

## 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)

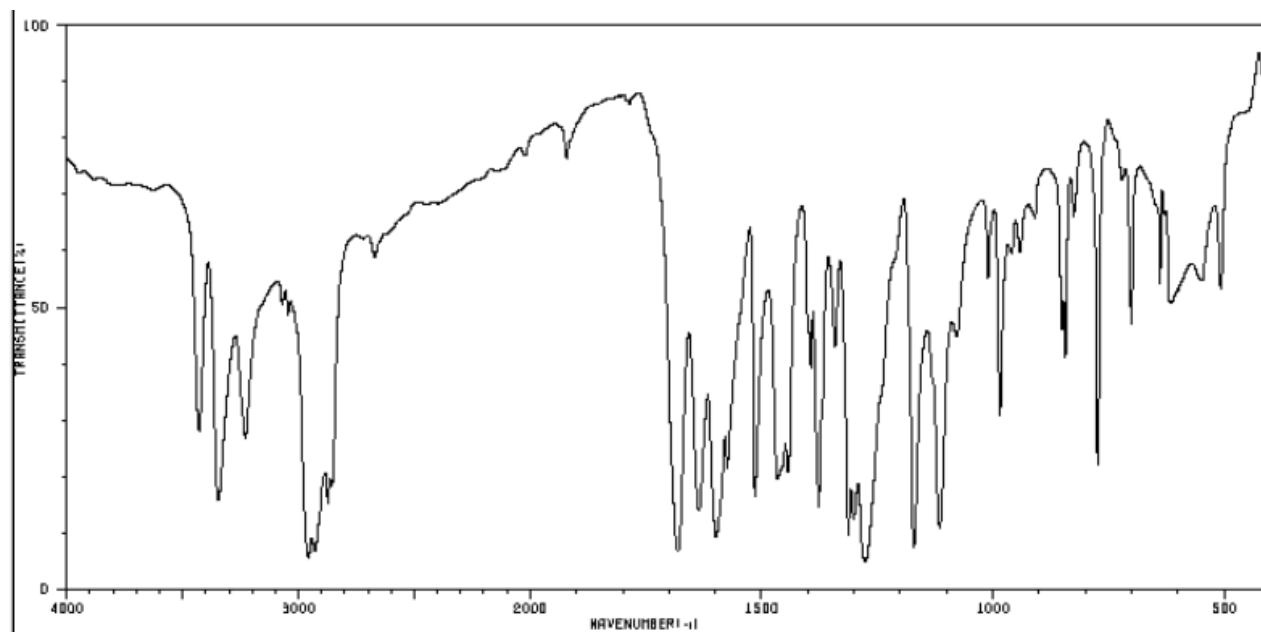
**(5 punti)**

**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, 68.37; H, 7.82; N, 7.25

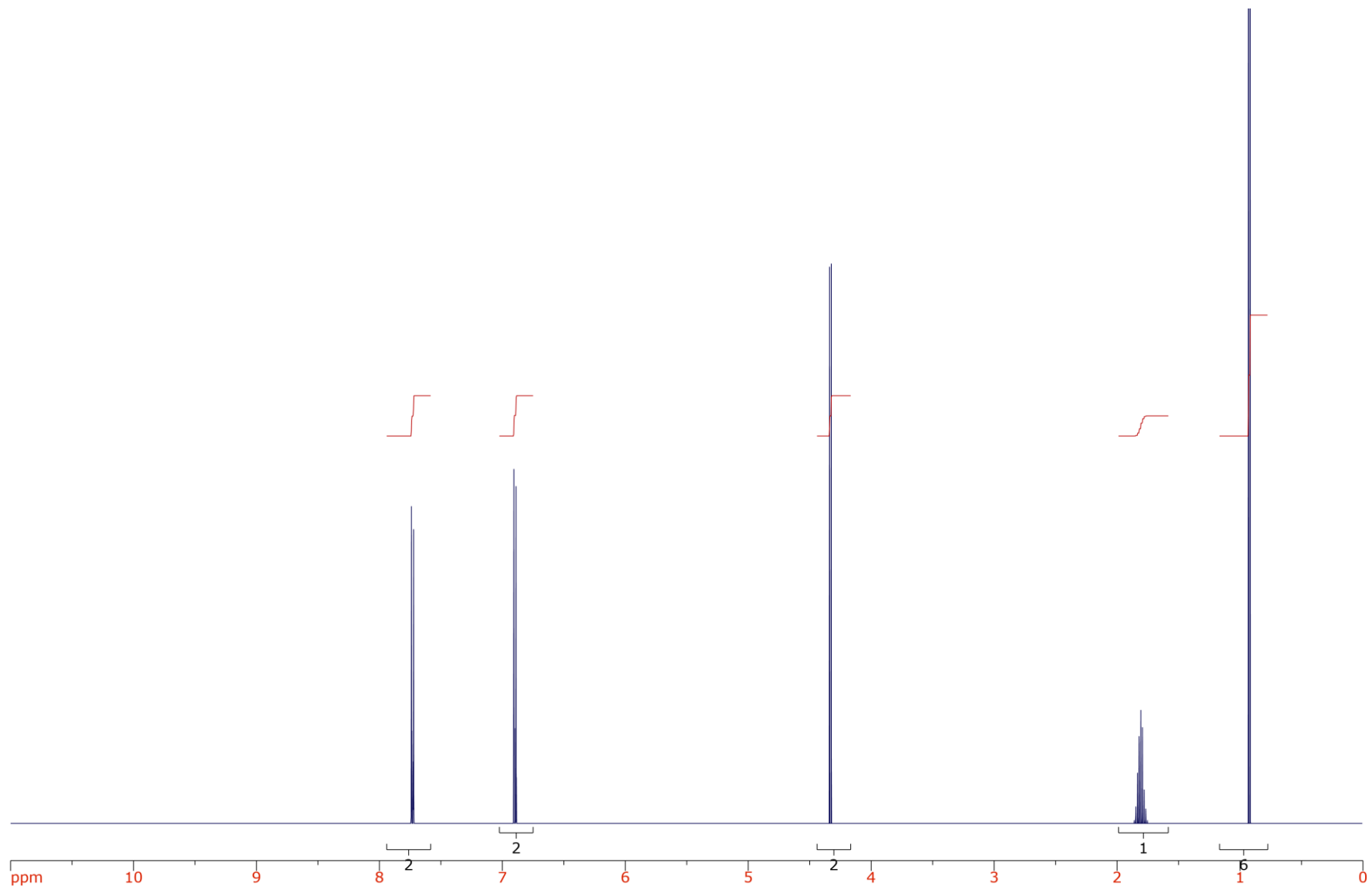
Massa esatta: m/z 193.110 (100.00%); 194.114(12.51%)

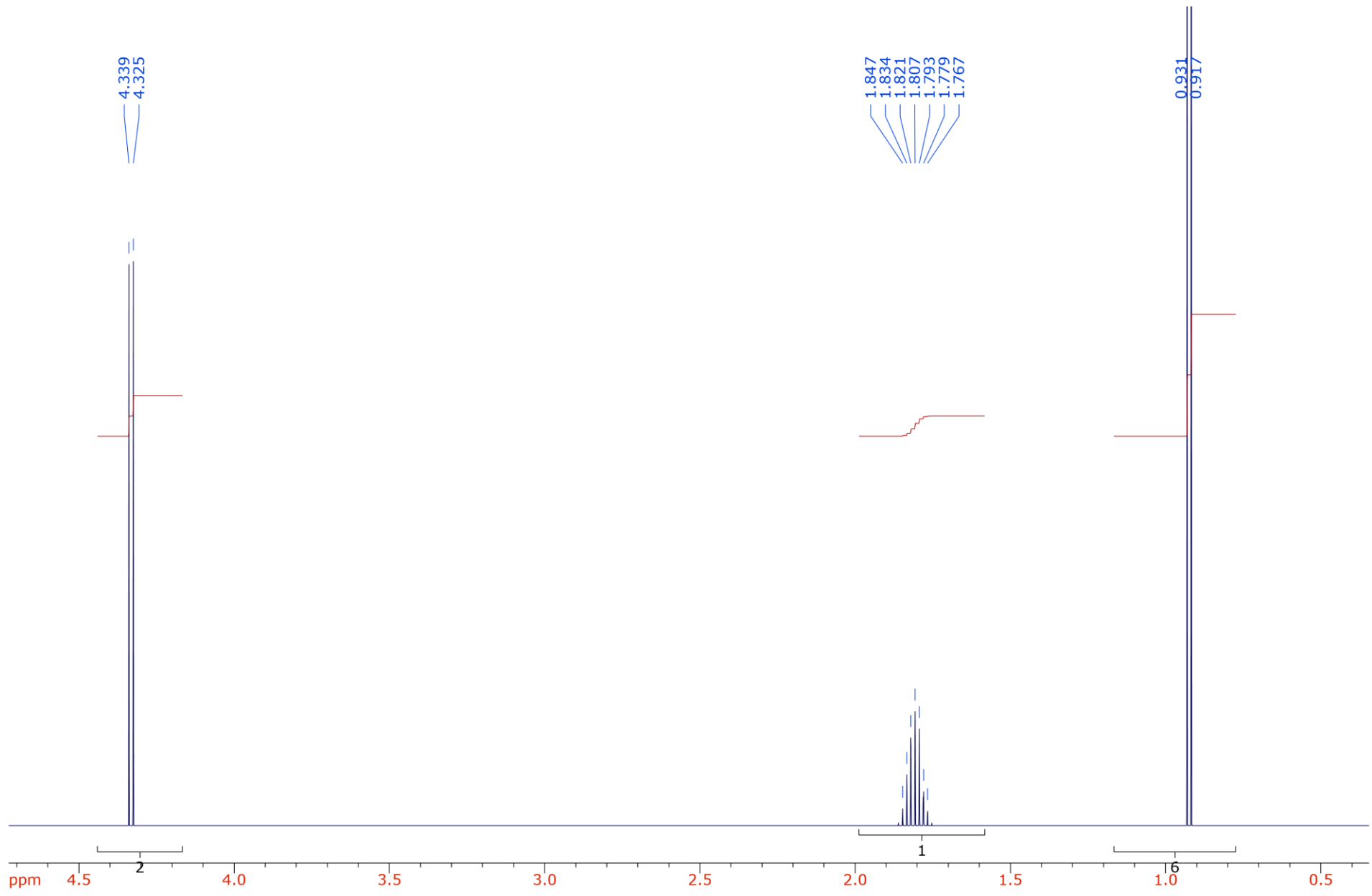
### Spettro IR ( KBr)

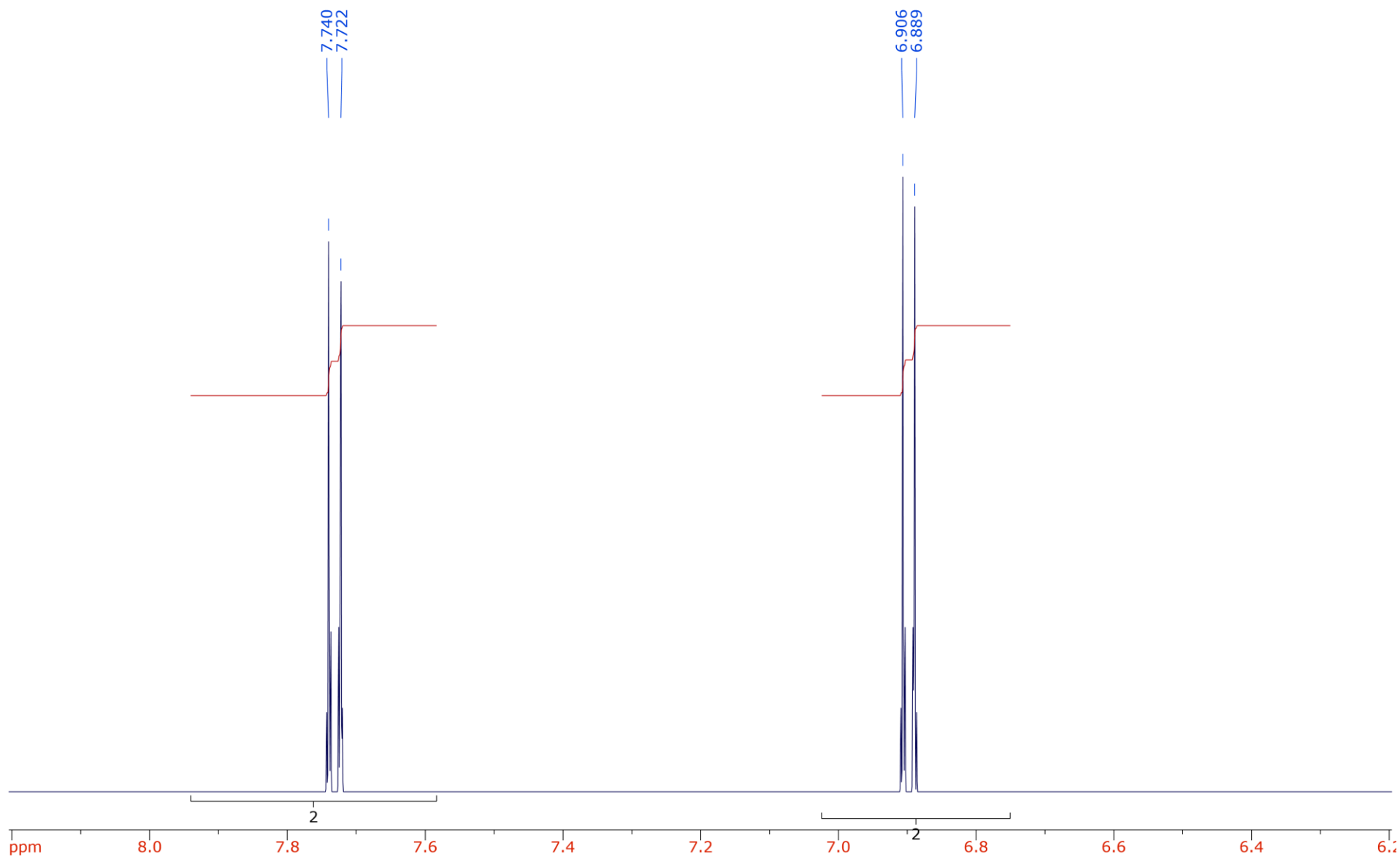


3430	26	2872	14	1468	18	1301	12	843	39
3346	15	2855	17	1443	20	1276	4	774	21
3228	26	1681	5	1400	43	1171	7	701	44
3070	49	1636	13	1394	37	1116	10	616	49
3045	48	1598	8	1377	13	1078	43	604	50
2956	5	1574	20	1342	41	985	29	550	52
2929	6	1514	16	1312	9	861	44	608	60

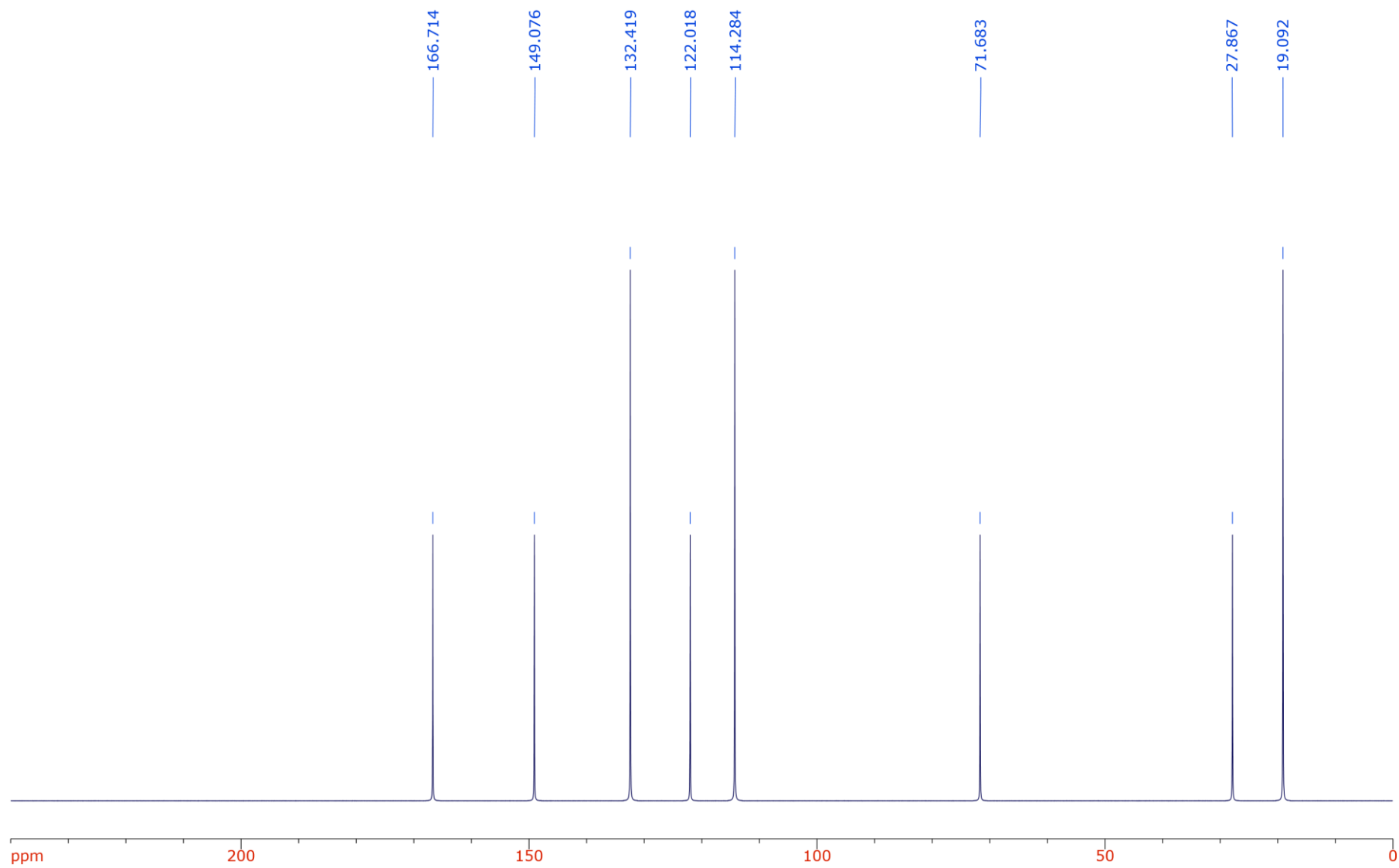
$^1\text{H-NMR}$  ( 500 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )







$^{13}\text{C}$ -NMR ( 100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )



MS (EI)

