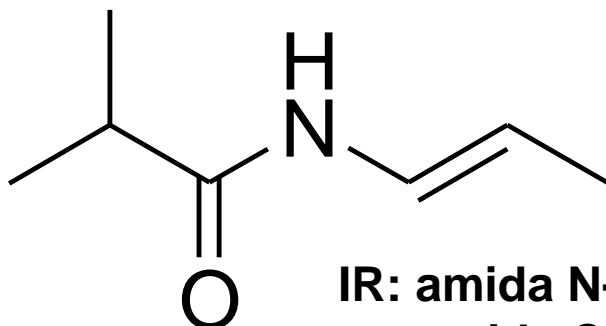


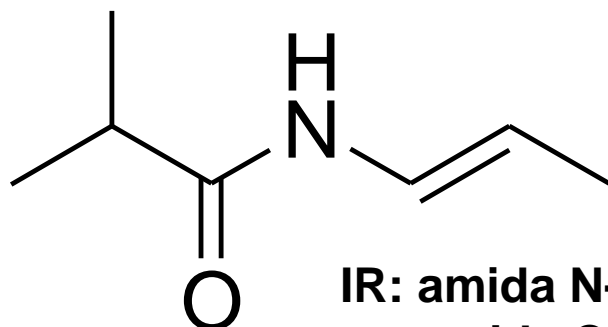
**Proponer los datos
espectroscópicos del
compuesto representado**

Se propone este ejercicio para familiarizarse con los datos espectroscópicos que puede presentar un compuesto.

Además de la fórmula molecular, que puede deducirse de los datos aportados por la espectrometría de masas y el AE (análisis elemental) o por la espectrometría de masas de alta resolución, la estructura de un compuesto se suele establecer por la combinación de los datos espectroscópicos IR, RMN- ^1H y RMN- ^{13}C .

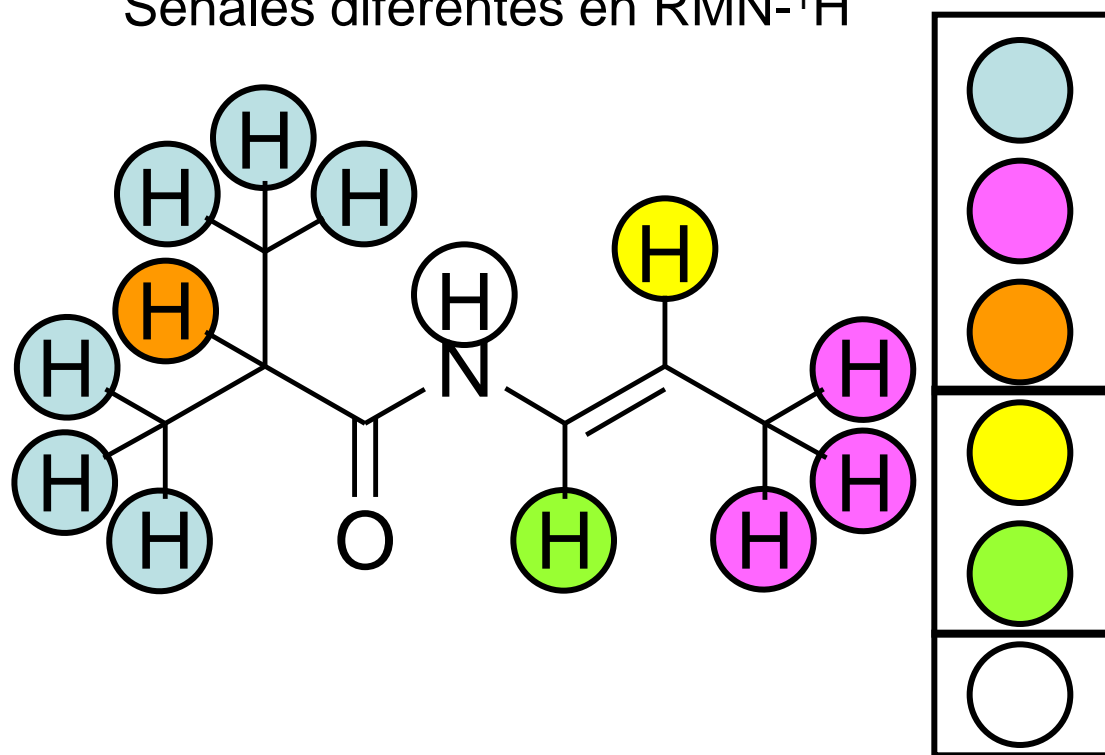


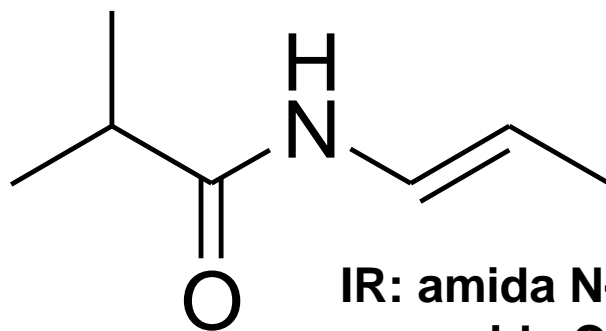
IR: amida N-H ~3600cm⁻¹
amida C=O ~1680cm⁻¹
doble enlace ~1660cm⁻¹



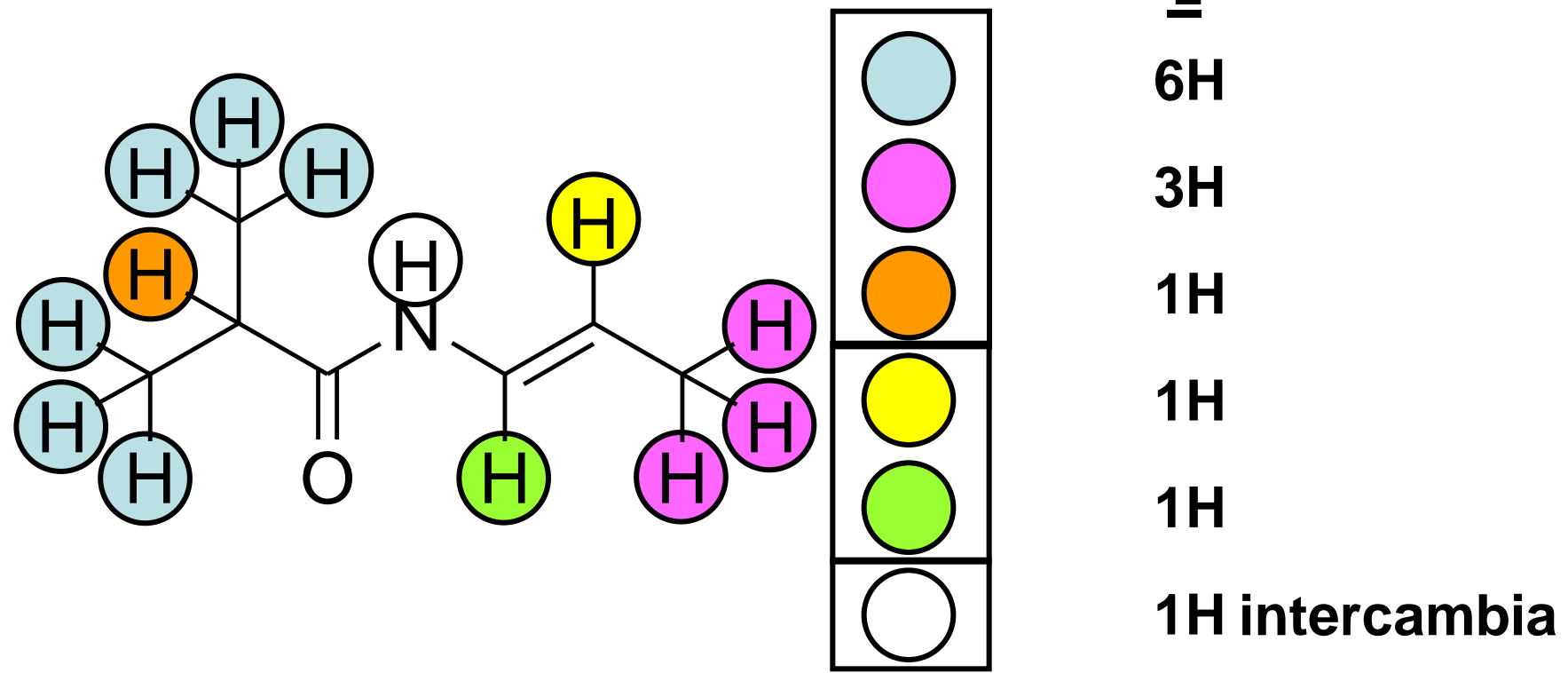
IR: amida N-H $\sim 3600\text{cm}^{-1}$
 amida C=O $\sim 1680\text{cm}^{-1}$
 doble enlace $\sim 1660\text{cm}^{-1}$

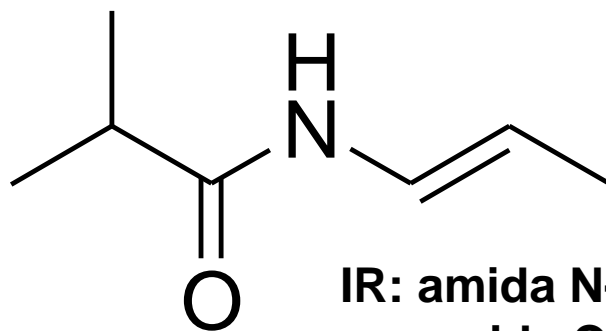
Señales diferentes en RMN- ^1H



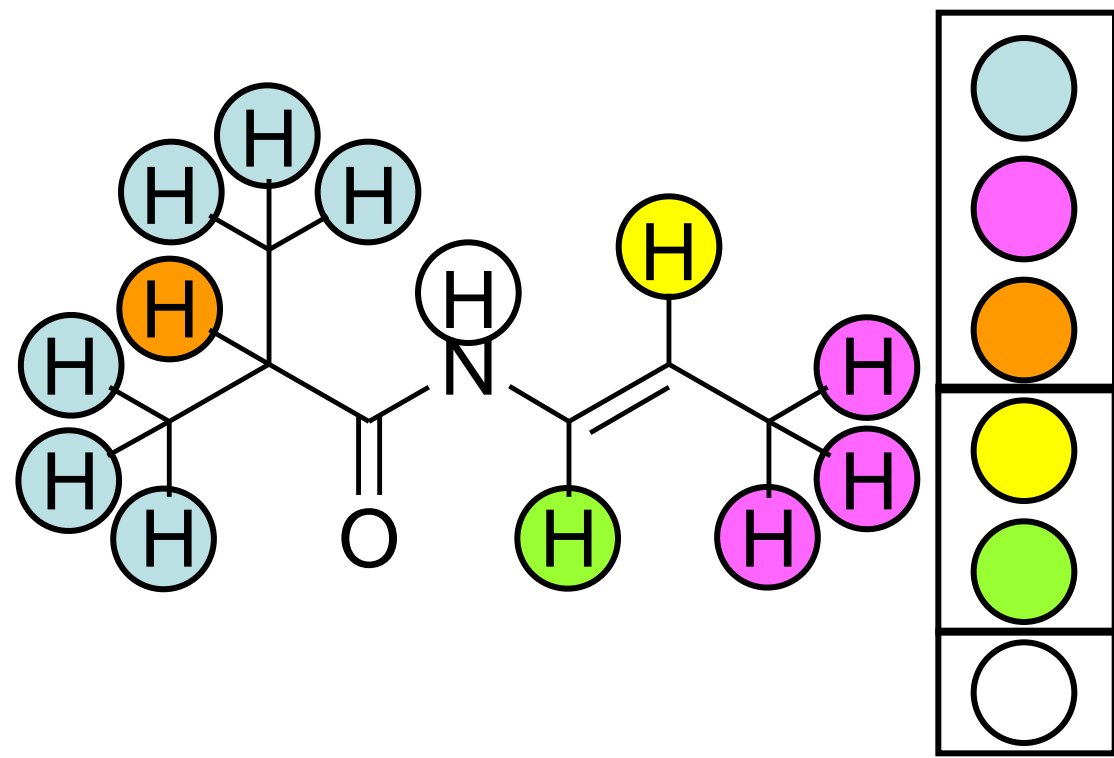


IR: amida N-H $\sim 3600\text{cm}^{-1}$
 amida C=O $\sim 1680\text{cm}^{-1}$
 doble enlace $\sim 1660\text{cm}^{-1}$

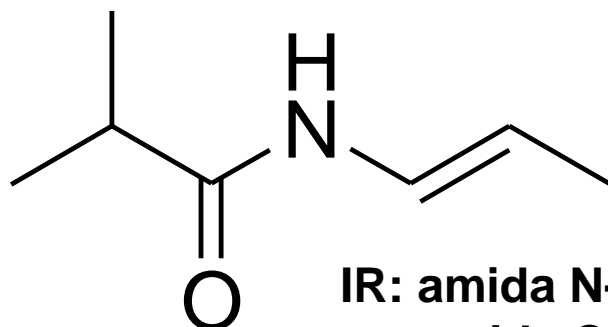




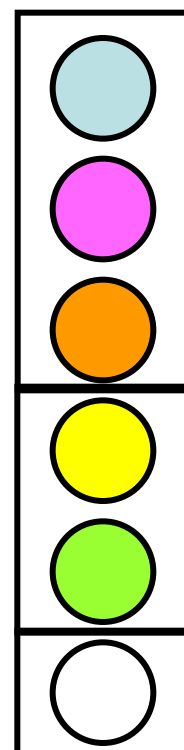
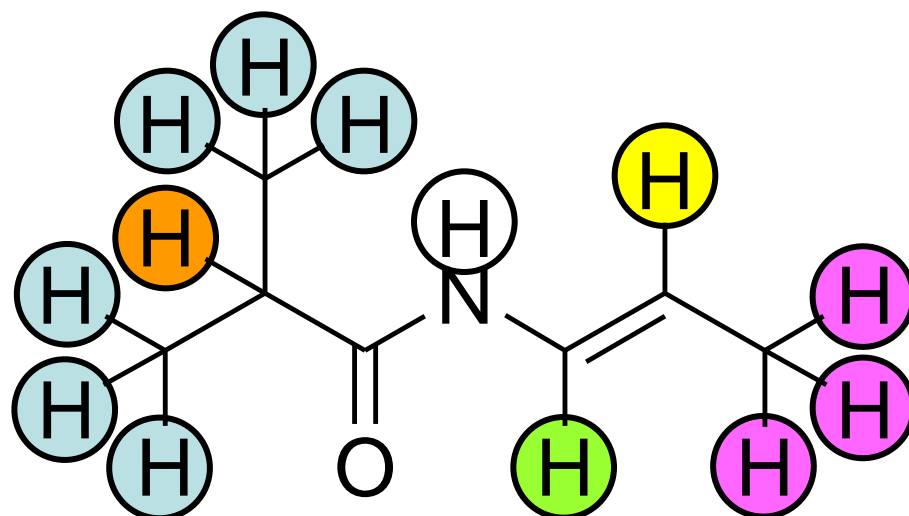
IR: amida N-H $\sim 3600\text{cm}^{-1}$
 amida C=O $\sim 1680\text{cm}^{-1}$
 doble enlace $\sim 1660\text{cm}^{-1}$



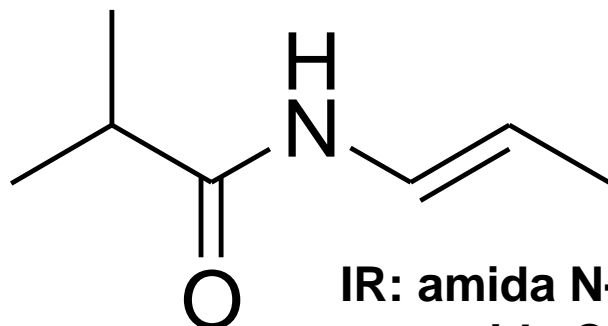
| Integral | multiplicidad | Cte acoplamiento |
|----------|---------------|------------------|
| 6H ,d | ,J=6 Hz | |
| 3H ,d | ,J=6 Hz | |
| 1H ,h | ,J=6 Hz | |
| 1H ,dc | ,J=16;6 Hz | |
| 1H ,d | ,J=16 Hz | |
| 1H | intercambia | |



IR: amida N-H $\sim 3600\text{cm}^{-1}$
 amida C=O $\sim 1680\text{cm}^{-1}$
 doble enlace $\sim 1660\text{cm}^{-1}$

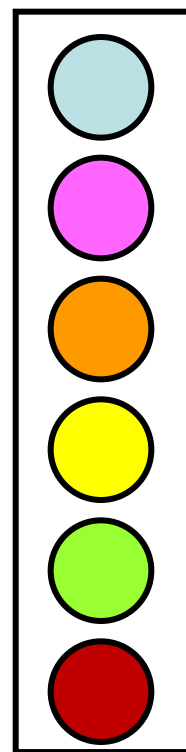
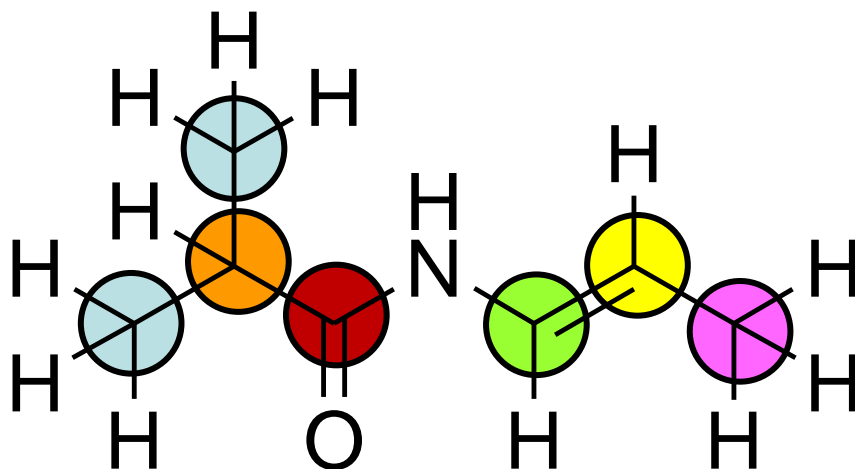


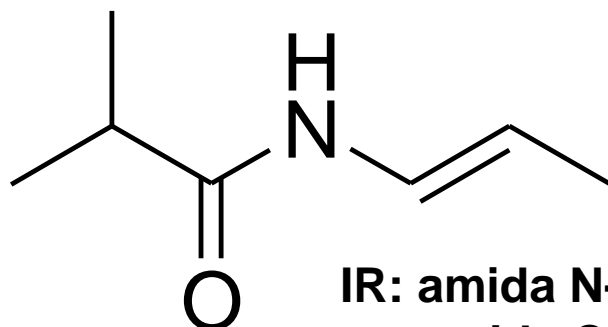
| Desplazamiento | Integral | multiplicidad | Cte acoplamiento |
|----------------|----------------|---------------|------------------|
| $\sim 1,2$ | 6H ,d | ,J=6 Hz | |
| $\sim 1,7$ | 3H ,d | ,J=6 Hz | |
| $\sim 2,7$ | 1H ,h | ,J=6 Hz | |
| $\sim 5,2$ | 1H ,dc | ,J=16;6 Hz | |
| $\sim 6,8$ | 1H ,d | ,J=16 Hz | |
| var | 1H intercambia | | |



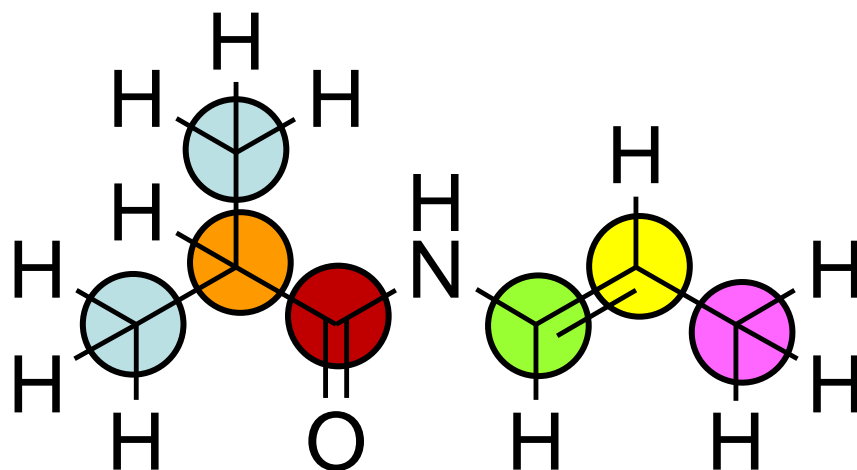
IR: amida N-H $\sim 3600\text{cm}^{-1}$
 amida C=O $\sim 1680\text{cm}^{-1}$
 doble enlace $\sim 1660\text{cm}^{-1}$

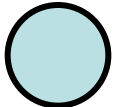
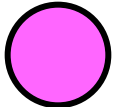

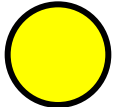

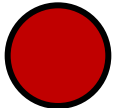
Señales diferentes en RMN- ^{13}C





IR: amida N-H $\sim 3600\text{cm}^{-1}$
 amida C=O $\sim 1680\text{cm}^{-1}$
 doble enlace $\sim 1660\text{cm}^{-1}$



| | Desplazamiento | Integral (aprox.) | multiplicidad |
|---|----------------|-------------------|---------------|
|  | 19.8 | 2x | ,c |
|  | 12.1 | 1 | ,c |
|  | 35.5 | 1 | ,d |
|  | 105.8 | 1 | ,d |
|  | 121.7 | 1 | ,d |
|  | 173.4 | 1 | ,s |

C₇H₁₃NO

2 insaturaciones

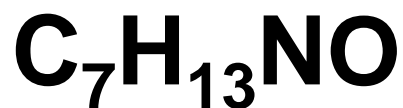
Determinación de la estructura a partir de los datos espectroscópicos

IR: ~3600cm⁻¹

~1680cm⁻¹

~1660cm⁻¹

| | |
|------------------------|------------|
| ~1,2 6H ,d ,J=6 Hz | 12.1 1 ,c |
| ~1,7 3H ,d ,J=6 Hz | 19.8 x2 ,c |
| ~2,7 1H ,h ,J=6 Hz | 35.5 1 ,d |
| ~5,2 1H ,dc ,J=16;6 Hz | 105.8 1 ,d |
| ~6,8 1H ,d ,J=16 Hz | 121.7 1 ,d |
| var 1H intercambia | 173.4 1 ,s |



2 insaturaciones

IR: $\sim 3600\text{cm}^{-1}$

$\sim 1680\text{cm}^{-1}$


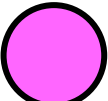
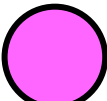
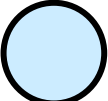


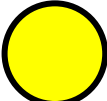
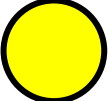


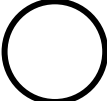
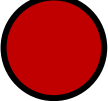
$\sim 1660\text{cm}^{-1}$

La fórmula molecular nos indica los heteroátomos presentes y las insaturaciones.

El IR indica algunas funciones presentes (X-H, C=O, C=C) y descarta otras ausentes.

X-H debe ser un enlace N-H.

En RMN podemos intentar emparejar H y C.

| | | | |
|---|------------------------------|---|------------|
|  | $\sim 1,2$ 6H ,d ,J=6 Hz |  | 12.1 1 ,c |
|  | $\sim 1,7$ 3H ,d ,J=6 Hz |  | 19.8 x2 ,c |
|  | $\sim 2,7$ 1H ,h ,J=6 Hz |  | 35.5 1 ,d |
|  | $\sim 5,2$ 1H ,dc ,J=16;6 Hz |  | 105.8 1 ,d |
|  | $\sim 6,8$ 1H ,d ,J=16 Hz |  | 121.7 1 ,d |
|  | var 1H intercambia |  | 173.4 1 ,s |

C₇H₁₃NO







2 insaturaciones






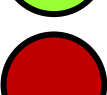
IR: ~3600cm⁻¹
 ~1680cm⁻¹
 ~1660cm⁻¹

Los acoplamientos en RMN-¹H nos permiten establecer grupos de átomos presentes en la molécula, que también agrupan a los correspondientes átomos en RMN-¹³C.

Por ejemplo las agrupaciones:

CH₃-CH=CH- y (CH₃)₂CH-

| | | | |
|---|------|----------------|------------|
|  | ~1,2 | 6H ,d | ,J=6 Hz |
|  | ~1,7 | 3H ,d | ,J=6 Hz |
|  | ~2,7 | 1H ,h | ,J=6 Hz |
|  | ~5,2 | 1H ,dc | ,J=16;6 Hz |
|  | ~6,8 | 1H ,d | ,J=16 Hz |
|  | var | 1H intercambia | |

| | | |
|---|-------|-------|
|  | 12.1 | 1 ,c |
|  | 19.8 | x2 ,c |
|  | 35.5 | 1 ,d |
|  | 105.8 | 1 ,d |
|  | 121.7 | 1 ,d |
|  | 173.4 | 1 ,s |

C₇H₁₃NO**2 insaturaciones**IR: ~3600cm⁻¹~1680cm⁻¹~1660cm⁻¹

Si existen las agrupaciones:

CH₃-CH=CH- y (CH₃)₂CH-

Sólo quedan por asignar 1C, 1H, 1N y 1O.

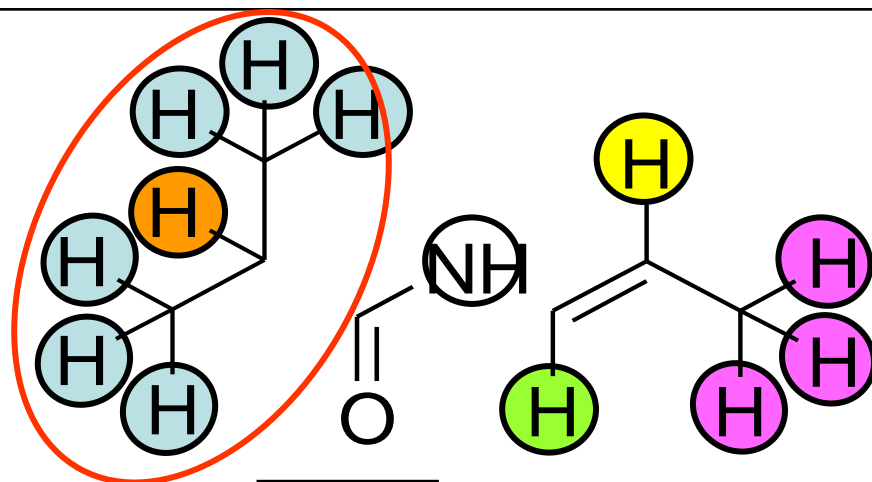
Como hay un grupo C=O (IR) y otro X-H (IR, que debe ser N-H), se asigna a una amida, que también coincide con RMN-¹³C (173.4 ppm) y RMN-¹H (H variable-intercambiable).

| | | | |
|-------|------|----------------|------------|
| | ~1,2 | 6H ,d | ,J=6 Hz |
| | ~1,7 | 3H ,d | ,J=6 Hz |
| | ~2,7 | 1H ,h | ,J=6 Hz |
| | ~5,2 | 1H ,dc | ,J=16;6 Hz |
| | ~6,8 | 1H ,d | ,J=16 Hz |
| amida | var | 1H intercambia | |

| | | |
|--|-------|-------|
| | 12.1 | 1 ,c |
| | 19.8 | x2 ,c |
| | 35.5 | 1 ,d |
| | 105.8 | 1 ,d |
| | 121.7 | 1 ,d |
| | 173.4 | 1 ,s |

Las agrupaciones presentes serán

IR: $\sim 3600\text{cm}^{-1}$
 $\sim 1680\text{cm}^{-1}$
 $\sim 1660\text{cm}^{-1}$



| | | | |
|--|------------|--------|------------|
| | $\sim 1,2$ | 6H ,d | ,J=6 Hz |
| | $\sim 1,7$ | 3H ,d | ,J=6 Hz |
| | $\sim 2,7$ | 1H ,h | ,J=6 Hz |
| | $\sim 5,2$ | 1H ,dc | ,J=16;6 Hz |
| | $\sim 6,8$ | 1H ,d | ,J=16 Hz |

amida var 1H intercambia

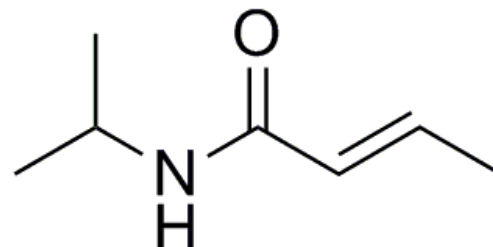
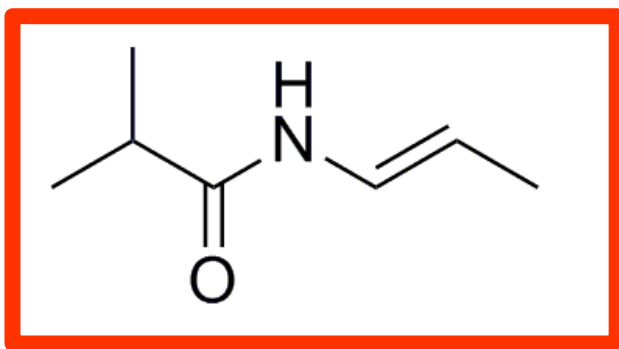
| | | |
|--|-------|-------|
| | 12.1 | 1 ,c |
| | 19.8 | x2 ,c |
| | 35.5 | 1 ,d |
| | 105.8 | 1 ,d |
| | 121.7 | 1 ,d |
| | 173.4 | 1 ,s |

Existen dos posibilidades, que contienen las agrupaciones identificadas, pero que se pueden distinguir por:

IR: una amida no conjugada (1er caso ~1680) debe dar la banda de C=O a una frecuencia mayor que una amida conjugada (2º caso ~1650)

RMN: tanto en H como en C en la amida no conjugada deben salir más apantallados los de la posición contigua al CH₃ (por efecto del N situado al otro lado del doble enlace), mientras que en la amida conjugada dicha posición debe estar apreciablemente desapantallada (por ser conjugada con el C=O).

Todos estos datos indican que se trata de la 1ª amida

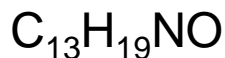


TEMA 3.- APLICACIÓN DE LOS MÉTODOS FÍSICOS EN LA DETERMINACIÓN DE LA ESTRUCTURA.

Ejemplos propuestos.

A partir de los siguientes datos, **propón estructuras** para los compuestos **A - C**
Justifica las respuestas y **asigna** los datos.

A



1230, 1550, 2900 cm^{-1}

17,9 c

18,8 c

22,0 c x2

43,5 d

75,8 d

114,0 d

114,9 d

127,7 d

135,3 d

144,8 d

154,8 s

159,3 s

1,2 (3H, d, 6)

1,3 (6H, d, 7)

2,0 (3H, d, 7)

3,6 (1H, q, 6)

4,7 (1H, m)

5,5 (1H, dd, 16; 7)

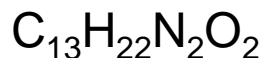
5,6 (1H, dc, 16; 7)

6,0 (1H, d, 2)

6,5 (1H, dd, 6; 2)

7,5 (1H, d, 6)

B



1330, 1550, 1585,
1745, 3200 cm^{-1}

10,4 c

20,7 c

20,8 c

23,5 t

29,9 t

35,2 c

60,2 d

63,7 t

107,1 d

116,8 d

121,7 s

124,7 s

170,2 s

0,9 (3H, t, 7)

1,1 (3H, d, 7)

1,6 (2H, c, 7)

2,2 (3H, s)

2,7 (2H, t, 7)

2,8 (3H, s)

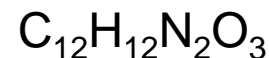
3,2 (1H, m)

4,3 (2H, t, 7)

6,0 (1H, d, 1)

6,8 (1H, d, 1)

C



1330, 1510, 1525,
1725, 2200 cm^{-1}

10,6 c

22,1 t

30,7 d

35,2 d

117,7 s

124,0 d x2

129,0 d x2

144,6 s

145,2 s

204,1 d

1,1 (3H, d, 7)

2,8 (2H, d, 6)

2,9 (1H, t, 7)

3,0 (1H, m)

7,6 (2H, dd, 8; 1)

8,2 (2H, dd, 8; 1)

9,7 (1H, d, 7)