

Allgemeine Richtlinien für das Anfertigen von Protokollen

Hinweis:

Die Formalitäten und Formate in einem Protokoll (und später in der Bachelor- oder Master-Arbeit) sollten sich immer an einer Fachzeitschrift orientieren. Die unten folgenden Richtlinien sind dem *European Journal of Organic Chemistry* entnommen.

Allgemein:

- 1) Grundsätzlich sollte eine einheitliche Formatierung des Protokolls eingehalten werden.
- 2) Das gesamte Protokoll wird im Blocksatz (manchmal Silbentrennung erforderlich) und mit 1 ½ fachem Zeilenabstand verfasst.
- 3) Zudem soll ein Korrekturrand auf der rechten Seite von 6 cm vorhanden sein.
- 4) Im Protokoll wird grundsätzlich Präsens verwendet, außer bei der Durchführung, die im Präteritum verfasst wird. Bsp.: „Auswertung: Die Absorptionsbande, die zwischen 3500 cm⁻¹ und 3000 cm⁻¹ **auftritt, ist** ein starkes Indiz für das Vorhandensein von mindestens einer OH-Gruppe.“ „Durchführung: Es wurden 3 mL H₂O hinzugegeben.“
- 5) Im gesamten Protokoll wird NIEMALS „man, ich, wir, sich, ...“ benutzt. Das heißt: Sätze werden im Passiv verfasst.
FALSCH: „Man gibt 3 mL H₂O hinzu.“
RICHTIG: „Es wurden 3 mL H₂O hinzugegeben.“

Zahlen und Einheiten:

- 6) Zwischen einer Zahl und ihrer dazugehörigen Einheit steht immer ein geschütztes Leerzeichen. Ein geschütztes Leerzeichen wird bei Word (und auch bei OpenOffice) über folgende Tastenkombination eingefügt: Strg+Umschalt+Leerzeichen. Das geschützte Leerzeichen verhindert beispielsweise, dass die Einheit in eine neue Zeile rutscht oder die Abstände zwischen Zahl und Einheit aufgrund der Verwendung des Blocksatzes unterschiedlich groß sind. Ausnahme von dieser Regel sind lediglich Prozentangaben. Bsp.: „5 cm“ aber „5%“
- 7) Zahlen von 1-12 werden im Text generell ausgeschrieben, außer es handelt es sich um Mengenangaben oder Nummerierungen. Bsp.: „Es gibt **drei** mögliche Molekülstrukturen.“ „Es wurden **3** mL H₂O hinzugegeben.“ „In Tabelle **3**... Probe **3**...“ usw.

Abbildungen, Schemata und Tabellen:

- 8) Abbildungen und Schemata sind inkl. Beschriftungen zu zentrieren. Tabellen werden, sofern sie nicht über die ganze Seite gehen, ebenfalls zentriert. Die Überschrift (der Tabelle) erfolgt hier linksbündig mit der Tabelle.
- 9) Abbildungen, Schemata und Tabellen müssen immer fortlaufend nummeriert und beschriftet werden. Die Beschriftung von Tabellen erfolgt oberhalb derselben; bei Abbildungen und Schemata unterhalb. Außerdem ist jede Beschriftung mit einem Punkt abzuschließen. Bsp.: „**Abb. 1:** Molekülstruktur von Ethanol.“

- 10) Auf Abbildungen, Schemata und Tabellen ist immer mindestens einmal im Text zu verweisen!
Bsp.: „Es konnte gezeigt werden, dass es sich bei der gesuchten Molekülstruktur um Ethanol handelt (Abb. 1).“ „In Abb. 1 ist die Molekülstruktur von Ethanol gezeigt.“
- 11) Geht eine Tabelle über mehr als eine Seite, müssen die Spaltenüberschriften auf der neuen Seite nochmals genannt werden.

Sonstiges:

- 12) Fremdsprachliche Begriffe werden kursiv geschrieben (keine Anführungsstriche).
Bsp.: *fingerprint*-Bereich
- 13) Alle im Protokoll verwendeten Abkürzungen müssen bei erstmaliger Verwendung erläutert werden. Bsp.: „Die Intensitäten der Banden werden im Folgenden mit s (stark), m (mittelstark) und w (schwach) bezeichnet.“ „Das Infrarot (IR)-Spektrum zeigt ...“
- 14) Eigennamen werden in Kapitälchen geschrieben. Bsp.: MICHELSON-Interferometer

Zitieren von Quellen

In der Chemie werden die Literaturstellen von 1 an fortlaufend nummeriert und in eckigen Klammern hinter dem Zitat hochgestellt. Im Literaturverzeichnis (am Ende des Protokolls) stehen dann die vollständigen Angaben in der Reihenfolge der Nummern. (Also keine Quellenangaben in Klammern im Text, auch nicht als Fußnote am Ende der Seite)

Die Formalismen des Literaturverzeichnisses richten sich nach einem fachlich renommierten Journal, hier dem *European Journal of Organic Chemistry*.

Bücher werden also folgendermaßen angegeben (auf Formatierung achten!):

Autorenamen, *Titel des Buches*, Auflage, Verlag, Verlegungsort, **Erscheinungsjahr**.

Bsp.: M. Hesse, H. Meier, B. Zeeh, *Spektroskopische Methoden in der organischen Chemie*, 7. Aufl., Thieme, Stuttgart, **2005**.

Artikel in Zeitschriften werden folgendermaßen angegeben:

Autorenamen, *Zeitschrift*, **Erscheinungsjahr**, *Ausgabe*, Seite.

Bsp.: B.B. Snider, *Chem. Rev.* **1996**, 96, 339.

Internetquellen sind in einem Protokoll (Bachelor-, Masterarbeit) unzulässig. Einzige Ausnahme sind Abbildungen, die dem Internet entnommen werden können. Hierbei ist natürlich darauf zu achten, dass die Abbildung auch wirklich den im Protokoll angeführten Tatsachen entspricht. Generell empfiehlt es sich immer Abbildungen selber zu erstellen.

Internetquellen mit vollständiger!! Adresse angeben:

Internetadresse (Abrufdatum).

Bsp.: http://ruby.chemie.uni-freiburg.de/Vorlesung/Gif_bilder/Methoden_ac/ir_spektrometer_c.png
(Abrufdatum. 04.05.2012).

Jede Literaturangabe wird mit **einem Punkt** abgeschlossen.

Ohne eine Quellenangabe zu einer bestimmten Aussage stellt Ihr diese als „neu“ und von Euch erstmals beschrieben dar.

Bsp.: Elektromagnetische Strahlung in einem Wellenlängenbereich von 780 nm bis 1 mm wird der infraroten Strahlung zugeordnet.

- Diese Zuordnung wurde in der vorliegenden Arbeit erstmalig vorgenommen und ist somit völlig neu, von den Verfassern der Arbeit entwickelt und wird mit der vorliegenden Arbeit der Forschungsgemeinschaft erstmalig vorgestellt.

Elektromagnetische Strahlung in einem Wellenlängenbereich von 780 nm bis 1 mm wird der infraroten Strahlung zugeordnet.^[1]

- Hier wird die in der Literatur getroffene Einteilung der Wellenlängenbereich wiedergegeben. Text, Text, Text.^[2]

Literaturverzeichnis

[1] Deutsches Institut für Normung (Hrsg.): *Strahlungsphysik im optischen Bereich und Lichttechnik; Benennung der Wellenlängenbereiche* in: DIN. 5031, Teil 7, **1984**.

[2]

Richtlinien für das Anfertigen von Protokollen im Praktikum Analytische Chemie

Das Protokoll soll neben dem Deckblatt in drei Teile gegliedert werden: Einleitung, Ergebnisse (Auswertung der Spektren) und Diskussion (Strukturvorschlag).

Deckblatt

Auf dem Deckblatt sollen folgende Angaben gemacht werden: Titel des Protokolls, Praktikumssemester, Gruppennummer, Namen der Gruppenmitglieder und Datum der Abgabe.

1) Einleitung

Die Einleitung soll maximal eine Seite umfassen und die Aufgabenstellung darlegen. Eine theoretische Einführung ist nicht notwendig.

2) Methoden + Durchführung

Im Methodenteil sollen für jedes Experiment die verwendeten Geräte (ggf. verwendete Software) aufgelistet werden und eine kurze Versuchsdurchführung protokolliert werden.

3) Strukturvorschlag

Im zweiten Teil des Protokolls erfolgt dann die Interpretation der erhaltenen Daten, ein oder mehrere Strukturvorschläge und die Überprüfung dieser unter nochmaligem Heranziehen der Daten, bzw gegebenenfalls der Literatur.

4) Ergebnisse

Im Ergebnisteil sind die Spektren dann mit Hilfe des Strukturvorschlags vollständig auszuwerten (evtl. in tabellarischer Form) und zu erklären. Hierzu gehört beispielsweise auch die Strukturformeln der Fragmente im MS. Zur vollständigen Auswertung gehört auch die Erklärung/Interpretation der evtl. nicht bereits verwendeten NMR-Signale, MS-Fragmente, IR-Banden, sowie die Diskussion ggf. auftretender Widersprüche oder Unklarheiten.

05.03.2014

Musterprotokoll
für das Praktikum analytische Chemie
im SS 2014

- Strukturaufklärung -

Gruppe X

Marie Mustermann _____ (Unterschrift)

Max Mustermann _____ (Unterschrift)

Versuch	Anmerkungen (zur Korrektur)	Unterschrift des Betreuers
NMR		
IR		
UV-Vis		
MS		

1.) Einleitung

Im Rahmen des Praktikums analytische Chemie wurden zwei unbekannte Proben mit Hilfe von *Ultraviolet-Visible* (UV-Vis)-, *Nuclear magnetic resonance* (NMR)- und Infrarot (IR)-Spektroskopie sowie von Massenspektrometrie (MS) eingehend untersucht. Im vorliegenden Protokoll sollen die erhaltenen Spektren der unbekannt Proben analysiert und ein Strukturvorschlag erarbeitet werden. Dieser ist anschließend mit den gewonnenen Daten abzugleichen und gegebenenfalls mit der Literatur zu bestätigen.

2.) Methoden und Durchführung

2.1) IR-Spektroskopie

Die feste Probe wurde in einer KBr-Matrix vermessen, die flüssige zwischen zwei NaCl-Platten aufgebracht und so in den Strahlengang eingebracht.

Für die Aufnahme des IR-Spektrums wurde ein Bruker Alpha-FT-IR-Spektrometer verwendet. Um das Signal-Rauschen-Verhältnis zu verbessern wurden 32 Scans bei einer Auflösung von 4 cm^{-1} aufgenommen und übereinander gelegt. Mit der Bruker OPUS-Software wurde anschließend eine Basislinienkorrektur des Spektrums durchgeführt und die Bandenlage analysiert.

2.2) Massenspektrometrie

Die Elektronenstoß (EI)-Massenspektren wurden mit ?? eV Elektronenenergie mit einem doppelt fokussierenden Sektrofeld Gerät (Gerätetyp, Hersteller) aufgenommen. Das Spektrometer hat eine Beschleunigungsspannung von ? kV. Die Detektion erfolgte mit einem Sekundär-Elektronen-Vervielfacher (SEV), dessen Spannung ?? kV betrug. Die Spektren wurde mit dem Datensystem ? aufgezeichnet und ausgedruckt. Die Ausdrücke befinden sich im Anhang des Protokolls.

Zu Beginn der Messungen wurde die Ionenoptik mit Hilfe eines Signals bei m/z 28 optimiert. Dieses Signal wird durch restliche Luft im Massenspektrometer erzeugt und entspricht dem Radikalkation von ??.

Anschließend wurde ein Untergrundspektrum aufgenommen und diskutiert. Das entsprechend kommentierte Untergrundspektrum befindet sich im Anhang des Protokolls.

Zur Messung der festen Probe wurde eine gerade noch sichtbare Menge der Probe in einen kleinen Tiegel gegeben, und dieser mit Hilfe der Schubstange und der Schleuse des direkten Einlasses in die Ionenquelle eingeführt. Anschließend wurde Schubstangenspitze und damit der Tiegel geheizt bis zufriedenstellende Spektren (ca. ?? bis ?? V Intensität, eine relative Einheit des Datensystems) aufgenommen werden konnte. Dafür betrug die Temperatur der Schubstange ?? °C.

Wenige Mikroliter der flüssigen Probe wurden mit Hilfe einer 10 µl-Spritze in die Schubstange des indirekten Einlasses gegeben. Anschließend wurde diese Schubstange in den indirekten Einlass geschoben. Die Temperatur des indirekten Einlasses betrug ?? °C, was zum Verdampfen der Probe führte. Nun wurde das Dosierventil soweit geöffnet, das ebenfalls zufriedenstellende Spektren aufgenommen werden konnten.

2.3) UV-Vis-Spektroskopie

Das UV-Spektrum wurde an einem Specord50 Gerät von Analytik Jena aufgenommen. Hierfür wurden die Proben zunächst in ?? gelöst und in einer Küvette vermessen.

2.4) NMR-Spektroskopie

Die NMR-Spektren wurden an einem Bruker Avance NB-360 (Narrowbore-Magnet von Oxford Instruments mit 8,4 Tesla) aufgenommen und anschließend mit der Topspin-Software ausgewertet. Die Proben wurden für die Messung in deuteriertem d_6 -DMSO vollständig gelöst. Vor der Messung wurde zunächst der Shim und durch das sogenannte „wobbeln“ der Kondensator optimiert.

3.) Strukturvorschlag

Im Folgenden sollen die erhaltenen Daten interpretiert und ein Strukturvorschlag erarbeitet werden.

3.1) Ermittlung der Summenformel

Um die Summenformel zu ermitteln, wird zunächst das ^{13}C - und ^1H -NMR herangezogen. Das ^{13}C -NMR-Spektrum zeigt fünf verschiedene Signale bei relativ hohen Verschiebungen. Es müssen also mindestens fünf C-Atome in dem Molekül vorliegen. Sollten chemisch äquivalente C-Atome vorliegen, können es auch mehr sein. Bei näherer Betrachtung des ^{13}C -NMR-Spektrums fallen zwei auffällig hohe Signale auf (164,0 und 94,1 ppm). Diese könnten durch solche chemisch äquivalenten Kohlenstoffatome verursacht werden, so dass die unbekannte Verbindung möglicherweise sieben Kohlenstoffatome enthält. Im ^1H -NMR sollten alle Protonen, auch die austauschbaren, sichtbar sein, da dieses in vollständig deuteriertem DMSO aufgenommen wurde. Die Integrale der Signale ergeben in der Summe sechs, so dass in der Verbindung lediglich sechs Protonen enthalten sind. Ein weiterer Hinweis kann der Multiplizität der Signale entnommen werden. Da das ^1H -NMR nur Singulets zeigt und somit kein Proton mit einem anderen koppelt, muss die gesuchte Verbindung viele Heteroatome oder zumindest quartäre C-Atome aufweisen. Für eine gewisse Anzahl an Heteroatomen spricht auch, dass zwei der Signale (11,53 ppm, 10,72 ppm) verhältnismäßig breit sind, was häufig bei austauschbaren Protonen der Fall ist. Da die beiden Signale insgesamt ein Integral von drei aufweisen, ist davon auszugehen, dass die gesuchte Verbindung mindestens drei austauschbare Protonen (zwei davon chemisch äquivalent) besitzt. Austauschbare Protonen finden sich beispielsweise bei Amino- Alkohol- oder Säuregruppen. Solche funktionelle Gruppen können mit Hilfe des IR-Spektrums häufig identifiziert werden. So zeigt die breite Bande bei $3330 - 2627 \text{ cm}^{-1}$ deutliche X-H-Valenzschwingungen, wobei die Intensität der Bande gegen N-H- und für O-H Valenzschwingungen spricht. Es ist also davon auszugehen, dass

mindestens eine OH-Gruppe in der gesuchten Verbindung vorhanden ist. Eine Aminogruppe ist jedoch noch nicht auszuschließen, da die N-H-Valenzschwingung auch überdeckt sein könnte. Festzuhalten ist jedoch, dass mindestens ein Sauerstoffatom in der Verbindung vorliegen muss. Weitere Sauerstoffatome können in der unbekanntem Verbindung in Form eines Carbonyls gebunden sein. Carbonylgruppen absorbieren generell in einem Wellenzahlbereich zwischen 1800 und 1650 cm^{-1} mit einer hohen Intensität.^[1] Im vorliegenden IR-Spektrum gibt es eine sehr prominente Bande bei 1643 cm^{-1} , welche aufgrund ihrer verhältnismäßig niedrigen Wellenzahl für ein ungesättigtes Aldehyd oder Keton stehen könnte. Hierfür spricht auch, dass das $^1\text{H-NMR}$ -Spektrum ein scharfes Signal bei einer ungewöhnlich hohen chemischen Verschiebung ($10,0\text{ ppm}$) mit einem Integral von eins zeigt. Das deutet im Allgemeinen auf ein Aldehyd-Proton hin. Das entsprechende ^{13}C -Signal sollte zwischen 170 und 205 ppm zu finden sein. Für die gesuchte Verbindung gibt es drei Signale in diesem Bereich, so dass ein Aldehydgruppe sehr wahrscheinlich ist. Somit müssen mindestens zwei Sauerstoffatome in dem gesuchten Molekül vorhanden sein. Eines in einer OH-Gruppe und eines als Aldehyd gebunden.

Im Massenspektrum ist das Molekülion mit m/z 154 erkennbar. Anhand der Stickstoffregel ist nun festzuhalten, dass die gesuchte Verbindung entweder keinen oder nur eine gerade Anzahl an Stickstoffatomen enthält. Zudem lassen sich keine auffälligen Isotopenpeaks ausmachen, so dass sich die Elemente Chlor, Brom, Silicium und Schwefel ausschließen lassen.

Mit diesen Informationen lässt sich nun die Summenformel ermitteln. Zunächst wird von der Molekülmasse 154 der Betrag der gesicherten Elemente abgezogen.

Hierzu zählen: (mindestens) fünf Kohlenstoffatome ($^{13}\text{C-NMR}$), sechs Protonen ($^1\text{H-NMR}$), (mindestens) zwei Sauerstoffatome (OH-Gruppe, Aldehyd).

$$154 - ((5 \times 12) + (6 \times 1) + (2 \times 16)) = 56$$

Mit der Annahme, dass keine chemisch äquivalenten ^{13}C -Atome in der gesuchten Verbindung vorliegen und dass die Massendifferenz nur auf weitere Sauerstoff- und Stickstoffatome in der Verbindung zurückzuführen ist, ergibt sich folgende Summenformel: $\text{C}_5\text{H}_6\text{N}_4\text{O}_2$. Wird jedoch davon ausgegangen, dass zwei der Signale des ^{13}C -NMR durch chemisch äquivalente Kohlenstoffatome verursacht werden, ergibt sich: $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$.

3.2) Doppelbindungsäquivalente

Die Doppelbindungsäquivalente (DBÄ) lassen sich mit einer einfachen Formel schnell berechnen. Sauerstoff- oder Schwefelatome müssen hierbei nicht berücksichtigt werden.

$$\frac{2 \times (\text{Anzahl Cs}) + 2 - 1 \times (\text{Anzahl Hs}) + 1 \times (\text{Anzahl Ns})}{2} = \text{DBÄ}$$

Für beide ermittelte Summenformeln ergeben sich also fünf Doppelbindungsäquivalente.

3.3) Grundstruktur

Zunächst gilt es, funktionelle Gruppen und Strukturelemente der gesuchten Verbindung zu identifizieren. Bisher konnten zwei funktionelle Gruppen sicher identifiziert werden: die Aldehydgruppe und die OH-Gruppe (siehe Abschnitt 3.1).

Bisher sind außerdem einige Hinweise auf einen Aromaten als Grundgerüst aufgetreten. Die Doppelbindungsäquivalente betragen für beide Summenformel fünf, abzüglich der Aldehydgruppe sind es noch vier. Dies würde genau einem Benzolring entsprechen. Zudem ist die Carbonylverschiebung des Aldehyds im IR-Spektrum zu niedrigen Wellenzahlen verschoben, das deutet auf einen Aromaten mit hoher elektronischer Dichte hin. Um die Möglichkeit eines Aromaten als Grundstruktur zu überprüfen, können nochmals IR-, NMR- und Massenspektren herangezogen werden.

Allgemein können die Fragmente m/z 77 (Phenylkation) bzw. 91 (Benzylkation) im Massenspektrum schnell auf einen Aromaten

hinweisen. Bei einem mehrfach substituierten Aromaten ist das Auftreten solcher Fragmente eher unwahrscheinlich (Ausnahme: Ein Substituent verlässt das Molekülion als Radikal und n-1 der Substituenten können unter Umlagerung eines H abgespalten werden. Gewöhnlich sind dann aber die einzelnen Abspaltungen auch zu sehen). Da das Massenspektrum der gesuchten Verbindung solche Fragmente jedoch vermissen lässt, ist folgendes daraus zu schließen: Weisen andere spektroskopische Methoden auf einen Aromaten hin, dann handelt es sich bei der gesuchten Verbindung sehr wahrscheinlich um einen mehrfach substituierten Aromaten.

Weitere Hinweise lassen sich mit Hilfe des IR-Spektrums gewinnen. Hier finden sich die sogenannten „Aromatenfinger“, welche die C=C-Valenzschwingungen repräsentieren, bei 1605, 1577 und 1475 cm^{-1} (Lit.^[1]: ≈ 1600 , ≈ 1580 , ≈ 1500 cm^{-1}). Zudem zeigt das Spektrum im Bereich 980-680 cm^{-1} einige mittelstarke Banden, welche im Zusammenhang mit *out-of-plane* C-H-Deformationsschwingungen stehen könnten. Dies ist jedoch lediglich ein Hinweis, da sich diese Banden im *Fingerprintbereich* befinden und somit eher geringen diagnostischen Wert besitzen. Zwar zeigt das Spektrum keine Aryl-H-Valenzschwingungen, welche zwischen 3100 und 3000 cm^{-1} auftreten sollten, jedoch sind diese laut Literatur schwach und häufig verdeckt.^[1] Somit ist es nicht auszuschließen, dass sie in dem vorliegenden Fall einfach nicht sichtbar sind. Auch die schwachen Ober- und Kombinationsschwingungsbanden, welche zwischen 2000 und 1600 cm^{-1} auftreten sollen, sind im vorliegenden Spektrum nicht sichtbar. Da das IR-Spektrum einen Aromaten nicht eindeutig als Grundstruktur bestätigt, soll an dieser Stelle die NMR-Spektren untersucht werden.

Laut Literatur betragen die Werte für die chemische Verschiebung von aromatischen Protonen 8,5 – 6,5 ppm und die von aromatischen Kohlenstoffen 90-170 ppm.^[1] Es sollte jedoch beachtet werden, dass bei elektronenreichen Aromaten, wie es hier aufgrund der Aldehyd- und der Alkoholgruppe anzunehmen ist, sich die Signale zum Hochfeld verschieben können. Das ^{13}C -NMR zeigt vier Signale im fraglichen Bereich, darunter die zwei Signale, welche eventuell auf chemisch

äquivalente Kohlenstoffe hinweisen. Im $^1\text{H-NMR}$ findet sich ein Signal bei 5,88 ppm mit einem Integral von zwei, welches für zwei (chemisch äquivalente) aromatische Protonen stehen könnte. Alle Hinweise zusammen sprechen mit ziemlicher Sicherheit für einen Aromaten. Somit ist nur noch die Summenformel $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_4$ haltbar. Mit den sicheren Strukturelementen (Aromat, Aldehyd- und Alkoholgruppe) bleiben noch zwei Protonen (Signal bei 11,53 ppm) und zwei Sauerstoffatome. Das spricht für zwei weitere (chemisch äquivalente) Alkoholgruppen am Aromaten. Diese Annahme ist auch im Einklang mit dem verbreiterten Signal, welches austauschbare Protonen signalisiert.

Es ist also davon auszugehen, dass die gesuchte Verbindung einen Benzolring, drei Alkohol- und eine Aldehydgruppe als Strukturelemente enthält. Für die Verknüpfung liefert das $^1\text{H-NMR}$ wichtige Hinweise. Hier wird nämlich deutlich, dass die beiden Aromatenprotonen chemisch äquivalent sind, da die Signale der beiden zusammenfallen. Zudem wird durch die Multiplizität des Signals (Singulett) deutlich, dass es sich nicht um direkt benachbarte Protonen handeln kann. Somit kommen nur folgende Strukturen in Betracht (siehe Abb.: 1).

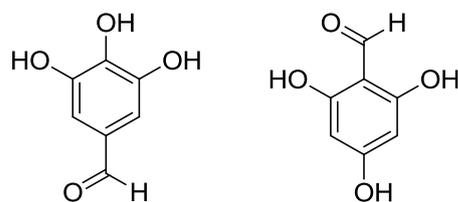


Abbildung 1: Strukturvorschläge für die gesuchte Verbindung.

Zwischen den beiden Strukturen ist mit den gegebenen Daten nicht weiter zu diskriminieren. Ein Literaturvergleich zeigt jedoch, dass die erhaltenen Daten mit denen der Literatur von 2,4,6-Trihydroxybenzaldehyd übereinstimmen.

4.) Ergebnisse

Im Folgenden sollen die erhaltenen Spektren mit dem Strukturvorschlag korreliert werden.

4.1) UV-Spektrum

Das UV-Spektrum der unbekanntes Verbindung **1** zeigt ein einzelnes Maximum bei einer Wellenlänge von 291 nm. Für eine aromatische Verbindung mit einem Aldehyds substituenten ist der Wert erwartungsgemäß.

4.2) IR-Spektrum

Das IR-Spektrum zeigt mehrere Banden von diagnostischem Wert, welche hier tabellarisch aufgeführt werden sollen (Tabelle 1). Die Intensität wird hierbei mit schwach (w), mittelstark (m), stark (s) oder sehr stark (vs) angegeben. Die Art der Schwingung ist für Valenzschwingungen mit ν und für Deformationsschwingungen mit δ angegeben.

Tabelle 1: Lage und Intensität der wichtigsten IR-Banden.

Wellenzahl / cm^{-1}	Intensität	Breite	Art	Interpretation
3330 - 2627	s	sehr breit	ν (X-H)	OH
1645	vs	scharf	ν (C=O)	C=O (Aldehyd)
1605	vs	scharf	ν (C=C)	Aromat
1577	s	scharf	ν (C=C)	Aromat
1475	s	scharf	ν (C=C)	Aromat

Einige Banden, welche zu erwarten gewesen wären, sind leider nicht zu sehen oder einwandfrei zu identifizieren. So fehlen beispielsweise, wie in Abschnitt 3.3 erwähnt wurde, die Aryl-H Valenzschwingungen und die schwachen Ober- und Kombinationsschwingungs-banden, welche zwischen 3100 und 3000 cm^{-1} bzw. 2000 und 1600 cm^{-1} auftreten sollen. Zudem sind die C-H-Valenzschwingung und die passende erste Oberschwingung des Aldehyds verdeckt. Diese treten laut Literatur als

schwache Doppelbande im Wellenzahlbereich von 2900-2700 auf. Die C-H-Deformationsschwingung des Aromaten, welche bei isolierten H-Atome zwischen 900 und 800 cm^{-1} in einer schwachen Intensität auftreten sollte, ist nicht eindeutig identifizierbar, da mehrere Banden in diesem Bereich auftreten.

4.3) Massenspektrum

Das Basision des MS befindet sich bei m/z 153, gefolgt von m/z 154 mit nur wenig geringerer Intensität. Das Ion mit m/z 155 ist von sehr geringer Intensität. Außerdem befinden sich keine Signale oberhalb dieser Massen. Mit großer Wahrscheinlichkeit ist m/z 154 das Molekülion, das Ion mit m/z 155 der zugehörige Isotopenpeak und m/z 153 ein $[\text{M-H}]^+$ -Peak. Dieser tritt häufig bei Verbindungen mit Aldehydgruppen auf. Das Ion mit m/z 136 $[\text{M}-18]^+$ ist zwar von geringer Intensität, bestätigt aber die Anwesenheit der postulierten OH-Gruppen, welche oft als H_2O abgespalten werden. Alles in Allem liefert das MS, außer dem $[\text{M-H}]^+$ kaum intensive Fragmente. Das Ion mit m/z 69 ist zwar relativ intensiv, lässt sich aber mit einfachen Fragmentierungsregeln nicht erklären. Kaum Fragmente und wenn, dann nicht mit einfachen Regeln erklärbar, bestätigen einen mehrfach substituierten Aromaten. Aromatische Radikal-Kationen sind oft sehr stabil und fragmentieren nicht weiter und wenn Fragmente entstehen, dann unter Erhaltung des aromatischen Systems oder einer hochgradig konjugierten Verbindung, was zu ungewöhnlichen Fragmentierungen führt.

Abschließend kann gesagt werden, dass das MS nicht im Widerspruch zum erarbeiteten Strukturvorschlag steht.

4.4) NMR-Spektren

Das ^1H -NMR-Spektrum, das in DMSO aufgenommen wurde, zeigt vier Signale, deren Verschiebung und Integrale in Tabelle 2 aufgelistet sind.

Tabelle 2: Verschiebungen und Integrale der NMR-Signale.

Signal	Verschiebung	Integral	Multiplizität	Interpretation
1	11,53	2	s	2x OH
2	10,72	1	s	OH
3	10,00	1	s	Aldehyd
4	5,88	2	s	2x Aromaten-H

Das ^{13}C -NMR zeigt fünf Signale, die in Tabelle 3 aufgelistet sind.

Tabelle 3: Verschiebungen und der ^{13}C -NMR-Signale.

Signal	Verschiebung	Anzahl	Interpretation
1	190,9	1	Aldehyd-C
2	167,2	1	C_q aromatisch
3	164,0	2	C_q aromatisch
4	104,5	1	C_q aromatisch
5	94,1	2	CH aromatisch

Anhang

