

VYSOKÁ ŠKOLA CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ V PRAZE

Fakulta chemicko-inženýrská

Ústav analytické chemie



Semestrální projekt oboru analytická chemie I

Vypracovala: **Marie Švecová**

Rok: 2013/2014

Obsah

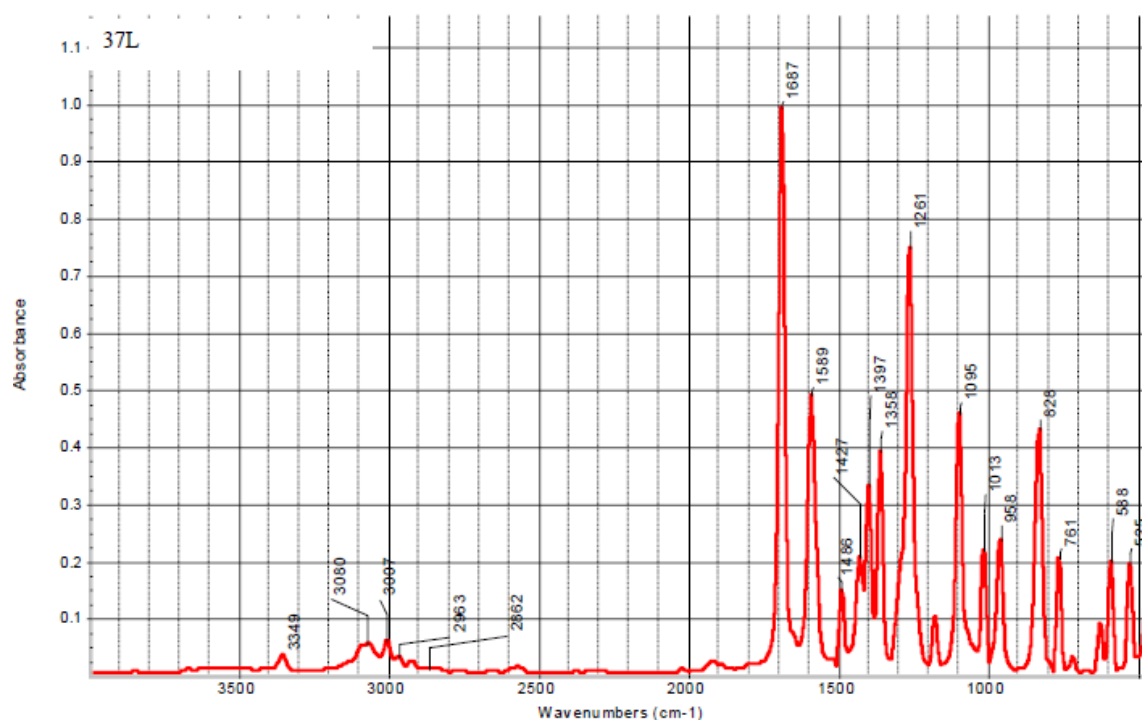
1. Vzorek 37L	3
1.1 Infračervené spektrum	3
1.2 NMR spektra	4
1.3 Hmotnostní spektrum	6
3. Závěr	8

Cílem mého semestrálního projektu bylo nalézt strukturu sloučenin s označením 37L a 24 pomocí infračervených, Ramanových, hmotnostních a NMR spekter.

1. Vzorek 37L

1.1 Infračervené spektrum

Infračervené spektrum poskytuje informaci o jednotlivých funkčních skupinách. Z poloh jednotlivých pásů v infračerveném spektru sloučeniny 37L (obr. č. 1) je patrné, že sloučenina obsahuje aromatický kruh (označené charakteristické pásy 3080, 3007, 1589, 1486, 1427, 1095 a 828 cm^{-1} ; neoznačené overtóny v oblasti 2000 – 1700 cm^{-1}), methylovou CH_3 skupinu (charakteristické pásy 2963, 2862, 1486, 1358 cm^{-1}) a karbonylovou $\text{C}=\text{O}$ skupinu (charakteristické pásy 3349, 1687 a 1261 cm^{-1}), jejíž pás 1687 cm^{-1} je typicky nejintenzivnější z celého spektra. Pás na 1095 cm^{-1} je také charakteristický pro chlor na aromatickém jádře v para poloze. Přiřazení jednotlivých pásů k druhům vibrací a funkčním skupinám je v tab. č. 1.



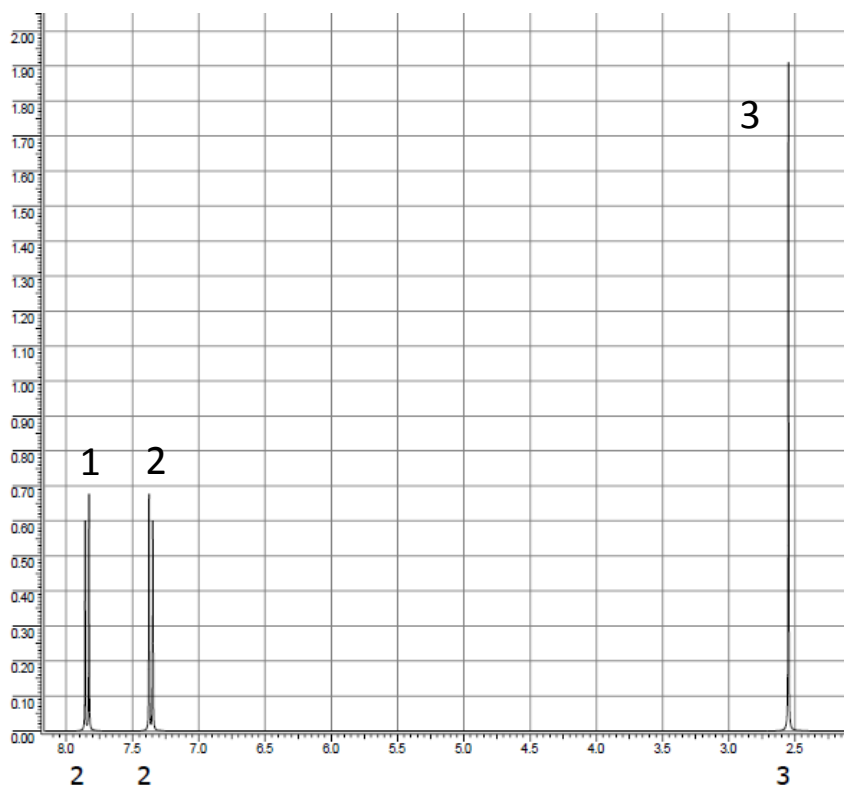
Obr. č. 1:Infračervené spektrum sloučeniny 37L

Tab. č. 1: Přiřazení druhů vibrací a funkčních skupin k jednotlivým pásům infračerveného spektra

vlnočet [cm ⁻¹]	funkční skupina	intenzita	vibrace
3349	CO	w	overtone
3080	Ar	w	$\nu(\text{CH})$
3007	Ar	w	$\nu(\text{CH})$
2963	CH ₃	w	$\nu_{\text{as}}(\text{CH}_3)$
2862	CH ₃	w	$\nu_{\text{s}}(\text{CH}_3)$
1687	CO	vs	$\nu(\text{C=O})$
1589	Ar	m	$\nu(\text{C=C})$
1486	CH ₃ , překryv s Ar	w	$\delta_{\text{as}}(\text{CH}_3)$
1427	Ar	w	$\nu(\text{C=C})$
1358	CH ₃	m	$\delta_{\text{s}}(\text{CH}_3)$
1261	CO	s	$\delta(\text{C-CO-C})$
1095	Cl na Ar v para poloze	m	$\nu(\text{C=C})$
828	Ar, 1,4.substituce	m	$\gamma(\text{CH})$

1.2 NMR spektra

V ¹H NMR spektru jsou zaznamenány pouze 3 signály (obr. č. 2). Podle chemických posunů signálů jsou 2 signály v oblasti typické pro aromatickou strukturu a jeden v oblasti pro alifatickou strukturu. Z integrálních intenzit signálů vyplývá, že signál v alifatické oblasti patří CH₃ skupině (integrální intenzita 3) a tato skupina sousedí s atomem uhlíku, na němž nejsou navázány atomy vodíku (multiplicita – singlet). Signály v aromatické oblasti mají integrální intenzitu shodně 2. Integrální intenzita zde poukazuje na symetrii molekuly (2 znamená 2 atomy vodíku, ale každý z nich je navázán na jiném atomu uhlíku) a tedy na pravděpodobnou 1,4-substituci aromatického kruhu. Na blízkost a vzájemnou interakci atomů vodíků poukazuje multiplicita signálů (dublet) a tzv. střechový efekt těchto signálů. V tab. č. 2 je uveden přehled ¹H signálů, jejich integrální intenzita a multiplicita.

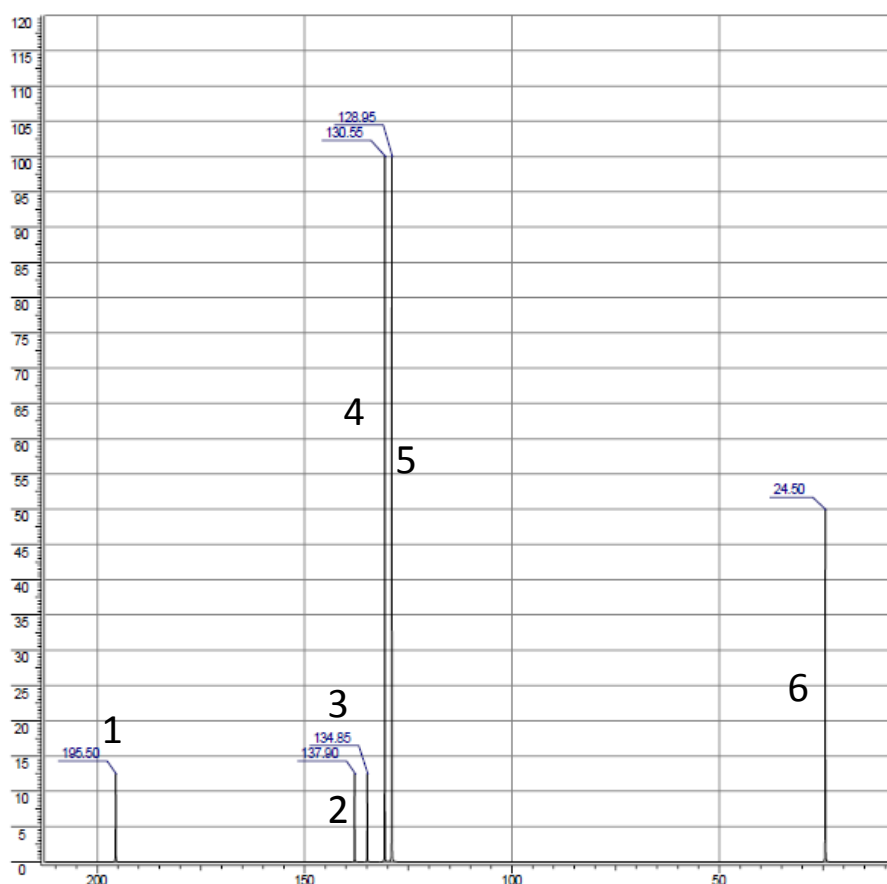


Obr. č. 2: ^1H NMR spektrum pro sloučeninu 37L

Tab. č. 2: Přehled signálů ^1H spektra, jejich integrální intenzita a multiplicita

signál	chemický posun [ppm]	multiplicita	intenzita
H ₁	7.85	dublet	2
H ₂	7.35	dublet	2
H ₃	2.55	singlet	3

V ^{13}C NMR spektru je zachyceno 6 signálů uhlíků (obr. č. 3). Jeden signál je v alifatické oblasti, dále 4 v aromatické oblasti a poslední signál s chemickým posunem 195,5 ppm poskytuje uhlík karbonylové C=O skupiny. Na symetrii molekuly poukazuje i ^{13}C spektrum. Jelikož se nachází v aromatické oblasti pouze 4 signály, uhlíky, na nichž jsou navázány vodíky, jsou si ekvivalentní a poskytují stejný signál. Tuto myšlenku potvrzují i intenzity signálů, které jsou několikanásobně silnější než signály ostatních aromatických uhlíků a dvojnásobně intenzivnější než signál alifatického uhlíku. Přehled signálů a jejich chemické posuny s pravděpodobným rozřazením signálů k funkčním skupinám jsou uvedeny v tab. č. 3.



Obr. č. 3: ^{13}C NMR spektrum pro sloučeninu 37L

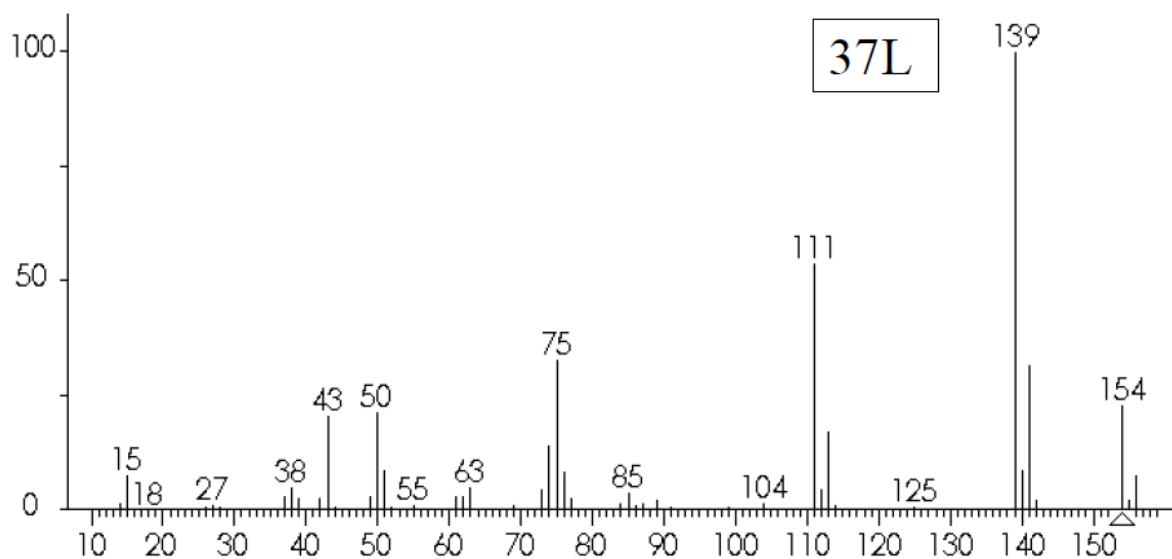
Tab. č. 3: Přehled ^{13}C signálů, jejich chemické posuny a přiřazení k funkčním skupinám

signál	chemický posun [ppm]	funkční skupina
C ₁	195.5	CO
C ₂	137.9	CCO
C ₃	134.85	CCl
C ₄	130.55	CH
C ₅	128.95	CH
C ₆	24.5	CH ₃

1.3 Hmotnostní spektrum

Ve hmotnostním spektru (obr. č. 4) je dobře čitelný molekulový ion-radikál ($m/z=154$). Z poměru intenzit molekulového klastru ($154:156=3:1$) je patrné, že molekula obsahuje 1 atom chloru. Pravděpodobná fragmentace molekuly je naznačena v tab. č. 4. Z molekulového klastru se odštěpuje CH_3 skupina α -štěpením ($m/z=139$). Tento fragment je velice stabilní, a proto je tento pík nejintenzivnější ve spektru. Další fragment vzniká odštěpením karbonylové a methylové skupiny α -štěpením ($m/z=111$) z molekulového ion-radikálu. Chlor odstupuje z aromatického kruhu v podobě chlorovodíku (fragment $m/z=75$) a u vzniklého fragmentu lze pozorovat i ztrátu typického poměru

intenzit pro atom chloru. Fragmenty s nižší hodnotou m/z než 75 odpovídají fragmentaci aromatického kruhu.



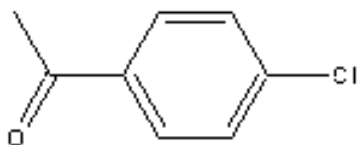
Obr. č. 4: Hmotnostní spektrum sloučeniny 37L

Tab. č. 4: Pravděpodobná fragmentace molekuly

m/z	fragment
154	molekulový ion-radikál
139	$\text{Cl}(\text{C}_6\text{H}_4)\text{CO}^+$
111	$\text{Cl}(\text{C}_6\text{H}_4)^+$
75	C_6H_3^+

3. Závěr

Sloučeninu s označením 37L jsem identifikovala jako 1-(4-chlorofenyl)ethanon, látku s molekulární hmotností 154,59 g/mol a strukturním vzorcem uvedeném na obr. č. 14. 1,4-substituci vysvětluje symetrii molekuly. Funkční skupiny by mohly mít i strukturu chkloridu kyseliny 4-methylbenzoové. Ve hmotnostním spektru se ale nevyskytuje tropyllionový iont ($m/z=91$), který by vznikl po odštěpení chloridu a zbytku karboxylové skupiny.



Obr. č. 14: Struktura 1-(4-chlorofenyl)ethanonu (sloučenina 37L)