

**Spektroskopie I (NMR)**  
**WS2010/11 Nachholklausur**

21.12.2010

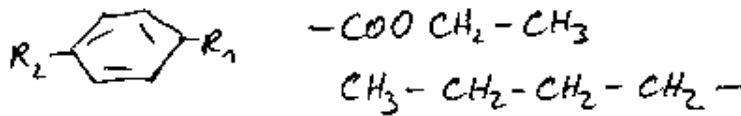
Lösung

**Frage 1: (12 Punkte)**

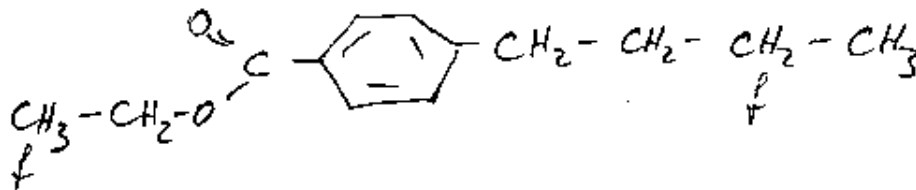
Auf Seite 2 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:  $C_{13}H_{18}O_2$

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

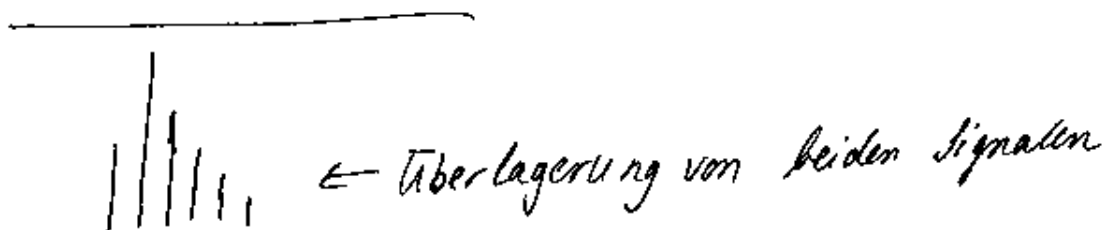
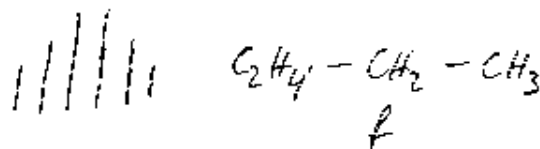
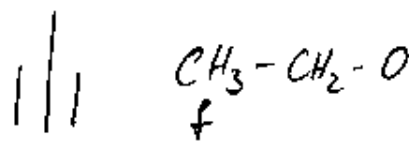
1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der Spektren? (5 P)

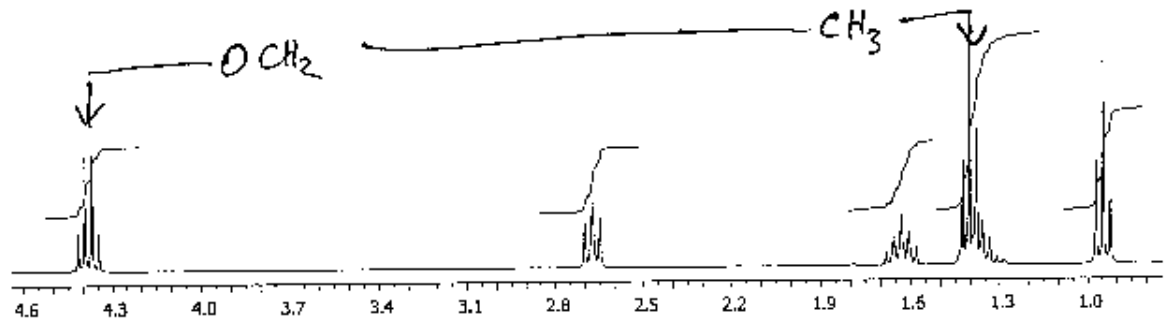
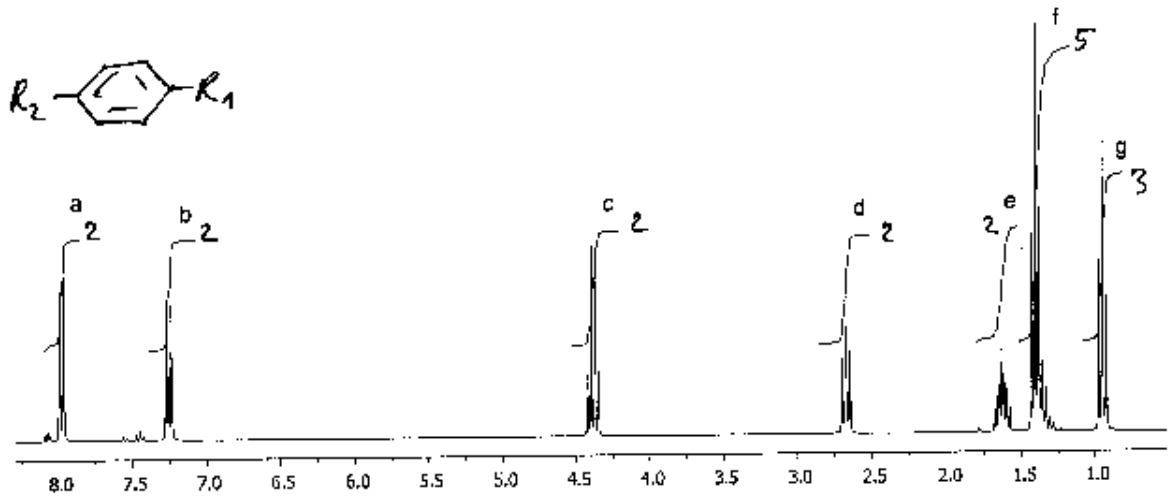


2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. (1 P)

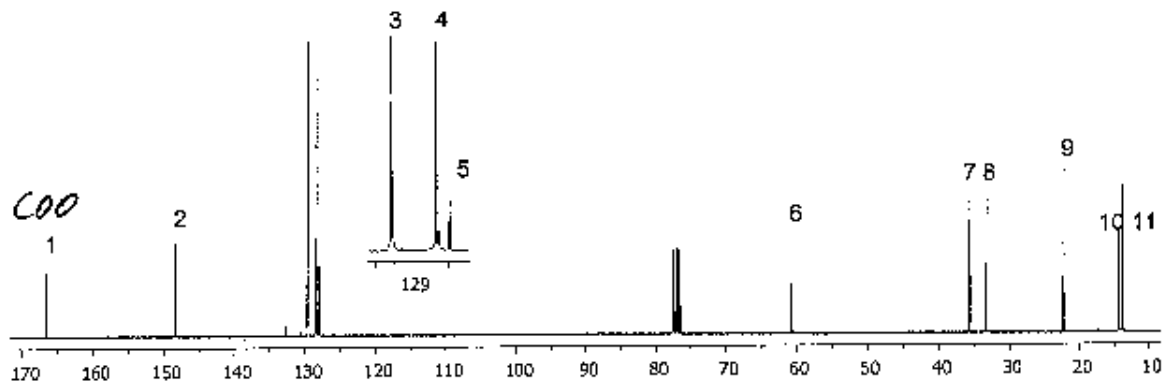


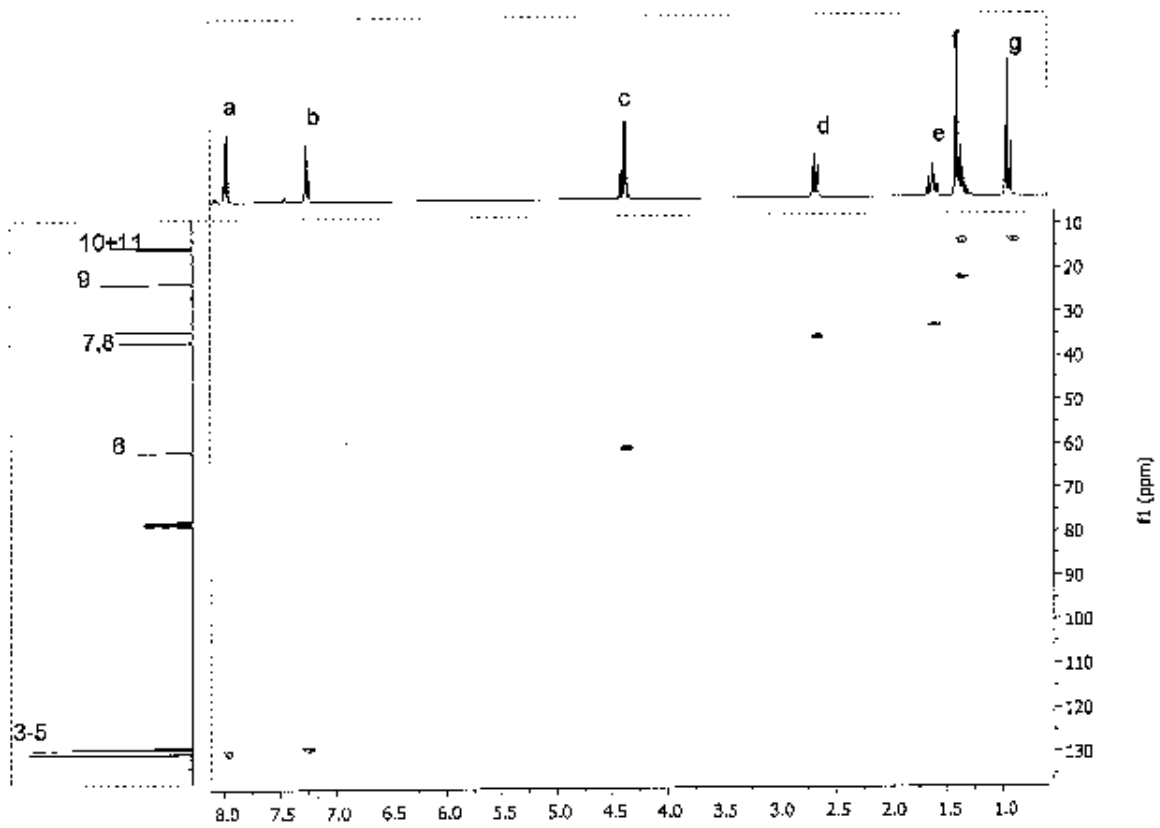
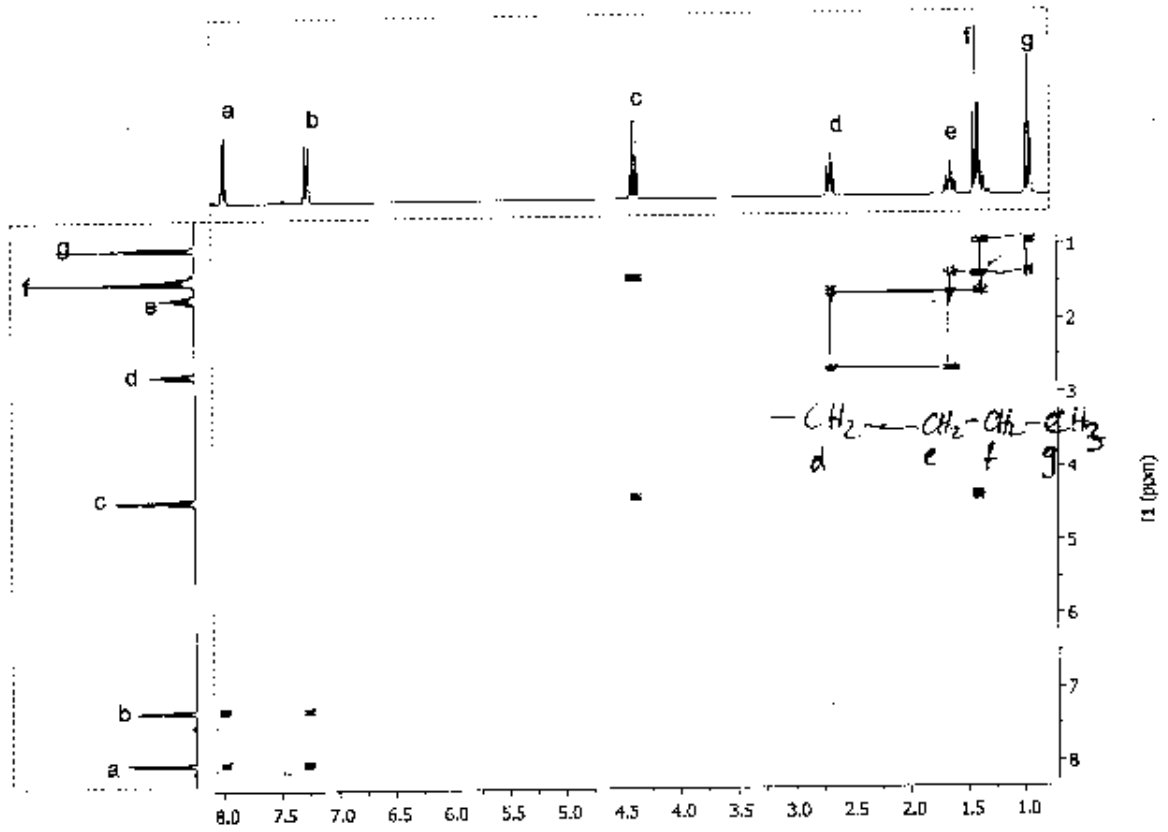
3. Ordnen Sie das Signal f zu und erklären Sie sein Aussehen /Kopplung. (6 P)





Vergrößerung



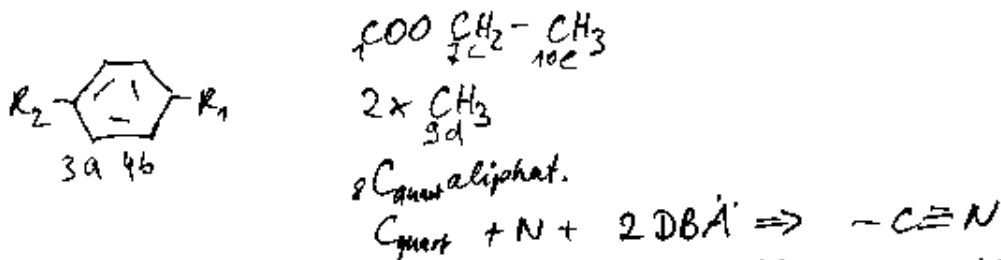


**Frage 2: (16 Punkte)**

Auf Seite 5 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:  $C_{13}H_{15}NO_2$ .

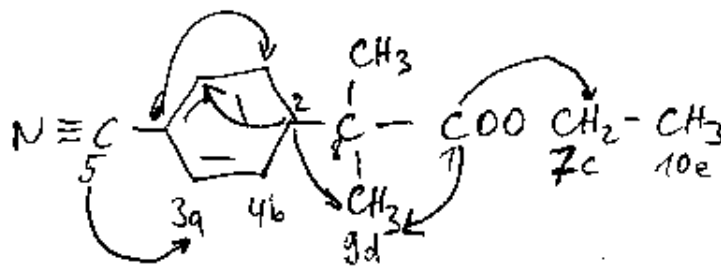
$$DBA' = 1 + \frac{1}{2} (26 - 15 + 1) = 7$$

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der Spektren/DBA'? (4 P)



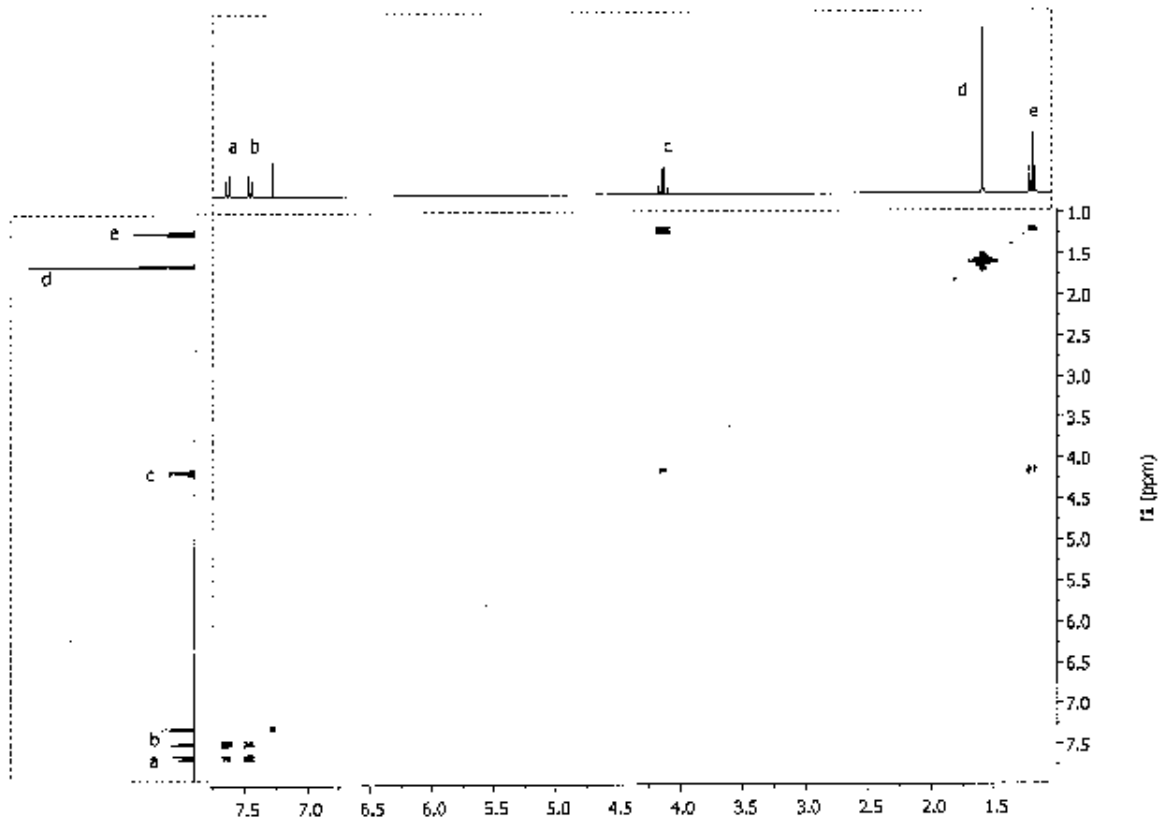
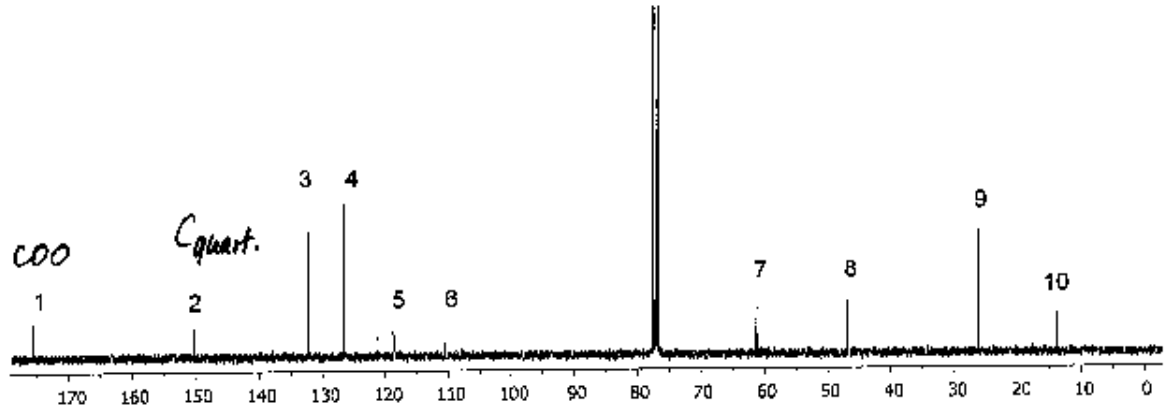
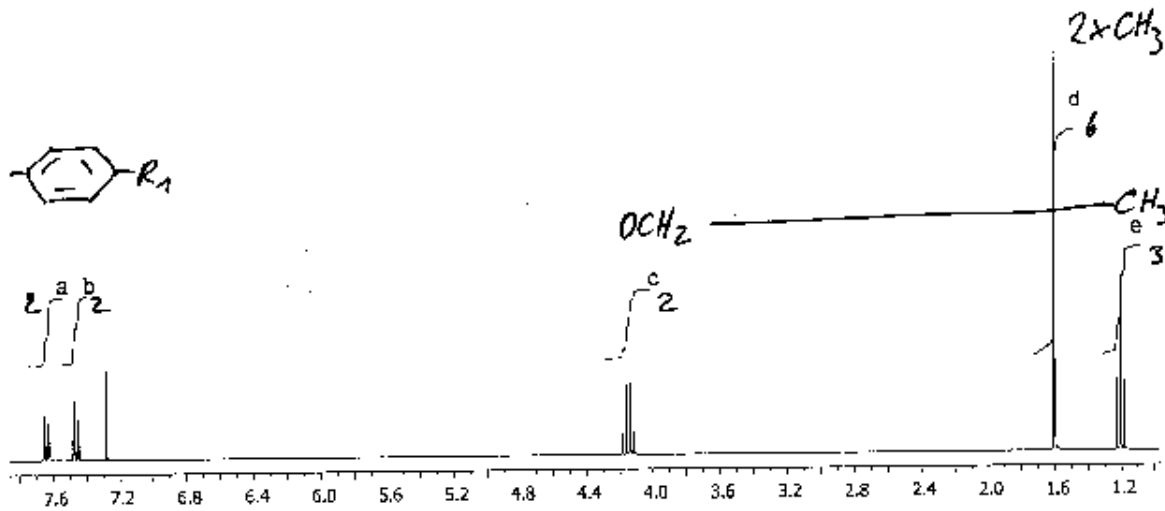
2. Ordnen Sie die Signale so gut wie möglich zu, um Frage 3 beantworten zu können. (6 P)

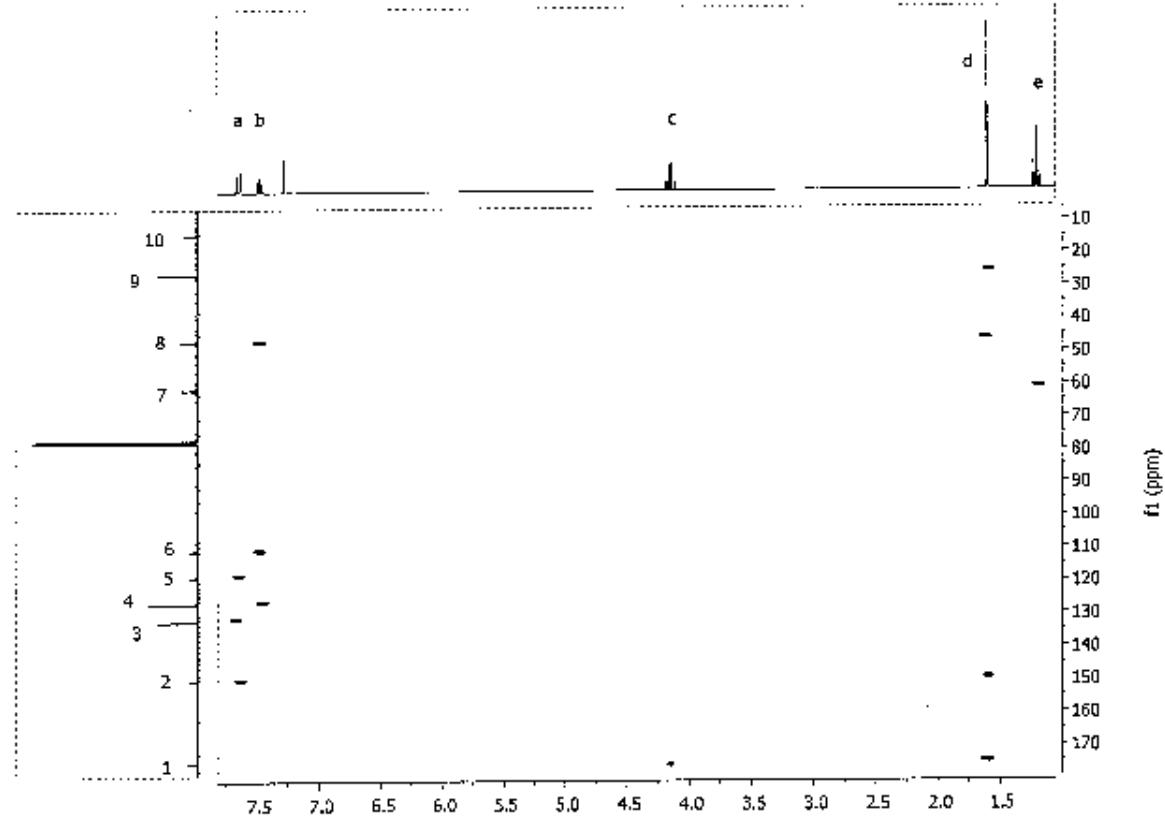
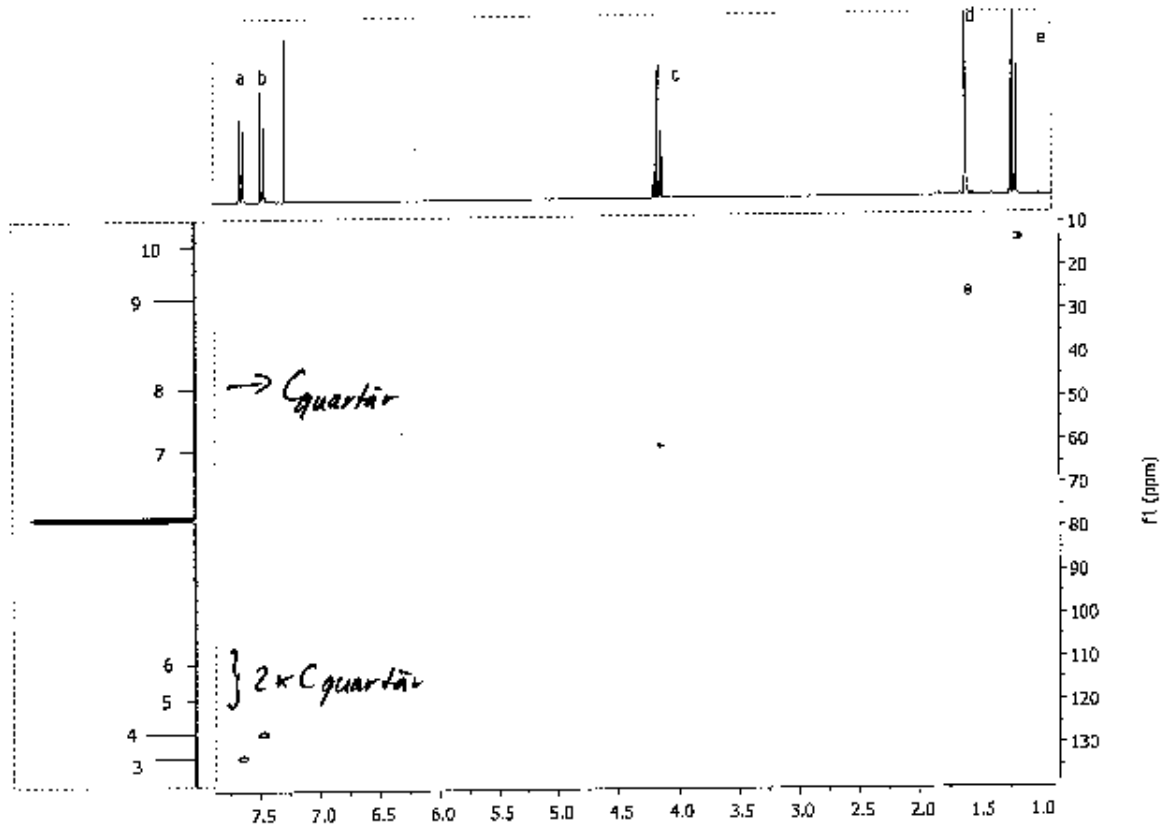
3. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. (2 P)



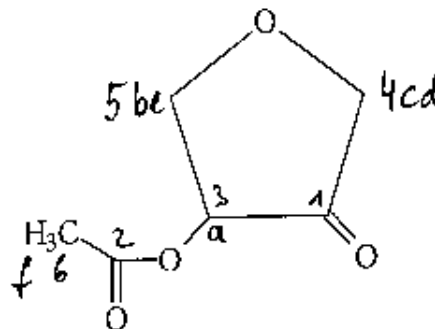
4. Zeichnen Sie die im HMBC sichtbare Kopplung der C-Atome 1, 2, 5 und 6 in Ihr gefundenes Molekül ein und füllen Sie folgende Tabelle für diese C-Atome aus. (4 P)

$^{13}C$	$^1H$	$^nJ_{CH}$
1	c, d	3J
2	a, d	3J <sub>CH</sub>
5	a	3J <sub>CH</sub>
6	b	3J <sub>CH</sub>





**Frage 3: (21 Punkte)**



1. Ordnen Sie alle Signale zu. (6 P)
2. Bestimmen Sie das Spinsystem der Protonen.  $A_3 B C D E F$  (2 P)

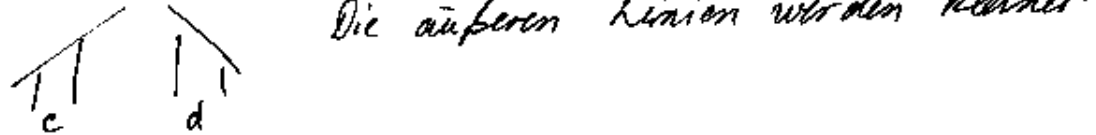
3. Warum sind die Integrale der Protonen stufenförmig? Welche Information gibt ein Integral prinzipiell und welche für die NMR? (1 P)

↓ Fläche unter der Kurve      ↓ Anzahl Protonen

→ Wenn ein Signal kommt, steigt Integral  $\int \rightarrow \uparrow$   
 wenn Signal auf 0 zurückgeht, bleibt Fläche gleich  $- \rightarrow -$   
 nächstes Signal, integral steigt wieder  $\int \rightarrow \uparrow$

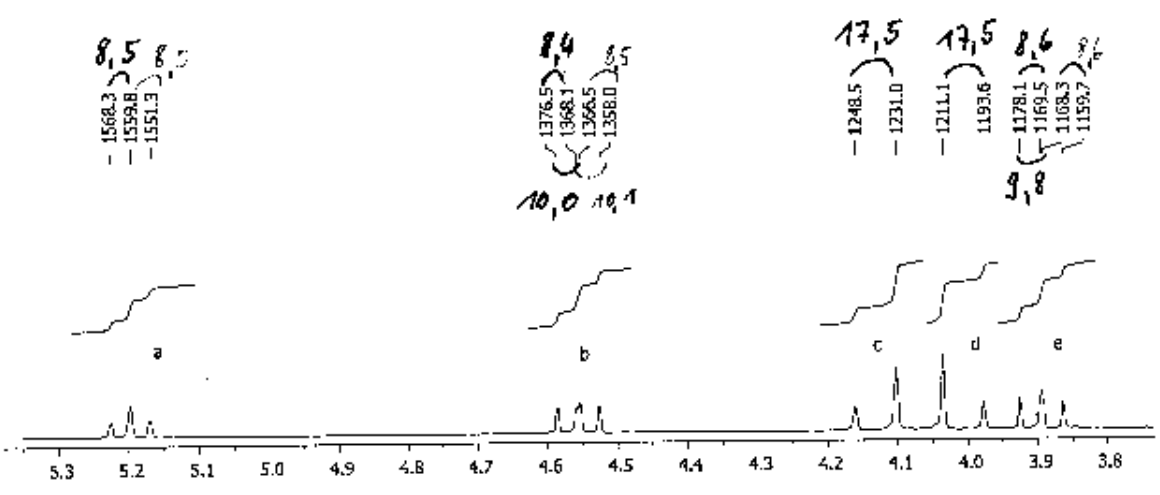
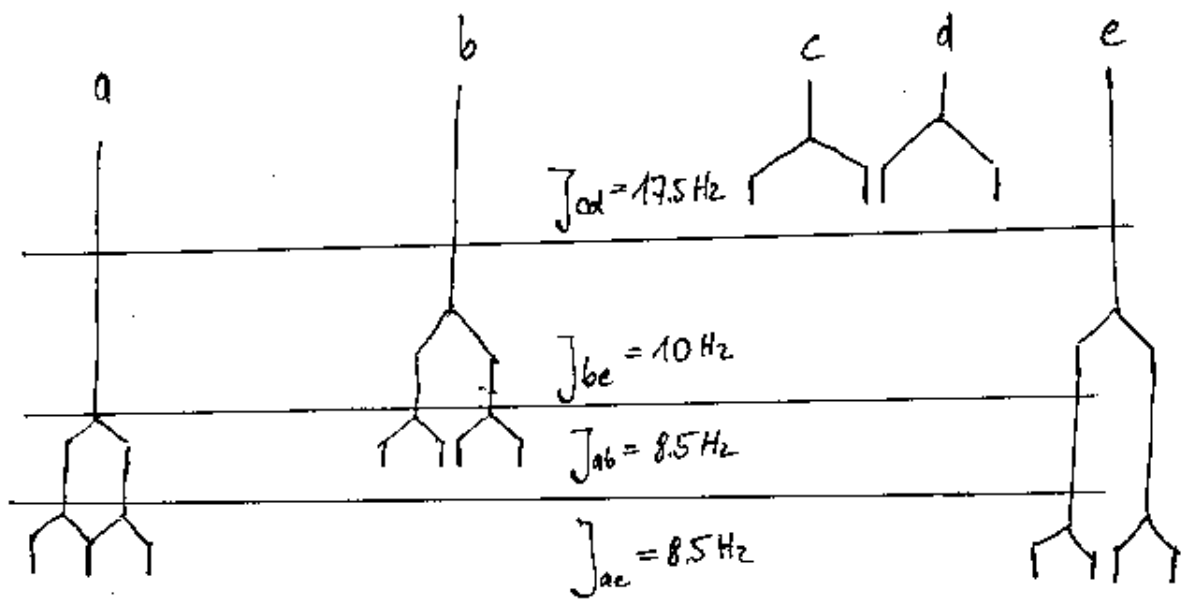
4. Zeichnen Sie einen Splittingschlüssel incl. allen Kopplungskonstanten auf der nächsten Seite. Es muß ersichtlich sein, woher Sie die Werte der Kopplungskonstanten haben. (8 P)
5. Proton c ist ein Dublett. Warum ist das Intensitäts-Verhältnis des zwei Linien nicht 1:1. Erklären Sie (2 P)

c koppelt zu Proton d. Da die Verschiebungsdifferenz von Proton c und d relativ zur Kopplungskonstante klein ist, entsteht der Dacheffekt.

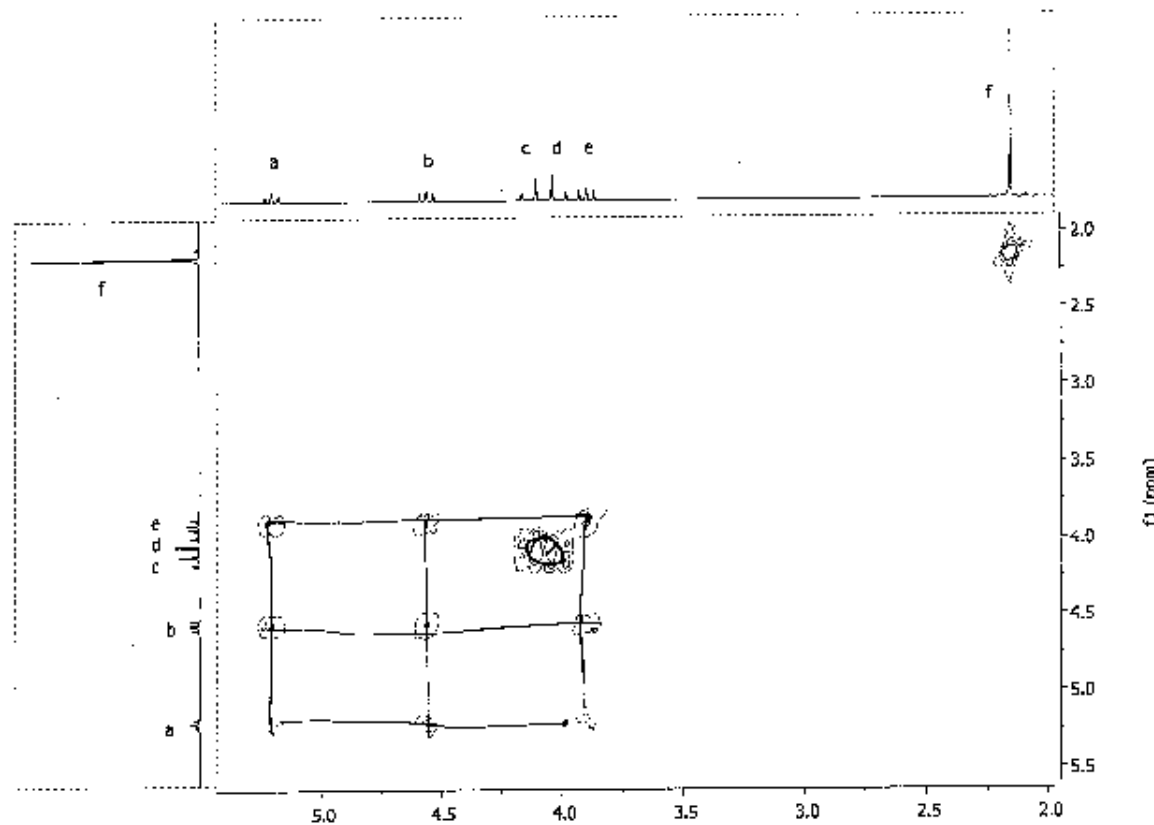
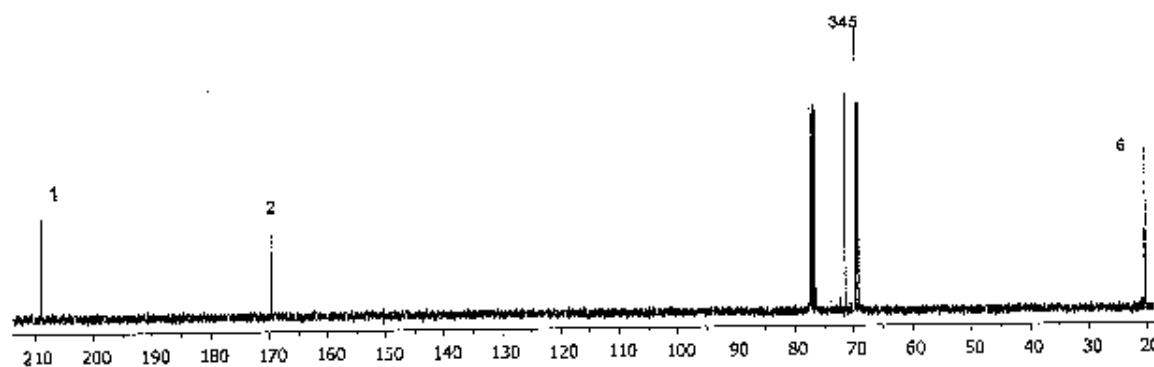
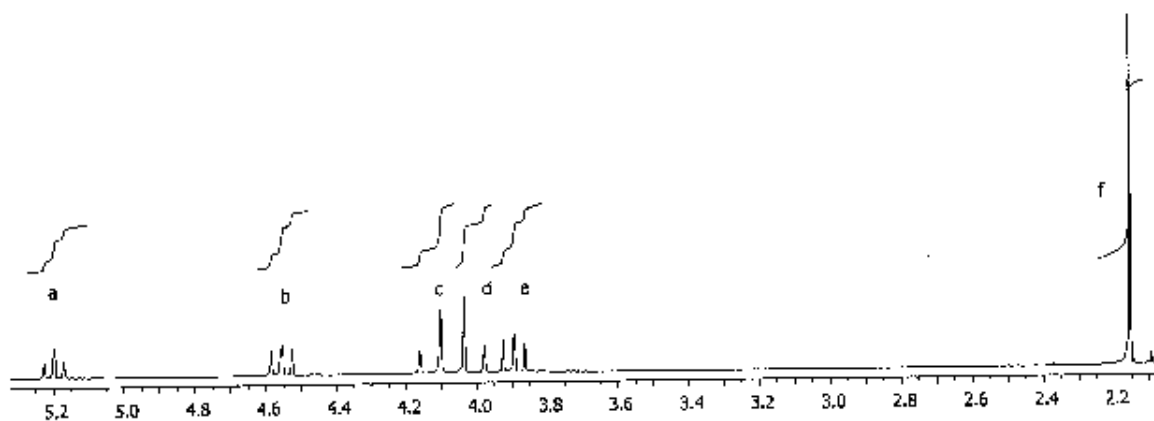


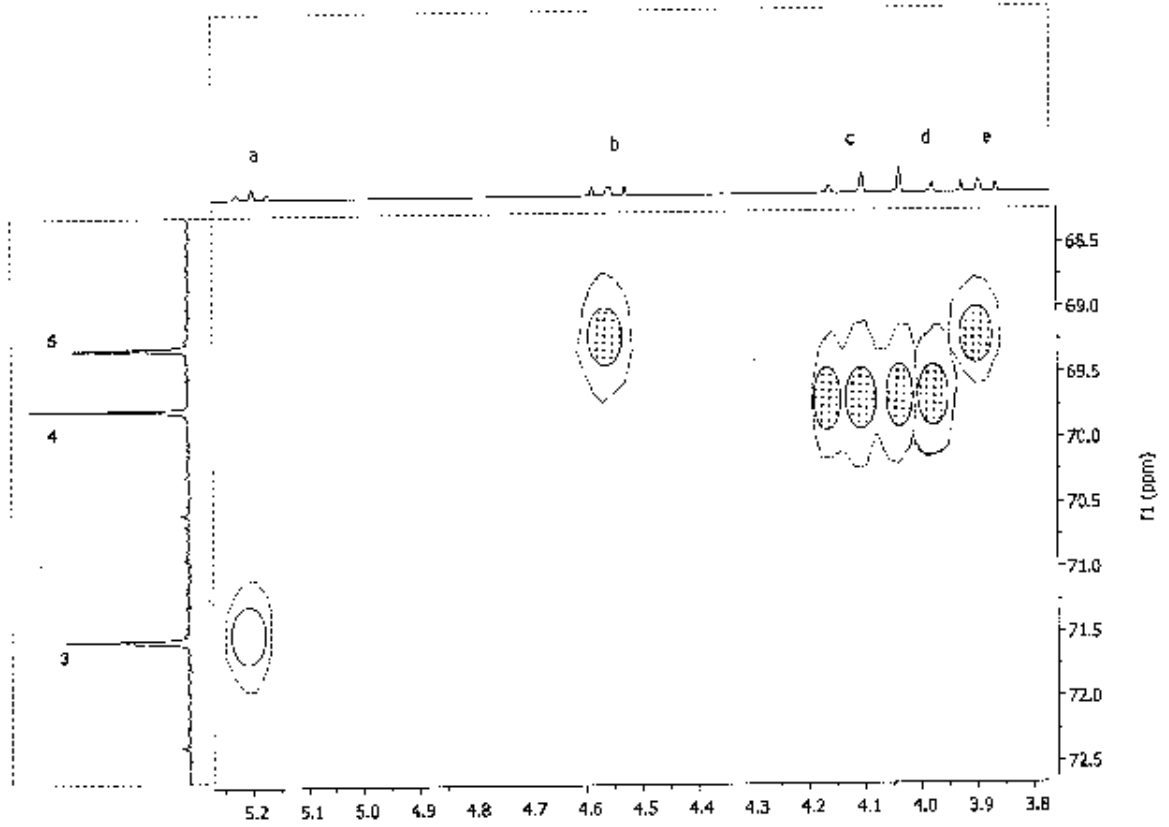
6. Bei welcher Frequenz wurden die Spektren aufgenommen?  $4 \text{ ppm} \approx 1200 \text{ Hz}$   
 $300 \text{ MHz}$   $1 \text{ ppm} \approx 300 \text{ Hz} \Rightarrow 300 \text{ MHz}$  (1 P)
7. Warum verwendet man in der NMR die ppm-Skala und nicht die Hz-Skala? (1 P)

Die ppm-Skala ist geräteunabhängig  
 • hat kleine, einfache Zahlen



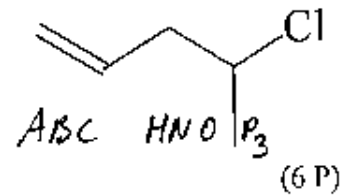
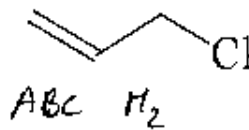
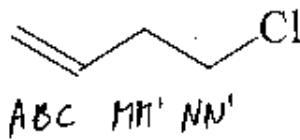






Die Signale von CH<sub>3</sub> und CH-Gruppen sind weiß,  
 die Signale von CH<sub>2</sub>-Gruppen sind grau ausgefüllt.

**Frage 4: (21 Punkte)**



- Bestimmen Sie das Spinsystem der Protonen (6 P)
- Was versteht man unter der Präzessionsfrequenz? Erklären Sie Wovon ist sie abhängig? (6 P)

Umschlagbewegung des Kerns im äußeren Magnetfeld  $B_0$ .  
abhängig vom • magnetogyrischem Verhältnis  $\gamma$  ( $^1\text{H}$  oder  $^{13}\text{C}$  oder  $^{31}\text{P}$ )  
• äußerem Magnetfeld  $B_0$  (200 MHz oder 300/400/600 MHz)

- Ein Proton sitzt in der Nähe einer  $\pi$ -ziehenden Gruppe und kommt darum weiter links im Spektrum. Warum? Erklären Sie. (3 P)

↓  
Elektronenhülle dünner  
↓  
äußeres Magnetfeld  $B_0$  dringt besser durch, Abschirmung ist schwächer  
↓  
Koeffizient wird größer → zu höherer Frequenz

- Skizzieren Sie den Aufbau eines NMR-Spektrometers und erläutern Sie kurz die Aufgaben der Teile. (3 P)

