

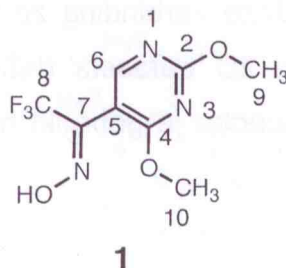
Tentamen
Structuuranalyse
16 april 2012 (9.00 – 12.00)

Beschikbare tijd: 3 uur

(Voor alle opgaven geldt: Een antwoord zonder toelichting = 0 punten)

Opgave 1. (12 punten)

Ken het ^{13}C spectrum (100 MHz) van verbinding **1** (**Bijlage 1**) zo volledig mogelijk toe. (6 punten). Bepaal, aan de hand van het gegeven spectrum, de waarde van de volgende koppelingsconstanten: $^1J_{\text{CF}}$, $^2J_{\text{CF}}$, $^3J_{\text{CF}}$ (6 punten).



Opgave 2 (35 punten)

De spectroscopische gegevens in **Bijlage 2** zijn van een onbekende verbinding (2).

a. Geef een mogelijke structuur van verbinding **2** die overeenkomt met de spectroscopische gegevens in **Bijlage 2**. Licht je antwoord toe. (25 punten).

Let op het gegeven dat het brede signaal bij ca. 5.4 ppm in ^1H NMR met D_2O uitwisselt.

b. Het proton bij 6.45 ppm werd "ingestraald" met radiogolven met de resonantiefrequentie van dit proton. Een NOE-effect werd waargenomen voor de signalen bij 3.4 ppm en 3.7 ppm.

Geef een verklaring voor de NOE-effecten (4 punten).

Geef nu de structuur van verbinding **2** rekening houdend met de waargenomen NOE-effecten. Licht je antwoord toe. (6 punten).

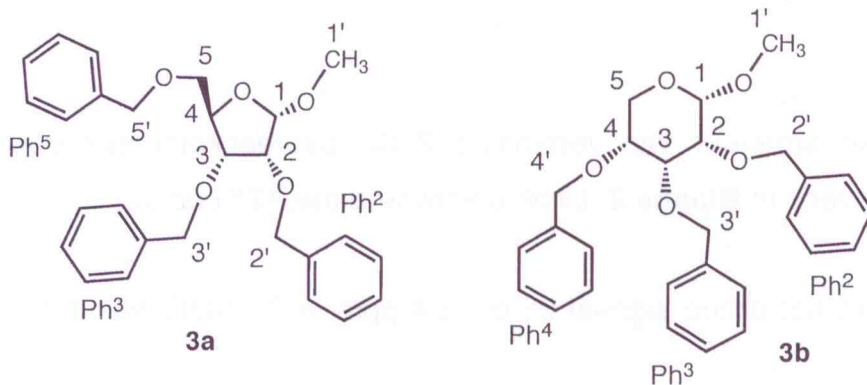
Opgave 3 (40 punten)

De NMR spectra (opgenomen in CDCl_3) in **Bijlage 3** zijn afkomstig van één van de isomeren van het beschermde suikerderivaat (**3a** of **3b**).

a. Ken de ^{13}C en ^1H -spectra van deze verbinding zo volledig mogelijk toe (12 punten). Maak daarbij gebruik van de 2D "datasets" (HSQC en H-H COSY)

Geef aan welke correlaties in 2D spectra je gebruikt hebt om de toekenning te verfijnen. (18 punten)

b. Bepaal aan de hand van de 2D NMR gegevens (**Bijlage 3**) welk stereoisomeer van **3** werd geanalyseerd (**3a** of **3b**). Geef een korte beschrijving van je werkwijze. (Je mag de 5- en de 6-ring als vlak zijnde beschouwen.) (10 punten).



Opgave 4 (15 punten).

$^1\text{H-NMR}$ (200 MHz) spectra van een monster van *N,N*-diethyl-meta-tolueenamide (**4**), opgelost in CDCl_3 , werden opgenomen bij verschillende temperaturen (**Bijlage 4**). Maak aan de hand van deze spectra de volgende opdrachten.

- Ken de spectra opgenomen bij 340 K en 250 K zo volledig mogelijk toe. Let op dat een deel van het spectrum is weggelaten. (6 punten)
- Welk proces is verantwoordelijk voor de veranderingen in het spectroscopisch gedrag van **4** bij verschillende temperaturen? (3 punten)
- Geef een schatting van de snelheidsconstante van dit proces. (6 punten)



¹³C NMR, APT, opgenomen in CDCl₃

(100 MHz)

Bijlage 1

