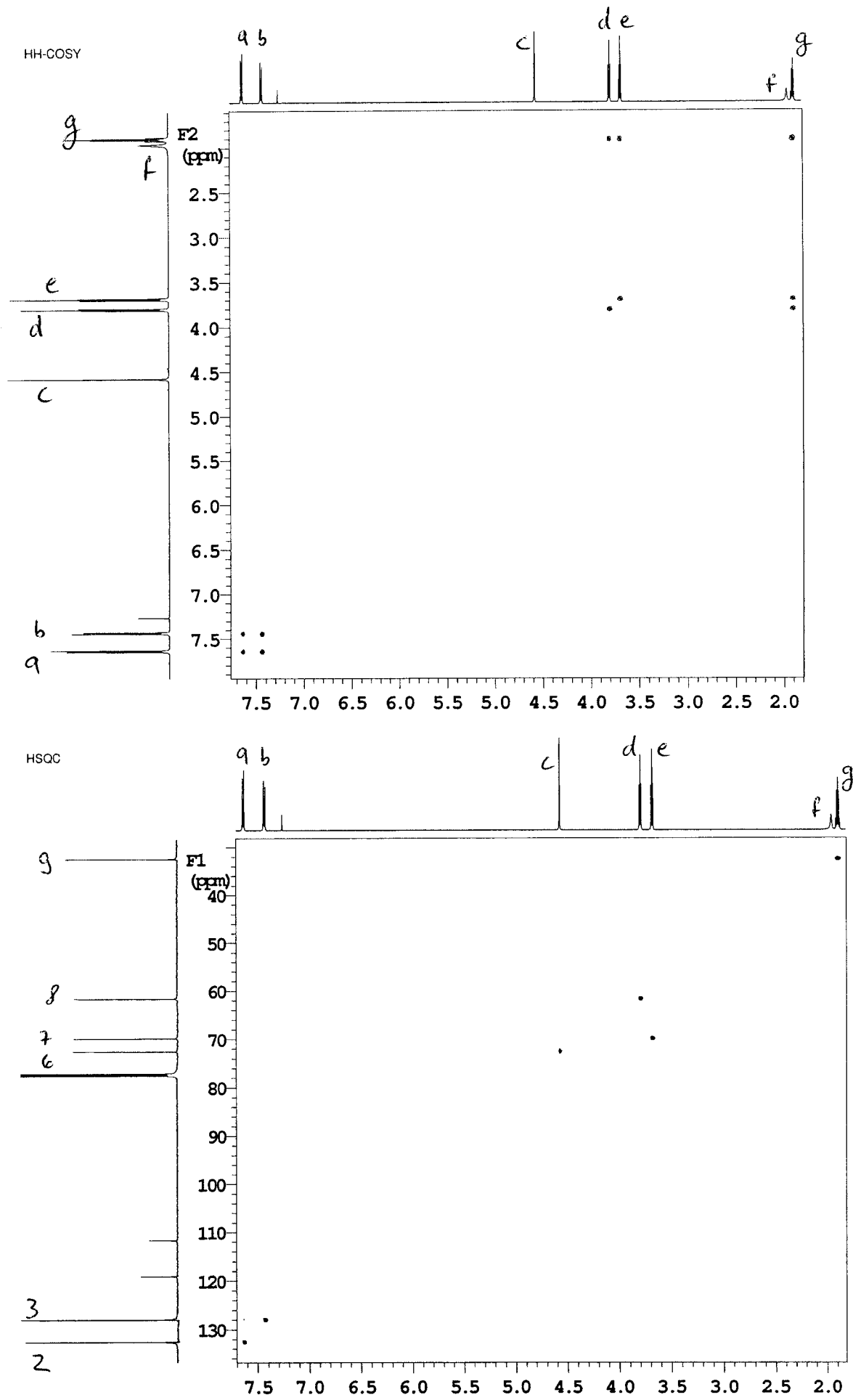
3. Ordnen Sie die  $^{13}C$ -Atome 1, 4 und 6 zu. Begründen Sie Ihre Zuordnung, indem Sie im HMBC sichtbare, relevante Kopplungen in Ihr Molekül einzeichnen. (3 P)

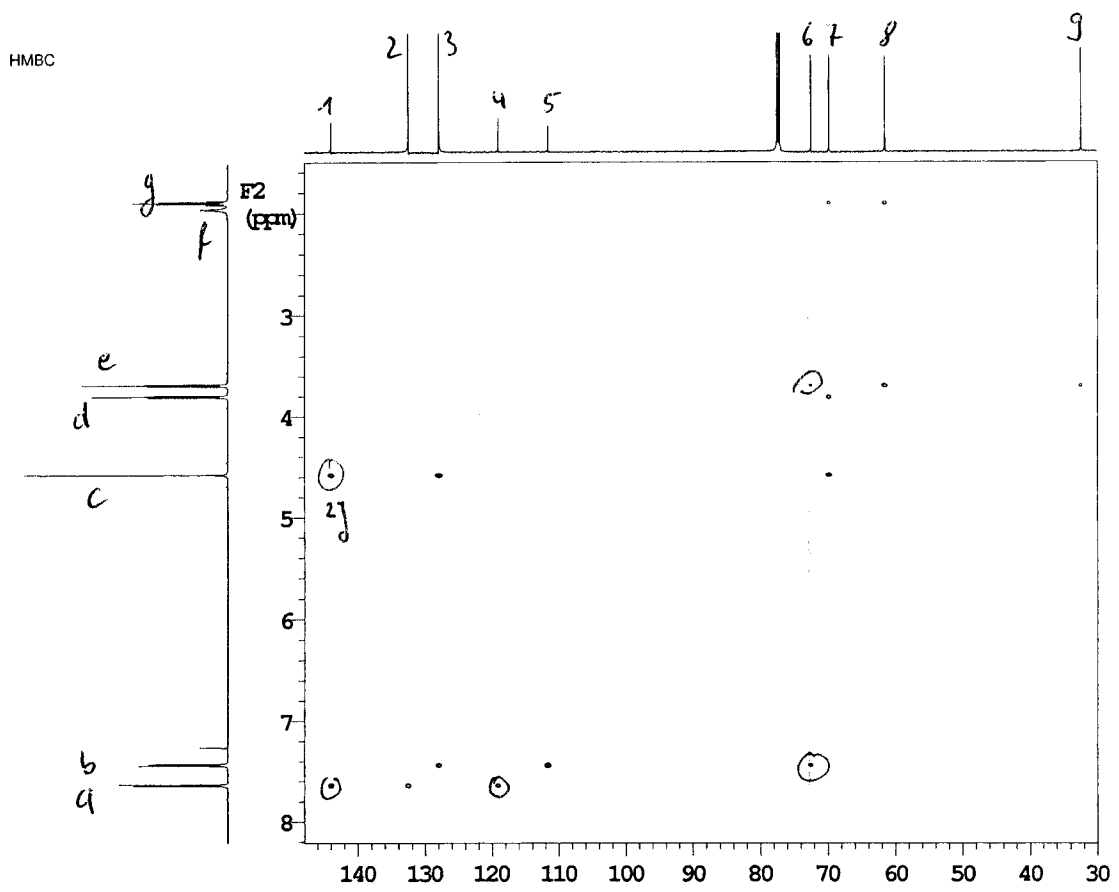
Siehe 2.





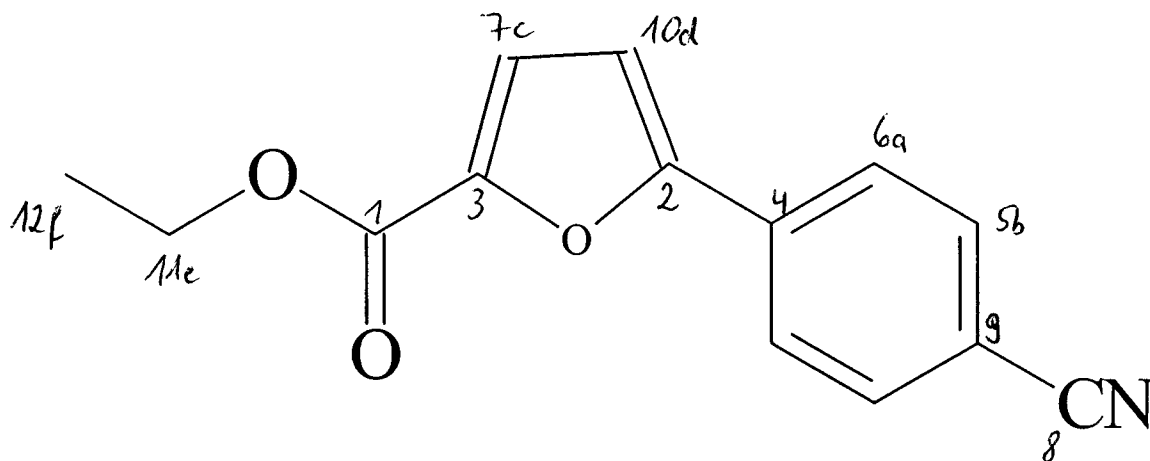
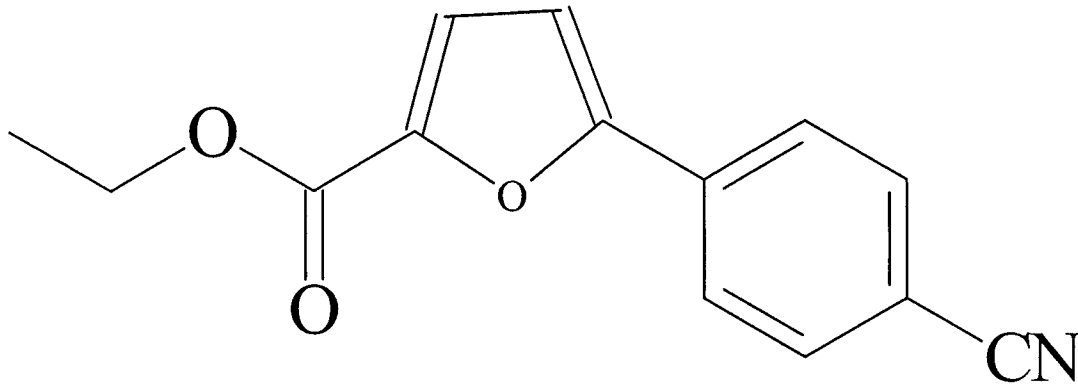






**Frage 4: (14 Punkte)**

Auf Seite 12 ff sind die NMR-Spektren folgender Verbindungen gegeben

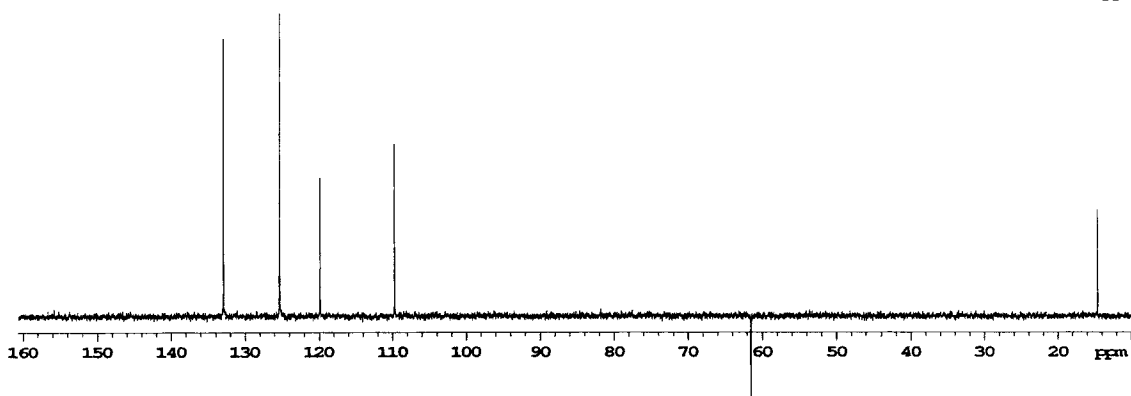
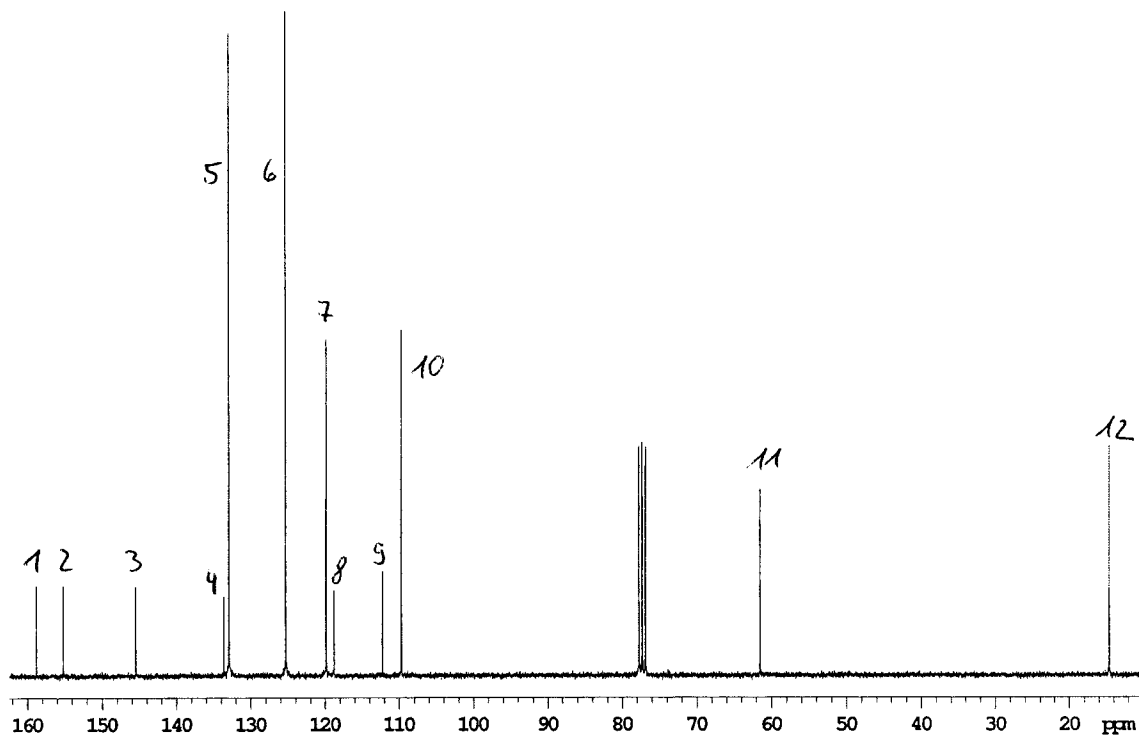
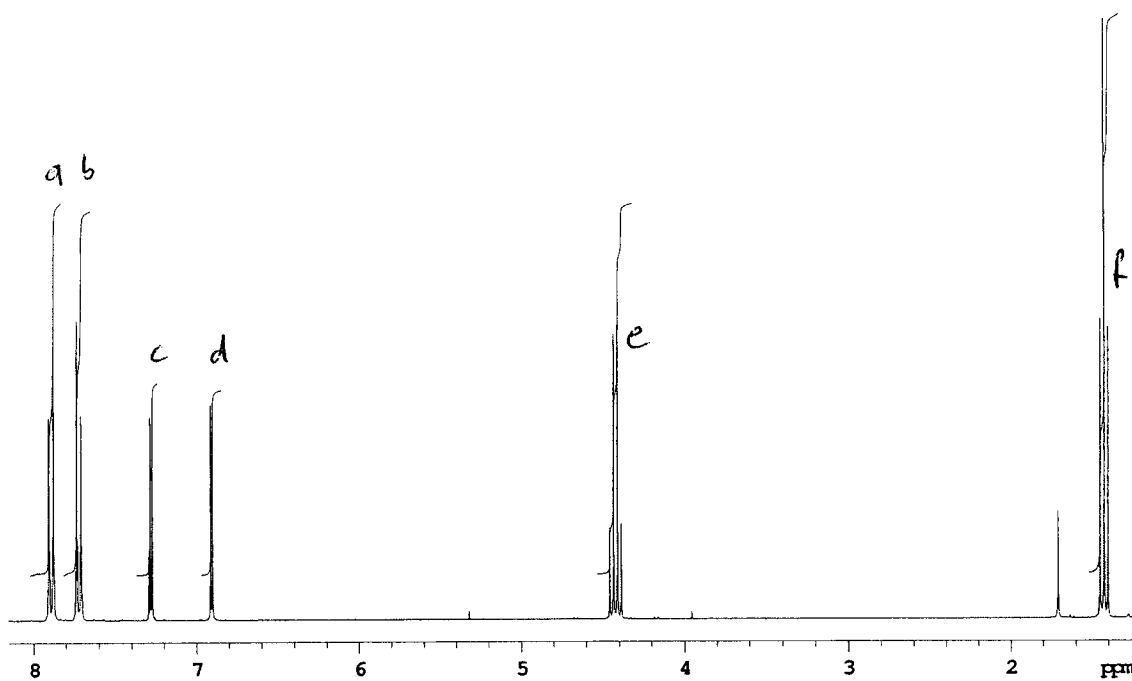


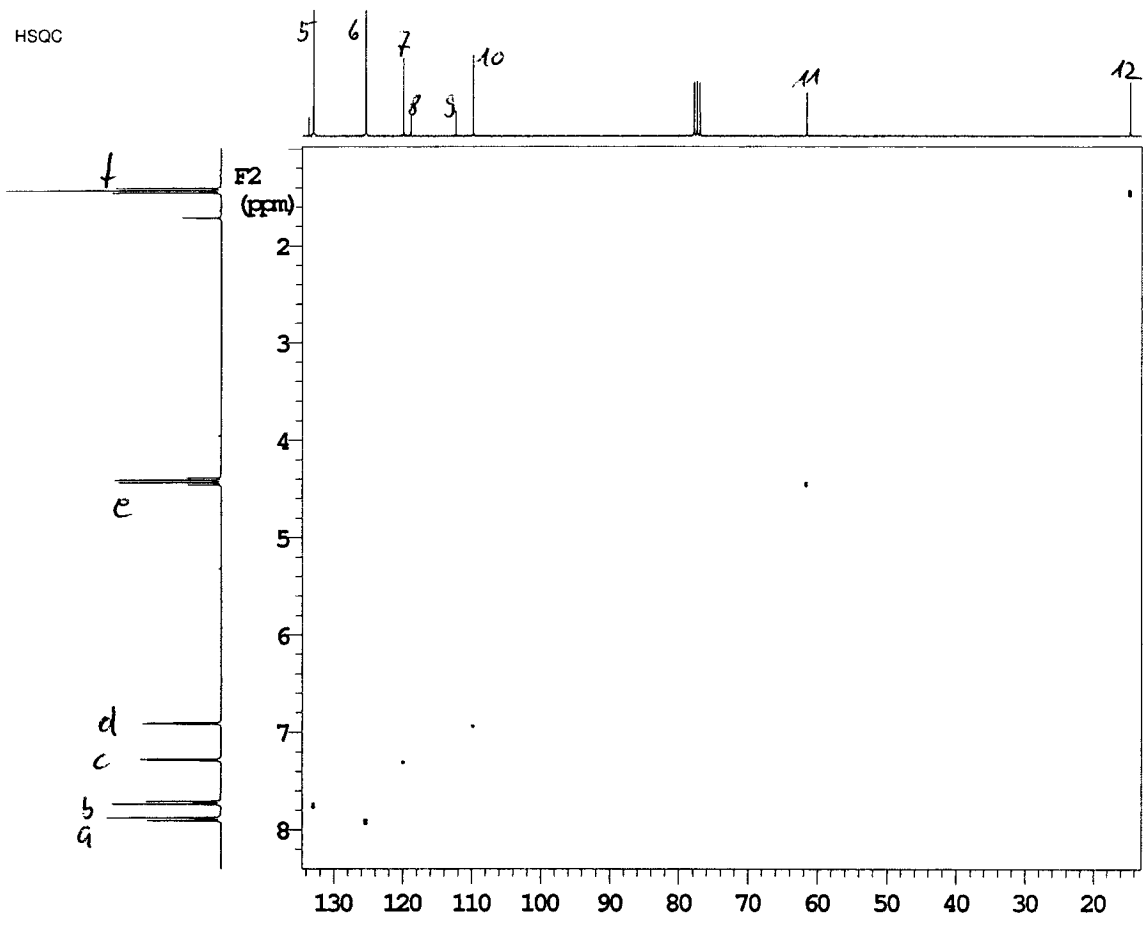
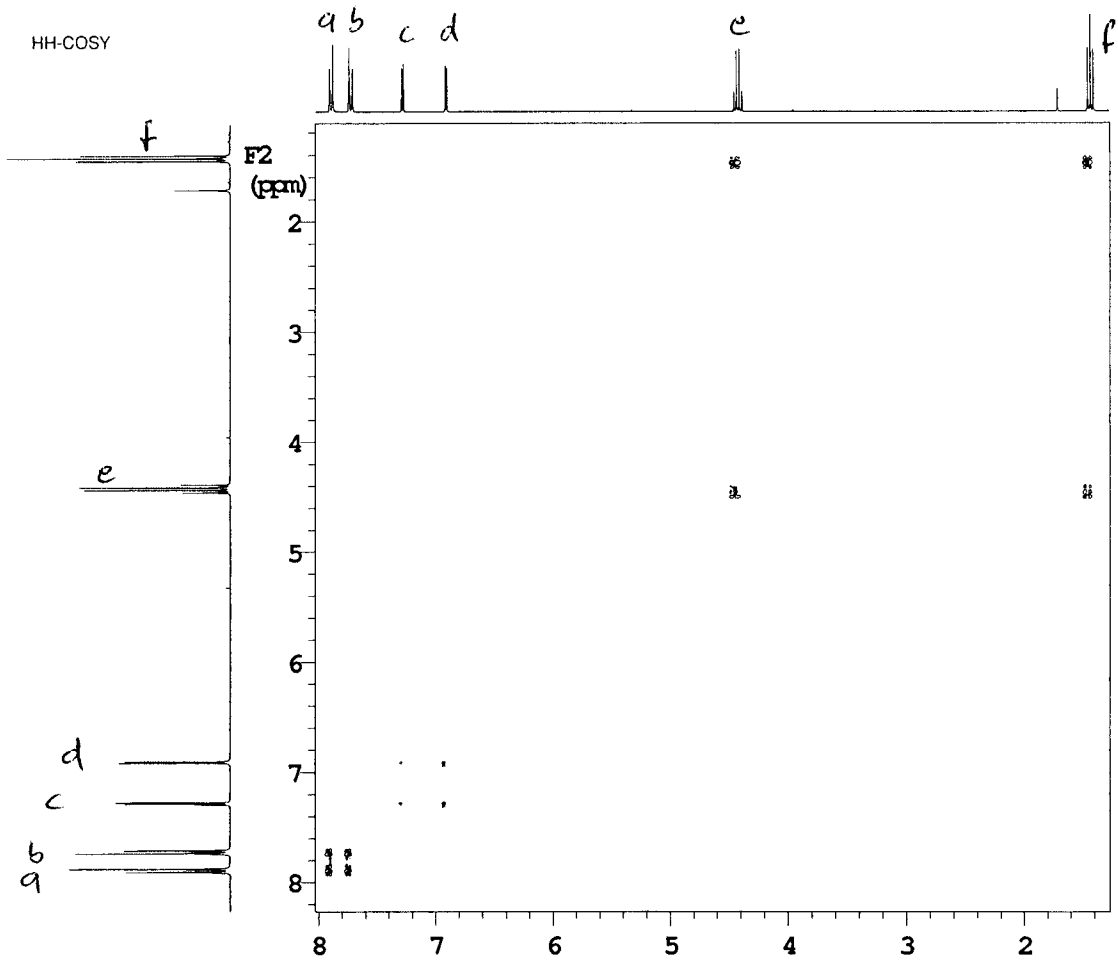
1. Ordnen Sie alle  $^{13}\text{C}$ -Signale zu (12 P)
2. Berechnen Sie die Inkrement für C-Atome 9 und 11. (2 P)

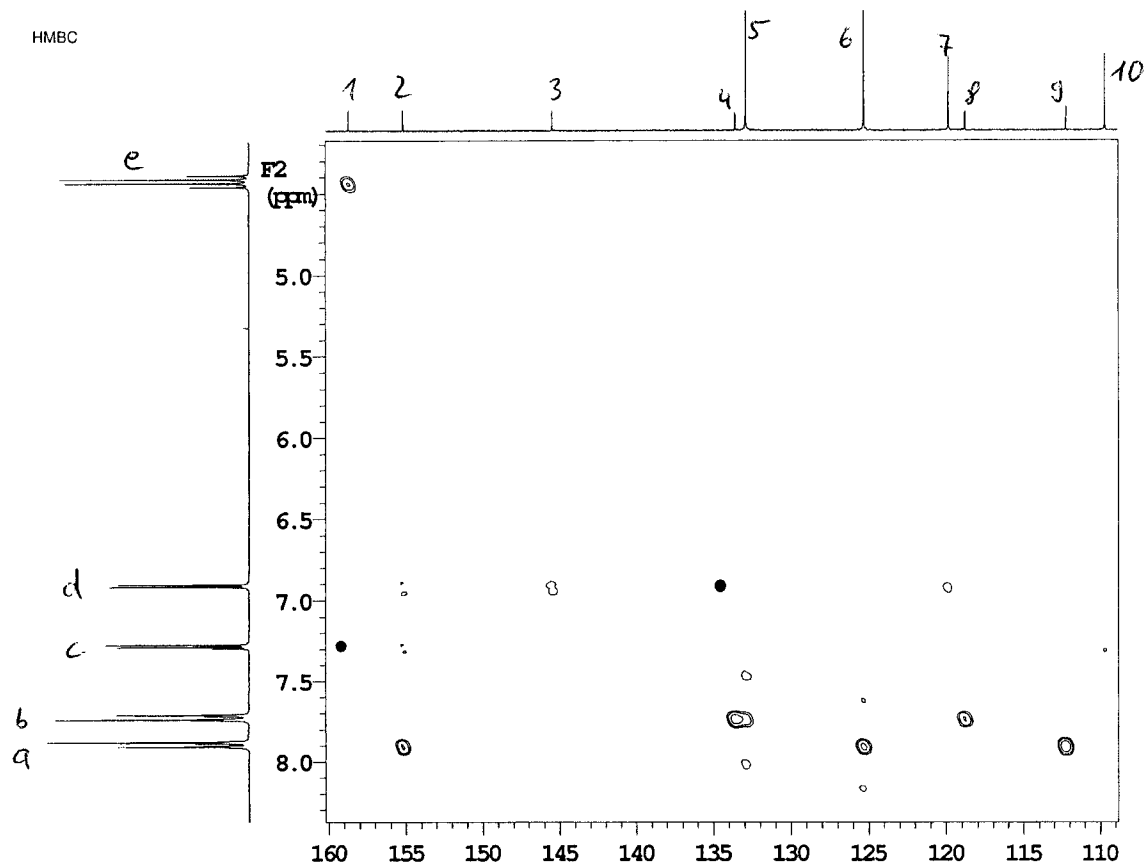
$$C_9: 128.5 \overset{\text{CN}}{-} 15.7 \overset{\text{CH}=\text{CH}_2}{-} 0.8 = 112 \text{ ppm}$$

$$C_{11}: -2.3 + 9.1 + 51.1 = 57.9 \text{ ppm}$$

Spektrum  
112 ppm  
62 ppm

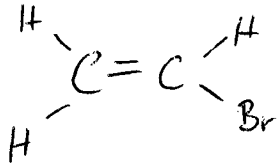






**Frage 5: Theorie (8 Punkte)**

1. Nennen Sie 2 verschiedene Spinsysteme mit je einem Beispiel. (2 P)



ABC

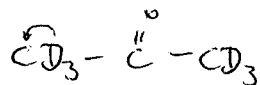
 $A_3 BB' CC'$ 

2. Warum verwendet man deuterierte Lösungsmittel in der NMR. (2 Gründe) (2 P)

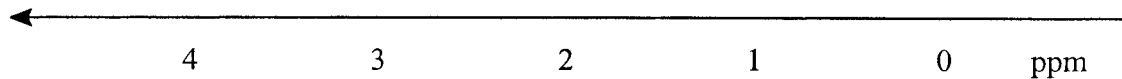
- 1) Homogenität : Vor der Messung wird geschimmt, d.h. mit Hilfe von Zusatz-Spulen wird die Homogenität des Magnetfeldes in der Probe optimiert → Messung über D-Spektrum
- 2) Stabilität: Während der Messung wird die Stabilität des Magnetfeldes über D-Messung kontrolliert.  
Störungen: z.B. Bewegtes Eisen in der Nähe des Magneten, Schwingungen des Bodens
- 3) nur kleines Lösungsmittel-Signal im Protonenspektrum.  
protoniertes Lösungsmittel z.B.  $CHCl_3$   
 $CHCl_3 \rightarrow$  ~~ver~~deckt event. Signale meiner Substanz  
 ...  
 — Substanz

3. Zeichnen Sie das  $^1\text{H}$ - und  $^{13}\text{C}$  ( $^1\text{H}$  entkoppelt)-Spektrum von d6-Aceton (100 %) und Essigsäureethylester. (4 P)  
 Achten Sie dabei auf Verschiebung und Kopplungsmuster. Schätzen Sie die Verschiebungen ab.

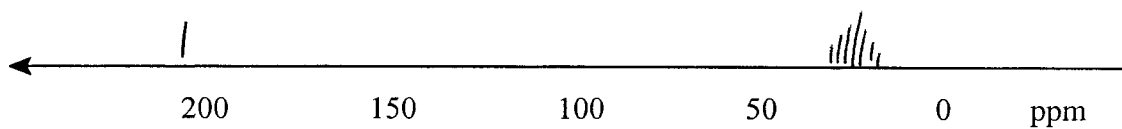
d6-Aceton (100 %)  
 $^1\text{H}$



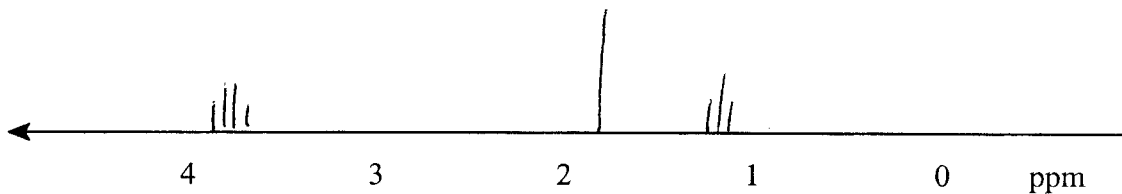
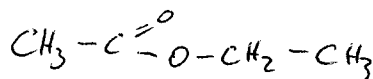
kein Peak



$^{13}\text{C}$



Essigsäureethylester  
 $^1\text{H}$



$^{13}\text{C}$

