

Übung zur Vorlesung

Anorganische Chemie IV (Instrumentelle Analytik)

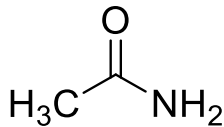
WS 19/20

Blatt 3

KW 50

NMR

1. Gegeben ist das ^{13}C -Spektrum von Acetamid, gemessen unter Breitbandprotonenentkopplung.



Folgende Parameter sind bekannt: Methylgruppe: $\delta = 25$ ppm, $T_2 = 5$ ms;

Amidgruppe: $\delta = 178$ ppm, $T_2 = 0.1$ ms.

- Berechnen Sie die Halbwertsbreite der beiden ^{13}C -Signale in Hz und in ppm bei einer Magnetfeldstärke von 7.05 T (Resonanzfrequenz $\nu(^{13}\text{C}) = 75.435$ MHz).
- Wie groß ist die benötigte Aufnahmezeit des FIDs (Restintensität beim Abschneiden $< 1\%$)?
- Skizzieren Sie den FID und das Spektrum für dieses Molekül.

In der Praxis wird der FID anstelle eines kontinuierlichen Signals als eine Serie von Einzel-Punkten aufgenommen. Dabei wird die Anzahl der Punkte als *time domain* (TD) bezeichnet und der Abstand von einem Punkt zum nächsten als *dwell time* (DW). Durch die Fourier-Transformation steht die *dwell time* dabei in direktem Zusammenhang mit der Spektralen Breite (SW) des sich aus dem FID ergebenden Spektrums:

$$SW = \frac{1}{DW}$$

- Leiten sie eine sinnvolle *dwell time* zur Aufnahme des FIDs aus den gegebenen Signalen ab.
- Ermitteln Sie die Mindestgröße der *time domain* für Ihre *dwell time*, sodass der FID vollständig aufgezeichnet werden kann.

Ersatzwerte zur weiteren Berechnung: Aufnahmezeit (b): 50 ms; Dwell Time (d): 40 μs

2. Mit welchen Pulssequenzen kann man die Spin-Spin-Relaxationszeit messen? Beschreiben sie Vor- und Nachteile der Sequenzen.
3. Ein System wird im folgenden Zustand präpariert: $M_x = 0$, $M_y = 0$, $M_z = -M_0$

Welche Prozesse laufen nach der Präparation ab? Skizzieren Sie den zeitlichen Verlauf von M_z und berechnen Sie die charakteristische Zeitkonstante wenn der Nulldurchgang bei 5 ms erfolgt.