

Ecole RMN du GERM

Cargèse 2008

Analyse de spectres bi-dimensionnels

Corrigé des exercices

Attribution du spectre de RMN ^1H du peptide MNYYSNS enregistré à 500 MHz dans le DMSO- d_6 .

Système	A	B	C	D	E	F	G
Résidu	N	N	Y	S	Y	S	M

L'étape suivante consiste à lever les ambiguïtés entre les attributions des paires de systèmes (A, B), (C, E), et (D, F).

Attribution séquentielle.

Résidu	M ₁	N ₂	Y ₃	Y ₄	S ₅	N ₆	S ₇
Système	G	B	E	C	D	A	F

Table 4. Attribution des résonances du peptides MNYYSNS

Résidu	Noyau	δ (ppm)	Résidu	Noyau	δ (ppm)
M ₁ (G)	H _{α}	3,8	S ₅ (D)	H _N	8,05
	H _{β}	1,9		H _{α}	4,32
	H _{γ}	2,45		H _{β1}	3,65
	H _{ϵ}	2,0		H _{β2}	3,55
N ₂ (B)	H _N	8,6	N ₆ (A)	H _N	8,25
	H _{α}	4,6		H _{α}	4,65
	H _{β1}	2,65		H _{β1}	2,6
	H _{β2}	2,35		H _{β2}	2,4
	H _{δ1}	7,45		H _{δ1}	7,40
	H _{δ2}	7,00		H _{δ2}	6,98
Y ₃ (E)	H _N	8,1	S ₇ (F)	H _N	7,85
	H _{α}	4,3		H _{α}	4,25
	H _{β1}	2,82		H _{β1}	3,7
	H _{β2}	2,6		H _{β2}	3,65
	H _{δ}	6,95			
	H _{ϵ}	6,55			
	H _O	9,2			
Y ₄ (C)	H _N	8,1			
	H _{α}	4,45			
	H _{β1}	2,95			
	H _{β2}	2,7			
	H _{δ}	7,07			
	H _{ϵ}	6,6			
	H _O	9,2			

Attribution des résonances de la quinidine

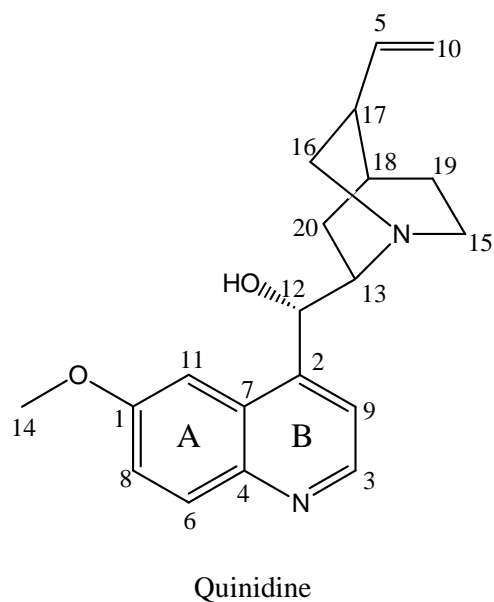


Tableau d'attribution

Carbone N°	type	attribution
1	Q	b
2	Q	h
3	CH	f
4	Q	e
5	CH	s
6	CH	d
7	Q	i
8	CH	c
9	CH	g
10	CH ₂	t
11	CH	j

12	CH	k
13	CH	l
14	CH ₃	a
15	CH ₂	n
16	CH ₂	q
17	CH	r
18	CH	p
19	CH ₂	o
20	CH ₂	m

Attribution des résonances de la catéchine

¹H

zone A : 2'

B : 5'

C : 6'

D, E : 6/8

F : 2

G : 3

H/I : H_{4a,b}

¹³C

22,7 ppm : CH₂

67,1 ppm : C₃

81,8 ppm : C₂

94,6/95,9 ppm : C₆ et C₈

99,8 ppm : C₁₀

115,3/115,9 : C_{2'} et C_{5'}

119,2 ppm : 6'

131,4 ppm : 1'

145,7 ppm : 3' et 4' (2 C_Q)

156,0 à 157,3 : C₅/C₇/C₉