

Ülesanne 7

TMR-katseklaasi mõõdeti 700 μL kommertsiaalset denatureeritud tehnilist piiritust firmalt OÜ KEMET RV. Mingeid muid lisandeid (k.a. deutereeritud kloroformi CDCl_3) TMR-katseklaasi ei lisatud.

Mõõdeti $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ (176,0 MHz) TMR spekter (+20 $^\circ\text{C}$ juures ning proovi mõõtmise ajal pöörlema ei pandud) sellise spetsiaalse mõõtmismeetodiga, mis võimaldab ka $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ spektris olevaid signaale võrdlemisi täpselt integreerida. See spekter ja selle suurendused on toodud järgnevatel lehtedel.

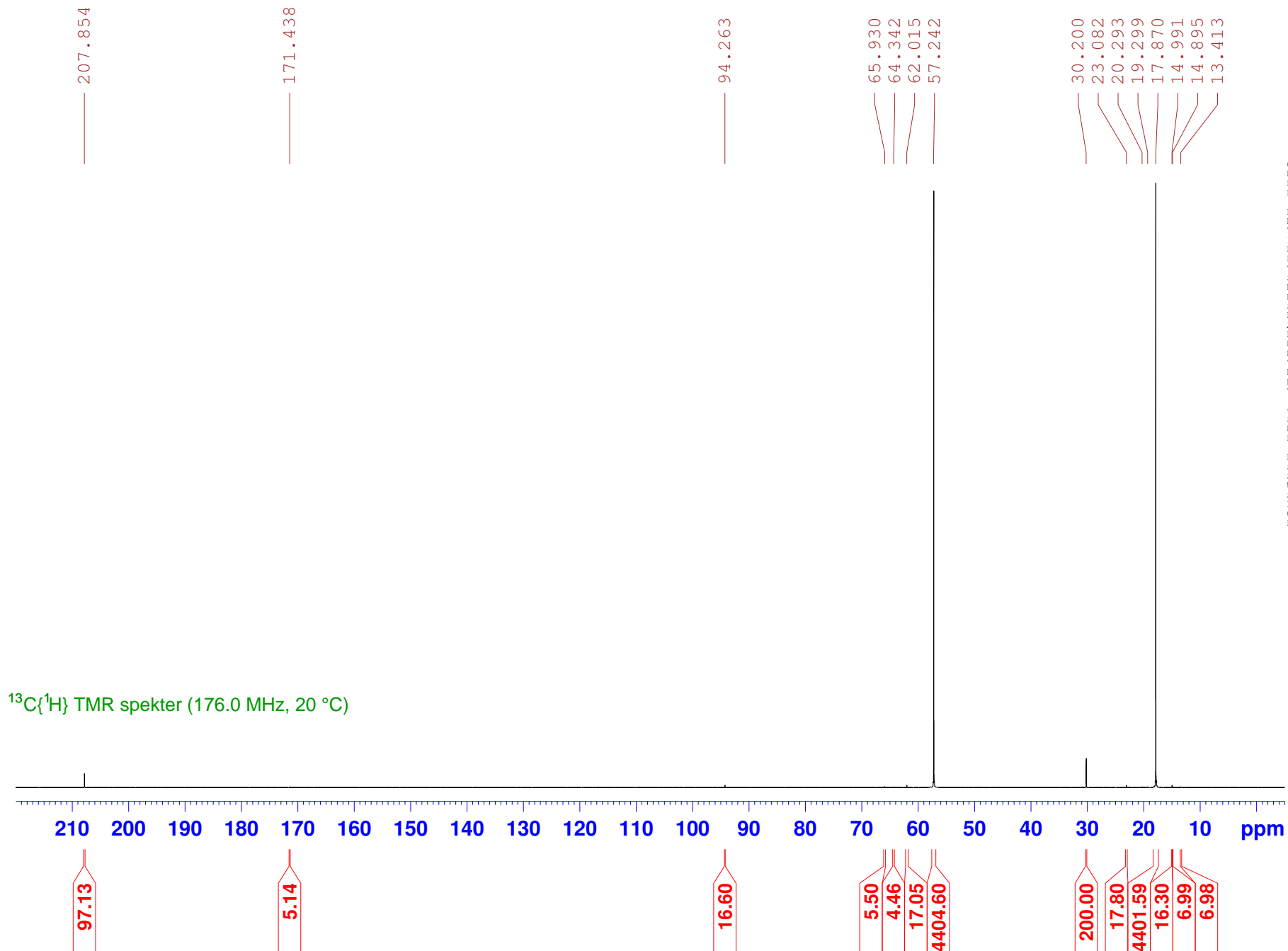


Raportisse kirjutada:

1. Leidke $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ TMR spektrist, milline on selles tehnilises piirituses 1 kõige suurema sisaldusega lisand ning kirjutage välja selle lisandi $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ signaalide keemilised nihked. Hinnake signaalide integraalide järgi, milline on tehnilises piirituses etanooli ja põhilise lisandi suhteline sisaldus (moolide suhtena, näidake ära arvutuskäik).
2. Toote koostise kirjelduses on märgitud ühe komponendina (sisaldusega 2 g/100 L) ka mõruainet nimetusega denatoonium bensoaat (*denatonium benzoate*, CAS number 3734-33-6). Leida SDBS andmebaasist (*Spectral Database for Organic Compounds*, <http://sdb.sdb.aist.go.jp>) selle ühendi $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ spekter ja spektriinfo. Kirjutada SDBS andmebaasis toodud denatoonium bensoaadi $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ spektri signaalide kirjeldus välja tekstilisel kujul, nt: $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ TMR (100,6 MHz, CDCl_3) δ : 61,9 ($\underline{\text{CH}_2}$); 48,3 ($\underline{\text{CH}_3}$). Lisaks võrrelge siin ülesandes mõõdetud spektrit SDBS andmebaasis toodud infoga ja hinnake, kas siin mõõdetud spektris on denatoonium bensoaadi signaalid nähtaval.
3. $^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ TMR spektris on kahel kõige intensiivsemal signaalil (57,2 ja 17,9 ppm) kummalgi lisaks signaali keskel asuvale intensiivsele singletile ka 2 väikest kõrvalsignaali, mille vaheline kaugus üksteisest on 37,0 Hz (vt. suurendust ülesande viimasel leheküljel). Millest on need lisasignaalid põhjustatud (vastusesse võite lisada joonise)?

Ülesanne on kättesaadav PDF-formaadis aadressilt: <http://kodu.ut.ee/~laurit/AK2/>

Raportit soovin saada oma e-posti aadressile lauri.toom@ut.ee ainult PDF-formaadis. Raporti 1. versiooni esitamise tähtaeg on 15. mai 2015 kell 17:00. Minupoolse tagasiside põhjal korrektselt parandatud lõpp-versiooni esitamise tähtaeg on 29. mai 2015 kell 17:00.



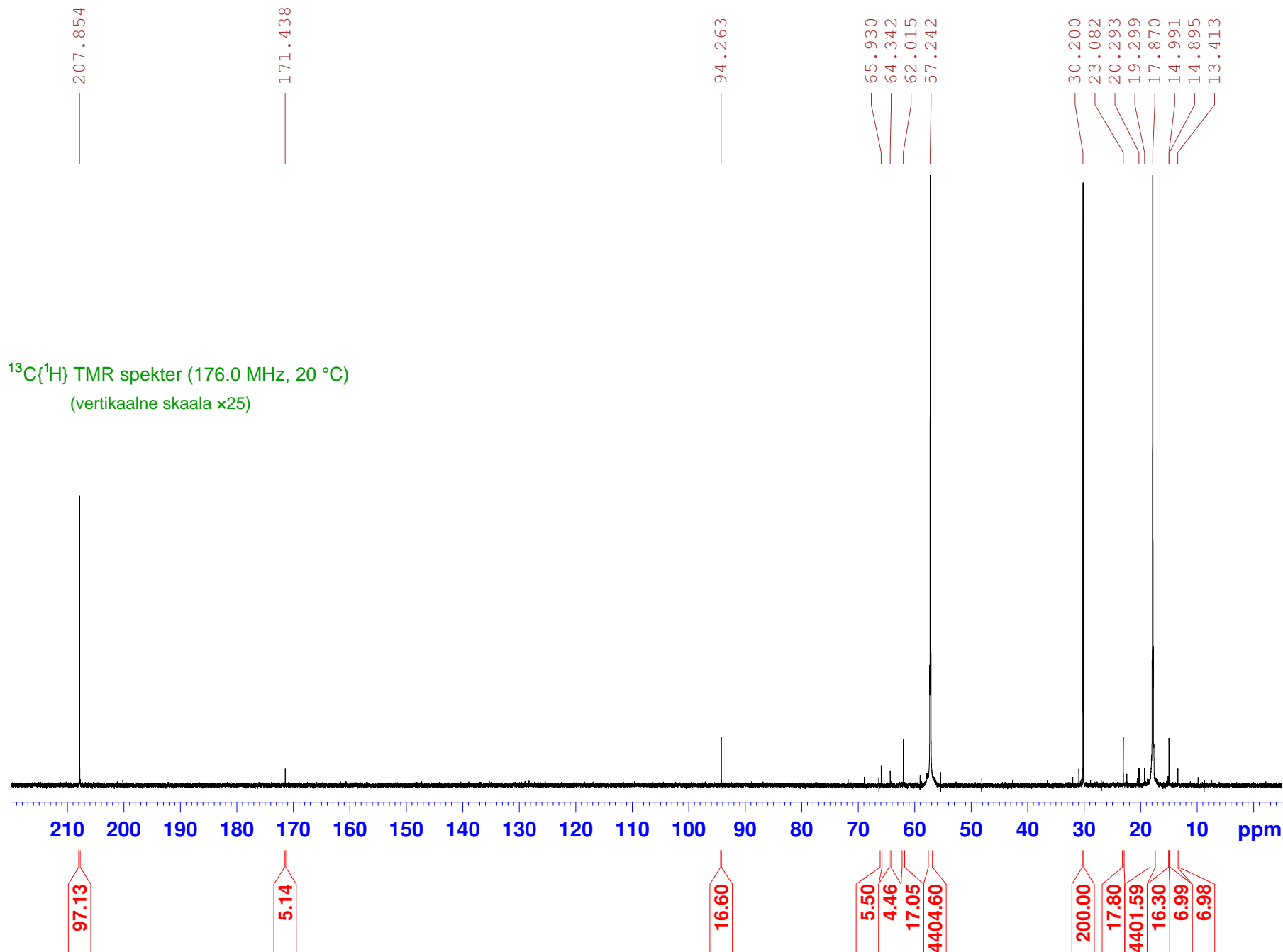
```

Current Data Parameters
NAME      Tehniline-piiritus_
EXPNO    23
PROCNO    1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20140423
Time     0.07
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm CPPTCI LH
PULPROG  zgig30
TD       524288
SOLVENT  D2O
NS       512
DS       0
SWH      41666.668 Hz
FIDRES   0.079473 Hz
AQ       6.2915058 sec
RG       1030
DW       12.000 usec
DE       18.00 usec
TE       300.0 K
D1       40.00000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
SF01     176.0537397 MHz
NUC1     13C
P1       12.40 usec

F2 - Processing parameters
SI       524288
SF       176.0352560 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.40
    
```



```

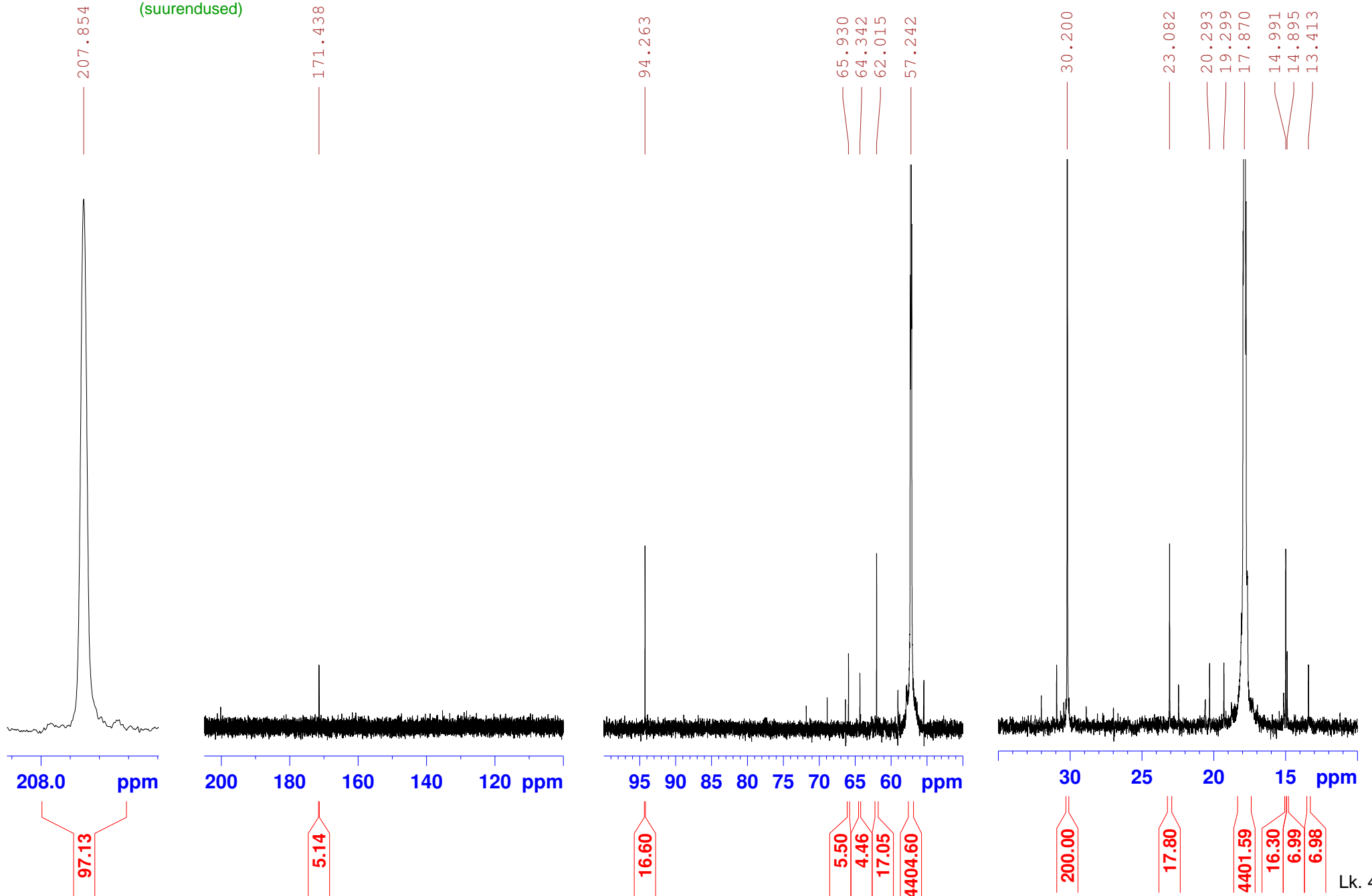
Current Data Parameters
NAME      Tehniline-piiritus_
EXPNO    23
PROCNO   1

F2 - Acquisition Parameters
Date_    20140423
Time     0.07
INSTRUM  spect
PROBHD   5 mm CPPTCI LH
PULPROG  zgig30
TD       524288
SOLVENT  D2O
NS       512
DS       0
SWH      41666.668 Hz
FIDRES   0.079473 Hz
AQ       6.2915058 sec
RG       1030
DW       12.000 usec
DE       18.00 usec
TE       300.0 K
D1       40.0000000 sec
D11      0.03000000 sec
TD0      1

===== CHANNEL f1 =====
SF01     176.0537397 MHz
NUC1     13C
P1       12.40 usec

F2 - Processing parameters
SI       524288
SF       176.0352560 MHz
WDW      EM
SSB      0
LB       1.00 Hz
GB       0
PC       1.40
    
```

$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ TMR spekter (176.0 MHz, 20 °C)
(suurendused)



$^{13}\text{C}\{^1\text{H}\}$ TMR spekter (176.0 MHz, 20 °C)
(suurendused)

