

Name

Matrikelnummer

Theorieteil

30 Punkte

Hilfsmittel

Kern	Kernspin Quantenzahl I	Gyromagnetisches Verhältnis γ [MHz/T]	Natürliche Häufigkeit
^1H	1/2	42.6	99.98%
^2D	1	6.5	0.02%
^{11}B	3/2	13.7	80%
^{13}C	1/2	10.7	1%
^{14}N	1	3.1	99.6%
^{15}N	1/2	-4.3	0.4%
^{19}F	1/2	40.1	100%
^{23}Na	3/2	11.3	100%
^{29}Si	1/2	-8.5	5%
^{31}P	1/2	17.2	100%

Naturkonstanten

Planck-Konstante/Wirkungsquantum	h	$6.626 \cdot 10^{-34} \text{ J s}$
Lichtgeschwindigkeit im Vakuum	c_0	$2.998 \cdot 10^8 \text{ m/s}$
Boltzmann-Konstante	k_B	$1.381 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}$

Aufgabe 1: Eigenschaften von Kernspins

10 Punkte

1. Ein Isotop besitzt dieselbe Anzahl Protonen und Neutronen im Kern. Erwarten Sie von diesem Isotop günstige Eigenschaften für die NMR-Spektroskopie?

1 Punkt

- +1 Anzahl Protonen/Neutronen ist eine gerade Zahl $\rightarrow$
 oder $I = 0 \rightarrow$ Kern ist nicht NMR-aktiv.
 +1 Anzahl Protonen/Neutronen ist eine ungerade Zahl $\rightarrow$
 Beide Argumente: I ganzzahlig, also quadrupolarer Kern. $\rightarrow$ Ungünstig für NMR.
 1 Bonuspunkt

2. Vergleichen Sie die Elemente Natrium und Silizium in Hinblick auf ihre Eignung für die NMR-Spektroskopie, indem Sie für jede der drei Eigenschaften aus der Tabelle auf dem Deckblatt den Kern benennen, der die günstigeren Eigenschaften aufweist und jeweils begründen.

3 Punkte

- +1 - Kernspin Quantenzahl I : ^{29}Si ist $\frac{1}{2}$, ^{23}Na ist $\frac{3}{2}$
 Quadrupol-Kopplung nur bei ^{23}Na , ungünstig wegen schneller Relaxation.
 +1 - Gyromagnetisches Verhältnis γ : $^{23}\text{Na} > ^{29}\text{Si}$,
 günstiger für ^{23}Na , größere Magnetisierung im Gleichgewicht
 +1 - Natürliche Häufigkeit: $^{23}\text{Na} > ^{29}\text{Si}$
 größere Sensitivität für Na (ohne Isotopenanreicherung)

3. Atomkerne können auf verschiedene Weise mit ihrer Umgebung wechselwirken. Drei grundlegend verschiedene Arten solcher Interaktionen sind für die NMR-Spektroskopie relevant und können sich im NMR-Spektrum manifestieren. Nennen Sie diese drei Arten von Interaktionen und geben Sie jeweils ein Beispiel.

6 Punkte

- Je 1 Punkt $\rightarrow$ Kernspin $\leftrightarrow$ B-Feld: Zeeman-Interaktion, Radiofrequenzanregung $\leftarrow$ Je 1 Punkt
 Kernspin $\leftrightarrow$ Spin: J-/skalare Kopplung (Kern- oder Elektronen) Dipolkopplung
 Kernspin $\leftrightarrow$ E-Feld: Quadrupolare Kopplung (mit Quadrupolmoment) (gradient)

Aufgabe 2: Pulssequenzen

10 Punkte

1. Nennen Sie ein Beispiel für eine homonukleare Pulssequenz mit Akronym, Bedeutung des Akronyms und Informationsgehalt des zugehörigen Spektrums.

4 Punkte

Beispiele aus der Vorlesung:

COSY, TOCSY, EXSY, NOESY, ROESY

↳ Correlated spectroscopy, paarweise Korrelationen über J-Kopplungen

2. Sie wollen ein ^{13}C -Spektrum von einem komplexen Naturstoff aufnehmen und danach die Signalintensitäten quantitativ auswerten. Welche der vier gezeigten Pulssequenzen nutzen Sie? Mit Begründung.

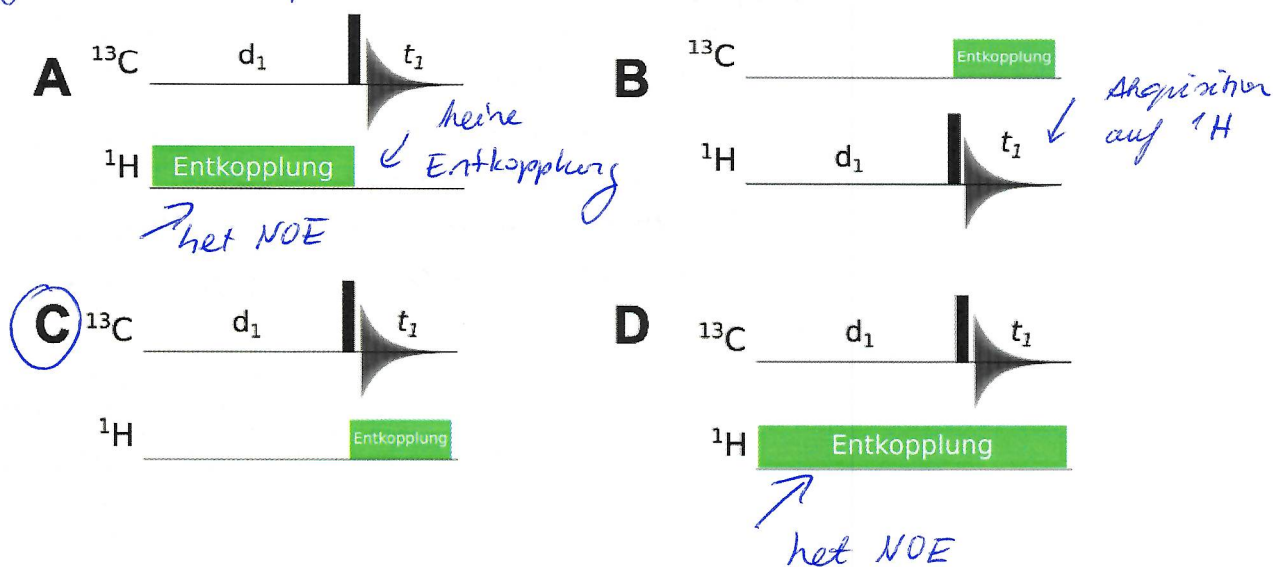
4 Punkte

- Entkopplung ^1H während der Aufnahme des FID, um Multipletts zu entfernen und so das Spektrum zu vereinfachen / Overlap zu reduzieren
- Keine RF-Strahlung auf ^1H während des Relaxationsdelays d_1 , damit der heteronukleare NOE nicht die Intensitäten verzerrt (CH_3 versus CH_2 versus CH versus C)

Auf welchen Parameter in der Pulssequenz müssen Sie beim Aufsetzen der Messung besonders achten? Mit Begründung.

2 Punkte

Auch die ^{13}C spins mit der längsten Relaxationszeit (z.B. quartäre Cs) müssen genug Zeit haben zu relaxieren zwischen den Transienten, d_1 muss dementsprechend gewählt werden, sonst werden die Intensitäten verzerrt.



Aufgabe 3: Datenaufnahme und Prozessierung

10 Punkte

1. Sie messen ein NMR-Spektrum, das nur ein Signal enthält. Das Experiment besteht aus einem 90° -Puls, gefolgt von der Aufnahme des FIDs. Nennen Sie zwei Faktoren, die bestimmen, wie lange das FID-Signal anhält.

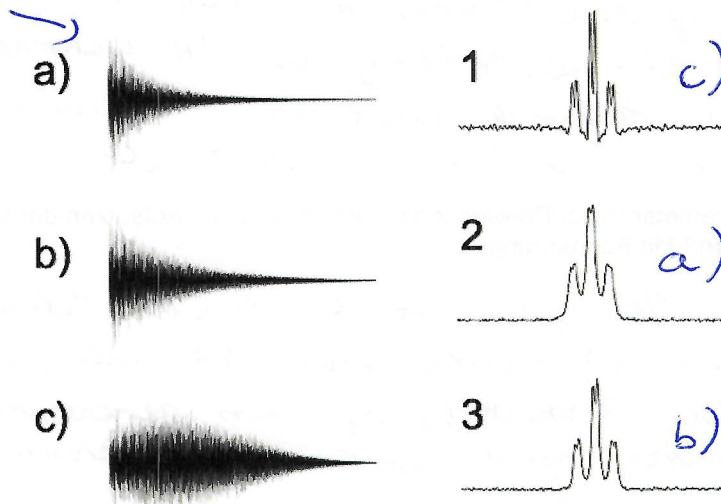
2 Punkte

- Intrinsische T_2 - Relaxationszeit des Spins, beeinflusst z.B. von Molekülgröße / Korrelationszeit.
- Shim / Homogenität des Magnetfelds (T_2^* -Zeit)

2. Ordnen Sie die prozessierten Spektren den FIDs zu, aus denen diese hervorgegangen sein müssen. Bitte mit Begründung.

3 Punkte

FID Abfall
am schnellsten
bzw.
Apodisierung
betont mehr
Punkte im FID
→ bestes SNR,
geringere
Auflösung



↑ FID Abfall
am langsamsten
bzw. Apodisierungsfunktion
betont spätere Punkte im FID
→ beste Auflösung, mehr Rauschen

3. Erklären Sie, was mit einem 2 Bit Analog-zu-Digital Wandler (ADC) gemeint ist.

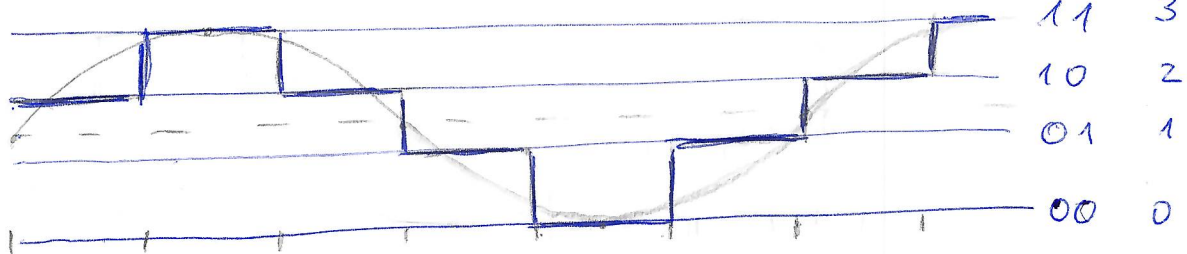
2 Punkte

Der ADC konvertiert ein analoges Signal in eine Binärzahl mit 2^n Bits, also 0, 1, 2, 3

Der ADC kann also vier diskrete Signalniveaus / Amplituden auflösen, das sind drei Intervalle.

4. Fertigen Sie eine Skizze davon an, wie ein 2 Bit ADC eine Sinuskurve digitalisiert.

3 Punkte



Lösung ist abhängig von der gewählten Samplingrate.

