

SS 14 Name

Matrikelnr.....Bonuspunkte:.....

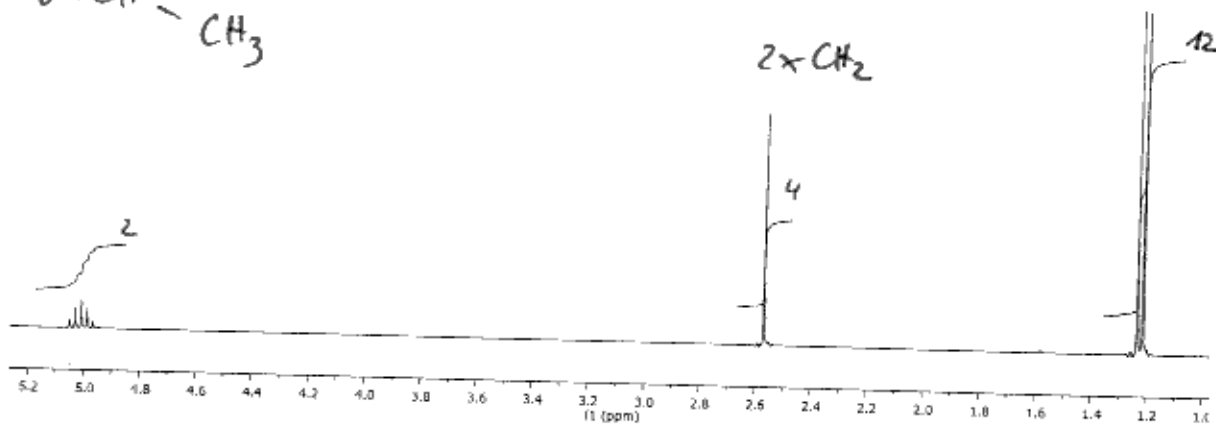
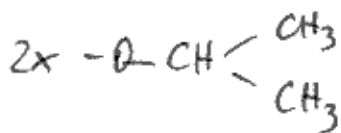
Spektroskopie 2 (NMR) SS 2014 Klausur (Zusatz)

8.9.2014

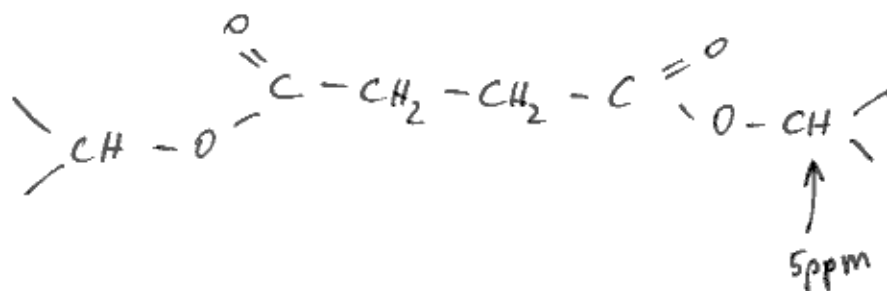
Frage 1: (9 Punkte)

Unten ist ein ^1H -Spektrum einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:
 $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}_4$.

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund des ^1H -Spektrums? (2 P)



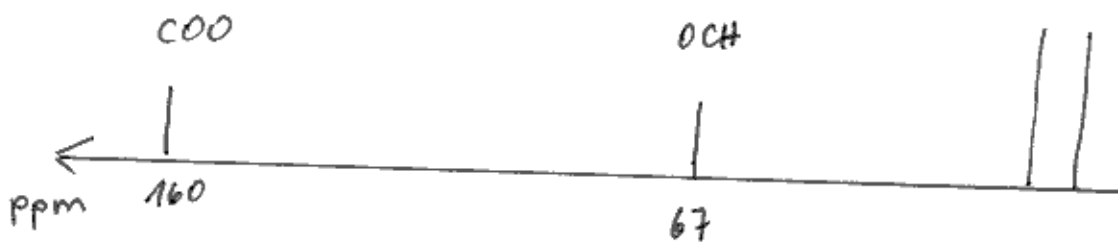
2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. (2 P)



3. Berechnen Sie die ^{13}C -Verschiebung von dem C, an dem das Proton bei 5 ppm sitzt. (1 P)

$$\delta = -2.3 + 2 \cdot 9.1 + 51.1 = 67 \text{ ppm}$$

4. Das ^{13}C -Spektrum wurde leider nicht gemessen. Wie würde es aussehen? Zeichnen Sie es mit ungefähren Verschiebungen. (2 P)



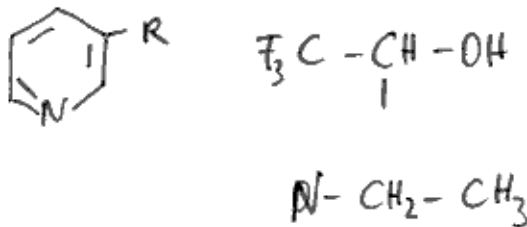
5. Das Protonenspektrum hat ein gutes Signal zu Rausch-Verhältnis. Wovon ist das abhängig. Nennen Sie 3 Gründe. (2 P)

Substanzkonzentration
Anzahl Scans (Messdauer)
Gerät (MHz)

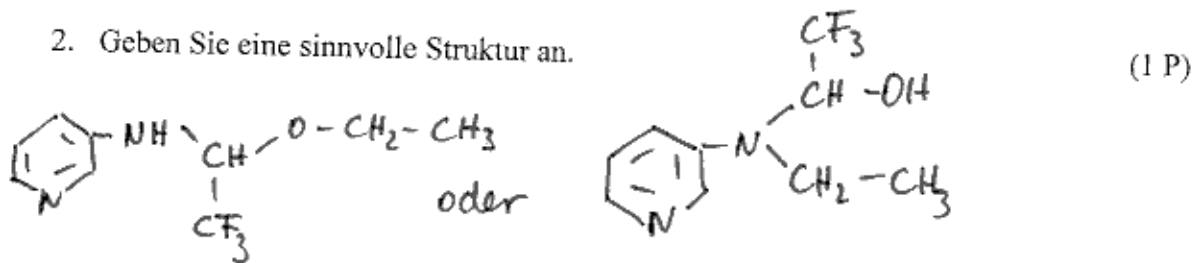
Frage 2: (17 Punkte)

Auf folgenden Seiten sind die NMR-Spektren eines Pyridin-Derivats mit folgender Summenformel abgebildet: $C_9H_{11}N_2F_3O$.

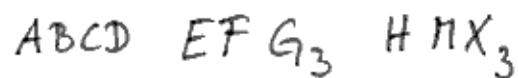
1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der Spektren? (5 P)



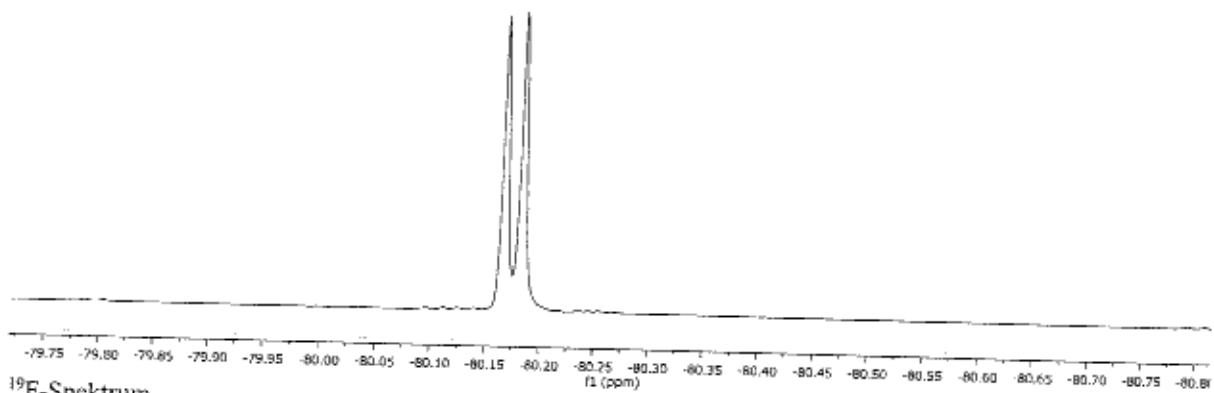
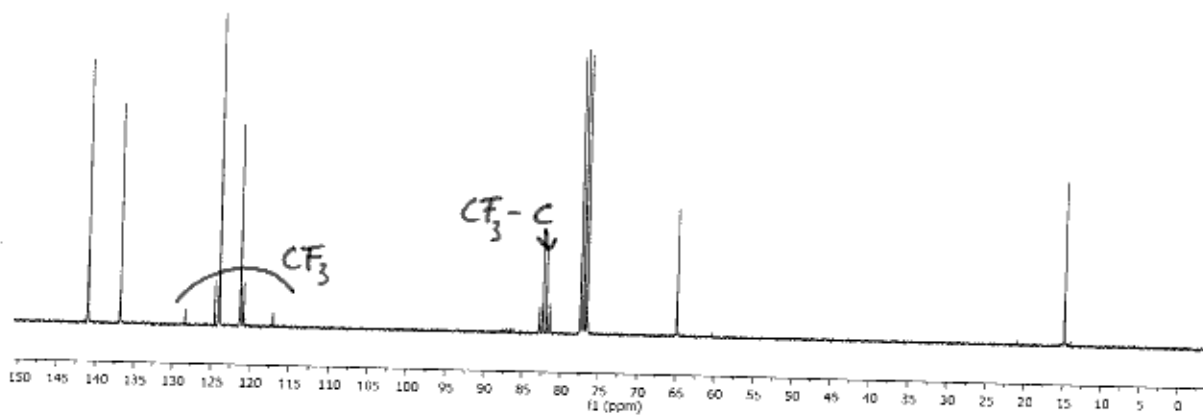
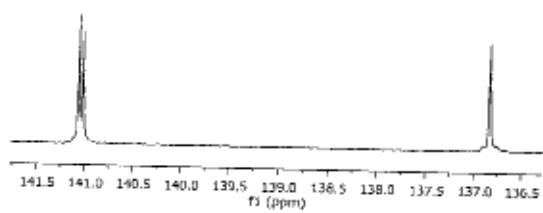
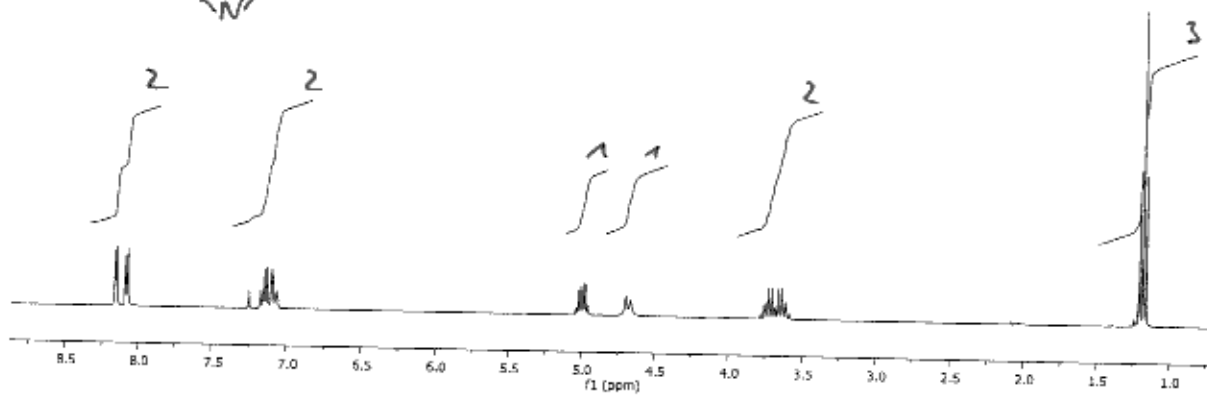
2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. (1 P)



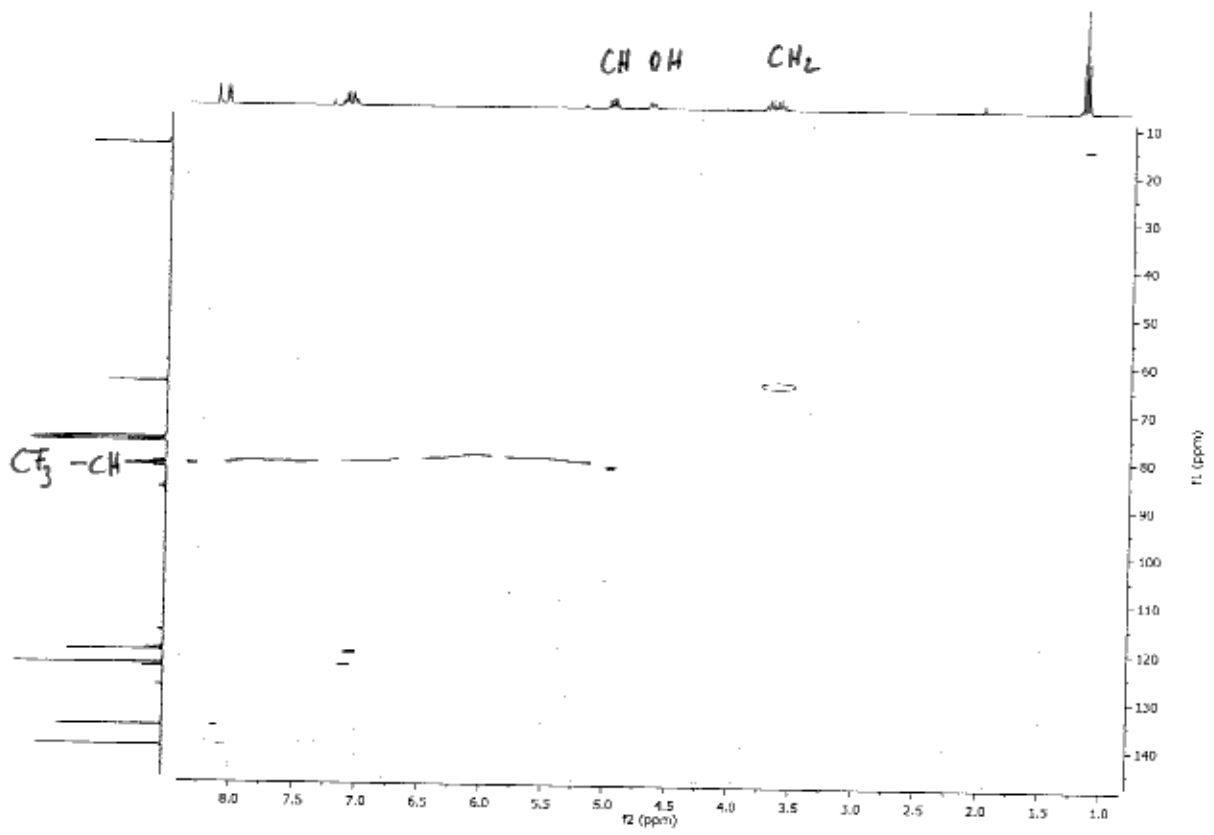
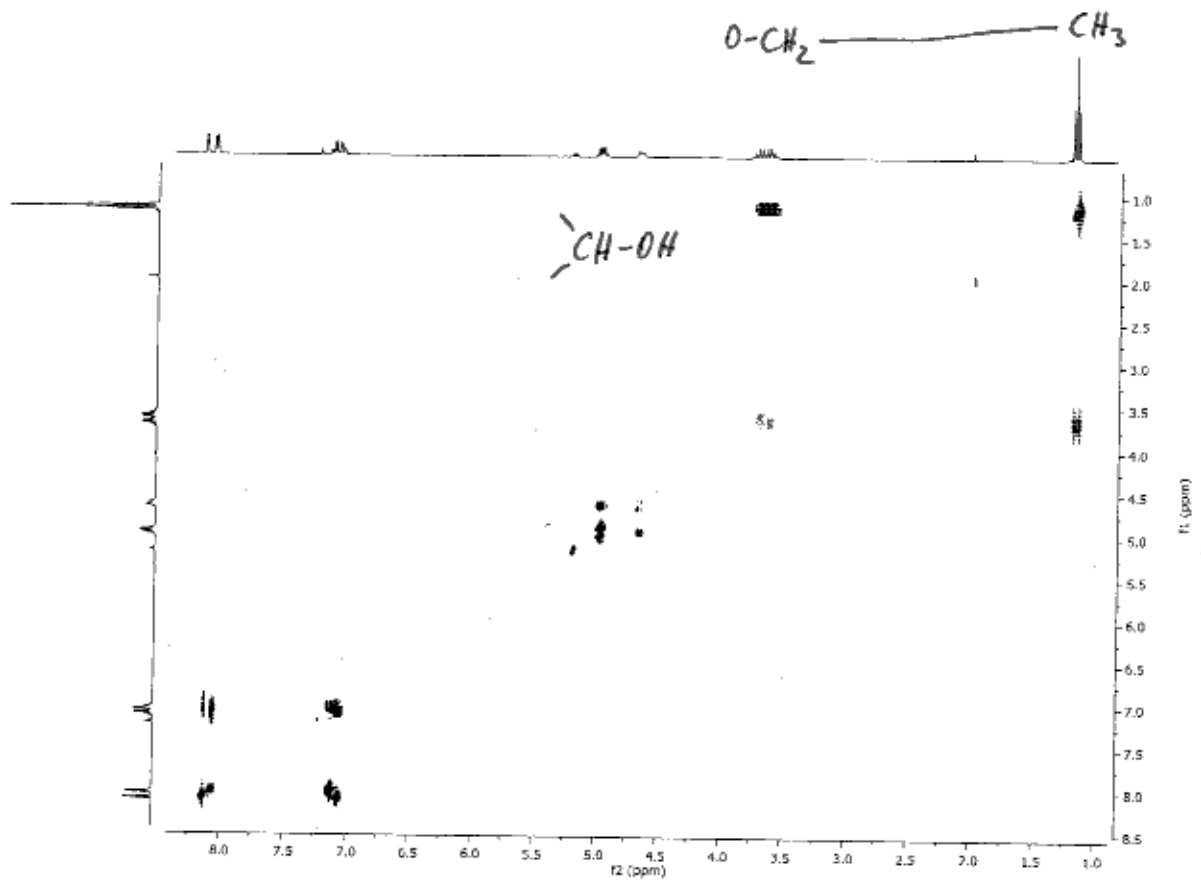
3. Bestimmen Sie das Spinsystem (1 P)

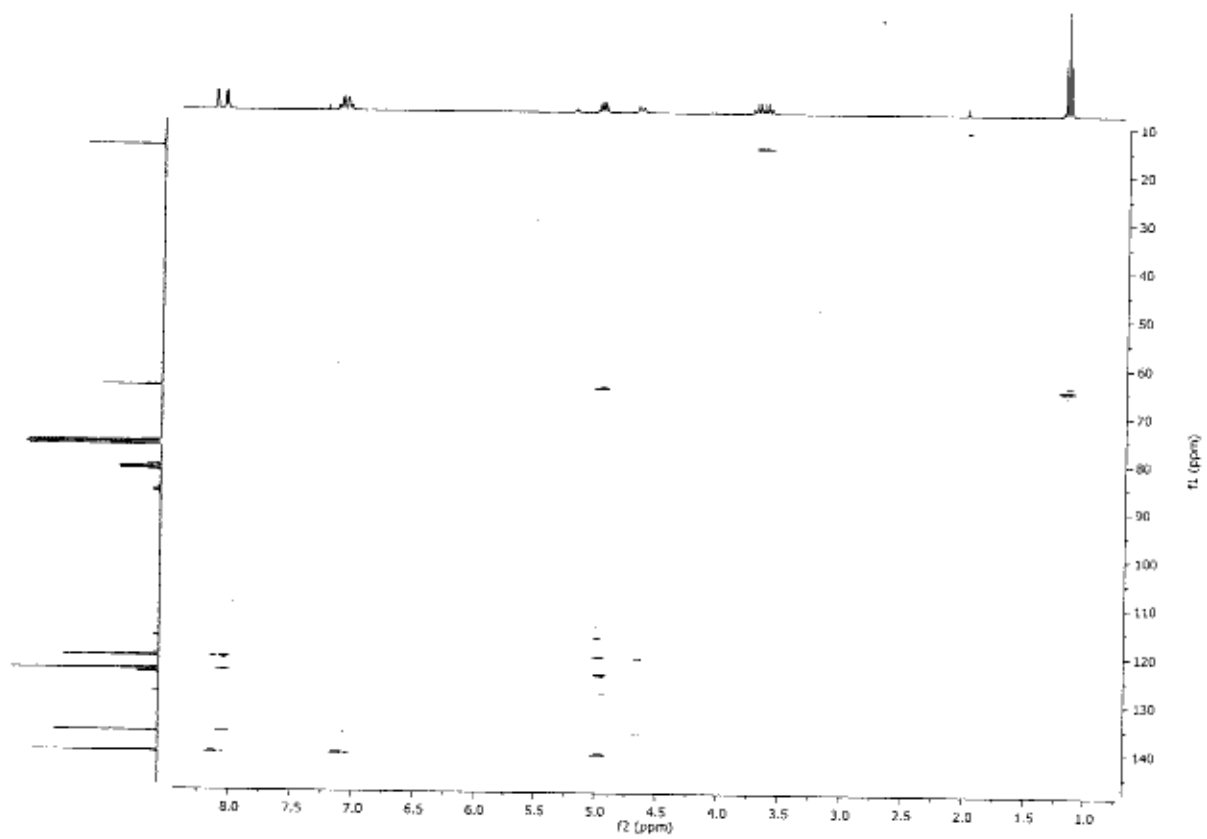


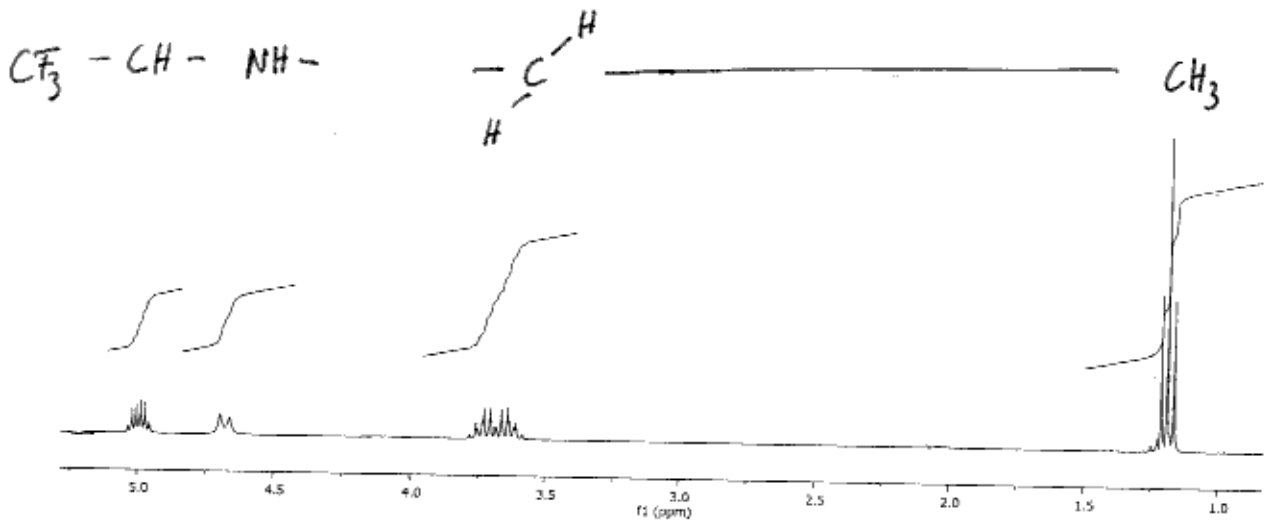
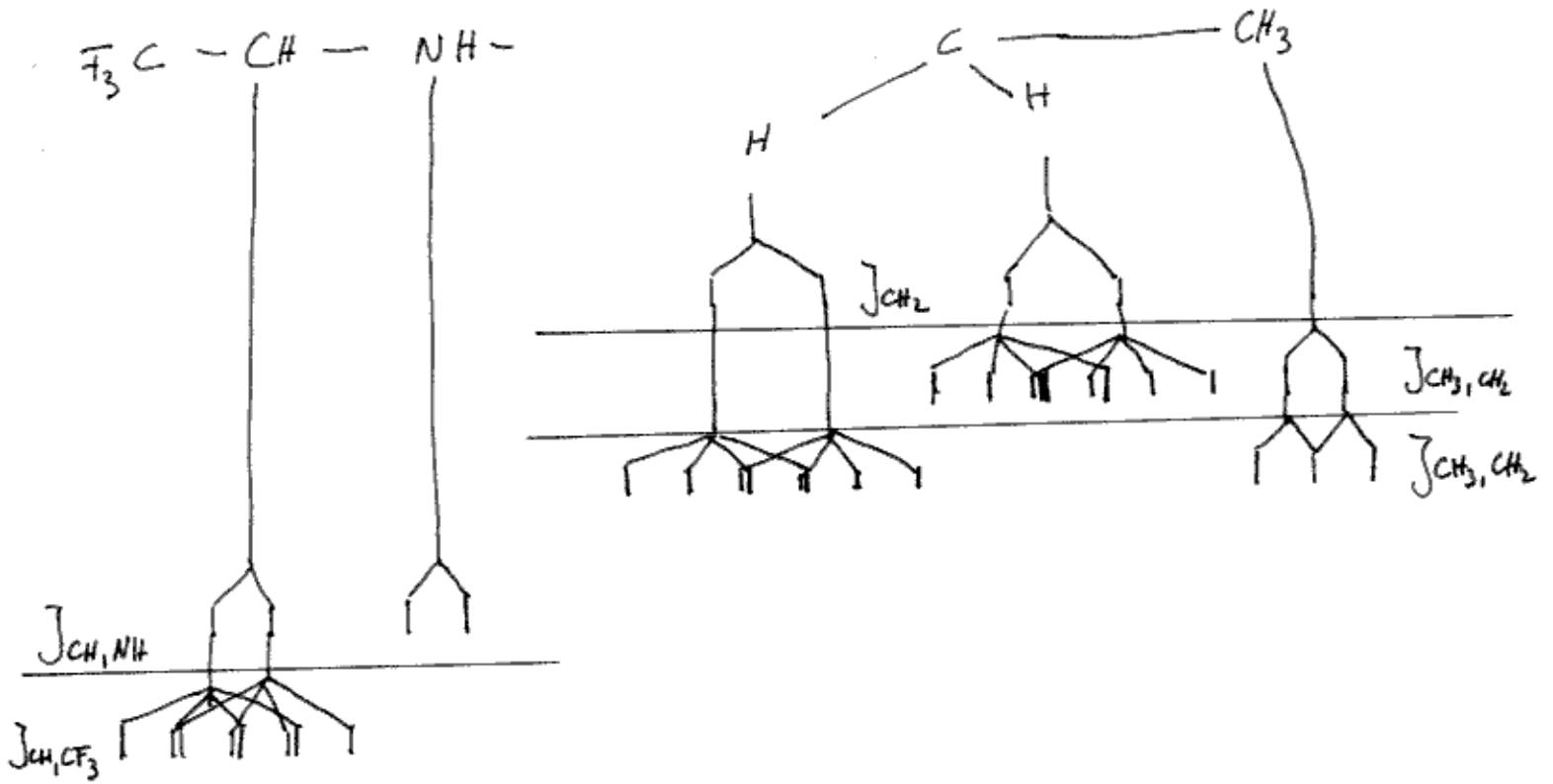
4. Zeichnen Sie den Splittingschlüssel für den aliphatischen Teil (inc. NH) auf Seite 7 über das Spektrum (10 P)



¹⁹F-Spektrum





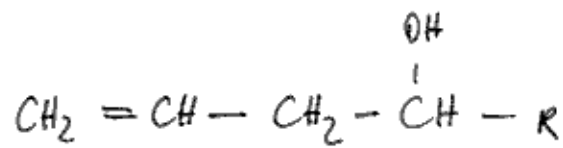


Frage 3: (14 Punkte)

Auf folgenden Seiten sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: $C_{10}H_{11}OF$.

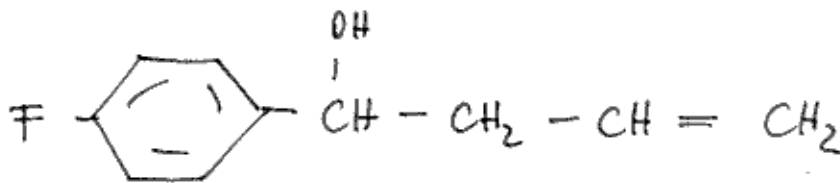
1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der Spektren?

(6 P)



2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an.

(1 P)



3. Bestimmen Sie das Spinsystem

(1 P)

X AA'BB' CM DE F GH

4. Die Probe ist in deuteriertem Chloroform (99.9 %) gelöst. Markieren Sie das Lösungsmittel im ^1H und ^{13}C -Spektrum und erklären Sie die Aufspaltung. (3 P)

^1H : 0.1 % $\text{CHCl}_3 \rightarrow \text{Singulett}$

^{13}C CDCl_3 $I(\text{D})=1$ $n \cdot 2I + 1 = 1 \cdot 2 \cdot 1 + 1 = 3$
Spinquantenzahl / Anzahl Nachbarn

5. Wie würde das ^{19}F -Spektrum aussehen? (^1H -gekoppelt, ^1H -entkoppelt) (2 P)

^1H gek.

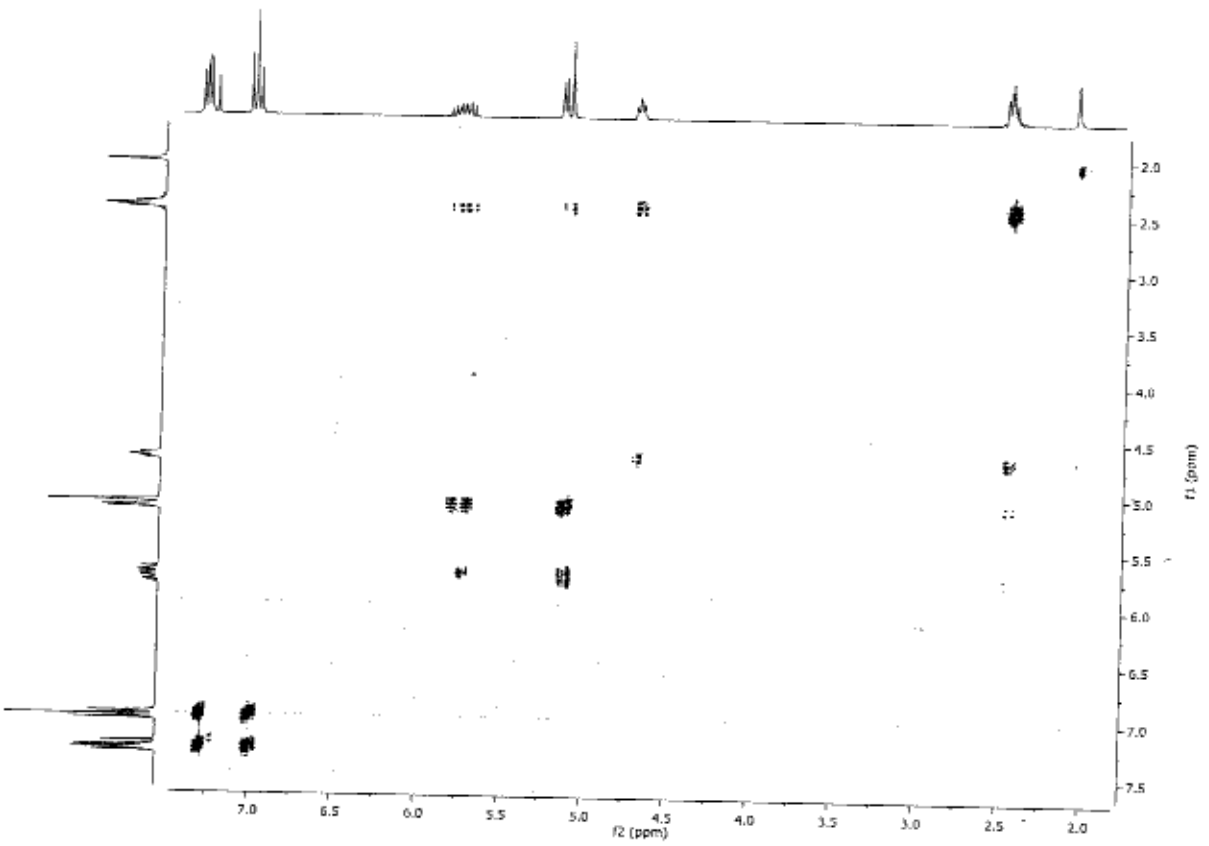
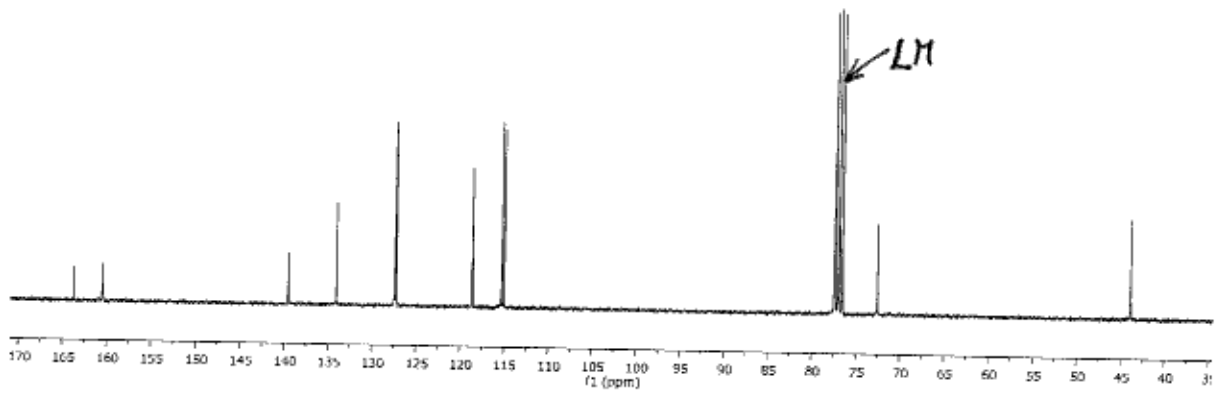
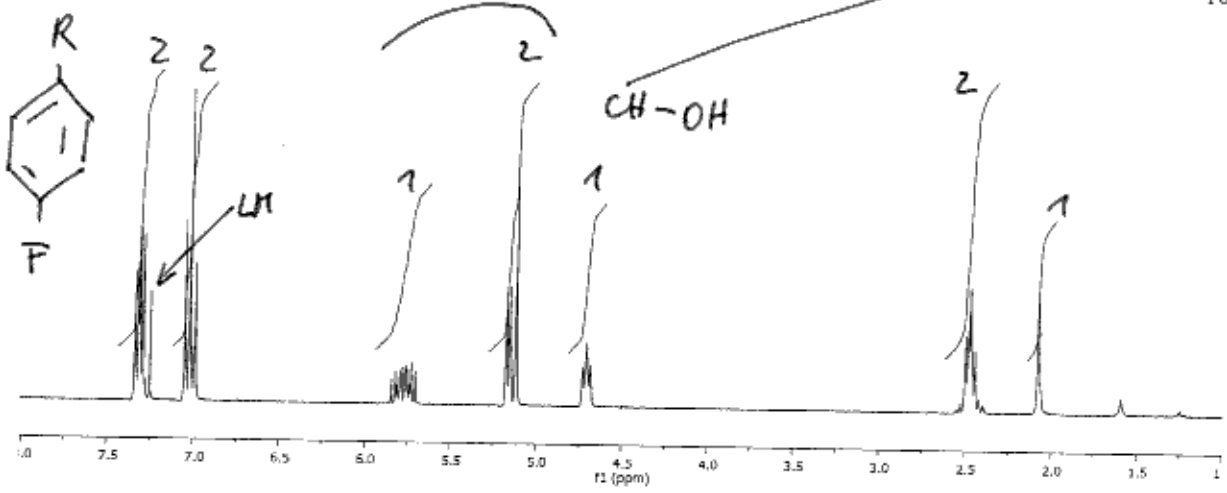


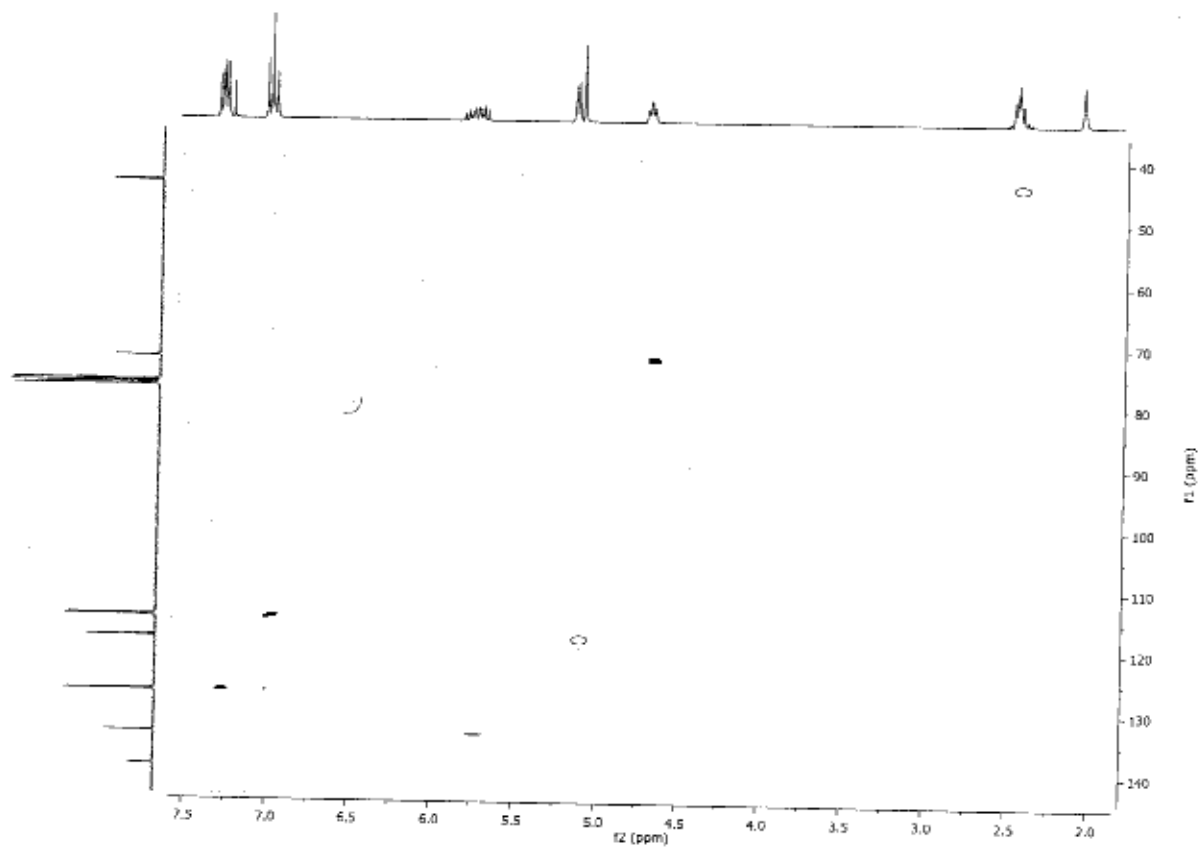
^1H entk.



6. Wie würde das Deuteriumspektrum von dieser Probe aussehen? (mit Begründung) (1 P)

Singulett von CDCl_3
 \uparrow

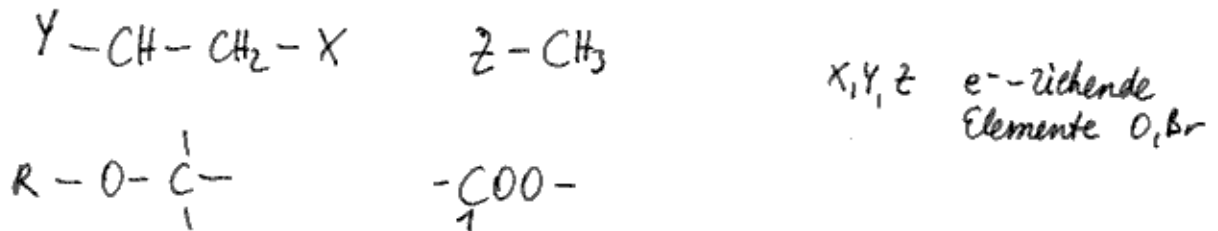




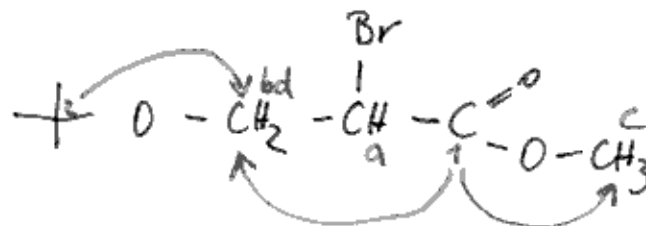
Frage 4: (14 Punkte)

Auf Seite 4 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: $C_8H_{15}O_3Br$.

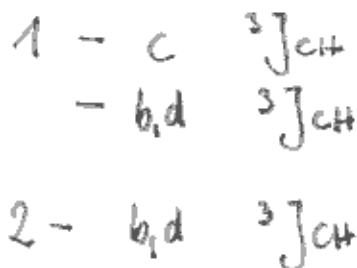
1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der Spektren? (4 P)



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



3. Ordnen Sie die in der Vergrößerung des HMBCs (Seite 15) sichtbaren Cs und Hs zu. (3 P)
4. Zeichnen Sie die in der Vergrößerung des HMBCs sichtbare Kopplungen in Ihr Molekül ein und geben Sie in einer Tabelle an, um welche Kopplung es sich handelt. (3 P)

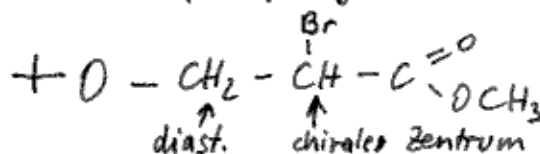


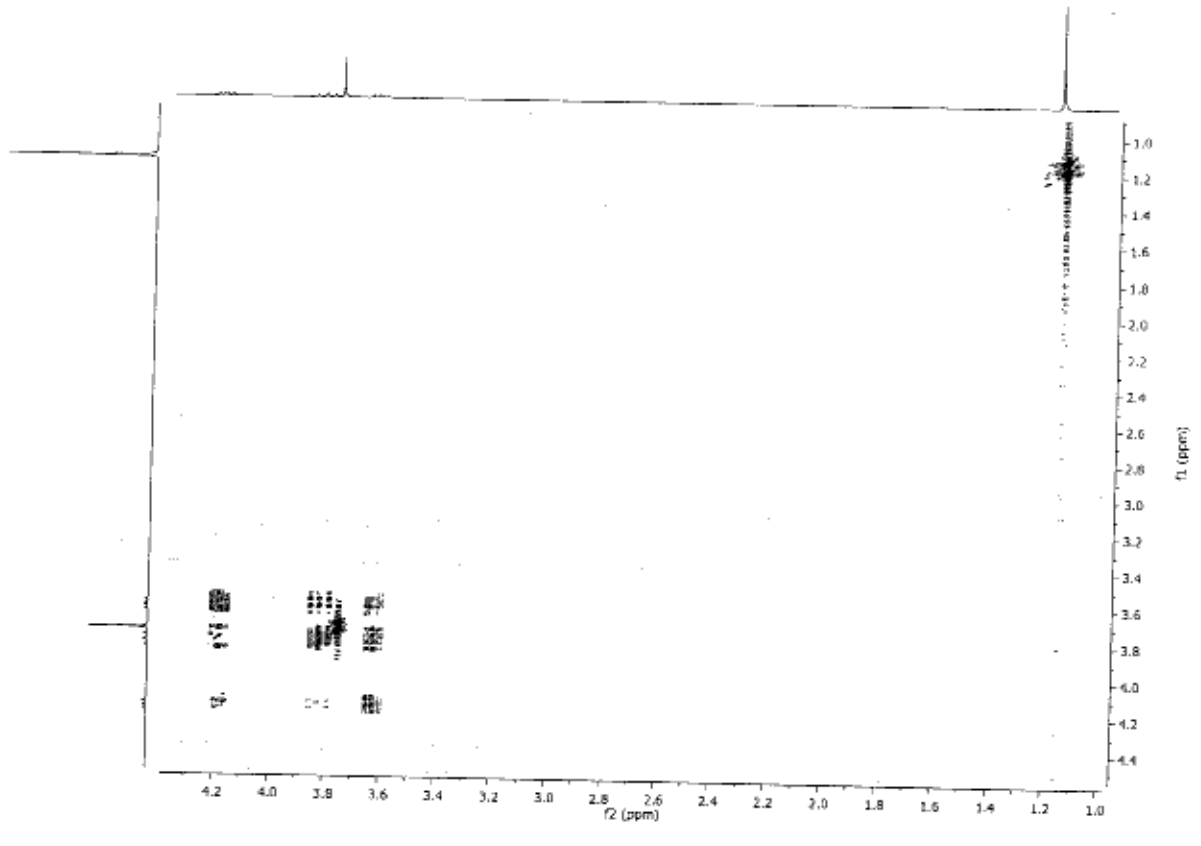
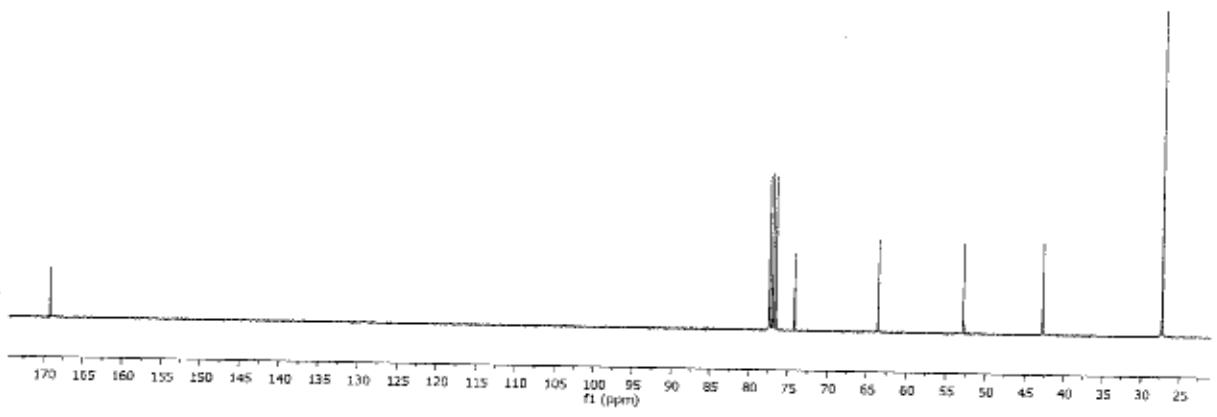
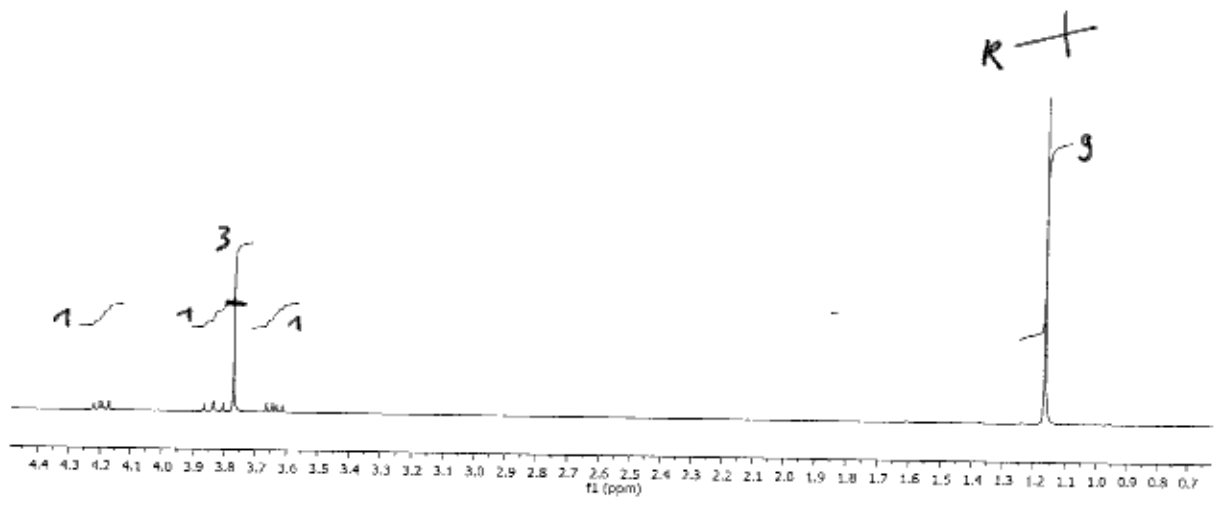
5. Was versteht man unter diastereotopen Protonen. Geben Sie ein Beispiel an. (2 P)

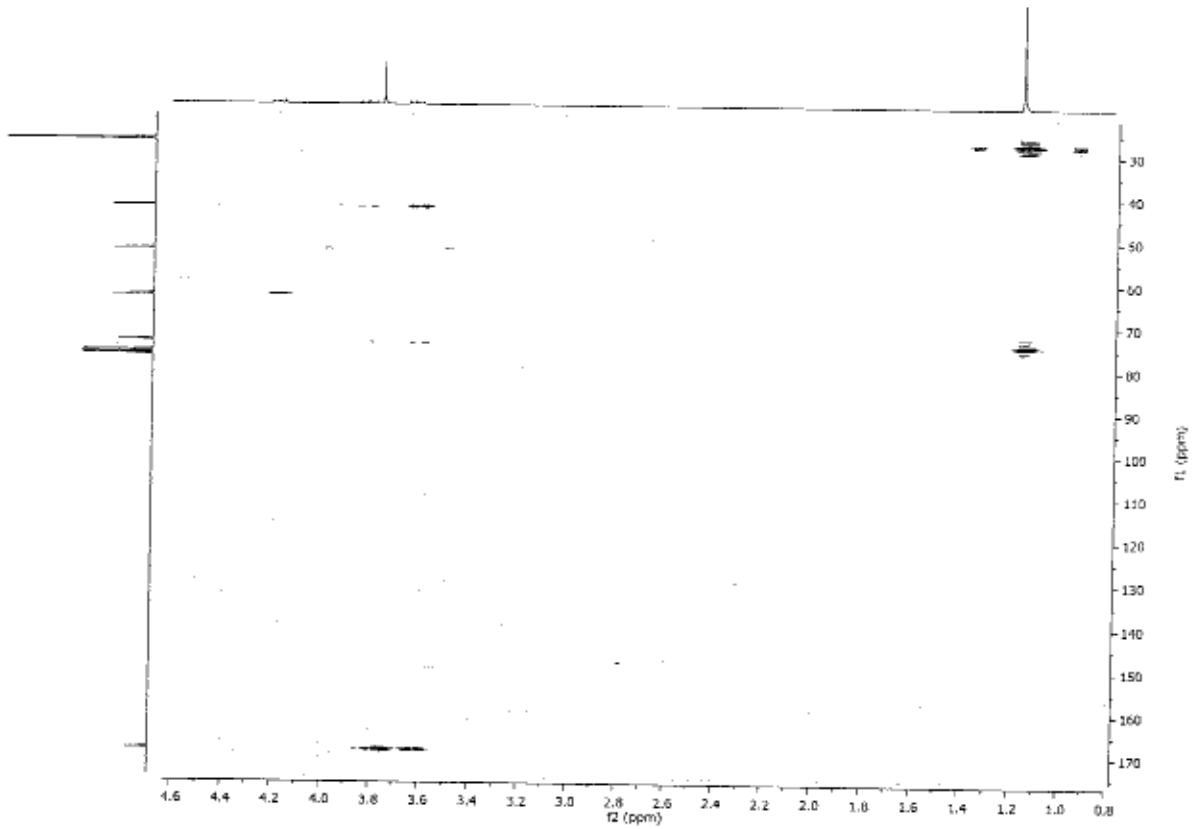
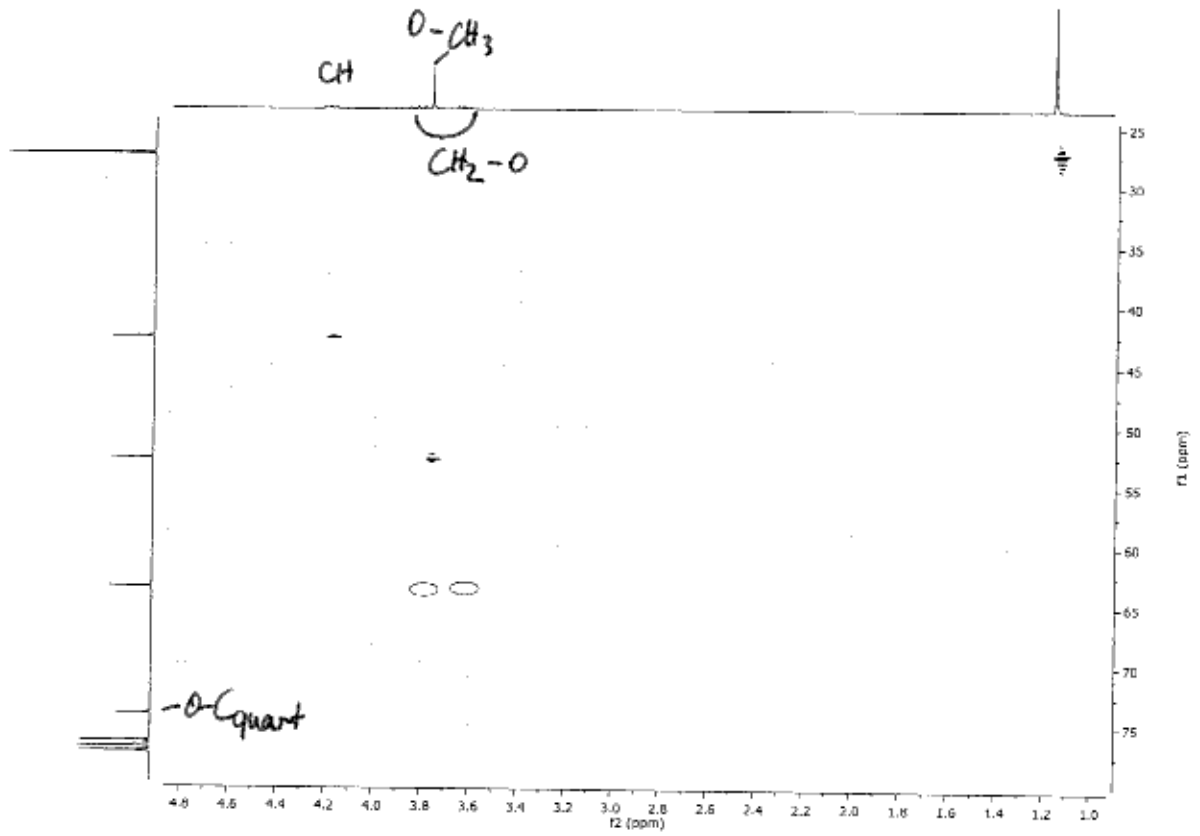
2 Protonen an 1 C haben unterschiedliche Verschiebung, da das Molekül keine Symmetrie enthält.

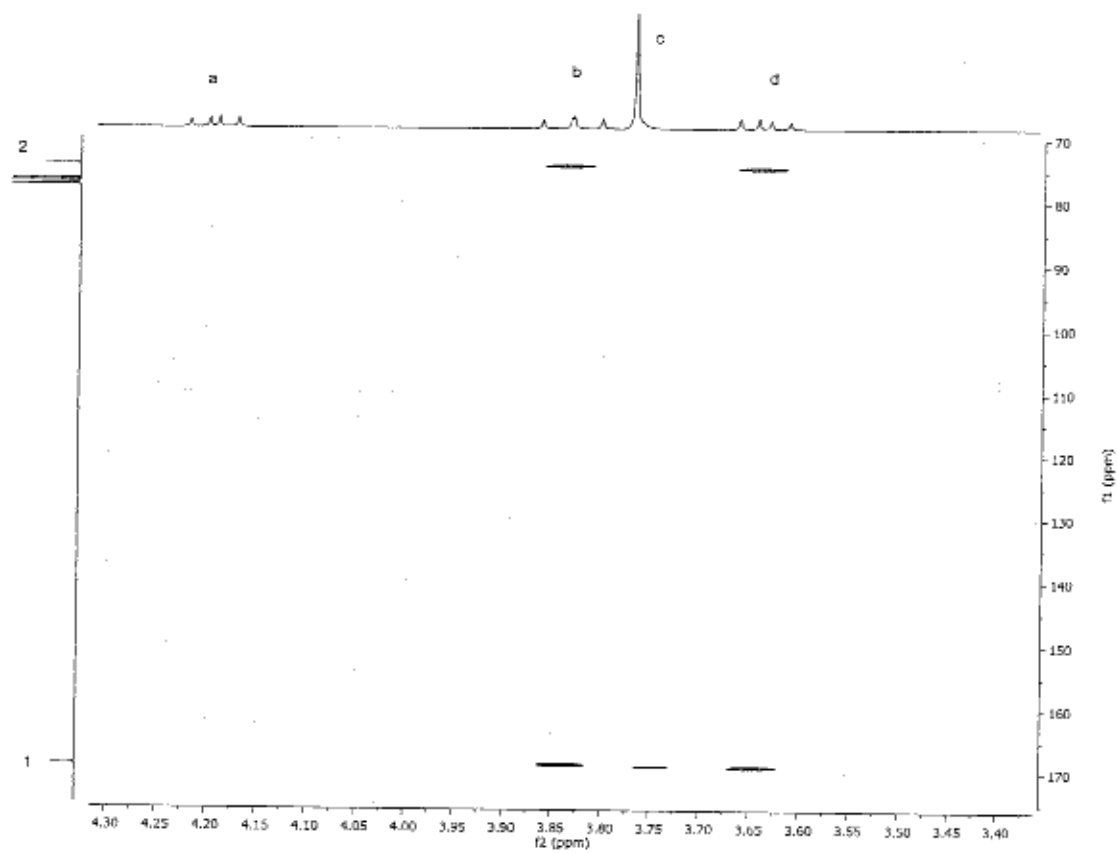
↓
Rotation, Spiegelung

Beispiel siehe oben









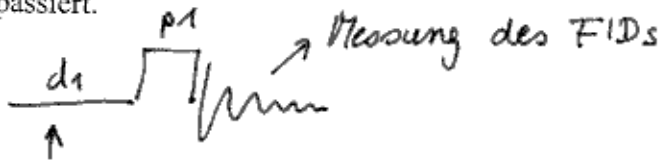
Frage 5: Theorie (16 Punkte)

1. Was bedeutet „präzedieren“? Erklären Sie genau (4 P)



Ein magnetischer Kern hat nicht nur ein magnetisches Moment μ , sondern auch eine Eigenrotation (Spin). Wenn ein Kern in einem Magnetfeld (B_0) ist, wird μ nicht parallel zu B_0 sein, sondern sich wie ein Kreisel verhalten und um B_0 mit der Larmorfrequenz ω_0 rotieren (präzedieren)

2. Zeichnen Sie das Pulsprogramm für eine Protonenmessung und erklären Sie, was dabei passiert. (4 P)



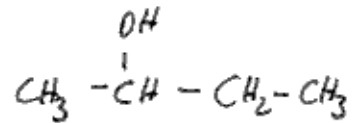
d_1 : Wartezeit p_1 : Puls. Magnetisierung geht von z-Richtung in xy-Ebene und fängt an zu präzedieren

3. Nennen Sie von 4 Elementen die Spinquantenzahl. Wofür ist sie wichtig? (3 P)

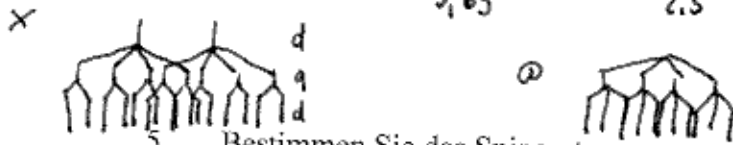
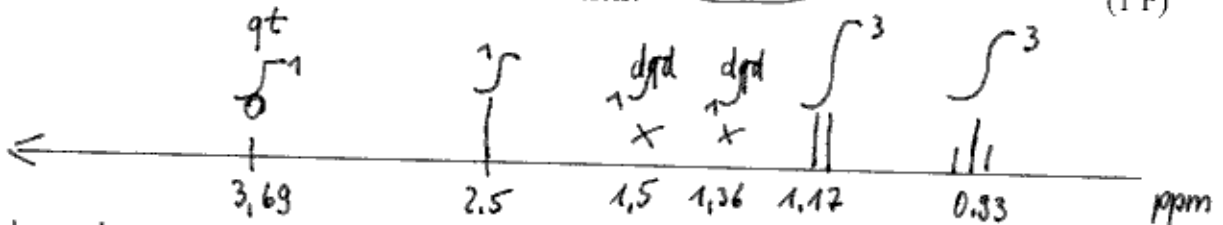
| | | | |
|-----------------|-----------|-----------------|---------|
| ^1H | $I = 1/2$ | ^{12}C | $I = 0$ |
| ^{19}F | " | D | $I = 1$ |
| ^{13}C | " | | |

4. In der Literatur finden Sie folgende Angabe:

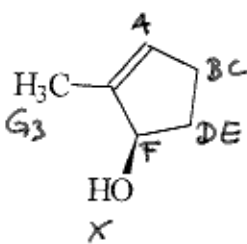
^1H -NMR (400MHz, CDCl_3) $\delta = 0.93(\text{t}, J=7.0\text{Hz}, 3\text{H}, \text{CH}_2\text{CH}_3)$,
 1.17(d, $J=7.0\text{Hz}, 3\text{H}, \text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$), 1.36(dqd, $J=13.0\text{Hz}, J=7.0\text{Hz}, J=5.5\text{Hz}, 1\text{H}, \text{CH}_2\text{CH}_3$), 1.50(dqd, $J=13.0\text{Hz}, J=7.0\text{Hz}, J=5.5\text{Hz}, 1\text{H}, \text{CH}_2\text{CH}_3$), 2.51(s, 1H, OH), 3.69(qt, $J=7.0\text{Hz}, J=5.5\text{Hz}, 1\text{H}, \text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$).



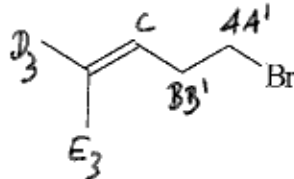
- Zeichnen Sie das zugehörige ^1H -Spektrum mit Integralen (2 P)
- Um welche Substanz handelt es sich? (1 P)



5. Bestimmen Sie das Spinsystem: (2 P)



ABCDEF G_3 X



AA'BB'CB $_3$ E $_3$