

NMR-Spektroskopie und stereoselektive Synthese: vom Hundertsten ins Tausendste

Houben-Weyl. (Methods of Organic Chemistry) Vol. E 21 1–10, Stereoselective Synthesis. Workbench Edition. Herausgegeben von G. Helmchen, R. W. Hoffmann, J. Mulzer und E. Schaumann. Thieme, Stuttgart, 1996. 6304 S., Broschur 3600.00 DM. – ISBN 3-13-106123-3; Vol. E 21 a–e. Thieme, Stuttgart, 1995. a) 1168 S., geb. 2840.00 DM. – ISBN 3-13-219504-9; b) 1150 S., geb. 2340.00 DM. – ISBN 3-13-797904-8; c) 1078 S., geb. 2500.00 DM. – ISBN 3-13-798004-1; d) 1200 S., geb. 2770.00 DM. – ISBN 3-13-100114-3; e) 900 S., geb. 2100.00 DM. – ISBN 3-13-100124-0; f) 843 S., geb. 1600.00 DM. – ISBN 3-13-102794-0

Im Programm des Houben-Weyl ist nun die fünfbändige Serie "Stereoselective Synthesis" erschienen, die einen kompletten Überblick über dieses Gebiet der Organischen Chemie bietet. Fast alle Bereiche der stereoselektiven Synthese sind abgedeckt und werden von über 100 namhaften Autoren im Detail vorgestellt. Sowohl die Herausgeber als auch die Autoren haben sich sehr bemüht, ein wertvolles Nachschlagewerk für Chemiker, die auf dem Gebiet der stereoselektiven Synthese und Katalyse arbeiten, zusammenzustellen.

Die Kapitel sind hauptsächlich nach Bindungsbildung und -spaltung während der Reaktion gegliedert, was es dem Leser ermöglicht, sehr einfach spezielle Reak-

tionen – eher als Produkte – zu finden. Zusätzlich vereinfacht ein separater Index die Suche nach bestimmten Produkttypen. Insgesamt stellen diese sehr gut geschriebenen Bücher das ideale Nachschlagewerk für den Naturstoffchemiker dar, der hier gezielt Produkte sowie Reaktionstypen finden kann.

Nach einer hervorragenden Einführung in die Grundlagen der Stereochemie und in die stereoselektive Synthese – Nomenklatur, Enantiomerentrennung und Analyse eingeschlossen – folgen Kapitel über die stereoselektive Synthese von Verbindungen mit axialer Chiralität und über die Bildung chiraler Verbindungen durch Bindungsspaltung.

Im Anschluß daran beginnt das umfangreichste Kapitel (mehr als 2500 Seiten) über stereoselektive Synthese durch Bildung von C-C-Bindungen. Reaktionen von organometallischen Verbindungen, Enolaten, Additionen an Carbonyle und an C-C-Doppelbindungen sowie Allylsubstitutionsreaktionen. Radikalreaktionen und pericyclische Reaktionen nehmen hier den größten Raum ein. In den letzten zwei Bänden der Serie wird die stereoselektive Bildung von C-H-, C-Hal-, C-O-, C-S-, C-Se-, C-Te-, C-N-, C-P-, C-Si- und C-Sn-Bindungen beschrieben. Auch die Substrat-, Reagens- und Auxiliär-induzierte stereoselektive Synthese ist in den Kapiteln dieser anspruchsvollen Reihe zu finden. Enzymatische Methoden werden ebenfalls diskutiert, so daß das Werk einen vollständigen Überblick über die stereoselektive Synthese bietet.

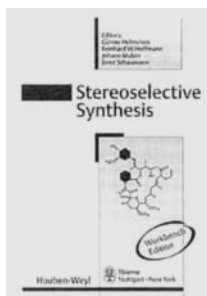
Jeder Artikel ist sehr gut geschrieben. Mechanistische Grundlagen ebenso wie Erklärungen über den Ursprung der Stereoselektivität werden, wo nötig kurz diskutiert und gehen den sehr gut ausgewählten Beispielen voran. Dadurch wird die Aufmerksamkeit des Lesers auf das spezielle Thema gelenkt. Wegen der großen Anzahl an Autoren und Reaktionen sind einige Überschneidungen unvermeidbar; sie betreffen jedoch hauptsächlich den theoretischen Hintergrund der Reaktionen und machen es leicht die Kapitel unabhängig voneinander zu verstehen. Durch die vorgestellten tabellierten Daten und experimentellen Abläufe ist die Serie auch praktisch orientiert und daher auch

für den im Labor arbeitenden Wissenschaftler von großem Nutzen.

Fehler sind sehr selten, und dort, wo kleinere auftauchen, beeinflussen sie in keiner Weise die klare und logische Argumentation. Auch in der Auswahl und Aktualität der Zitate (bis einschließlich 1995) spiegelt sich der hohe Standard dieser Bände wider und machen sie zu einem umfassenden Nachschlagewerk auf dem neuesten Stand.

Zusammenfassend kann man sagen, daß diese Bände den besten "Stand der Technik" über stereoselektiven Synthese darstellen. Sie sind eine unschätzbare Quelle an Informationen und können jedem empfohlen werden, der einen Einstieg und umfassende Informationen über stereoselektive Reaktionen sucht. Sie sollten in keiner Chemiebibliothek und die Workbench Edition in keinem einschlägigen Arbeitskreis fehlen.

Masakatsu Shibasaki
Universität Tokio (Japan)



100 and More Basic NMR Experiments. A Practical Course. Von S. Braun, H.-O. Kalinowski, S. Berger. VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim, 1996. 418 S., Broschur 68.00 DM. – ISBN 3-527-29091-5

Das Buch von Braun, Kalinowski und Berger ist nach ^{13}C -NMR-Spektroskopie und den vier Bänden NMR-Spektroskopie von Nichtmetallen die sechste Gemeinschaftsproduktion dieses Autorenkollektivs. Es handelt sich um ein Rezeptbuch, eine Art „Organikum“ für NMR-Spektroskopiker, mit dessen Hilfe die Durchführung von NMR-Experimenten erlernt werden soll. Als Leitfaden durch das Dickicht der vielfältigen NMR-Methoden richtet es sich an „normale“ und fortgeschrittene Benutzer von Kernresonanzspektrometern.

In zwölf Kapiteln spannen die Autoren einen Bogen von grundlegenden Operationen am Spektrometer bis hin zu modernen Multipuls-Experimenten. Die einzelnen Experimente werden in Unterkapiteln

Diese Rubrik enthält Buchbesprechungen und Hinweise auf neue Bücher. Buchbesprechungen werden auf Einladung der Redaktion geschrieben. Vorschläge für zu besprechende Bücher und für Rezensenten sind willkommen. Verlage sollten Buchankündigungen oder (besser) Bücher an die Redaktion Angewandte Chemie, Postfach 101161, D-69451 Weinheim, Bundesrepublik Deutschland, senden. Die Redaktion behält sich bei der Besprechung von Büchern, die unverlangt zur Rezension eingehen, eine Auswahl vor. Nicht rezensierte Bücher werden nicht zurückgesandt.

nach einem standardisierten Schema detailliert in folgender Reihenfolge beschrieben: Zweck des Experiments, wichtige Literaturzitate, Pulsfolge und Phasencyclus, Aufnahmebedingungen für eine konkrete Probenlösung, Verarbeitung der aufgenommenen Daten, Resultat mit Abbildung (in guter Qualität) des erhaltenen Spektrums, Erläuterungen. Jedes Unterkapitel ist in sich abgeschlossen, so daß der interessierte Leser es verstehen kann, ohne die vorhergehenden Abschnitte gelesen zu haben.

Die ersten fünf Kapitel befassen sich mit grundlegenden Arbeiten am Spektrometer wie dem Abstimmen des Probenkopfes der Optimierung der Magnetfeldhomogenität, der Pulslängenbestimmung sowie mit der Durchführung einfacher NMR-Experimente, beispielsweise der Aufnahme von Standard- ^1H - und ^{13}C -NMR-Spektren, mit Entkopplungstechniken und dynamischen Kernresonanzmethoden. In Kapitel sechs erfährt man etwas über Multiplizitätsselektion („editing“), also APT, INEPT, DEPT, über Bausteine komplizierterer Pulssequenzen (BIRD-Filter etc.) und Wasser-signal-Unterdrückung. Kapitel sieben ist Experimenten mit selektiven Pulsen, Kapitel acht Experimenten mit Hilfsreagentien und quantitativen Messungen und Kapitel neun der heteronuclearen NMR-Spektroskopie gewidmet. Die letzten drei Kapitel behandeln zweidimensionale Meßmethoden (H,H -Verschiebungskorrelationen, ^{13}C - und ^1H -detektierte C,H -Korrelationen), NMR-Experimente mit gepulsten Feldgradienten und 3D-NMR-Experimente. Das Buch schließt mit einem Anhang, in dem die Nomenklaturen der verschiedenen Gerätehersteller für die Aufnahmeparameter einander gegenüber gestellt werden, und einem Anhang mit den grundlegenden Regeln des Produktoperator-Formalismus.

Die Autoren haben die wichtigsten NMR-Methoden berücksichtigt und die Experimente für die Zielgruppen passend ausgewählt. Im Kapitel „Heteronukleare NMR-Spektroskopie“ haben wir allerdings Angaben zur ^{31}P -NMR-Spektroskopie vermisst. Dieses Nuklid ist sicherlich wichtiger als die behandelten Kerne ^{11}B oder ^{17}O . Positiv fiel der pädagogisch geschickte Aufbau der Kapitel sechs („1D Multipulse Sequences“) und zehn („The Second Dimension“) auf. Alle Experimente werden an leicht zu beschaffenden Testsubstanzen durchgeführt. Bei der 3D- H,C,P -Korrelation hätten aber die Anwendungsmöglichkeiten der Technik überzeugender dargestellt werden können, wenn statt Triphenylphosphan eine Probe verwendet worden wäre, die in je-

der Dimension mehr als eine chemische Verschiebung aufweist.

Die einzelnen Methoden sind verständlich beschrieben und lassen sich gut nachvollziehen. Interessenten mit wenig praktischer Erfahrung an NMR-Spektrometern werden jedoch einige Schwierigkeiten mit dem Nacharbeiten haben, insbesondere wenn sie ein Gerät eines anderen Herstellers benutzen als die Autoren – trotz der Übersetzungshilfe im Anhang. Auch wäre bei der Erläuterung der Pulssequenzen, wenn möglich, ein Verzicht auf den Produktoperator-Formalismus zugunsten der Vektordarstellung der Magnetisierung für den theoretisch weniger geübten Leser anschaulicher gewesen.

Dieses auf die praktische Durchführung von NMR-Experimenten ausgerichtete Buch füllt eine Lücke zwischen Bedienungsanleitungen der Spektrometerhersteller und überwiegend theoretisch ausgerichteten Fachbüchern und kann jedem NMR-Labor zur Anschaffung bestens empfohlen werden.

Kerstin Ibrom
Königstein im Taunus

Ludger Ernst
NMR-Laboratorium
der Chemischen Institute
der Technischen Universität
Braunschweig

Solving Problems with NMR Spectroscopy. Von *Atta-ur-Rahman* und *M. I. Choudhary*. Academic Press, San Diego, 1996. 430 S., Broschur 34.95 \$. – ISBN 0-12-066320-1

Die Intention der Autoren dieses Buches ist es, „Forschern praktische Kenntnisse in der Benutzung NMR-spektroskopischer Techniken für die Strukturaufklärung organischer Moleküle zu vermitteln“. Es sind alle Anstrengungen unternommen worden, das Buch nicht zu technisch werden zu lassen und die den Experimenten zugrunde liegenden Prinzipien nichtmathematisch zu beschreiben. Ebenso wie bei dem vorstehend besprochenen Buch von Braun et al. geht es um die Durchführung von NMR-Experimenten, aber das Gewicht liegt hier mehr auf der Analyse der Resultate. Das Buch beginnt mit einem langen Kapitel (89 S.) über „Die Grundlagen der modernen NMR-Spektroskopie“. Hier werden wichtige Spektrometer-Bestandteile, grundlegende Operationen am Gerät, der Einfluß von Radiofrequenz-Impulsen auf die Magnetisierung, die Verarbeitung der Meßdaten und zugehörige technische Ge-

sichtspunkte besprochen. Das zweite Kapitel (57 S.) behandelt „Spin-Echo und Polarisations-Transfer“, Stichworte: APT, INEPT und DEPT. Im dritten Kapitel (37 S.) werden die Grundzüge der zweidimensionalen NMR-Spektroskopie in Bezug auf Datenaufnahme und -verarbeitung beschrieben, ohne daß bereits auf einzelne Experimente eingegangen wird. Kapitel vier (25 S.) widmen die Autoren dem Kern-Overhauser-Effekt (NOE) und praktischen Aspekten bei der Aufnahme von NOE-Differenz-Spektren. Das eigentliche Herzstück des Buches ist Kapitel fünf: „Wichtige 2D-NMR-Experimente“ (131 S.). Hier geht es um homo- und heteronucleare J -aufgelöste Spektren, homo- und heteronucleare Verschiebungskorrelationen, zweidimensionale Kern-Overhauser- (NOESY, ROESY, HOESY) und Austausch-Spektroskopie (EXSY), TOCSY- und INADEQUATE-Experimente sowie protonendetektierte heteronucleare Korrelationen (HMQC, HMBC). Das Prinzip der 3D-NMR-Spektroskopie wird in Kapitel sechs (19 S.) zusammen mit einigen der vielen möglichen Experimente vorgestellt, und das siebte Kapitel (26 S.) über „Neuere Entwicklungen in der NMR-Spektroskopie“ hat Experimente mit frequenzselektiven Anregungsimpulsen zum Thema und erwähnt kurz die Verwendung von Feldgradienten-Impulsen zur Unterdrückung unerwünschter Kohärenzen. Schließlich gibt das achte Kapitel (19 S.) allgemeine Empfehlungen zu der Frage, welche Experimente in welcher Reihenfolge bei der Ermittlung unbekannter Molekülstrukturen durchgeführt und ausgewertet werden sollten. An zwei Beispielen aus ihrer eigenen Forschung, einem Lupinen- und einem Steroid-Alkaloid, führen die Autoren dann den Gang von Strukturanalysen vor. Ein Glossar wichtiger, in der NMR-Spektroskopie benutzter Termini (10 S.) und ein ebenso langes Stichwortverzeichnis beschließen das Buch.

Der Text ist leicht verständlich, gut zu lesen und erläutert die wichtigsten heutzutage benutzten NMR-Verfahren. Allerdings wird nicht ganz klar, wer die wirklichen Adressaten sind: Für Anfänger ohne Vorkenntnisse sind die Beschreibungen oft nicht ausführlich genug, für Fortgeschrittene hingegen ist ein Großteil der dargestellten Materie selbstverständlich. Das Buch hält nicht ganz, was der Titel verspricht. Strukturprobleme zu lösen, ohne Kenntnis von chemischen Verschiebungen oder Kopplungskonstanten zu haben, die beide nicht besprochen werden, ist zwar oft möglich, aber meist nicht die ökonomischste Vorgehensweise. Auch werden wichtige ältere etablierte Techni-