

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!**

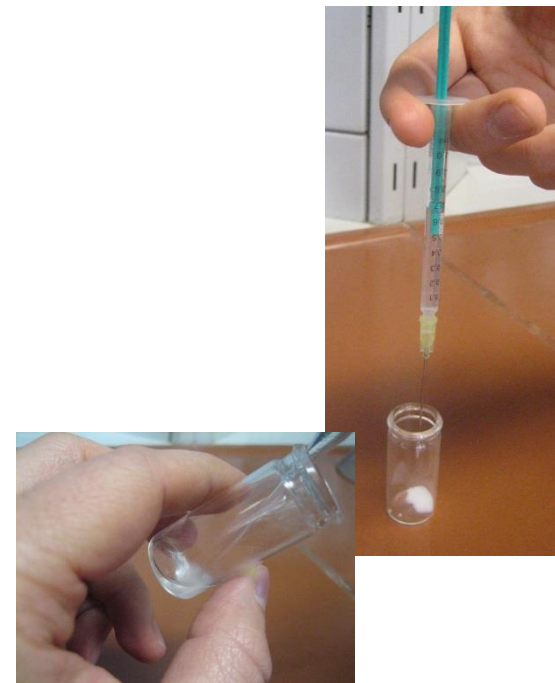


Auf richtige Länge der
Röhrchen achten!

Probenvorbereitung

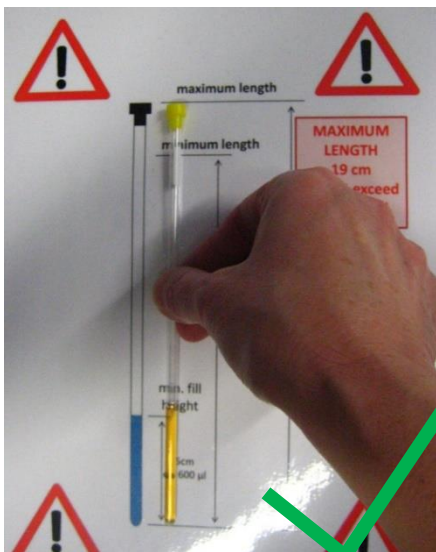
Es sollte nicht versucht werden die Substanz im NMR-Röhrchen zu lösen! Die Substanz sollte **im Schnappdeckelgläschen abgewogen werden** und mit der entsprechenden Menge deuterierten Lösungsmittel (**1 ml Spritze benutzen**) versetzt werden. Löst sich der Stoff nicht, muss man warten, biss sich der Feststoff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

- 0,2 molare Lösung für ^{13}C -Messung notwendig
- 0,65 ml **deuteriertes** Lösungsmittel
CDCl₃ für unpolare, DMSO-d₆ für polare Substanzen

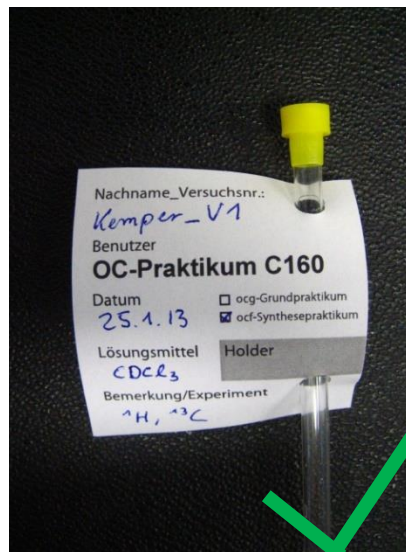


Probenvorbereitung

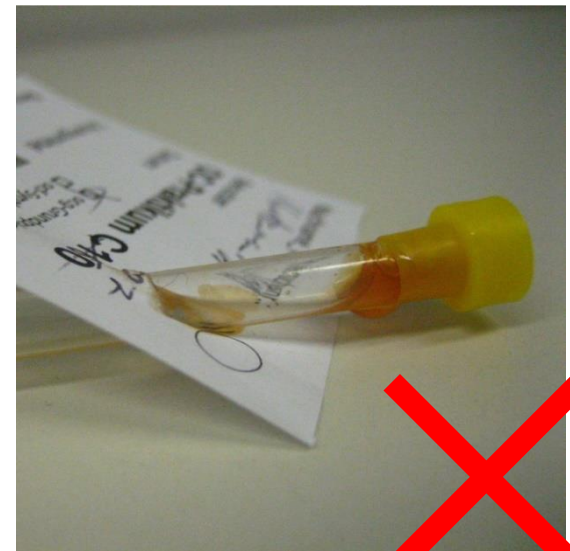
Die Proben werden jeden Tag um 13.00 zum Messen abgeholt. Vor der Abgabe muss die Probe richtig beschriftet werden. **Nur saubere Proben werden entgegengenommen!**



Volumen kontrollieren



Richtig beschriften!



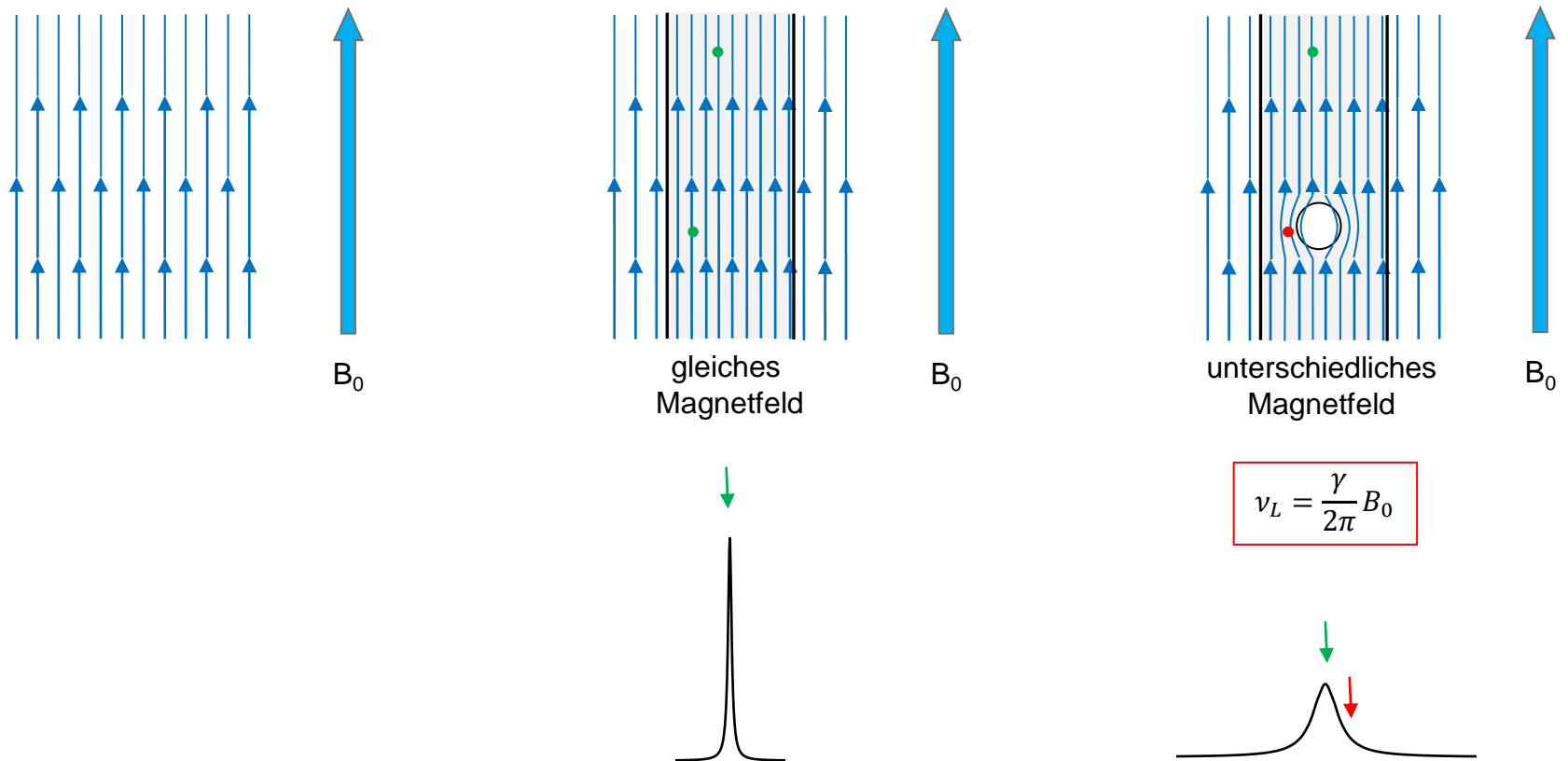
Von Außen muss die Probe sauber sein!

Name der Probe: Nachname_Versuchsnummer (z.B. Kemper_V1)*

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

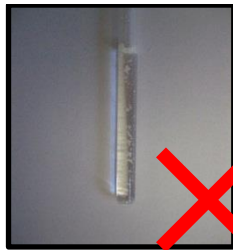
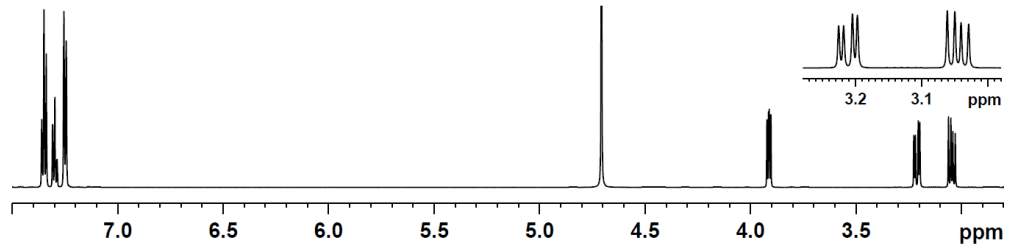
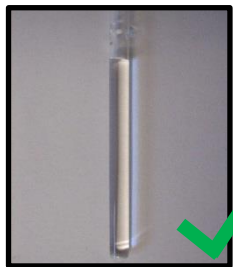
Probenvorbereitung

Inhomogenität der Probe (Festkörper oder Grenzfläche) stört die Homogenität des Magnetfeldes
Grund: Magnetische Suszeptibilität

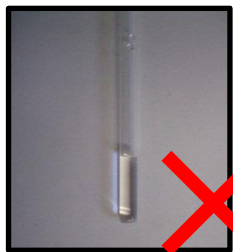
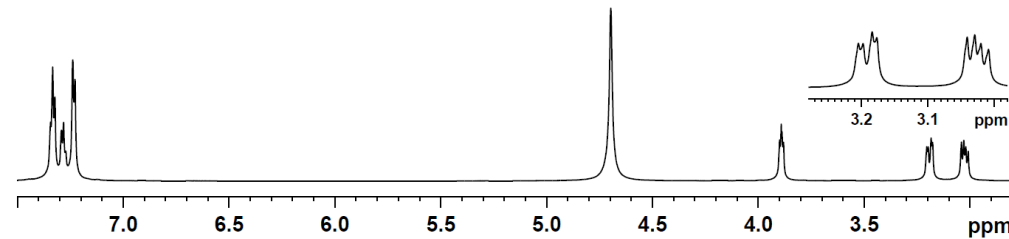


Probenvorbereitung

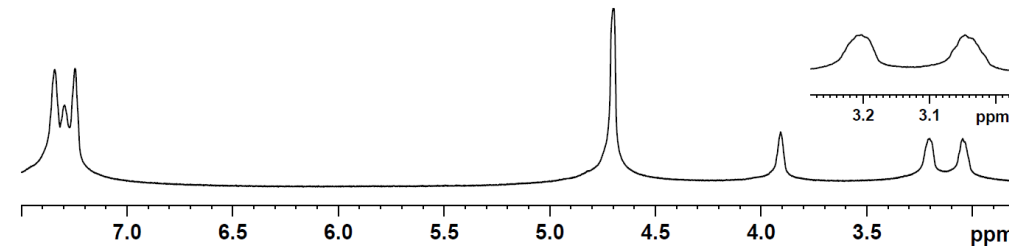
Inhomogenität der Probe (Festkörper oder Grenzfläche) stört die Homogenität des Magnetfeldes



Festkörper



zu geringes
Volumen



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/oc/data/.../nmr`
- Im AFS gibt es auch für jeden Studenten einen persönlichen Speicherbereich, falls man sowohl von Zuhause als auch in der Uni arbeitet (`//AFS/tu-berlin.de/home`)



* 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.

- Betriebssystem Linux
- Einloggen mit Provisionierungsdaten
- Topspin befindet sich in der „Startleiste“ links unten unter:
„Bruker NMR Software > TopSpin 3.5pl7“
- Durchs Einloggen automatisch im AFS angemeldet
Verlinkung zu den Daten schon in Topspin
eingrichtet



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)

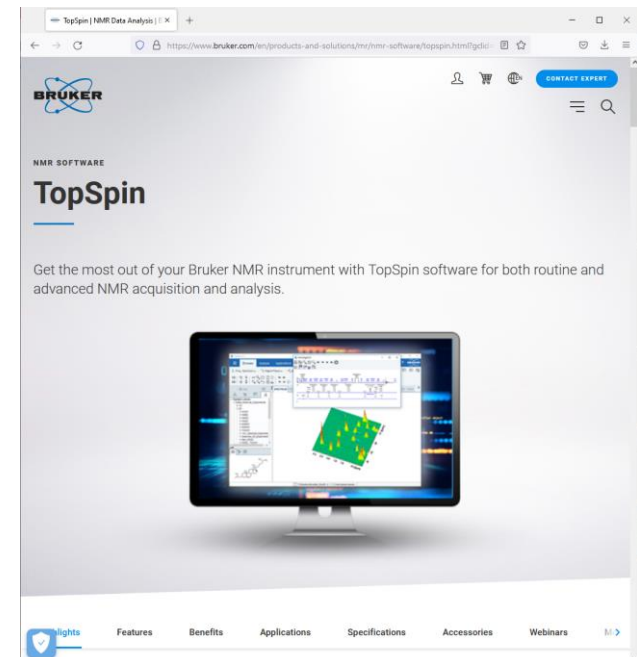
- OpenVnmrJ (Open Source für Mac und Linux)
- Spinworks (University of Manitoba, Freeware)
 - Verfügbar unter \\AFS\tu-berlin\units\Fak_II\chemie\praktikum\oc\Spinworks
- [NMRium](#) (browsergestützt)
- Mnova 14 (Demo 45 Tage)
- ACD/Spectrus Processor (Demo 30 Tage)
- Delta von Jeol (Demo 15 min pro Start)
- iNMR (Mac, Demo ein paar Stunden)

Topspin

- Download von der [Bruker Webseite](#)
- Freie Lizenz generieren von der [Webseite](#)
- 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 ^1H -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 ^1H -NMR-Spektrum. Erst nach Auswertung des Spektrums und **nach Rücksprache mit dem Assistenten** dürfen die weiteren Spektren gemessen werden!

Rf: 0.40 (Cyclohexan).

^1H -NMR-Spektrum (C_6D_6).

$^1\text{H}, ^1\text{H}$ -COSY-NMR-Spektrum (C_6D_6).

^{13}C -NMR-Spektrum (C_6D_6).

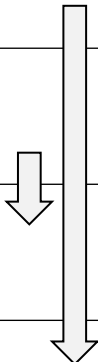
^{13}C -DEPT-NMR-Spektrum (C_6D_6).

$^1\text{H}, ^{13}\text{C}$ -HMQC-NMR-Spektrum (C_6D_6).

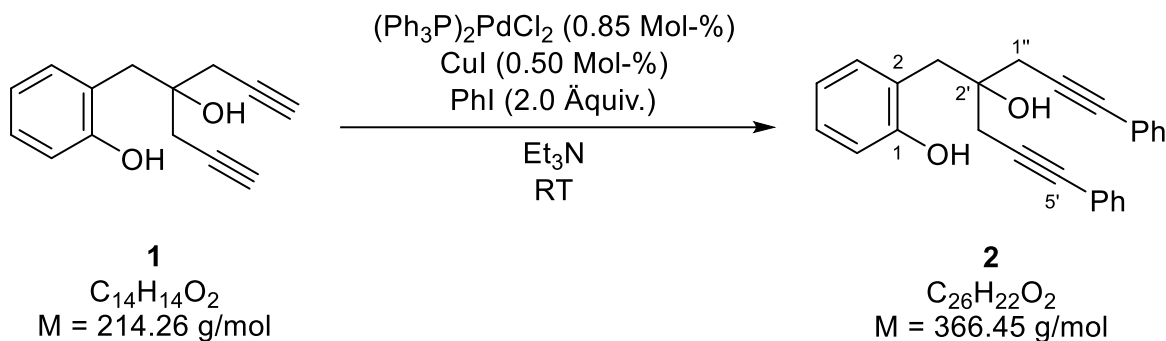
$^1\text{H}, ^{13}\text{C}$ -HMBC-NMR-Spektrum (C_6D_6).

Prozessierung von 1D-Spektren

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



Notieren von Zuordnungen



$^1\text{H-NMR}$ (500 MHz, 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' α /H-1'' α), 2.87 (d, $^2J_{3'\beta,3'\alpha} = ^2J_{1''\beta,1''\alpha} = 16.8 \text{ Hz}$, 2H, H-3' β /H-1'' β), 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, 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_{quart}), 156.0 (C-1).