

# Probenvorbereitung und Spektrenauswertung

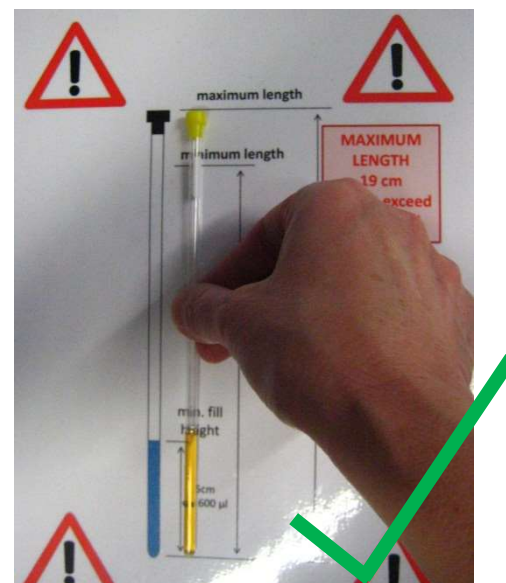
OC-Praktikum

Sebastian Kemper | Institut für Chemie | OC-Praktikum

---

## Probenvorbereitung

Vor dem Ansetzen der Probe muss das NMR-Röhrchen kontrolliert werden, ob es die richtige Länge hat und es nicht abgebrochen ist. **Fehlerhafte Röhrchen können Schäden am Gerät verursachen, unbedingt aussortieren!**



Auf richtige Länge der  
Röhrchen achten!

## Probenvorbereitung

Es sollte nicht versucht werden die Substanz im NMR-Röhrchen zu lösen! Die Substanz sollte **im Schnappdeckelgläschen abgewogen werden** und mit der entsprechenden Menge deuterierten Lösungsmittel (**1 ml Spritze benutzen**) versetzt werden. Löst sich der Stoff nicht, muss man warten, biss sich der Feststoff abgesetzt hat und dann vorsichtig die Lösung abpipettieren (nur die Lösung, ohne den Feststoff).

- 0,2 molare Lösung für  $^{13}\text{C}$ -Messung notwendig
- 0,65 ml **deuteriertes** Lösungsmittel  
CDCl<sub>3</sub> für unpolare, DMSO-d<sub>6</sub> für polare Substanzen



## Probenvorbereitung

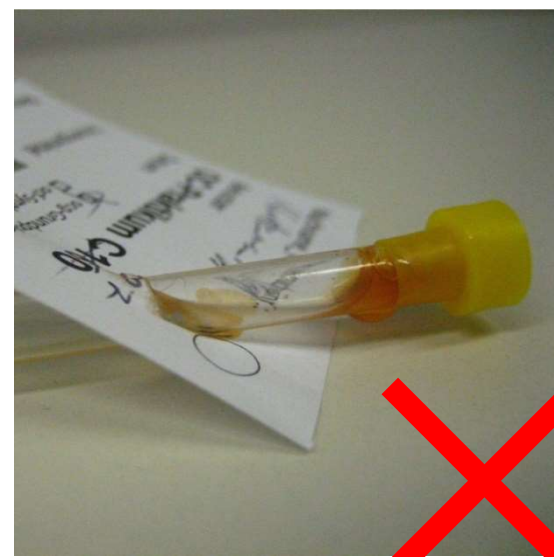
Die Proben werden jeden Tag um 6:00-7:00 zum Messen abgeholt. Vor der Abgabe muss die Probe richtig beschriftet werden. **Nur saubere Proben werden entgegengenommen!**



Volumen kontrollieren



Richtig beschriften!



Von Außen muss die Probe sauber sein!

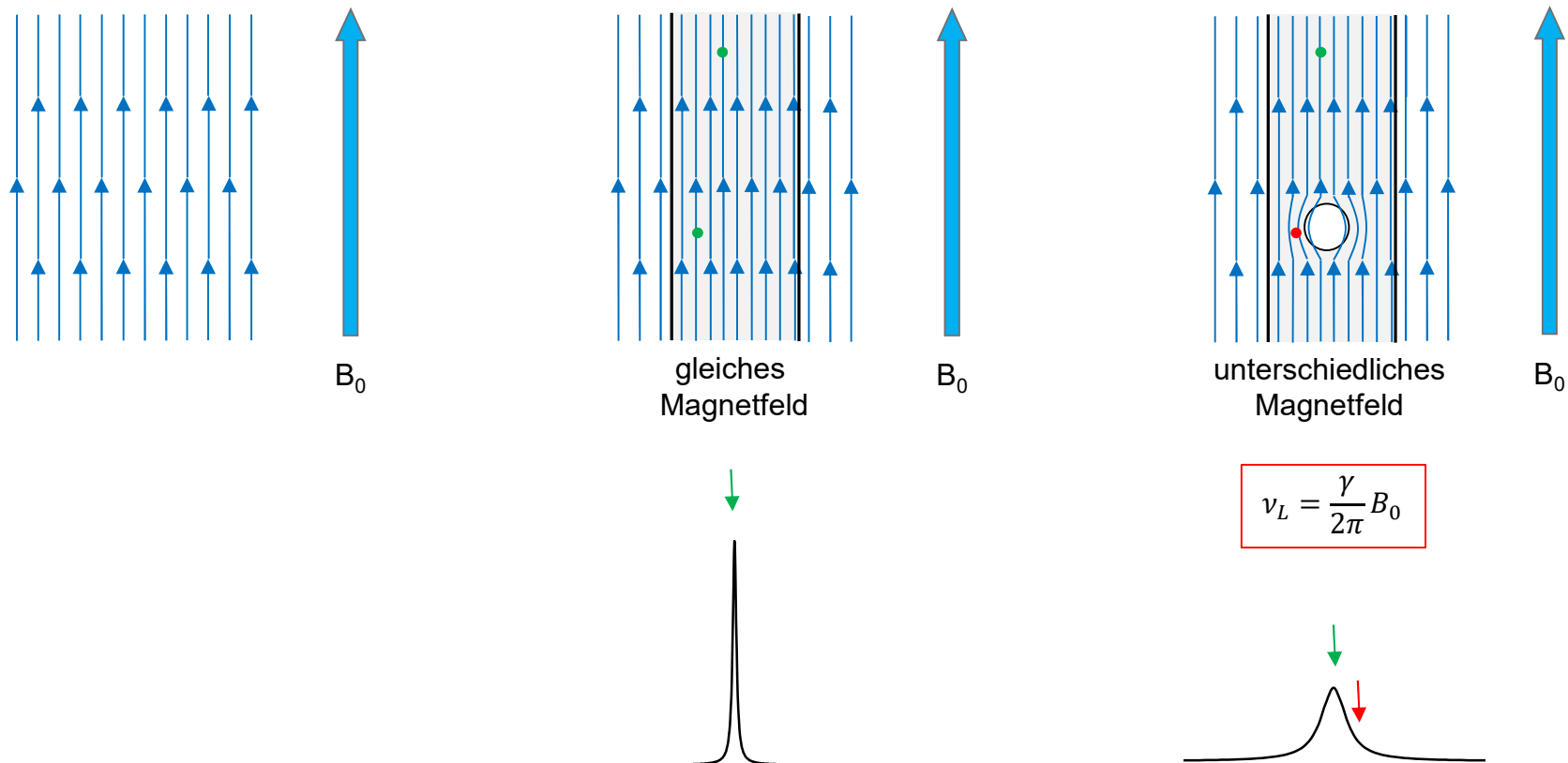
Name der Probe: Nachname\_Versuchsnummer (z.B. Kemper\_V1)\*

\* falls Bedenken wegen dem Datenschutz bestehen, kann ein Pseudonym benutzt werden

## Probenvorbereitung

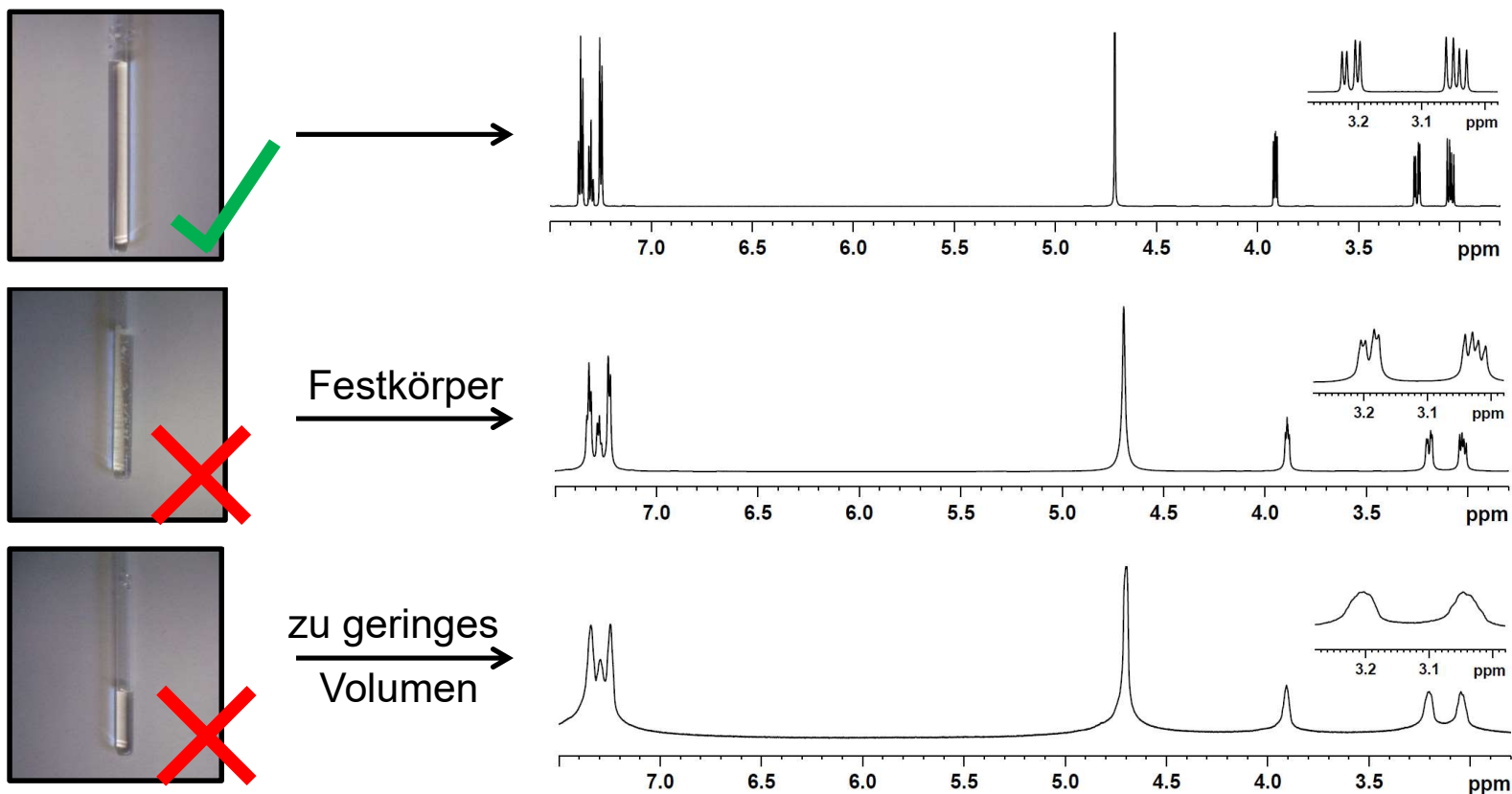
Inhomogenität der Probe (Festkörper oder Grenzfläche) stört die Homogenität des Magnetfeldes

Grund: Magnetische Suszeptibilität



## Probenvorbereitung

Inhomogenität der Probe (Festkörper oder Grenzfläche) stört die Homogenität des Magnetfeldes



## Daten Zugriff

Daten befinden sich nach der Messung im AFS

- Zugriff von Zuhause (Anleitungen auf der [Webseite](#) des Campusmanagments):
  - Entweder über sFTP mit z.B. WinSCP, [FileZilla](#)\* oder Cyberduck
    - Vorteil: relativ stabil
    - Nachteil: Daten können nur runter (und hoch) geladen werden
  - Über [VPN](#) und dann [OpenAFS](#)
    - Vorteil: Daten können direkt von Programmen verwendet werden
    - Nachteil: oft instabil
  - Pfad: `//AFS/tu-berlin.de/units/Fak_II/chemie/praktikum/data/.../nmr`



\* Logon Type auf „Interactive“ setzen

## Computer im Praktikum

Neben der Auswertung zu Hause, können die Computer in den Räumen C159 und C307 während der Praktikumszeit genutzt werden. Zum Drucken kann der Drucker in C 159 von allen Computern aus benutzt werden.

- Einloggen mit Passwort (siehe ISIS)
- Topspin ist installiert
- Im AFS mit dem Script ‚AFS login‘ und ‚AFS logout‘ anmelden/abmelden (Provisionierungsdaten notwendig)





## Spektrenauswertung

### Prozessieren und Auswerten der Daten

- Zuhause oder an den beiden Rechnern im Aufenthaltsraum mit Topspin der Firma Bruker (frei erhältlich für Studenten und nicht kommerzieller Verwendung)

### Alternative Programme (keine Unterstützung beim Auswerten und Installieren)

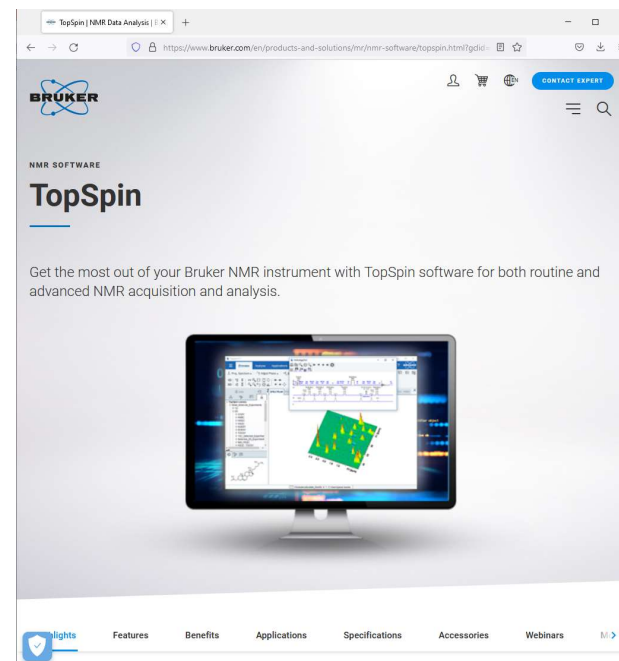
- OpenVnmrJ (Open Source für Mac und Linux)
- Spinworks (University of Manitoba, Freeware)
  - Verfügbar unter \\AFS\tu-berlin.de\units\Fak\_II\chemie\praktikum
- [NMRium](#) (browsergestützt)
- Delta von Jeol
- Mnova 14 (Demo 45 Tage)
- ACD/Spectrus Processor (Demo 30 Tage)
- iNMR (Mac, Demo ein paar Stunden)

## Topspin

- Download von der [Bruker Webseite](#) (Registrierung notwendig)
- Freie Lizenz generieren von der [Webseite](#) (Link bei der Installation)
- Umfangreiches Manual befindet sich im ISIS-Kurs zum Praktikum oder der [Webseite der NMR Abteilung](#)

### Bekannte Probleme mit MacOS:

- Um Topspin zu öffnen, muss eventuell der exec file *topspin* im versteckten Ordner `<Festplatte>\opt\<topspin home>\` geöffnet werden. (Dazu `[cmd]` + `[shift]` + `[.]` verwenden)
- Der Pfad für eure NMR Dateien muss auch in diesem versteckten Ordner sein. ([You Tube Video](#))



## 2D-Spektren

Vom Versuch 5 werden auch 2D-Spektren aufgenommen. Die 2D-Spektren werden nur aufgenommen, wenn das  $^1\text{H}$ -Spektrum sauber ist. → Kürzel vom Assistenten auf dem NMR-Label.

### Charakterisierung:

Dieses Produkt wird vollständig NMR-spektroskopisch charakterisiert. In Ihrem Protokoll sollten Sie daher alle Signale dieser Verbindung eindeutig zuordnen können. Um die Reinheit Ihres Produktes bewerten zu können, messen Sie aber zunächst nur ein  $^1\text{H}$ -NMR-Spektrum. Erst nach Auswertung des Spektrums und **nach Rücksprache mit dem Assistenten** dürfen die weiteren Spektren gemessen werden!

Rf. 0.40 (Cyclohexan).

$^1\text{H}$ -NMR-Spektrum ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ).

$^1\text{H}$ ,  $^1\text{H}$ -COSY-NMR-Spektrum ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ).

$^{13}\text{C}$ -NMR-Spektrum ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ).

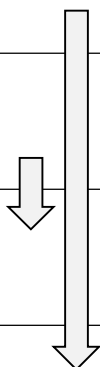
$^{13}\text{C}$ -DEPT-NMR-Spektrum ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ).

$^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ -HMQC-NMR-Spektrum ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ).

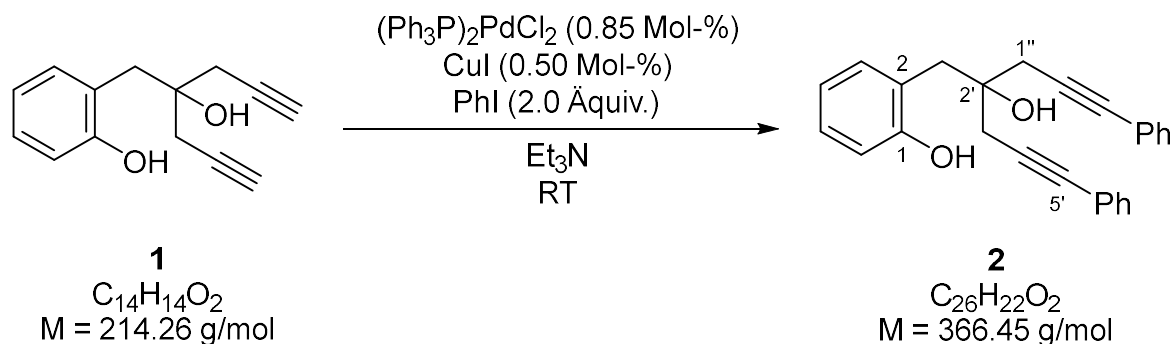
$^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ -HMBC-NMR-Spektrum ( $\text{C}_6\text{D}_6$ ).

## Prozessierung von 1D-Spektren

<sup>1</sup> H-Spektrum	<sup>13</sup> C{ <sup>1</sup> H}-Spektrum	2D-Spektren
1 Fourier Transformation	✓	✓ (in beide Dim.)
2 Phasenkorrektur	✓	✗ Magnitude mode (✓ Phase sensitive)
3 Basislinienkorrektur	(✓) nicht so wichtig	(✓) nicht so wichtig
4 <b>Chemische Verschiebung kallibrieren</b>	✓	✓
5 Peak Picking	✓	(✗) unüblich in OC
6 Integrale	✗	(✗) nur bei manchen 2Ds



## Notieren von Zuordnungen



$^1\text{H-NMR}$  (500 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta/\text{ppm} = 2.83$  (d,  $^2J_{3'\alpha,3'\beta} = ^2J_{1''\alpha,1''\beta} = 16.8 \text{ Hz}$ , 2H, H-3' $\alpha$ /H-1'' $\alpha$ ), 2.87 (d,  $^2J_{3'\beta,3'\alpha} = ^2J_{1''\beta,1''\alpha} = 16.8 \text{ Hz}$ , 2H, H-3' $\beta$ /H-1'' $\beta$ ), 3.14 (s, 2H, H-1'), 3.23 (s, 1H, 2'-OH), 6.88 (ddd,  $^3J_{4,3} = ^3J_{4,5} = 7.4 \text{ Hz}$ ,  $^4J_{4,6} = 1.1 \text{ Hz}$ , 1H, H-4), 6.97 (dd,  $^3J_{6,5} = 8.0 \text{ Hz}$ ,  $^4J_{6,4} = 1.1 \text{ Hz}$ , 1H, H-6), 7.15–7.22 (m, 2H, H-3/H-5), 7.29–7.33 (m, 6H, H-Ar), 7.42–7.47 (m, 4H, H-Ar), 8.04 (s, 1H, 1-OH).

$^{13}\text{C-NMR}$  (100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ ):  $\delta/\text{ppm} = 42.8$  (C-1'), 43.0 (C-3'/C-1''), 77.5 (C-2'), 117.6/120.2 (C-Ar), 123.9 (C-2), 124.0 (C-4'/C-2''), 126.3/127.8/128.7/132.7 (C-Ar), 135.1 (C-5'/C-3''), 136.9 (C<sub>quart</sub>), 156.0 (C-1).