

WS19 Name .....

Matrikelnr.....

## Spektroskopie 2 (NMR) WS 2019 Klausur

17.12.2019

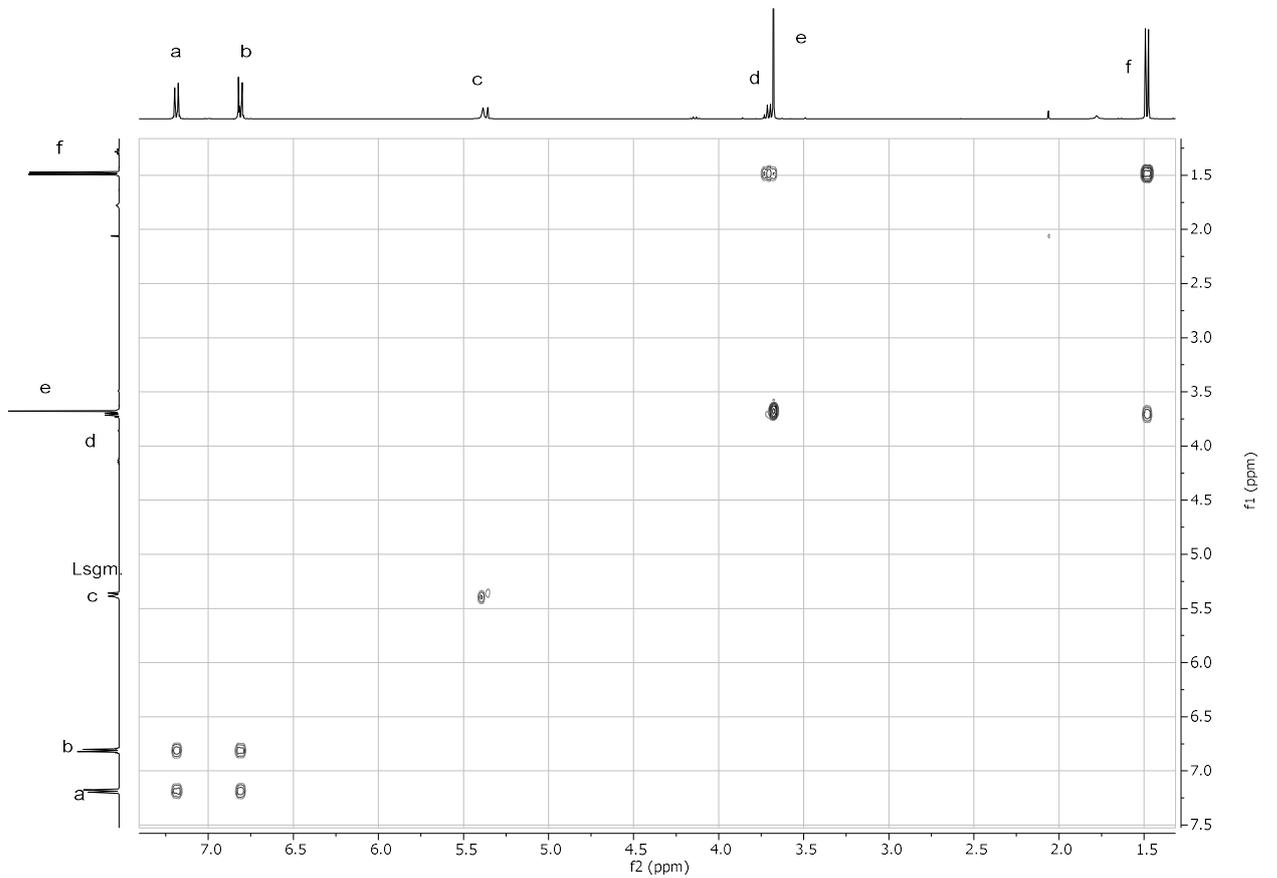
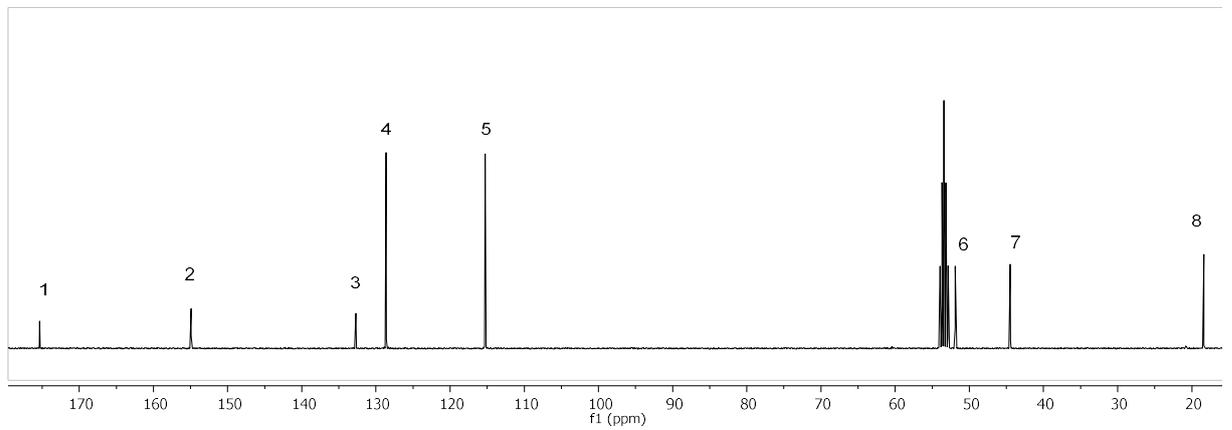
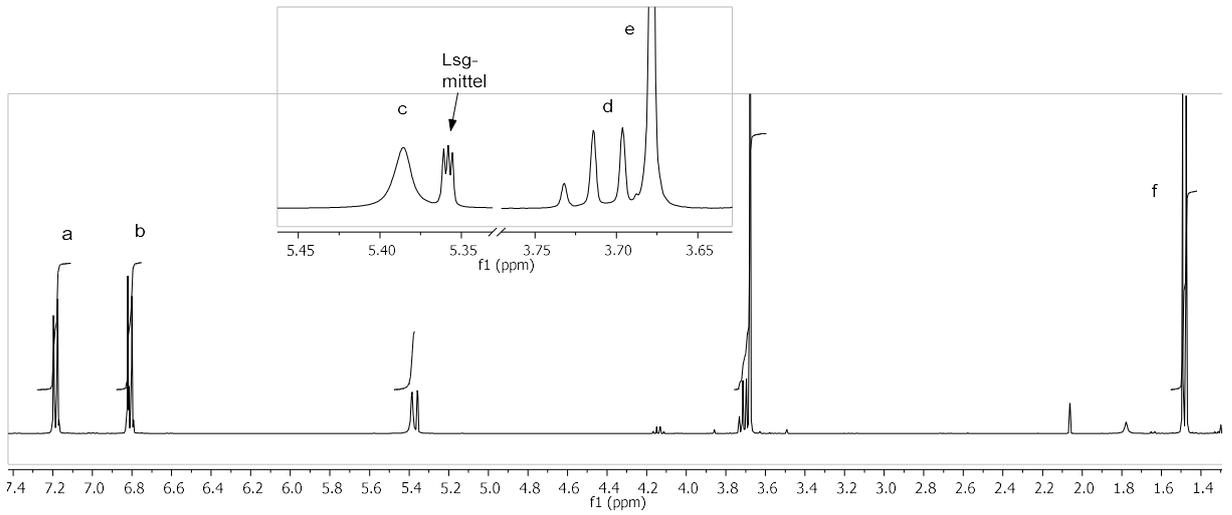
### Frage 1: (8 Punkte)

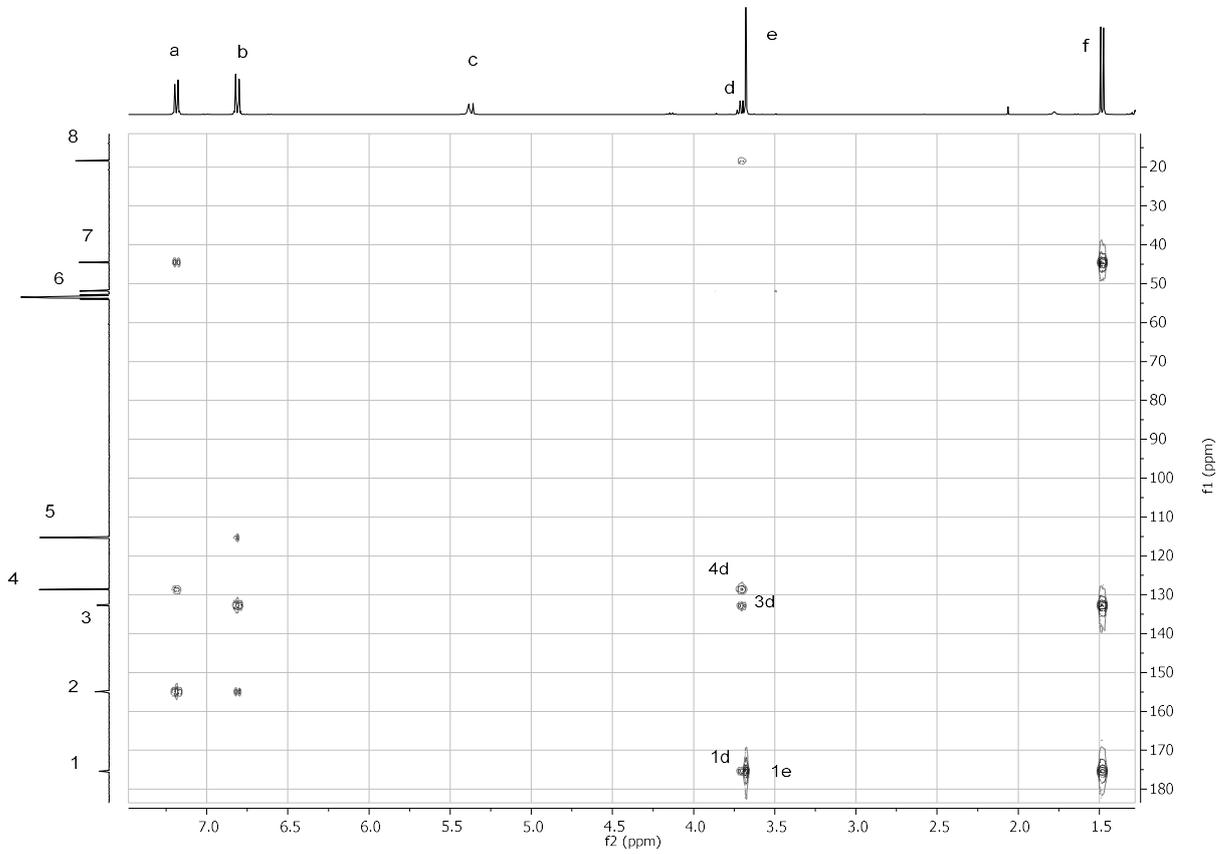
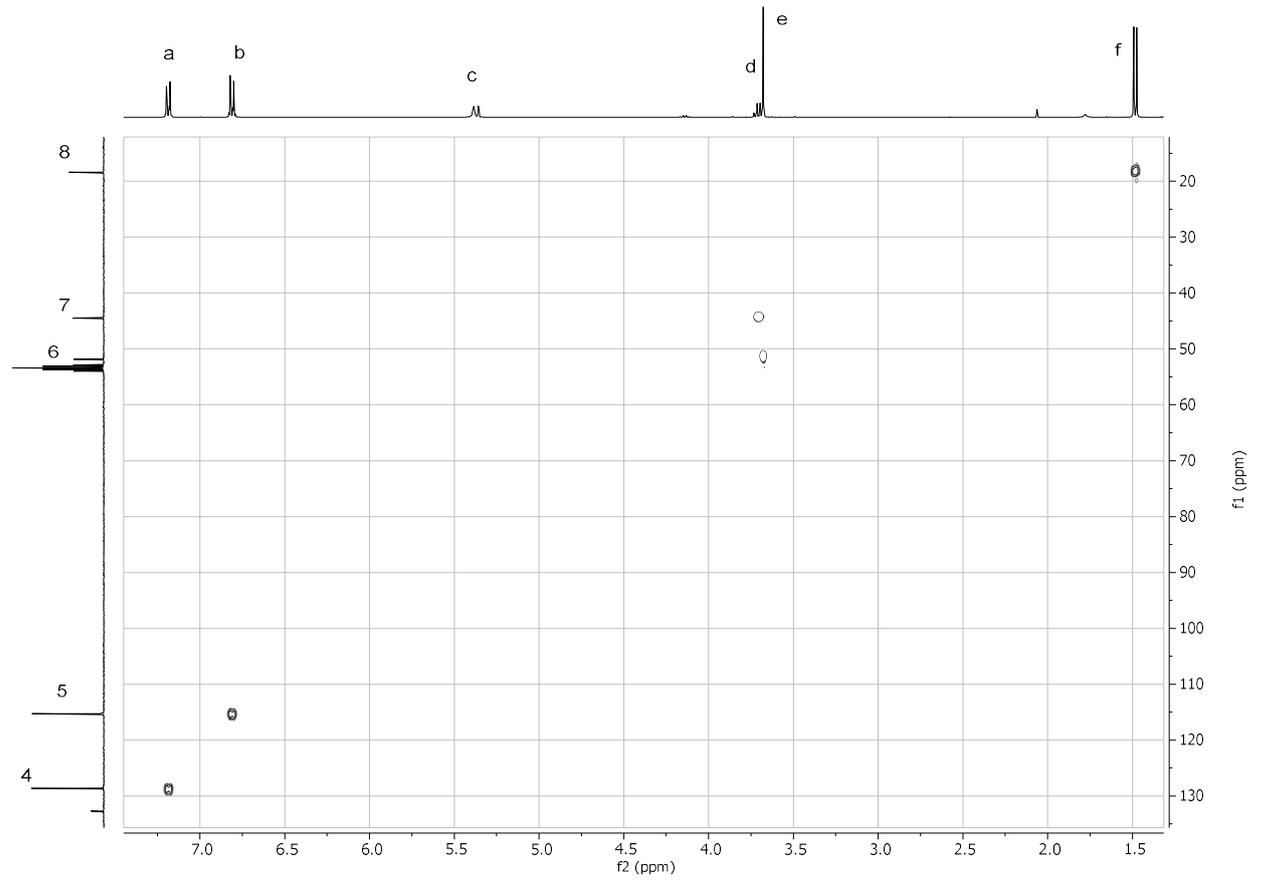
Auf Seite 2 sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:  $C_{10}H_{12}O_3$  .

Lösungsmittel:  $CD_2Cl_2$

Hinweis: am Proton d hängt kein Sauerstoff!

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund des  $^1H$ - und  $^{13}C$ -Spektren? (4 P)
2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. (1 P)
3. Ordnen Sie C-Atom 1 und 2 zu und berechnen Sie von einem dieser beiden C-Atome die Verschiebung.(mit Einheit!) (2 P)
4. Zeichnen Sie die im HMBC sichtbaren Kopplungen von C1 in Ihr Molekül ein. (1 P)  
Zeichnen Sie das Molekül noch einmal hierher. Ordnen Sie die verwendeten Protonen zu.  
Um welche Kopplung handelt es sich? ( $^2J_{CH}$ ,  $^3J_{CH}$ )



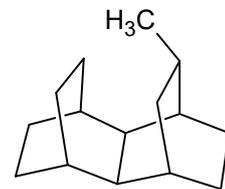
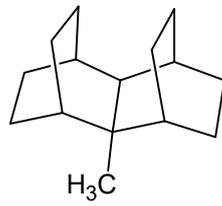
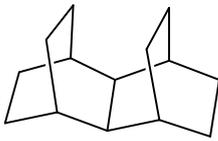
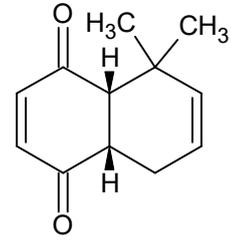
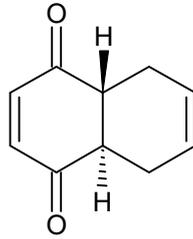
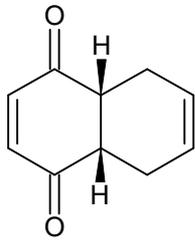


**Frage 2: (12 Punkte)**

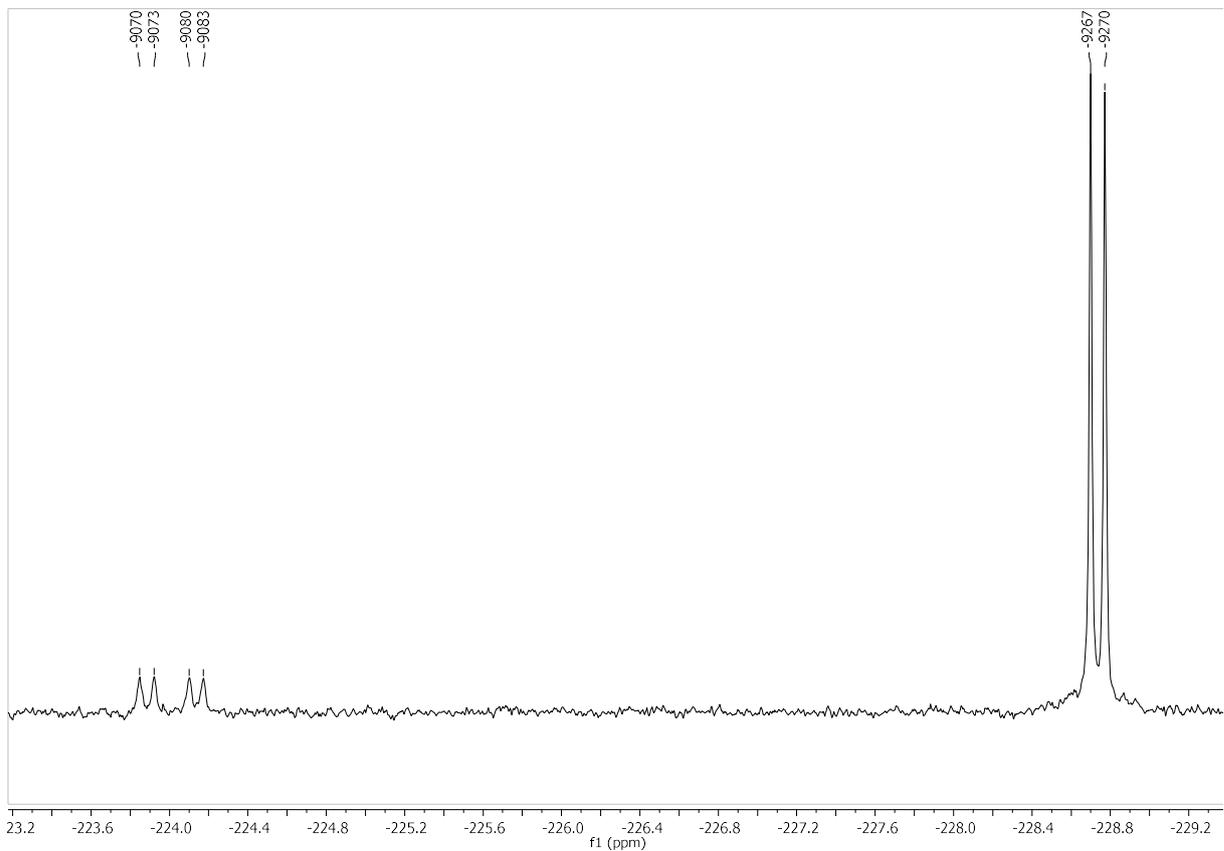
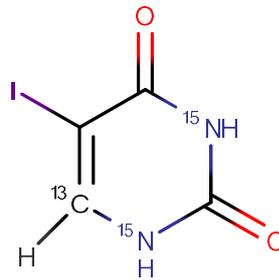
1. Wieviele Signale erhalten Sie im Protonen-Spektrum?

(6 P)

Bestimmen Sie, welche Symmetrie-Elemente enthalten sind.



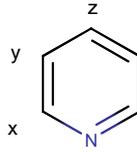
2. Für folgende Verbindung erhalten Sie dieses <sup>15</sup>N-Spektrum (<sup>1</sup>H-entkoppelt)



- Ordnen Sie die beiden Signale zu, erklären Sie die Aufspaltung und bestimmen Sie die Kopplungskonstanten.  
 $I(^{15}\text{N}) = \frac{1}{2}$  (4 P)
- Bei welcher Frequenz wurde <sup>15</sup>N gemessen? (mit Berechnung) (1 P)
- Bestimmen Sie das Spinsystem dieser Verbindung (1 P)

**Frage 3: (17 Punkte)**

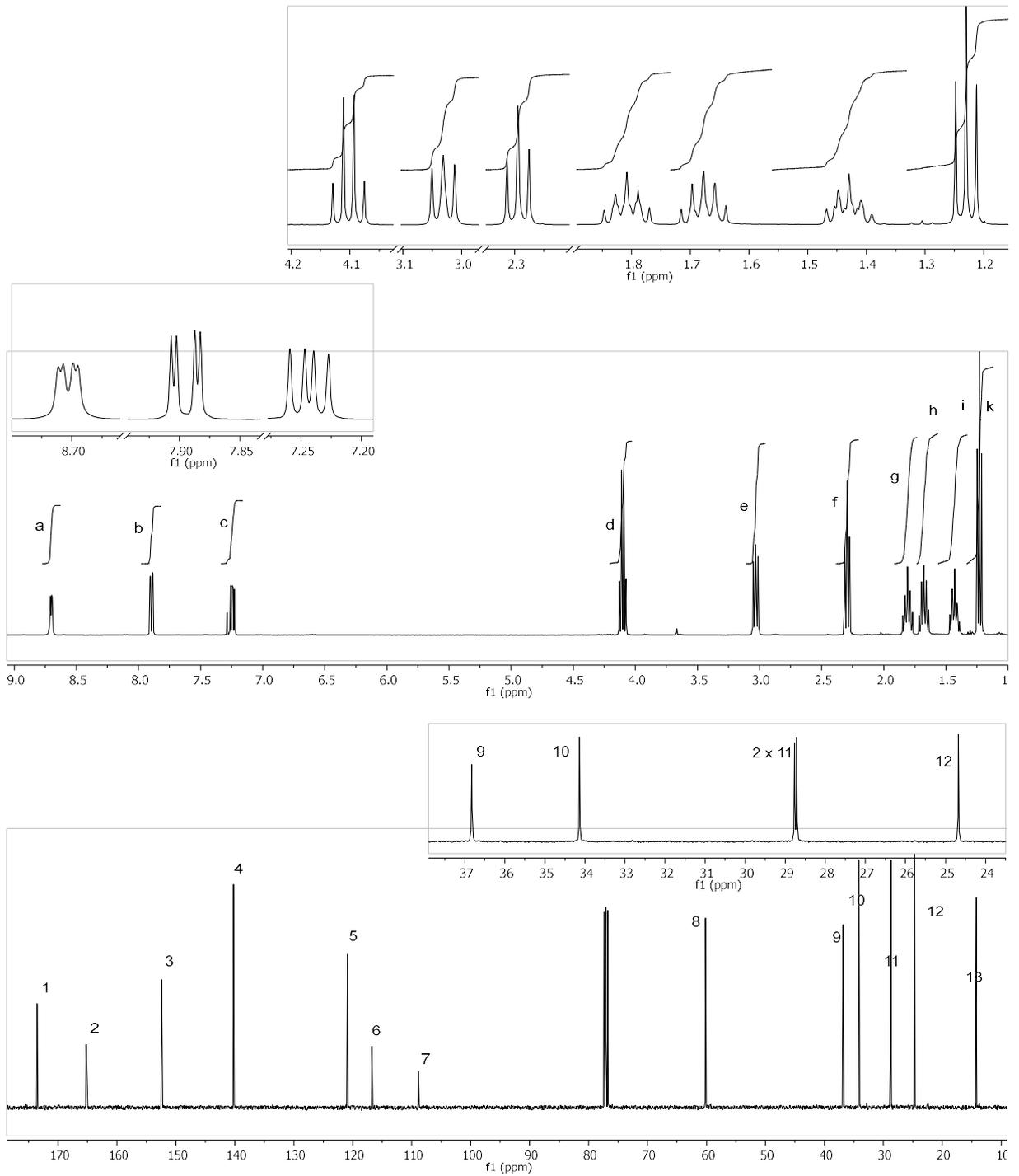
Auf folgenden Seiten sind die NMR-Spektren einer Verbindung mit folgender Summenformel abgebildet:  $C_{14}H_{18}N_2O_2$ .



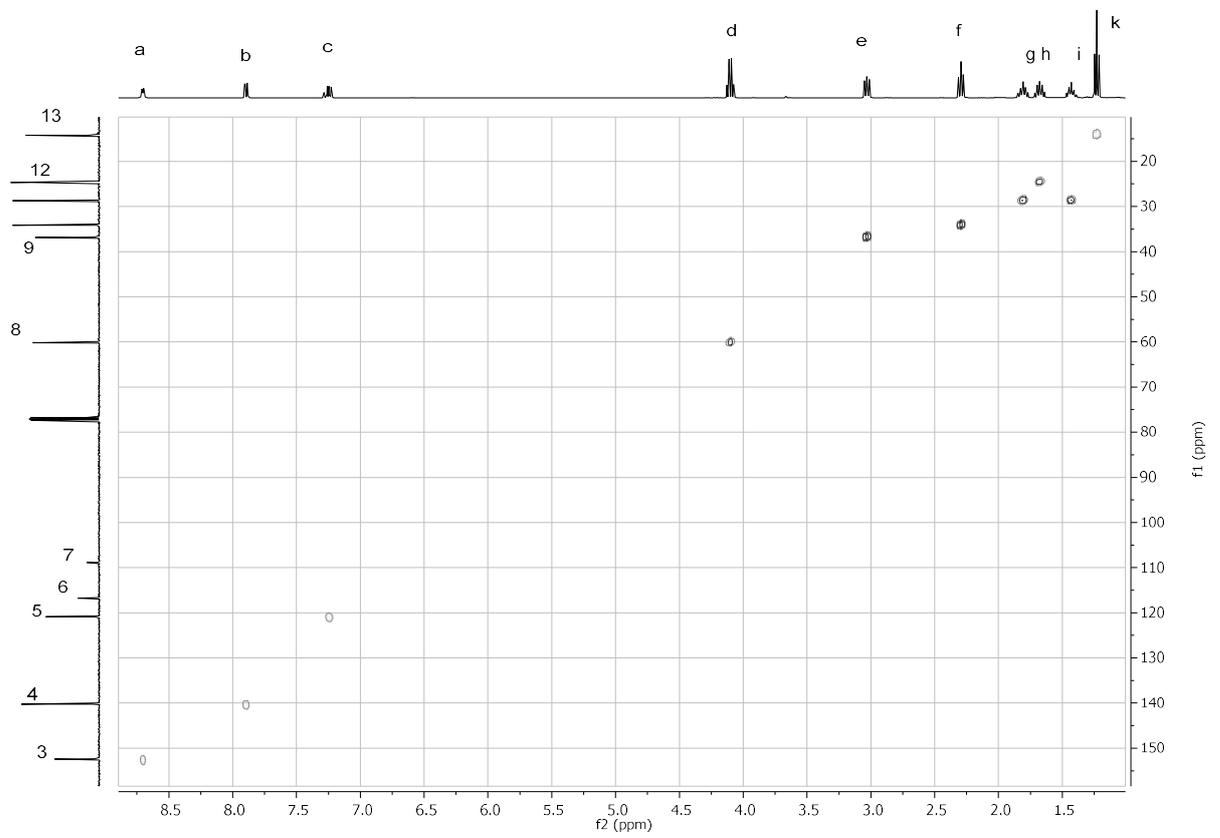
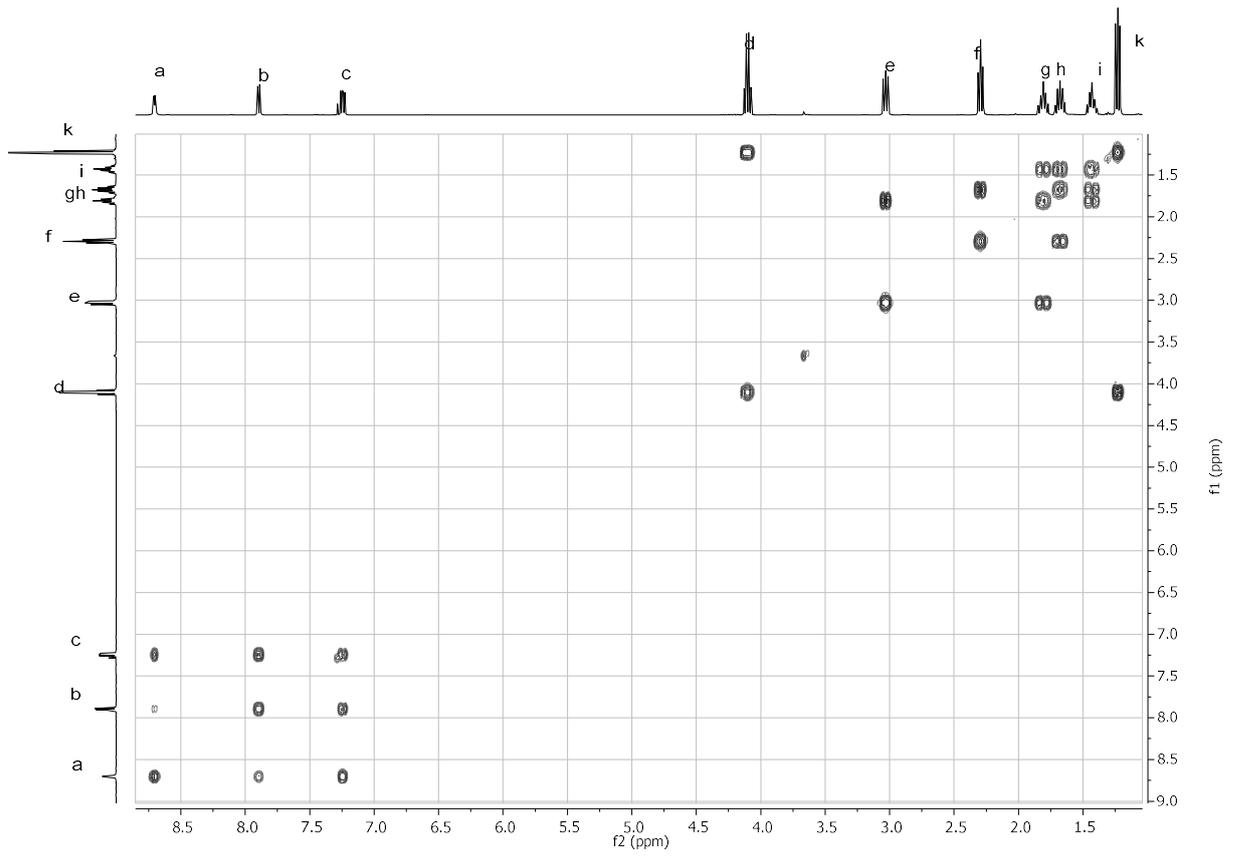
Kopplungskonstanten von Pyridin:

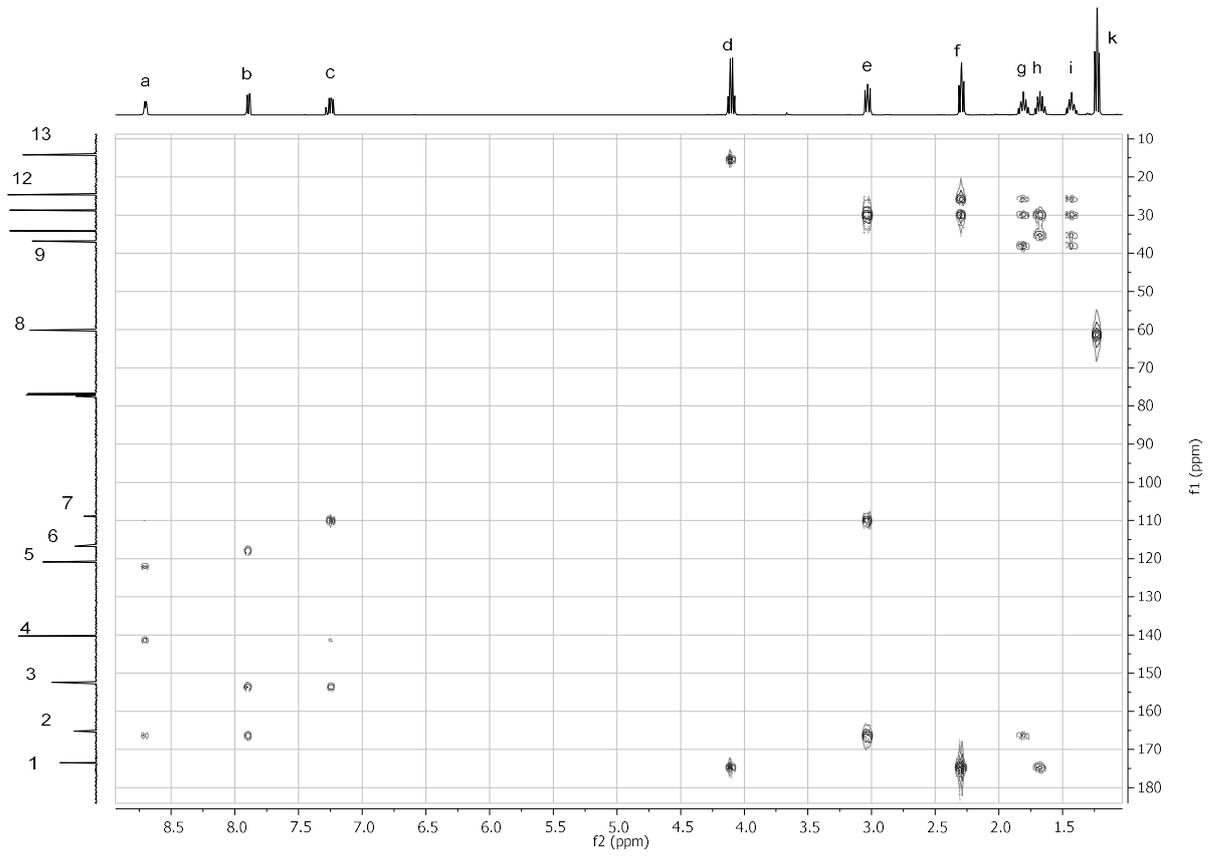
$$J(xy) = 5.5 \text{ Hz}, \quad J(yz) = 7.6 \text{ Hz}, \quad J(xz) = 1.9 \text{ Hz}$$

1. Welche Fragmente finden Sie auf Grund der Spektren ( $^1H$ ,  $^{13}C$ , Cosy)? (4 P)  
Ordnen Sie die Signale so gut wie möglich zu, um Frage 3 beantworten zu können.
  
2. Geben Sie eine sinnvolle Struktur an. (1 P)
  
3. Ordnen Sie alle quartären C-Atome zu. (2 P)
4. Zeichnen Sie für diese quartären C-Atome die im HMBC sichtbaren Kopplungen in Ihr Molekül ein. Beschriften Sie auch die benötigten Protonen.  
Zeichnen Sie dafür Ihr Molekül noch einmal hier her.  
Geben Sie an, um welche Kopplung es sich handelt. Z. B.  $^3J_{1a}$  (4 P)
  
5. Zeichnen Sie auf S. 9 einen Splittingschlüssel für die aromatischen Protonen incl allen Kopplungskonstanten (6 P)

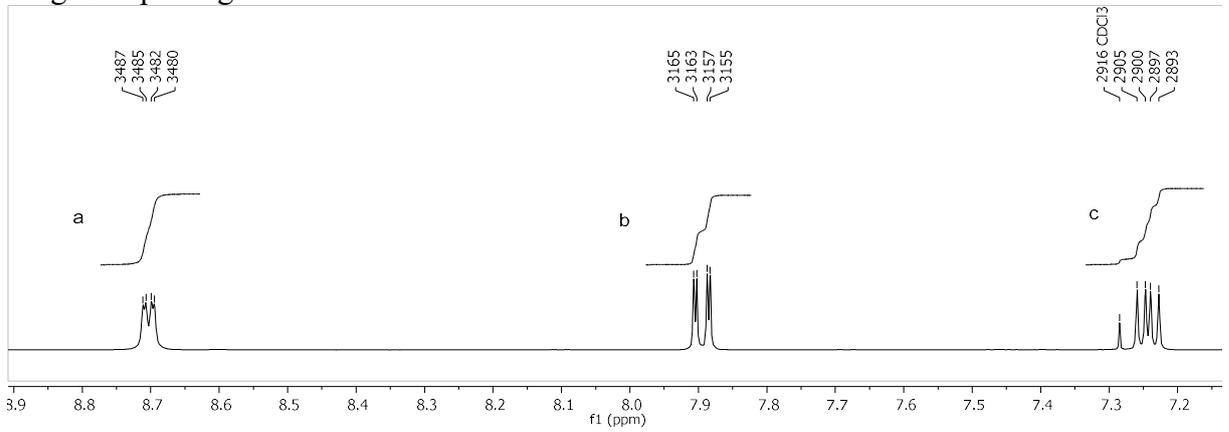


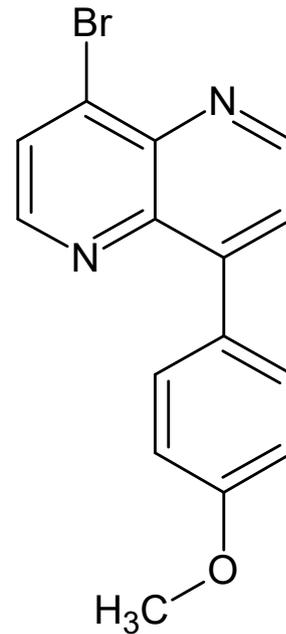
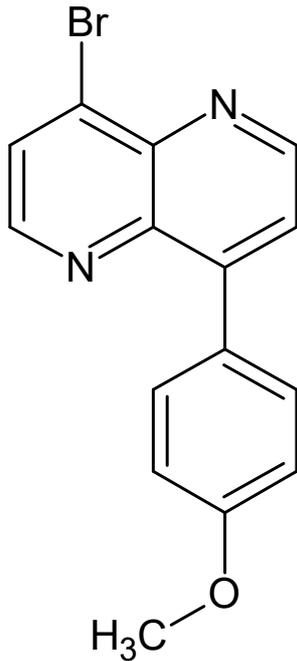
Hinweis: Signal 11 sind 2 Kohlenstoffe !!





Frage 5: Splittingschlüssel

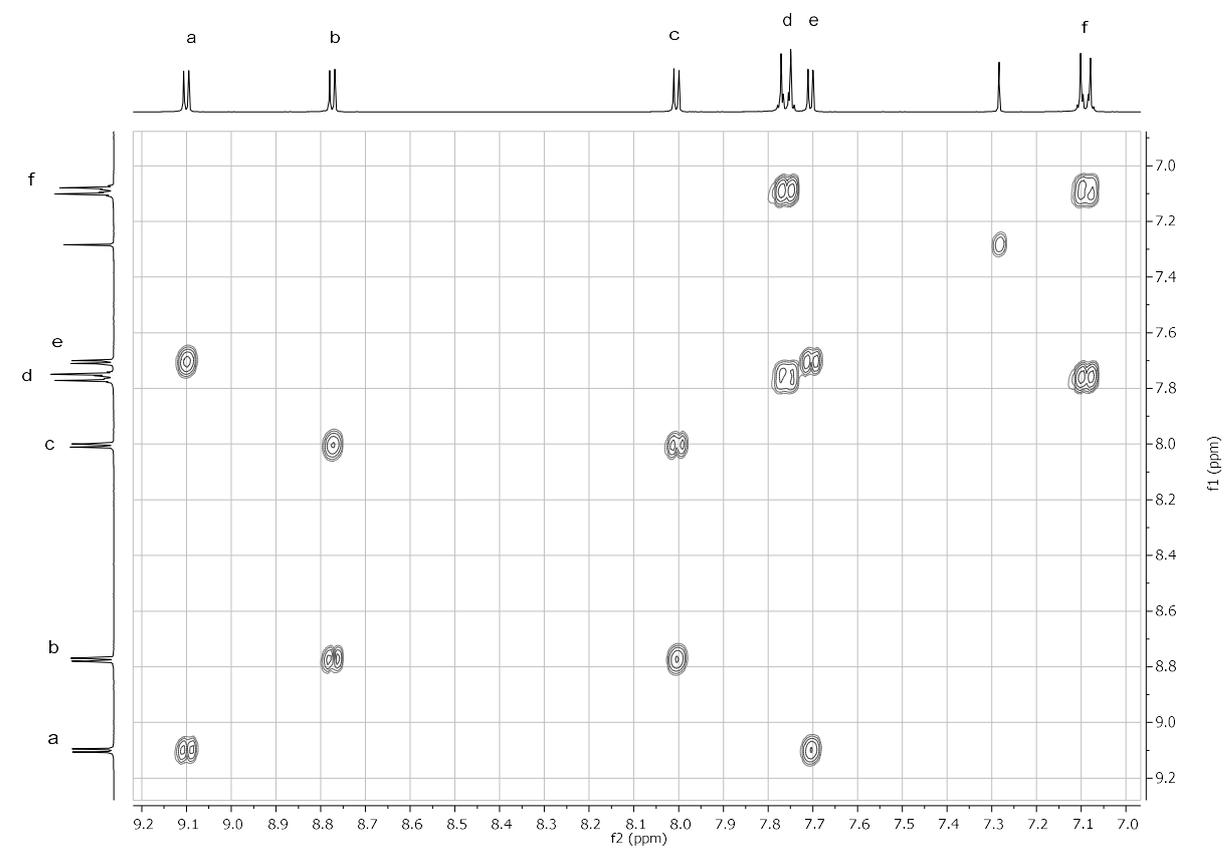
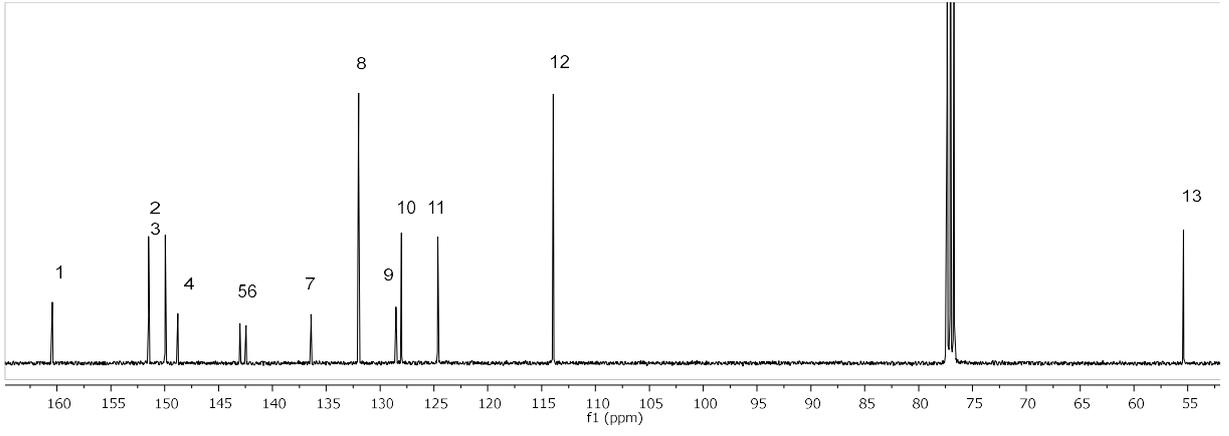
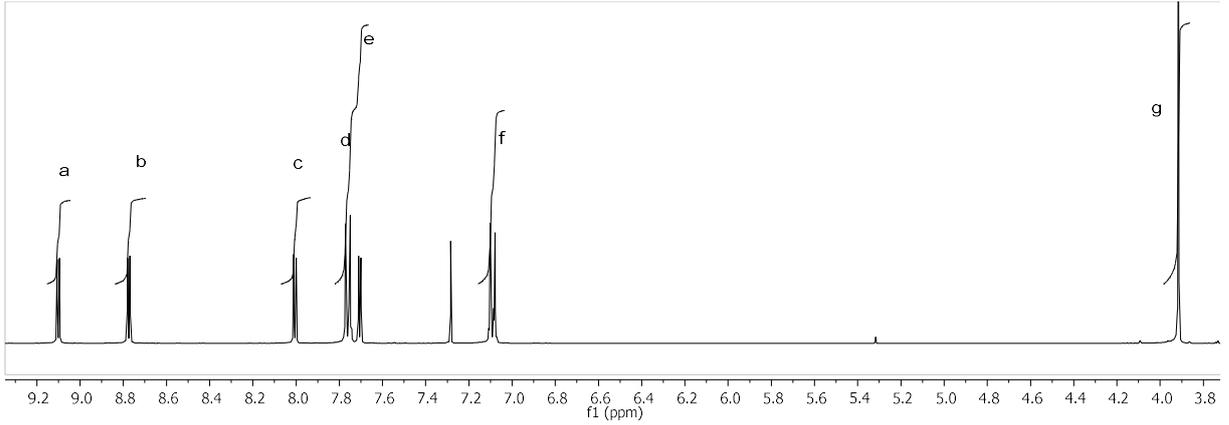


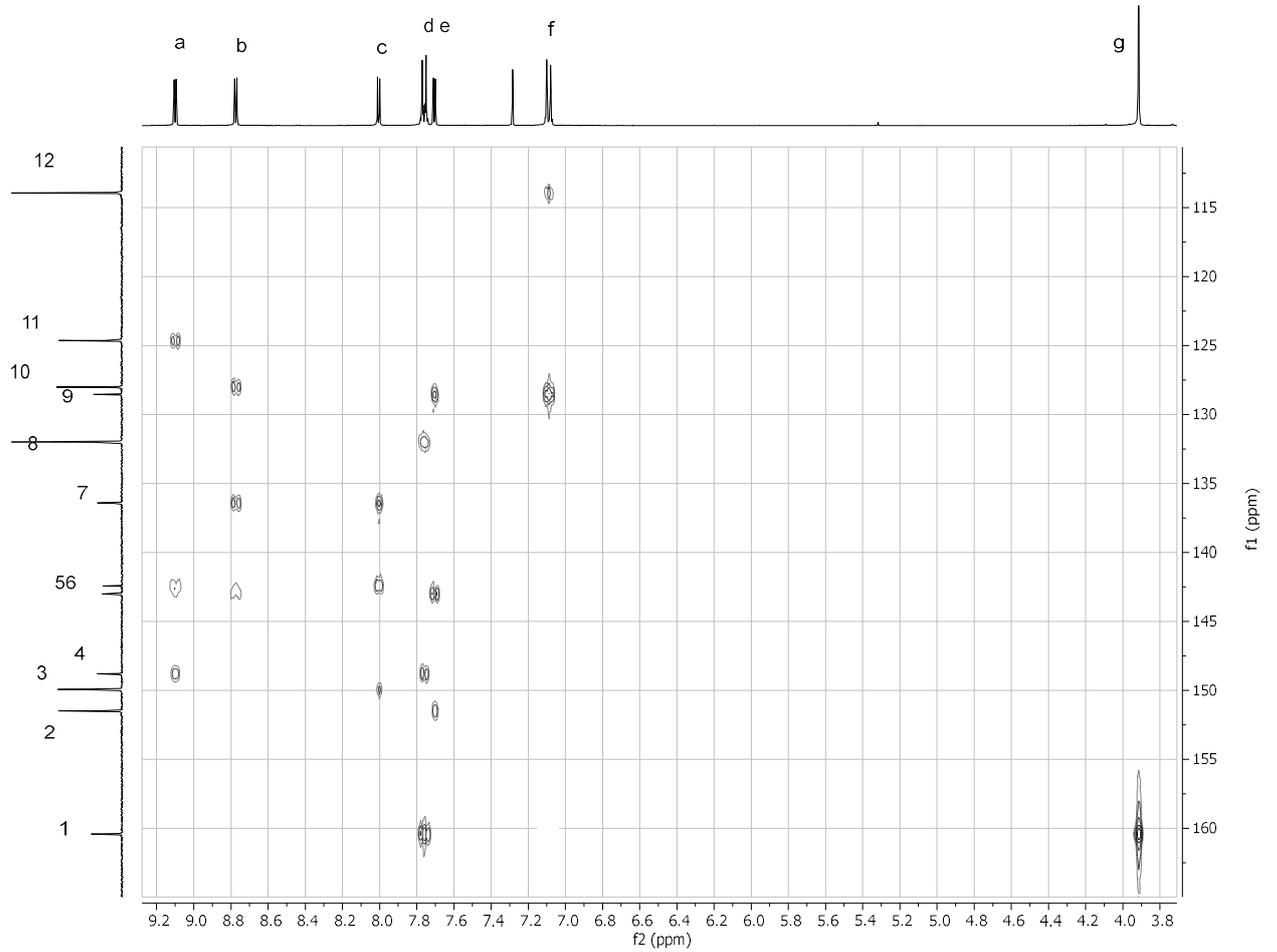
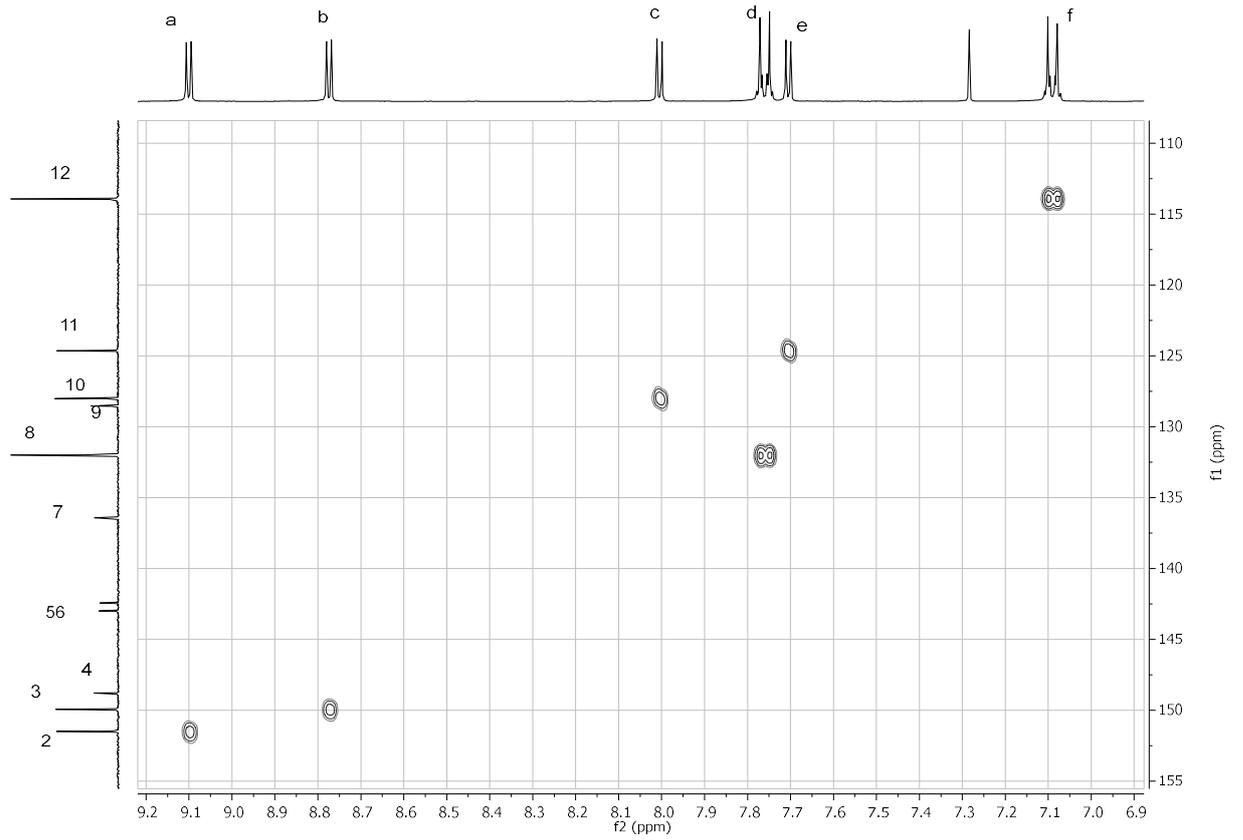
**Frage 4: (18 Punkte)**

Hinweis: im COSY und HSQC habe ich das Signal für OMe weggelassen, damit die anderen Signale besser zu sehen sind!

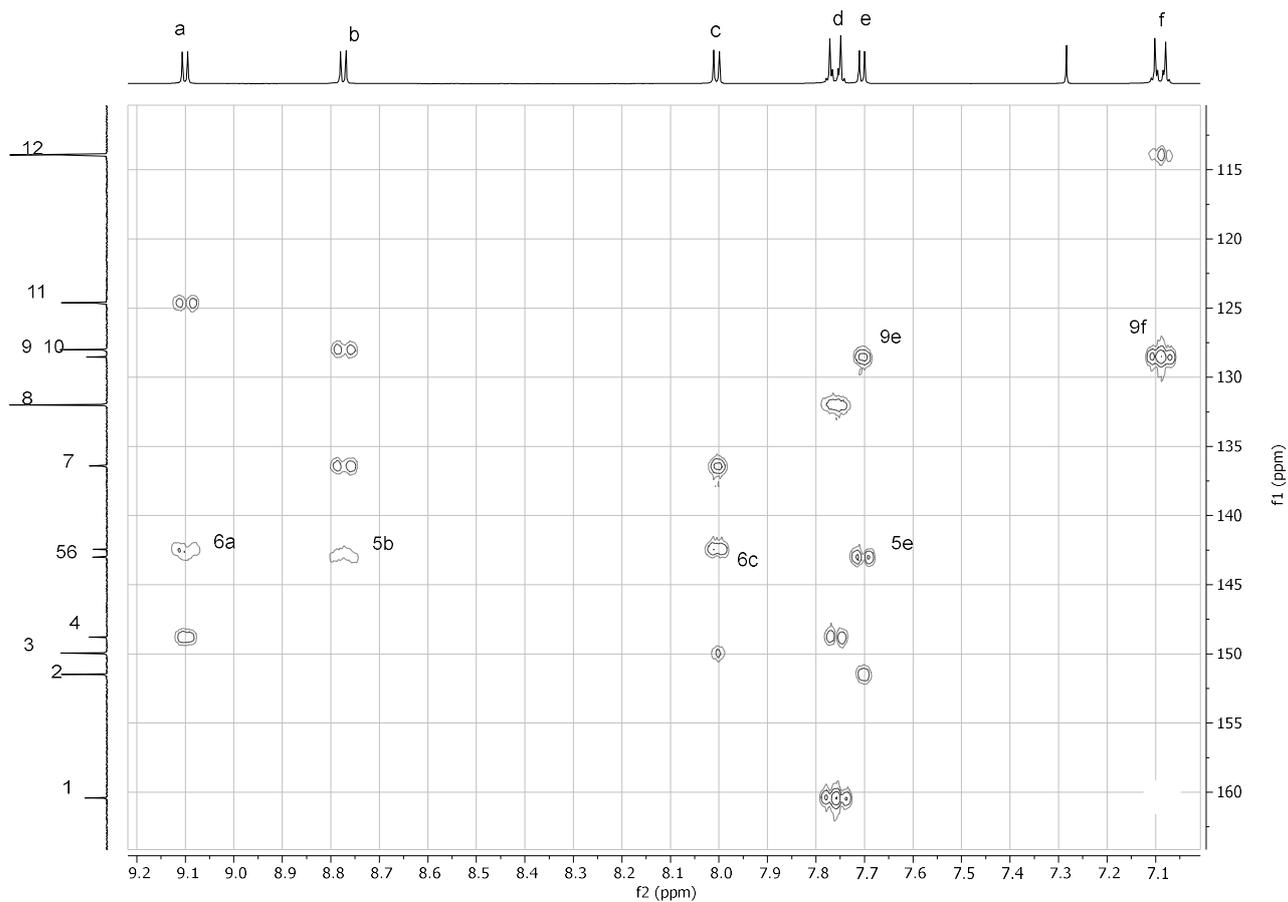
1. Ordnen Sie alle Signale zu. (linke Struktur) (13 P)
2. Begründen Sie Ihre Zuordnung, indem Sie für die quartären C-Atome im HMBC sichtbare Kopplungen in Ihr Molekül einzeichnen. (rechte Struktur)  
HMBC: Füllen Sie für diese C-Atome folgende Tabelle aus. (5 P)

$^{13}\text{C}$	$^1\text{H}$	$^n\text{J}_{\text{CH}}$
1		$^3\text{J}_{\text{CH}}$





Vergrößerung nächste Seite!



**Frage 5: (15 Punkte)**

1. Kategorisieren Sie die folgenden Impulsfolgenamen gemäß der folgenden Tabelle. (3 P)

**COSY:** Correlation Spectroscopy

**NOESY:** Nuclear Overhauser Effect Spectroscopy

**HMQC:** Heteronuclear Multiquantum Correlation

**APT:** Attached proton test

**Hahn echo**

**TOCSY:** Total Correlation Spectroscopy

**Inversion Recovery**

**DEPT:** Distortionless enhancement by polarization transfer

**HSQC:** Heteronuclear Singlequantum Correlation

**HMBC:** Heteronuclear Multibond Correlation

1D		2D	
$^1\text{H}$ det.	$^{13}\text{C}$ det.	homonuclear	heteronuclear

2. Zeichnen Sie eine  $^{19}\text{F}$ - $^{19}\text{F}$  2D COSY Pulssequenz. (2 P)

a) Was sind die Bausteine? Was symbolisiert jedes Element? (2 P)

b) Wie lange würde eine 2D-Spektrenaufnahme dauern, wenn wir 8 Scans und 128 indirekte Inkremente mit einer maximalen indirekten Akquisitionszeit von 25 ms und einer direkten Akquisitionszeit von 0,1 sec verwenden würden, und wir würden lange genug warten, bis die Magnetisierung wieder auf ihren Gleichgewichtswert zurückgeführt wird. Die  $T_1$ - und  $T_2$ -Zeiten von  $^{19}\text{F}$  betragen 800 ms bzw. 600 ms. Wie sind Sie auf diese Zeitdauer gekommen? (3 P)

c) Zeichnen Sie eine Skizze eines 2D  $^{19}\text{F}$ - $^{19}\text{F}$ -COSY-Spektrums für das folgende Molekül. (ohne Fernkopplungen) (5 P)

Die Verschiebungen(ppm) sind im Molekül angegeben.

