

## Esame di ANALISI ORGANICA STRUMENTALE/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)

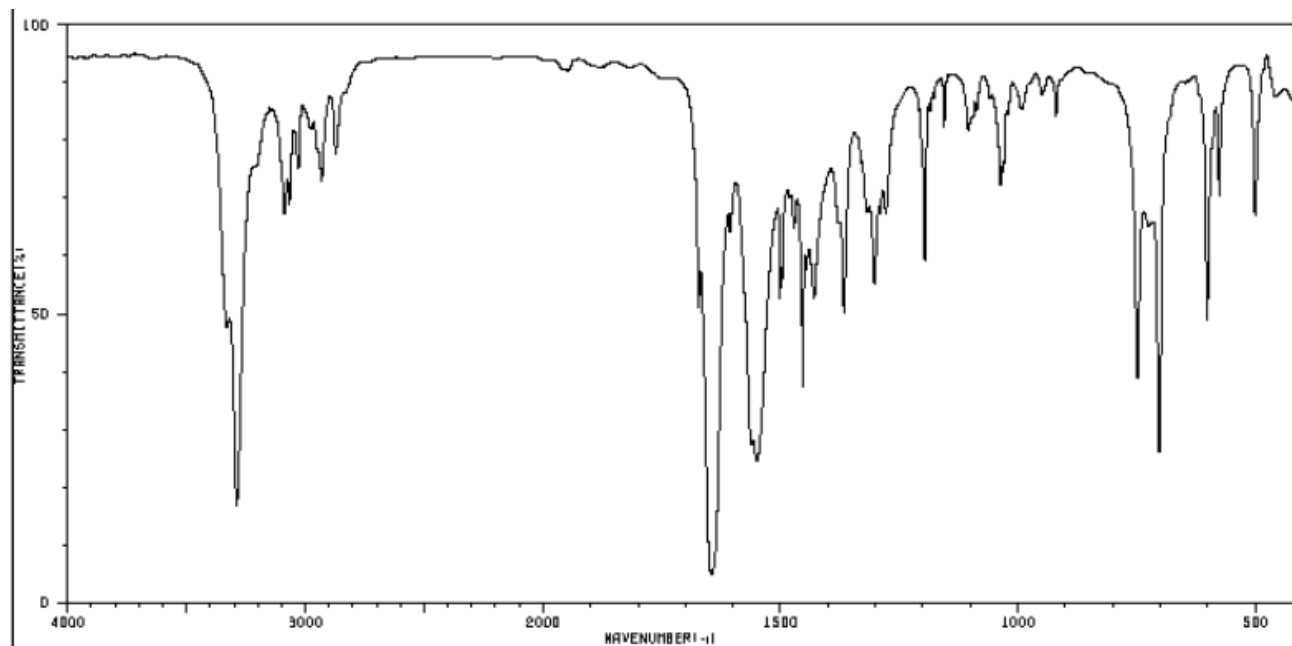
**(5 punti)**

**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, 73.59; H, 8.03; N, 8.58

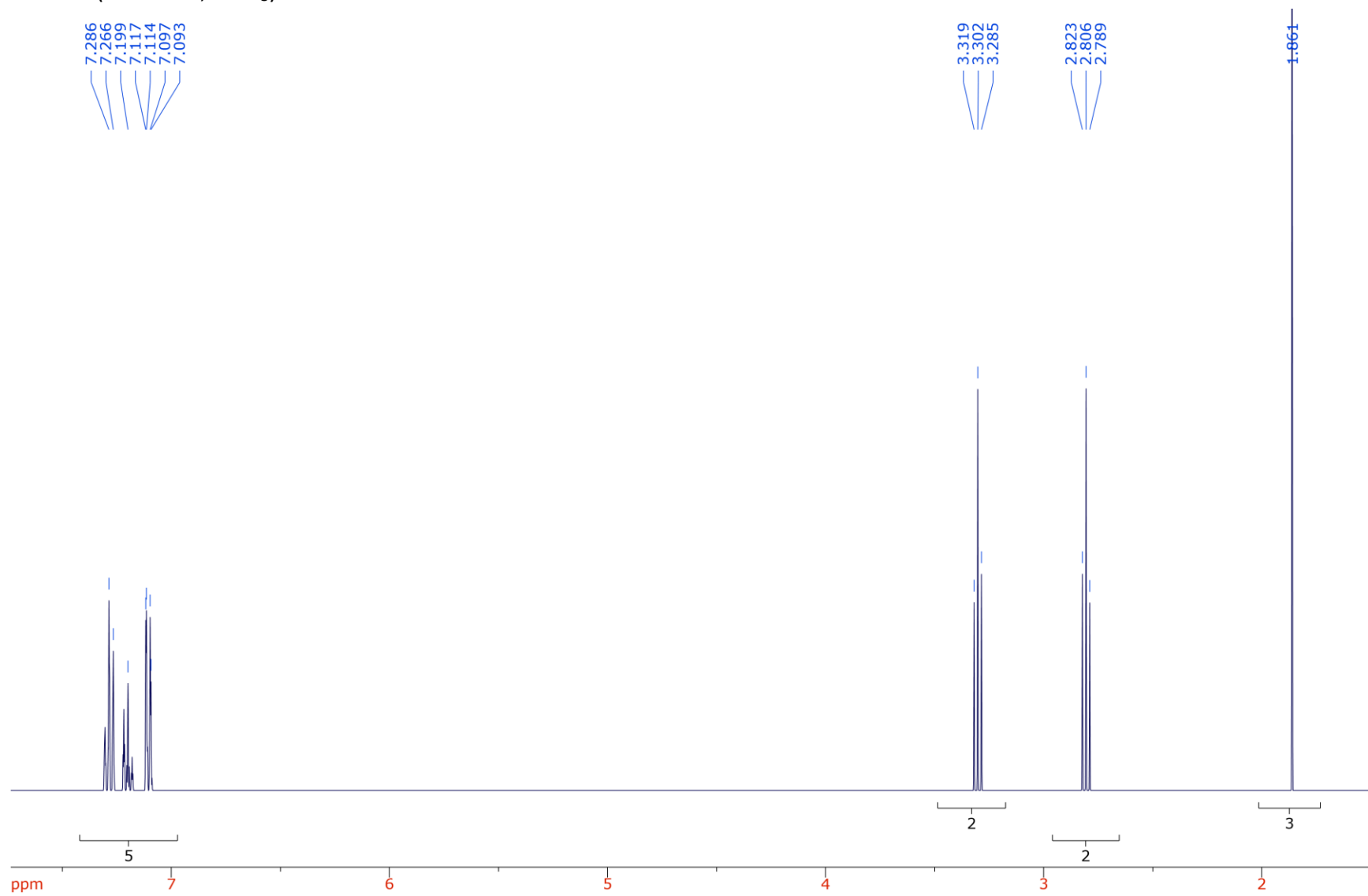
Massa esatta: m/z 163.10 (100.00%); 164.10(10.82%)

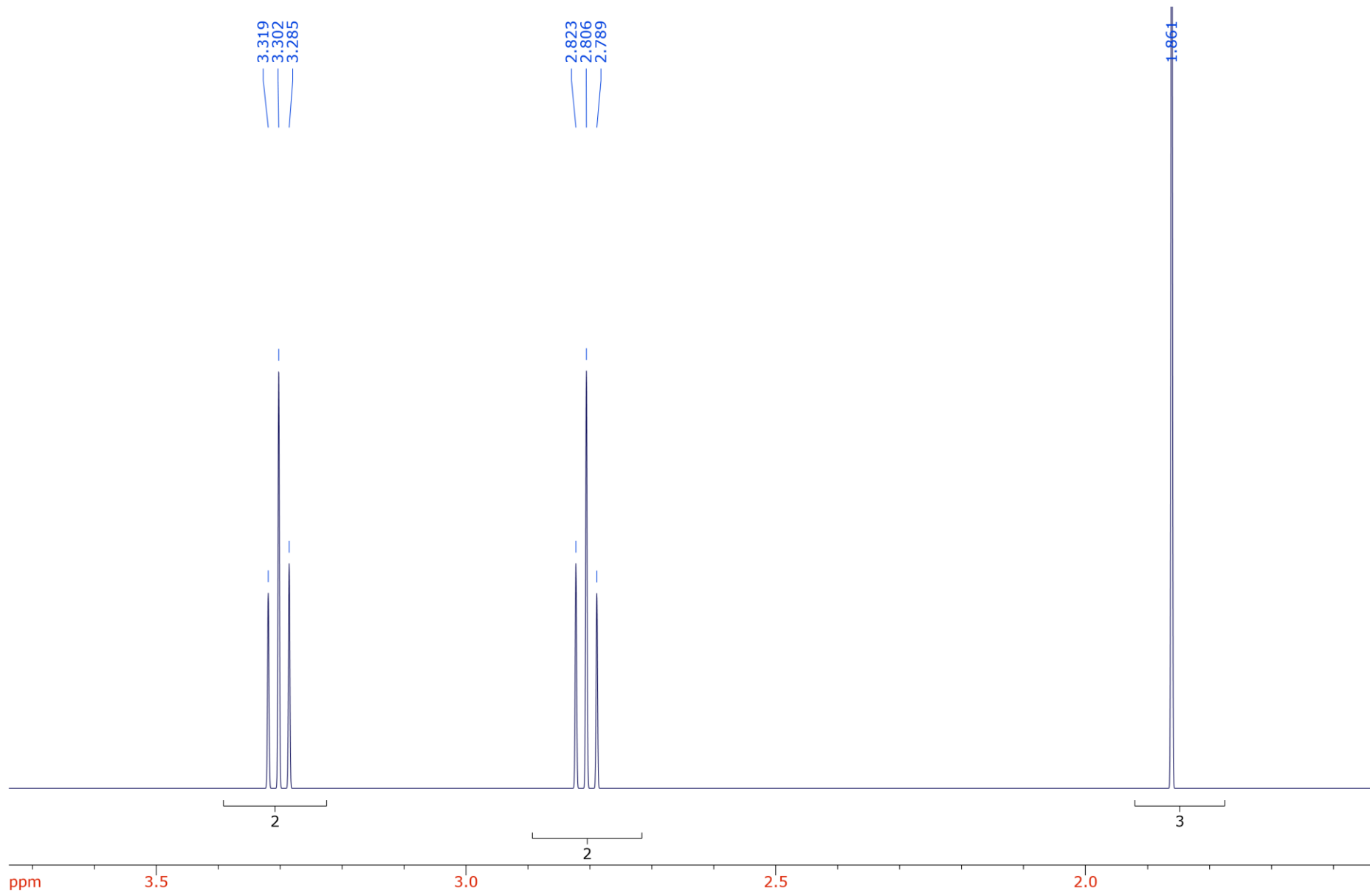
### Spettro IR ( KBr)



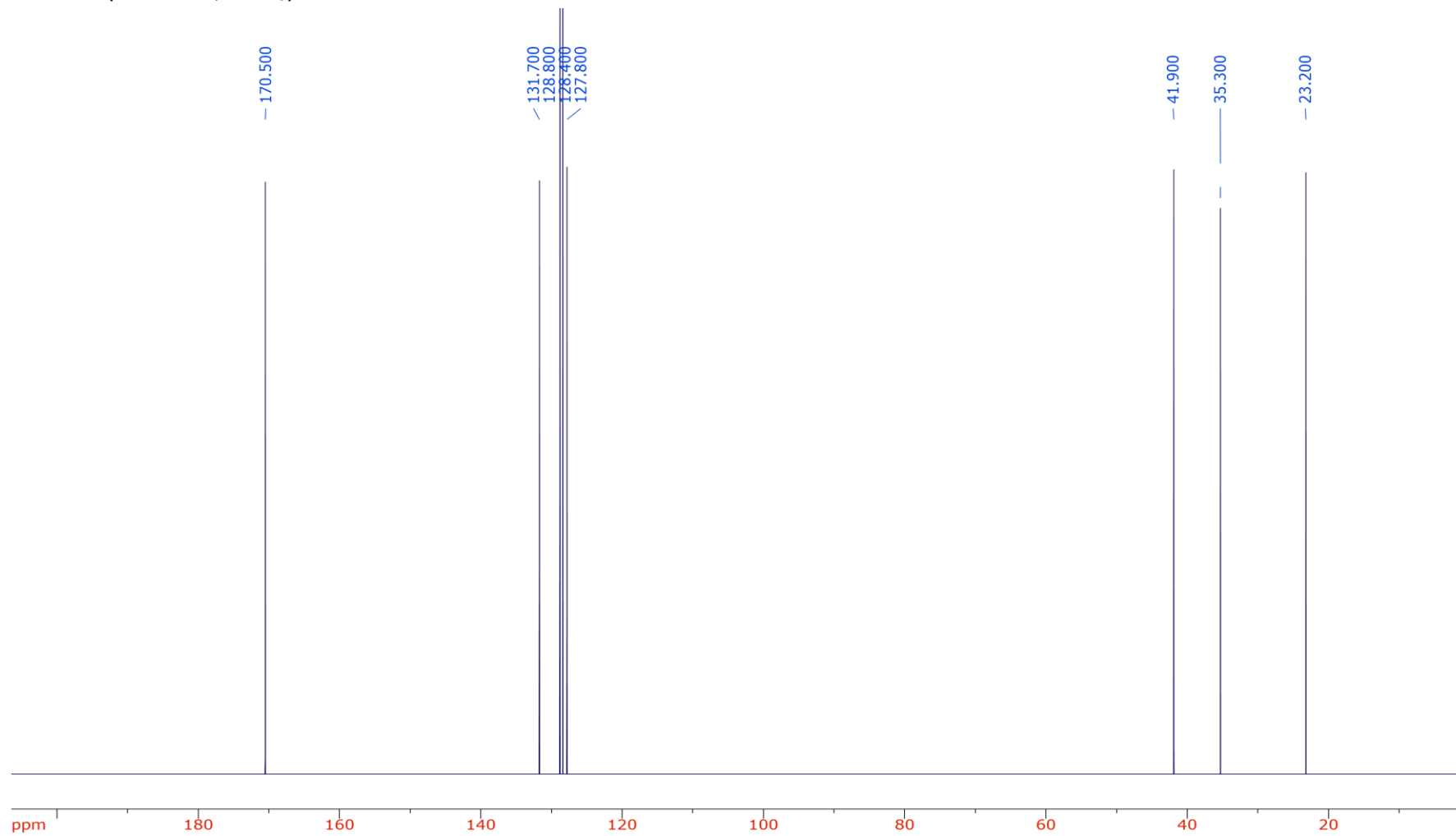
3331	46	2932	70	1601	60	1313	66	1030	72
3288	16	2872	74	1471	62	1309	53	748	37
3087	84	1672	49	1453	36	1291	64	717	64
3067	66	1646	4	1446	66	1279	64	703	26
3028	72	1606	62	1430	50	1197	57	602	47
2977	79	1561	26	1376	82	1156	79	577	68
2963	79	1549	29	1367	47	1037	70	601	64

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





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



MS (EI)

