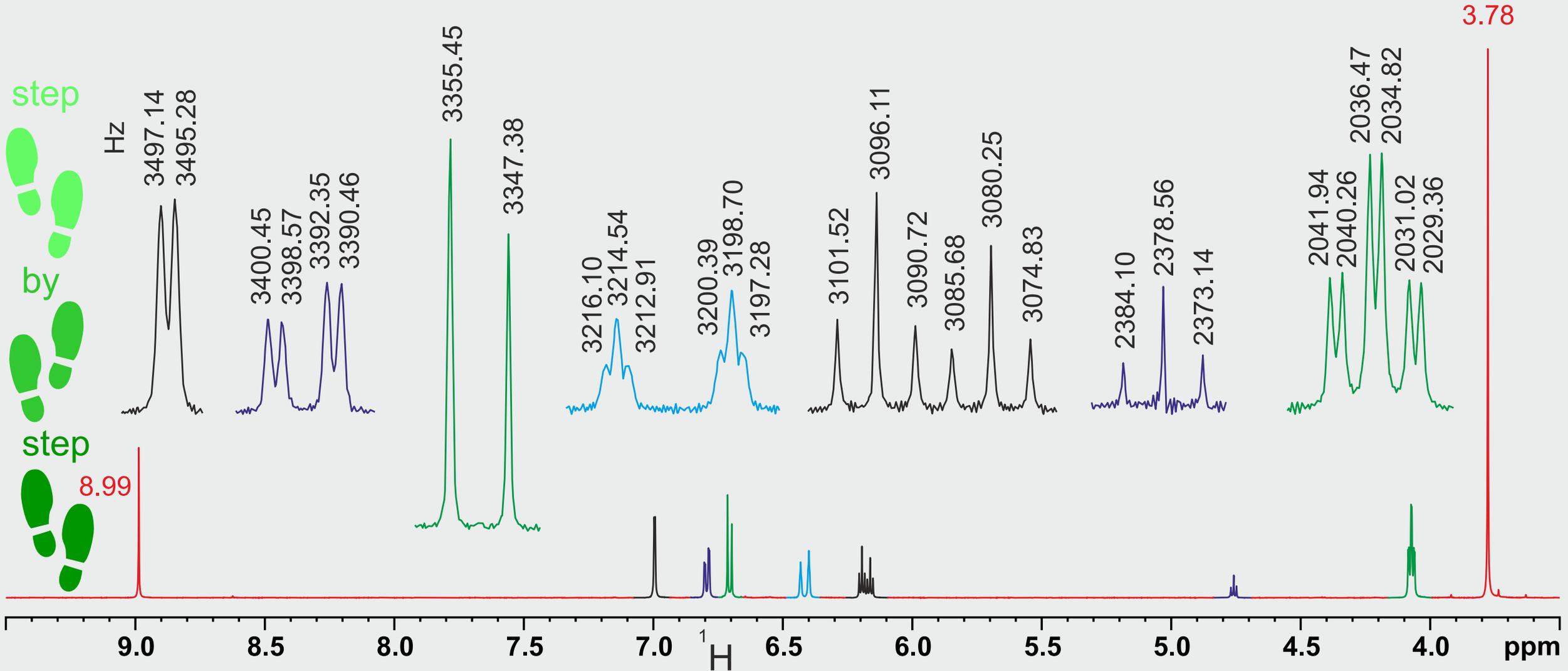


Übung plus Lösung – PDF-Schnellüberblick

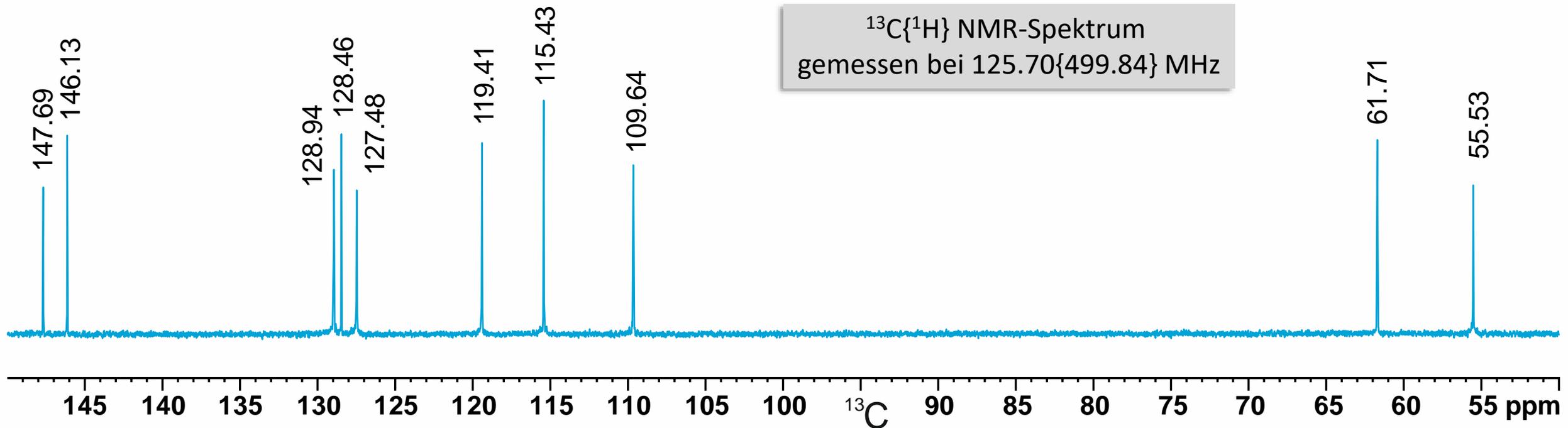
Diese PDF-Version soll nur dem schnellen Überblick über die Fragestellung dienen. Sämtliche PowerPoint-Animationen fehlen, in einigen Fällen könnte die Umsetzung von PowerPoint auf PDF merkwürdig aussehen.

Die qualitativ hochwertigen PowerPoint-Originale stehen jederzeit zum freien Download zur Verfügung.

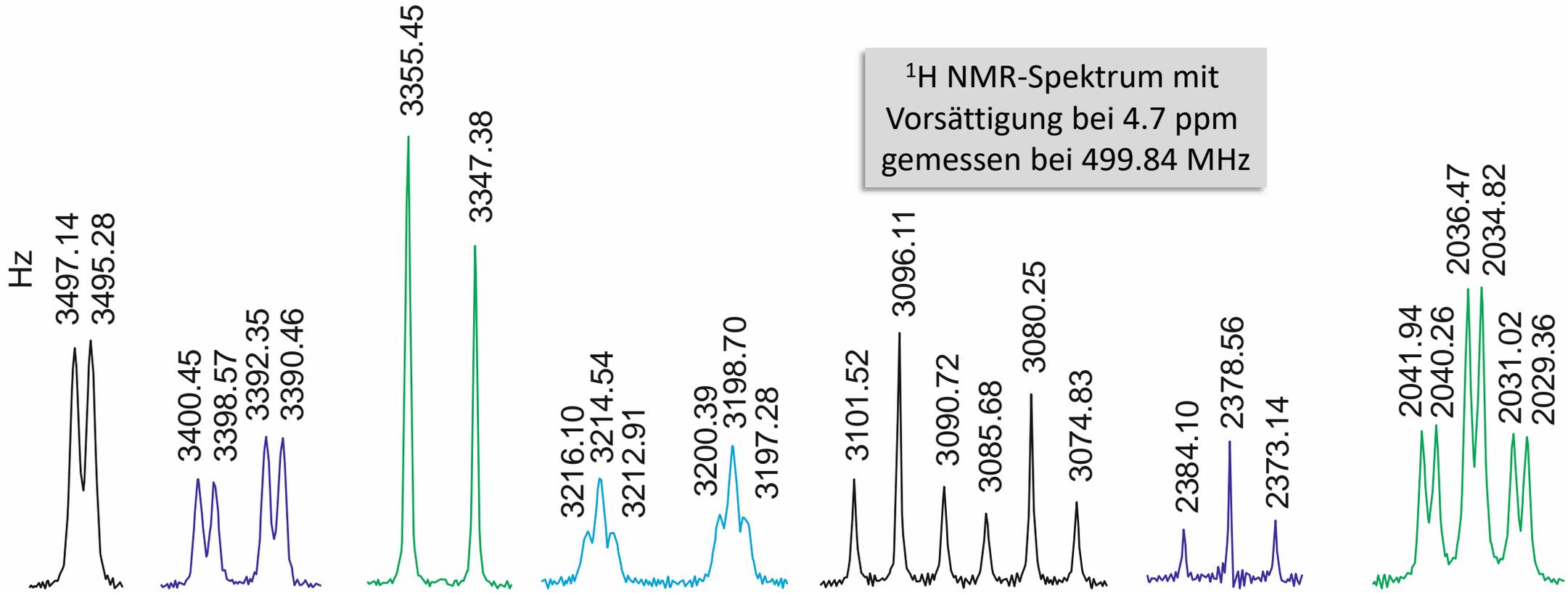


$C_{10}H_{12}O_3$ gelöst in DMSO- d_6

Nadelholz enthält größere Mengen dieser Verbindung. Können Sie die Struktur dieses Naturstoffs ermitteln?



¹H NMR-Spektrum mit
Vorsättigung bei 4.7 ppm
gemessen bei 499.84 MHz



8.99

Bitte verwenden Sie die korrigierten
Integrale bei 4.7 and 9 ppm!
Die Erklärung finden Sie auf der
letzten Seite der Lösung.

Ignorieren Sie diese Korrektur für
den Moment. Es liegt keinerlei
Manipulation vor.

Inte-
gral

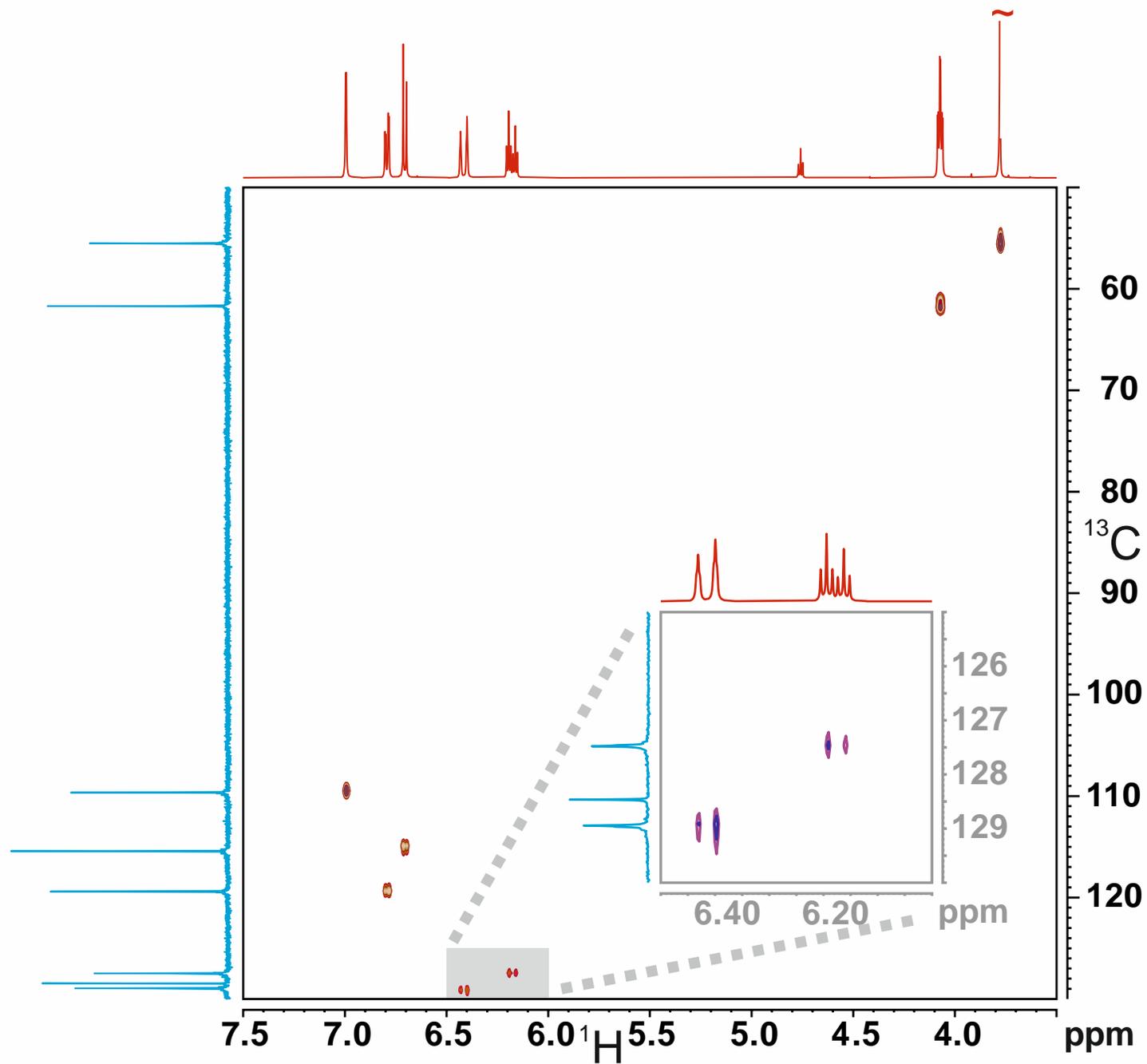


9.0 8.5 8.0 7.5 7.0 6.5 6.0 5.5 5.0 4.5 4.0 ppm

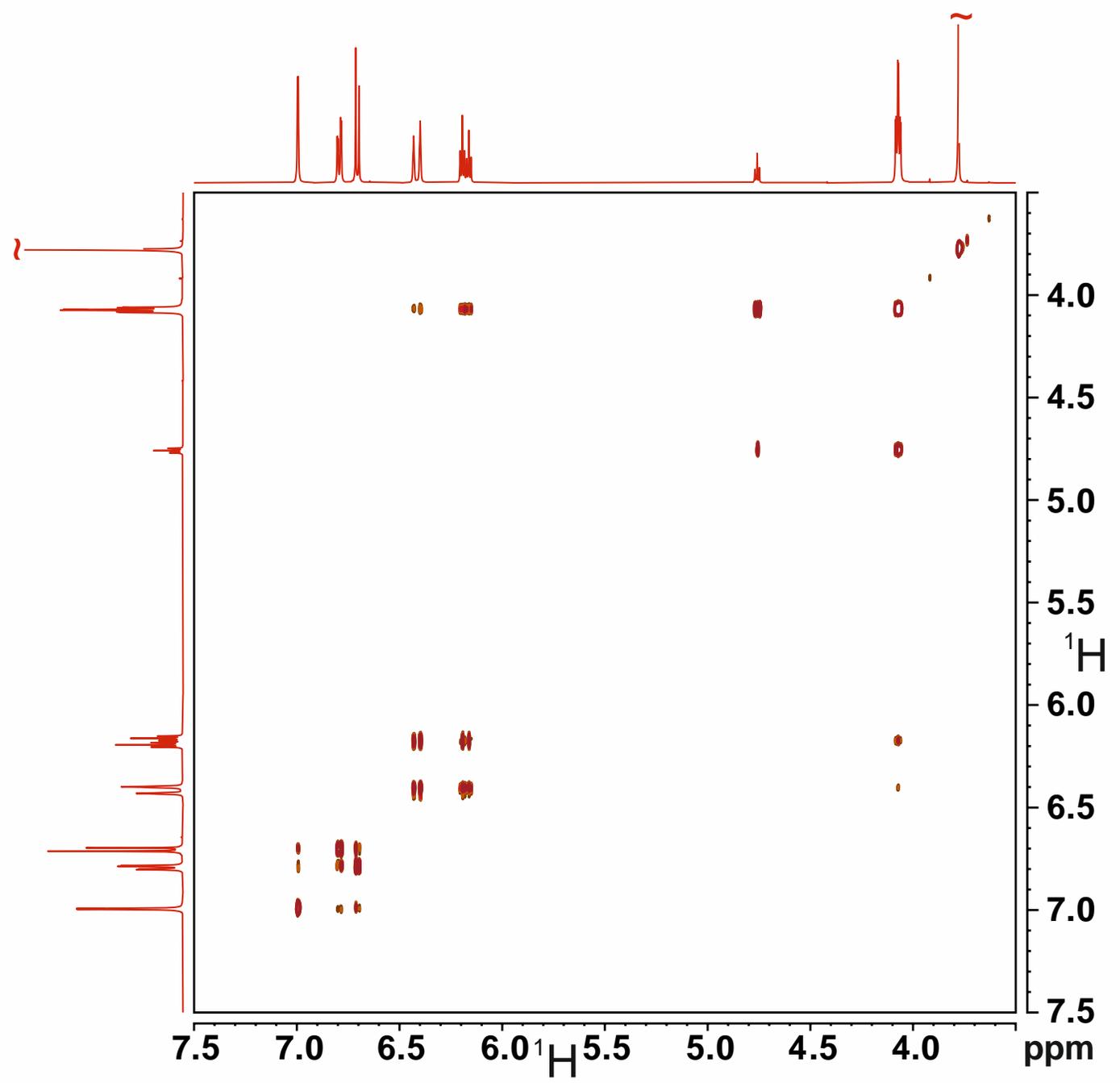
¹H

$^1\text{H}/^{13}\text{C}$ HSQC
gemessen bei 499.84/125.70 MHz

Es gibt keinen Kreuzpeak zum
Protonensignal bei 9 ppm im HSQC.

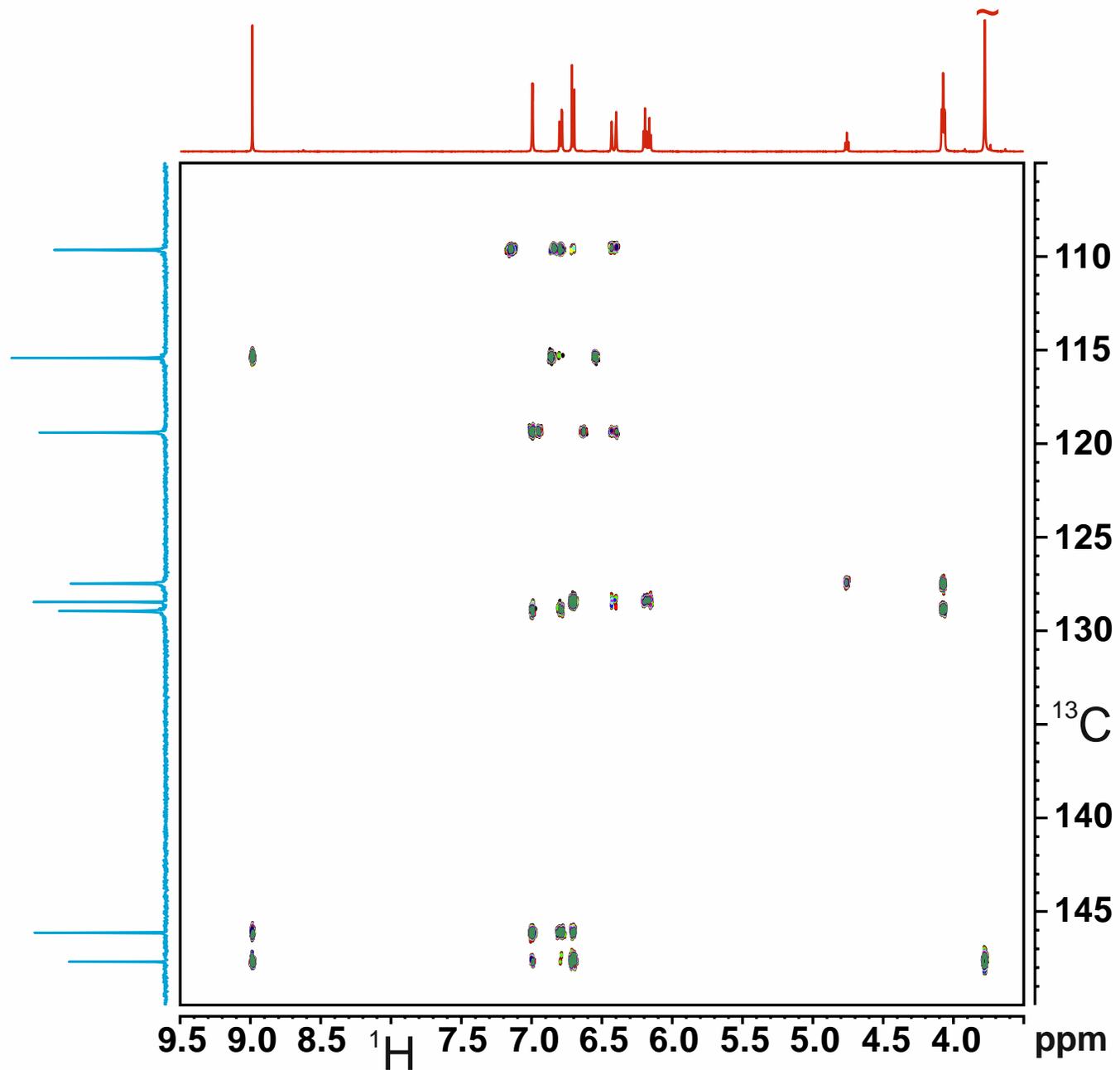


^1H TOCSY
gemessen bei 499.84 MHz

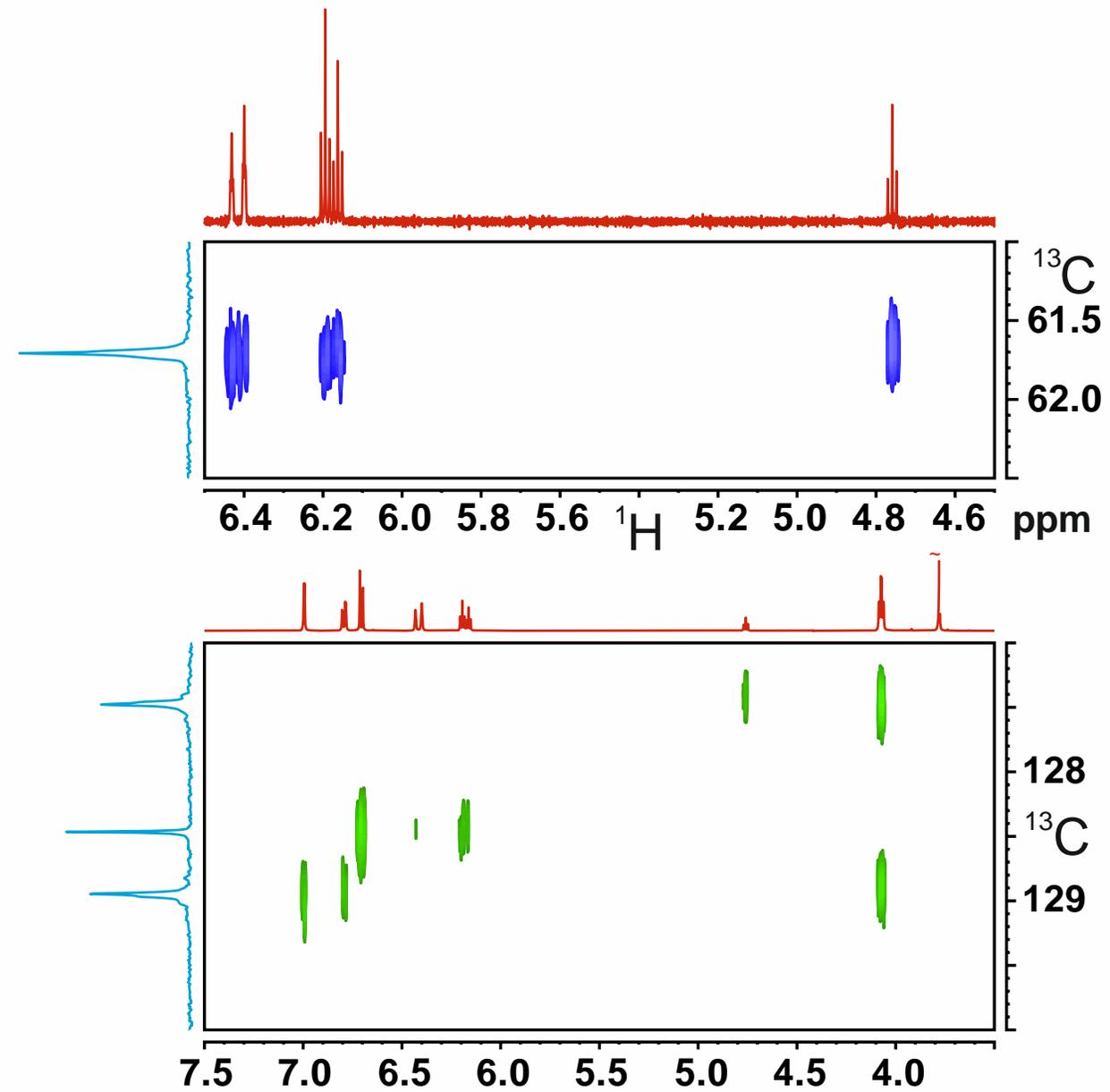
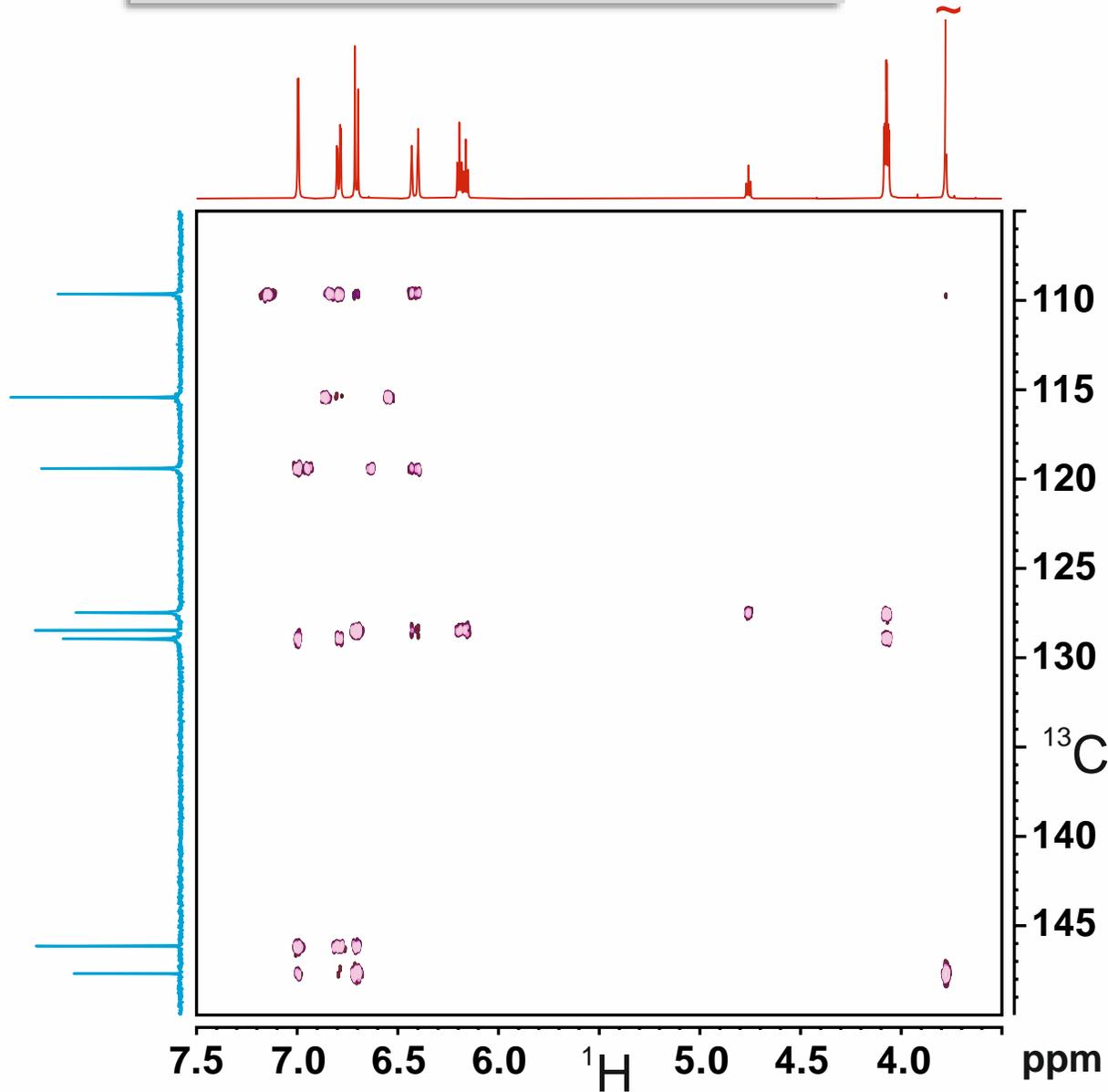


Ausschnitt des $^1\text{H}/^{13}\text{C}$ HMBC
gemessen bei 499.84/125.70 MHz

Falls in einem Spektrenausschnitt die
Kreuzpeaks schlecht zu unterscheiden sind,
prüfen Sie bitte, ob es für den gleichen
Spektralbereich auf der nächsten Seite
einen besser aufgelösten
Spektrenausschnitt gibt.



Weitere Ausschnitte des $^1\text{H}/^{13}\text{C}$ HMBC
gemessen bei 499.84/125.70 MHz



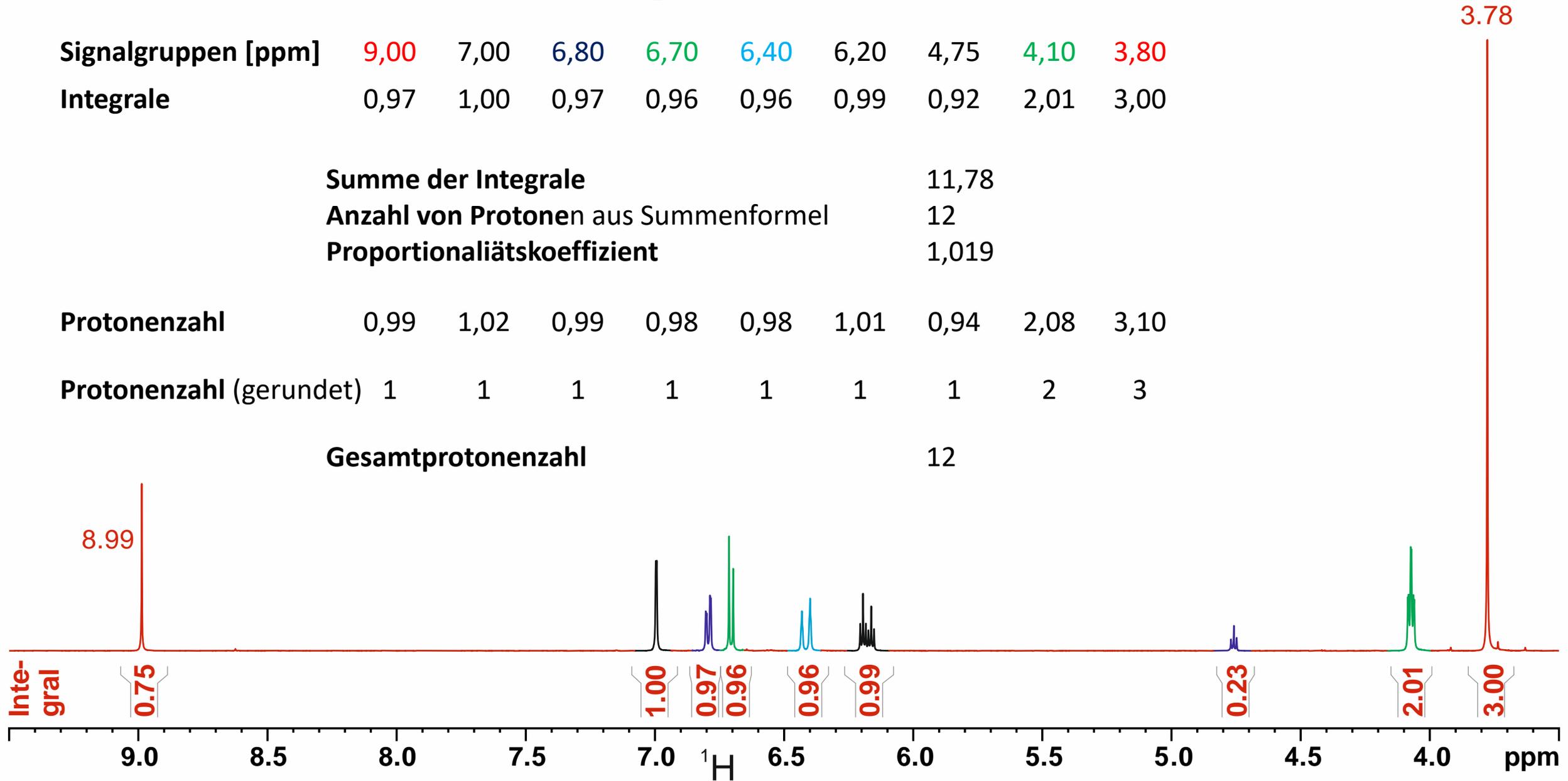
Integration

Signalgruppen [ppm]	9,00	7,00	6,80	6,70	6,40	6,20	4,75	4,10	3,80
Integrale	0,97	1,00	0,97	0,96	0,96	0,99	0,92	2,01	3,00

Summe der Integrale 11,78
Anzahl von Protonen aus Summenformel 12
Proportionalitätskoeffizient 1,019

Protonenzahl	0,99	1,02	0,99	0,98	0,98	1,01	0,94	2,08	3,10
Protonenzahl (gerundet)	1	1	1	1	1	1	1	2	3

Gesamtprotonenzahl 12



Erstes Strukturfragment

Spinsystem aus TOCSY

Das TOCSY zeigt drei Spinsystem mit

- drei

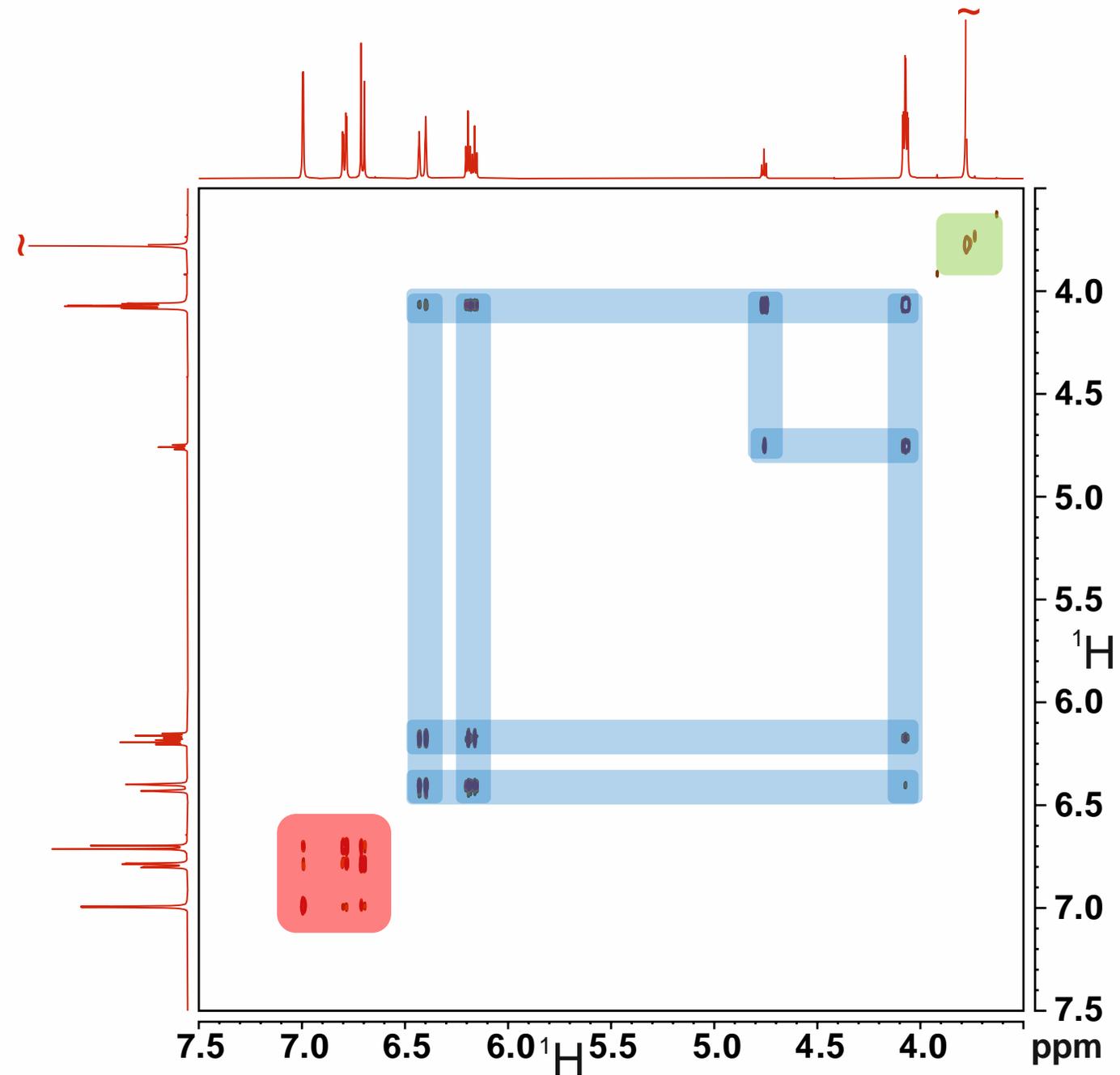
- vier

und

- einem

zugehörigen Protonenmultiplett(s).

Fangen wir mit dem größten Spinsystem an.



Erstes Strukturfragment

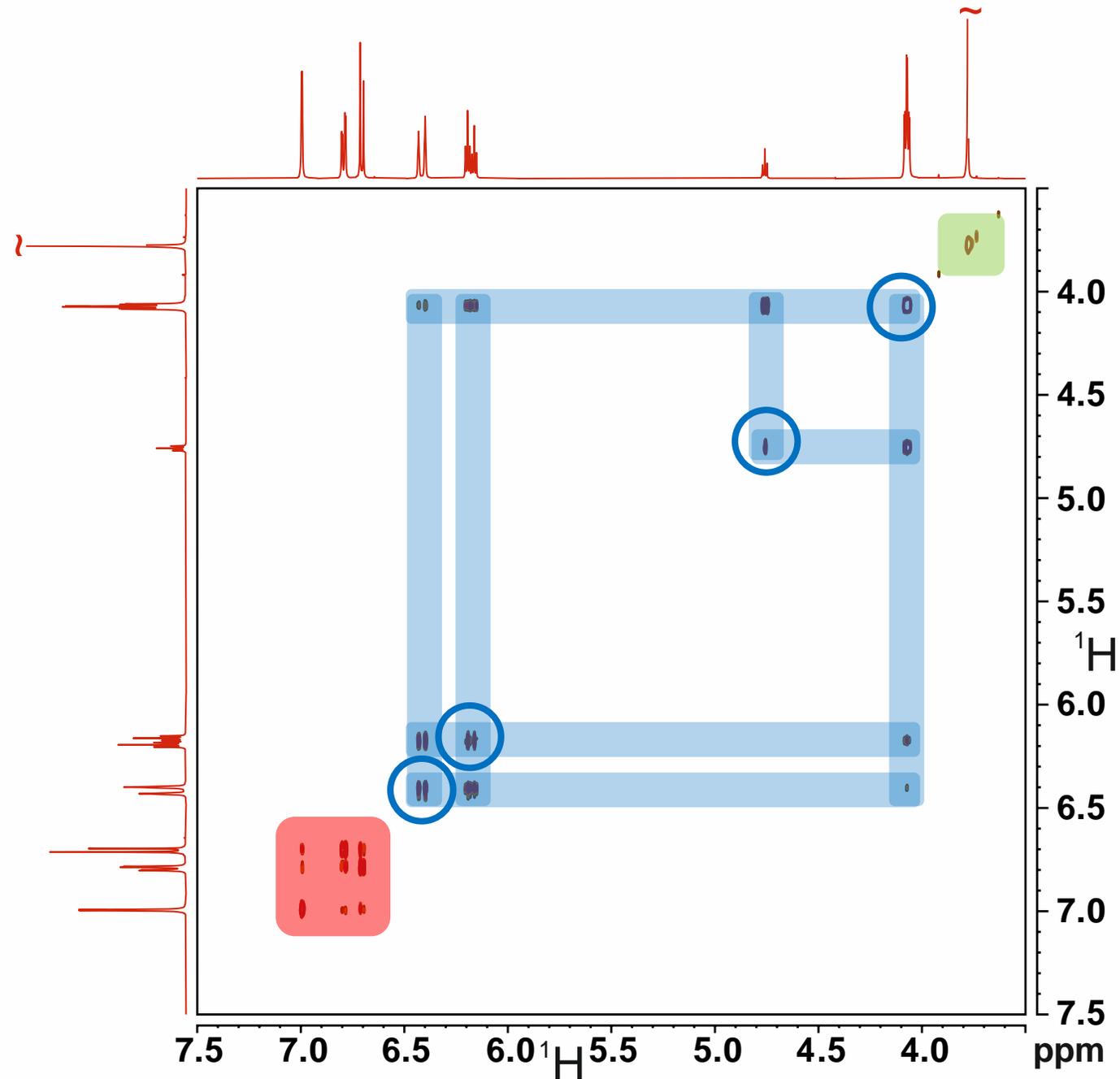
Spinsystem aus TOCSY

Ermitteln wir jetzt die chemischen Verschiebungen der zu den vier Diagonalpeaks gehörenden Protonenmultipletts.

In allen folgenden 2D-Spektren werden Kreuz- und Diagonalpeaks, die nach der Extraktion der enthaltenen Information für die weitere Arbeit nicht mehr benötigt werden, gelöscht. Die gleiche Verfahrensweis trifft auf die Signal in den Projektionen zu.

Bereits ausgewertete Signale können damit nicht irrtümlich ein zweites Mal genutzt werden.

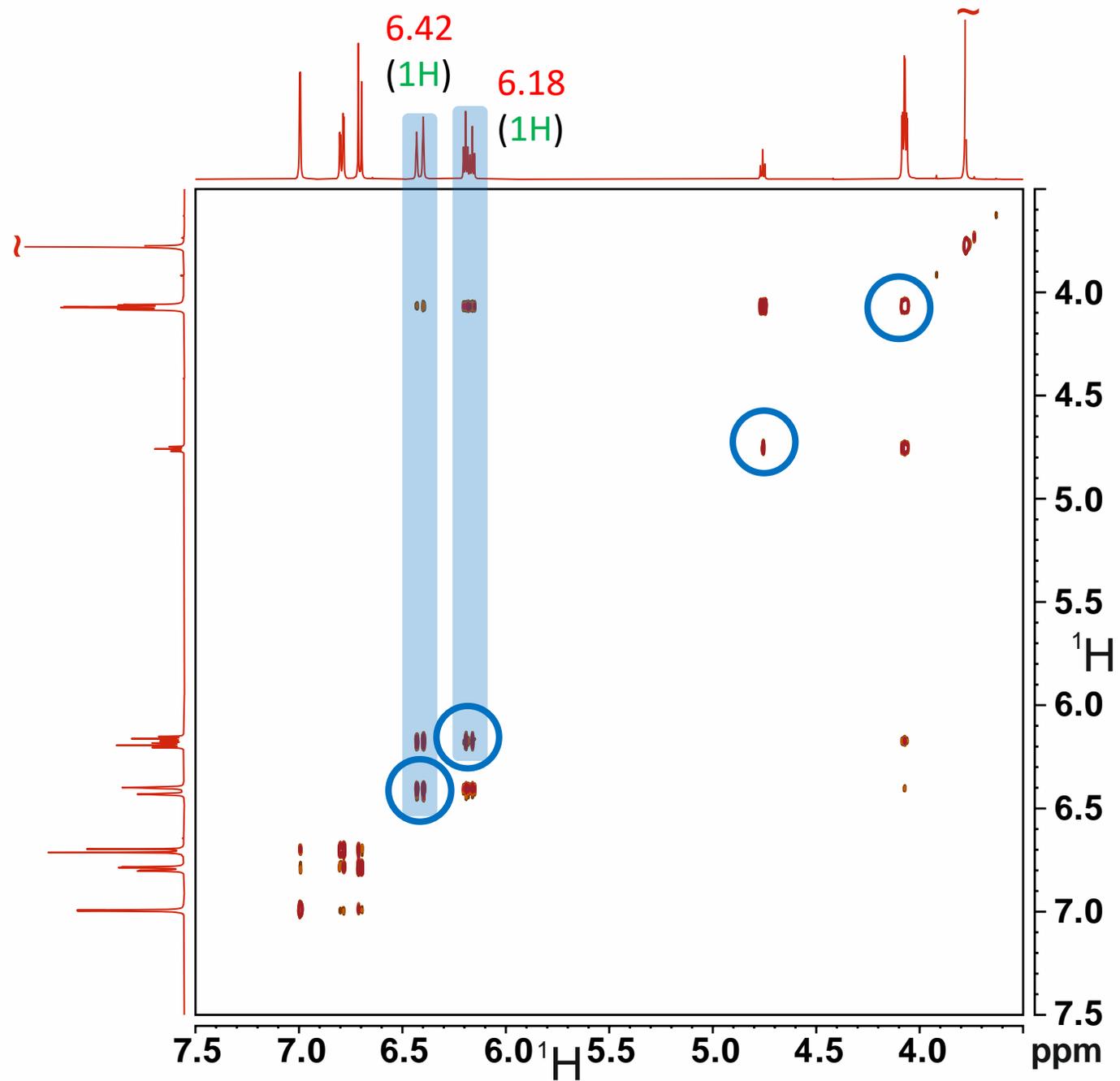
Bei Verwendung von ausgedruckten Spektren auf Papier, streichen Sie solche Signale einfach durch.



Erstes Strukturfragment

Spinsystem aus TOCSY

6.42 (1H) 6.18 (1H)



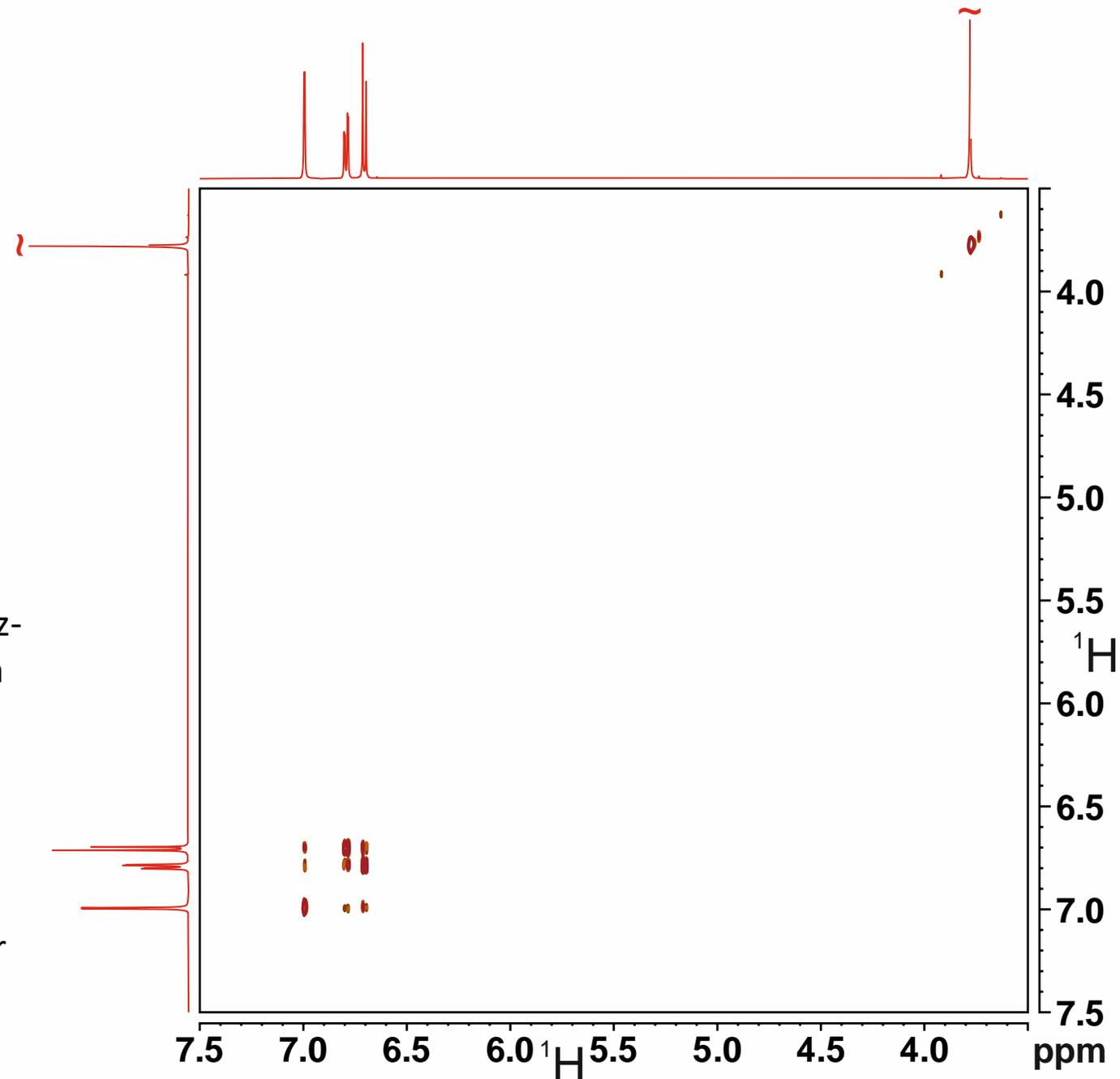
Erstes Strukturfragment

Spinsystem aus TOCSY

6.42	6.18	4.76	4.07
(1H)	(1H)	(1H)	(2H)

Wir benötigen das TOCSY später noch einmal. Um die spätere Verwendung zu vereinfachen, wurden alle Kreuz- und Diagonalpeaks, sowie die zugehörigen Projektionen der vier extrahierten Protonenmultipletts gelöscht. Auf einem Blatt Papier kann man die Signale einfach durchstreichen, um Irritationen bei den weiteren Auswerteschritten zu vermeiden.

Angesichts der sehr einfachen Multipllettstrukturen aller vier Multipletts bietet sich im nächsten Schritt die Extraktion der Kopplungskonstanten an.



Erstes Strukturfragment

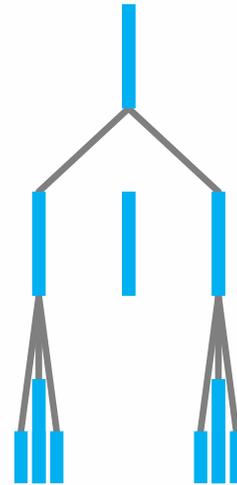
Multiplizität und Kopplungskonstanten

15.84 Hz(d)

1.58 Hz(t)

6.42	6.18	4.76	4.07
(1H)	(1H)	(1H)	(2H)

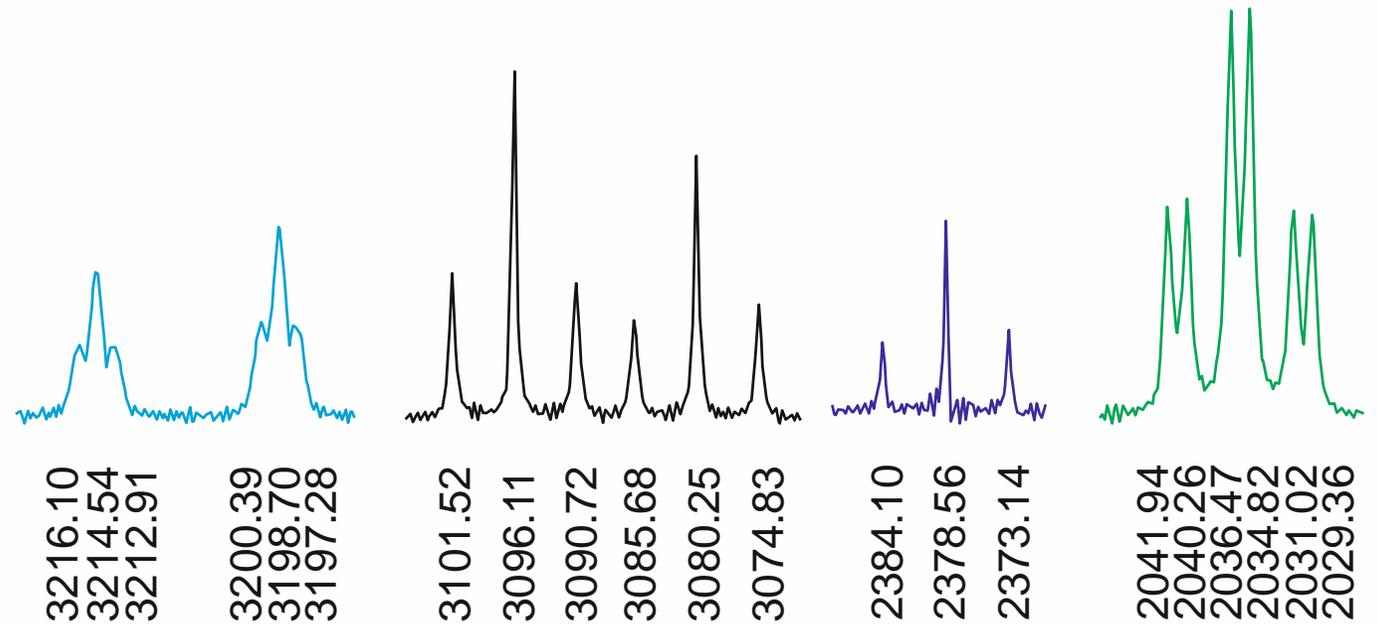
6.42 ppm



$J(d) = 15.84 \text{ Hz}$

$J(t) = 1.58 \text{ Hz}$

Fangen wir mit dem Dublett von Triplets bei tiefstem Feld (6.42 ppm) an.



Erstes Strukturfragment

Multiplizität und Kopplungskonstanten

15.84 Hz(d)	15.86 Hz(d)		
1.58 Hz(t)	5.41 Hz(t)		
6.42	6.18	4.76	4.07
(1H)	(1H)	(1H)	(2H)

Beim zweiten Dublett von Triplets (6.18 ppm) kann man exemplarisch die Kopplungskonstanten extrahieren.

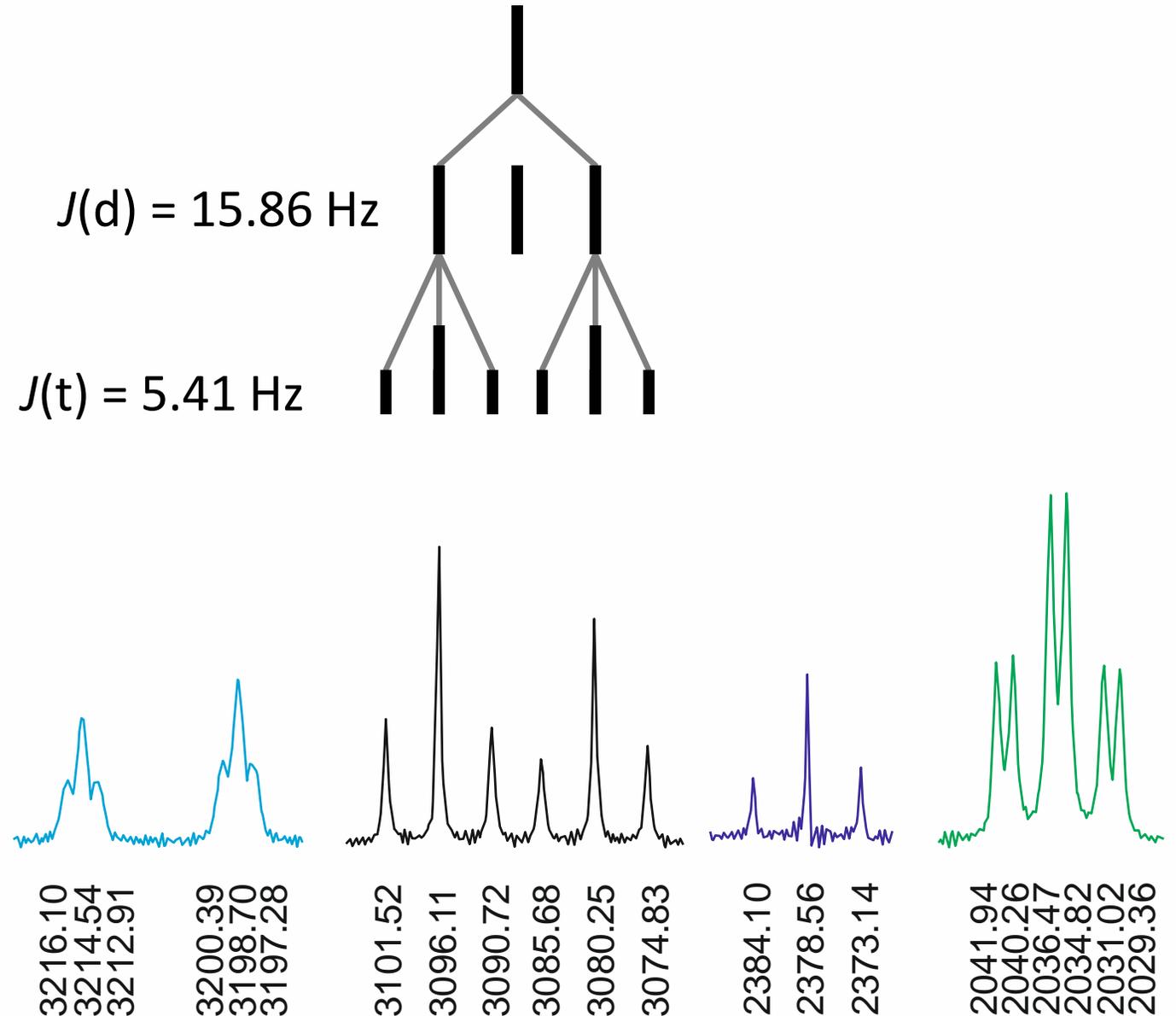
$$J(d) = (3096.11 \text{ Hz} - 3080.25 \text{ Hz}) = \mathbf{15.86 \text{ Hz}}$$

$$J(t)_a = \frac{(3101.52 \text{ Hz} - 3090.72 \text{ Hz})}{2} = \mathbf{5.4 \text{ Hz}}$$

$$J(t)_b = \frac{(3085.68 \text{ Hz} - 3074.83 \text{ Hz})}{2} = \mathbf{5.42 \text{ Hz}}$$

$$J(t) = \frac{J(t)_a + J(t)_b}{2} = \mathbf{5.41 \text{ Hz}}$$

6.42 ppm



Erstes Strukturfragment

Multiplizität und Kopplungskonstanten

15.84 Hz(d) 15.86 Hz(d)

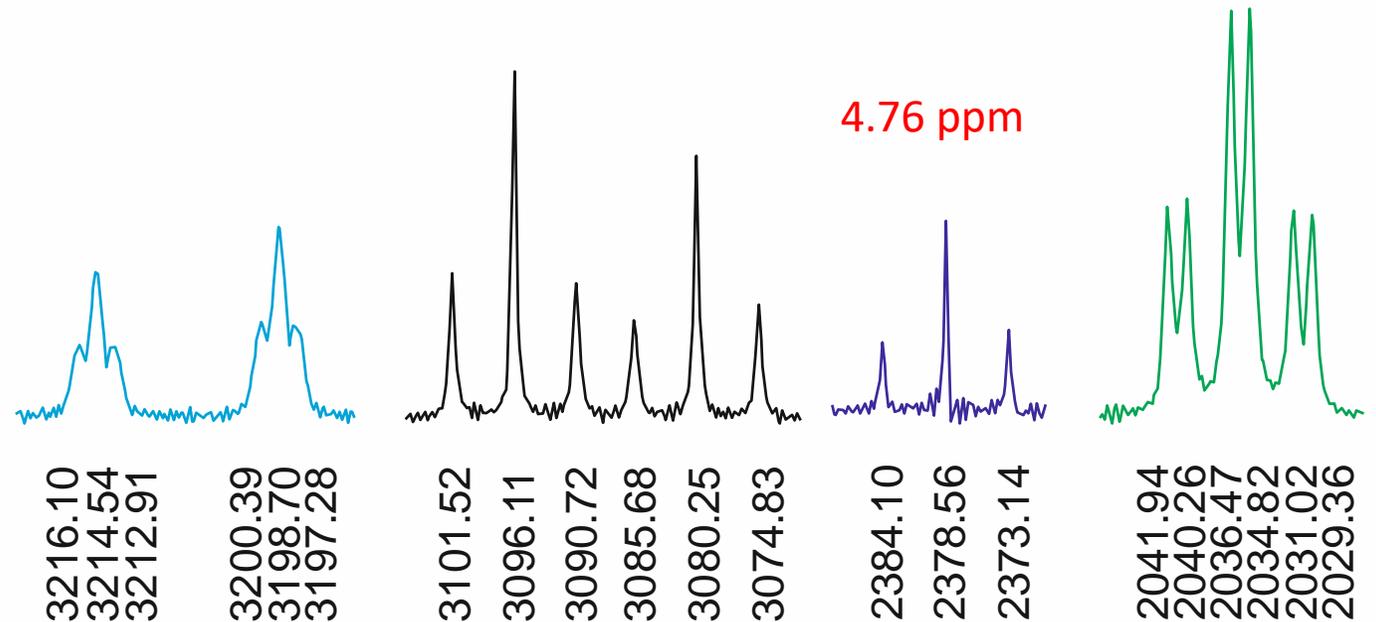
1.58 Hz(t) 5.41 Hz(t) 5.48 Hz(t)

6.42 6.18 4.76 4.07

(1H) (1H) (1H) (2H)

Beim Triplet bei 4.76 ppm erfordert keine komplizierten Rechenoperationen.

$$J(t) = \frac{(2384.10 \text{ Hz} - 2373.14 \text{ Hz})}{2} = 5.48 \text{ Hz}$$



Erstes Strukturfragment

Multiplizität und Kopplungskonstanten

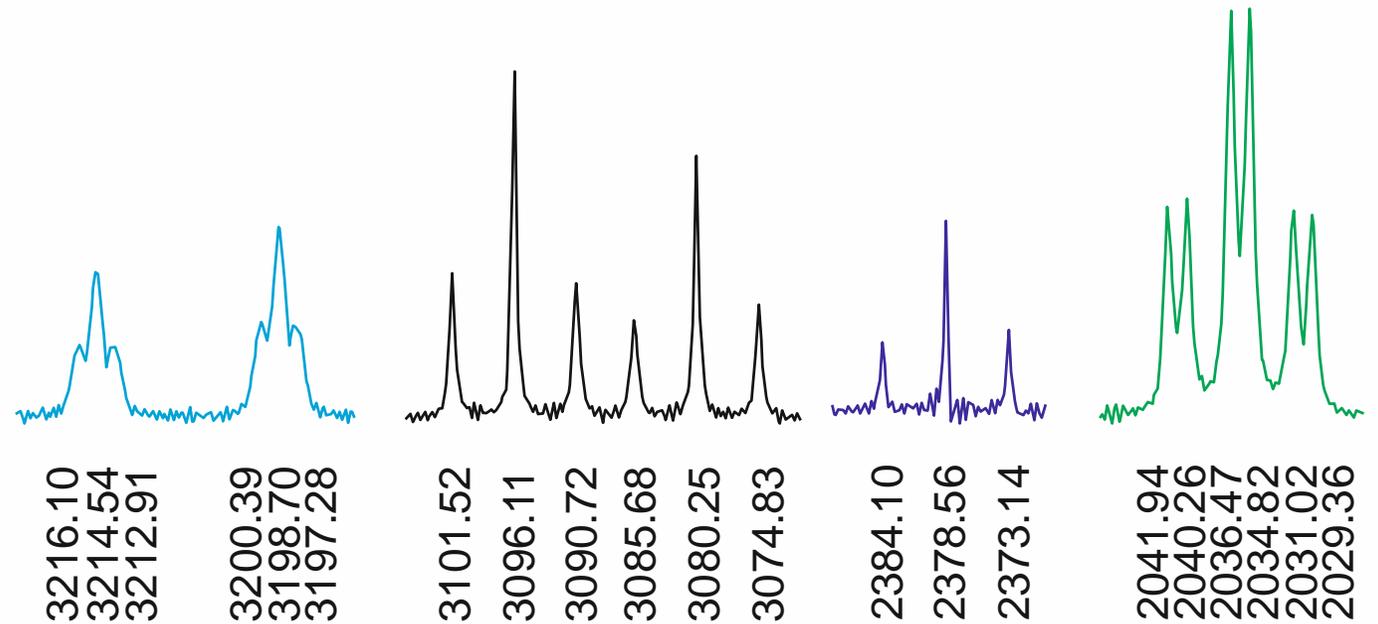
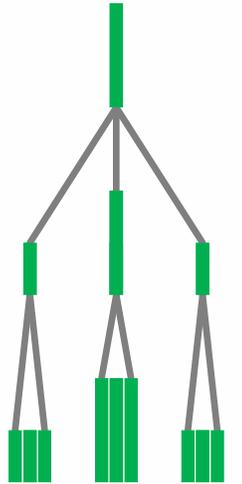
15.84 Hz(d)	15.86 Hz(d)	1.66 Hz(d)	
1.58 Hz(t)	5.41 Hz(t)	5.48 Hz(t)	5.45 Hz(t)
6.42	6.18	4.76	4.07
(1H)	(1H)	(1H)	(2H)

Bleibt das Multipllett bei 4.07 ppm.

$$J(t) = 5.45 \text{ Hz}$$

$$J(d) = 1.66 \text{ Hz}$$

4.07 ppm



Erstes Strukturfragment

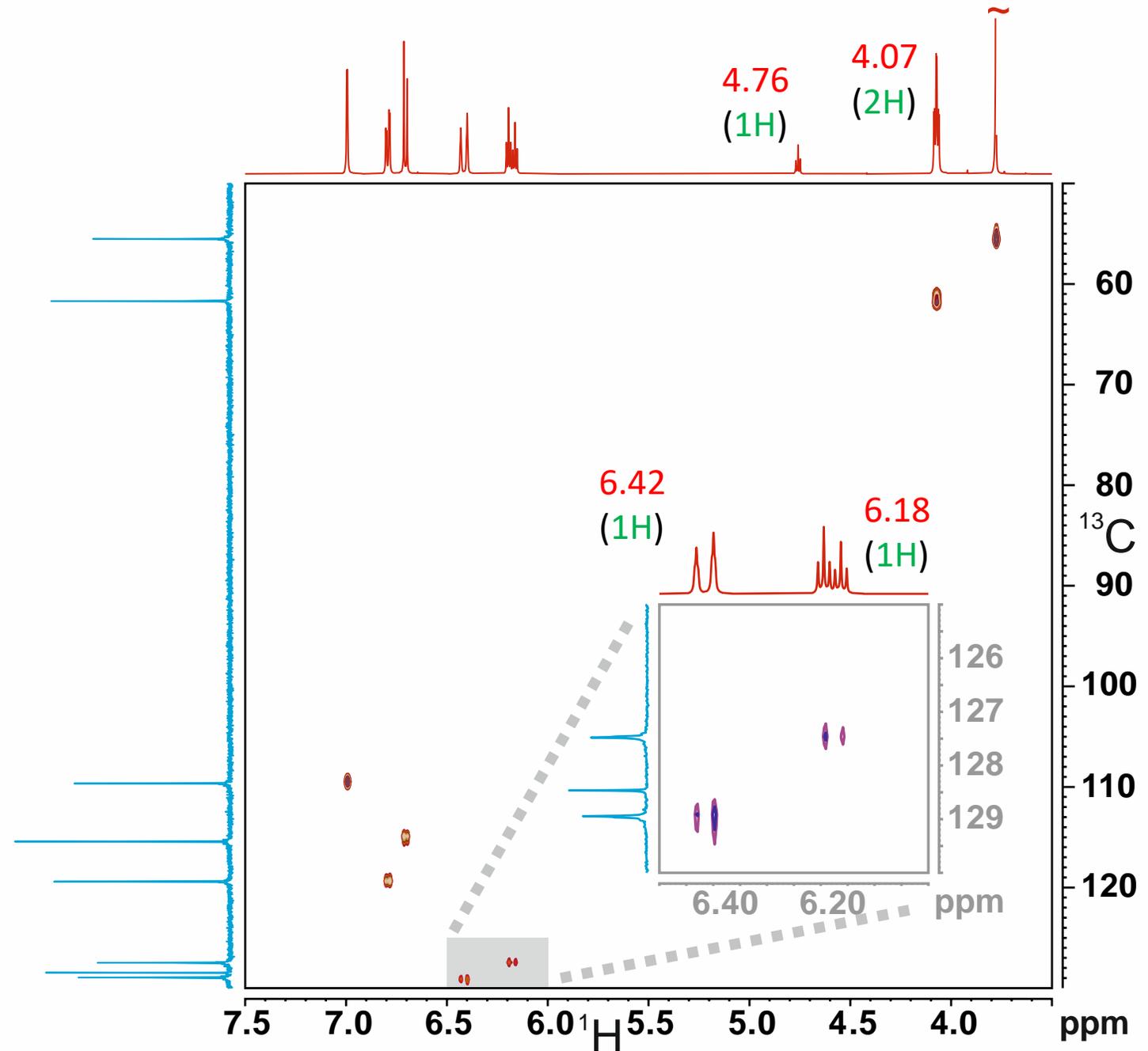
Bausteine

15.84 Hz(d)	15.86 Hz(d)	1.66 Hz(d)	
1.58 Hz(t)	5.41 Hz(t)	5.48 Hz(t)	5.45 Hz(t)
6.42	6.18	4.76	4.07
(1H)	(1H)	(1H)	(2H)

Die den Protonen benachbarten Kohlenstoffatome findet man im HSQC.

Suchen wir zunächst in den Projektionen die bisher bekannten Protonensignale.

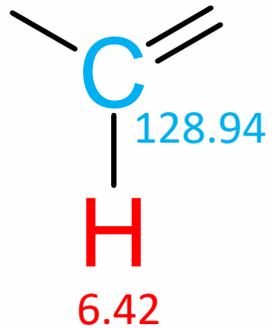
Zwei Strukturfragmente findet man am einfachsten im vergrößerten HSQC-Ausschnitt.



Erstes Strukturfragment

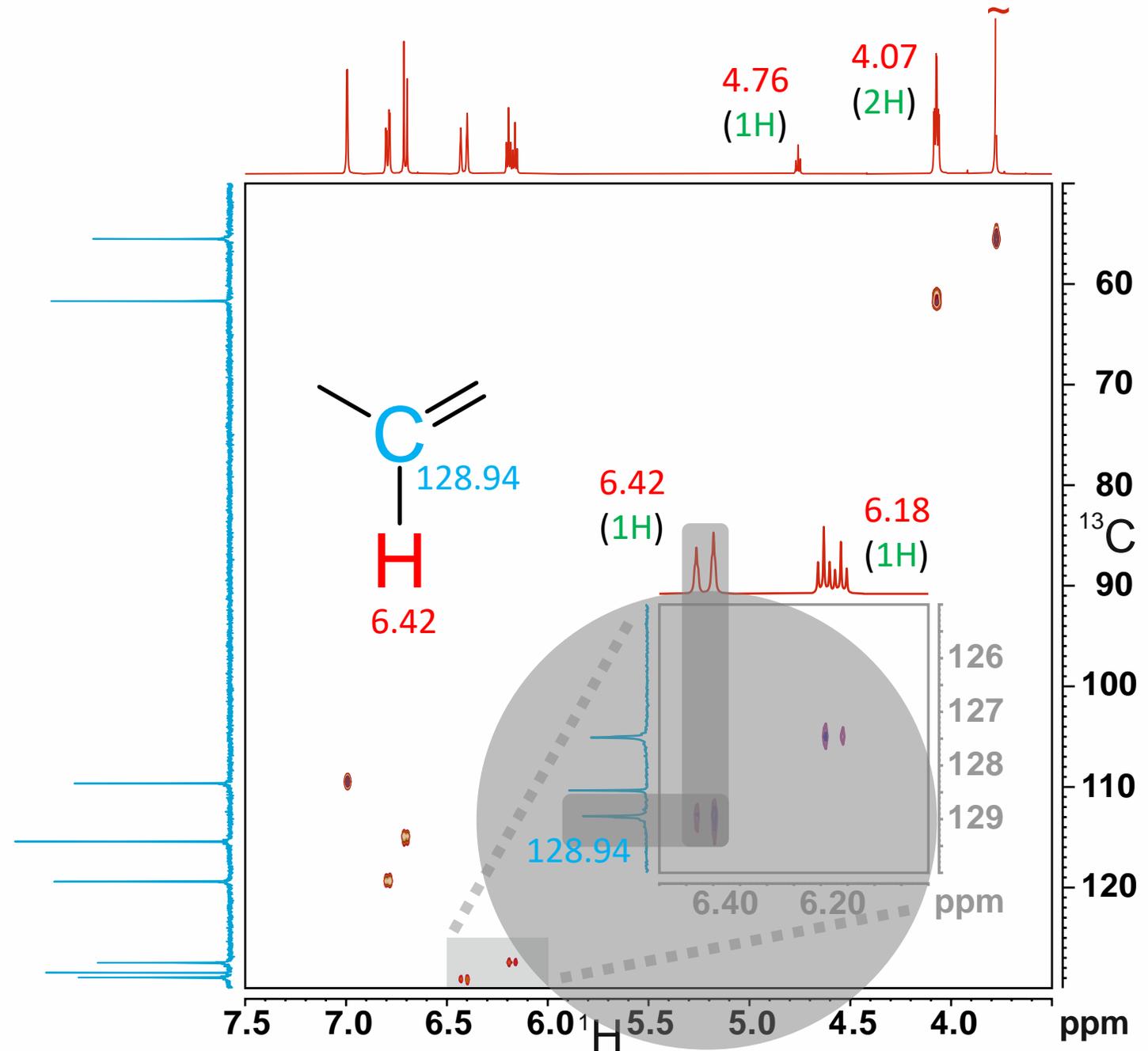
Bausteine

15.84 Hz(d)	15.86 Hz(d)	1.66 Hz(d)	
1.58 Hz(t)	5.41 Hz(t)	5.48 Hz(t)	5.45 Hz(t)
6.42	6.18	4.76	4.07
(1H)	(1H)	(1H)	(2H)



Im vergrößerten Ausschnitt findet man ein weiteres CH-Fragment.

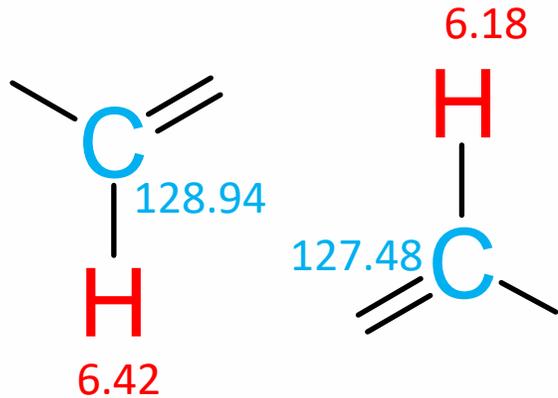
(Kohlenstoffsignal aus dem 1D-Spektrum)



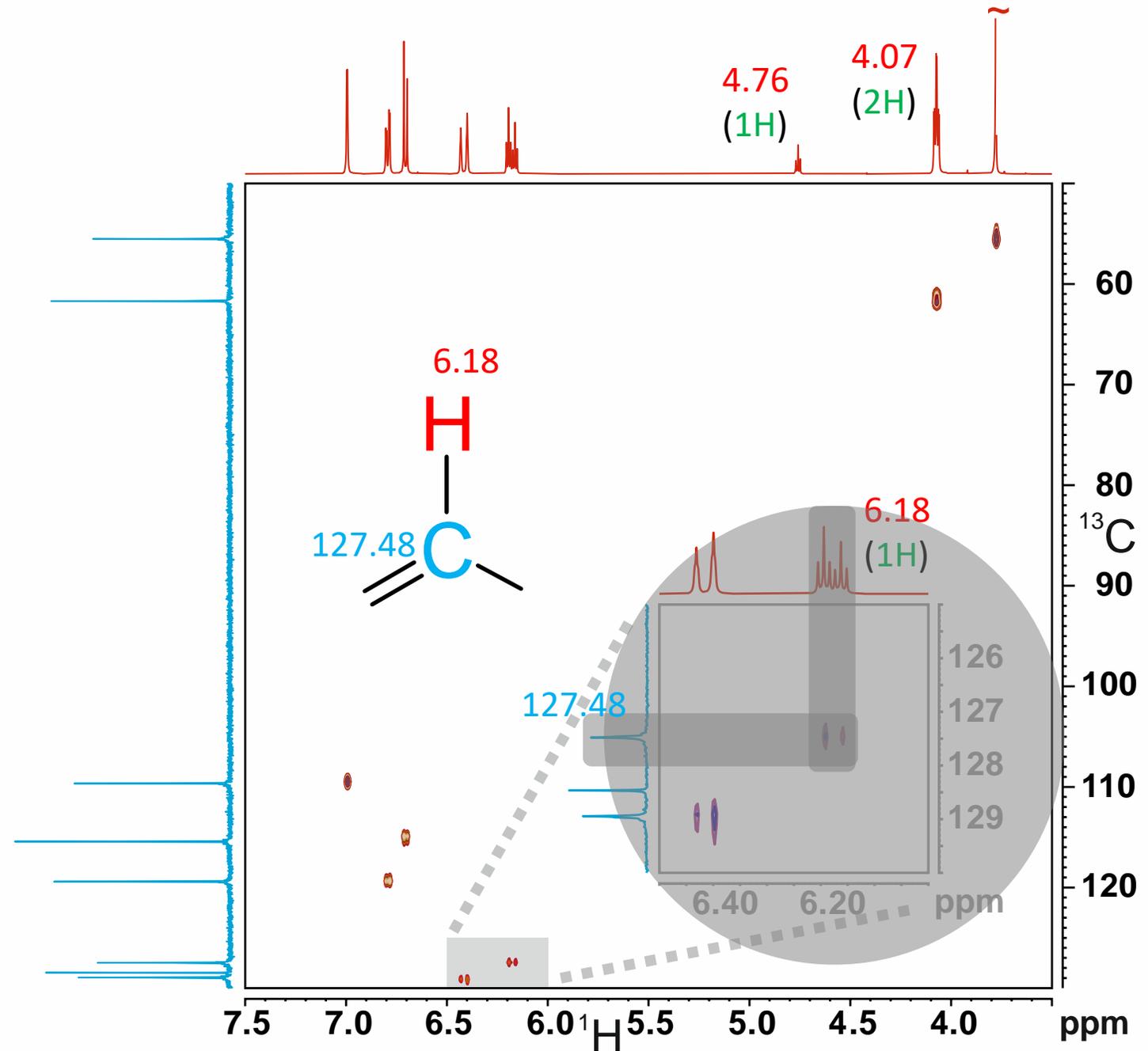
Erstes Strukturfragment

Bausteine

15.84 Hz(d)	15.86 Hz(d)	1.66 Hz(d)	
1.58 Hz(t)	5.41 Hz(t)	5.48 Hz(t)	5.45 Hz(t)
6.42	6.18	4.76	4.07
(1H)	(1H)	(1H)	(2H)



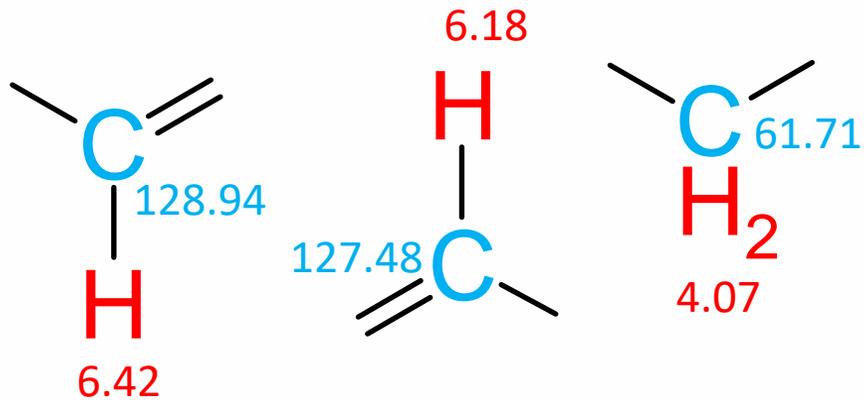
Nach dem Entfernen aller nicht mehr benötigten Signale aus dem HSQC im Interesse der Übersichtlichkeit, können wir uns dem Protonensignal bei 4.07 ppm zuwenden.



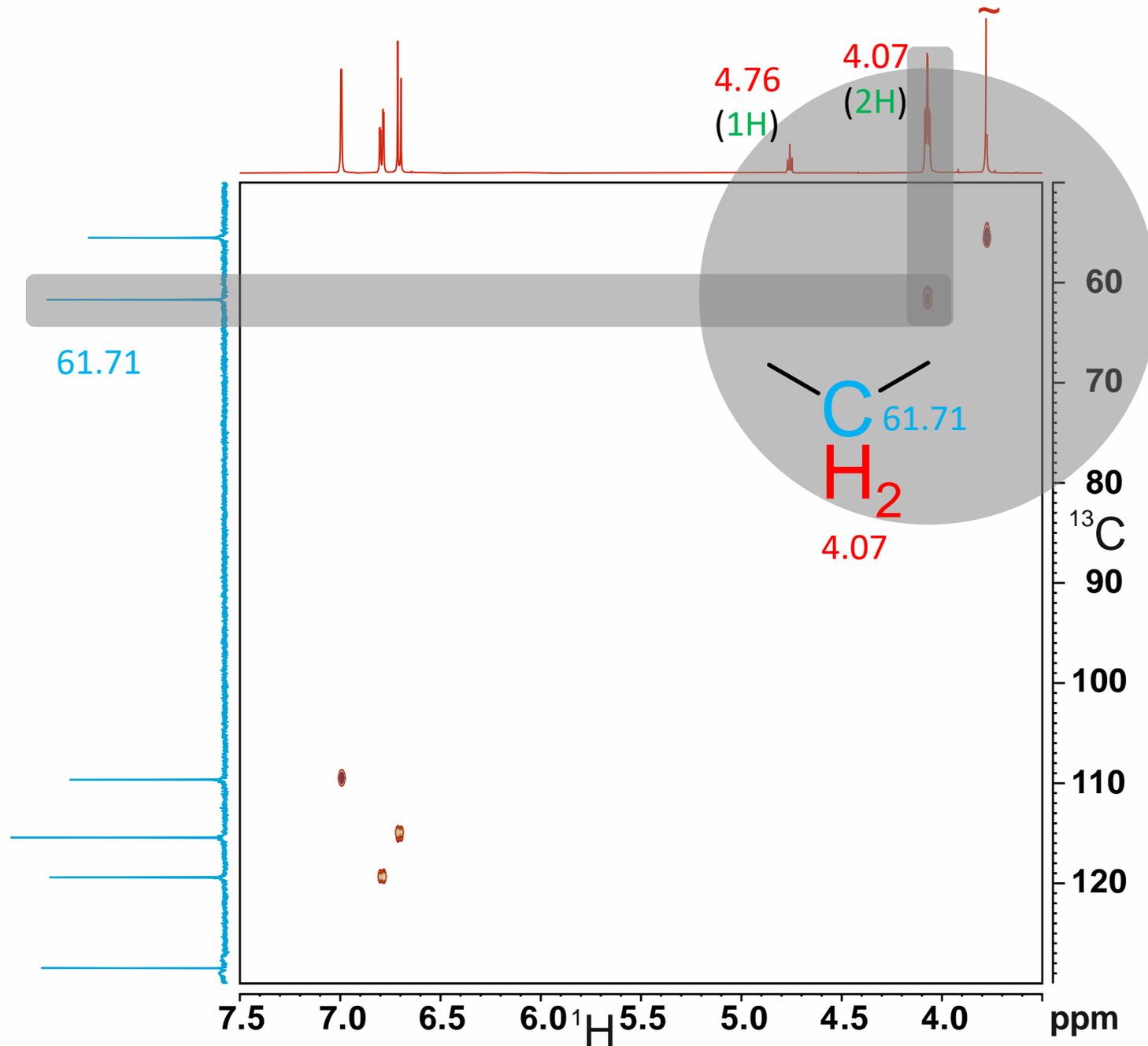
Erstes Strukturfragment

Bausteine

15.84 Hz(d)	15.86 Hz(d)	1.66 Hz(d)	
1.58 Hz(t)	5.41 Hz(t)	5.48 Hz(t)	5.45 Hz(t)
6.42	6.18	4.76	4.07
(1H)	(1H)	(1H)	(2H)



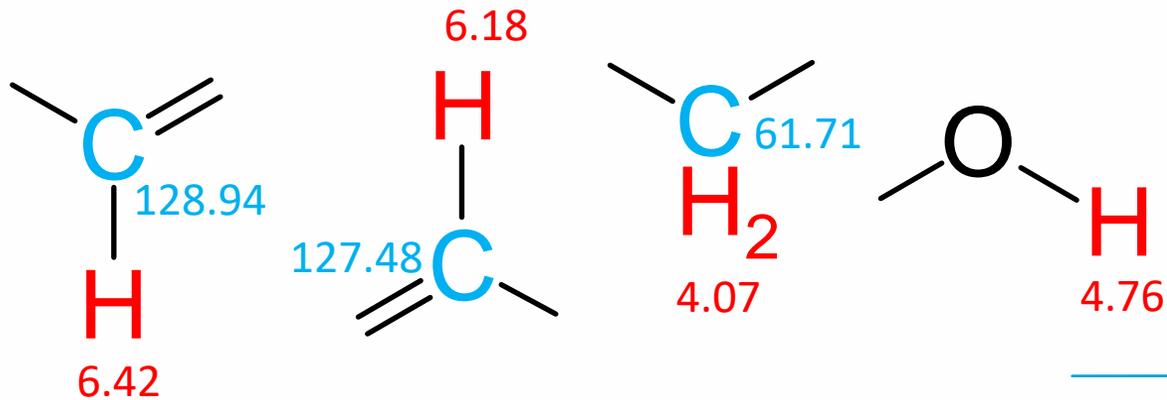
Und das Protonensignal bei 4.76 ppm?



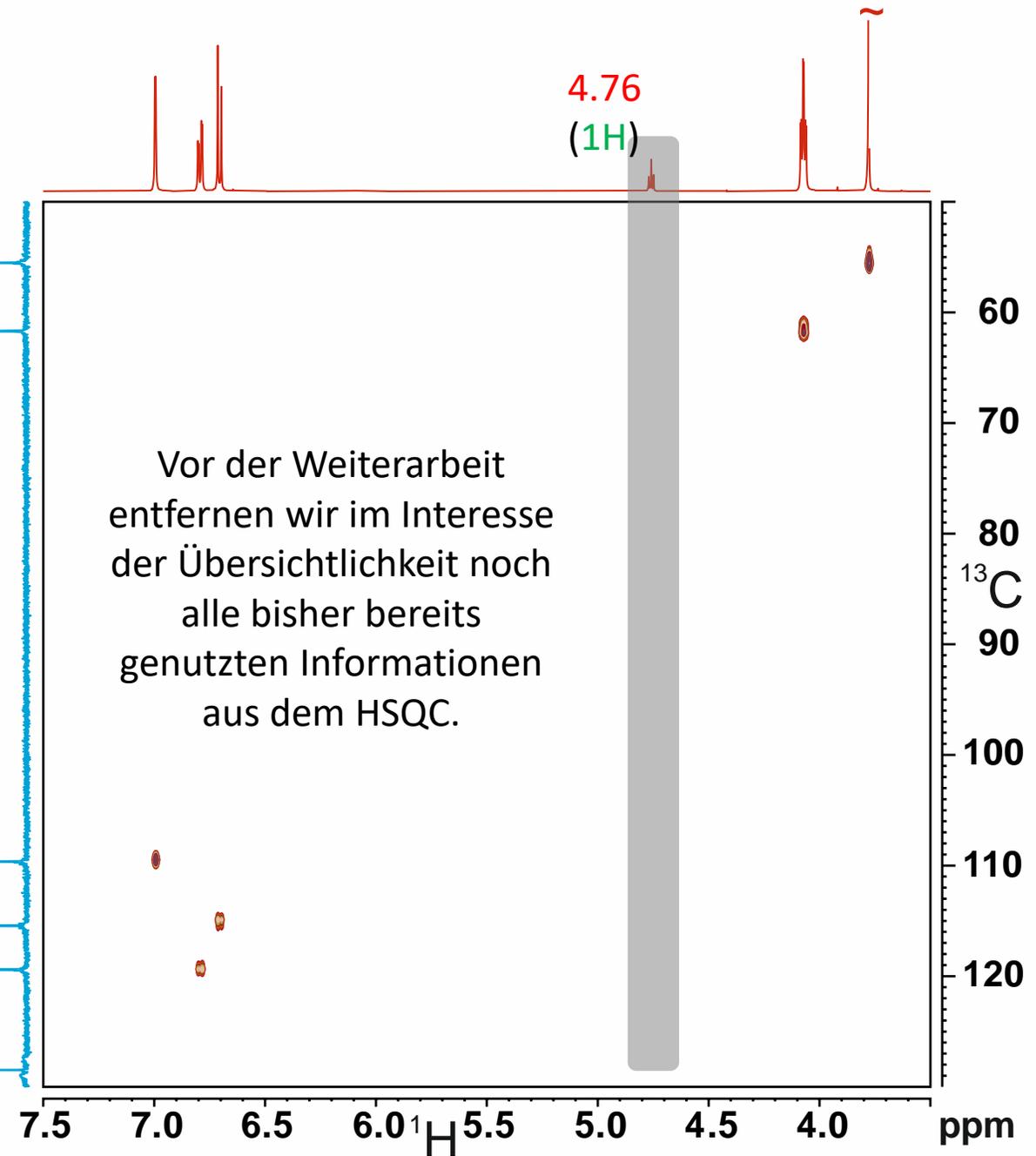
Erstes Strukturfragment

Bausteine

15.84 Hz(d)	15.86 Hz(d)	1.66 Hz(d)	
1.58 Hz(t)	5.41 Hz(t)	5.48 Hz(t)	5.45 Hz(t)
6.42	6.18	4.76	4.07
(1H)	(1H)	(1H)	(2H)



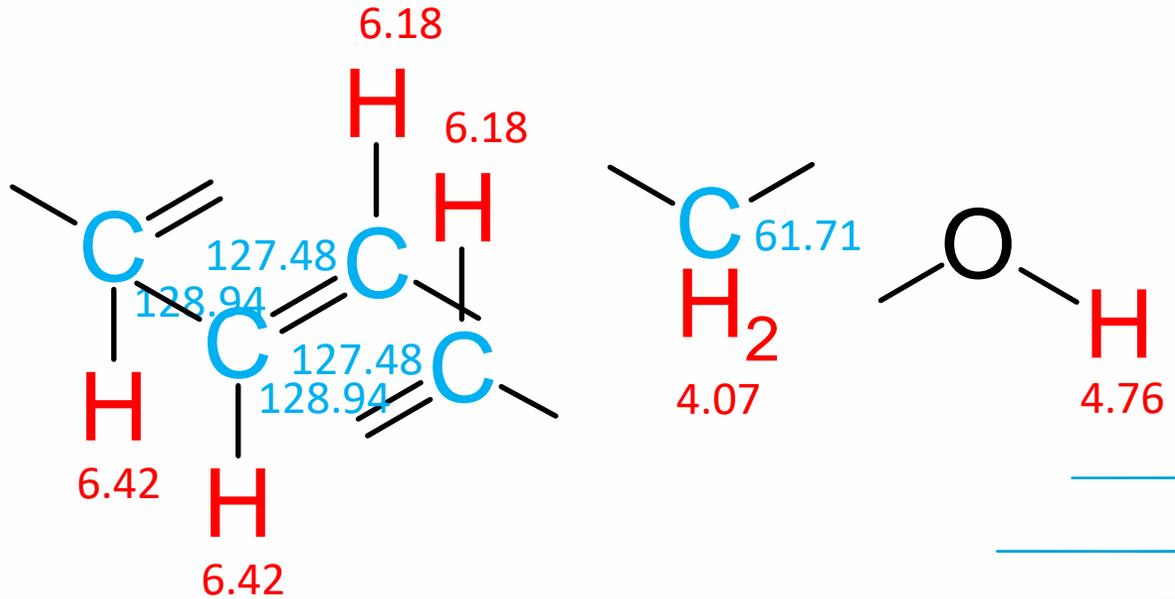
Es gibt kein benachbartes Kohlenstoffatom.
Das Proton bei 4.76 ppm gehört zu einer OH-Gruppe.



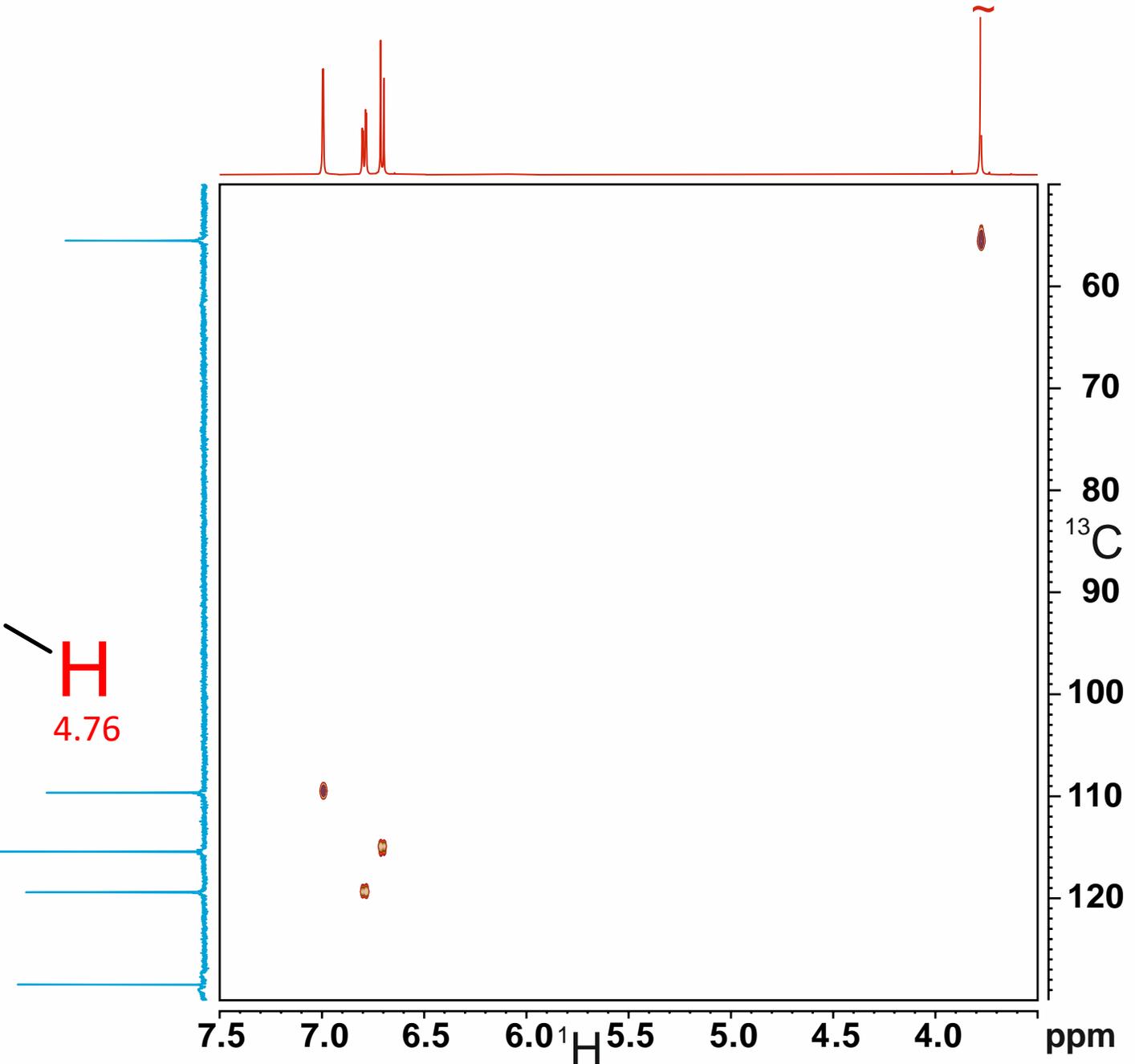
Erstes Strukturfragment

Verknüpfung

15.84 Hz(d)	15.86 Hz(d)	1.66 Hz(d)	
1.58 Hz(t)	5.41 Hz(t)	5.48 Hz(t)	5.45 Hz(t)
6.42	6.18	4.76	4.07
(1H)	(1H)	(1H)	(2H)



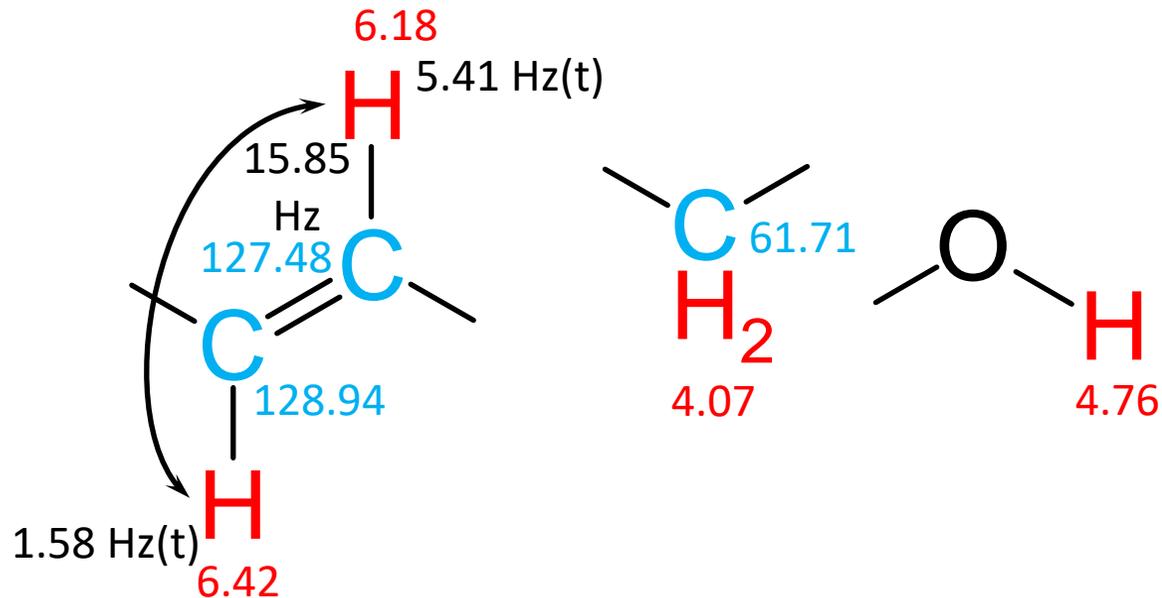
Für die beiden $=\text{CH}-$ Fragmente gibt es nur eine Kombinationsmöglichkeit.



Erstes Strukturfragment

Verknüpfung

15.84 Hz(d)	15.86 Hz(d)		1.66 Hz(d)
1.58 Hz(t)	5.41 Hz(t)	5.48 Hz(t)	5.45 Hz(t)
6.42	6.18	4.76	4.07
(1H)	(1H)	(1H)	(2H)



Beide Protonenmultipletts weisen eine gemeinsame Kopplungskonstante von **15.85 Hz** (Mittelwert) auf. Die Protonen sind damit E-ständig angeordnet.

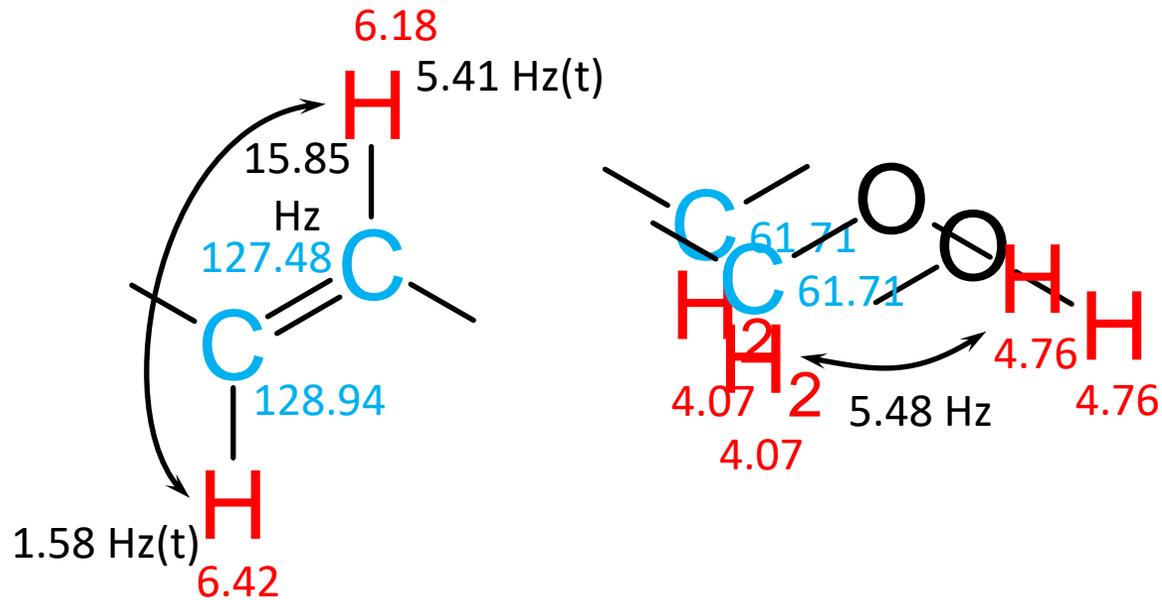
Die beiden anderen Kopplungskonstanten von **1.58 Hz** und **5.41 Hz** notieren wir vorläufig neben den Protonen.

Das Multiplett des OH-Protons ist ein sauberes Triplet. Das OH-Proton kann nur an der Methylengruppe gebunden sein.

Erstes Strukturfragment

Verknüpfung

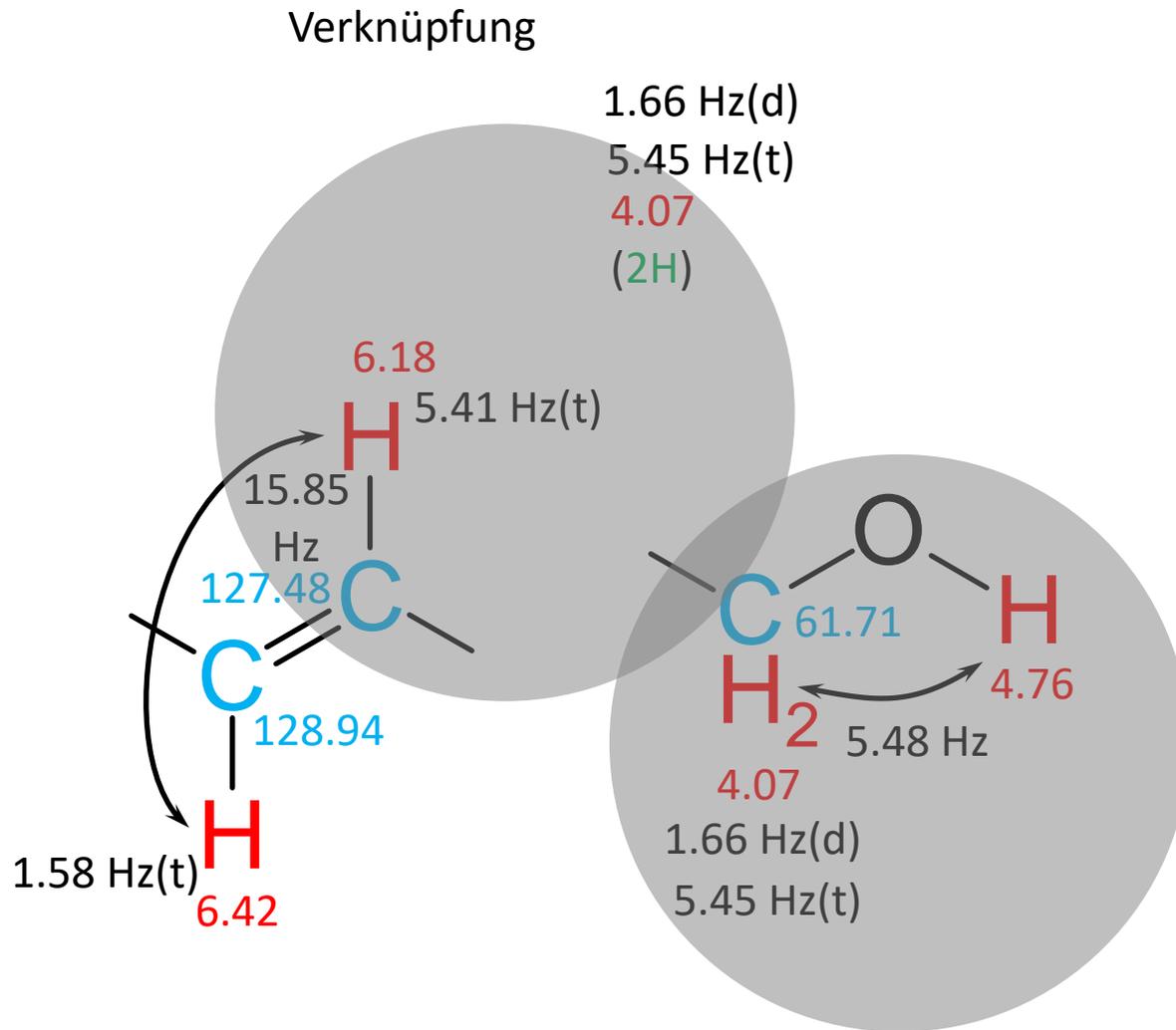
	1.66 Hz(d)
5.48 Hz(t)	5.45 Hz(t)
4.76	4.07
(1H)	(2H)



Und was ist mit den beiden Kopplungskonstanten im Multiplett der Methylenprotonen bei 4.07 ppm?

Ein *Triplet* mit einer Kopplungskonstante von **5.45 Hz** und ein *Dublett* mit einer Kopplungskonstante von **1.66 Hz**?

Erstes Strukturfragment



Das Multiplett der Methylenprotonen kann unmöglich ein Triplett sein. Gut zu erklären ist aber ein *Dublett von Dubletts* mit den Kopplungskonstanten von **5.48 Hz** (OH-Gruppe) und **5.41 Hz** (=CH-Gruppe).

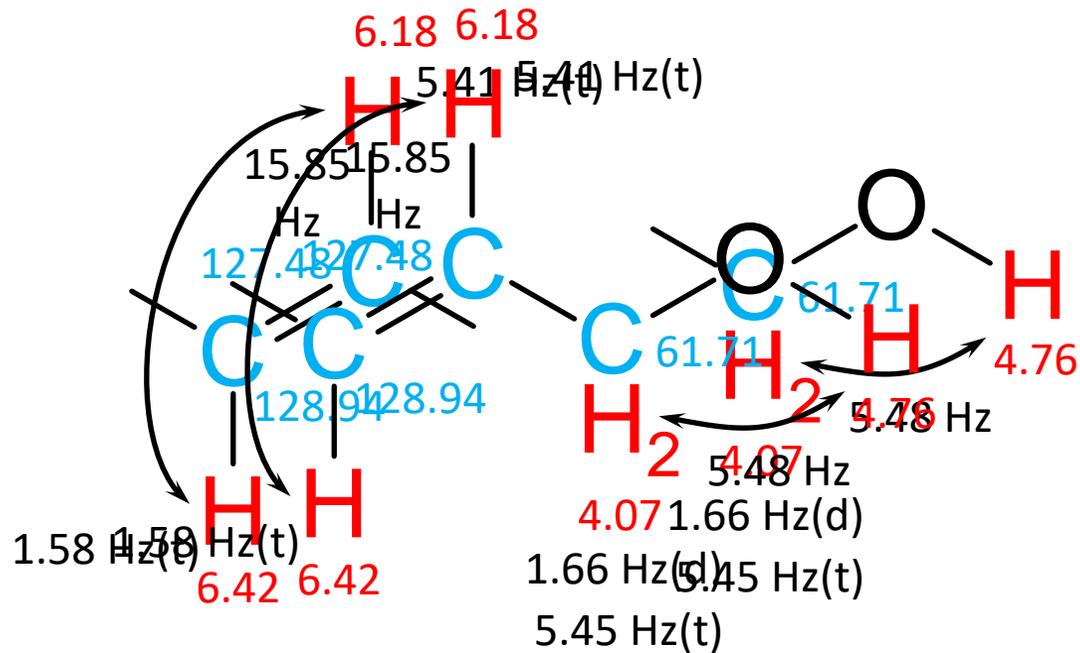
Daraus ergibt sich ein *Pseudotriplett* mit einer scheinbaren Kopplungskonstante, die dem Mittelwert der beiden genannten Werte entspricht.

Die **1.66 Hz** notieren wir zunächst.

5.41 Hz sind eine typische vicinale Kopplungskonstante, die $-\text{CH}_2\text{-OH}$ -Gruppe ist an der =CH-Gruppe mit dem Protonensignal bei **6.18 ppm** gebunden.

Erstes Strukturfragment

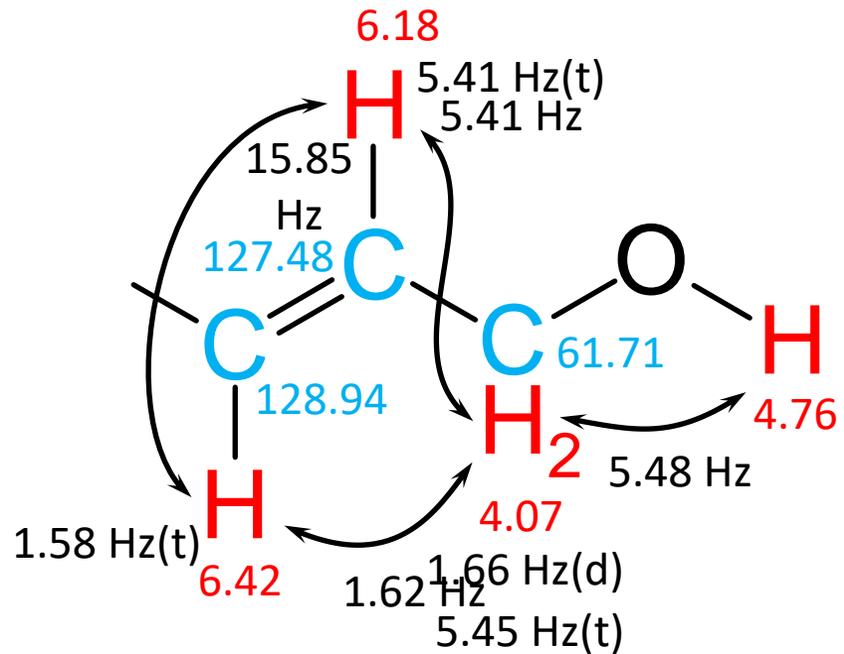
Verknüpfung



Die noch nicht zugeordneten
Kopplungskonstanten lassen sich jetzt leicht
ergänzen.

Erstes Strukturfragment

Verknüpfung



An dieser Stelle bietet es sich an, das gefundene Strukturfragment mit der Summenformel C_3H_5O vorübergehend zu „parken“ und dem HSQC die noch nicht ausgewerteten Informationen zu entnehmen.

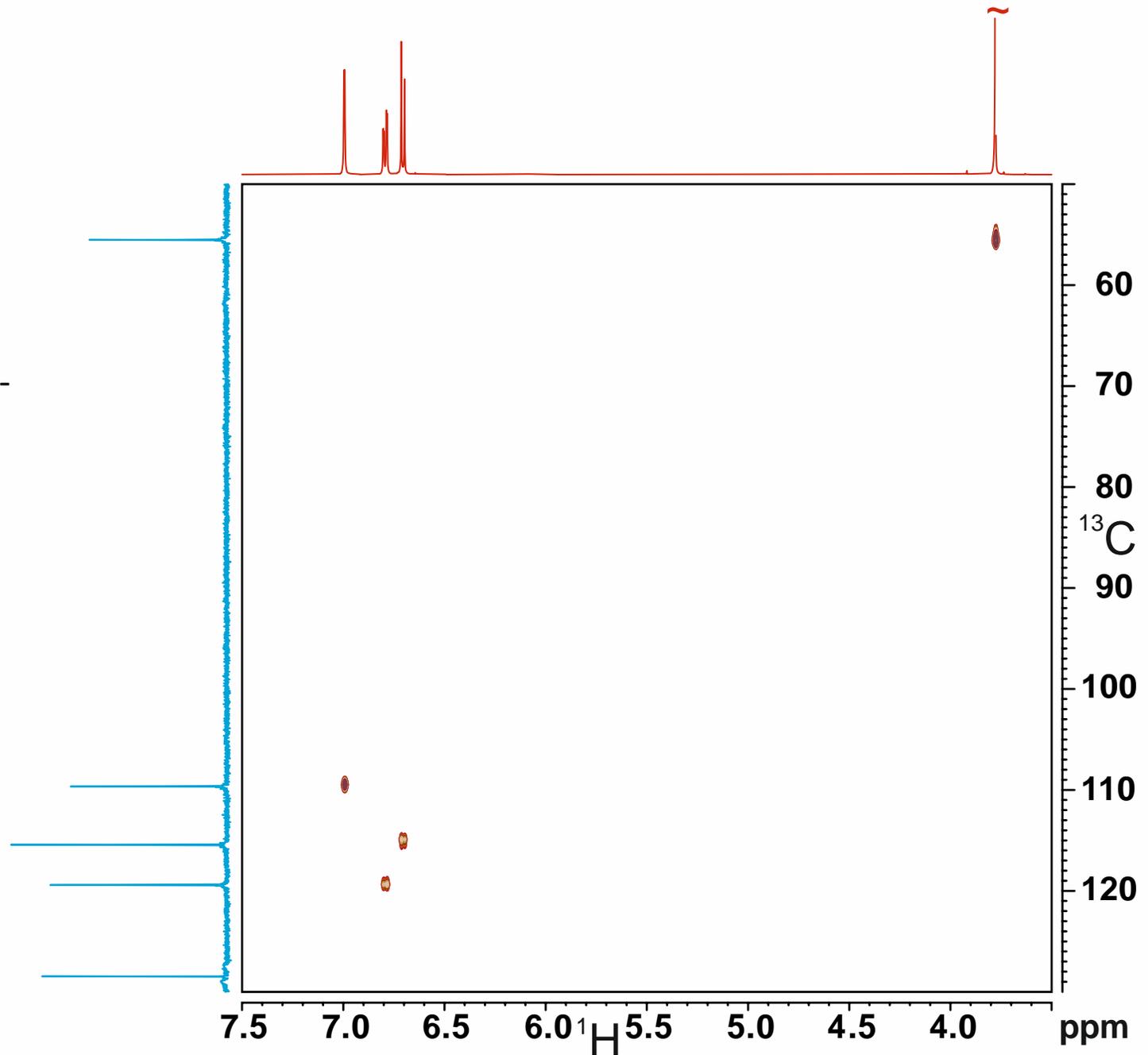
Abzüglich des ersten Fragmentes sind noch zuzuordnen

- $C_7H_7O_2$ und
- vier Doppelbindungsäquivalente

Weitere Bausteine

HSQC

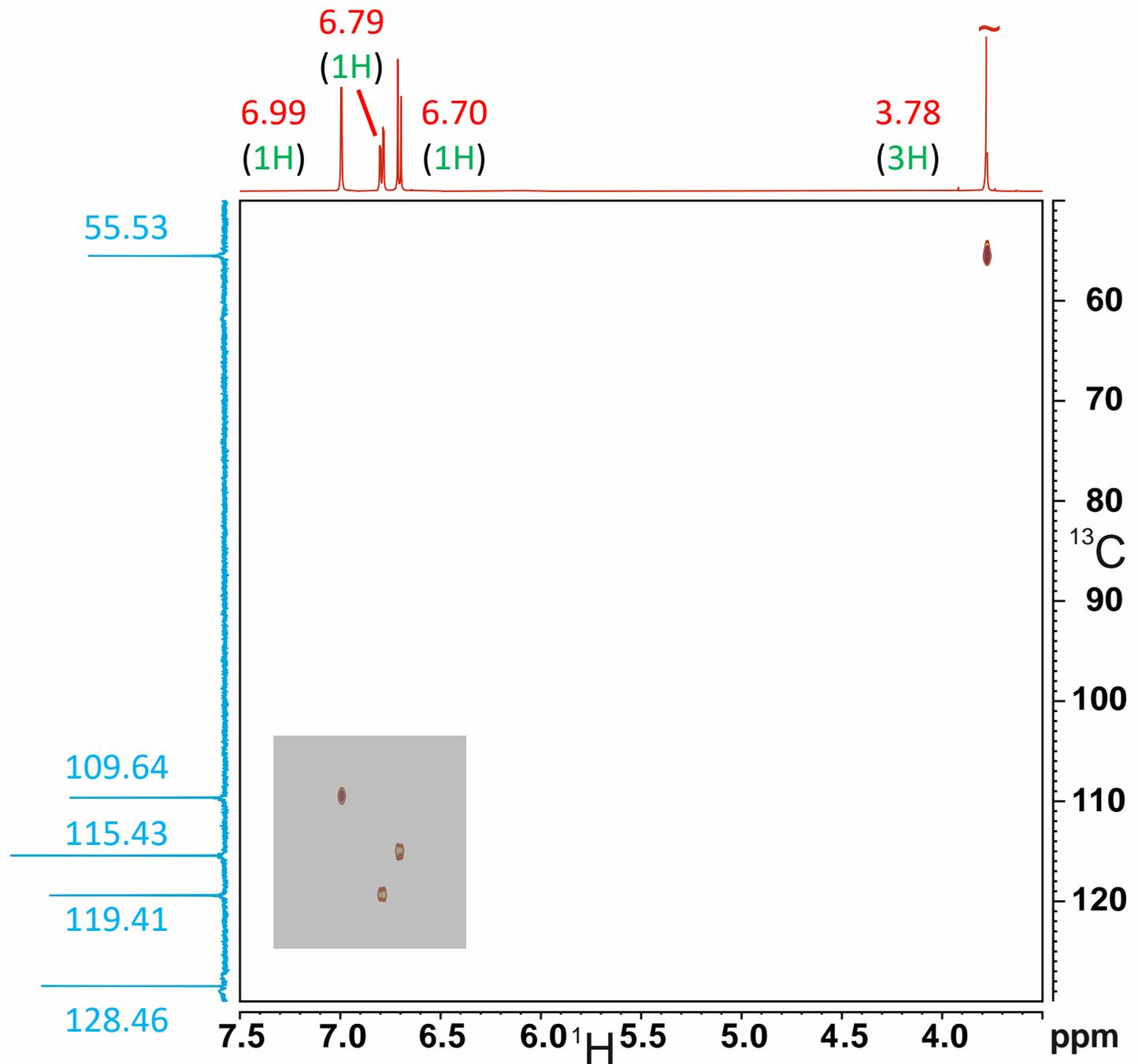
Die Projektionen ergänzen wir zunächst um die chemischen Verschiebungen, die wir den eindimensionalen Spektren entnehmen und die ^1H -Projektion zusätzlich um die Integrale.



Weitere Bausteine

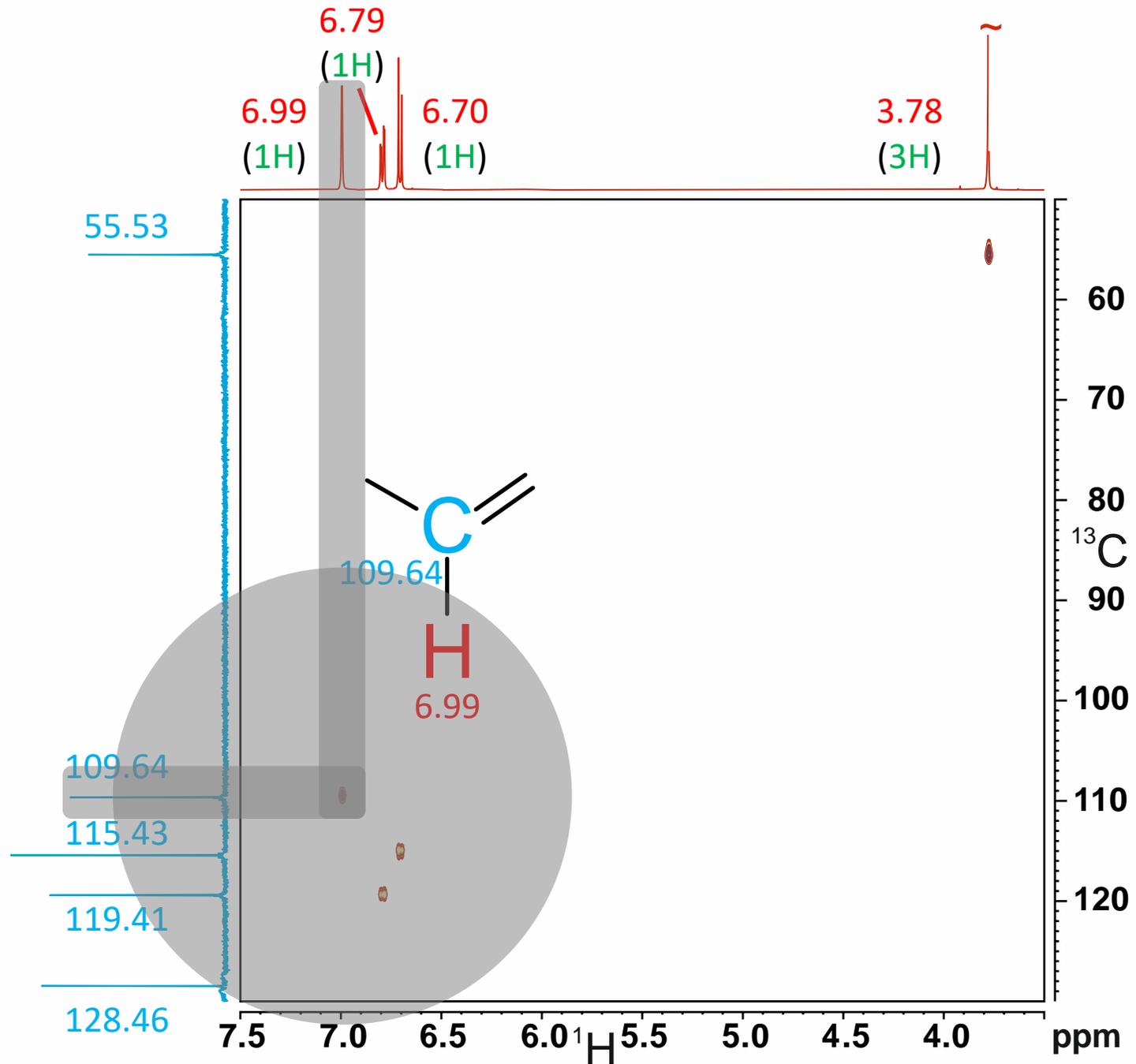
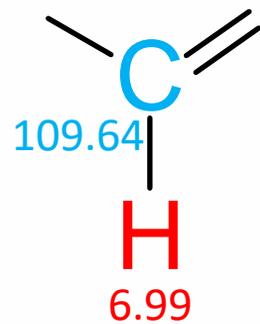
HSQC

Drei Kreuzpeaks lassen sich je einer =CH-Gruppe zuordnen.



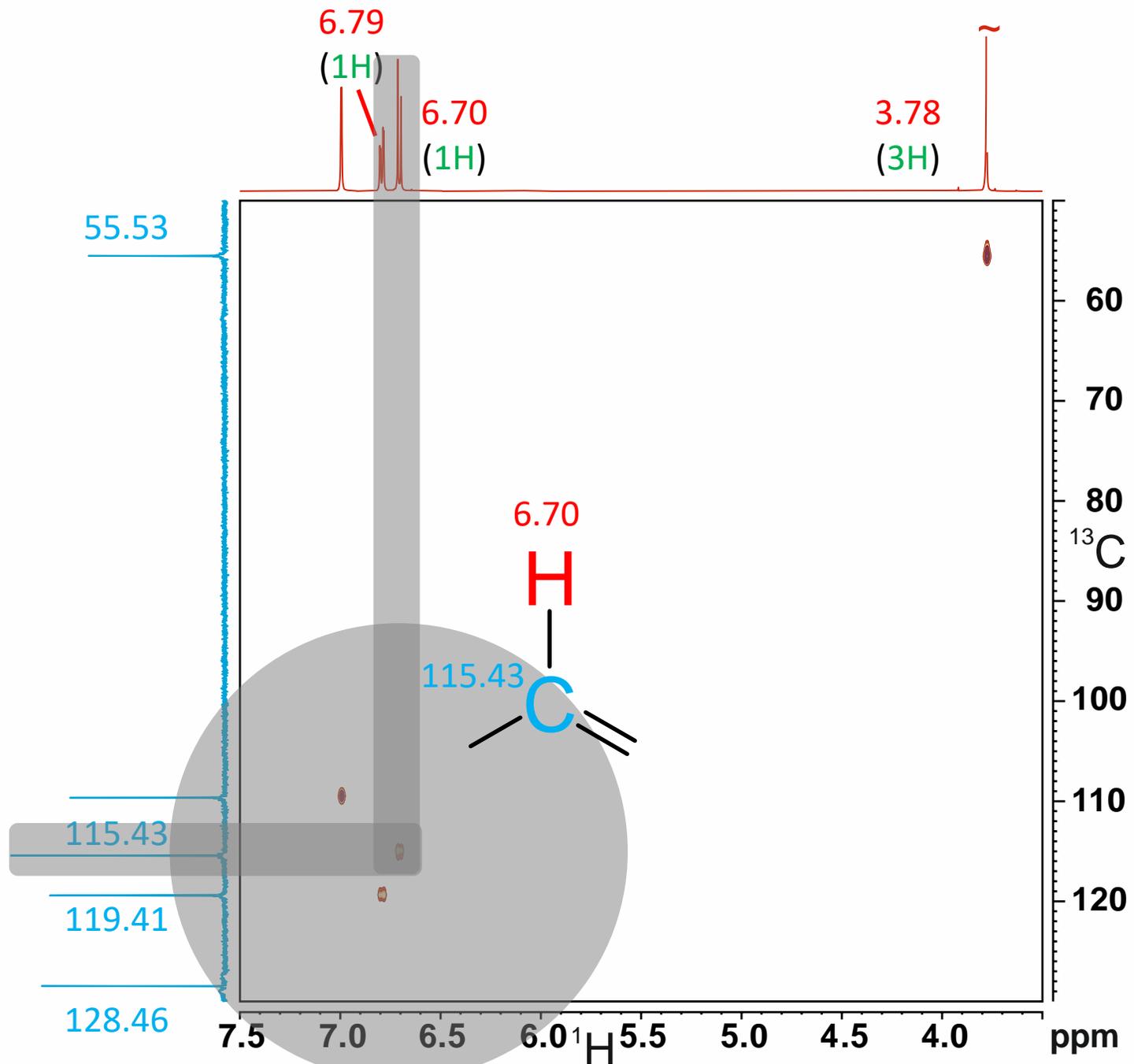
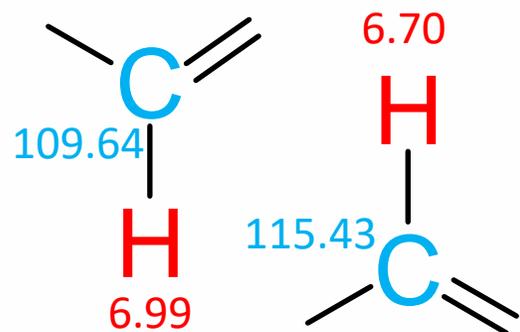
Weitere Bausteine

HSQC



Weitere Bausteine

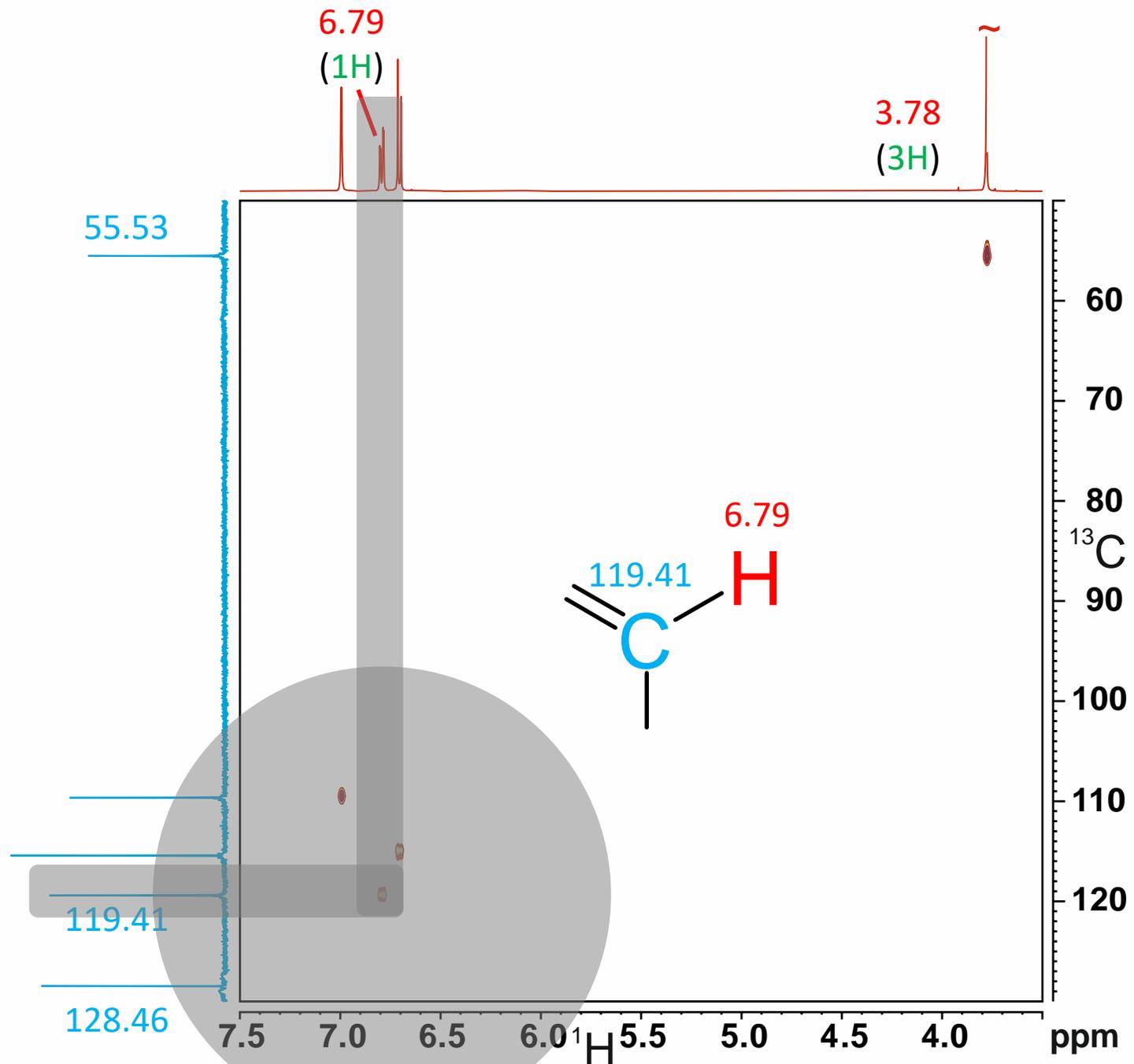
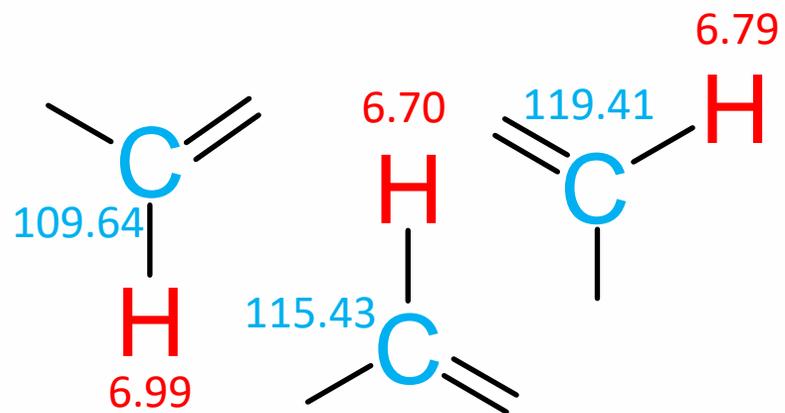
HSQC



Weitere Bausteine

HSQC

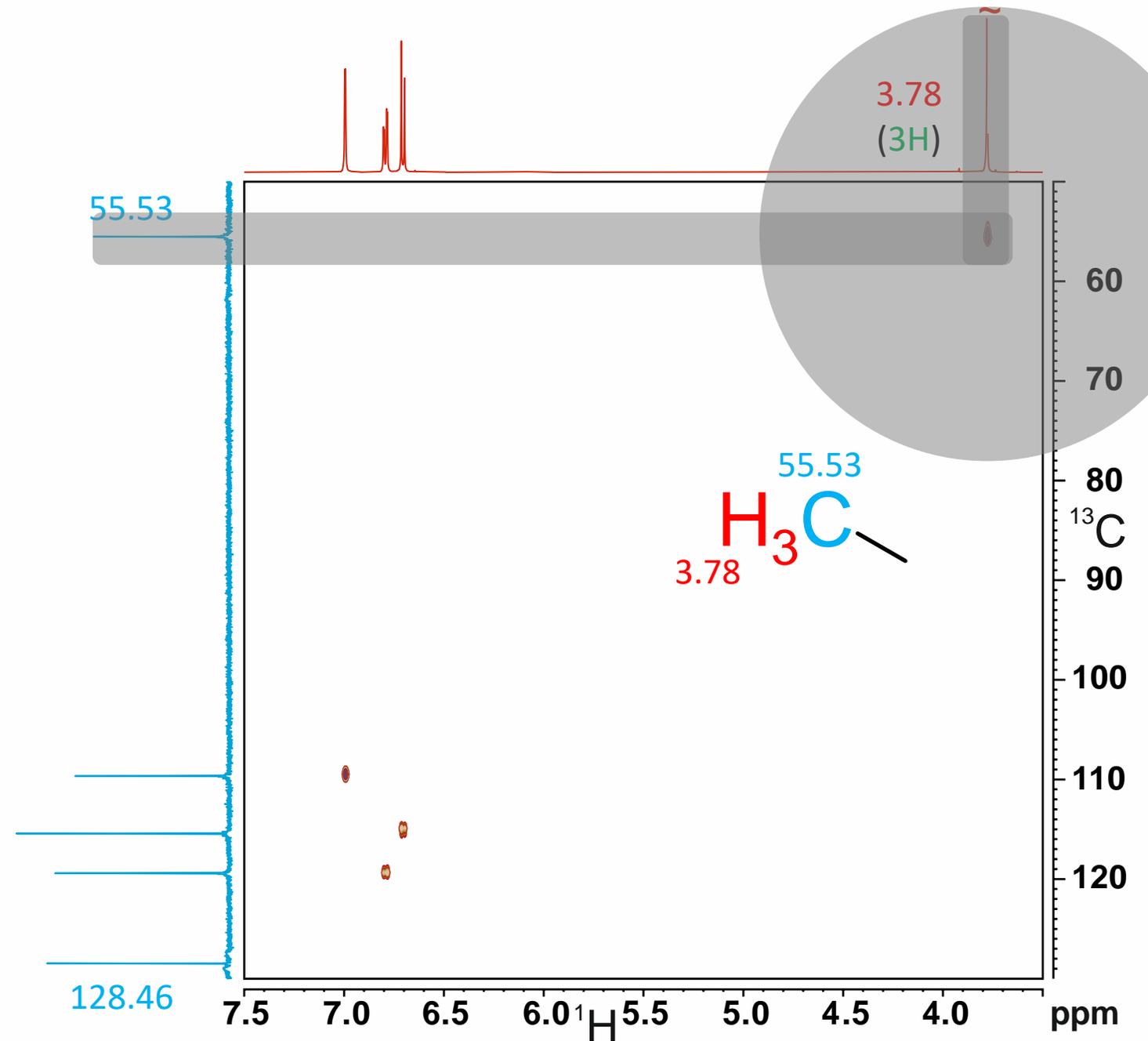
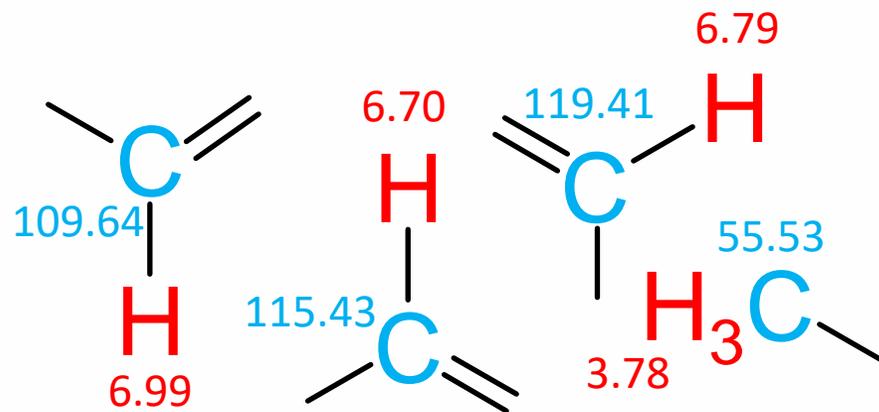
Im HSQC verbleibt noch eine Methylgruppe.



Weitere Bausteine

HSQC

Und das Kohlenstoffsignal bei 128.46 ppm?



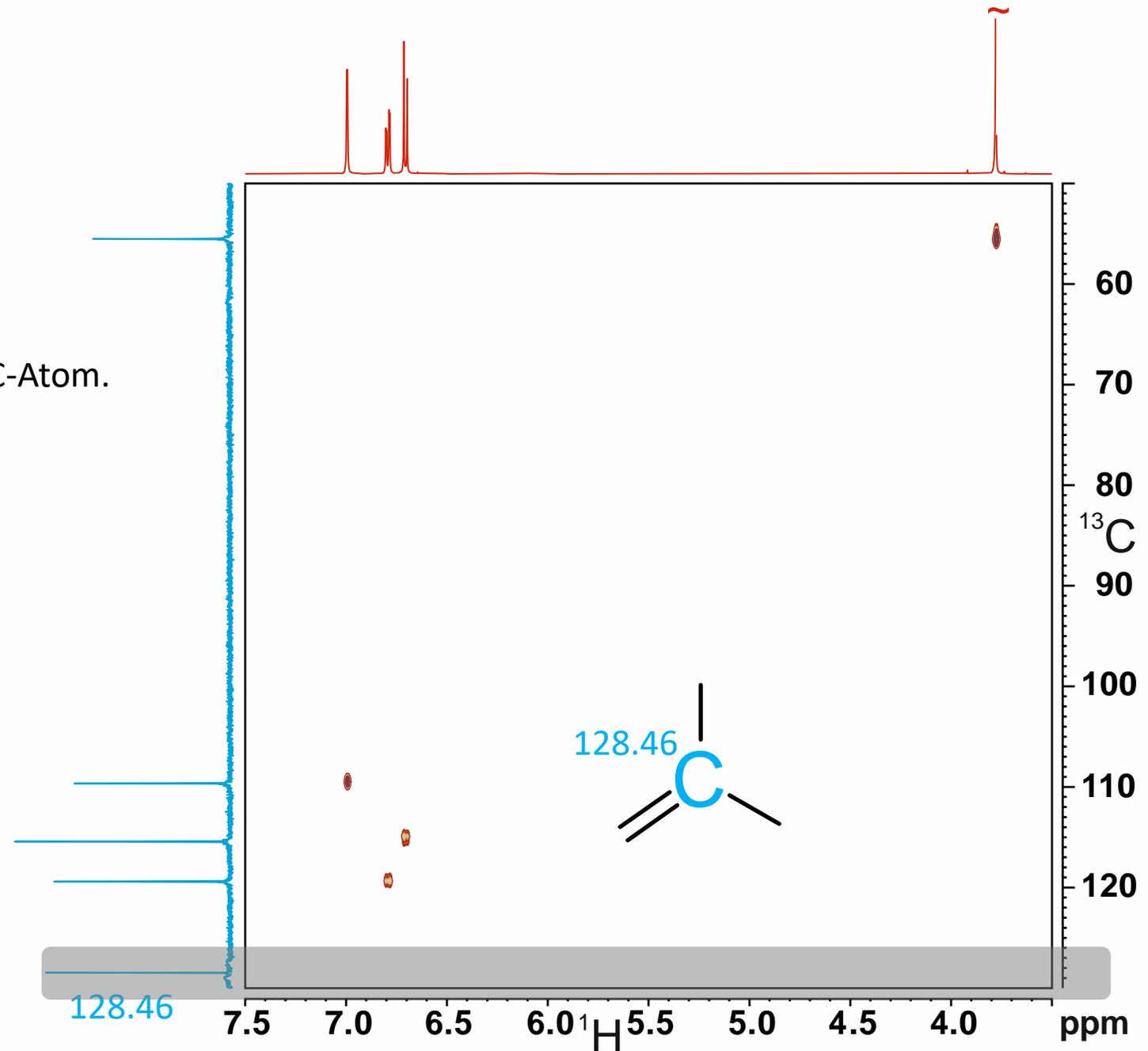
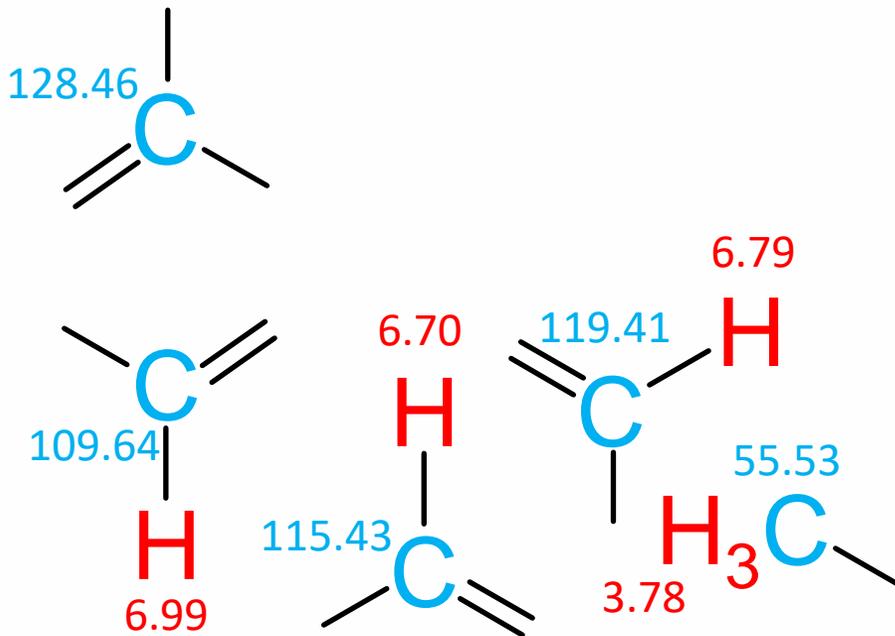
Weitere Bausteine

HSQC

Und das Kohlenstoffsignal bei 128.46 ppm?

Im HSQC gibt es keinerlei Kreuzpeak zu einem Protonensignal. Es handelt sich um ein quartäres C-Atom.

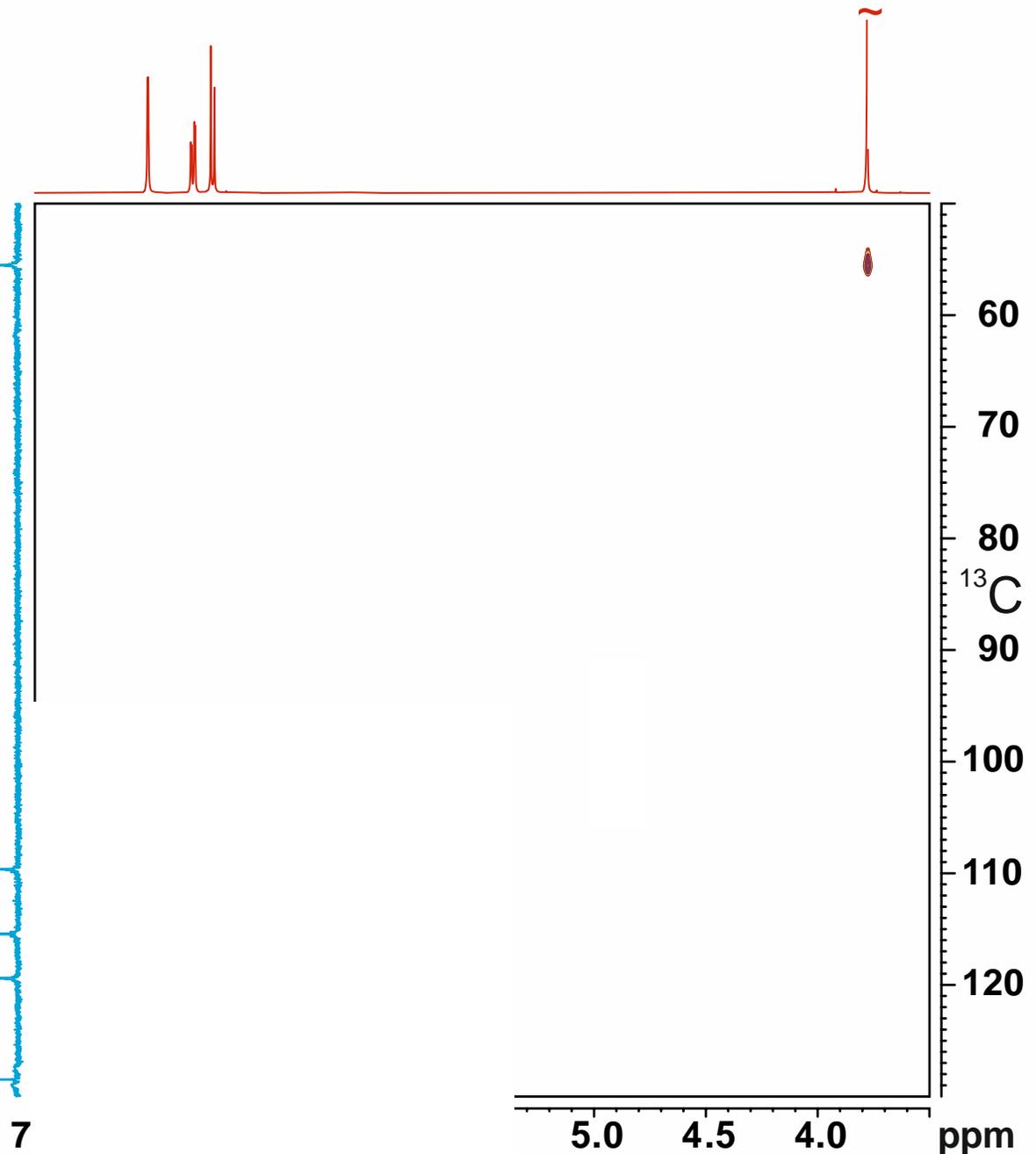
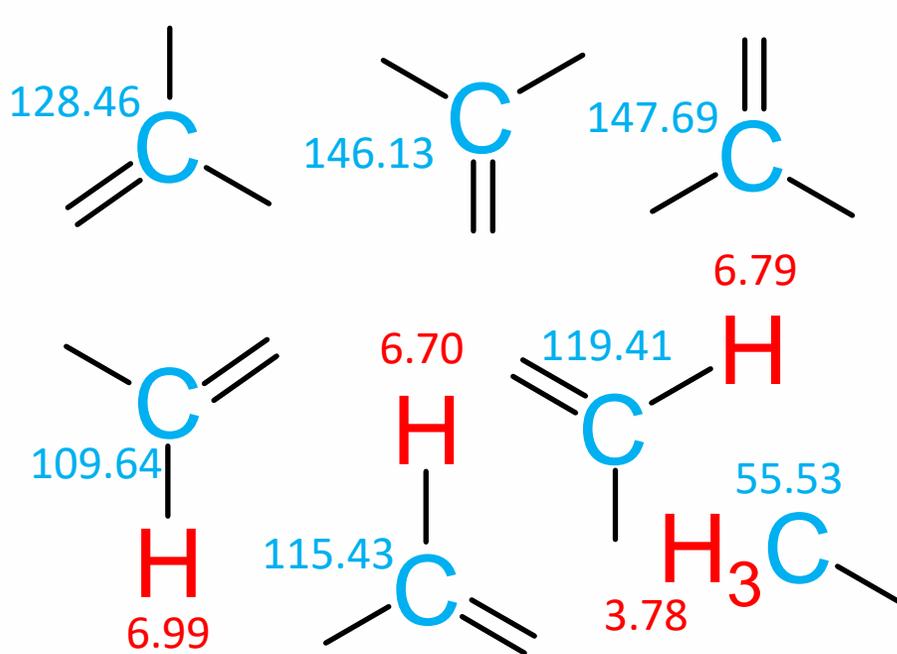
Jetzt ist es Zeit für eine finale Inventur.



Finale Bausteine

1D-Spektrenausschnitte ohne
HSQC-Kreuzpeak

Die drei Signale im ^1H - bzw. ^{13}C -Spektrum zeigen keinerlei Kreuzpeak im HSQC. Daraus resultieren sofort drei Strukturfragmente (für das Proton gibt es außer Sauerstoff keinen Bindungspartner, der nicht zu einem CH-Fragment führt).

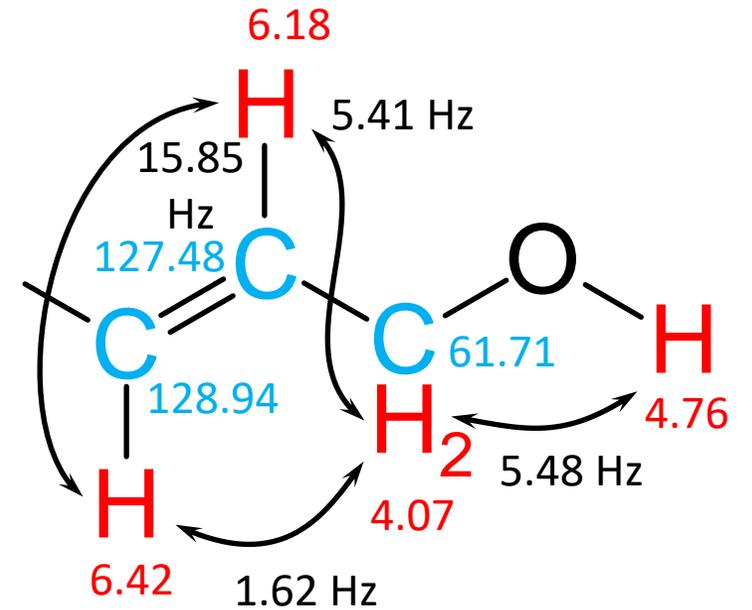
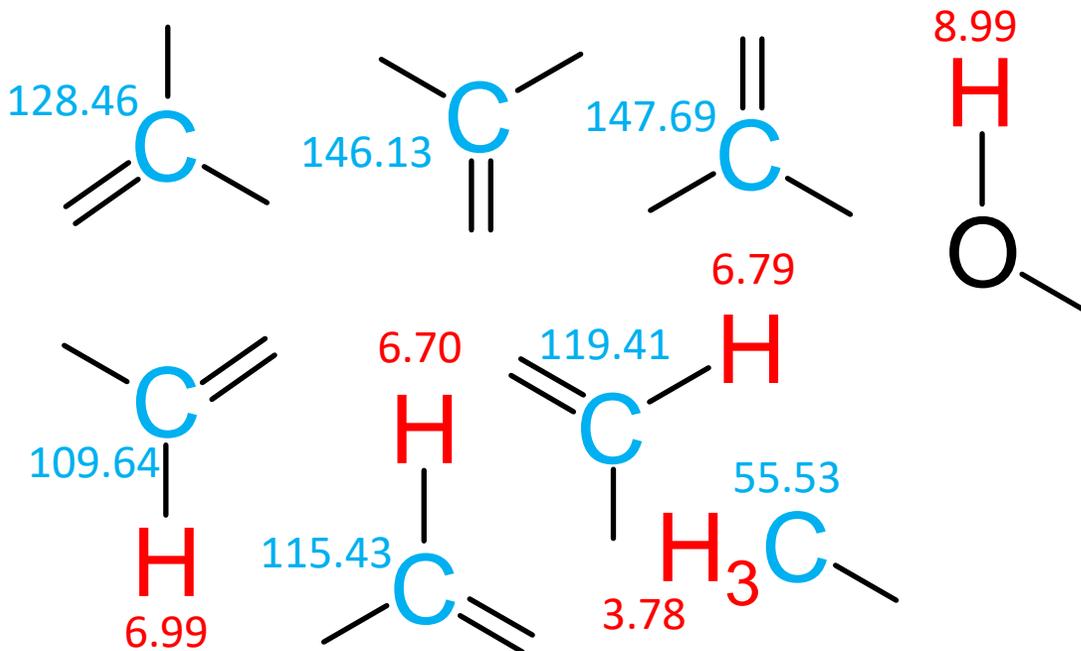


Finale Bausteine

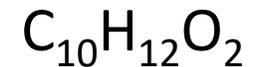
Eine kurze Inventur

es fehlen

- ein Sauerstoffatom
- ein Doppelbindungsäquivalent



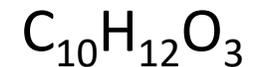
gefundene Bausteine



Doppelbindungsäquivalente

4

Summenformel



Doppelbindungsäquivalente

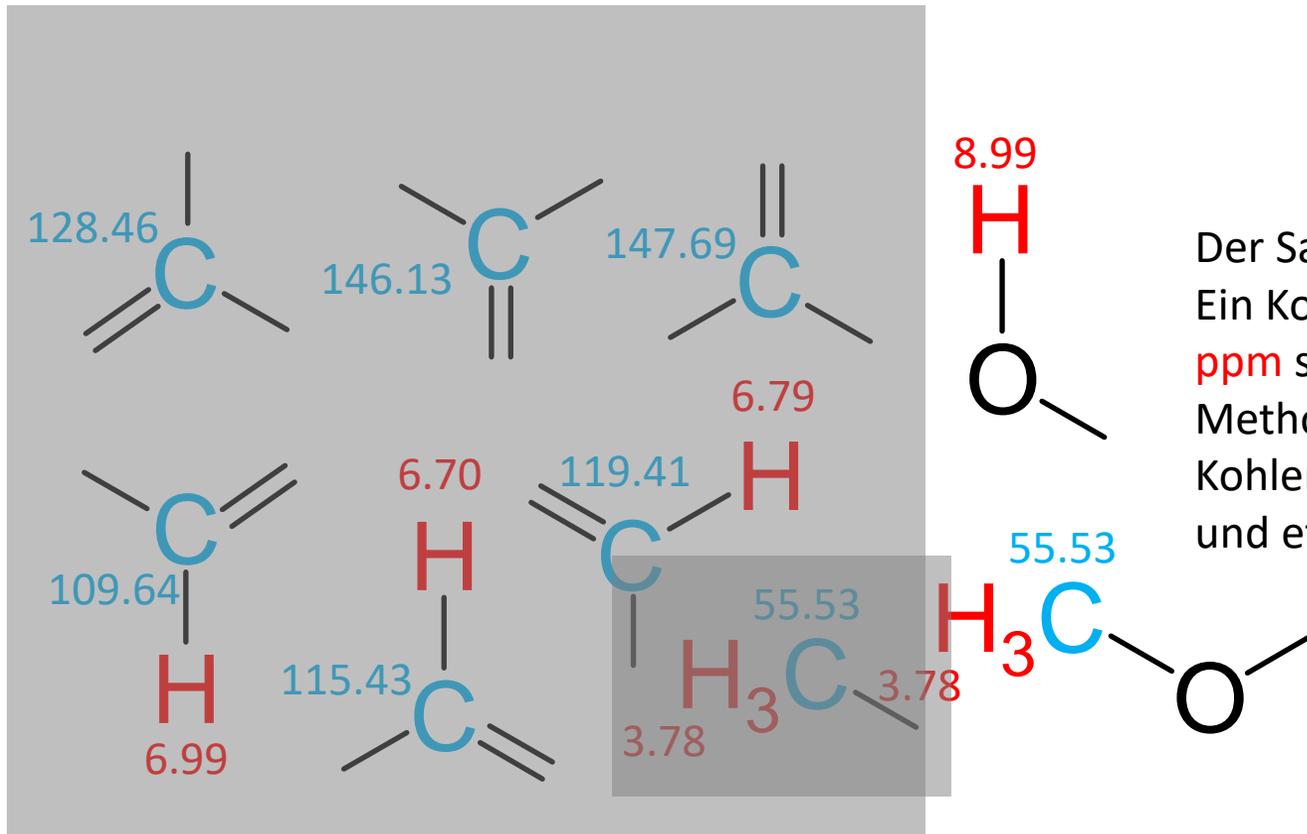
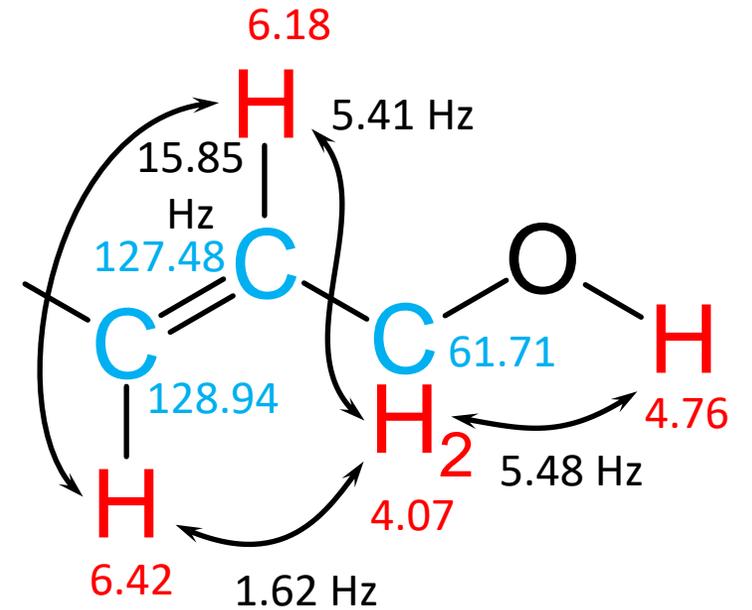
laut Summenformel

5

Finale Bausteine

Eine kurze Inventur

Und diese sechs Fragmente würde zusammengesetzt doch einen sehr schönen Phenylring mit drei freien Valenzen – passend zu den drei verbleibenden Strukturfragmenten - und dem noch fehlenden Doppelbindungsäquivalent ergeben.

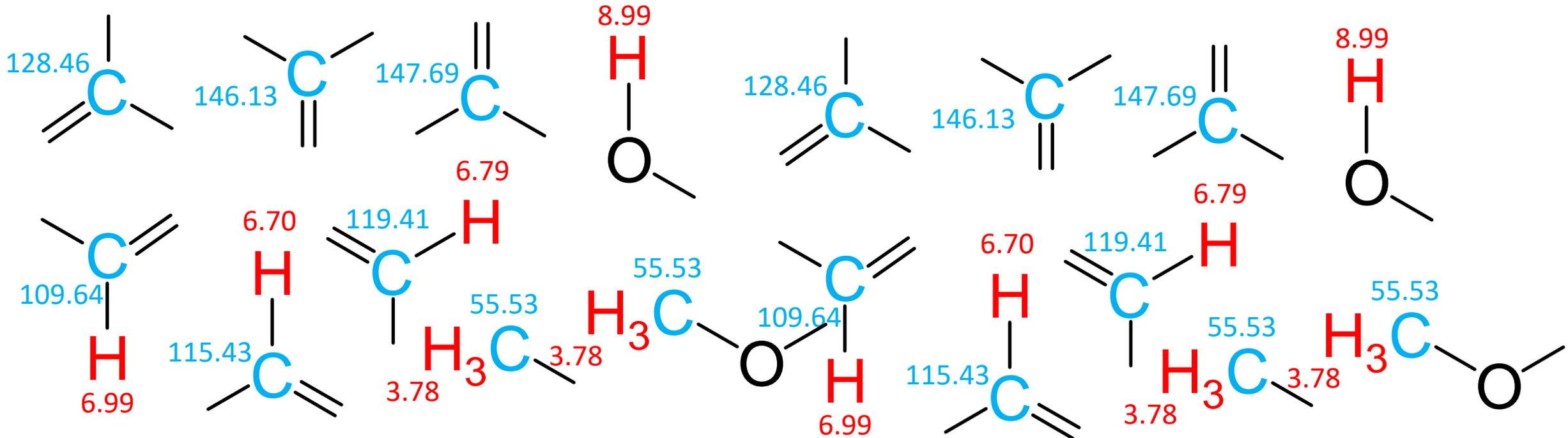
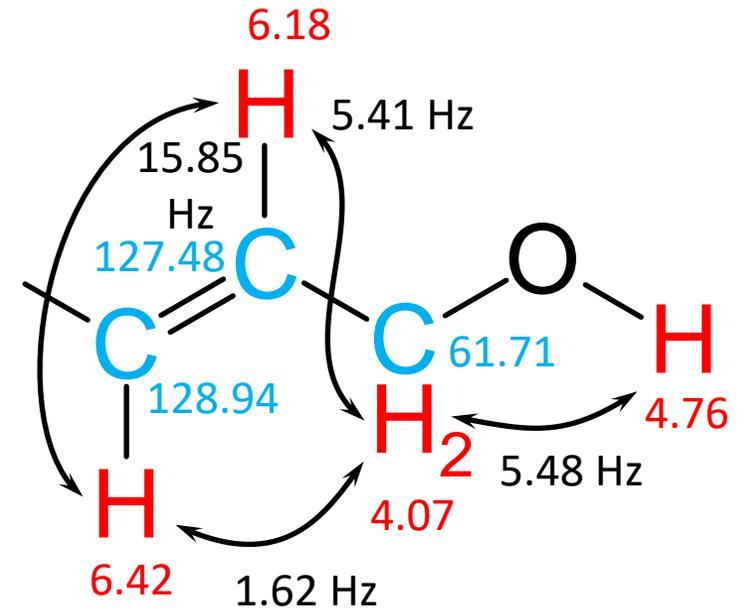


Der Sauerstoff passt am besten neben die Methylgruppe. Ein Kohlenstoffsignal um 60 ppm und ein Protonensignal um 4 ppm sind außerordentlich charakteristisch für eine Methoxygruppe. Bei Bindung der Methylgruppe an ein Kohlenstoffatom würde man etwa 2.5 bis 3 ppm im Protonen- und etwa 25 ppm im Kohlenstoffspektrum erwarten.

Finale Bausteine

Eine kurze Inventur

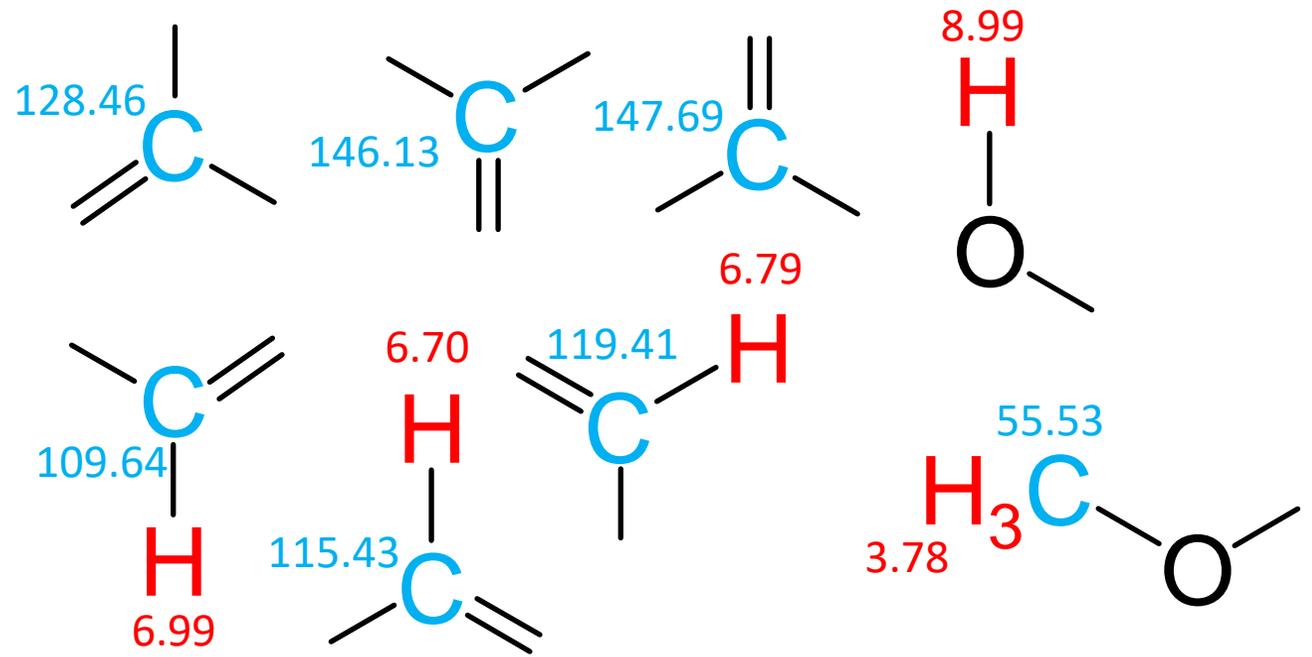
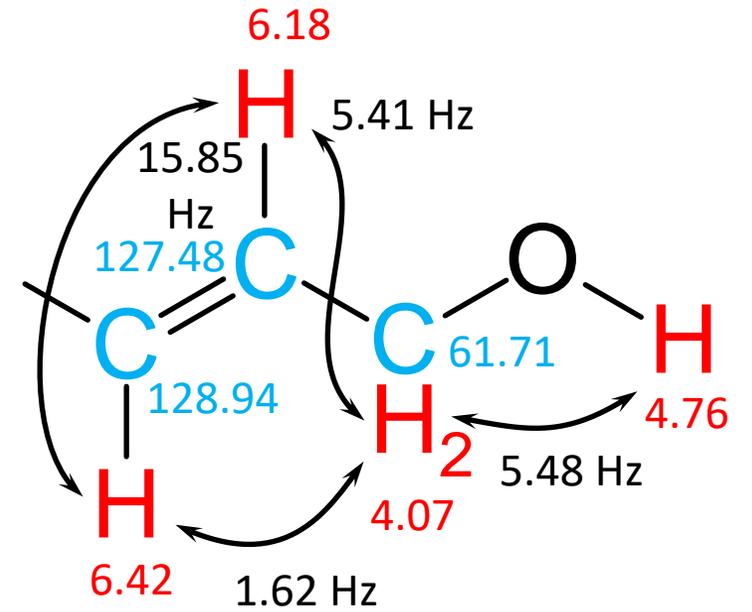
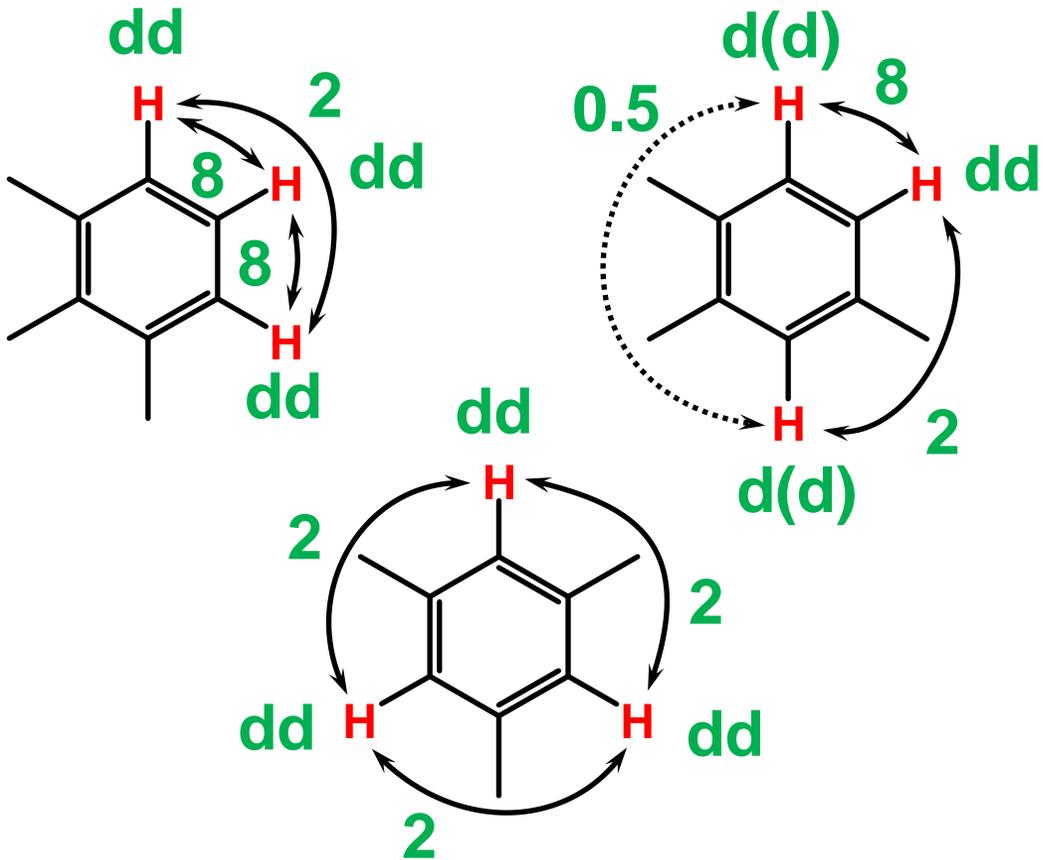
Welche Möglichkeiten für einen dreifach substituierten Phenylring gäbe es eigentlich?



Phenyling

Drei Grundstrukturen

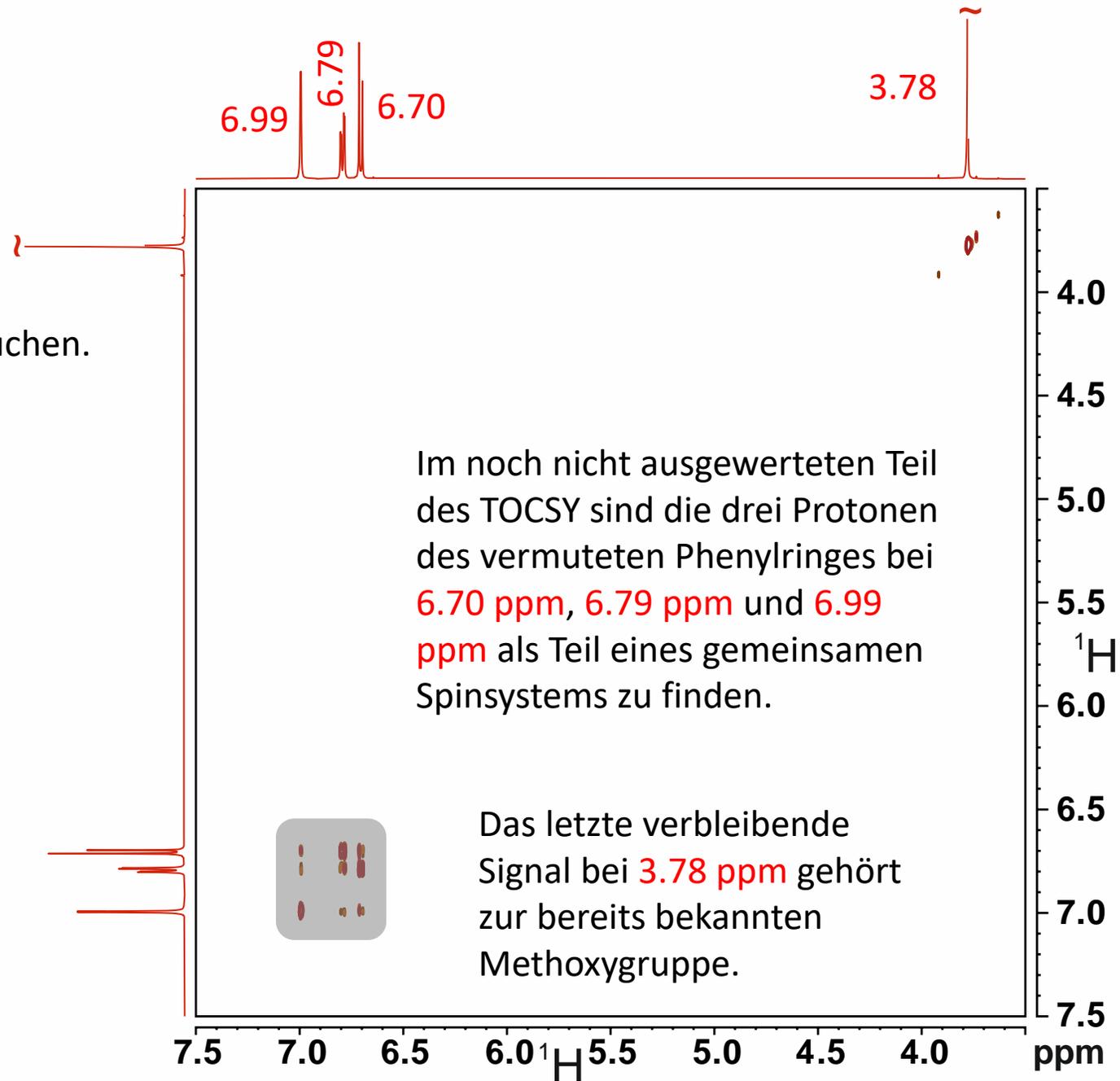
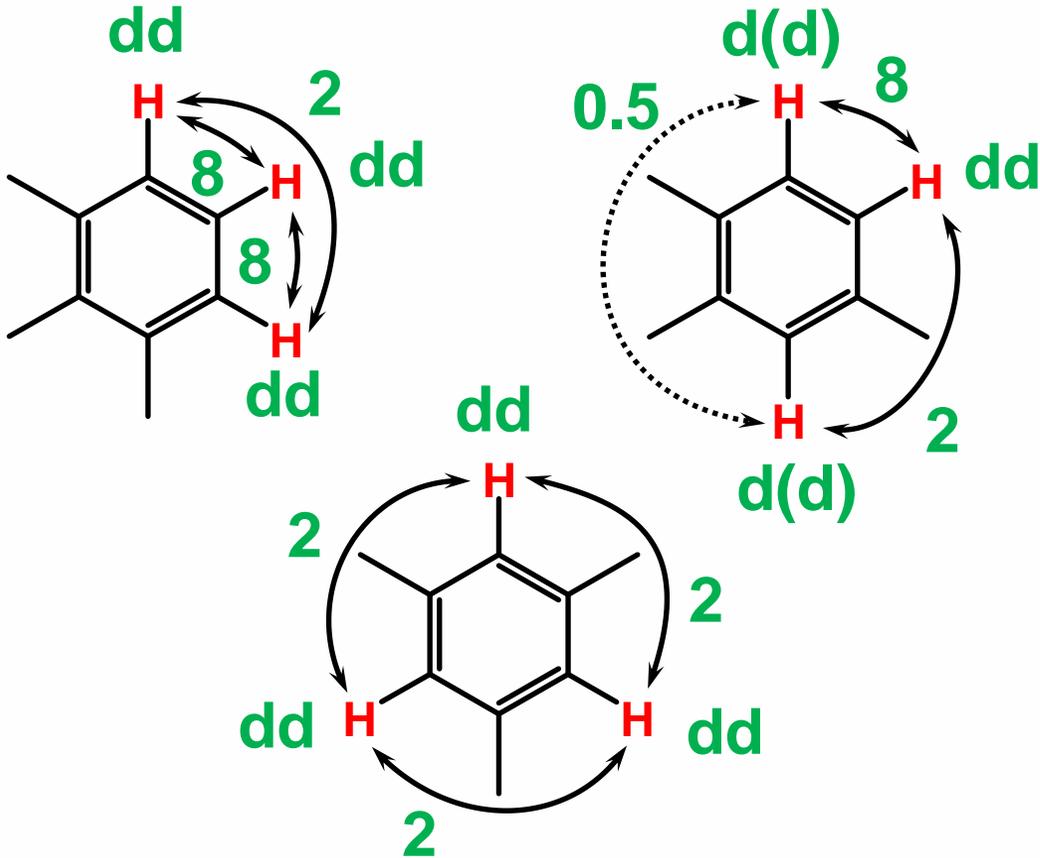
Wir erwarten die folgenden Kopplungskonstanten [Hz] und Multipletts.
 Der gestrichelte Kopplungsweg und die daraus resultierende Multiplettstruktur ist wegen der sehr kleinen Kopplungskonstante u.U. nicht sichtbar.



Phenyling

Drei Grundstrukturen

Wir müssen zunächst die drei aromatischen Protonen suchen.



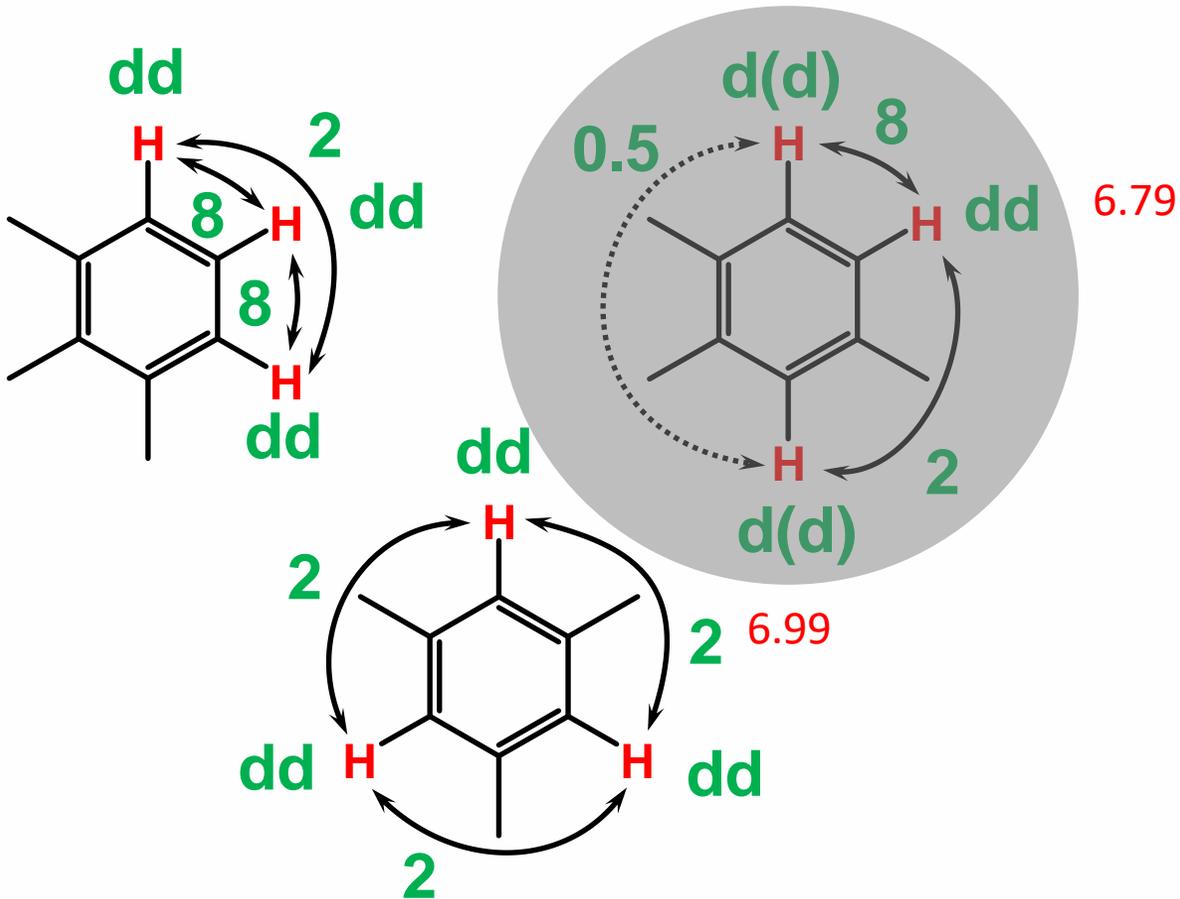
Im noch nicht ausgewerteten Teil des TOCSY sind die drei Protonen des vermuteten Phenylinges bei 6.70 ppm, 6.79 ppm und 6.99 ppm als Teil eines gemeinsamen Spinsystems zu finden.

Das letzte verbleibende Signal bei 3.78 ppm gehört zur bereits bekannten Methoxygruppe.

Phenylring

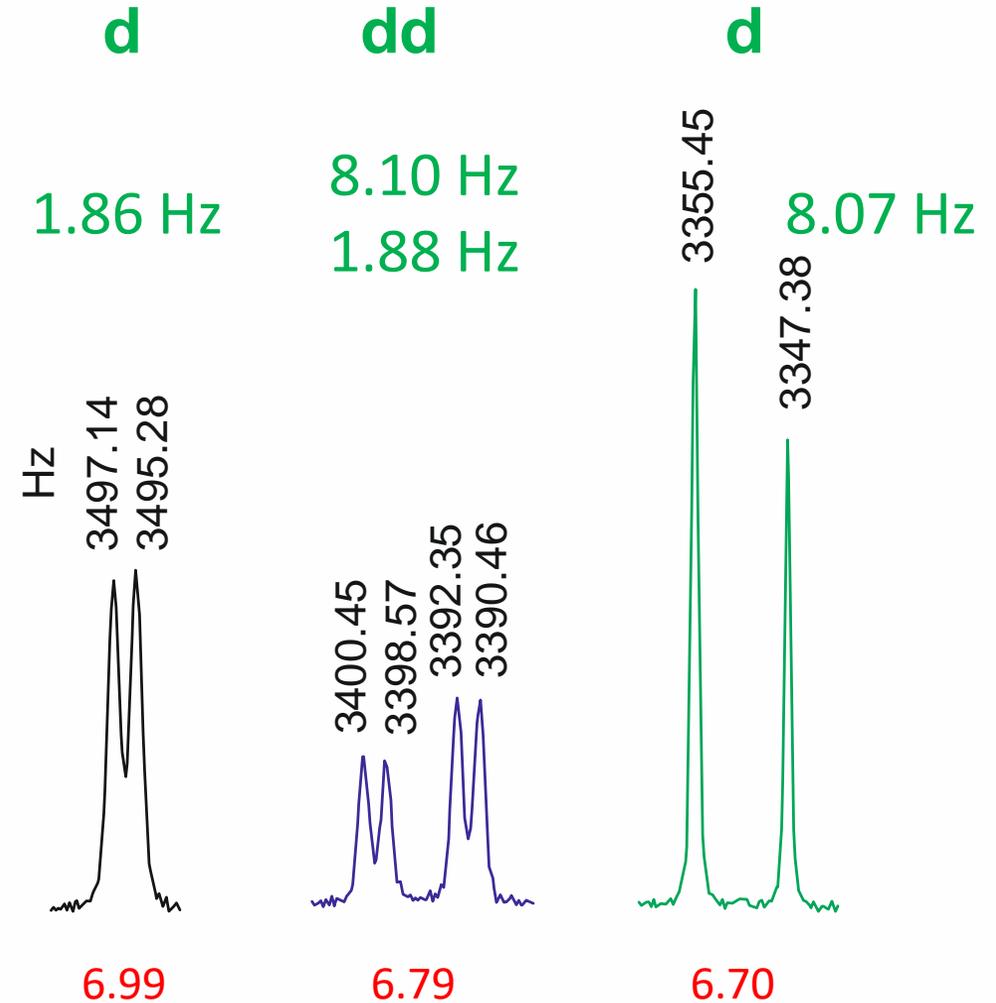
Multipllettstruktur der drei
Signalgruppen

Das TOCSY benötigen wir nicht mehr.
Wir benötigen Multipllettstruktur und Kopplungskonstanten
der drei aromatischen Protonen. 6.70



Die Auswertung der Multiplletts ist einfach.

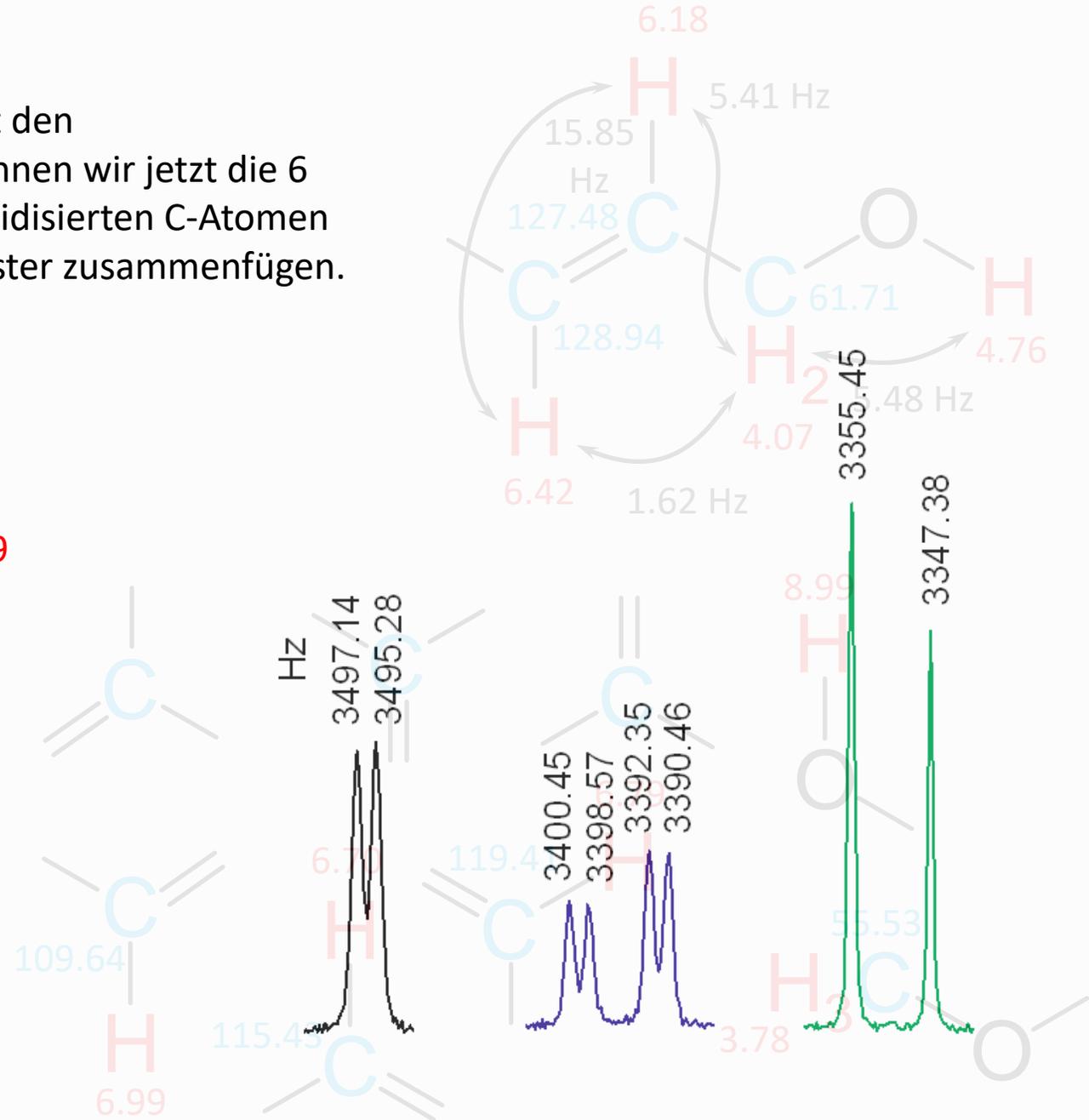
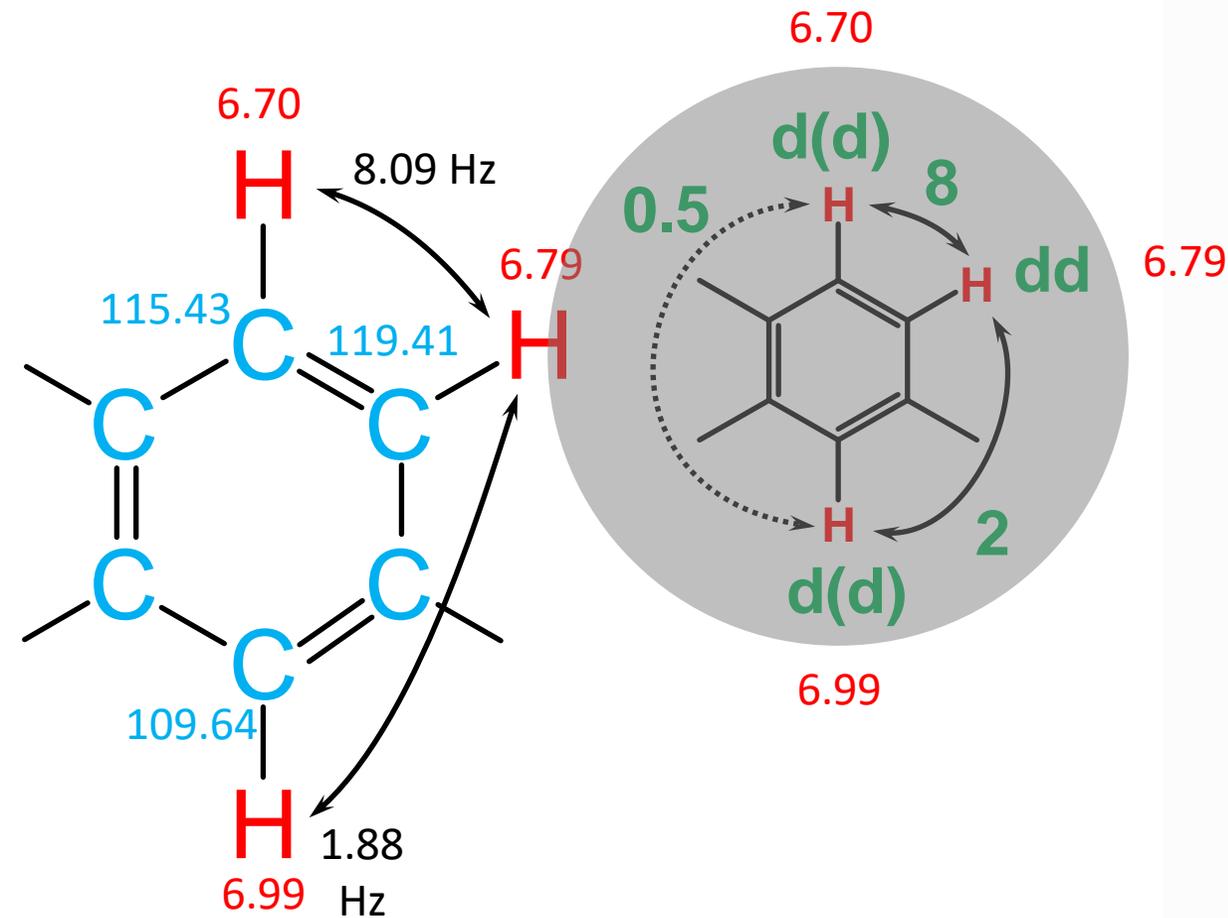
Die Daten passen auf die rechte Struktur.



Phenyling

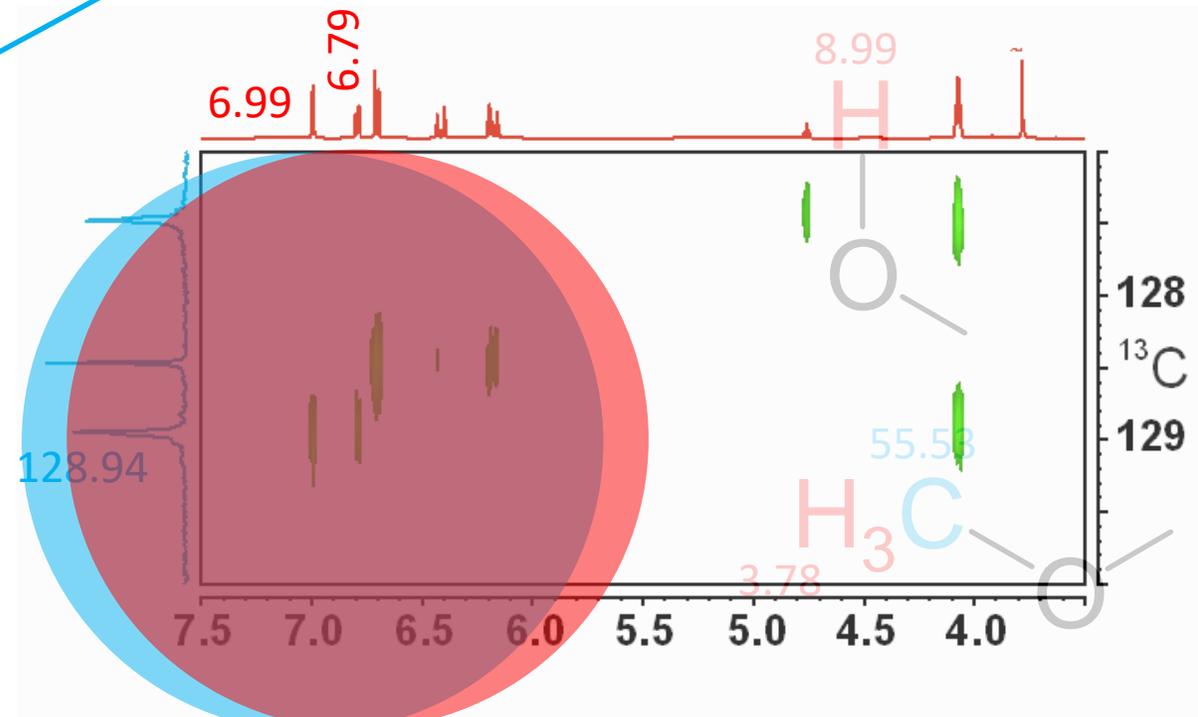
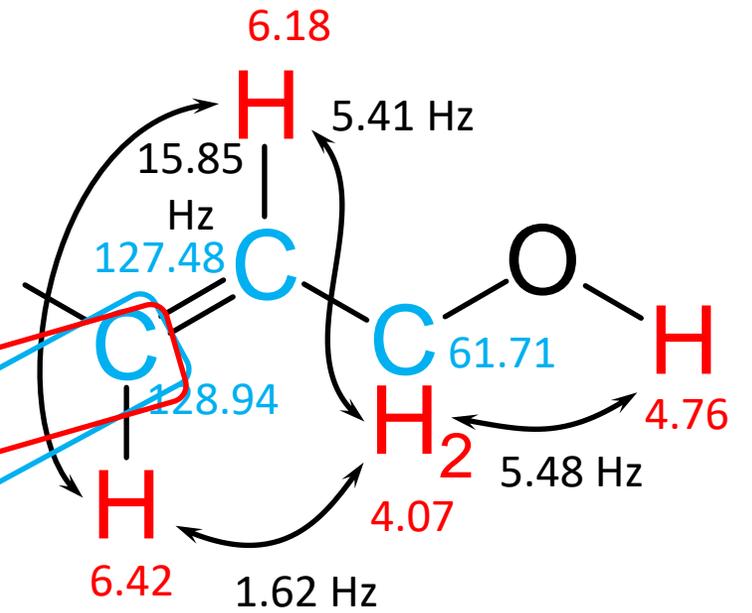
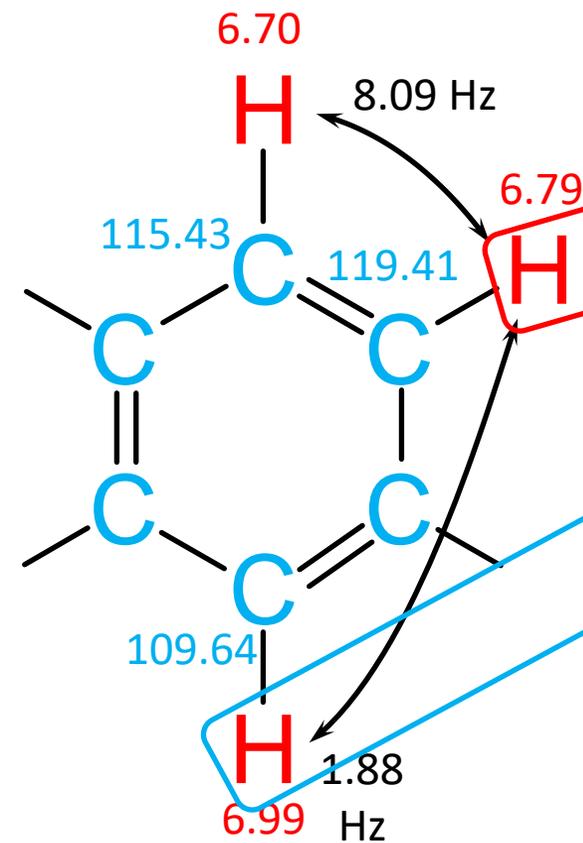
Multiplettstruktur der drei Signalgruppen

Aus dem Baukasten mit den Strukturfragmenten können wir jetzt die 6 Fragmente mit sp^2 hybridisierten C-Atomen entsprechend dem Muster zusammenfügen.



Verknüpfung der Teilstrukturen

Das HMBC enthält zwei Kreuzpeaks, mit deren Hilfe sich die beiden großen Teilfragmente verknüpfen lassen.

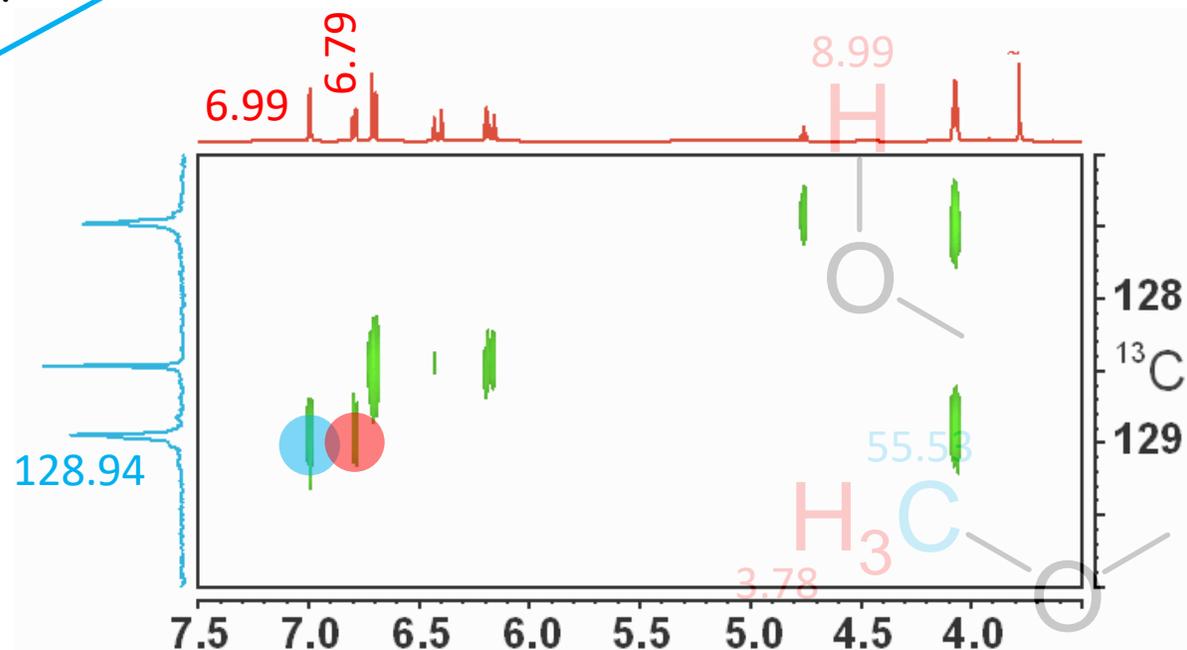
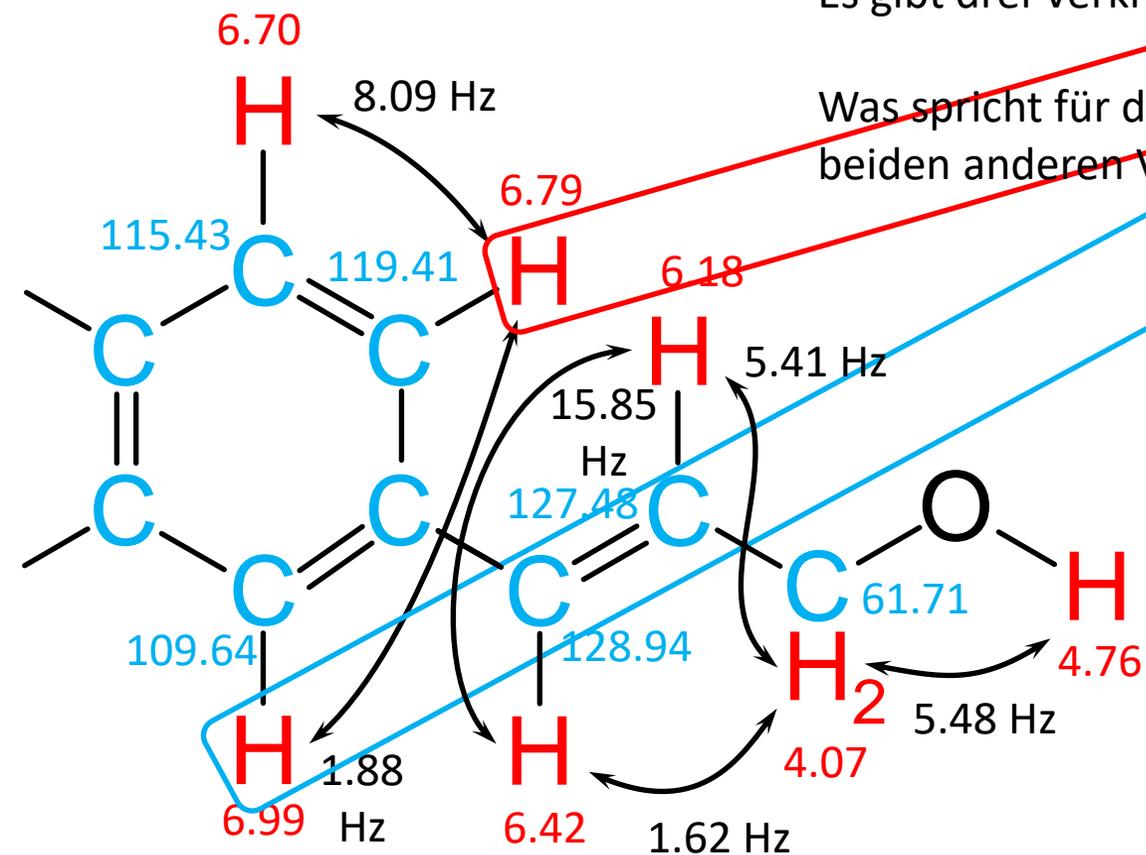
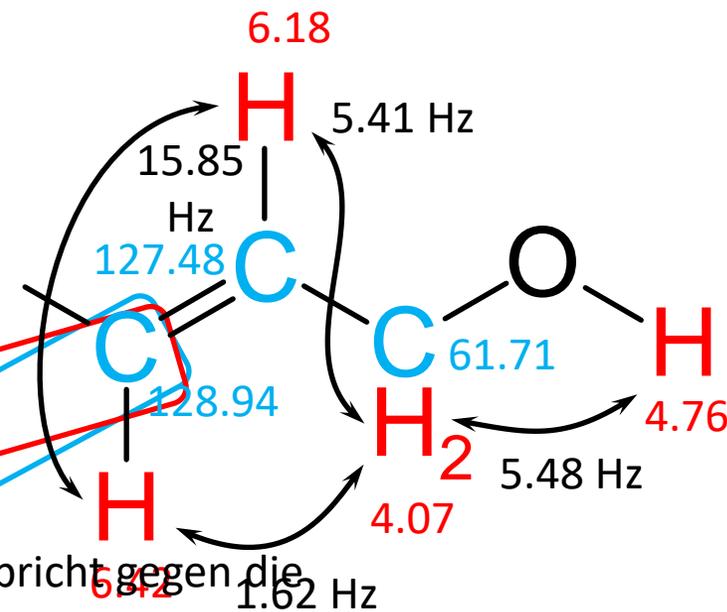


Verknüpfung der Teilstrukturen

Das HMBC enthält wie Kreuzpeaks, mit deren Hilfe sich die beiden großen Teilfragmente verknüpfen lassen.

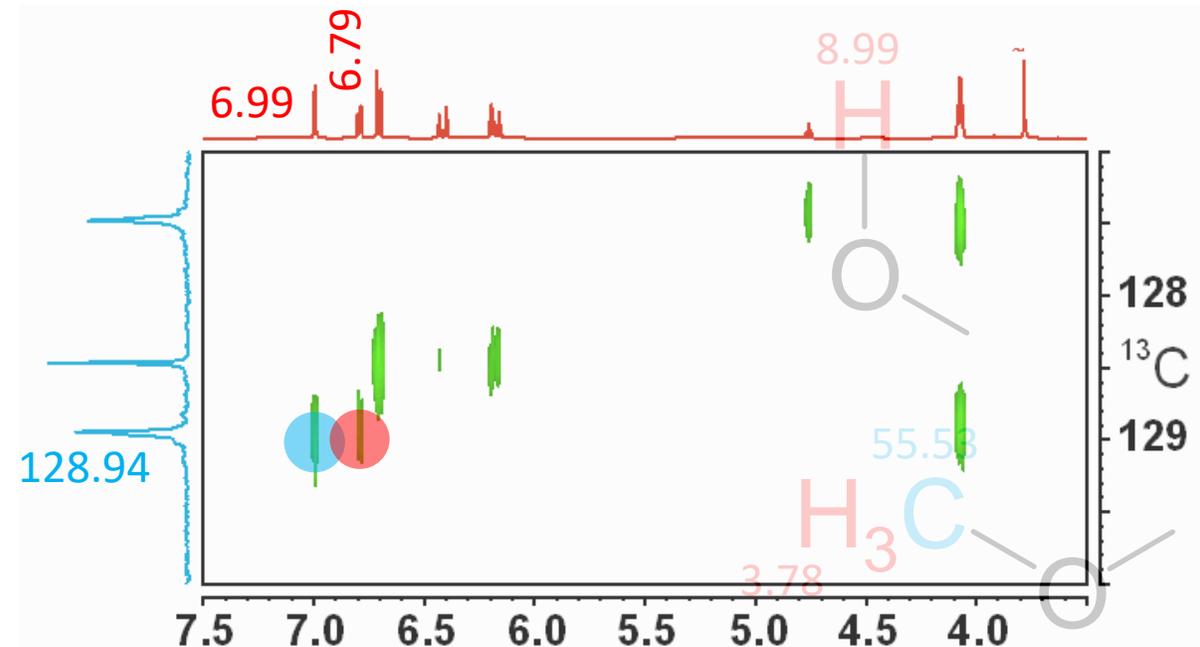
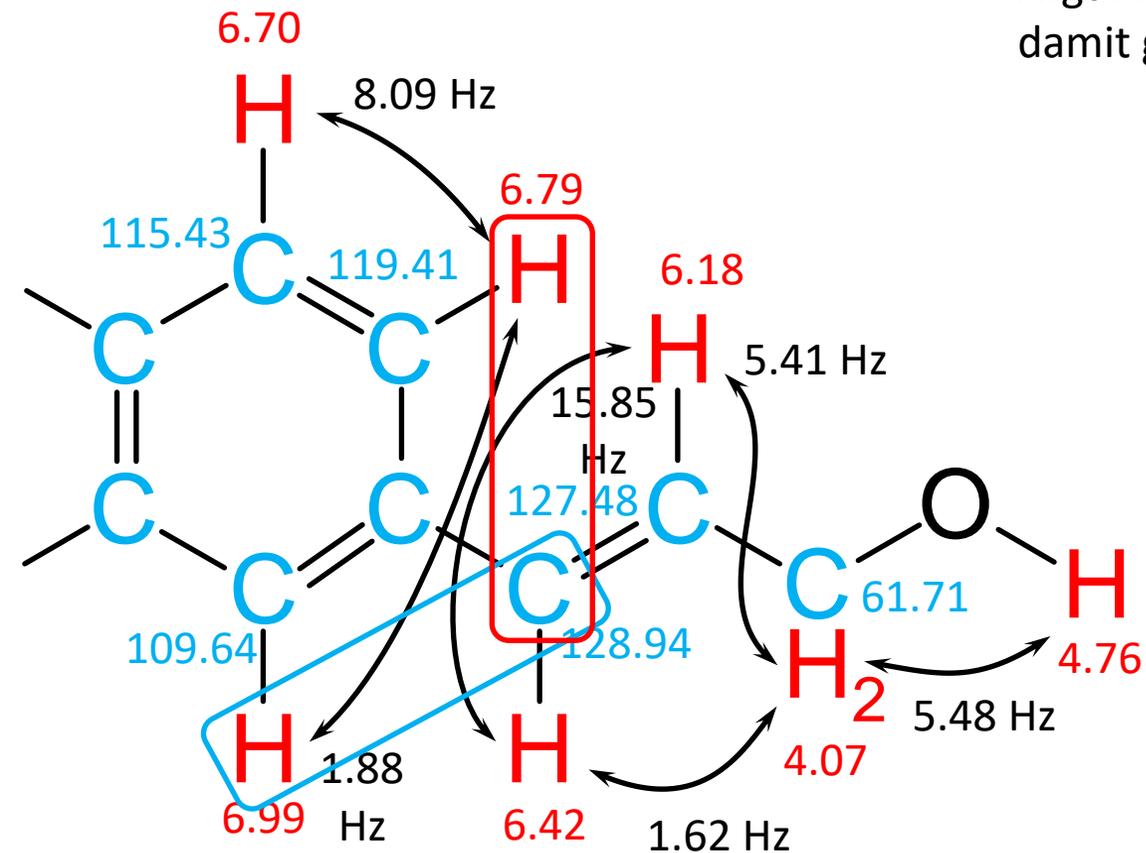
Es gibt drei Verknüpfungsmöglichkeiten.

Was spricht für die hier dargestellte und was spricht gegen die beiden anderen Varianten?



Verknüpfung der Teilstrukturen

Ausgehend vom C-Atom mit der chemischen Verschiebung von 128.94 ppm sind die Protonen mit den chemischen Verschiebungen von 6.79 ppm und 6.99 ppm jeweils drei Bindungen entfernt, zudem ist in beiden Fällen die Geometrie des Kopplungsweges identisch. Beide Argumente sprechen für eine nahezu identische Transferfunktion und damit gleich intensive Kreuzpeaks.

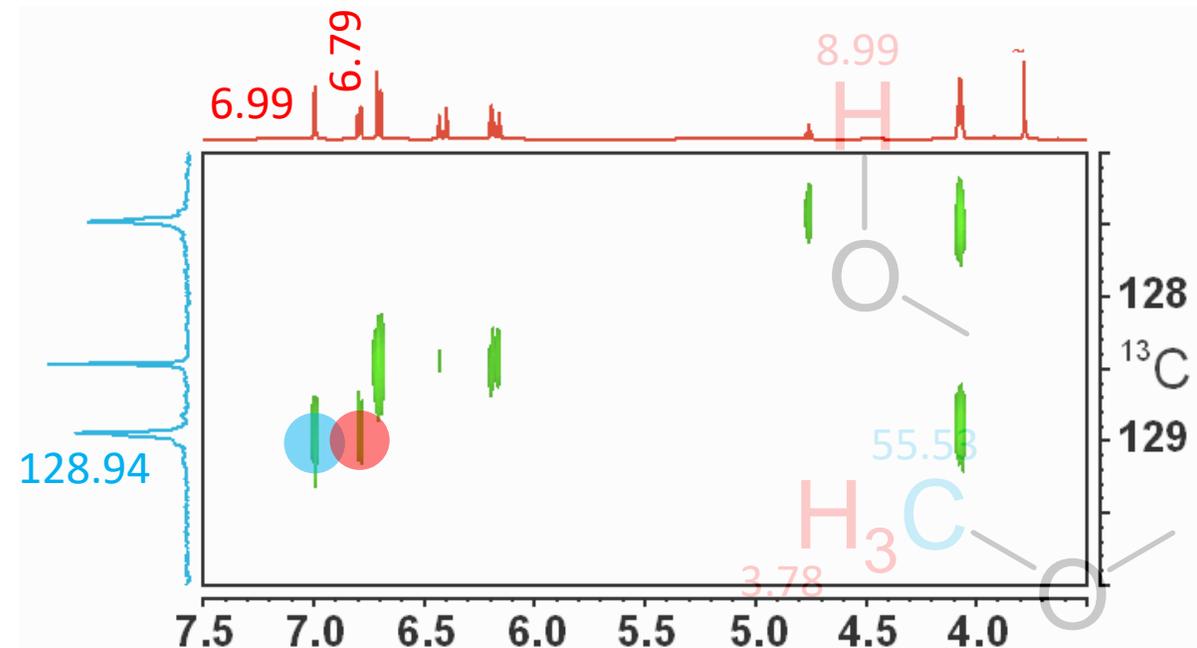
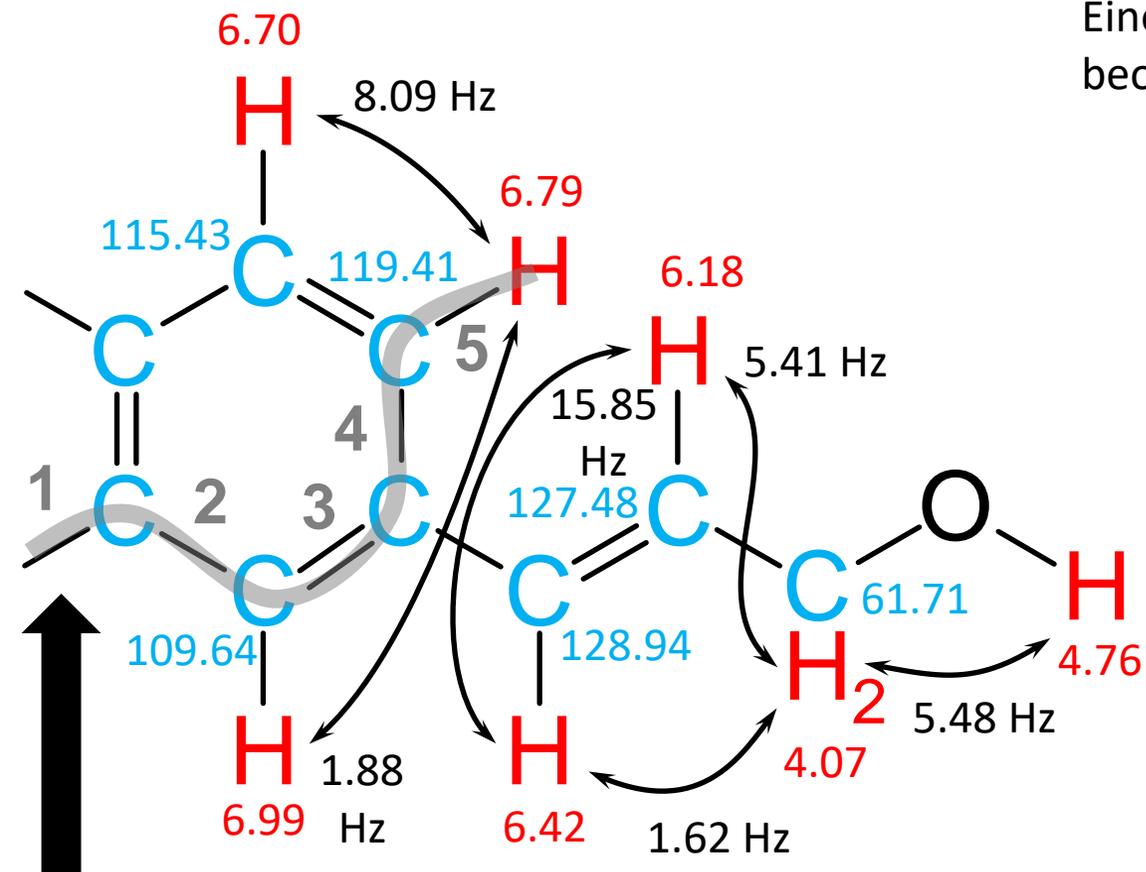


Verknüpfung der Teilstrukturen

Ausschluss von Verknüpfungsalternativen

Bei Verknüpfung mit diesem C-Atom wären es von dem C-Atom mit der chemischen Verschiebung von 128.94 ppm bis zum Proton mit der chemischen Verschiebung von 6.79 ppm fünf Bindungen.

Eine solche weitreichende HMBC-Korrelation ist extrem selten zu beobachten.



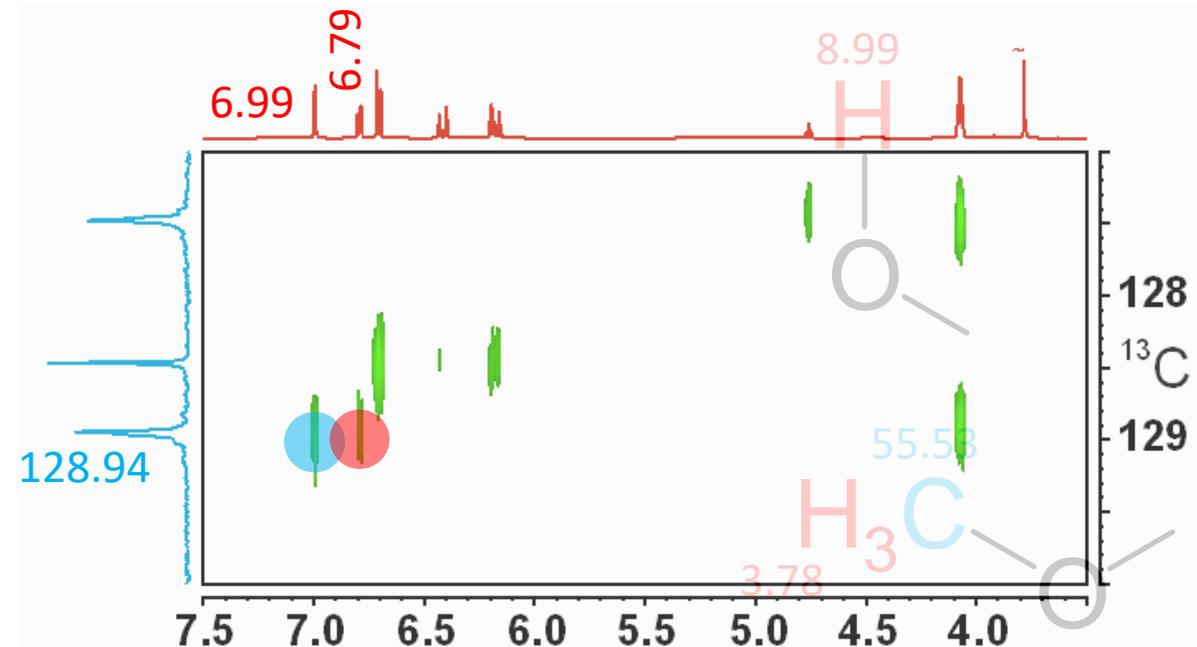
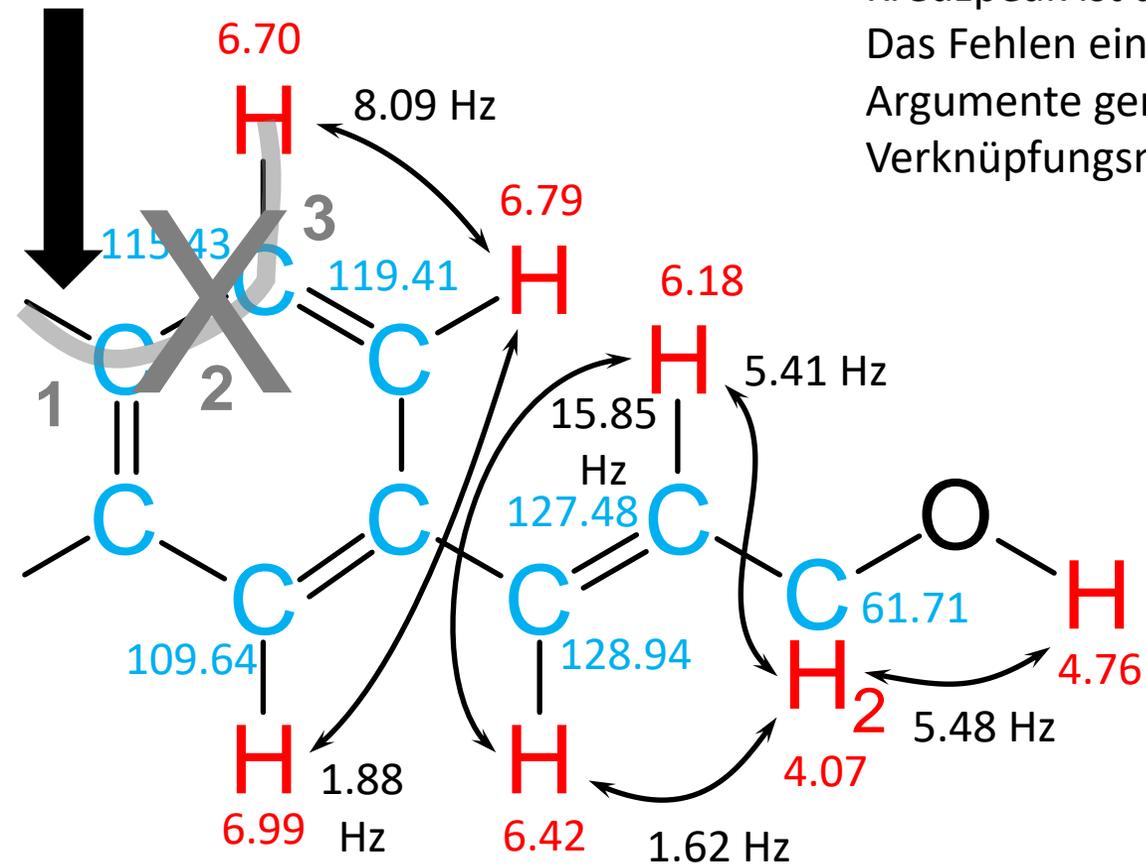
Verknüpfung der Teilstrukturen

Ausschluss von Verknüpfungsalternativen

Bei Verknüpfung mit diesem C-Atom wären es von dem C-Atom mit der chemischen Verschiebung von **128.94 ppm** bis zum Proton mit der chemischen Verschiebung von **6.99 ppm** vier Bindungen. Eine solche 4-Bindungskorrelation kann durchaus beobachtet werden.

Andererseits betrüge der Abstand zwischen dem genannten C-Atom und dem Proton mit der chemischen Verschiebung von **6.70 ppm** nur drei Bindungen. Ein Kreuzpeak ist aber nicht sichtbar.

Das Fehlen eines Kreuzpeaks im HMBC ist kein Beweis, aber beide genannten Argumente gemeinsam sprechen mit sehr hoher Wahrscheinlichkeit gegen diese Verknüpfungsmöglichkeit.



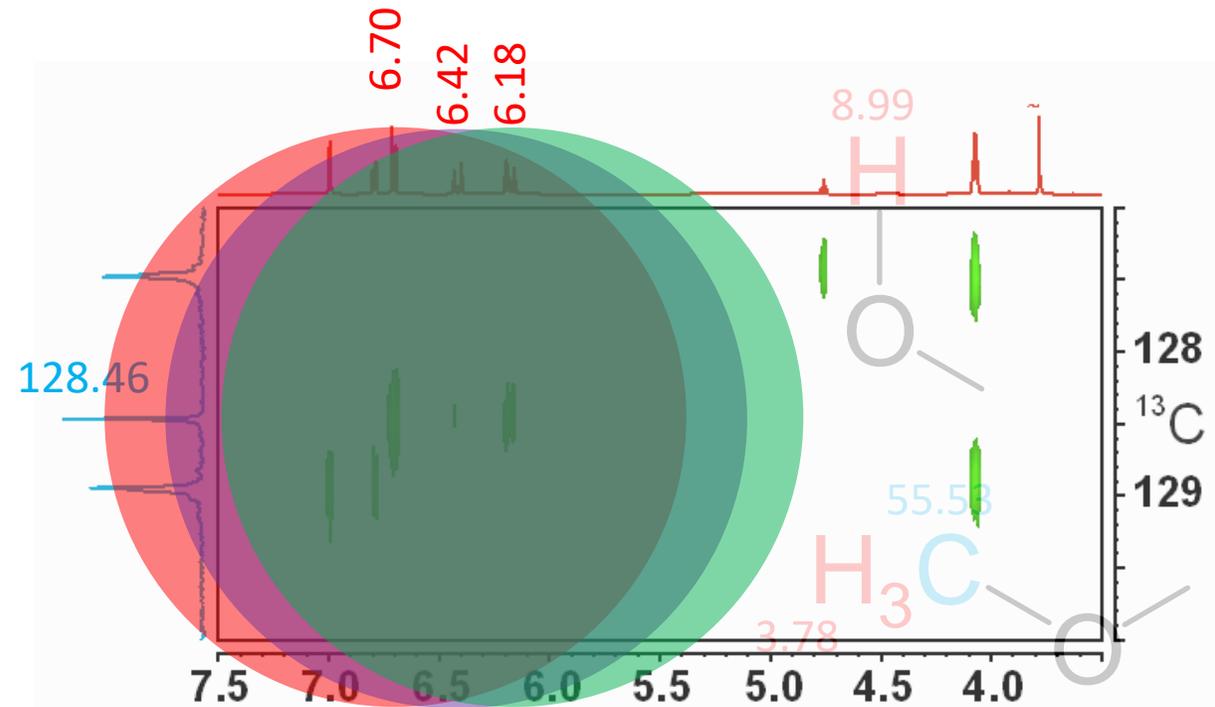
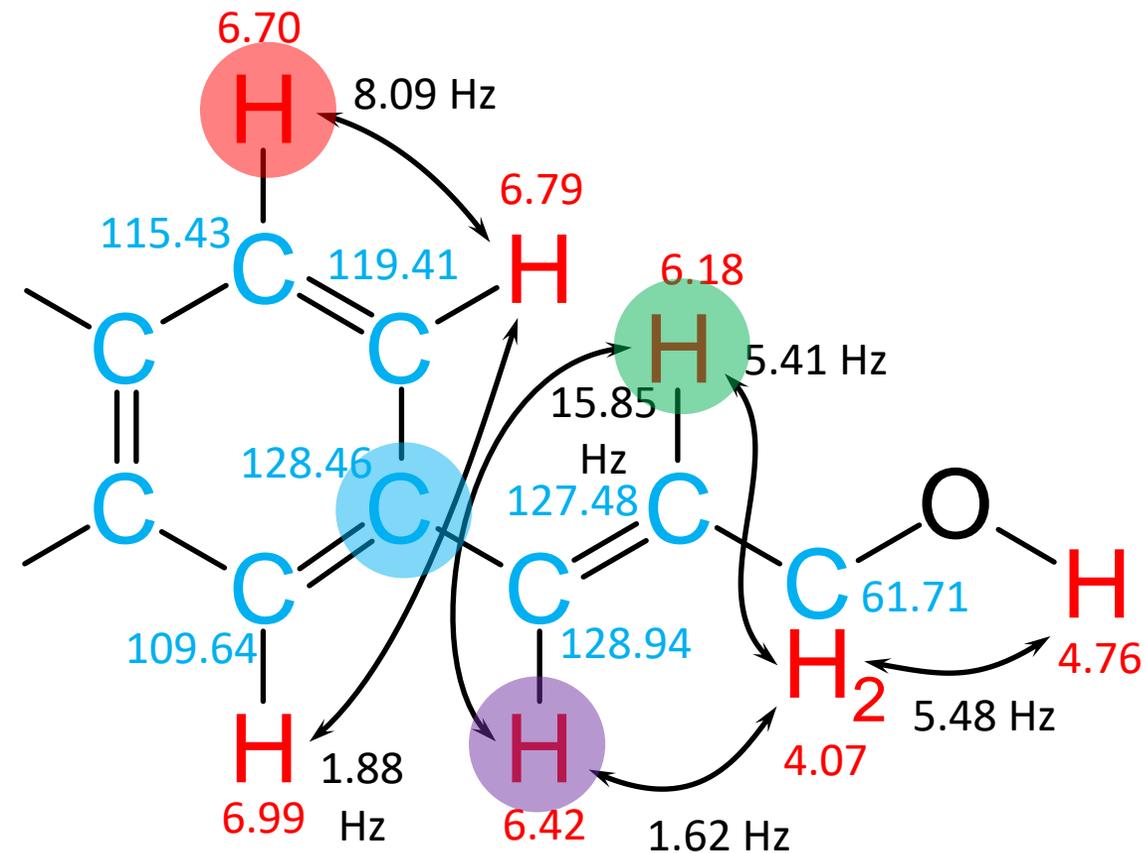
Verknüpfung der Teilstrukturen

Zuordnung eines quartären C-Atoms

Die Zusammenstellung der Bausteine beinhaltet drei quartäre =C- Fragmente mit chemischen Verschiebungen von 128.46, 146.13 und 147.69 ppm. Sehen wir uns das Signal bei 128.46 ppm im HMBC an.

Wir beobachten zwei intensive und einen schwachen Kreuzpeak zu diesem Kohlenstoffatom.

Für das quartäre C-Atom bei 128.46 ppm kommt nur eine Position in Frage.



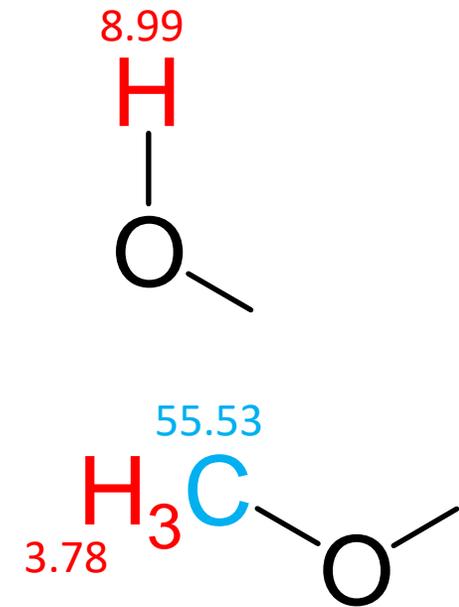
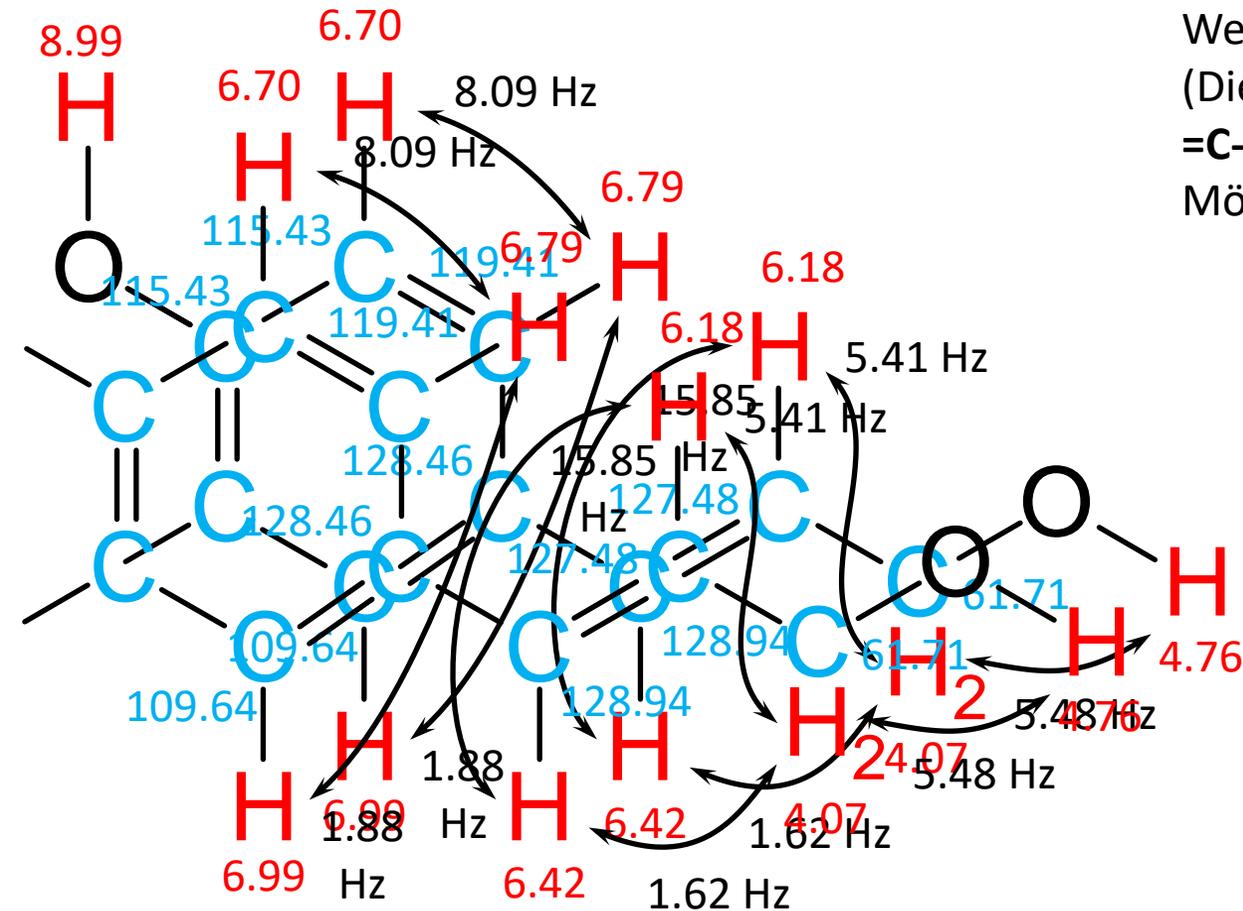
OH-Gruppe

Für die OH-Gruppe gibt es nur zwei Verknüpfungsmöglichkeiten.

Probieren wir einfach eine davon aus.

Welche Verknüpfungen sehen wir im HMBC?

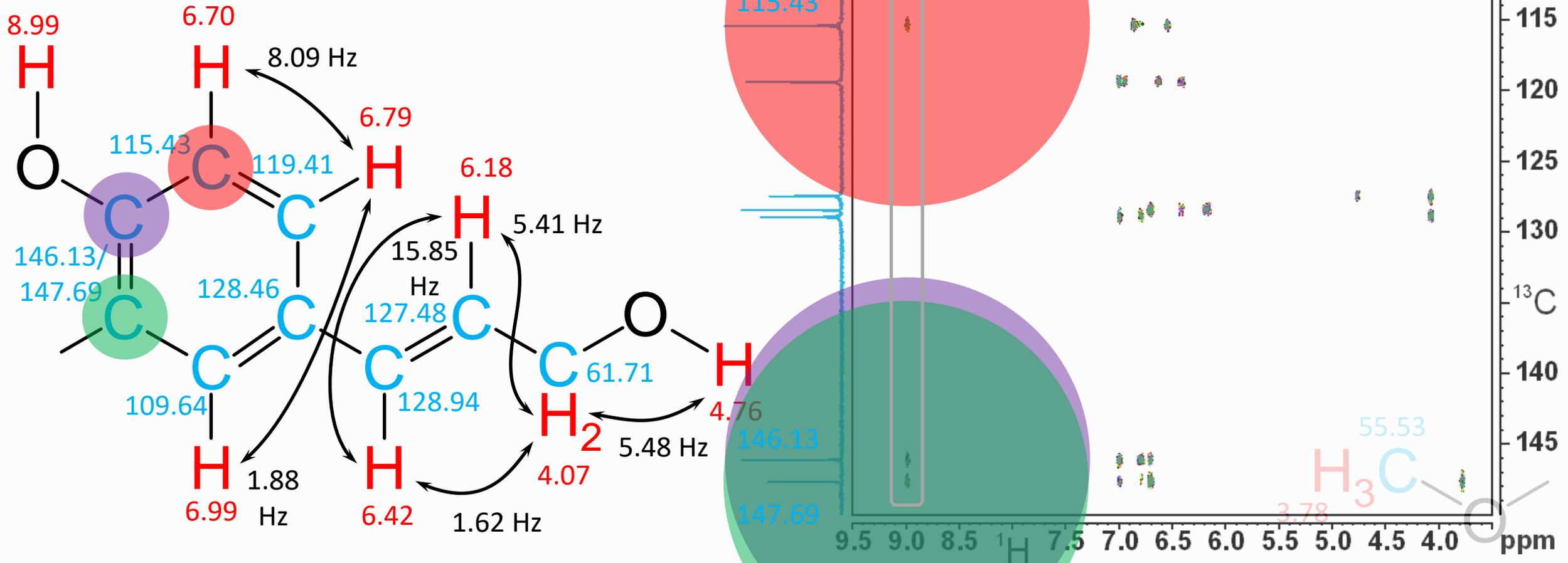
(Die Zuordnung der beiden verbleibenden quartären =C- Atome ist noch nicht sicher, es gibt aber nur zwei Möglichkeiten.)



OH-Gruppe

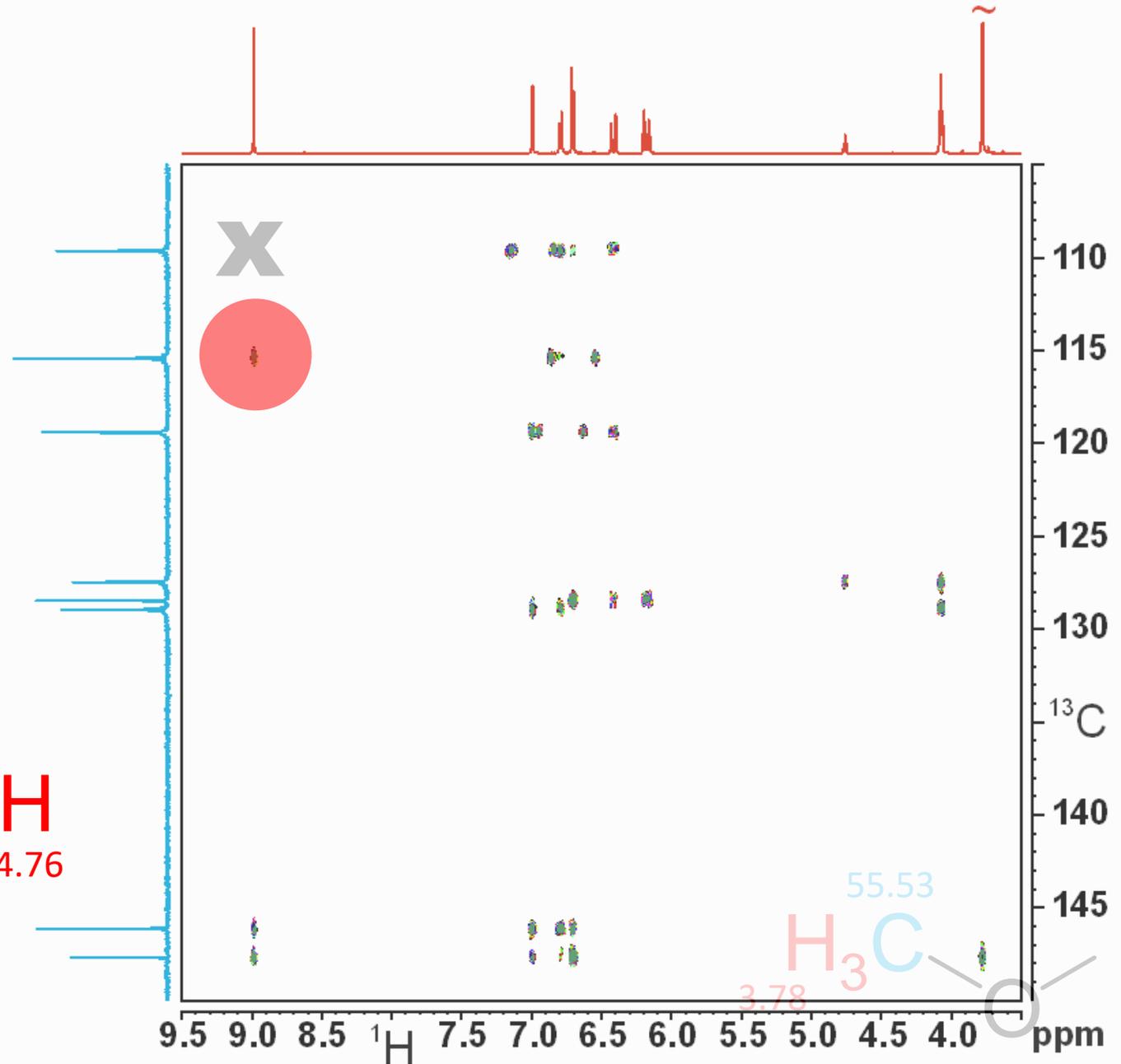
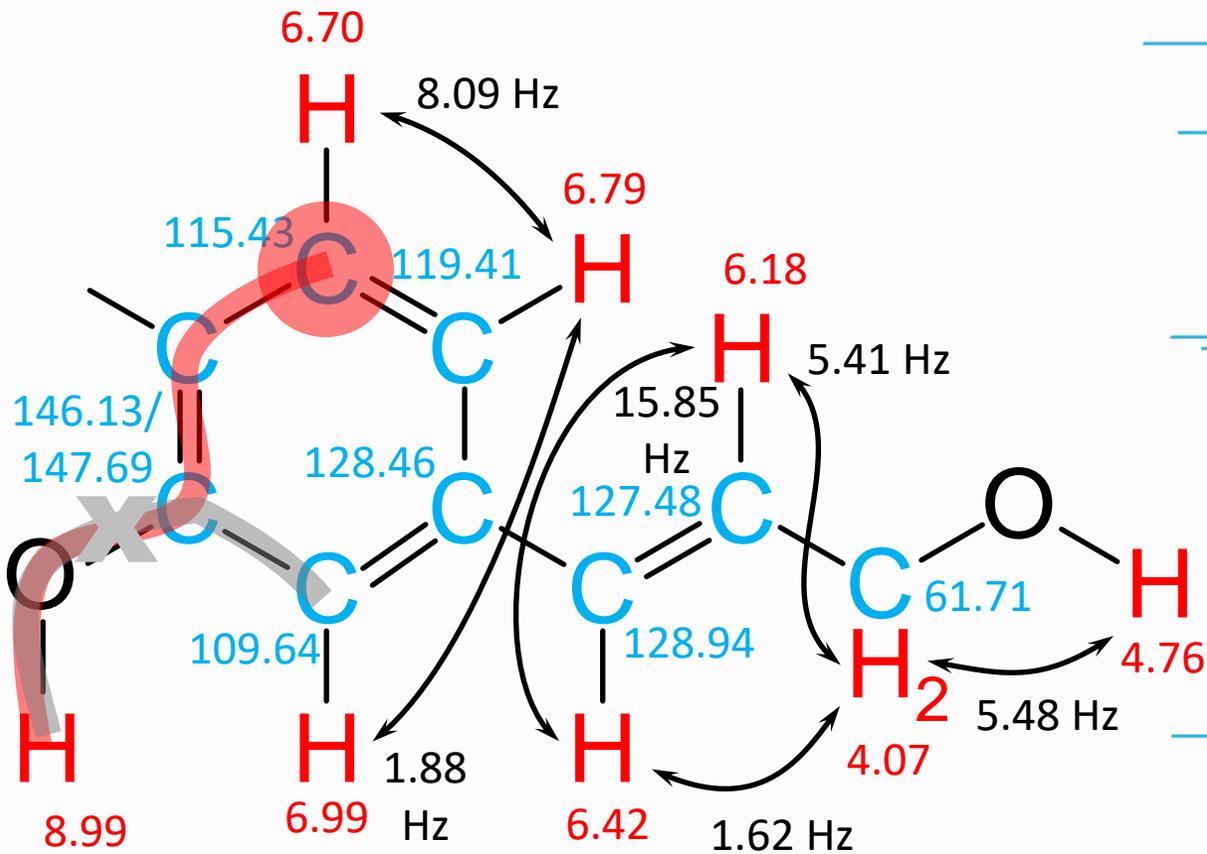
Ausgehend von dem Signal der OH-Gruppe bei 8.99 ppm gibt es im HMBC drei Kreuzpeaks.

Die Kopplungspartner sind maximal drei Bindungen entfernt, egal, wie die Zuordnung bei 146.13/147.69 ppm aussieht.



OH-Gruppe

Die alternative Position der OH-Gruppe würde eine Vierbindungskorrelation bedeuten, während andererseits eine Nachbarschaft über drei Bindungen nicht im HMBC auftaucht.

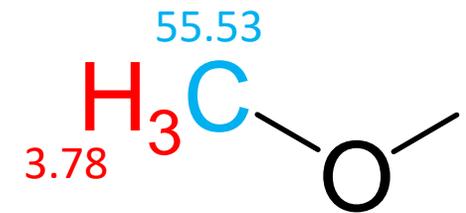
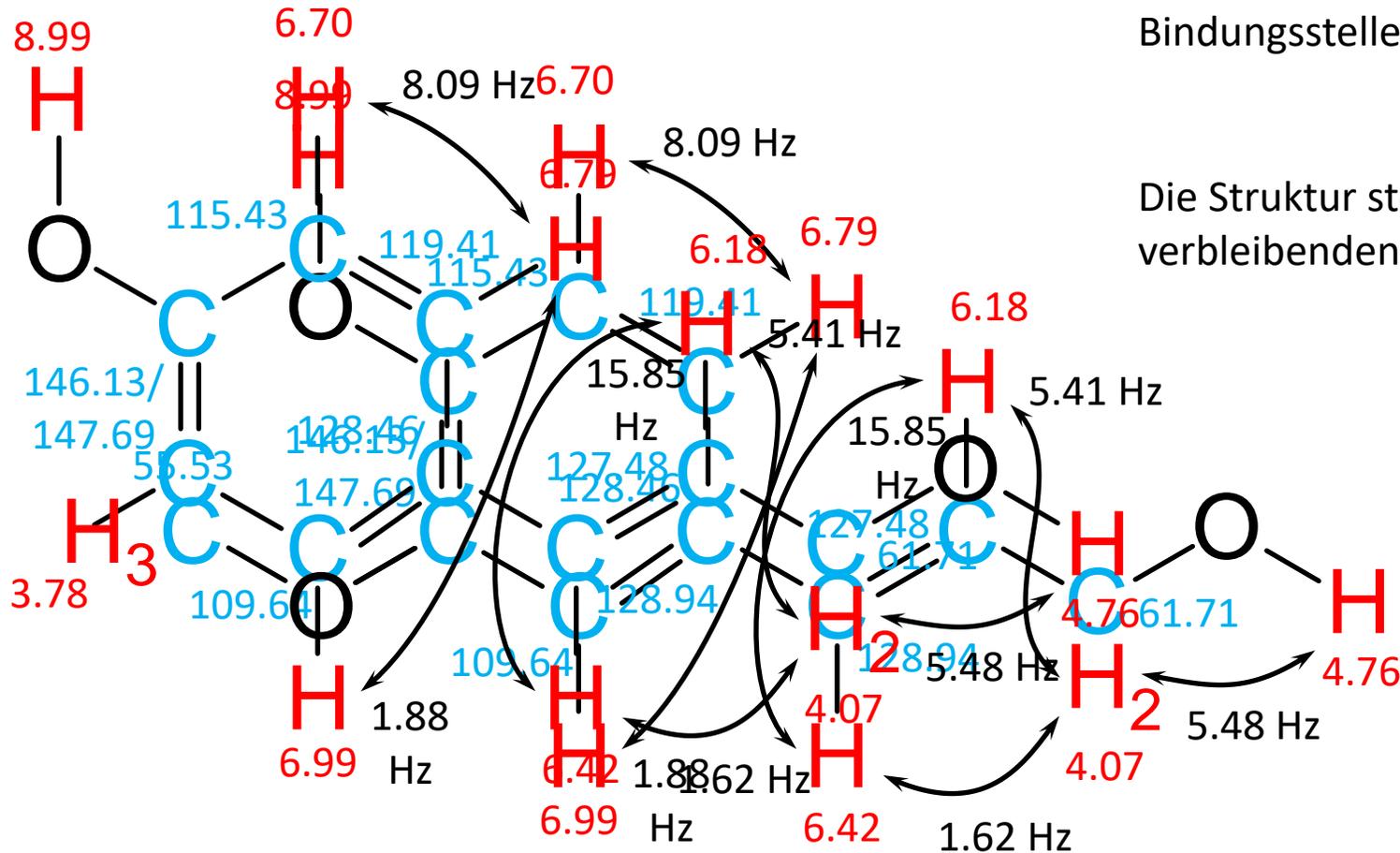


Finale Struktur

Kehren wir zurück zur ersten Möglichkeit, die OH-Gruppe einzufügen.

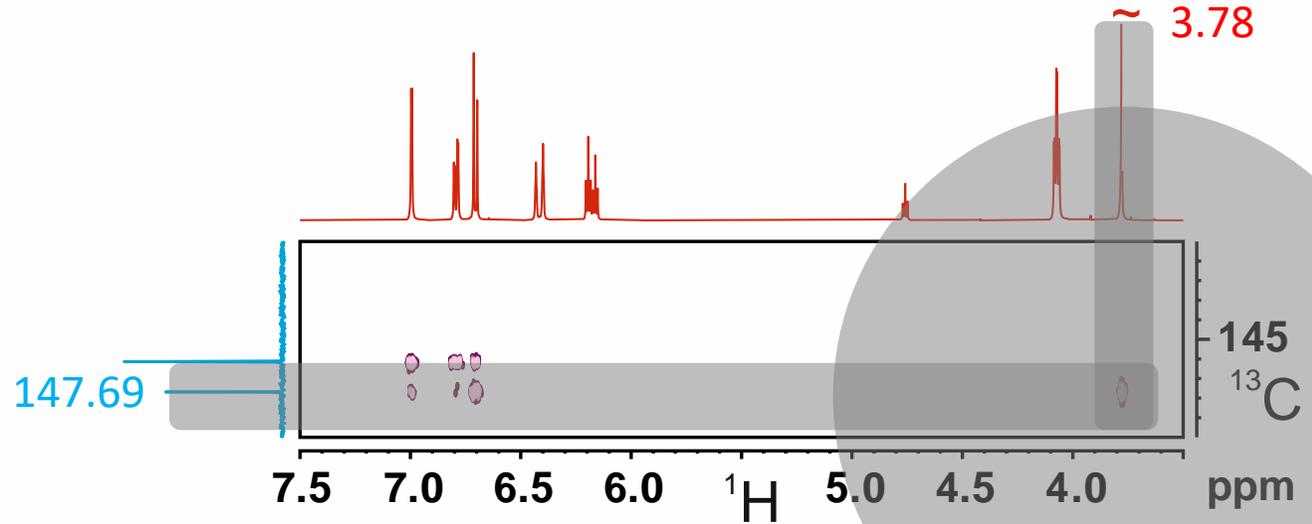
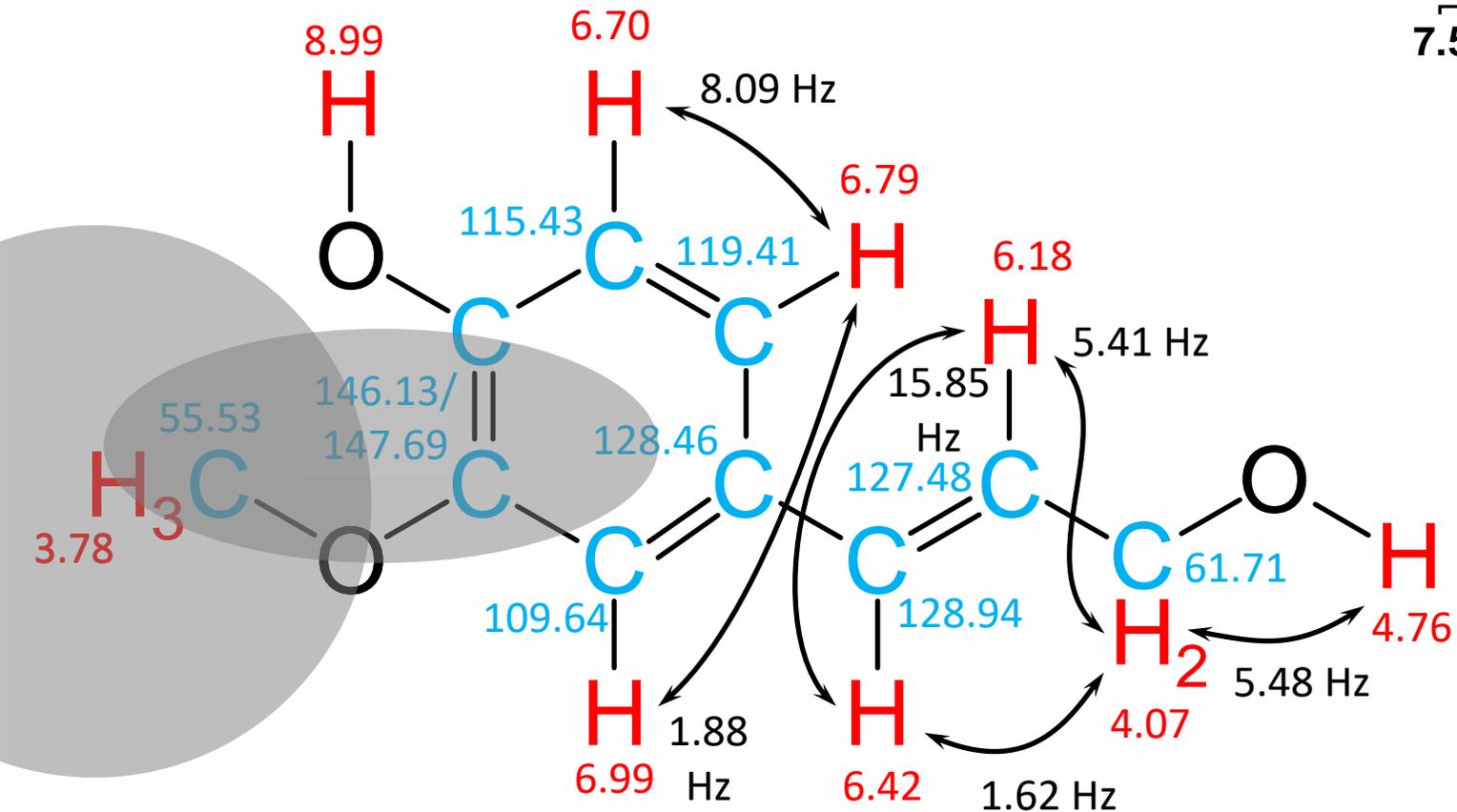
Jetzt bleibt für die Methoxygruppe nur eine einzige Bindungsstelle offen.

Die Struktur steht fest, versuchen wir die zwei verbleibenden quartären C-Atome zuzuordnen.



Finale Struktur

Zuordnung der letzten quartären C-Atome

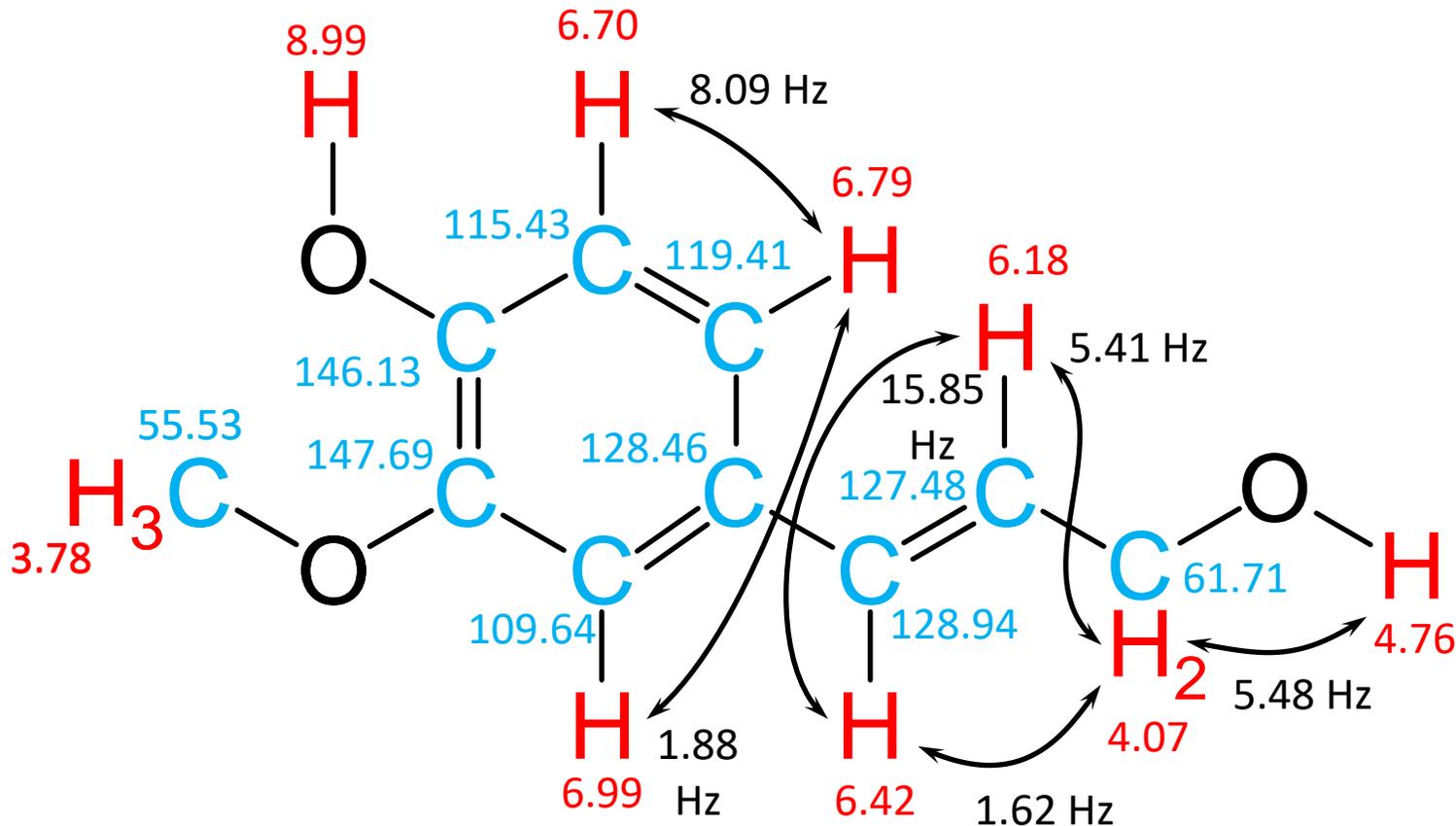


Der Kreuzpeak ist zwanglos zu erklären, wenn sich das Kohlenstoffatom mit der chemischen Verschiebung von 147.69 ppm neben der Methoxygruppe befindet.

Befände sich der Kohlenstoff mit der chemischen Verschiebung von 147.69 ppm neben der OH-Gruppe, entspräche obiger Kreuzpeak einer Vierbindungskorrelation. Andererseits wären es drei Bindungen von C(146.13 ppm) zu H(3.78 ppm). Ein entsprechender Kreuzpeak fehlt aber.

Finale Struktur

Aber da war doch noch etwas ...



Anmerkung:

Aus den genannten Daten kann die Struktur mit sehr hoher Wahrscheinlichkeit (> 99,99%), aber nicht mit 100%iger Sicherheit abgeleitet werden.

Für eine absolut sichere Struktur wäre beispielsweise noch eine NOESY nötig.

Die beiden quartären C-Atome bei 146.13 ppm und 147.69 ppm können nur über ¹³C-¹³C-Kopplungen absolut zweifelsfrei zugeordnet werden.

Alternativ kommen natürlich auch andere Informationen in Frage, beispielsweise die Kenntnis des Syntheseweges.

Fehlerhafte Integrale

Das Integral des Protonensignals bei **4.76 ppm** war um den Faktor 4 und das Integral der OH-Gruppe bei **8.99 ppm** immerhin um etwa 25% zu klein.

Des Rätsels Lösung steht versteckt auf Seite 2 der Aufgabenstellung: „ ... **mit Vorsättigung** ...“

Vorsättigung wird zur Unterdrückung des Wassersignals bei **4.75 ppm** eingesetzt und löscht damit ein dicht benachbartes Signal bei **4.76 ppm** ebenfalls nahezu aus. Durch chemischen Austausch wird von der Vorsättigung auch indirekt die zweite OH-Gruppe bei **8.99 ppm** beeinflusst.

Aber wozu soll Vorsättigung bei einer in DMSO gemessenen Probe gut sein? Zumal das Wassersignal in DMSO bei ca. 3.3 ppm liegt und eine Vorsättigung bei 4.75 ppm gar nicht passen würde.

Die Daten dieser interessanten Substanz wurden freundlicherweise von einem Labor bereitgestellt, das auf wässrige Proben spezialisiert ist. Um dort Proben mit einer Konzentration von ca. 2 mMol in Wasser mit einer Konzentration von über 100 Mol an Protonen zu messen, sind spezielle Techniken nötig.

Offenbar wurden diese Techniken hier versehentlich angewendet. Das stört auch nicht weiter, wenn nicht ausgerechnet ein Probensignal bei ca. 4.75 ppm zu finden ist. Nachträglich können solche nicht ganz passenden Messbedingungen nicht mehr korrigiert werden.

Beiträge

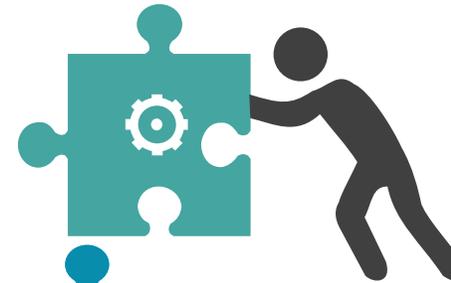
Spektrometerzeit

University of Wisconsin-Madison
(BioMagResBank)



Messungen

Francisca Jofre,
Mark E. Anderson,
John L. Markley



Diskussionen



Alan Kenwright

Zusammenstellung



Rainer Haeßner

[Weitere Beispiele ...](#)