SS 2007 Name ……..

Spektroskopie und Beugung I (NMR)
SS 2007 Nachholklausur

4.9.2007

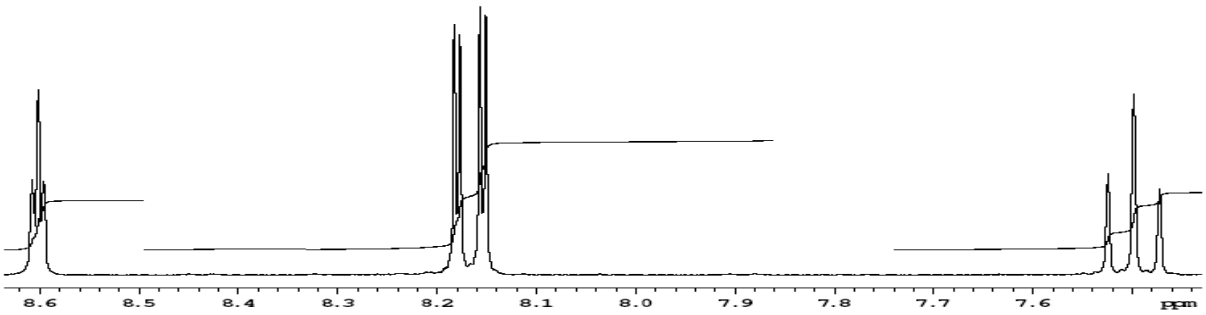
Frage 1: (7 Punkte)

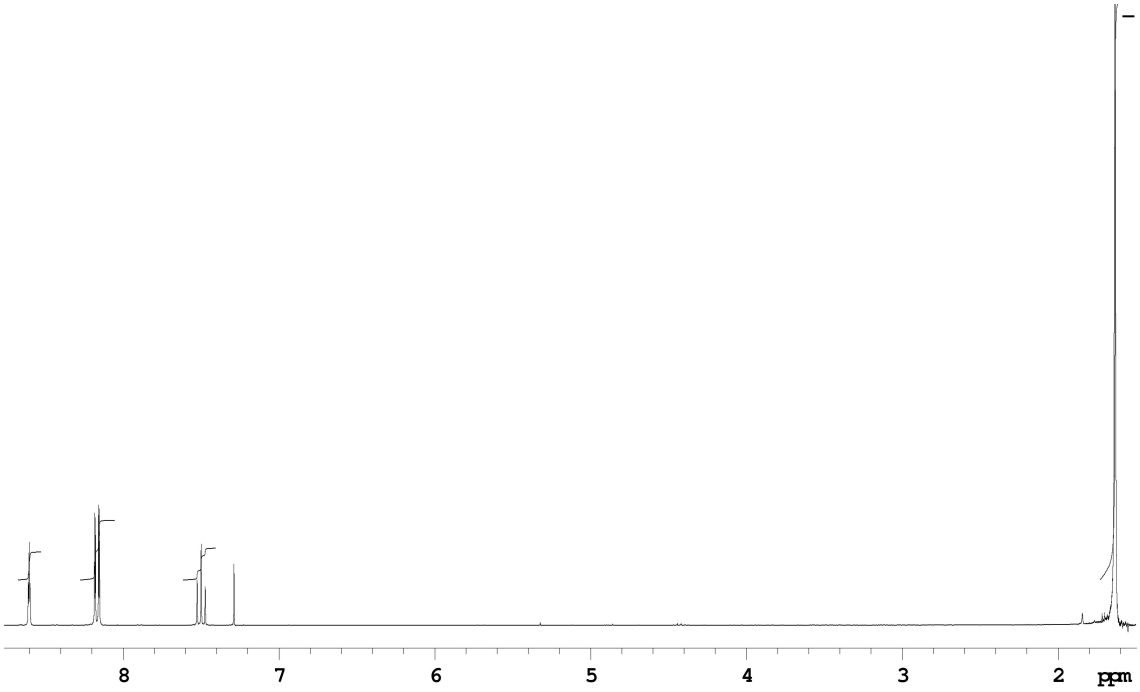
Auf Seite 2 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: $C_{16}H_{22}O_4$.

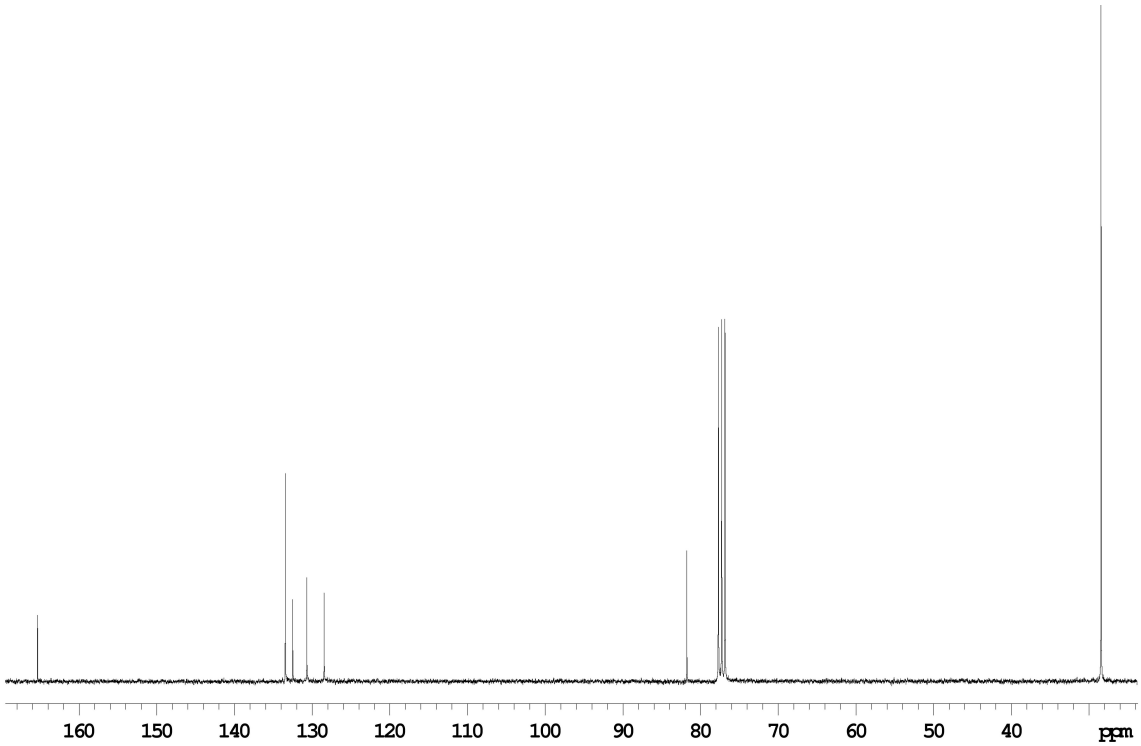
1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund des ^{1}H- , ^{13}C- und DEPT-Spektren? (3 P)

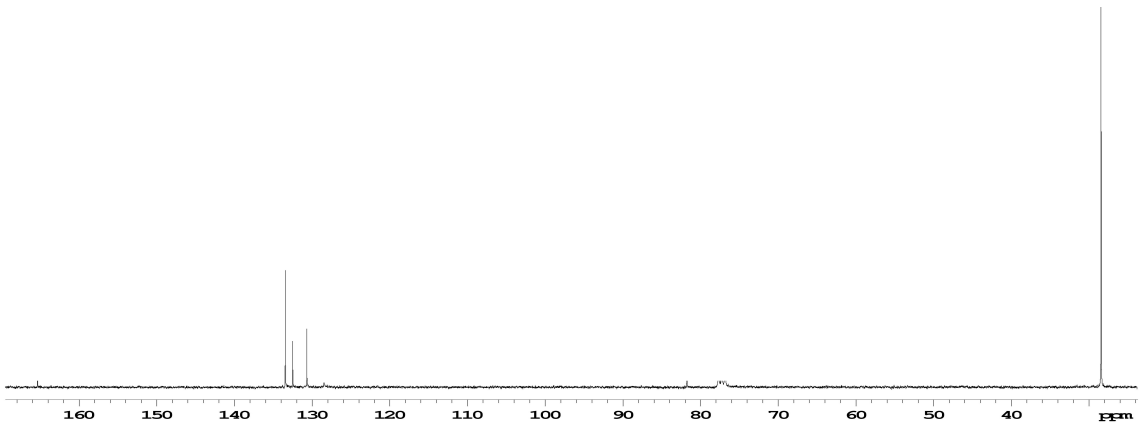
2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an und ordnen Sie die ^{1}H-Signale zu. (2 P)

3. Zeichnen Sie den Splittingschlüssel für die aromatischen Protonen. (2 P)




8
7
6
5
4
3
2
ppm


160
150
140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
40
ppm


160
150
140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
40
ppm

Frage 2: (11 Punkte)

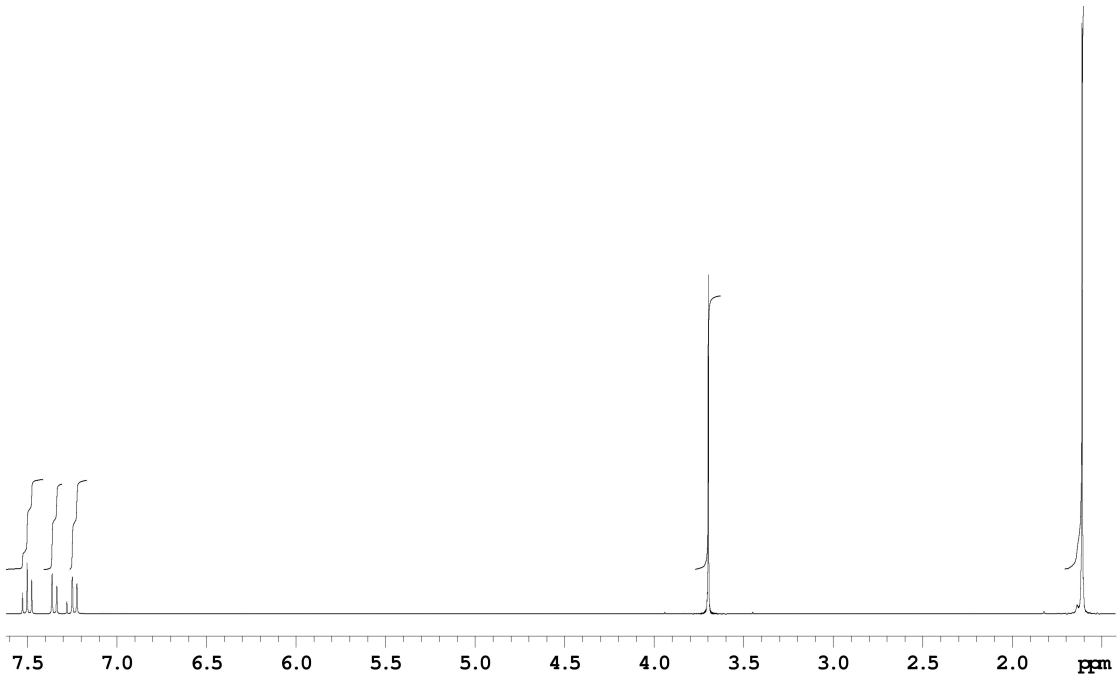
Auf Seite 4 sind die NMR-Spektren eines Pyridin-Derivates mit folgender Summenformel abgebildet: $C_{10}H_{12}BrNO_2$.

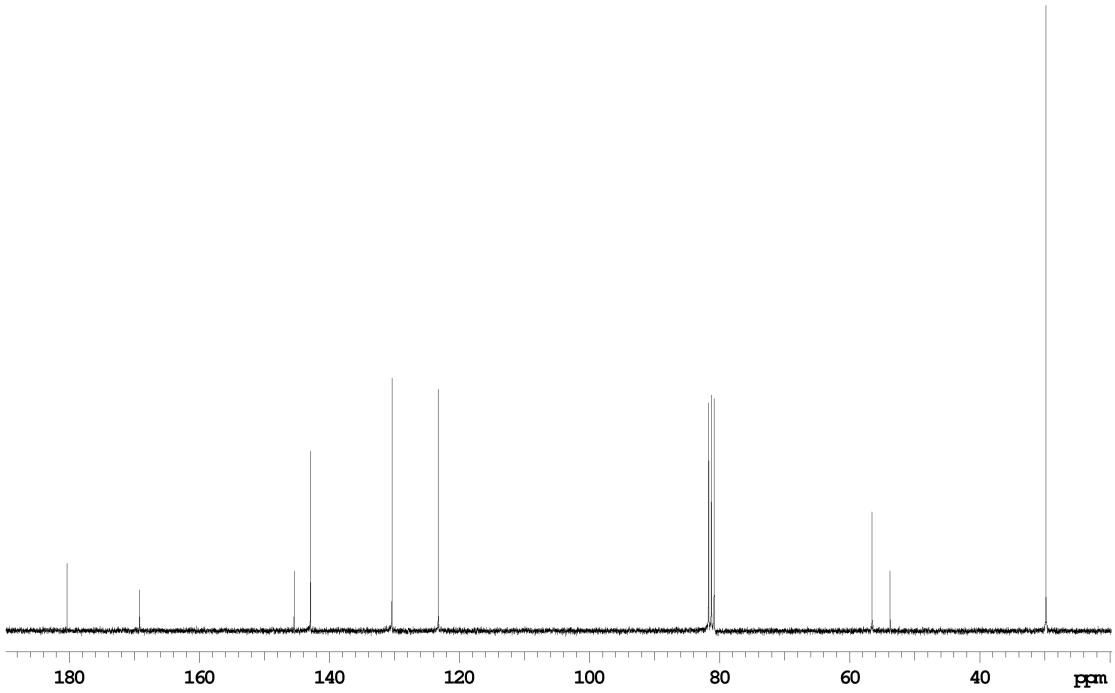
1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund des ^{1}H- , ^{13}C- und DEPT-Spektren? (3 P)

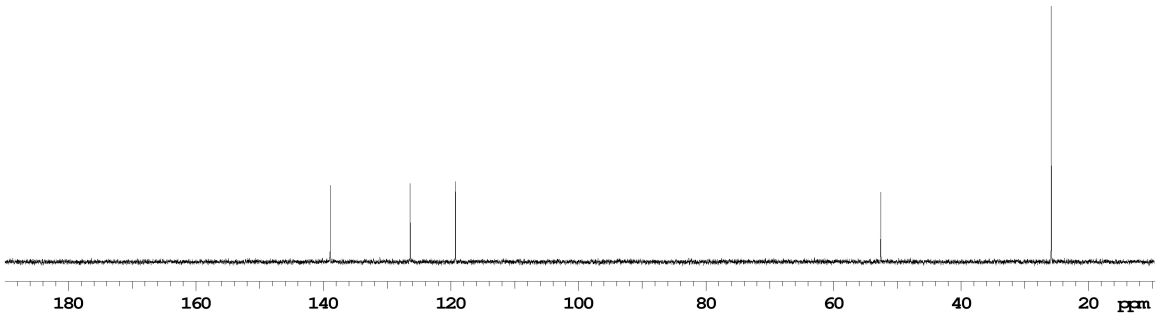
2. Ordnen Sie möglichst viele Signale zu, um dann auch das HMBC-Spektrum interpretieren zu können. (3 P)

3. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. Beachten Sie dabei das HMBC-Spektrum, das nur $^{3}J_{CH}$-Kopplungen zeigt (3 P)

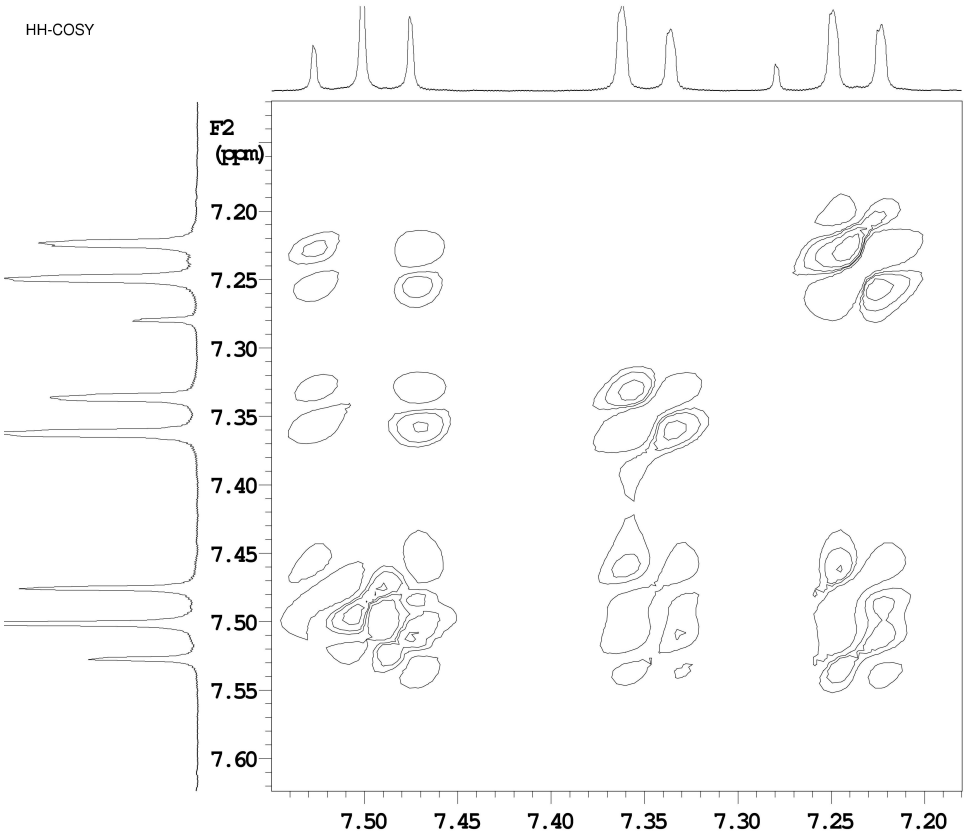
4. Ordnen Sie die C-Atome 1 und 2 zu und zeichnen Sie die sichtbaren Kopplungen im HMBC-Spektrum und in Ihre Struktur ein. (2 P)


7.5
7.0
6.5
6.0
5.5
5.0
4.5
4.0
3.5
3.0
2.5
2.0
ppm

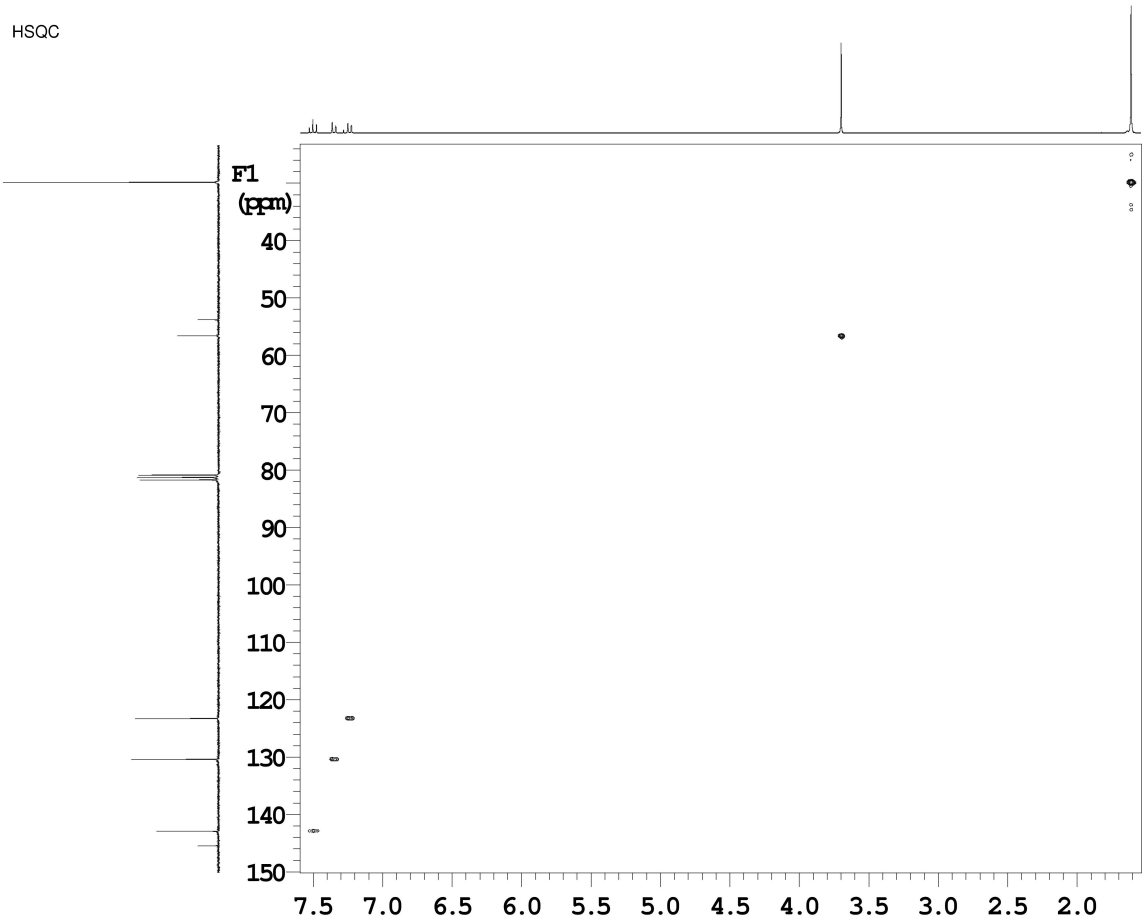

180
160
140
120
100
80
60
40
ppm


180
160
140
120
100
80
60
40
20
ppm

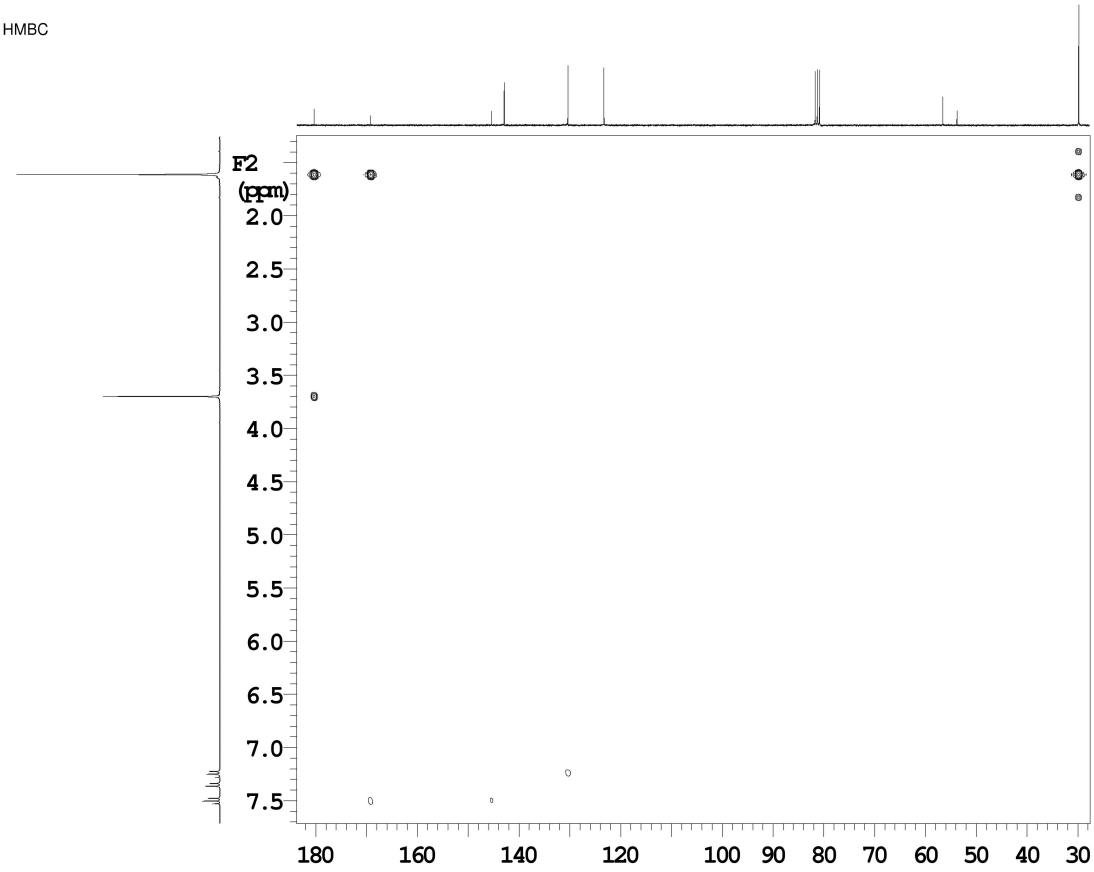
HH-COSY


F2
(ppm)
7.20
7.25
7.30
7.35
7.40
7.45
7.50
7.55
7.60
7.50
7.45
7.40
7.35
7.30
7.25
7.20

HSQC


F1
(ppm)
40
50
60
70
80
90
100
110
120
130
140
150
7.5
7.0
6.5
6.0
5.5
5.0
4.5
4.0
3.5
3.0
2.5
2.0

HMBC


F2
(ppm)
2.0
2.5
3.0
3.5
4.0
4.5
5.0
5.5
6.0
6.5
7.0
7.5
180
160
140
120
100
90
80
70
60
50
40
30

Frage 3: (10 Punkte)

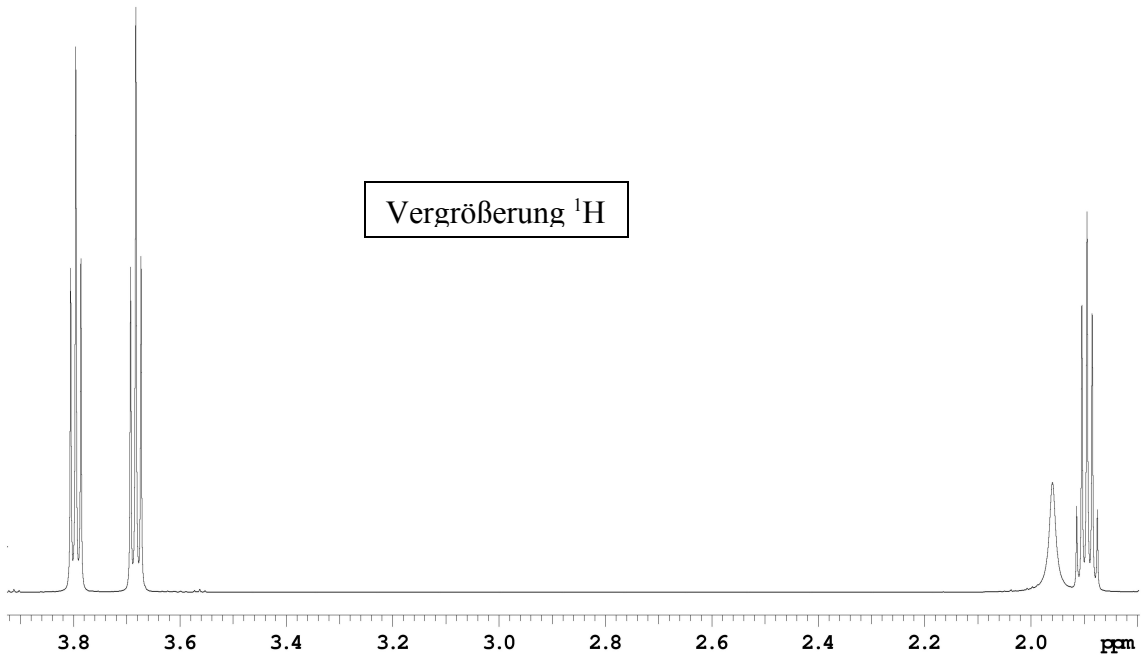
Auf Seite 8 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: $C_{11}H_{13}NO_2$

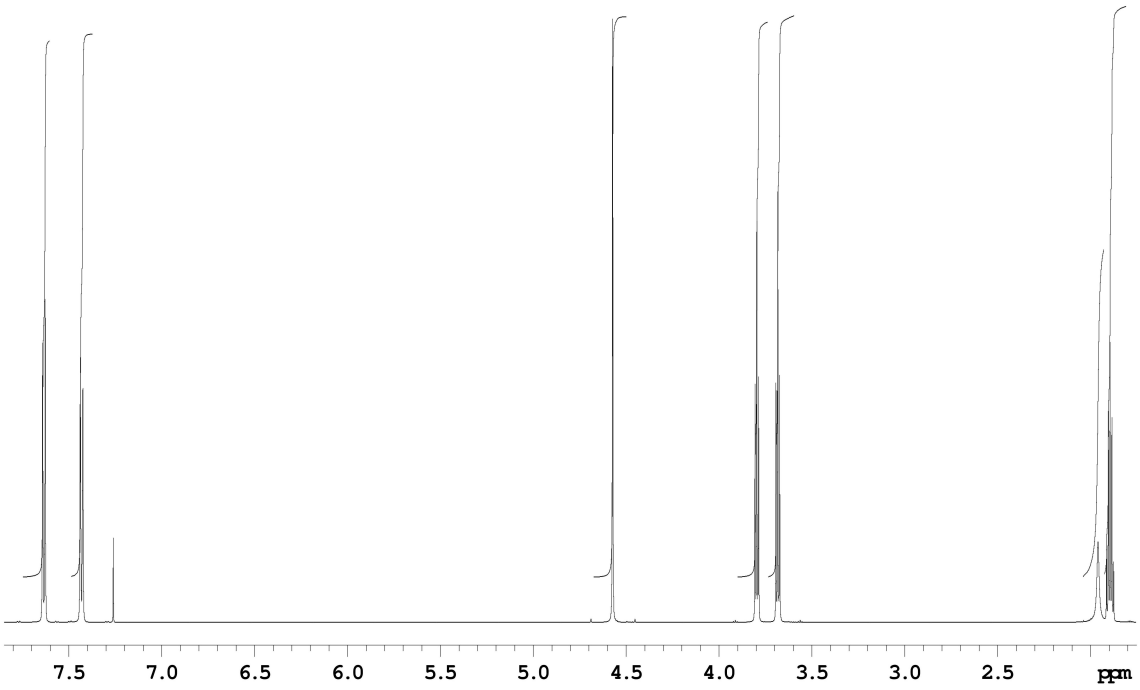
Hinweis: CN-Gruppe ist enthalten.

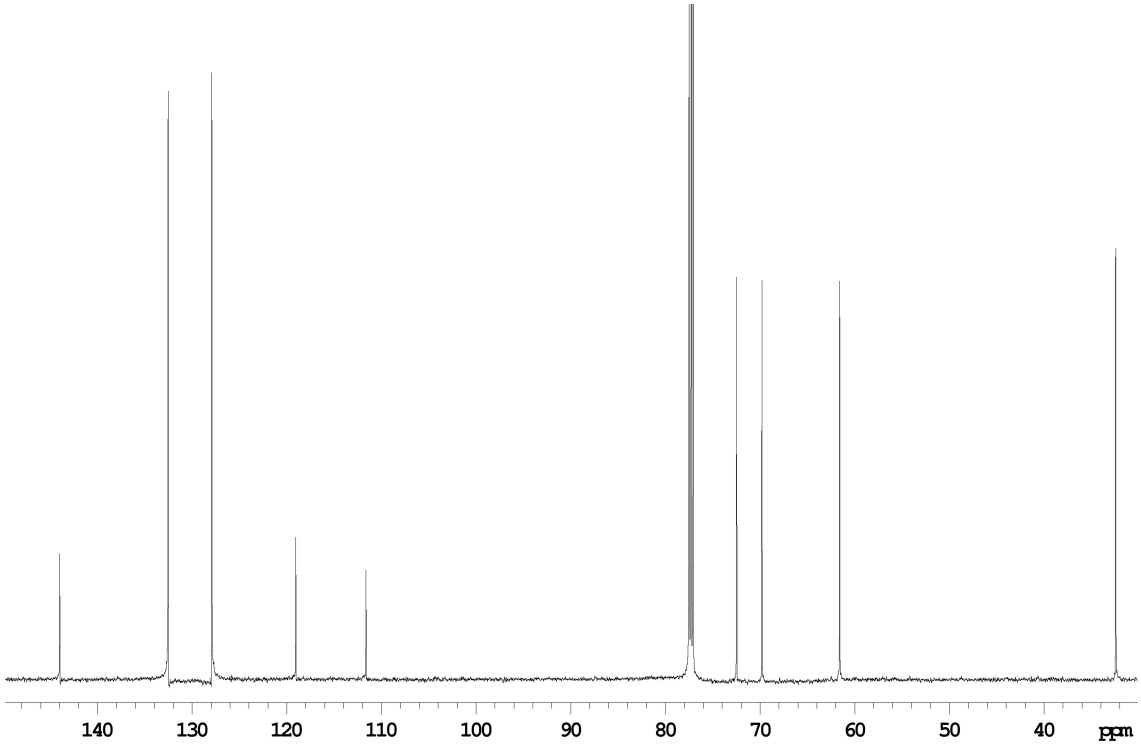
1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der NMR-Spektren?. Ordnen Sie die Signale so gut wie mögich zu. (5 P)

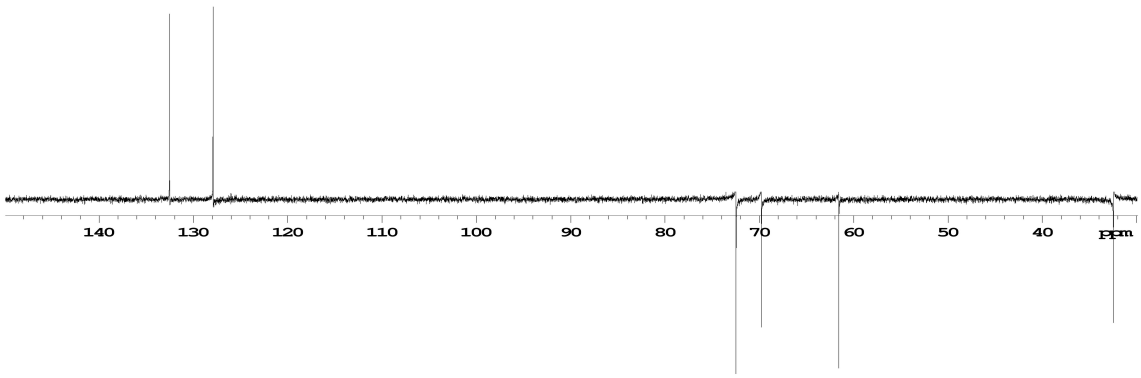
2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. (2 P)

3. Ordnen Sie die ^{13}C-Atome 1, 4 und 6 zu. Begründen Sie Ihre Zuordnung, indem Sie im HMBC sichtbare, relevante Kopplungen in Ihr Molekül einzeichnen. (3 P)

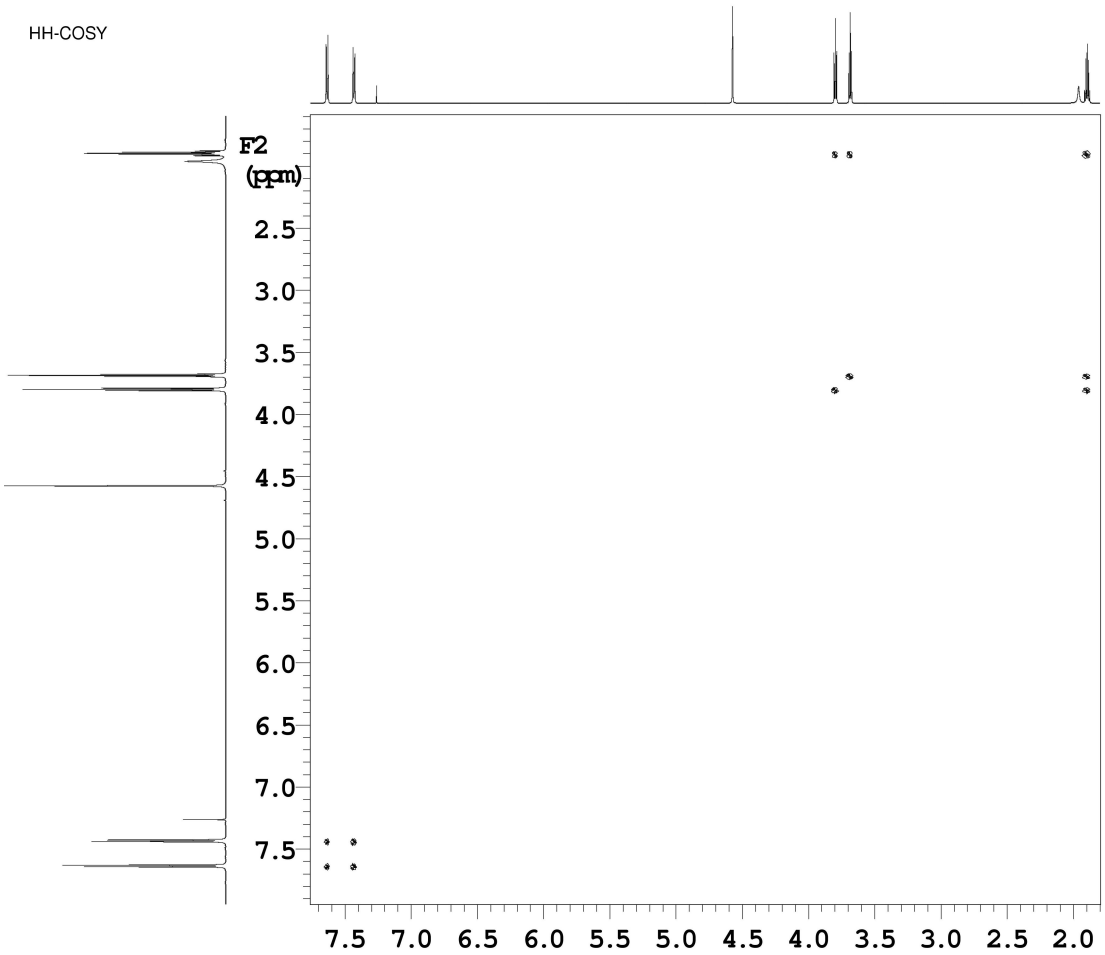



7.5
7.0
6.5
6.0
5.5
5.0
4.5
4.0
3.5
3.0
2.5
ppm

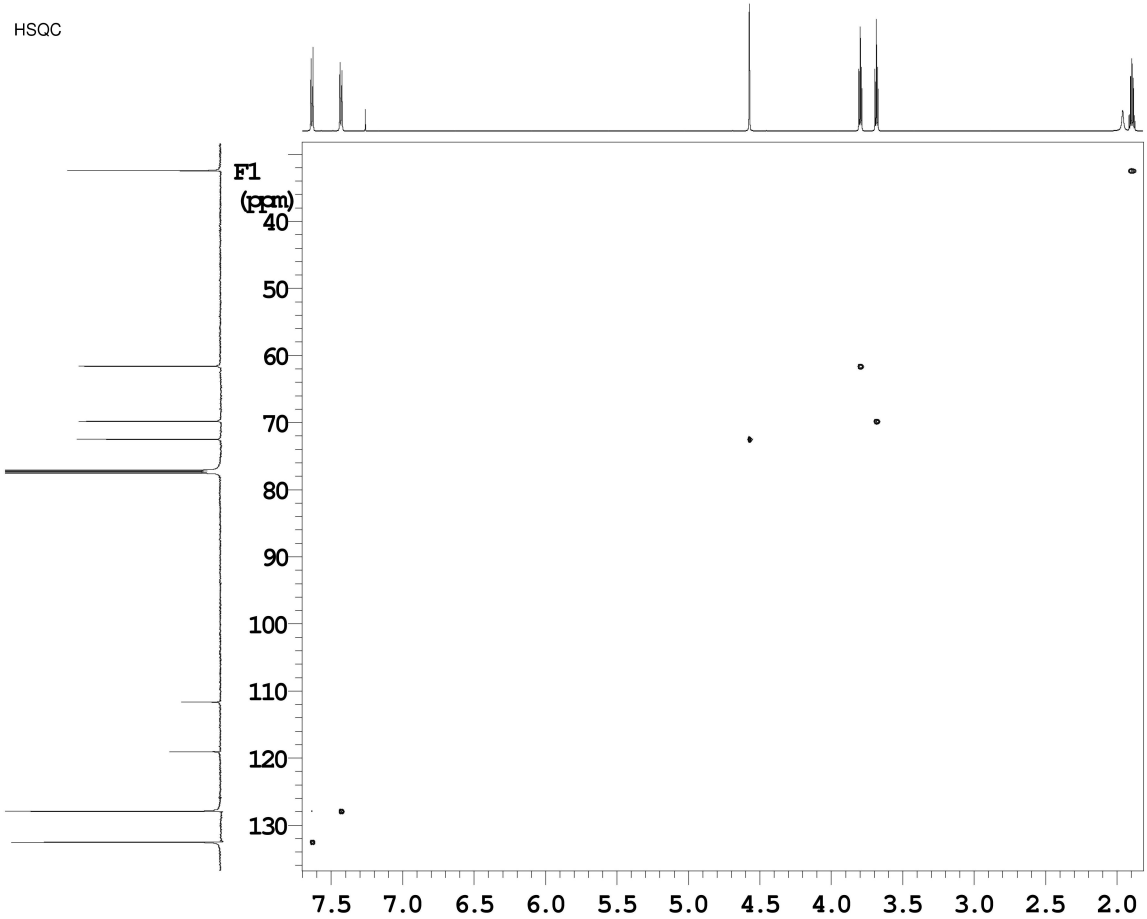

140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
40
ppm


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

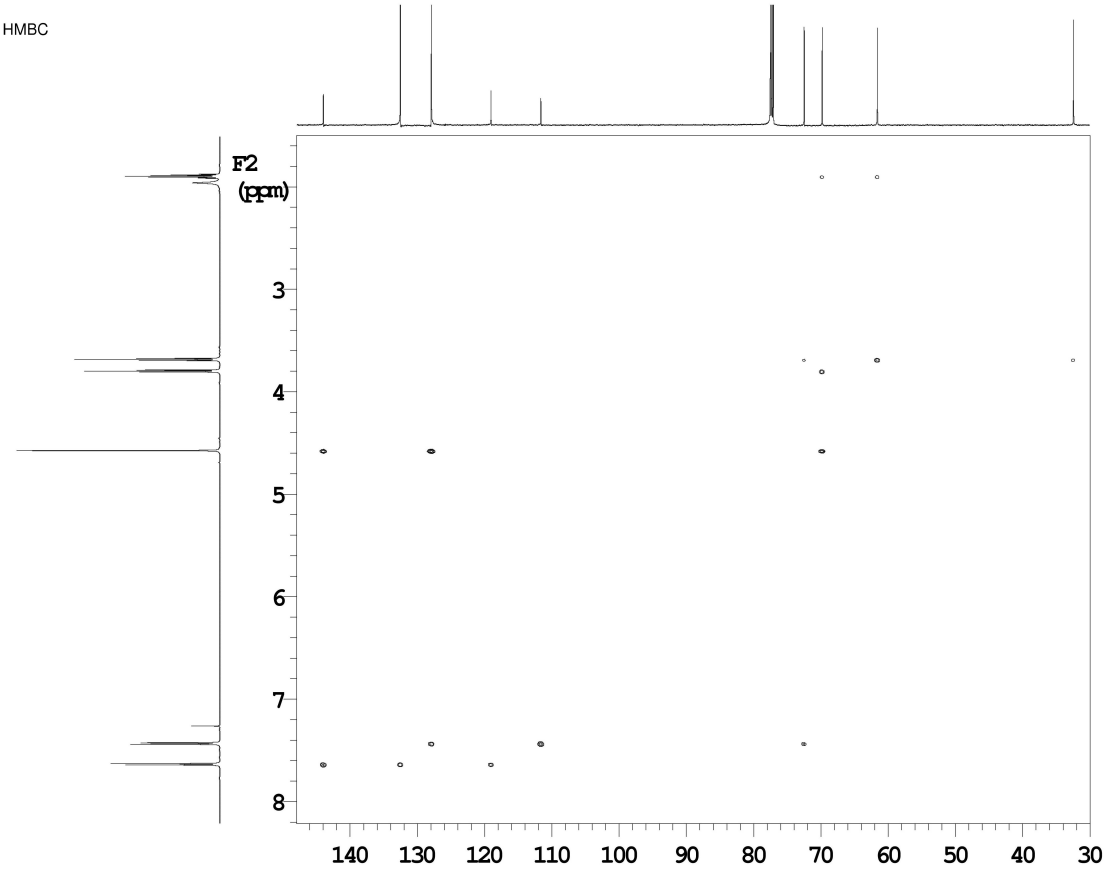
HH-COSY


F2
(ppm)
2.5
3.0
3.5
4.0
4.5
5.0
5.5
6.0
6.5
7.0
7.5
7.5 7.0 6.5 6.0 5.5 5.0 4.5 4.0 3.5 3.0 2.5 2.0

HSQC

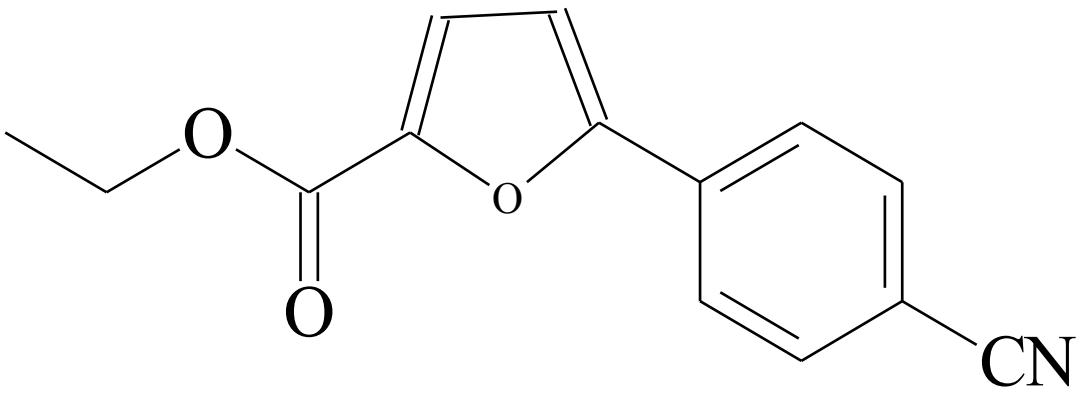

F1
(ppm)
40
50
60
70
80
90
100
110
120
130
7.5 7.0 6.5 6.0 5.5 5.0 4.5 4.0 3.5 3.0 2.5 2.0

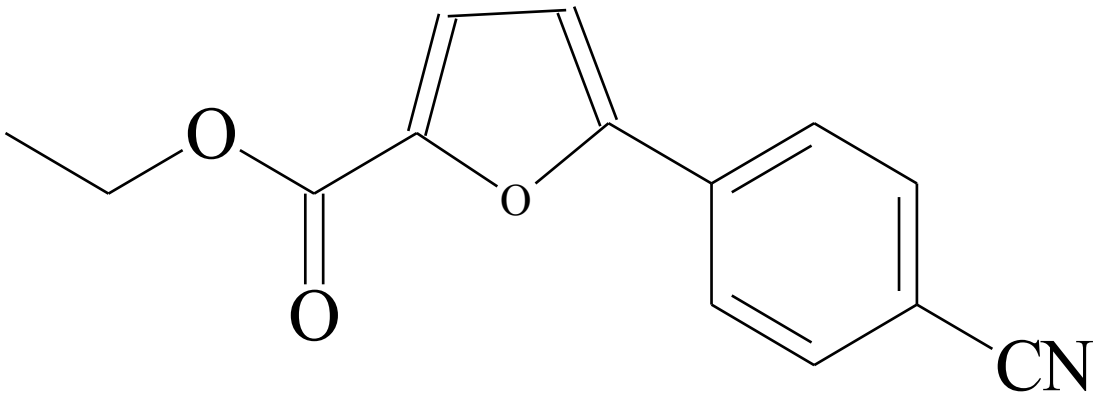
HMBC



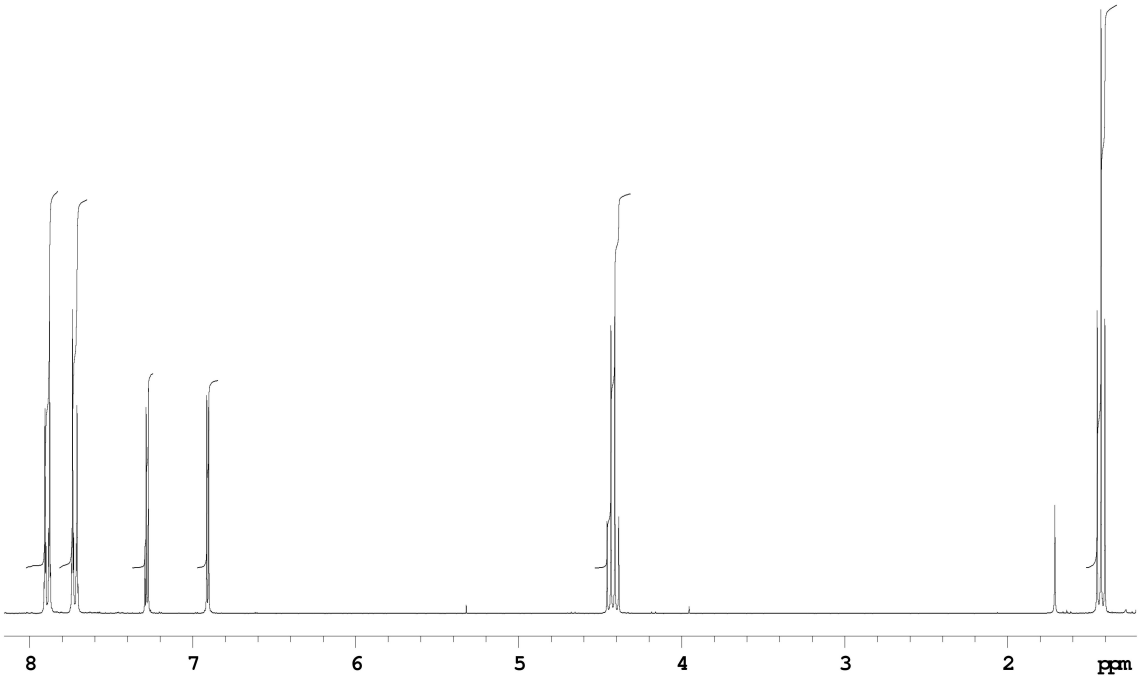
Frage 4: (14 Punkte)

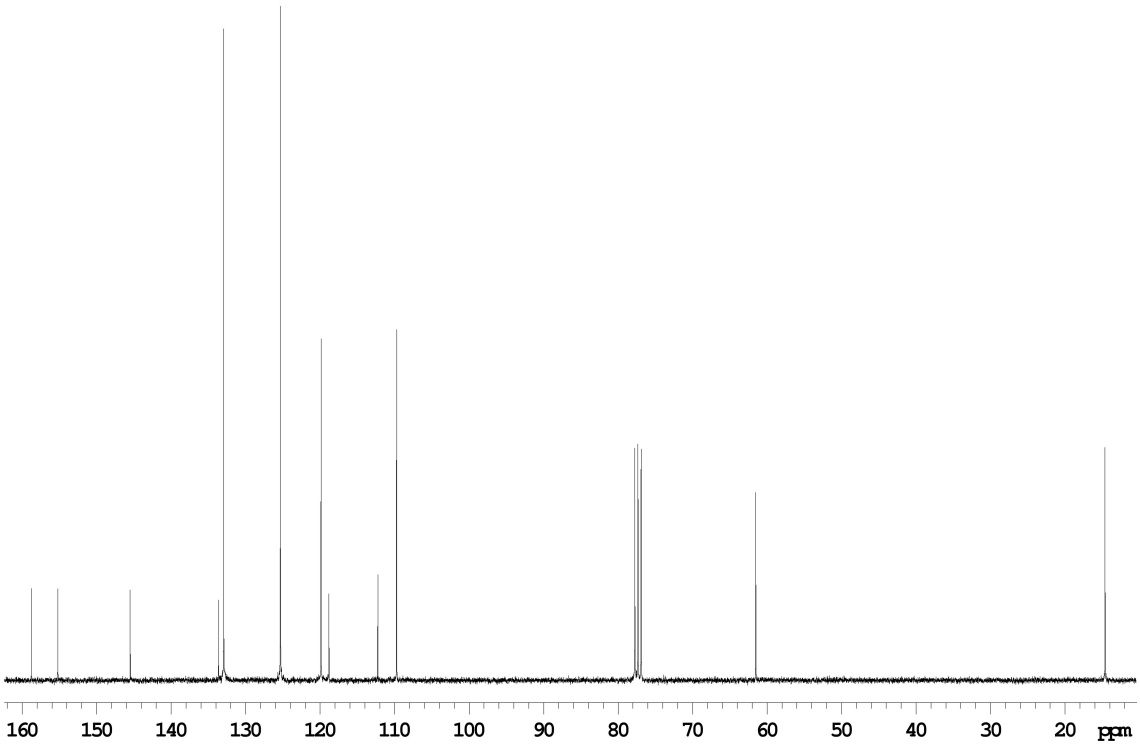
Auf Seite 12 ff sind die NMR-Spektren folgender Verbindungen gegeben

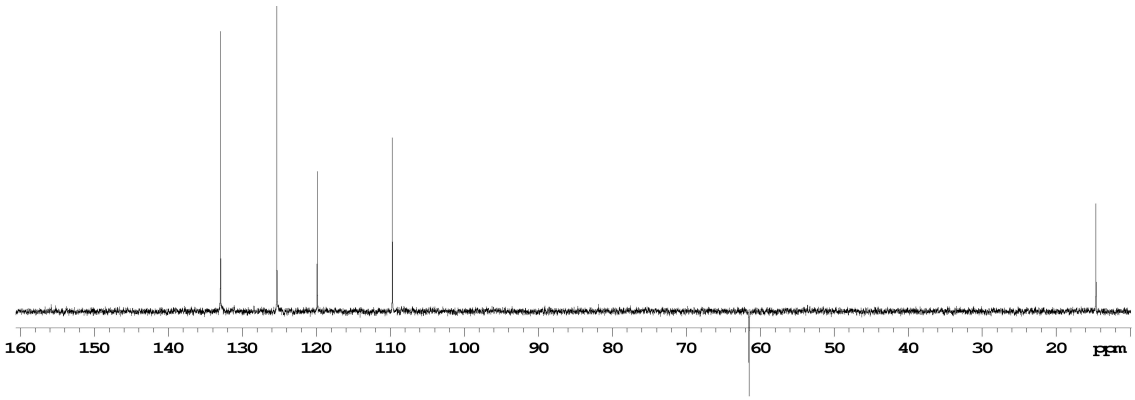




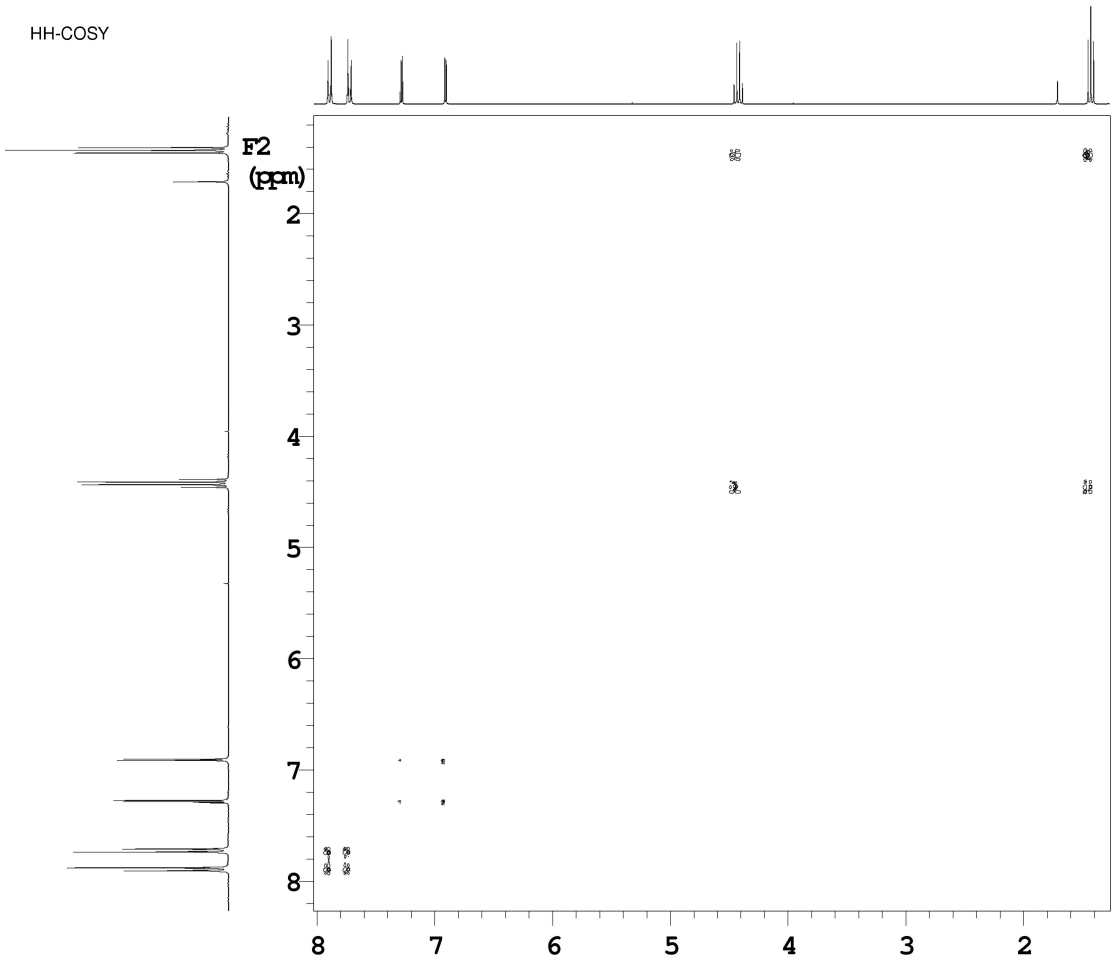
1. Ordnen Sie alle ^{13}C-Signale zu (12 P)
2. Berechnen Sie die Inkrement für C-Atome 9 und 11. (2 P)


8
7
6
5
4
3
2
ppm

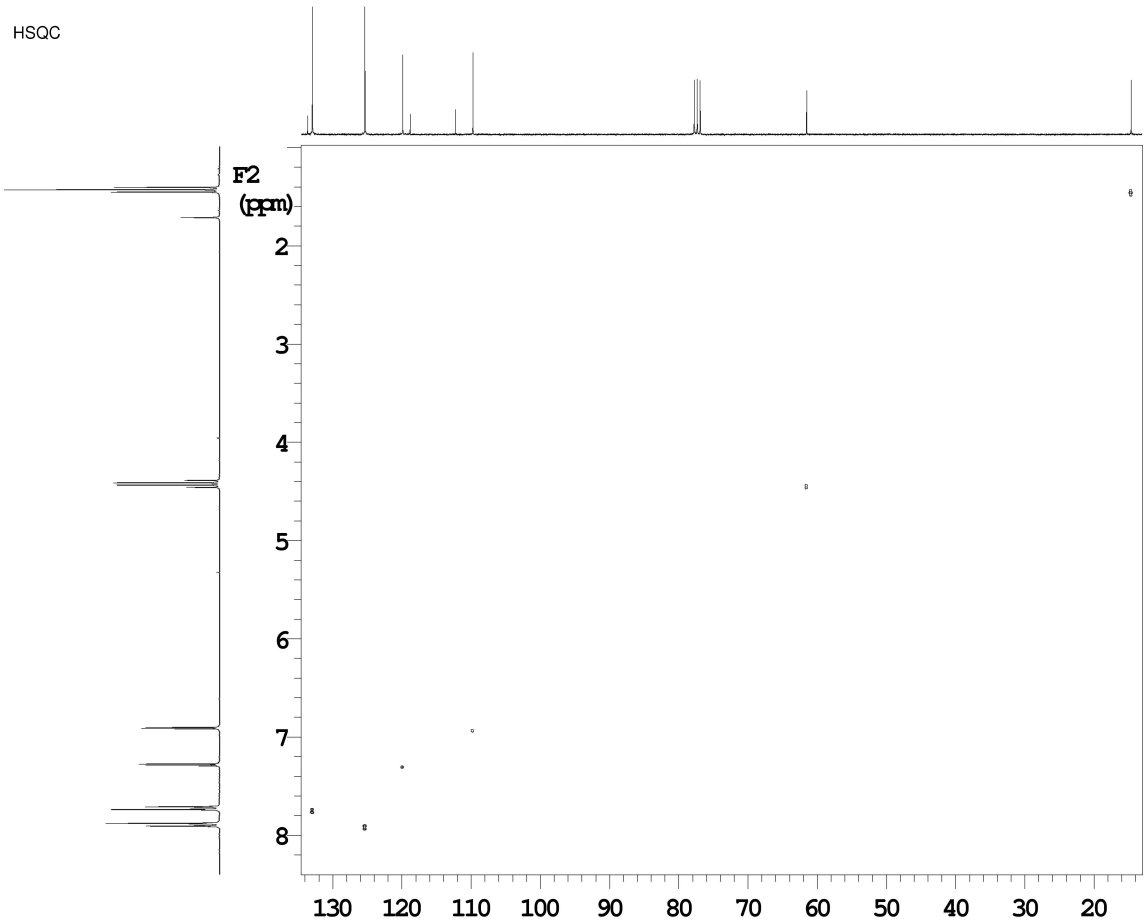

160
150
140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20
ppm

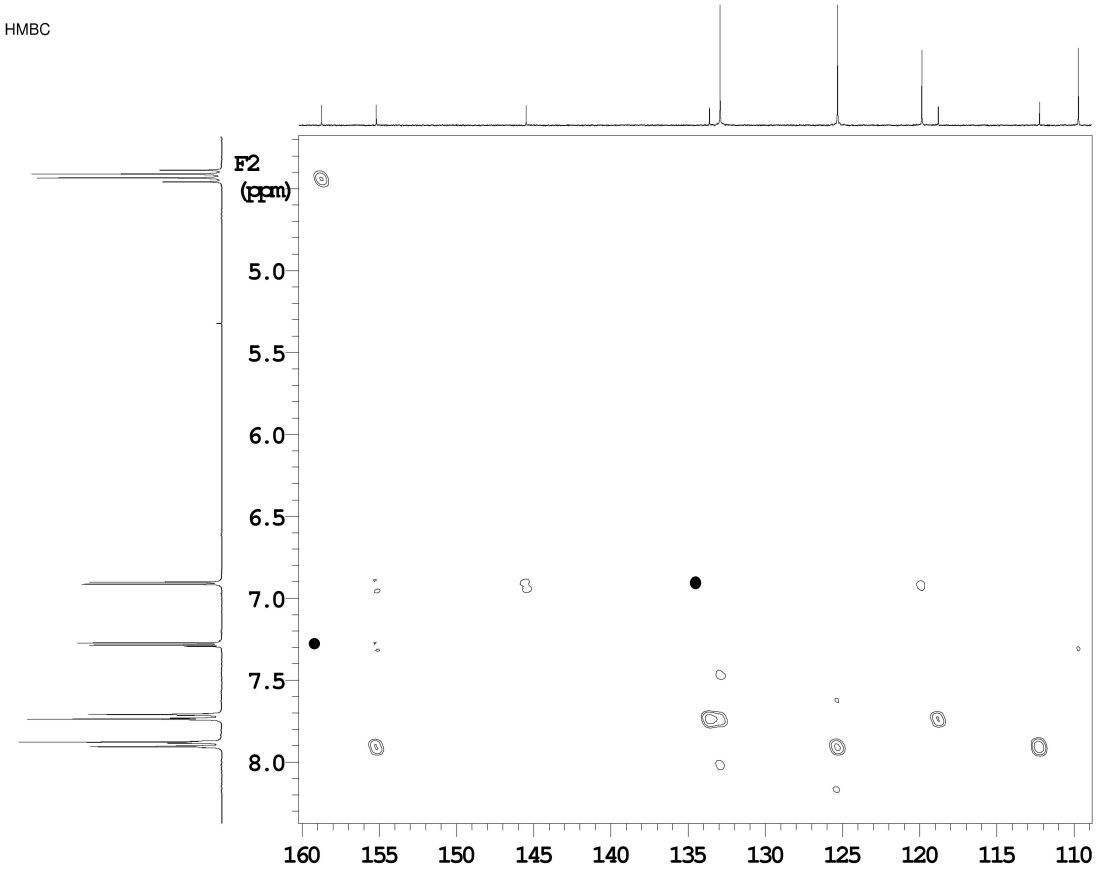

160
150
140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
40
30
20
ppm

HH-COSY


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

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)
5.0
5.5
6.0
6.5
7.0
7.5
8.0
160
155
150
145
140
135
130
125
120
115
110

Frage 5: Theorie (8 Punkte)

1. Nennen Sie 2 verschiedene Spinsysteme mit je einem Beispiel. (2 P)

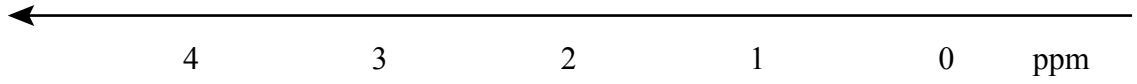
2. Warum verwendet man deuterierte Lösungsmittel in der NMR. (2 Gründe) (2 P)

3. Zeichnen Sie das ^{1}H- und $^{13}C(^{1}H$ entkoppelt)-Spektrum von d6-Aceton (100 %) und Essigsäureethylester. (4 P)

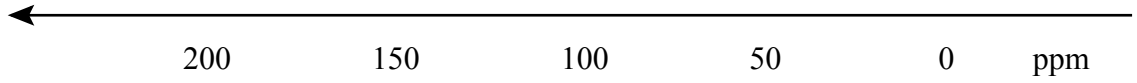
   Achten Sie dabei auf Verschiebung und Kopplungsmuster. Schätzen Sie die Verschiebungen ab.

d6-Aceton (100 %)

^{1}H

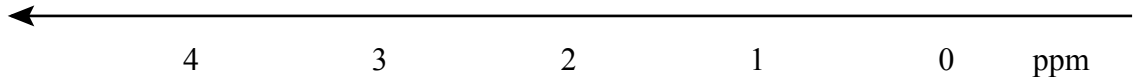
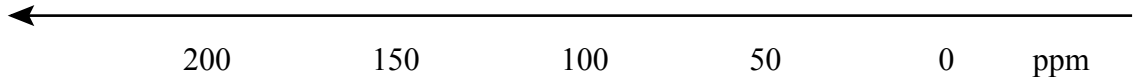


^{13}C



Essigsäureethylester

^{1}H



^{13}C