

Spektroskopie und Beugung I (NMR)
SS 2010 Nachholklausur

13.4.2010

Frage 1: (15 Punkte)

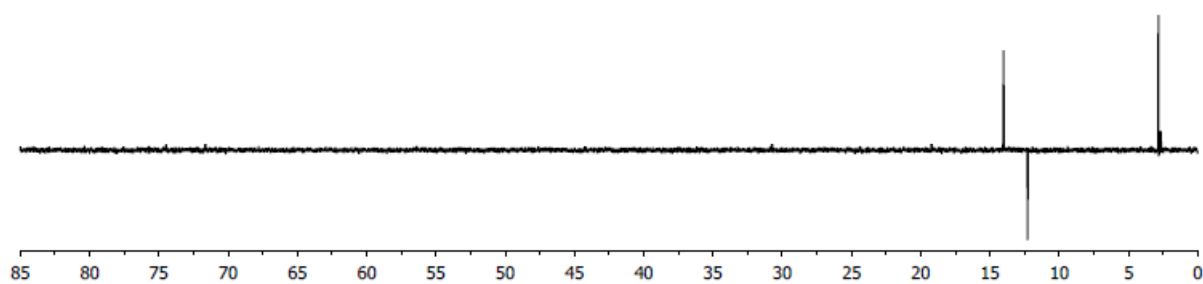
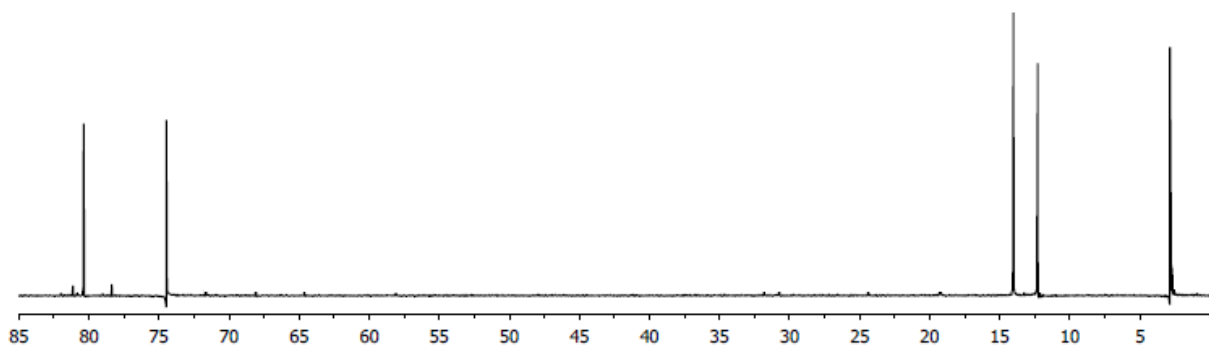
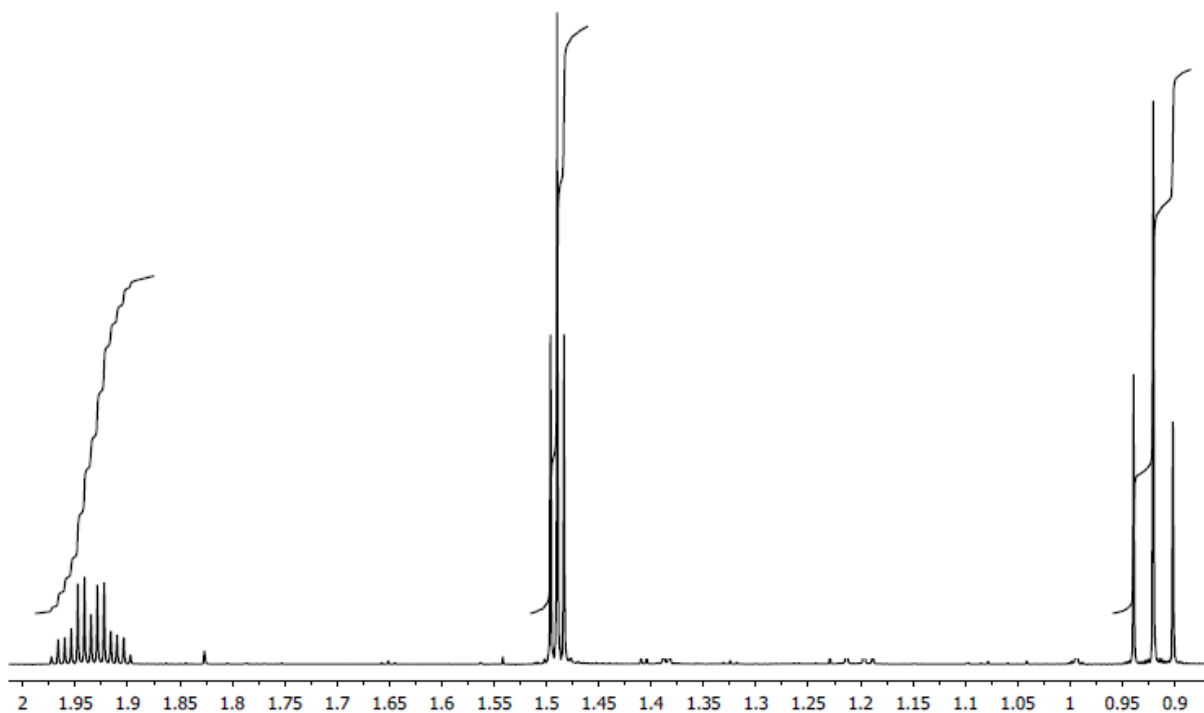
Auf Seite 2 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:
 C_5H_8 .

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund des 1H - und ^{13}C -Spektren? (8 P)

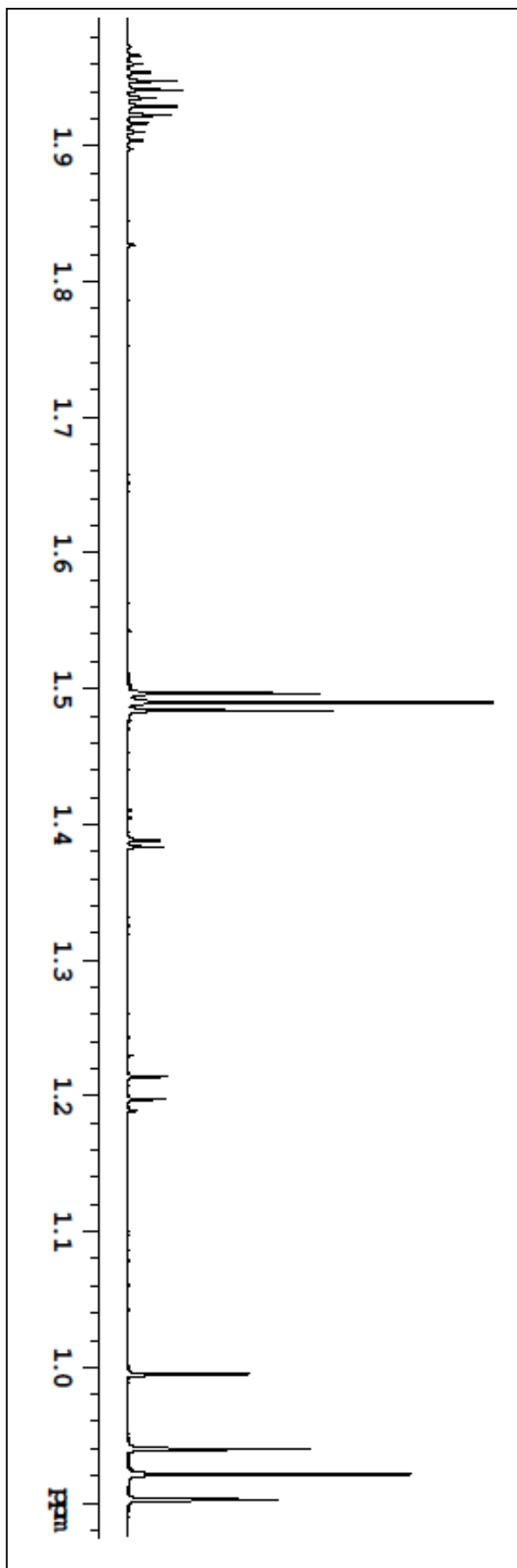
2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. Ordnen Sie die Protonen zu. (2 P)

3. Zeichnen Sie einen Splittingschlüssel für die Protonen incl. allen Kopplungskonstanten (mit Werten: 1 Hz = 1 mm, es muß ersichtlich sein, woher Sie die Werte haben) auf Seite 3 (4 P)

4. Auf welchem NMR-Gerät wurde das 1H -Spektrum aufgenommen? (Mit Begründung) (1 P)



Peaks		
	ppm	Hz
1	0.90	360.6
2	0.92	368.1
3	0.94	375.6
4	1.48	593.2
5	1.49	595.8
6	1.50	598.3
7	1.90	758.7
8	1.90	761.3
9	1.91	763.9
10	1.92	766.3
11	1.92	768.8
12	1.93	771.4
13	1.93	773.8
14	1.94	776.3
15	1.95	778.8
16	1.95	781.4
17	1.96	783.8
18	1.97	786.3
19	1.97	788.9



Frage 2: (15 Punkte)

Auf Seite 4 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:
 $C_{16}H_{13}NO_2$.

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der Spektren? (7 P)

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

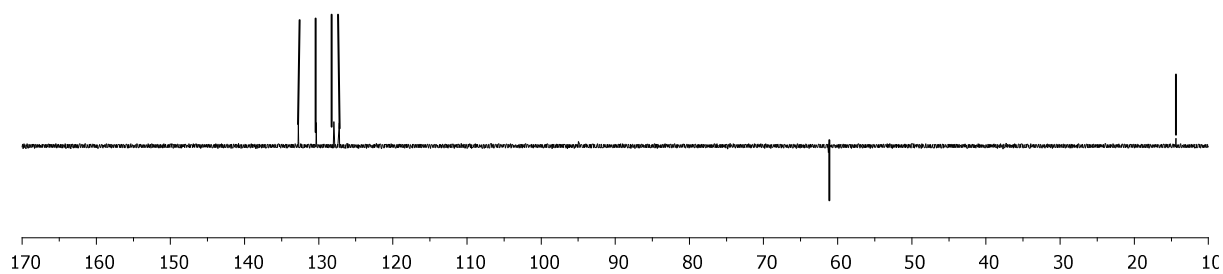
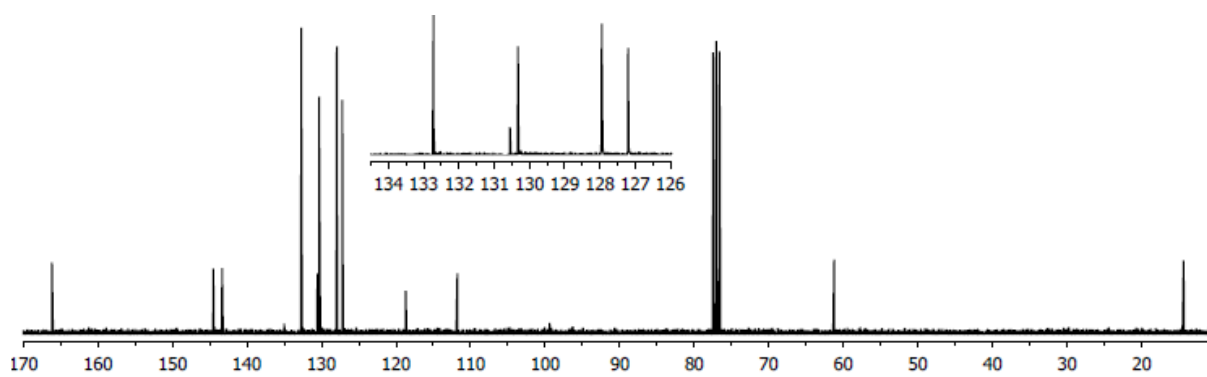
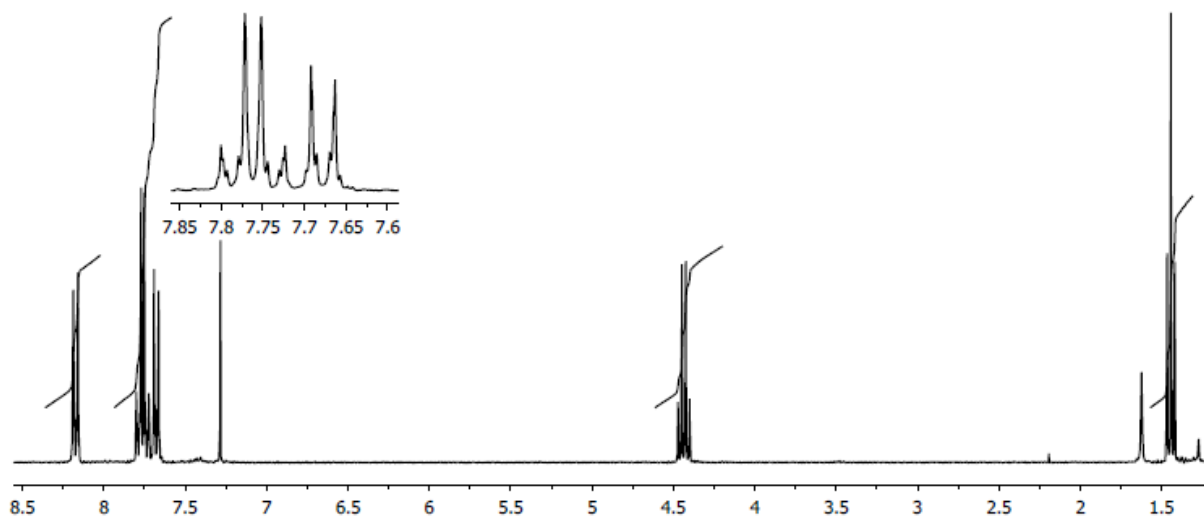
3. Ordnen Sie die C-Atome 1, 2, 3, 5, 6, 9 und 10 zu.

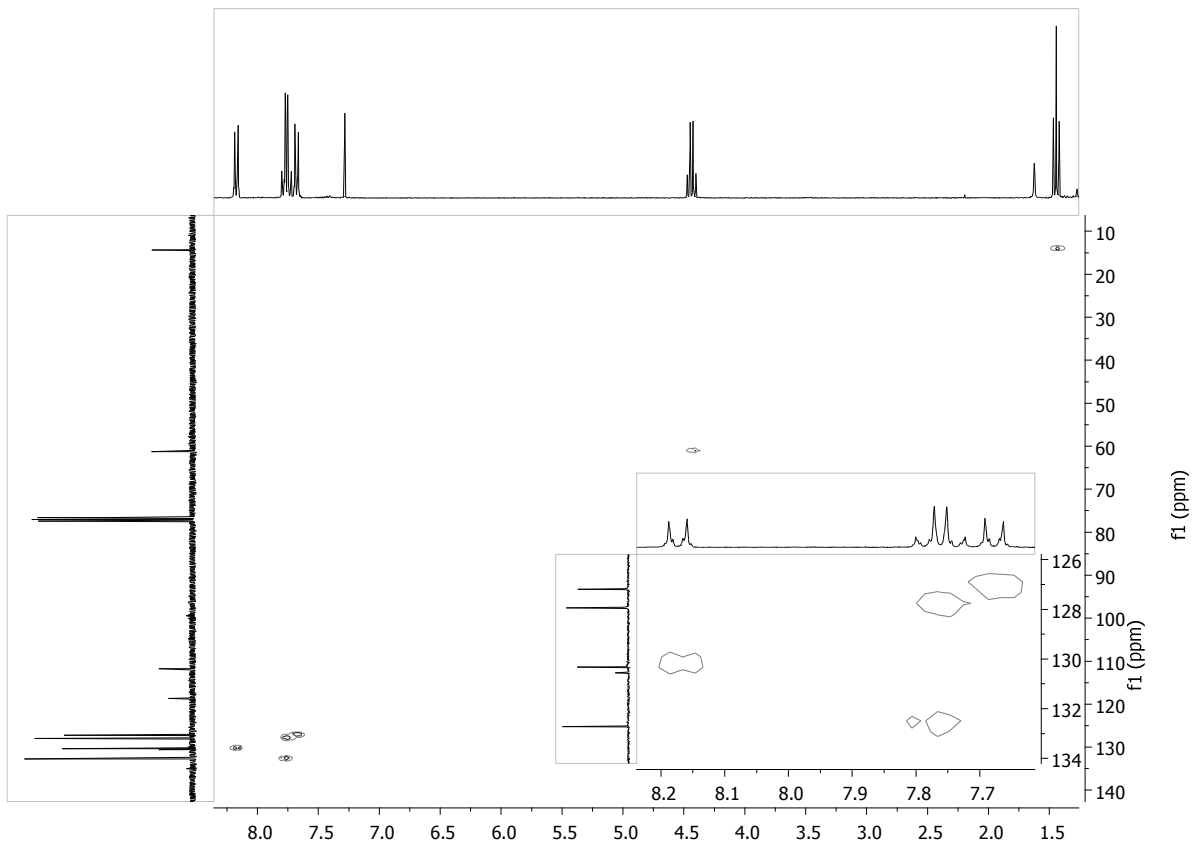
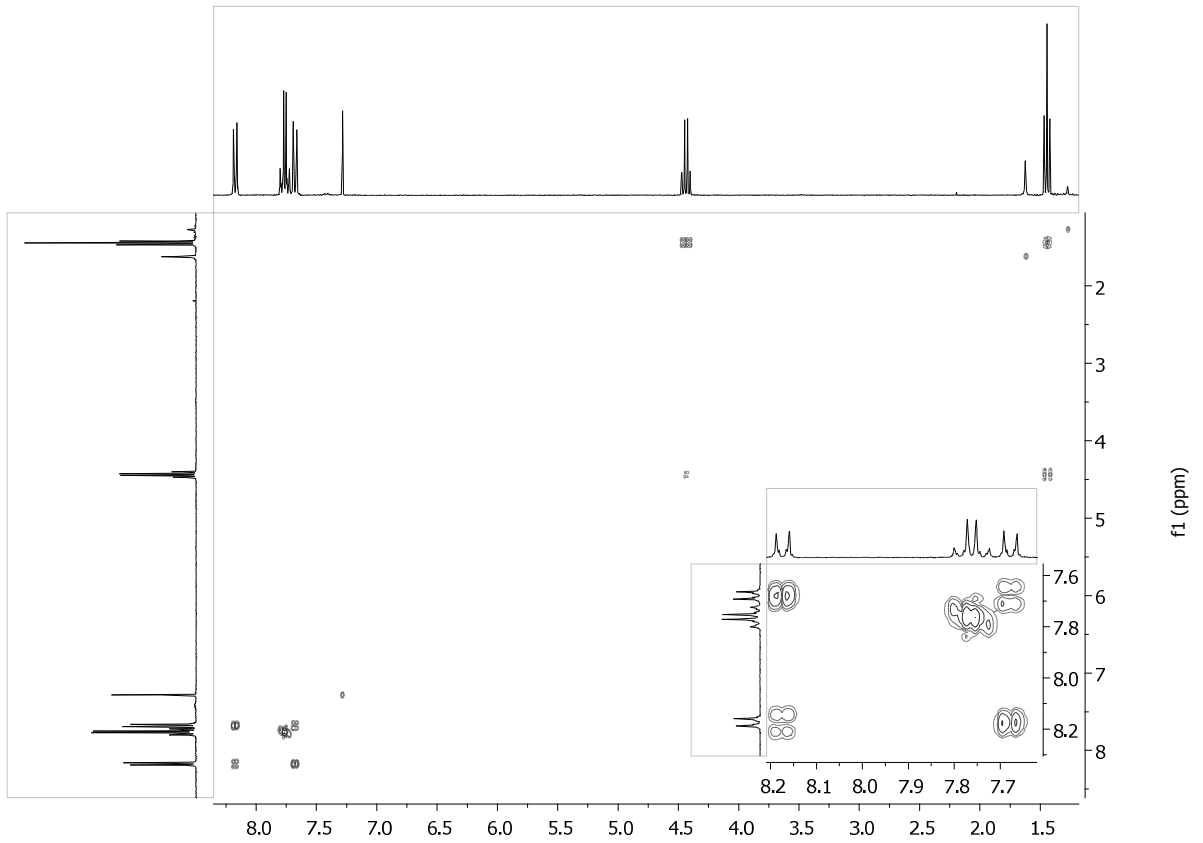
Begründen Sie Ihre Zuordnung, indem Sie die im HMBC sichtbare Kopplung der C-Atome 1, 2, 3, 5, 6, 9 und 10 in Ihr gefundenes Molekül einzeichnen.

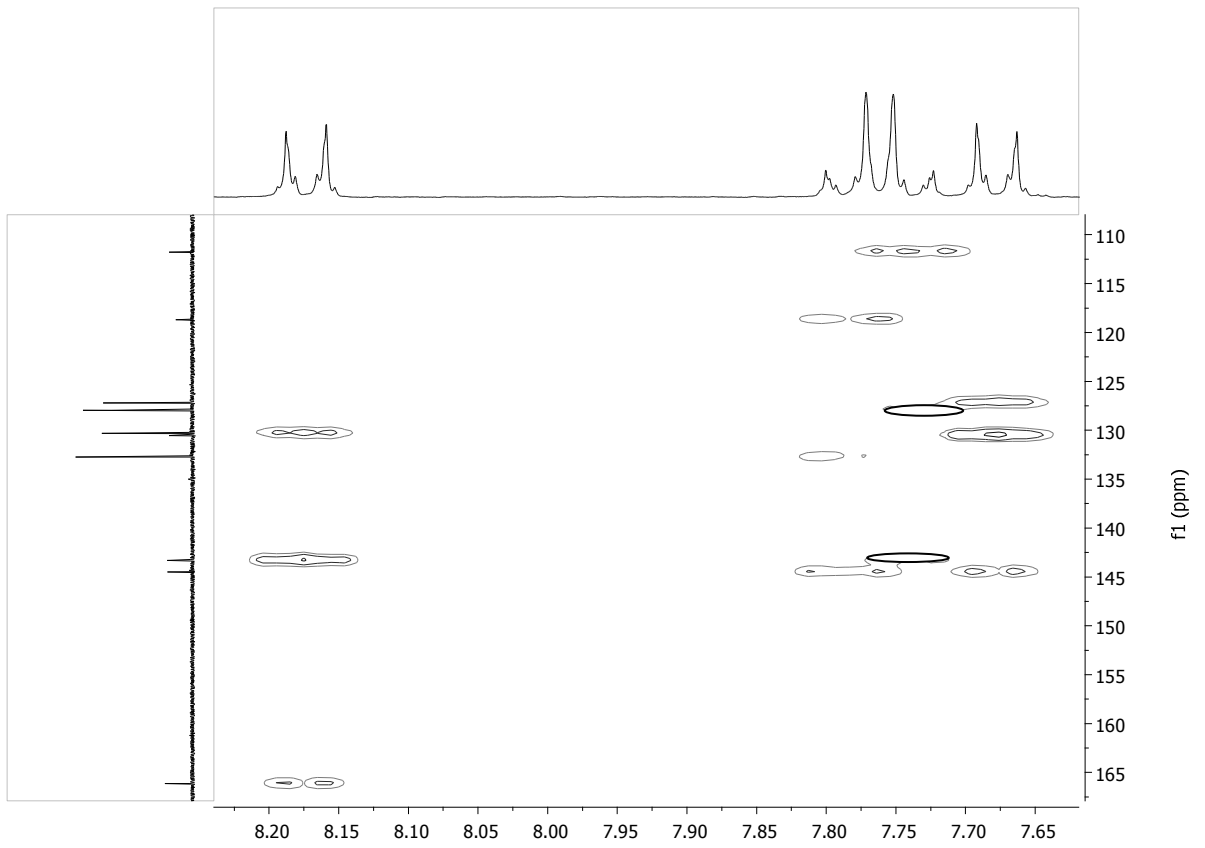
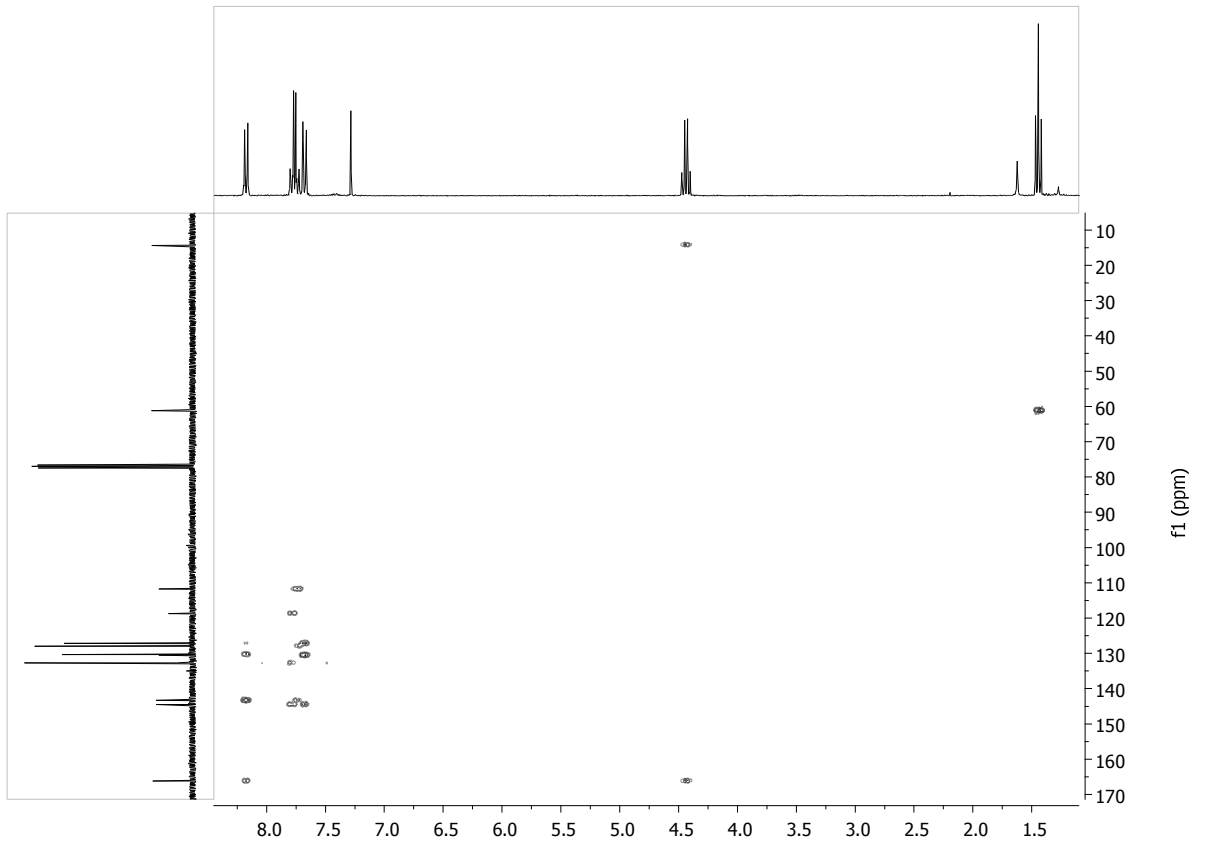
Füllen Sie auch untere Tabelle aus. Es sind nur $^3J_{CH}$ -Kopplungen sichtbar (7 P)

^{13}C	1H
1	
2	
3	
5	

^{13}C	1H
6	
9	
10	

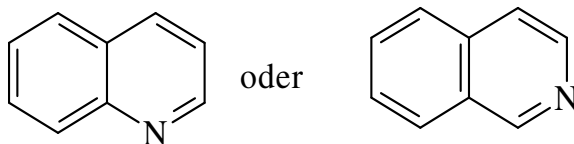






Frage 3: (19 Punkte)

Auf Seite 10ff sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: C_9H_6NF .



1. Um welche Substanz handelt es sich? (wo sitzt N und F?) (2 P)
Hilfe: - ordnen Sie mit Hilfe vom $^1H/COSY$ die Protonen so gut wie möglich zu.
- identifizieren Sie das C- Signal/-Atom, an dem F hängt
- schauen Sie ins HMBC

2. Begründen Sie die Stellung von N und F.
Hinweis: Im HMBC sind nur $^3J_{CH}$ -Kopplungen sichtbar.

Was haben Sie durch das Cosy herausbekommen? (2 P)

Welche Kopplungen zeigt das C-Atom, an dem F hängt, im HMBC? (2 P)

Wie können Sie genau bestimmen, wo N sitzt? (2 P)

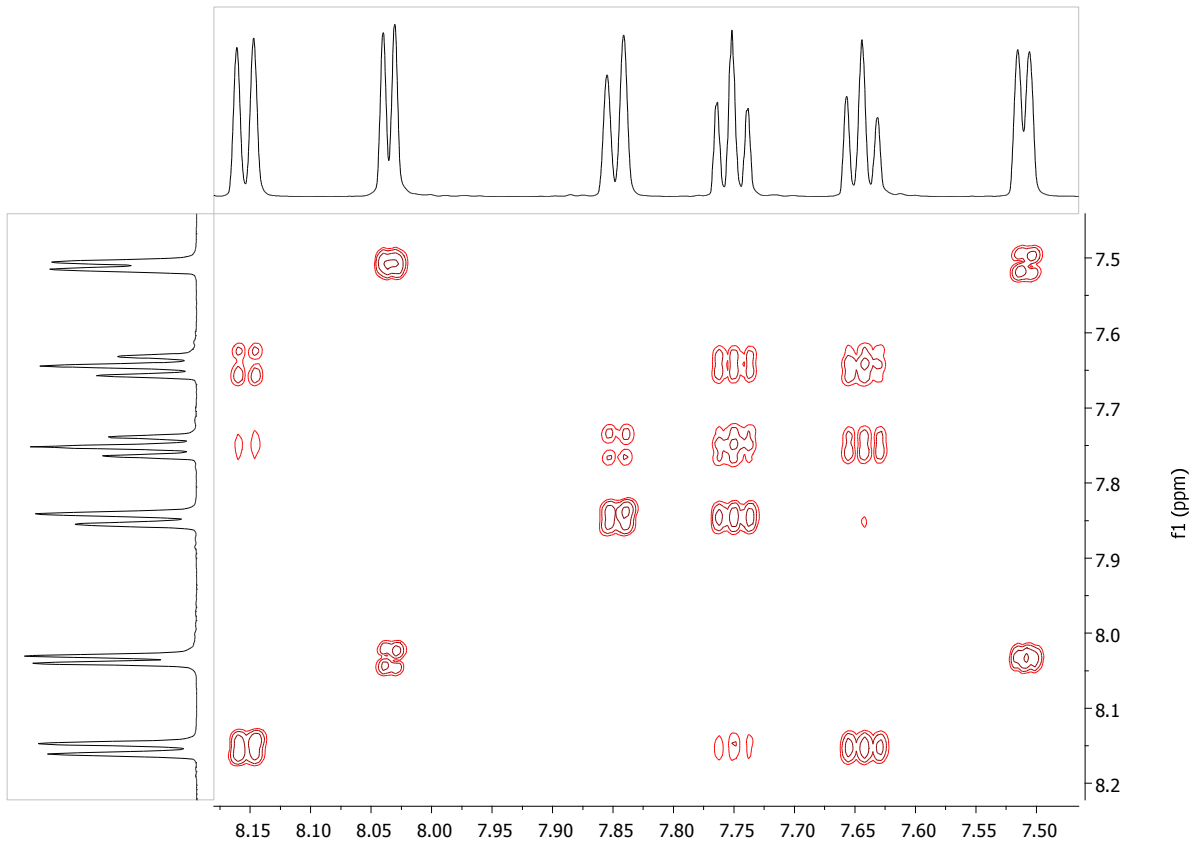
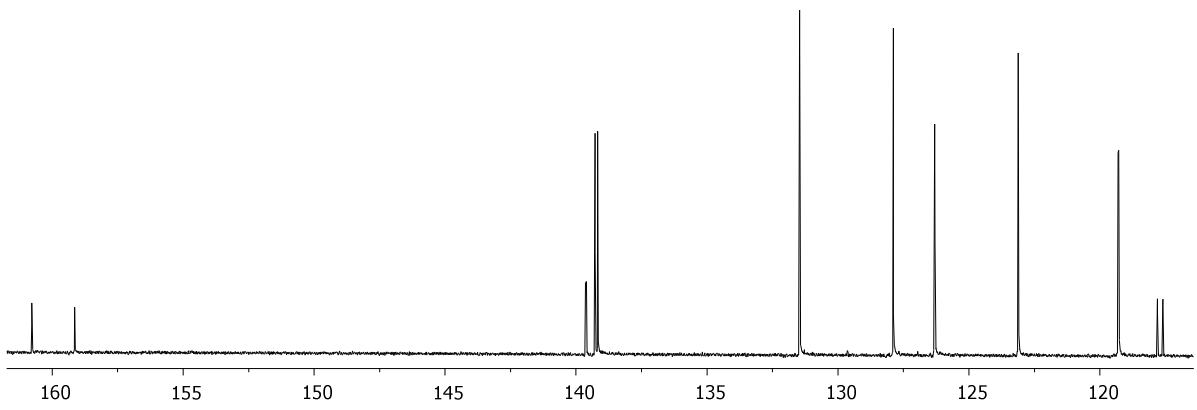
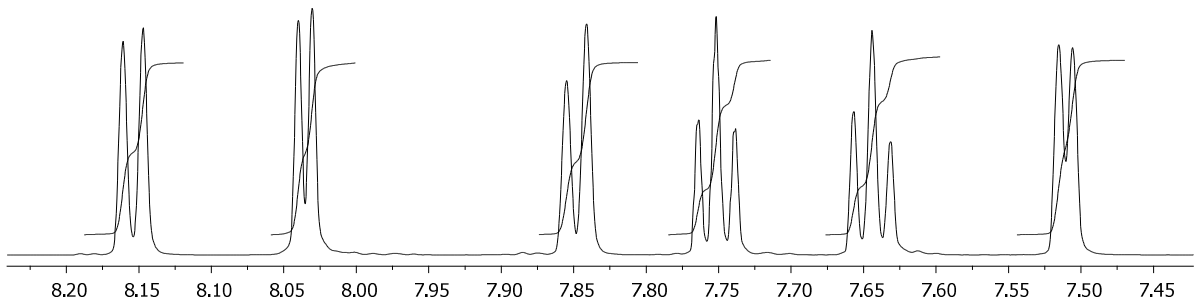
3. Ordnen Sie alle Signale zu. (5 P)

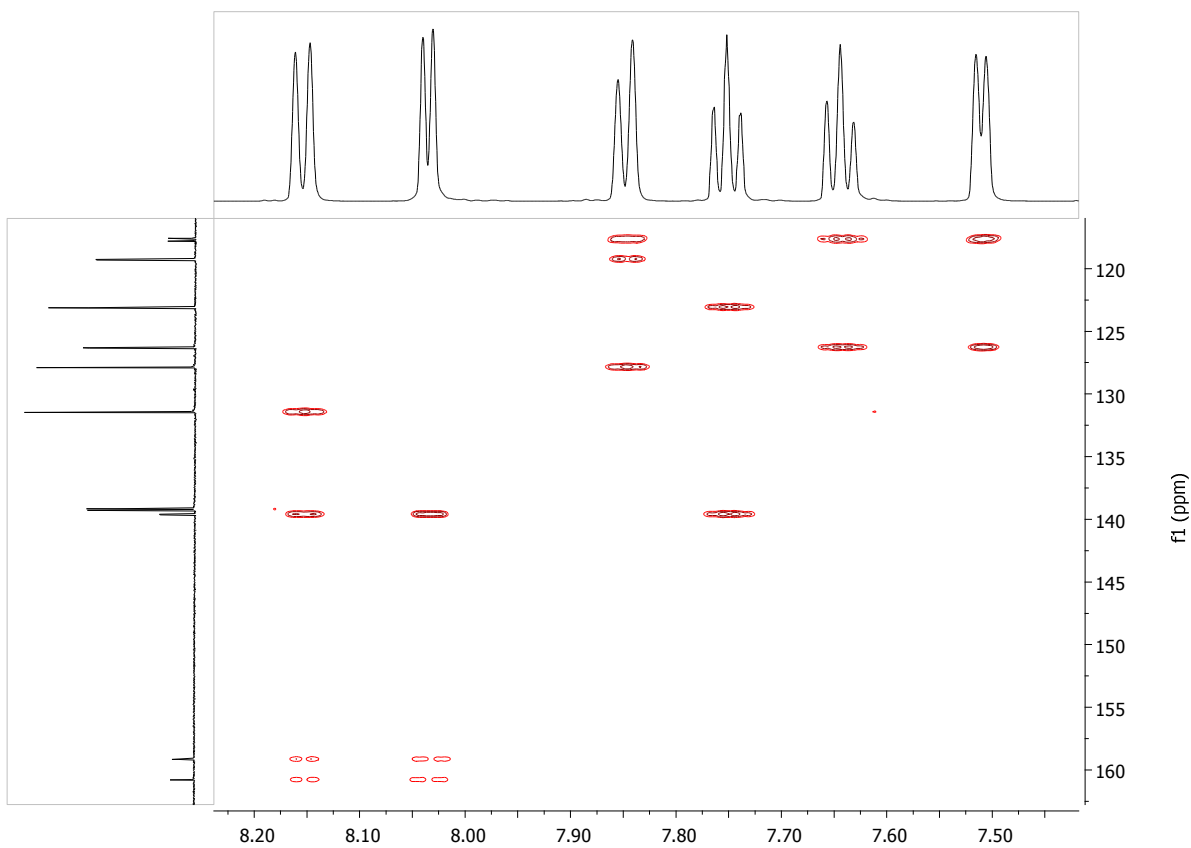
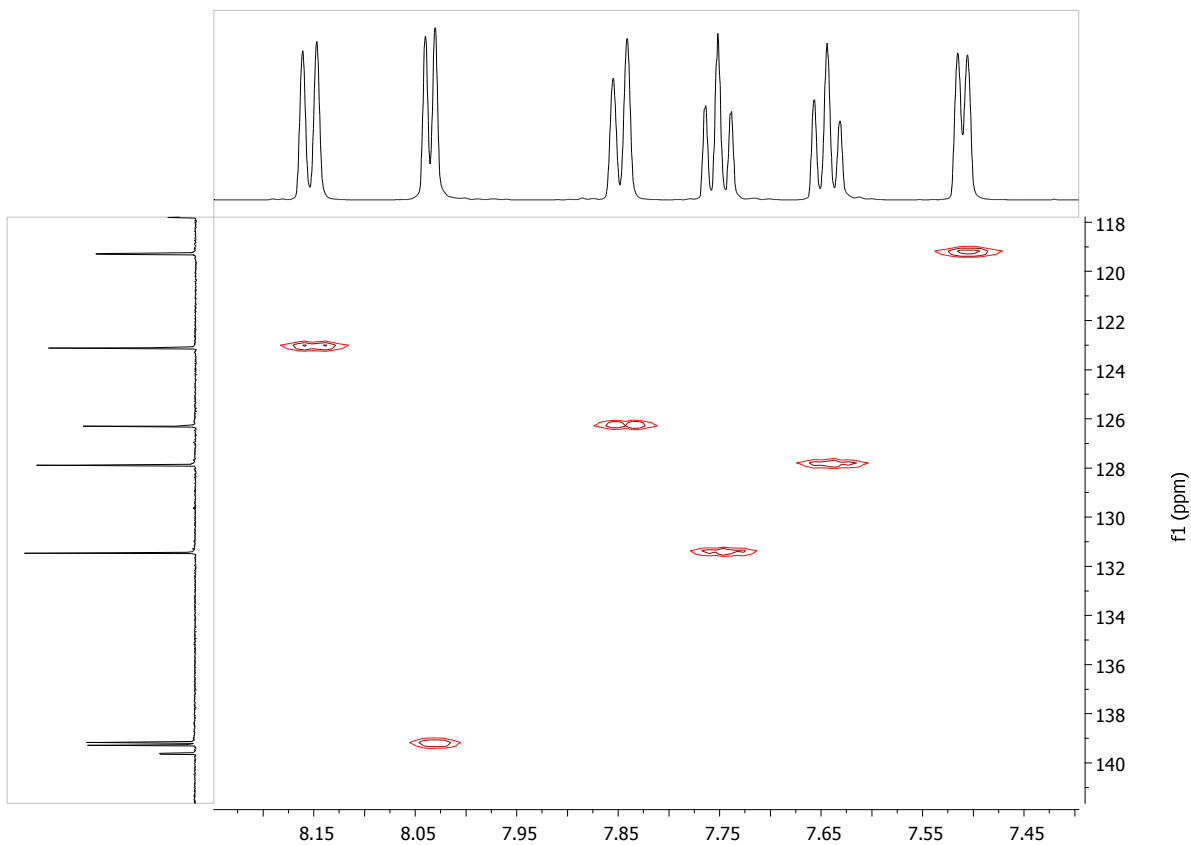
4. Warum kann man die Kopplung zu ^{19}F sehen? (1 P)

Warum wird der C durch den F-Nachbarn zu einem Duplett aufgespalten?
Erklären Sie (2 P)

Warum wird der C von z. B. Cl nicht aufgespalten. Erklären Sie (2 P)

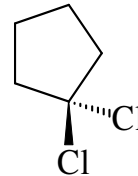
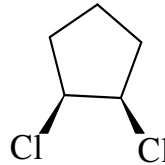
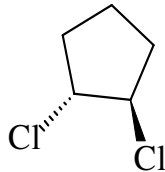
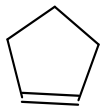
Warum dauert eine C-Messung länger als eine F-Messung? (1 P)





Frage 4: Theorie (21 Punkte)

1. Geben Sie jeweils an, ob die Protonen der Methylengruppen zueinander (Markierung x) zueinander homotop, enantiotop oder diastereotop sind. (4 P)
Hinweis: Im Zeittmittel liegt der 5-Ring flach in der Papierebene.
2. Geben Sie jeweils an, ob die Methylengruppen (Markierung o) zueinander homotop, enantiotop oder diastereotop sind. (4 P)
3. Bestimmen Sie jeweils das Spinsystem der Protonen. (4 P)



4. Wenn Sie ein 2dimensionales Spektrum vor sich haben, auf der einen Achse ein ^1H - auf der 2. Achse ein ^{13}C -Spektrum. Wie können Sie entscheiden, ob es sich um ein HSQC oder HMBC handelt? Ist die Entscheidung eindeutig? Begründen Sie (3 P)
5. Welche Möglichkeiten gibt es, das Signal-Rausch-Verhältnis eines Spektrums zu verbessern. Nennen Sie 4 Möglichkeiten. (4 P)
6. Warum ist es notwendig, das NMR-Röhrchen auf eine bestimmte Höhe zu füllen. Nennen Sie je einen Grund, warum man nicht zu viel bzw. zu wenig Lösungsmittel verwenden sollte. (2 P)