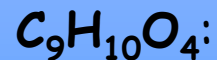


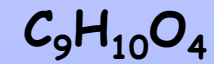
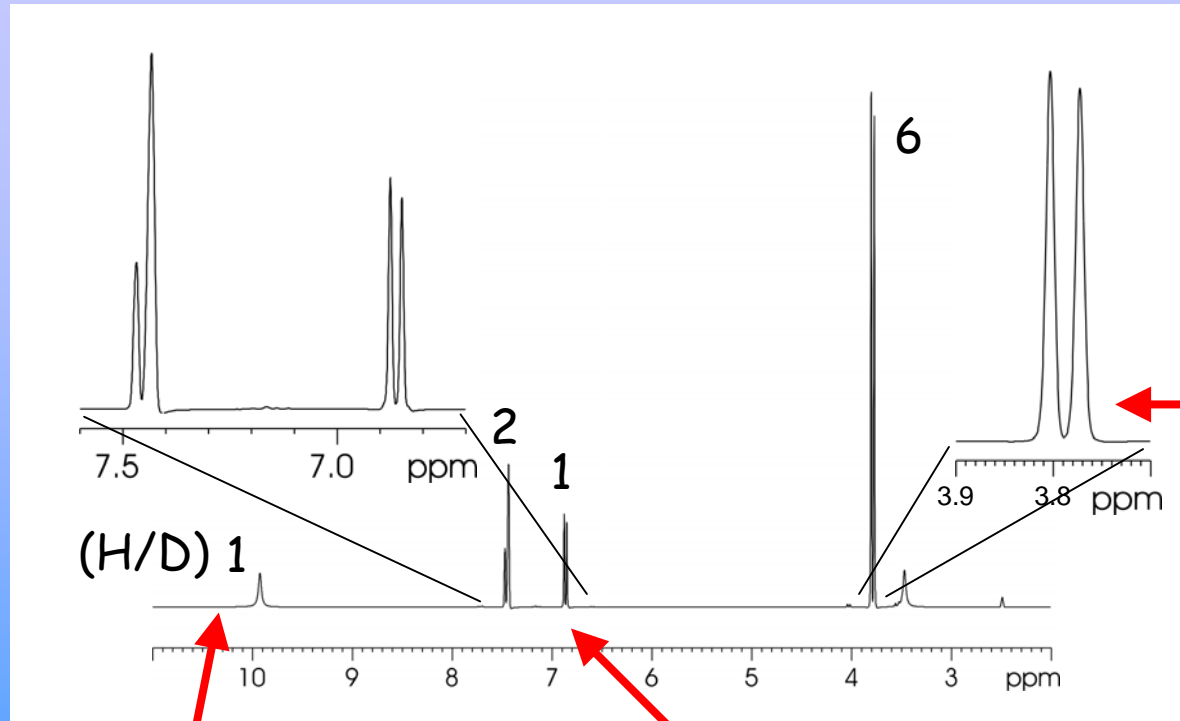
„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“
Lösungen zu Übung VII

Es wurde ein Naturstoff gefunden. Die Untersuchung mit der hochaufgelösten Massenspektroskopie ergab eine Summenformel von $C_9H_{10}O_4$. Zur Strukturaufklärung wurden neben 2 1D-Spektren (1H und ^{13}C) auch ein COSY, ein HMQC und ein HMBC aufgenommen. Bestimmen Sie die Konstitution des Naturstoffs.



C_9H_{20} wäre gesättigt, d.h. die Verbindung enthält 5 Ring- oder Doppelbindungselemente

„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“
Lösungen zu Übung VII

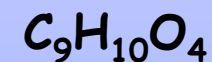
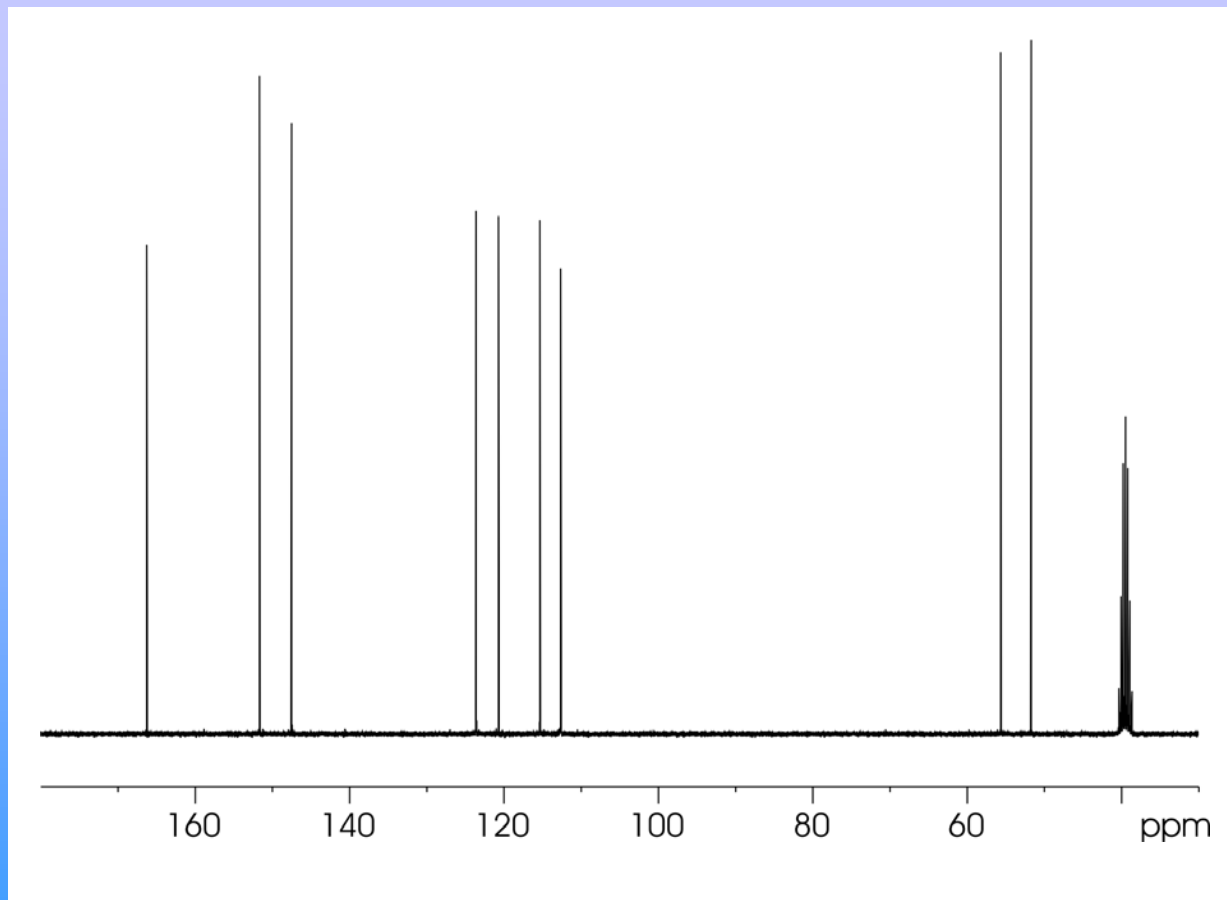


6 Protonen,
wahrscheinlich zwei
Methylgruppen die
nicht koppeln, im
COSY überprüfen

ein austauschbares Proton,
d.h. ein OH

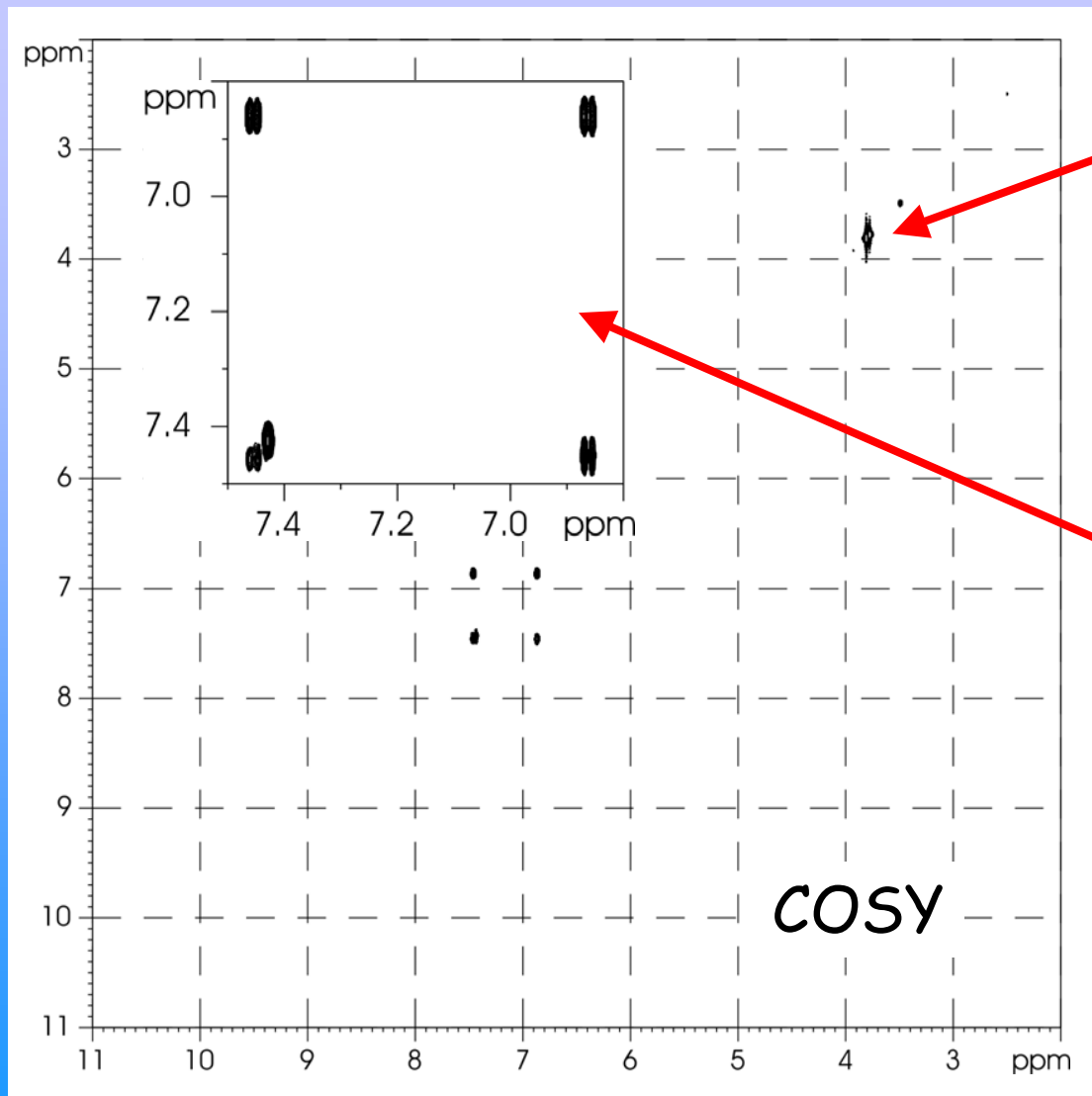
drei aromatische oder
olefinische Protonen,

„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“
Lösungen zu Übung VII



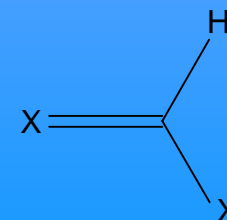
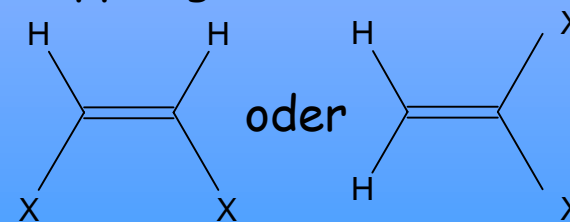
neun Kohlenstoffe, die kleinste Verschiebung ist > 50 ppm, falls CH_3 dann an Heterokerne gebunden
Eine Verschiebung nahe an 170, das spricht für „-O-C=O“

„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“
Lösungen zu Übung VII

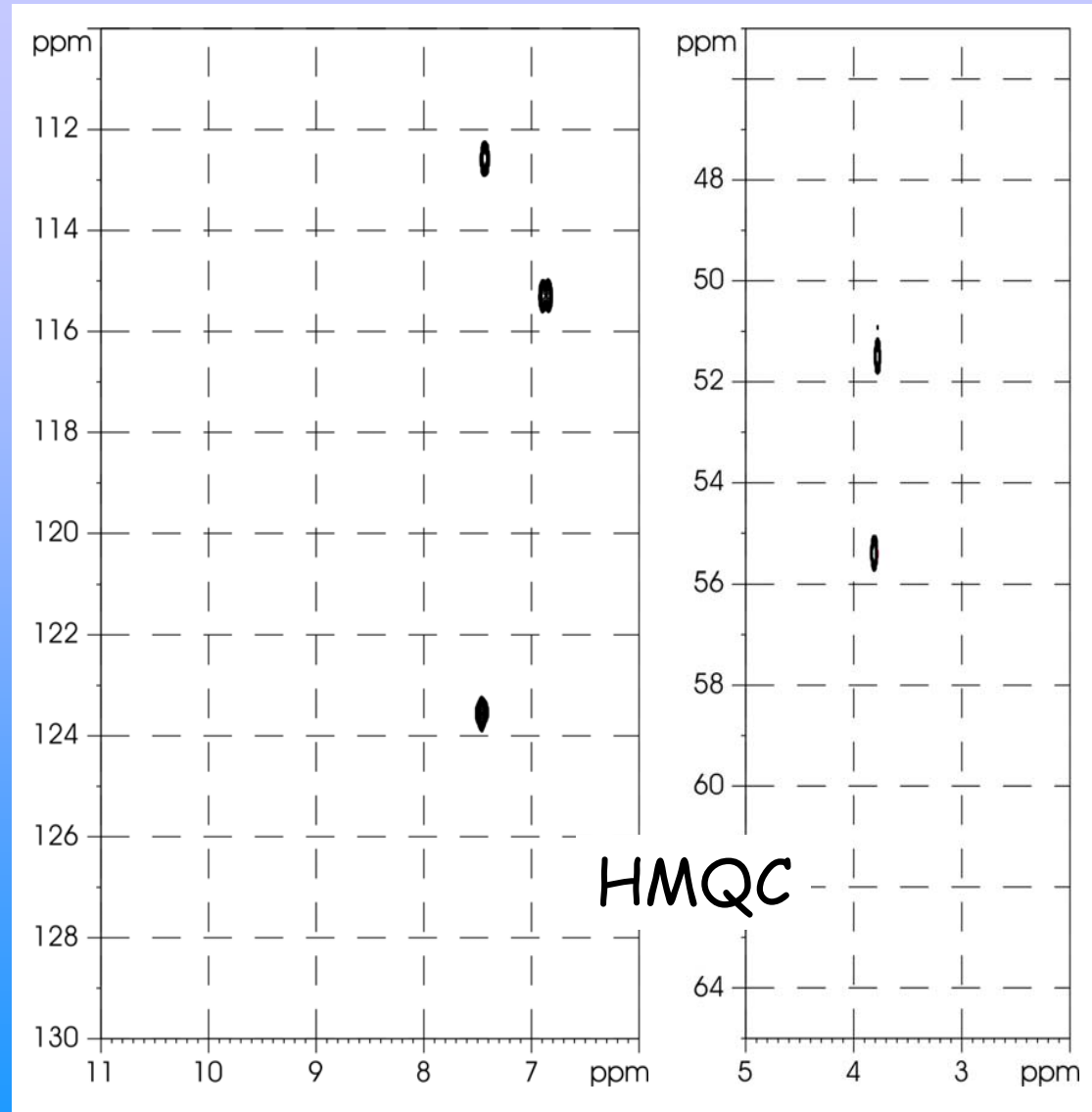


Die 6 Protonen koppeln nicht, es sind also zwei Methylgruppen,

2 olefinische/aromatische Protonen koppeln mit einander, eines ohne Kopplung:



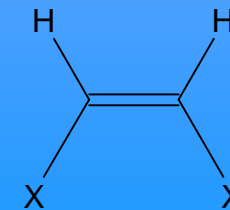
„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“
Lösungen zu Übung VII



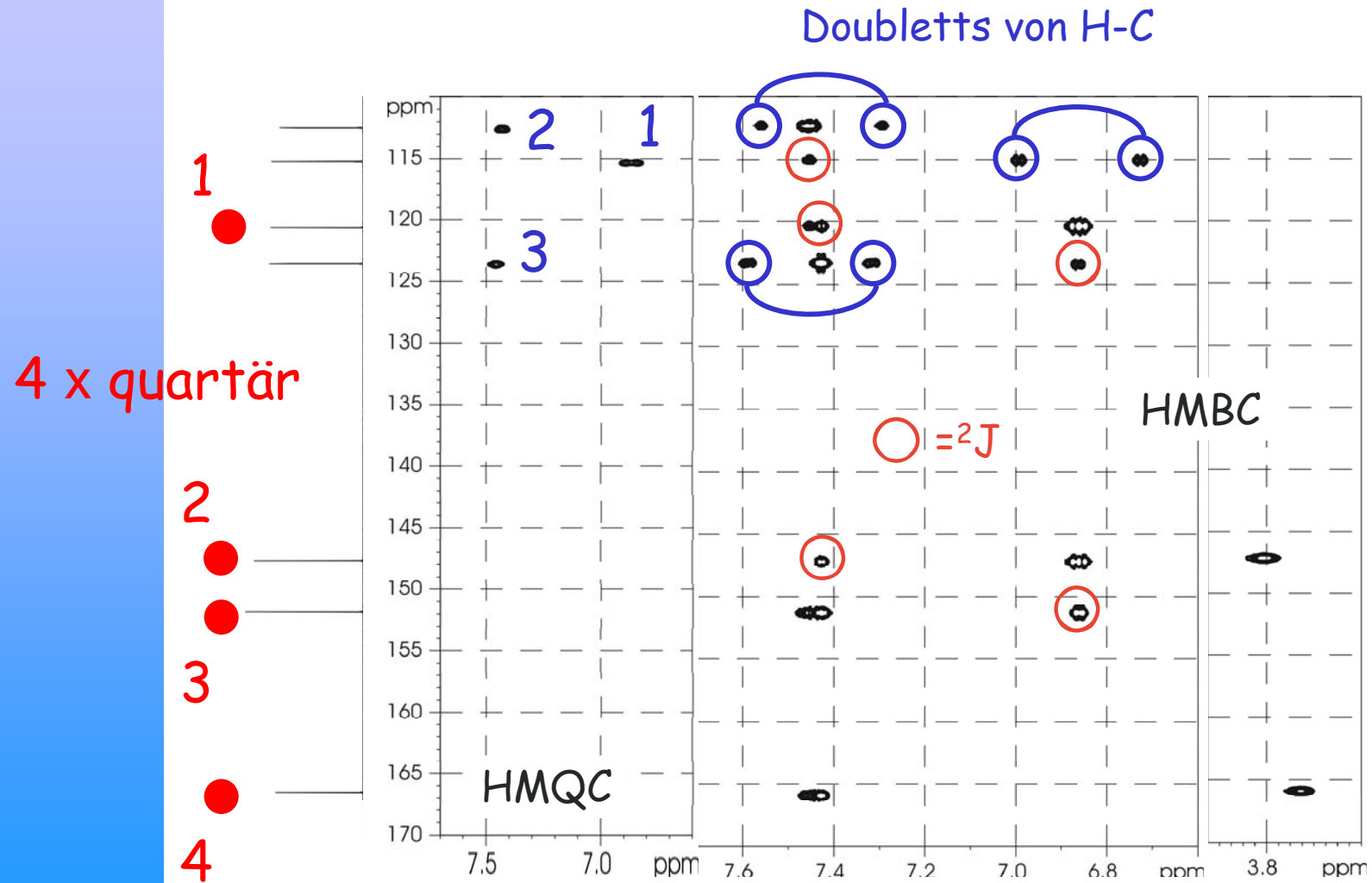
Die zwei Methylgruppen
haben sehr tieffeldige
chemische Verschiebungen,
sie sind also an einen
Heterokern gebunden, das
kann nur Sauerstoff sein:



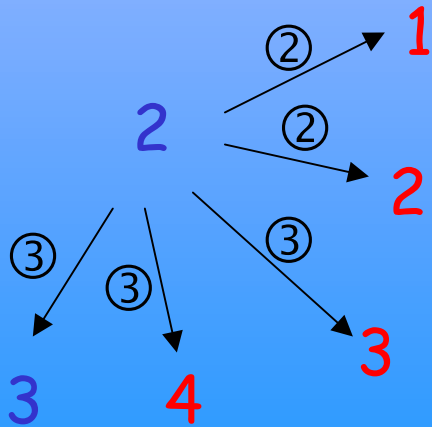
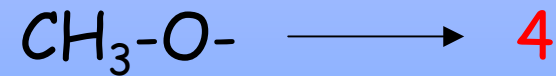
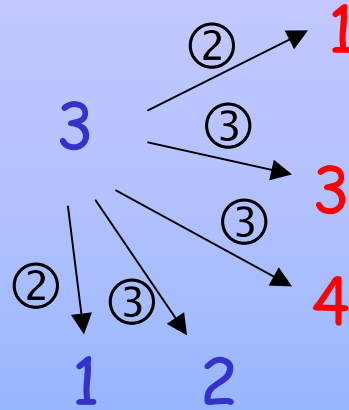
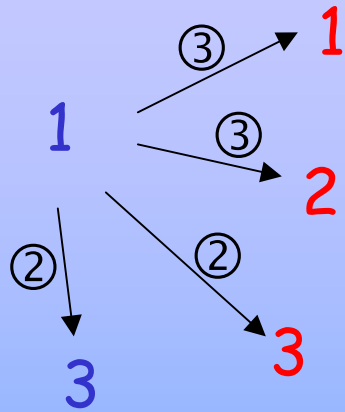
Die koppelnden
olefinischen/aromatischen
sind an verschiedenen
Kohlenstoffen:



„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-
 Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“
 Lösungen zu Übung VII



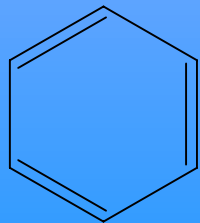
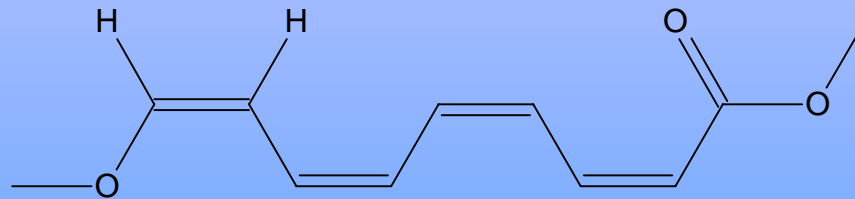
„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“
Lösungen zu Übung VII



Dazu kommt noch ein OH und
eine Gruppe -O-C=O , hier ist
das C wahrscheinlich 4

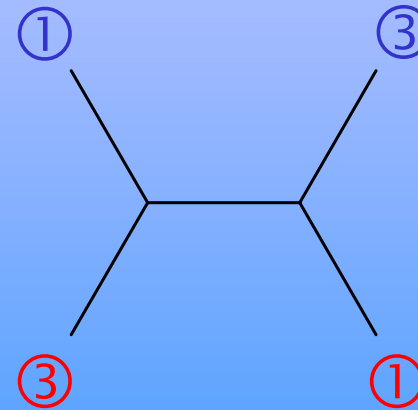
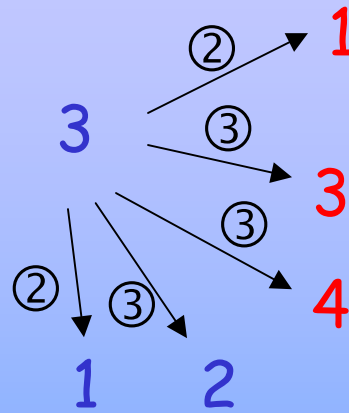
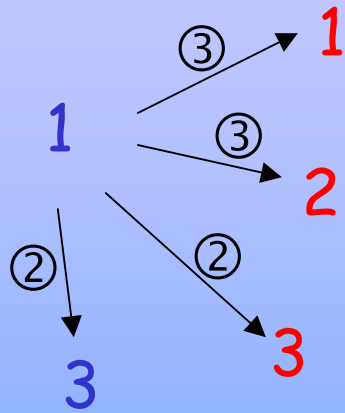
„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“
Lösungen zu Übung VII

Eine lineare Anordnung der
Doppelbindungen ist nicht
möglich, es muss ein Ring sein

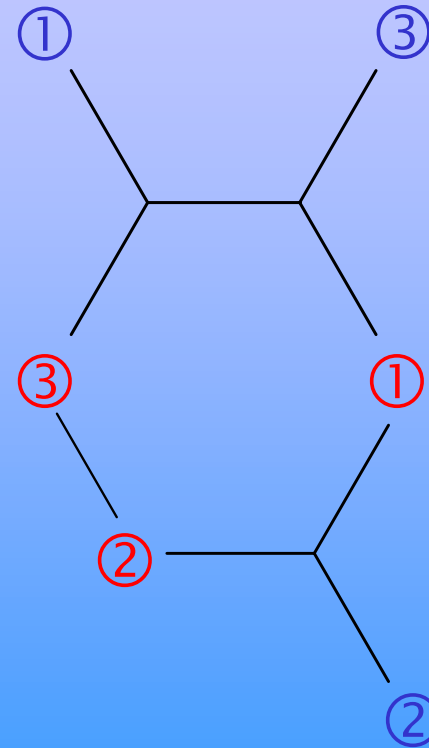
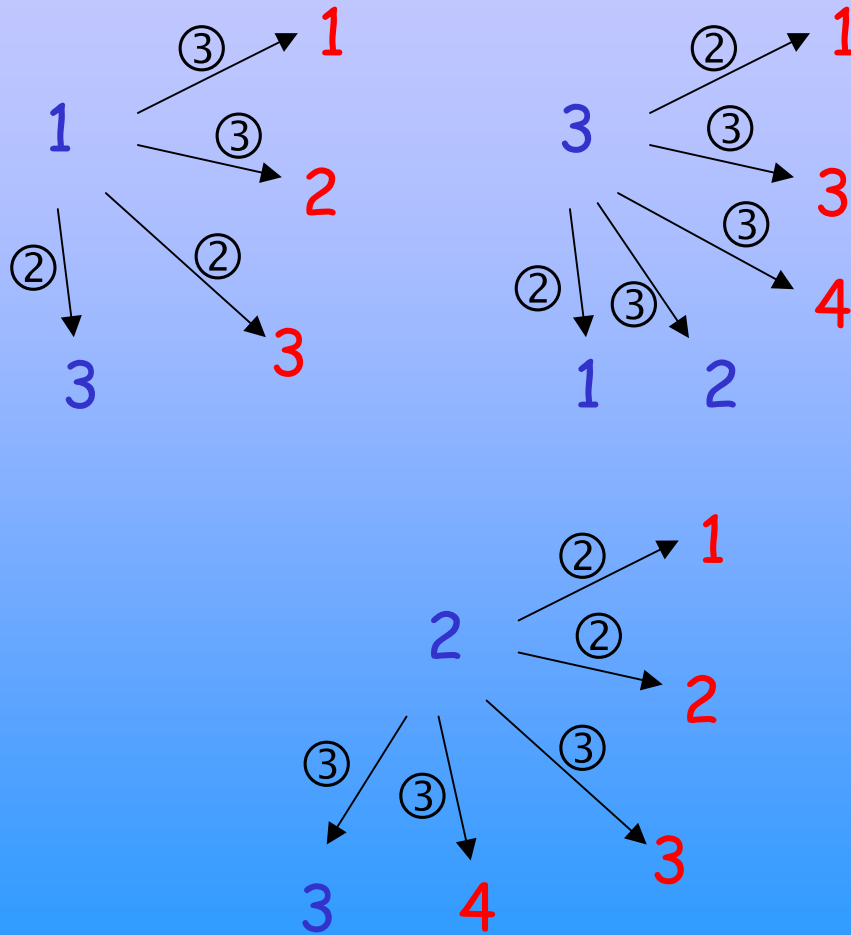


6 Liganden-Positionen:
3 x H, 1 x OH, 1x OCH₃ und
1 x -C(=O)-O-CH₃
ergibt **C₉H₁₀O₄**

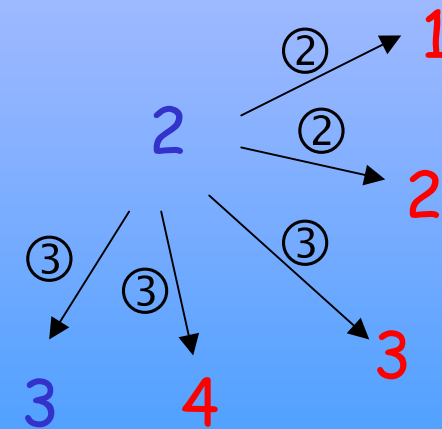
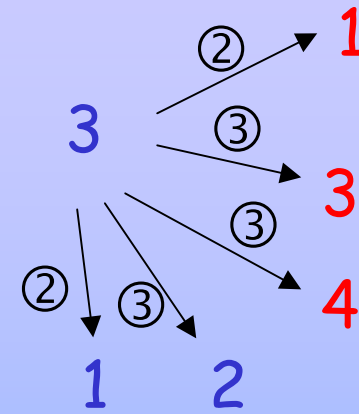
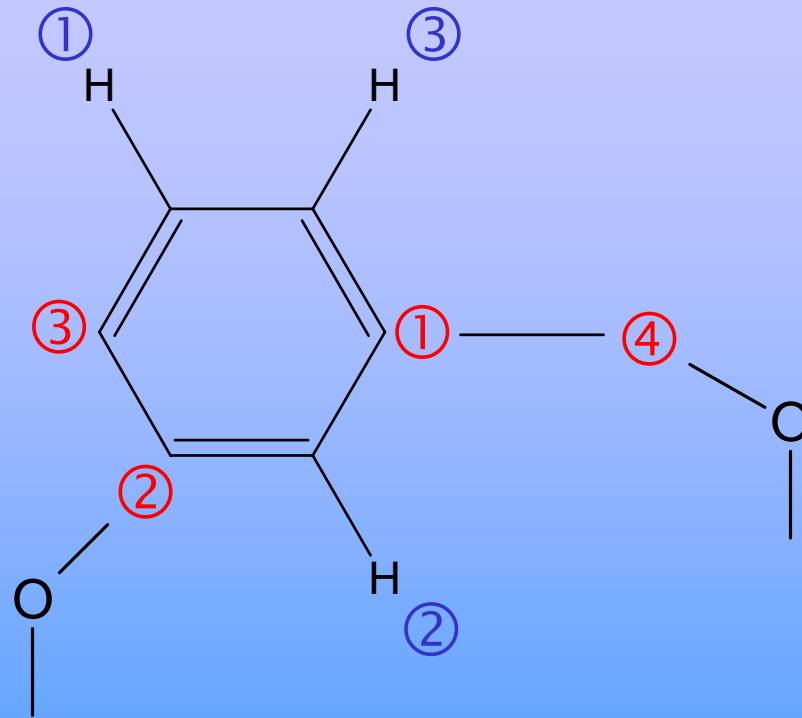
„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“
Lösungen zu Übung VII



„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“
Lösungen zu Übung VII



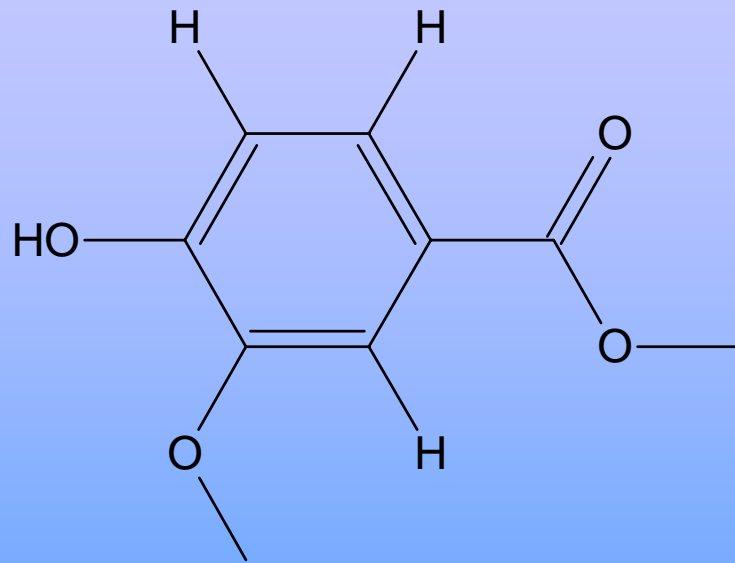
„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-
 Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“
 Lösungen zu Übung VII



$\text{CH}_3\text{-O-}$ \longrightarrow 2

$\text{CH}_3\text{-O-}$ \longrightarrow 4

„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“
Lösungen zu Übung VII



Am Ende passt es mit den
Konnektivitäten mit den
chemischen Verschiebungen
und auch mit der
Summenformel

Es ist Methylvanillat