

## 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)

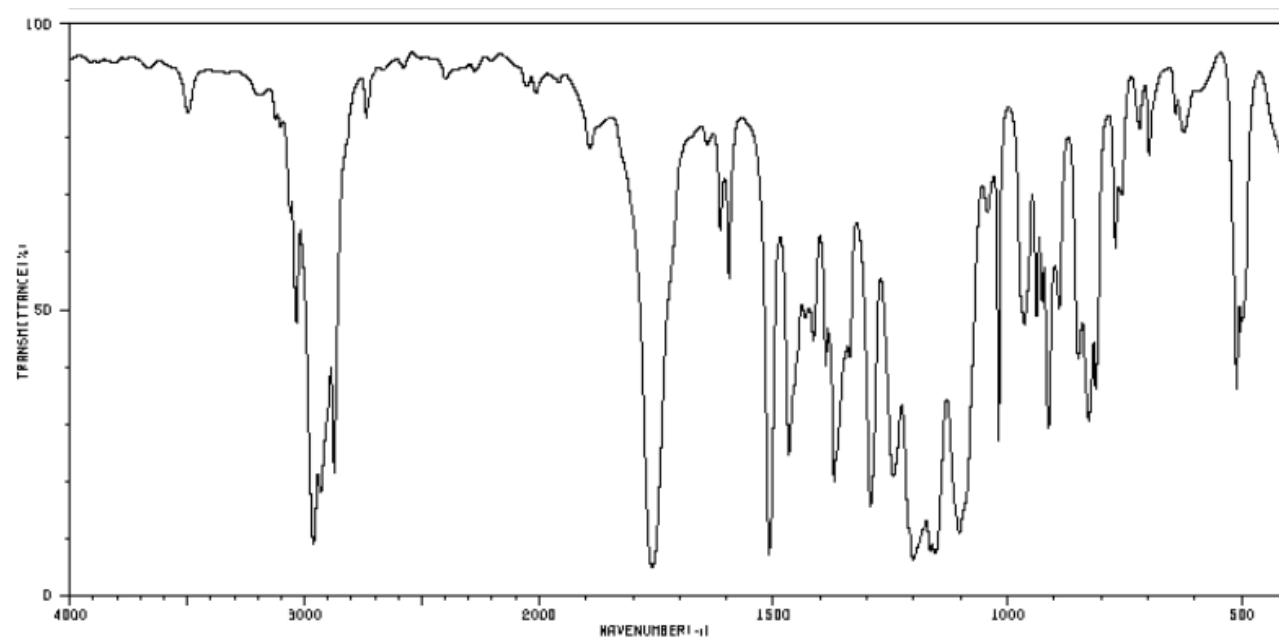
**(5 punti)**

**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)

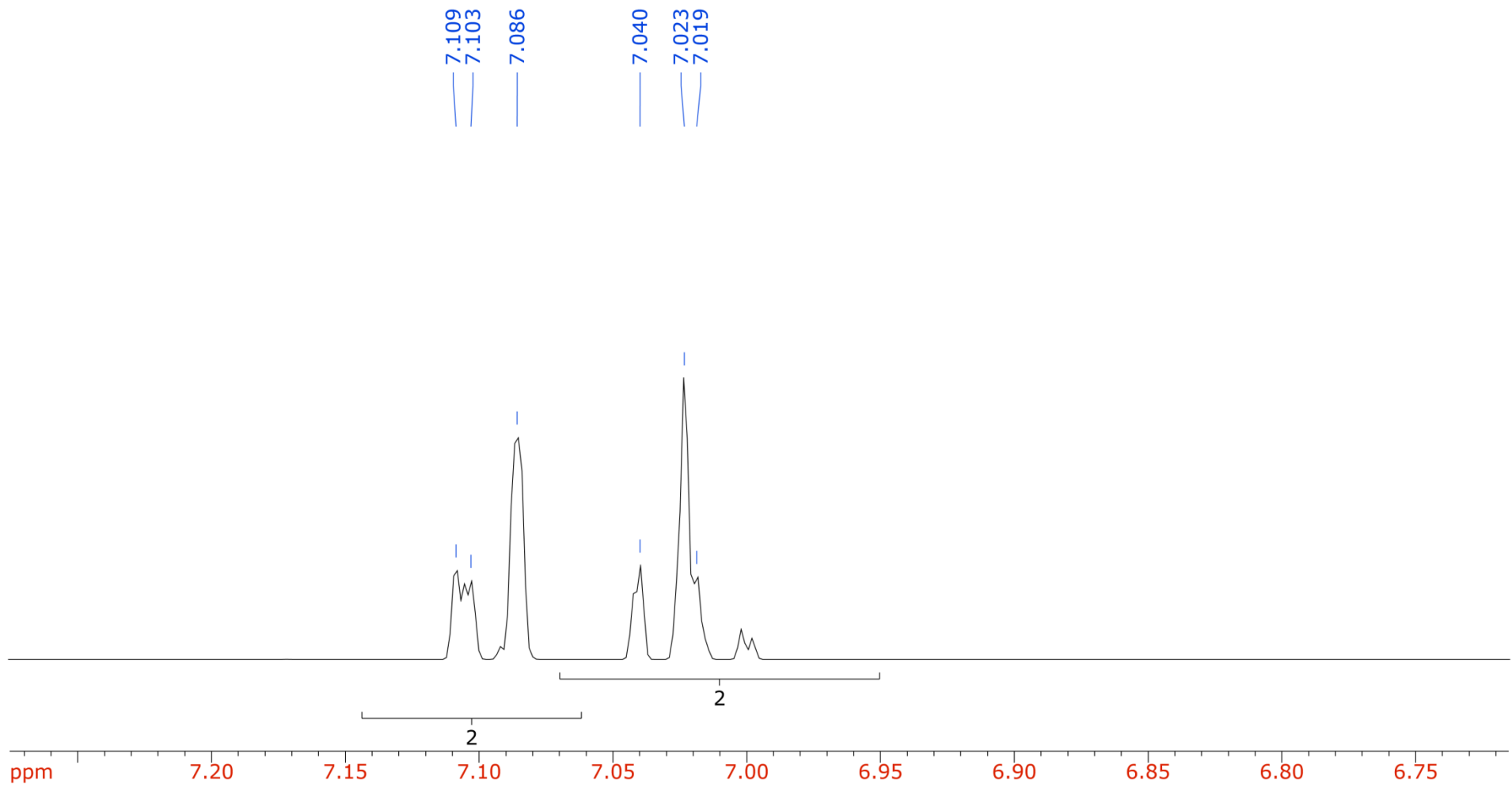


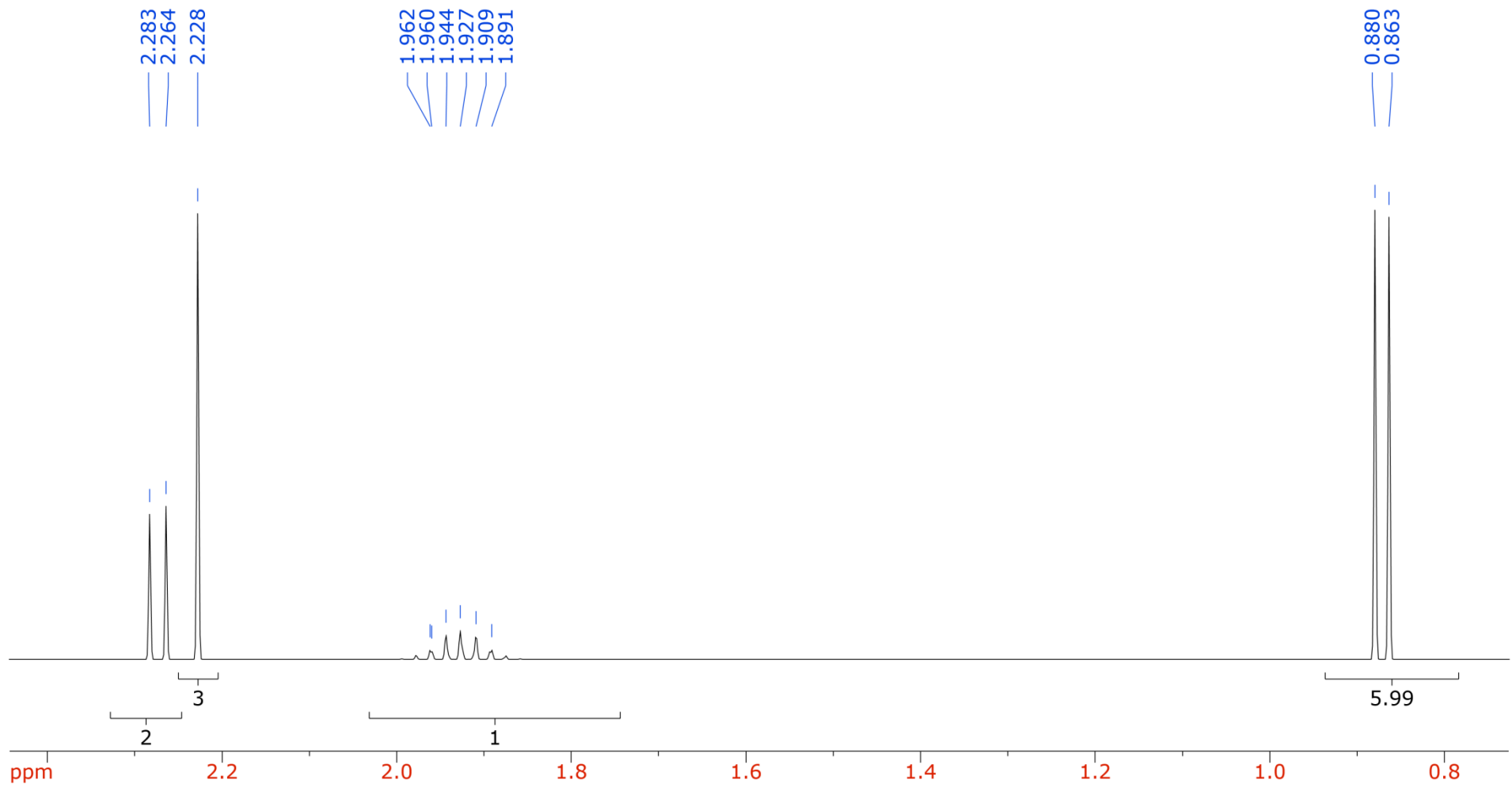
3062	64	1594	59	1337	39	1043	64	849	39
3034	45	1509	7	1293	14	1019	26	827	29
2962	6	1467	25	1244	20	963	45	812	34
2930	17	1432	46	1202	6	938	47	770	68
2873	20	1415	43	1166	7	926	49	757	68
1759	4	1388	38	1155	7	913	28	511	35
1613	62	1370	19	1103	10	890	47	503	44

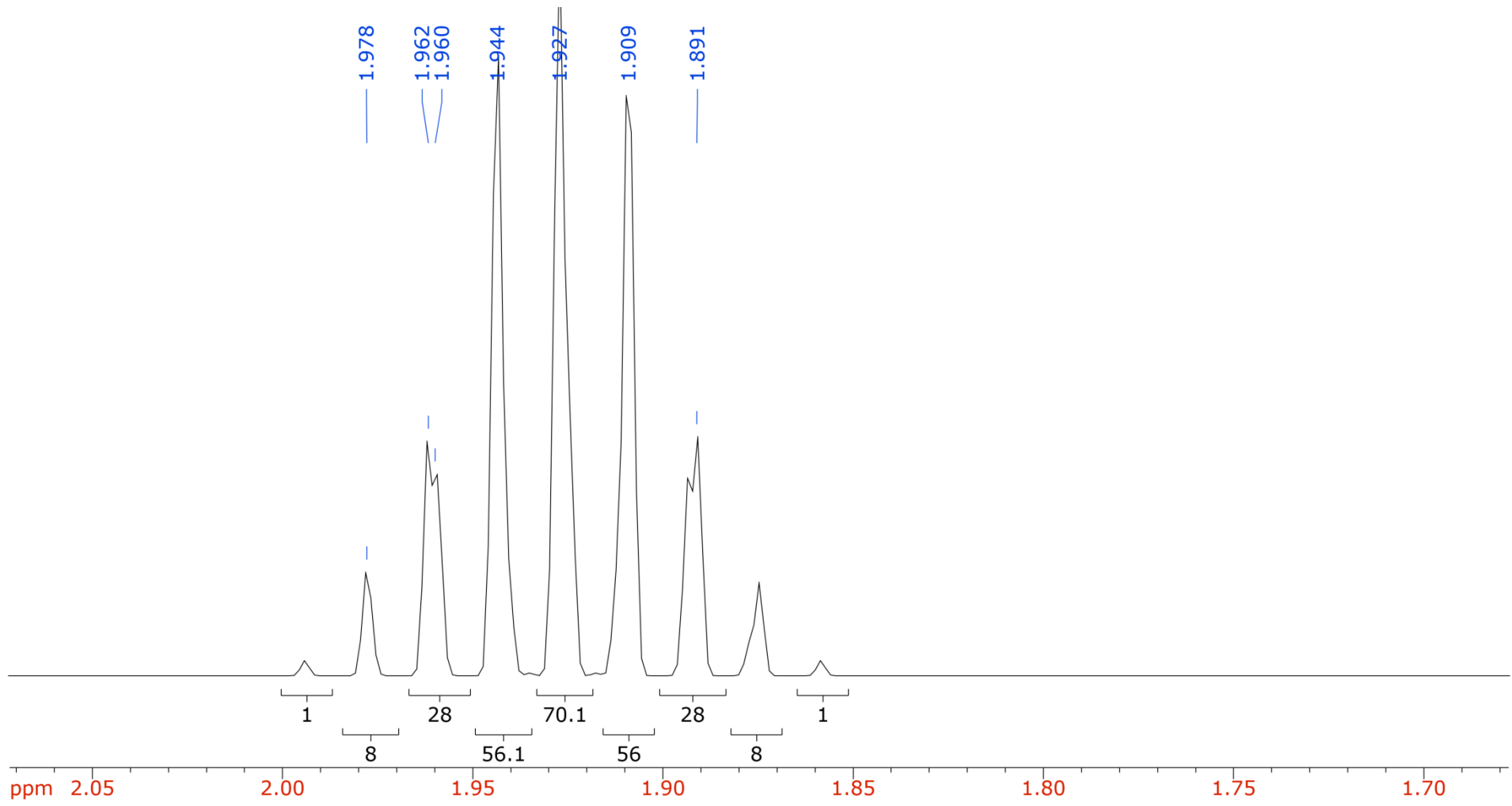


$^1\text{H-NMR}$  ( 400 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )

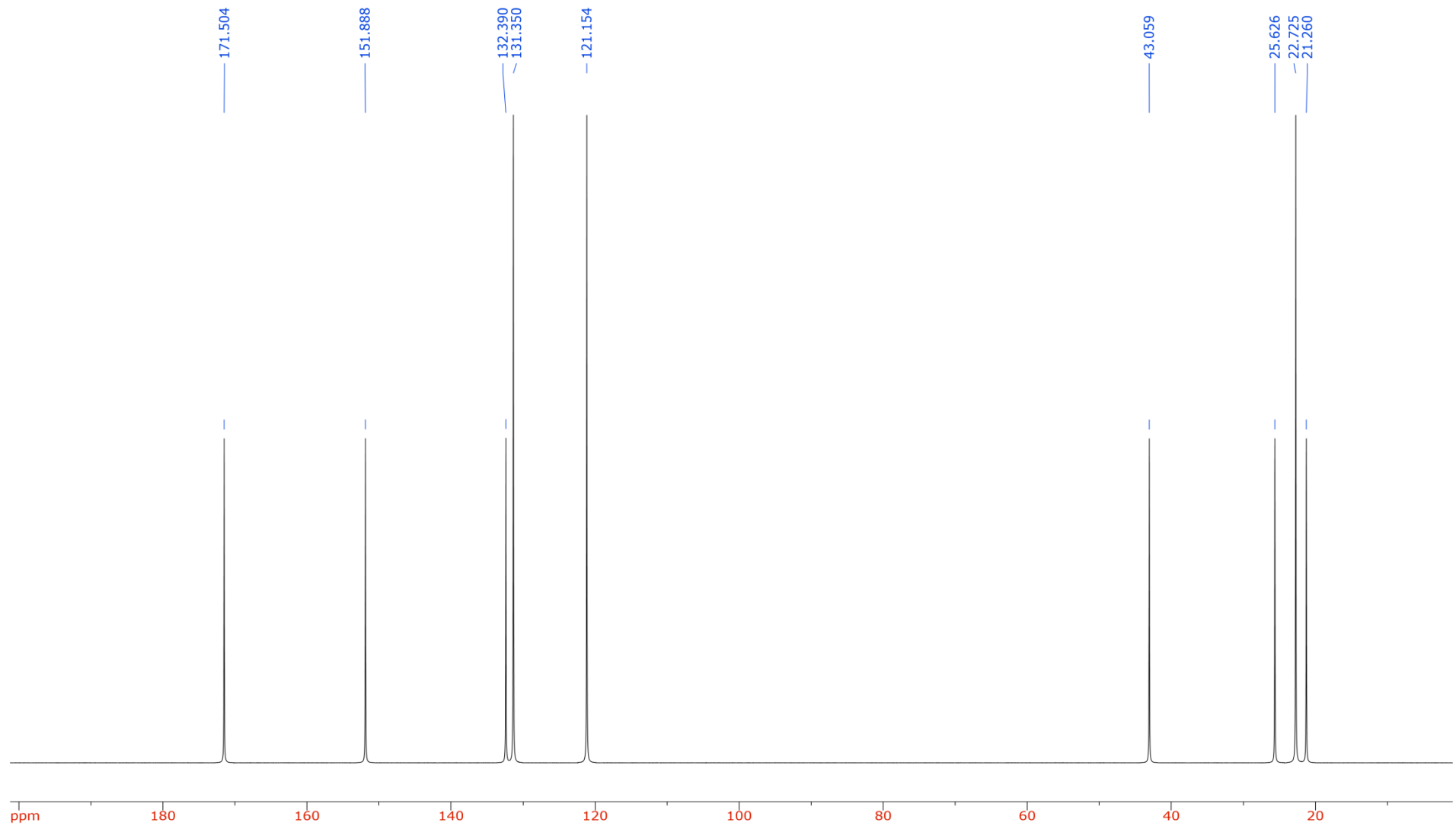








$^{13}\text{C}$ -NMR ( 100 MHz,  $\text{CDCl}_3$ )



+ +  
+ +

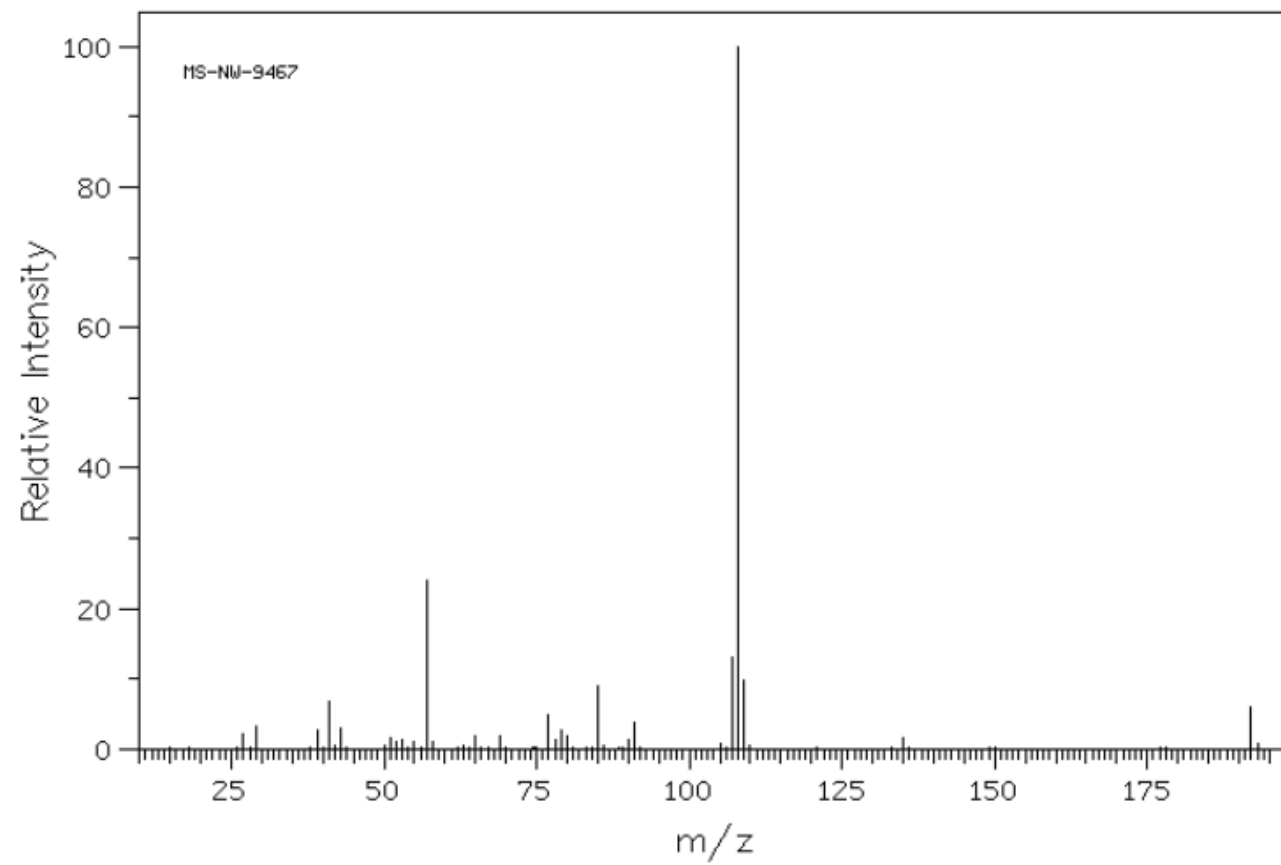
- + ++

DEPT 90  
DEPT 135

A8



MS (EI)



m/z	Intensità (%)
57.0	23.9
85.0	9.1
107.0	13.0
108.0	100
109.0	9.8