

# HOOFSTUK 3: EKSPERIMENTEEL

## 3.1 Reagense en analitiese instrumente

### 3.1.1 Reagense

n-Butiellitium (Sigma-Aldrich, k.p. 80 °C), 2-broompiridien (Sigma-Aldrich, k.p. 192 °C), bensofenoon (Sigma-Aldrich, k.p. 305 °C), 2-metielbensofenoon (Sigma-Aldrich, k.p. 125 °C), Grubbs 1 en 2 (Sigma-Aldrich), sikloheksanoon (Sigma-Aldrich, k.p. 155 °C) is gebruik soos ontvang en ander prekatalisatore kom voor in Sigma-Aldrich se rutenium metatiese stel (687944-1KT).

Tolueen (Sigma Aldrich, 99% suiwer) en diëtieleter (Labchem, k.p. 34.6 °C) is onder N<sub>2</sub> (Afrox) met natrium (Riedel-de Haën) en bensofenoon as indikator (geel as water teenwoordig is, anders blou), in 'n distillasie-apparaat gedroog waarna dit afgedistilleer is

Tetrahidrofuraan (Sigma-Aldrich, 99.5% suiwer) en n-pentaan (Sigma-Aldrich, 99% suiwer) is oor kalsiumhidried (Aldrich, 90-95% suiwer) onder stikstof (Afrox) in 'n distillasie-apparaat gedroog.

### 3.1.2 Analitiese instrumente

#### 3.1.2.1 Gas-chromatografie/massaspektrometrie (GC/MS)

Die GC/MS is hoofsaaklik gebruik vir die bepaling van die suiwerheid van die gesintetiseerde alkoolderivate. 'n Agilent 6890N GC met 'n HP-5 kapillêre kolom wat gekoppel is aan 'n Agilent 5973 selektiewe massadetektor (MSD) is gebruik. Die draergas was helium met 'n vloeitempo van 1.5 mL/min.

Die GC-parameters wat gebruik is:

---

Kolom: HP-5, 30.0 m × 320 µm × 0.25 µm	Spuitvolume: 0.2 µl
Verdelingsverhouding: 50:1	Oondprogram: 120 °C hou vir 2 min
Verdelingsvloei: 74.9 mL/min	120 tot 290 °C teen 10 °C /min
Inlaat: 250 °C,	290 °C hou vir 5 min

---

### **3.1.2.2 Kernmagnetiese resonansspektroskopie (KMR)**

Die frekwensies wat gebruik word vir die verskillende KMR-eksperimente is:  $^1\text{H}$ -NMR (600 MHz),  $^{13}\text{C}$ -NMR (150 MHz),  $^{31}\text{P}$ -NMR (242 MHz), DEPT135 (150 MHz), COSY (600 MHz) HSQC en HMBC (600 MHz en 150 MHz) is gebruik. Die KMR-spektra is verkry op 'n Bruker Ultrashield Plus 600 Avance III spektrometer. Die pylstif wat gebruik is, is 'n BBO (Breë Band Observasie) pylstif. Die sagtewarepakket wat gebruik is om die spektra te analiseer is Topspin weergawe 2.1 opgraderingsvlak (PL) 6.

### **3.1.2.3 Infrarooi (IR)**

IR-spektra is verkry met 'n Bruker ALPHA-P ATR-IR. Die sagtewarepakket wat gebruik is vir die analisering van spektra is Opus weergawe 6.5. Die monsters is direk op die ATR (verswakte totale refleksie) geplaas.

### **3.1.2.4 Smeltpunte**

Die smeltpunte van die piridinielalkohololigande is met 'n Buchi B-540 bepaal.

### **3.1.2.5 Massaspektroskopie (MS)**

Die Bruker microTOF-Q II was gebruik vir die APCI en ESI eksperimente

### **Atmosferiesedruk chemiese ionisering (APCI)**

Opname parameters:

---

Brontipe APCI	loonpolariteit Positief	Nebuliseerder 1.6 Bar
Skandering begin 50 m/z	Eindplaat verstelling -500 V	Droë warmer 200 °C
Skandering eindig 1500 m/z	Botsingsel RF 100.0 Vpp	Droë gas ( $\text{N}_2$ ) 8.0 l/min

---

Die monster was direk in die direkte inlaat analiseerder geplaas.

## Elektron-sproei-ionisering (ESI)

Opname parameters:

Brontipe ESI	loonpolariteit Positief	Nebuliseerder 0.4 Bar
Skandering begin 50 m/z	Eindplaat verstelling -500 V	Droë warmer 180 °C
Skandering eindig 1500 m/z	Botsingsel RF 100.0 Vpp	Droë gas (N <sub>2</sub> ) 4.0 l/min

Monster voorbereiding behels die oplos van 1 mg prekatalisator in 1 mL CHCl<sub>3</sub>. Dit was dan verdun tot 2 µL in 998 µL CHCl<sub>3</sub>.

## Matriks ondersteunde laser desorpsie/ionisering vlugtyd (MALDI TOF)

Die Bruker autoflexTOF/TOF was gebruik met die volgende sagteware: flexControl weergawe 3.3.108.0 en flexAnalysis weergawe 3.3.80.0.

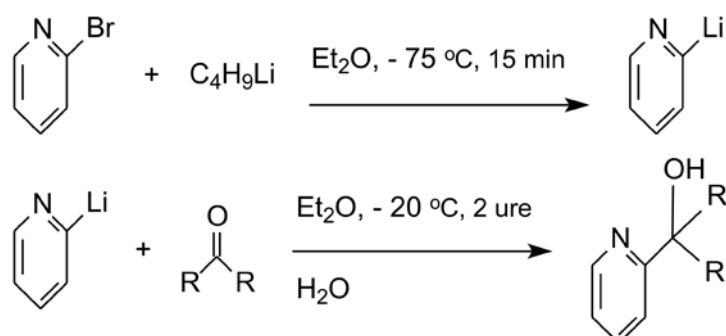
Opname parameters:

Laser herhalings tempo 1000 Hz	Aantal afvurings 600 Teikenplaat: Growwe staal	Positiewe spannings polariteit
--------------------------------	---	--------------------------------

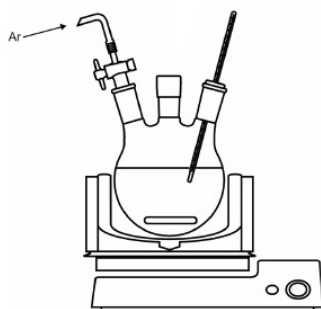
Monstervoorbereiding behels 1 mg prekatalisator wat in 1 mL CHCl<sub>3</sub> opgelos is. Hiervan word 1 µL gemeng met DCTB-matriks wat 'n konsentrasie het van 20 mg per mL. Hiervan word 1 µL op die teikenplaat geplaas.

### 3.2 Sintese van Grubbs-tipe prekatalisatore

#### 3.2.1 Sintese van die piridinielalkoholaligande <sup>(1)</sup>



**Figuur 3.1** Sintese van piridinielalkoholaligande



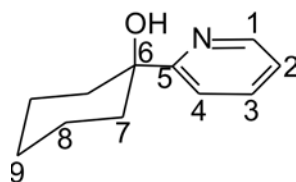
**Figuur 3.2 Drienekfles-opstelling vir piridinielalkohololigand sintese<sup>(2)</sup>**

Die algemene sintese-weg word voorgestel in **Figuur 3.1**. Stel die drienekfles op soos in **Figuur 3.2**. In die verskeie nekke van die fles word die volgende van links na regs geplaas: die Argon-toevoer, 'n rubberseptum en dan die termometer. 100 mL diëtieleter word verkoel, onder argon, tot  $-75\text{ }^{\circ}\text{C}$  in 'n droë ys- en asetonbad. Spuit dan 40 mL n-butiellitium (100 mmol, 2.5 M) by die oplossing deur die septum. In 'n beker word 9 mL 2-bromo piridien (95 mmol) met 25 mL diëtieleter verdun en drupsgewys by die oplossing gevoeg. Die kleur van die oplossing verander van geel na oranje na donkerrooi. Die oplossing word nou vir 30 minute geroer. Die temperatuur is toegelaat om na  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$  te verhoog en (105 mmol) van die ketoon word drupsgewys by die oplossing gevoeg. Die oplossing word vir 3 ure geroer met 'n verhoging in temperatuur na  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Die oplossing se kleur verander na grys en nadat 75 mL water by gevoeg is verander die kleur na geel. Die oplossing word oornag geroer sodat die diëtieleter verdamp, waarna dit met 'n sinterglas gefiltreer word en met water gewas word. Die piridinielalkohololigande wat kristalle gevorm het, word met absolute etanol gekristalliseer terwyl die onsuier olie piridinielalkohololigande met petroleum-eter gekristalliseer word. Die proses is herhaal totdat daar geen onsuierhede op die GC-MS chromatogram waargeneem kon word nie.

### 3.2.1.1 Karakterisering van piridinielalkohololigande

#### 3.2.1.1.1 1(2-piridiniel)sikloheksan-1-olato

<b>Opbrengs:</b>	9.66 g (52%).
<b>Smeltpunt:</b>	$38.6\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
<b>IR-spektrum:</b>	3404, 2915, 2853, 1592, 1473, 1429, 1390, 1327, 1253, 1154, 1054, 1034, 1020, 984, 903, 770, 751, 661 en $623\text{ cm}^{-1}$
<b>Massa-spektrum:</b>	(APCI): $m/z$ 178 ( $[\text{M}^+ + \text{H}]$ )



**Figuur 3.3** 1(2-piridiniel)sikloheksan-1-olato

**Table 3.1** KMR-data<sup>a</sup> van 1(2-piridiniel)sikloheksan-1-olato

Proton/Koolstof	$\delta_H^b$ (dpm)	$J_H$ (Hz)	$\delta_C^b$ (dpm)
1	8.48 d	4.8	147.4 D
2	7.15 ddd	7.9	121.7 D
3	7.67 td	1.7	118.9 D
4	7.36 d		136.8 D
5	–		166.0 S
6	–		72.7 S
7	1.63 m <sup>c</sup>		38.5 T
8	1.71 m <sup>c</sup>		22.1 T
9	1.80 m <sup>c</sup>		25.5 T
-OH	4.89 s		–

<sup>a</sup> <sup>1</sup>H-Spektrum: 600 MHz, <sup>13</sup>C-Spektrum: 150 MHz. Oplosmiddel CDCl<sub>3</sub>.

<sup>b</sup> Multiplisiteit word soos volg aangedui: hoofletters dui op direk gekoppelde protone aan koolstowwe en kleinletters dui op die multiplisiteit wat waargeneem word op die spektra. S/s = Singulet, D/d = doeblet, T/t = triplet, k = kwartet, p = pentet, m = multiplet, dd= doeblet van doeblette, td = triplet van doeblette

<sup>c</sup> Protone kon nie onderskei of toegeken word nie

<sup>d</sup> Koolstowwe kon nie onderskei of toegeken word nie.

11.5 mL sikloheksanoon was gebruik.

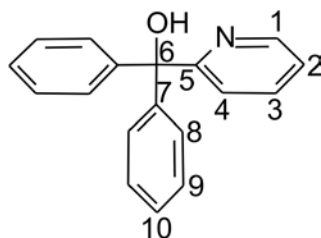
### 3.2.1.1.2 2-piridiniel-1,1-difeniel-metanolato

**Opbrengs:** 19.18 g (70%).

**Smeltpunt:** 105.8 °C.

**IR-spektrum:** 3404, 2915, 2853, 1592, 1473, 1429, 1390, 1327, 1253, 1154, 1054, 1034, 1020, 984, 903, 770, 751, 661 en 623 cm<sup>-1</sup>

**Massa-spektrum:** (APCI): *m/z* 261 ([M<sup>+</sup>+H])



**Figuur 3.4** 2-piridiniel-1,1-difeniel-metanolato

**Tabel 3.2** KMR-data<sup>a</sup> van 2-piridiniel-1,1-difeniel-metanolato

Proton/Koolstof	$\delta_H^b$ (dpm)	$J_H$ (Hz)	$\delta_C^b$ (dpm)
1	8.54 d	4.6	147.7 D
2	7.16-7.26 m <sup>c</sup>		122.3 D
3	7.58 td	1.6	136.3 D
4	7.05 d	7.9	122.9 D
5	–		163.1 S
6	–		80.8 S
7	–		146.0 S
8	7.25 m		127.3 D
9	7.16-7.26 m <sup>c</sup>		128.1/128.3 D <sup>d</sup>
10	7.16-7.26 m <sup>c</sup>		128.1/128.3 D <sup>d</sup>
-OH	6.24 s		–

<sup>a</sup> <sup>1</sup>H-Spektrum: 600 MHz, <sup>13</sup>C-Spektrum: 150 MHz. Oplosmiddel CDCl<sub>3</sub>.

<sup>b</sup> Multiplisiteit word soos volg aangedui: hoofletters dui op direk gekoppelde protone aan koolstowwe en kleinletters dui op die multiplisiteit wat waargeneem word op die spektra. S/s = Singulet, D/d = doeblet, T/t = triplet, k = kwartet, p = pentet, m = multiplet, dd = doeblet van doeblette, td = triplet van doeblette

<sup>c</sup> Protone kon nie onderskei of toegeken word nie

<sup>d</sup> Koolstowwe kon nie onderskei of toegeken word nie.

19.1 g bensofenoon was gebruik.

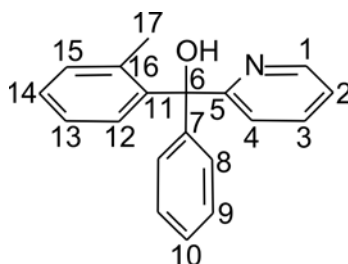
### 3.2.1.1.3 2-piridiniel-1-feniel-o-tolielmetanolato

**Opbrengs:** 15.01 g (52%).

**Smeltpunt:** 106.8 °C.

**IR-spektrum:** 3430, 3045, 3010, 1586, 1568, 1481, 1464, 1446, 1430, 1345, 1286, 1210, 1163, 1111, 1098, 1024, 998, 947, 903, 801, 778, 762, 754, 728, 707, 651, 638 en 620 cm<sup>-1</sup>

**Massa-spektrum:** (APCI): *m/z* 275 ([M<sup>+</sup>+H])



**Figuur 3.5** 2-piridiniel-1-feniel-o-tolielmetanolato

**Tabel 3.3** KMR-data<sup>a</sup> van 2-piridiniel-1-feniel-o-tolielmetanolato

Proton/. Koolstof	$\delta_H^b$ (dpm)	$J_H$ (Hz)	$\delta_C^b$ (dpm)
1	8.67 dk	4.8	147.7 D
2	7.27 m	7.9	123.1 D
3	7.60 dt	7.7	136.3 D
4	7.09 m		122.2 D
5	–		163.2 S
6	–		81.5 S
7	–		146.0 S
8	7.36 m		127.4 D
9	7.01-7.42 <sup>d</sup>		132.5, 128.8, 127.6, 127.0, 124.6 <sup>d</sup>
10	7.01-7.42 <sup>d</sup>		132.5, 128.8, 127.6, 127.0, 124.6 <sup>d</sup>
11	–		143.7 D
12	7.23 m		132.5, 128.8, 127.6, 127.0, 124.6 <sup>d</sup>
13	7.03 m		132.5, 128.8, 127.6, 127.0, 124.6 <sup>d</sup>
14	6.56 d	8.1	128.0 D
15	7.01-7.42 <sup>d</sup>		132.5, 128.8, 127.6, 127.0, 124.6 <sup>d</sup>
16	–		139.0
17	2.16 s		21.7 K
-OH	6.38 s		–

<sup>a</sup> <sup>1</sup>H-Spektrum: 600 MHz, <sup>13</sup>C-Spektrum: 150 MHz. Oplosmiddel CDCl<sub>3</sub>.

<sup>b</sup> Multiplisiteit word soos volg aangedui: hoofletters dui op direk gekoppelde protone aan koolstowwe en kleinletters dui op die multiplisiteit wat waargeneem word op die spektra. S/s = Singulet, D/d = doeblet, T/t = triplet, k = kwartet, p = pentet, m = multipliet, dd= doeblet van doeblette, td = triplet van doeblette

<sup>c</sup> Protone kon nie onderskei of toegeken word nie

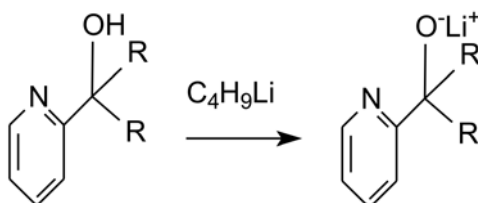
<sup>d</sup> Koolstowwe kon nie onderskei of toegeken word nie

19.0 mL 2-metielbensofenoon was gebruik.

### 3.2.2 Sintese van litiumsoute <sup>(3)</sup>

Stel die Schlenk-buis op soos in **Figuur 3.7**. Los 4 mmol van die piridinielalkoholaloligande op in 40 mL THF en spuit 1.8 mL n-butiellitium (4 mmol, 2.5M)

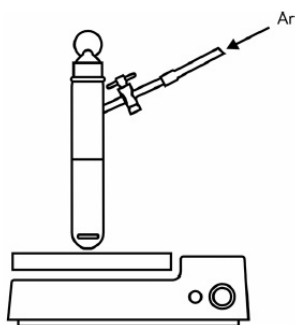
drupsgewys by die reaksiemengsel. Die reaksie word onder inerte (stikstof of argon) kondisies gedoen omdat die butiellitium spontaan kan reageer met lug en dat die sout wat berei word ook onstabiel is. Die reaksie word by kamertemperatuur uitgevoer.



**Figuur 3.6 Sintese van litium sout**

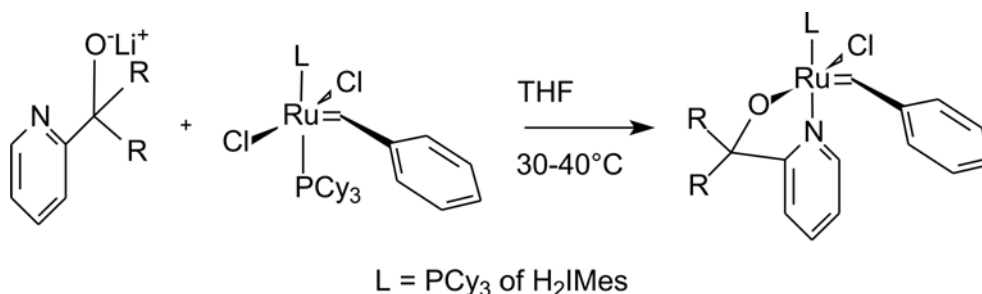
Sorg moet getref word dat die reaksie nie oorverhit weens die eksotermiese karakter van die reaksie nie. Die reaksie word vir 2 ure geroer waarna die vloeistof onder vakuum verdamp word.

Die litiumsout is onder argon met 5 x 20 mL droë pentaan gewas terwyl die mengsel geroer word. Die roerder word hierna afgeskakel sodat die sout kan uitsak en die pentaan is met 'n spuit verwyder. Met die wasproses is dit belangrik dat die soliede deeltjies nie aan die kant van die glas vaskleef nie anders word die onsuiverhede nie uitgewas nie. Die wit poeier word onder vakuum gedroog. KMR-karakterisering is gebruik om te observeer of die OH piek nie meer teenwoordig is nie.



**Figuur 3.7 Bereiding van die litium sout opstelling<sup>(2)</sup>**

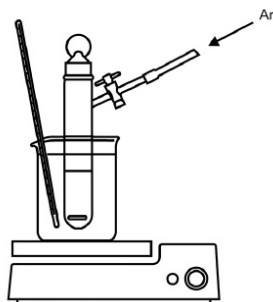
### 3.2.3 Sintese van Grubbs-tipe prekatalisatore <sup>(2)</sup> <sup>(4)</sup>



**Figuur 3.8 Sintese van Grubbs-tipe prekatalisatore**

Die algemene sinteseweg word in **Figuur 3.8** voorgestel. Die Schlenk-buis word soos in **Figuur 3.8** opgestel. Weens lug- en vogsensitiwiteit van die reagense word alle reaksies onder argon uitgevoer. Plaas 1.1 mmol litiumsout en 1.1 mmol prekatalisator in die Schlenk-buis. 20 mL THF word bygevoeg en gelaat om vir 1 uur by kamertemperatuur (25 °C) te roer waarna die Schlenk-buis in 'n waterbad met die temperatuur tussen 35 en 40 °C geplaas word. Die reaksie word met dunlaag-chromatografie (loopmiddel petroleumeter:etielasetaat 3:1) gemonitor, drie kolle word waargeneem waarvan die boonste kol die oorspronklike Grubbs prekatalisator is, die middelste kol die nuwe Grubbs-tipe prekatalisator is en die heel onderste kol die litiumsout is.

Nadat die reaksie voltooi is, word die vloeistof onder vakuum verwyder om 'n swart neerslag te lewer. Die neerslag word in toluen opgelos en deur 'n Whatman in 'n volgende skoon Schlenk-buis in gefiltreer.



**Figuur 3.9 Opstelling vir die sintese van die prekatalisatore<sup>(2)</sup>**

Die filtraat is onder vakuum verwyder en die produk word in 1 mL THF opgelos waarna 40 mL koue pentaan bygevoeg is. Die Schlenk-buis is verseël en vir 10 minute in 'n ultrasone bad geplaas. Die oormaat oplosmiddel word met 'n spuit verwyder en die oorblywende neerslag wat verkry word, word met 5 x 20 mL pentaan gewas. Die kompleks word onder vakuum gedroog.

### **3.3 KMR-eksperimenteel**

#### **3.3.1. KMR-buisvoorbereiding**

Monstervoorbereiding begin met die KMR-buise. Sorg moet getref word om nie die buise te krap gedurende die wasproses nie. 'n Pyskoonmaker saam met asetoon word gebruik om die buis aanvanklik skoon te was. Daarna word gedeïoniseerde water gebruik om die buis mee uit te spoel en van enige oorblywende asetoon ontslae te raak. Die buis word dan met stikstof gedroog en in 'n desikator geplaas om droog te bly totdat dit benodig word. Dit is belangrik om deeglike inspeksie te doen op die KMR-buise om te verseker dat daar nie krapmerke, krake of onoplosbare stowwe in of op die buise teenwoordig is om skade aan die pylstif te voorkom.

#### **3.3.2. KMR-oplosmiddelvoorbereiding**

'n Schlenk-buis word tot kwart gevul met geaktiveerde 4Å molekulêre siwwe voordat die gedeutereerde oplosmiddel tot 2/3 bo die siwwe toegedien word. Die Schlenk-buis word in vloeibare stikstof, met die klep gesluit, gedruk om die oplosmiddel te vries. Die Schlenk-buis word dan uit die vloeibare stikstof verwyder waarna daar 'n vakuum getrek word totdat die eerste druppels vorm. Die Schlenk-buis word dan met argon gespoel totdat die oplosmiddel heeltemal vervloei het. Die prosedure word vanaf die vloeibare stikstof stap 'n verdere twee maal herhaal. Die oplosmiddel word in 'n desikator gebêre (oor molekulêre siwwe) om te verseker dat dit droog en kontaminasie-vry bly. Deur die gedeutereerde chloroform <sup>1</sup>H-spektra te ondersoek vir 'n water piek by 1.5 dpm is bevestig dat die chloroform watervry is. Dit is belangrik om die oplosmiddel elke keer voordat dit gebruik word te ontgas met stikstof om van enige suurstof ontslae te raak.

### **3.3.3. KMR-monstervoorbereiding**

Die KMR-buis is vir 10 minute met argon gespoel in 'n Schlenk-buis. Alle spuite is vooraf met argon gespoel. 20 mg van die prekatalisator word in 'n Pasteurpipet geplaas, met 'n pluise watte voor in, wat as 'n filter dien. Die monster is met 1 mL gedeutereerde oplosmiddel in die KMR-buis ingespoel. Nog oplosmiddel word bygevoeg totdat die monsteroplossing in die KMR-buis ongeveer 4 sentimeter is. Die KMR-buis is met 'n prop en parafilm geseël.

Die KMR-buis word met gedeutereerde chloroform afgevee om te verseker dat die buis skoon is. Die plastiek-turbine word afgevee om te verseker dat daar geen stof op die plastiek-turbine teenwoordig is nie. Die plastiek-turbine word op die diepte-bepaler geplaas en die KMR-buis word daarin tot op die bodem van die diepte bepaler geplaas. Die doel van die diepte-bepaler is om te verseker dat die KMR-buis nie dieper as die maksimale diepte in die pylstif inbeweeg en dit beskadig nie asook om die middel van die oplossing volume in die regte posisie van die pylstif te plaas. Die KMR-buis word vanuit die diepte-bepaler verwyder en weer skoongevee sodat daar geen kontaminante na die pylstif oorgedra word nie.

### **3.3.4 KMR-parameter instellings**

Die volgende parameters word verstel voordat opnames gedoen word (in die Topspin-program val hierdie parameters onder opname-parameters):

<b>PULPROG</b>	Die puls program wat gebruik word.
<b>TD</b>	<b>§2.2.2.3</b>
<b>NS</b>	<b>§2.2.2.4</b>
<b>DS</b>	Die aantal skyn ("dummy") skanderings. Geen seinopname vind gedurende hierdie skanderings plaas nie. Dit is belangrik vir $T_1$ ontspanningstyd homogenisering asook vir die temperatuurstabilisering. Die aantal skanderings wat gebruik word, word deur die puls-program bepaal.
<b>SW</b>	<b>§2.2.2.6</b>
<b>AQ</b>	Die tyd wat dit neem om 'n enkele opname te voltooi.
<b>O1P</b>	Is die middelpunt van die spektrum in dpm.

**Tabel 3.4 <sup>1</sup>H-parameters**

Offset [dpm] <sup>a</sup>	21.58572
Pulprog <sup>b</sup>	zg30
TD	65536
NS	16
DS	2
SW [dpm] <sup>a</sup>	22.9712
AQ [s]	2.3768
O1P [dpm] <sup>a</sup>	10.1

<sup>a</sup> Al hierdie waardes bly onveranderd vir enige 2D-eksperimente wat met die <sup>1</sup>H-kanaal werk.

<sup>b</sup> Die pulsprogram stel dat 'n 30 ° puls gebruik word.

**Tabel 3.5 <sup>31</sup>P-parameters**

Offset [dpm]	147.88660
Pulprog <sup>a</sup>	zpgg30
TD	65536
NS	64
DS	4
SW [dpm]	395.7907
AQ [s]	0.3408372
O1P [dpm]	-49.999

<sup>a</sup> “pg” staan vir “power gated” (die ontkoppelaar is aan gedurende die eksperiment) en is die puls-program wat gebruik word vir roetine <sup>31</sup>P-KMR eksperimente. Die pieke word as singulette aangedui weens proton-ontkoppeling.

**Tabel 3.6 <sup>13</sup>C-parameters**

Offset [dpm]	323.72900
Pulprog <sup>a</sup>	zpgg30
TD	163840
NS	15104
DS	4
SW [dpm]	345.0698
AQ [s]	1.7695220
O1P [dpm]	150.997

<sup>a</sup> Soos in <sup>31</sup>P is die ontkoppelaar aan gedurende die eksperiment.

**Tabel 3.7 DEPT135-parameters**

Offset [dpm]	304.57471
Pulprog <sup>a</sup>	dept135
TD	65536
NS	256
DS	4
AQ [s]	0.7078338

<sup>a</sup> Multiplisiteit geredigeerde <sup>13</sup>C spektra

**Tabel 3.8 COSY-parameters**

	F2		F1
Pulprog <sup>a</sup>		Cosygpqf	
TD	2048		128
NS		1	
DS		8	
AQ [s]	0.12784.52		0.0079875

<sup>a</sup> "qf" (quantum filter) beteken dat die puls-program betrekking het op die y-as en bydra tot die verbetering van die resolusie. Dit is dus nie nodig om fase-korreksie toe te pas op 2D spektra nie.

**Tabel 3.9 HSQC-parameters**

	F2		F1
Pulprog <sup>a</sup>		Hsqcedetgp	
TD	1024		256
NS		2	
DS		16	
AQ [s]	0.0639476		0.0051202

<sup>a</sup> Fase sensitiewe 2D multiplisiteits-geredigeerde HSQC eksperiment

**Tabel 3.10 HMBC parameters**

	F2		F1
Pulprog <sup>a</sup>		Hmbcgpndqf	
TD	4096		128
NS		8	
DS		16	
AQ [s]	0.2556404		0.0019093

<sup>a</sup> Inverse waarnemings proton koolstof lang afstande korrelasie met gradiënt seleksie en geen ontkoppeling gedurende opname nie. Dit is 'n heterokernige eksperiment

### 3.4 Verwysings

- 1) Herrmann W.A., *J. Mol. Catal. A*, 1997, **117**, 455.
- 2) Huijsmans C.A.A, *Modelling and synthesis of Grubbs-type complexes with hemilabile ligands*. MSc-dissertation (North West-University), 2009.
- 3) Herrmann W.A., Haider J.J., Fridgen J., Lobmaier G.M. en Spiegler M., *J.Organomet. Chem.*, 2000, **603**, 69.
- 4) Jordaan M., *Experimental and Theoretical investigation of New Grubbs-type Catalysts for the Metathesis of Alkenes*, PhD-thesis, (North-West University), 2007