

(1) Określ masę cząsteczkową na podstawie widma masowego.

(2) Zbadaj problem pod kątem wszelkich dodatkowych danych dotyczących składu i określ wzór cząsteczkowy, jeśli to możliwe. Ze wzoru cząsteczkowego określ stopień nienasycenia DBE

$$DBE = C + 1 - \frac{H}{2} - \frac{X}{2} + \frac{N}{2}$$

na jego podstawie zastanów się czy masz do czynienia z układem aromatycznym, czy nienasyceniami lub pierścieniami.

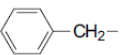
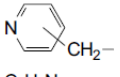
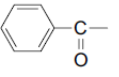
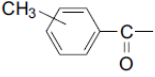
(3) Określ liczbę sygnałów od atomów węgla w różnych zakresach widma ^{13}C NMR i liczbę węgli czwartorzędowych (C), węgli metinowych (CH), węgli metylenowych (CH_2) i węgle metylowe (CH_3) z widma ^{13}C NMR (z widma DEPT lub proton coupled). Czy związek jest symetryczny? (liczba sygnałów ^{13}C NMR mniejsza od liczby atomów węgla we wzorze cząsteczkowym)

(4) Określ względną liczbę sygnałów od protonów w różnych zakresach widma ^1H NMR. Liczba sygnałów wskazuje na liczbę grup protonów równocennych. Wartość całki danego sygnału jest proporcjonalna do liczby protonów, które ten sygnał wywołały i określa wzajemny stosunek liczby protonów w różnych grupach (wartość liczbowa całki, jako taka, nie ma znaczenia – ważny jest wzajemny stosunek wartości całek do siebie, bo ta wielkość określa wzajemny stosunek ilości protonów w grupach, które wywołały odpowiednie sygnały). Zobacz jak stosunek liczby poszczególnych atomów wodoru wynikający z całki i ma się do wzoru cząsteczkowego, czy jest liczbą całkowitą (całka integracyjna, ewentualne znajdź wielokrotność).

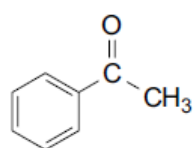
(5) Zbadaj kolejno każde widmo (IR, widmo masowe, UV, ^{13}C NMR, ^1H NMR) poszukując oczywistych elementów konstrukcyjnych:

(6) Zbadaj widmo IR pod kątem obecności lub braku grup z charakterystycznymi pasmami absorpcji, np. COOH , C=O , OH , NH_2 , C=C , $\text{C}\equiv\text{CH}$, $\text{C}\equiv\text{N}$ itp.

(7) Zbadaj widmo masowe dla typowych fragmentów, np.

Fragment	Mass	Fragment	Mass	Fragment	Mass
CH_3-	15	CH_3CH_2-	29	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{H}-\text{C}- \end{array}$	29
NO	30	$-\text{CH}_2\text{OH}$	31	$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-$	41
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3-\text{C}- \end{array}$	43	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{HO}-\text{C}- \end{array}$	45	$-\text{NO}_2$	46
C_4H_7	55	C_4H_9	57	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{CH}_3\text{CH}_2-\text{C}- \end{array}$	57
$\begin{array}{c} \text{OH} \\ \diagup \\ \text{CH}_2=\text{C} \\ \diagdown \\ \text{OH} \end{array}$	60	C_5H_5	65		77
	91		92		105
C_7H_7		$\text{C}_6\text{H}_6\text{N}$		$\text{C}_7\text{H}_5\text{O}$	
	119	I—	127		
$\text{C}_8\text{H}_7\text{O}$					

(8) Zbadaj widmo UV pod kątem dowodów sprzężenia aromatycznego pierścienie itp.



acetophenone

λ_{max} (nm)	ϵ	$\log_{10}(\epsilon)$	Assignment	
244	12,600	4.1	$\pi \rightarrow \pi^*$	K
280	1,600	3.2	$\pi \rightarrow \pi^*$	B
317	60	1.8	$n \rightarrow \pi^*$	R

(9) Zbadaj widmo ^1H NMR dla grup CH_3 (s), CH_3CH_2 (t, q), $\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ (sep/m, d), aromatyczne protony, CH_nX , wymienne protony grup OH, NH_2 , COOH, SH (znikają po dodaniu D_2O)

(10) Zapisz wszystkie określone elementy konstrukcyjne. Zauważ, że niektóre są jednofunkcyjne (tj. muszą to być grupy końcowe, takie jak $-\text{CH}_3$, $-\text{C}\equiv\text{N}$, $-\text{NO}_2$), podczas gdy niektóre są dwufunkcyjne (np. $-\text{CO}-$, $-\text{CH}_2-$, $-\text{COO}-$) lub trójfunkcyjne (np. CH , N). Dodaj atomy każdego elementu strukturalnego i porównaj sumę z wzór cząsteczkowy nieznanego. Różnica (jeśli występuje) może dać wskazówkę charakter nieokreślonych elementów strukturalnych (np. eterowy $-\text{O}-$). W na tym etapie mogą pojawić się elementy symetrii.

(11) Spróbuj złożyć elementy konstrukcyjne. Pamiętaj, że może być ich więcej niż jeden sposób ich połączenia. Dane lub informacje o sprzęganiu i multipletowości może umożliwić Ci zdecydowany wybór między możliwościami. Czasami warto skorzystać z tablic i obliczyć wartość przesunięcia chemicznego na widmach NMR, lub zaprojektować widmo przy pomocy programu (simulate and predict NMR spectra).

(12) Wróć do każdego widma (IR, UV, widmo masowe, ^{13}C NMR, ^1H NMR) i po kolei sprawdź czy wszystkie główne cechy (zwłaszcza wszystkie główne fragmenty w widmie MS i wszystkie cechy widm NMR) są zgodne z proponowaną strukturą. Upewnij się, że żadne sygnały czy pasma nie są niezgodne z proponowaną strukturą.