

10 Instrumentelle Analytik

10.7 Durchblick Zusammenfassung und Übung

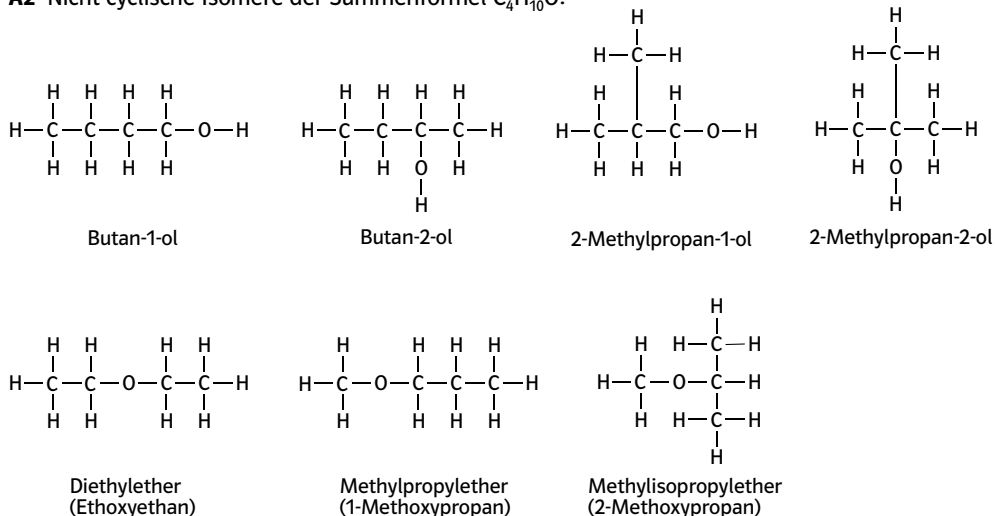
Zu den Aufgaben

A1 a)

A Diethylether	$ \begin{array}{ccccccc} & \text{H} & \text{H} & & \text{H} & \text{H} & \\ & & & & & & \\ \text{H} & - \text{C} & - \text{C} & - \text{O} & - \text{C} & - \text{C} & - \text{H} \\ & & & & & & \\ & \text{H} & \text{H} & & \text{H} & \text{H} & \end{array} $	2 verschiedene C-Atom-Typen \Rightarrow 2 Peaks
B 2-Methylpropan-1-ol	$ \begin{array}{ccccccc} & & \text{H} & & & & \\ & & & & & & \\ & & \text{H} - \text{C} - \text{H} & & & & \\ & & & & & & \\ & \text{H} & & & \text{H} & & \\ & & & & & & \\ \text{H} & - \text{C} & - & \text{C} & - & \text{C} & - \text{O} - \text{H} \\ & & & & & & \\ & \text{H} & & \text{H} & & \text{H} & \end{array} $	3 verschiedene C-Atom-Typen \Rightarrow 3 Peaks
C Butan-2-ol	$ \begin{array}{ccccccc} & & & \text{H} & & & \\ & & & & & & \\ & \text{H} & \text{H} & \text{O} & \text{H} & & \\ & & & & & & \\ \text{H} & - \text{C} & - \text{C} & - \text{C} & - \text{C} & - \text{H} \\ & & & & & & \\ & \text{H} & \text{H} & \text{H} & \text{H} & & \end{array} $	4 verschiedene C-Atom-Typen \Rightarrow 4 Peaks

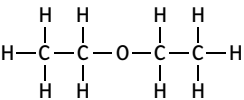
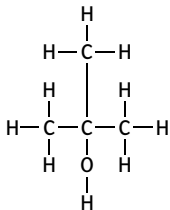
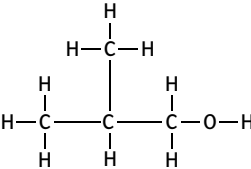
- b)** Da die chemische Verschiebung eines Atoms umso größer ist, je näher es sich an einem elektronegativen Atom befindet (schwächere Abschirmung), ergibt sich folgende Zuordnung:
- A: Die beiden CH_2 -Gruppen sind direkt mit dem elektronegativen Sauerstoffatom der Ethergruppierung verknüpft. Die ^{13}C -Atomkerne dieser Gruppen erzeugen daher den Peak mit der größten chemischen Verschiebung ($\delta \approx 65$ ppm).
- B: Hier ist es das C-Atom, das direkt an die OH-Gruppe gebunden ist, also das C-Atom in 1-Position ($\delta \approx 70$ ppm).
- C: Auch hier erzeugt das C-Atom, das direkt an die OH-Gruppe gebunden ist, den Peak mit der größten chemischen Verschiebung, also das C-Atom in 2-Position ($\delta \approx 70$ ppm).

A2 Nicht cyclische Isomere der Summenformel $\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$:



Die Interpretation aller vorhandenen Spektren ergibt eine eindeutige Zuordnung, siehe Tabelle:

- Die IR-Spektren zeigen, dass es sich bei den Verbindungen B und C um Alkohole handelt.
- Die Interpretation der $^1\text{H-NMR}$ -Spektren kann diese Vermutung bestätigen und weiter spezifizieren: Demnach ist Verbindung B ein tertiärer Alkohol mit drei Methylgruppen und Verbindung C ein primärer Alkohol mit vier verschiedenen Protonentypen. Verbindung A ist dagegen ein symmetrischer Ether.
- Die Massenspektren bestätigen die Vermutungen. (*Hinweis:* Ein Vergleich mit in Datenbanken gespeicherten Massenspektren würde eine eindeutige Identifizierung ermöglichen.)

	$^1\text{H-NMR}$	MS	IR
A Diethylether 	Die zwei verschiedenen Protonentypen im Verhältnis 2:3 (= 4:6) entsprechen den sechs Protonen der beiden CH_3 -Gruppen und den vier Protonen der beiden CH_2 -Gruppen.	Der Peak bei 74 u ist der Molekülionenpeak (M^+). Durch Abspaltung einer CH_3CH_2 -Gruppe entsteht der Peak bei 29 u sowie der Peak bei 45 u ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O}$ -Gruppe).	Die Banden um 1150 cm^{-1} entsprechen C—C- und C—O-Valenzschwingungen. Die Banden um $2900 - 3000\text{ cm}^{-1}$ entsprechen C—H-Valenzschwingungen.
B 2-Methylpropan-2-ol 	Die zwei verschiedenen Protonentypen im Verhältnis 1:9 entsprechen dem einen Proton der OH-Gruppe und den neun Protonen der drei CH_3 -Gruppen.	Durch Abspaltung einer CH_3 -Gruppe entsteht der höchste Peak bei 59 u ($74\text{ u} - 15\text{ u} = 59\text{ u}$).	Die Banden um 900 cm^{-1} und 1200 cm^{-1} entsprechen C—C- und C—O-Valenzschwingungen. Die Banden um $2900 - 3000\text{ cm}^{-1}$ entsprechen C—H-Valenzschwingungen. Das ausgeprägte Signal bei 3350 cm^{-1} ist typisch für OH-Gruppen (H-Brücken bei Alkoholen).
C 2-Methylpropan-1-ol 	Die vier verschiedenen Protonentypen im Verhältnis 2:1:1:6 entsprechen den beiden Protonen der CH_2 -Gruppe, dem Proton der OH-Gruppe, dem Proton in 2-Position und den sechs Protonen der CH_3 -Gruppen.	Durch Abspaltung der CH_2OH -Gruppe entsteht der höchste Peak bei 43 u ($74\text{ u} - 31\text{ u} = 43\text{ u}$). Die CH_2OH -Gruppe erzeugt den Peak bei 31 u.	Die Banden um 1050 cm^{-1} entsprechen C—C- und C—O-Valenzschwingungen. Die Banden um $2900 - 3000\text{ cm}^{-1}$ entsprechen C—H-Valenzschwingungen. Das ausgeprägte Signal bei 3350 cm^{-1} ist typisch für OH-Gruppen (H-Brücken bei Alkoholen).