



HOCHSCHULE MERSEBURG

Einführung in die NMR-Spektroskopie

PROTOKOLL INSTRUMENTELLE ANALYTIK

vorgelegt von:

Willy Messerschmidt
Roman-Luca Zank

Protokollführer:	Roman-Luca Zank
Versuchsdurchführung:	24.06.2021
Abgabe:	02.07.2021

Merseburg den 02.07.2021

Datum 24.06.21
 Protokolldeckblatt
 Gruppe 4.1
 Namen Zanz, Roman-Luca, Messerschmidt, Willy

- ☐ Protokoll registriert
☐ Protokoll genehmigt
☐ Protokoll korrigieren
☐ Hinweis zum Protokoll

PROTOKOLL

Versuch 3.8 EINFÜHRUNG IN DIE NMR-SPEKTROSKOPIE

Experimentelle Parameter ^1H -NMR-Spektroskopie

Spektrometer Bruker Avance 400 MHz Spektrometer
 Messfrequenz (SF) 400,23 MHz
 Temperatur (TE) 303,2 K, 30,05°C
 Lösungsmittel (solvent) CDCl_3 referenziert auf 7,2 ppm
 Pulslänge (P1) 15 μsec
 Pulsdelay (D1) 0 sec
 Anzahl Scans (NS) 1

Parameter der Datenverarbeitung ^1H -NMR-Spektroskopie

Linienbreite (LB) 0,30 Hz

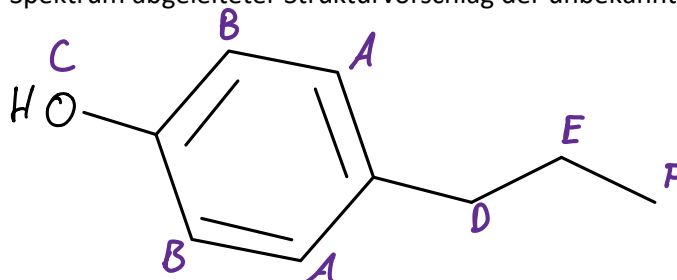
Auswertung und Interpretation des aufgenommenen ^1H -NMR-Spektrums

Spektrum als Anlage dem Protokoll beifügen

	Signal bei ppm	Multiplizität	Intensität	Teilstruktur
Beispiel	0,9	3 (Triplett)	3	$\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)-}$
A	6,38	2 (Doublett)	2,00	
B	6,74	2 (Doublett)	2,01	
C	6,38	1 (Singulett)	0,30	
D	2,47	3 (Triplett)	2,07	
E	1,56	6 (Sextett)	2,01	
F	0,83	3 (Triplett)	3,00	

→ angepasst! Computerauswertung zeigt Quartett mit 2 gleichen Peaks!

aus dem ^1H -NMR-Spektrum abgeleiteter Strukturvorschlag der unbekannten Substanz:



Name der Verbindung p-Propylphenol

¹H

5 Nachbarn

5 Nachbarn

kein Nachbar

2 Nachbarn

5 Nachbarn

2 Nachbarn



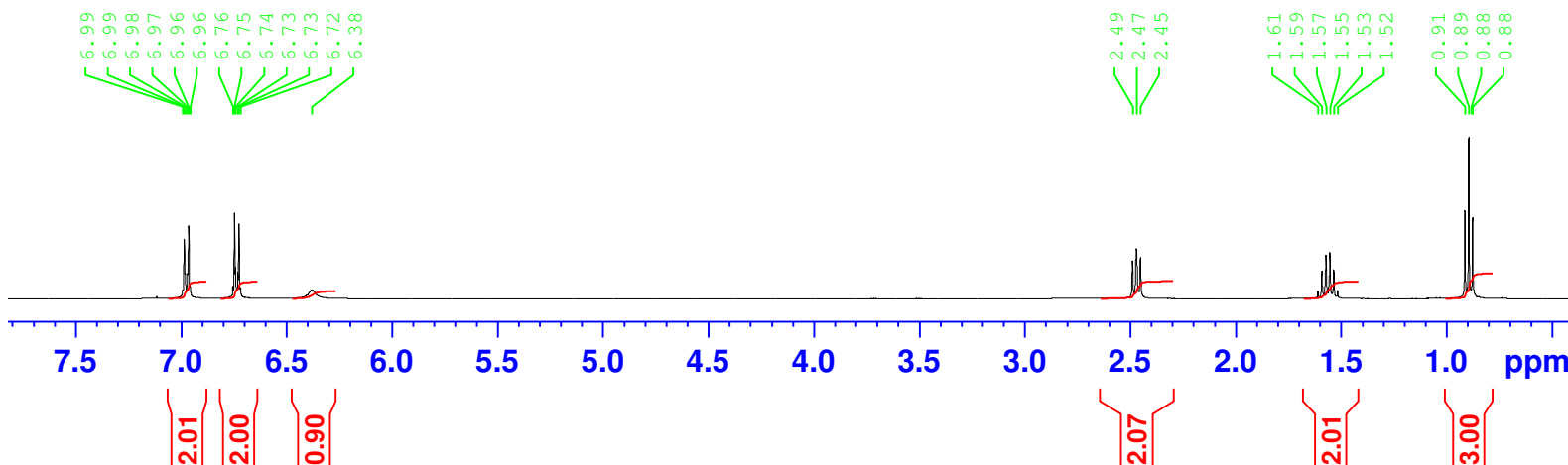
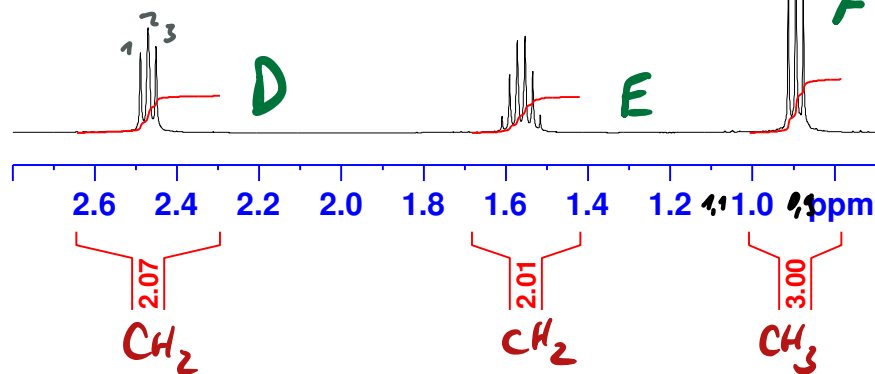
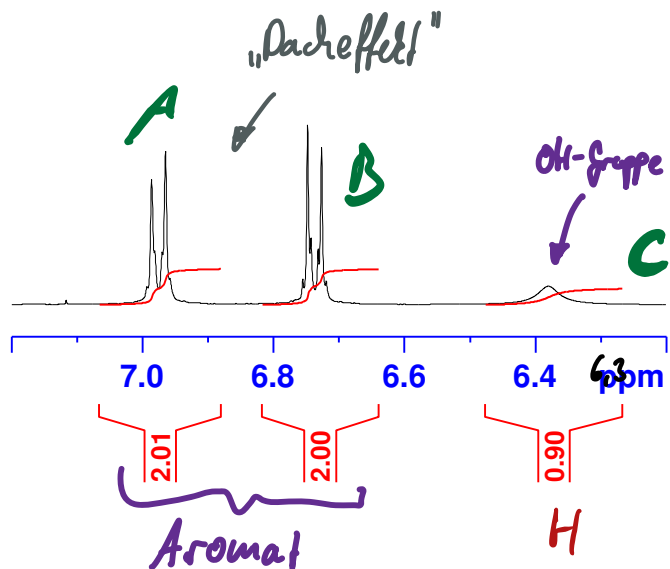
Current Data Parameters
NAME
EXPNO
PROCNO

F2 - Acquisition Parameters

Date_ 20210620
Time 8.33 h
INSTRUM spect
PROBHD Z108618_0282
PULPROG zg30
TD 65536
~~SOLVENT~~ ~~CDC1~~
NS
DS
SWH 8223.685 Hz
FIDRES 0.250967 Hz
AQ 3.9845889 sec
RG 14.2
DW 60.800 usec
DE 6.50 usec
TE 303.2 K
D1 0 sec
TD0 1
SFO1 400.2324716 MHz
NUC1 1H
P1 15.00 usec
PLW1 19.9990055 W

F2 - Processing parameters

SI 65536
SF 400.2300661 MHz
WDW EM
SSB 0
LB 0.30 Hz
GB 0
PC 1.00



Inhaltsverzeichnis

Protokolldeckblatt	1
¹ H-NMR-Spektrum mit Notizen	2
Abbildungsverzeichnis	3
Tabellenverzeichnis	3
1 Einleitung und Versuchsziel	4
2 Theoretische Grundlagen	4
3 Geräte und Chemikalien	6
4 Versuchsdurchführung	6
5 Ergebnisse	7
6 Diskussion der Ergebnisse	7
6.1 Fragen der Praktikumsanleitung	7
6.2 Auswertung des aufgenommenen Spektrums	9
6.3 Begründung der Probenstruktur	10
Literaturverzeichnis	12

Abbildungsverzeichnis

1	Energie der Kerne im Magnetfeld und Besetzung der Energieniveaus .	5
2	aufgenommenes ¹ H-NMR-Spektrum der unbekannten Probe	7
3	ermittelte Strukturformel (p-Propylphenol)	10
4	mit www.nmrdb.org simuliertes Spektrum von p-Propylphenol [1] . . .	11
5	Spektrum von p-Propylphenol aus der AIST SDBS-Datenbank [2] . .	11

Tabellenverzeichnis

1	Zusammensetzung von Atomkernen	4
2	wichtigste Messparameter des NMR-Versuches	6

1 Einleitung und Versuchsziel

Ziel des Versuches ist die NMR-Spektroskopie zur Strukturaufklärung in einem praktischen Versuch kennenzulernen. Aufgabenstellung dabei ist es die Struktur einer unbekannten, organischen Probe mittels eines im Praktikum aufgenommenen ^1H -NMR-Spektrums zu bestimmen. Weiterhin sind die experimentellen Parameter für die Aufnahme des Spektrums und die Parameter zur Datenauswertung zu protokollieren.

2 Theoretische Grundlagen [3]

Die Kernresonanzspektroskopie, auch Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy, kurz NMR genannt, ist eine spektroskopische Methode zur Strukturaufklärung von Molekülen. Sie wird in der Chemie, der Lebensmittelchemie, der Biologie und Biochemie, sowie in der Medizin genutzt. Mit Hilfe der NMR-Spektroskopie können neben der Strukturaufklärung auch quantitative Analysen, sowie die Untersuchung chemischer Gleichgewichte, chemischer Reaktionen und dynamischer Prozesse vorgenommen werden. Grundlage dieser Spektroskopiemethode stellt die Wechselwirkung der magnetischen Kernmomente einer Probe mit einem äußeren Magnetfeld dar.

Voraussetzungen der Atomkerne

Um mittels NMR-Spektroskopie Atomkerne untersuchen zu können, müssen diese eine Kernspinquantenzahl $I > 0$ besitzen. Dies ist gegeben wenn mindestens eine der jeweilige Anzahlen an Protonen und Neutronen im Atomkern keine gerade Zahl ist. Entspricht die Anzahl der Neutronen und der Protonen jeweils einer gerade Zahl dann dann ist $I = 0$. Eine Übersicht findet sich in Tabelle 1.

Tab. 1: Zusammensetzung von Atomkernen

Anzahl Protonen	Anzahl Neutronen	Kernspinquantenzahl	Detektierbar mit NMR ?
gerade	gerade	$I = 0$	nein
ungerade	ungerade	$I > 0$	ja
ungerade	gerade	$I > 0$	ja
gerade	ungerade	$I > 0$	ja

Kerndrehimpuls und magnetisches Moment

Alle Atomkerne, außer gg-Kernen, besitzen außer einer Masse und einer Ladung einen von Null verschiedenen Eigendrehimpuls, den sogenannten Kernspin oder Gesamtdrehimpuls \vec{P} . Dieser Gesamtdrehimpuls bedeutet, dass ein Atomkern sich um seine eigene Achse dreht. Der Gesamtdrehimpuls \vec{P} ist eine vektorielle Größe und verhält sich proportional zum magnetischen Dipolmoment $\vec{\mu}$. Der Proportionalitätsfaktor dieses Zusammenhanges wird gyromagnetisches Verhältnis genannt und mit γ bezeichnet (siehe Gl. 1). Die Werte für $\vec{\mu}$ entsprechen hierbei den Beträgen der magnetischen Momentvektoren. Dabei ist die Richtung dieser Momentvektoren in Abwesenheit eines äußeren Magnetfeldes beliebig und alle Kernzustände besitzen die gleiche Energie.

$$\vec{\mu} = \gamma \cdot \vec{P} \quad (1)$$

Kerne im statischen Magnetfeld

Legt man nun ein äußeres, statisches Magnetfeld \vec{B}_0 an richtet sich der Gesamtdrehimpuls \vec{P} der Kerne entlang der magnetischen Feldachse P_z aus. Die Anzahl der möglichen Orientierungen hängt dabei von der Kernspinkquantenzahl I ab (siehe Gleichung 2). Der Gesamtdrehimpuls \vec{P} ist gequantelt und nimmt daher ganz- oder halbzahlige Vielfache des PLANKSCHEN Wirkungsquantum \hbar an. Aus Gleichung 1 folgt, dass demnach auch das magnetische Dipolmoment gequantelt ist und ebenfalls $2 \cdot I + 1$ diskrete Einstellmöglichkeiten besitzt (siehe Gleichung 3). Dieses gequantelte Verhalten der Atomkerne wird Richtungsquantelung genannt.

$$P_z = (2 \cdot I + 1) \cdot \hbar \quad (2)$$

$$|\vec{P}| = \frac{|\vec{\mu}|}{\gamma} = \sqrt{I \cdot (I + 1)} \cdot \hbar \quad (3)$$

In Abbildung 1 ist in einer Skizze dargestellt, in der gezeigt wird wie sich der Gesamtdrehimpuls \vec{P} ohne und mit einem äußeren, statischen Magnetfeld verhält. Zu erkennen ist, dass es bei angelegtem Magnetfeld zu parallelen und antiparallelen Ausrichtungen der Richtungsvektoren kommt und eine Aufspaltung in verschiedenen Energieniveaus erfolgt. Da die parallele Ausrichtung energetisch günstiger ist, sind entsprechend mehr Kerne parallel als antiparallel im äußeren Magnetfeld ausgerichtet.

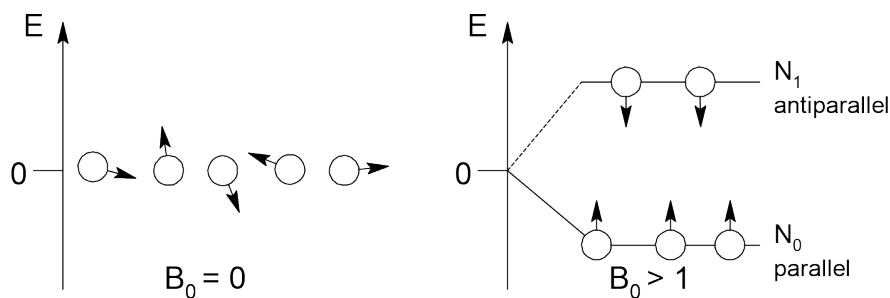


Abb. 1: Energie der Kerne im Magnetfeld und Besetzung der Energieniveaus

Da das äußere Magnetfeld \vec{B}_0 auf das magnetische Dipolmoment $\vec{\mu}$ ein Drehmoment ausübt beginnt dieses um die Richtung von \vec{B}_0 mit der sogenannten Larmorfrequenz ω_L zu präzedieren. Diese Larmorfrequenz ist an dieser Stelle mit der Resonanzfrequenz gleichzusetzen und funktioniert aufgrund der Drehimpulserhaltung. Die sich daraus ergebende Resonanzbedingung ist in Gleichung 4 dargestellt.

$$\omega_i = \omega_L = \gamma \cdot B_0 \quad (4)$$

Kernresonanz und Relaxation

Bei elektromagnetischer Einstrahlung entsprechend der Resonanzbedingung (siehe Gl. 4) kommt es sowohl zu Übergängen vom energieärmeren in das energiereichere Niveau (Absorption) als auch in umgekehrter Richtung (Emission). Dabei überwiegt der Vorgang der Absorption. Während dem Hauptprozess der Absorption wird Energie vom Kern aufgenommen und zum Übergang in einen

höheren Energiezustand verwendet. Diese Energieabsorption kann zusammen mit ihrer Intensität als Signal gemessen werden und kann zusätzlich auf die Konzentration der Probe am gemessenen Isotop schließen lassen. Am Ende der Energiezufuhr durch einen Sendepuls einer Senderspule kommt es zur „Sättigung“ und alle Kernspinniveaus besitzen die gleiche Energie. Darauf folgt der Vorgang der Relaxation. Innerhalb dieses Vorganges wird die absorbierte Energie durch die Einstrahlung wieder freigegeben und mit Hilfe einer Empfängerspule gemessen. Innerhalb dieses Prozesses kann zwischen longitudinaler und transversaler Relaxation unterschieden werden. Aus den aufgenommenen Messsignalen wird durch einen Computer mittels FOURIER-Transformation das auszuwertende NMR-Spektrum erzeugt.

3 Geräte und Chemikalien

Chemikalien:

- unbekannte Probe
- Deuteriochloroform als Lösungsmittel

Geräte:

- NMR-Spektrometer (BRUKER AVANCE™ 400 MHz Spektrometer)
- Pipetten
- spektrometerspezifische Probengefäße

4 Versuchsdurchführung

Zunächst ist die Probe vorbereitet worden in dem ein paar Tropfen der Probe zusammen mit ein paar Tropfen des Lösungsmittels Deuteriochloroform in das Proben Gefäß gegeben wurden. Das Probengefäß wurde in das Spektrometer eingesetzt und die weitere Versuchsdurchführung erfolgte am Computer. In diesem wurde innerhalb des Programms, spezifisch für das Spektrometer, das Experiment 1D Proton experiment ausgewählt und die Probe entsprechend dem verwendeten Lösungsmittel gelockt. Weiterhin wurden zusammen mit einem Betreuer Tune und Match überprüft, ein Shimming der Probe erfolgte und danach wurden die Parameter für die Impulsfolge überprüft. Nach diesen Bearbeitungsschritten wurde die Probe vermessen und durch das Programm mit Hilfe der Messsignale und der FOURIER-Transformation ein Spektrum erzeugt.

In die Tabelle 2 sind die wichtigsten aufgenommenen Messparameter dargestellt.

Tab. 2: wichtigste Messparameter des NMR-Versuches

Messparameter	Symbol	Mittelwert
Messfrequenz	SF	400,23 MHz
Temperatur	TE	303,2 K = 30,05 °C
Lösungsmittel	Solvent	CDCl ₃ referenziert auf 7,2 ppm
Pulslänge	P1	15 µs
Pulsdelay	D1	0 s
Anzahl der Scans	NS	1

5 Ergebnisse

Als Ergebnis der Versuchsdurchführung erhielt man lediglich das Spektrum welches in Abb. 2 dargestellt ist. Die Beschriftung der einzelnen Peaks mit Buchstaben erfolgte im manuell im Rahmen der Auswertung dieses Spektrums.

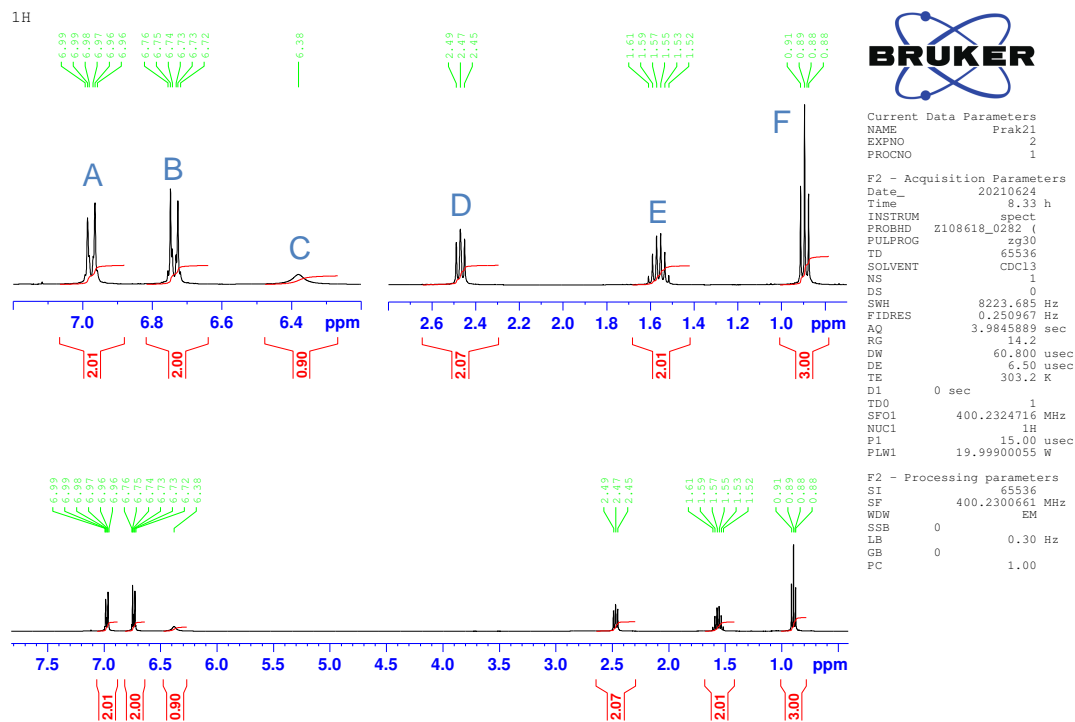


Abb. 2: aufgenommenes ^1H -NMR-Spektrum der unbekannten Probe

6 Diskussion der Ergebnisse

6.1 Fragen der Praktikumsanleitung

1. Welche Kerne sind mit der NMR-Spektroskopie detektierbar?

Mit der NMR-Spektroskopie sind g/u-Kerne, u/g-Kerne und u/u-Kerne detektierbar. Der erste Buchstabe steht in dieser Angabe für die Anzahl der Protonen im Kern, der zweite Buchstabe für die Anzahl an Neutronen. Charakterisiert werden beide Zahlen mit *u* und *g*, was für eine gerade oder ungerade Anzahl des jeweiligen Kernbausteins steht.

2. Welche Größen spielen für die Empfindlichkeit der NMR-Spektroskopie eine Rolle?

Die Empfindlichkeit der NMR-Spektroskopie hängt von den folgenden Größen ab:

- Häufigkeit des Isotops
- Spinquantenzahl des betrachteten Isotops
- Unterschied der Energiezustände
→ proportional zur äußeren Magnetfeldstärke

→ proportional zum gyromagnetischen Verhältnis

- Temperatur

3. *Bei welchem Auslenkungswinkel der Magnetisierung wird das größte Signal induziert? Wie wirkt sich eine Erhöhung der Senderleistung aus?*

Das größte Signal wird bei einem Drehwinkel der Magnetisierung von 90° induziert. Je höher die Senderleistung ist und desto länger der Impuls der Senderspule andauert, desto weiter werden die Magnetisierungen der Probe gedreht und desto größer ist das induzierte Signal mit 90° als Maximum.

4. *Durch welche Ursachen können magnetische Abschirmeffekte entstehen? Wie wird der Nullpunkt der Achse der chemischen Verschiebung festgelegt?*

Magnetische Abschirmeffekte können durch Einflüsse auf die Elektronenhülle des betrachteten Kerns entstehen. Diese können beispielsweise durch elektronenziehende Atome wie O, N oder Cl beeinflusst werden. Aber auch Doppel- und Dreifachbindungen, sowie Kreis- und Ringstromeffekte an Aromaten können eine derartige Abschirmung beeinflussen.

Der Nullpunkt der Achse wird durch eine Referenzprobe festgelegt. Üblicherweise wird hierfür TMS (Tetramethylsilan) genutzt. Genutzt wird TMS, da es chemisch weitestgehend inert ist und dass es bei einer niedrigeren Frequenz als die gewöhnlichen organischen Verbindungen lediglich ein einziges, intensives Signal liefert. Grund hierfür ist, dass die Wasserstoffatome im TMS stark abgeschirmt sind und es fast keine weiteren Gruppen mit derart hoher Abschirmung gibt.

5. *Sie identifizieren in einem ^1H -Spektrum ein Triplet bei 0,9 ppm mit einem Integralwert von 3. Welche Annahmen können Sie treffen?*

- Triplet: bedeutet es sind zwei benachbarte H-Atome am nächsten C-Atom, der untersuchten H-Atome
→ deutet auf eine angrenzende CH_2 -Gruppe
- 0,9 ppm: lässt auf eine starke Abschirmung schließen
→ deutet darauf dass keine stark elektronegativen Gruppen an die Teilstruktur angrenzen
- Integralwert = 3: es werden drei gleichwertige H-Atome gemessen
→ deutet auf eine CH_3 -Gruppe

6. *Warum werden in der NMR-Spektroskopie deuterierte Lösungsmittel verwendet?*

Deuterierte Lösungsmittel haben den Vorteil, dass diese im ^1H -NMR praktisch keine Lösungsmittelsignale erkennen lassen. Zu dem kann die Deuterium-Resonanz als Lock-Signal genutzt werden, um die Stabilität des Magnetfeldes zu überprüfen und Messparameter nachzukorrigieren.

6.2 Auswertung des aufgenommenen Spektrums

chemische Verschiebung

Es wurden sechs Signale aufgenommen, was für sechs verschiedene Teilstrukturen in der gesuchten Verbindung stehen kann. In Abb. 2 sind die einzelnen Signale mit den Buchstaben A bis F aufgeführt. Von A nach F verringert sich die chemische Verschiebung der jeweiligen Signale.

Kopplungsmuster

Die Signale A und B weisen chemische Verschiebungen von 6,98 ppm und 6,74 ppm auf und weisen ein Multiplett höherer Ordnung auf. Diese Aspekte schließen auf eine aromatische Struktur. Zudem zeigt sich in dieser Struktur der sogenannte *Dacheffekt*. Daraus lässt sich ableiten, dass sich in dieser aromatischen Struktur zweimal zwei chemische äquivalente Wasserstoffkerne befinden, welche nicht an das gleiche C-Atom gebunden sind. Es wird ein aromatischer Ring vermutet, welche zwei unterschiedliche Restgruppen in para-Stellung zueinander aufweist.

Das Signal C zeigt sich bei 6,38 ppm als schwaches breites Signal in Form eines Singulett. Typisch für eine solche breite Verteilung eines Signals ist eine OH-Gruppe, dessen Proton in Verbindungen als labil gilt. Dass das Signal ein Singulett ist deutet darauf hin, dass keine Spin-Spin-Kopplungen auftreten und daher keine Wasserstoffkerne in direkt benachbarten Teilstrukturen vorzufinden sind. Es wird vermutet, dass diese OH-Gruppe eine der in para-Stellung stehenden Restgruppen ist. Demnach würde eine phenolische Struktur aus dem Spektrum hervorgehen.

Signal D weist bei 2,47 ppm mit drei Peaks ein Triplet auf. Dies deutet darauf, dass die benachbarte Teilstruktur zwei Wasserstoffatome aufweist. Man könnte für diese benachbarte Struktur eine CH₂-Gruppe vermuten.

Signal E hingegen weist bei 1,56 ppm mit sechs Peaks ein Sextett auf. Dies deutet darauf, dass die benachbarte Teilstruktur fünf Wasserstoffkerne aufweist. Eine solche Teilstruktur wäre mit einer CH₃- und einer CH₂-Gruppe gegeben. Mit 1,56 ppm ist diese Struktur stärker abgeschirmt als die Struktur bei Signal D.

Signal F weist ausgehend von der Anzahl der Signale, die durch den Computer bestimmt wurden bei 0,89 ppm ein Quartett auf. Augenscheinlich sind jedoch drei, statt vier Peaks im Spektrum erkennbar und zwei der vom Computer ermittelten Peaks weisen die selbe chemische Verschiebung bei 0,88 ppm auf. Es wird daher davon gegangen, dass tatsächlich mit drei Peaks ein Triplet vorliegt. Ein solches Triplet deutet wiederum auf zwei benachbarte Wasserstoffkerne und somit auf eine CH₂-Gruppe. Mit 0,88 ppm ist diese Struktur stärker abgeschirmt als die Struktur bei Signal E.

Die Signale D, E und F deuten mit ihrer Struktur auf eine aliphatische Seitenkette als zweite Restgruppe an der aromatischen bzw. vielleicht phenolischen Verbindung.

Signalintensität

Neben den Kopplungsmustern, der chemischen Verschiebung und der Anzahl der Signale sind auch die Signalintensitäten der einzelnen Signale ablesbar. Diese entsprechen der Anzahl der jeweils gemessenen Wasserstoffkerne des Moleküls.

Somit würde sich die Signale A und B mit Intensitäten von 2,01 und 2,00 in vier Wasserstoffatome an einem aromatischen Ring zusammenfassen. Dies deckt sich mit der Vermutung im Kopplungsmuster.

Signal C deutet mit einer Intensität von 0,90 auf die OH-Gruppe mit einem einzigen Wasserstoffkern.

Signal D spricht mit einer Intensität von 2,07 für eine CH₂-Gruppe. Laut dem Kopplungsmuster würde sich an diese CH₂-Gruppe eine weitere CH₂-Gruppe anschließen.

Signal E spricht mit einer Intensität von 2,01 und demzufolge zwei Wasserstoffatomen, ebenfalls für eine CH₂-Gruppe. Laut Kopplungsmuster könnte diese CH₂-Gruppe an eine CH₃- und eine CH₂-Gruppe geknüpft sein.

Signal F lassen sich mit einer Intensität von 3,00, drei Wasserstoffkerne und somit eine CH₃-Gruppe zu ordnen. Diese CH₃-Gruppe ist entsprechend dem angepassten Kopplungsmuster mit einer weiteren CH₂-Gruppe benachbart.

Bevorzugt aus den Intensitäten über die letzten drei Signale D bis F lässt sich nun ein Rückschluss daraus ziehen, dass definitiv eine aliphatische Kette als zweite Gruppe in para-Stellung zur OH-Gruppe vorzufinden ist. Aus den Angaben der Intensitäten und der Kopplungsmuster lässt des Weiteren vermuten, dass diese zweite Gruppe ein Propyl-Rest ist. Das Partialspektrum einer solchen Propyl-Kette wird unter anderem in Quelle [4, S. 17] aufgeführt und gleicht sich mit dem aufgenommenen Spektrum in Abb. 2 bzw. der Signale D, E und F.

Als Folge der ausgeführten Aspekte die sich aus dem Spektrum ableiten lassen, führen demnach zu der in Abbildung 3 dargestellten Struktur. Die Zuordnung der Messsignale erfolgt nach der jeweiligen Abschirmung der betrachteten Wasserstoffkerne in der Verbindung (siehe Abb. 3).

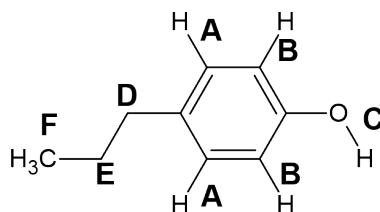


Abb. 3: ermittelte Strukturformel (p-Propylphenol)

6.3 Begründung der Probenstruktur

Um weiter die Struktur in Abb. 3 der unbekannten Probe begründen zu können, werden weitere Quellen hinzugezogen. In diesem Fall werden zwei recherchierte Spektren zum p-Propylphenol mit dem aufgenommenem Spektrum verglichen. Zunächst wurde ein ¹H-NMR-Spektrum mit Hilfe der Quelle [1] simuliert. Auf der angegebenen Website lässt sich eine Struktur zeichnen oder Hochladen und infolgedessen ein Spektrum dazu simulieren. Zu beachten ist jedoch, dass auf der Website vermerkt ist, dass labile Protonen, wie in NH-, CO₂H- oder OH⁻-Gruppen, nicht simuliert werden. Das simulierte Spektrum ist in Abb. 4 zu sehen.

Vergleicht man das simulierte Spektrum in Abb. 4 mit dem aufgenommenen Spektrum in Abb. 2 fällt auf, dass diese Spektren sich sehr ähnlich sind in Bezug auf die vorliegenden Kopplungsmuster. Weiterhin sind lediglich geringe Abweichungen in den chemischen Verschiebungen der Signale festzustellen. In der Anzahl der Messsignale unterscheiden sich jedoch beide Spektren, das die OH-Gruppe des p-Propylphenols, wie zuvor beschrieben, nicht mit simuliert wird. Lässt man den fehlenden OH-Peak außer Acht begründet das simulierte Spektrum bereits die bestimmte Struktur der Probe.

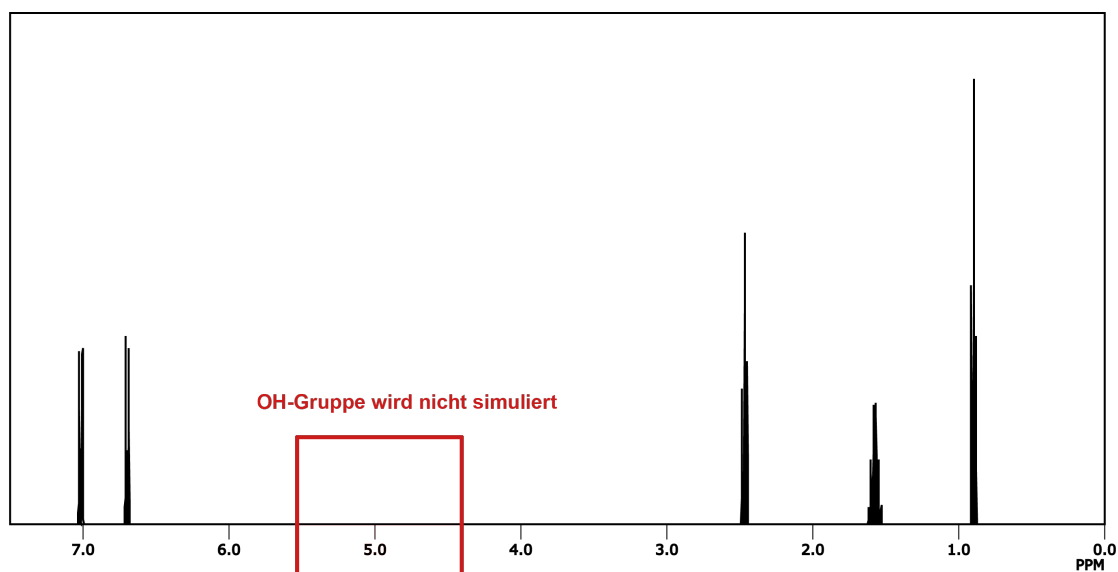


Abb. 4: mit www.nmrdb.org simuliertes Spektrum von p-Propylphenol [1]

Weiterhin wird die Annahme, dass Peak F im originalen Spektrum ein Triplett ist, durch das simulierte Spektrum augenscheinlich bestätigt.

Um nicht nur ein simuliertes Spektrum als Rechtfertigung für die bestimmte Struktur in Abb. 3 vorweisen zu können, wird zusätzlich eine Spektrendatenbank genutzt. In dieser wird konkret nach der bestimmten Struktur und dessen ^1H -NMR-Spektrum gesucht. Vorteil einer solchen Datenbank ist es, dass die Verbindungen nicht simuliert, sondern real vermessen wurden. Die zu erwartenden Spektren sind demnach mit dem im Praktikum aufgenommenen Spektrum besser zu vergleichen. Als NMR-Datenbank wurde die *Spectral Database for Organic Compounds* alias *SDBS* genutzt [2]. Das dort gefundene Spektrum für p-Propylphenol ist in Abbildung 5 dargestellt.

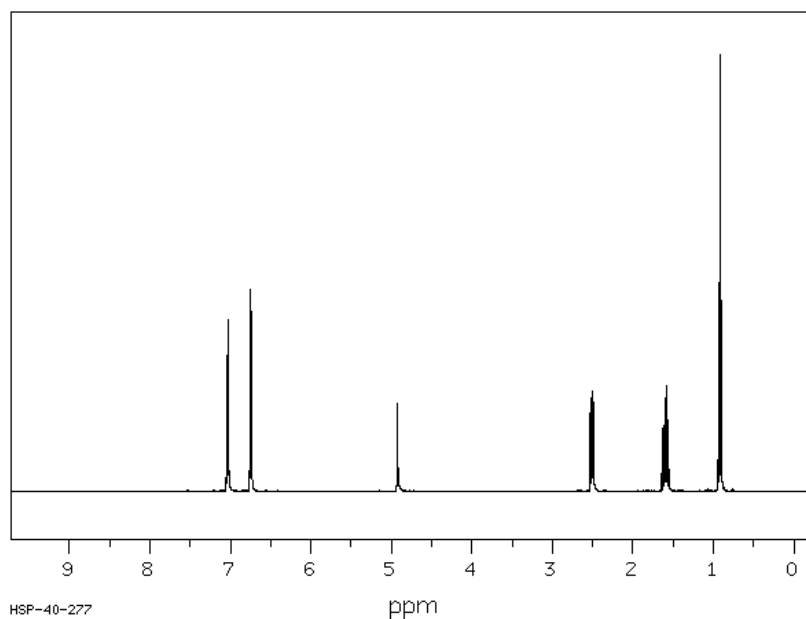


Abb. 5: Spektrum von p-Propylphenol aus der AIST SDBS-Datenbank [2]

Auch in diesem Spektrum erscheinen die chemische Verschiebung, sowie das Kopplungsmuster sehr ähnlich zum selbst gemessenen Spektrum. Zudem fällt auf, dass im Vergleich zum simulierten Spektrum in Abb. 4 auch ein Peak für die OH-Gruppe zu verzeichnen ist. Mögliche Unterschiede könnten sich durch Signalrauschen oder leicht unterschiedliche Messbedingungen erklären lassen. Weiterhin ist auch in diesem Spektrum das äußerste Signal mit der kleinsten chemischen Verschiebung als Triplett zu charakterisieren. Somit untermauert das Vergleichsspektrum für p-Propylphenol ebenfalls die bestimmte Struktur in Abb. 3 des aufgenommenen Spektrums in Abb. 2.

Für die unbekannte Probe wird daher behauptet, dass es sich um die organische Verbindung p-Propylphenol alias 4-Propylphenol handelt.

Literatur

- [1] LUC PATINY: *Predict 1H proton NMR spectra*. https://www.nmrdb.org/new_predictor/index.shtml?v=v2.121.0
- [2] NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY: *AIST: Spectral Database for Organic Compounds, SDBS: p-propylphenol*. Version: 30.06.2021. <https://sdb.db.aist.go.jp/sdb/cgi-bin/landingpage?sdbno=2361>
- [3] PROF. REINER SALZER, DR. STEFFEN THIELE, DR. SILVIA PAASCH: *Grundlagen der NMR-Spektroskopie*. Version: 02.07.2021. http://www.chemgapedia.de/vsengine/vlu/vsc/de/ch/3/anc/nmr_spek/nmr_grundlagen.vlu.html
- [4] BREITMAIER, Eberhard: *Vom NMR-Spektrum zur Strukturformel organischer Verbindungen*. 3., vollst. überarb. und erw. Aufl. Weinheim : WILEY-VCH, 2005. <http://dx.doi.org/10.1002/9783527662296>. <http://dx.doi.org/10.1002/9783527662296>. – ISBN 9783527662296