

## Esame di METODI SPETTROSCOPICI IN CHIMICA ORGANICA

1) Determinare **la struttura** della molecola organica caratterizzata dai seguenti dati:

Massa esatta/analisi elementare/ formula molecolare, spettro IR, spettri  $^1\text{H}$  NMR e  $^{13}\text{C}$  NMR, e spettro di Massa (EI).

In particolare, il corretto svolgimento della prova d esame è subordinato alle seguenti consegne:

- a) Sulla prima pagina dell'elaborato lo studente deve riportare in alto a sinistra: Nome, Cognome e matricola e data.
- b) Assegnare in modo conciso le principali bande IR. **(4 punti)**
- c) Per l'assegnazione dei segnali  $^1\text{H}$  e  $^{13}\text{C}$  NMR della molecola, si richiede di disegnare in modo chiaro la struttura proposta, di numerare correttamente i protoni e carboni e di indicare per ciascun segnale il chemical shift, l'integrale, eventualmente le costanti d'accoppiamento (se sono leggibili) e l'attribuzione. **Si ricorda** che negli spettri  $^1\text{H}$ -NMR **i protoni scambiabili**, legati a eteroatomi, **non sono visibili**, ma sono da considerarsi scambiati con  $\text{D}_2\text{O}$ . **(7 punti)**
- d) Assegnare i carboni aromatici giustificando le scelte con un calcolo empirico del chemical shift. **(3 punti)**
- e) Riportare in uno schema razionale ed ordinato le principali frammentazioni dello spettro di Massa partendo dallo ione molecolare e indicando le perdite ed i frammenti più importanti che contribuiscono al chiarimento della struttura; **(3 punti)**
- f) Determinare la struttura indicando la natura dei sostituenti e il loro punto di sostituzione motivando in modo conciso e razionale come si è giunti alla struttura proposta come soluzione ed anche le ragioni della eventuale esclusione di altre strutture possibili. Per rendere chiara l'assegnazione proposta si consiglia di NON discutere in modo separato i gruppi di dati delle diverse tecniche spettroscopiche, ma di rafforzare le ragioni della assegnazione proposta usando nella discussione dati di tecniche diverse che convergono verso la stessa informazione; ad esempio: la presenza di un CO è indicato da una banda IR a  $1700\text{ cm}^{-1}$ , e da un segnale NMR  $^{13}\text{C}$  con  $\delta = 205\text{ ppm}$ . **(8 punti)**
- g) Nel caso in cui più strutture sono proponibili, suggerire un esperimento risolutivo per poter determinare la struttura corretta. **(BONUS)**

2) Trascrivere i dati spettroscopici secondo quanto indicato da riviste di Chimica (RSC o ACS)

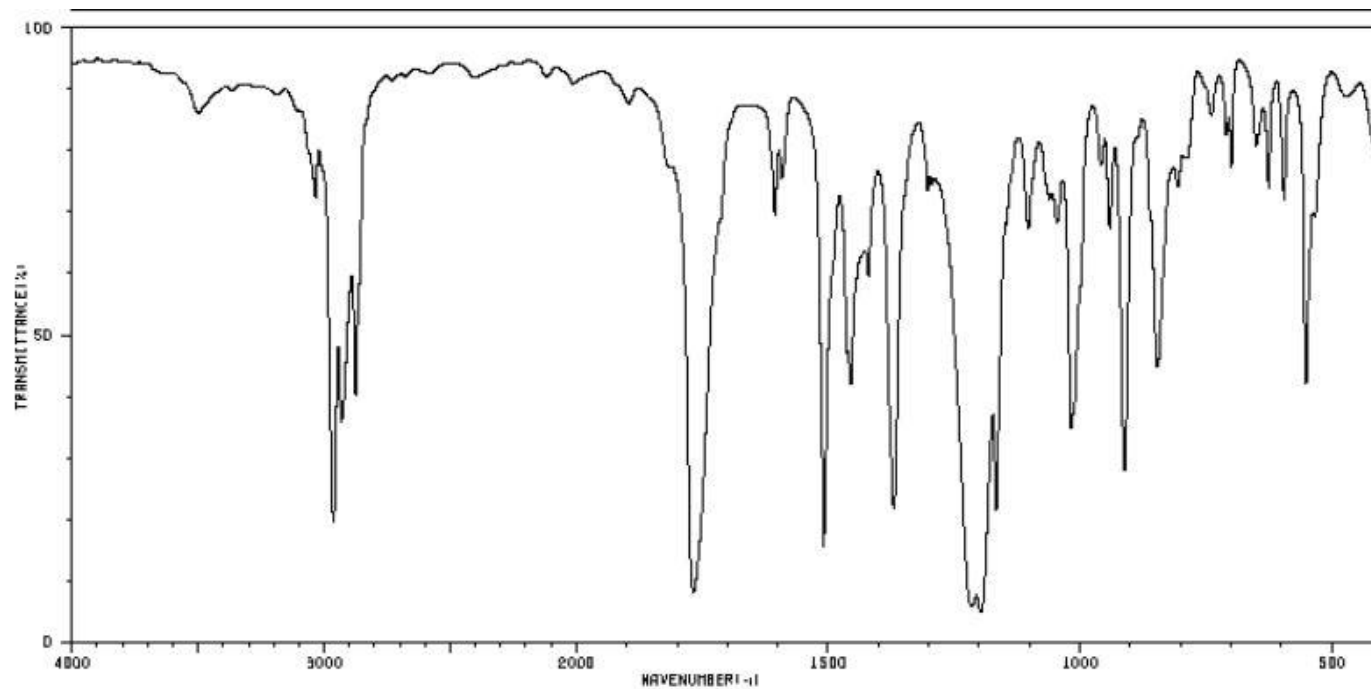
**(5 punti)**

**N.B. :** Durante la prova agli studenti è consentito consultare tabelle di correlazione ed usare la calcolatrice. Non è permesso (pena l'annullamento del compito) copiare, scambiare informazioni con gli altri esaminandi o usare dispositivi elettronici o telefonici.

Analisi Elementare: C, 74.97; H, 8.39;

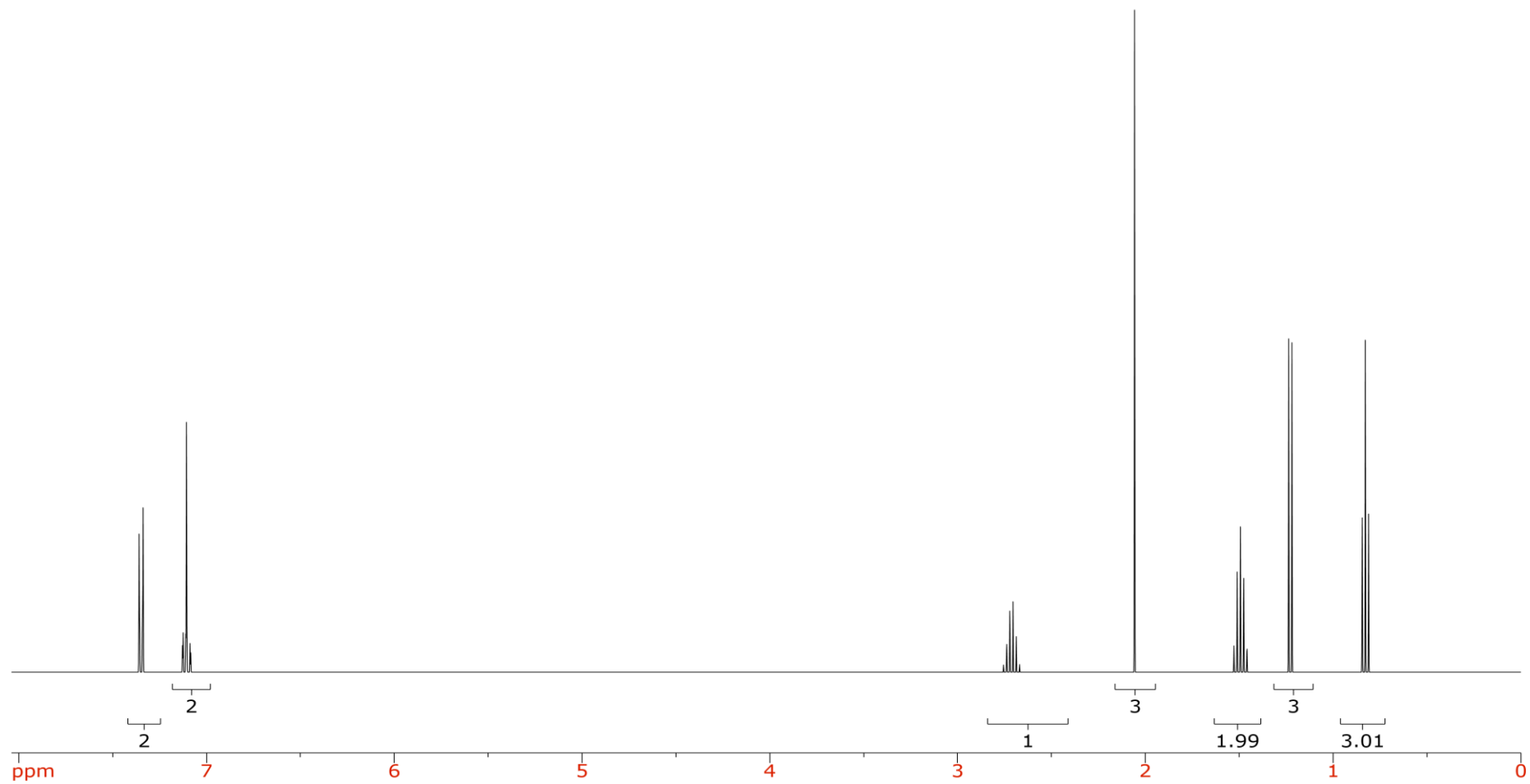
Massa esatta: m/z 192.1150 (100.00%)      193.1184 (13.24%)

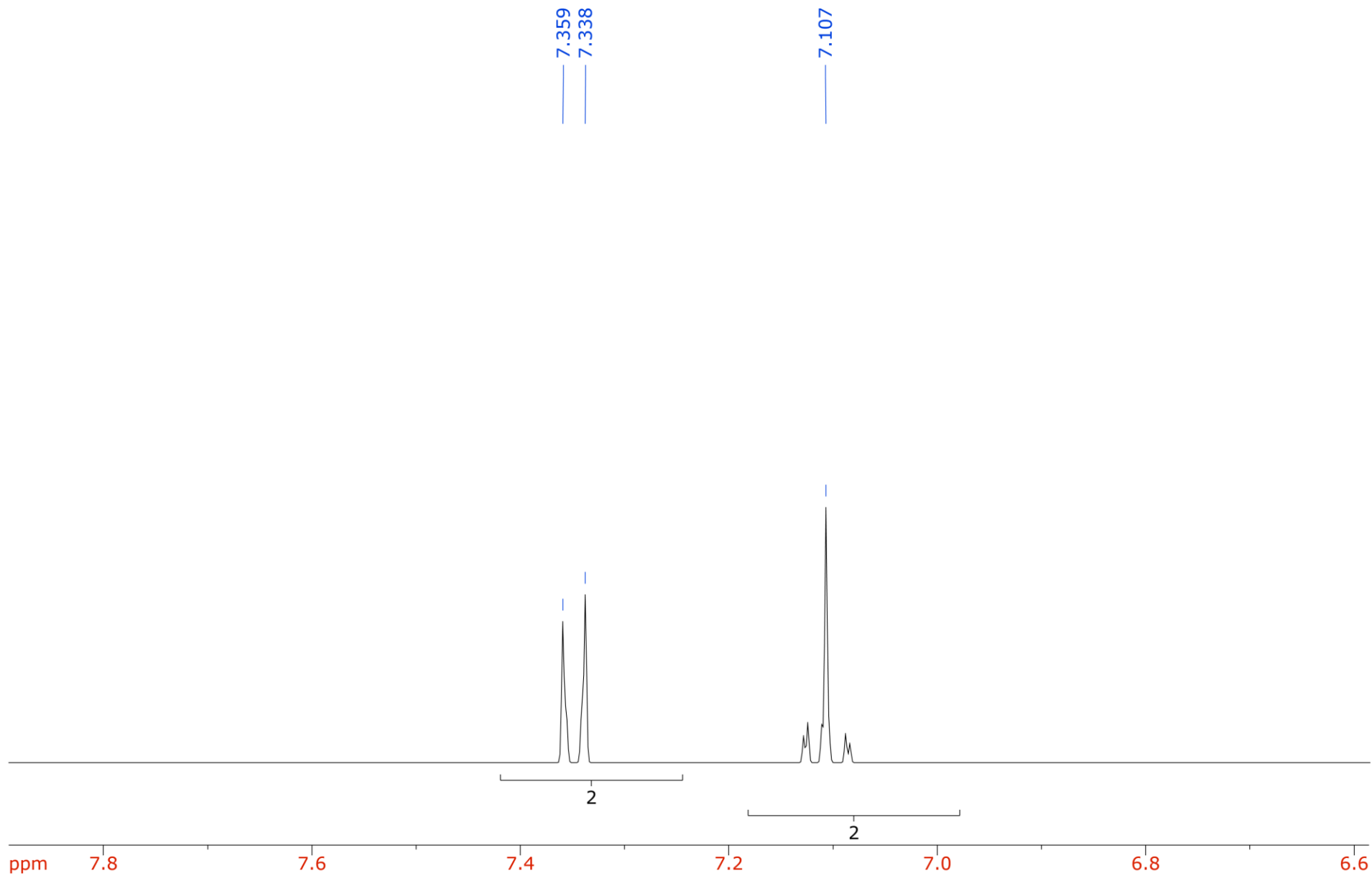
### Spettro IR ( KBr)

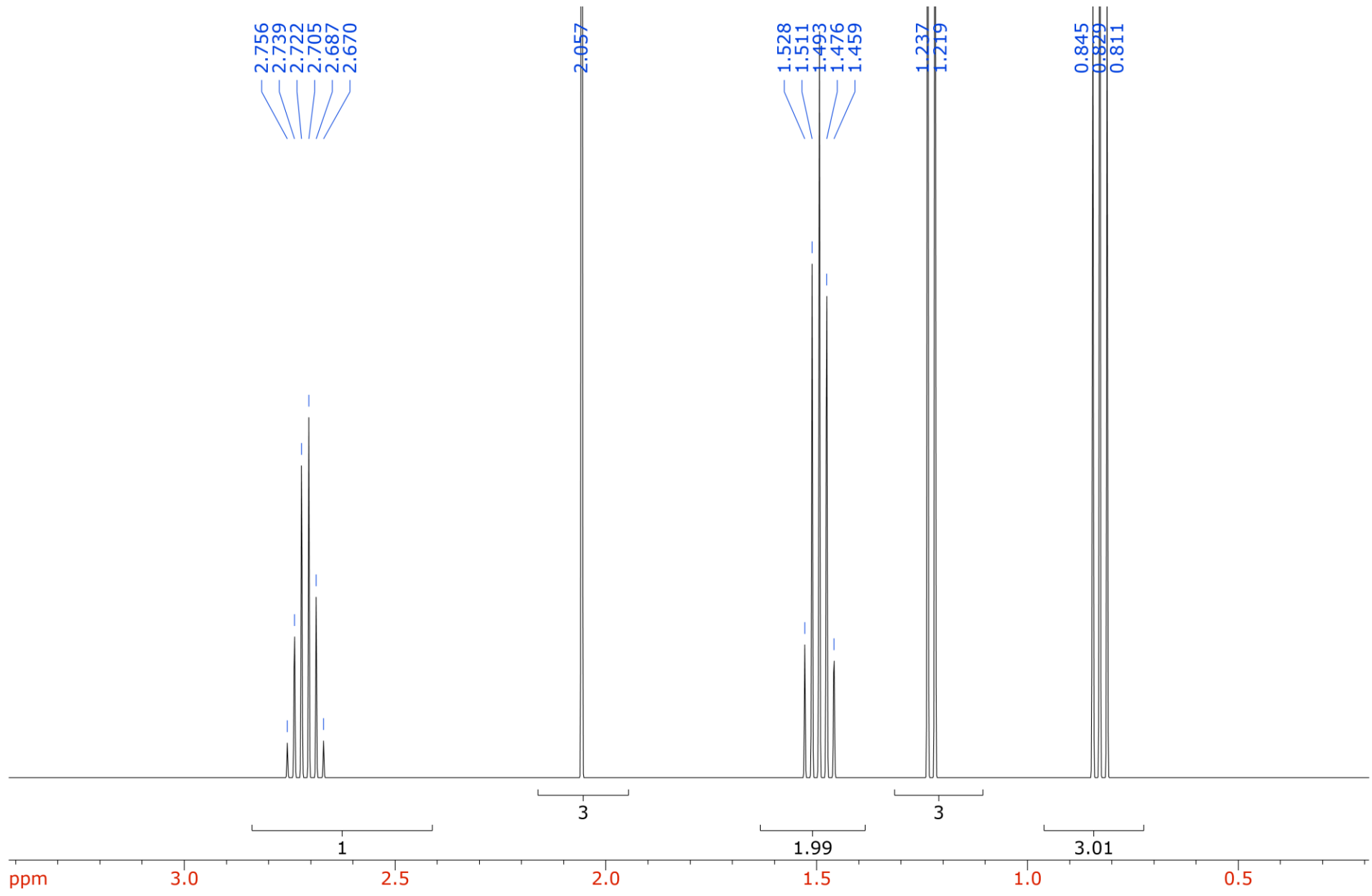


3035	70	1692	72	1216	6	969	74	710	79
2962	18	1509	14	1197	4	941	64	700	74
2931	34	1462	44	1167	20	912	26	651	77
2874	38	1466	41	1103	64	847	49	626	70
1896	84	1420	57	1061	70	805	70	595	68
1767	7	1370	20	1046	66	745	64	552	39
1606	66	1304	70	1018	33	738	81	534	66

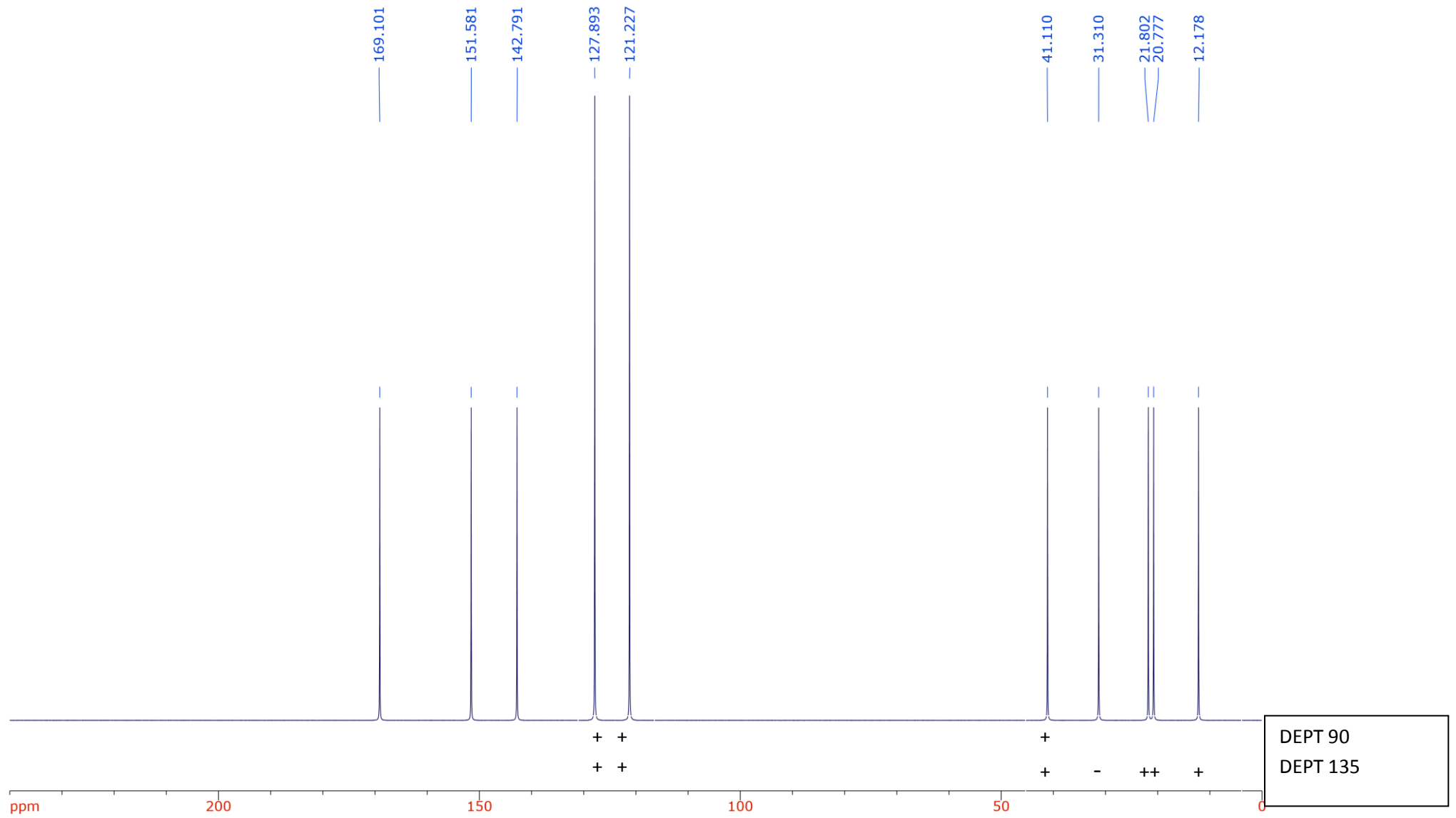
$^1\text{H-NMR}$  ( 400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )



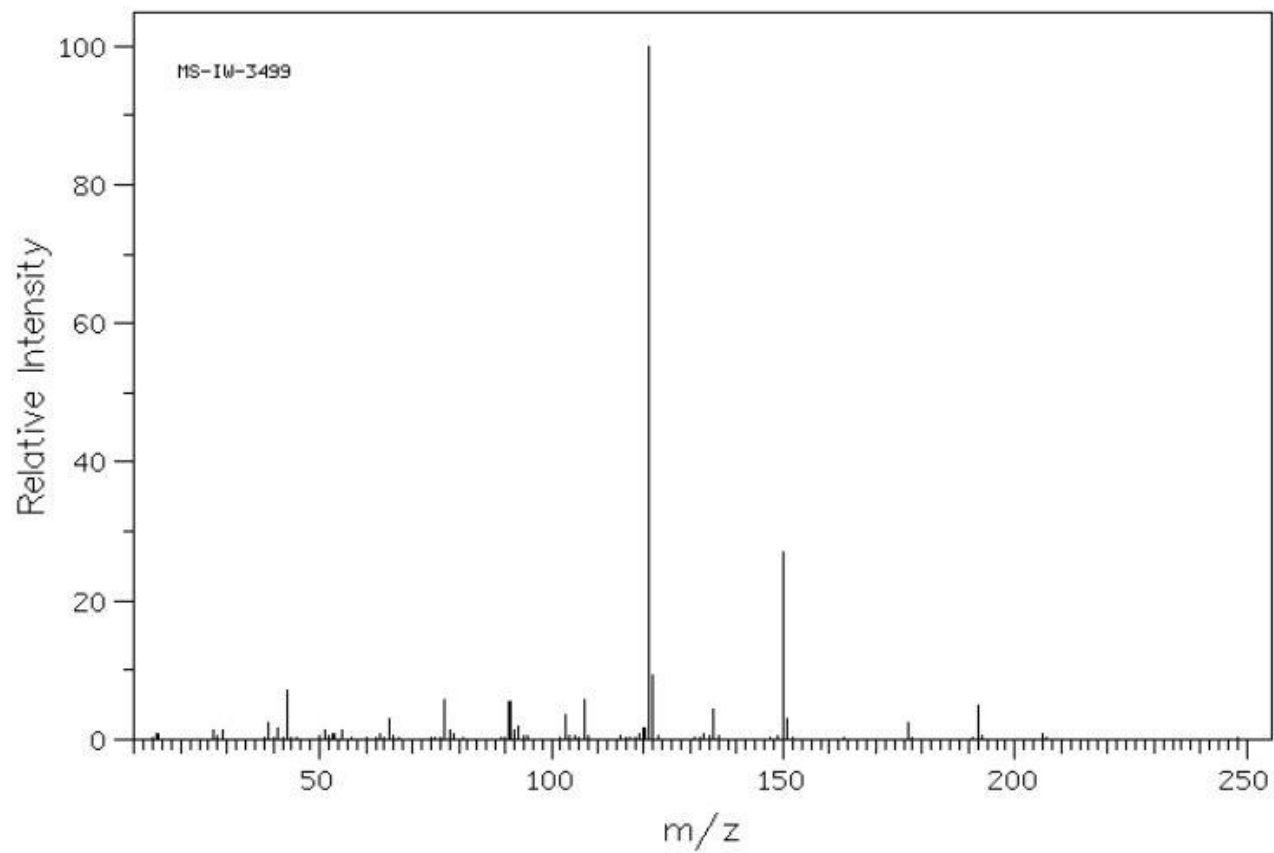




<sup>13</sup>C-NMR ( 100 MHz, CDCl<sub>3</sub>)



MS (EI)



m/z	Intensità (%)
43.0	7.1
121.0	100
122.0	9.3
150.0	27.1