

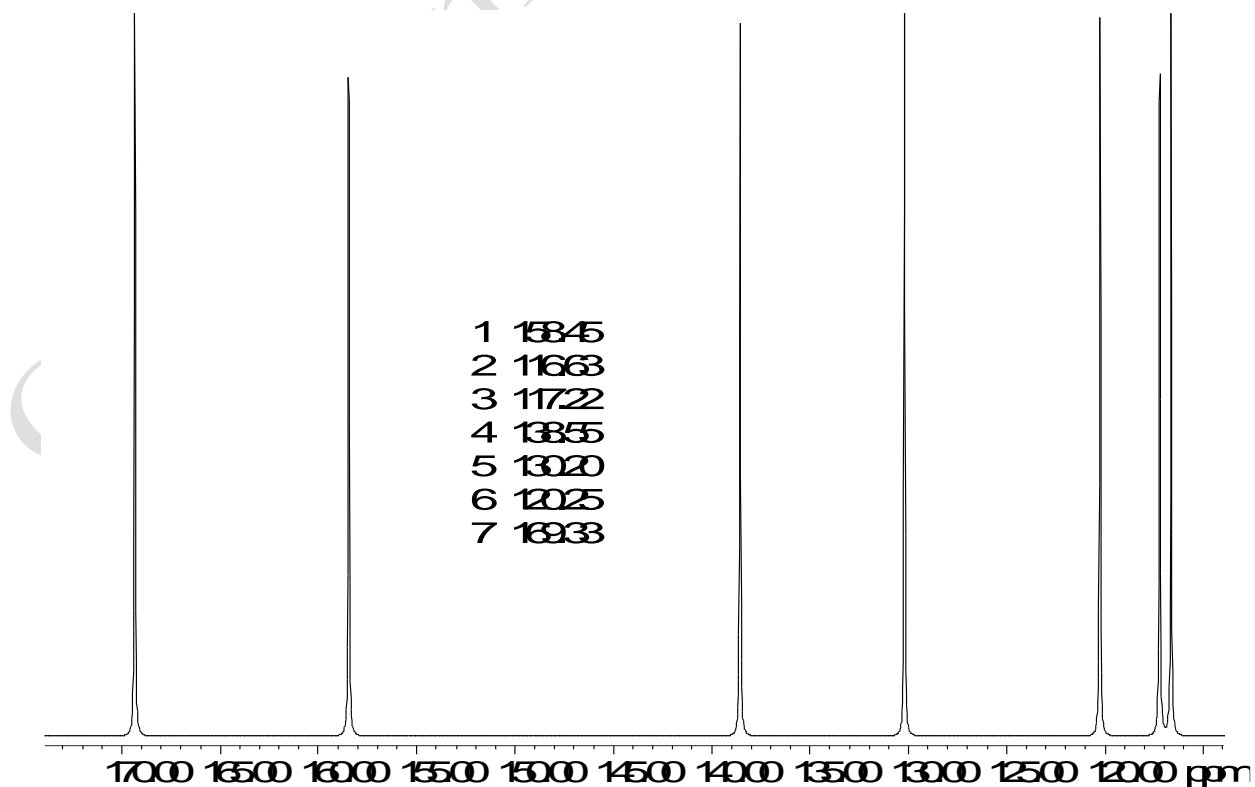
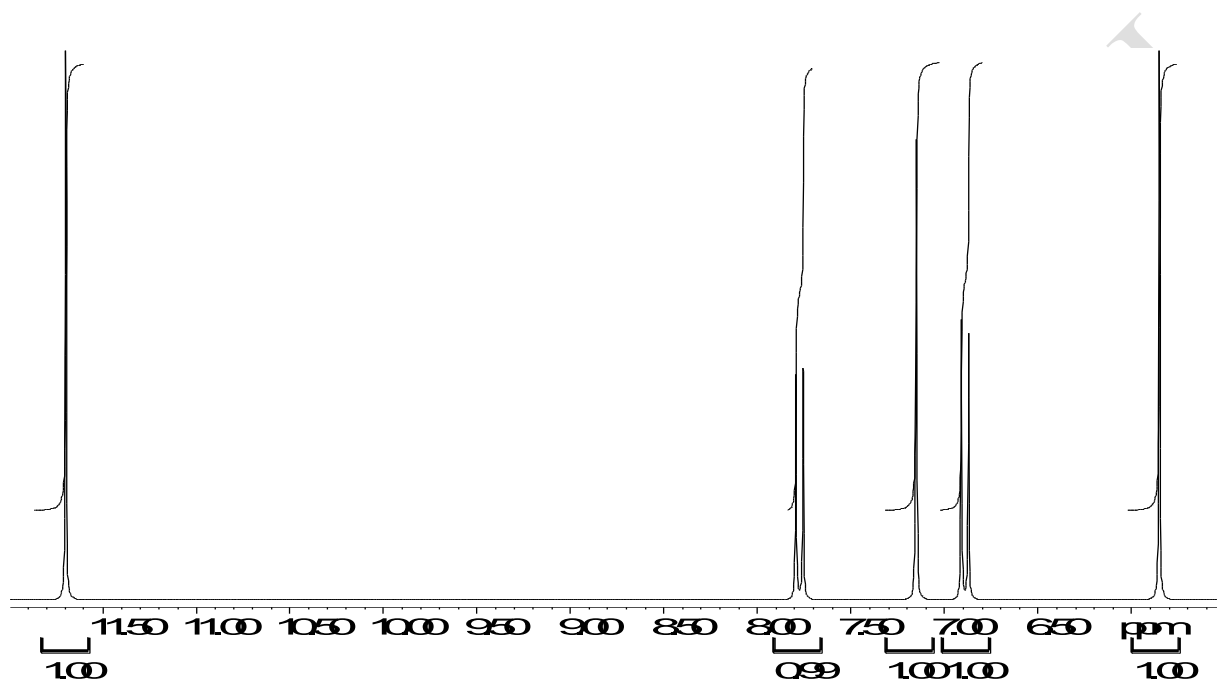
Przykład sprawozdania z analizy widm

w nawiasach (czerwonym kolorem) podano numery odnośników zawierających uwagi dotyczące kolejnych podpunktów sprawozdania

Analiza dotyczy kwasu 4-chloro-2-hydroksybenzoesowego

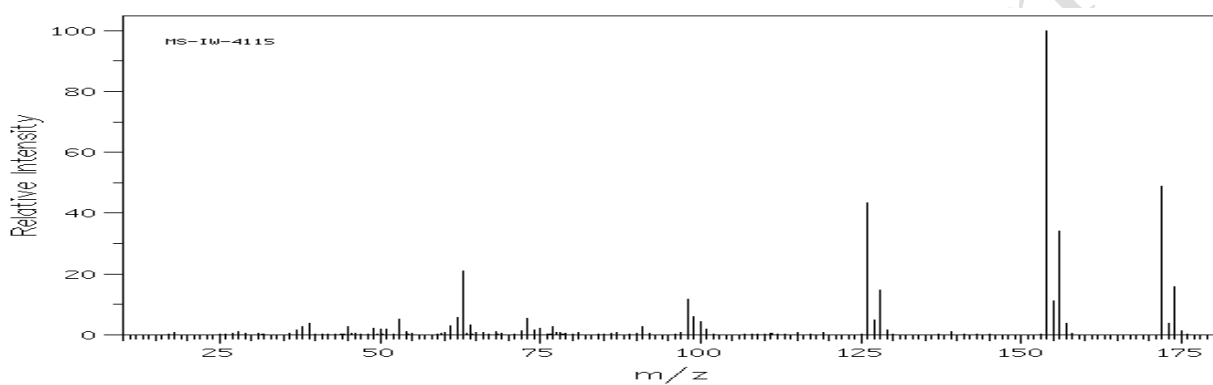
Analizę widm przeprowadzono na podstawie poniższego kompletu widm.

Widm nie zamieszcza się w sprawozdaniu.

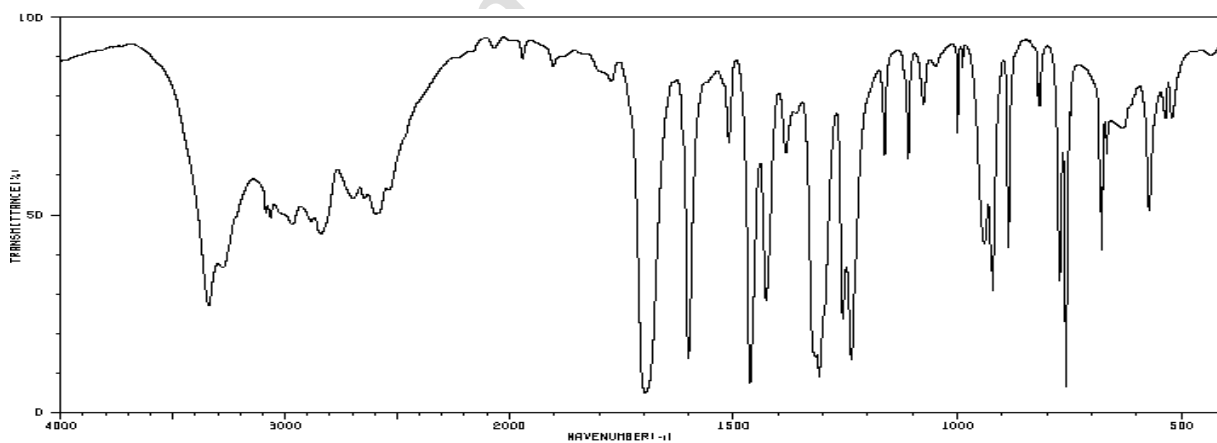


MS

m/z	%	m/z	%	m/z	%
28.0	1.0	64.0	3.2	127.0	4.9
37.0	1.7	68.0	1.0	128.0	14.7
38.0	2.8	72.0	1.4	129.0	1.5
39.0	3.9	73.0	5.3	139.0	1.1
45.0	2.6	74.0	1.6	154.0	100.0
49.0	2.1	75.0	2.2	155.0	11.2
50.0	2.0	77.0	2.7	156.0	34.0
51.0	1.9	91.0	2.6	157.0	3.7
53.0	5.1	98.0	11.7	172.0	48.9
54.0	1.0	99.0	6.0	173.0	3.9
61.0	3.1	100.0	4.2	174.0	15.9
62.0	5.8	101.0	1.9	175.0	1.2
63.0	21.1	126.0	43.5		



IR



3340	26	2693	62	1463	7	1237	12	772	32
3277	35	2648	52	1427	26	1163	62	758	6
3086	49	2600	49	1383	82	1110	62	748	72
3064	47	2590	49	1368	72	1000	68	678	39
2968	46	1696	4	1317	13	941	41	667	62
2849	43	1601	13	1309	8	921	28	633	70
2837	43	1510	66	1267	22	886	38	673	49

Spektroskopia masowa

1. Analiza jonu molekularnego M^+ (1)

- Wartość $m/e = 172$ dla M^+ odpowiada masie: kwasu 4-chloro-2-hydroksybenzoesowego
- Pik M^+ posiada jon izotopowy $[M^+ + 2]$ o intensywności 32.5% piku masowego potwierdzający obecność jednego atomu chloru

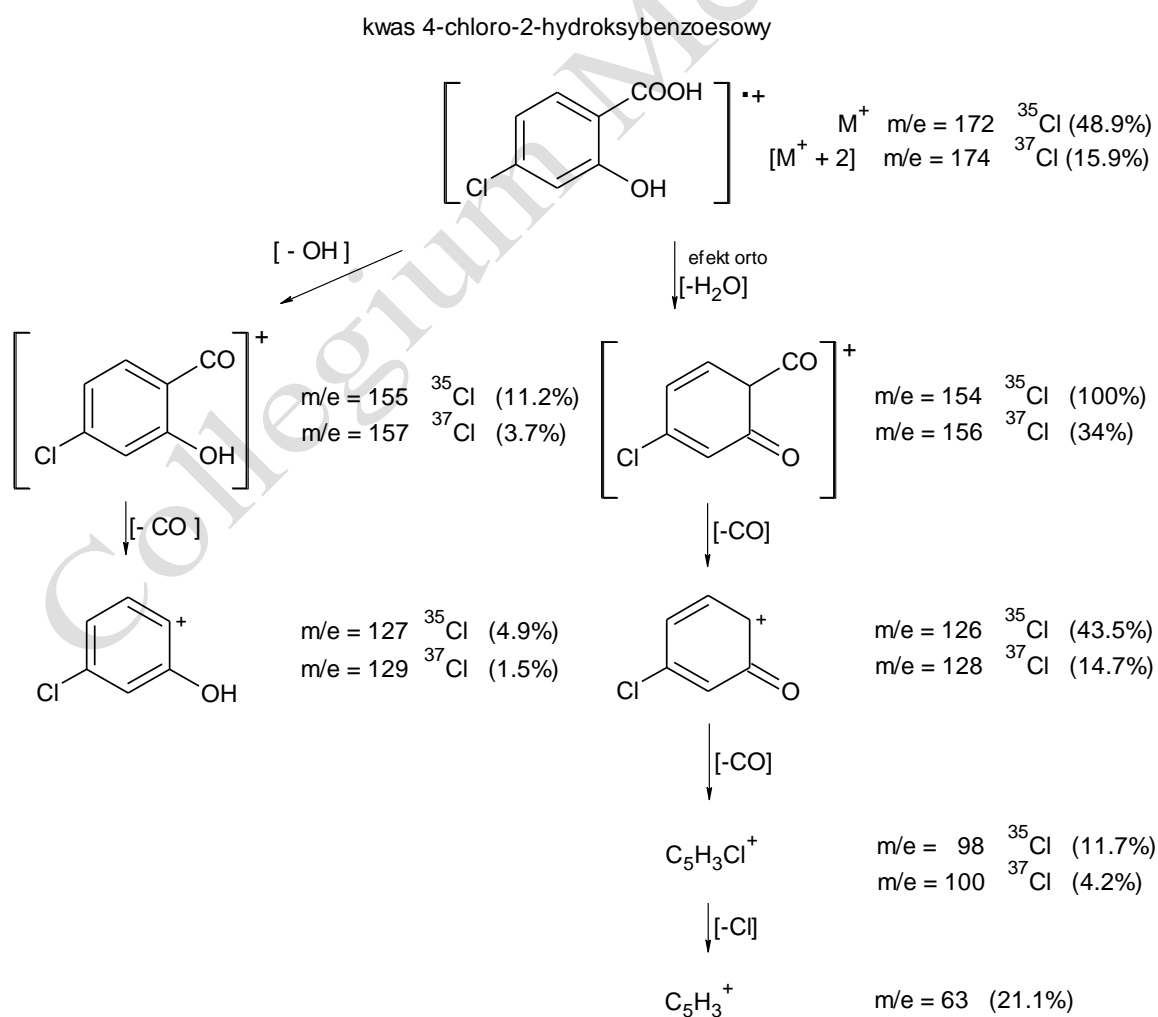
$$\begin{array}{l} 48.9 - 100\% \\ 15.9 - x\% \end{array} \quad x = 32.5\%$$

- (2) Liczba atomów węgla w cząsteczce obliczona na podstawie intensywności piku $[M^+ + 1]$ wynosi:

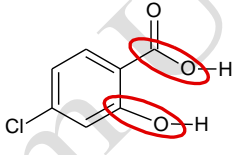
$$\text{pik } M^+ - 48.9\%, \quad [M^+ + 1] - 3.9\% \quad \frac{3.9 \cdot 100}{48.9 \cdot 1.1} = 7.2 \approx 7$$

Cząsteczka kwasu 4-chloro-2-hydroksybenzoesowego zawiera rzeczywiście 7 atomów węgla.

2. Drogi rozpadu (3):



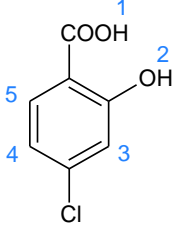
Spektroskopia w podczerwieni

Liczba falowa [cm^{-1}] wartości odczytane z widma (4)	Rodzaj drgań	Wiązanie w grupie:	
szeroke pasmo 3086 - 2590	rozciągające	O – H (dla kwasu aromatycznego)	
3340	rozciągające	O – H (dla grupy fenolowej)	
1696	rozciągające	C = O	
1237, 1309	rozciągające	C – O	
1601	drżania szkieletowe	C = C	
1510			
1463			

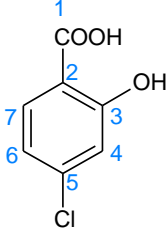
Spektroskopia NMR **(5)**

Nie wolno oznaczać różnymi symbolami protonów równocennych, to samo dotyczy równocennych atomów węgla.

Spektroskopia ^1H NMR

	proton	wartość δ odczytana z widma [ppm]	wartość δ obliczona teoretycznie [ppm] (6)	multipletowość	liczba protonów
	1	11,7		singlet	1
2	5,8		singlet	1	
3	7,2		singlet	1	
4	6,8	7,03	dublet	1	
5	7,7	7.87	dublet	1	

Spektroskopia ^{13}C NMR

	węgiel	wartość δ odczytana z widma [ppm]	wartość δ obliczona teoretycznie [ppm] (7)
	1	169,33	
2	116.63, 117.22	116.0, 116.2	
4			
3			
5	158.45	158.2	
6	138.55	141.2	
7	120.25	121.6	
7	130.2	132.7	

Uwagi do sprawozdania: 1 – 7

1. Dla związków posiadających jon molekularny.
2. Przybliżoną liczbę atomów węgla można określić tylko jeżeli na widmie jest widoczny jon M^+ i M^{+1} , oraz procentowa zawartość jonu M^{+1} jest stosunkowo duża. Sposób obliczania liczby atomów węgla został podany w materiałach do seminariów.
3. W spektroskopii masowej dla wszystkich analizowanych jonów należy podać wartość m/e , zawartość procentową oraz budowę jonu. Zamiast struktury jonu w schemacie rozpadu można podać tylko skład jonu np. $C_4H_3O^+$. Analizie należy podać wszystkie jony istotne do potwierdzenia struktury.
4. Należy podać wartości przy jakich pojawiają się maksima pasm odpowiadających analizowanym drganiom, a tylko w wypadku kiedy jest to utrudnione ze względu na szerokość pasma podaje się jego zakres. Najczęściej dotyczy to drgań O – H w kwasach.
5. Oznaczenia protonów w widmie 1H NMR oraz oznaczenia atomów węgla w widmie ^{13}C NMR należy wprowadzić na osobnych wzorach.
6. Obliczanie wartości δ nie jest obowiązkowe, jeżeli jednak przyporządkowania sygnałów dokonano w oparciu o wartości obliczone należy je podać w tabeli. Obliczenia wartości δ nie powinno się prowadzić tam gdzie położenie sygnałów jasno wynika z podstawowych zasad teorii spektroskopii NMR (które należy znać i umieć na ich podstawie uzasadnić położenie sygnałów)

Dla związków dla których dokładne wartości przesunięć chemicznych jest trudne do ustalenia dopuszczalne jest w widmie 1H NMR przypisanie sygnałów w następującej formie:

np. $\left. \begin{array}{l} 7.18 \\ 7.21 \\ 7.32 \end{array} \right\}$ sygnały wodorów
pierścienia benzenowego