

Theorieteil

30 Punkte

Hilfsmittel

Kern	Kernspin Quantenzahl I	Gyromagnetisches Verhältnis γ [MHz/T]	Natürliche Häufigkeit
^1H	1/2	42.6	99.98%
^2D	1	6.5	0.02%
^{11}B	3/2	13.7	80%
^{13}C	1/2	10.7	1%
^{14}N	1	3.1	99.6%
^{15}N	1/2	-4.3	0.4%
^{19}F	1/2	40.1	100%
^{23}Na	3/2	11.3	100%
^{29}Si	1/2	-8.5	5%
^{31}P	1/2	17.2	100%

Naturkonstanten

Planck-Konstante/Wirkungsquantum	h	$6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Lichtgeschwindigkeit im Vakuum	c_0	$2.998 \cdot 10^8 \text{ m/s}$
Boltzmann-Konstante	k_B	$1.381 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}$

Aufgabe 1: Eigenschaften von Kernspins

10 Punkte

1. Welche der folgenden Kernspinquantenzahlen kann ein Kern nicht besitzen - 0, $1/2$, $3/4$, $7/2$ oder 4?

Warum nicht?

1 Punkt

2. Die Eigenschaften des Isotops ^{23}Na entnehmen Sie der Tabelle auf dem Deckblatt.
Wie viele diskrete Energieniveaus sind für einen ^{23}Na Kernspin im Magnetfeld möglich?

1 Punkt

3. Der β -Spinzustand ($m_z = -1/2$) ist für ^1H Kernspins energetisch ungünstig. Warum fallen nicht alle Kernspins in den günstigeren α -Zustand und minimieren so die Energie?

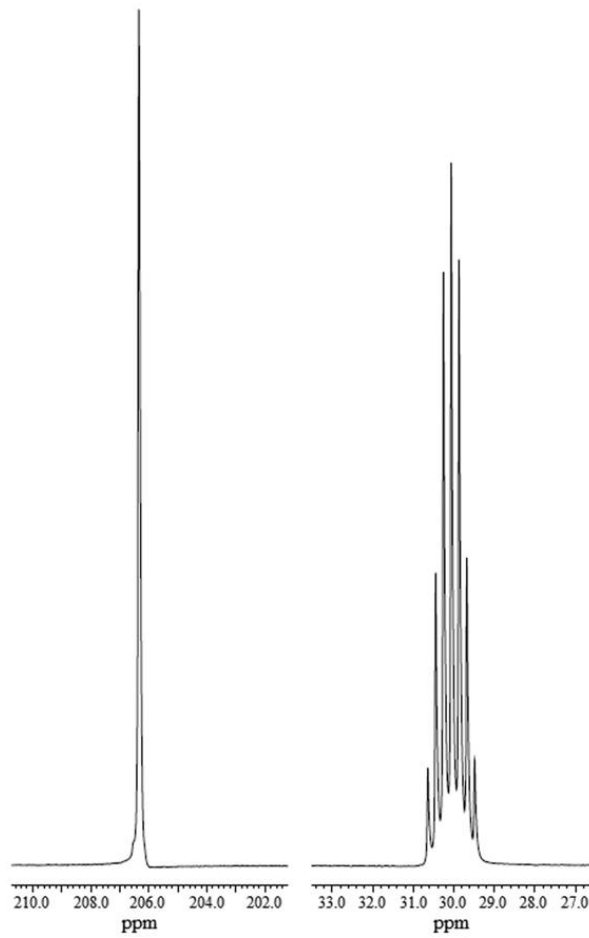
2 Punkte

4. Nennen Sie drei Interaktionen von Kernspins, welche maßgeblich zur Relaxation beitragen können.

3 Punkte

5. Gezeigt ist das Spektrum von ^{13}C -Kernspins in deuteriertem Aceton. Skizzieren Sie das Zustandekommen des Kopplungsmusters und benennen Sie das Verhältnis der Intensitäten im Multipllett.

3 Punkte



Aufgabe 2: Pulssequenzen

10 Punkte

Sie messen folgendes NMR-Experiment: 180° -Puls - Delay τ - 90° -Puls - Aufnahme des FIDs. Nur der ^1H -Radiofrequenz-Kanal ist dabei aktiv.

1. Fertigen Sie eine Skizze der Pulssequenz an im Stil der Vorlesung.

1 Punkt

Nun messen Sie das Experiment mehrfach und variieren dabei die Länge des Delays.

2. Wie heißt dieses Experiment und wofür wird es verwendet?

3 Punkte

Ihr Spektrum enthält drei Signale, welche einen Nulldurchgang zeigen, wenn die Länge des Delays 0.5 s, 0.8 s beziehungsweise 1.5 s beträgt.

3. Welche quantitative Aussage können Sie anhand dieser Messung treffen für jede der drei Resonanzen?

3 Punkte

4. Nennen Sie ein Beispiel für eine direkt detektierte heteronukleare Pulssequenz mit Akronym und Bedeutung des Akronyms.

3 Punkte

Aufgabe 3: Datenaufnahme und Prozessierung

10 Punkte

1. Warum ist es ungünstig, den FID wesentlich länger zu messen als das NMR-Signal anhält?
1 Punkt

2. Was tun Sie, wenn Sie versehentlich den FID zu lange aufgenommen haben?
Eine erneute NMR-Messung ist hierbei keine Option.
1 Punkt

Auf der folgenden Seite werden ein ^1H - ^{13}C HSQC NMR Spektrum, ein eindimensionales ^1H -Spektrum sowie ein ^1H -entkoppeltes ^{13}C -Spektrum von Ethylbenzol gezeigt.

3. Welche Substanz liegt neben Ethylbenzol noch in Lösung vor?
1 Punkt

4. Begründen Sie die ungewöhnlichen chemischen Verschiebungen der Signale der Aromaten in der indirekten Dimension im HSQC-Experiment. Bitte mit quantitativer Erklärung.

3 Punkte

5. Welchen Parameter können Sie bei einer erneuten Messung ändern, damit die chemischen Verschiebungen aus dem HSQC mit denen aus dem eindimensionalen Spektrum übereinstimmen?

2 Punkte

6. Erklären Sie, warum das ^{13}C Signal knapp unter 80 ppm im HSQC nicht erscheint.
2 Punkte

