

# Organische Chemie 3

---

## Inhaltsverzeichnis

Sie kennen alle Karteikärtchen zum Thema .....	2
Sie kennen die analytischen Verfahren Gaschromatographie (GC), Massenspektrometrie (MS), Infrarotspektroskopie (IR) und Hydrogen-NuclearMagnetic-Resonance -Spektroskopie (H-NMR) .....	2
Erklären & Beschreiben.....	2
Einfache Spektren zeichnen (v.a. H-NMR und MS) .....	3
Aus Spektren Eigenschaften von Stoffen ablesen und damit Strukturvorschläge machen .....	3
Über effiziente Strategien um möglichst alle Isomere zu einer gegebenen Summenformel finden .....	4

## Info

Es besteht kein Anspruch auf Vollständigkeit. Jede Haftung wird abgelehnt.  
[Creative Commons Namensnennung-Keine kommerzielle Nutzung 3.0 Lizenz.](#)



## Lernteil

*Unbedingt auch die Arbeitsblätter anschauen!!!*

### Sie kennen alle Karteikärtchen zum Thema

*Siehe Karteikärtchen*

### Sie kennen die analytischen Verfahren Gaschromatographie (GC), Massenspektrometrie (MS), Infrarotspektroskopie (IR) und Hydrogen-NuclearMagnetic-Resonance - Spektroskopie (H-NMR)

*Siehe nachfolgende Lernziele*

## Erklären & Beschreiben

### GC

- Verfahren zur Trennung von verdampfenden Stoffgemischen.
- **Aufbau**  
In Reihenfolge des Probenflusses: Einspritzblock/Heizblock, Trennsäule durchflossen von Trägergas, Detektion der Probe
- **Funktion**  
Trennung der gasförmigen Komponenten: ein Trägergas (oft H<sub>2</sub> oder He) strömt als mobile Phase durch ein innen belegtes Rohr (stationäre Phase). Die Moleküle werden mehr oder weniger adsorbiert oder mitgerissen. Je nach Verteilungskoeffizient zwischen den Phasen, wandert, das Molekül schneller oder langsamer.

### MS

- Methode zur Identifikation von Molekülen mittels Messen von Massen des zu detektierenden Stoffes und dessen typische Fragmente.
- **Aufbau**  
In Reihenfolge des Probenflusses: Verdampfer, Verdünnen für Hochvakuum, Beschuss mit Elektronen, Hochvakuumkammer mit starkem Magneten und zuletzt die Registrierungseinheit.

### Funktion

Beschuss mit schnellen  $e^- \rightarrow$  Ionen<sup>1</sup> und ev. Fragmente. Damit keine Inter-Reaktionen stattfinden können (Radikale!) muss die Fragmentierung im Hochvakuum geschehen (gr. Verdünnung). Ablenkung, der meist einfach geladenen Fragmente. Registrierung der Teilchenmasse über den Ablenkungswinkel.

### GC-MS Kopplung

- Elegantes Verfahren zur direkten Identifikation von Gemischen:
  - › GC: Trennung; ausströmendes Gas wird direkt einem MS „gefüttert“.
  - › MS: Identifikation der Moleküle.

### IR

- Identifikationsverfahren für die Bestimmung von v.a. funktionellen Gruppen von festen/flüssigen Stoffe mittels Absorption von IR-Strahlung

---

<sup>1</sup> Ähnlich der  $\beta$ -Strahlung  
Version 1.0b vom 19.05.2013

- **Aufbau**

Zwei Küvetten mit Lösungsmittel, wovon eine mit der Probe versetzt ist, werden in einen doppelten IR-Strahlengang gestellt. Die Differenzmessung der IR-Strahlung ergibt die Absorption im IR-Spektrum.

- **Funktion**

Bestrahlen einer gelösten Probe mit IR-Licht, dabei ergeben sich für charakteristische funktionelle Gruppen typische IR-Absorptionsbanden<sup>2</sup>.

### H-NMR

- Verfahren zur Identifikation von Molekülen (gelöst). Macht den *Spin* der H-Atomkerne zu Nutze. Gibt v.a. über die H-Atome mit ihrer chem. Umgebung und ihre Nachbarn Auskunft.

- **Aufbau**

Probe wird in einem extrem starken Magnetfeld (supraleitende Magnetspulen) mit Radiofrequenz bestrahlt und die verschiedenen Absorptionsfrequenzen werden gemessen.

### Funktion

Durch Variieren der Radiofrequenz, werden Frequenzen gesucht, die gerade zur Anregung (Spinumkehr) bestimmter H-Atomkerne reichen. Jede Bindungsumgebung bewirkt eine bestimmte Abweichungen (relativ zu TMS: TetraMethylSilan), sog. chemische Verschiebung

### Einfache Spektren zeichnen (v.a. H-NMR und MS)

--

### Aus Spektren Eigenschaften von Stoffen ablesen und damit Strukturvorschläge machen

#### MS

- **Molekülpeak / Molekül-Ion**

Meist der Peak des schwersten Fragmentes. Entspricht gerade dem ganzen Molekül.

- **Isotope**

Vor allem bei *Br* und *Cl* ist zu beachten, dass die im PS angegebene Masse ein Schnitt aus den verschiedenen Isotopengewichten ist. So treten *Cl* – 35 und *Cl* – 37 im Verhältnis 3:1 auf, während *Br* – 79 und *Br* – 81 im Verhältnis 1:1 auftreten. Dies führt jeweils dazu, dass beim erwarteten Peak (fast) kein Ausschlag registriert wurden, dafür links und rechts davon.

#### IR

- **Typische IR-Banden**

› <i>C = O</i>	zw. 1650-1750 schmal
› <i>CH<sub>x</sub>OH</i>	3100-3700 breit
› <i>COOH</i>	2400-3700 breit

#### H-NMR

- **Chemische Verschiebung**

Wird in ppm relative zu TMS angegeben. Hängt in erster Näherung mit der Elektronen-

---

<sup>2</sup> Je schwerer, desto niedriger  
Version 1.0b vom 19.05.2013

dichte zusammen. Systeme mit hoher Elektronendichte bewirken beim H-Atom eine geringe Dichte und hohe ppm-Werte (nach steigenden ppm): Stark elektronegative Elemente, Mehrfachbindungen, delokalisierte Elektronensysteme.

- **Spin-Spin-Kopplung**

Das Magnetfeld bei einem H wird durch die Spins der H's an Nachbar-C's ein wenig beeinflusst. Somit sind auch Aussagen über die H-Atome an den Nachbar-C's möglich:

Je nach dem, ob die Nachbar-H's ihren Spin up oder down haben wird das lokale Magnetfeld verstärkt oder abgeschwächt. Dies bewirkt beim ursprünglichen H eine kleine Veränderung der Absorptionsfrequenz → chemische Verschiebung

- **Anzahl H's am Nachbar C**

Es gibt immer einen Peak mehr als es H's an den Nachbar C's hat. Also bei 2 Nachbarn gibt es ein Triplett. (Singulett, Duplett, Triplette ...)

Das Verhältnis der Peakhöhe innerhalb eines Triplets verhält sich wie 1:2:1 Diese Verhältnisse entsprechen den Zahlen im Pascalschen Dreieck → Binomialverteilungen!

- **Abschirmung**

Atome mit hoher Elektronendichte verhindern die Spin-Spin-Kopplung zwischen Nachbar H-Atomen! → z.B: O/N, Doppelbindungen / delok. E.-Systeme.

- **Integral**

Das Integral gibt die Fläche unter dem Peak an. Diese Fläche ist proportional zur Anzahl H, welche dieses Signal verursachen. Das Verhältnis der Integrale entspricht demnach dem Verhältnis der H's (dieses muss klein und ganzzahlig sein)! Da es ein Verhältnis ist, können die angegebenen Zahlen auch gekürzte Verhältnisse sein. Tipp: Wenn alle angegebenen Integrale zusammen die gesamte Anzahl der H's ergibt, stimmen die Angaben, ansonsten kann so der Faktor, mit welchem die Verhältnisse multipliziert werden müssen, berechnet werden.

-  $Peaks = Nachbarn + 1 \leftrightarrow Nachbarn = Peaks - 1$

## Über effiziente Strategien um möglichst alle Isomere zu einer gegebenen Summenformel finden

Tipp 1: Irgendein Bsp. zeichnen - die Anzahl Doppelbindungsäquivalente/Ringe

O: s. ganz unten!

Tipp 2: Halogenatome durch ein H ersetzen und dann alle C-Gerüste suchen.

Tipp 3: O-Atom weglassen; dann alle Strukturen suchen. Diese jetzt um ein O-Atom "verlängern".

Achtung: So gehen die Varianten mit doppelt gebundenem O «verloren»! Diese findet man, indem man das O durch 2 H's ersetzt – s. Tipp 2!