

P3 WS 2011/2012

Magnetische Kernresonanz

Thomas Keck und Marco A. Harrendorf
t.keck@online.de, marco.harrendorf@googlemail.com

Gruppe: 106

Karlsruhe Institut für Technologie, Bachelor Physik

Versuchstag: 21.11.2011

Inhaltsverzeichnis

1	Hintergrund	3
1.1	Notation	3
1.2	Kernspin	3
1.3	Kern-Zeeman-Effekt	3
1.4	Kernresonanz	4
2	NMR	5
2.1	Die δ - Skala	5
2.2	Kopplung mit chemisch äquivalenten Nachbarkernen	6
2.3	Kopplung mit mehreren nicht äquivalenten Nachbarkernen	7
2.4	Messprinzip	7
3	Versuch	8
3.1	H_2O - Kalibrierung des Magnetfelds	8
3.2	Dichlormethan und Trichlormethan	8
3.3	Essigsäure	8
3.4	Ethanol	9
3.5	Ethanol+ HCl	10
3.6	Iso-Propanol	10
3.7	n-Propanol	11
3.8	Unsicherheitsbetrachtung	12
	Literatur	13

1 Hintergrund

1.1 Notation

In der Quantenmechanik sind Messwerte jeweils durch die Eigenwerte von hermiteschen Operatoren beschrieben. Operatoren werde im folgenden mit \hat{A} gekennzeichnet.

Der Spin von Teilchen wird jeweils durch die zugehörige Quantenzahl beschrieben, der Faktor \hbar taucht daher nur in der zum Operator gehörenden Eigenwertgleichung auf.

Zustände $|\psi\rangle$ werden in diesem Protokoll durchgehend nur durch die Quantenzahlen der Spin-Freiheitsgrade beschrieben, da nur diese für die Beschreibung des Experiments von Interesse sind.

1.2 Kernspin

Analog zum Eigendrehimpuls (Spin) der Elektronen $S_E = \frac{1}{2}$ besitzen auch die Kernbausteine, also Protonen und Neutronen, einen Eigendrehimpuls $S_K = \frac{1}{2}$. Diese Spins addieren sich zu einem Gesamtspin des gesamten Kerns, genannt Kernspin I . Wie der Spin der Elektronen ist auch dieser Kernspin richtungsgequantelt:

$$\hat{I}^2 |I, m_I\rangle = \hbar I (I + 1) |I, m_I\rangle \quad (1)$$

$$\hat{I}_z |I, m_I\rangle = \hbar m_I |I, m_I\rangle \quad (2)$$

Der Kernspin kann sich also zu einer ausgezeichneten Achse z (ausgezeichnet z.B. durch ein Magnetfeld) nur in diskrete Richtungen einstellen, deren Projektion auf die Achse jeweils $\hbar m_I$ mit $|m_I| < I$ und $m_I \in \{-I, -I + 1, \dots, I - 1, I\}$ erfüllt. Die zugehörigen $2I + 1$ Zustände sind für ein freies Teilchen (kein äußeres Magnetfeld) entartet.

Der Kernspin ist mit einem magnetischen Moment $\hat{\mu}$ verknüpft. Die Proportionalitätskonstante γ wird als gyromagnetisches Verhältnis bezeichnet und kann im Rahmen der nichtrelativistischen Quantenmechanik nur experimentell bestimmt werden:

$$\hat{\mu} = \gamma \hat{I} \quad (3)$$

Das im Praktikum verwendete NMR-Spektrometer ist nur für den Nachweis von Wasserstoffatomen geeignet. Das Wasserstoffatom ist deshalb hier von besonderem Interesse. Sein Kern besteht für das in der Natur mit Abstand am häufigsten vorkommende Isotop aus einem Proton. Der Gesamtkernspin ist also durch $I = \frac{1}{2}$ gegeben. Dieser kann sich entweder parallel $m_I = \frac{1}{2}$ oder antiparallel $m_I = -\frac{1}{2}$ zur ausgezeichneten Achse einstellen. Der Wasserstoffkern besitzt weiterhin ein sehr großes gyromagnetisches Verhältnis, weshalb es gut durch das NMR-Spektrometer detektiert werden kann.

1.3 Kern-Zeeman-Effekt

In einem äußeren Magnetfeld \vec{B}_0 wechselwirkt das vom Kern erzeugte magnetische Moment $\hat{\mu}$ mit dem Magnetfeld. Das äußere Magnetfeld definiert uns die ausgezeichnete z -Achse des

Systems $B_0 e_z = \vec{B}_0$. Dabei ist nur die z-Komponente des magnetischen Moments von Interesse, die anderen beiden Komponenten führen eine schnelle Oszillation um die Magnetfeldrichtung aus und verschwinden im zeitlichen Mittel. Der Hamiltonoperator ist daher gegeben durch:

$$\hat{H} = -\hat{\mu}_z B_0 \quad (4)$$

$$= -\gamma B_0 \cdot \hat{I}_z \quad (5)$$

Angewendet auf einen Zustand $|I, m_I\rangle$ ergibt sich:

$$\hat{H} |I, m_I\rangle = -\gamma B_0 \hbar m_I |I, m_I\rangle \quad (6)$$

Der Hamiltonoperator ist also bereits diagonal, und die Energie der Zustände $|I, m_I\rangle$ gegeben durch:

$$E = -\gamma B_0 \hbar m_I \quad (7)$$

In einem äußeren Magnetfeld spalten sich die Energieniveaus der vorher entarteten Zustände $|I, m_I\rangle$ proportional zu m_I auf. Man bezeichnet m_I daher auch als magnetische Quantenzahl. Man bezeichnet den Effekt der Aufspaltung der Energieniveaus der Spinfreiheitsgrade im Kern auch als „Kern-Zeeman-Effekt“ in Analogie zum Zeeman-Effekt der für die Aufspaltung der Energieniveaus der Hüllenelektronen verantwortlich ist.

Im konkreten Fall des Wasserstoffkerns besitzt der Kernspin nur zwei Einstellungsmöglichkeiten gegenüber dem äußeren Magnetfeld. Es kommt daher zur Aufspaltung in zwei Energieniveaus mit folgendem Energieunterschied:

$$\Delta E = \gamma B_0 \hbar \quad (8)$$

$$\Delta E = 3.9778 \cdot 10^{-26} \text{ J} \quad (9)$$

Dabei wurde in der letzten Gleichung für $B_0 = 1.41 \text{ T}$ und $\gamma = 26.7519 \cdot 10^7 \frac{1}{\text{T}\cdot\text{s}}$ eingesetzt. Bei einer Labortemperatur von 300 K sind beide Zustände fast gleich stark bevölkert. Mit $\frac{N_2}{N_1} \approx 0.9999904$.

$$\frac{N_2}{N_1} = e^{-\frac{\Delta E}{k_B T}} \quad (10)$$

1.4 Kernresonanz

Im Folgenden wird nur noch der Fall für das Wasserstoffatom betrachtet. Koppelt man das im vorherigen Abschnitt betrachtete System an ein elektromagnetisches Strahlungsfeld, so folgt aus der zeitabhängigen Störungstheorie bzw. der „goldenen Regel“, dass Übergänge zwischen den Energieniveaus durch Absorption bzw. Emission von Photonen der Energie $E = \hbar\omega$ induziert werden. Im Experiment wird das Strahlungsfeld durch einen Radiowellen-Sender erzeugt. Die Energie des Photons entspricht dabei gerade der Energiedifferenz der Niveaus. Die Frequenz des

Radiosignals ist also gegeben durch:

$$\hbar\omega = \Delta E \quad (11)$$

$$f = \frac{\omega}{2\pi} \quad (12)$$

$$= \frac{\Delta E}{2\pi\hbar} \quad (13)$$

$$= \frac{\gamma}{2\pi} B_0 \quad (14)$$

Für diese Frequenz befinden sich die Wasserstoffatome daher in Resonanz mit dem angelegten Strahlungsfeld. Wegen der geringfügig stärkeren Absorption aufgrund der Besetzungsunterschiede der Kernniveaus, welche durch die Boltzmannverteilung beschrieben wird, kommt es zu einem messbaren Leistungsabfall an einem Empfänger, der als Detektor für die Radiowellen dient. Für Wasserstoff ergibt sich in einem statischen Magnetfeld von $B_0 = 1.41\text{T}$ eine Frequenz von:

$$f = 60.034\text{MHz} \quad (15)$$

2 NMR

Das NMR-Spektrometer besteht aus einem statischen Magnetfeld, welches innerhalb einer Probe zur Aufspaltung der Kernspinniveaus führt. Über einen Radiowellen-Sender wird die Probe mithilfe eines Radiofrequenzschwingkreises an ein Strahlungsfeld angekoppelt. Befinden sich die Kernspins in Resonanz mit der angelegten Frequenz, so kommt es zu einem Leistungsabfall am Empfänger. Im Praktikumsversuch kommt das CW-Verfahren zum Einsatz. Bei diesem Verfahren wird die eingestrahlte Frequenz kontinuierlich in einem bestimmten Bereich durchgestimmt und die ankommende Leistung am Empfänger gemessen. Die Resonanzfrequenz für die Kernspins wird von anderen Atome in der Nähe beeinflusst, da diese das von außen angelegte statische Magnetfeld zu einem geringen Teil abschirmen. Die Frequenz, die im vorherigen Abschnitt berechnet wurde, ist deshalb nur für ein einzelnes freies Atom exakt. Im Folgenden werden die im Praktikum beobachtbaren Effekte, welche die Resonanzfrequenz verschieben, kurz qualitativ erläutert. Dies geschieht unter der Annahme, dass es sich bei der Probe um eine diamagnetische Flüssigkeit handelt, da sonst weitere Effekte durch das angelegte Magnetfeld zu berücksichtigen wären.

2.1 Die δ - Skala

Um die Resonanzfrequenz verschiedener Stoffe unabhängig vom verwendeten Magnetfeld anzugeben, wird der Probe eine Referenzsubstanz hinzugefügt und die chemische Verschiebung δ der beobachteten Resonanzlinien bestimmt.

$$\delta = \frac{\nu_{Probe} - \nu_{TMS}}{\nu_{TMS}} \cdot 10^6 \quad (16)$$

ν_{TMS} ist dabei die Resonanzfrequenz der im Praktikum verwendeten Referenzsubstanz TMS (Tetramethylsilan).

2.2 Kopplung mit chemisch äquivalenten Nachbarkernen

Zwei Atome sind chemisch äquivalent, wenn diese die gleichen Bindungspartner besitzen. Die Kerne dieser Atome erfahren somit in guter Näherung die gleiche Abschirmung des äußeren Magnetfeldes. Für chemisch äquivalente Kerne erhält man deshalb nur eine Resonanzlinie. Im Folgenden wird eine Anzahl von chemisch äquivalenten Kerne auch als Klasse bezeichnet. Je mehr Kerne in einer Klasse sind desto größer ist die Intensität der Resonanzlinie.

Besitzt ein Kern A einen nicht chemisch äquivalenten Nachbarkern B, so spaltet sich dessen Resonanzlinie in ein Duplett auf, da der Nachbarkern B zwei Spineinstellungsmöglichkeiten besitzt, die das am Kernort A resultierende Magnetfeld entweder abschwächen oder verstärken. Der Abstand der beiden Komponenten wird indirekte oder skalare Kopplungskonstante J_{AB} genannt. Diese hängt nur vom charakteristischen Bindungspfad zwischen den Kernen und den Kernmomenten ab.

Für zwei Nachbarkerne, die untereinander chemisch äquivalent sind, jedoch nicht chemisch äquivalent zum Kern, dessen Resonanzlinie wir betrachten, erhält man drei Resonanzlinien. Die Orientierung des Spins der Nachbarkerne entscheidet wieder darüber, ob das Magnetfeld am Kernort verstärkt oder abgeschwächt wird.

1. $|\uparrow\uparrow\rangle$
2. $|\downarrow\uparrow\rangle$ und $|\uparrow\downarrow\rangle$
3. $|\downarrow\downarrow\rangle$

Die unverschobene Linie ist dabei doppelt so groß, da es zwei mögliche Spineinstellungen für diese Situation gibt. Entsprechendes gilt für die Kopplung mit n chemisch äquivalenten Nachbarkernen: Die zugehörige Resonanzlinie zeigt eine Feinstruktur mit $M = n + 1$ Komponenten, deren Intensitäten dem Pascalsche Dreieck entnommen werden können.

2.3 Kopplung mit mehreren nicht äquivalenten Nachbarkernen

Mehrere nicht äquivalente Kerne spalten die betrachtete Resonanzlinie jeweils für sich in ein Dublett auf. Bei der Kopplung von n nicht äquivalenten Nachbarkernen kommt es zur erneuten Aufspaltung der Dupletts, es entsteht ein Duplett eines Dupletts eines Dupletts...

2.4 Messprinzip

Die chemische Verschiebung der Resonanzlinien, deren Aufspaltung und Intensität gibt Auskunft über die Position und Bindungspartner der Wasserstoffkerne in der untersuchten Probe. Im Praktikumsversuch werden die gemessenen Resonanzspektren bekannter Stoffe interpretiert. Es sind so Rückschlüsse auf die chemische Struktur des Stoffes möglich.

3 Versuch

3.1 H_2O - Kalibrierung des Magnetfelds

Entsprechend der Aufgabenstellung wurde das Magnetfeld mithilfe einer Standard-Wasserprobe so genau wie möglich justiert. Die Homogenität des Magnetfeldes war ein kritischer Punkt innerhalb des Versuches. Von der hier erzielten Genauigkeit hing die Qualität der nachfolgenden Messungen ab. Die Breite des Resonanzsignals auf halber Ausschlagshöhe betrug $\Delta\nu = 0.0485\text{ppm} \hat{=} 2.91\text{Hz}$ bei einer Messbereichgröße von $0.5\text{ppm} \hat{=} 30\text{Hz}$ und sicherte somit ein hohes Auflösungsvermögen für die nachfolgenden Messungen. Alle Messungen wurde bei einer Messdauer von 5 Minuten aufgenommen.

3.2 Dichlormethan und Trichlormethan

Die Wasserstoffkerne der beiden Substanzen sind offensichtlich nicht chemisch äquivalent. Die Kerne sind in unterschiedlichen Molekülen gebunden und erfahren damit eine unterschiedliche chemische Verschiebung. Die Intensität des jeweiligen Signals war direkt proportional zur Anzahl der Wasserstoffkerne in der Verbindung. Dadurch war es leicht möglich den beiden Peaks das jeweilige Molekül zuzuordnen. Als Referenzsignal diente hier, wie auch in allen nachfolgenden Messungen, TMS. Der TMS Peak lag dabei deutlich entfernt von den beiden anderen Peaks und konnte somit leicht zugeordnet werden. Die Messergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Die Höhe des $CHCl_3$ Peaks betrug 3.4cm die des CH_2Cl_2 war mit 7.5cm fast doppelt so groß, dies entspricht den theoretischen Erwartungen. Der Messbereich betrug $10\text{ppm} \hat{=} 600\text{Hz}$. Die gemessene Resonanzkurve entspricht den Erwartungen. Bei einer Ablesegenauigkeit von 1mm ergibt sich eine Unsicherheit von $0.03\text{ppm} \hat{=} 2\text{Hz}$.

	Chemische Verschiebung δ	Frequenzunterschied $\Delta\nu$
Dichlormethan	$(5.72 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(343 \pm 2)\text{Hz}$
Trichlormethan	$(7.84 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(471 \pm 2)\text{Hz}$

Tabelle 1: Messergebnisse

3.3 Essigsäure

Essigsäure CH_3COOH enthält zwei verschiedene Klassen von Wasserstoffkernen. Die Kerne im CH_3 Teilmolekül sind chemisch äquivalent und bildeten einen hohen Peak. Der Wasserstoffkern in der $COOH$ Gruppe dagegen besitzt eine andere chemische Verschiebung und einen Peak der theoretisch rund $\frac{1}{3}$ so hoch ist wie der Peak von CH_3 . Gemessen wurde eine Höhe von 6.6cm für $COOH$ und 13.3cm für CH_3 , dies entspricht etwa Faktor 2. Da die Fläche der Resonanzpeaks nicht genau bestimmbar ist, liegt dies aber im Rahmen der Erwartung. Beide Klassen beeinflussen sich aufgrund des großen Abstandes kaum. Der Messbereich betrug $20\text{ppm} \hat{=} 1200\text{Hz}$. Die Messung wurde zweimal mit unterschiedlichem Verstärkungsfaktor durchgeführt. Um so die chemische Verschiebung relativ zu dem sehr kleinen TMS Peak zu

messen (bei großer Verstärkung), als auch die relativen Intensitäten der Essigsäurepeaks (bei geringerer Verstärkung) zu bestimmen. Die aufgenommene Resonanzkurve entspricht den Erwartungen. Bei einer Ablesegenauigkeit von 1mm ergibt sich eine Unsicherheit von $0.06\text{ppm} \approx 4\text{Hz}$.

	Chemische Verschiebung δ	Frequenzunterschied Δv
CH_3	$(2.25 \pm 0.06)\text{ppm}$	$(135 \pm 4)\text{Hz}$
$COOH$	$(9.56 \pm 0.06)\text{ppm}$	$(574 \pm 4)\text{Hz}$

Tabelle 2: Messergebnisse

3.4 Ethanol

Bei dieser Messung wurde wieder eine höhere Auflösung gewählt, sodass die Feinstruktur der einzelnen Peaks erkennbar war, der Messbereich betrug $10\text{ppm} \approx 600\text{Hz}$. Ethanol CH_3CH_2OH enthält drei verschiedenen gebundene Wasserstoffklassen:

1. CH_3 Aufgrund der benachbarten CH_2 Klasse bildete sich ein hoher Triplet-Peak aus. Die hieraus bestimmte Kopplungskonstante zwischen CH_2 und CH_3 beträgt $J = (0.13 \pm 0.03)\text{ppm} \approx (7.5 \pm 2)\text{Hz}$.
2. CH_2 Diese Klasse bildet theoretisch einen sehr verschmierten Resonanzpeak mit vielen Spitzen infolge der Wechselwirkung mit den nicht chemisch äquivalenten Kernen der benachbarten Wasserstoffklassen CH_3 (Aufspaltung in ein Quartett) und OH (weitere Aufspaltung in ein Dublett). Die Aufspaltung in das Quartett war in der Resonanzkurve deutlich sichtbar, die weitere Aufspaltung durch die OH Gruppe, war infolge der schwachen Wechselwirkung nicht erkennbar. Die skalare Kopplungskonstante des Quartetts ist $J = (0.13 \pm 0.03)\text{ppm} \approx (7.5 \pm 2)\text{Hz}$ wie für das Triplet des CH_3 , wie erwartet. damit exakt genausogroß
3. OH Diese Klasse wird theoretisch durch die benachbarte CH_2 Klasse in ein Triplet aufgespalten. Doch auch diese Aufspaltung konnte nicht gemessen werden. Die skalare Kopplungskonstante zwischen der OH und CH_2 Gruppe ist also sehr klein im Vergleich zur Kopplungskonstante von CH_3 und CH_2 .

Der TMS-Peak der Probe war gut erkennbar, außer der fehlenden Wechselwirkung zwischen der OH und CH_2 Gruppe gab es keine Auffälligkeiten im gemessenen Spektrum. Bei einer Ablesegenauigkeit von 1mm ergibt sich eine Unsicherheit von $0.03\text{ppm} \approx 2\text{Hz}$.

	Chemische Verschiebung δ	Frequenzunterschied Δv
CH_3	$(1.28 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(77 \pm 2)\text{Hz}$
CH_2	$(3.91 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(234 \pm 2)\text{Hz}$
OH	$(5.66 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(339 \pm 2)\text{Hz}$

Tabelle 3: Messergebnisse

3.5 Ethanol+HCl

Durch Hinzufügen von Salzsäure HCl zur Ethanolprobe wird die OH Gruppe durch ein Cl substituiert und es entsteht als Nebenprodukt Wasser H_2O . Bei der anschließenden NMR-Spektrometrie mit einem Messbereich $10\text{ppm} \hat{=} 600\text{Hz}$ spaltete sich die CH_2 Klasse wieder in ein Quartett auf, diese Aufspaltung war gut zu erkennen. Der CH_3 Peak blieb unbeeinflusst. Beide Kopplungskonstanten blieben ebenfalls unbeeinflusst und betrug weiterhin mit Kopplungskonstante $J = (0.13 \pm 0.03)\text{ppm} \hat{=} (7.5 \pm 2)\text{Hz}$. Der Peak der OH Gruppe verschwindet vollständig und war durch einen hohen Wasserpeak H_2O ersetzt. Ein TMS Peak konnten wir auch bei einer 2. genaueren Messung mit 5ppm im erwarteten Bereich nicht auflösen. Auch in einer zweiten zur Verfügung stehenden Probe wurde kein TMS nachgewiesen. Man kann vermuten, dass die Probe infolge der kleinen Verdampfungstemperatur von TMS, dieses nicht mehr enthielt. Die folgenden Messwerte beziehen sich auf die zweite gemessene Probe. Bei einer Ablesegenauigkeit von 1mm ergibt sich eine Unsicherheit von $0.03\text{ppm} \hat{=} 2\text{Hz}$.

	Chemische Verschiebung δ	Frequenzunterschied $\Delta\nu$
CH_3	$(1.25 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(75 \pm 2)\text{Hz}$
CH_2	$(3.78 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(227 \pm 2)\text{Hz}$
H_2O	$(8.19 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(491 \pm 2)\text{Hz}$

Tabelle 4: Messergebnisse

3.6 Iso-Propanol

Iso-Propanol enthält drei Wasserstoffklassen. Zu beachten ist hierbei die Struktur von Iso-Propanol. Die OH Gruppe befindet sich am mittleren C -Atom. Die Messung wurde in einem Bereich von $10\text{ppm} \hat{=} 600\text{Hz}$ durchgeführt. Bei einer Ablesegenauigkeit von 1mm ergibt sich eine Unsicherheit von $0.03\text{ppm} \hat{=} 2\text{Hz}$.

1. CH_3 Die beiden CH_3 Gruppen werden durch den benachbarten Kern in der CH Klasse in ein Dublett aufgespalten. Dieses Dublett war in der Messung deutlich erkennbar, die daraus resultierende skalare Kopplungskonstante zwischen CH_3 und CH betrug $J = (0.13 \pm 0.03)\text{ppm} \hat{=} (7.5 \pm 2)\text{Hz}$.
2. CH Diese Klasse bildet sich theoretisch einen sehr verschmierten Resonanzpeak mit vielen Spitzen infolge der Wechselwirkung mit den nicht chemisch äquivalenten Kernen der benachbarten Wasserstoffklassen CH_3 (Aufspaltung in ein Quartett) und OH (weitere Aufspaltung in ein Dublett). Im gemessenen Spektrum fanden wir 5 Peaks. Die Kopplungskonstante zwischen 2 Peaks betrug wieder $J = (0.13 \pm 0.03)\text{ppm} \hat{=} (7.5 \pm 2)\text{Hz}$.
3. OH Diese Klasse wird theoretisch durch die benachbarte CH Klasse in ein Dublett aufgespalten. Diese Aufspaltung konnte in der Messung nicht aufgelöst werden. Die skalare Kopplungskonstante zwischen den Gruppen ist also sehr klein.

	Chemische Verschiebung δ	Frequenzunterschied $\Delta\nu$
CH_3	$(1.25 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(75 \pm 2)\text{Hz}$
CH	$(4.09 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(246 \pm 2)\text{Hz}$
OH	$(5.31 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(319 \pm 2)\text{Hz}$

Tabelle 5: Messergebnisse

3.7 n-Propanol

n-Propanol besitzt die gleiche Summenformel wie Iso-Propanol jedoch eine andere Strukturformel. Es handelt sich daher um Isomere. Mithilfe der NMR-Spektroskopie konnten wir die beiden Stoffe unterscheiden. n-Propanol enthält vier verschiedene Wasserstoffklassen. Die Messung wurde in einem Bereich von $10\text{ppm} \hat{=} 600\text{Hz}$ durchgeführt. Bei einer Ablesegenauigkeit von 1mm ergibt sich eine Unsicherheit von $0.03\text{ppm} \hat{=} 2\text{Hz}$.

1. CH_3 wird aufgrund der benachbarten CH_2 Klasse in ein Triplet gespalten. Diese Aufspaltung war im Versuch erkennbar, der rechte Peak war jedoch deutlich schwächer ausgeprägt. Die skalare Kopplungskonstante zwischen den Gruppen betrug für dieses Molekül $J = (0.13 \pm 0.03)\text{ppm} \hat{=} (7.5 \pm 2)\text{Hz}$.
2. CH_2 ist direkt benachbart zur CH_3 Klasse und wird daher in ein Quartett aufgespalten, welches nochmals durch die auf der anderen Seite gebundene CH_2 Klasse gespalten wird. Es entstehen theoretisch zahlreiche Peaks. Im gemessenen Spektrum war nur die Quartetaufspaltung gut zu erkennen.
3. CH_2 Eine weitere CH_2 Gruppe, die jedoch chemisch nicht äquivalent zur ersten ist. Diese wird durch die erste CH_2 Gruppe in ein Triplet und dann theoretisch durch die OH Klasse ein weiteres Mal gespalten. Die zweite Aufspaltung der OH Gruppe war nicht erkennbar. Die aus dem Triplet berechnete skalare Kopplungskonstante zwischen den CH_2 Klassen betrug $J = (0.13 \pm 0.03)\text{ppm} \hat{=} (7.5 \pm 2)\text{Hz}$.
4. OH wird infolge der benachbarten CH_2 Gruppe theoretisch in ein Triplet gespalten. Diese Aufspaltung konnte im gemessenen Spektrum nicht aufgelöst werden. Die skalare Kopplungskonstante zwischen den Gruppen ist also sehr klein.

	Chemische Verschiebung δ	Frequenzunterschied $\Delta\nu$
CH_3	$(0.94 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(56 \pm 2)\text{Hz}$
CH_2	$(1.81 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(109 \pm 2)\text{Hz}$
CH_2	$(3.78 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(227 \pm 2)\text{Hz}$
OH	$(5.41 \pm 0.03)\text{ppm}$	$(324 \pm 2)\text{Hz}$

Tabelle 6: Messergebnisse

3.8 Unsicherheitsbetrachtung

In der Messung sind folgende Unsicherheitsquellen zu beachten:

- **Ablesegenauigkeit** Die Ablesegenauigkeit wurde mit $\Delta x = \pm 1\text{mm}$ angenommen. Vor allem bei den Aufspaltungen konnte deshalb der Wert nur sehr ungenau abgelesen werden. Dies ist eine mögliche Erklärung für die Tatsache, dass alle beobachteten Kopplungskonstanten den gleichen Wert besaßen.
- **Schreibkopf** Der Schreibkopf des NMR besitzt eine gewisse Trägheit. Dies macht sich bei verschiedenen Abtastgeschwindigkeiten bemerkbar.
- **Homogenität des Magnetfeldes** Das Magnetfeld wurde sorgfältig kalibriert, sodass die Breite des Wasserpeaks auf 2.91Hz betrug. Der Fehler der Resonanzschärfe liegt daher jeweils unter der Ablesegenauigkeit und wurde deshalb nicht weiter betrachtet.

Literatur

[Vorbereitungsmappe] Vorbereitungsmasse Magnetische Kernresonanz NMR