



### Atividade 1

Determine a fórmula estrutural do composto com fórmula molecular  $C_4H_8O_2$  cujos espectros de IV e RMN de  $^1H$  são mostrados abaixo.

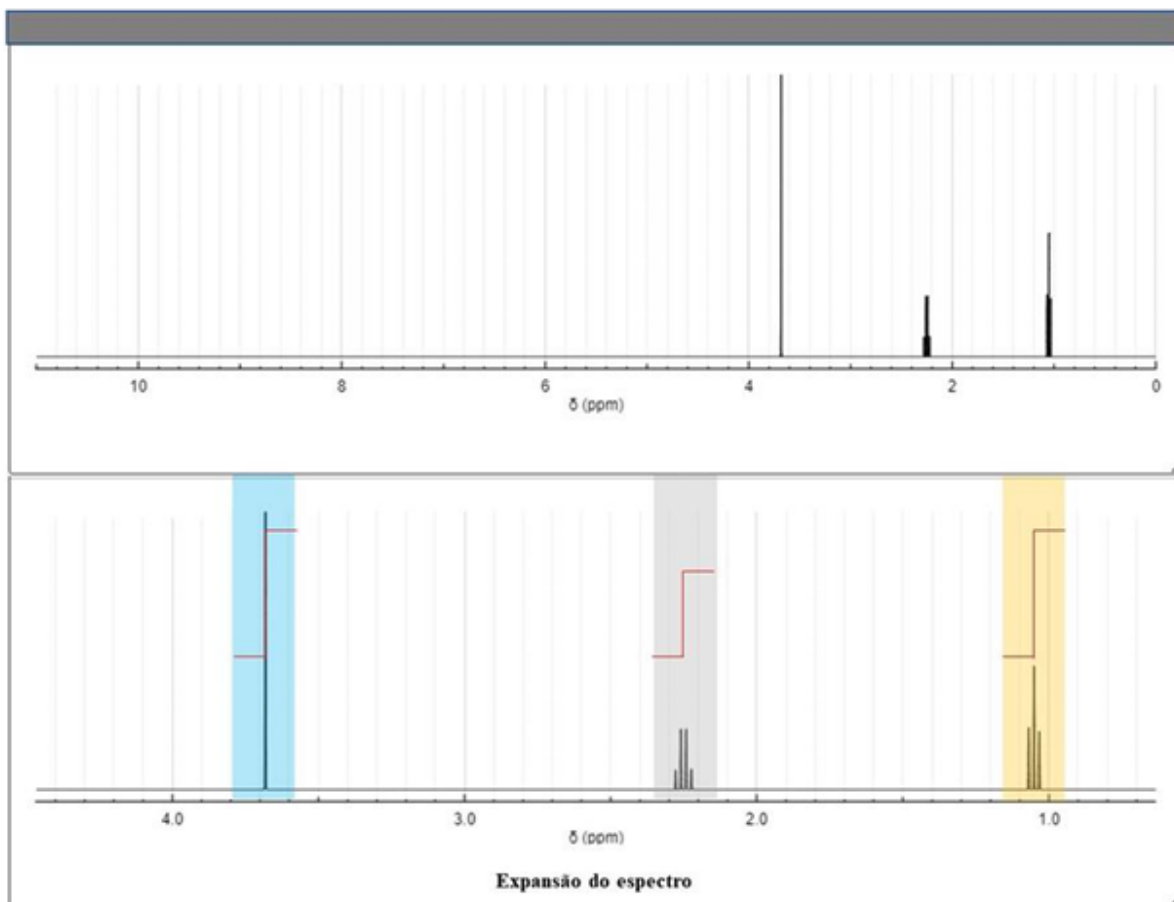
Figura 01. Espectro de IV da substância da atividade 1.



Fonte: Autor, 2021.



Figura 02. Espectro de RMN de  $^1\text{H}$  da substância da atividade 1.



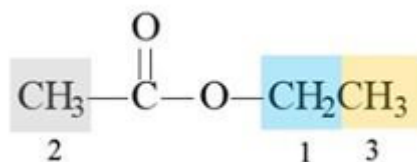
Fonte: Autor, 2021.

Resultado:

Como as medidas das áreas dos picos (em cm) são as mesmas do exemplo anterior, pode-se concluir que os sinais 1, 2 e 3, são  $\text{CH}_2$ ,  $\text{CH}_3$  e  $\text{CH}_3$ , respectivamente. Pelo número de linhas do sinal 1 (assim como no exemplo anterior), pode-se inferir que o mesmo esteja ligado a um  $\text{CH}_3$ . O  $\delta$  de 2 (4,0 ppm), de acordo com o Quadro 1, sugere que estes hidrogênios estejam ligados a carbono oxigenado (3,3 – 4,0 ppm), levando à seguinte porção:  $-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_3$ .



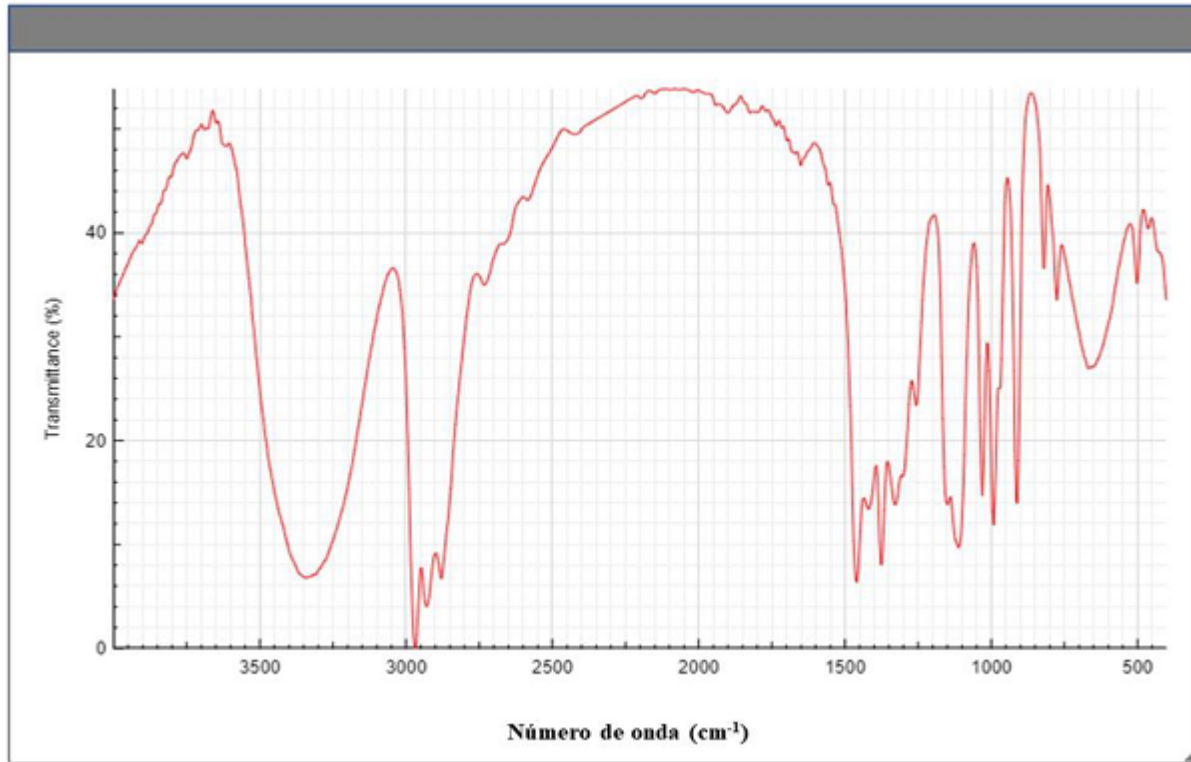
Esta proposta está em acordo com o  $\delta$  (1,16 ppm) e a multiplicidade (triplete) do sinal 3. Como não há outro sinal na faixa de 3,3 a 4,0 ppm, pode-se concluir que não há outro carbono hidrogenado ligado ao oxigênio, sendo razoável imaginar que o C=O esteja ligado nele. Como o  $\delta$  de 2 está entre 2,0 e 2,5 ppm, o CH<sub>3</sub> 2 está ligado ao C=O, fato que justifica sua multiplicidade de 2 (simpleto). Conclui-se que o composto compatível com os espectros de IV e de RMN de <sup>1</sup>H é o éster acetato de etila (estrutura abaixo).



### Atividade 2

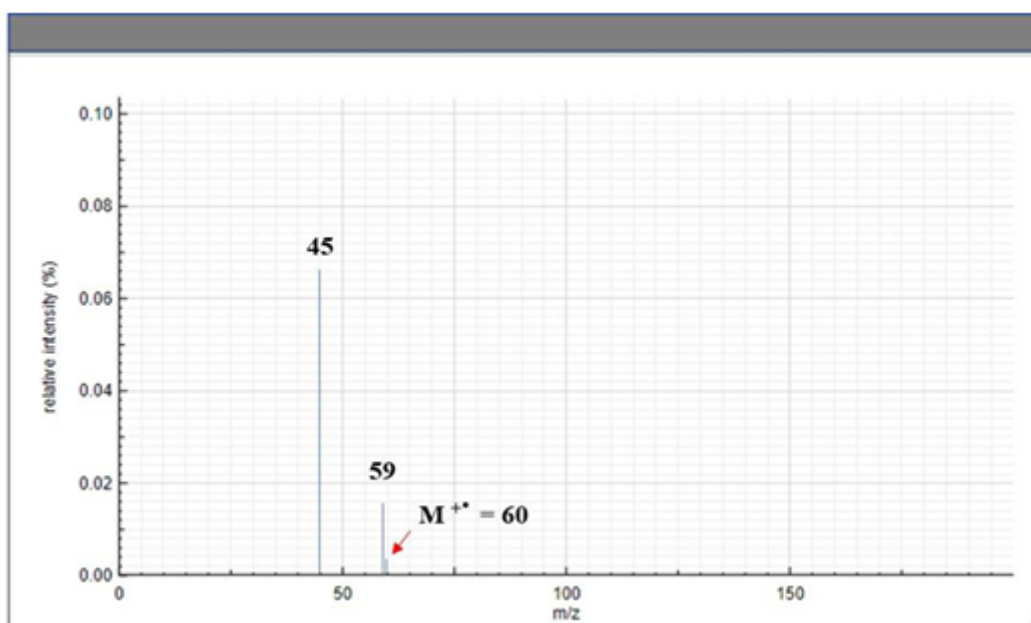
Para as atividades de 2 a 6: Determine a fórmula estrutural do composto compatível com espectros de IV, RMN e massas a seguir:

Figura 01. Espectro de infravermelho atividade resolvida 2.



Fonte: Autor, 2021.

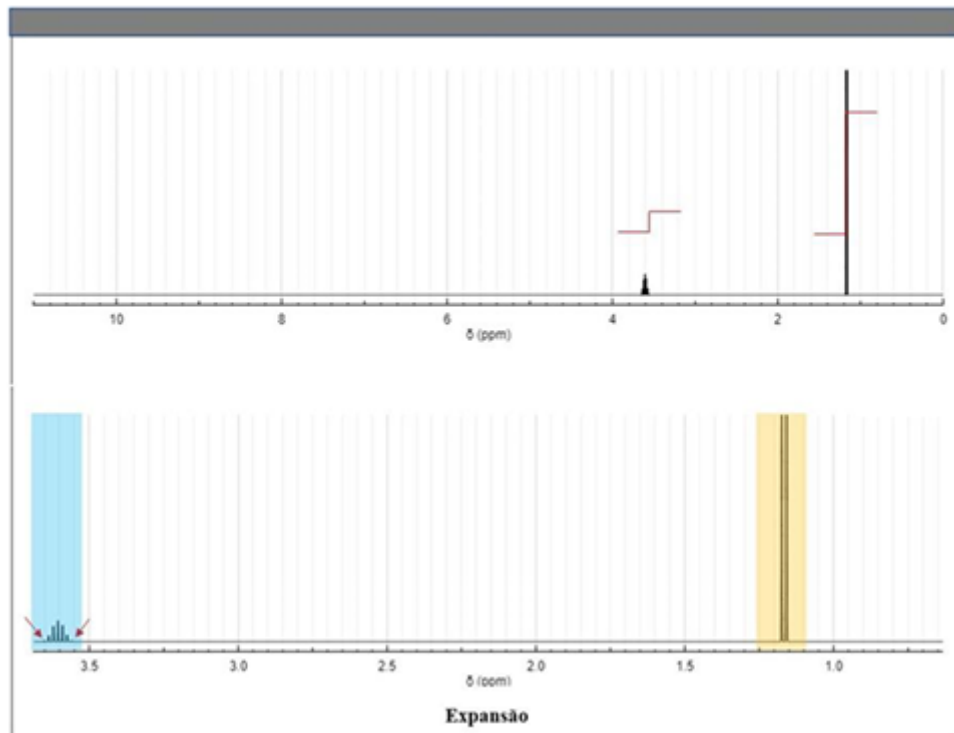
Figura 02. Espectro de massas da atividade resolvida 2.





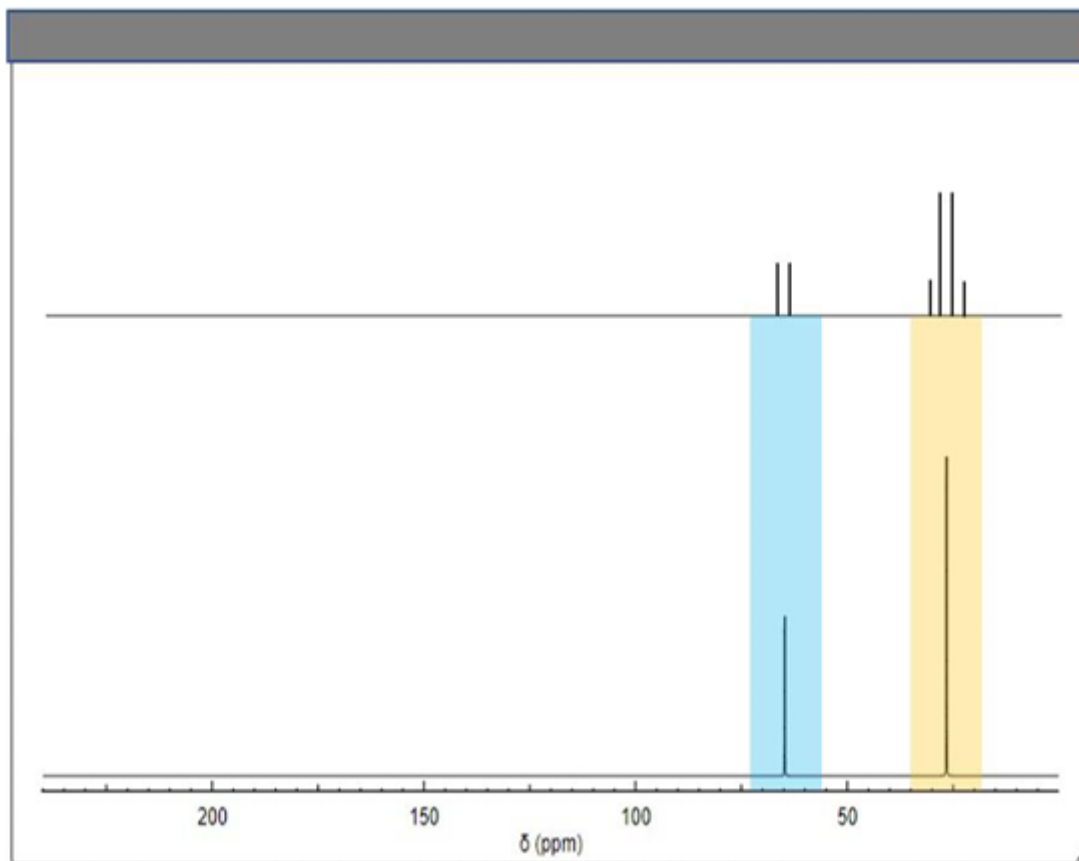
Fonte: Autor, 2021.

Figura 03. Espectro de RMN de  $^1\text{H}$  da atividade resolvida 2.



Fonte: Autor, 2021.

Figura 04. Espectros de RMN de  $^{13}\text{C}$  da atividade resolvida 2.



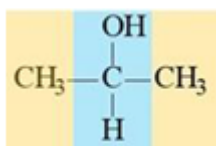
Fonte: Autor, 2021.

A principal informação do espectro de IV (Figura 1) é o sinal na região característica de OH (em torno de  $3300\text{ cm}^{-1}$ ). Não foram observados sinais característicos de outras funções oxigenadas ou nitrogenadas. No espectro de massas (Figura 2) observa-se que o  $m/z$  do íon molecular da amostra é 60, ou seja, a amostra tem massa molar igual a 60 g/mol. Dividindo-se 60 por 13 dá 4 e sobram 8. Assim, a relação CH é a seguinte:  $\text{C}_4\text{H}_{12}$ . Como se observa sinal de OH no IV, é necessário incluir oxigênio na fórmula molecular. Como o oxigênio tem massa 16 é necessário tirar  $\text{CH}_4$  da fórmula molecular ( $12 + 4$ ), chegando-se à nova fórmula molecular  $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ . O pico em 45 pode ser atribuído ao fragmento  $[\text{CH}_3\text{-CH-OH}]^+$ , o que indica uma perda de  $m/z$  igual a 15 ( $\text{CH}_3$ ), em relação ao



M<sup>+</sup>.

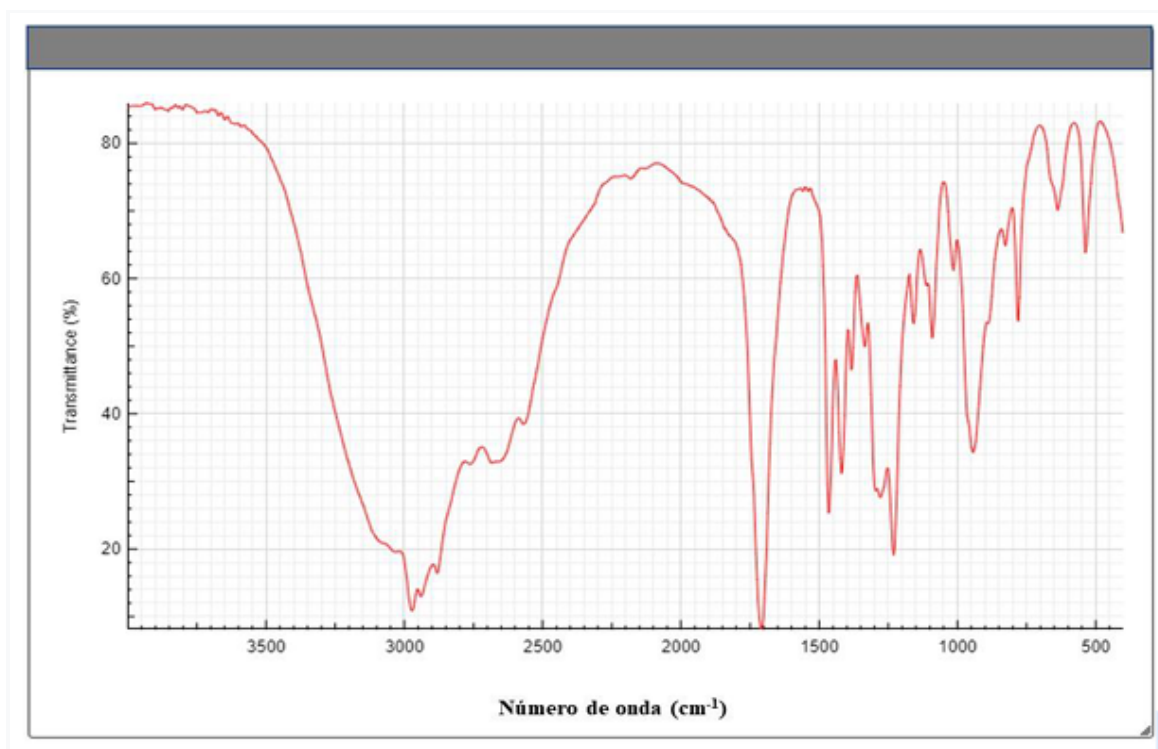
No espectro de RMN de <sup>1</sup>H (Figura 3), observam-se dois sinais: duplete 1,15 (sinal 1) e um hepteto em 3,6 ppm (sinal 2). As medidas das integrais são 2,43 cm (sinal 1) e 0,41 cm (sinal 2). Dividindo-se ambos pelo menos valor, encontram-se a relação 1:6. Isto indica que o sinal 1 é de duas metilas (CH<sub>3</sub> x 2) e o sinal 2 de um CH. A multiplicidades confirma essa hipótese, uma vez que um hepteto (7 linhas) indica que o CH (sinal 2) está vizinho a duas metilas e que as metilas (duplete = duas linhas) estão vizinhas a um CH. O fato de os sinais das duas metilas aparecerem num mesmo valor sugere que a molécula é simétrica. O valor de deslocamento químico do sinal 2 é típico de H ligado a carbono oxigenado o que está em acordo com o sinal de OH observado no IV. No espectro de RMN de <sup>13</sup>C (Figura 4) é possível confirmar essa proposta estrutural. Através do espectro próton acoplado é possível confirmar que há apenas CH e CH<sub>3</sub> na molécula. O sinal em torno de 25 ppm é compatível para as metilas assim como o sinal acima de 54 ppm é característico de C ligado a oxigênio. Reunindo todas essas informações é possível propor que a amostra em questão se trata do 2-hidroxi propanol (estrutura abaixo).





### Atividade 3

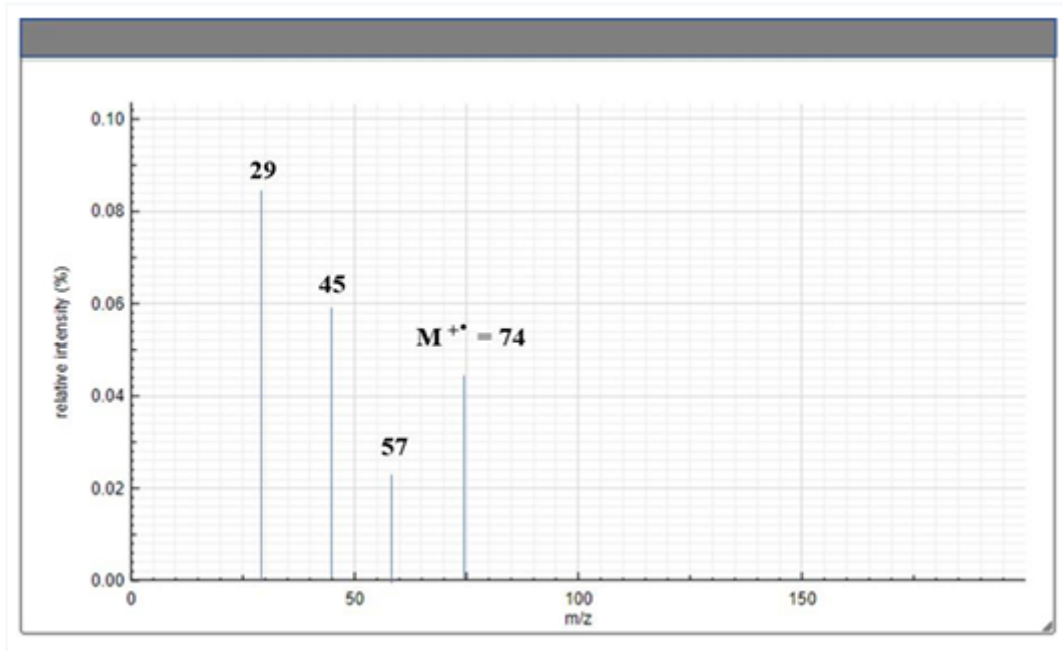
Figura 1. Espectro de IV do exercício resolvido 3.



Fonte: Autor (2021).

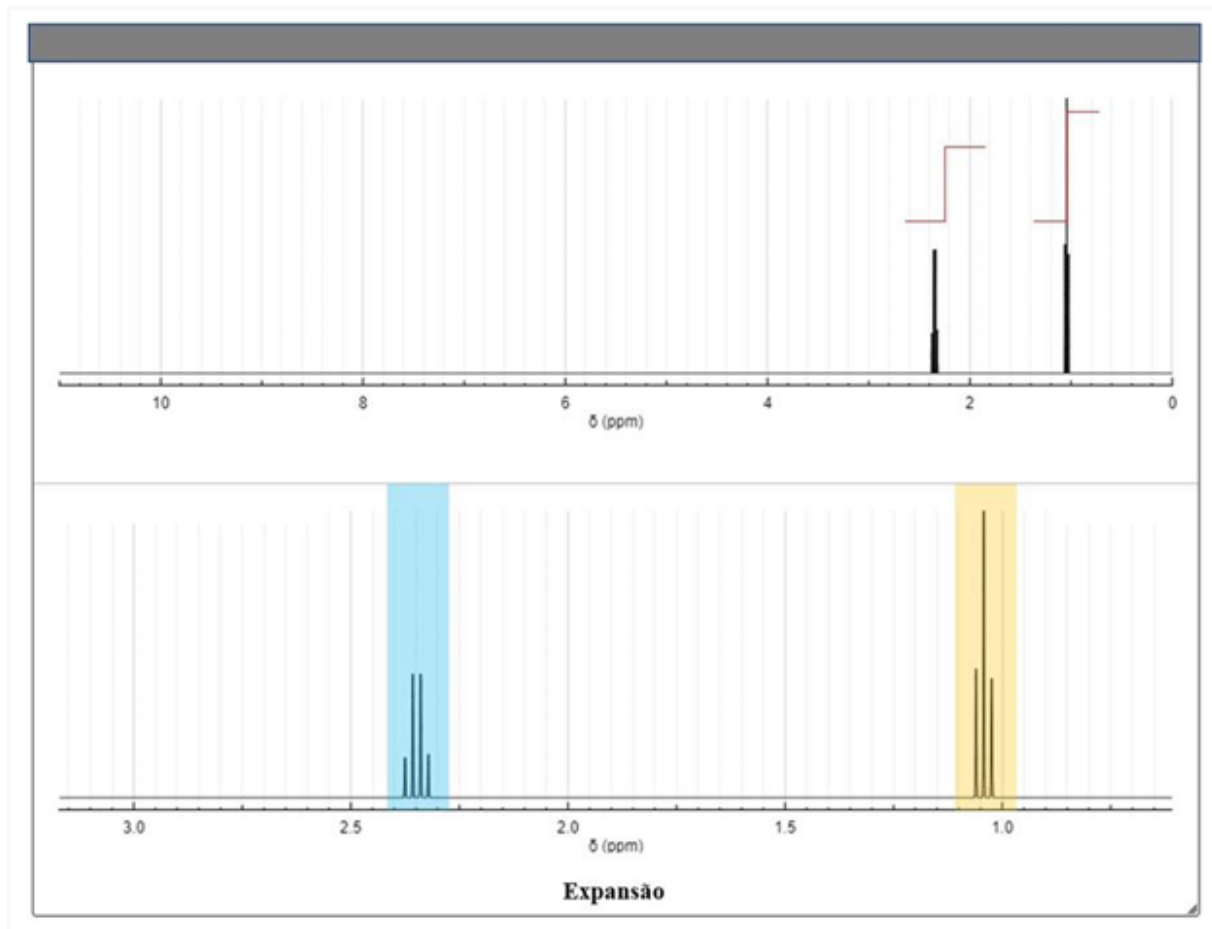
Figura 2. Espectro de massas do exercício resolvido 3.





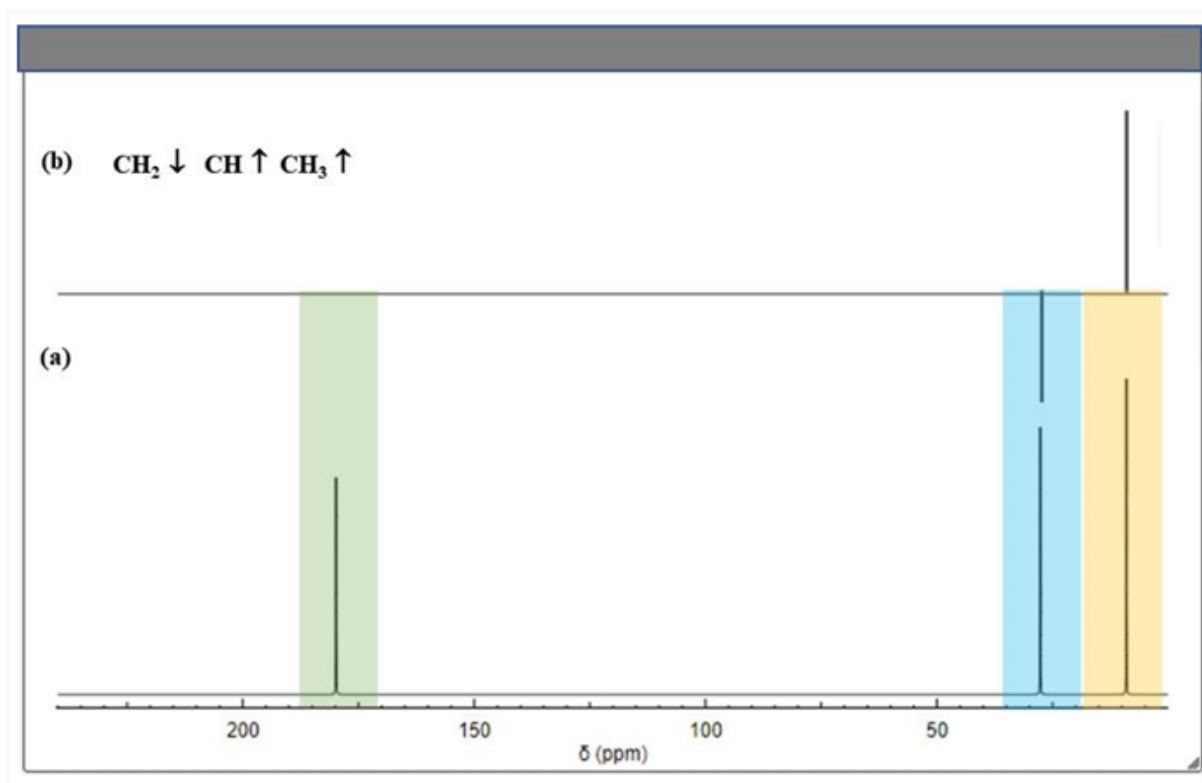
Fonte: Autor (2021).

Figura 3. Espectro de RMN de <sup>1</sup>H do exercício resolvido 3.



Fonte: Autor (2021).

Figura 4. Espectros de RMN de  $^{13}\text{C}$  do exercício resolvido 3.



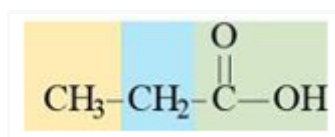
Fonte: Autor (2021).

No espectro de IV da amostra (Figura 1) são observados sinais em torno de  $3100\text{ cm}^{-1}$ (OH) e  $1750\text{ cm}^{-1}$ (C=O), característicos de ácido carboxílico. No espectro de massas (Figura 2), observa-se o íon molecular em  $m/z$  74. Dividindo-se essa massa por 13, encontra-se a seguinte relação entre carbonos e hidrogênios:  $\text{C}_5\text{H}_{14}$ . Uma vez que foram observados sinais característicos de ácido carboxílico no espectro de IV, é necessário incluir dois átomos de oxigênio na fórmula molecular (excluem-se  $\text{C}_2\text{H}_8$  da fórmula molecular anterior). Obtém-se, com isso, a fórmula molecular  $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_2$ . Além disso, o sinal em  $m/z$  57 (perda de 17) confirma a presença de hidroxila na mostra (no grupo carboxil). O sinal em  $m/z$  45 é característico de grupo carboxil (COOH), o que confirma a hipótese de a amostra ser um ácido carboxílico. O sinal em  $m/z$  29 indica o



radical etil da amostra.

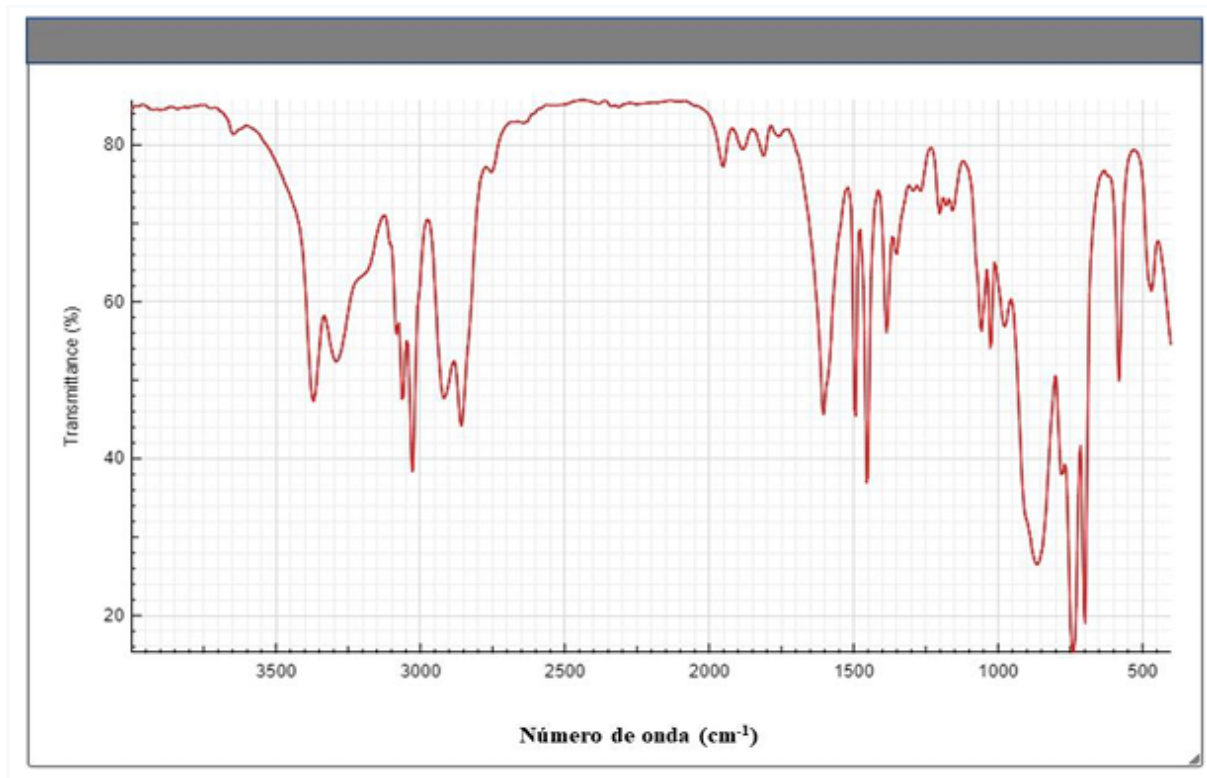
As medidas das integrais, no espectro de RMN de  $^1\text{H}$  (Figura 3), indicam a relação 2:3 dos sinais em azul e amarelo, respectivamente. Assim, o sinal em azul é um  $\text{CH}_2$  e o em amarelo um  $\text{CH}_3$ , cujas multiplicidades indicam que estejam ligados ( $-\text{CH}_2-\text{CH}_3$ ). O valor de  $\delta$  do sinal em azul (2,35 ppm) indica que o carbono onde este hidrogênio está ligado está vizinho ao grupo carboxil. No espectro de RMN de  $^{13}\text{C}$  (Figura 26) foi possível observar que o sinal em 9 ppm é um  $\text{CH}_3$  (apontando para cima no DEPT) e o sinal em 28 ppm é um  $\text{CH}_2$  (para baixo no DEPT). O sinal em aproximadamente 178 ppm é característico de  $\text{C}=\text{O}$ , o que está em acordo com o fato de a amostra ser um ácido carboxílico. Assim, pode-se concluir que a amostra em questão é o ácido propanoico (estrutura abaixo).





**Atividade 4**

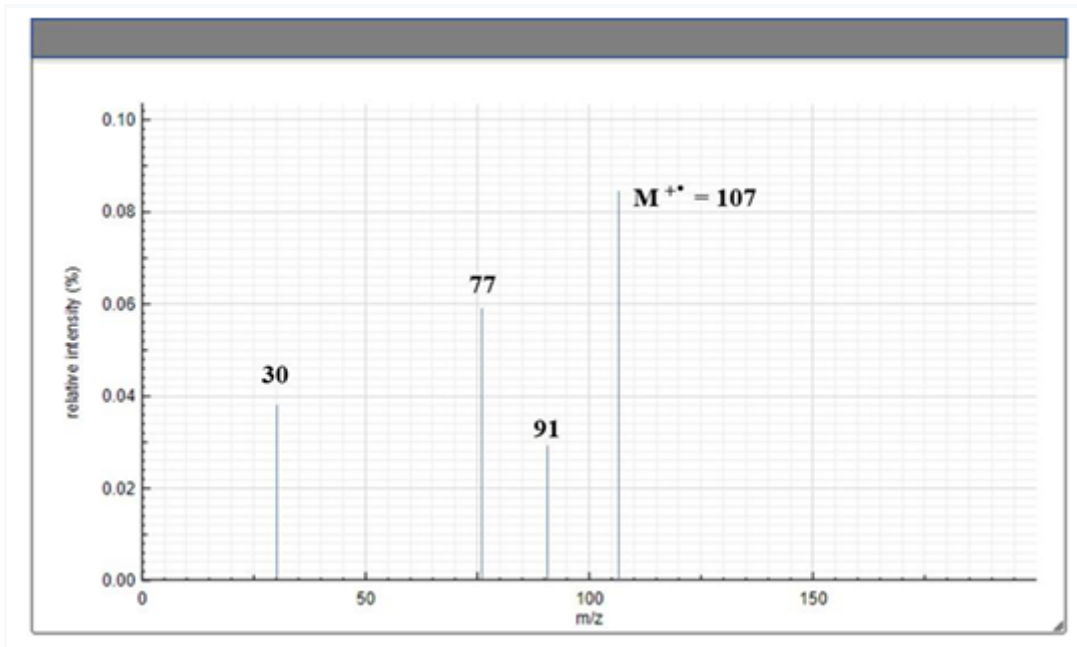
Figura 1. Espectro de IV do exercício resolvido 4.



Fonte: Autor (2021).

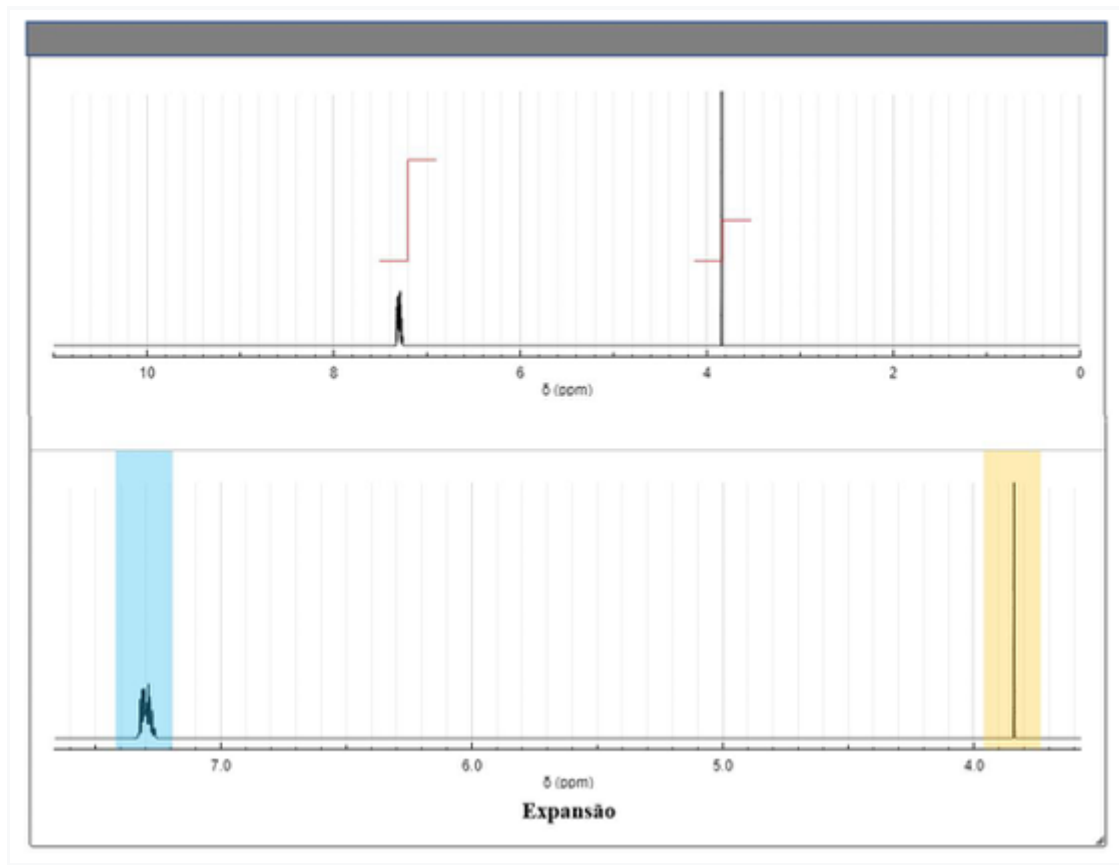


Figura 2. Espectro de massas do exercício resolvido 4.



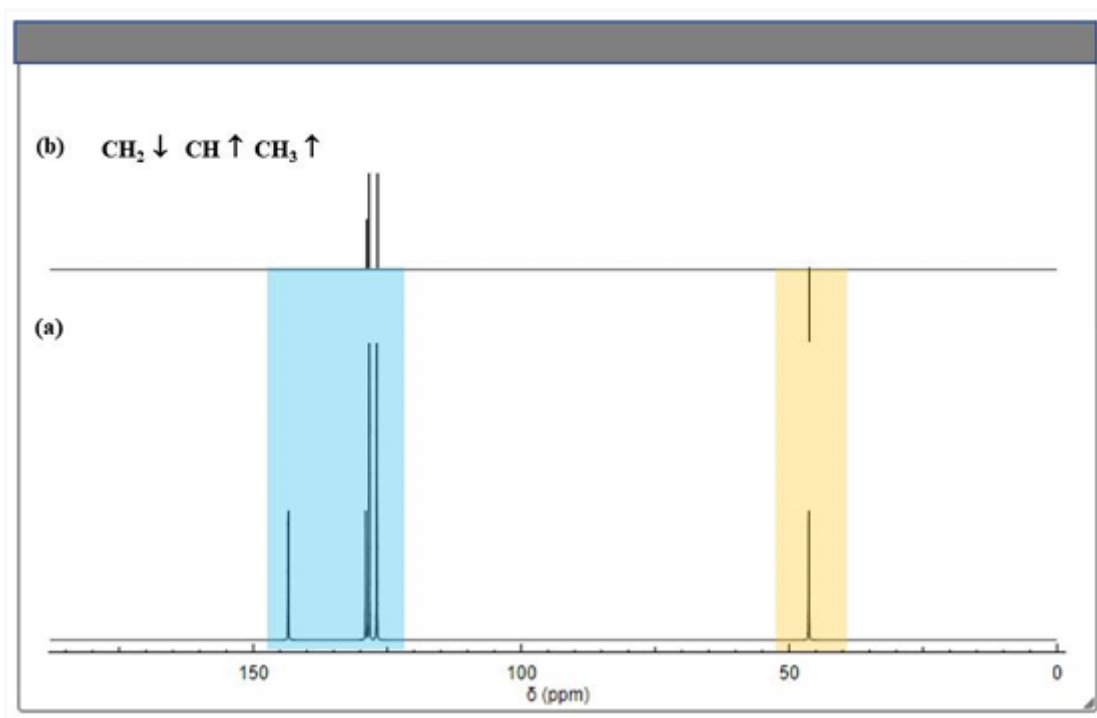
Fonte: Autor (2021).

Figura 3. Espectro de RMN de <sup>1</sup>H do exercício resolvido 4.



Fonte: Autor (2021).

Figura 4. Espectros de RMN de  $^{13}\text{C}$  do exercício resolvido 4.



Fonte: Autor (2021).

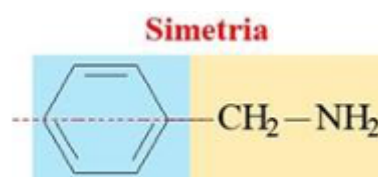
Os sinais em  $3350$  e  $3250\text{ cm}^{-1}$ , no espectro de IV (Figura 1), são característicos de estiramento de N-H. Como há ausência de sinal na região de C=O, pode-se concluir que se trata de uma amina primária ( $\text{R-NH}_2$ ). Observam-se, ainda, sinais característicos de sistema aromático ( $3100$ , em torno de  $2000$  e em  $1600\text{ cm}^{-1}$ ). No espectro de massas (Figura 3), percebe-se que o íon molecular tem  $m/z$  igual a  $107$  (ímpar), o que indica que a amostra tem um número ímpar de átomos de nitrogênio (provavelmente um). Dividindo-se essa massa por  $13$ , encontra-se a relação  $\text{C}_8\text{H}_{11}$ . Como há a necessidade de incluir um átomo de nitrogênio na fórmula molecular, exclui-se  $\text{CH}_2$  (massa igual a  $14$ ), chegando-se na fórmula  $\text{C}_7\text{H}_9\text{N}$ . O sinal  $91$  apresenta uma diferença de  $16$  em relação ao íon molecular, o que indica a presença de  $\text{NH}_2$  na amostra. O fragmento em  $m/z$   $91$  é conhecido como íon tropílio ( $[\text{C}_7\text{H}_7]^+$ ), o que indica que o  $\text{CH}_2$  está ligado ao sistema aromático. O sinal com  $m/z$   $77$  ( $[\text{C}_6\text{H}_5]^+$ )





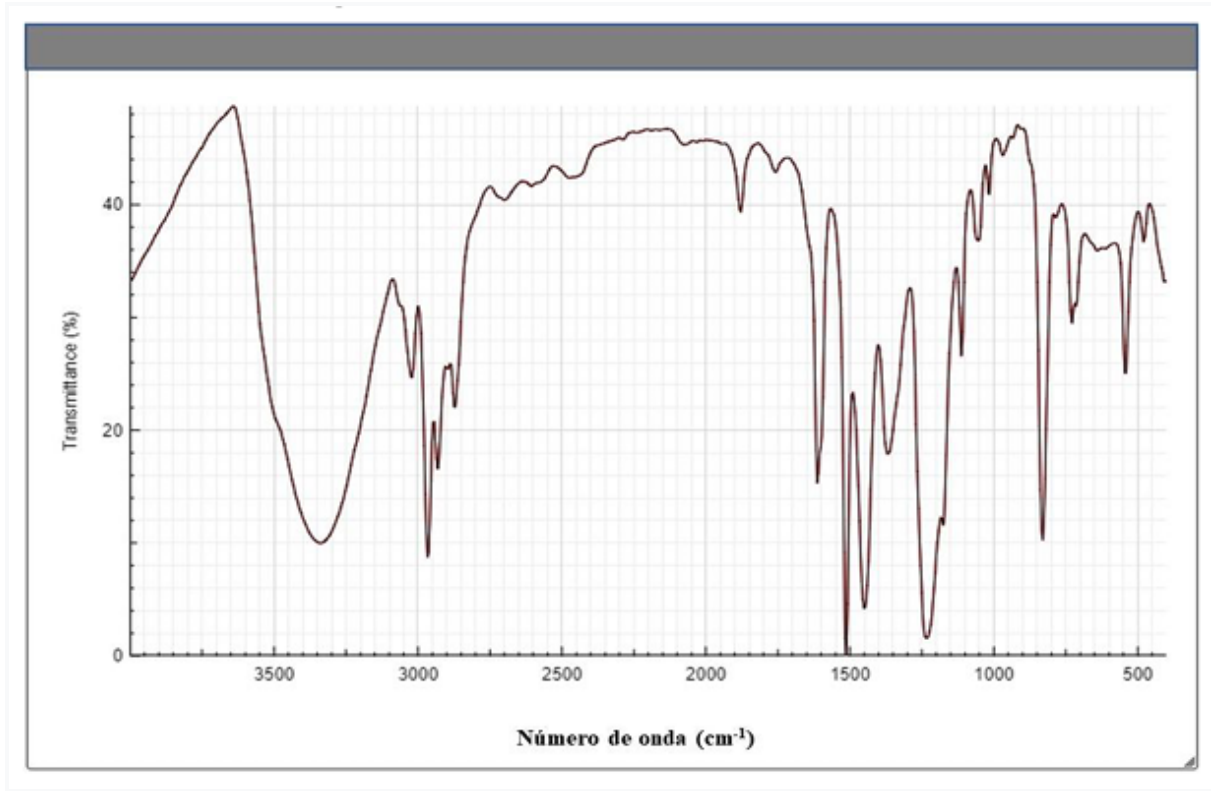
é característico de sistema aromático é monosubstituído. Nesse ponto, já se pode inferir que a amostra se trata da benzilamina. Essa proposta será confirmada com auxílio dos espectros de RMN.

Há, basicamente, sinais em duas regiões do espectro de RMN de  $^1\text{H}$  da amostra (Figura 4): próximos a 3,8 ppm e 7,3 ppm. O primeiro é característico de hidrogênio ligado a carbono vizinho a nitrogênio e a carbono  $\text{sp}^2$  e o segundo é de hidrogênio ligado a carbono de sistema aromático. Medindo-se as integrais, encontra-se a relação 2:5 (sinais em amarelo e azul, respectivamente), da porção  $\text{CH}_2\text{-Ar}$  ( $\text{Ar}$  = sistema aromático). No espectro de carbono (Figura 30), observam-se 1 sinal de carbono quaternário e 3 sinais de CH. Porém, dois dos sinais de CH têm alturas superiores ao outro CH, o que indica que os sinais maiores estão dobrados, ou seja, cada um equivale a  $\text{CH} \times 2$ , devido à molécula apresentar simetria. O sinal em torno de 45 ppm ( $\text{CH}_2$ ) é típico de carbono ligado a nitrogênio. Com base nas informações observadas nos espectros, pode-se concluir que a amostra é, de fato, a benzilamina (estrutura abaixo).



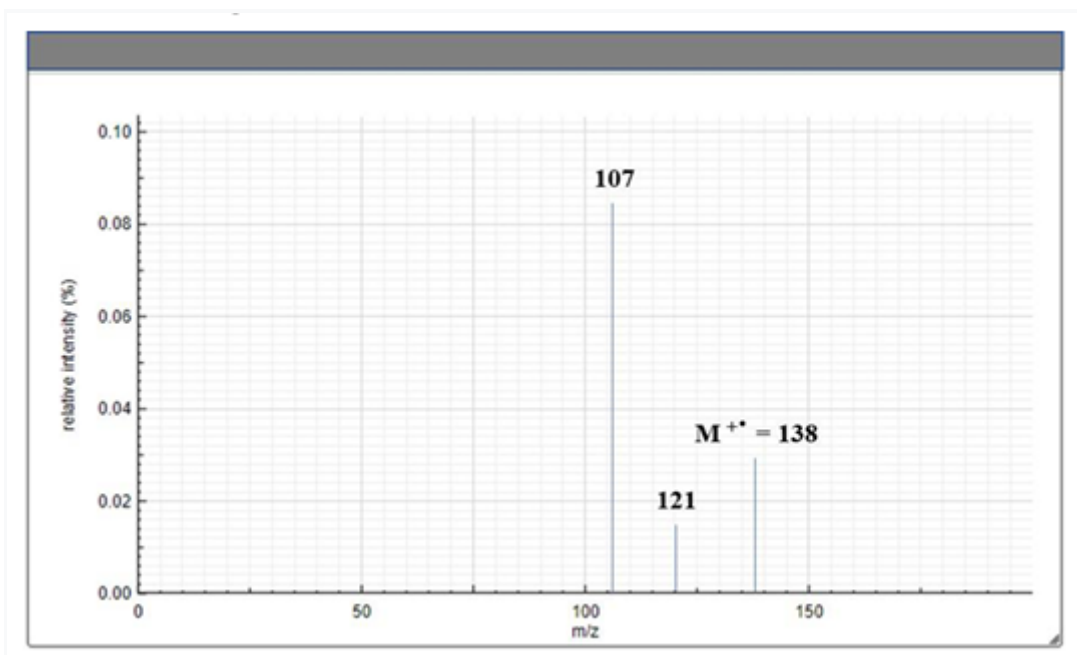
### Atividade 5

Figura 1. Espectro de IV do exercício resolvido 5.



Fonte: Autor (2021).

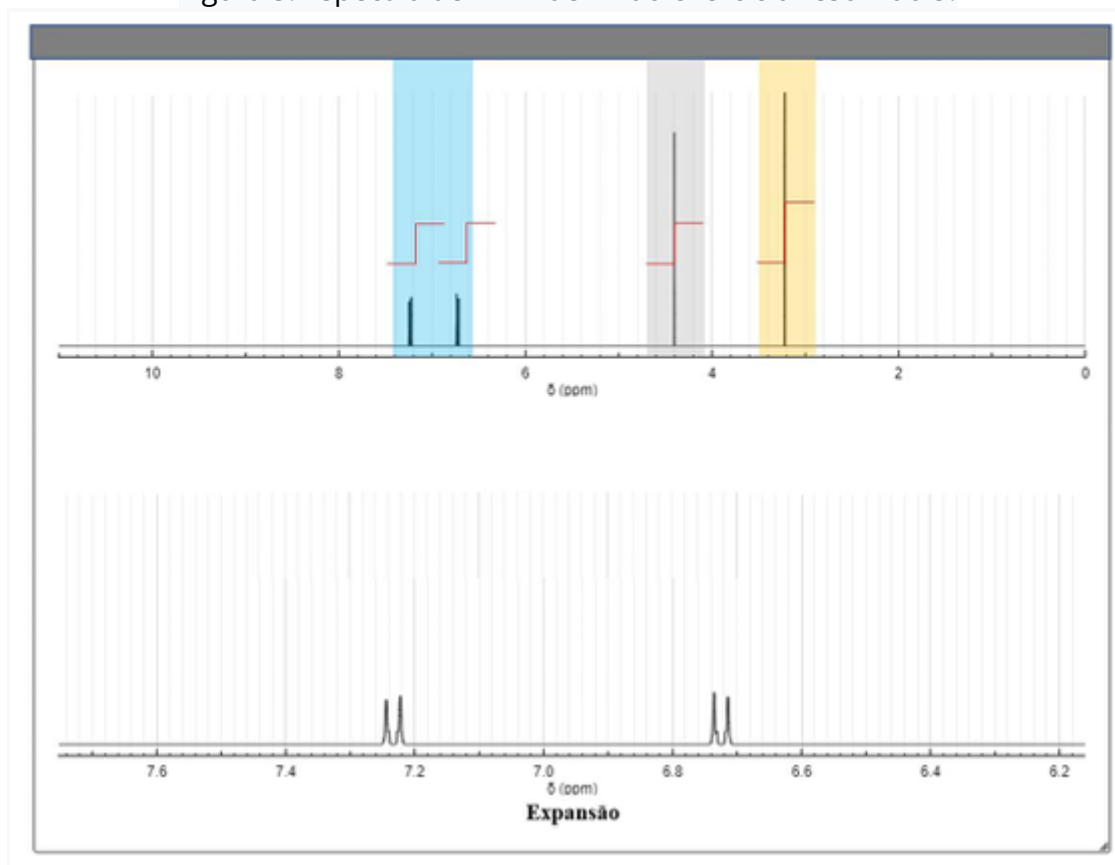
Figura 2. Espectro de massas do exercício resolvido 5.





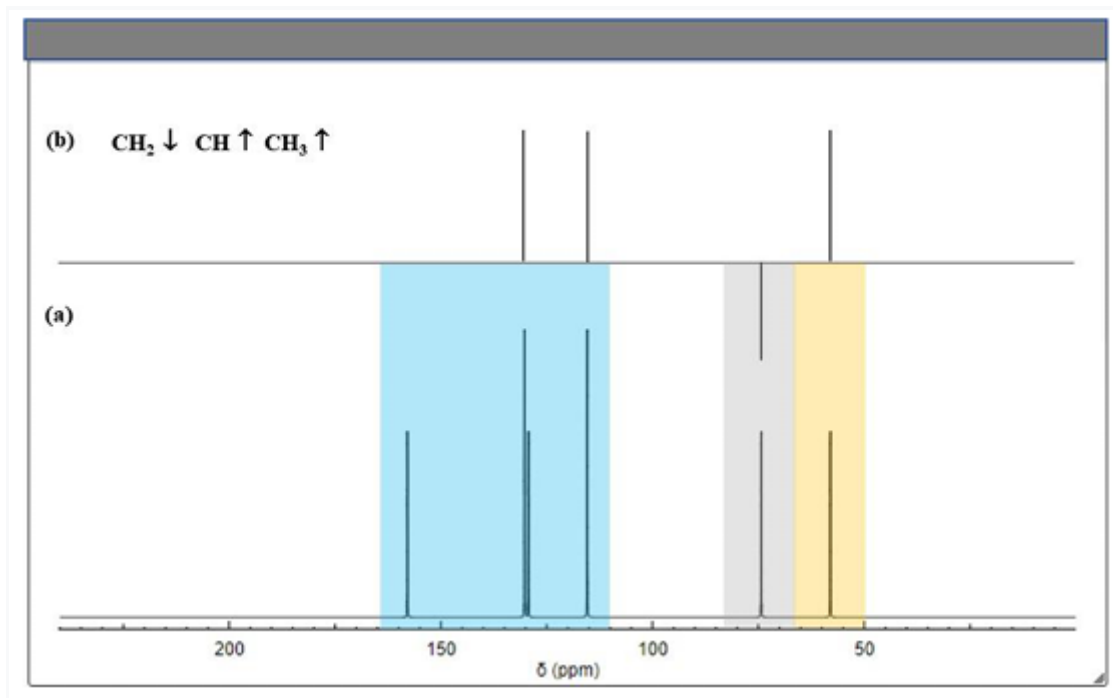
Fonte: Autor (2021).

Figura 3. Espectro de RMN de  $^1\text{H}$  do exercício resolvido 5.



Fonte: Autor (2021).

Figura 4. Espectros de RMN de  $^{13}\text{C}$  do exercício resolvido 5.



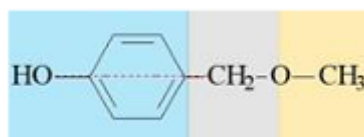
Fonte: Autor (2021).

Destacam-se, no espectro de IV (Figura 1) os sinais em torno de  $3300\text{ cm}^{-1}$  (OH de álcool ou fenol),  $3050$  e  $1600\text{ cm}^{-1}$ , característicos de sistema aromático. A massa molar da substância, de acordo com o espectro de massas (Figura 2), é 138 que corresponde à relação  $\text{C}_{10}\text{H}_{18}$ , segundo à regra do 13. Com base no espectro de RMN de  $^1\text{H}$  há outro átomo de oxigênio, além do da hidroxila. Isso será melhor discutido na parte de RMN. Assim, é necessário acrescentar dois átomos de oxigênio o que leva à fórmula molecular  $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_2$ . Além disso, o fragmento com  $m/z$  121 representa uma diferença de 17 (OH) em relação ao íon molecular. A perda de 3, representada pelo fragmento com  $m/z$  107, indica a presença de metoxila na substância (-O- $\text{CH}_3$ ). Essas informações indicam que há uma hidroxila e uma metoxila ligadas ao anel aromático. O padrão de substituição é determinado com a



análise do espectro de RMN de  $^1\text{H}$ .

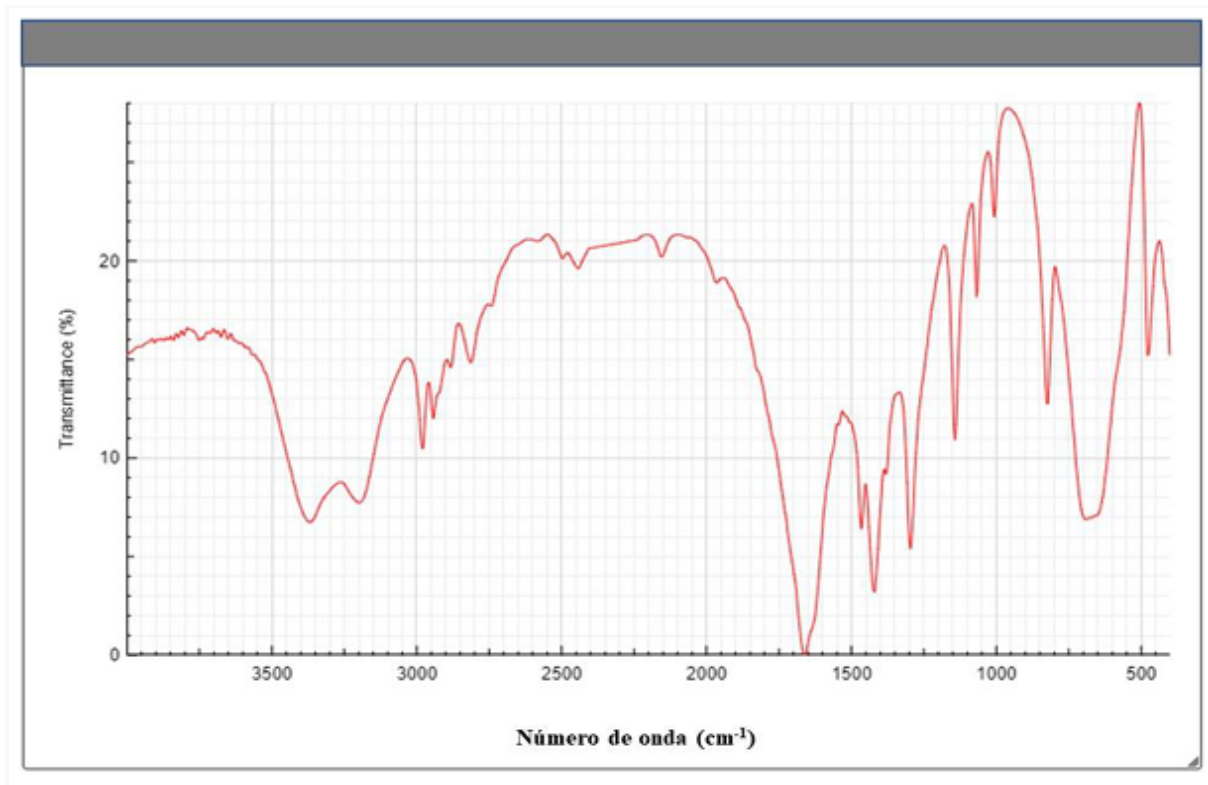
No espectro de RMN de  $^1\text{H}$  (Figura 3) é possível perceber, com base nas integrais, que há um simpleto em torno de 3,2 ppm ( $\text{CH}_3$ ), característico de hidrogênio ligado a carbono oxigenado (metoxila) e um sinal próximo a 4,2 ppm ( $\text{CH}_2$ ). Esse valor mais alto, em relação ao primeiro, indica que o  $\text{CH}_2$  além de estar ligado ao oxigênio, está ligado ao sistema aromático. Neste ponto, podemos imaginar a seguinte porção:  $\text{Ar-CH}_2\text{-O-CH}_3$ . A análise da região correspondente a hidrogênio do sistema aromático permitirá que se defina a posição da hidroxila no sistema aromático. Nesta região do espectro, são observados dois dupletos em 6,7 e 7,2 ppm. Este padrão é característico de sistema aromático para substituído (posições 1 e 4). O espectro de RMN de  $^{13}\text{C}$  (Figura 4) confirma as hipóteses levantadas. Nele é possível observar um  $\text{CH}_3$  em torno de 57 ppm, típico de carbono ligado a oxigênio (metoxila) e um  $\text{CH}_2$  próximo a 75 ppm, carbono ligado ao oxigênio e ao sistema aromático. Na região referente ao sistema aromático é evidenciado o padrão de substituição do tipo para. Há dois sinais de CH (duplicados) e dois sinais de carbonos quaternários. O sinal em aproximadamente 157 ppm é característico de carbono aromático oxigenado. Estes espectros são compatíveis com a substância conhecida como 4-metoximetilfenol (estrutura abaixo).





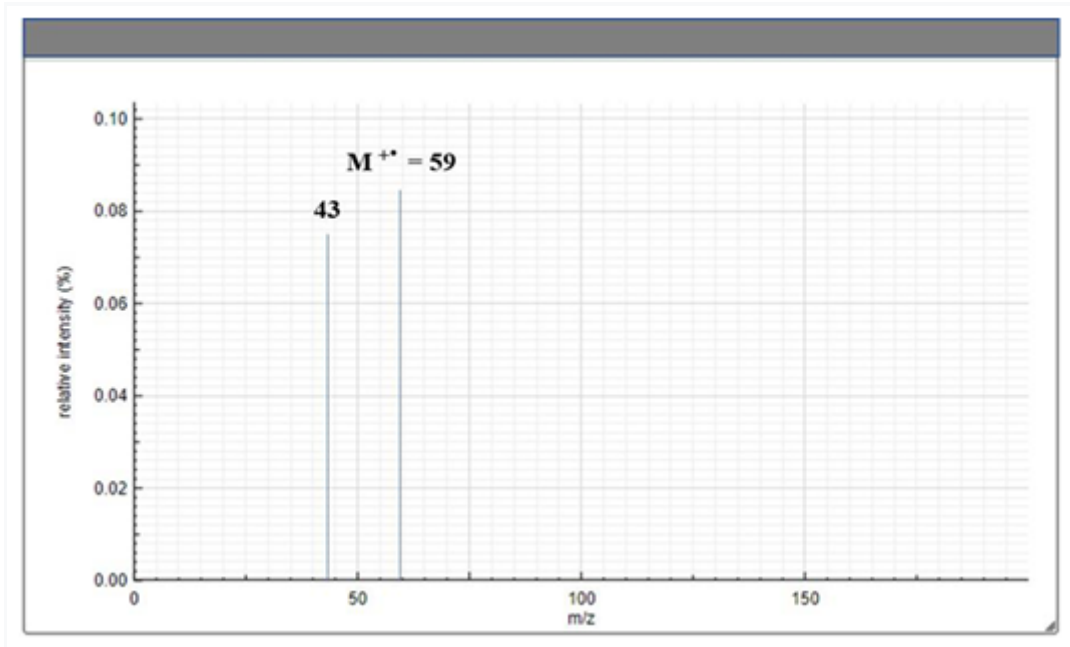
### Atividade 6

Figura 1. Espectro de IV do exercício resolvido 6.



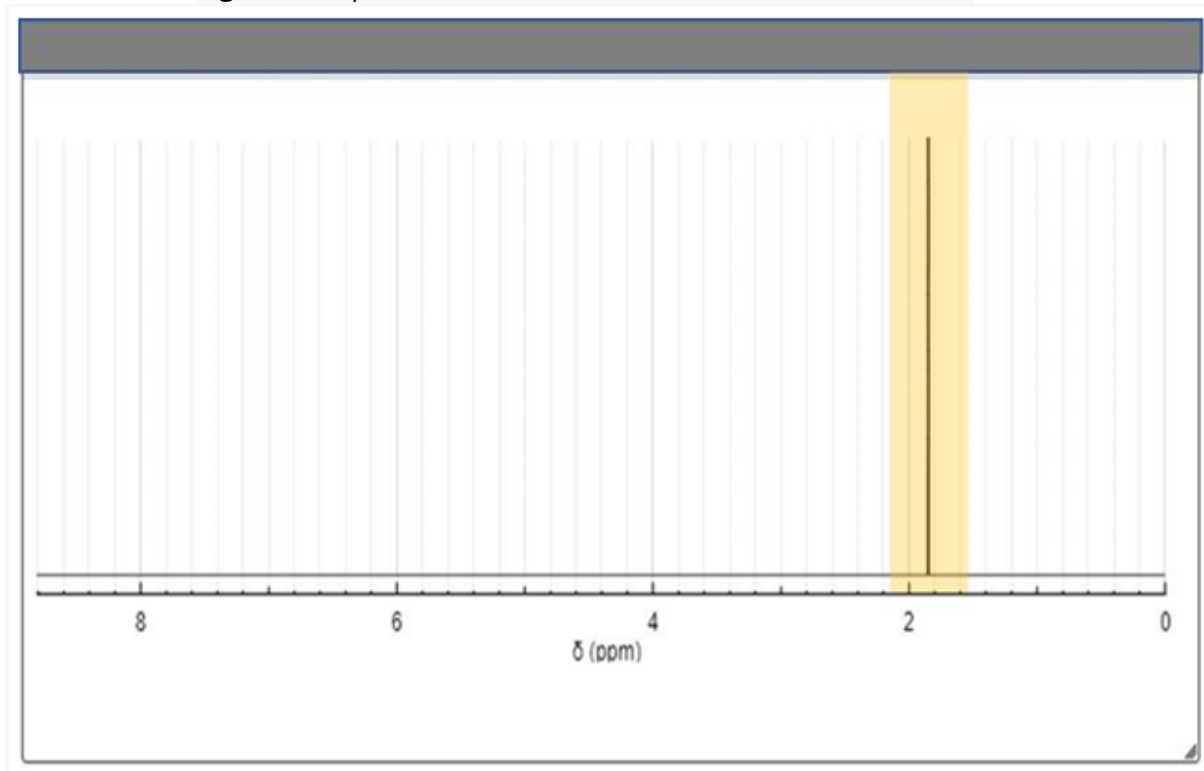
Fonte: Autor (2021).

Figura 2. Espectro de massas do exercício resolvido 6.



Fonte: Autor (2021).

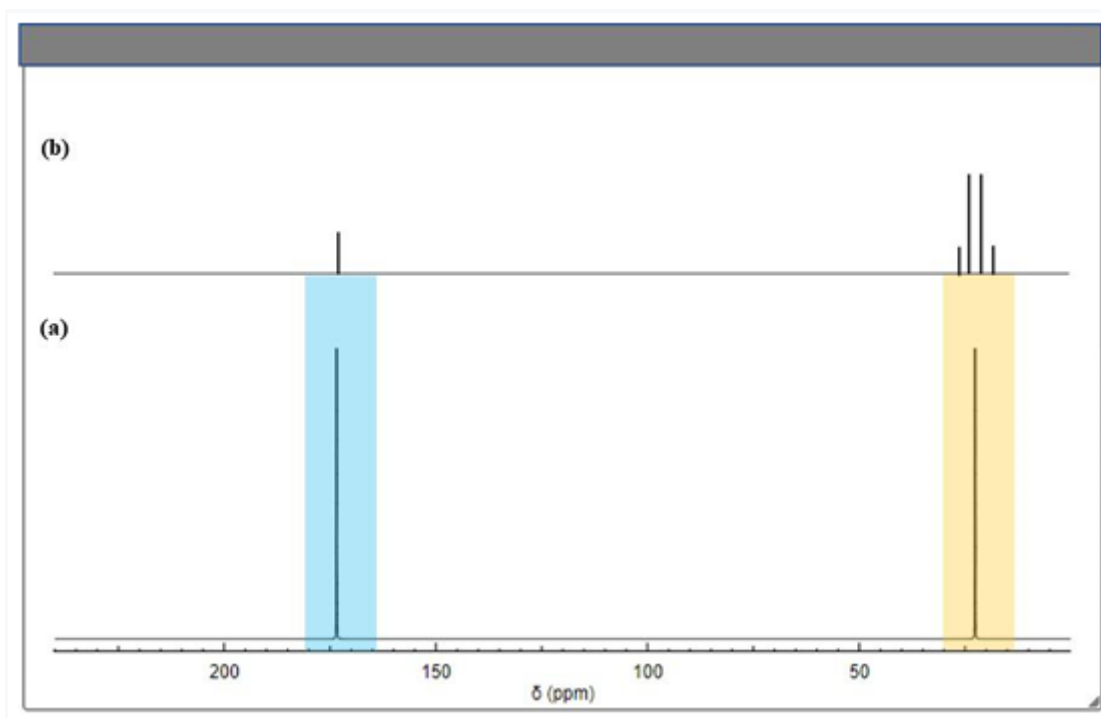
Figura 3. Espectro de RMN de  $^1\text{H}$  do exercício resolvido 6.



Fonte: Autor (2021).



Figura 4. Espectros de RMN de  $^{13}\text{C}$  do exercício resolvido 6.



Fonte: Autor (2021).

No espectro de IV (Figura 1) são observados sinais em aproximadamente  $3350$  e  $3200\text{ cm}^{-1}$  (estiramento de N-H) e em torno de  $1670\text{ cm}^{-1}$ , típico de C=O de amida. Trata-se, possivelmente, de uma amida com massa molar igual a  $59\text{ g/mol}$ , segundo seu espectro de massas (Figura 2). Dividindo-se essa massa por 13, encontra-se a relação  $\text{C}_4\text{H}_{11}$ . É necessário incluir NO na fórmula molecular, por se tratar de uma amida, levando-se à fórmula  $\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}$ . O fragmento de massa 43, cuja diferença em relação ao íon molecular é 16, justifica tanto a presença de  $\text{NH}_2$  quanto a porção  $[\text{CH}_3\text{-C=O}]^+$ . Neste ponto, já é possível assumir que a amostra em questão é a acetamida.

No espectro de RMN de  $^1\text{H}$  (Figura 3) há apenas um sinal (simpleto) em torno





de 1,9 ppm que está dentro do esperado para hidrogênio ligado a carbono vizinho a C=O. No espectro de RMN de  $^{13}\text{C}$  (Figura 4), são observados dois sinais: um  $\text{CH}_3$  próximo a 24 ppm, típico de carbono vizinho à carboxila e um sinal 175 ppm que pode ser atribuído ao C=O (faixa de carboxila de amida). Desta forma, confirma-se que a amostra é a acetamida (estrutura abaixo).

### Referências

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**. 7. ed. Rio Janeiro: LTC, 2007.

FIELD, L. D.; STERNHELL, S.; KALMAN, J. R. **Organic structures from spectra**. 4. Ed. Chichester: Wiley, 2008.