SS 2007 Name ……..

Spektroskopie und Beugung I (NMR)
SS 2007 Klausur

26.07.2007

Frage 1: (8 Punkte)

Auf Seite 2 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: C_4H_6IN.

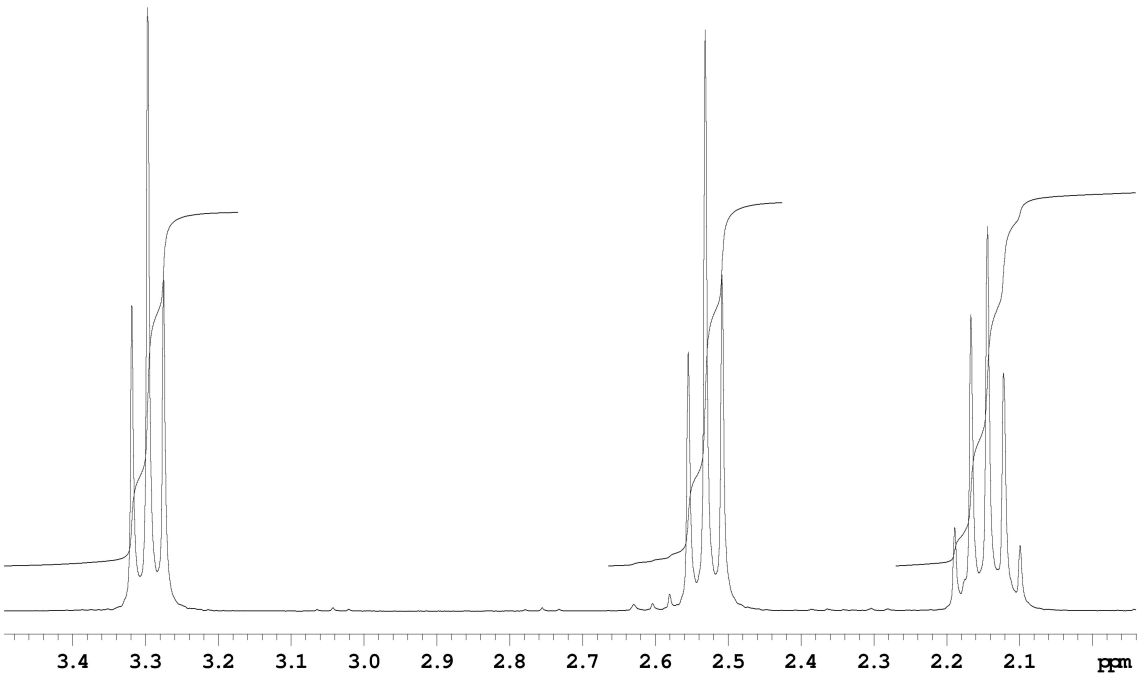
1. Welche Struktur finden Sie auf Grund des ^{1}H- , ^{13}C- und DEPT-Spektren? (3 P)

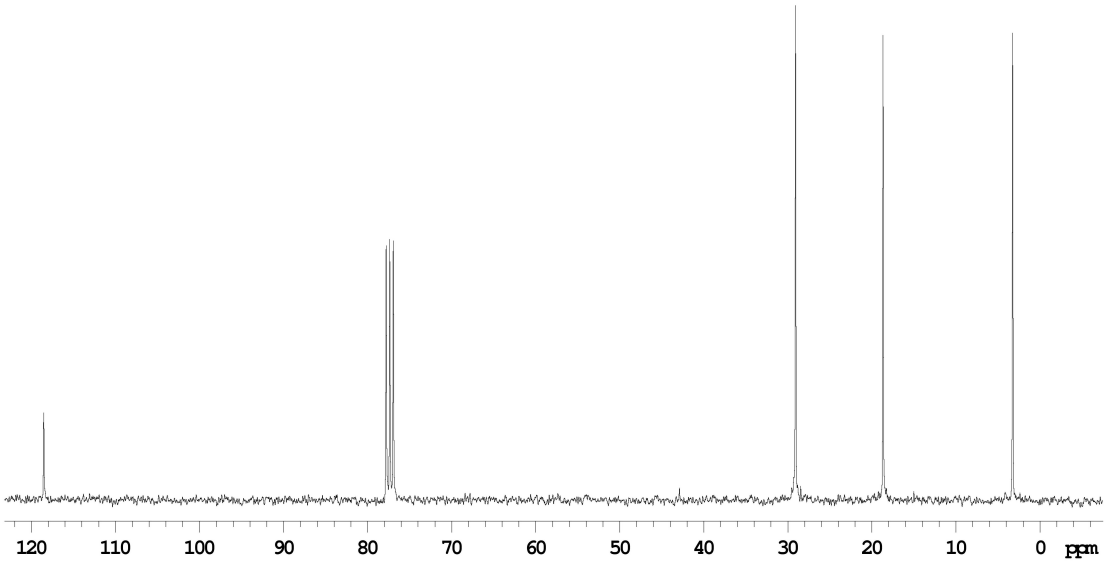
2. Ordnen Sie die ^{13}C-Signale zu. (1 P)

3. Warum sieht man die Spin-Spin-Kopplung zu I nicht, obwohl I eine Spinquantenzahl I = 5/2 hat? (1P)

4. Geben Sie das Spin-System der Protonen an. (1 P)

5. Angenommen, das Spin-System wäre 1. Ordnung und alle vicinalen Kopplungen wären gleich: Zeichnen Sie den Splittingschlüssel für die Protonen (2 P)


3.4
3.3
3.2
3.1
3.0
2.9
2.8
2.7
2.6
2.5
2.4
2.3
2.2
2.1
ppm


120
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0
ppm

Frage 2: (10 Punkte)

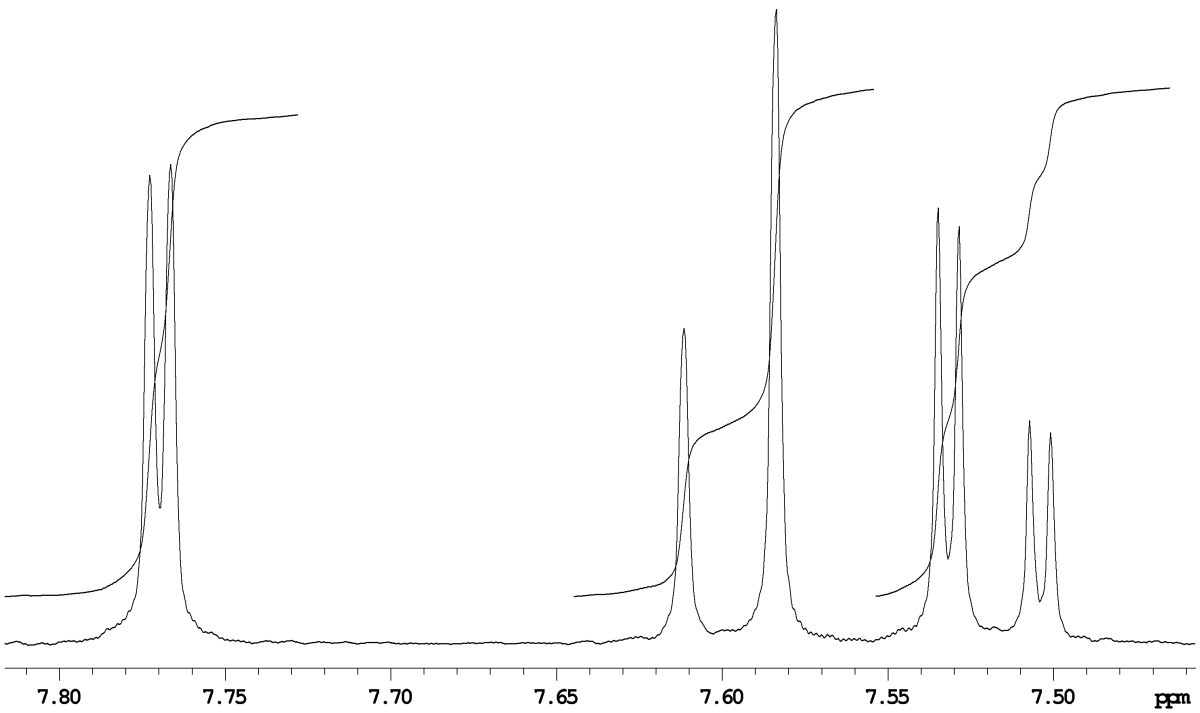
Auf Seite 4 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: $C_7H_3NCl_2$

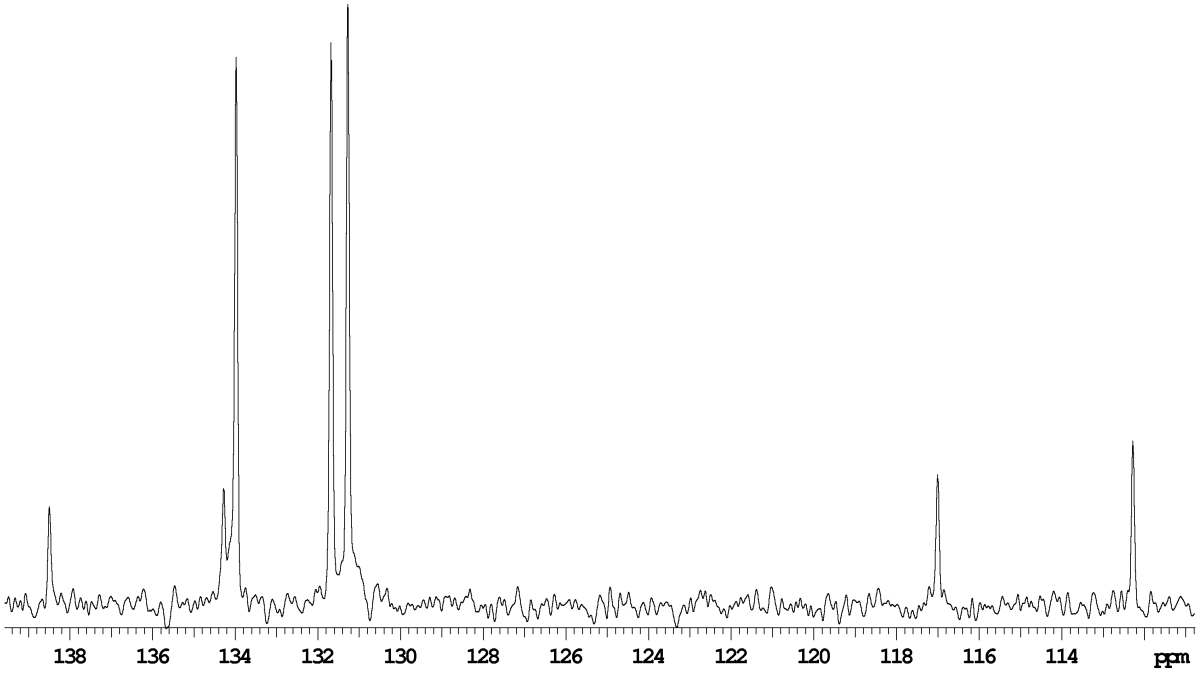
1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der NMR-Spektren?. (2 P)

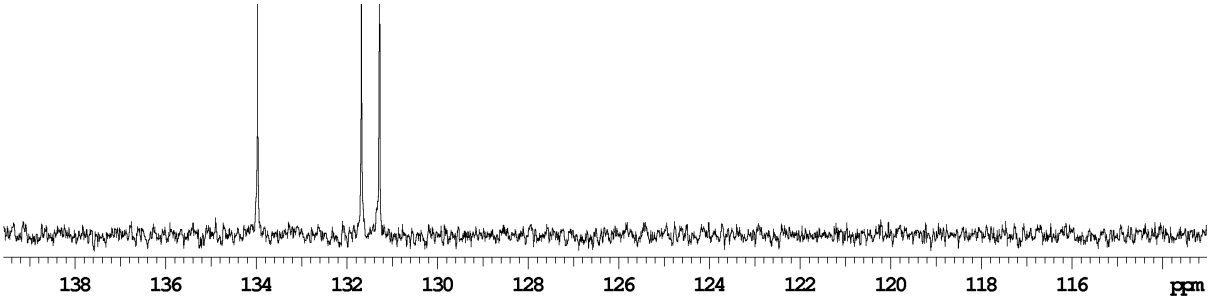
2. Ordnen Sie die Signale so gut wie möglich zu, bevor Sie Frage 3 beantworten.
3. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. Beachten Sie dabei auch die 2D-Spektren (2 P)

4. Begründen Sie die gefundene Struktur, indem Sie die <u>vier quartären</u> C-Atome <u>eindeutig</u> zuordnen. Zeichnen Sie sichtbare Kopplungen im Molekül und Spektrum ein. (event. Farbstifte verwenden.) (4 P)

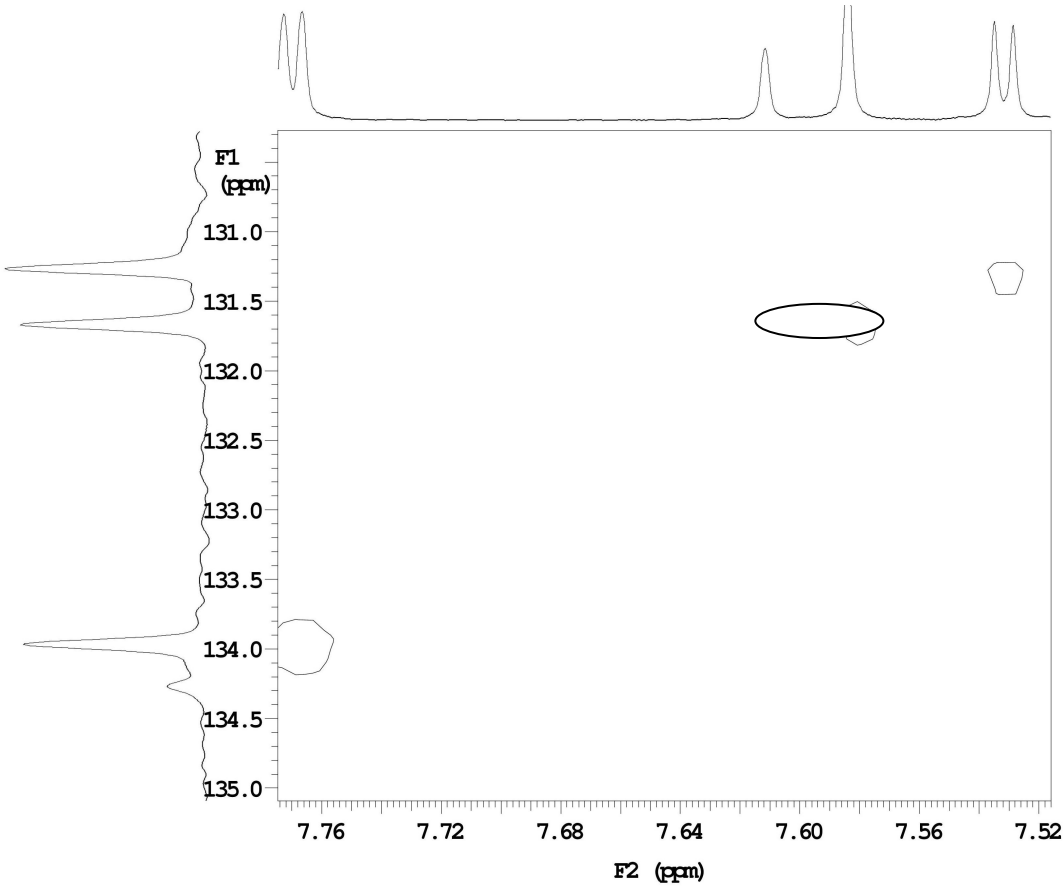
5. Berechnen Sie die Inkremente für die 3 quartären C-Atome am Ring. (2 P)


7.80
7.75
7.70
7.65
7.60
7.55
7.50
ppm

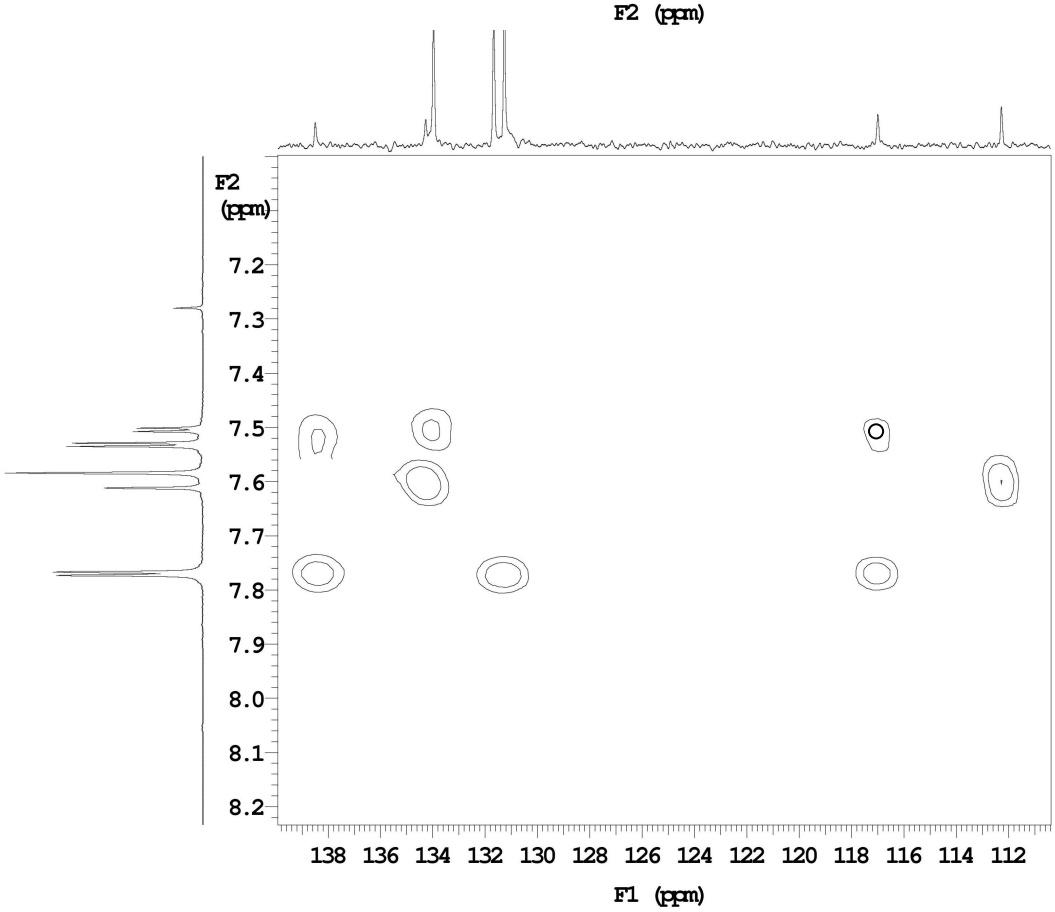

138
136
134
132
130
128
126
124
122
120
118
116
114
ppm


138
136
134
132
130
128
126
124
122
120
118
116
ppm

HSQC

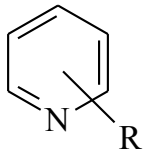

F1
(ppm)
131.0
131.5
132.0
132.5
133.0
133.5
134.0
134.5
135.0
7.76
7.72
7.68
7.64
7.60
7.56
7.52
F2 (ppm)

HMBC


F2
(ppm)
7.2
7.3
7.4
7.5
7.6
7.7
7.8
7.9
8.0
8.1
8.2
138 136 134 132 130 128 126 124 122 120 118 116 114 112
F1 (ppm)

Frage 3: (13 Punkte)

Auf Seite 7 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet $C_{11}H_{15}N$

Hinweis: 

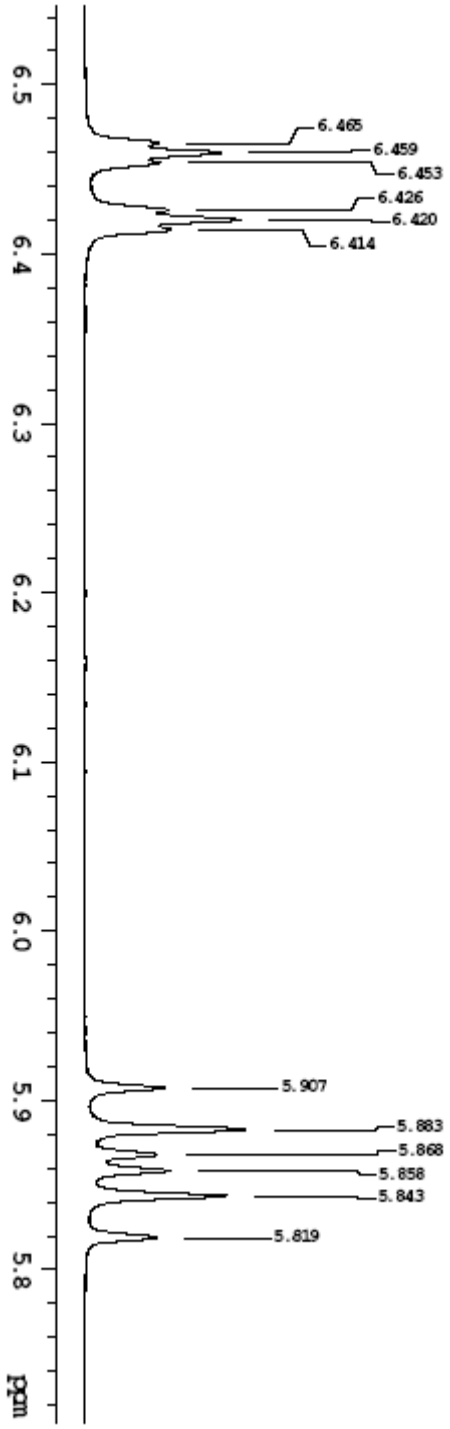
ist enthalten

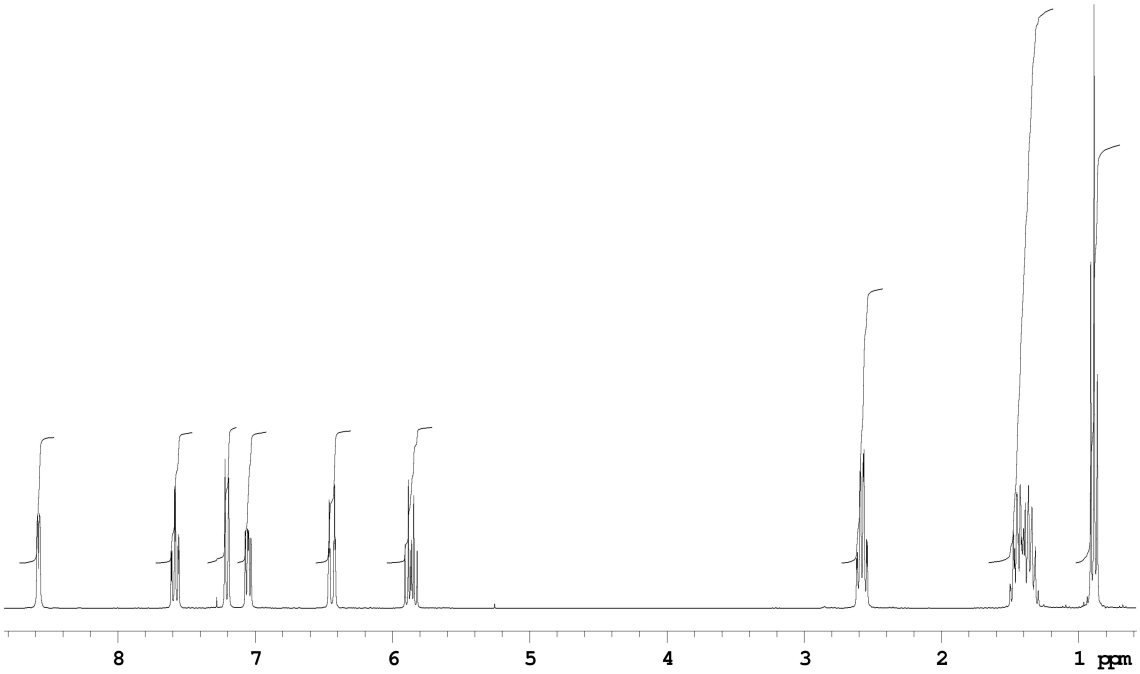
1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund des ^{1}H- , ^{13}C- und DEPT-Spektren? (3 P)

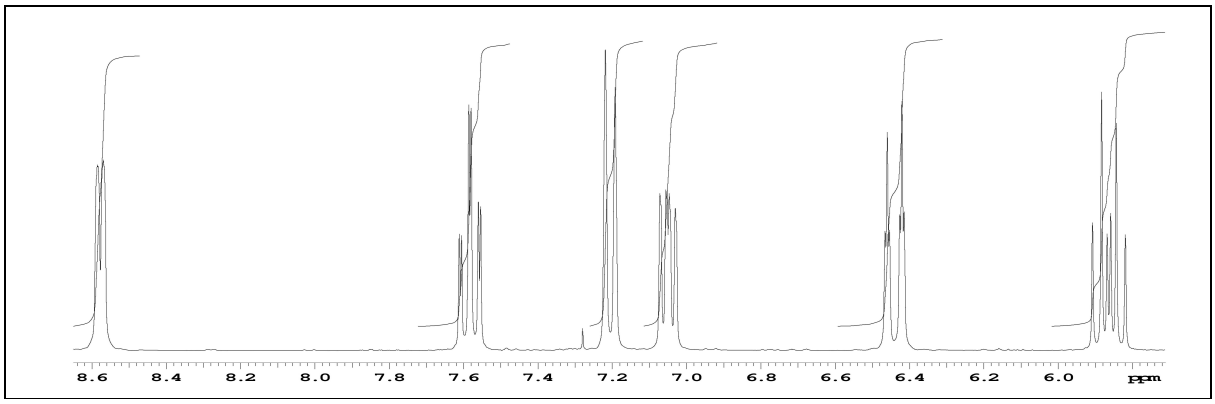
2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. (1 P)

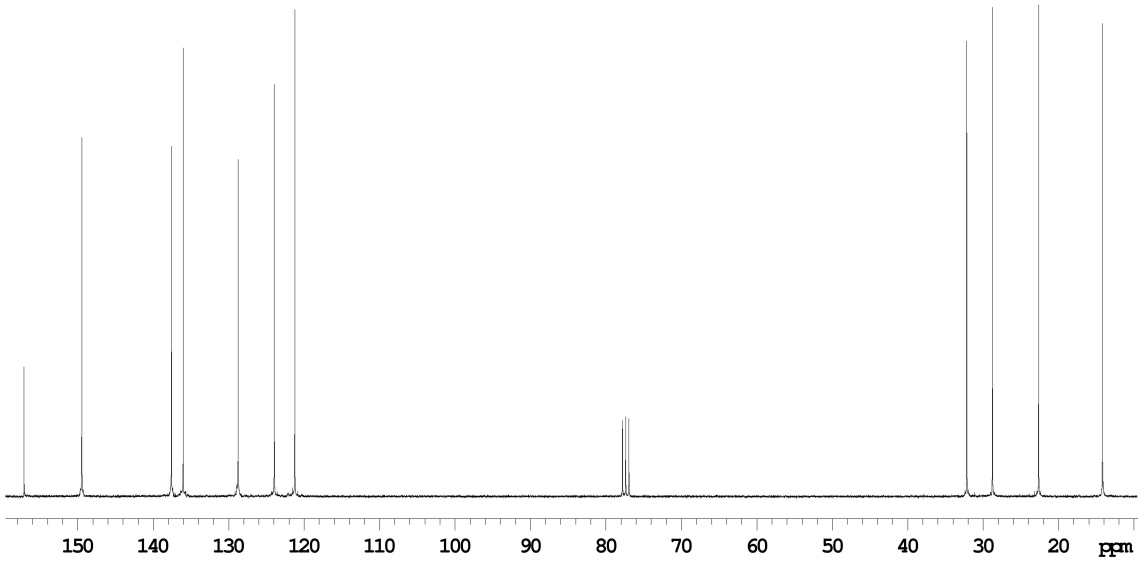
3. Ordnen Sie alle ^{1}H-Signale zu. (5 P)

4. Zeichnen Sie den Splittingschlüssen für die Protonen e und f.
   Bestimmen Sie die Kopplungskonstanten (Spektrum wurde bei 300 MHz aufgenommen)
   (4 P)

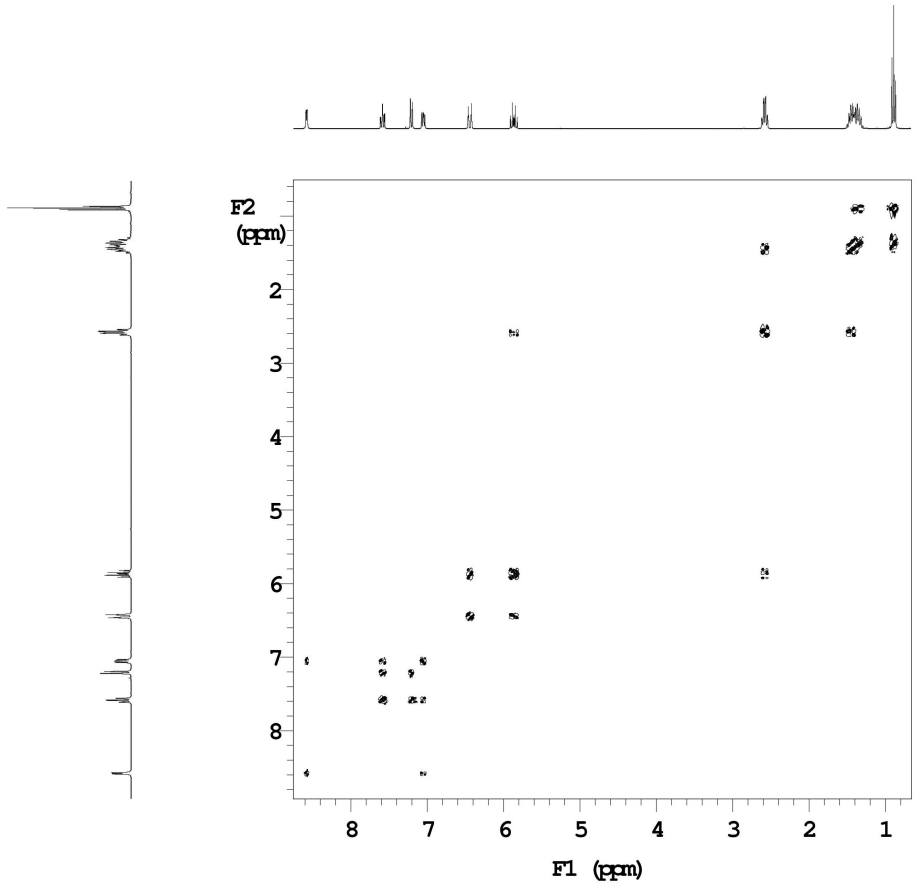



8
7
6
5
4
3
2
1 ppm

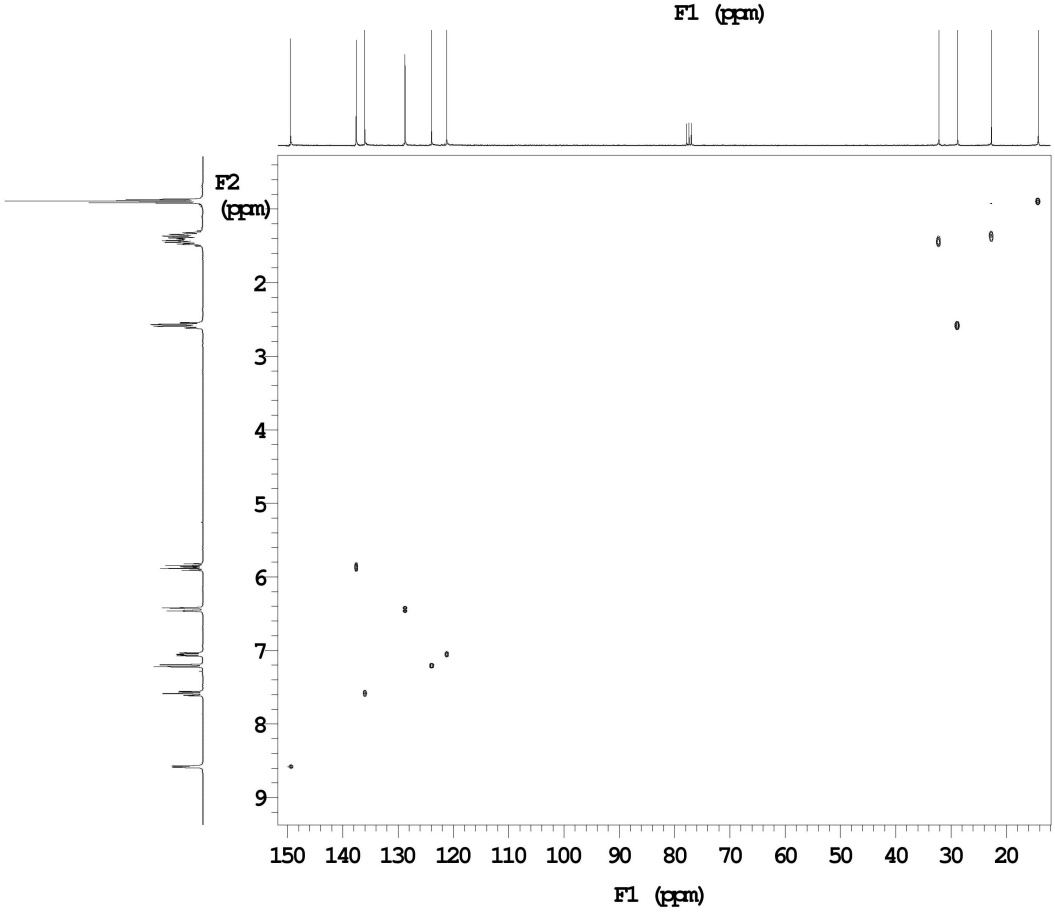

8.6
8.4
8.2
8.0
7.8
7.6
7.4
7.2
7.0
6.8
6.6
6.4
6.2
6.0
ppm


150
140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20
ppm

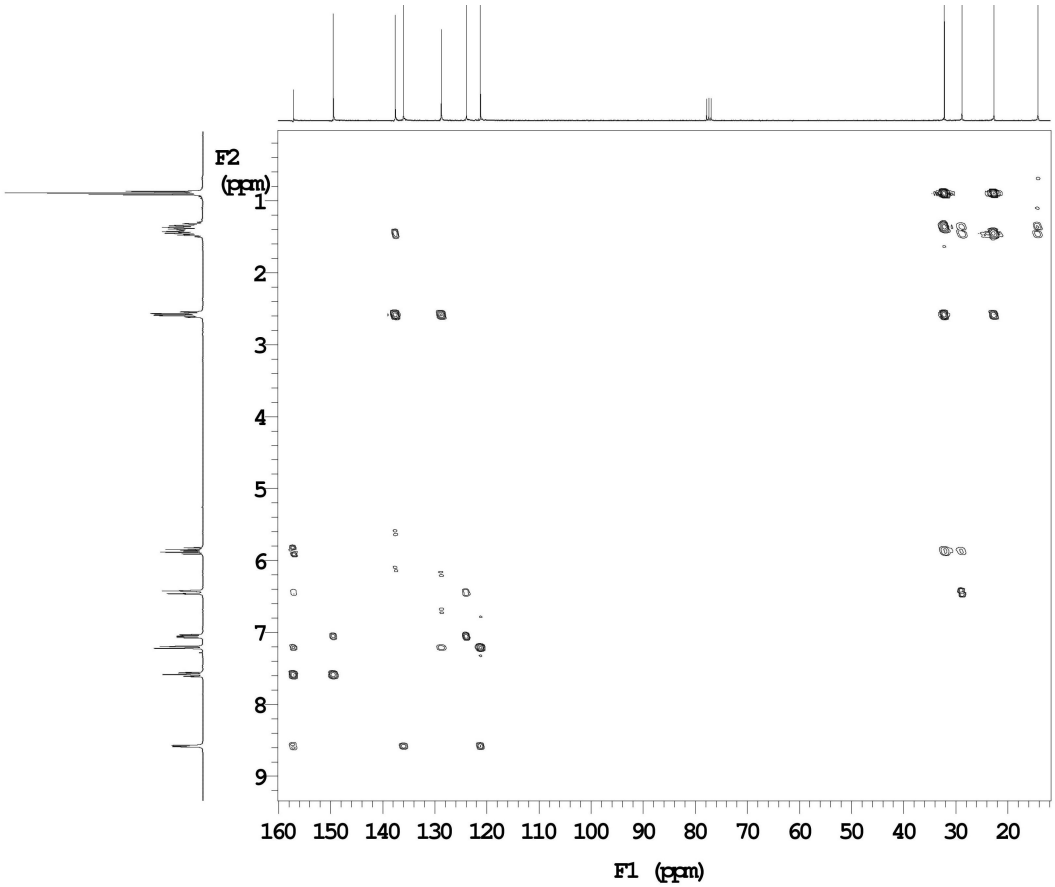
HH-COSY


F2
(ppm)
2
3
4
5
6
7
8
8 7 6 5 4 3 2 1
F1 (ppm)

HSQC

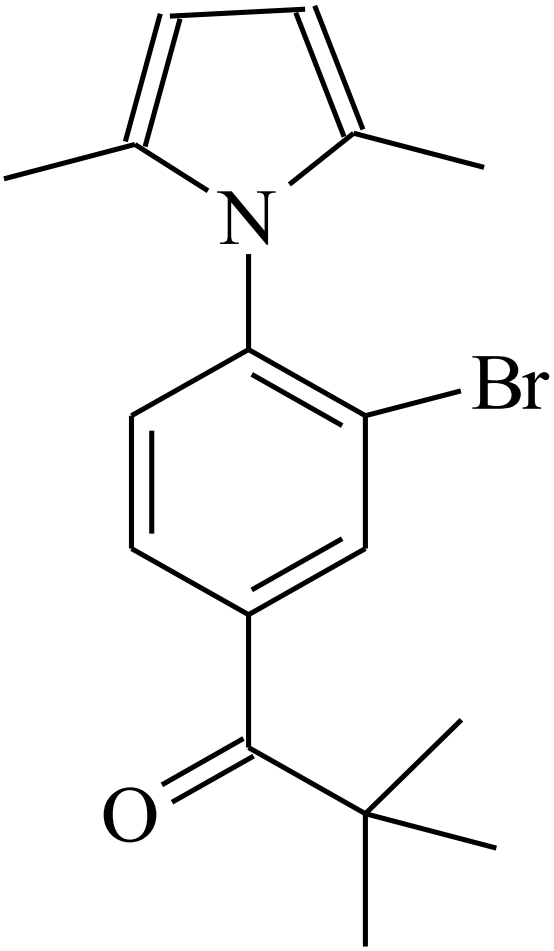

F2
(ppm)
2
3
4
5
6
7
8
9
150 140 130 120 110 100 90 80 70 60 50 40 30 20
F1 (ppm)

HMBC

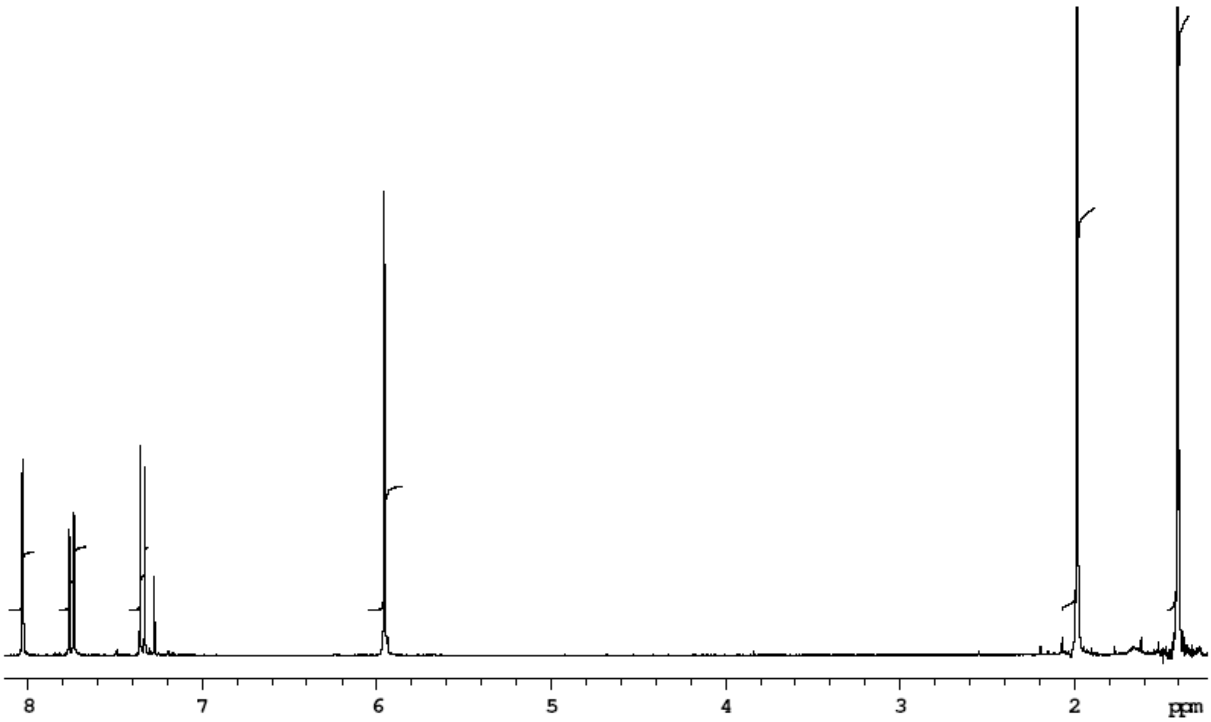

F2
(ppm)
1
2
3
4
5
6
7
8
9
160 150 140 130 120 110 100 90 80 70 60 50 40 30 20
F1 (ppm)

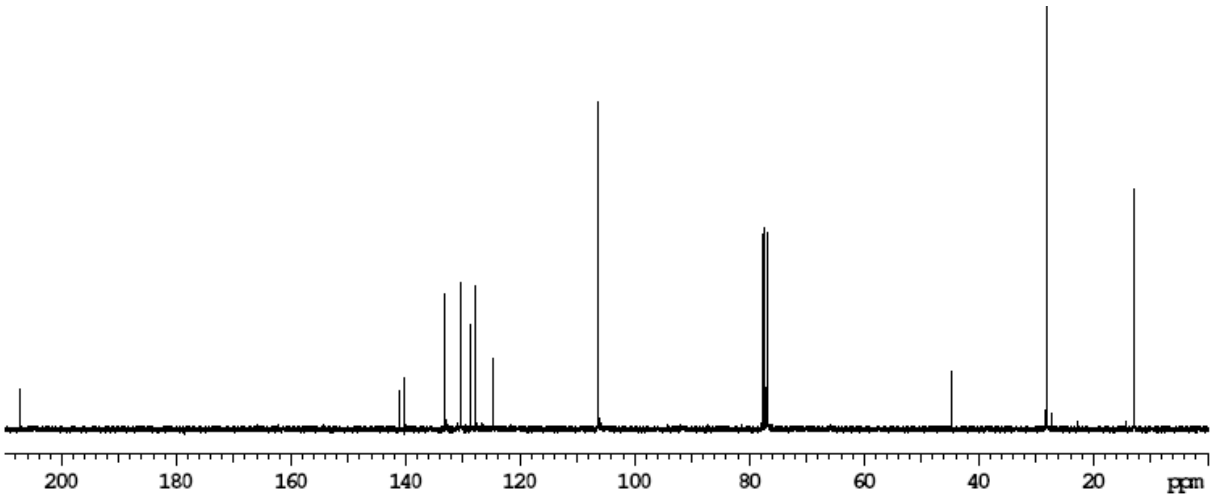
Frage 4: (12 Punkte)

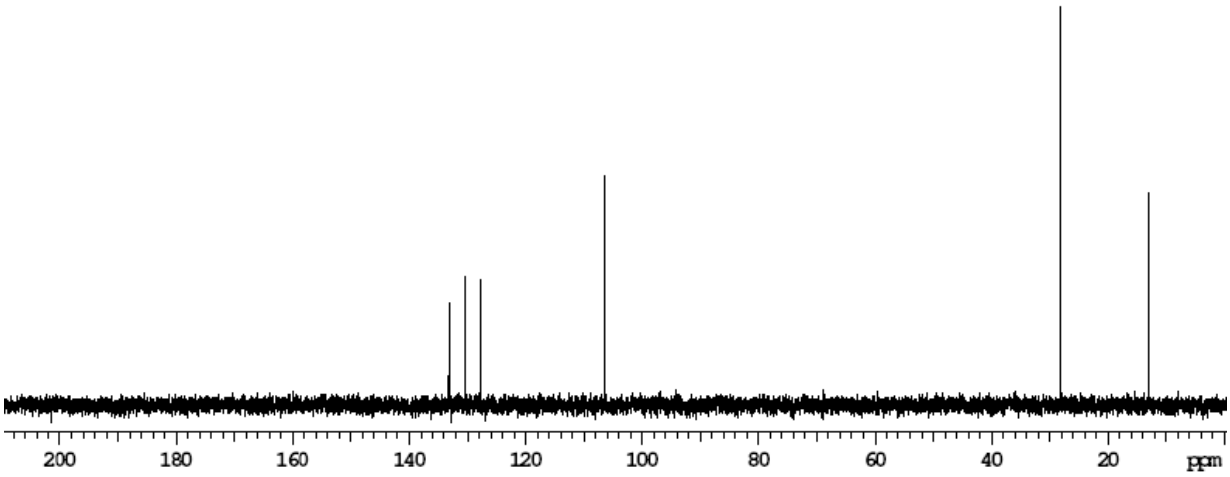
Auf Seite 11 ff sind die NMR-Spektren folgender Verbindungen gegeben



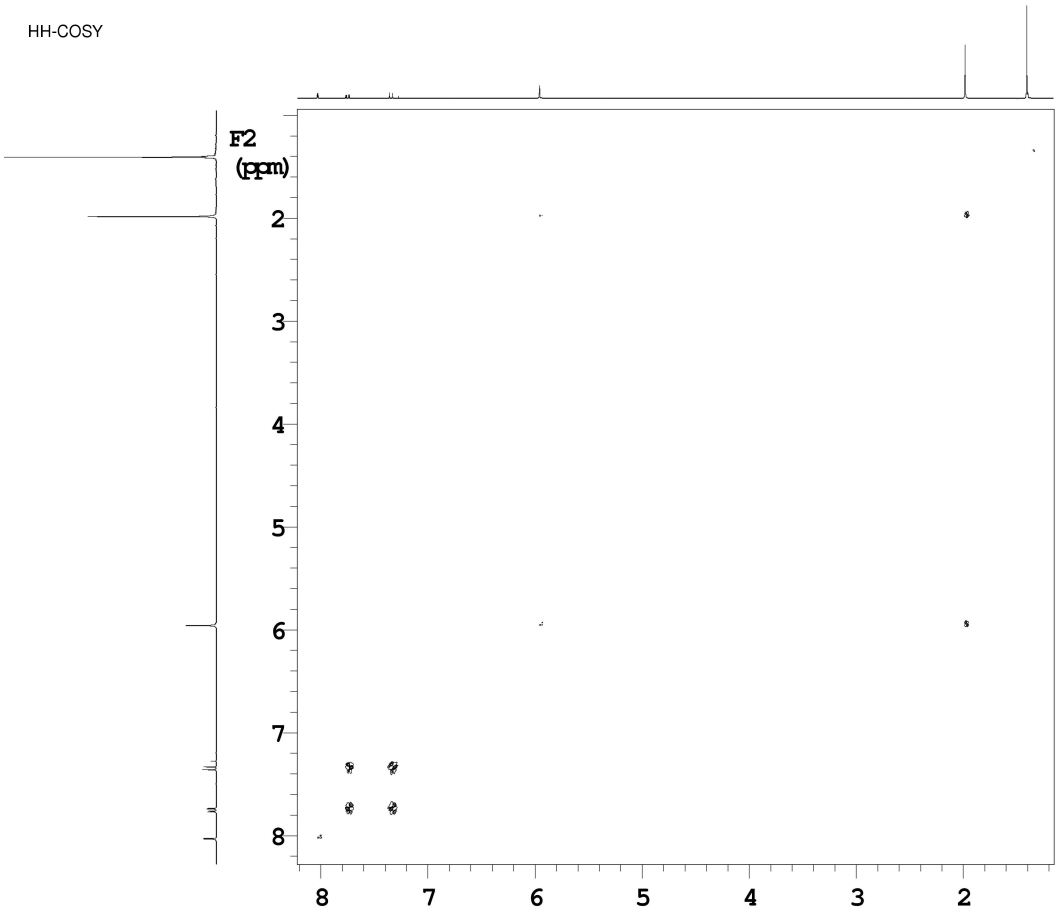
Ordnen Sie alle Signale zu. (12 P)


8
7
6
5
4
3
2
ppm

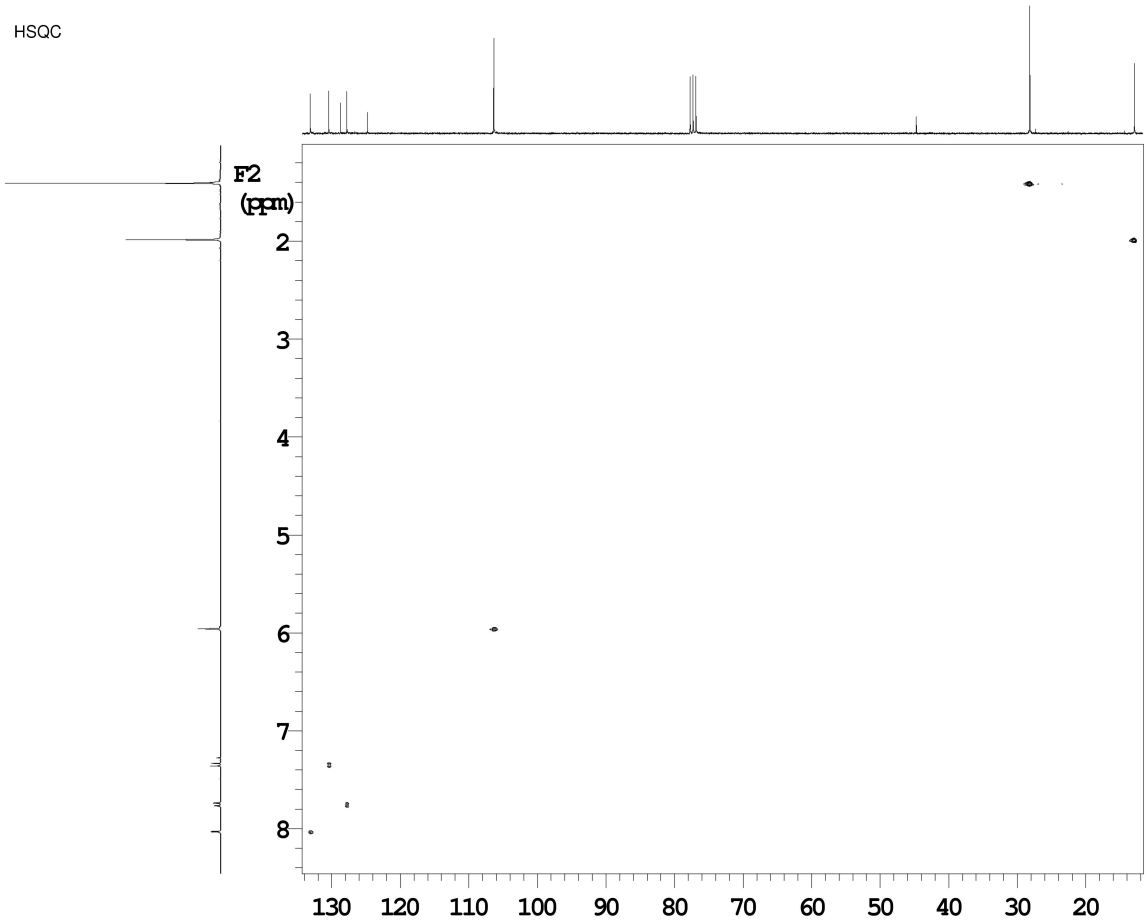

200
180
160
140
120
100
80
60
40
20
ppm


200
180
160
140
120
100
80
60
40
20
ppm

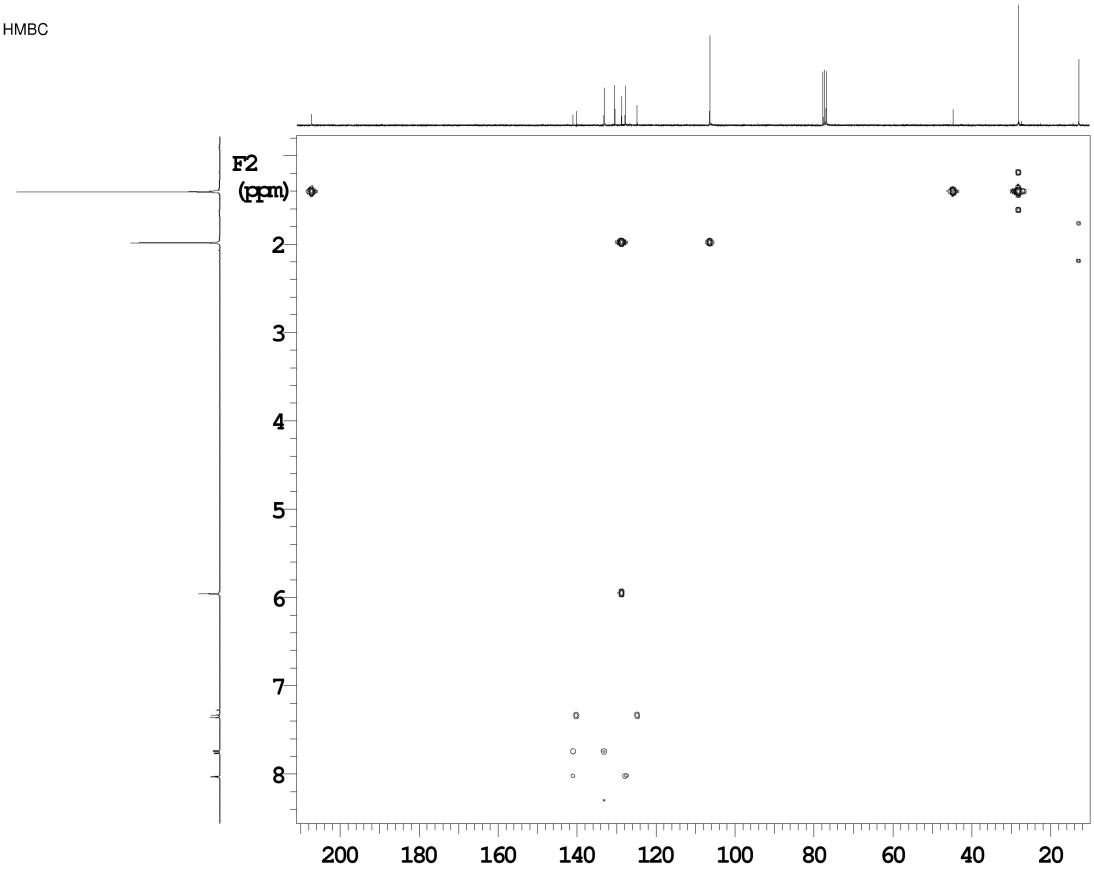
HH-COSY


F2
(ppm)
2
3
4
5
6
7
8
8
7
6
5
4
3
2

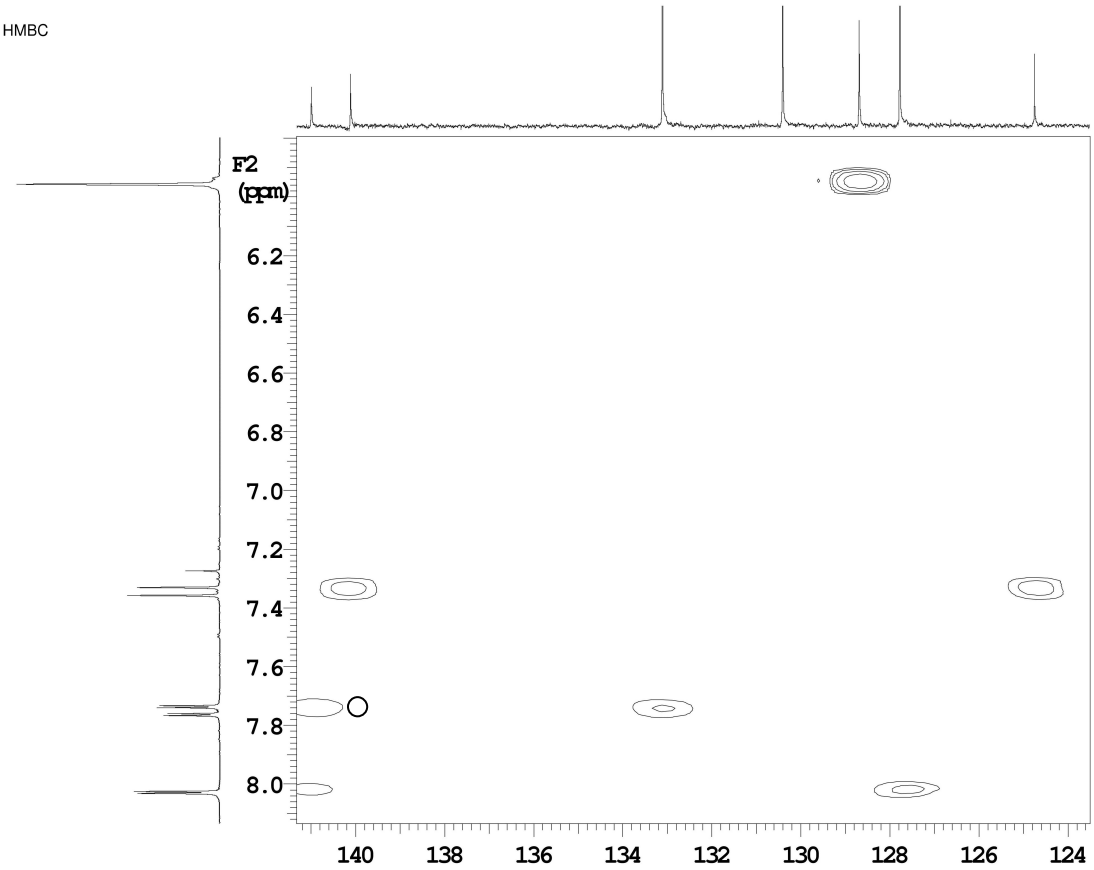
HSQC


F2
(ppm)
2
3
4
5
6
7
8
130
120
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20

HMBC

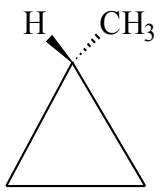

F2
(ppm)
2
3
4
5
6
7
8
200
180
160
140
120
100
80
60
40
20

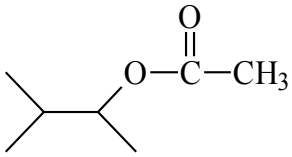
HMBC

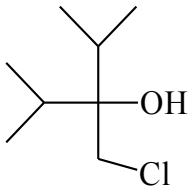

F2
(ppm)
6.2
6.4
6.6
6.8
7.0
7.2
7.4
7.6
7.8
8.0
140
138
136
134
132
130
128
126
124

Frage 5: Theorie (9 Punkte)

1. Bestimmen Sie das Spinsystem der Protonen: (3 P)







2. NOE
   a) Was bedeutet diese Abkürzung (1 P)
   b) Was ist der NOE ?(1 P)
   c) Zeigen Sie seine Wirkung am Beispiel 13C (1H-entkoppelt) (1 P)
   d) Zeigen Sie seine Wirkung am Beispiel NOESY (1 P)

3. Zeichnen Sie die Signale (mit Multiplettstruktur), die man für das Lösungsmittel d_6-DMSO (99 %ig) im ^{1}H -Spektrum (bei δ=2.49 ppm) und im ^{13}C-Spektrum (bei δ=40 ppm) erwartet. Erklärung! (2P)