WS15 Name .....

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

Spektroskopie 2 (NMR)
WS 2015 Klausur

15.12.2015

Frage 1: (7 Punkte)

Auf folgenden Seiten sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: $C_{11}H_{10}O_2$.

$DBÄ = 1 + \frac{1}{2}(22 - 10) = 7$

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

$-O-CH_2-CH_3$ $-C\equiv CH$

$-C(=O)-O-$

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

3. Wenn Sie sich die Spektren anschauen – ist wenig oder viel Substanz in der Probe? Woran sieht man das? (2 P)

Viel. $CDCl_3$-Signal im ^{13}C-Spektrum sehr klein

R1
R2
2
2
2
1
3
O-CH2-CH3
f1 (ppm)

Aromat
-C≡CH
CH2-CH3
CH
6q
-COO-
f1 (ppm)
CDCl3

f1 (ppm)
f2 (ppm)

Frage 2: (11 Punkte)

Auf folgenden Seiten sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: $C_{16}H_{16}O_3$.

$DBÄ = 1 + \frac{1}{2}(32 - 16) = \underline{9}$

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

O – CH_3

O – CH_2 – CH_3

–C(=O)–O–

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

3. Begründen Sie, warum Sie die Substituenden an diese Stellen gehängt haben. (4 P)

Siehe HMBC

4. Wenn Sie sich die Spektren anschauen – ist mehr oder weniger Substanz enthalten als in der Probe aus Frage 1? (mit Begründung) (2 P)

Weniger Substanz

$CDCl_3$ – Signal größer

Rauschen größer

10 Signale
für beide Aromaten

f2 (ppm)
f1 (ppm)

f2 (ppm)
f1 (ppm)

zu Frage 3

Frage 3: (16 Punkte)

Auf folgenden Seiten sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet: $C_7H_8O_2$.

$1 + \frac{1}{2}(14 - 8) = 4$

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund des ^{1}H- und ^{13}C-Spektren? (4 P)

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

3. Ordnen Sie alle Signale zu (3 P)

4. HMBC: Füllen Sie für die C-Atome 1, 4, 5 und 6 folgende Tabelle aus. (3 P)

13C	1H	$^nJ_{CH}$
1	c, d	$^3J_{CH}$
4	d	$^1J_{CH}$
5	—	—
6	a	$^3J_{CH}$
	e	$^2J_{CH}$

5. Bestimmen Sie das Spinsystem. (1 P)

ABC DD' EE' F

e

6. Erklären Sie das Protonensignal bei 2.4 ppm, indem Sie einen Splittingschlüssel für dieses Signal zeichnen. (4 P)

WS2015

COSY
CH2 9
CH = CH2
O-CH2
CH
a
b
c
d
e
1
2
2.45
2.40
f1 (ppm)

-CH≡C-
CH2
CH3
-C(=O)-O-
1
2
3
4
5
6
7
78
77
76
75
f1 (ppm)
Olefin

a
b
c
d
e
f2 (ppm)
f1 (ppm)

a
b
c
d
e
7
6
4,5
3
2
1
f2 (ppm)
f1 (ppm)

a
b
c
d
e
7
6
4,5
3
2
1
f2 (ppm)
f1 (ppm)

Frage 4: (23 Punkte)

Struktur I

Struktur II

1. Ordnen Sie alle Signale zu. (^{1}H und ^{13}C) (12 P)

2. Zu welcher Struktur gehören nachfolgende Spektren (mit Begründung) (3 P)

   HMBC C1 koppelt zu e und f
   CH CH_2

3. Erklären Sie das Protonen-Signal a (1 P)

   Neben Multiplett von Proton a liegt $CHCl_3$ (7,24 ppm)
   = Verunreinigung von Lösungsmittel $CDCl_3$

4. Bestimmen Sie das Spinsystem ABC DE F GH IK L3 (2 P)
   MM'NN'O

5. Zeichnen Sie einen Splittingschlüssel für die rechte Aliphatenkette (5 P)
   (CH2-CH2-CH-CN)
   AB CD E

A B C D E

J_{AB}
J_{AC}
J_{AD}
J_{BC}
J_{BD}
J_{CE}

nächste Seite

A
B
C
D
E
J_{AB}
J_{CD}
J_{AC}
J_{AD}
J_{BC}
J_{BD}
J_{EC}
J_{ED}
6x dublett
6x dublett

CHCl3
7.3 7.2 7.1 6.9 6.8 5.8 5.7 5.2 5.1 4.7 4.6 3.9 3.8 3.7 3.5 3.4 2.1 2.0
f1 (ppm)

a 2
b 2
1 c
2 d
e 1
2 f
2 g
h 3
i 2
7.4 7.2 7.0 6.8 6.6 6.4 6.2 6.0 5.8 5.6 5.4 5.2 5.0 4.8 4.6 4.4 4.2 4.0 3.8 3.6 3.4 3.2 3.0 2.8 2.6 2.4 2.2 2.0
f1 (ppm)

1
2
3
4
5
67
8
9
10 11
12
50 145 140 135 130 125 120 115 110 105 100 95 90 85 80 75 70 65 60 55 50 45 40 35 30
f1 (ppm)

a
b
c
d
e
f
g
h
i
f2 (ppm)
f1 (ppm)
d-c-f
e-i g

a
b
c
d
e
f
g
h
i
12
11
10
9
8
67
5
3
2
f2 (ppm)
f1 (ppm)

a
b
c
d
e
f
g
h
i
12
11
10
9
8
67
5
4
3
2
1
7.0
6.5
6.0
5.5
5.0
4.5
4.0
3.5
3.0
2.5
2.0
f2 (ppm)
30
40
50
60
70
80
90
100
110
120
130
140
150
f1 (ppm)

Frage 5: Theorie (13 Punkte)

1. Bestimmen Sie das Spinsystem der Protonen (6 P)

$A_3 A_3' BB' CC' D$

$A_3\ BCDEF\ G_3$

$A_3 A_3' BB_2'$

$AA' B_2 B_2'$

ABC_4

$AA' B_2 B_2'$

2. Was passiert bei einer Protonen-Messung im Magneten. Zeichnen Sie das Pulsprogramm und erklären Sie, was dabei passiert. (3 P)

Warte zeit ① PULS ② FID messen ③

③ FID

abklingende Cosinus-Frequenz = Messergebnis.

① Magnetisierung in z Richtung (parallel zu B_0)

② Magnetisierung wird in xy-Ebene gedreht (z.B 90° Puls)

M präzidiert in xy-Ebene um z und geht dabei langsam wieder in z (relaxieren). Währenddessen wird der FID gemessen

3. Zeichnen Sie ein 1H- und 13C(1H-entkoppelt)-Spektrum für folgende Substanzen. (Alle Substanzen liegen zu 100% vor.) (4 P)

	1H	13C (1H - entk.)
$^{1}H^{12}CCl3$		kein Signal
$^{1}H^{13}CCl3$	Aufspaltung durch 13C	
$D^{12}CCl3$	kein Signal	kein Signal
$D^{13}CCl3$	kein Signal	Aufspaltung durch Deuterium