

Spektroskopie und Beugung I (NMR) SS 2009 Nachholklausur

14.09.2009

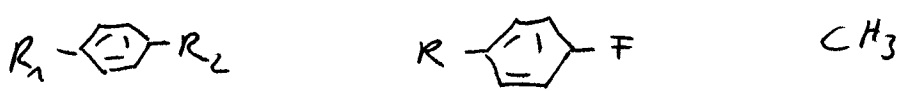
Lösung

Frage 1: (11 Punkte)

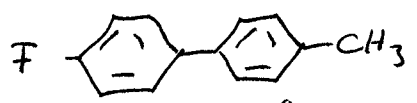
Auf Seite 2 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: $C_{13}H_{11}F$

$$DBA' = 1 + \frac{1}{2}(26 - 11 - 1) = 8$$

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der Spektren? (3 P)



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



3. Ordnen Sie die ^{13}C -Signale 1, 2, 4, 5, 8, 9, 11 und 12 zu. Begründen Sie Ihre Zuordnung. (5 P)

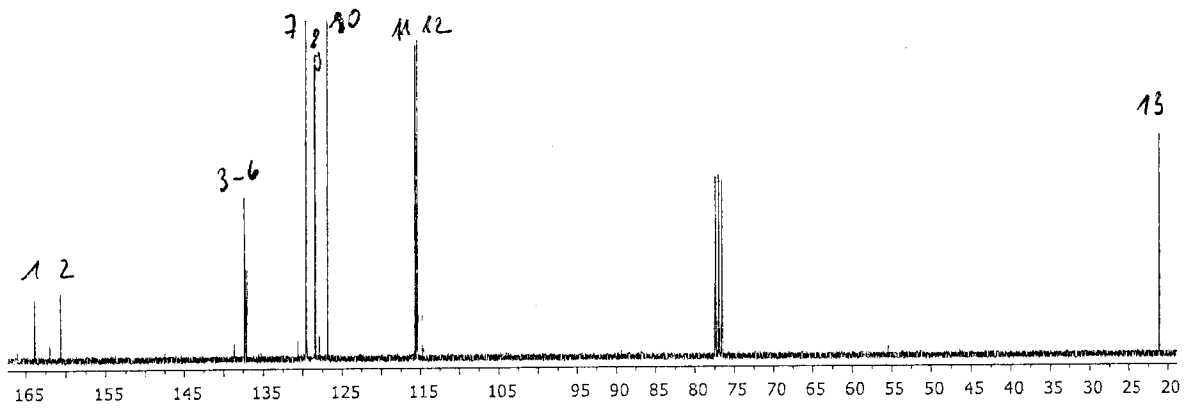
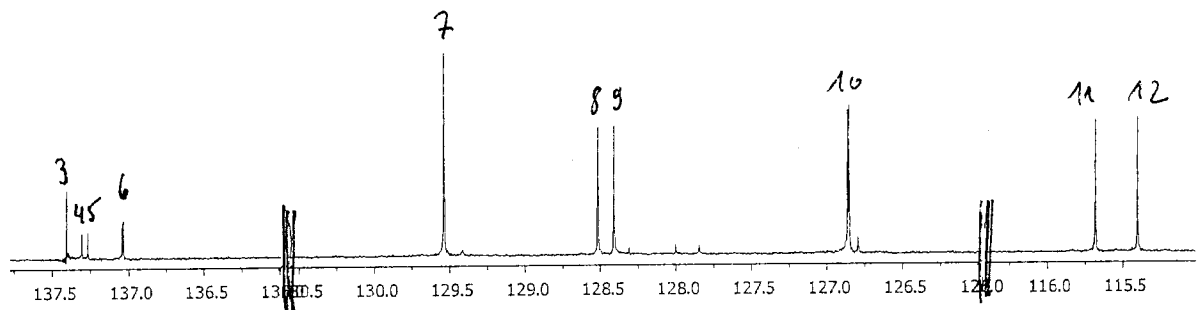
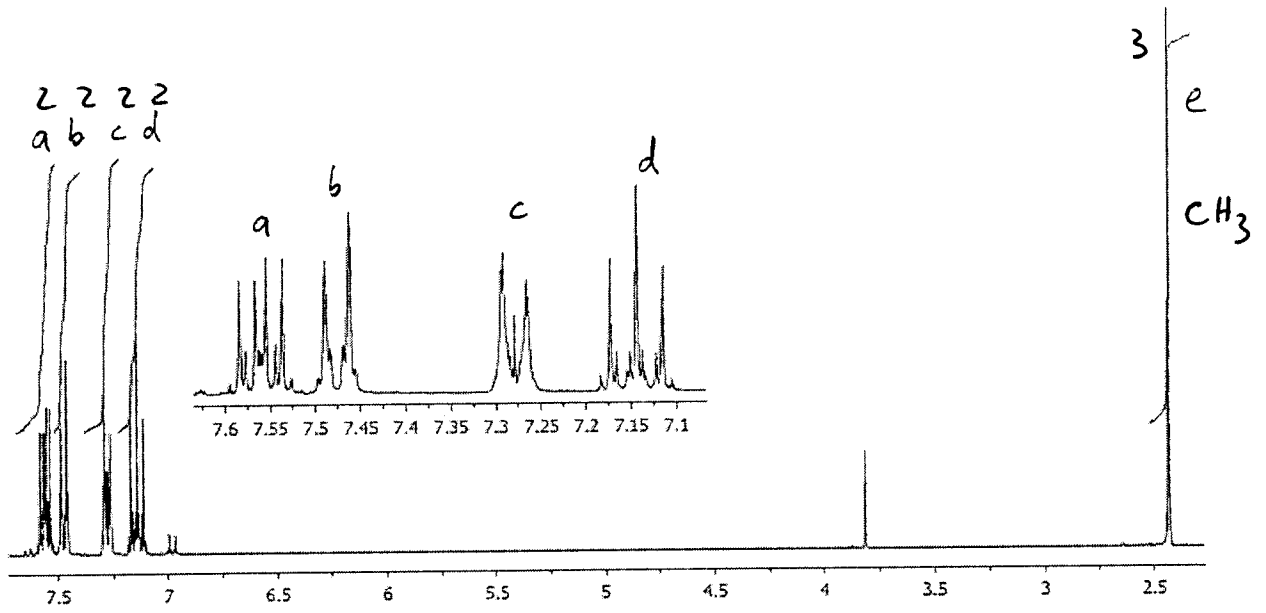
$d \leftarrow 11 + 12$
 $q \leftarrow 8 + 9$

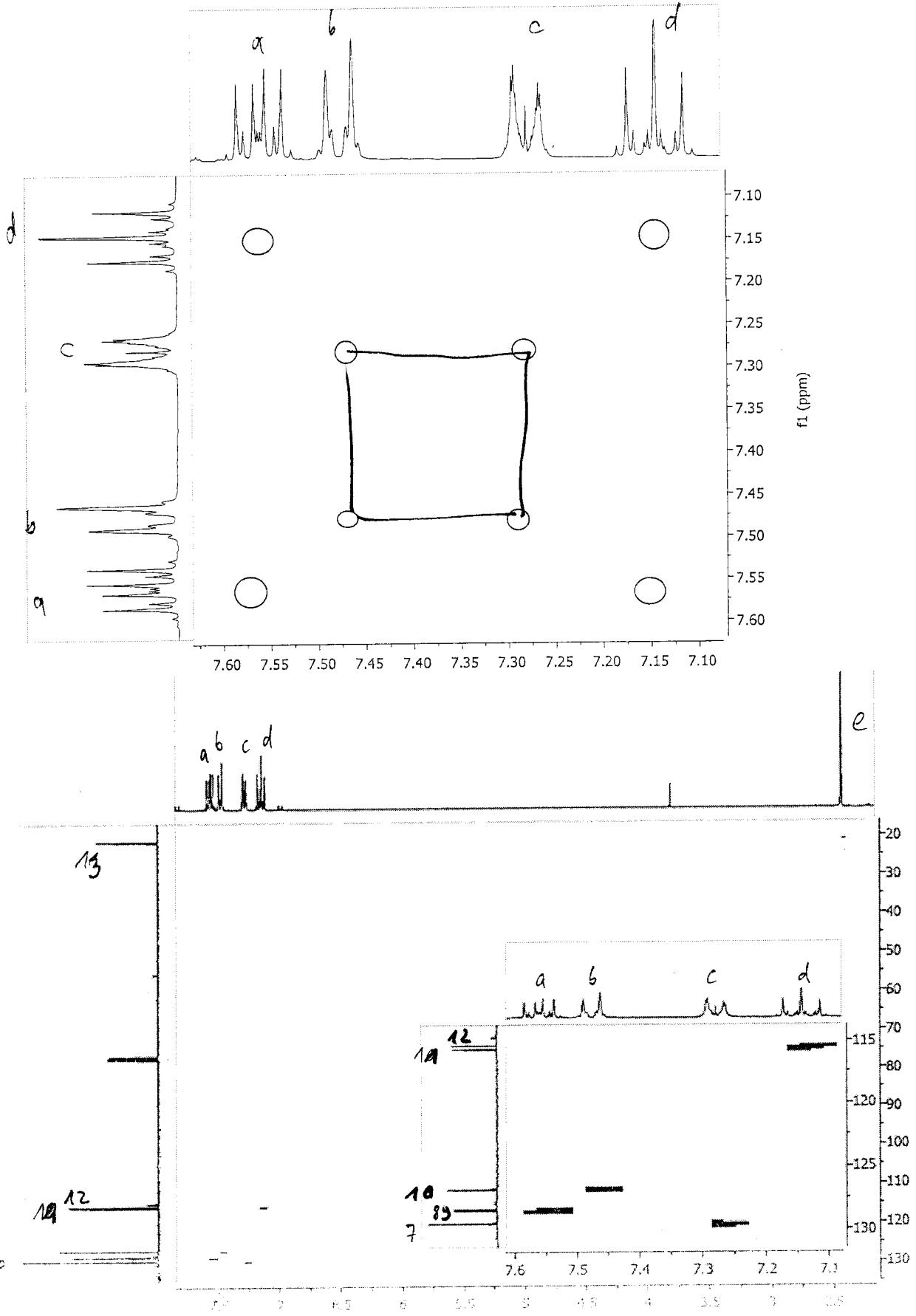
Dupl., wegen F-Kopplung.
 CH, 11+12 & größere.
 Kopp konst. Konstante
 → CH sitzt näher bei F

1+2: große Aufspaltung durch direkte Nachbarschaft von F
 4+5: quartäres C, das durch F aufgespalten wird. Kopp konst. kleiner, da F weiter weg

4. Welche Eigenschaft muß ein Kern haben, damit er in der NMR-Spektroskopie gemessen werden kann? (1 P)

$J \neq 0$
 Spinquantenzahl, d.h. der Kern muß einen Spin haben, muß rotieren und hat dadurch ein magnetisches Moment.



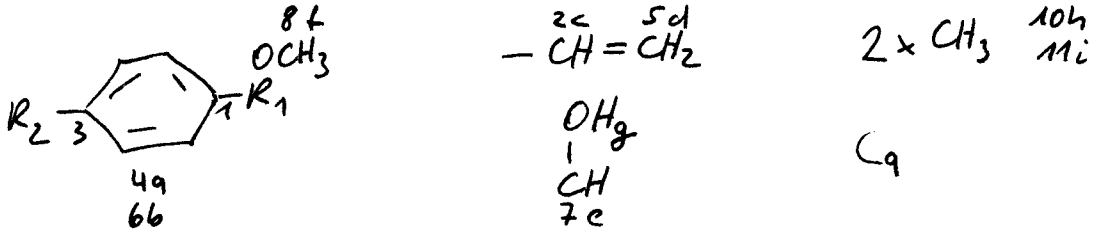


Frage 2: (13 Punkte)

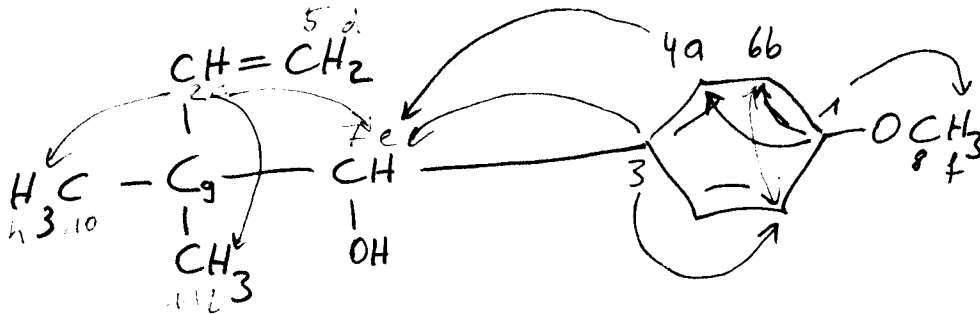
Auf Seite 5 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: $C_{13}H_{18}O_2$.

$$DBA' = 1 + \frac{1}{2} (26 - 18) = \underline{5}$$

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der Spektren? (3 P)



- Ordnen Sie die Signale so gut wie möglich zu, um Frage 3 beantworten zu können.
- Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. (2 P)



alle Signale ($^1H + ^{13}C$)

4. Ordnen Sie die C-Atome 1, 2, 3, 4, 6 und 9 zu. (4 P)

5. Zeichnen Sie die im HMBC sichtbare Kopplung der C-Atome 1, 2, 3, 4, 5 und 9 in Ihr gefundenes Molekül ein. Verwenden Sie Farbstifte (nicht rot!). Füllen Sie nachfolgende Tabelle aus. (4 P)

C-Atom	H-Atom	Kopplung
1	f	$^3J_{CH}$
	a	3J
	b	2J

usw.

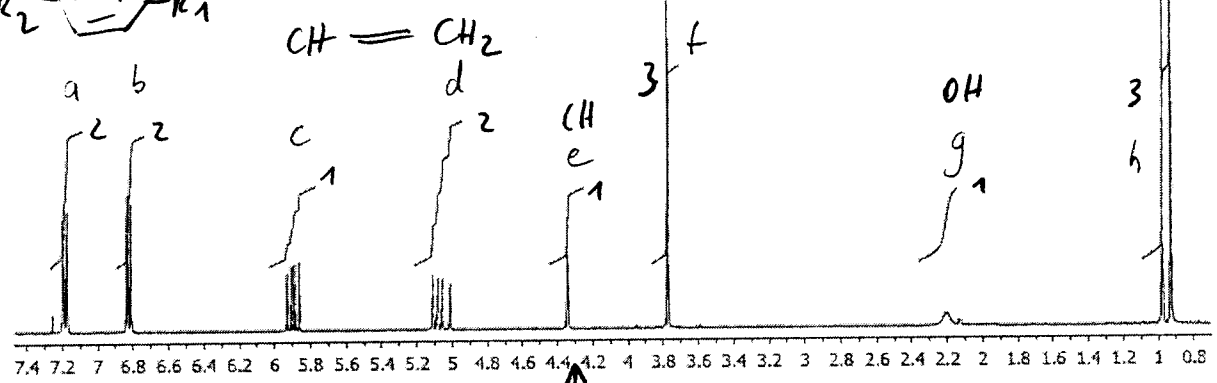
2	h	3J
	i	3J
	e	3J
3	d	2J
	e	2J
	b	3J

4 e } 3J
 4 a } 3J

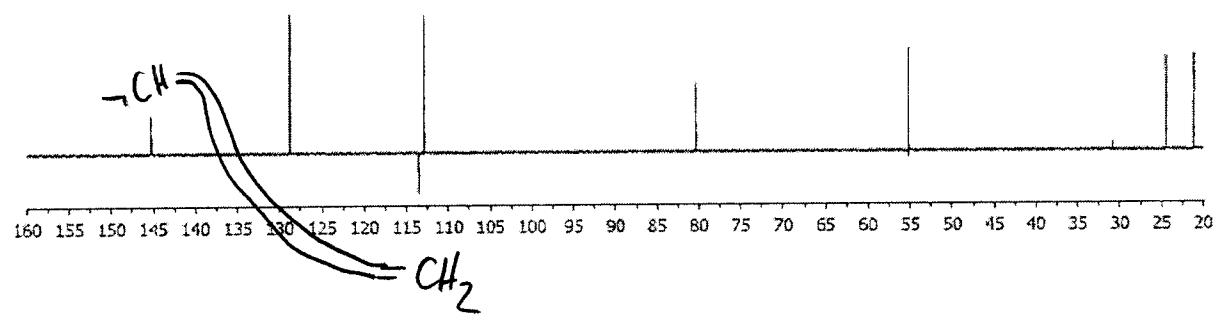
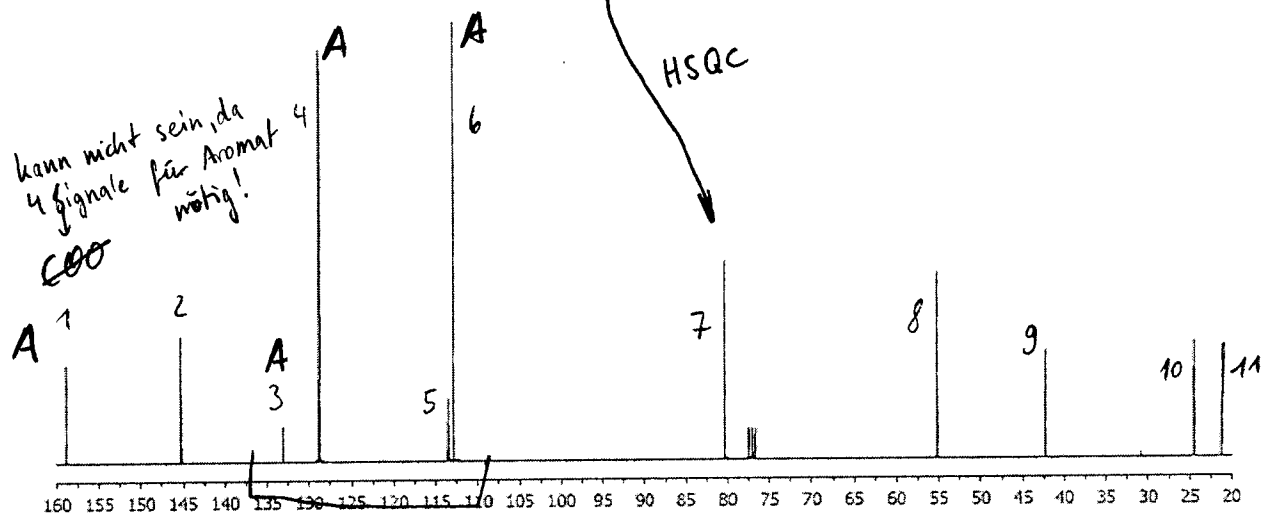
5 → keine Kopplungen!

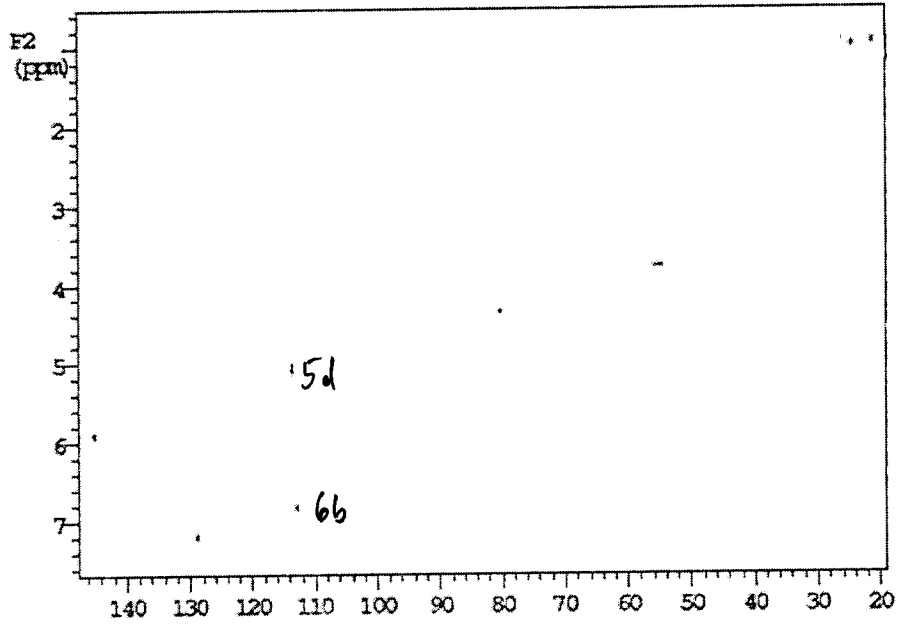
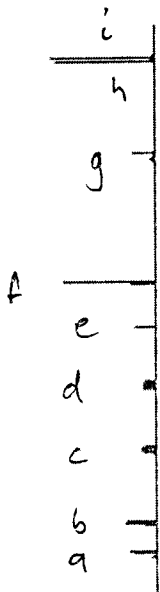
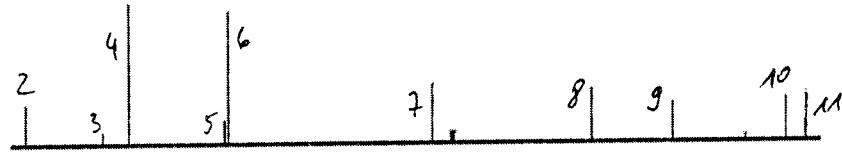
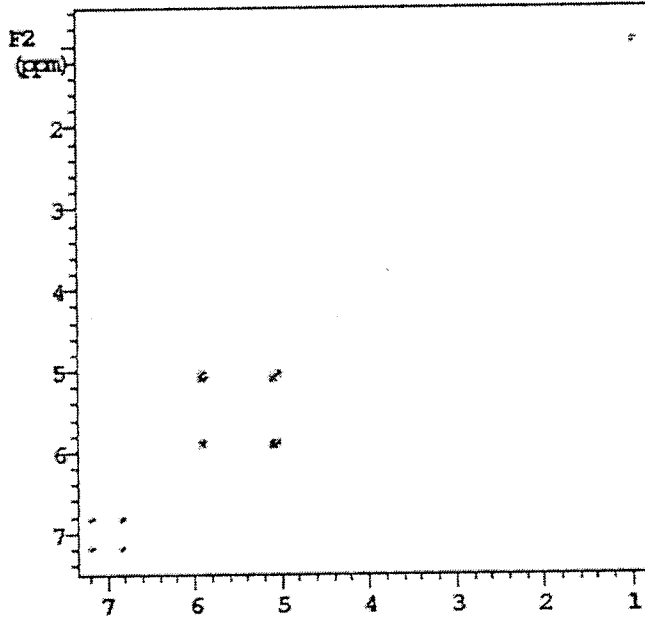
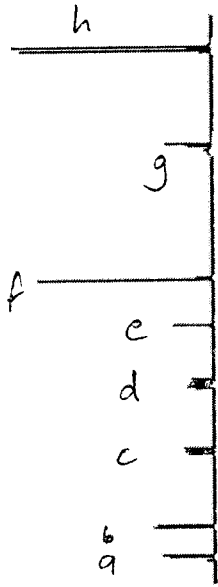
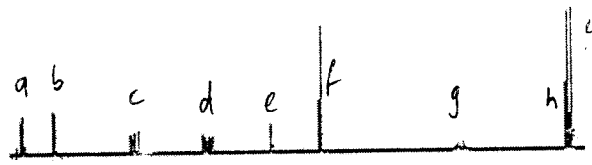
9 i } 2J
 h } 2J
 e } 2J
 d } 3J

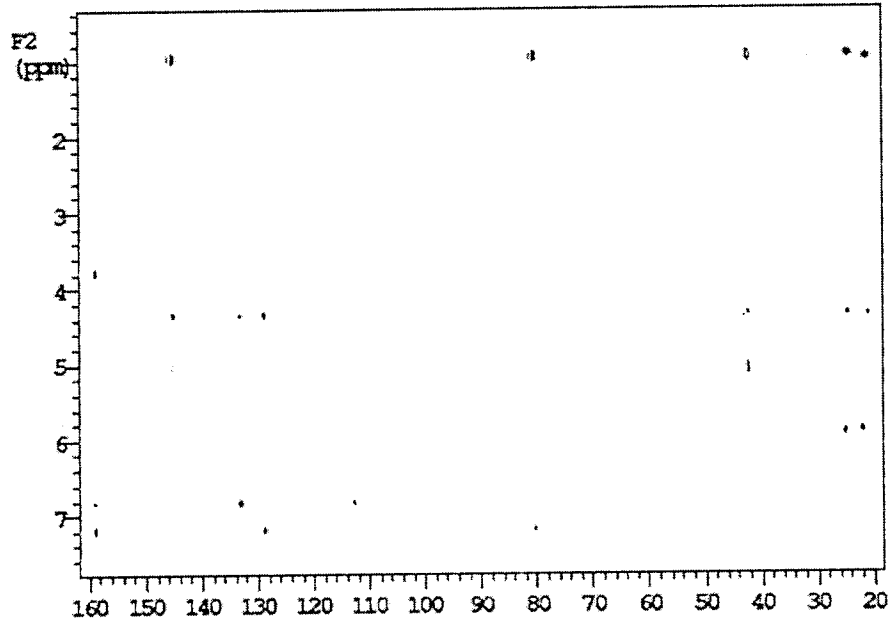
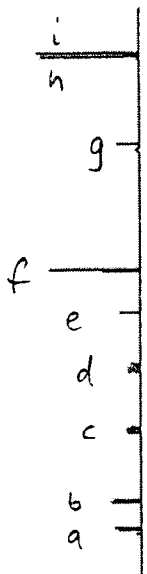
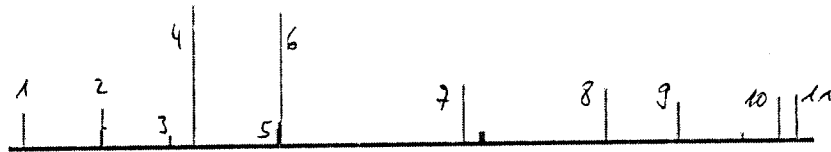
4 Signale für Aromat \Rightarrow keine Karbonsäure-derivat
OCH₃



kann nicht sein, da 4 Signale für Aromat nötig!
~~COO~~





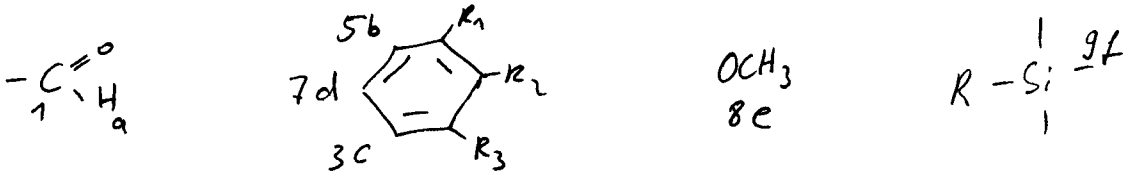


Frage 3: (7 Punkte)

Auf Seite 9 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: $C_{11}H_{16}O_2Si$

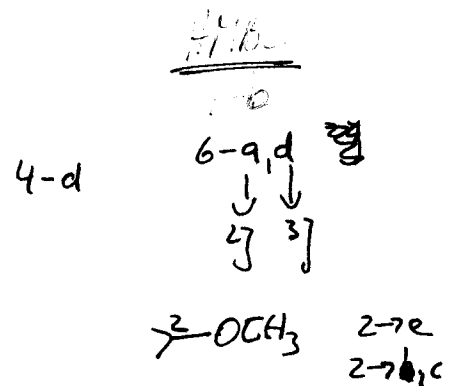
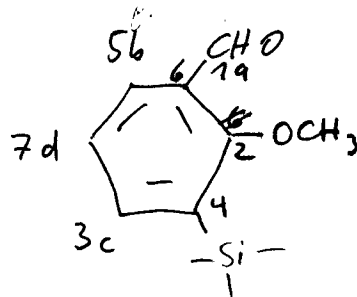
$$DBA = 1 + \frac{1}{2}(22 - 16 + 2) = 5$$

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der Spektren? (3 P)

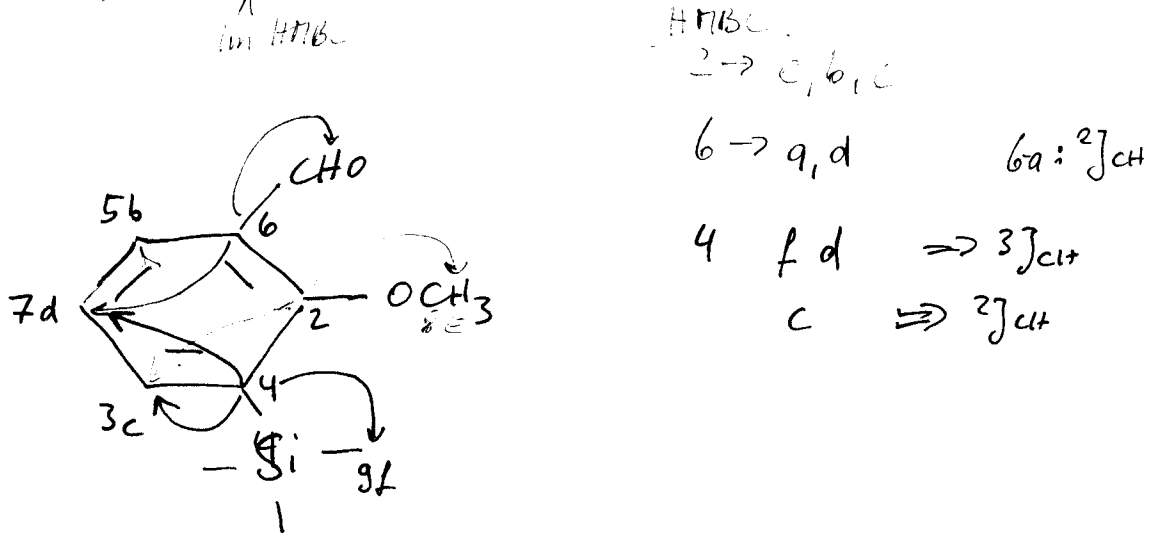


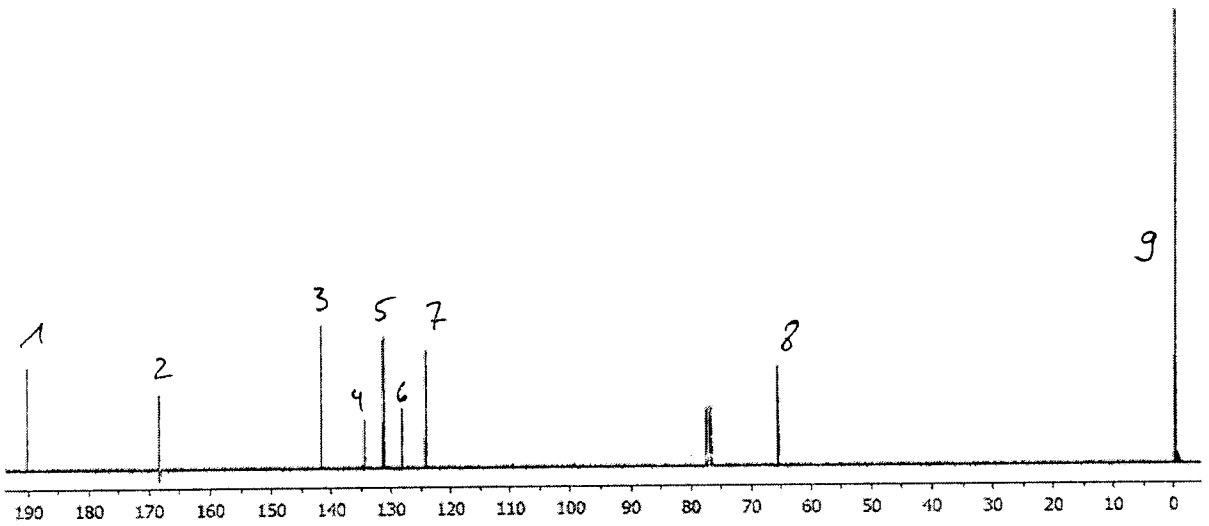
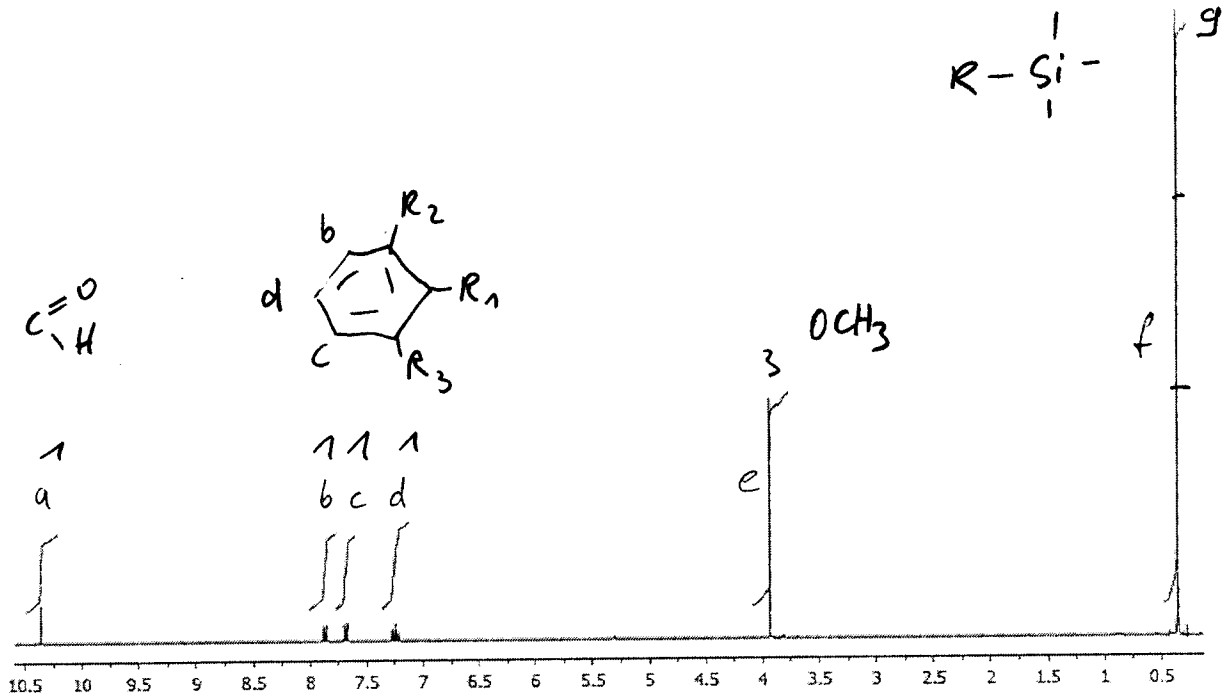
2. Ordnen Sie die Signale so gut wie möglich zu. Besonders wichtig sind C-Atome 2, 4 und 6. (siehe auch Frage 4.)

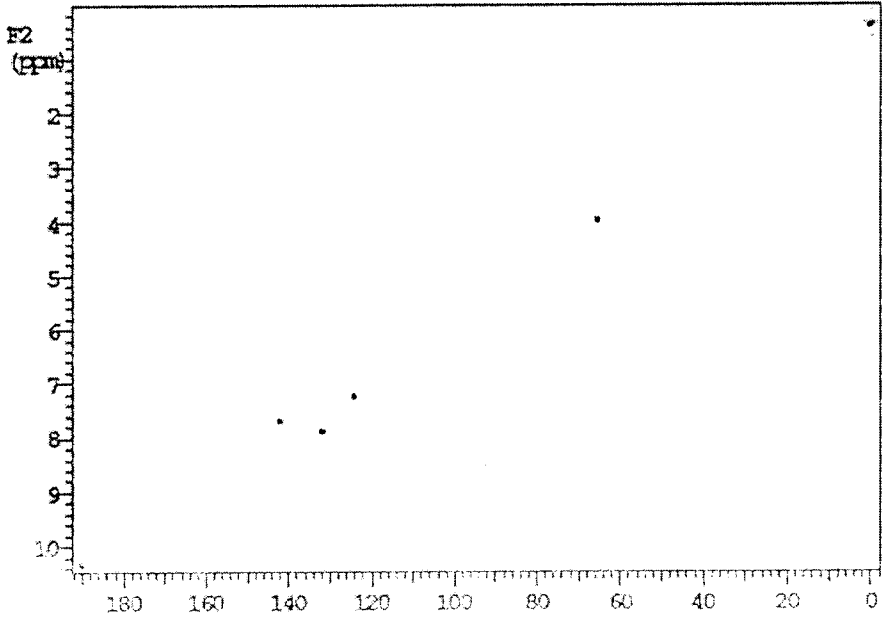
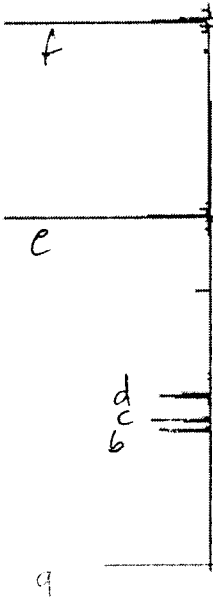
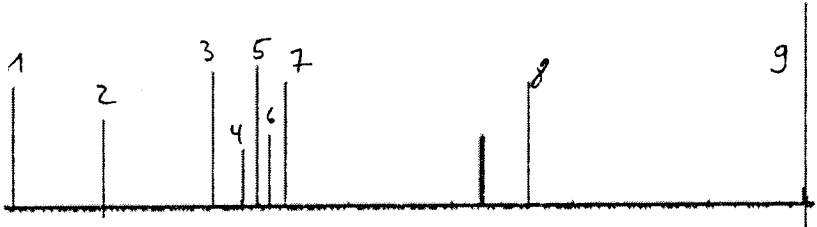
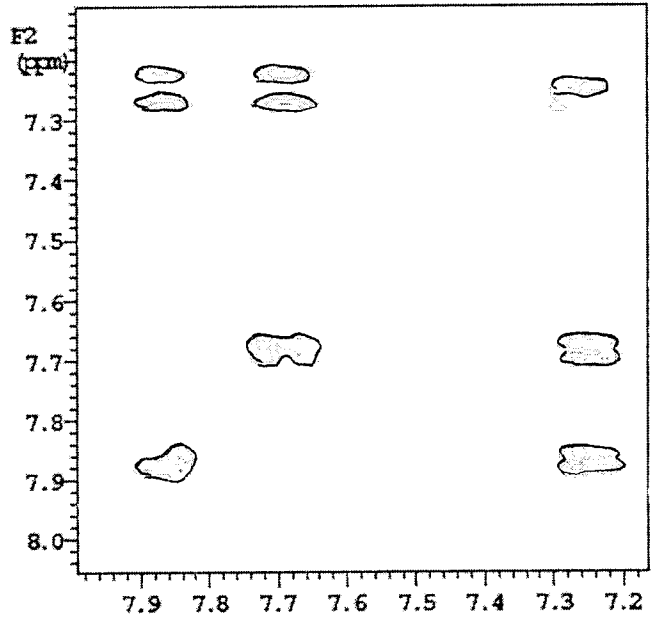
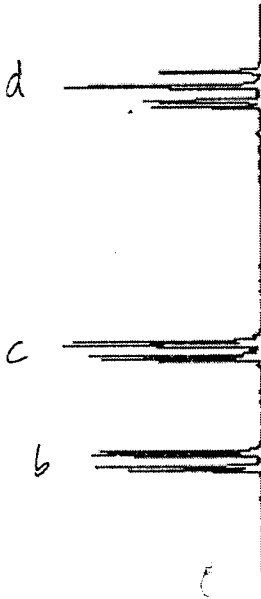
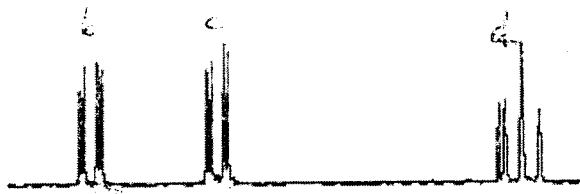
3. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. (1 P)

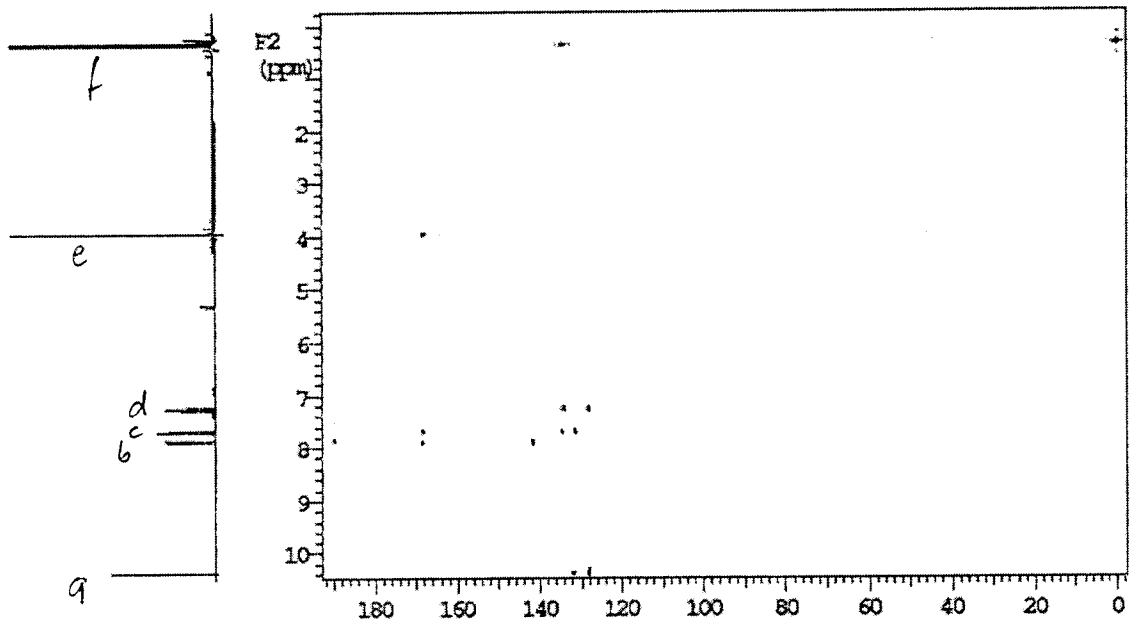
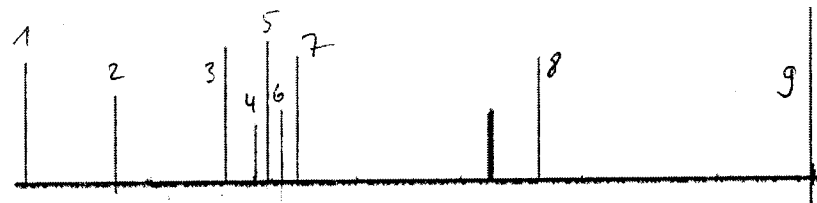


4. Ordnen Sie die Signale der C-Atome 2, 4 und 6 zu und begründen Sie damit Ihre Struktur, indem Sie sichtbare Kopplungen farblich einzeichnen. (3 P)

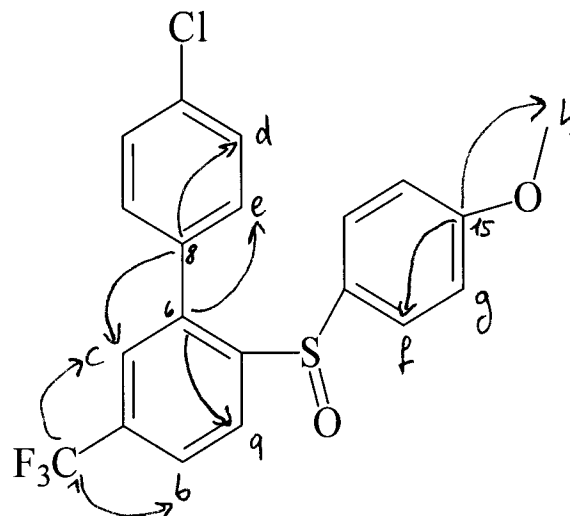
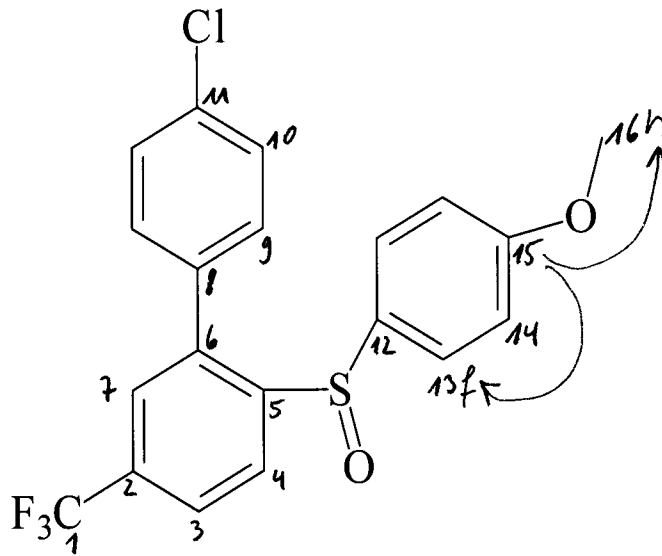








Frage 4: (9 Punkte)

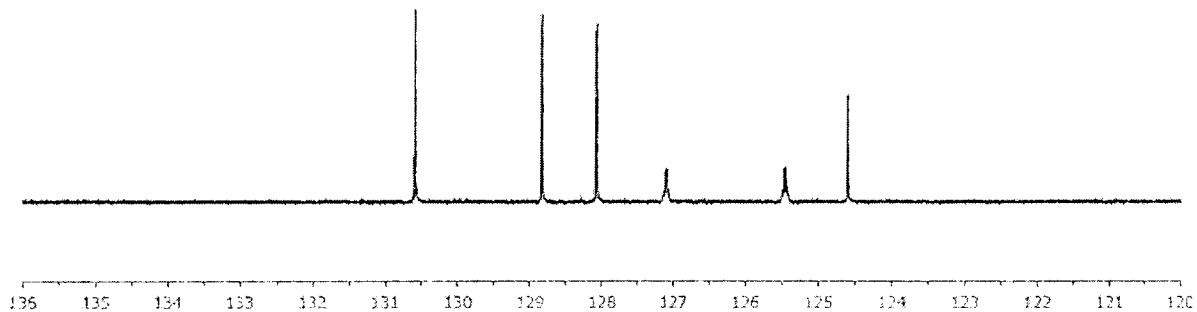
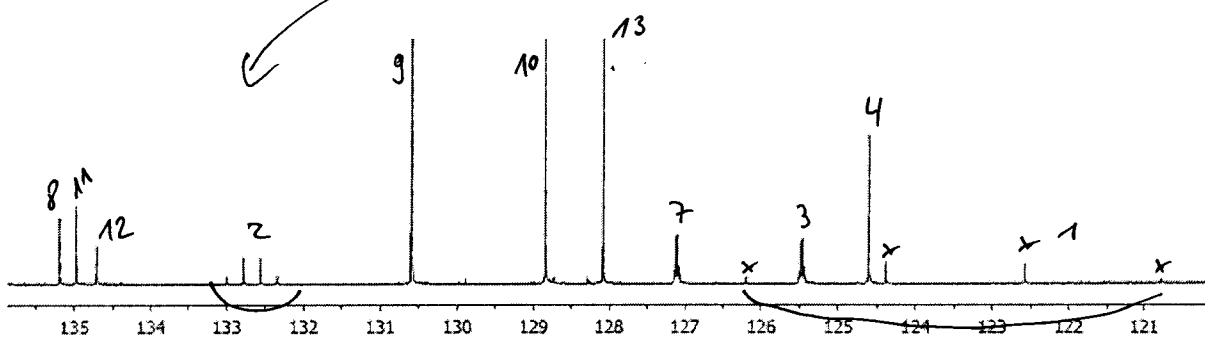
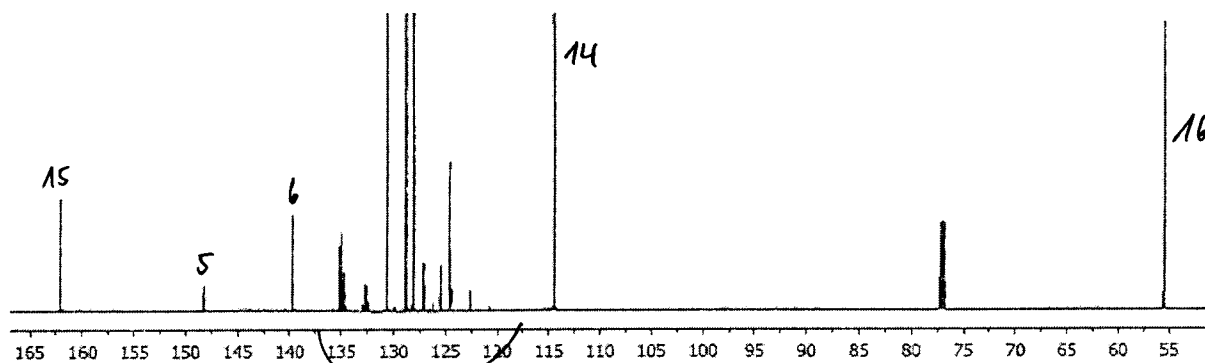
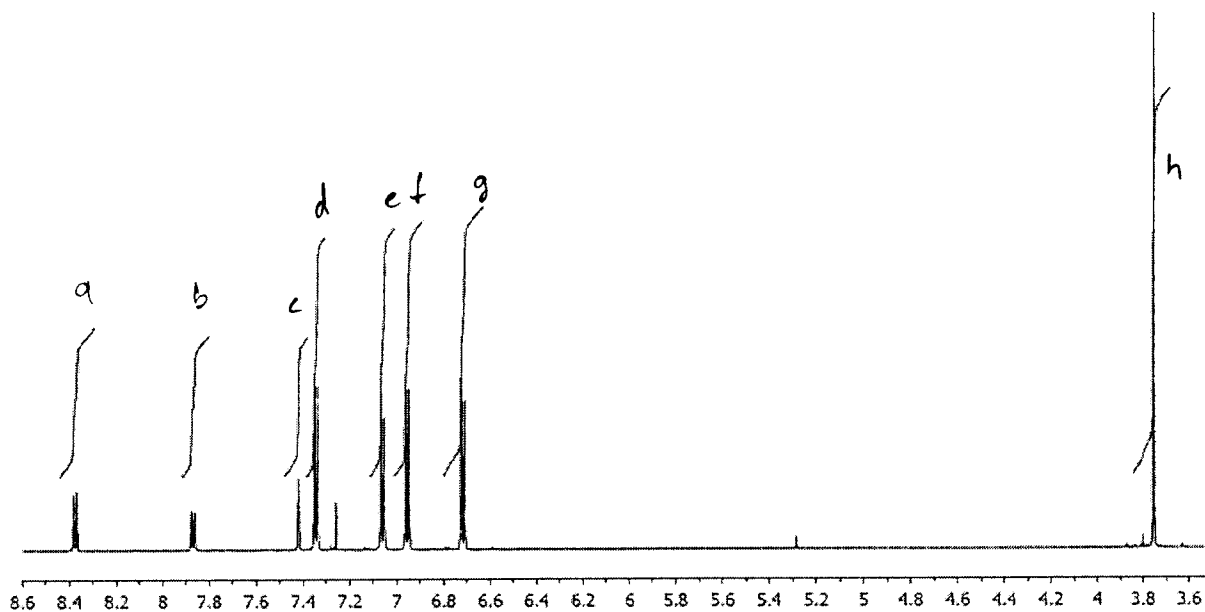


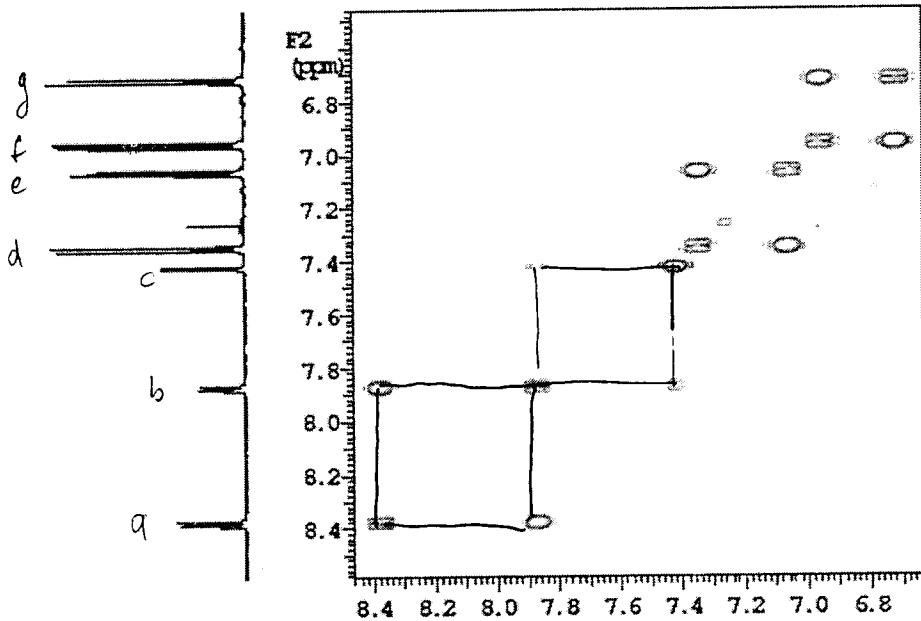
- Ordnen Sie alle Signale zu. (7P)
 (Protonen: Setzen Sie die Buchstaben aus dem Spektrum zum dazugehörigen H in obige Struktur ein.
¹³C: Setzen Sie die Zahlen aus obiger Struktur zum passenden Signal im Spektrum ein.
- Begründen Sie Ihre Zuordnung, indem Sie für C-Atom 1, ~~2, 3, 5~~^{6, 8, 15} und 7 die im HMBC sichtbaren Kopplungen in obiges Molekül einzeichnen.
 Verwenden Sie Farbstifte.

Füllen Sie folgende Tabelle aus. (3P)

C-Atom	H-Atom	Kopplung
1	b, c	³ J _{CH}
6	e, 9	³ J _{CH}
8	c, d	³ J _{CH}

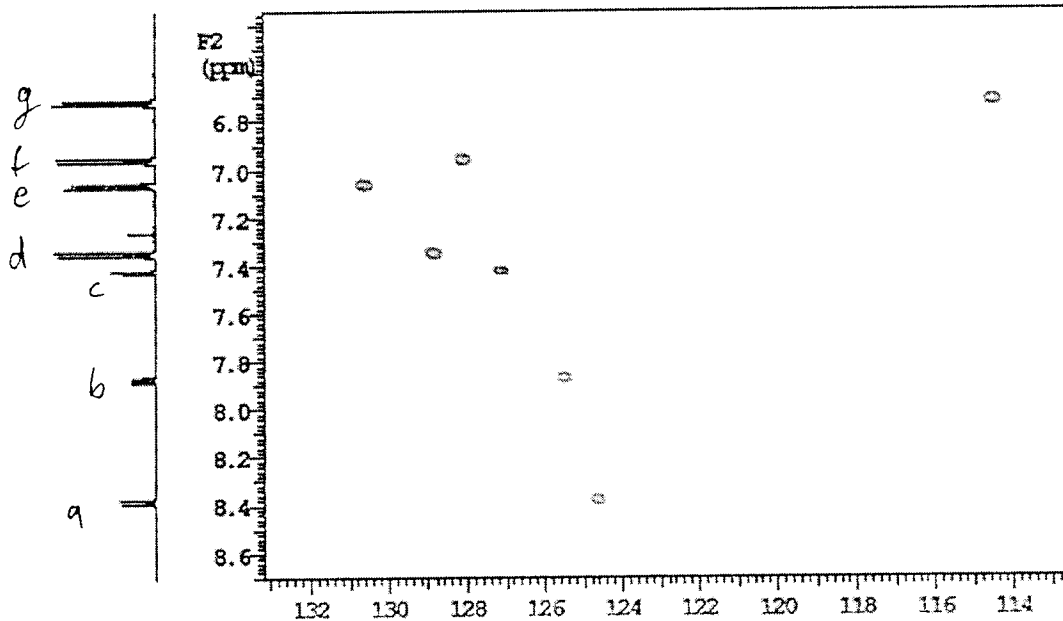
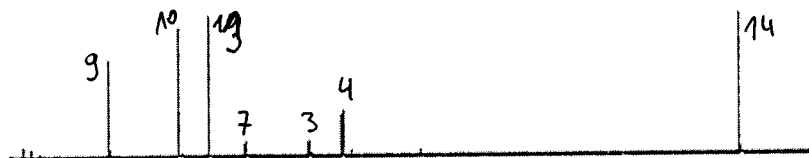
usw. 15 h, f ³J_{CH}

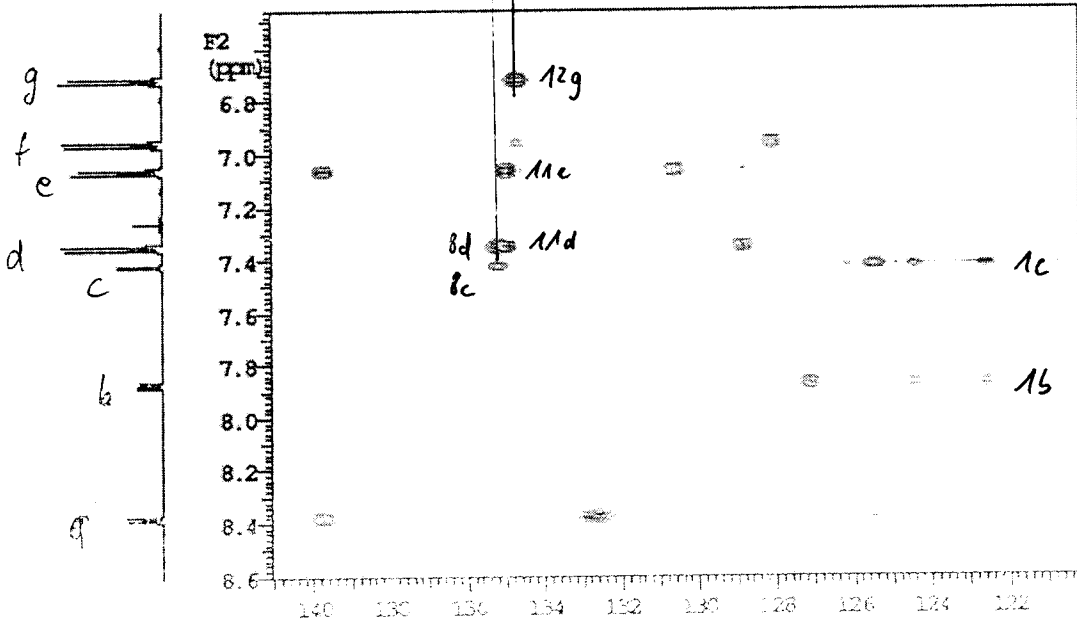
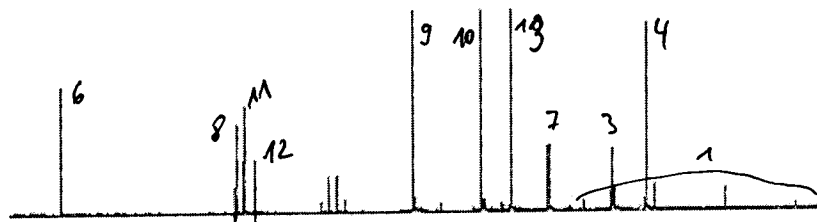
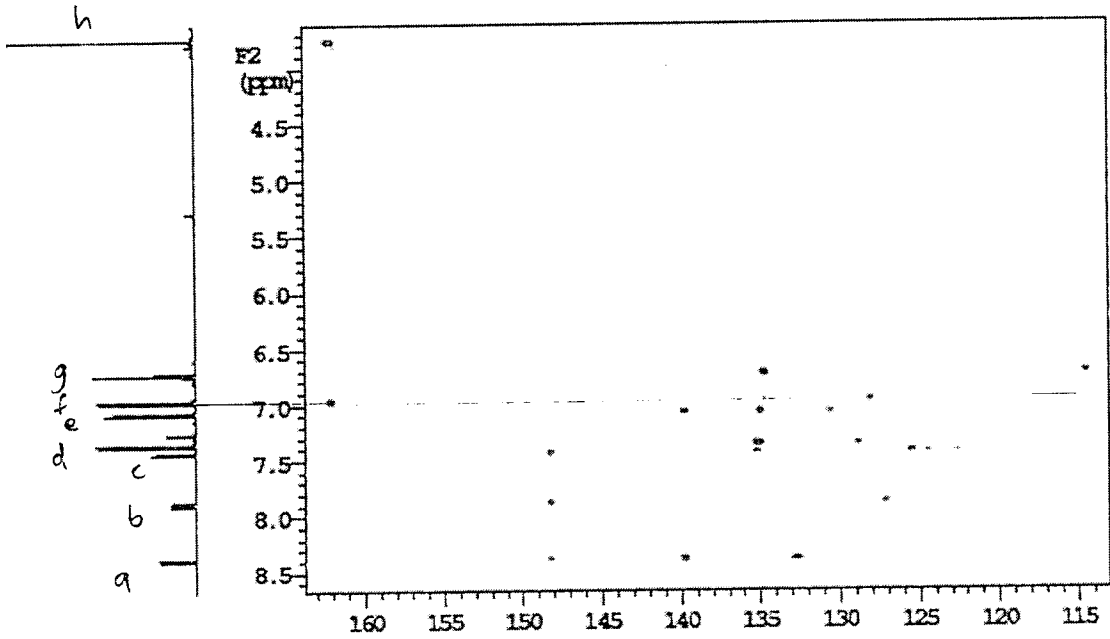
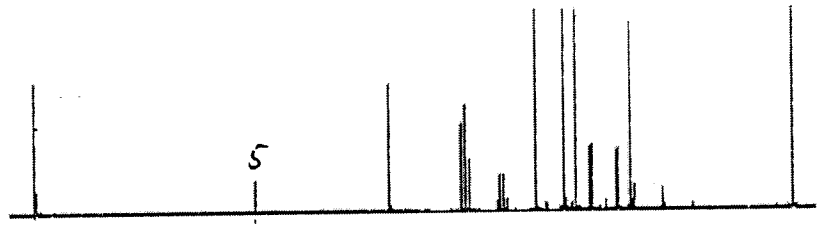




a-b ... c
 3+4 7

d-e
 f-g



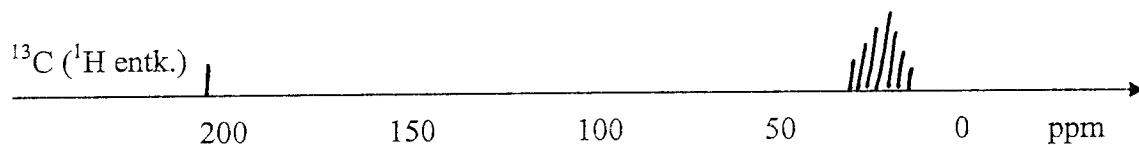
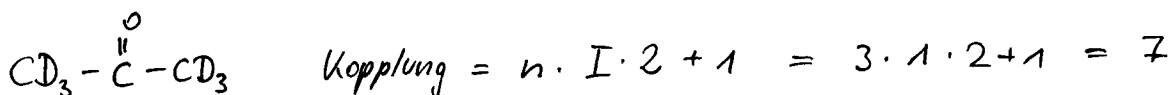
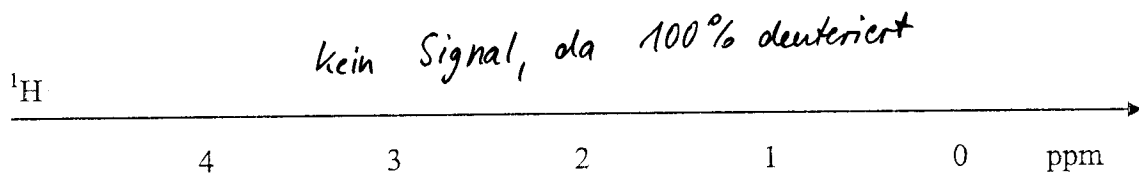


Frage 5: Theorie (10 Punkte)

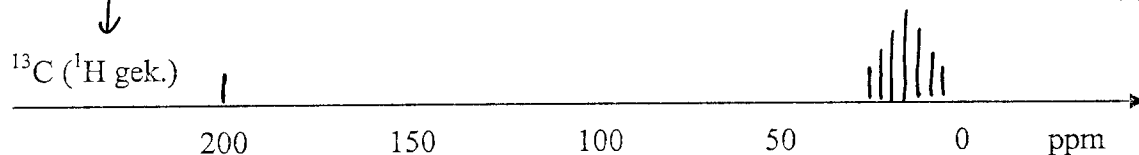
1. Zeichnen Sie das ^1H - , ^{13}C (^1H entkoppelt) und ^{13}C (^1H gekoppelt)-Spektrum von d6-Aceton (100 % deuteriert), jeweils mit kurzer Erklärung (3 P)

$I(D) = 1$ (Spinquantenzahl)
 $n = \text{Anzahl Nachbarn}$

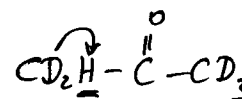
Aceton (100 % deuteriert)



es sind keine Protonen im Molekül, daher kein Einfluß, ob ^{13}C gekoppelt oder entkoppelt.



2. Zeichnen Sie das ^1H -Spektrum von d6-Aceton (99.5 % deuteriert) (mit kurzer Erklärung) (1 P)



$n \cdot I \cdot 2 + 1 = 2 \cdot 1 \cdot 2 + 1 = 5$



3. Bestimmen Sie das Spinsystem der Protonen (6 P)

