

## I. Vorgehen bei der Interpretation von NMR-Spektren - Validierung bei vorhandenem Strukturvorschlag

1. Ergebnis der hochaufgelösten Massenspektrometrie (**HRMS**) mit gegebener Summenformel abgleichen.
2. Erstellen einer H,C-Korrelationsmatrix (**HSQC & HMBC, <sup>1</sup>H**)
  - **Anzahl** erwarteter **<sup>13</sup>C-Signale** abschätzen (Symmetrie!), C's von tiefer zu hoher Frequenz **nummerieren** und in Tabelle eintragen.
  - **Chemische Verschiebungen <sup>13</sup>C** (aus HSQC & HMBC und evtl. <sup>13</sup>C) nach aufsteigender Frequenz eintragen (sp<sup>2</sup>, sp<sup>3</sup>, etc. in Spalte angeben), so weit möglich Nummerierung von Struktur
  - **Anzahl** (Integrale aus <sup>1</sup>H) und **chemische Verschiebung** von **<sup>1</sup>H-Signalen** in entsprechende Tabellenzeilen eintragen
  - „**Multiplizitäten**“ aus dem editierten HSQC (CH<sub>3</sub>/CH ↑, CH<sub>2</sub> ↓) und HMBC/<sup>13</sup>C (C<sub>q</sub>) eintragen, <sup>1</sup>J<sub>CH</sub>-Korrelationen nach Phase mit (+)/(-) markieren, **H-Signale** wie entsprechende C-Signale **nummerieren**, Nummerierung von Strukturvorschlag vervollständigen
  - **<sup>1</sup>H-Multipletts** aus (indirekter) <sup>2,3</sup>J<sub>HH</sub>-Kopplung (in <sup>1</sup>H) auswerten und eintragen, **Spinsysteme** abschätzen und in Struktur angeben
  - **H,C-Gerüst-Korrelationen** (<sup>2,3</sup>J<sub>HC</sub>) aus HMBC-Spektrum eintragen (Anzahl Bindungen angeben) und relevante Kopplungen in Strukturvorschlag einzeichnen. Faustregel: sp<sup>2</sup>-Kohlenstoffe (aromatisch...) vor allem <sup>3</sup>J<sub>CH</sub>, sp<sup>3</sup>-Kohlenstoffe <sup>2</sup>J<sub>CH</sub> und <sup>3</sup>J<sub>CH</sub>. <sup>1</sup>J<sub>CH</sub> nur als Dubletts in <sup>1</sup>H-Dimension (wenn trotz Kopplungsfilter sichtbar)
3. Erstellen einer H,H-Korrelationsmatrix (**COSY, NOESY**)
  - Übertrag von H-Nummerierung auf H,H-Korrelationsmatrix, auf <sup>1</sup>H-Frequenzreihenfolge achten (!). <sup>13</sup>C-Multiplizitäten angeben
  - **H,H-Gerüst-Korrelationen** (<sup>2,3</sup>J<sub>HH</sub>, seltener long range ≥ <sup>4</sup>J<sub>HH</sub>) aus COSY eintragen und in Struktur einzeichnen, ist **Bestätigung der Spinsysteme** aus <sup>1</sup>H möglich?
  - **Räumliche Wechselwirkung** durch NOE aus NOESY-Korrelationen eintragen und mit Strukturvorschlag überprüfen. Relevante NOE-Kontakte in Struktur einzeichnen
4. Bilanz: Bestätigte Fragmente/Strukturbausteine, Spinsysteme (Argumentation mit <sup>1</sup>H-Spinsystem, wenn Kopplungen in Hz angegeben) und Korrelationen (Widersprüche?).

## II. Vorgehen bei der Interpretation von NMR-Spektren - Strukturaufklärung bei fehlendem Strukturvorschlag

1. Wenn keine Struktur bekannt ist, mit gegebener Summenformel (**HRMS**) die Anzahl von DBÄ berechnen (Ringzahl). Dabei gilt für eine Verbindung, die 1-6wertige Elemente enthalten kann, die *generelle Formel* zur Bestimmung der Ringzahl:

$$RZ = \frac{\sum_0^i n(W_i - 2) + 2}{2}$$

2. Erstellen einer H,C-Korrelationsmatrix (**HSQC, HMBC, <sup>1</sup>H**):

**Anzahl** unterschiedlicher Kohlenstoffsignale (Symmetrie!), **chemische Verschiebung** (sp<sup>2</sup>, sp<sup>3</sup>, Substituenten etc.), „**Multiplizitäten**“, d.h. CH<sub>3</sub>/CH ↑, CH<sub>2</sub> ↓, quartäre in HMBC. **Anzahl** (Integrale aus <sup>1</sup>H) und **chemische Verschiebung** (aus <sup>1</sup>H) von **<sup>1</sup>H-Signalen**. **<sup>1</sup>H-Multipletts** durch skalare (indirekte) <sup>2,3</sup>J<sub>HH</sub>-Kopplung. **H,C-Gerüst-Korrelationen** (<sup>2,3</sup>J<sub>HC</sub>) aus HMBC-Spektrum

3. Erstellen einer H,H-Korrelationsmatrix (**COSY, NOESY**):

**H,H-Gerüst-Korrelationen** (<sup>2,3</sup>J<sub>HH</sub>, seltener long range ≥ <sup>4</sup>J<sub>HH</sub>) aus COSY, **NOE** aus NOESY-Korrelationen.

4. Zwischenbilanz, gefundene Fragmente/Strukturbausteine. Mit DBÄ abgleichen.

5. „Zusammensetzen“ des Moleküls, Begründung der Verknüpfung mit einem Satz pro Argument.