

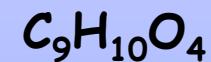
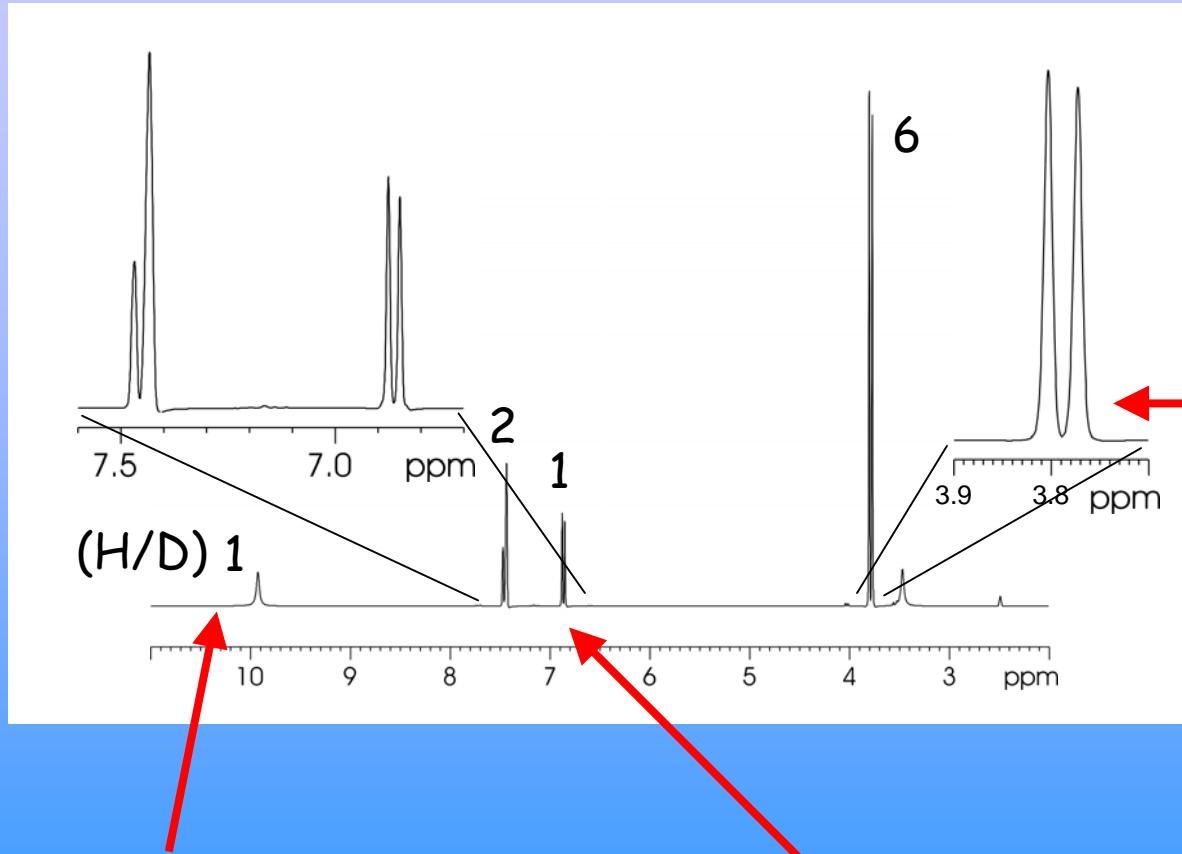
„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-  
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“  
Lösungen zu Übung VII

Es wurde ein Naturstoff gefunden. Die Untersuchung mit der hochauflösten 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.

$C_9H_{10}O_4$ :

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

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

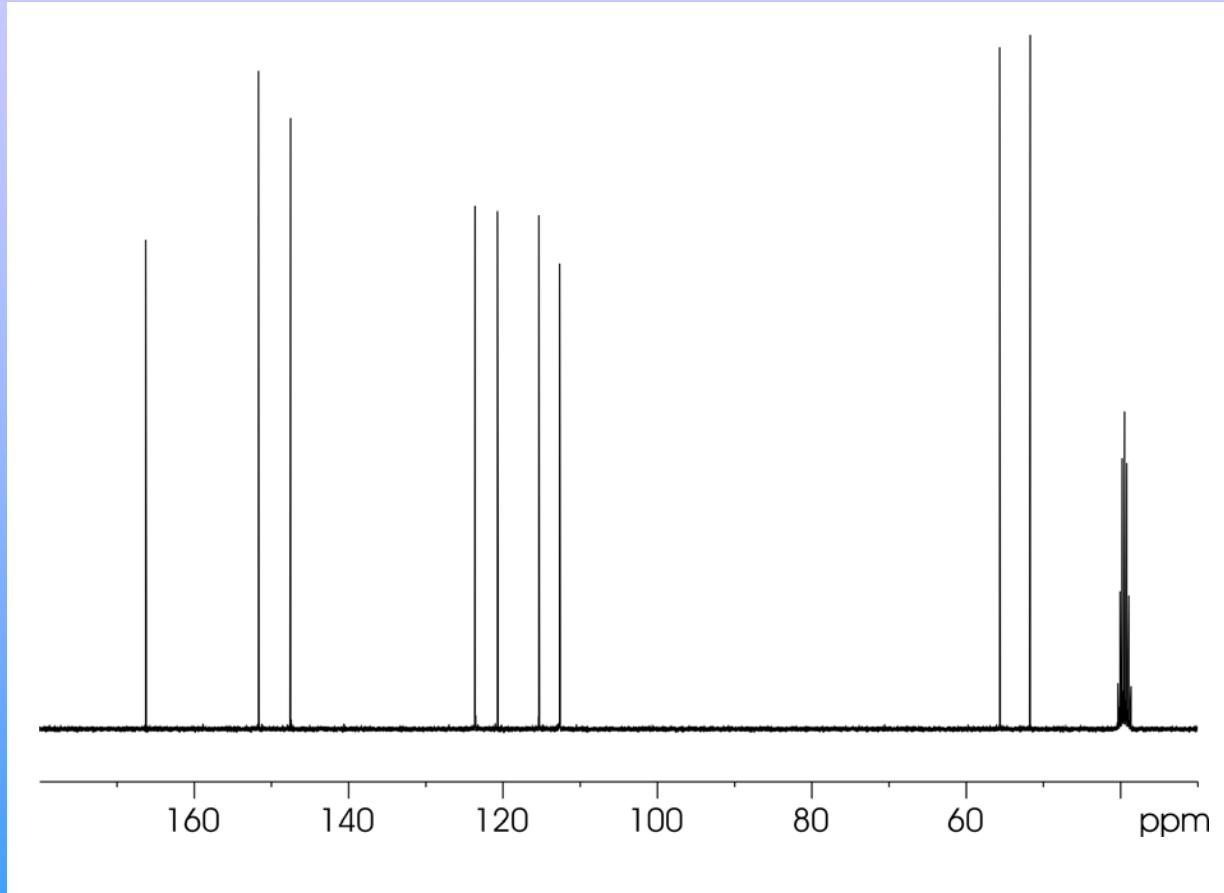


6 Protonen,  
wahrscheinlich zwei  
Methylgruppen die  
nicht koppeln, im  
COSY überprüfen

ein austauschbares Proton,  
d.h. ein OH

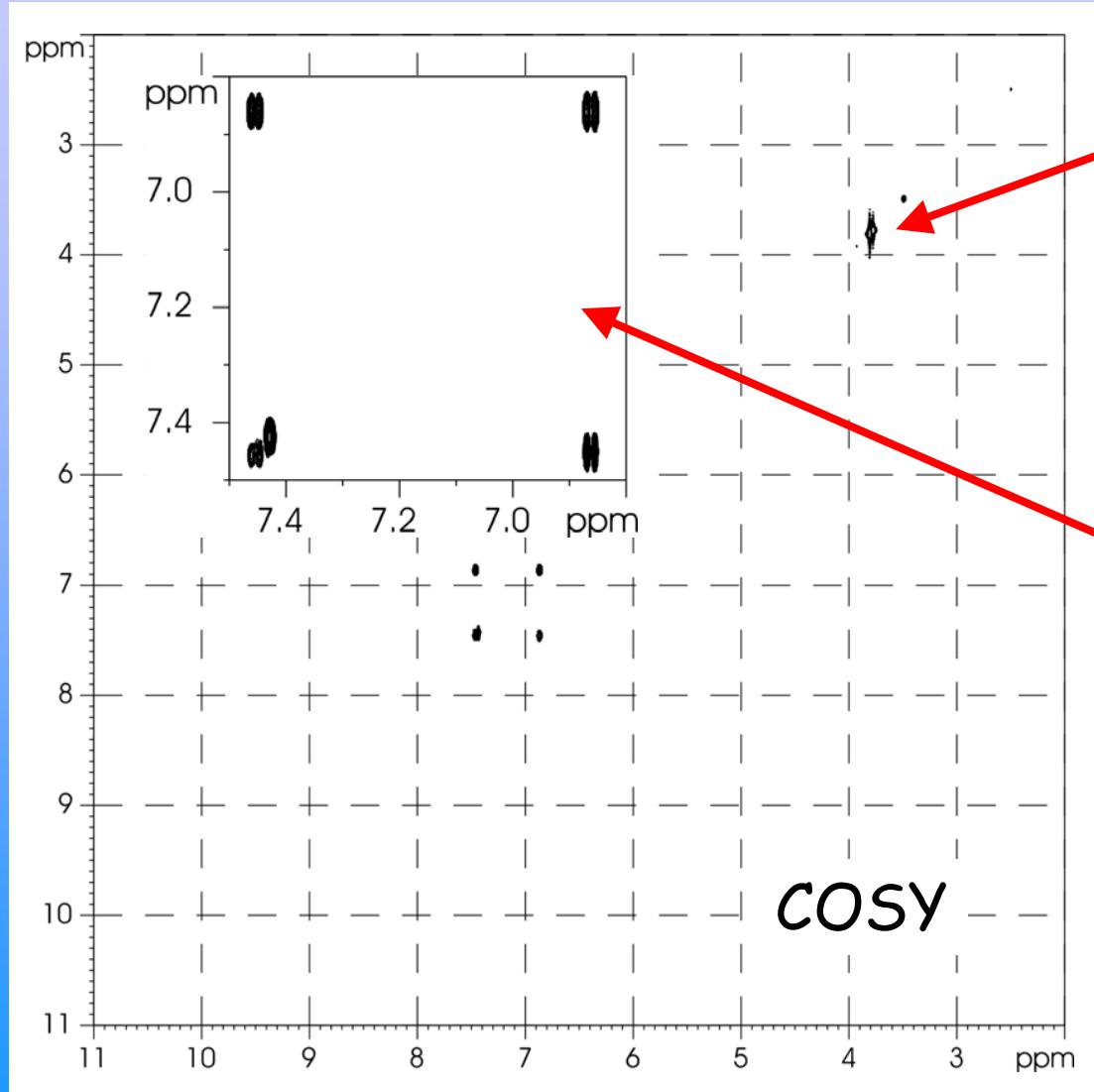
drei aromatische oder  
olefinische Protonen,

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



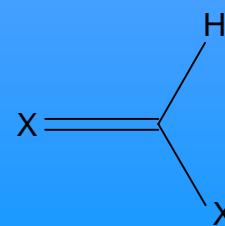
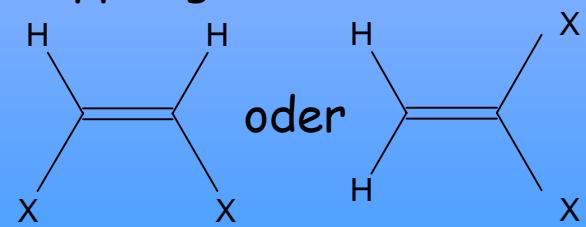
neun Kohlenstoffe, die kleinste Verschiebung ist  $> 50$  ppm, falls  $CH_3$  dann an Heterokerne gebunden  
Eine Verschiebung nahe an 170, das spricht für „-O-C=O“

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

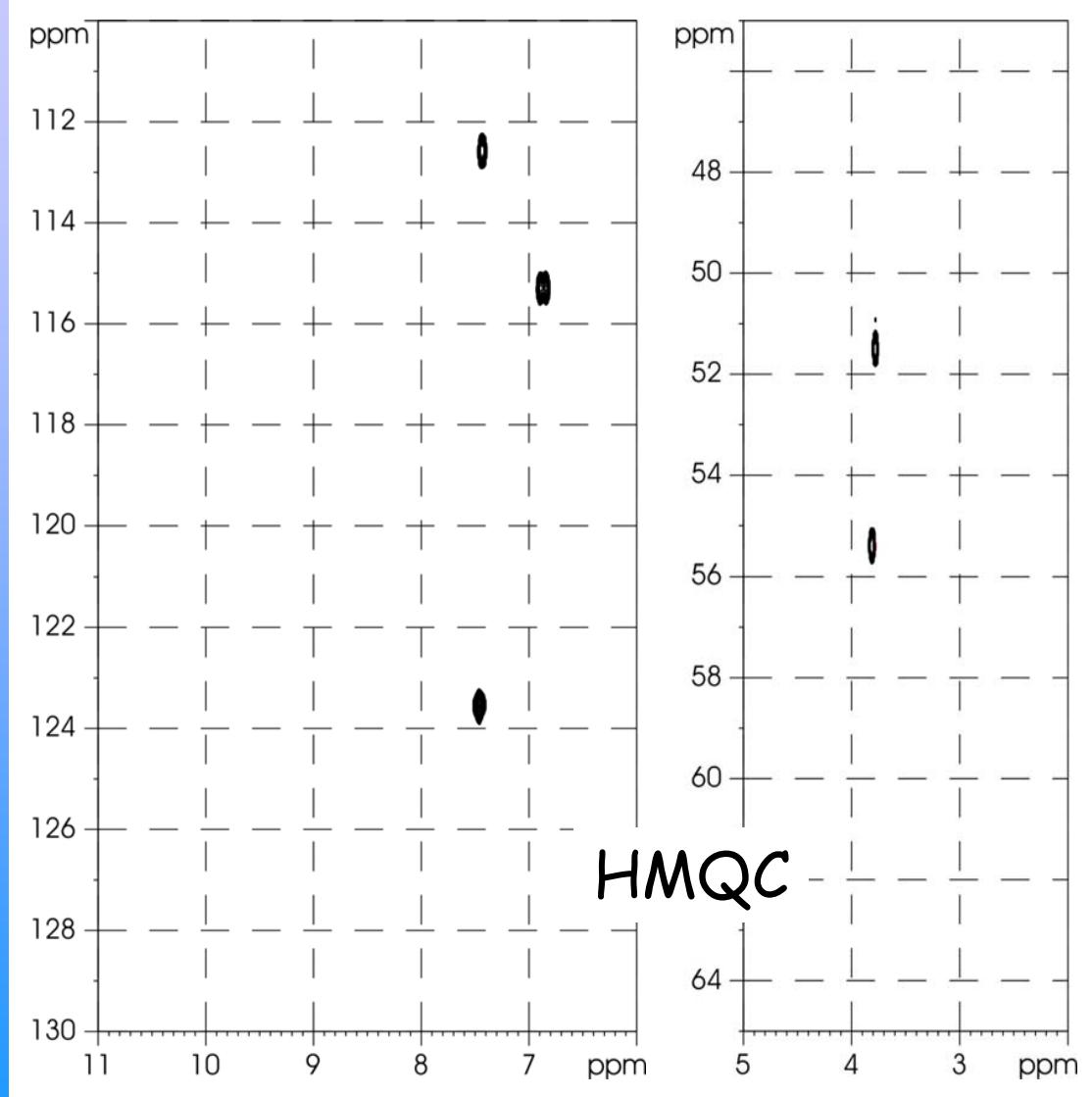


Die 6 Protonen koppeln nicht, es sind also zwei Methylgruppen,

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



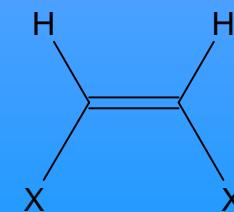
„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-  
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“  
Lösungen zu Übung VII



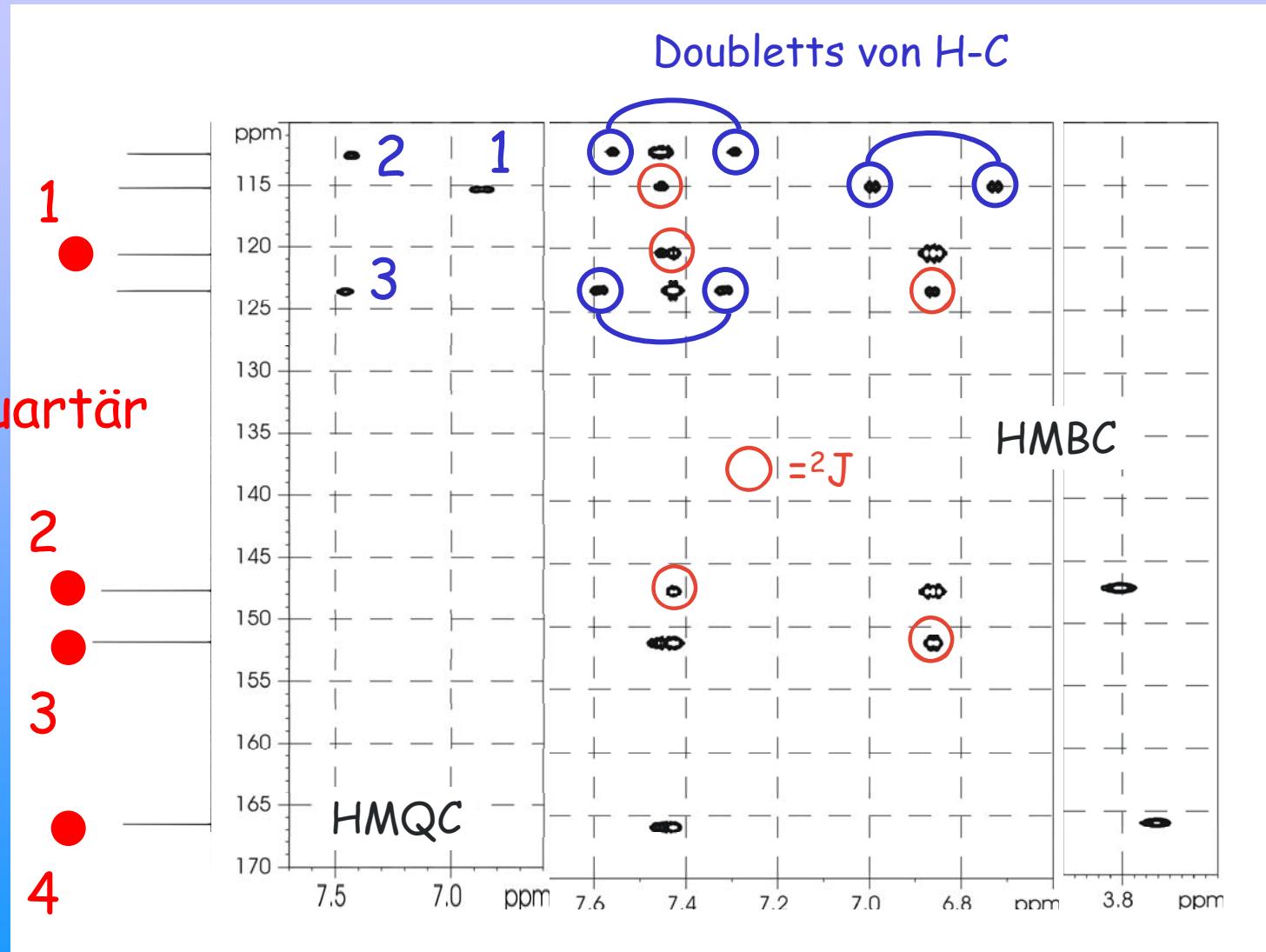
Die zwei Methylgruppen haben sehr tieffeldige chemische Verschiebungen, sie sind also an einen Heterokern gebunden, das kann nur Sauerstoff sein:



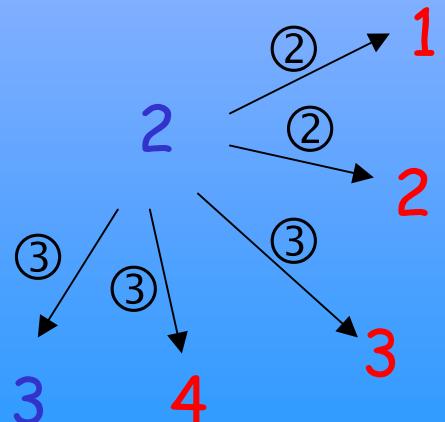
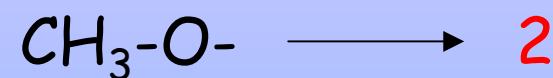
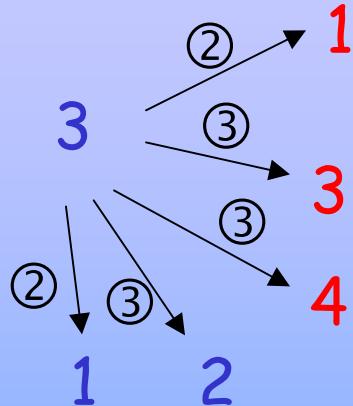
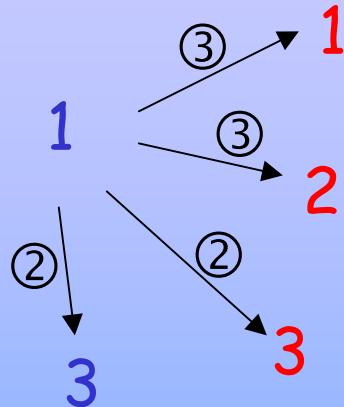
Die koppelnden olefinischen/aromatischen sind an verschiedenen Kohlenstoffen:



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

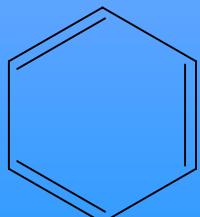
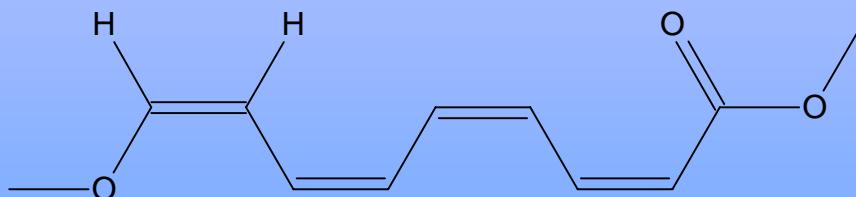


„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-  
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“  
Lösungen zu Übung VII



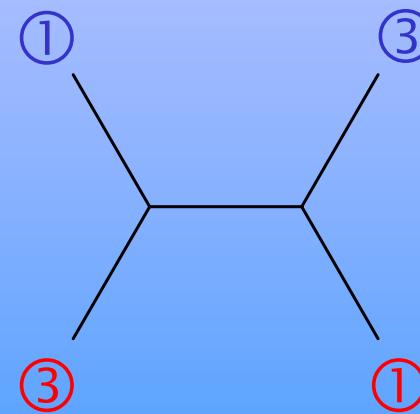
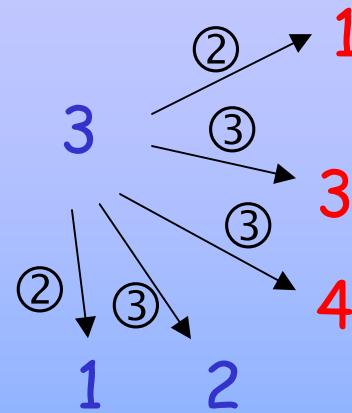
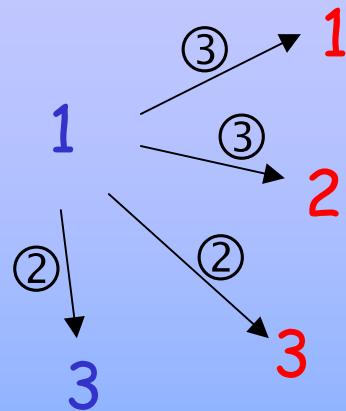
Dazu kommt noch ein OH und  
eine Gruppe  $-\text{O}-\text{C}=\text{O}$ , hier ist  
das C wahrscheinlich 4

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

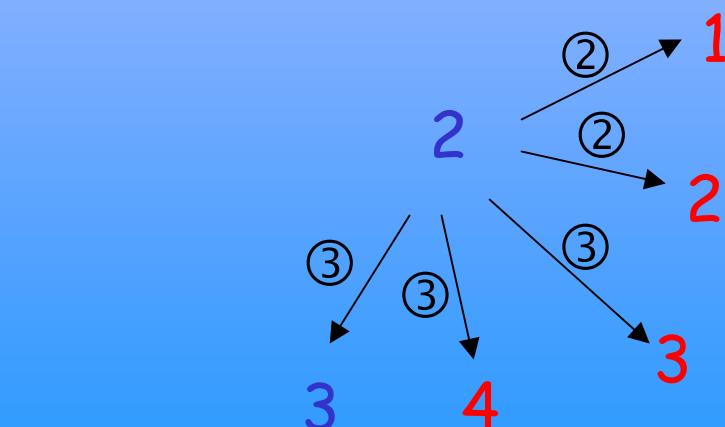
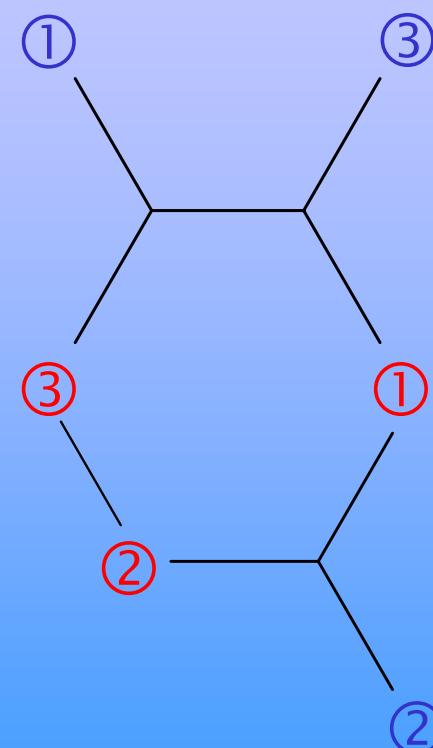
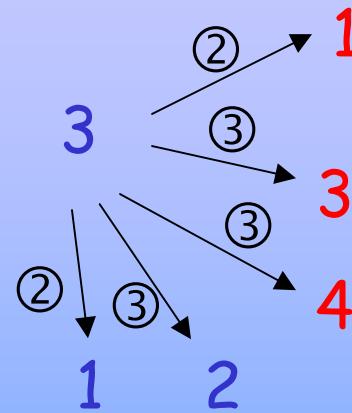
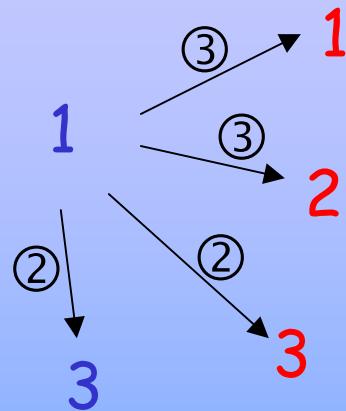


6 Liganden-Positionen:  
3 x H, 1 x OH, 1 x  $\text{OCH}_3$  und  
1 x  $-\text{C}(=\text{O})-\text{O}-\text{CH}_3$   
ergibt  $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_4$

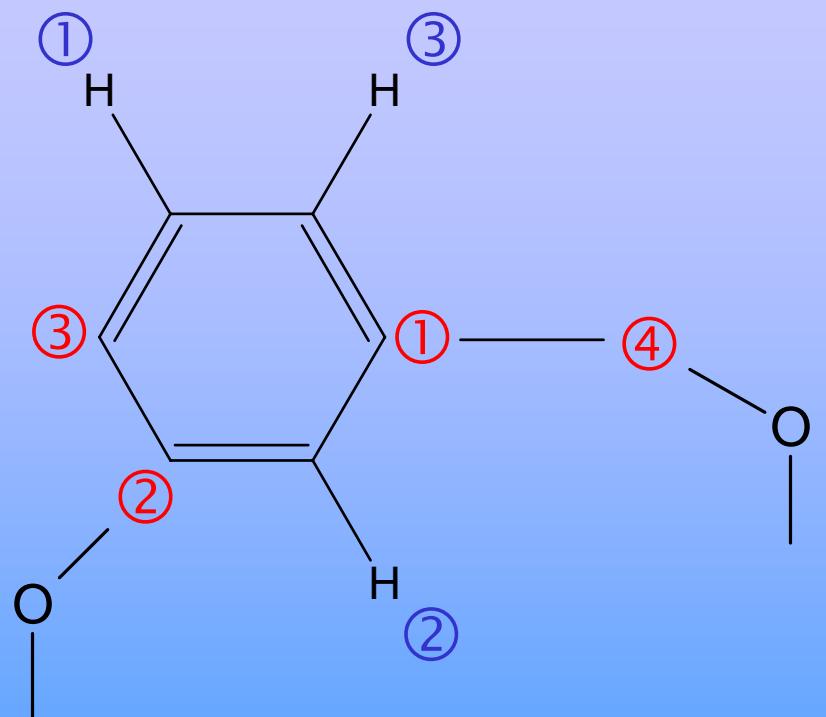
„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-  
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“  
Lösungen zu Übung VII



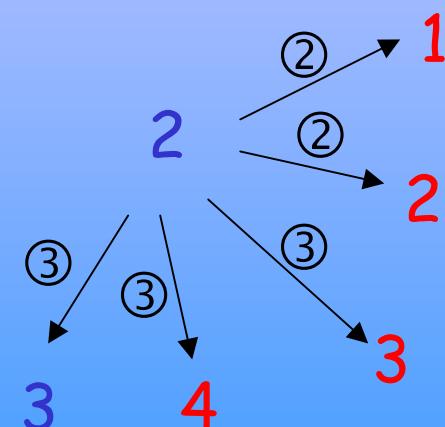
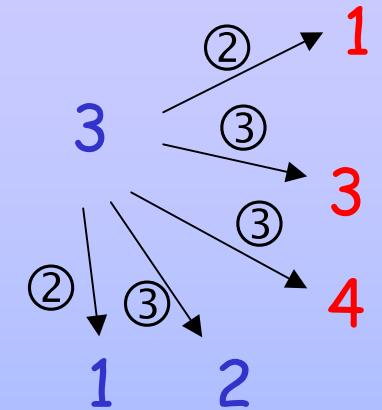
„Mehrdimensionale NMR-Spektroskopie-  
Grundlagen und Anwendungen in der Strukturaufklärung“  
Lösungen zu Übung VII



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

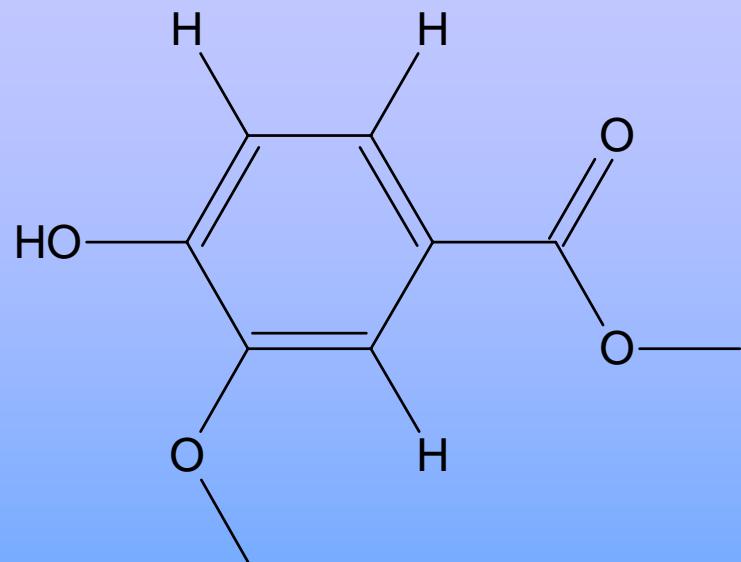


$\text{CH}_3\text{-O-} \longrightarrow 2$



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

„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