Übung 7 Alte Klausuraufgaben
WS2019/20

Die Übung wird am Fr. 7.2. besprochen- desweiteren wird es am 14.2. noch eine Übungsstunde für Fragen zur Klausur geben

Aufgabe 6 (10 Punkte)
(Schwalbe Teil)

a) Ihr Spektrometer arbeitet bei einer Protonenfrequenz von 600MHz und Sie nehmen ein 1D Protonenspektrum auf. Der FID wird mit 16384 Punkten digitalisiert und das „Sampling Intervall" („dwell time") beträgt 50µs. Wie lang ist die Akquisitionszeit und welche spektrale Weite in Hz deckt Ihr Spektrum ab? (2P)

b) Sie möchten bei einer Feldstärke von 14,4T ein ^{1}H, ^{13}C-HSQC messen. Bei welchen Frequenzen kommen hierbei Protonen bzw. der Kohlenstoffkern zur Resonanz? (2P)

c) Die ^{13}C spektrale Weite soll 70 ppm betragen. Geben sie diesen Wert in Hz an! Welche Auflösung erhalten sie in der Kohlenstoffdimension, wenn sie in dieser Dimension 512 Punkte aufnehmen? (2P)

d) Bei einem 1D ^{15}N Spektrum von Isoleucin erhält man nach 512 Scans ein Signal-zu-Rausch-Verhältnis von 4 zu 1. Wie viele Scans sind nötig, um das 8fache Signal-zu-Rausch-Verhältnis zu erhalten? Warum (2P)?

e) Um welchen Faktor verändert sich das Signal-zu-Rausch Verhältnis wenn sie ^{1}H anregen und ^{15}N detektieren? Warum?(2P)

$\gamma^{31P} = 1{,}08 * 10^{8}$ rad s^{-1} T^{-1} $\gamma^{15N} = -2{,}71 * 10^{7}$ rad s^{-1} T^{-1} $\gamma^{13C} = 6{,}73 * 10^{7}$ rad s^{-1} T^{-1} $\gamma^{1H} = 2{,}675 * 10^{8}$ rad s^{-1} T^{-1}

Aufgabe 7 (9 Punkte)
(Schwalbe Teil)

Wasserunterdrückung mittels der „1-1"-Sequenz

Die Sequenz besteht aus folgenden Pulsen und Zeitspannen: $90°_{x} - \tau - 90°_{-x}$

a) Zeichen sie die Pulssequenz. (2P)

b) Analysieren sie die Pulssequenz mithilfe des Produktoperatorformalismus für ein isoliertes Spinsystem. (3P)

c) Welche detektierbare Magnetisierung erzeugen Sie mithilfe dieser Pulssequenz für einen Peak der

1) genau auf der Resonanzfrequenz liegt,

2) dessen chemische Verschiebung der Formel $\Omega\tau = \pi/2$ gehorcht,

3) dessen chemische Verschiebung der Formel $\Omega\tau = \pi$ gehorcht. (3P)

d) Tau (τ) wird so gewählt, dass die Intensitäten der gewünschten Signale maximal sind. Nach welcher Gesetzmäßigkeit/Formel würden sie Tau (τ) wählen? (1P)

Aufgabe 8 (13 Punkte)
(Schwalbe Teil)

a) Skizzieren sie die NMR Spektren für ein isoliertes CH für folgende Proben (beachten sie die Dipolare Kopplung) (4P)

Kristall bei θ_{CH}=0°

Kristall bei θ_{CH}=90°

Pulver

Lösung

b) Bei welchem Winkel entspricht das Spektrum im Kristall dem Spektrum in Lösung? (1P)

c) Sie möchten den χ_1 Torsionswinkel bestimmen. Zeichnen sie Newman Projektionen der möglichen Konformationen. (3P)

d) Welche 2 Parameter können Sie messen um diesen Winkel (χ_1) zu bestimmen? (2P)

e) Wie heißt die Funktion, über die man mögliche Winkel aus dem Parameter berechnen kann? Skizzieren Sie diese Funktion (auf der x-Achse der Winkel, auf der y-Achse der Parameter). (3P)

Aufgabe 9 (7 Punkte)

(Schwalbe Teil)

Sie haben ein 3 Spinsystem vorliegen I_2 - I_1 - I_3, mit den Kopplungen: J_{12}=4Hz und J_{13}=8Hz.

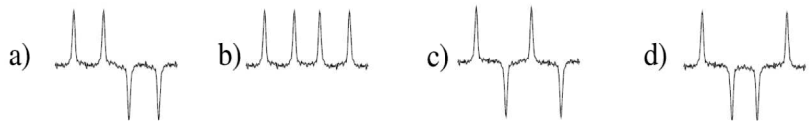
Am Ende der Pulssequenz (vor der Detektion) haben sie folgende Operatoren vorliegen:

A) I_{1x} und B) $-4I_{1x}I_{2z}I_{3z}$.

a) Schreiben sie die Entwicklung der Kopplung während der Detektion auf. (2P)

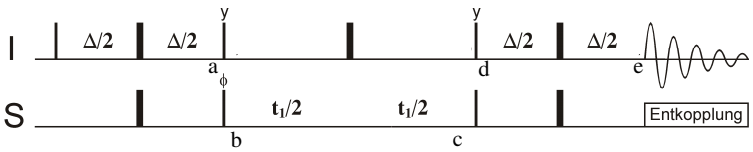
b) Welcher Term ergibt jeweils das Signal?(1P)

c) Wählen sie aus den 4 Möglichkeiten jeweils das resultierende Spektrum aus (2 bleiben übrig) und zeichnen sie die Kopplung ein (4P).



Aufgabe 10 (10 Punkte)

(Schwalbe Teil)



Betrachten Sie die obige Pulssequenz für ein IS Spinsystem.

a) Wie nennt man die obige Pulssequenz? (1P)

b) Wie heißt die Sequenz vor b? Welche Interaktionen müssen sie während dieser Zeit beachten? Wie wählen Sie üblicherweise den Delay Δ?(3P)

c) Welche Interaktionen müssen Sie zwischen b und c beachten? (1P)

d) An Stelle c haben sie $-2I_zS_y\cos\Omega_I+2I_zS_x\sin\Omega_I$ Was erhalten sie an Stelle d? (1P)

e) Welcher Term entwickelt detektierbare Magnetisierung, welchen können sie weglassen? Warum? (2P)

f) Wie erhalten sie die indirekte Dimension-was variieren sie hierfür? (1P)

g) Wie erreichen Sie die Vorzeichenunterscheidung in der indirekten Dimension? (1P)