

# Inhalt

<b>1</b>	<b>UV/Vis-Spektren</b>	<b>1</b>	<b>2.12</b>	<b>Beispiele von IR-Spektren</b>	... 59
<i>H. Meier</i>					
<b>1.1</b>	<b>Theoretische Einführung</b>	... 2	<b>2.13</b>	<b>EDV als Hilfsmittel für die IR-Spektroskopie</b>	... 63
1.1.1	Elektromagnetische Wellen und Elektronenübergänge	... 2	<b>2.14</b>	<b>Quantitative IR-Spektroskopie</b>	... 67
1.1.2	Lichtabsorption und Spektrum	... 7	<b>2.15</b>	<b>Raman-Spektroskopie</b>	... 68
<b>1.2</b>	<b>Probenvorbereitung und Aufnahme der Spektren</b>	... 10	2.15.1	Anregungsmechanismen	... 68
<b>1.3</b>	<b>Chromophore</b>	... 11	2.15.2	Auswahlregeln	... 69
1.3.1	Einzelne chromophore Gruppen und ihre Wechselwirkung	... 11	2.15.3	Raman-Spektrometer	... 70
1.3.2	Olefine, Polyene	... 12	2.15.4	Anwendungen	... 71
1.3.3	Benzen und benzoide Aromaten	... 15	2.15.5	Gegenüberstellung von IR und Raman	... 73
1.3.4	Heteroaromaten	... 19		Literatur	... 74
1.3.5	Carbonyl-Verbindungen	... 20			
1.3.6	Konjugierte Oligomere und Polymere	... 22			
1.3.7	Aggregierte Moleküle, Charge-Transfer-Komplexe	... 25			
<b>1.4</b>	<b>Anwendungen der UV/Vis-Spektroskopie</b>	... 26			
<b>1.5</b>	<b>Derivativ-Spektroskopie</b>	... 29			
<b>1.6</b>	<b>Chiroptische Methoden</b>	... 29			
	Literatur	... 34			
<b>2</b>	<b>Infrarot- und Raman-Spektren</b>	<b>37</b>	<b>3</b>	<b>Kernresonanz-Spektren</b>	<b>75</b>
<i>T. Fox</i>					
<b>2.1</b>	<b>Einführung</b>	... 38	<i>H. Meier</i>		
<b>2.2</b>	<b>Grundlagen</b>	... 38	<b>3.1</b>	<b>Physikalische Grundlagen</b>	... 76
<b>2.3</b>	<b>IR-Spektrometer</b>	... 40	3.1.1	Resonanzphänomen	... 76
2.3.1	Klassisches (scanning) IR-Spektrometer	... 41	3.1.2	Chemische Verschiebung	... 77
2.3.2	Fourier-Transform-(FT)-Spektrometer	... 41	3.1.3	Spin-Spin-Kopplung	... 79
<b>2.4</b>	<b>Probenvorbereitung</b>	... 42	3.1.4	Linienbreite	... 86
2.4.1	Messungen in Transmission	... 43	3.1.5	Intensität	... 87
2.4.2	Reflexionsmessungen	... 43	<b>3.2</b>	<b>NMR-Spektren und Molekülstruktur</b>	... 89
2.4.3	Raman-Messungen	... 44	3.2.1	Moleküle mit „festen“ Kernpositionen	... 89
<b>2.5</b>	<b>IR-Spektrum</b>	... 44	3.2.2	Innermolekulare Beweglichkeit	... 89
2.5.1	Anzahl und Arten von Schwingungen	... 44	3.2.3	Chemische Austauschprozesse	... 97
2.5.2	Spektreninterpretation	... 45	<b>3.3</b>	<b><sup>1</sup>H-Kernresonanz-Spektroskopie</b>	... 104
<b>2.6</b>	<b>Charakteristische Absorptionen: Übersicht</b>	... 48	3.3.1	Probenvorbereitung und Aufnahme von <sup>1</sup> H-NMR-Spektren	... 104
<b>2.7</b>	<b>IR-Absorptionen von Einfachbindungen zu Wasserstoff</b>	... 49	3.3.2	<sup>1</sup> H-chemische Verschiebungen	... 108
2.7.1	(C—H)-Absorption	... 49	3.3.3	<sup>1</sup> H, <sup>1</sup> H-Kopplungen	... 113
2.7.2	(O—H)- und (N—H)-Absorptionen	... 49	3.3.4	Kopplungen mit anderen Kernen	... 120
<b>2.8</b>	<b>IR-Absorptionen von Dreifachbindungen und kumulierten Doppelbindungen</b>	... 54	3.3.5	Korrelation von <sup>1</sup> H-Verschiebungen mit Strukturelementen	... 121
<b>2.9</b>	<b>IR-Absorptionen von Doppelbindungen C=O, C=N, C=C, N=N, N=O</b>	... 54	3.3.6	Inkrement-Systeme zur Abschätzung von <sup>1</sup> H-Verschiebungen	... 129
<b>2.10</b>	<b>IR-Absorptionen aromatischer Verbindungen</b>	... 59	3.3.7	<sup>1</sup> H-NMR-Daten exemplarischer Vertreter der wichtigsten Verbindungsklassen	... 129
<b>2.11</b>	<b>IR-Absorptionen im Fingerprint-Bereich</b>	... 59	3.3.8	Besondere Methoden	... 129
			3.3.9	Zweidimensionale <sup>1</sup> H-NMR-Spektroskopie (2D- <sup>1</sup> H-NMR)	... 143
			3.3.10	Spektren-Simulation	... 151
			3.3.11	Kernresonanz-Spektren von orientierten Phasen und Festkörpern	... 152
			3.3.12	Kopplung von Trennmethoden und NMR-Messung	... 153
			<b>3.4</b>	<b><sup>13</sup>C-Kernresonanz-Spektroskopie</b>	... 154
			3.4.1	Probenvorbereitung und Aufnahme von <sup>13</sup> C-NMR-Spektren	... 154
			3.4.2	<sup>13</sup> C-chemische Verschiebungen	... 156
			3.4.3	Korrelation von <sup>13</sup> C-Verschiebungen mit Strukturelementen	... 167
			3.4.4	Inkrement-Systeme zur Abschätzung von <sup>13</sup> C-Verschiebungen	... 167
			3.4.5	<sup>13</sup> C, <sup>1</sup> H-Kopplungen	... 172
			3.4.6	Kopplungen von <sup>13</sup> C mit anderen Kernen (D, F, N, P)	... 173
			3.4.7	<sup>13</sup> C- <sup>13</sup> C-Kopplungen	... 176
			3.4.8	Besondere Methoden	... 180
			3.4.9	Mehrdimensionale <sup>13</sup> C-NMR-Spektren	... 191
			3.4.10	Festkörperspektren	... 202

<b>3.5</b>	<b>Kombination von <math>^1\text{H}</math>- und <math>^{13}\text{C}</math>-NMR-Spektroskopie</b>	... 205	<b>4.5</b>	<b>Probenvorbereitung</b>	... 346
3.5.1	Vollständige Zuordnung der $^1\text{H}$ - und $^{13}\text{C}$ -NMR-Signale	... 205	4.5.1	Reinigung, Aufbereitung und Aufkonzentration	... 346
3.5.2	Verwendung von Datenbanken	... 208	4.5.2	Abgabe und Angabe der Probeneigenschaften	... 348
3.5.3	$^1\text{H}$ - und $^{13}\text{C}$ -NMR-Daten exemplarischer Vertreter der wichtigsten Verbindungsklassen	... 212	4.5.3	Spezifische Vorbereitungen für die Messung	... 349
<b>3.6</b>	<b>Kernresonanz-Spektroskopie anderer Kerne</b>	... 244	<b>4.6</b>	<b>Artefakte</b>	... 351
3.6.1	$^{19}\text{F}$ -Kernresonanz-Spektroskopie	... 244	4.6.1	Memory-Effekt	... 351
3.6.2	$^{31}\text{P}$ -Kernresonanz-Spektroskopie	... 246	4.6.2	Artefakt-Bildung in der Quelle	... 351
3.6.3	$^{15}\text{N}$ -Kernresonanz-Spektroskopie	... 248	4.6.3	Erkennen von Artefakten	... 354
3.6.4	Vollständige Zuordnung der Signale von $^1\text{H}$ , $^{13}\text{C}$ und Heterokernen	... 253	4.6.4	Verhinderung von Artefakt-Bildung	... 355
3.6.5	Weitere Kerne	... 255	<b>4.7</b>	<b>Tabellen zur Massenspektrometrie</b>	... 355
	Literatur	... 256	4.7.1	Häufig detektierte Ionen	... 356
			4.7.2	Häufig beobachtete Massendifferenzen	... 365
			4.7.3	Isotopenverhältnisse halogener Verbindungen	... 372
			4.7.4	Lösungsmittel und Verunreinigungen	... 373
			4.7.5	Isotopen der natürlichen Elemente	... 379

## 4 Massenspektren 261

S. Bienz und L. Bigler

<b>4.1</b>	<b>Einführung</b>	... 262
<b>4.2</b>	<b>Grundsätzliches zur Massenspektrometrie</b>	... 263
4.2.1	Prinzip der Massenspektrometrie	... 263
4.2.2	Das Massenspektrum	... 264
<b>4.3</b>	<b>Instrumentelle Aspekte</b>	... 275
4.3.1	Probenezuführung und Ionen-Typen	... 275
4.3.2	Ionisation	... 277
4.3.3	Analysatoren und Detektoren	... 288
4.3.4	Kopplung zu chromatographischen Methoden	... 299
4.3.5	Auswahl der Methode	... 303
<b>4.4</b>	<b>Strukturaufklärung</b>	... 306
4.4.1	Vorbereitung der Interpretation	... 306
4.4.2	Strukturinformation aus der HR-MS	... 308
4.4.3	Fragmentierungen in der EI-MS	... 310
4.4.4	Collision Induced Decomposition (CID)	... 329
4.4.5	Nachbargruppenwechselwirkung und Stereoisomere	... 335
4.4.6	Spektrenbibliotheken	... 337
4.4.7	Spezielle Techniken	... 340
4.4.8	Aufklärung von Fragmentierungsmechanismen	... 344

<b>4.8</b>	<b>Literatur</b>	... 384
------------	------------------	---------

## 5 Umgang mit Spektren und analytischen Daten an Beispielen 387

S. Bienz und L. Bigler

<b>5.1</b>	<b>Einführung</b>	... 388
<b>5.2</b>	<b>Charakterisierung von Verbindungen</b>	... 388
<b>5.3</b>	<b>Strukturaufklärung von vermeintlich bekannten Verbindungen und unerwarteten Produkten aus Synthesen</b>	... 397
<b>5.4</b>	<b>Strukturaufklärung von vollständig unbekanntem Verbindungen</b>	... 405
<b>5.5</b>	<b>Literatur</b>	... 424

## 6 Anhang 425

<b>6.1</b>	<b>Sachverzeichnis</b>	... 426
<b>6.2</b>	<b>Spezifische Verbindungen</b>	... 433