

## Spektroskopie 2 (NMR) WS 2012/13 Klausur

18.12.2012

### Frage 1: (8 Punkte)

Auf Seite 2 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:  $C_4H_8O$  .

$$DBA = 1 + \frac{1}{2}(8 - 8) = 1$$

1. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an?

(5 P)



2. Bestimmen Sie das Spinsystem der Protonen

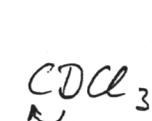
(1 P)



3. In welchem Lösungsmittel wurde die Probe gelöst?

Erklären Sie das Aufspaltungsmuster des Lsgmittels im  $^{13}C$ -Spektrum.

(2 P)



$$I(D) = 1$$

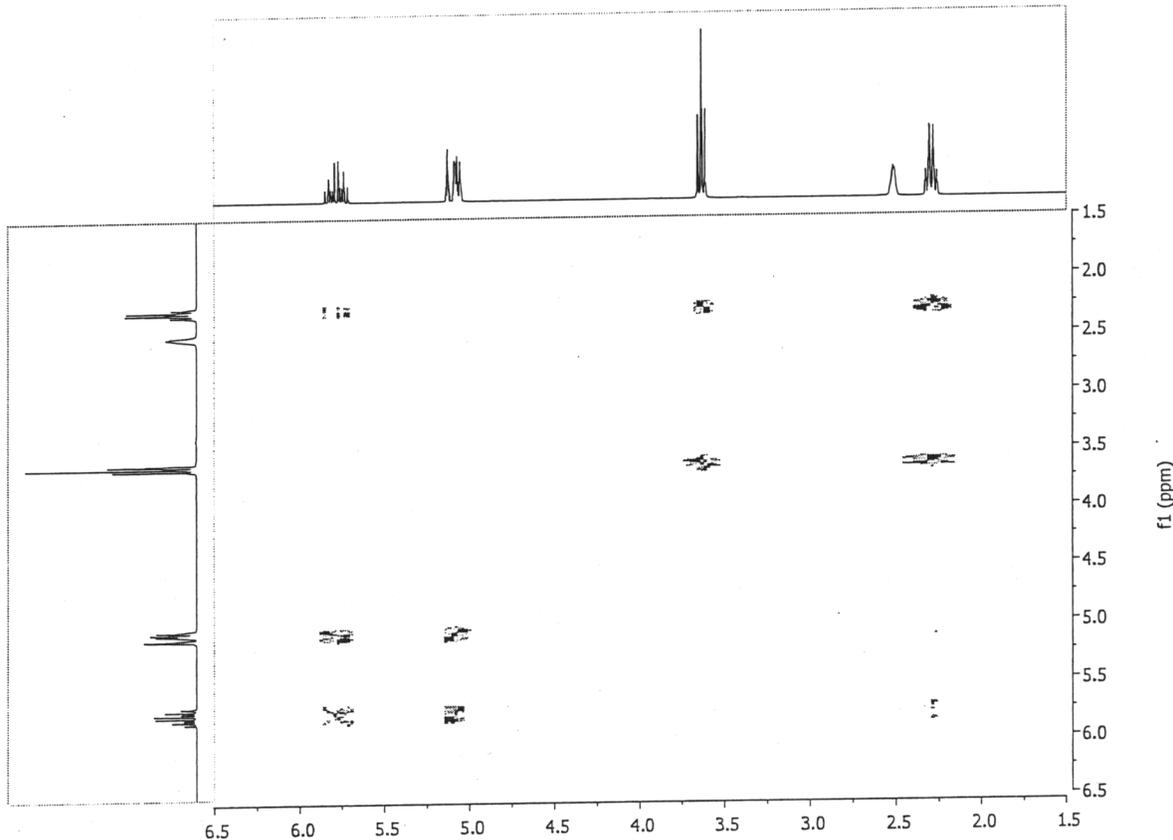
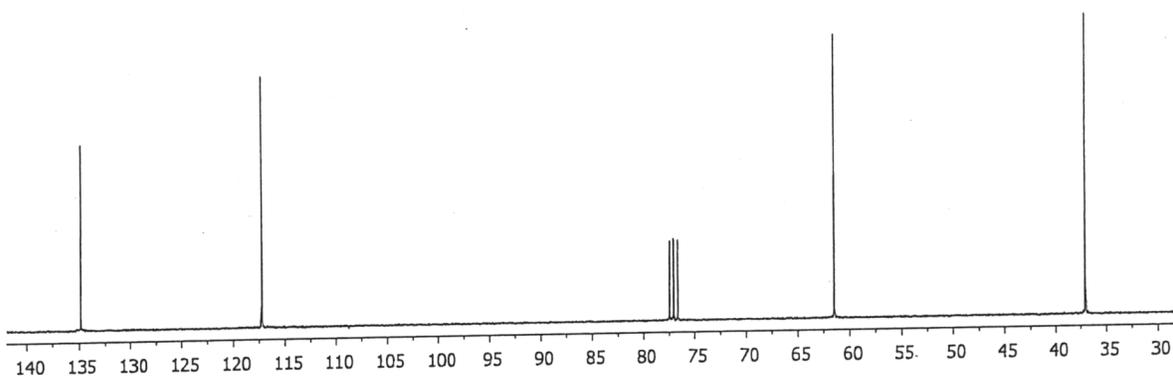
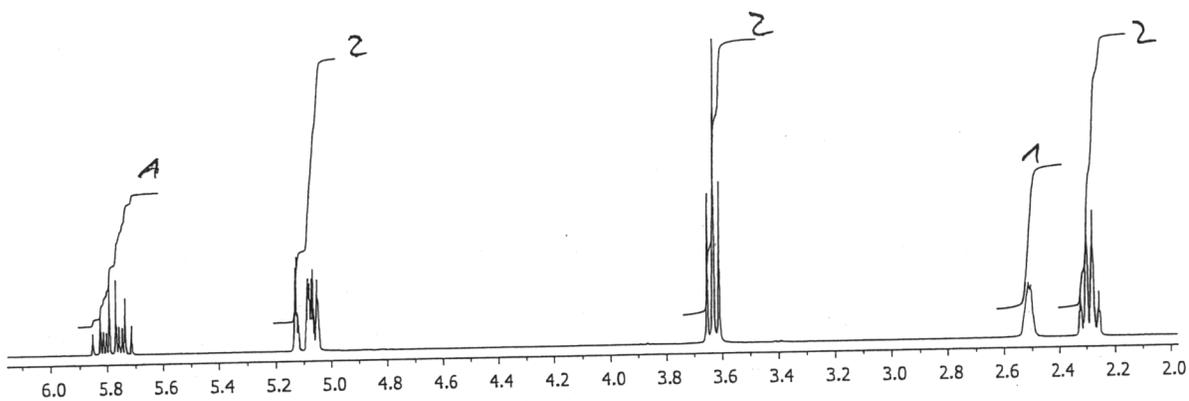
$$\hookrightarrow n \cdot 2 \cdot I + 1$$

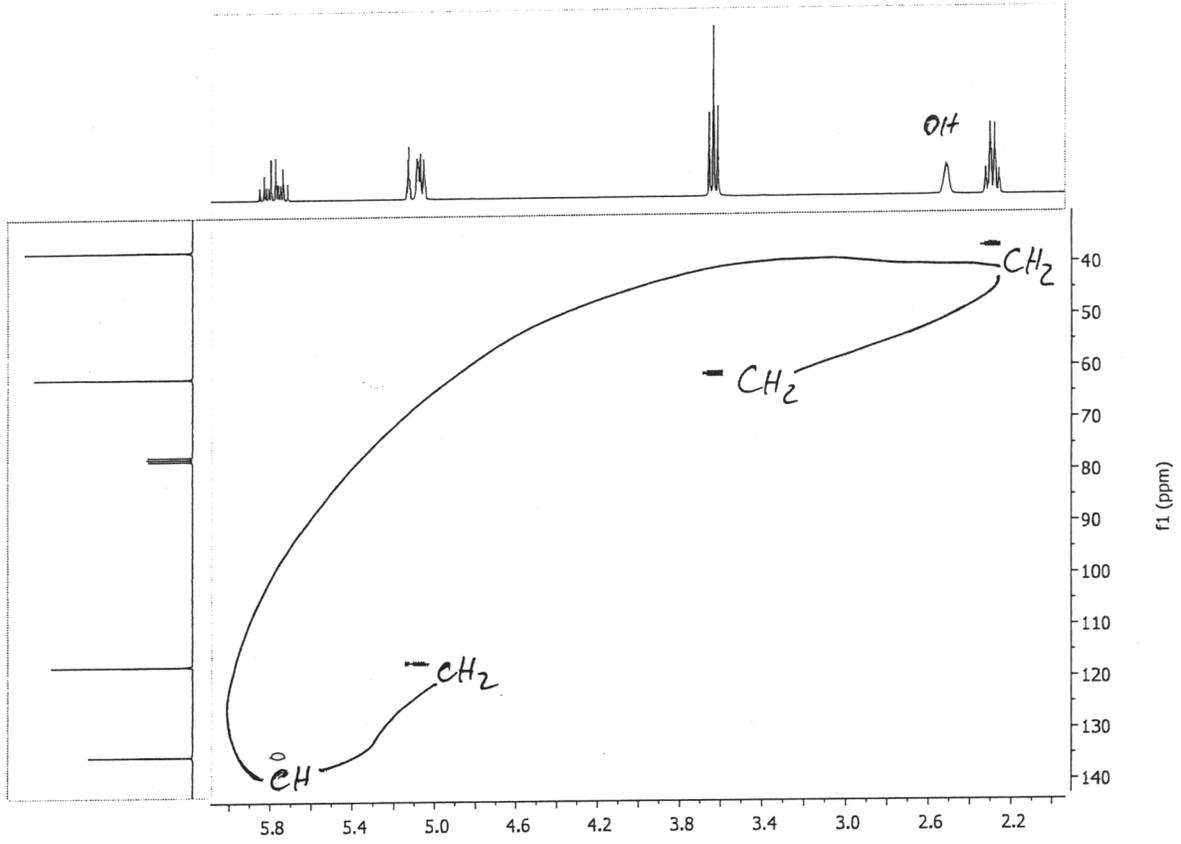
$$1 \cdot 2 \cdot 1 + 1 = \underline{\underline{3}}$$

$$n=0 \quad 1$$

$$n=1 \quad 1 \ 1 \ 1$$

← im Verhältnis 1:1:1



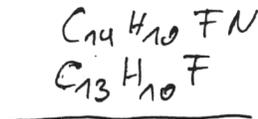
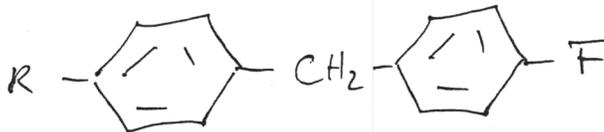


**Frage 2: (9 Punkte)**

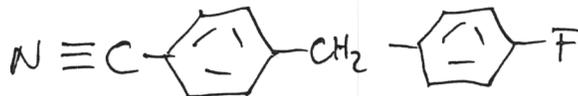
Auf Seite 5 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:  $C_{14}H_{10}FN$ .

$$DBA = 1 + \frac{1}{2} (28 - 10 - 1 + 1)$$

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der Spektren? = 10 (4 P)



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



3. Markieren Sie im  $^{13}C$ -Spektrum das C-Signal, an dem das F sitzt. (Mit Begründung) (2 P)

Dublett bei ca. 162 ppm

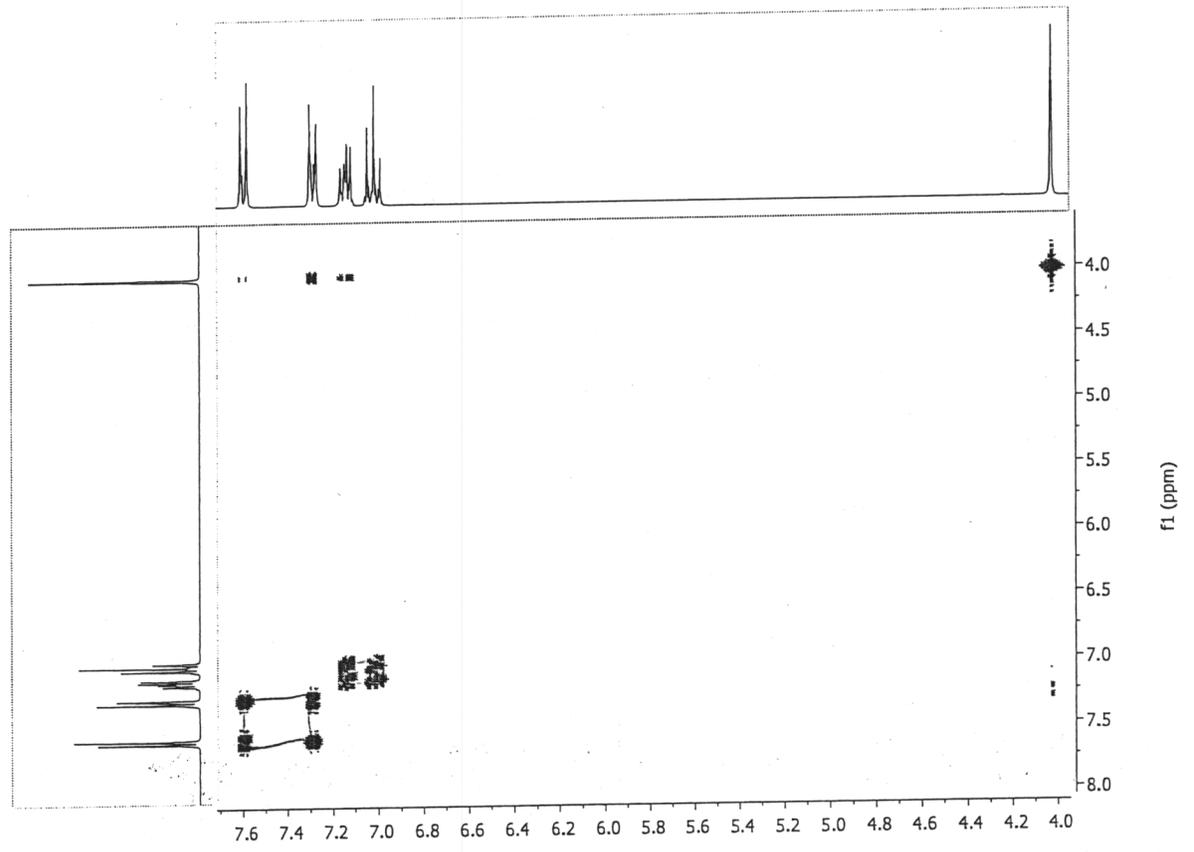
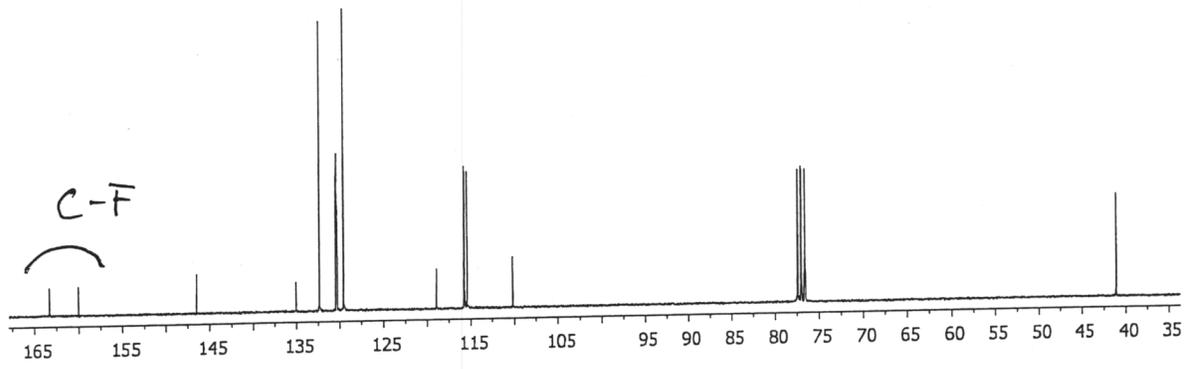
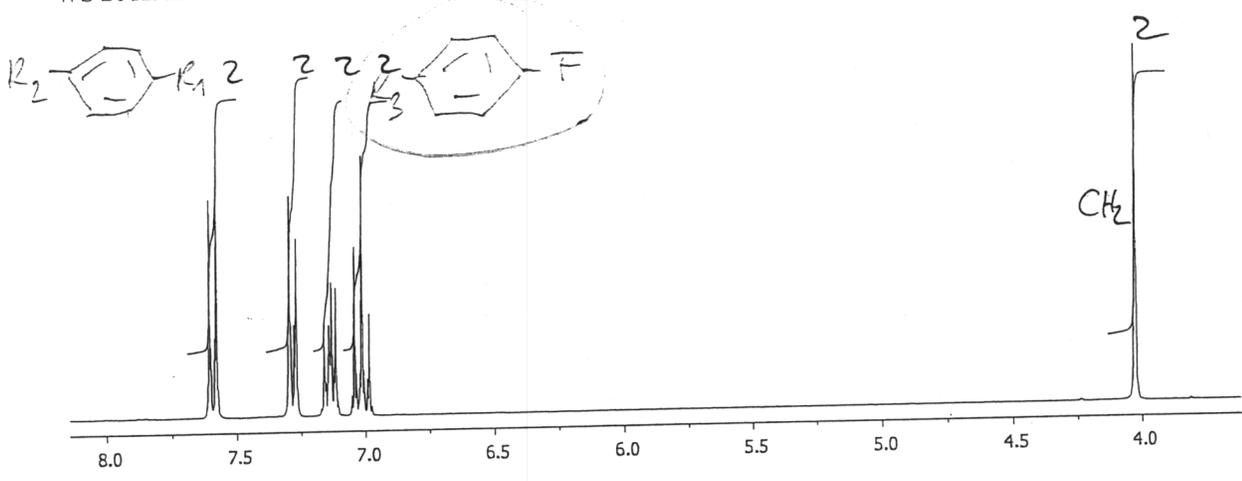
↳ wegen Aufspaltung zu F, sehr große Koppl. Konst., da F direkt neben C

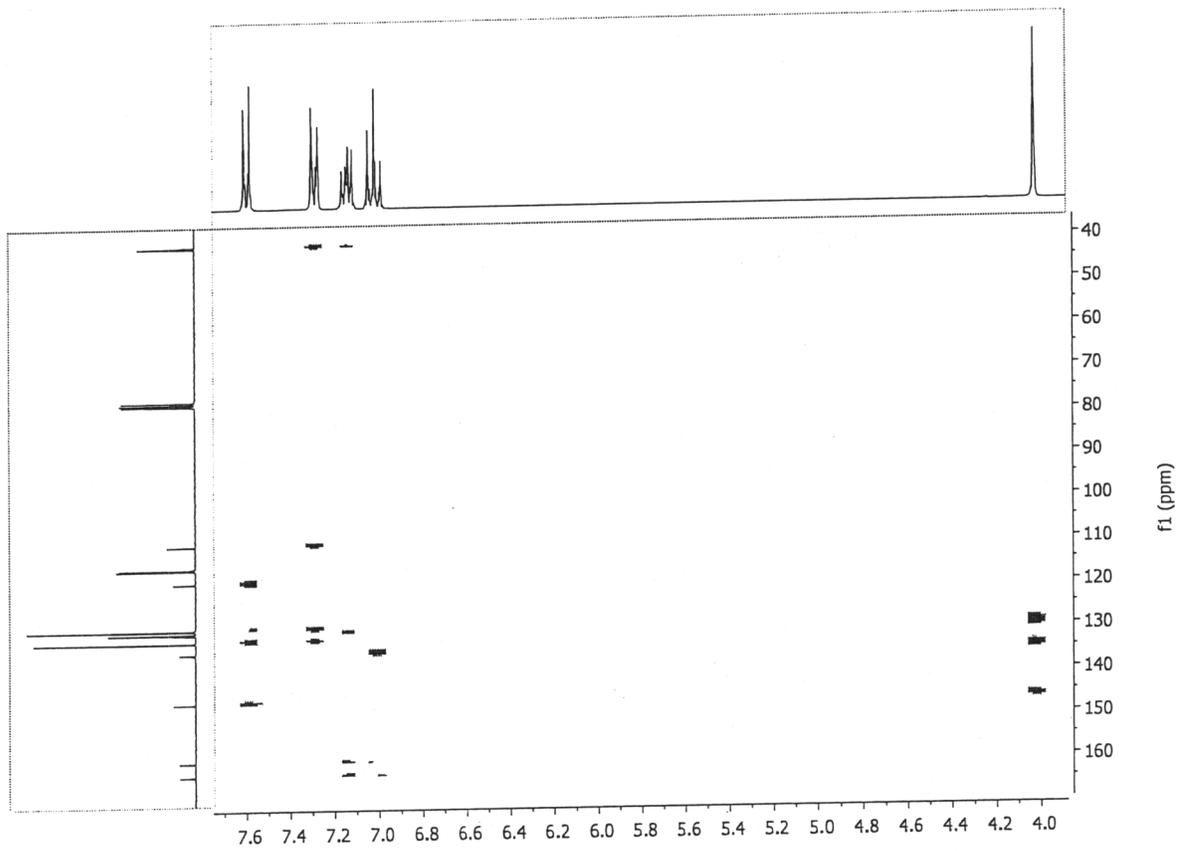
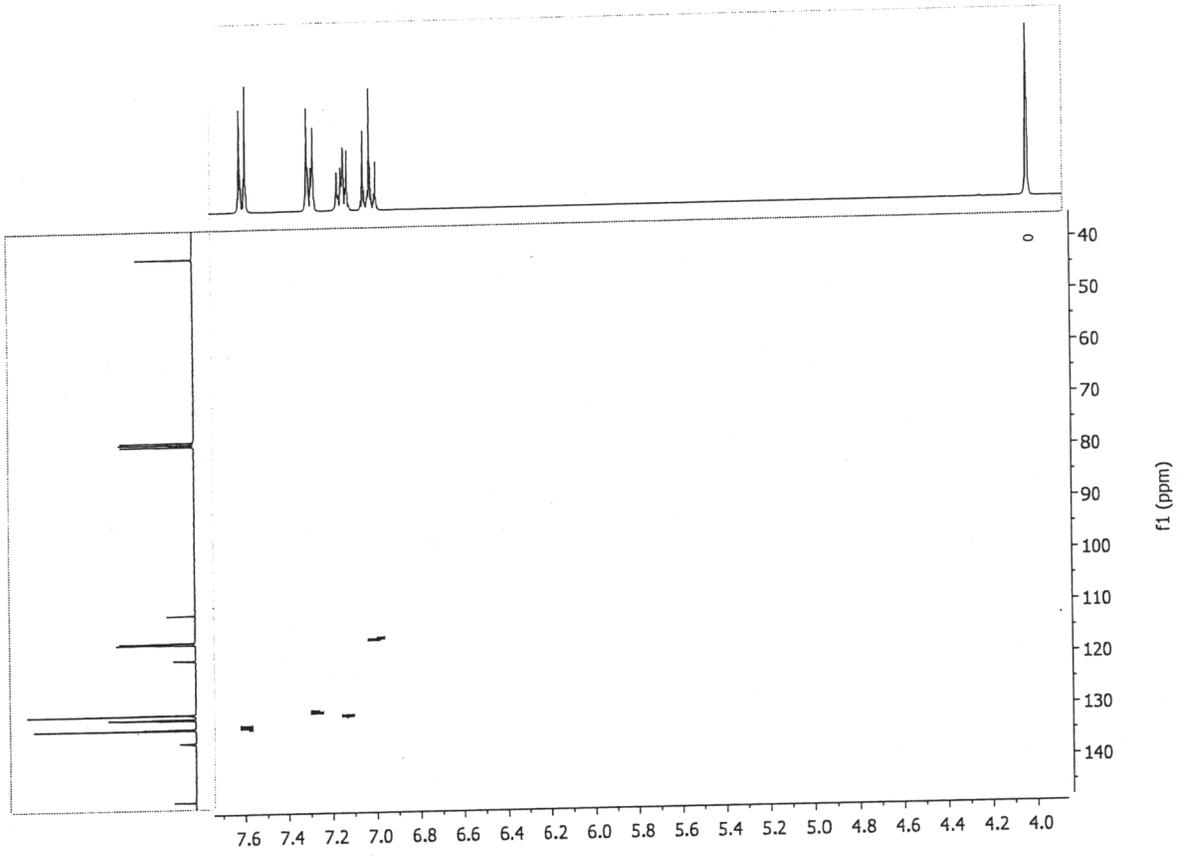
4. Bestimmen Sie das Spinsystem (1 P)

AA' BB' CC' DD' MM' X

WS 2012/13

Name: .....



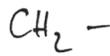
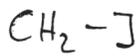
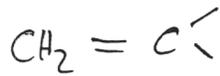


**Frage 3: (15 Punkte)**

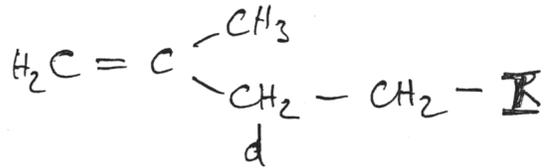
Auf Seite 8 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:  $C_5H_9I$ .

$$DBA' = 1 + \frac{1}{2} (10 - 9 - 1) = 1$$

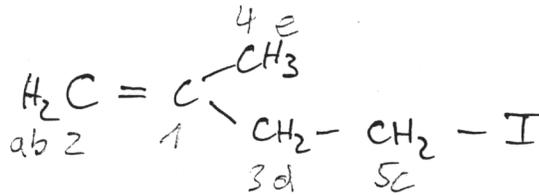
1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der Spektren? (5 P)



aus COSY



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



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

4. Berechnen Sie die Inkremente für C-Atom 1 und 3 (2 P)

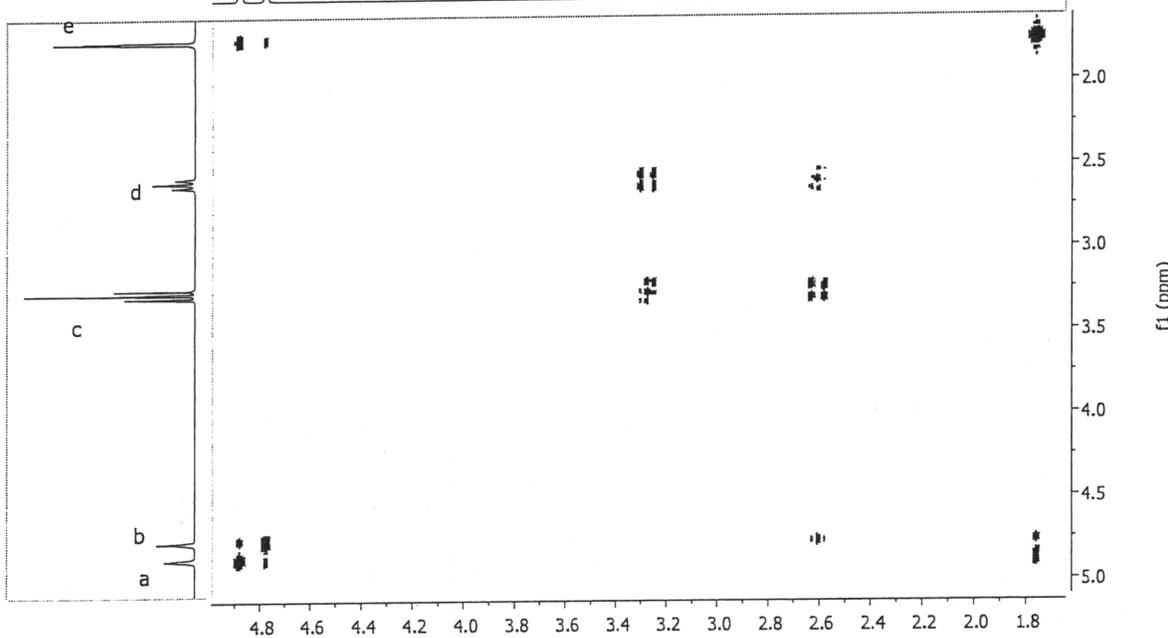
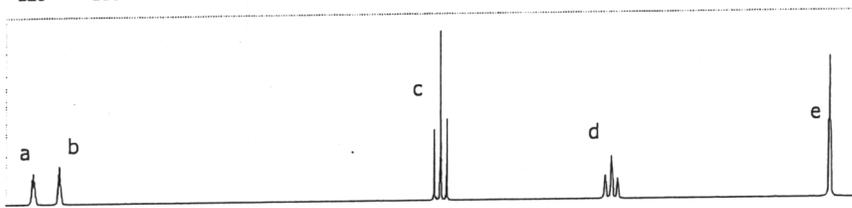
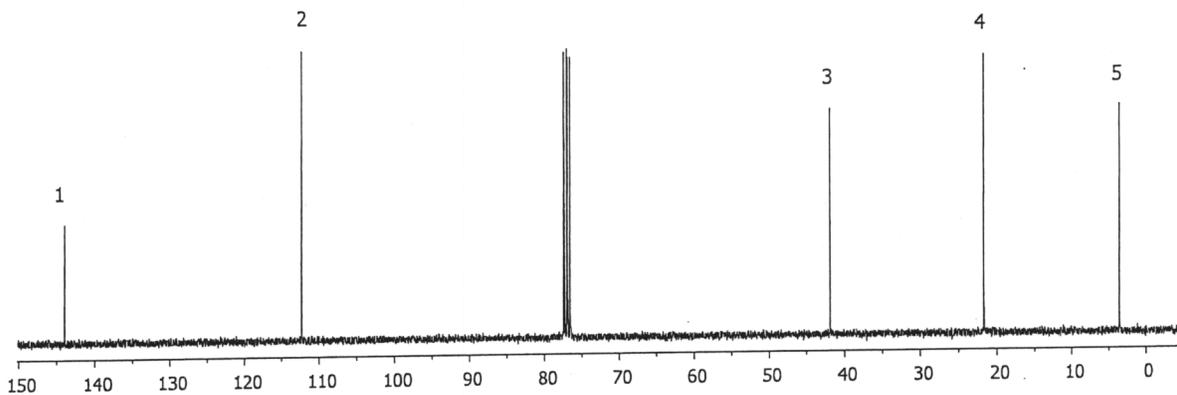
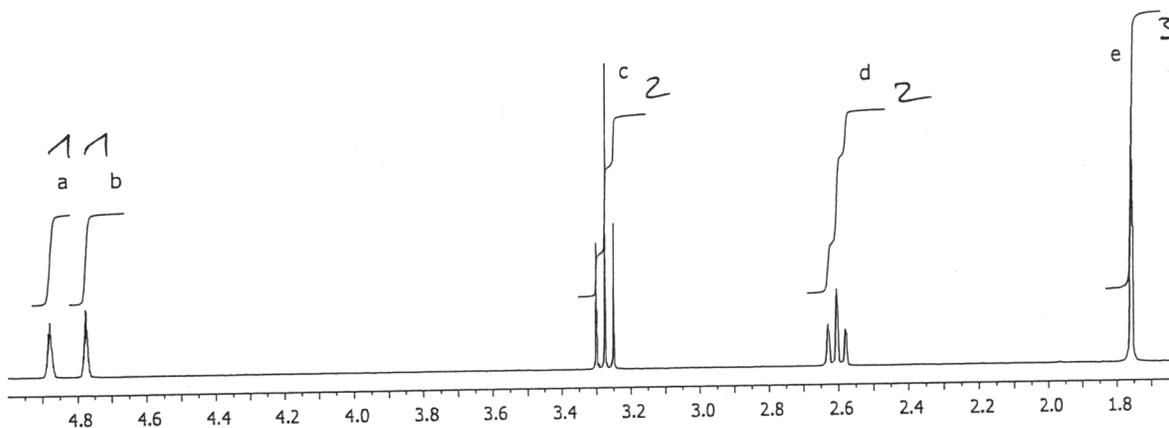
$$1: 123.5 + \overset{CH_3}{10.6} + \overset{Et}{15.5} = 149.6 \text{ ppm}$$

$$3: -2.3 + \overset{CH_3}{9.1} + \overset{CH=CH_3}{22.3} + 11.3 = 40.4 \text{ ppm}$$

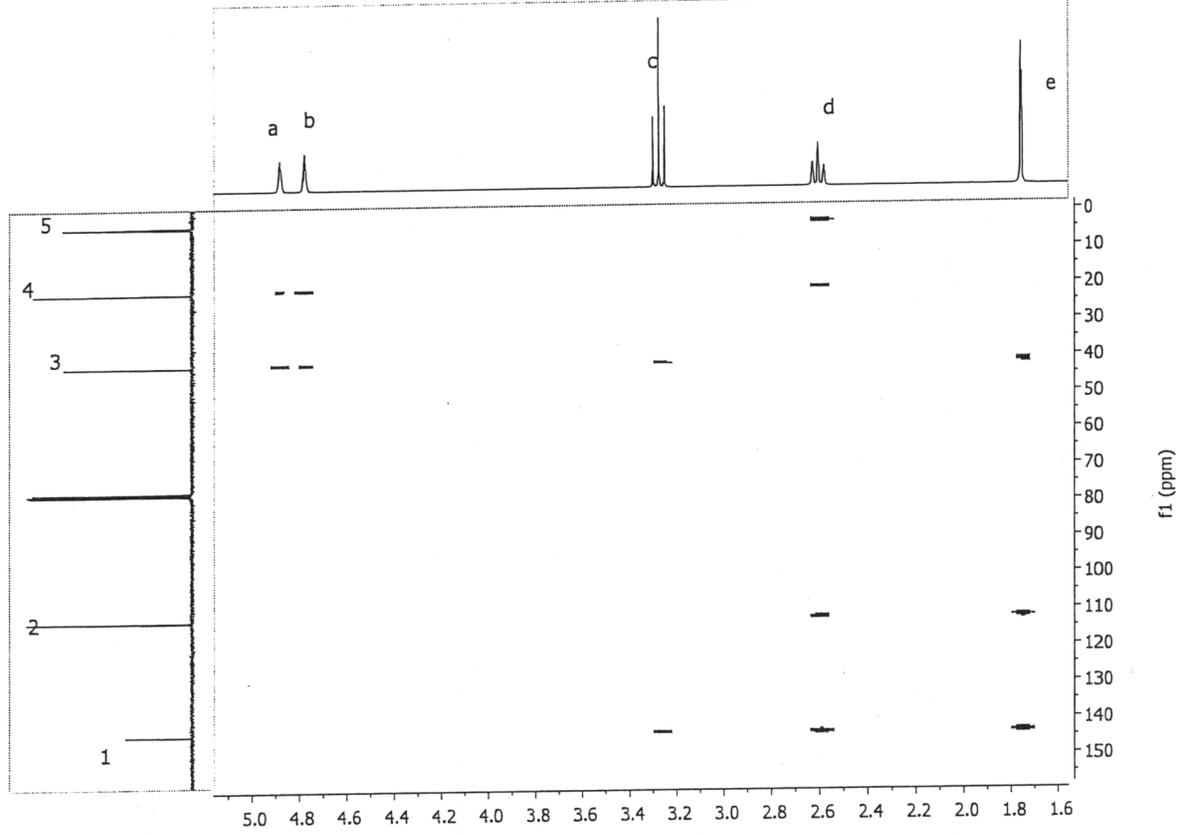
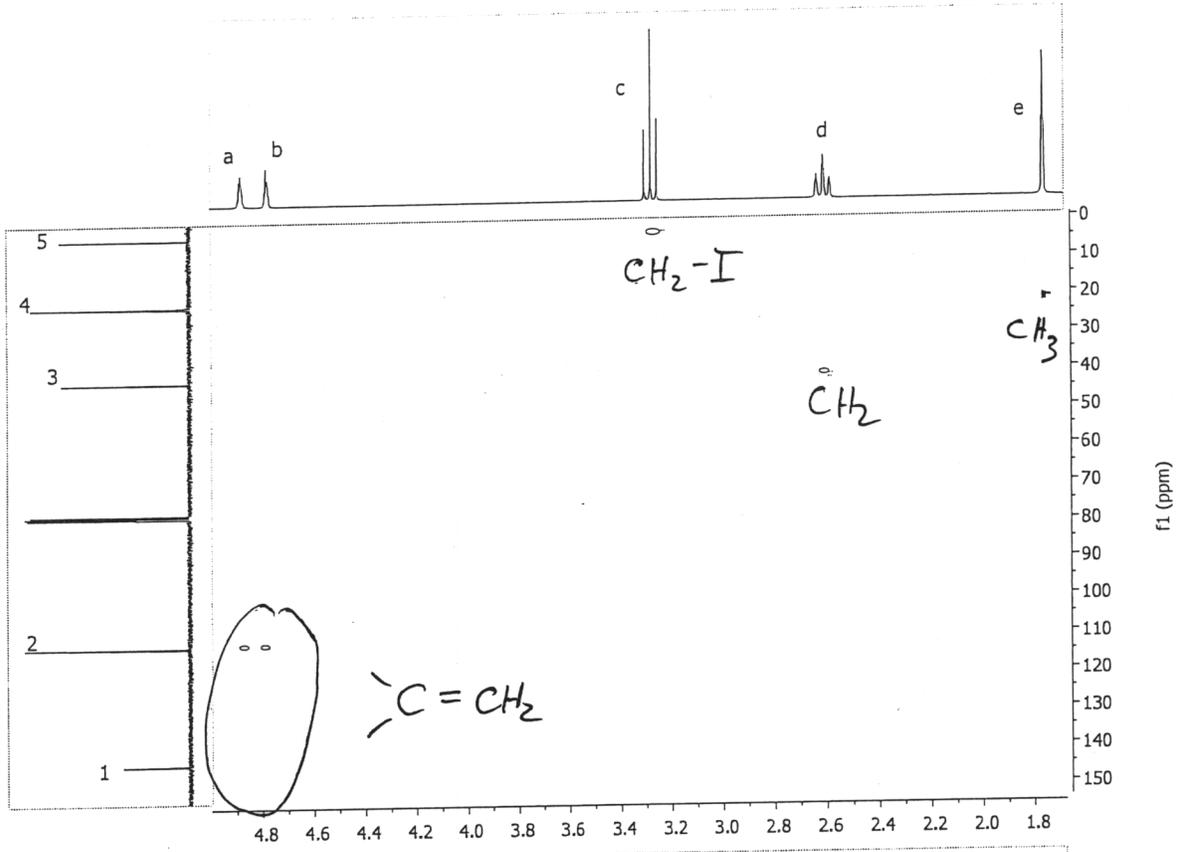
5. Warum sind die Signale von Proton c und d unterschiedlich hoch, obwohl sie beide ein Integral von 2 haben? (2 P)

c: schönes Triplet wegen 2 Hs als Nachbarn

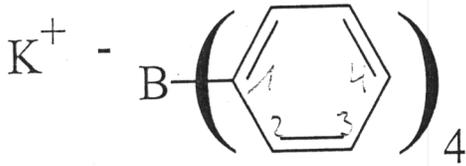
d:  $t_{\frac{1}{2}}$  : Triplet wegen 2 Hs (c)  
und Fernkopp lung zu  $=CH_2$



a >  
b >



**Frage 4: (20 Punkte)**



$^{10}B$ : I = 3	(20 %)
$^{11}B$ : I = 3/2	(80 %)
$^2J_{BC}$ : ca. 0 Hz	
$^3J_{BC}$ : ca. 2 Hz	

1. Ordnen Sie die C-Atome zu. (4 P)

2. Erklären Sie die Aufspaltung von  $C_1$ . (4 P)

$\hookrightarrow n \cdot 2 \cdot I + 1$

$^{11}B$ :  $1 \cdot 2 \cdot \frac{3}{2} + 1 = 4 \Rightarrow$  Quartett

$^{10}B$ :  $1 \cdot 2 \cdot 3 + 1 = 7 \Rightarrow$  Septett

3. Welche Kopplungskonstante(n) können Sie aus diesem Signal rauslesen? Bestimmen Sie diese Konstanten. (2 P)

$^1J_{C_1,^{11}B} = 48,2 \text{ Hz}$

$^1J_{C_1,^{10}B} = 16,6 \text{ Hz}$

4. Auf welchem Gerät wurde das C-Spektrum aufgenommen? (300/400/600 MHz) (1 P)

$164,3 \text{ ppm} \cong 16521 \text{ Hz}$

$1 \text{ ppm} \cong 100 \text{ Hz}$

$^{13}C$ : 100 MHz

$^1H$ : 400 MHz

5. Kann man von Bor ein Spektrum messen (mit Begründung) (1 P)

ja, da  $I(B) \neq 0$

6. Was bedeutet die Prozentzahl in Klammern? Wie könnte man sie in einem NMR-Spektrum genauer bestimmen

$^{10}B$ : I = 3 (20 %)

$^{11}B$ : I = 3/2 (80 %)

natürliche Häufigkeit. (2 P)

$\frac{\text{Integral (Quartett)}}{\text{Integral (Septett)}} \approx \frac{80}{20}$

$\rightarrow$  Integrale genau bestimmen!

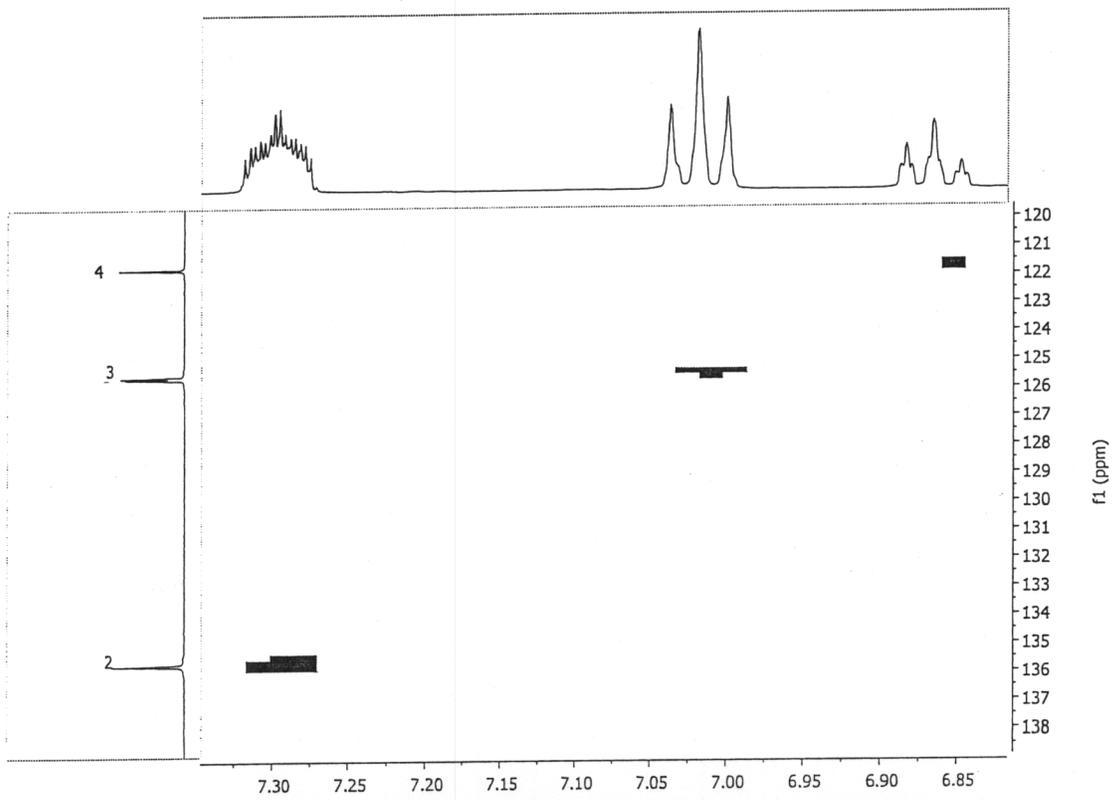
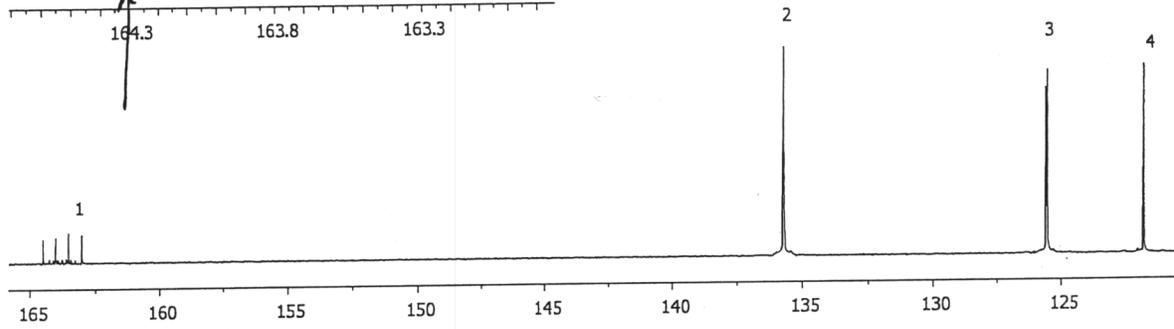
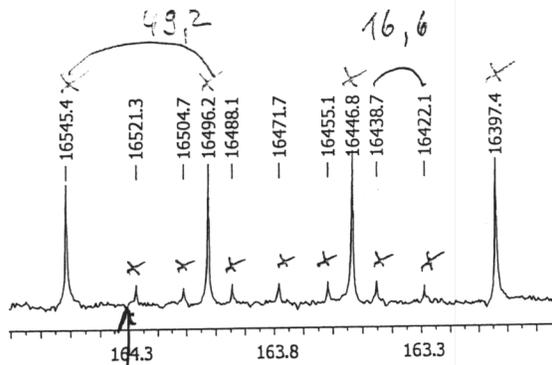
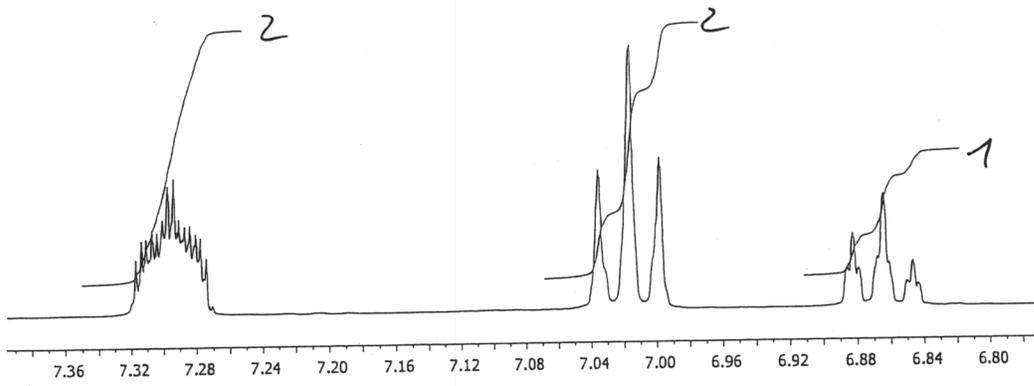
7. Wie sehen die Bor-Spektren aus? (Nur Aufspaltung!) (4 P)
- a.  $^{10}\text{B}$ -Spektrum (protonen-entkoppelt) Singulett
- b.  $^{10}\text{B}$ -Spektrum (protonen-gekoppelt)  $S_{\pm}$
- c.  $^{11}\text{B}$ -Spektrum (protonen-entkoppelt) Singulett
- d.  $^{11}\text{B}$ -Spektrum (protonen-gekoppelt)  $S_{\pm}$
8. Wie ist das  $\text{C}_2$  und  $\text{C}_3$  -Atom aufgespalten? Beachten Sie die Kopplungskonstanten oben rechts (2 P)

$$\text{da } {}^2J_{\text{BC}} = 0$$

$\text{C}_2$ : Singulett

$${}^3J_{\text{BC}} = 2\text{Hz}$$

$\text{C}_3$ : Quartett + Septett  
mit kleiner Koppl.konst.



**Frage 5: Theorie (18 Punkte)**

Bestimmen Sie, ob die Protonen der mit \* gekennzeichneten CH<sub>2</sub>-Gruppen homotop, enantiotop oder diastereotop sind.

Bestimmen Sie, ob die mit Pfeil gekennzeichneten Gruppen homotop, enantiotop oder diastereotop sind. (6 P)

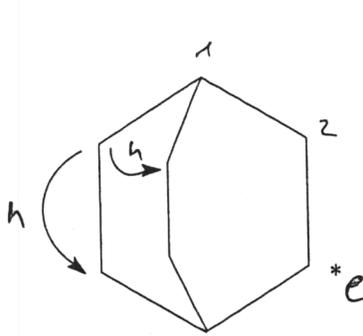
Wieviele Signale erwarten Sie im

a. <sup>1</sup>H-Spektrum

b. <sup>13</sup>C-Spektrum

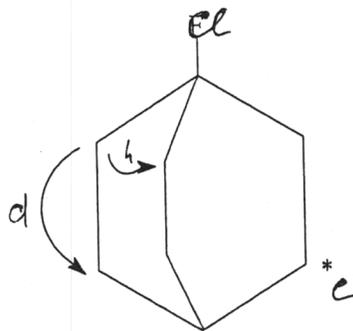
3 (0 P)

3 (0 P)



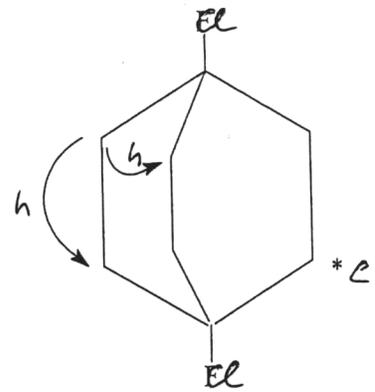
<sup>1</sup>H-Signale: 2

<sup>13</sup>C-Signale: 2



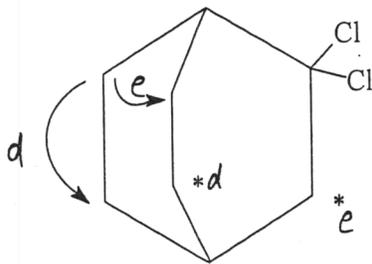
3

4



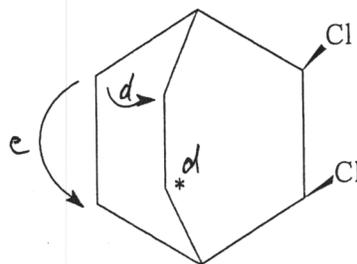
1

2



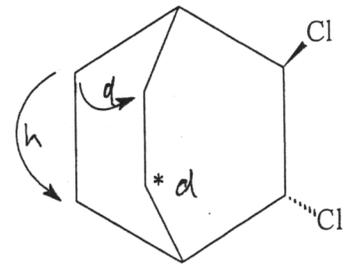
<sup>1</sup>H-Signale: 7

<sup>13</sup>C-Signale: 6



6

4



6

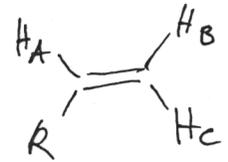
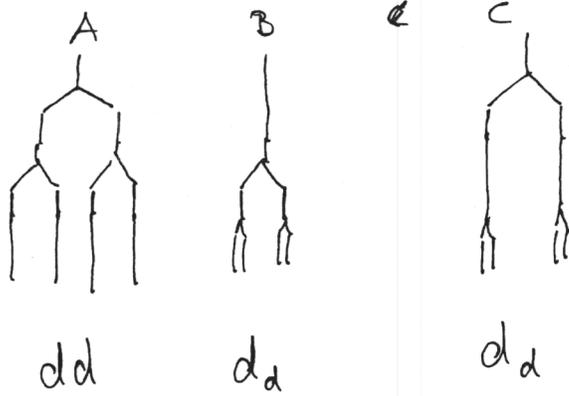
4

2. Zeichnen Sie ein Spektrum für ein ABC-Spinsystem.  
Geben Sie ein Beispiel an und beschriften Sie darin die Protonen A, B, C.

a) mit  $J_{AB} > 0$ ,  $J_{AC} > 0$ ,  $J_{BC} > 0$

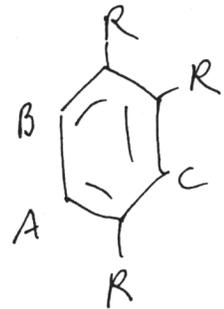
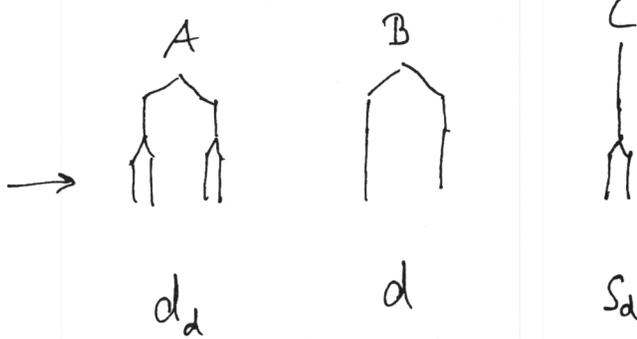
(2 P)

Spektrum →



b) mit  $J_{AB} > 0$ ,  $J_{AC} > 0$ ,  $J_{BC} = 0$

(2 P)



c) mit  $J_{AB} > 0$ ,  $J_{AC} = 0$ ,  $J_{BC} = 0$

(2 P)

