

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN

101 PROBLEMAS DE DETERMINACION DE
ESTRUCTURAS DE COMPUESTOS ORGANICOS POR
METODOS ESPECTROSCOPICOS

TESIS
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO
PRESENTA
MONTUY ALVAREZ CARLOS EDUARDO

ASESOR.
DR. ENRIQUE RAMON ANGELES ANGUIANO

CUAUTITLAN IZCALLI, EDO. MEX. 2006



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

INDICE

ESPECTROSCOPIA

	Página
- <u>Introducción</u>	1
- <u>Objetivos</u>	3
- <u>Generalidades</u>	4
○ Historia	4
▪ Postulados de Planck”	5
○ Análisis Elemental	13
▪ Etapa 1. Examen superficial	13
▪ Etapa 2. Determinación de la pureza y las constantes físicas	14
▪ Etapa 3. Clasificación según los grupos funcionales	14
▪ Etapa 4. Grado de insaturacion	15
▪ Etapa 5. Identificación final	16
▪	
- <u>Principios</u>	18
○ Espectroscopia visible y ultravioleta	18
○ Espectroscopia infrarroja	19
○ Espectroscopía de resonancia magnética nuclear.	21
▪ Fundamentos físicos la espectroscopia de RMN.	21
▪ El espectrómetro de resonancia magnética nuclear.	23
▪ Resonancia magnética nuclear de ^1H . Apantallamiento o protección magnética por los electrones.	24
▪ Interacción spin-spin.	29
▪ El espectro de RMN del H^1	33
▪ Curva de integración.	34
▪ Constantes de acoplamiento.	35
▪ Interpretación de los espectros de resonancia magnética nuclear de H^1 .	37

▪ Espectroscopia de resonancia magnética nuclear del C-13	39
○ Espectroscopía de Masas	42
▪ Principios básicos de la Espectroscopia de Masas (EM)	42
▪ El espectro de EM	43
▪ Grupos funcionales	45
○ Metodología	48
- <u>Problemas</u>	
○ Problema 1	51
○ Problema 2	53
○ Problema 3	55
○ Problema 4	57
○ Problema 5	59
○ Problema 6	61
○ Problema 7	63
○ Problema 8	65
○ Problema 9	67
○ Problema 10	69
○ Problema 11	71
○ Problema 12	73
○ Problema 13	75
○ Problema 14	77
○ Problema 15	79
○ Problema 16	81
○ Problema 17	83
○ Problema 18	85
○ Problema 19	87
○ Problema 20	89
○ Problema 21	91
○ Problema 22	93
○ Problema 23	95
○ Problema 24	97
○ Problema 25	99
○ Problema 26	101
○ Problema 27	103

○ Problema 28	105
○ Problema 29	107
○ Problema 30	109
○ Problema 31	111
○ Problema 32	113
○ Problema 33	115
○ Problema 34	117
○ Problema 35	119
○ Problema 36	121
○ Problema 37	123
○ Problema 38	125
○ Problema 39	127
○ Problema 40	129
○ Problema 41	131
○ Problema 42	133
○ Problema 43	135
○ Problema 44	137
○ Problema 45	139
○ Problema 46	141
○ Problema 47	143
○ Problema 48	145
○ Problema 49	147
○ Problema 50	149
○ Problema 51	151
○ Problema 52	153
○ Problema 53	155
○ Problema 54	157
○ Problema 55	159
○ Problema 56	161
○ Problema 57	163
○ Problema 58	165
○ Problema 59	167
○ Problema 60	169
○ Problema 61	171
○ Problema 62	173
○ Problema 63	175
○ Problema 64	177
○ Problema 65	179
○ Problema 66	181
○ Problema 67	183

○ Problema 68	185
○ Problema 69	187
○ Problema 70	189
○ Problema 71	191
○ Problema 72	193
○ Problema 73	195
○ Problema 74	197
○ Problema 75	199
○ Problema 76	201
○ Problema 77	203
○ Problema 78	205
○ Problema 79	207
○ Problema 80	209
○ Problema 81	211
○ Problema 82	213
○ Problema 83	215
○ Problema 84	217
○ Problema 85	219
○ Problema 86	221
○ Problema 87	223
○ Problema 88	225
○ Problema 89	227
○ Problema 90	229
○ Problema 91	231
○ Problema 92	233
○ Problema 93	235
○ Problema 94	237
○ Problema 95	239
○ Problema 96	241
○ Problema 97	243
○ Problema 98	245
○ Problema 99	247
○ Problema 100	249
○ Problema 101	251
○ Discusión	253
○ Conclusiones	253
○ Bibliografía	254

ESPECTROSCOPIA

Introducción

La determinación de la estructura química de un compuesto orgánico constituye uno de los principales obstáculos para el químico en la caracterización de un compuesto ya sea innovador o que se desconozca su procedencia y por lo tanto no se tenga la certeza de que serie de compuestos pueda ser.

No siendo menos importantes la determinación de la acidez de una molécula, propiedades organolépticas de un compuesto, punto de fusión y ebullición; los métodos espectroscópicos son de gran importancia para la elucidación correcta de la estructura química de un compuesto y resulta complementaria de las anteriores; por lo tanto técnicas como la Espectrometría de Masas, Espectrometría Infrarroja, y las resonancia magnética nuclear de C^{13} (RMN- C^{13}) e H^1 (RMN- H^1) son de gran utilidad para este propósito.

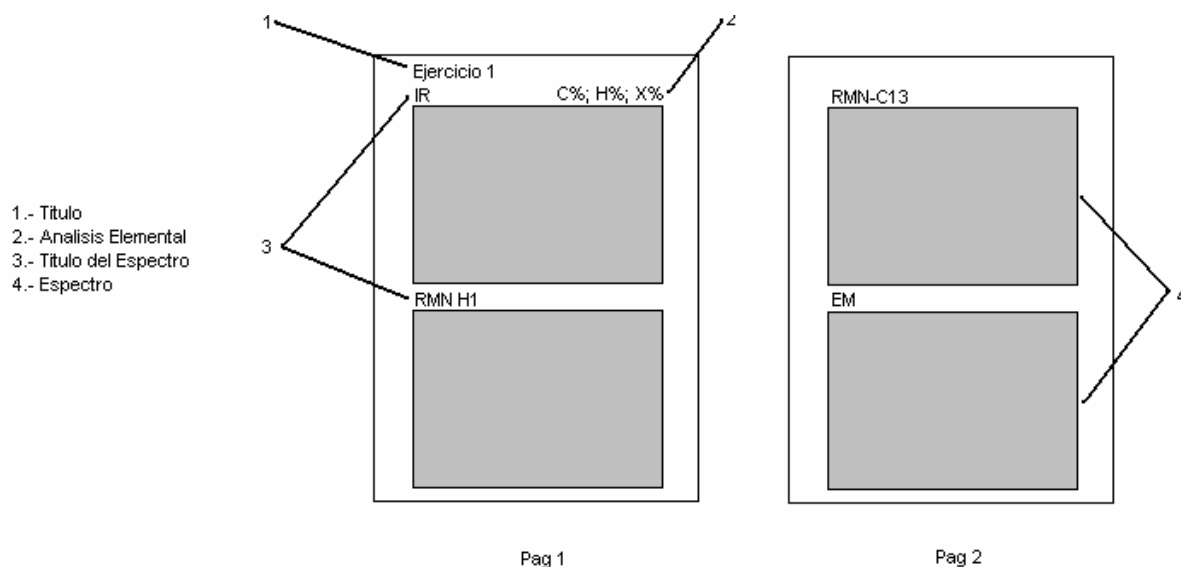
En el curso de Espectroscopia Aplicada para las carreras de Químico y Químico Industrial, se requiere de una batería de problemas que cumplan con una serie de requisitos que son:

- a) Que el problema contemple los rubros de Análisis Elemental, Formula Molecular y los espectros de IR, RMN- C^{13} , RMN H^1 y EM
- b) Que sean de un nivel adecuado para licenciatura

Hasta el día de hoy, existen escasos libros que cumplan con tales características, la mayoría de los textos se enfocan a un tema, es decir RMN o E. de Masas, lo que dificulta que el estudiante aglutine en un problema las diferentes técnicas.

En el siguiente trabajo se incluye una breve información bibliográfica del marco histórico de la espectroscopia como tal y fundamentos, principalmente, de la técnica de Resonancia Magnética Nuclear (RMN) con el fin de que el estudiante de Química tenga bases para explicar cada espectro que se le presenta.

Consta de una introducción y generalidades obtenidas en bases de datos de la WEB e información bibliográfica; enseguida se presentan los problemas propuestos con el siguiente formato:



Todos los espectros mostrados en este trabajo fueron seleccionados de una lista de 3000 espectros (250 compuestos aproximadamente) obtenidos de la red INTERNET de una base de datos japonesa, los cuales fueron depurados y elegidos en base a su complejidad y características de la molécula.

Una vez escogidos los cuatro espectros de cada molécula fueron modificados; esto es, se incluyeron en los espectros RMN datos como los desplazamientos, sus señales correspondientes e integrales (para el caso de los espectros RMN H¹) y por ultimo se ajustaron al formato actual. Además se le agrego el análisis elemental de cada compuesto que constituye el porcentaje de algunos elementos dentro de la molécula.

En espectros tales como masas se proporcionan los valores de las fracciones moleculares así como la del ion molecular del compuesto el cual esta resaltado en negritas.

Objetivos

Elaborar un manual de trabajo incluyendo ejercicios de compuestos con grupos funcionales característicos que permitan al químico dilucidar dichas estructuras con ayuda del análisis elemental y los espectros Infrarrojo (IR), RMN C¹³, RMN H¹, y espectros de masas correspondientes a cada compuesto.

Dar al estudiante de Química un apoyo bibliográfico que permita familiarizarse con los espectros convencionales y adquiera la habilidad de su interpretación y elucidación final de la molécula.

Generalidades

HISTORIA

En 1855, Maxwell fue el primero en señalar que la luz visible no es más que una forma de las ondas electromagnéticas, el espectro completo de los cuales incluye microondas, infrarrojo, rayos X y, rayos γ . Una onda electromagnética de cualquier clase consiste en una componente del campo eléctrico E .

Aunque las investigaciones espectroscópicas fueron iniciadas por Newton en el siglo XVII, el tratamiento cuantitativo sólo fue posible después de la introducción de la mecánica cuántica. Así pues, se requiere al menos de un entendimiento cualitativo de la mecánica cuántica para explicar las observaciones espectroscópicas.

A finales del siglo XIX fue haciéndose evidente que muchas de las leyes físicas que habían aplicado en la mecánica clásica no tenía igual éxito cuando se les empleaba en sistemas a escala atómica o molecular.

El primer avance importante se produjo en 1900 cuando Planck, en su estudio de la radiación del cuerpo negro, encontró que las leyes de radiación de energía no podían explicarse apoyándose en la termodinámica, lo que le indujo a la hipótesis de que la absorción y emisión de energía radiante por la materia no tiene lugar continuamente, sino en forma de cuantos finitos de energía. La energía E , es proporcional a la frecuencia ν del oscilador armónico responsable de la absorción y emisión de radiación.

En 1905, la idea de cuantización de la energía fue adoptada por Einstein; para explicar el efecto fotoeléctrico. Se observó que cuando una luz de una determinada longitud de onda incidía sobre una superficie metálica en el vacío, la superficie se cargaba positivamente y emitían electrones. Para una luz de longitud de onda mayor que un cierto valor, no se observaban este efecto; por debajo de este valor, el

número de electrones emitidos dependía solamente de la frecuencia de la luz, no de su intensidad. Einstein sugirió que la luz está compuesta de cuantos de energía, llamados fotones, que viajan a la velocidad de la luz. Entonces cuando un fotón de energía $h\nu$ choca con la superficie, un electrón es expulsado con la velocidad v , y la energía cinética del electrón viene dada por $\frac{1}{2}m_e v^2 = h\nu - w$. Donde w = constante del metal.

En 1913 Bohr, dio un gran paso al aplicar la teoría cuántica al estudio de los espectros atómicos. Se encontró que el espectro de emisión del átomo de hidrógeno estaba compuesto de un número de líneas netas, cuya separación podía ajustarse a una serie matemática. Para explicar el hecho de que el átomo de hidrógeno emite sólo a ciertas frecuencias, Bohr, postuló que en los átomos los electrones ocupan estados o niveles de unos determinados valores energéticos. La emisión de luz está causada por el electrón que cae de un nivel de energía elevado E_a a uno más bajo E_b .

Aplicando la teoría cuántica de Planck y utilizando las leyes del movimiento de Newton, Bohr pudo obtener la fórmula correcta para los niveles electrónicos de energía y así explicar la aparición de las líneas espectrales. Hasta 1916, la teoría cuántica había gozado de un fructífero pero limitado éxito en espectroscopia.

“Postulados de Planck”

El postulado de que la luz está formada por fotones constituye un concepto corpuscular de la naturaleza. Por otra parte, los fenómenos de difracción e interferencia pueden explicarse solamente en términos de la teoría ondulatoria. Así, es razonable pensar que la luz posee propiedades tanto ondulatorias como corpusculares, con la teoría de Maxwell describiendo la propagación de la luz y la teoría cuántica; describiendo la interacción de la luz con la materia.

En 1924 De Broglie, sugirió que la propiedad corpuscular de la materia, esto es, la cantidad de movimiento p , esta relacionada con sus propiedades ondulatorias λ por medio de la constante de Planck.

$$\mathbf{p = mv = h/\lambda}$$

En 1927, Heisenberg formula un postulado muy importante para la mecánica cuántica; quien estableció que es imposible determinar con precisión dos variables conjugadas de un sistema físico al mismo tiempo. Como son la energía y el tiempo, la posición y la cantidad de movimiento, el ángulo y el momento angular, etc. De acuerdo con el principio de incertidumbre de Heisenberg, la incertidumbre en la determinación simultanea de cualquier par de conjugadas es “X” e “Y” es

$$\Delta X \Delta Y \sim \hbar$$

Una ecuación de movimiento para estos sistemas debe incorporar propiedades tanto corpusculares como ondulatorias, y una ecuación de este tipo fue propuesta por Schrödinger en 1926.

La espectroscopia es el conjunto más exacto grupo de métodos instrumentales utilizados en los análisis químicos y en toda la ciencia química. Las técnicas se pueden dividir en dos grandes grupos, DESTRUCTIVAS como la espectrometría de masas, y las NO DESTRUCTIVAS que utilizan radiaciones electromagnéticas. El espectro electromagnético se divide en la siguiente gama de longitudes de onda: rayos gamma, rayos X, ultravioletas, visibles, infrarrojos, microondas y ondas radioeléctricas.

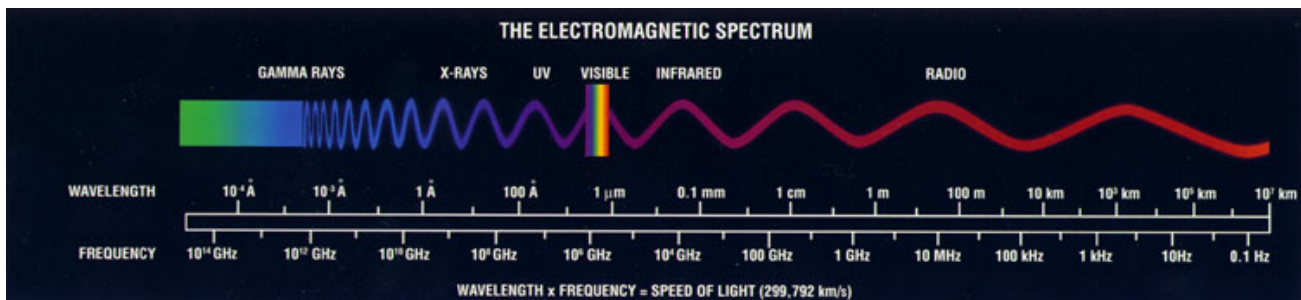


Fig. 1 Espectro Electromagnético

Las interacciones electromagnéticas con la materia provocan la absorción o emisión de energía a través de la transición de los electrones entre niveles cuánticos o discretos de energía, vibraciones de enlaces, rotaciones moleculares y transición de electrones entre orbitales de átomos y moléculas. Todas estas interacciones tienen lugar en instrumentos denominados espectrómetros, espectrofotómetros o

espectroscopios. Los espectros generados en esos equipos se graban gráfica o fotográficamente en espectrogramas o espectrógrafos, que permiten el estudio de la longitud de onda y la intensidad de la radiación absorbida o emitida por la muestra analizada.

La determinación de la estructura molecular se ha facilitado enormemente por los recientes avances en espectroscopia, no solo por la interpretación y correlación de los datos espectrales, sino también por el diseño y utilidad práctica de los diversos espectrómetros. La mayor parte de estas técnicas están basadas sobre el hecho de que las moléculas son capaces de absorber energía radiante y experimentar distintos tipos de excitación, deformaciones de enlace, excitación rotacional, e inversiones de spin nuclear. Estas formas de excitación requieren diferentes cantidades de energía, puesto que las absorciones se producen en regiones diferentes del espectro electromagnético. La tabla 1 da un ejemplo de las regiones, longitudes de onda, energías de transición, y los tipos de transiciones que se producen en cada región del espectro. Por debajo de la región del UV, la energía disponible se aproxima al potencial de ionización de las moléculas, conduciendo a la formación de iones, y a longitudes de onda todavía más bajas a transformaciones nucleares. La excitación que da lugar a una ionización y posterior fragmentación, se utiliza en espectrometría de masas, y proporciona información valiosa con respecto a la estructura de la molécula.

Tabla 1. Regiones del espectro electromagnético

<i>Región</i>	<i>Longitud de onda</i>	<i>Energía de excitación (Kcal.)</i>	<i>Tipo de excitación</i>
UV de vacío	100-200 nm	286-143	Electrónica
UV de cuarzo	200-400 nm	143-82	Electrónica
Visible	400-800 nm	82-36	Electrónica
IR cercano	0.8-2.0 μm	36-14.3	Deformaciones de enlace
IR	2-16 μm	14.3-1.8	Deformaciones de enlace
IR lejano	16-300 μm	1.8-1	Deformaciones de enlace
Microondas	~ 1 cm	$\sim 10^{-4}$	Rotacionales
Frecuencias de radio	\sim metros	$\sim 10^{-6}$	Transiciones de spin electrónico y nuclear

Tabla 2. Definiciones de términos y ecuaciones

<i>Término</i>	<i>Símbolo</i>	<i>Ecuación</i>	<i>Dimensiones</i>
Longitud de onda	λ	--	Å, μm, nm, μm, cm ⁻¹
Frecuencia	ν	c/λ	Hz
Núm. de onda	n	$1/\lambda$	cm ⁻¹
Energía	E	$h\nu, hc/\lambda$	Depende de unidades de h

La energía implicada en las diferentes transiciones está cuantizada; esto es, una transición dada para una molécula determinada puede sólo realizarse con energía radiante que corresponde a la barrera de energía entre los dos estados implicados en la transición. Este hecho, conduce normalmente a una banda aguda de absorción a la longitud de onda de la energía involucrada. Sin embargo, las líneas de absorción están desdobladas en bandas debido a la interacción por otros tipos de transición que ocurren en la misma molécula.

La barrera de energía entre transiciones similares en las distintas moléculas es una función del contorno del cromóforo que experimenta la excitación. Se han hecho correlaciones del contorno molecular sobre las energías de transición en distintas regiones espectrales y son muy útiles para el reconocimiento de ciertas unidades funcionales de una molécula.

No todos estos métodos físicos tienen valor por sí mismos para la aplicación a cada problema estructural. La espectroscopia de microondas, en general, no sirve para las aplicaciones en problemas estructurales, excepto para moléculas muy sencillas, debido a la complejidad de la interpretación de los datos espectrales. Además, los datos de una sola región espectral difícilmente nos conducirán a la determinación de estructuras complejas; por el contrario será necesario recopilar datos de distintas regiones espectrales. Finalmente, no puede recalcarse demasiado que estos métodos físicos pueden no conducir a una asignación correcta y completa de la estructura; es necesaria una integración de los datos físicos y químicos. La experiencia ha demostrado que el químico que sólo confía en información espectral o química malgasta gran cantidad de tiempo, y a menudo aumenta el peligro de error en la asignación final de la estructura. Las secciones sobre los métodos químicos de determinación

estructural, sirven para valorar de una forma sencilla la utilidad de los métodos físicos frente a los químicos para la detección de grupos funcionales individuales.

La absorción espectrofotometría en la región visible y ultravioleta del espectro electromagnético es un método espectral cuantitativo común para sustancias orgánicas e inorgánicas. Con esta técnica se mide la transparencia relativa de una disolución, antes y después de hacerla reaccionar con un reactivo que posea un cromóforo. La disminución que se produce en la transparencia de la disolución es proporcional a la concentración del compuesto analizado.

En la espectrofotometría de emisión y absorción atómica se calienta la muestra a alta temperatura, y se descompone en átomos e iones que absorben o emiten radiación visible o ultravioleta, con niveles de energías característicos de los elementos implicados. El tono amarillento que presenta una llama cuando se añade sal, se debe a la presencia de sodio en la misma, que emite con fuerza en la zona amarilla del espectro de luz visible. Estos métodos son sobre todo útiles para bajas concentraciones de elementos metálicos, tanto en análisis cualitativos como cuantitativos.

La espectrofotometría de absorción infrarroja es adecuada para análisis orgánicos, pues los enlaces en alquenos, ésteres, alcoholes y otros grupos funcionales tienen fuerzas muy diferentes y absorben la radiación infrarroja en una gran variedad de frecuencias o energías. Esta absorción se refleja en el espectrógrafo en forma de bandas.

La espectroscopia por resonancia magnética nuclear (RMN) depende de la transición entre estados de energía de rotación nuclear por absorción de energía de radiofrecuencia electromagnética. Por ejemplo, en el espectro de RMN del hidrógeno, los diferentes estados químicos del hidrógeno absorben radiación electromagnética a distintas energías. Así, los grupos orgánicos $-CH_3$ y $-CH_2Cl$ dan señales muy diferentes y con una excelente resolución. Por todo ello, los espectros de RMN son una herramienta insustituible en el análisis cualitativo para determinar la estructura de las moléculas orgánicas.

En la espectrometría de masas, la muestra de un compuesto orgánico se somete al vacío, se vaporiza, se ioniza y se le suministra energía extra, con lo que se logra fragmentar las moléculas individuales. Los fragmentos moleculares se clasifican según su masa respectiva mediante campos magnéticos y eléctricos en un analizador de masas. La forma espectral, o espectro de masas, constituye la huella dactilar de la molécula, pues las moléculas orgánicas presentan modelos de fragmentación exclusivos.

La espectroscopia de fluorescencia de rayos X resulta adecuada para el análisis cualitativo y cuantitativo de elementos metálicos; estos elementos emiten rayos X a energías características al ser bombardeados por una fuente de alta energía de rayos X.

La radiación electromagnética son ondas producidas por la oscilación o la aceleración de una carga eléctrica. Se puede ordenar en un espectro que se extiende desde ondas de frecuencias muy elevadas (longitudes de onda pequeñas) hasta frecuencias muy bajas (longitudes de onda altas).

La luz visible es sólo una pequeña parte del espectro electromagnético. Por orden decreciente de frecuencias (o creciente de longitudes de onda), el espectro electromagnético está compuesto por rayos gamma, rayos X duros y blandos, radiación ultravioleta, luz visible, rayos infrarrojos, microondas y ondas de radio. Los rayos gamma y los rayos X duros tienen una longitud de onda de entre 0,005 y 0,5 nanómetros. Los rayos X blandos se solapan con la radiación ultravioleta en longitudes de onda próximas a los 50 nm. La región ultravioleta, a su vez, da paso a la luz visible, que va aproximadamente desde 400 hasta 800 nm. Los rayos infrarrojos o 'radiación de calor' se solapan con las frecuencias de radio de microondas, entre los 100.000 y 400.000 nm. Desde esta longitud de onda hasta unos 15.000 m, el espectro está ocupado por las diferentes ondas de radio; más allá de la zona de radio, el espectro entra en las bajas frecuencias, cuyas longitudes de onda llegan a medirse en decenas de miles de kilómetros.

Las ondas electromagnéticas no necesitan un medio material para propagarse. Así, estas ondas pueden atravesar el espacio interplanetario e interestelar y llegar a la Tierra desde el Sol y las estrellas. Independientemente de su frecuencia y longitud de onda, todas las ondas electromagnéticas se

desplazan en el vacío a una velocidad $c = 299.792 \text{ km/s}$. Todas las radiaciones del espectro electromagnético presentan las propiedades típicas del movimiento ondulatorio, como la difracción y la interferencia. Las longitudes de onda van desde billonésimas de metro hasta muchos kilómetros.

La longitud de onda (λ) y la frecuencia (ν) de las ondas electromagnéticas, relacionadas mediante la expresión $\lambda \cdot \nu = c$, son importantes para determinar su energía, su visibilidad, su poder de penetración y otras características.

La luz se emite y se absorbe en unidades minúsculas o corpúsculos llamados fotones o cuantos. La energía de cada fotón es directamente proporcional a la frecuencia ν , por lo que es inversamente proporcional a la longitud de onda λ . Esto se expresa con la sencilla fórmula

$$\varepsilon = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

donde el factor de proporcionalidad h es la denominada constante de Planck y c es la velocidad de la luz en el vacío. Los diferentes colores o longitudes de onda (y, por tanto, las diferentes energías) de los cuantos de luz emitidos o absorbidos por un átomo o molécula dependen de la estructura de éstos y de los posibles movimientos periódicos de las partículas que los componen, ya que estos dos factores determinan la energía total (potencial y cinética) del átomo o molécula.

Un átomo está formado por su núcleo, que no contribuye a la emisión y absorción de luz porque es pesado y se mueve con mucha lentitud, y los electrones que lo rodean, que se mueven a bastante velocidad en múltiples órbitas; el átomo emite o absorbe un cuanto de luz de un color determinado cuando uno de sus electrones salta de una órbita a otra. Los componentes de una molécula son los núcleos de los diferentes átomos que la forman y los electrones que rodean cada núcleo. La emisión y absorción de luz por parte de una molécula corresponde a sus diferentes modos de rotación, a los modos de oscilación de sus núcleos atómicos y a los movimientos periódicos de sus electrones en las distintas

órbitas. Siempre que cambia el modo de oscilación o rotación de una molécula, también cambian sus movimientos electrónicos y se emite o absorbe luz de un color determinado.

Los métodos magnéticos de espectroscopia en la región del espectro de las radiofrecuencias, son muy útiles para proporcionar información química sobre las moléculas y mostrar su estructura detallada. Estos métodos son la resonancia magnética nuclear (RMN) y la resonancia de spin electrónico (REE); esta última técnica también se denomina resonancia paramagnética de electrones. Estos métodos se basan en el hecho de que los electrones y protones giran sobre sí mismos como pequeños trompos. Para alinear los ejes de giro, se coloca la muestra en un campo magnético. Los electrones o protones de la muestra invierten repentinamente sus ejes de giro cuando se suministra la radiofrecuencia adecuada.

Análisis Elemental

Elementos importantes para el estudio adecuado de la espectroscopia como herramienta en la elucidación de estructuras químicas, son la determinación de la fórmula molecular y el grado de insaturación.

Antes de entrar a la identificación de la estructura de un compuesto, es útil y necesario llevar a cabo un análisis que nos permita deducir el tipo de compuesto que se está analizando por medio de pruebas tanto organolépticas, físicas, químicas, así como cromatografía en capa fina que permitan establecer que el compuesto por analizar se encuentra puro. Al conjunto de estas técnicas se le denomina Análisis Elemental.

El análisis elemental comprende diferentes etapas las cuales son:

Etapas 1. Examen superficial

Estado físico de una muestra desconocida debe indicarse. Una descripción adicional como “polvo amorfo o agujas cortas” puede ser muy útil.

Color. Algunos compuestos orgánicos pueden tener un color definido a causa de la presencia de grupos cromofóricos. Algunos de estos grupos sencillos son nitro, nitroso, diazo, azo, quinona; también los compuestos con una conjugación extensa son normalmente coloridos. El color de algunas muestras se debe a las impurezas, frecuentemente producidas por la oxidación por el aire, por ej. aminas aromáticas y fenoles.

Olor. Con la experiencia, un químico puede hacer un intento de identificación de un compuesto químico o por lo menos llegar a la aproximación razonable de los grupos funcionales que contiene. Los alcoholes, fenoles, aminas, aldehídos, cetonas y ésteres presentan un olor más o menos característico del grupo funcional que contienen. Se puede aprender a reconocer los disolventes más usuales por su olor, teniendo en cuenta que algunos compuestos orgánicos son excesivamente tóxicos y pueden producir por

lo menos un malestar temporal después de la inhalación. Se deben tomar precauciones sobre las inhalaciones indiscriminadas de compuestos o mezclas de ellos y más aún si no se conocen muchos datos de ellos. Para apreciar el olor de una sustancia desconocida se sostiene el tubo con una mano dirigiendo su boca en sentido opuesto a la cara del operador y se baten los vapores con la mano hacia la nariz.

Etapa 2. Determinación de la pureza y las constantes físicas

Se debe estar seguro de que las constantes que se utilicen en la identificación de la estructura se obtienen trabajando con productos puros. La necesidad de purificar o de fraccionar vendrá indicada por los intervalos del punto de fusión o de ebullición, su comportamiento en la cromatografía de capa fina o de gases, o de cualquier heterogeneidad o variación de color. Para todas las muestras líquidas deberá determinarse el índice de refracción.

Etapa 3. Clasificación según los grupos funcionales

Determinación de la acidez o basicidad y su solubilidad. La acidez o basicidad de un compuesto, determinado con indicadores o con un potenciómetro o por la solubilidad de ácidos y álcalis, así como su solubilidad en distintos disolventes, son datos útiles, no tan solo en la determinación de los distintos grupos funcionales que pueden contener, sino que también sirven de guía para la elección de los disolventes y los procedimientos a utilizar en los análisis espectroscópicos.

Clasificación de los grupos funcionales por métodos espectroscópicos y químicos. Se utiliza la espectroscopia, haciendo especial énfasis en la de infrarrojo, como método primario para detectar los principales grupos funcionales presentes. En la actualidad los ensayos por vía química se utilizan sólo en caso de no contar con los espectros de IR o para confirmar o aclarar los resultados obtenidos por los métodos espectroscópicos.

Análisis elemental. El análisis elemental cualitativo con la fusión con sodio es un método que no se deberá aplicar necesariamente a cada compuesto desconocido con el que se enfrente; la ausencia de los heteroátomos puede deducirse del origen y/o la historia de la muestra, así como de los datos espectroscópicos. La espectroscopia de masas con alta resolución suministra la composición elemental exacta, pudiéndose obtener una evidencia sobre la presencia o ausencia de S, N, halógenos, normalmente a partir de la espectroscopia de masas de baja resolución, teniendo con esta técnica el peso molecular de la muestra, que se requiere conjuntamente con el análisis elemental para la determinación de la fórmula molecular. En la mayoría de los casos puede disponerse de datos del microanálisis cuantitativo de C, H y N; tales datos, conjuntamente con el conocimiento de la presencia o ausencia de oxígeno deducido por métodos químicos o espectroscópicos, puede ser suficiente para eliminar o establecer la presencia de otros elementos en la molécula.

Etapa 4. Grado de instauración

Una instauración puede ser definida como la falta de dos átomos de hidrógenos con respecto al número máximo de ellos que puede contener una molécula orgánica tomando en cuenta que este número máximo se determina en base a la fórmula general de los alcanos.



Como ejemplo inicial un alqueno tiene menos hidrógenos que un alcano con la misma cantidad de carbonos, es el alqueno al que se le llama insaturado, como el etileno, que tiene la fórmula molecular C_2H_4 mientras que la fórmula molecular del etano es C_2H_6 .

Así cada anillo o doble enlace en una molécula corresponde a una pérdida de dos hidrógenos respecto a la fórmula de su alcano C_nH_{2n-2} .

Etapa 5. Identificación final

Basándose en las propiedades físicas, químicas y espectroscópicas anteriores debe ser posible la clasificación del compuesto dentro de determinados grupos funcionales; seguidamente debe efectuarse una comparación de los datos sobre las propiedades físicas que se poseen para la muestra desconocida

con la información sobre compuestos conocidos citados en la literatura, y debe prepararse una lista inicial con los compuestos que tienen probabilidad de ser la muestra desconocida, los cuales fundirán o hervirán en un intervalo de 5° alrededor del valor observado para la muestra.

La tabla se prepara consultando tablas de compuestos ordenados según su punto de fusión o de ebullición y teniendo en cuenta los grupos funcionales que contiene. Las tablas más completas incluyendo datos sobre derivados son:

Tables for identification of Organic Compound publicada por la Chemical Rubber Publishing Co. Handbook of Chemistry and Physics

Evidentemente no existe un compendio que contenga todos los datos útiles en los trabajos de identificación y deben consultarse la descripción más extensa sobre la búsqueda de datos en la literatura.

La lista inicial de probabilidades debe deducirse rápidamente de modo que incluya sólo a aquellos compuestos que están acordes con los datos referentes a la composición elemental, solubilidad, comportamiento químico, y otras propiedades físicas y espectrales. En la mayoría de los casos la lista de compuestos probables no contendrá más de 3 a 5 compuestos; se procede a continuación a una búsqueda más intensa, en la literatura, de propiedades para los compuestos citados en la lista para encontrar valores complementarios.

La prueba final de la identidad de una muestra desconocida se obtiene a través de la preparación de derivados seleccionados y/o la colección, comparación y evaluación de otros datos químicos, tales como el equivalente de neutralización, la espectroscopia de resonancia magnética nuclear (RMN), la de ultravioleta (UV), de masas (EM), el poder rotatorio o la dispersión óptica rotatoria y el momento dipolar.

Los criterios empleados para la identificación definitiva de un compuesto son:

- Que el compuesto tenga las propiedades químicas y espectrales que son de esperar por su estructura, y las constantes físicas parecidas a las citadas en la literatura.
- Que los puntos de fusión de los derivados preparados a partir de la muestra desconocida no difieran en más de uno o dos grados de los citados en la literatura para aquellos compuestos.

El criterio que se necesitará para establecer la identidad de una muestra, sin que quede ninguna duda razonable, para un problema dado, dependerá de muchos factores, entre los cuales destacan la calidad y el contenido de la información disponible y la complejidad del compuesto estudiado. En algunos casos, un solo derivado puede ser suficiente, y en otros no sería necesario.

PRINCIPIOS

ESPECTROSCOPIA VISIBLE Y ULTRAVIOLETA

La absorción de energía en las regiones visible y ultravioleta del espectro da como resultado una excitación electrónica.

La región visible se extiende desde 350-800nm. La región UV abarca desde 100 a 350nm y se divide en dos regiones diferentes, la región de “vacío o lejana” que se extiende desde 100 a 200nm, y la llamada región de “cuarzo” que va desde 200 a 350nm. Esta subdivisión es necesaria por razones experimentales. Debajo de 200nm, el aire ((particularmente oxígeno y CO₂) y el cuarzo absorben muy fuertemente y por eso la muestra debe colocarse en un medio ambiente en el que estos materiales estén ausentes. Los mejores espectrómetros de UV son capaces de registrar por debajo de 180nm empleando un sistema de nitrógeno purificado para mantener una atmósfera de nitrógeno a lo largo del instrumento. Espectrómetros de UV capaces de registrar en la región de 100 a 180nm no son instrumentos comunes en laboratorio y por tanto pocas experiencias se han efectuado en esta región. Afortunadamente la mayoría de los compuestos capaces de absorber en la zona del UV y el visible, presentan su máxima absorción a longitudes de onda superiores a 200nm.

La región de cuarzo se denomina así porque las celdas que contienen la muestra están hechas de cuarzo (el vidrio Pyrex absorbe muy fuertemente por debajo de 300nm). La fuente de luz en esta región es una lámpara de descarga de hidrógeno o deuterio. La región visible permite el uso de celdas de Pyrex, para las muestras y como fuente de luz lámparas de filamento de wolframio.

Los datos de absorción pueden presentarse como gráficas de absorbancia o log del coeficiente de extinción frente a la longitud de onda. La absorbancia viene dada por la ec. 1 donde I_0 es la intensidad de la luz incidente, I la intensidad de luz transmitida, ϵ el coeficiente de extinción, l el espesor de la celda (cm), y c es la concentración en moles/L.

$$\text{Absorbancia} = \log I_0/I = \epsilon cl$$

Los datos que se obtienen normalmente del espectro UV, vienen dados por una gráfica de la absorbancia frente a la longitud de onda. Los coeficientes de extinción pueden alcanzar rangos desde 10 a 100 000 y por tanto, generalmente se representan en gráficas como $\log \epsilon$ frente a la longitud de onda.

A menos que se desee la comparación directa de las características espectrales, los datos espectrales pueden ser enumerados como longitudes de onda de los máximos de absorción $\lambda_{\max}^{\text{disolvente}}$, longitudes de onda de inflexiones u hombros, $\lambda_{\text{inflex}}^{\text{disolvente}}$, y ocasionalmente longitudes de onda de mínimos de absorción $\lambda_{\min}^{\text{disolvente}}$, seguido del coeficiente de extinción ϵ o $\log \epsilon$, entre paréntesis. Este método de reseñar los datos espectrales ahorra un espacio considerable.

En todos los casos, debe especificarse el disolvente usado. La consignación de los datos de absorbancia se reserva normalmente para casos en los cuales el peso molecular no es conocido.

ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

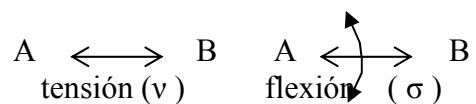
La región IR del espectro abarca desde el final de la zona superior de la región del visible, aproximadamente 0.75 μm , hasta la región de las microondas cerca de los 400 μm . La parte de esta región generalmente usada por los químicos orgánicos para los trabajos de estructura, está comprendida entre 2.5 y 16 μm . Esto se debe principalmente al costo y diseño de los instrumentos y al hecho de que la mayor parte de la información útil puede obtenerse de esta región. La región contenida entre 0.75 y 2.5 μm se conoce como IR cercano, y contiene bandas fundamentales y bandas de combinación. La región que se extiende desde los 16 a 400 μm , se denomina IR lejano. Las regiones normal y de IR lejano presentan absorciones debidas a bandas, fundamentales, armónicas y de combinación.

La posición de absorción en la región IR general puede expresarse en función de las longitudes de onda (μm) o del número de ondas (cm^{-1}) de la luz absorbida. Ambas designaciones son de uso común; no obstante, el número de ondas o frecuencias convencionalmente comienza a ser más utilizado.

Los espectrómetros de IR convencionales están equipados con registradores lineales en frecuencia o lineales en longitud de onda; el empleo de los instrumentos lineales en frecuencia da una

expansión considerable en el final de la alta frecuencia de la región IR, por lo que de esta forma, en dicha zona se pueden resolver bandas y definir su posición. El empleo de los instrumentos de registro lineales en longitudes de onda da lugar a una considerable comprensión en la región de alta frecuencia y como resultado una pérdida de sensibilidad.

La absorción de radiación en la región IR es consecuencia de la excitación por deformaciones de enlace, ya sea de tensión o de flexión. La excitación de tensión o de estiramiento (*stretching*) implica cambios en la frecuencia de vibración de los átomos enlazados a lo largo del eje de enlace, mientras que la deformación por flexión o variación del ángulo (*bending*) implica movimiento de los átomos fuera del eje de enlace. Estas deformaciones se designan por ν y σ , respectivamente.



ESPECTROSCOPIA DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR.

1. Fundamentos físicos la espectroscopia de RMN.

La espectroscopia de RMN fue desarrollada a finales de los años cuarenta para estudiar los núcleos atómicos. En 1951, se descubrió que la espectroscopia de resonancia magnética nuclear podía ser utilizada para determinar las estructuras de los compuestos orgánicos. Esta técnica espectroscópica puede utilizarse sólo para estudiar núcleos atómicos con un número impar de protones o neutrones (o de ambos), situación que se da en los átomos de H-1, C-13, F-19 y P-31. Tales núcleos son magnéticamente activos, es decir poseen spin, igual que los electrones, ya que los núcleos poseen carga positiva y poseen un movimiento de rotación sobre un eje que hace que se comporten como si fueran pequeños imanes.

En ausencia de campo magnético, los spins nucleares se orientan al azar. Sin embargo cuando una muestra se coloca en un campo magnético, los núcleos con spin positivo se orientan en la misma dirección del campo, en un estado de mínima energía denominado estado de spin alfa, mientras que los núcleos con spin negativo se orientan en dirección opuesta a la del campo magnético, en un estado de mayor energía denominado estado de spin β (beta).

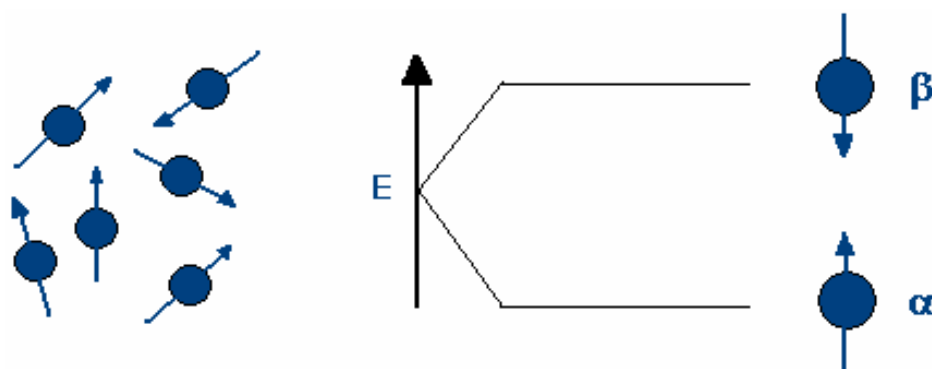


Fig. 2 Orientación de spin bajo un campo magnético.

Existen más núcleos en el estado de spin α que en el β pero aunque la diferencia de población no es enorme sí es suficiente para establecer las bases de la espectroscopia de RMN.

La diferencia de energía entre los dos estados de spin α y β , depende de la fuerza del campo magnético aplicado (H_0). Cuanto mayor sea el campo magnético, mayor diferencia energética habrá entre los dos estados de spin. En la siguiente gráfica se representa el aumento de la diferencia energética entre los estados de spin con el aumento de la fuerza del campo magnético.

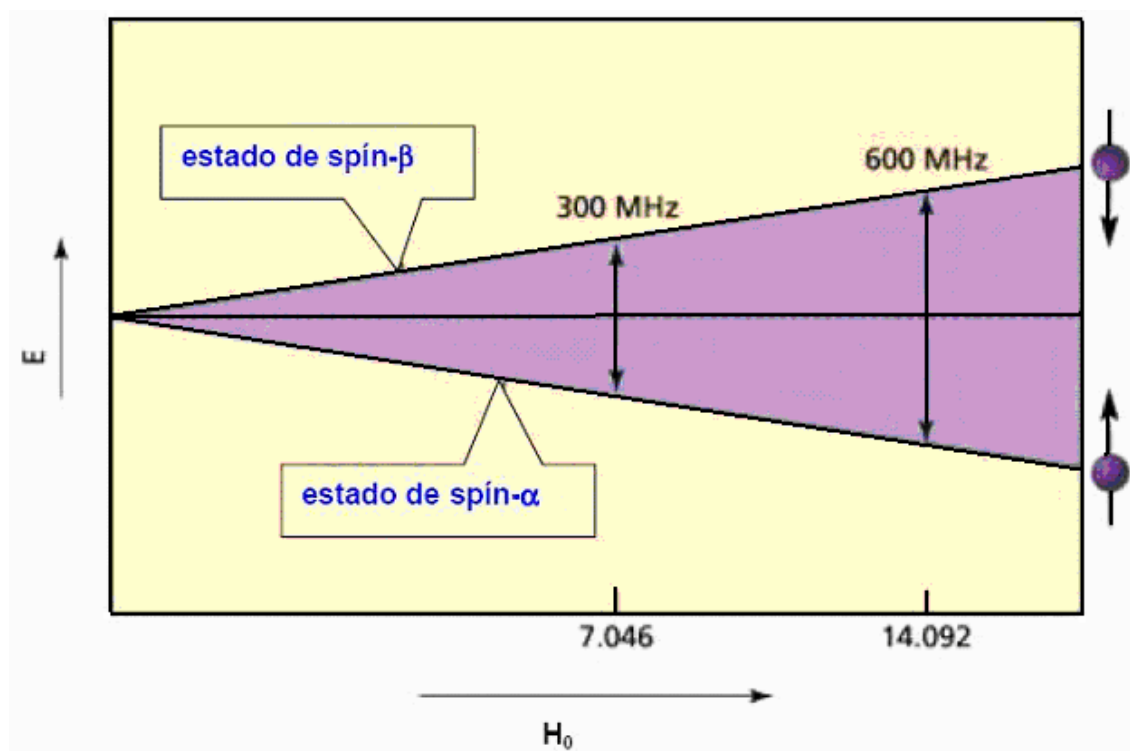


Fig. 3 Diferencia energética entre el estado α y β del spin nuclear

Cuando una muestra que contiene un compuesto orgánico es irradiada brevemente por un pulso intenso de radiación, los núcleos en el estado de spin alfa son promovidos al estado de spin β . Esta radiación se encuentra en la región de las radiofrecuencias (rf) del espectro electromagnético por eso se le denomina radiación rf. Cuando los núcleos vuelven a su estado inicial emiten señales cuya frecuencia depende de la diferencia de energía (ΔE) entre los estados de spin alfa y β . El espectrómetro de RMN detecta estas señales y las registra como una gráfica de frecuencias frente a intensidad, que es el llamado espectro de RMN.

El término resonancia magnética nuclear procede del hecho de que los núcleos están en resonancia con la radiofrecuencia o la radiación rf. Es decir, los núcleos pasan de un estado de spin a otro como respuesta a la radiación rf a la que son sometidos.

La siguiente ecuación muestra la dependencia entre la frecuencia de la señal y la fuerza del campo magnético H_0 (medida en Teslas, T).

$$\Delta E = h \nu = h \frac{\gamma}{2\pi} H_0$$

El valor del radio giromagnético depende del tipo de núcleo que se está irradiando; en el caso del H^1 es de $2.675 \times 10^8 \text{ T}^{-1} \text{ s}^{-1}$. Si el espectrómetro de RMN posee un imán potente, éste debe trabajar a una mayor frecuencia puesto que el campo magnético es proporcional a dicha frecuencia. Así, un campo magnético de 14.092 T requiere una frecuencia de trabajo de 600 MHz.

Hoy en día los espectrómetros de RMN trabajan a 200, 300, 400, 500, 600 MHz y mayores.

El espectrómetro de resonancia magnética nuclear.

A continuación, se muestra de forma esquemática los principales componentes de un equipo para medidas de resonancia magnética nuclear.

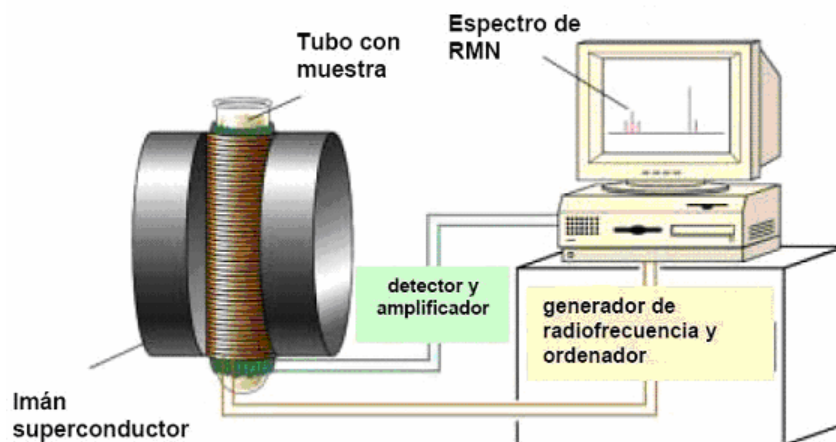


Fig. 4 Esquema del espectrómetro de Resonancia Magnética Nuclear

El espectrómetro de RMN consta de cuatro partes:

1. Un imán estable, con un controlador que produce un campo magnético preciso.
2. Un transmisor de radiofrecuencias, capaz de emitir frecuencias precisas.
3. Un detector para medir la absorción de energía de radiofrecuencia de la muestra.
4. Un ordenador y un registrador para realizar las gráficas que constituyen el espectro de RMN.

Para obtener un espectro de RMN, se coloca una pequeña cantidad del compuesto orgánico disuelto en el disolvente en un tubo de vidrio largo que se sitúa dentro del campo magnético del aparato. El tubo con la muestra se hace girar alrededor de su eje vertical.

En los aparatos modernos el campo magnético se mantiene constante mientras un breve pulso de radiación rf excita a todos los núcleos simultáneamente. Como el corto pulso de radiofrecuencia cubre un amplio rango de frecuencias los protones individualmente absorben la radiación de frecuencia necesaria para entrar en resonancia (cambiar de estado de spin). A medida que dichos núcleos vuelven a su posición inicial emiten una radiación de frecuencia igual a la diferencia de energía entre estados de spin. La intensidad de esta frecuencia disminuye con el tiempo a medida que todos los núcleos vuelven a su estado inicial.

Un ordenador recoge la intensidad respecto al tiempo y convierte dichos datos en intensidad respecto a frecuencia, esto es lo que se conoce con el nombre de transformada de Fourier (FT-RMN). Un espectro FT-RMN puede registrarse en 2 segundos utilizando menos de 5 mg de muestra.

Resonancia magnética nuclear de ^1H . Apantallamiento o protección magnética por los electrones.

Hasta ahora se ha descrito el concepto de resonancia de un núcleo aislado dentro de un campo magnético, pero en realidad los núcleos no se encuentran aislados sino que están rodeados de electrones que los protegen parcialmente del campo magnético externo al que se ven sometidos. Los electrones se mueven generando un pequeño campo magnético inducido que se opone al campo magnético externo.

En cualquier molécula, la nube electrónica que existe alrededor de cada núcleo actúa como una corriente eléctrica en movimiento que, como respuesta al campo magnético externo, genera una pequeña corriente inducida que se opone a dicho campo. El resultado de este hecho es que el campo magnético que realmente llega al núcleo es más débil que el campo externo, por tanto, se dice que el núcleo está protegido o apantallado. Este apantallamiento es muy importante desde el punto de vista experimental ya que el campo magnético efectivo (H_{ef}) que siente un protón dentro de una molécula es siempre menor que el campo externo, y por lo tanto, para que el núcleo entre en resonancia dicho campo externo debe ser mayor.

$$H_{ef} = H_0 - H_{loc}$$

Si todos los protones (H^1) de una molécula orgánica estuvieran apantallados de igual forma, todos entrarían en resonancia con la misma combinación de frecuencia y campo magnético. Sin embargo, están dentro de entornos electrónicos diferentes y, por tanto, se encuentran protegidos o apantallados de diferente manera cada uno.

Por ejemplo, en el metanol, el átomo de oxígeno retira densidad electrónica del entorno electrónico que rodea al protón del grupo hidroxilo, quedando este átomo de hidrógeno menos protegido que los protones del grupo metilo. La consecuencia es que el protón del grupo hidroxilo resuena a un campo magnético menor que los protones del grupo metilo.

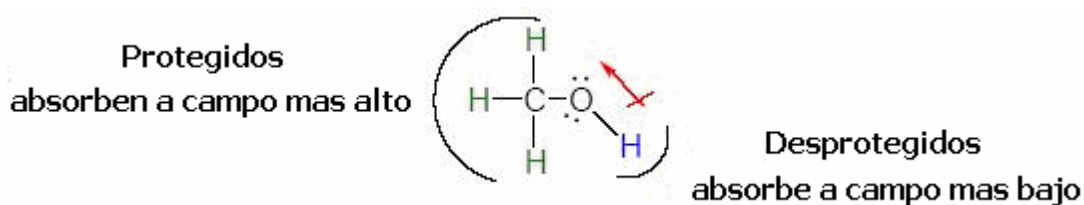


Fig. 5 Efectos de “protección” y “desprotección” del metanol

Por lo general, los efectos de protección, o apantallamiento, de las nubes electrónicas que rodean a cada protón son diferentes, lo que provoca diferentes frecuencias de emisión. El resultado es un

espectro de diversas frecuencias donde cada conjunto de núcleos específicos da origen a una señal única de RMN. Así pues, un espectro de RMN es una gráfica de la intensidad de señal en función de la frecuencia de la energía electromagnética que liberan los diversos núcleos de una muestra.

Las variaciones en las frecuencias de absorción de resonancia magnética nuclear, que tienen lugar debido al distinto apantallamiento de los núcleos, reciben el nombre de desplazamientos químicos (unidades delta ó ppm).

En la práctica es difícil medir el campo magnético al que un protón absorbe con suficiente exactitud para distinguir protones individuales ya que las absorciones sólo varían en unas pocas milésimas. Un método más exacto para expresar desplazamientos químicos es determinar el valor respecto a un compuesto de referencia que se añade a la muestra. La diferencia en la intensidad del campo magnético necesario para la resonancia de los protones de la muestra y de los protones de referencia se puede medir, ahora sí, con mucha exactitud.

$$\delta \text{ (ppm)} = \frac{\nu_{\text{muestra}} - \nu_{\text{referencia}}}{\nu_{\text{referencia}}} \times 10^6$$

El compuesto de referencia más común en resonancia magnética nuclear es el tetrametilsilano (TMS), $(\text{CH}_3)_4\text{Si}$. Como el silicio es menos electronegativo que el carbono, los grupos metilo del TMS son relativamente ricos en electrones, es decir, sus protones están fuertemente protegidos. Como consecuencia de este apantallamiento, estos protones absorben a una intensidad de campo mayor que el resto de protones enlazados al carbono o a otros elementos, de manera que casi todas las señales de resonancia magnética nuclear aparecen a campos más bajos (hacia la izquierda de la señal del TMS). Además todos los protones del TMS absorben con el mismo desplazamiento químico dando una única absorción intensa.

La escala más común de desplazamiento químico es la escala delta en la que la absorción del tetrametilsilano (TMS) se define como 0.00 delta. La mayor parte de los protones absorben a campos menores que el TMS, de modo que la escala delta aumenta hacia los campos menores. La mayoría de

las señales de protones (H^1) varían entre 0 y 12 delta, mientras que las señales del C-13 varían del 0 a 240 delta.

Se define como desplazamiento químico a la porción de una señal con respecto al TMS

Como ejemplo representativo del desplazamiento químico de algunos grupos funcionales tenemos:





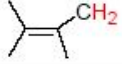

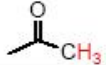
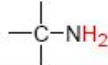
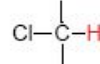
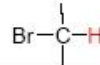


tipo de protón	Despl.químico (δ)	tipo de protón	Despl.químico (δ)
$-CH_3$	0.7-1.3		9.5-10.0
$-CH_2-$	1.2-1.4		10.0-12.0
	1.4-1.7		1.0-6.0
	1.5-2.5		3.3-4.0
	2.1-2.6		1.5-4.0
$-C\equiv C-H$	2.5-3.1		3.0-4.0
Ar-H	6.0-9.0		2.5-4.0
	4.5-6.5		2.0-4.0

Tabla 3. Desplazamientos químicos de algunos grupos funcionales

La tabla anterior muestra que los dobles enlaces y los anillos aromáticos producen grandes efectos desprotectores o desapantallantes en sus protones vinílicos y aromáticos respectivamente. En el caso de los derivados aromáticos, el campo magnético externo induce una corriente en el anillo aromático que se opone a dicho campo magnético. Sin embargo, estas líneas de campo inducido se curvan y en la parte exterior del anillo se suma al campo externo, tal y como se ve en la siguiente figura:

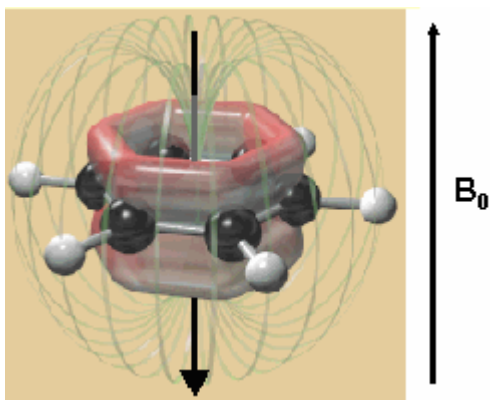


Fig. 6. Efecto anisotrópico para anillos aromáticos

Como resultado, los protones aromáticos que están desapantallados (a favor de H_0) absorben a valores bajos del campo magnético aplicado, de ahí que la mayor parte de los protones aromáticos absorben en el rango de 7-8 delta.

Por otro lado, los protones vinílicos de un alqueno están desprotegidos o desapantallados por el campo magnético del mismo modo que se desapantallan los protones aromáticos. Sin embargo, este efecto no es tan grande en el caso del alqueno, ya que no existe el anillo tan efectivo de electrones que hay en los derivados del benceno. Una vez más, en los alquenos, el movimiento de los electrones pi genera un campo magnético inducido que se opone al campo magnético externo en la parte media del doble enlace. No obstante, los protones vinílicos están en la periferia de este campo, donde el campo inducido no se opone sino que refuerza el campo externo. Como resultado de este efecto desapantallante, la mayor parte de los protones del vinilo absorben entre 5-6 delta.

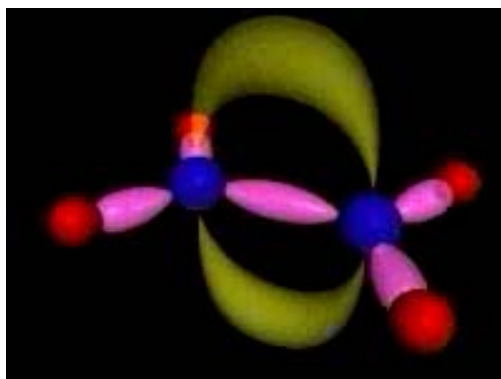


Fig. 7. Efecto desprotector del eteno

Al apantallamiento molecular que se produce debido a la forma de los orbitales que producen corrientes inducidas que hacen que aparezcan zonas de protección (apantallamiento) y de desprotección (desapantallamiento) se le conoce como anisotropía magnética.

Del mismo modo, los protones acetilénicos absorben entre 2.5-3 delta, debido a que la densidad electrónica de un triple enlace que forma un cilindro que rodea al enlace sigma C-C, de manera que el protón acetilénico queda situado a lo largo del eje de dicho campo inducido quedando, pues, completamente apantallado, de ahí que este protón se encuentre a valores de desplazamiento químico mucho menores que en el caso de un protón vinílico.

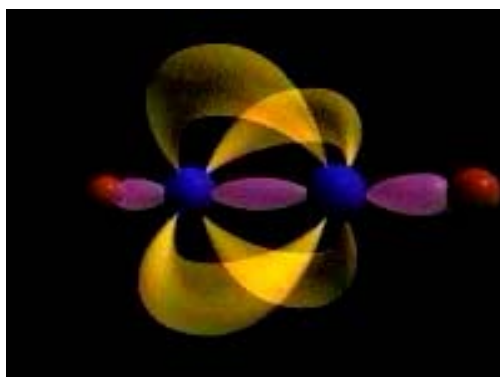


Fig. 8. Efecto protector del etino

Interacción spin-spin.

La señal producida en un espectro de Resonancia Magnética Nuclear es producto de la interacción spin-spin, de tal manera que para el caso de H^1 y C^{13} tenemos las siguientes probabilidades:

Núcleo Observado	Núcleo Interaccionante	Probabilidad
H^1 (99.9%)	H^1 (99.9%)	Muy probable
H^1 (99.9%)	C^{13} (1.1%)	Poco probable
C^{13} (1.1%)	H^1 (99.9%)	Muy probable
C^{13} (1.1%)	C^{13} (1.1%)	Poco probable

Tabla 4. Probabilidades de interacción de núcleos

La interacción H^1-H^1 nos da como resultado el espectro de RMN- H^1 convencional, al igual que la interacción $C^{13}-H^1$ a su vez nos lleva a los espectros de C^{13} convencionales

Un protón en un espectro de resonancia magnética nuclear está sujeto tanto al campo magnético externo como al campo inducido por los electrones que lo rodean. Pero, además, si en su entorno hay otros protones, sus campos magnéticos, aunque sean pequeños afectan a la frecuencia de absorción del protón que se está observando.

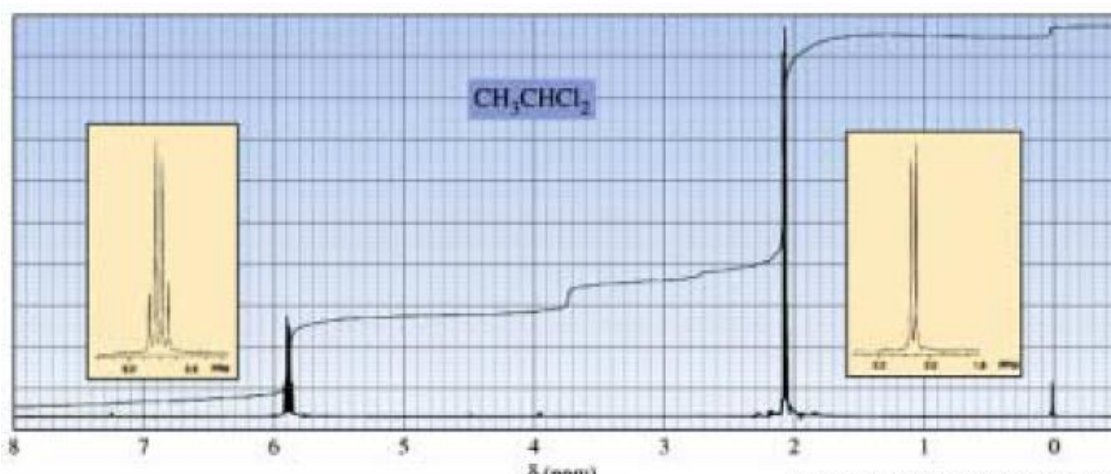


Fig. 8 Espectro H^1 del 1,1-dicloroetano

Como se observa en el espectro del 1,1-dicloroetano ($C_2H_4Cl_2$) aparecen dos señales cuyas áreas están en relación 1:3. La señal más pequeña (Ha) se debe al protón del carbono unido a los dos átomos de cloro (CH_3CHCl_2) y aparece a 5.85 delta. Este desplazamiento a campo bajo es debido al desapantallamiento que provocan los dos átomos adyacentes de cloro. En el espectro del 1,1-dicloroetano la señal a 5.85 delta está formada en realidad por un conjunto de cuatro señales, que en RMN se denomina cuadruplete (cuatro picos). La señal de mayor intensidad, que aparece a 2.1 delta, está formada por dos líneas y se denomina doblete (dos picos). Esta señal corresponde a los tres átomos de hidrógeno del grupo metilo (CH_3CHCl_2).

El desdoblamiento de señales en multipletes, denominado desdoblamiento de spin, se origina cuando los spins magnéticos de dos tipos diferentes de protones interactúan (no simétricos). Cuando esta interacción ocurre se dice que los protones están acoplados magnéticamente.

El desdoblamiento de spin-spin se explica teniendo en cuenta todos los posibles spins individuales de los protones. En el 1,1-dicloroetano los protones del grupo metilo (CH_3CHCl_2) se encuentran bajo la influencia de un pequeño campo magnético generado por el protón adyacente. En algunas moléculas el campo magnético que incide en algunos protones del grupo CH_3 está alineado con el campo magnético externo, y en otras se alinea contra el campo, tal y como se muestra en la siguiente figura:

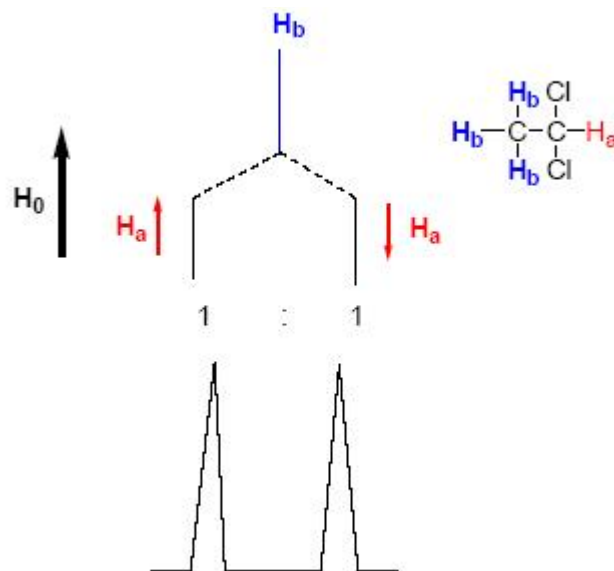


Fig. 10 Desdoblamiento spin-spin (señal de H_b)

Cuando el protón H_a está alineado con el campo externo, los protones H_b se ven afectados por un campo magnético externo ligeramente más intenso, es decir, se ven desapantallados y absorben a un campo menor. Por otro lado, cuando el campo de H_a está alineado en contra al campo magnético externo, los protones H_b se encuentran apantallados o protegidos, ya que sienten la presencia de un campo magnético menor al externo y, por tanto, absorben a campo más alto. Aproximadamente, el 50% de moléculas de 1,1-dicloroetano tienen a los protones H_a alineados con el campo externo y el otro 50% de moléculas tienen a los protones H_a alineados en contra de él. La consecuencia es que los protones H_b presentan dos absorciones que dan lugar a dos señales, de idéntica área, que son las que forman el doblete del espectro.

El desdoblamiento de spin es una propiedad recíproca, es decir, si un protón desdobla a otro, el segundo protón debe desdoblar al primero. Así, en el caso anterior el protón H_a genera una señal cuadruplete porque acopla con los tres protones H_b . Este cuadruplete se genera porque hay ocho permutaciones de los spins de los tres protones H_b , tal y como se muestra en la siguiente figura:

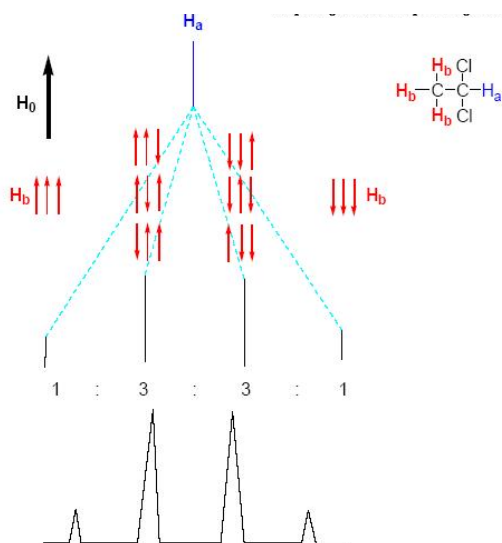


Fig. 11 Desdoblamiento spin-spin (señal de H_a)

De las permutaciones de spins resultan cuatro señales, siendo las dos del centro tres veces mayores que las de los extremos ya que corresponden a tres permutaciones posibles de spin y energéticamente son equivalentes (absorben a la misma frecuencia).

Si en lugar de tener la molécula anterior se quisiera encontrar el número de permutaciones para $n=8$ por el anterior método se dificultaría de manera significativa la demostración de dichas permutaciones. En general, la multiplicidad o número de picos de una señal, viene dada por la **regla N+1**, donde N es el número de protones equivalentes que desdoblan una señal y las áreas relativas del multiplete N+1 obedecen al triángulo de Pascal:

N. protones equivalentes	Número de picos (multiplicidad)	Relaciones de área (triángulo de Pascal)
0	1 (singulete)	1
1	2 (doblete)	1 1
2	3 (triplete)	1 2 1
3	4 (cuadruplete)	1 3 3 1
4	5 (quintuplete)	1 4 6 4 1
5	6 (sextuplete)	1 5 10 10 5 1

Tabla 5. Multiplicidad de señales

El espectro de RMN del H¹

El ejemplo que aparece a continuación corresponde al espectro de resonancia magnética nuclear del 1-bromo-2,2-dimetilpropano. Se puede observar la presencia de dos señales de distinta intensidad. La señal a 3.28 delta corresponde a los dos protones del grupo metileno, que por estar cerca del átomo de bromo electroatractor experimentan un efecto de desapantallamiento. La señal más intensa a 1.05 delta corresponde a los 9 protones de los grupos metilo.

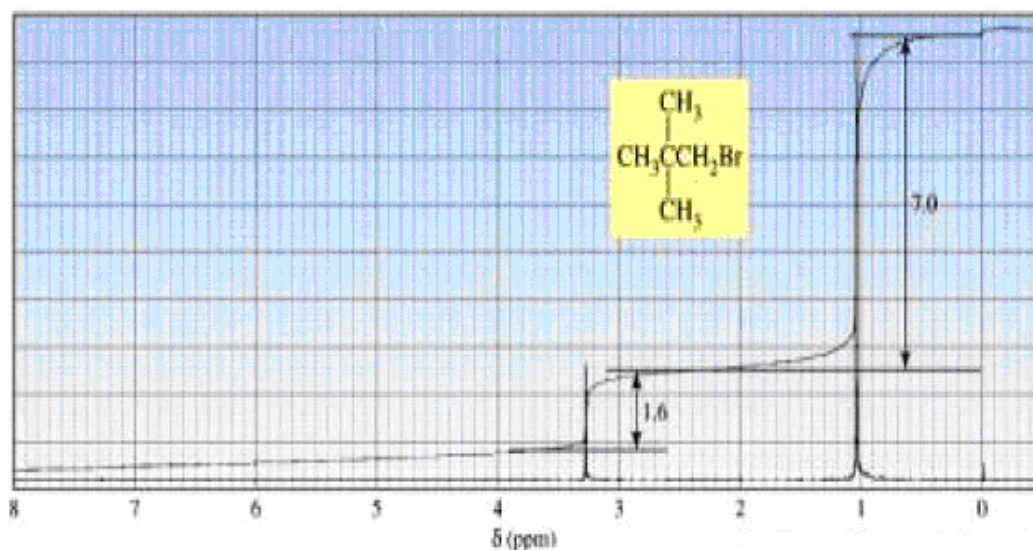


Fig. 12 Espectro RMN del 1-bromo-2,2 dimetilpropano

Curva de integración.

La intensidad relativa de una señal en la espectroscopia de RMN H^1 es proporcional al número de protones que contribuyen a la señal. La curva superpuesta a las señales del espectro, que se puede observar en la figura anterior, es la llamada curva de integración. La altura del escalón permite calcular el número de átomos de hidrógeno que dan origen a cada señal. Así, en la figura del espectro anterior se mide una altura para cada escalón 7.0 cm y 1.6 cm. Para calcular el número de átomos de hidrógeno que originan cada señal se procede del siguiente modo:

1°. Se suman las dos integraciones y se divide por el número total de hidrógenos de la estructura:

$$7.0 \text{ cm} + 1.6 \text{ cm} = 8.6 \text{ cm}$$

$$\text{n}^\circ \text{ de hidrógenos del 1-bromo-2,2-dimetilpropano} = 11 \text{ H}$$

$$\text{por tanto: } \frac{11 \text{ H}}{8.6 \text{ cm}} = 1.28 \text{ H/cm}$$

2°. Para saber el número de hidrógenos de cada señal se multiplica su integración por el valor anterior obtenido:

$$7.0 \text{ cm} \times 1.28 \text{ H/cm} = 9 \text{ H}$$

$$1.6 \text{ cm} \times 1.28 \text{ H/cm} = 2 \text{ H}$$

Así pues, la señal más intensa se debe a 9 protones (tres metilos de la estructura) mientras que la menos intensa se debe a tan sólo dos protones (metileno). Hoy en día en lugar de la curva de integración se dan valores relativos.

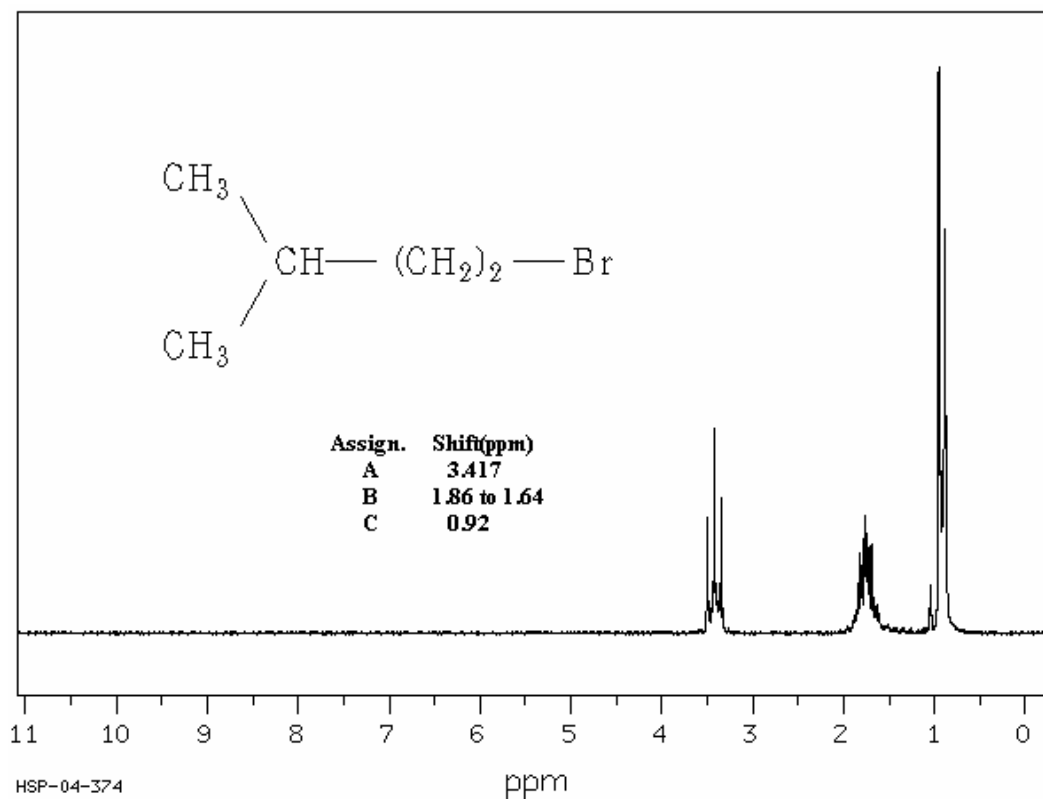


Fig. 13 1-bromo-3-metilbutano

Constantes de acoplamiento.

Las distancias entre picos de los multipletes dan mucha información estructural. A la distancia entre los picos de un multiplete (medida en Herzios) se le llama constante de acoplamiento entre los protones magnéticamente acoplados. Se simboliza como J_{ab} donde H_a y H_b son los protones que acoplan entre sí.

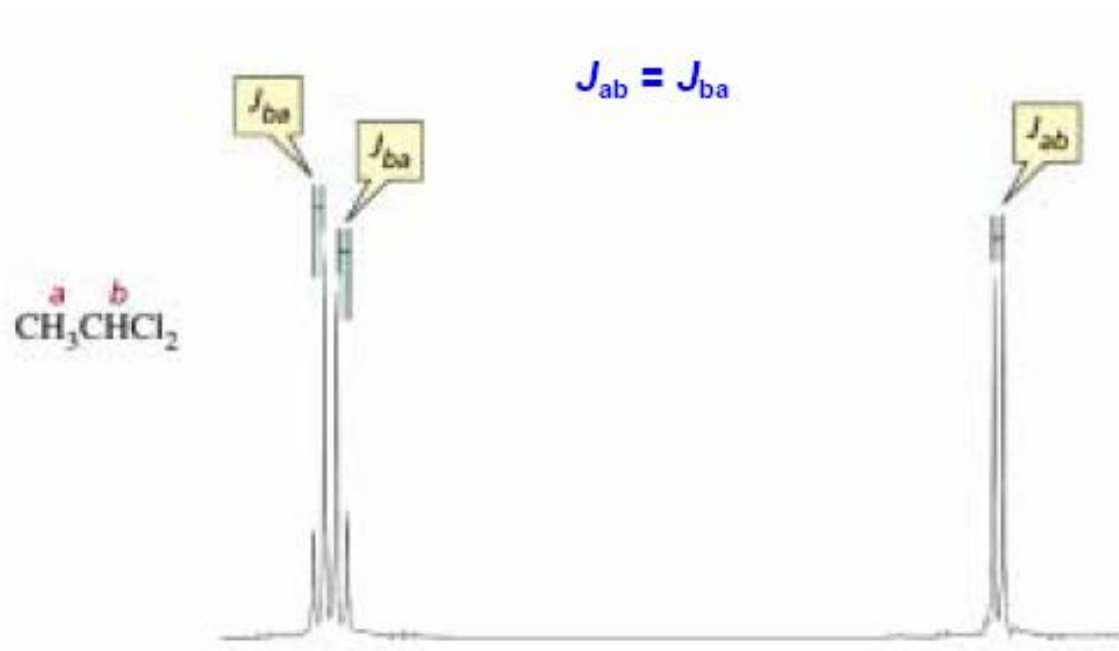
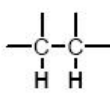



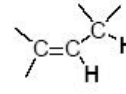

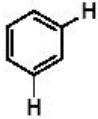


Fig. 14 Constantes de acoplamiento para el 1,1-dicloroetano

La siguiente tabla muestra algunos valores típicos de constantes de acoplamiento:

Estructura							
J (Hz)	7	15	10	2	6	8	2

Como se observa, las constantes de acoplamiento ayudan a distinguir entre los posibles isómeros de un compuesto, como en el caso del ácido 3-cloropropenoico. Este compuesto presenta dos isómeros geométricos, el ácido Z-3-cloropropenoico y el ácido E-3-cloropropenoico. Estos dos isómeros pueden distinguirse por RMN debido a las constantes de acoplamiento que presentan las señales debidas a los protones Ha y Hb como muestra la siguiente figura:

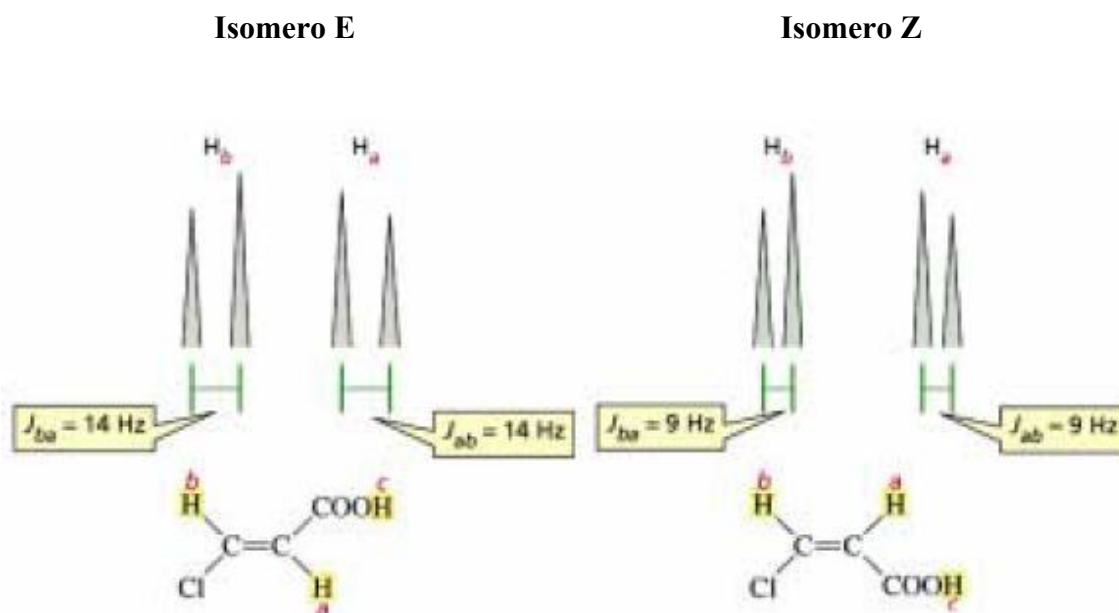


Fig. 15 Constantes de acoplamiento de dos isómeros (ácido 3-cloro propenoico)

Como se observa, el isómero E presenta mayor constante de acoplamiento entre H_a y H_b que el isómero Z.

Interpretación de los espectros de resonancia magnética nuclear de H^1 .

La rápida y correcta interpretación de los espectros de resonancia magnética nuclear de protones requiere de mucha práctica. A continuación se citan los pasos a seguir para llevar a cabo el análisis espectral de forma correcta:

1. A partir de la fórmula molecular:

a. Calcular el número de insaturaciones que posee el compuesto cuya estructura se quiere elucidar. Este número de insaturaciones puede indicar la presencia de anillos, dobles o triples enlaces. El número de insaturaciones se calcula según la siguiente expresión:

$$g = \text{N}^\circ \text{ átomos de C} + 1 - \frac{\text{n}^\circ \text{ átomos H} + \text{n}^\circ \text{ átomos halógeno} - \text{n}^\circ \text{ átomos N}}{2}$$

b. Relacionar las áreas de integración de los picos con el número total de protones de la estructura para obtener el número de protones que representa cada pico individual.

2. La presencia de un singlete ancho en el espectro podría deberse a protones de $-\text{NH}$ o $-\text{OH}$. Si el singlete ancho se encuentra más allá de 10 ppm es probable que se trate de un $-\text{OH}$ de ácido.

3. Las señales entre 10 y 9 delta son indicativas de la presencia de un aldehído.

4. Las señales que aparecen entre 8 y 7 delta indican la presencia de un anillo aromático.

5. Las señales entre 6 y 5 delta indican la presencia de protones olefinicos. Mediante el valor de la constante de acoplamiento se puede deducir si la olefina (alqueno) es cis o trans.

6. Las señales entre 4 y 3 delta indican que hay protones en un carbono unido a un grupo electronegativo como es el oxígeno o un halógeno.

7. La presencia de una señal alrededor de 2.5 delta se debe al protón de un alquino terminal.

8. Las señales que aparecen entre 2.5 y 2.1 delta pueden indicar la presencia de protones adyacentes a un grupo carbonilo.

Espectroscopia de resonancia magnética nuclear del C-13

La resonancia magnética nuclear de C-13 es complementaria a la de H-1. Esta última técnica se utiliza para deducir la estructura del esqueleto carbonado observando los entornos magnéticos de los átomos de hidrógeno, mientras que la espectroscopia de RMN de C-13 determina el entorno magnético de los átomos de carbono.

Aproximadamente el 99% de los átomos de carbono en una muestra natural son del isótopo C-12. Este isótopo posee un número par de protones y un número par de neutrones, por tanto, no tiene spin magnético y no puede dar lugar a señales de resonancia magnética nuclear. El isótopo de C-13 menos abundante tiene un número impar de neutrones, lo que le confiere un spin magnético de $1/2$, igual al del protón.


La espectroscopia de resonancia magnética nuclear de C-13 es menos sensible que la de H-1 debido a que sólo el 1% de los átomos de carbono posee spin y a que, además, la frecuencia de resonancia del C-13, para un campo magnético dado, es la cuarta parte de la que se da en la RMN de H-1.

Los desplazamientos químicos del carbono son de 15 a 20 veces mayores que los del hidrógeno debido a que el carbono está directamente unido a los átomos que resultan ser bien apantallantes o desapantallantes. Por ejemplo, el protón de un aldehído absorbe a 9.4 ppm en el espectro de H-1 mientras que el carbono de carbonilo absorbe a 180 ppm en el espectro de C-13.

Además, las señales en el espectro de C-13 son líneas verticales, es decir, no hay desdoblamiento de spin-spin. Esto se debe a que sólo el 1% de los átomos de carbono entran en resonancia, y por tanto, existe una probabilidad muy pequeña de que un núcleo de C-13 esté adyacente a otro núcleo de C-13.

A continuación se da una tabla de valores aproximados de desplazamientos químicos en un espectro de resonancia magnética nuclear de C-13:

Estructura	$(\text{CH}_3)_4\text{Si}$	$\text{R}-\text{CH}_3$	$\text{R}-\text{CH}_2-\text{R}$	$\text{R}-\overset{\text{R}}{\underset{\text{R}}{\text{C}}}-\text{H}$	$\text{R}-\overset{\text{R}}{\underset{\text{R}}{\text{C}}}-\text{R}$	$-\text{C}\equiv\text{C}-$	$\text{C}=\text{C}$
J (Hz)	0	8-35	15-20	20-60	30-40	65-85	100-150

Estructura		$\text{I}-\overset{\text{C}}{\text{C}}-\text{Br}$	$\text{Cl}-\overset{\text{C}}{\text{C}}$	$\text{N}-\overset{\text{C}}{\text{C}}$	$\text{O}-\overset{\text{C}}{\text{C}}$	$\text{C}(=\text{O})\text{OR}$	$\text{C}(=\text{O})\text{OH}$	$\text{C}(=\text{O})\text{H}$	
J (Hz)	110-170	0-40	25-65	35-80	40-60	50-80	165-185	175-185	190-200

Debido a que el núcleo de C-13 está unido a otros núcleos atómicos, este se ve influenciado directamente por los sustituyentes adyacentes a él dependiendo de la posición que ocupen dentro de la molécula. Por ejemplo, en el caso del etanol, si se quiere determinar el desplazamiento químico del metilo se deben considerar los desplazamientos químicos de los demás carbonos. En este caso cada carbono se puede etiquetar con una letra o número que indique a qué átomo de carbono se está refiriendo y una letra griega empezando de alfa, beta, y así sucesivamente para indicar la posición que ocupan cada núcleo con respecto al que se quiere analizar. Esto es necesario debido a que dependiendo de en qué posición relativa se encuentra cada núcleo el desplazamiento que se le asigna es diferente. Una vez hecho esto, se tiene una regla general a la cual obedece el desplazamiento químico para compuestos alifáticos, en este caso:

$$\delta = -2.3 + \sum z + s + k$$

En dicha ecuación se hace alusión a tres parámetros que influyen en el desplazamiento que tenga el núcleo a analizar; el factor Z denota el efecto del sustituyente sobre el núcleo, el factor S considera el factor estérico que presente la molécula y por último K considera el efecto

Para cuestiones de práctica cotidiana no se suele considerar los dos últimos factores ya que no influyen de manera significativa en la variación de los valores de desplazamiento aunque para un examen mas detallado si son importantes. El valor inicial en la ecuación denota que se esta considerando al núcleo a analizar como alifático (saturado) por lo tanto corresponde al valor de un grupo metilo.

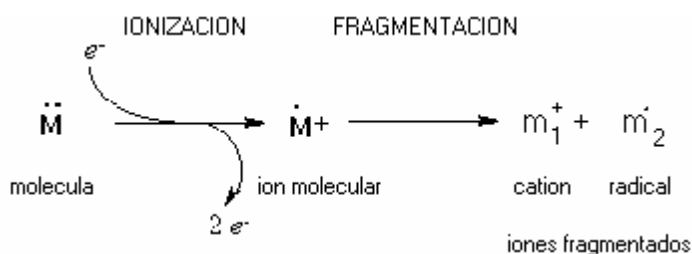
En tablas se encuentran reportados los valores de desplazamiento para cada núcleo dependiendo del tipo de núcleo que se analice y proporcionan sus diferentes ecuaciones de acoplamiento.

ESPECTROSCOPIA DE MASAS

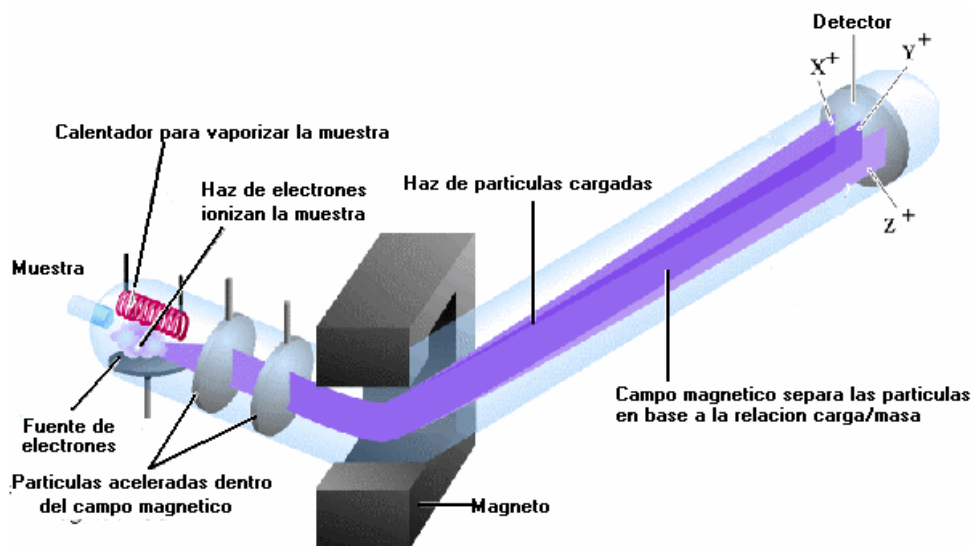
Principios básicos de la Espectroscopia de Masas (EM)

En la espectroscopia de masas (EM), una sustancia es bombardeada con un haz de electrones con la suficiente energía como para fragmentar la molécula. Los fragmentos positivos producidos son acelerados en vacío a través de un campo magnético y son ordenados en base a su relación carga-masa, m/e , equivalente al peso molecular del fragmento. El análisis de la EM consta del re-ensamblamiento de los fragmentos para generar la molécula original.

En un espectroscopio de masas de impacto de electrón, un gran haz de energía de electrones es utilizado para desplazar un electrón de la molécula orgánica para formar un radical catiónico conocido como ion molecular. Si el ion molecular es inestable este puede fragmentarse para dar otros iones mas pequeños.



El conjunto de iones producidos son enfocados dentro del haz y acelerados en el campo magnético y desviados a lo largo de caminos circulares de acuerdo a las masas de los iones. Con el ajuste del campo magnético, los iones pueden ser orientados al detector y registrados.

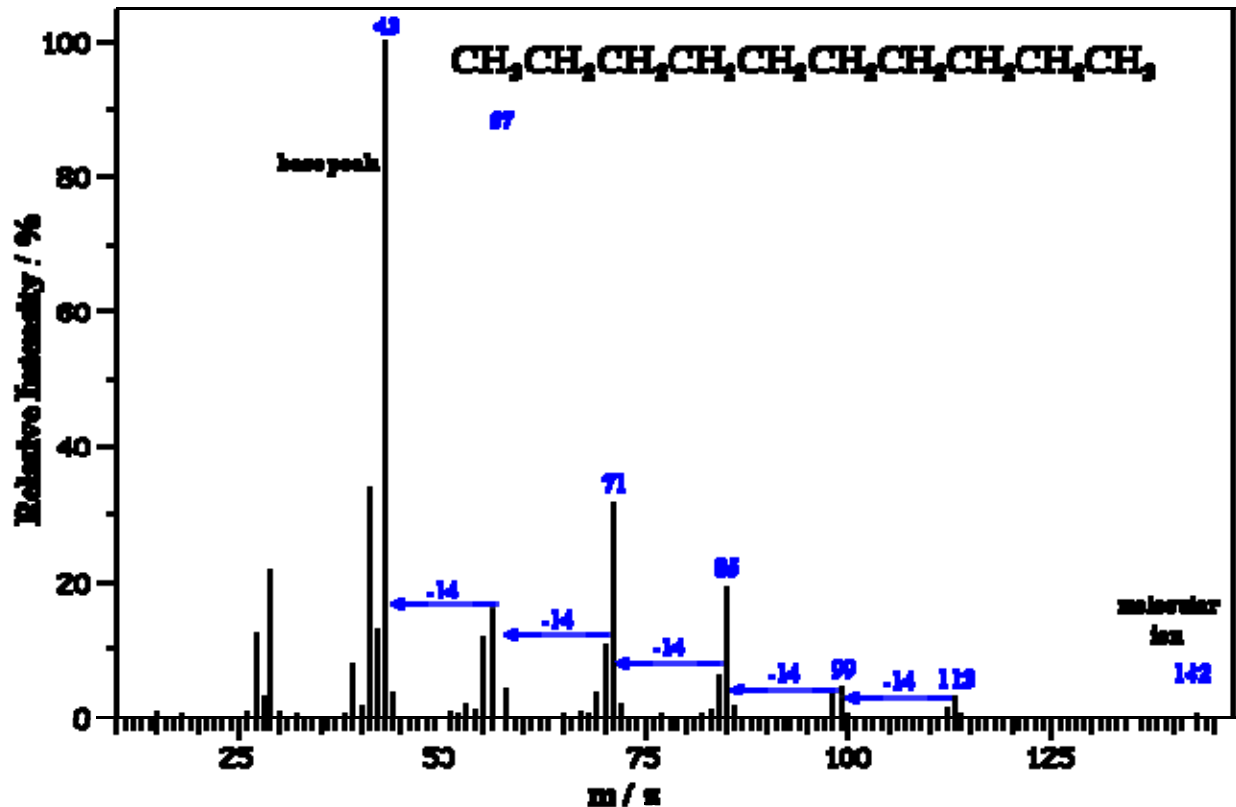


El espectro de EM

La salida del espectrómetro de masas muestra un gráfico de intensidad relativa versus la proporción carga-masa (m/e). El pico más intenso en el espectro es denominado PICO BASE y los demás son reportados en relación a esta intensidad.

El pico del peso molecular más alto observado en un espectro representa la molécula normal menos un electrón y es conocido como ION MOLECULAR (M^+). Generalmente, los picos pequeños son observados cerca del peso molecular calculado debido a la abundancia isotópica de ^{13}C , ^2H , etc. Varias moléculas con protones lábiles no muestran iones moleculares, un ejemplo de esto son los alcoholes, donde el pico del más alto peso molecular aparece a m/e menor que el ion molecular ($m-1$).

El siguiente espectro es un típico espectro de masas del n-decano. En este espectro se puede notar el pico base al cual le corresponde el 100% de intensidad. Al igual se puede ver un pequeño pico a $m/z = 142$ el cual corresponde al ion molecular. Se debe notar también la serie de iones detectados a intervalos de 14 unidades de masa, formado por la fragmentación de enlaces a unidades sucesivas de $-\text{CH}_2-$.

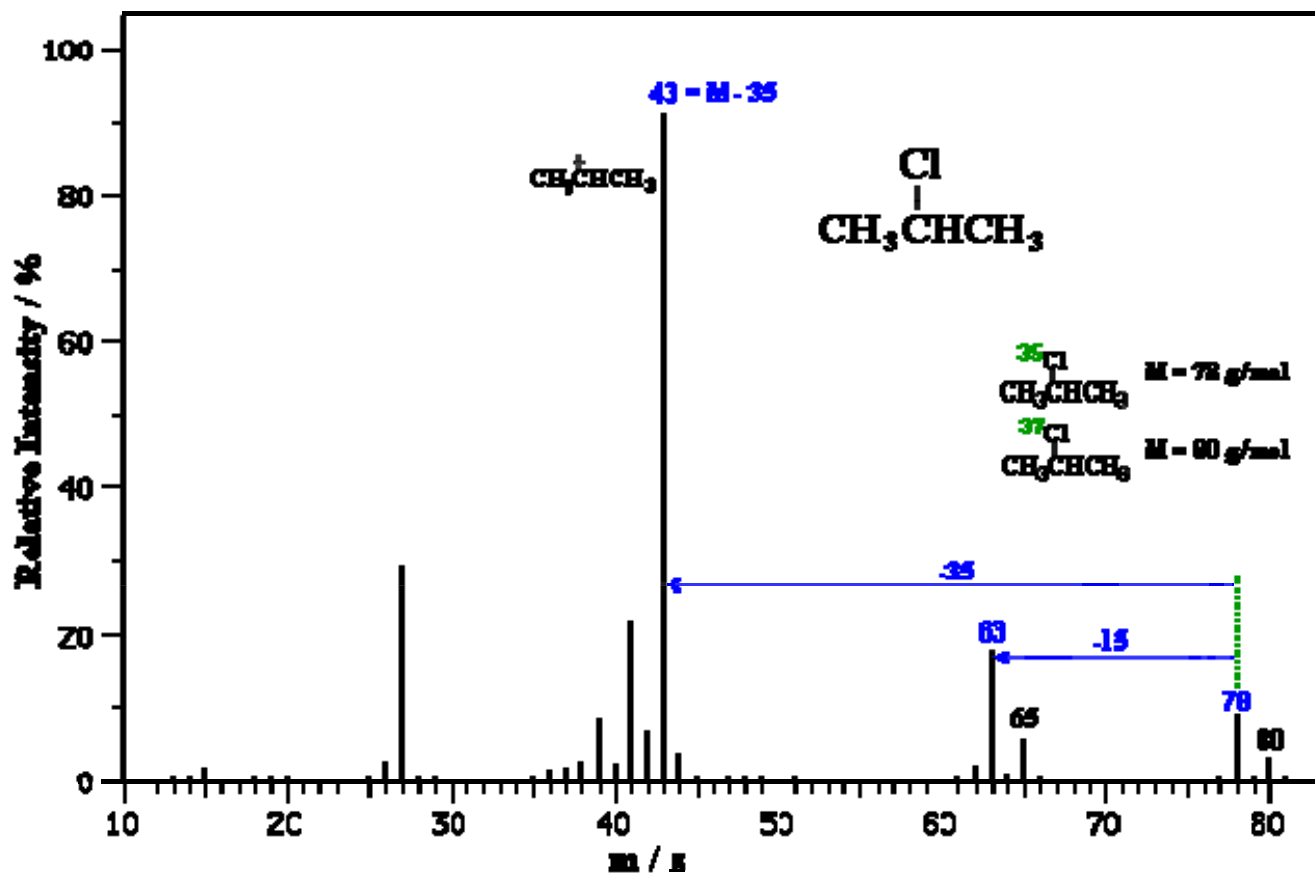


- Los espectrómetros de masas son capaces de separar y detectar los iones individuales incluso los que diferencien solamente por una unidad de masa atómica.
- Consecuentemente las moléculas que contienen diversos isótopos pueden ser distinguidas.
- Esto es más evidente cuando átomos tales como bromo o cloro están presentes (^{79}Br : ^{81}Br , intensidad 1:1 y ^{35}Cl : ^{37}Cl , intensidad 3:1) donde los picos en "M" y "M+2" se obtienen.
- La intensidad en los patrones del isótopo son debido a la abundancia natural de los isótopos.
- Los picos "M+1" son debido a la presencia de ^{13}C en la muestra.

Los dos espectros de masas siguientes muestran ejemplos de alcanos halogenados con patrones característicos del isótopo. El primer espectro de masas es de 2-cloropropano. El patrón del isótopo en 78 y 80 que representan la M y M+2 en una proporción de 3:1.

La pérdida de ^{35}Cl a partir del 78 o de ^{37}Cl a partir del 80 dan el pico base a m/z = 43, correspondiente al catión propil secundario.

Los picos a m/z = 63 y 65 inmóviles contiene el Cl y por lo tanto también demuestra el patrón del isótopo de 3:1.

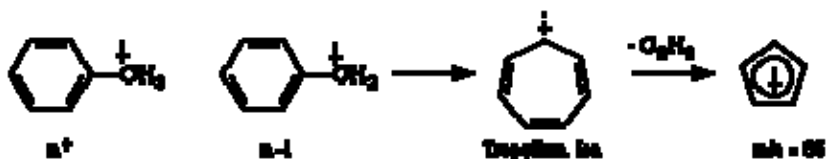


Grupos funcionales

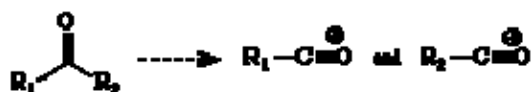
Alcanos: Los alcanos simples tienden a la fragmentación por la pérdida inicial de un grupo de metilo para formar una especie $m - 15$. Este carbocation puede pasar entonces a la división de la cadena de alquímica, expulsando dos unidades de carbono neutrales (eteno). Las formas más estables de estos hidrocarburos son los carbocationes secundarios y terceros, y estos máximos tenderán a dominar el espectro de masas.



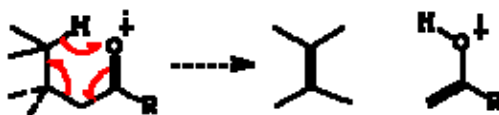
Aromáticos: La fragmentación del núcleo aromático es algo complicada, generando a serie de señales máximas teniendo $m/e = 77, 65, 63$, etcétera. Mientras estas señales son difíciles de describir en términos simples, estos forman un patrón que llega a ser identificable con experiencia. Si la molécula contiene una unidad de bencilo, la división muy importante generara el carbocation bencilo, que se rearreglara para formar el ión tropylium. La expulsión de acetileno (etino) de este genera un pico $m/e = 65$ característico.



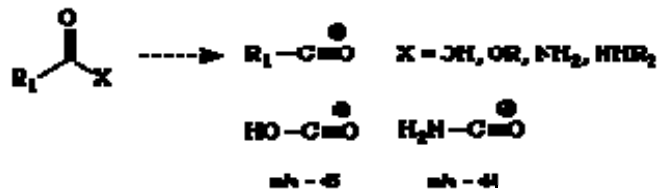
Aldehídos y cetonas: La división predominante en aldehídos y cetonas es la pérdida de una de las cadenas laterales generar el ión de oxonium sustituido. Ésta es una división sumamente favorable y este ión representa el pico base a menudo en el espectro. El derivado metilo ($\text{CH}_3\text{C}=\text{O}^+$) es comúnmente denominado como el ion acilium.



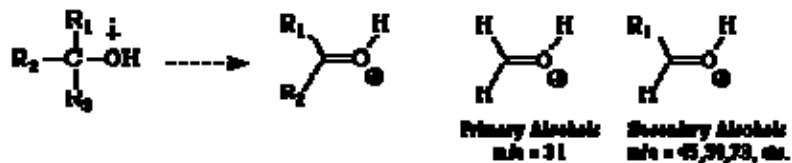
Otra fragmentación común observada en compuestos carbonilo (y en nitrilos, etcétera.) involucra la expulsión de eteno neutral vía un proceso conocido como el reordenamiento de McLafferty, siguiendo el mecanismo general mostrado abajo.



Esteres, ácidos y Amidas: Tal como con aldehídos y cetonas, la división mas importante observada para estos compuestos involucra la expulsión del grupo de "X", como se muestra abajo, para formar el ion oxonium sustituido. Para ácidos carboxílicos y amidas no sustituidas, picos característicos a $m/e = 45$ y 44 son observados a menudo.



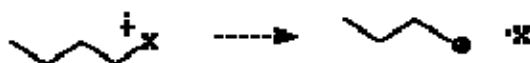
Alcoholes: En adición a la pérdida de un protón y un radical hidroxilo, los alcoholes tienden a perder uno de los grupos alquilo alfa (o hidrógenos) para formar los iones oxonium mostrados abajo. Para alcoholes primarios, estos generan un puco a $m/z = 31$; los alcoholes secundarios generan picos a $m/z = 45, 59, 73$, etcétera., de acuerdo con la sustitución.



Éteres: Siguiendo la tendencia de los alcoholes, los éteres se fragmentaran, a menudo por la pérdida de un radical alquilo, para formar un ión oxonium sustituido.



Haluros: Los haluros orgánicos se fragmentan con la simple expulsión del halógeno, como se muestra abajo. Los iones moleculares de los compuestos que contienen cloro y bromo mostrarán múltiples señales debido a que cada uno de éstos existe como dos isótopos en abundancia relativamente alta. Por lo tanto, para cloro, la proporción de $^{35}\text{Cl} / ^{37}\text{Cl}$ es de 3.08:1 y para bromo, la proporción de $^{79}\text{Br} / ^{81}\text{Br}$ es de 1.02: 1. El ión molecular de un compuesto que contiene cloro tendrá dos señales, separadas por dos unidades de masa, en una proporción aproximada de 3:1, y un compuesto conteniendo bromo tendrá dos señales, otra vez separadas por dos unidades de masa, teniendo intensidades aproximadamente iguales.



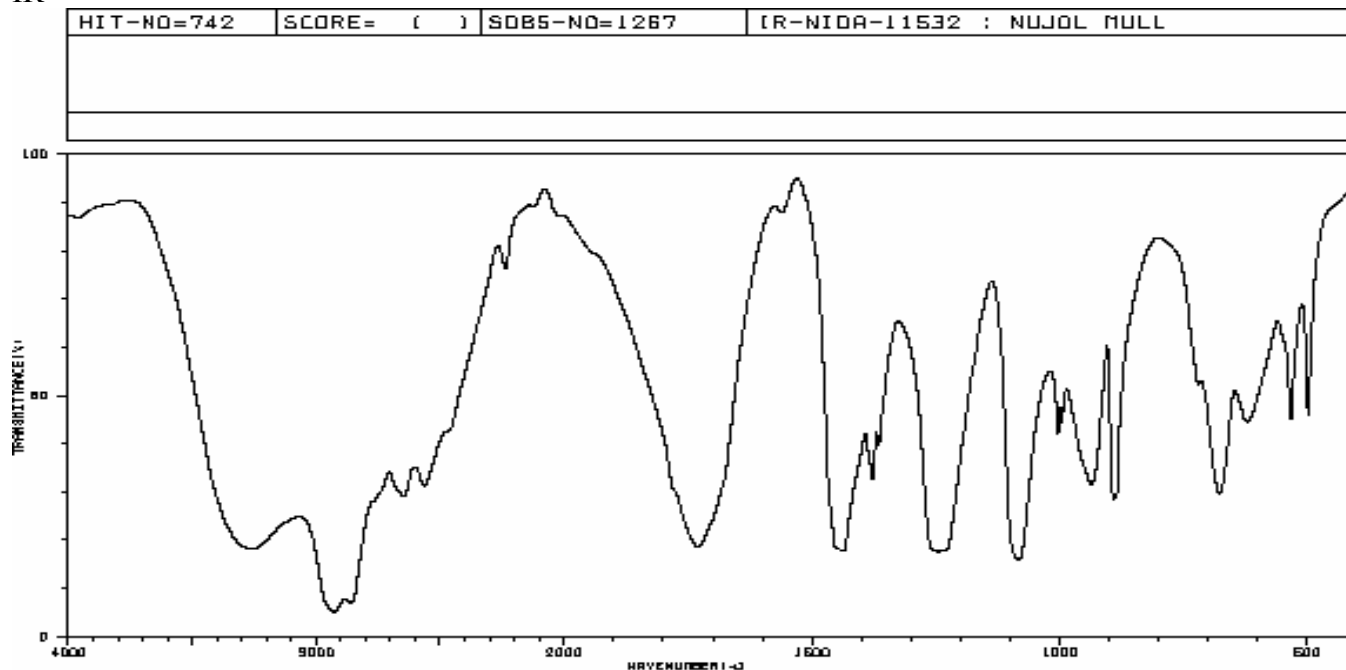
Metodología

El siguiente trabajo esta dirigido al estudiante de Química con los conocimientos necesarios para la interpretación de los espectros que se muestran a continuación y su respectiva elucidación estructural.

Apoyados en datos bibliográficos, y con ayuda de el espectro infrarrojo se determina el o los tipos de grupos funcionales correspondientes a la molécula; una vez determinados estos, los desplazamientos y las señales correspondientes de los espectros de resonancia magnética se correlacionan con los grupos funcionales y se determina la cantidad de núcleos de hidrógeno y carbono que integran una señal y por consiguiente el grado de insaturación de la molécula. Por ultimo el espectro de masas muestra los pesos moleculares de cada ion fragmento en los cuales se descompone la molécula y el ion molecular que es el peso molecular del compuesto.

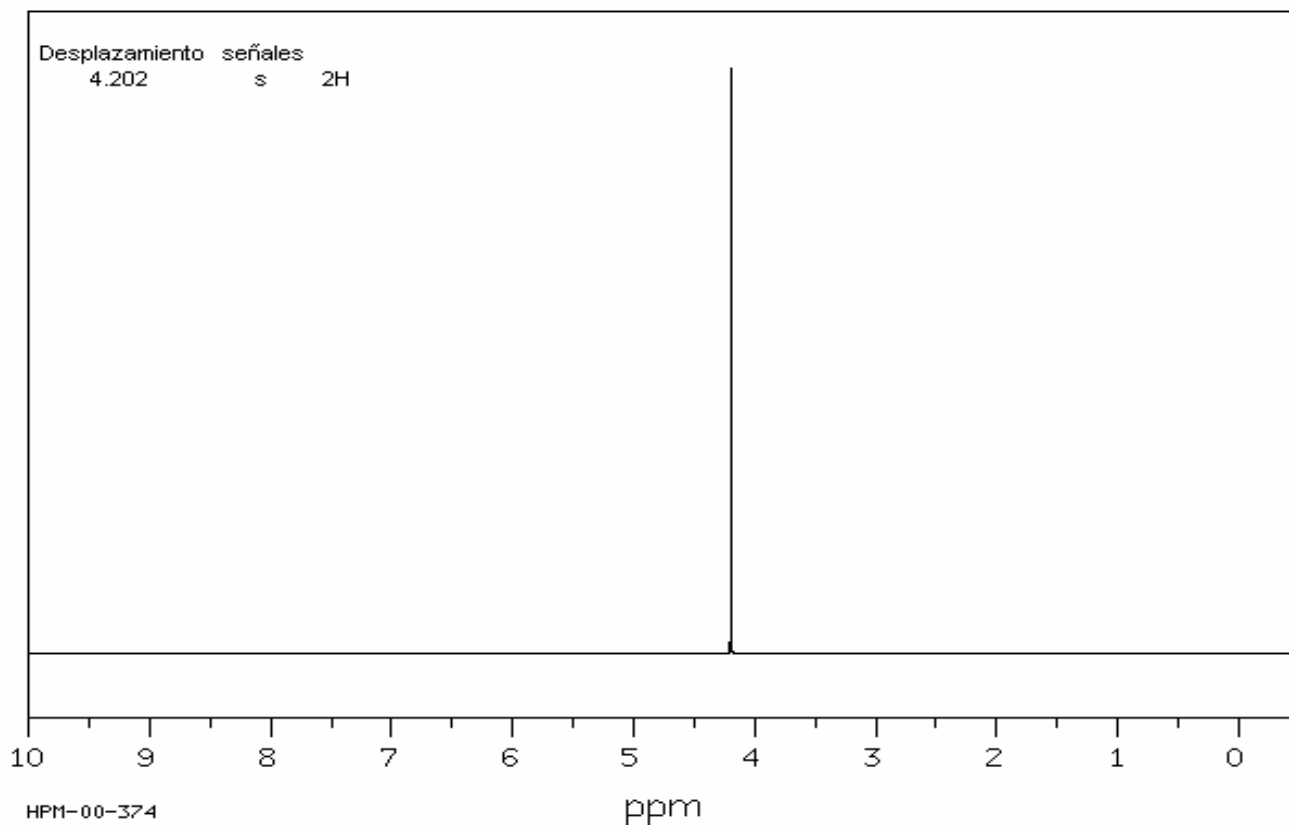
P r o b l e m a s

IR

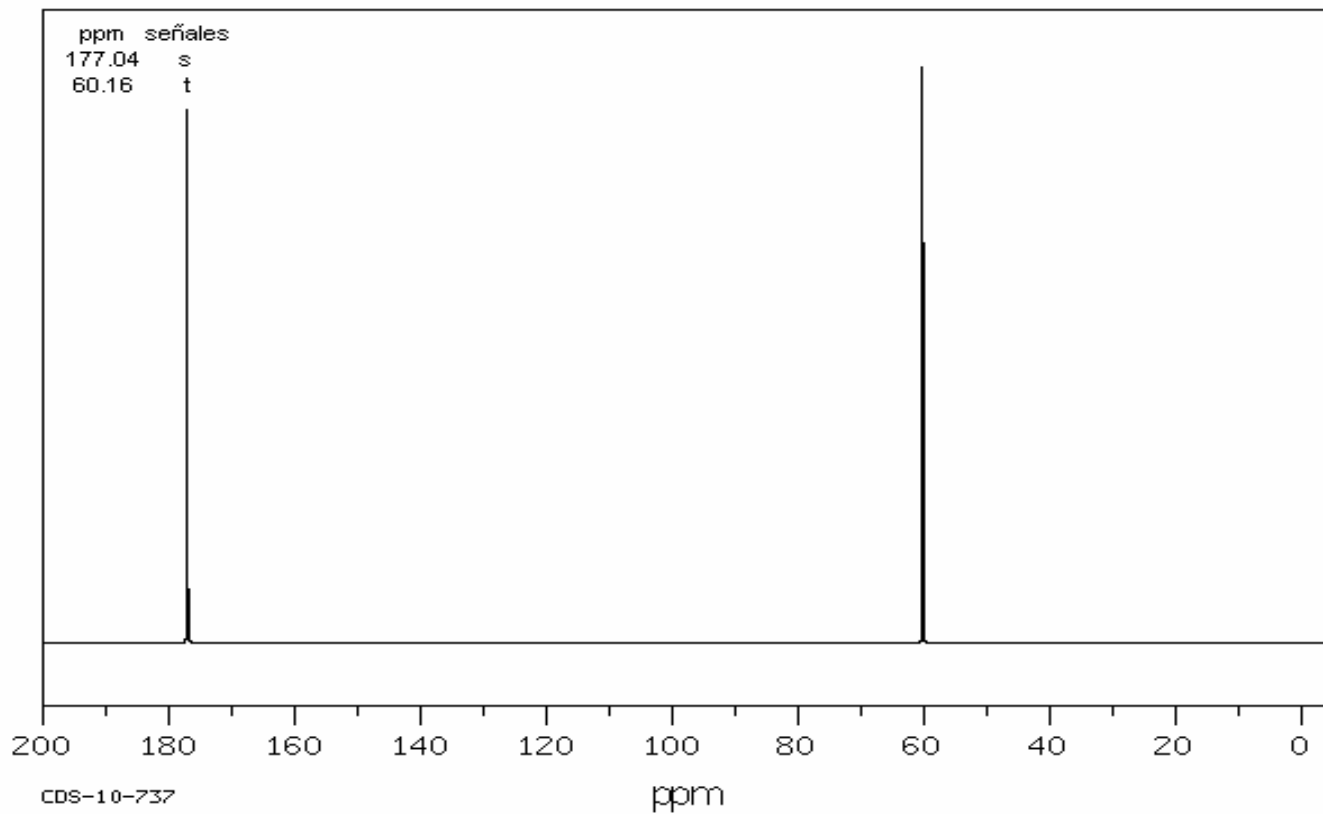


3261	17	1449	17	1237	17	877	28
2926	4	1442	17	1088	16	821	43
2646	28	1437	17	1004	41	633	43
2564	30	1378	32	956	43	498	44
2237	74	1366	38	936	30		
1729	18	1247	17	882	27		
1669	84	1242	17	866	28		

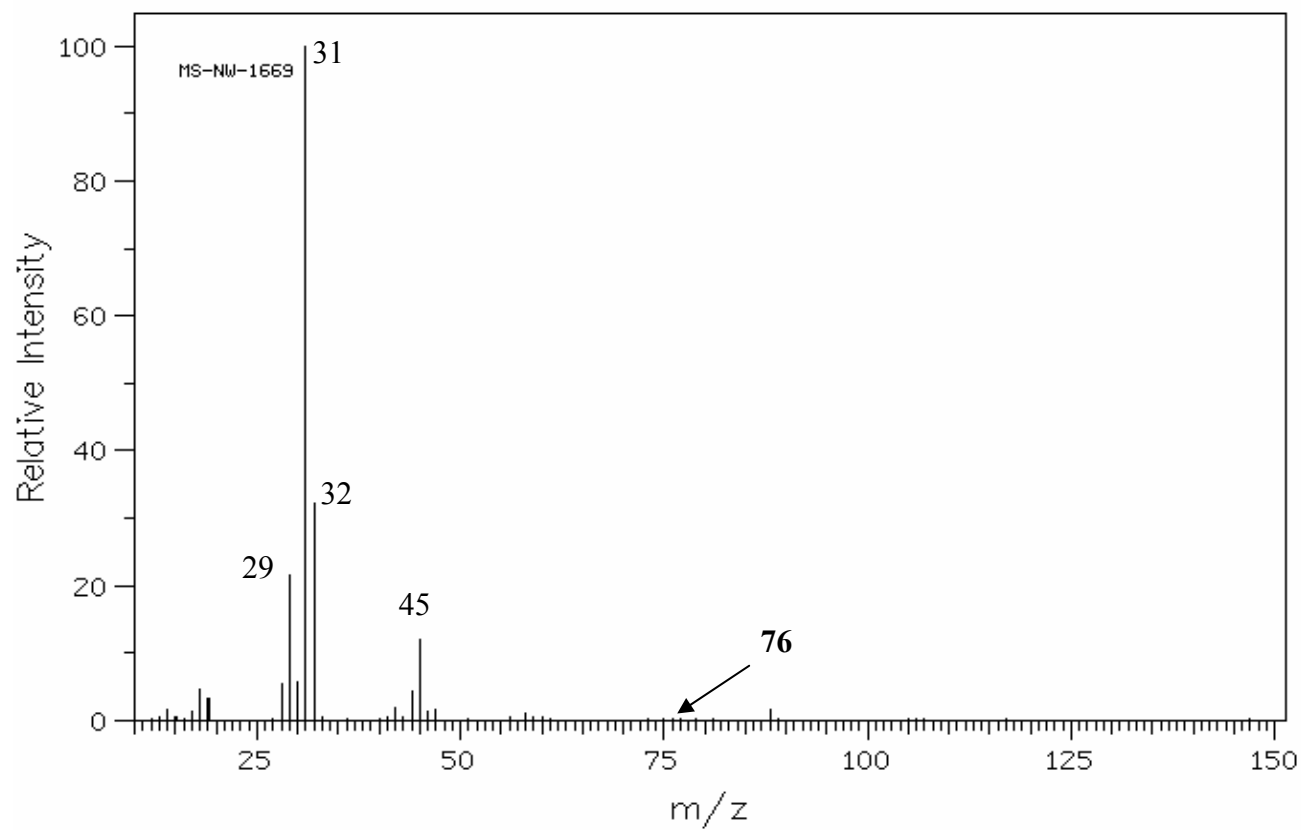
RMN-H1



RMN -C13

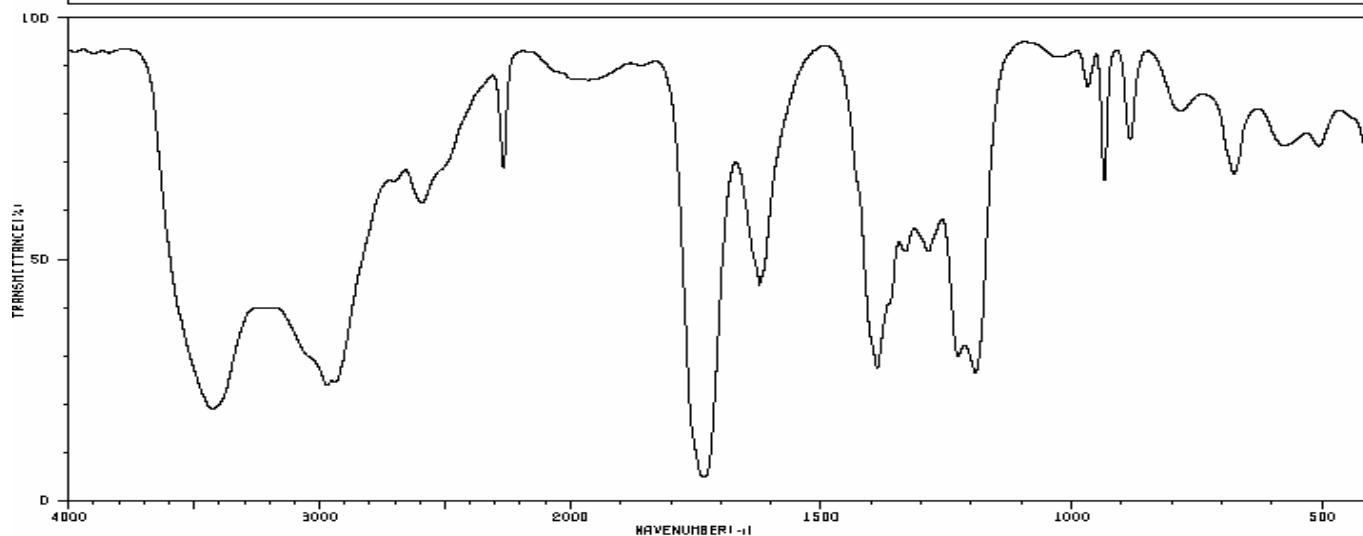


EM



IR

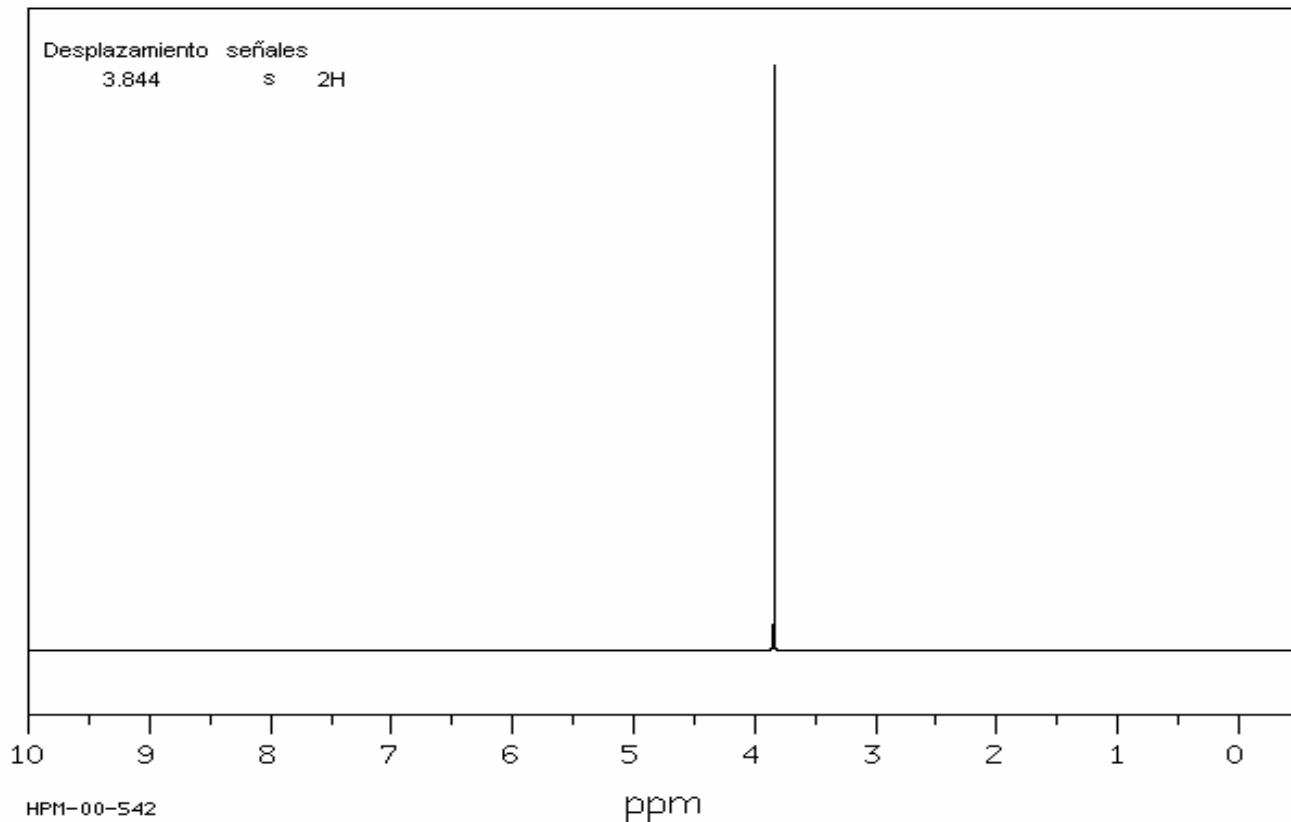
HIT-NO=1812	SCORE= ()	SDBS-NO=2081	IR-NIDA-16826 : KBR DISC
-------------	------------	--------------	--------------------------



3426	18	1623	49	935	64
2969	23	1388	26	883	72
2346	23	1332	50	764	77
2337	23	1287	50	677	66
2592	58	1226	29	575	70
2266	86	1182	25	570	70
1731	4	968	81	507	70

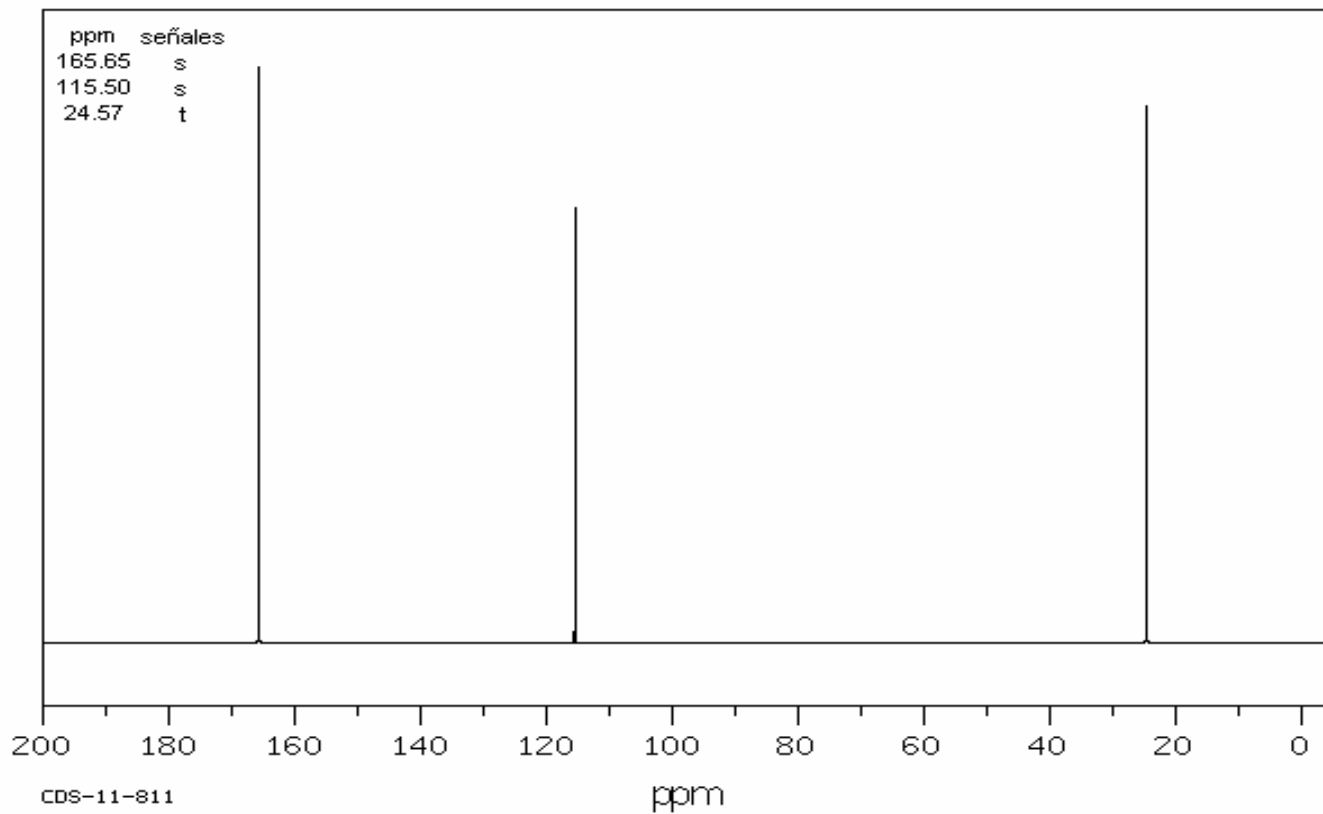


NMR-H1

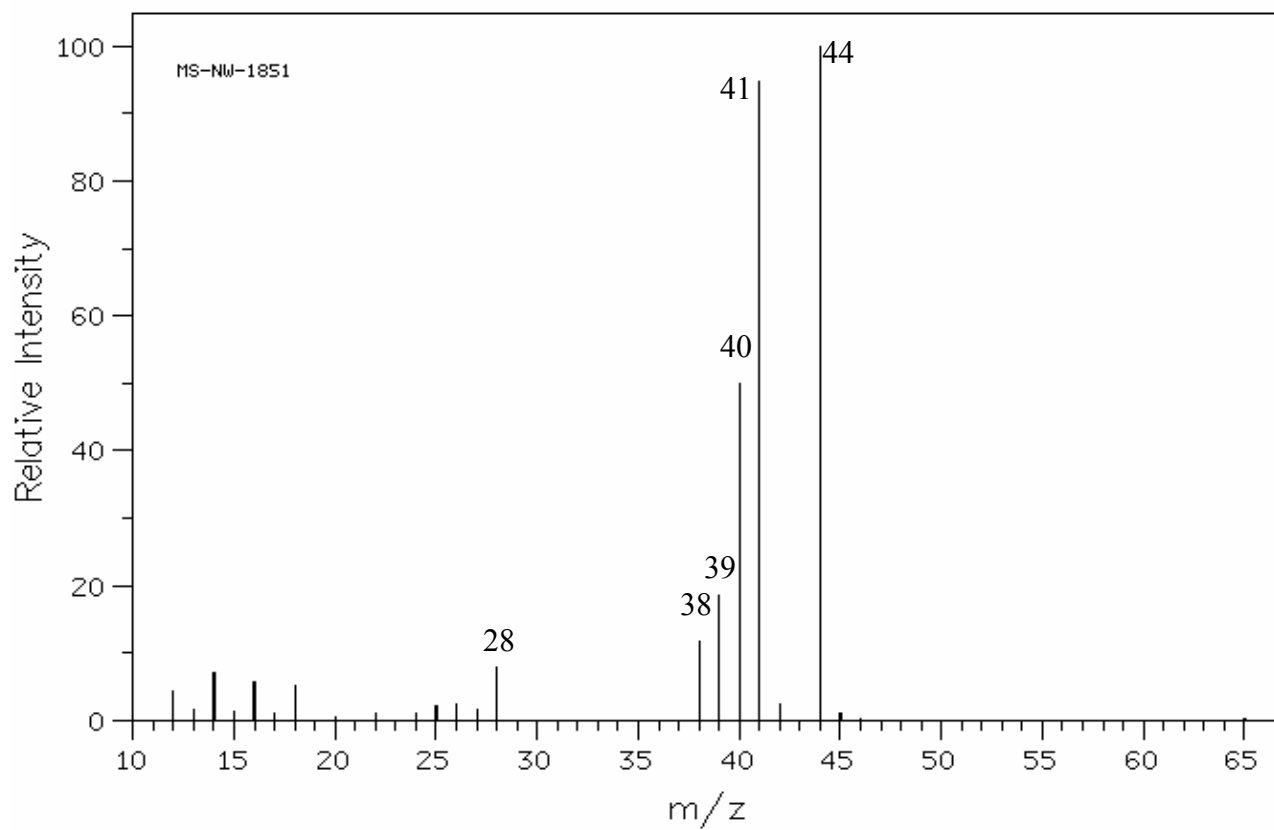


HPM-00-542

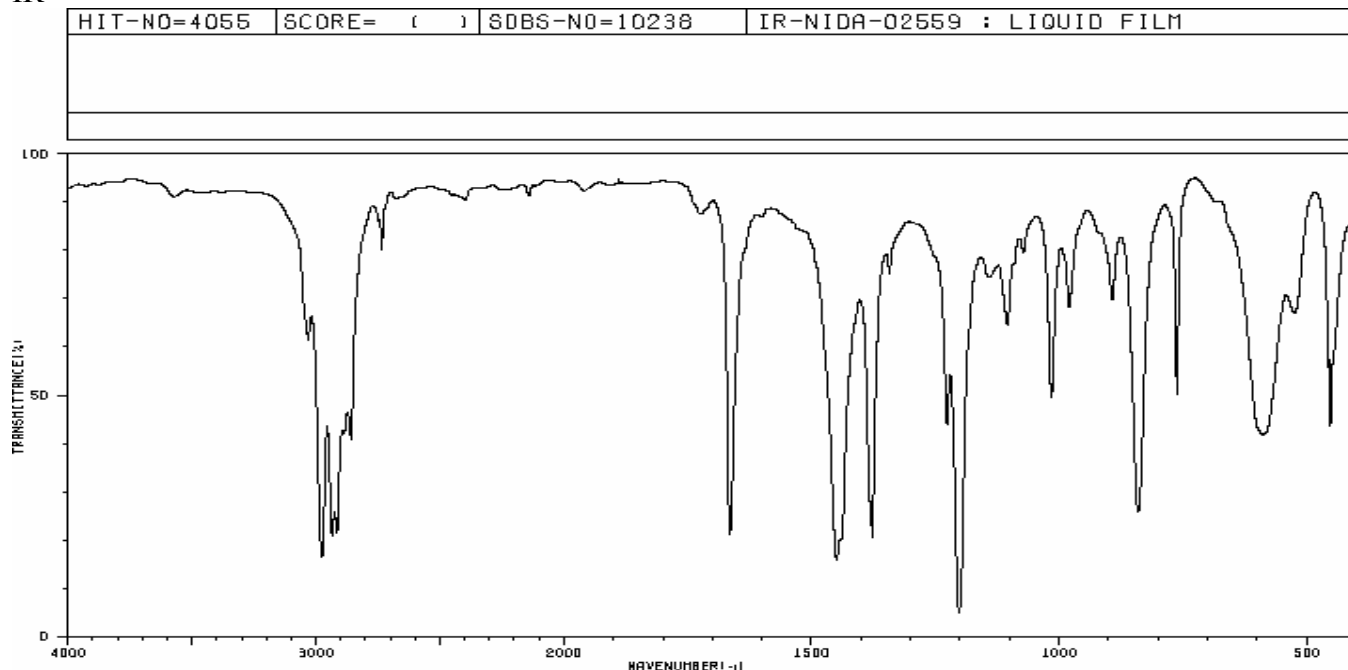
NMR-C13



EM

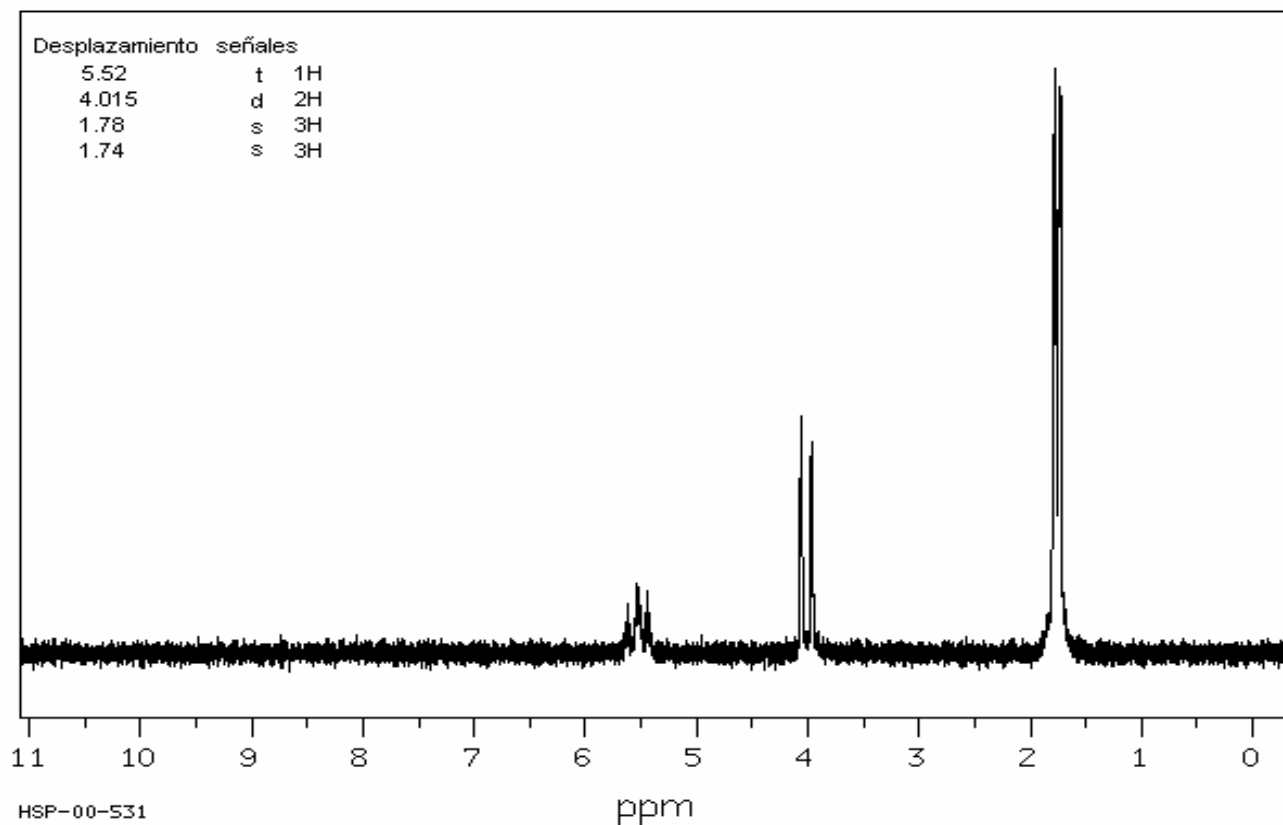


IR

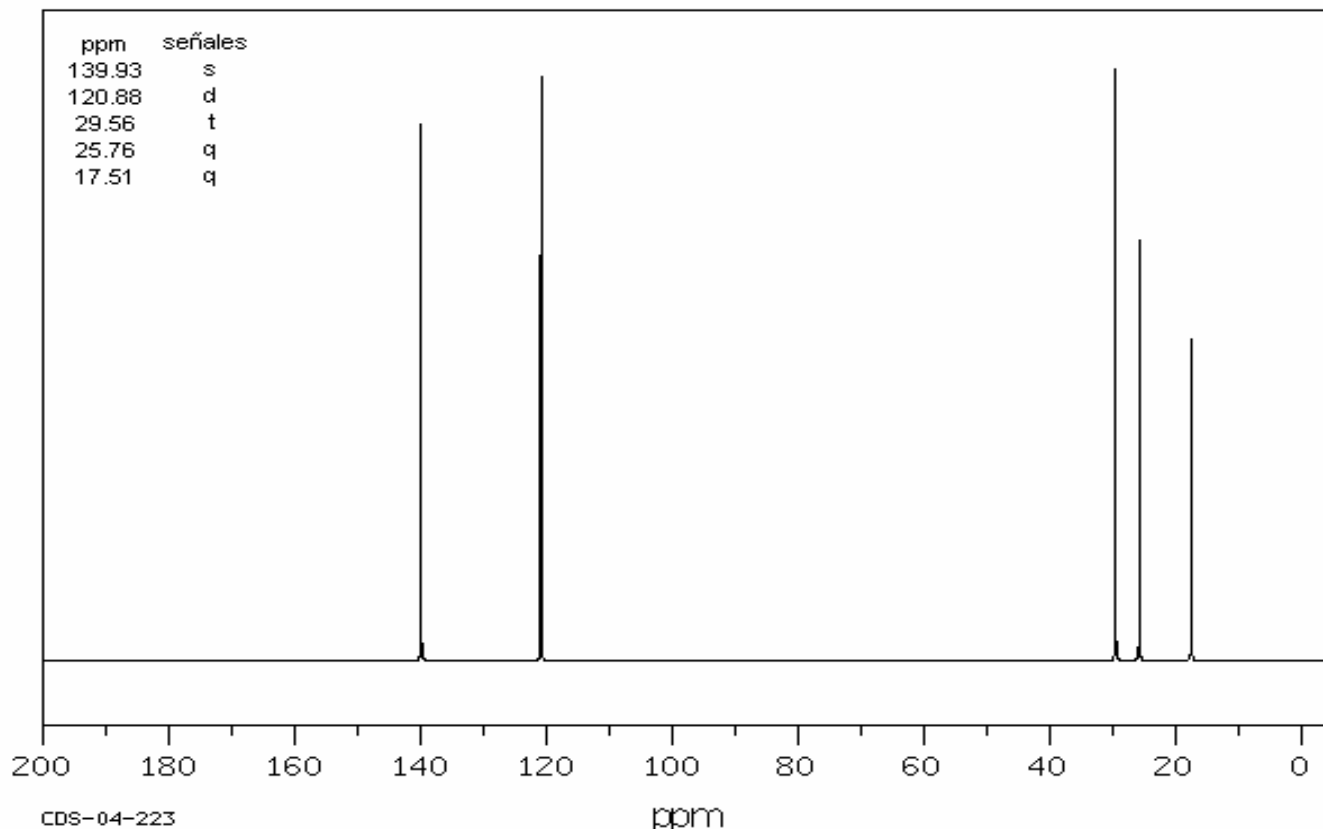


3033	68	1723	84	1146	72	840	24
2975	16	1665	20	1139	72	763	49
2955	20	1450	15	1104	82	589	59
2916	20	1378	20	1072	77	525	64
2859	39	1343	72	1016	47	453	42
2747	84	1227	42	979	86		
2734	77	1202	4	893	66		

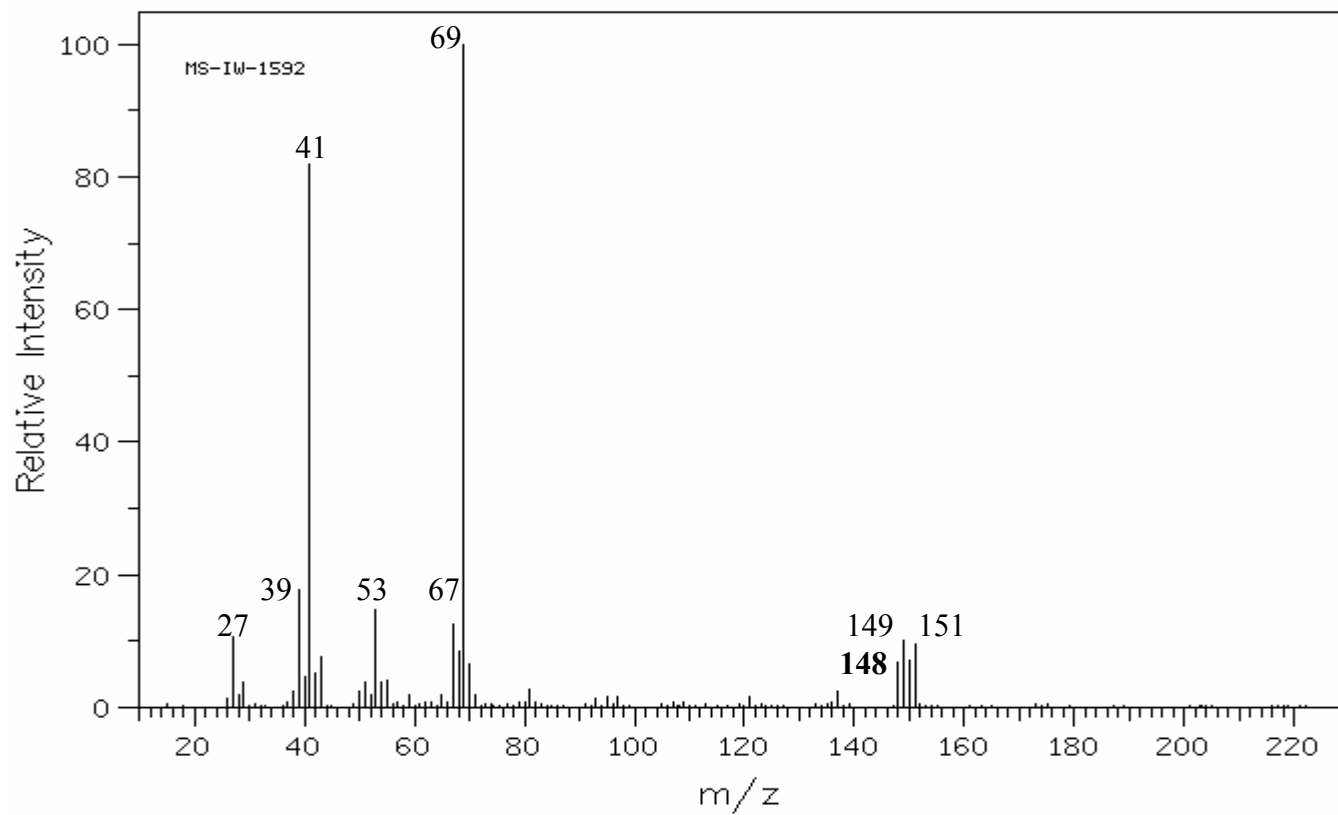
RMN-H1



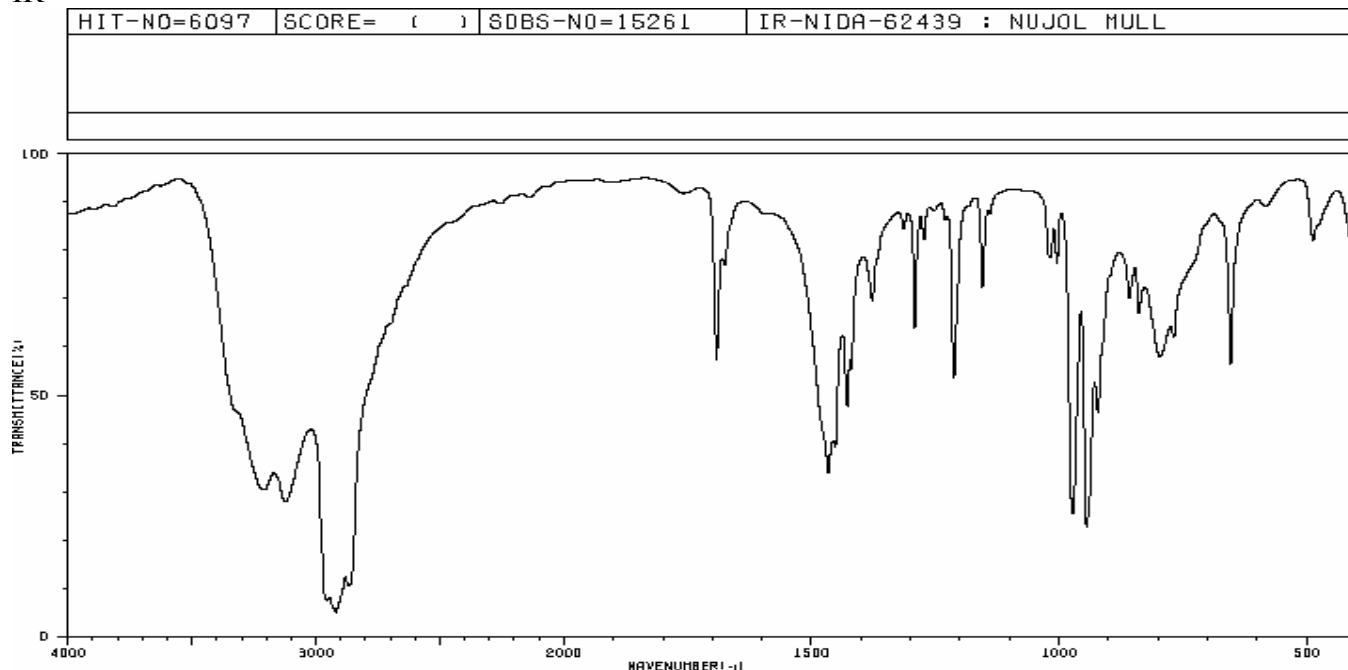
RMN-C13



EM

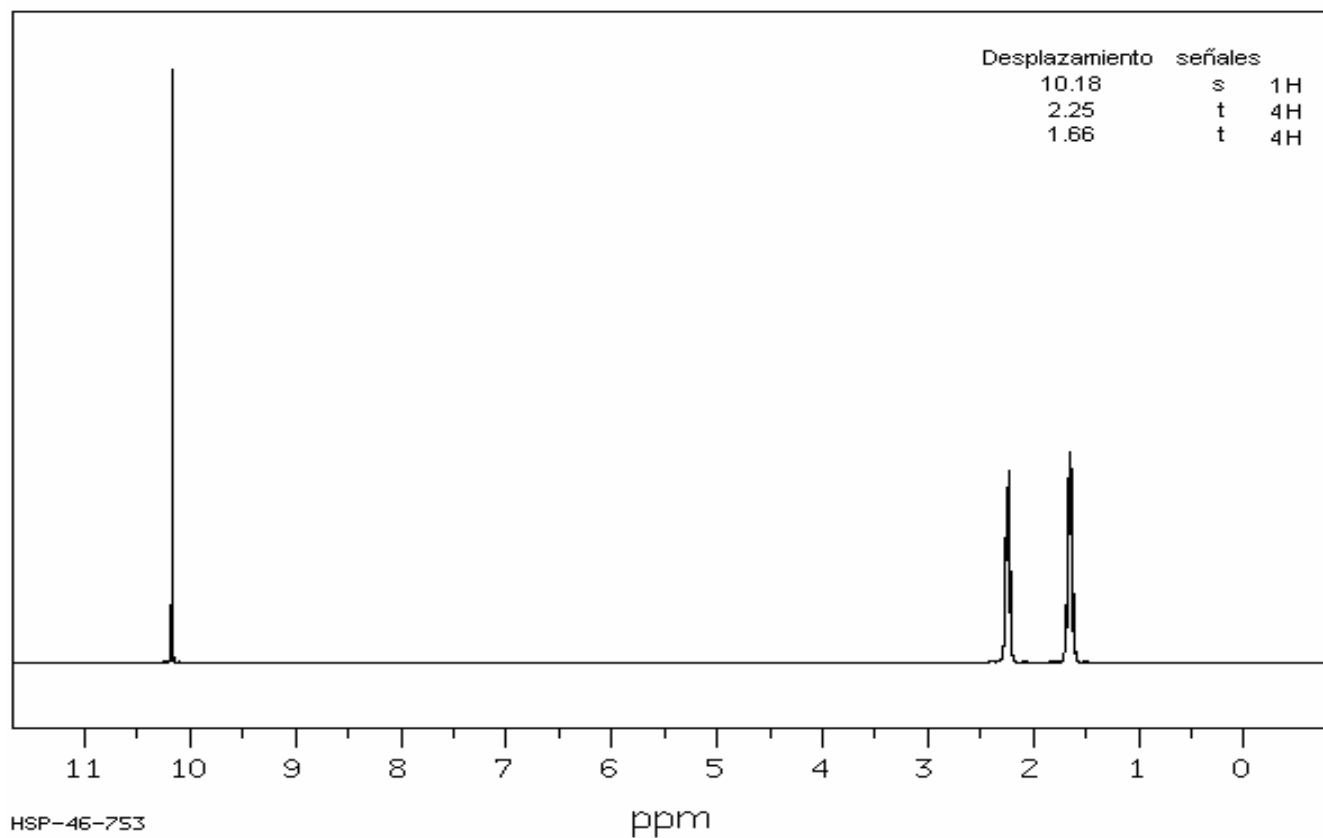


IR

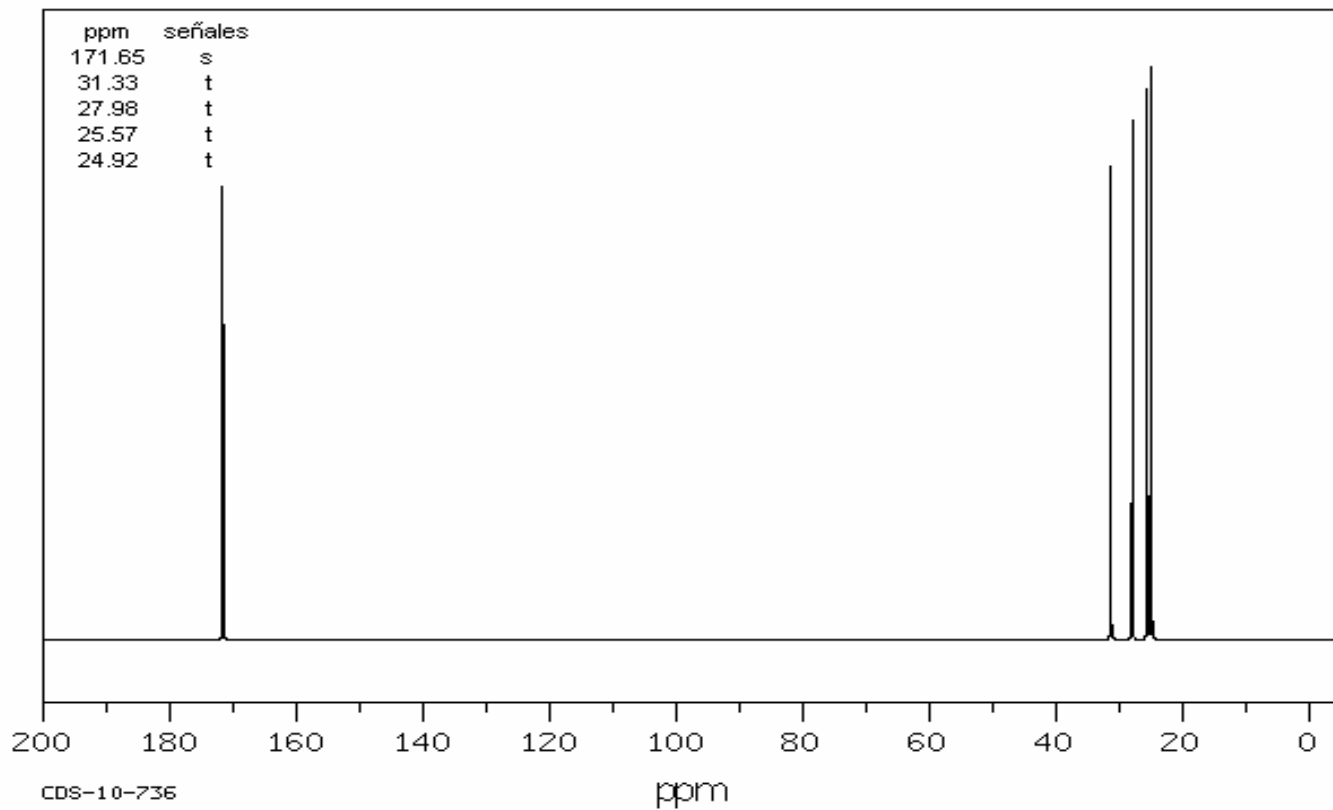


3210	29	1457	32	1273	79	944	21	582	86		
3122	26	1452	37	1213	52	922	44	488	79		
2945	7	1428	46	1155	70	859	68	460	61		
2919	4	1420	59	1139	84	840	64				
2868	10	1378	66	1019	74	797	55				
1892	55	1314	81	1004	74	768	58				
1676	74	1292	62	973	24	664	59				

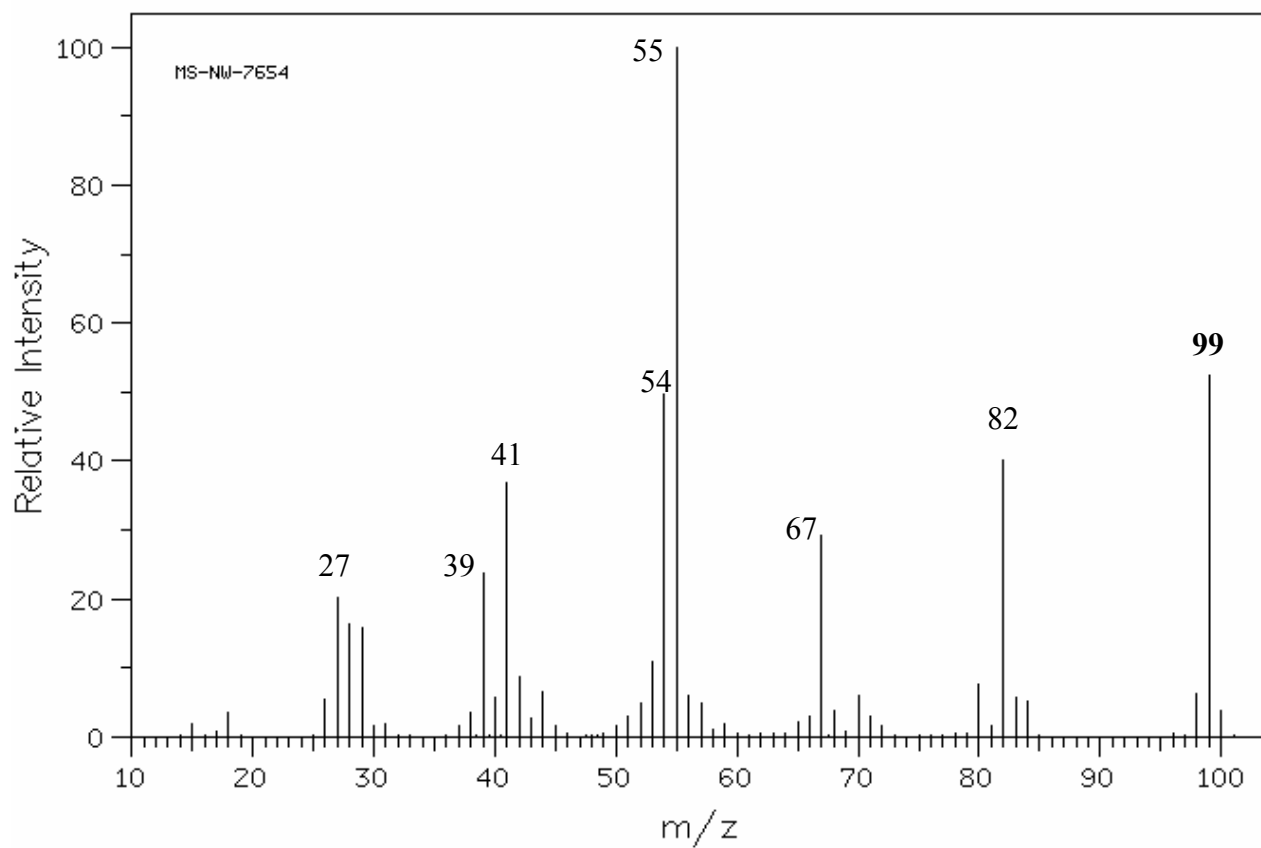
RMN-H1



RMN-C13

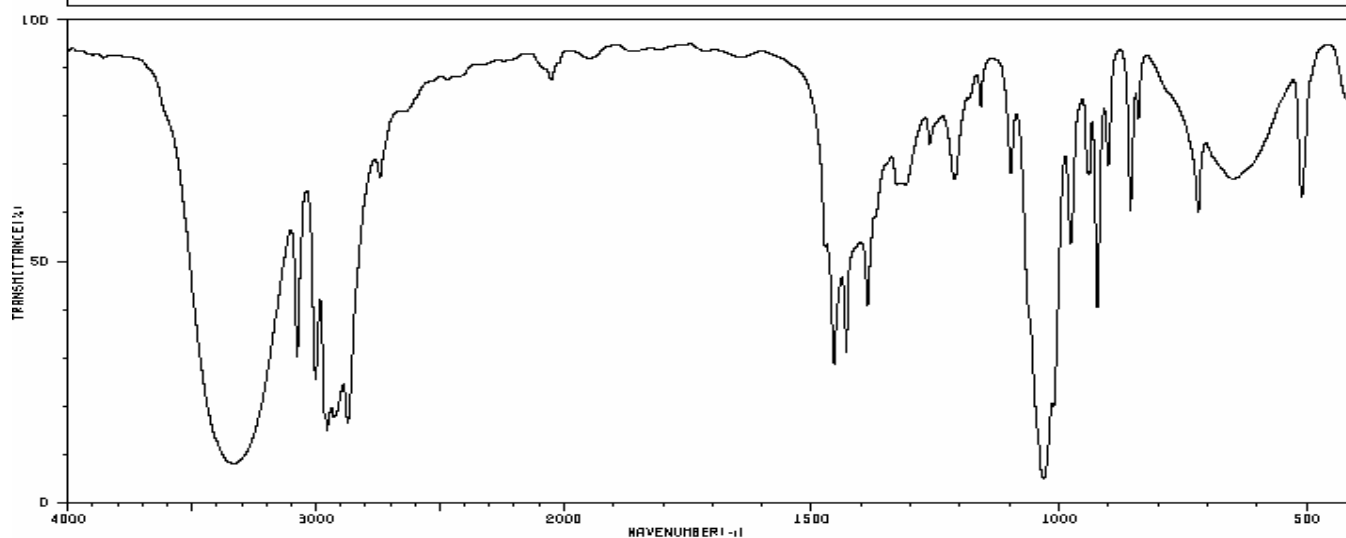


EM



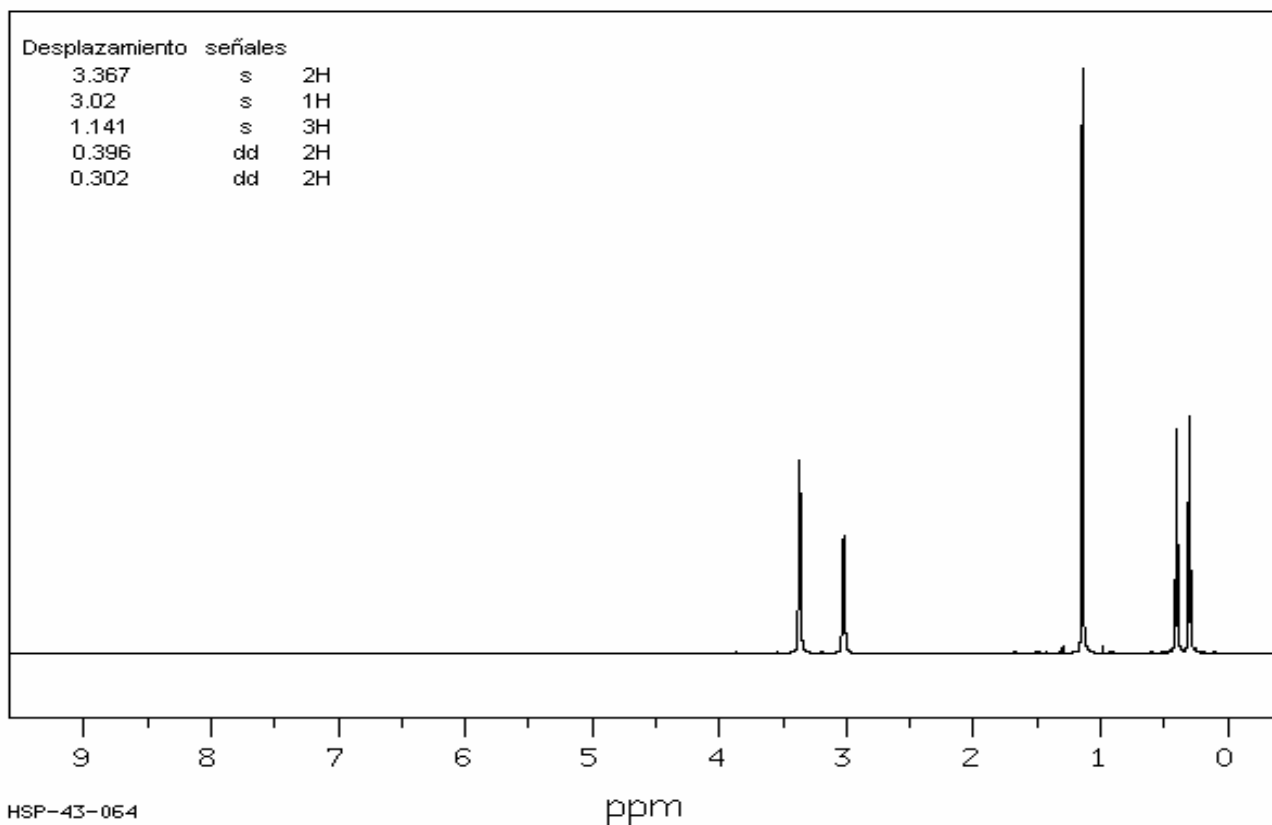
IR

HIT-NO=6499	SCORE= ()	SDBS-NO=23188	IR-NIDA-42381 : LIQUID FILM
-------------	------------	---------------	-----------------------------



3336	7	2740	64	1309	64	939	66	511	50
3326	7	2050	84	1261	72	923	38		
3075	26	1455	27	1211	84	901	68		
3001	24	1430	30	1168	79	866	68		
2954	14	1387	39	1098	66	840	77		
2927	17	1328	64	1051	4	719	58		
2871	15	1318	64	976	52	648	64		

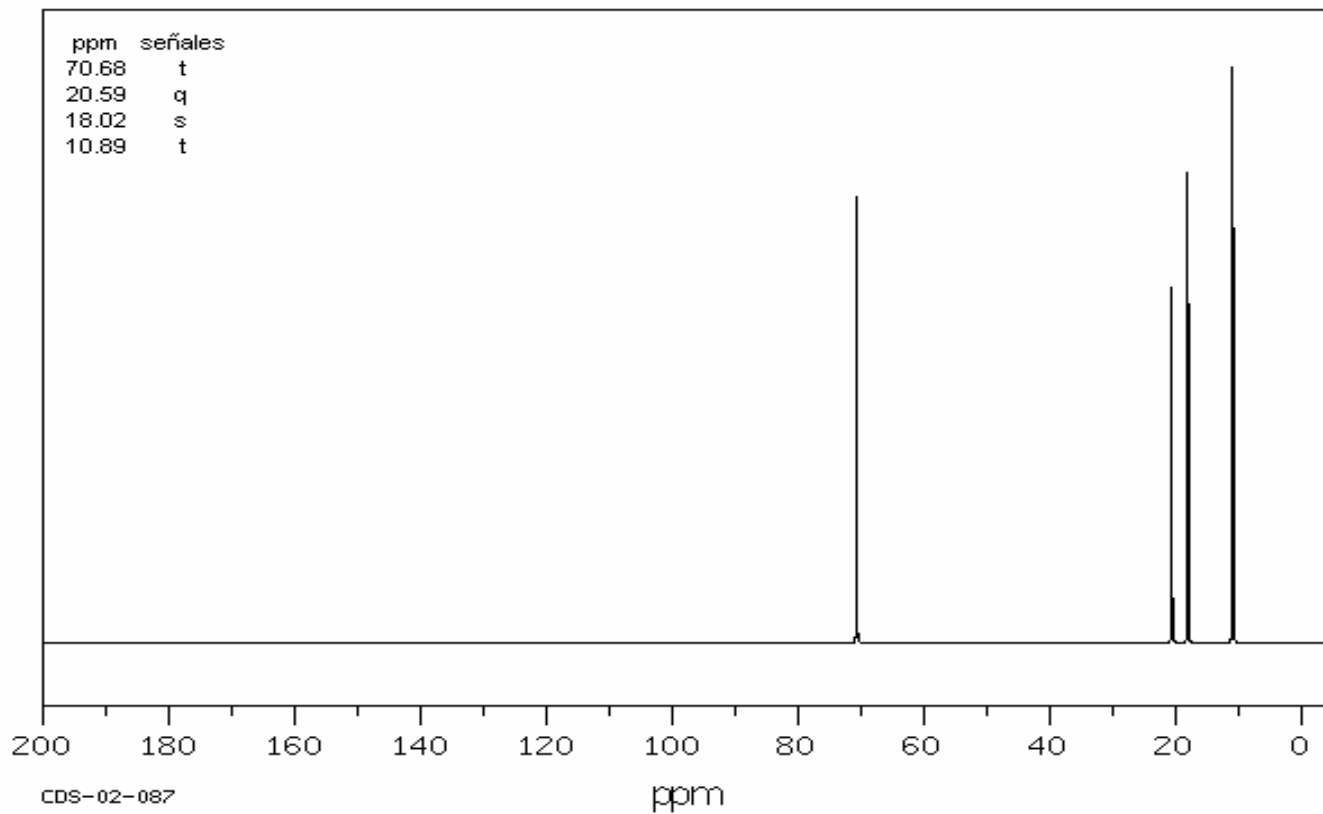
RMN-H1



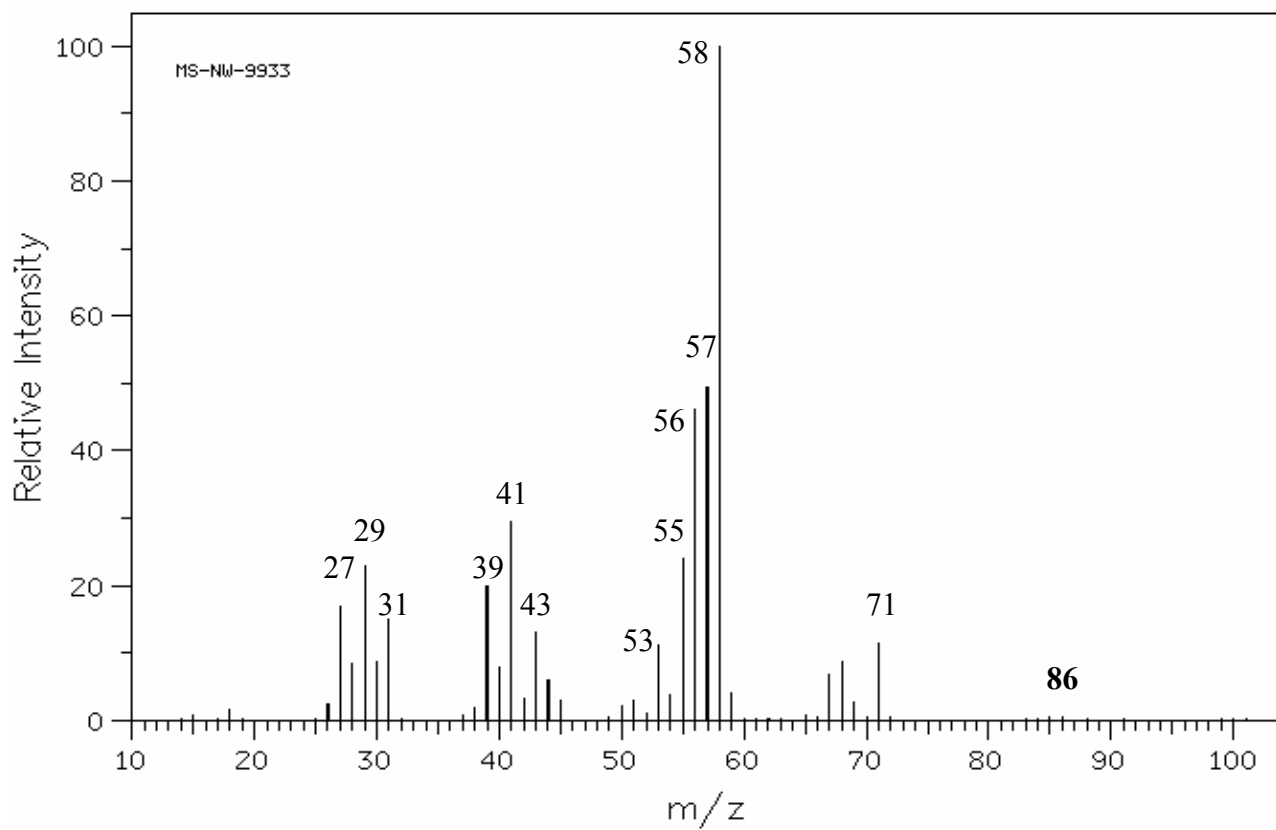
HSP-43-064

ppm

RMN-C13

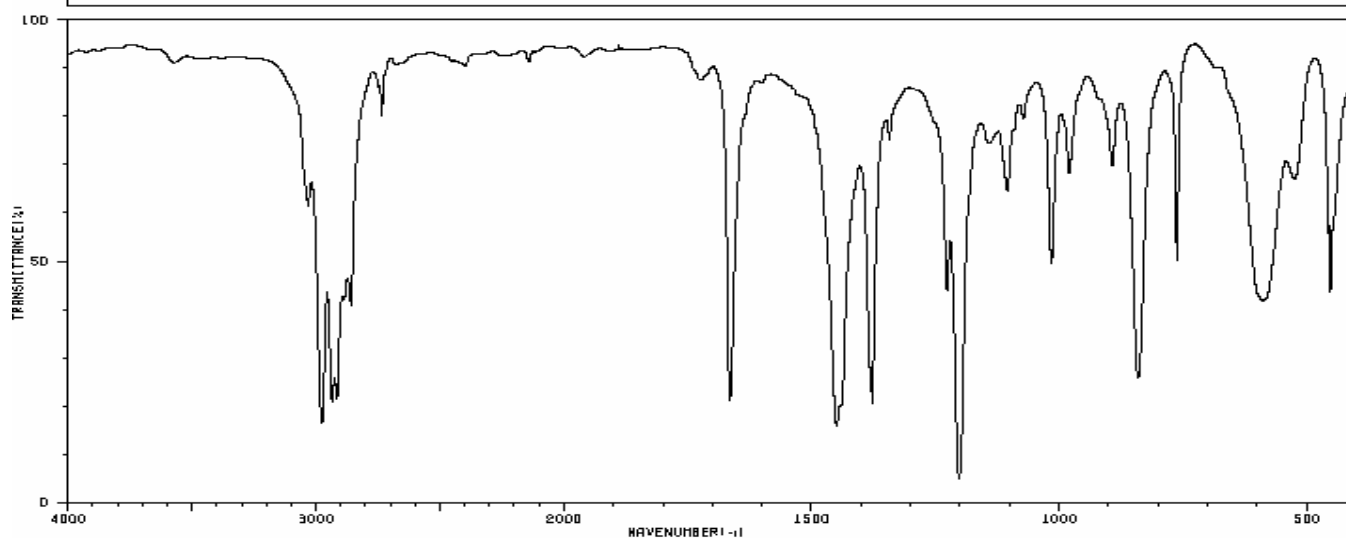


EM



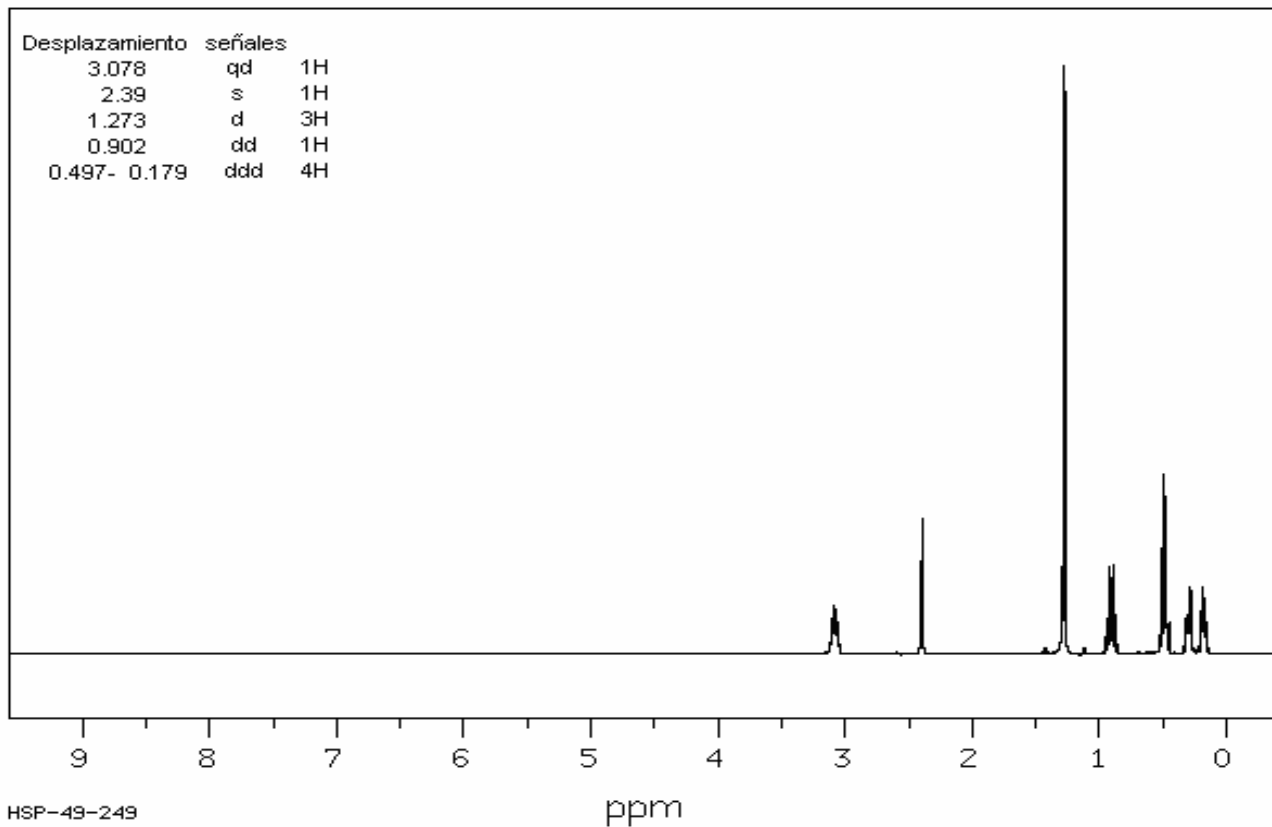
IR

HIT-NO=4055	SCORE= ()	SDBS-NO=10238	IR-NIDA-02559 : LIQUID FILM
-------------	------------	---------------	-----------------------------



3033	68	1723	84	1146	72	840	24
2975	16	1665	20	1139	72	763	49
2955	20	1450	15	1104	82	589	59
2916	20	1378	20	1072	77	525	64
2859	39	1343	72	1016	47	453	42
2747	84	1227	42	979	86		
2734	77	1202	4	893	66		

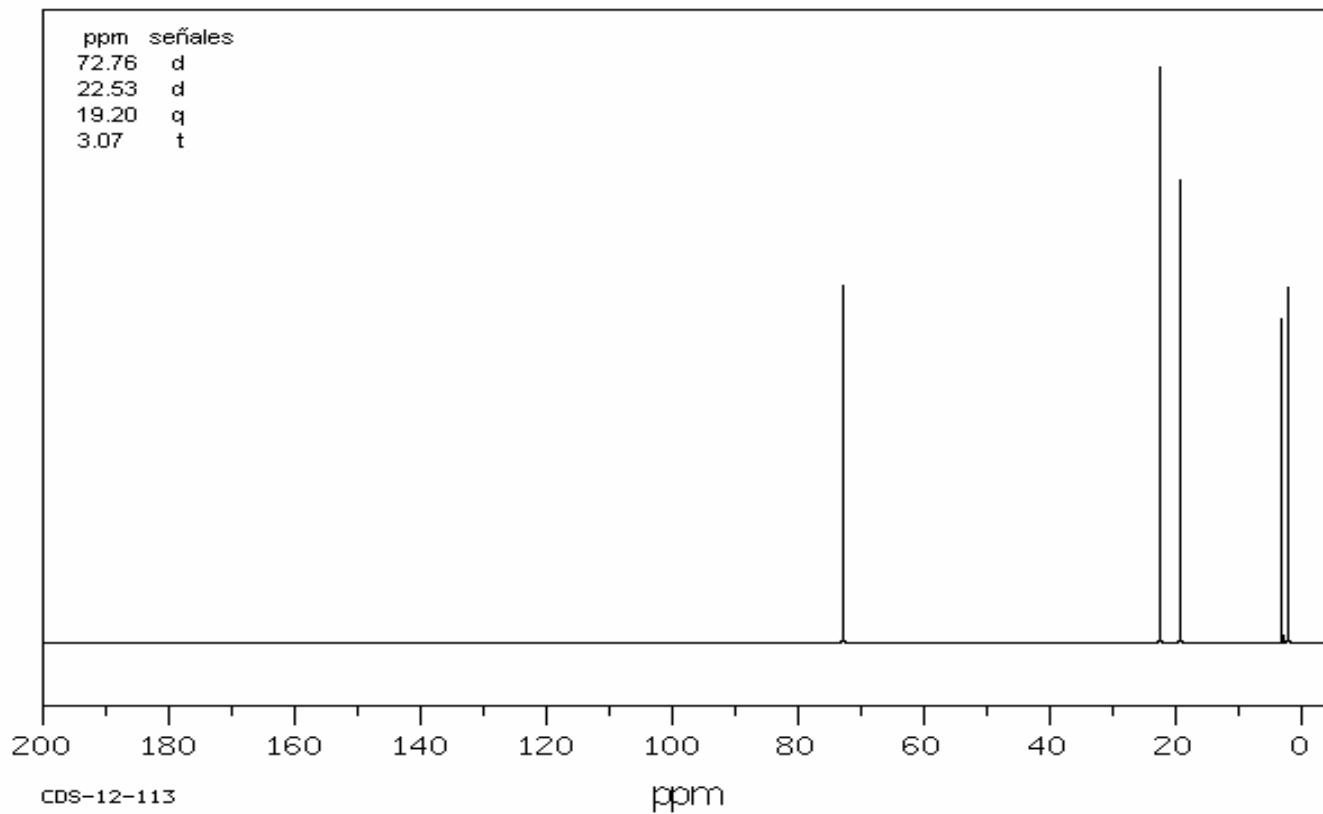
RMN-H1



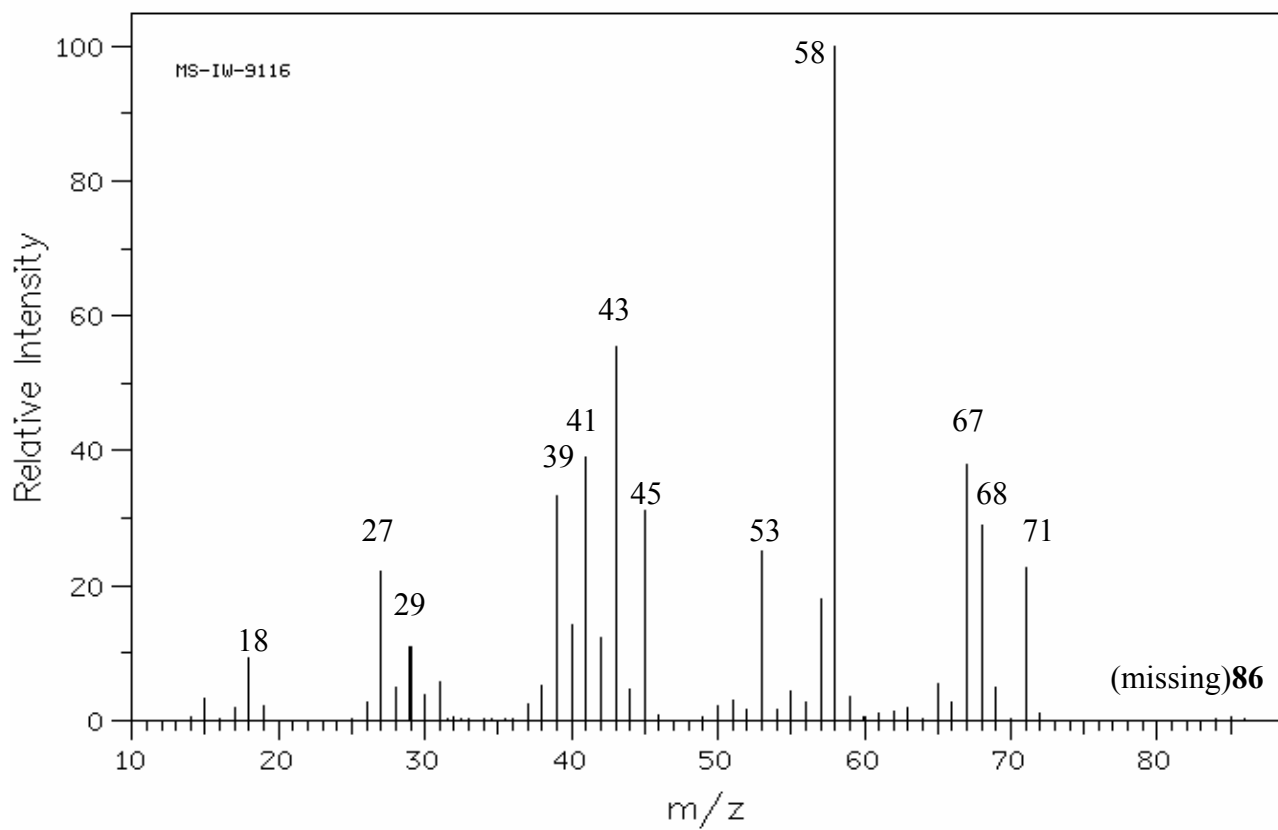
HSP-49-249

ppm

RMN-C13

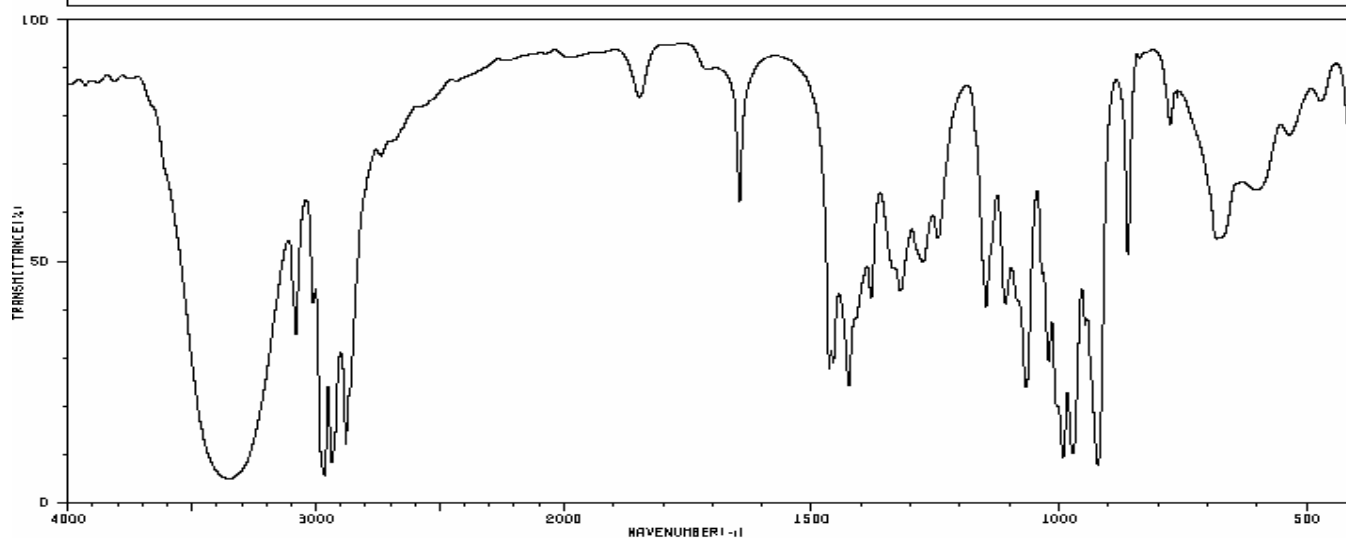


EM



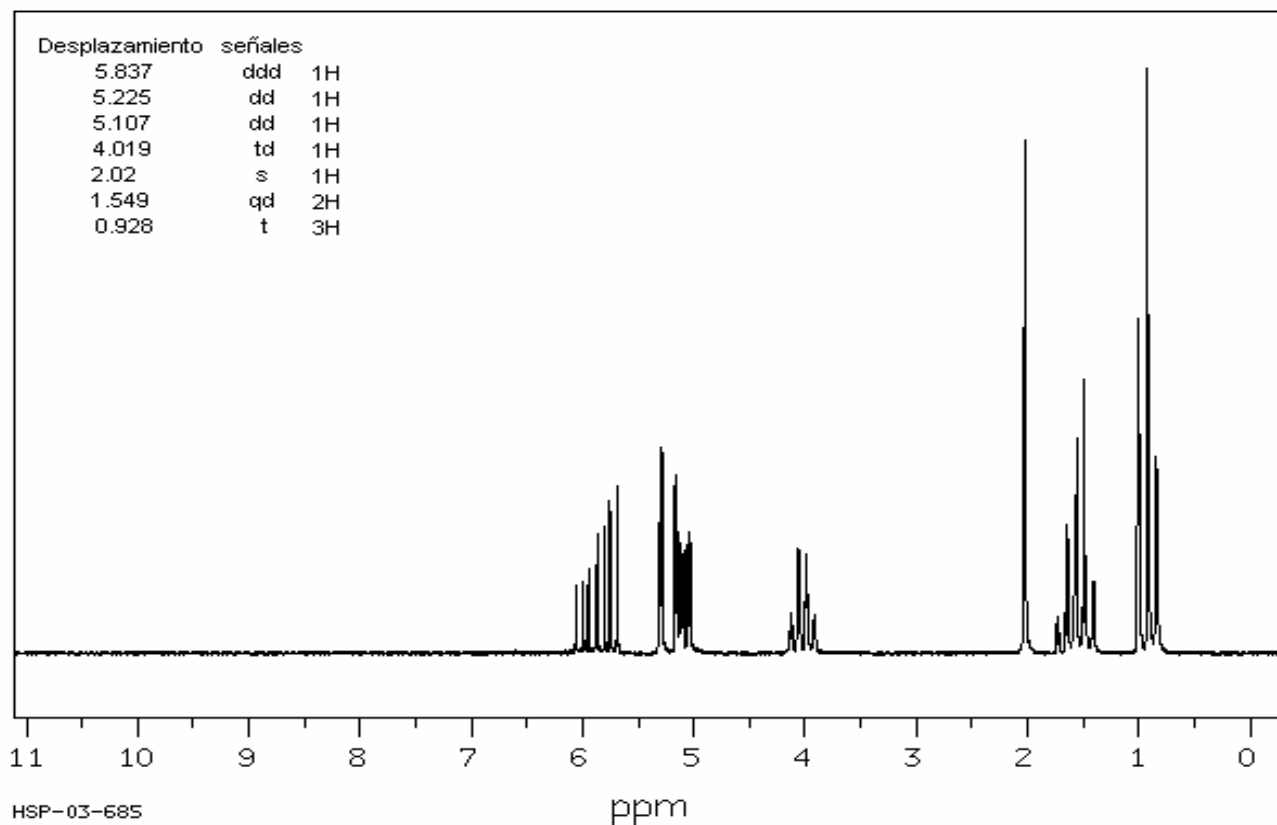
IR

HIT-NO=4804	SCORE= ()	SDBS-NO=13593	IR-NIDA-42324 : LIQUID FILM
-------------	------------	---------------	-----------------------------



3812	84	2738	68	1335	47	1021	28	776	74		
3352	4	1847	81	1320	42	1004	19	762	81		
3080	34	1645	60	1276	47	992	8	682	52		
3011	39	1465	26	1245	62	972	9	674	62		
2965	5	1456	27	1148	39	947	35	601	62		
2936	6	1425	29	1106	39	921	7	535	72		
2879	11	1380	41	1066	23	861	48	471	79		

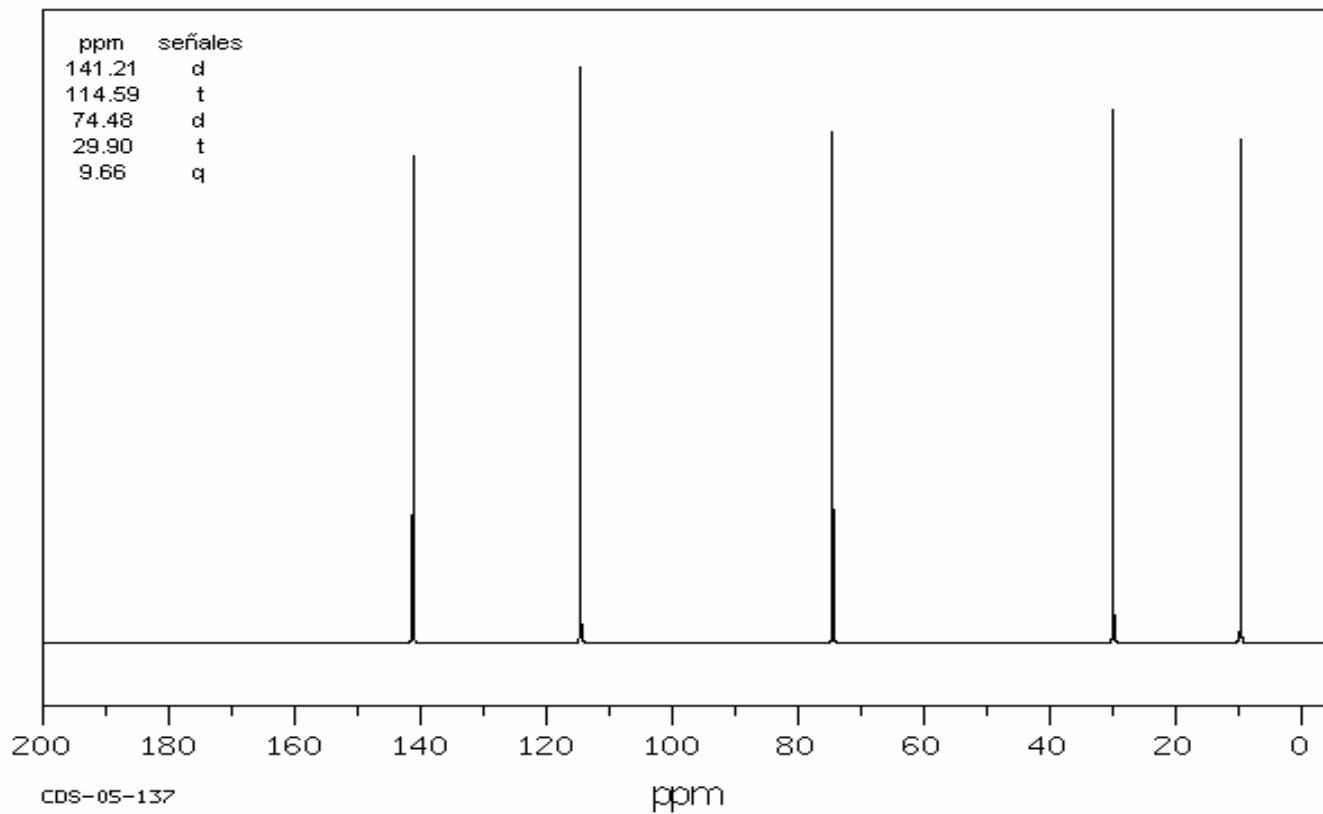
RMN-H1



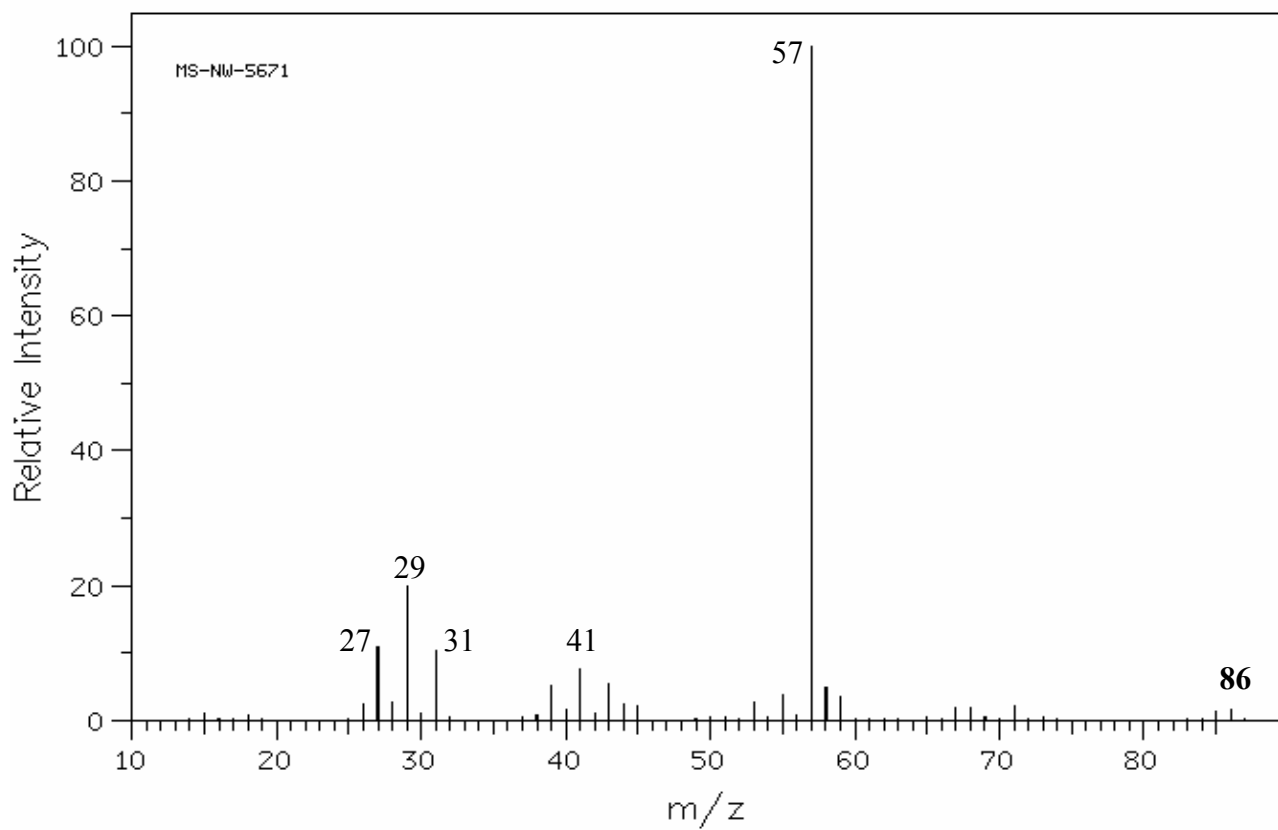
HSP-03-685

ppm

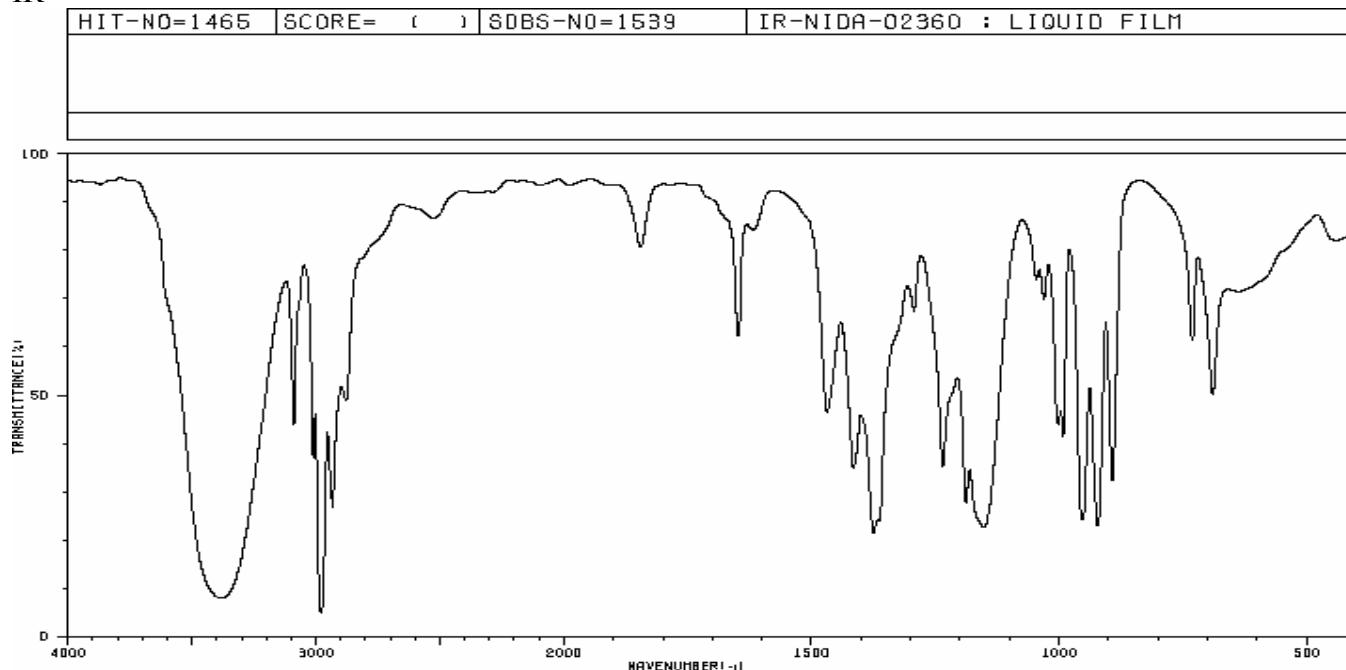
RMN-C13



EM

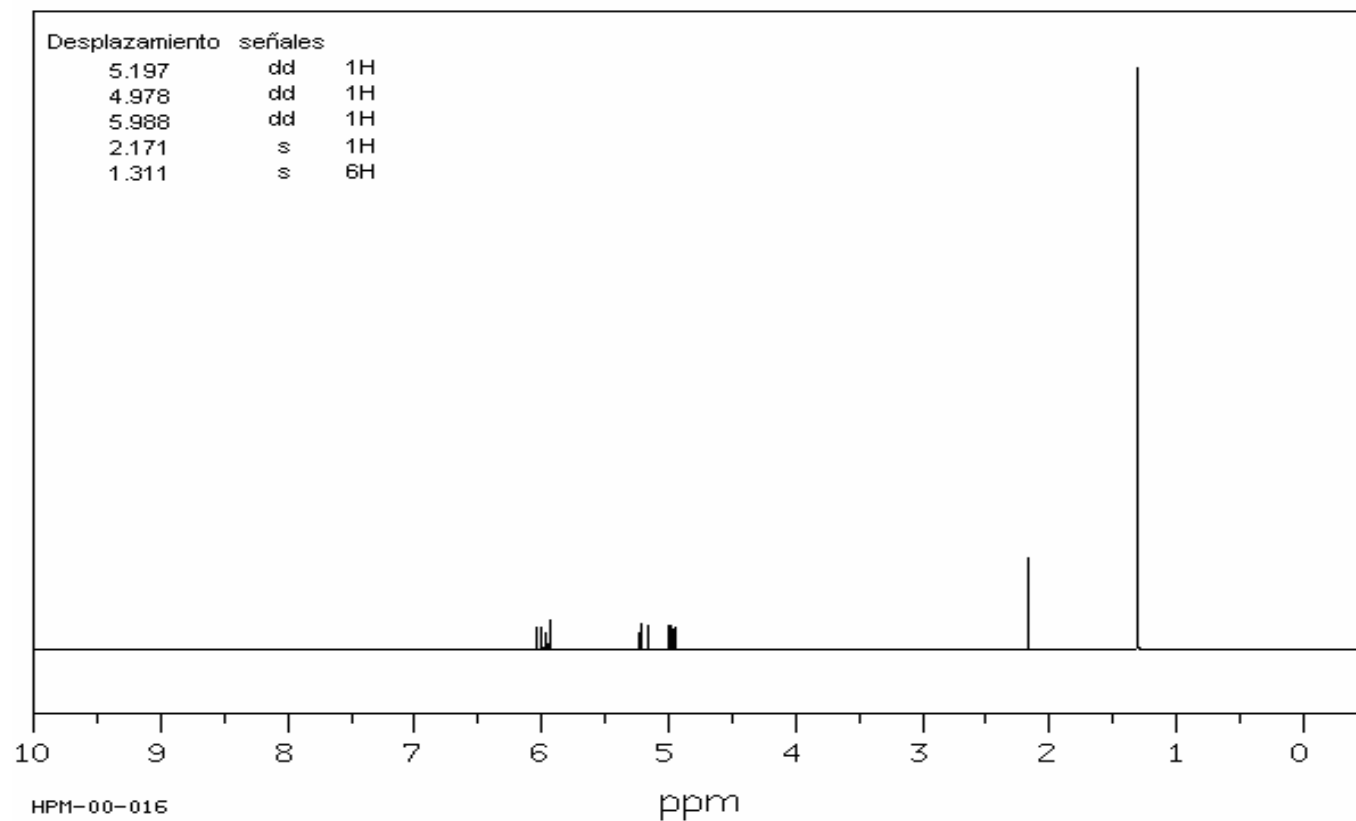


IR

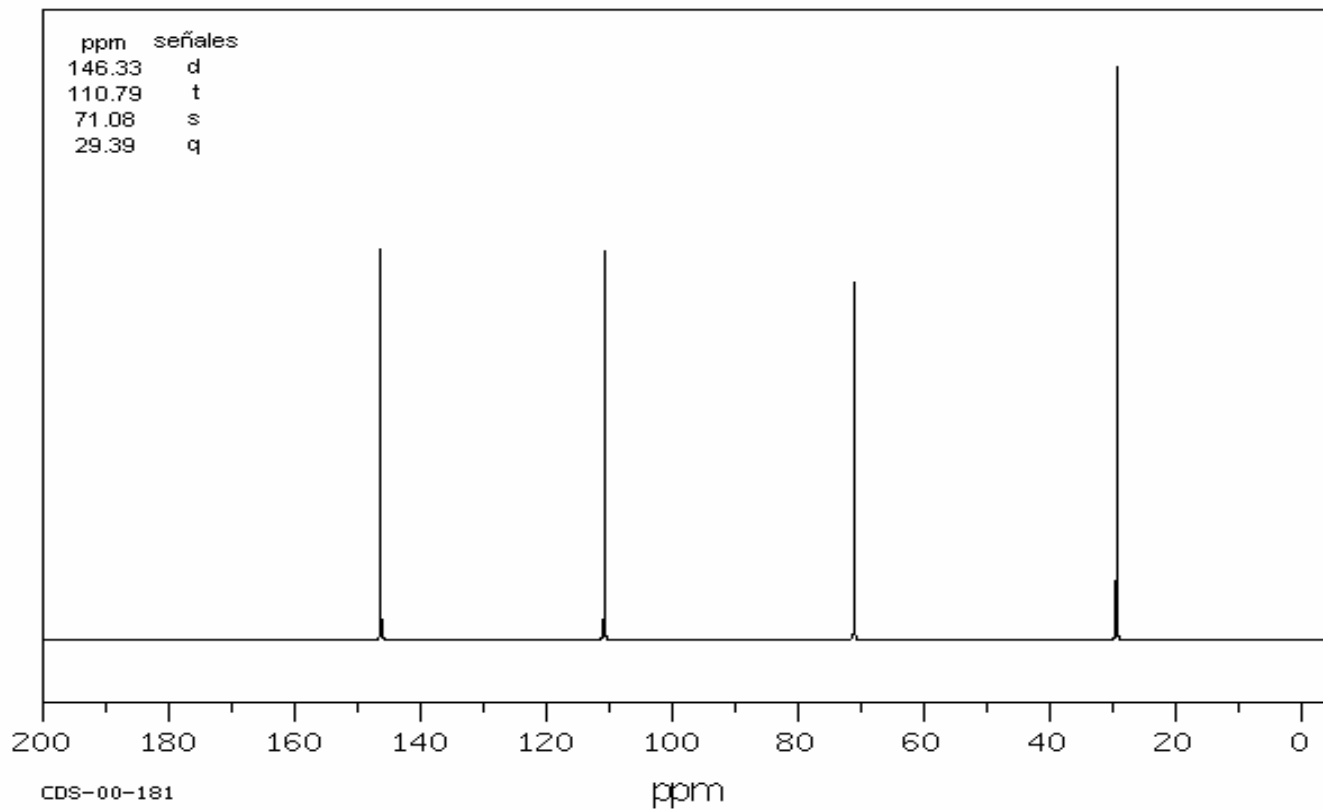


3390	7	2532	84	1375	20	1031	68	690	49		
3380	7	2522	84	1364	23	1002	42	439	79		
3089	42	1645	77	1293	84	992	59				
3011	36	1649	60	1235	34	952	29				
2979	4	1618	81	1188	26	922	21				
2933	26	1469	44	1153	21	893	31				
2879	47	1416	39	1047	70	731	58				

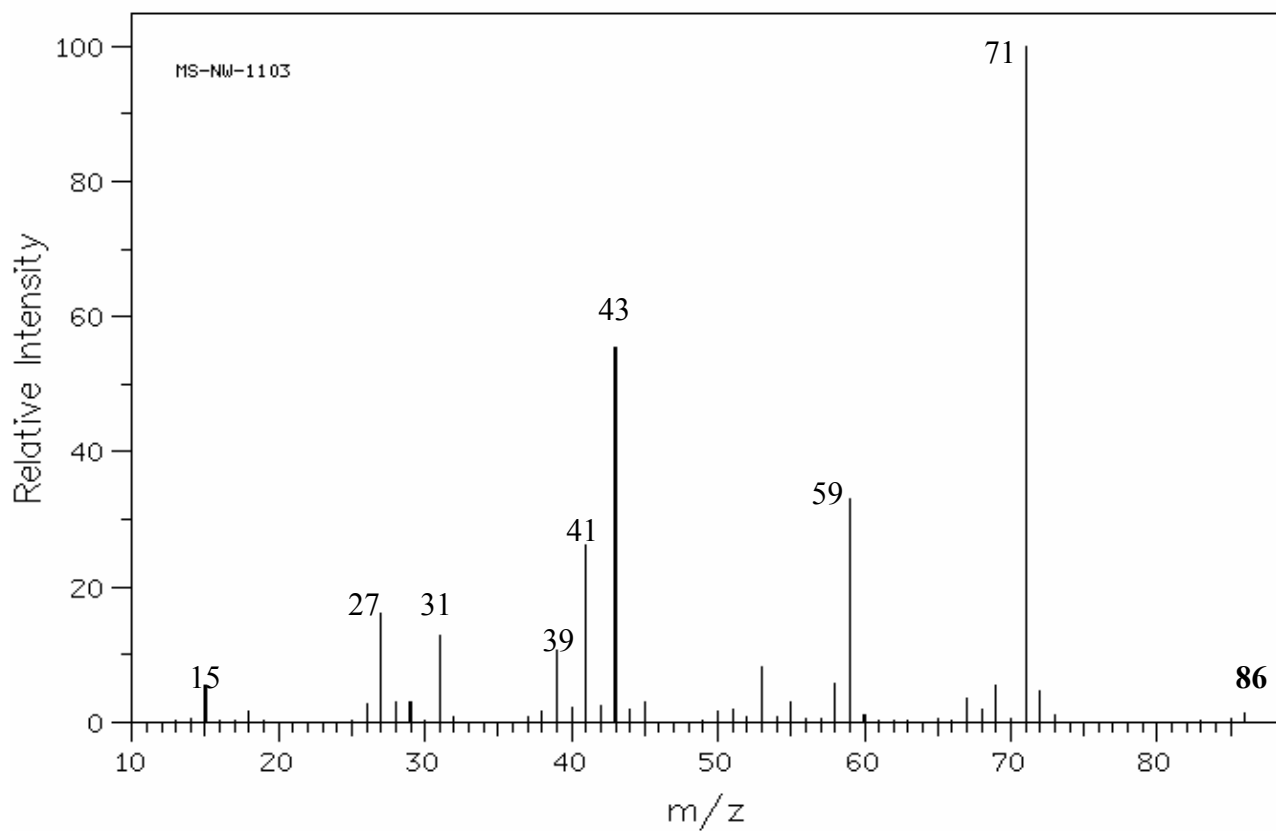
RMN-H1



RMN-C13

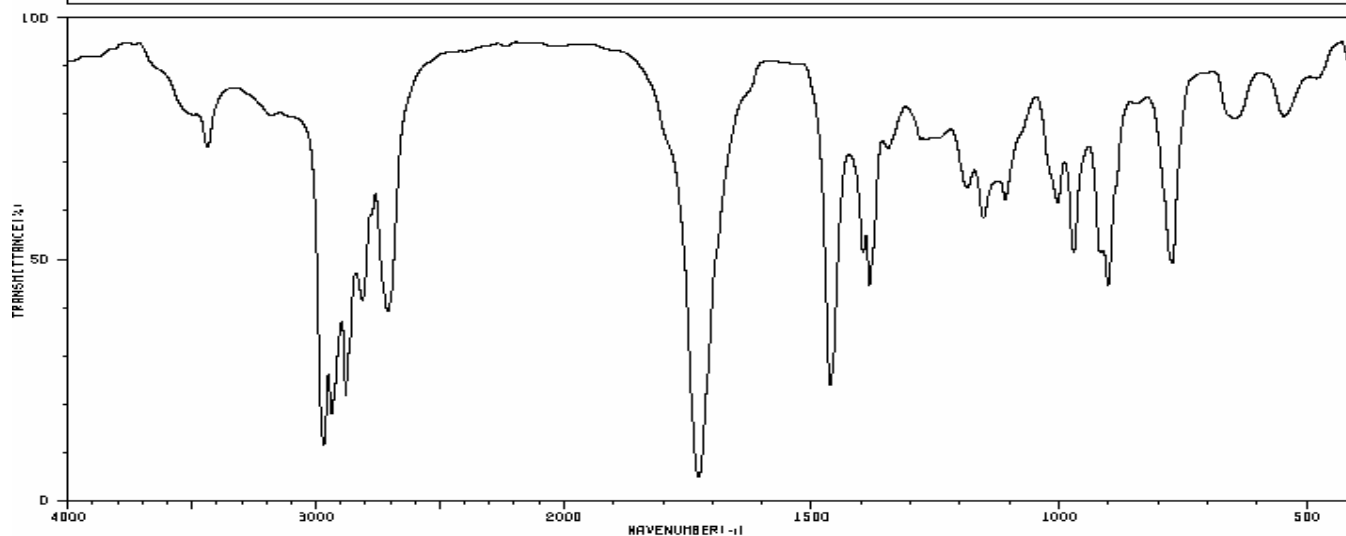


EM

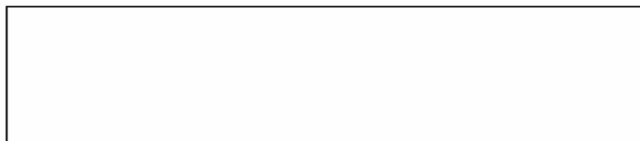


IR

HIT-NO=2069	SCORE= ()	SDBS-NO=2831	IR-NIDA-09292 : LIQUID FILM
-------------	------------	--------------	-----------------------------



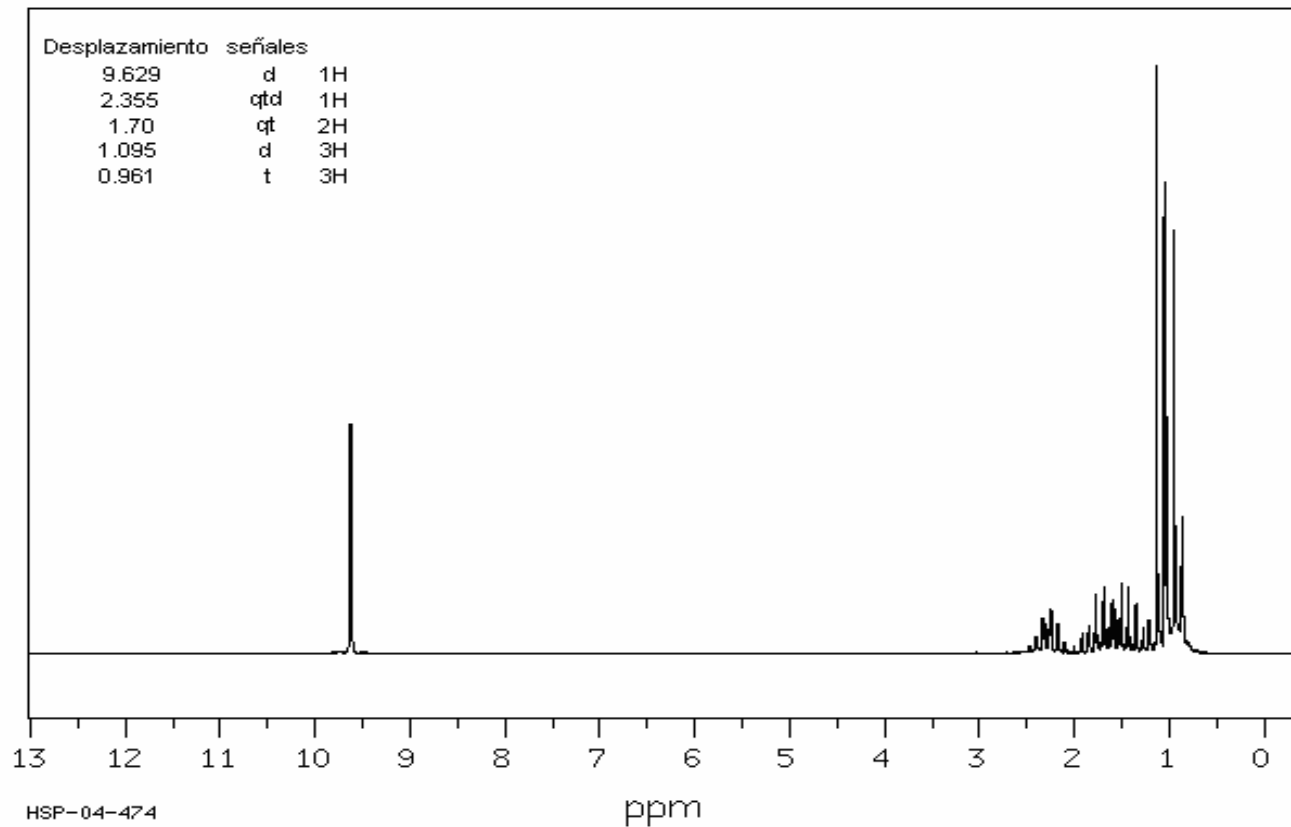
3437	70	1452	23	1003	68
2968	10	1396	49	970	49
2357	17	1383	42	916	49
2080	20	1345	70	901	43
2811	39	1186	62	772	47
2711	37	1153	57	645	77
1728	4	1109	60	645	77



RMN-H1

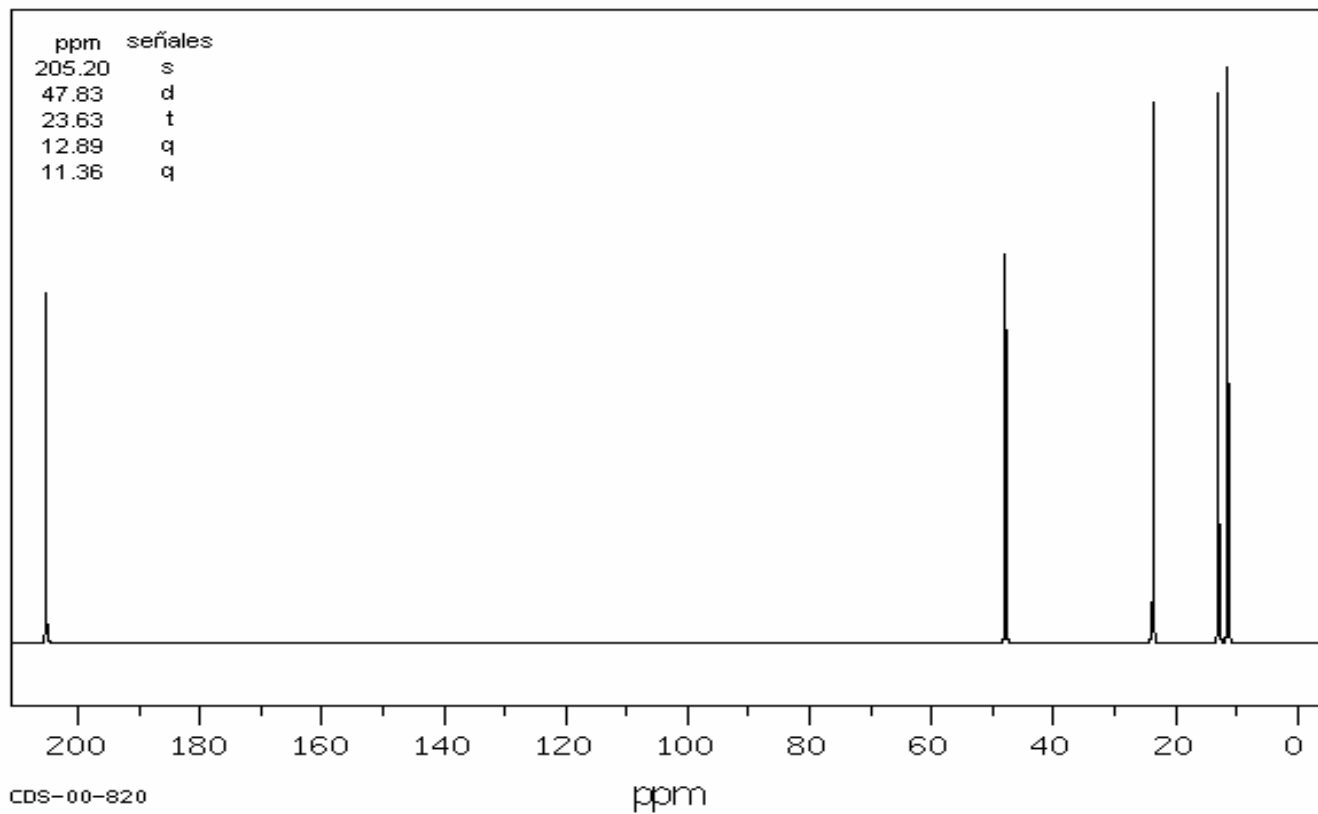
Desplazamiento señales

9.629	d	1H
2.355	qtd	1H
1.70	qt	2H
1.095	d	3H
0.961	t	3H

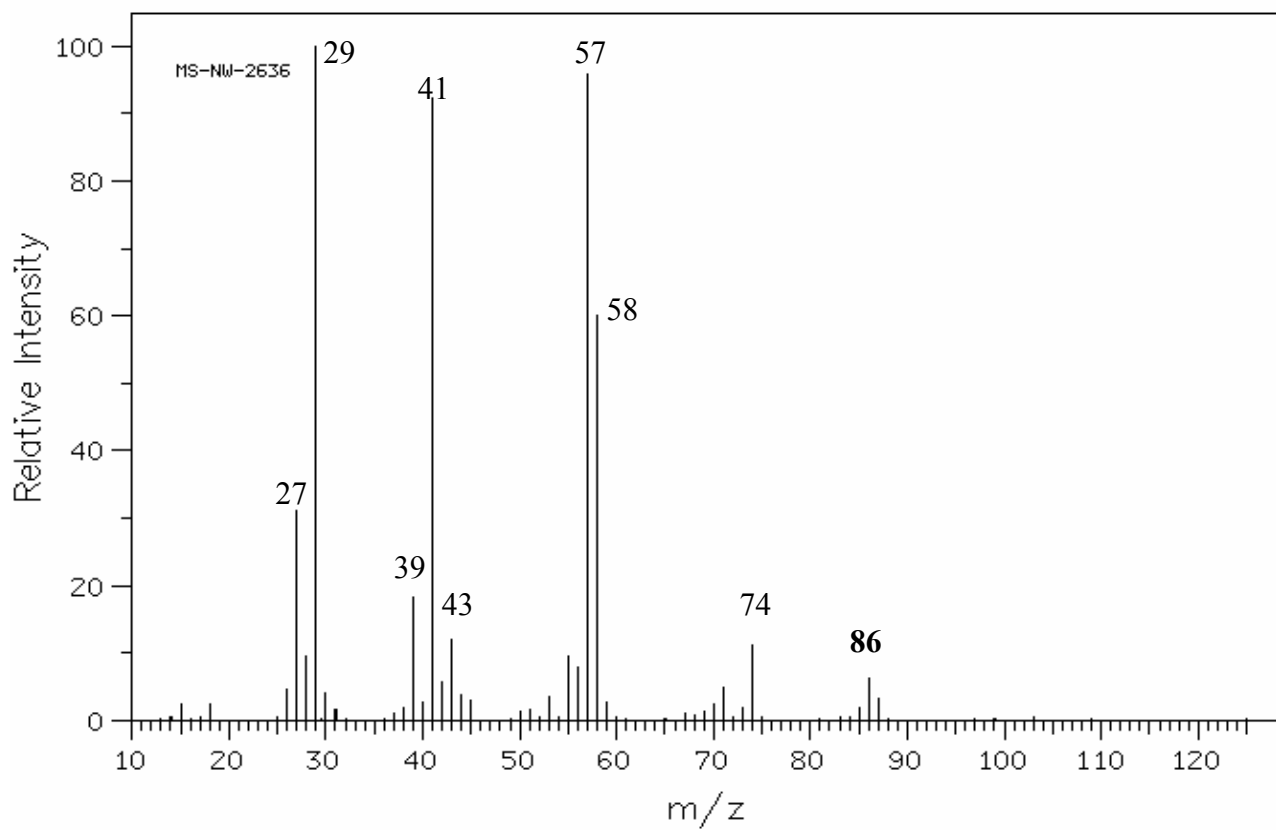


HSP-04-474

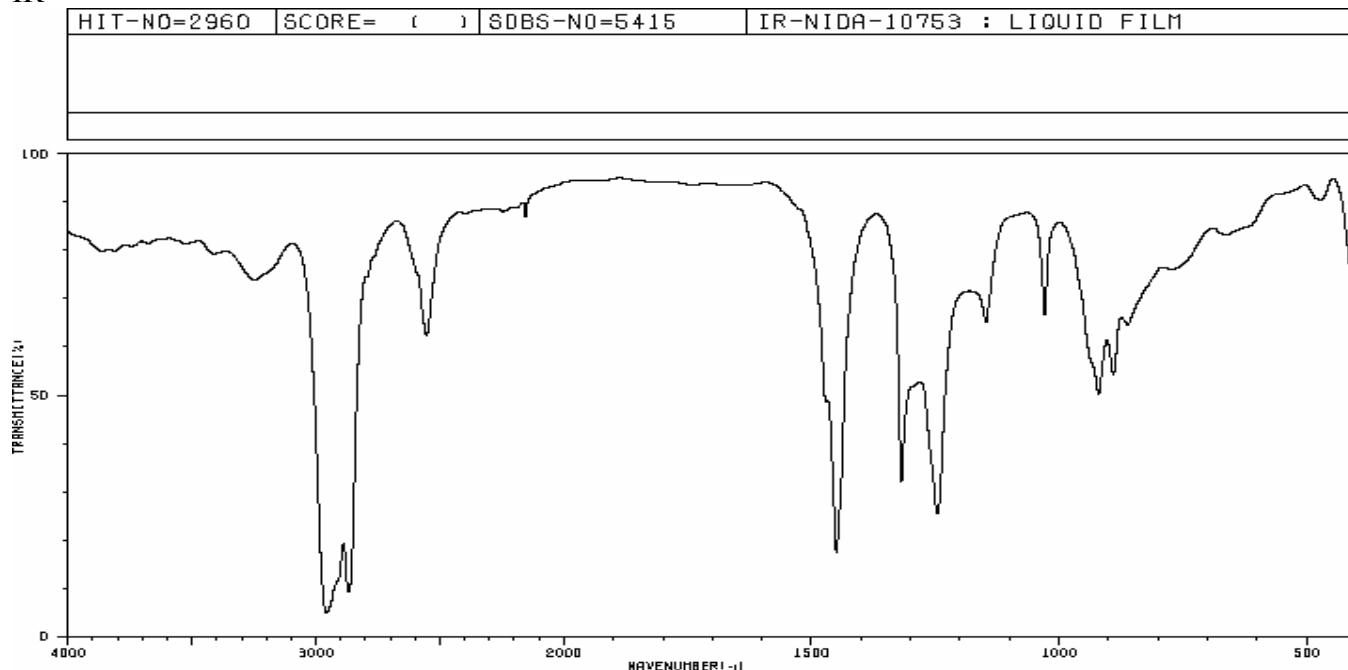
RMN-C13



EM

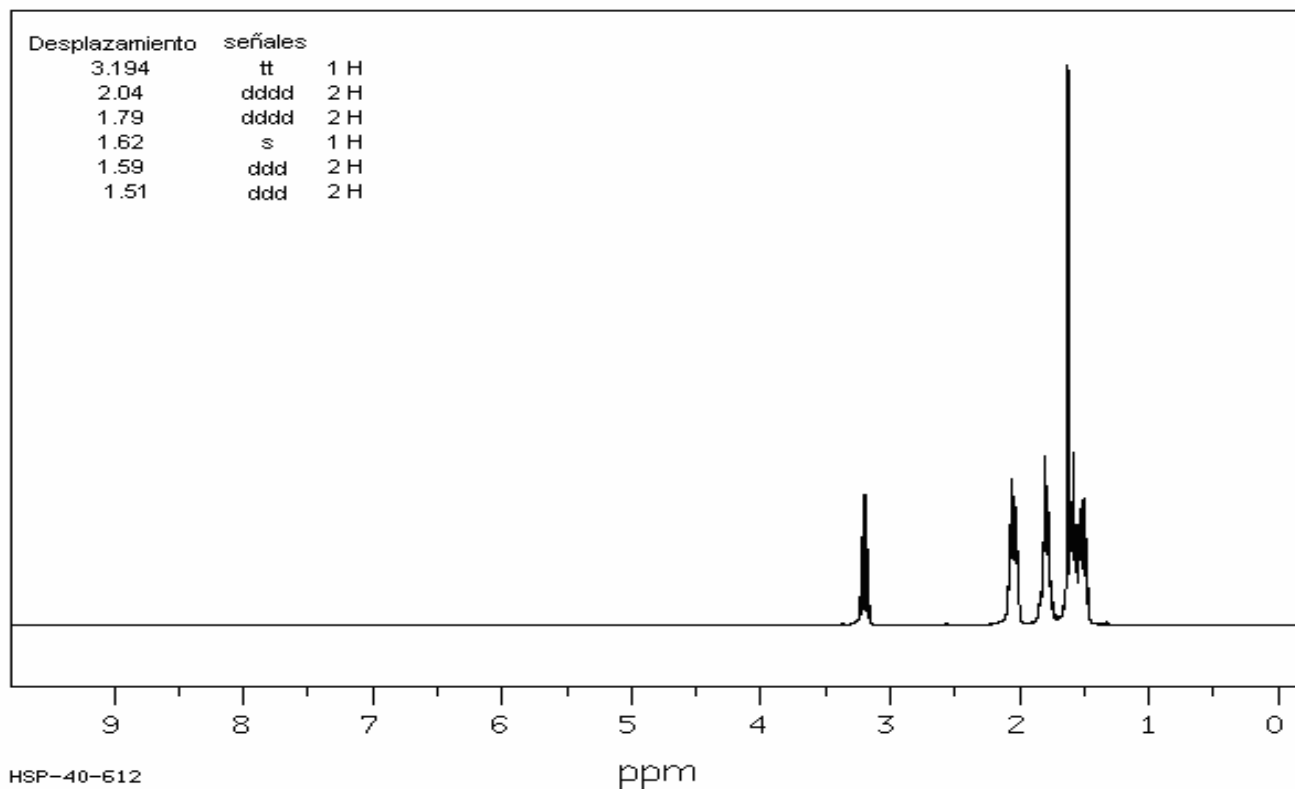


IR

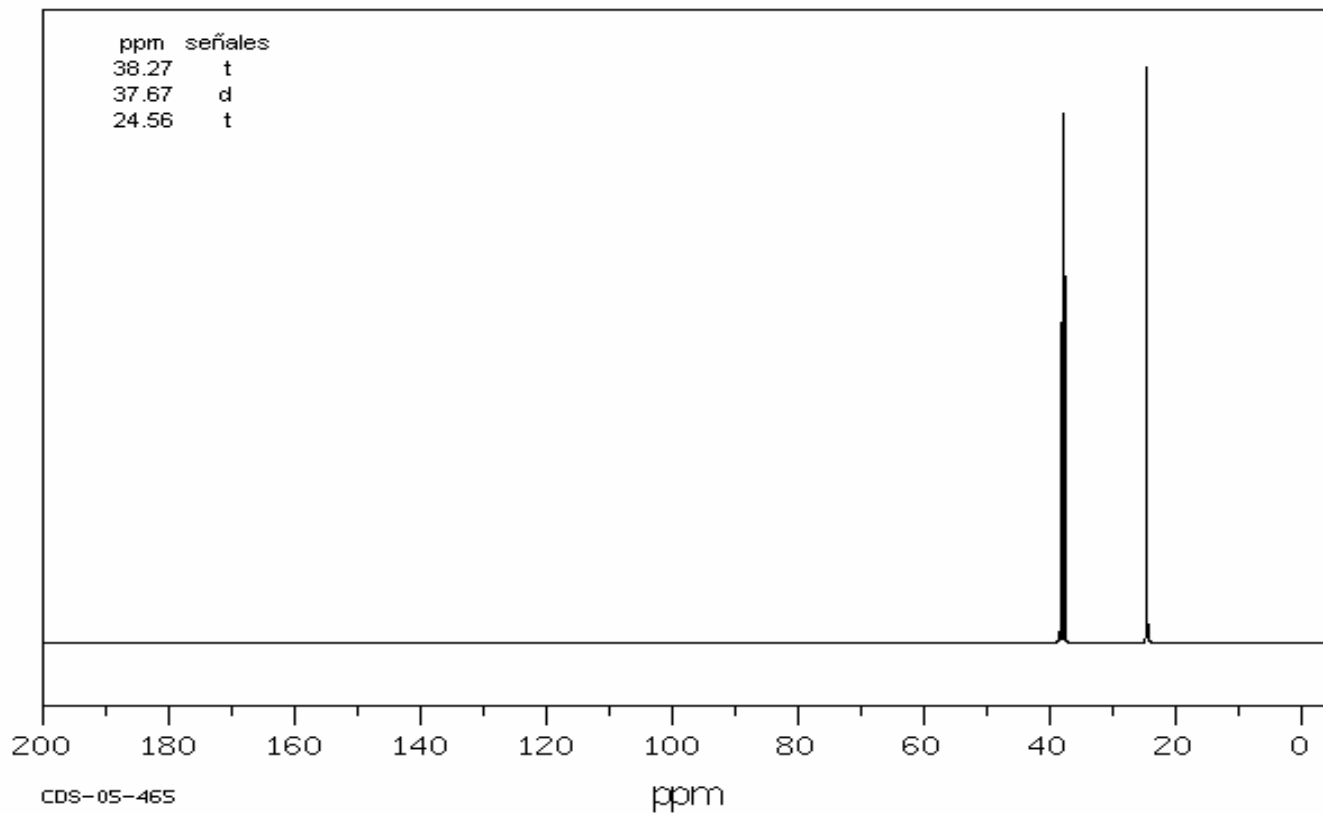


3245	70	1246	24
2957	4	1148	62
2870	6	1029	64
2564	60	920	47
2155	84	890	52
1450	16	862	62
1319	31	663	79

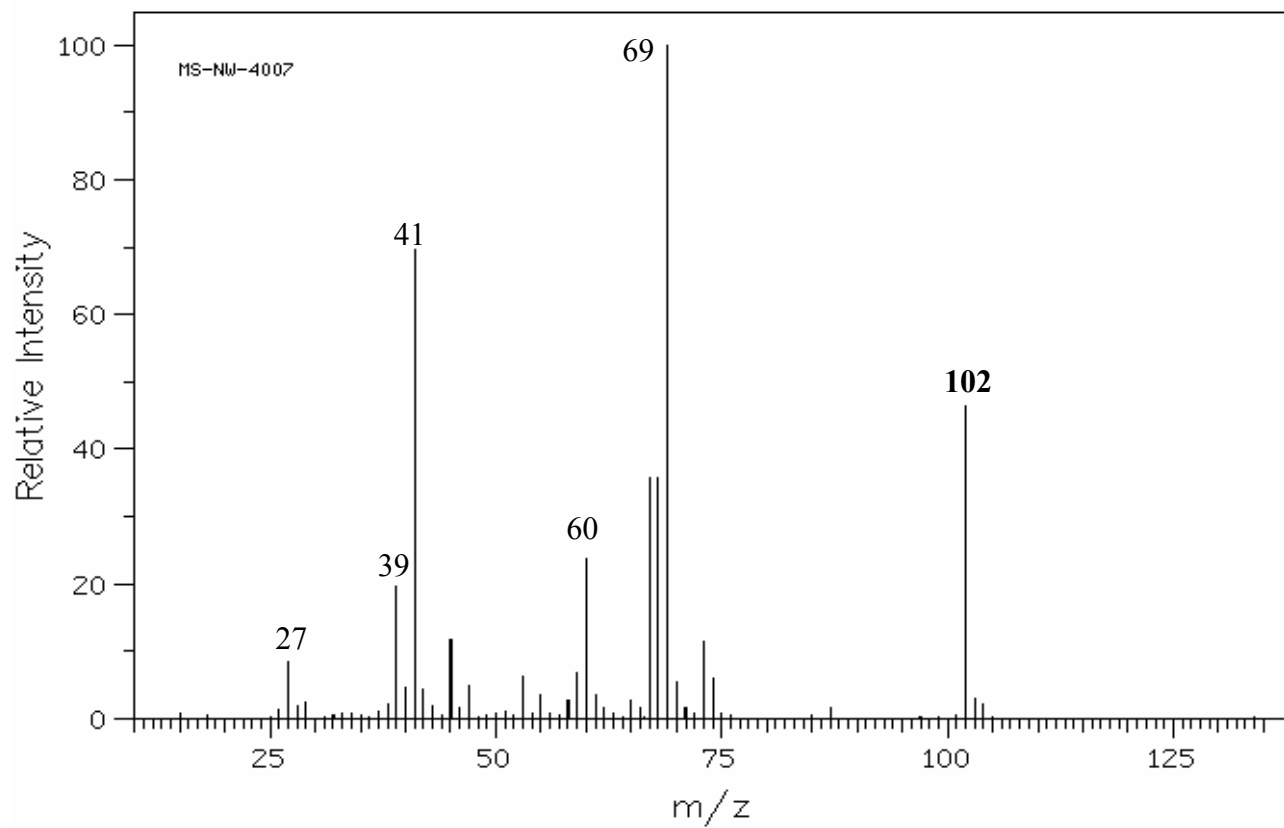
RMN-H1



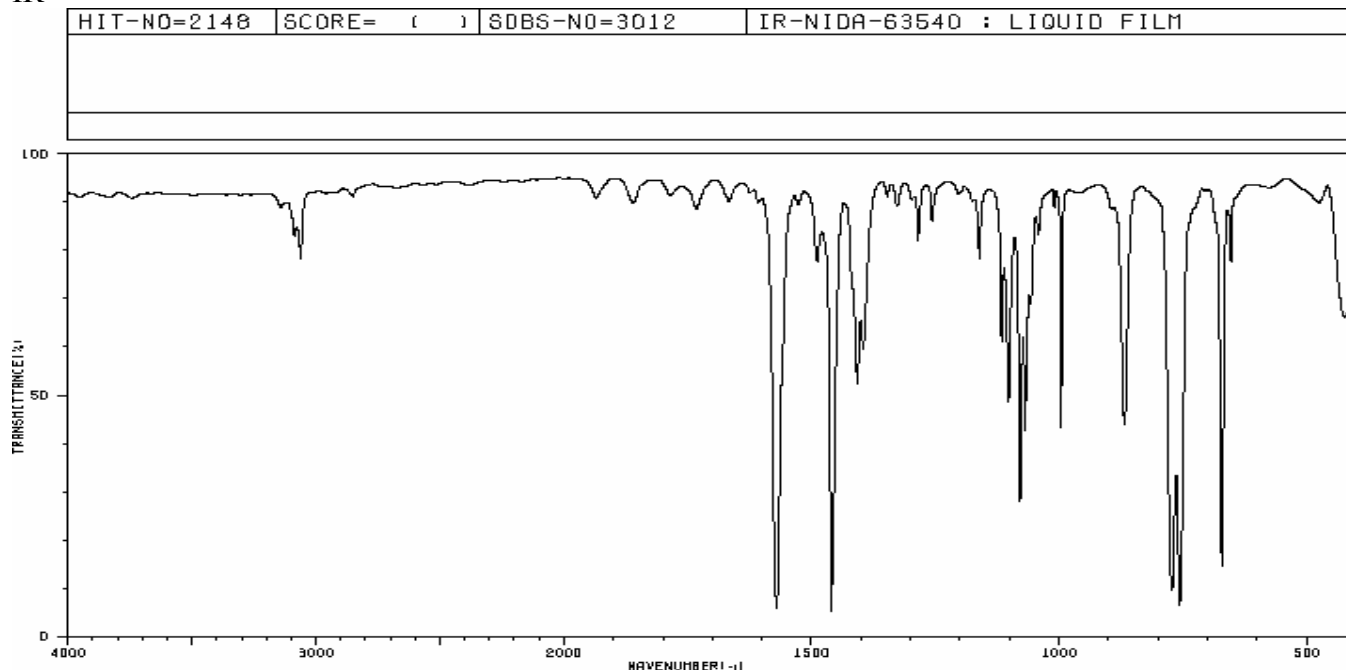
RMN-C13



EM

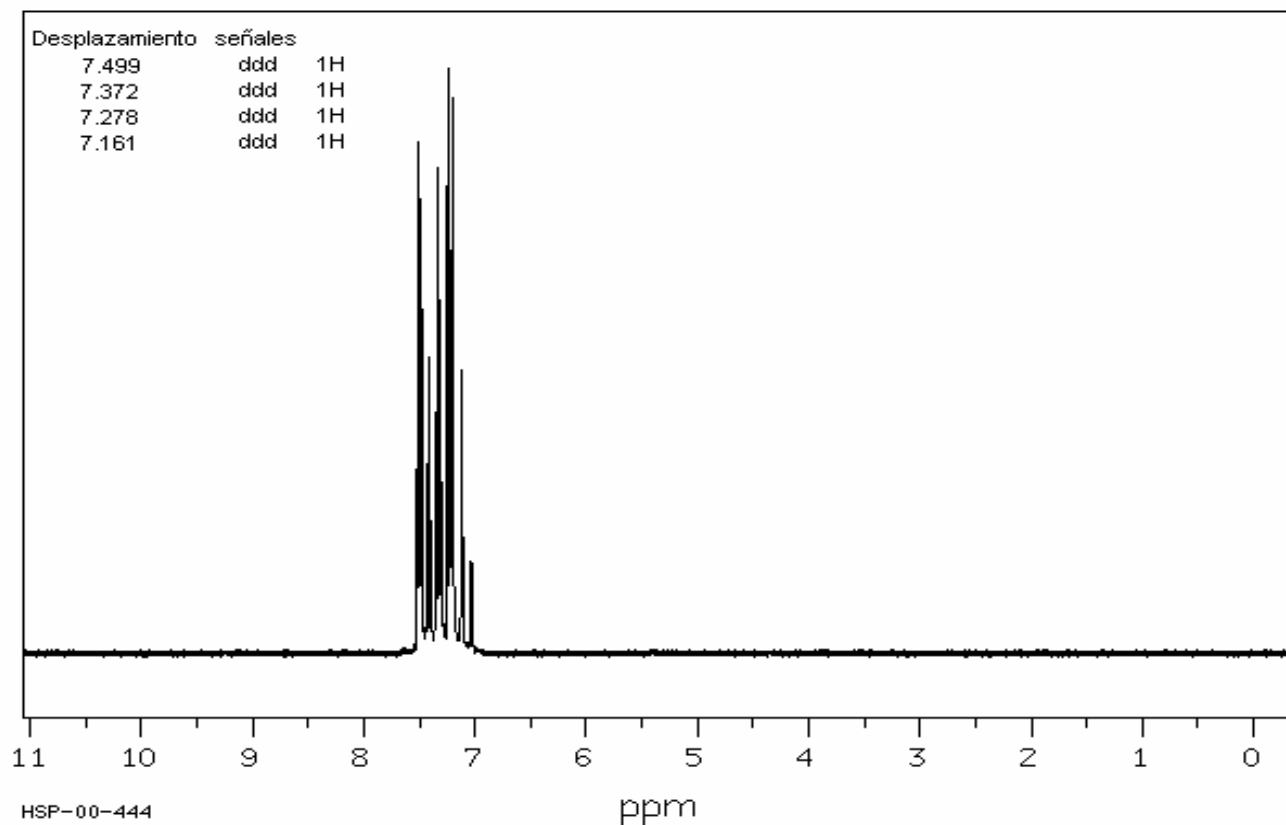


IR

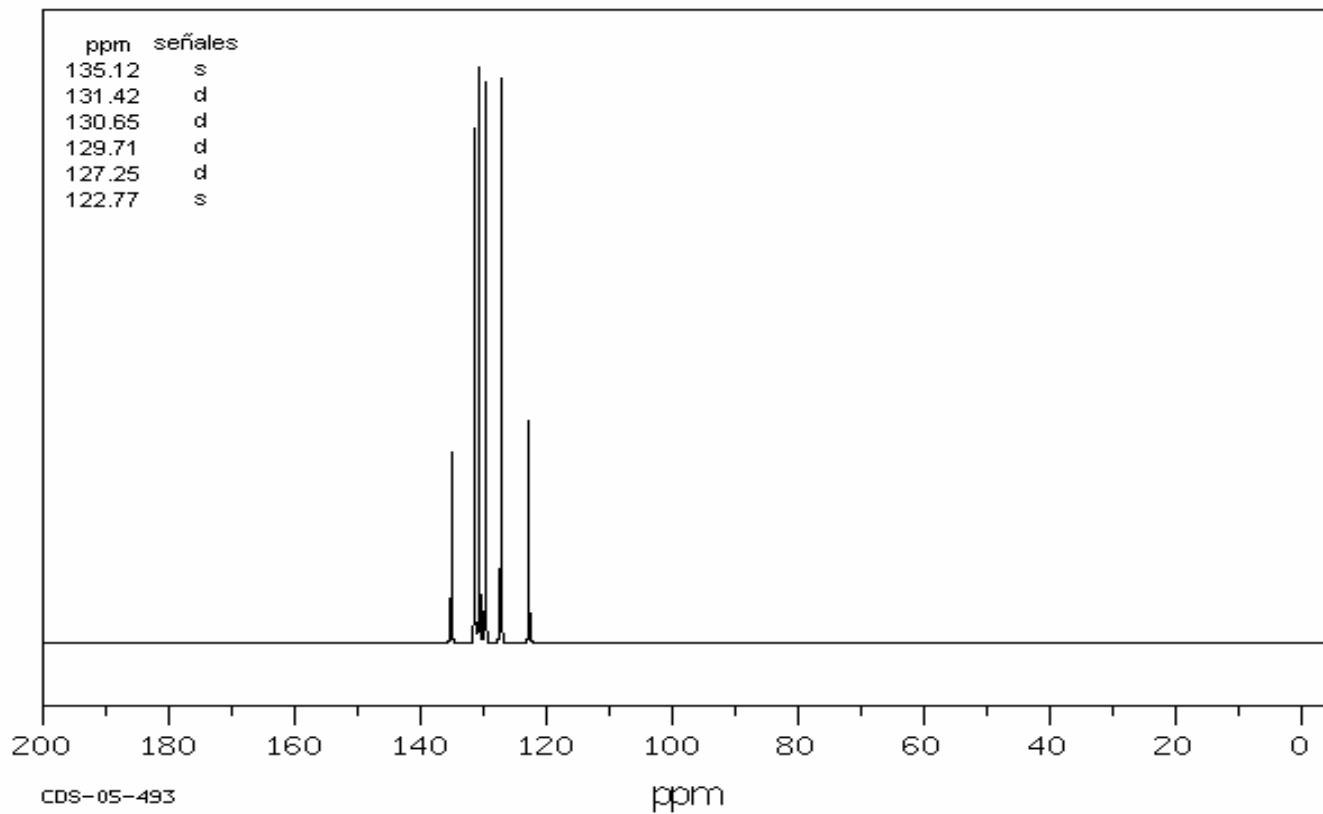


3143	84	1489	74	1162	74	1010	86	476	86
3087	79	1460	4	1116	58	996	41		
3062	74	1408	50	1102	46	868	42		
1861	86	1396	67	1079	26	772	9		
1732	84	1327	86	1069	41	757	6		
1571	5	1285	79	1057	86	672	13		
1528	86	1257	81	1042	79	653	74		

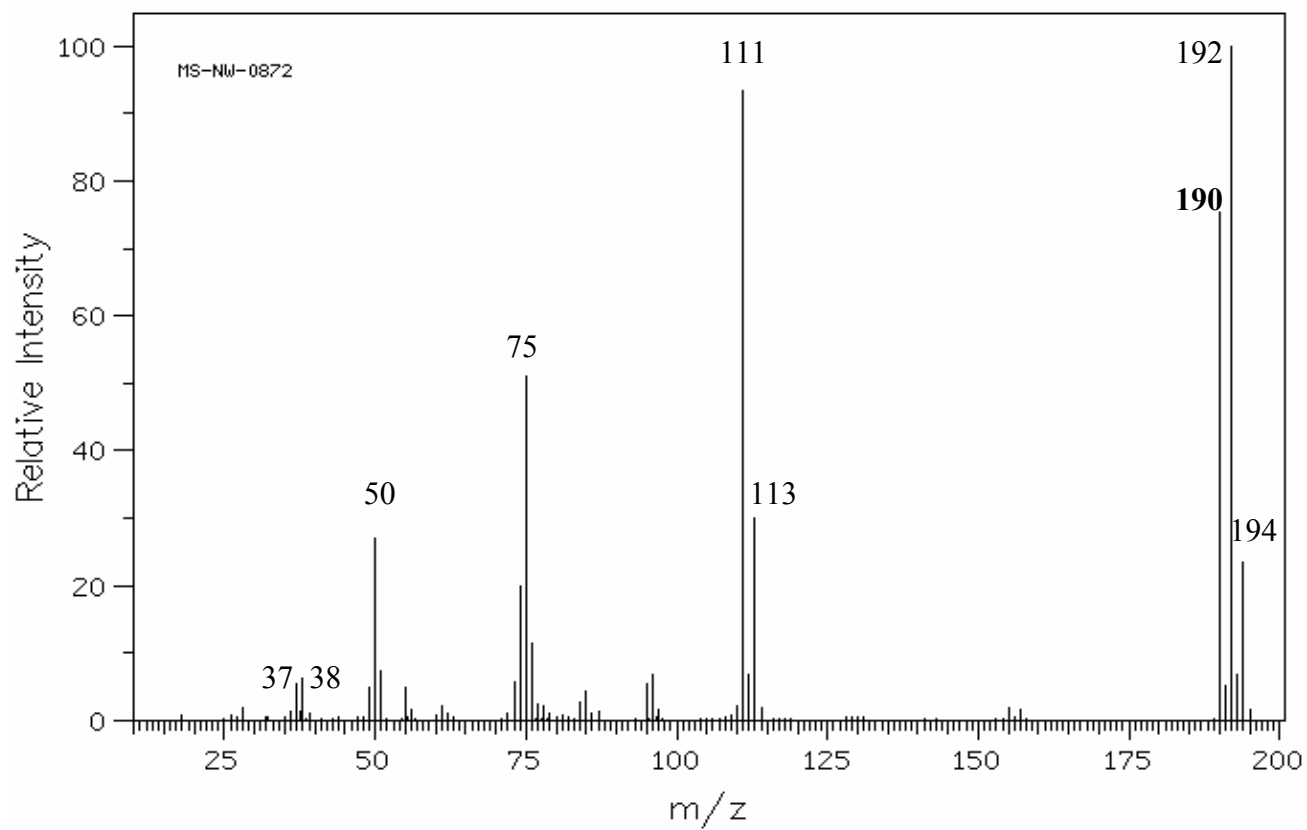
RMN-H1



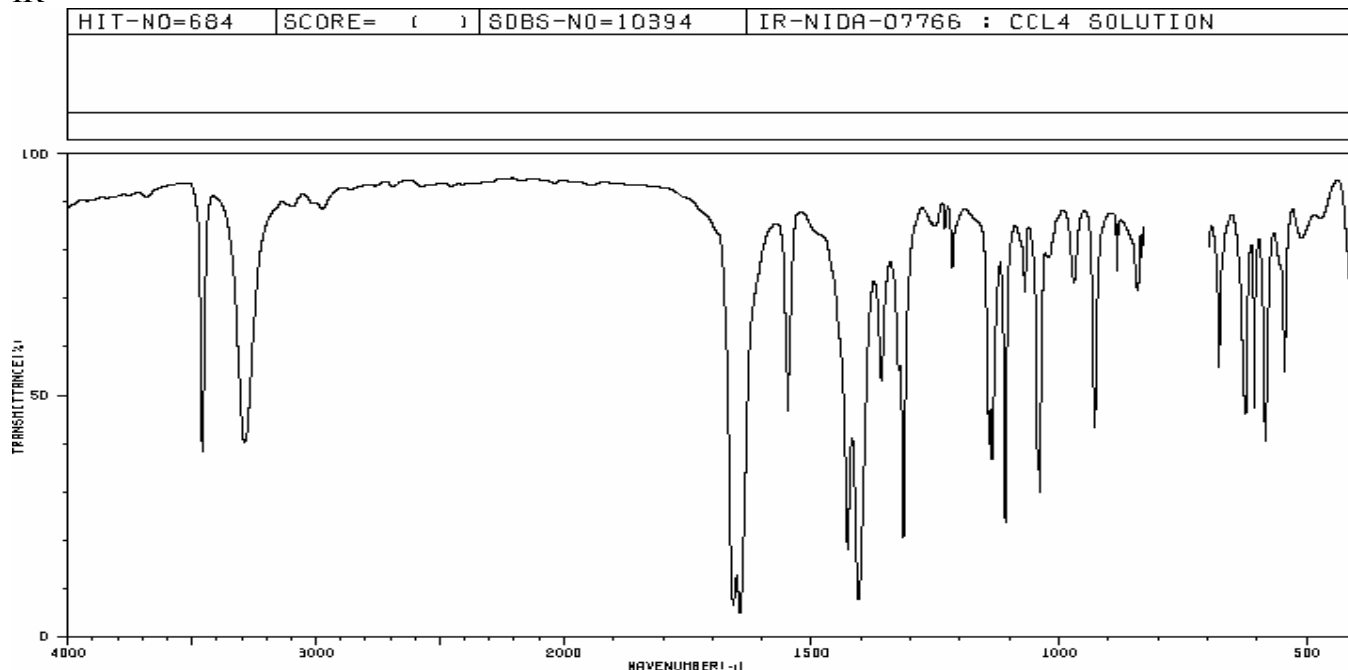
RMN-C13



EM

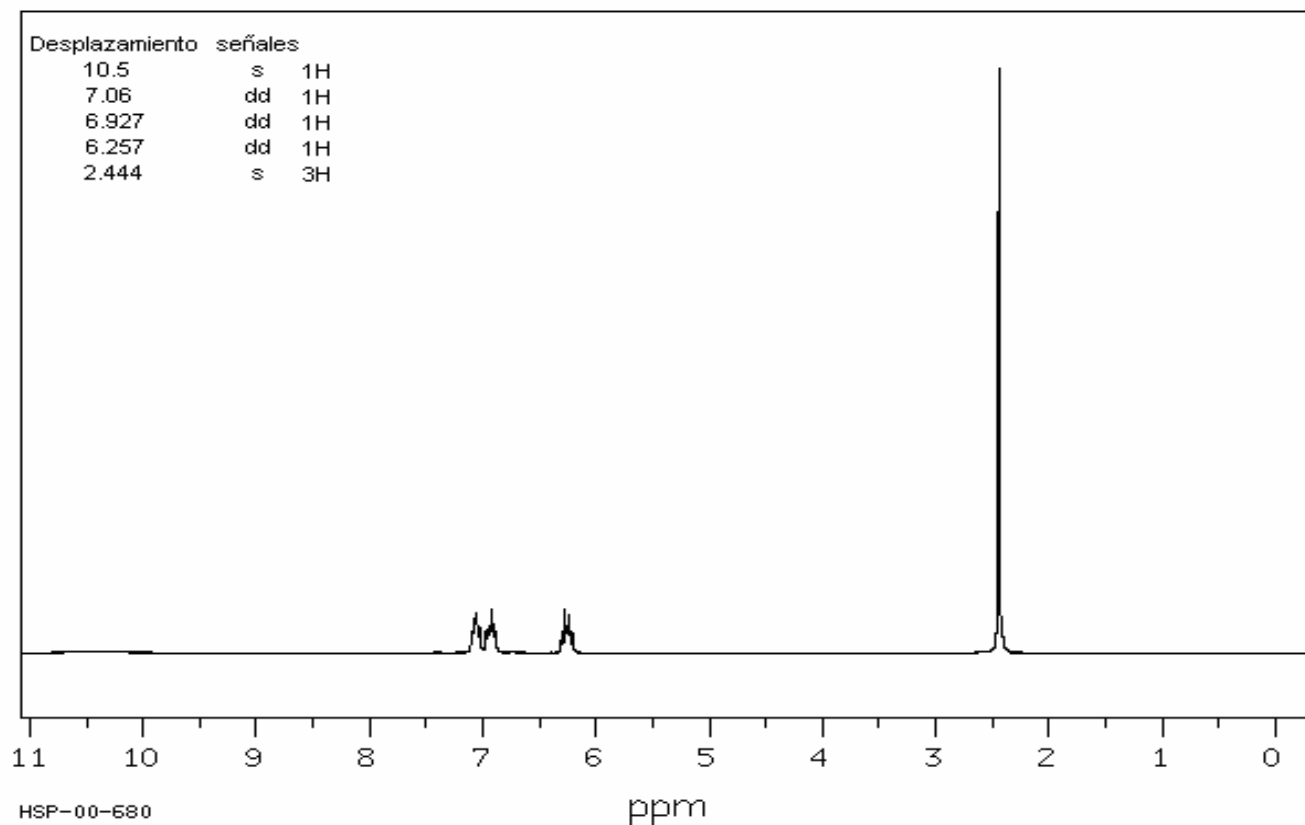


IR

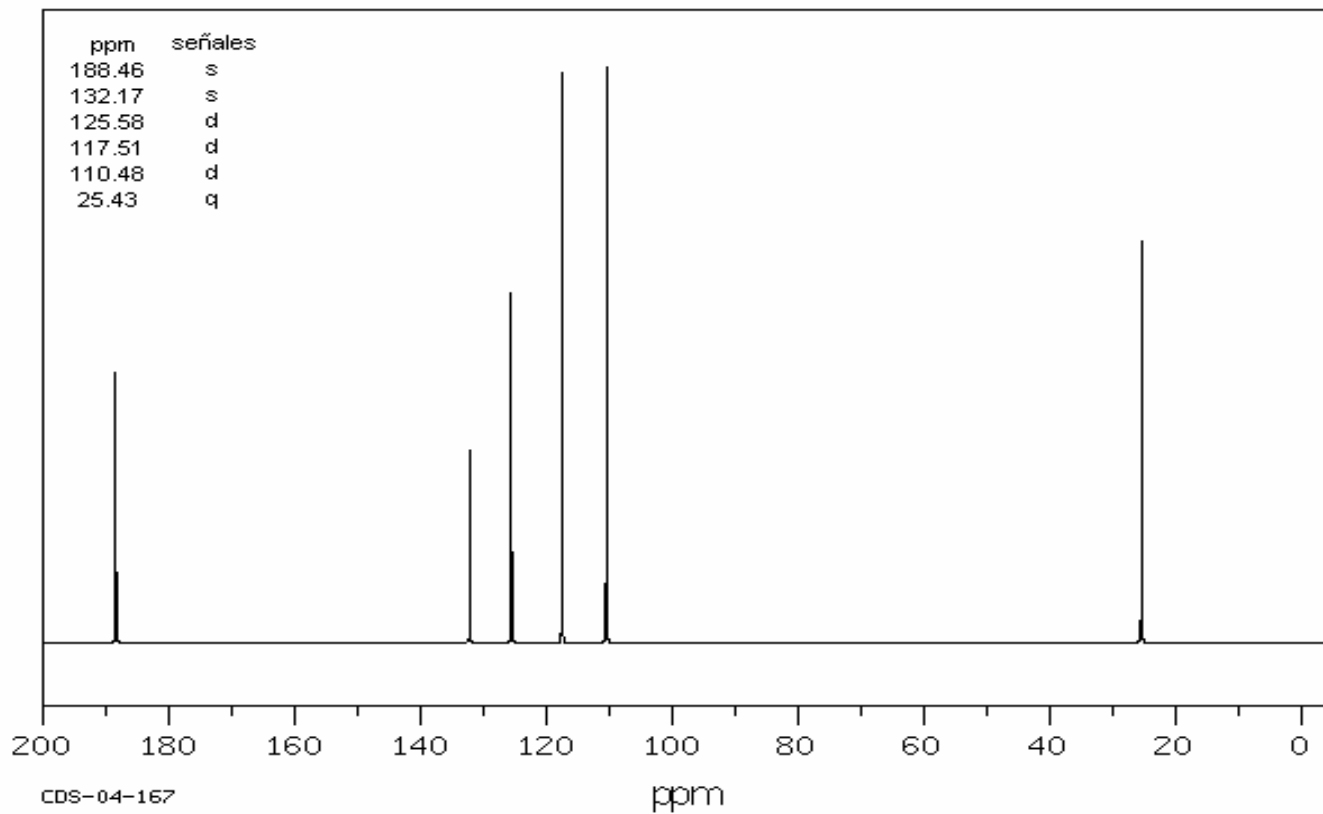


3458	36	1648	44	1251	81	1039	28	677	53
3288	38	1427	17	1231	81	970	70	624	44
3093	86	1408	7	1216	72	928	42	606	46
2974	84	1369	50	1142	38	883	72	684	38
1658	6	1324	53	1136	35	841	68	545	52
1645	4	1315	20	1109	22	835	77	512	79
1654	64	1257	81	1069	68	829	81		

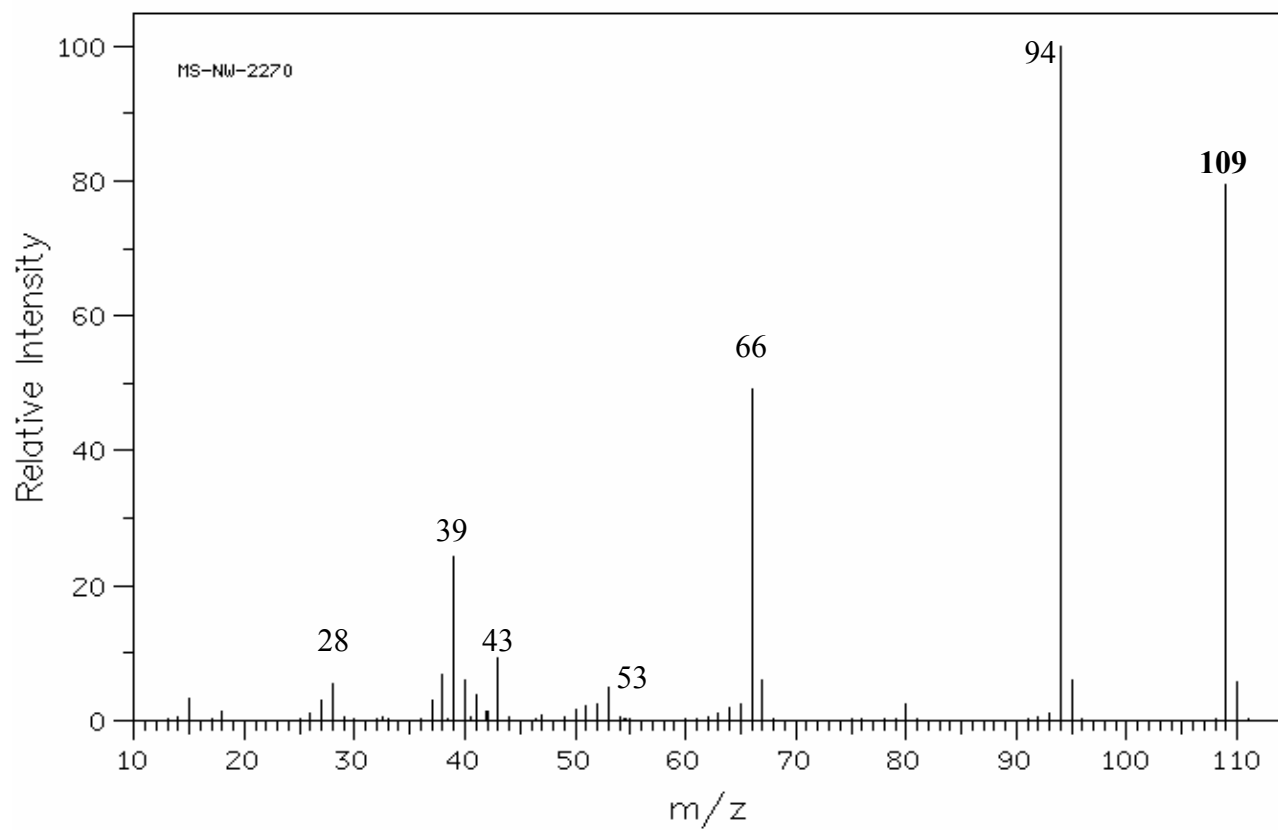
RMN-H1



RMN-C13

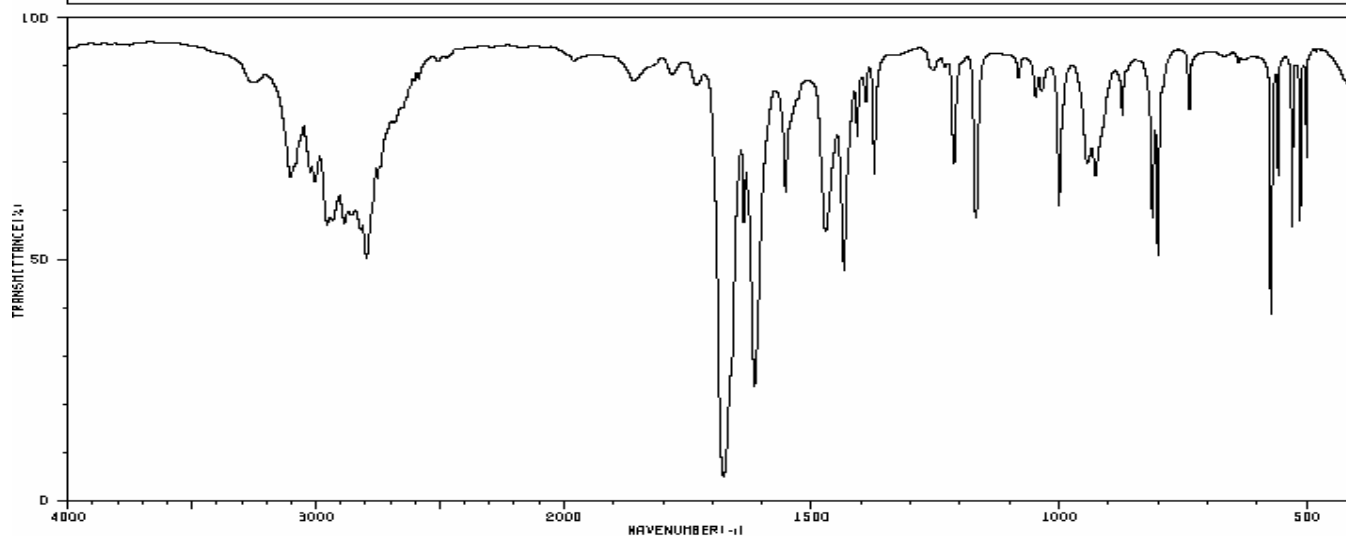


EM



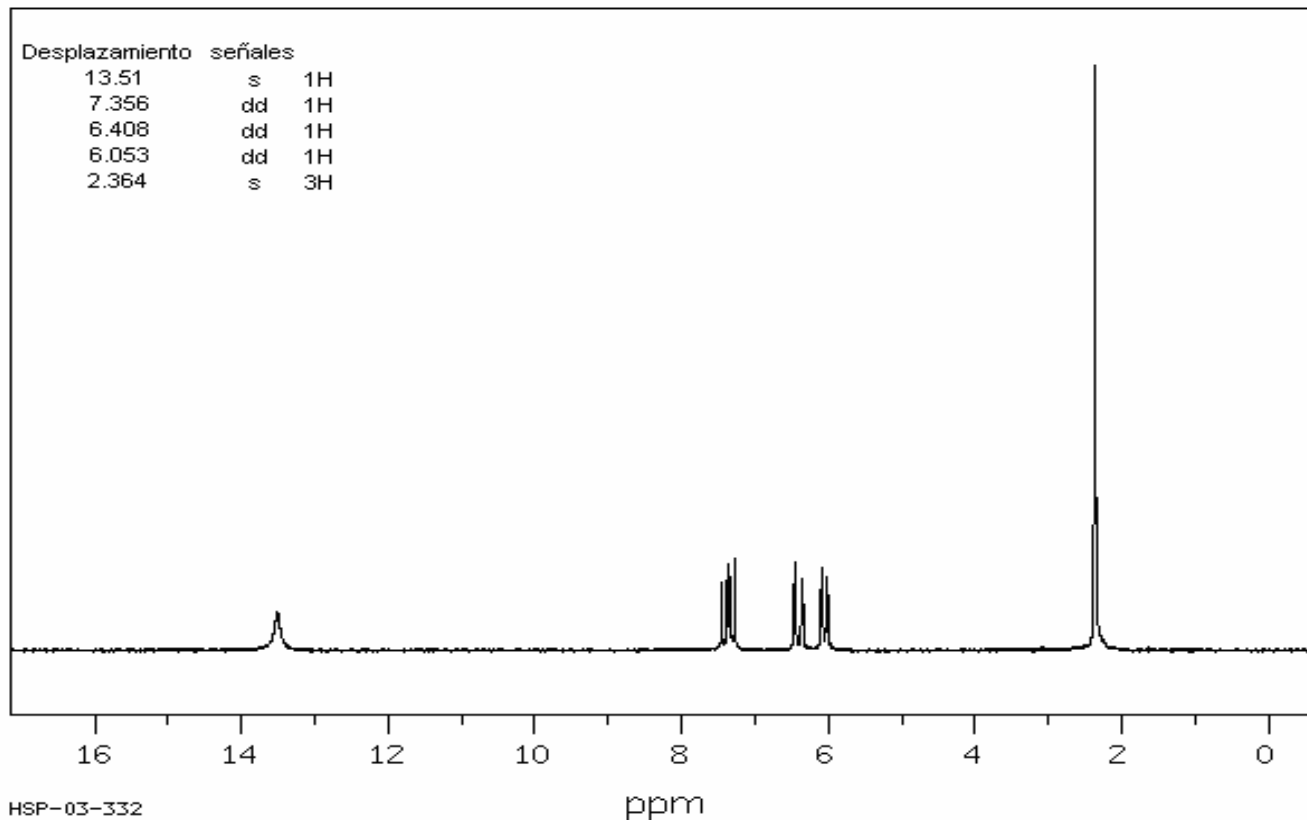
IR

HIT-NO=6879	SCORE= ()	SDBS-NO=13311	IR-NIDA-35672 : KBR DISC
-------------	------------	---------------	--------------------------



3103	64	2818	53	1653	62	1158	57	801	49
3088	66	2796	49	1471	53	1048	81	737	79
3022	86	2782	55	1455	46	1000	58	573	37
3002	64	2762	64	1408	72	944	68	568	64
2955	55	1678	4	1391	79	927	64	530	55
2931	55	1637	55	1373	84	872	77	514	55
2886	65	1616	29	1213	68	812	57	501	68

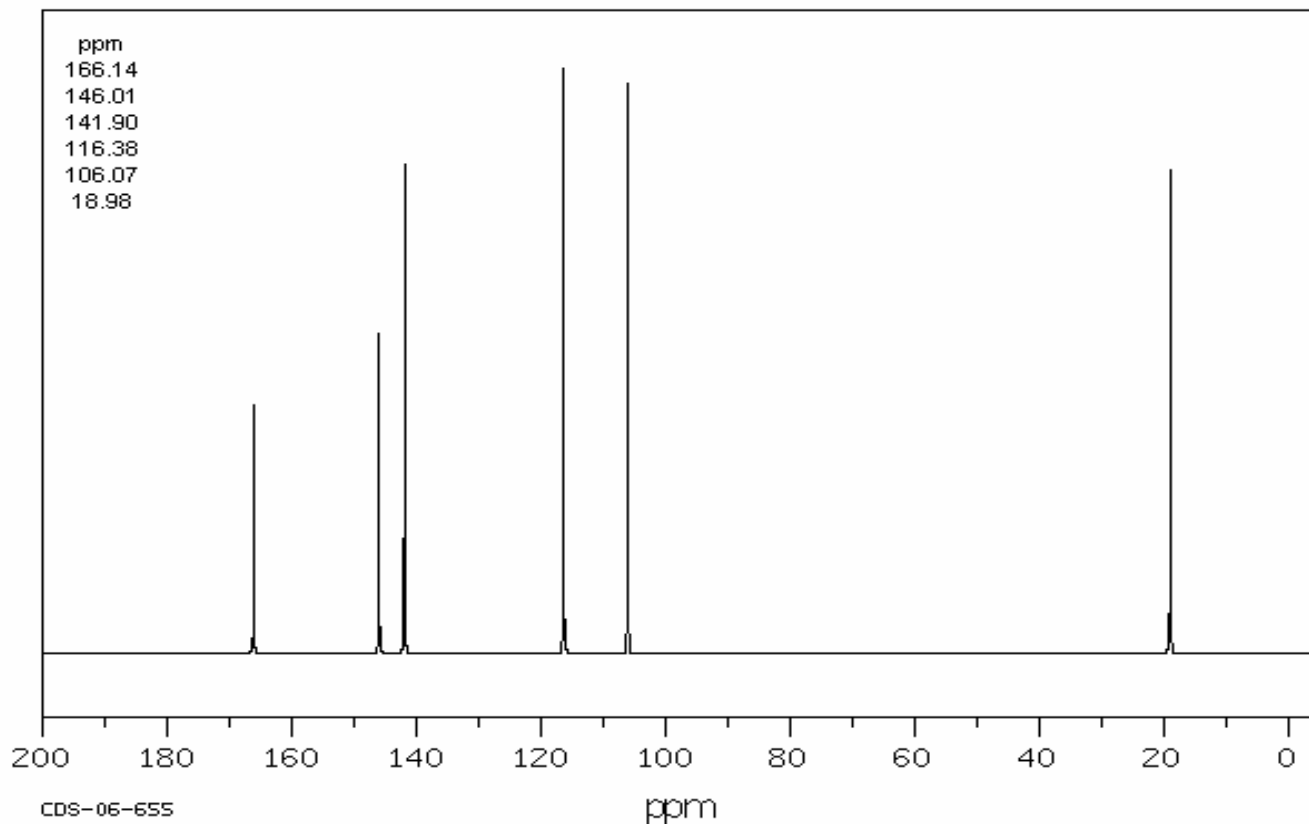
RMN-H1



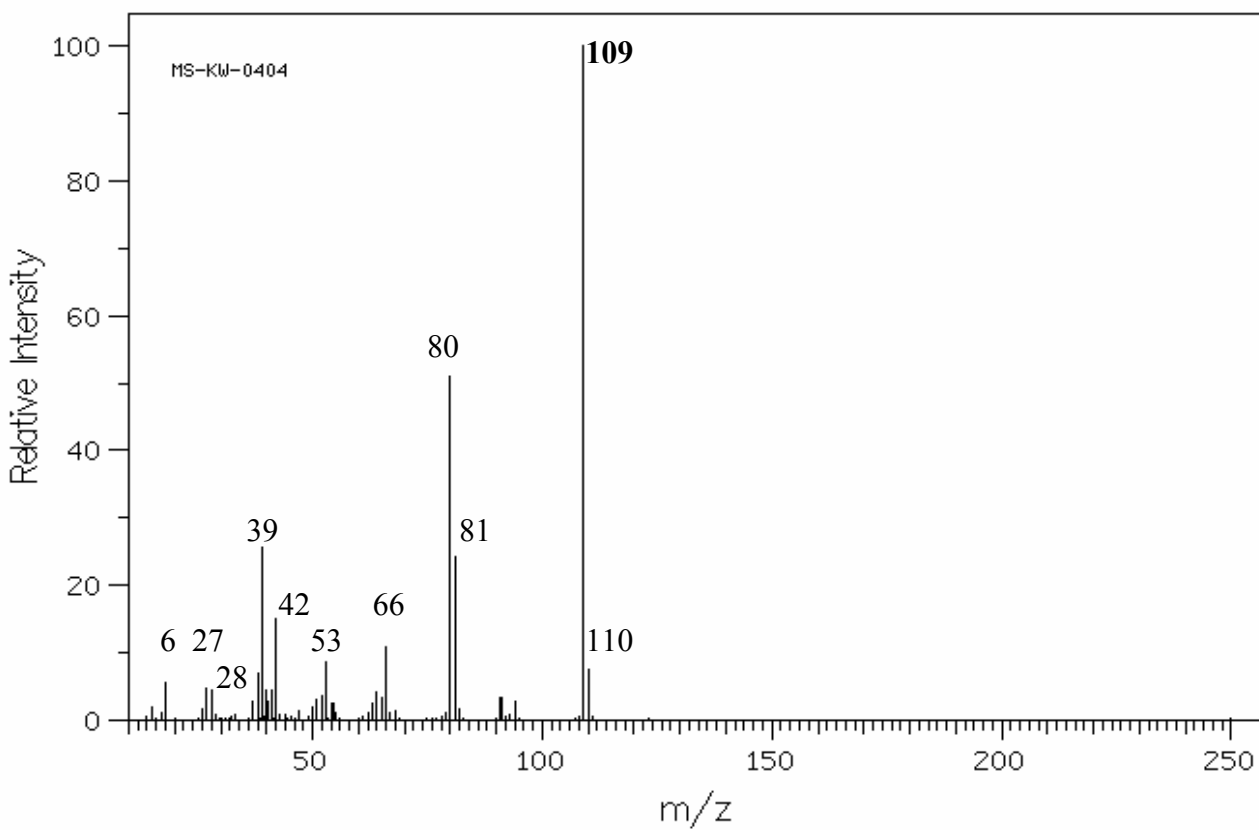
HSP-03-332

ppm

RMN-C13

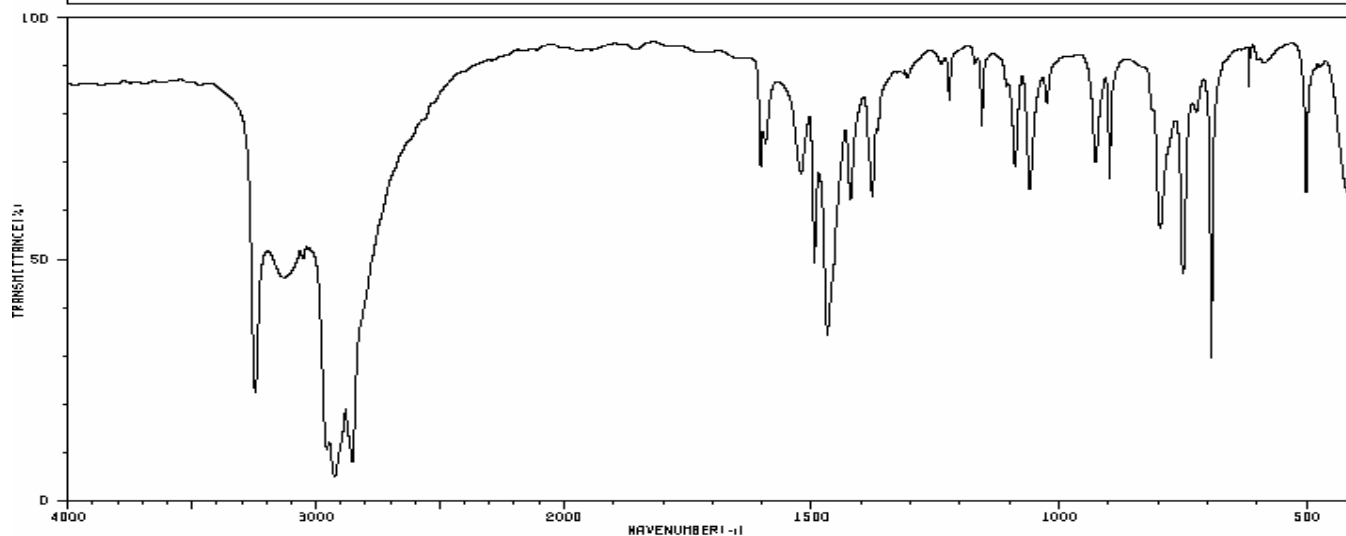


EM



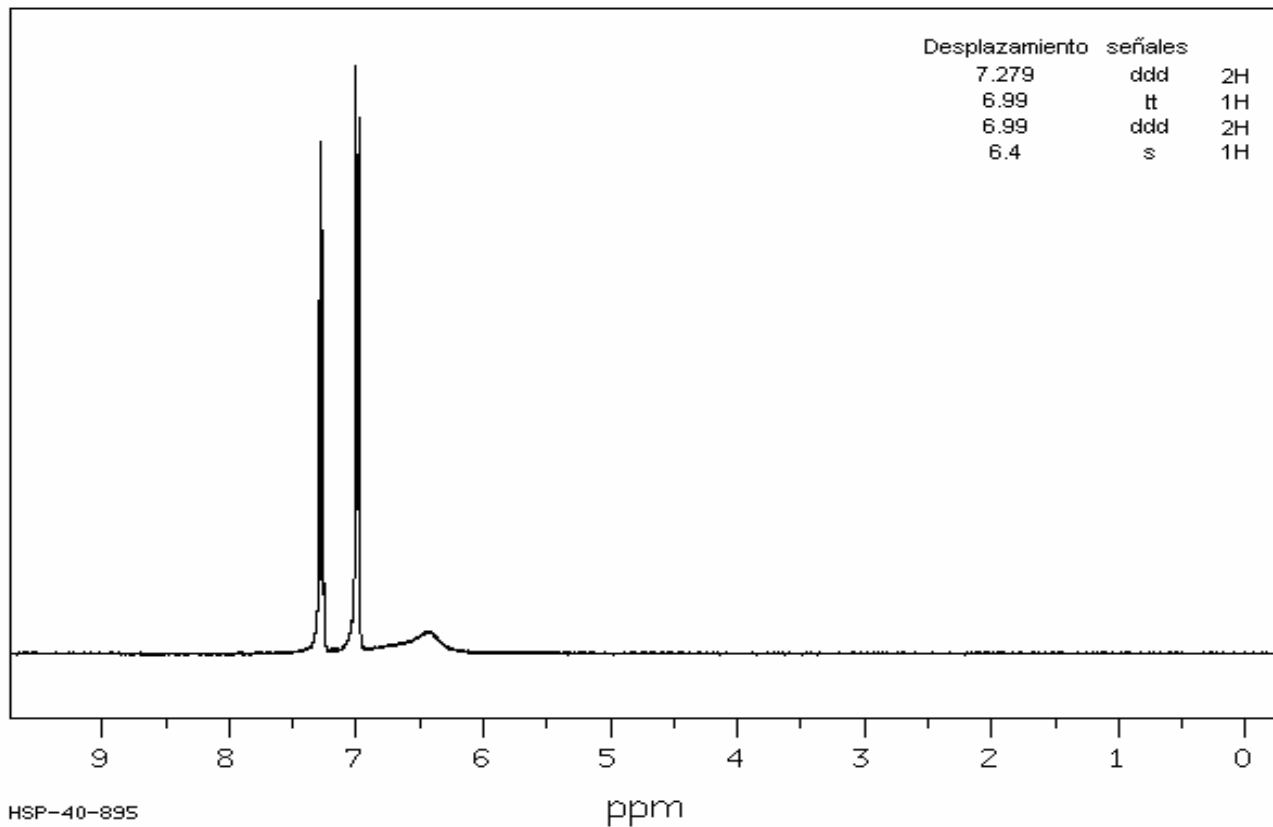
IR

HIT-NO=4094	SCORE= ()	SDBS-NO=8141	IR-NIDA-34841 : NUJOL MULL
-------------	------------	--------------	----------------------------



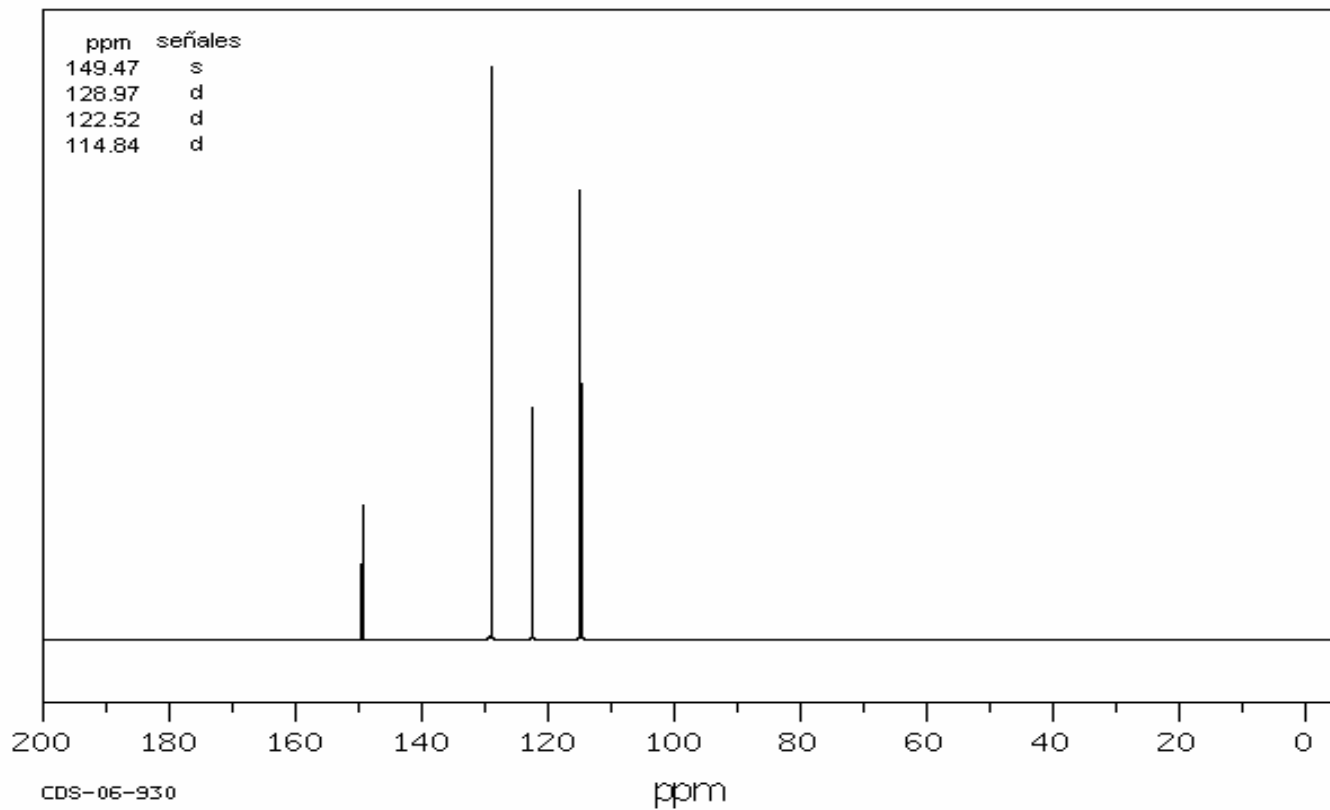
3245	21	1698	72	1367	74	925	68	502	50
3129	44	1592	70	1306	84	898	64	497	77
3051	47	1521	66	1222	79	796	59		
2965	10	1494	47	1166	74	750	44		
2924	4	1468	33	1089	66	723	77		
2855	7	1422	60	1059	82	683	28		
1603	66	1378	60	1025	79	616	81		

RMN-H1

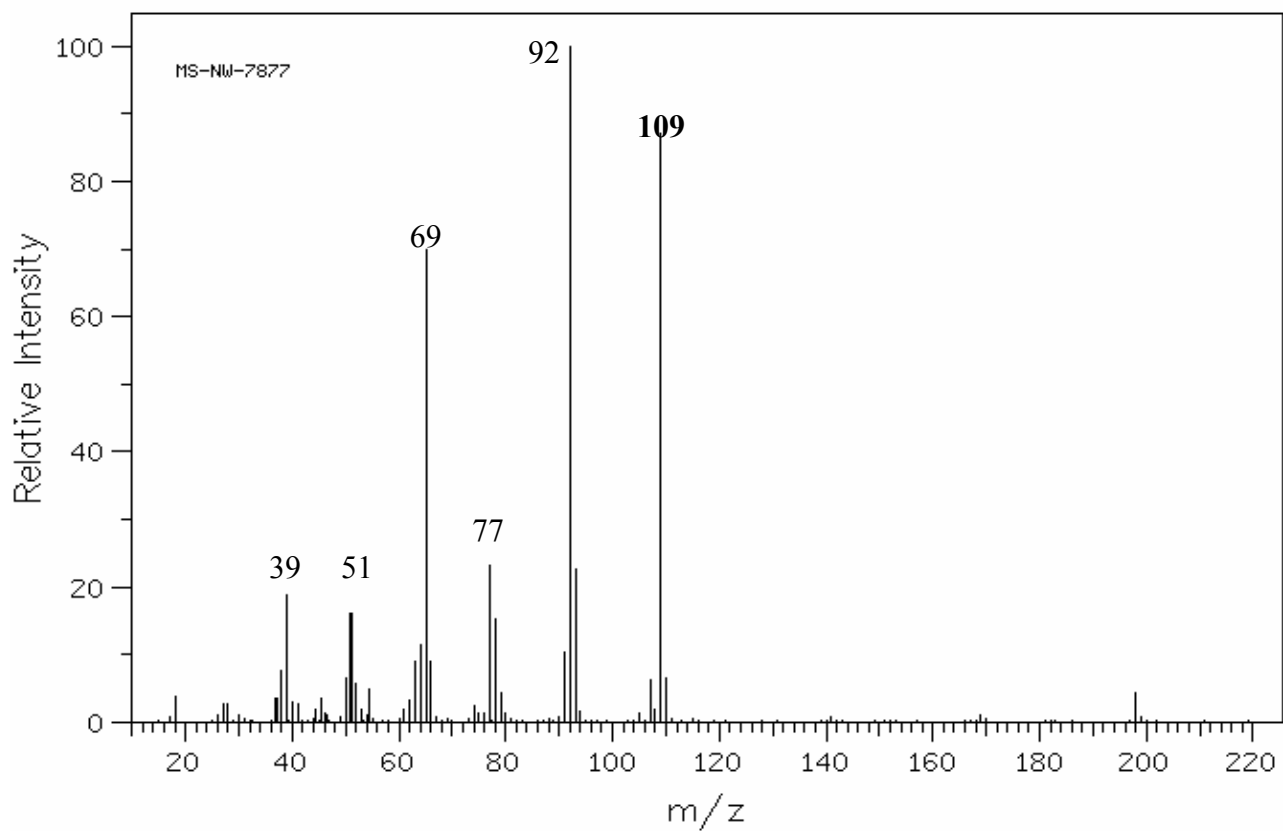


HSP-40-895

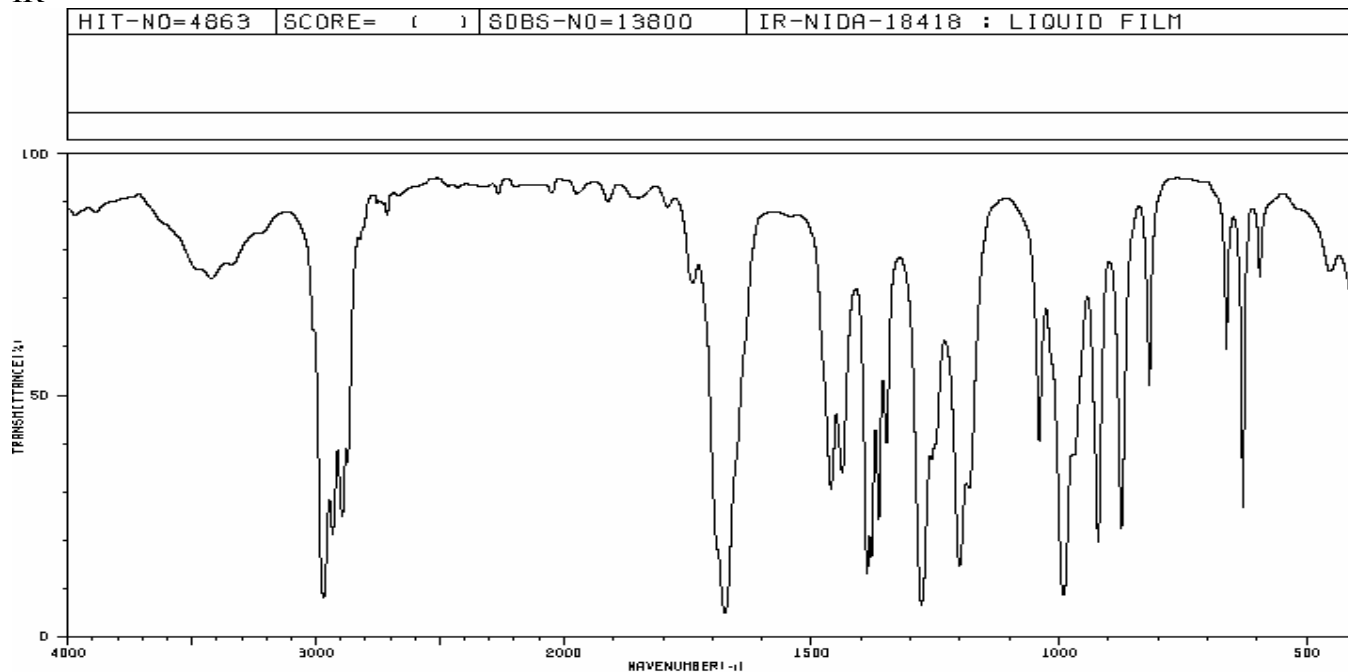
RMN-C13



EM

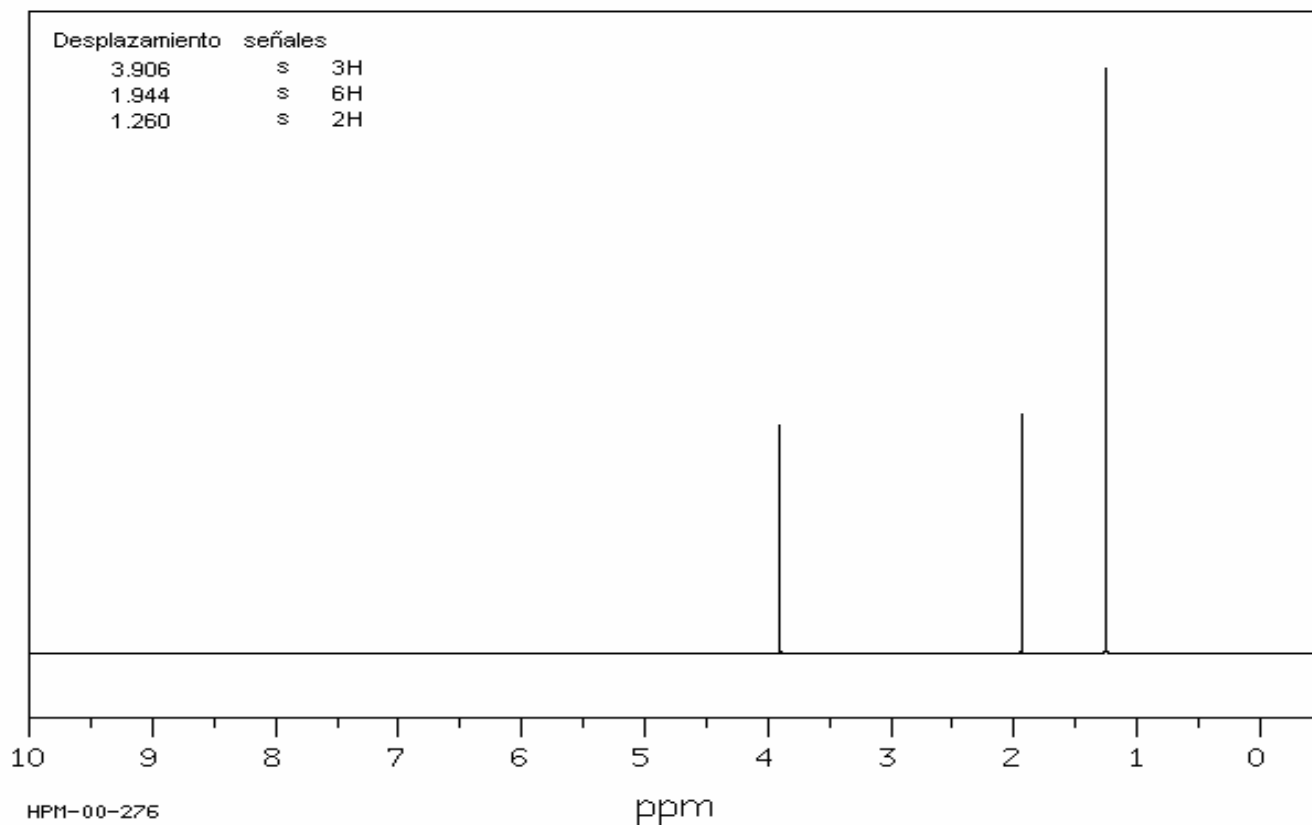


IR

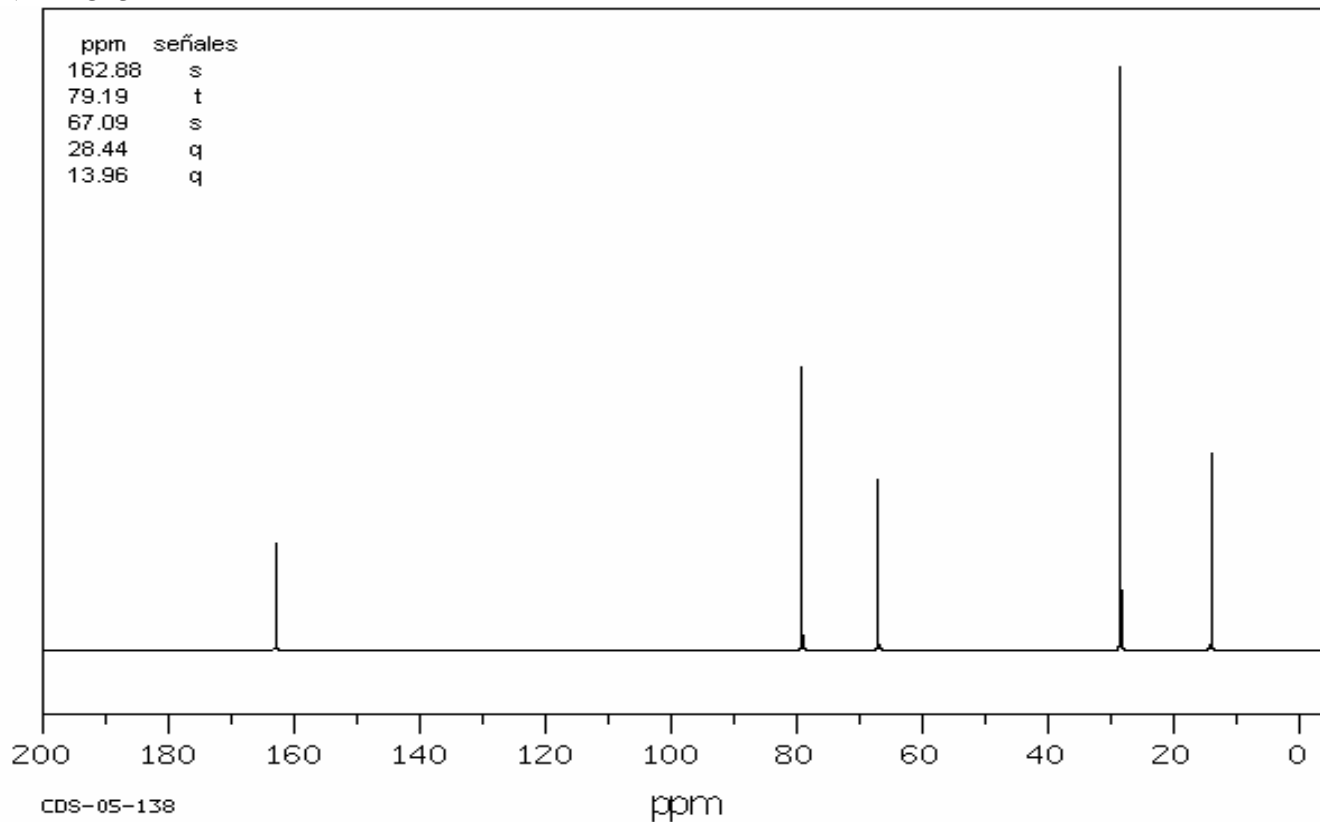


3422	70	1791	86	1365	23	921	18
2969	7	1739	70	1349	38	874	21
2352	20	1675	4	1276	6	818	50
2094	23	1460	29	1201	13	662	67
2072	34	1438	32	1183	29	629	25
2727	86	1388	12	1040	38	585	72
2713	84	1379	16	992	8	463	72

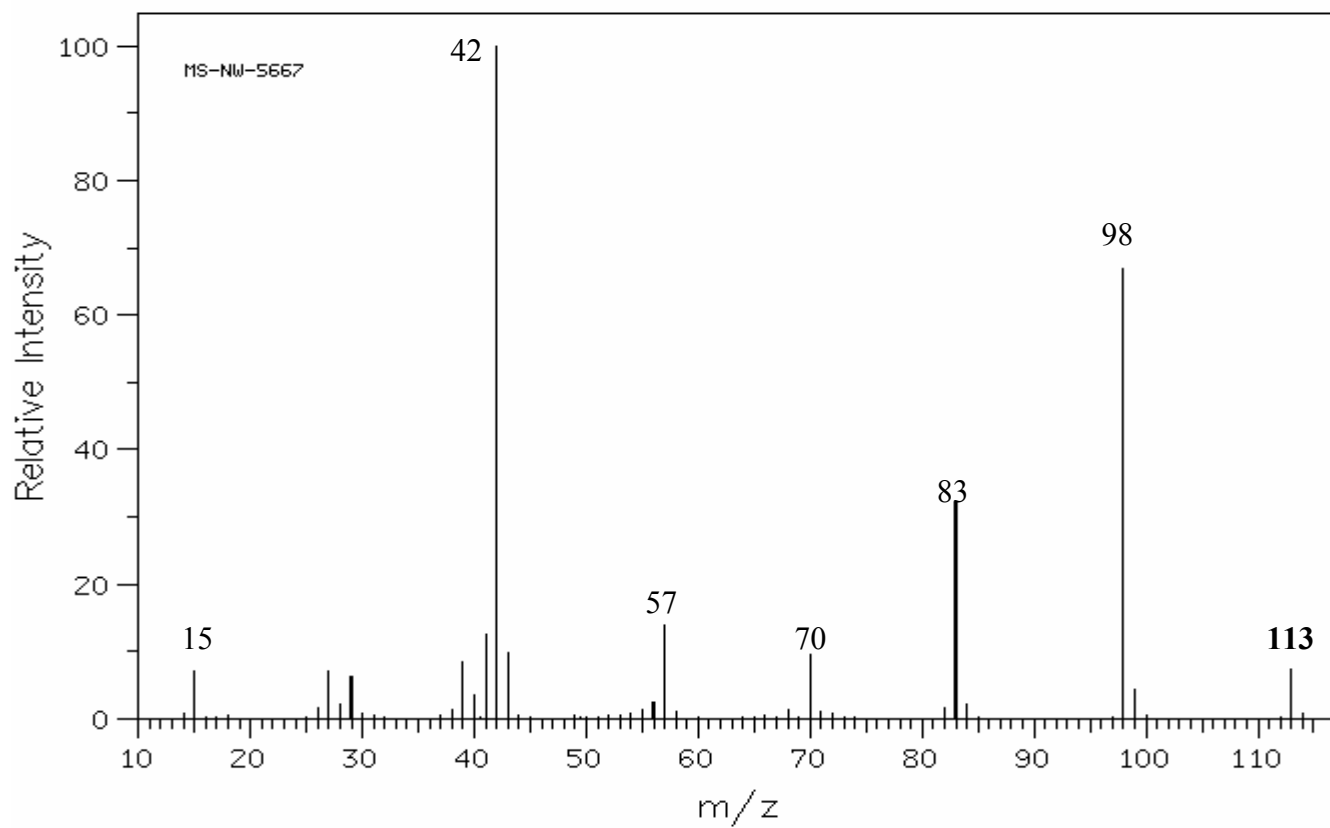
RMN-H1



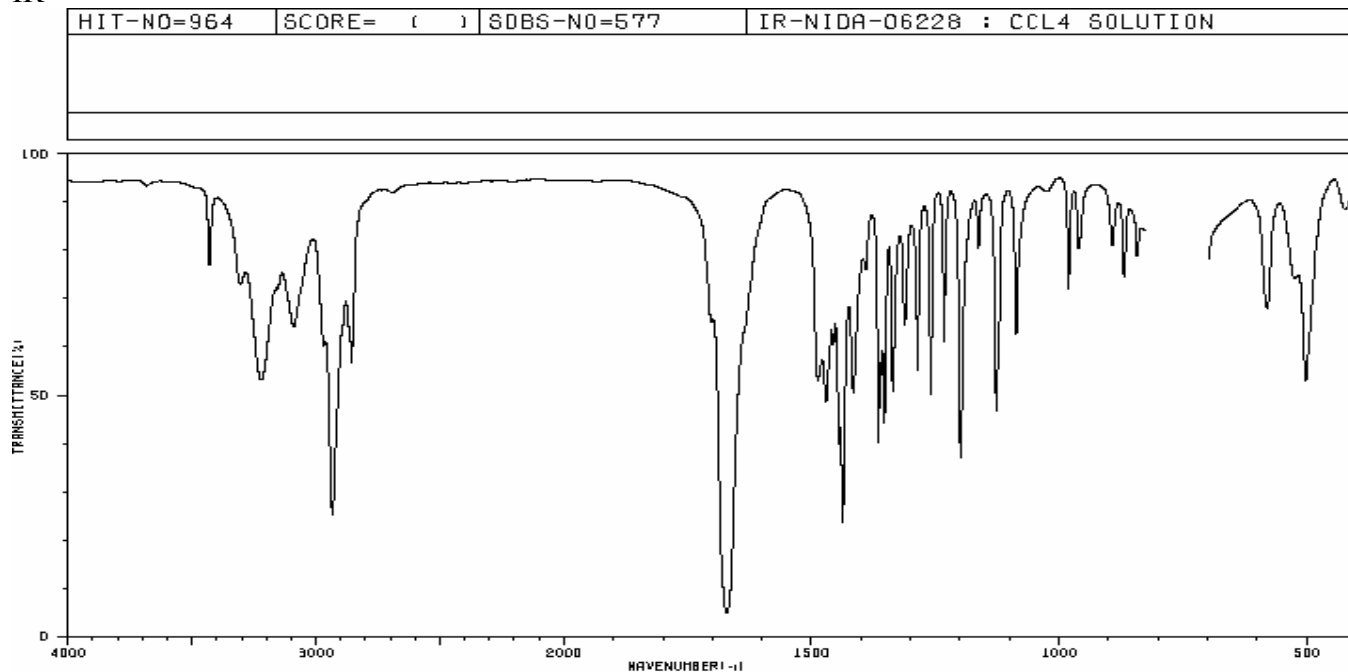
NMR-C13



EM

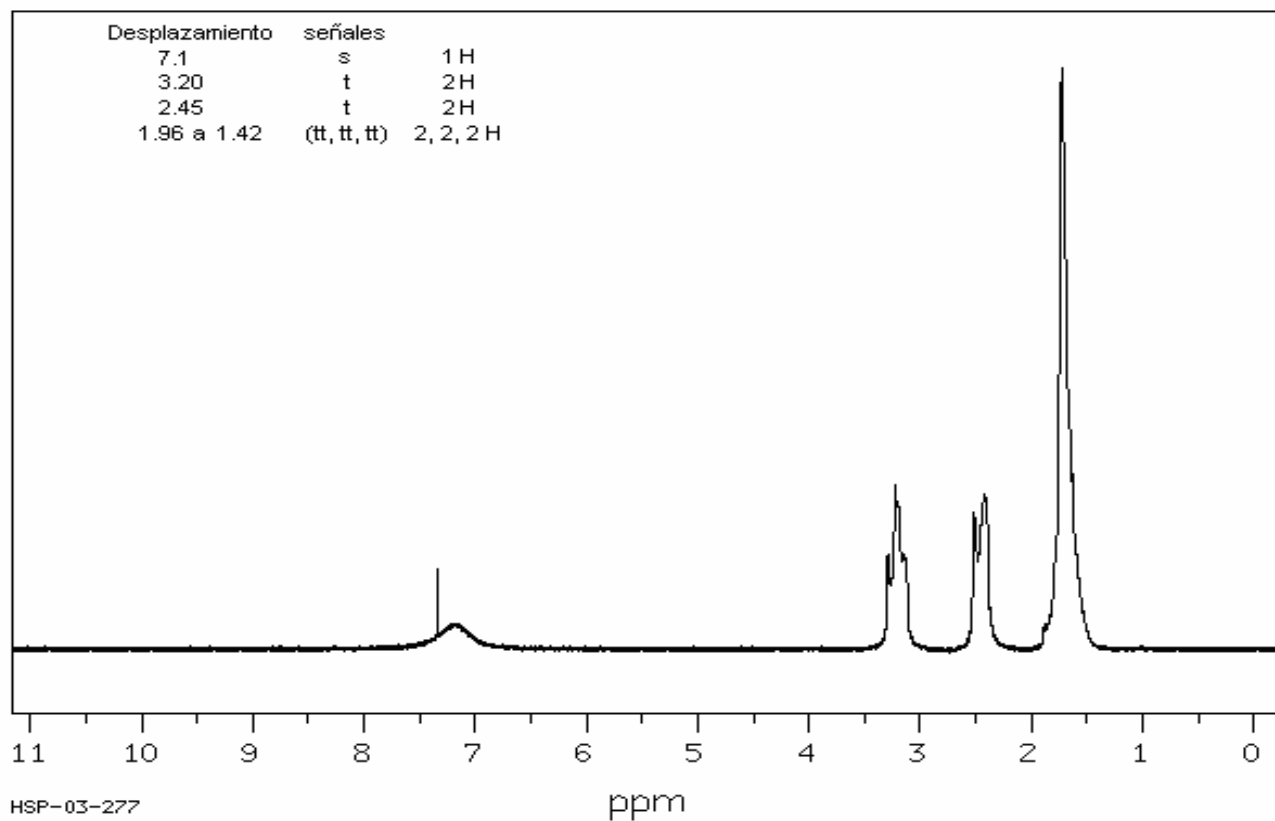


IR

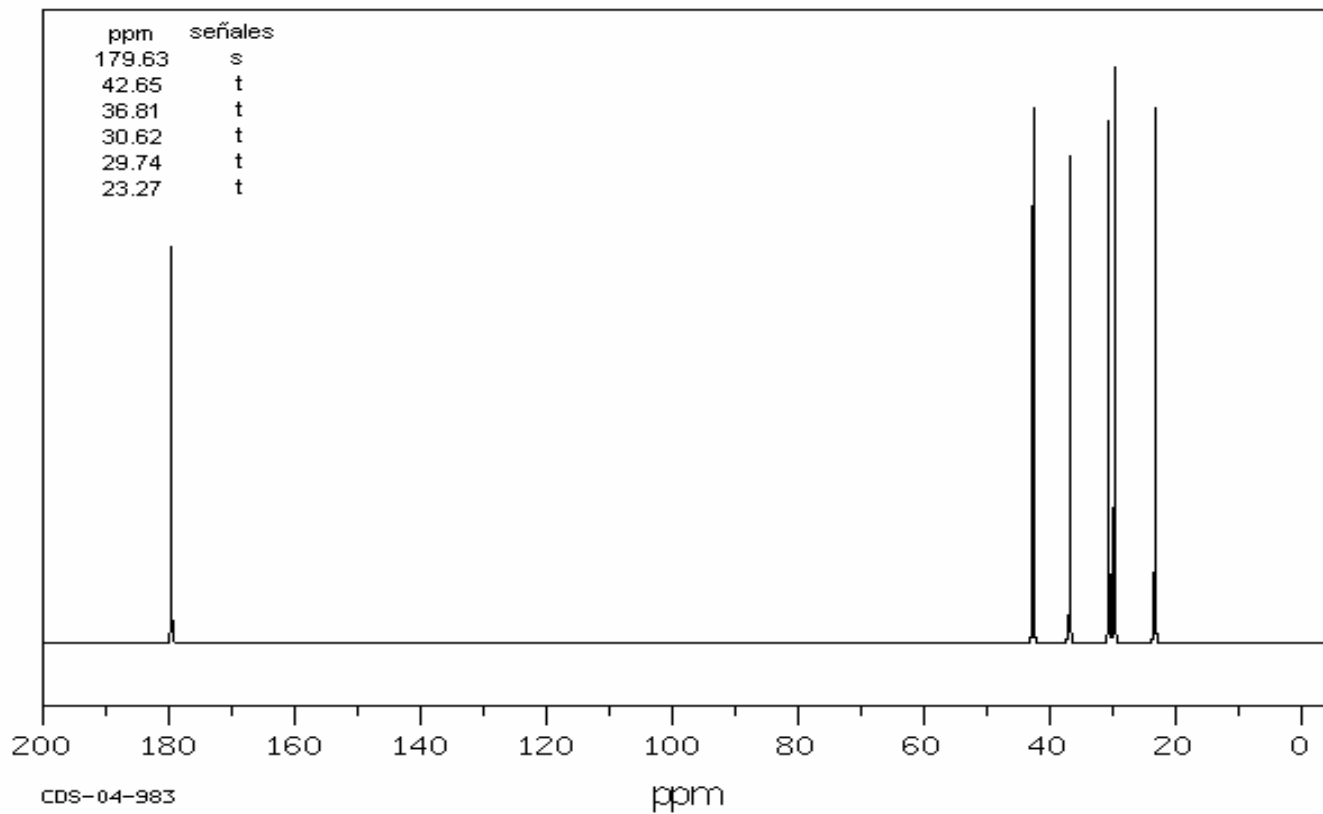


3430	74	1487	50	1365	38	1233	58	893	77
3306	70	1471	46	1359	52	1199	35	869	72
3220	50	1458	58	1353	42	1163	77	843	77
3091	62	1445	38	1336	49	1127	44	680	66
2933	23	1438	22	1313	62	1086	60	503	50
2856	55	1418	49	1266	53	981	68	494	50
1671	4	1391	72	1259	49	961	77		

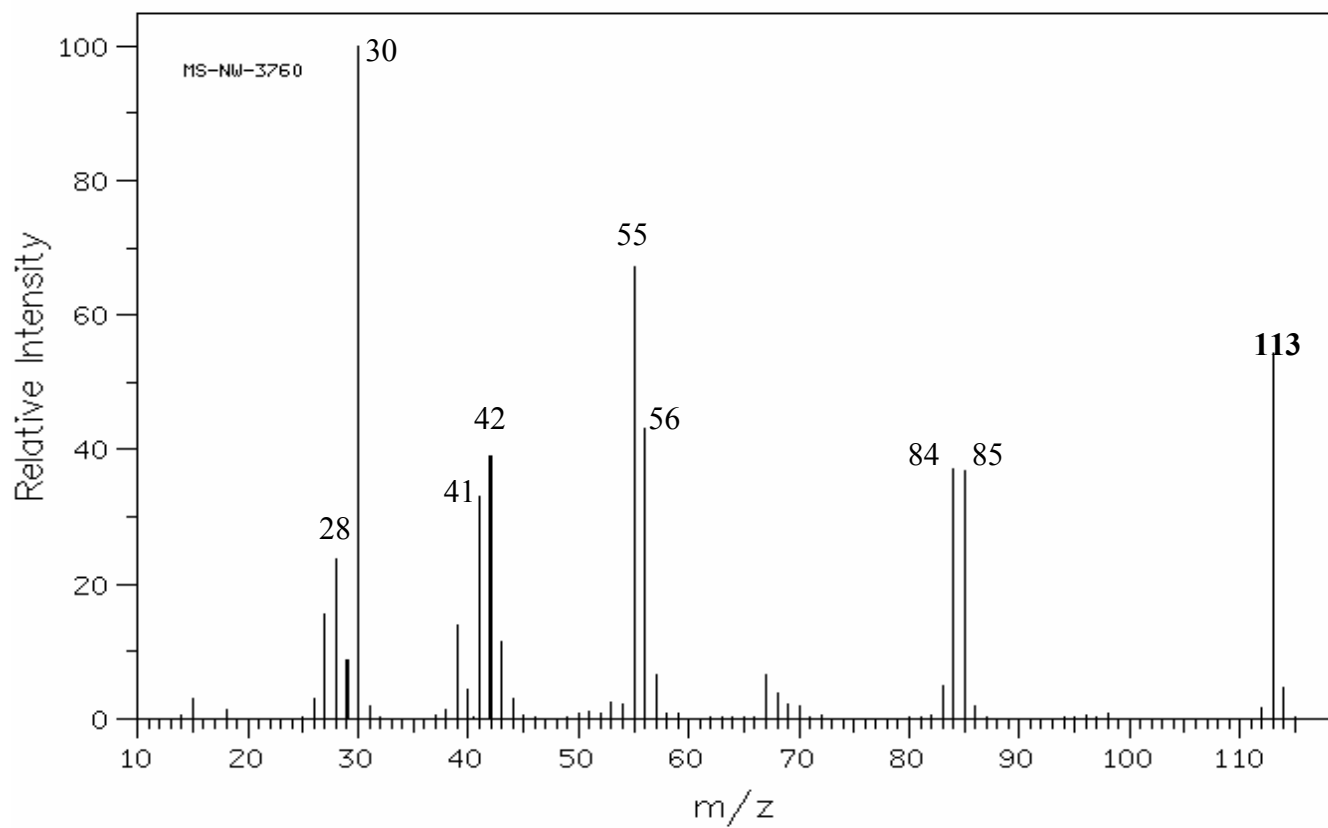
RMN-H1



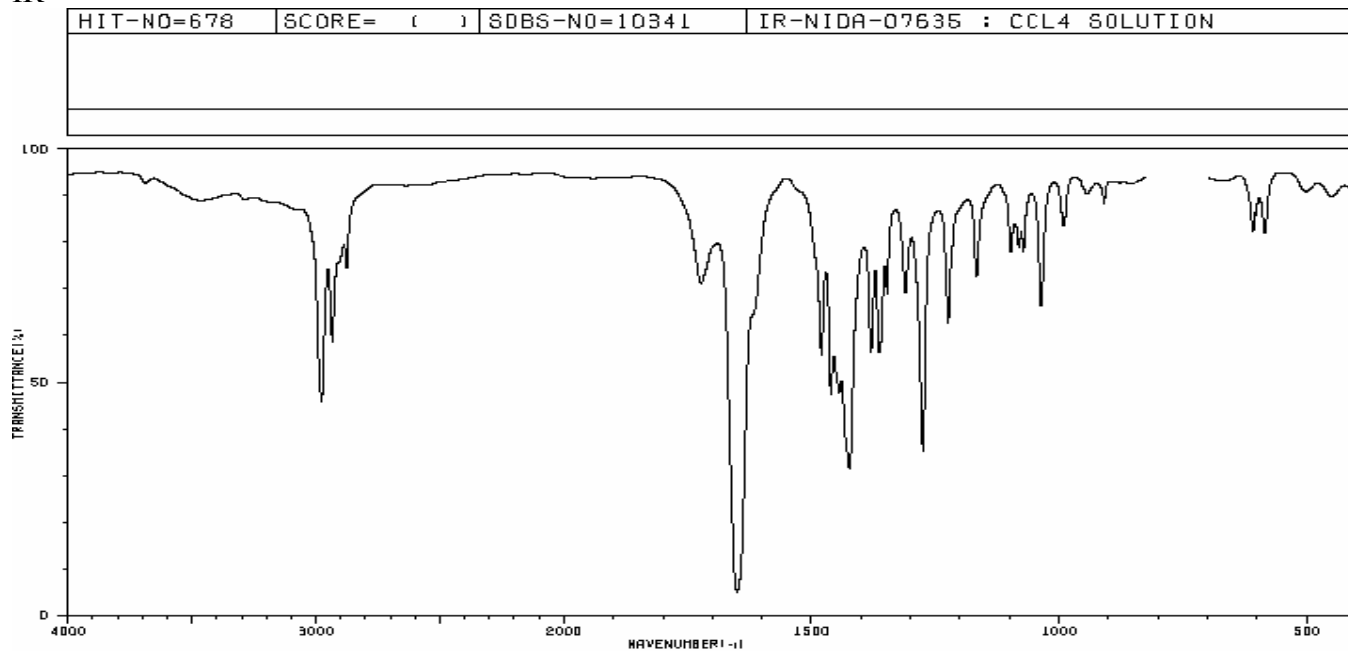
RMN-C13



EM

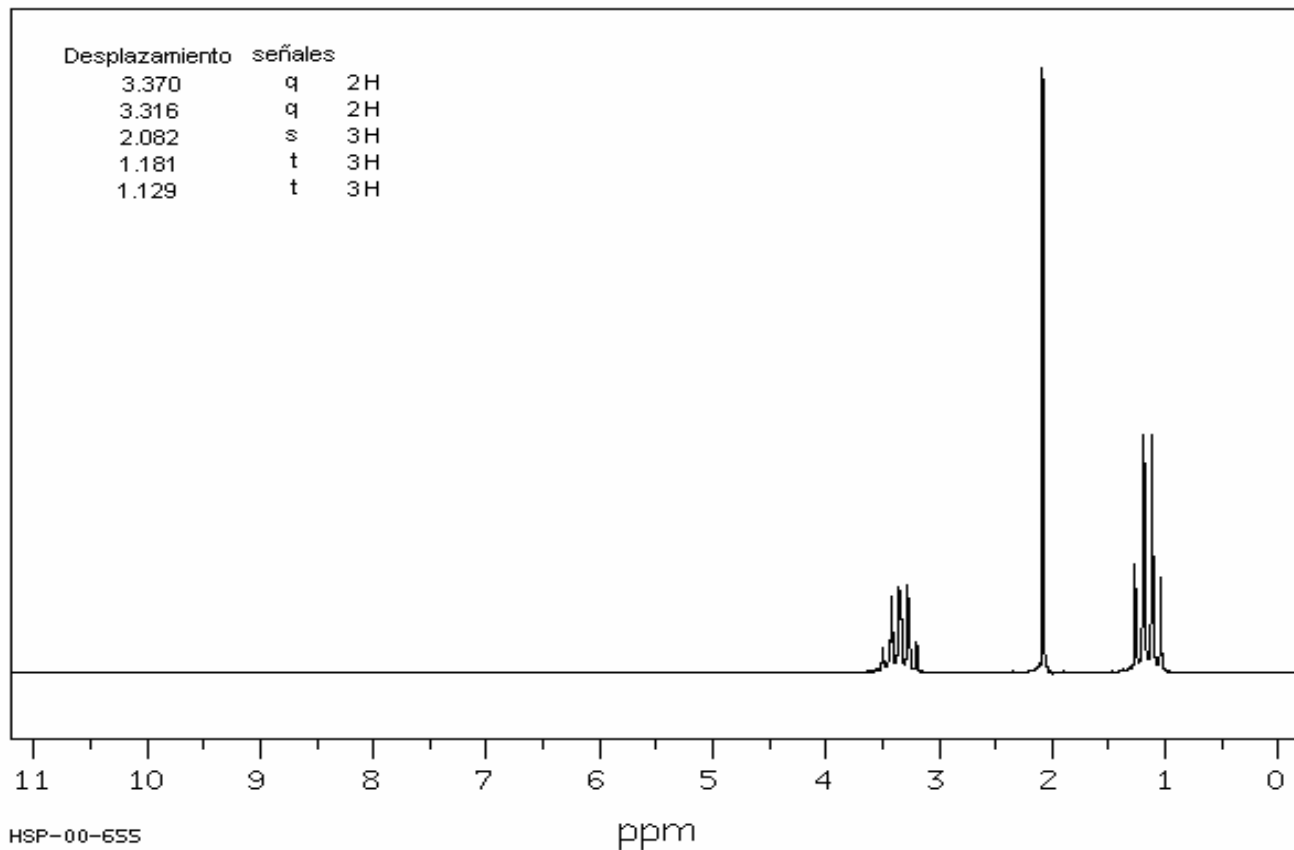


IR

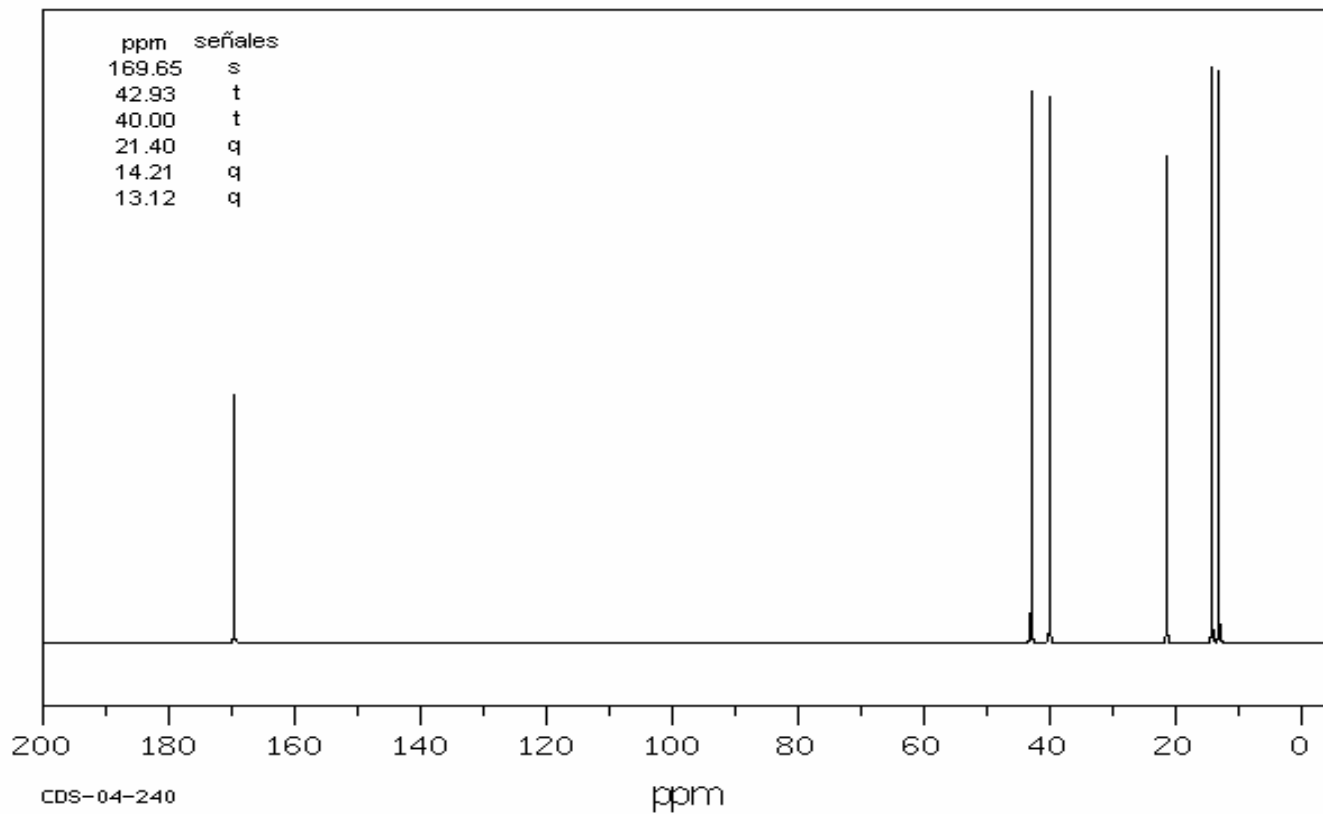


2977	44	1444	46	1225	60	909	84
2934	57	1424	30	1168	70	609	79
2875	72	1380	55	1096	74	601	81
1723	68	1364	69	1081	77	592	81
1651	4	1348	66	1072	74	565	79
1460	53	1310	66	1056	84	451	66
1462	46	1276	34	991	81		

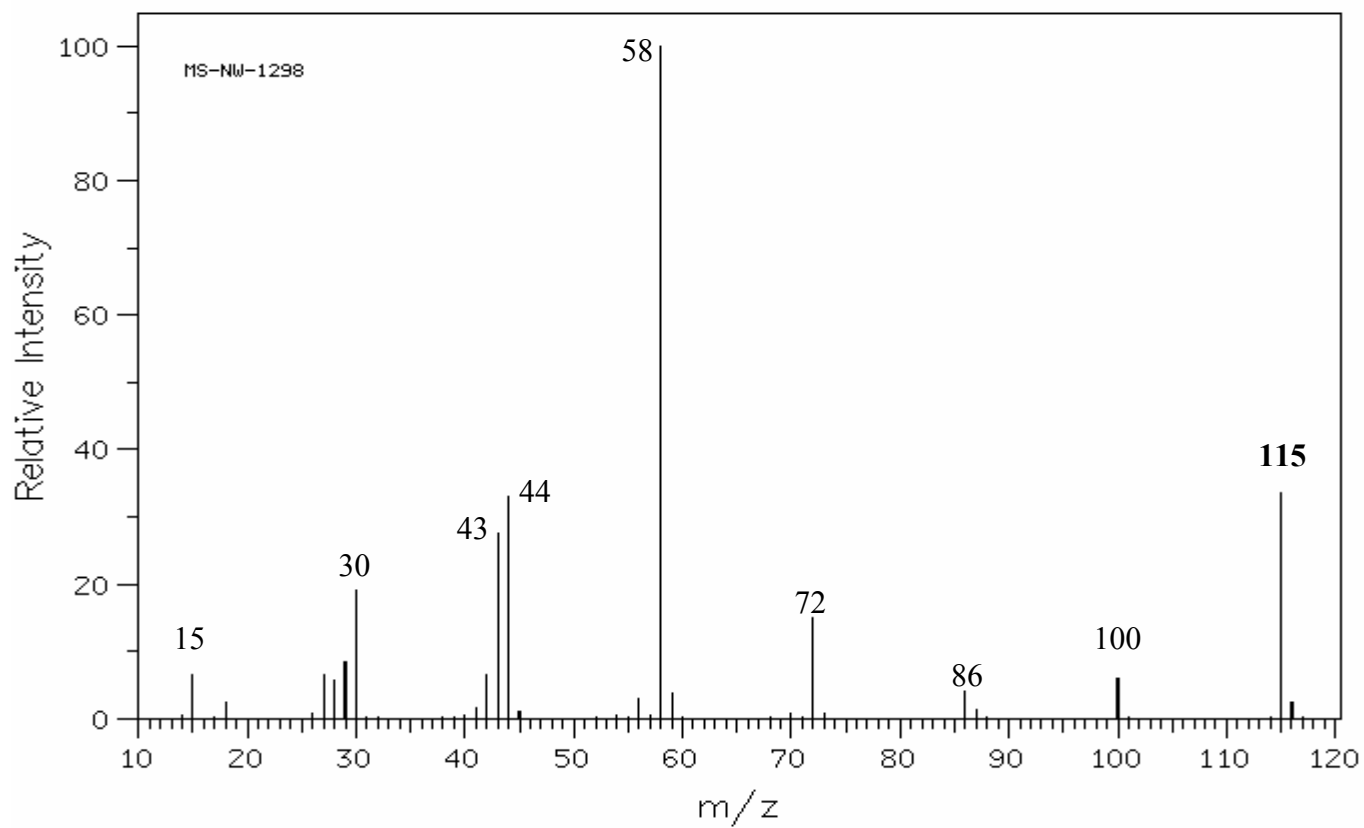
NMR-H1



NMR-C13

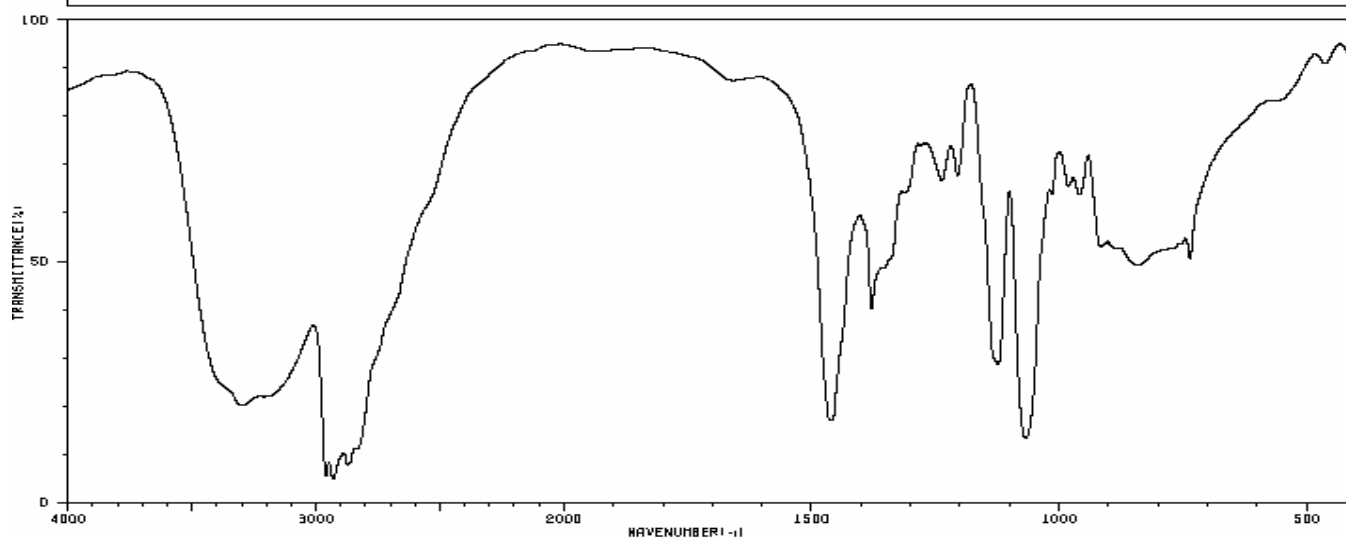


EM

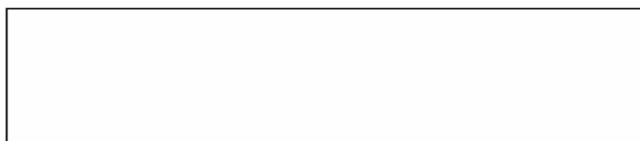


IR

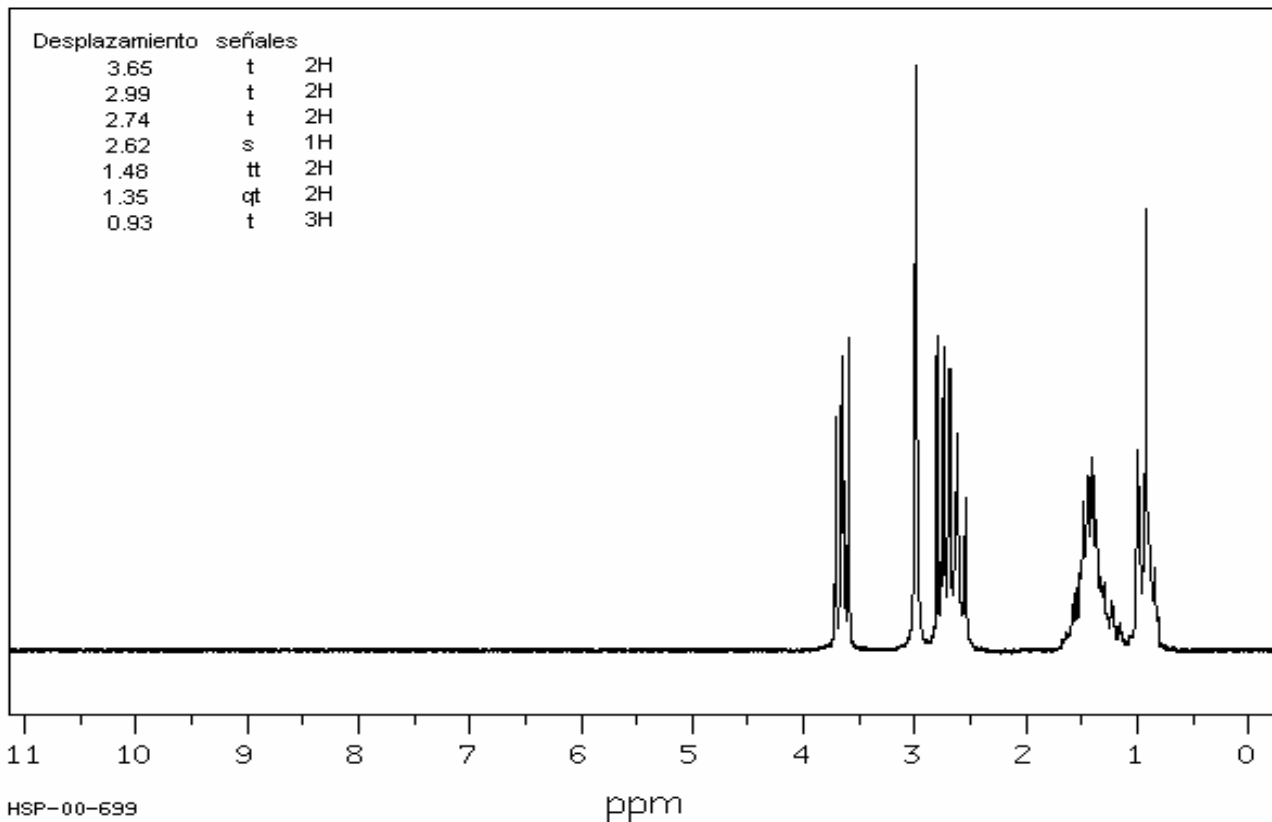
HIT-NO=4111 | SCORE= () | SDBS-NO=10365 | IR-NIDA-02931 : LIQUID FILM



3294	19	1350	46	968	62
2959	5	1237	64	958	62
2350	4	1205	64	916	50
2076	7	1123	27	844	47
1465	16	1067	12	839	47
1458	16	1014	60	756	49
1379	38	982	62		



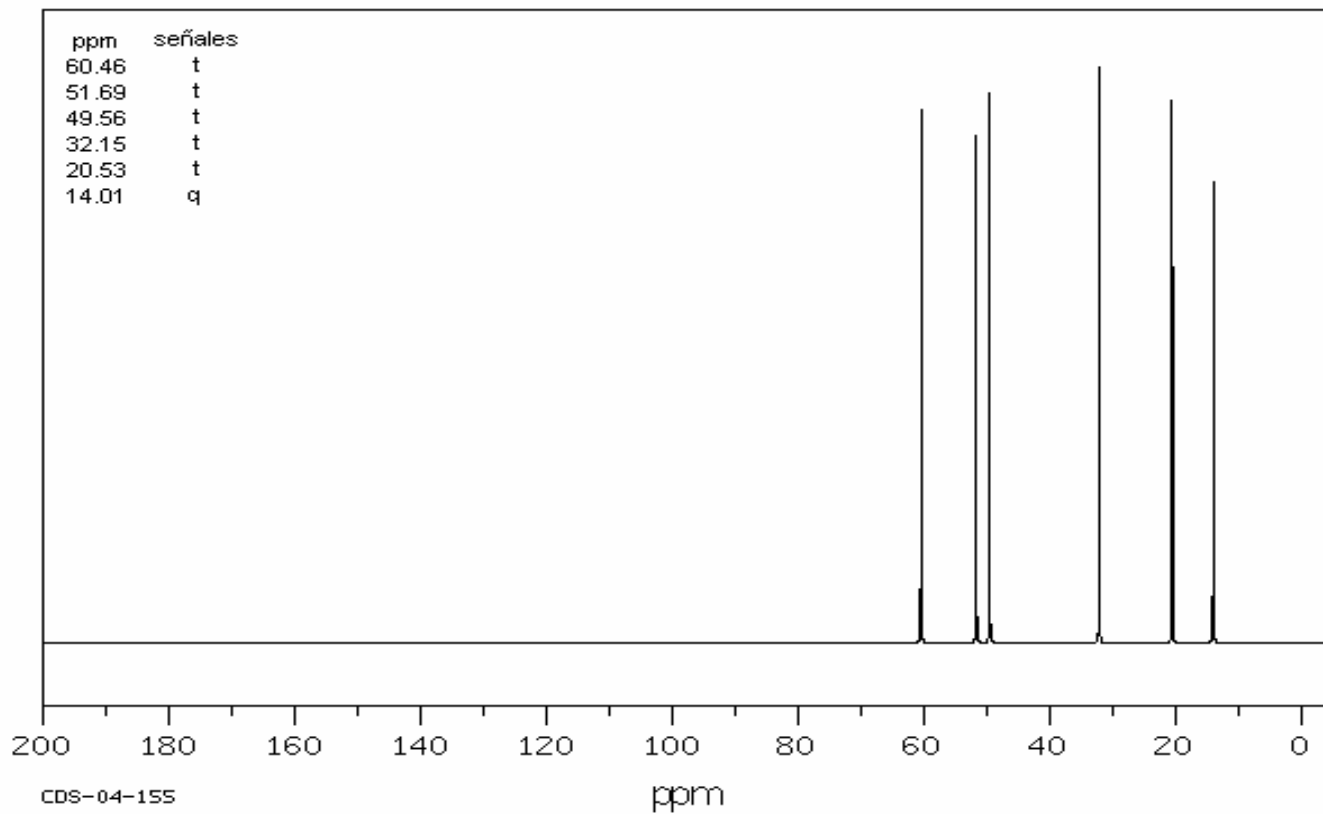
NMR-H1



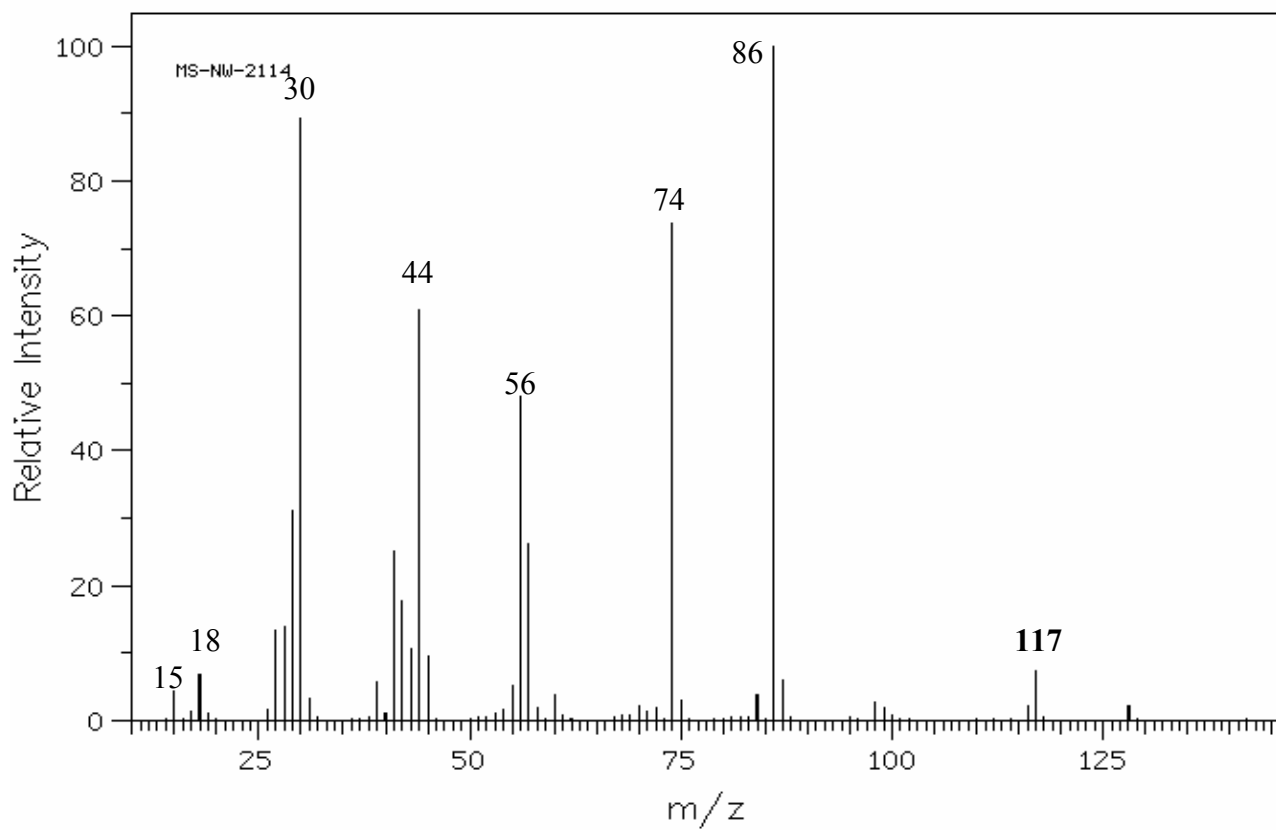
HSP-00-699

ppm

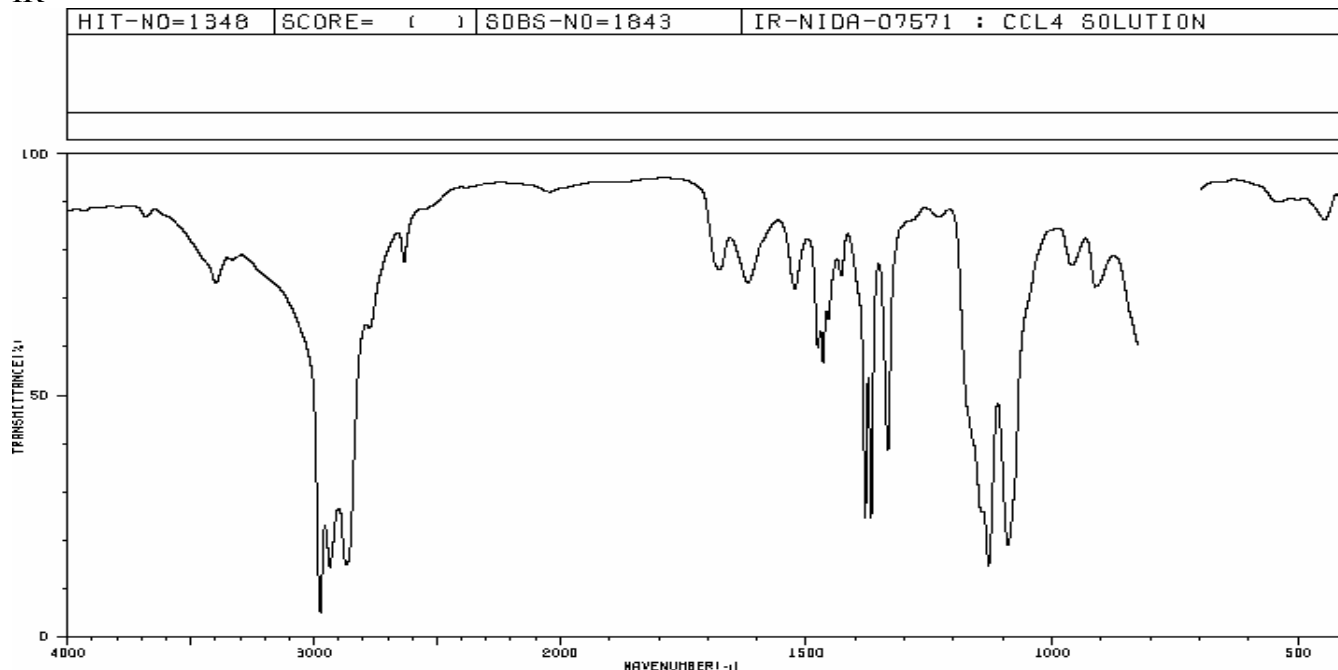
NMR-C13



EM

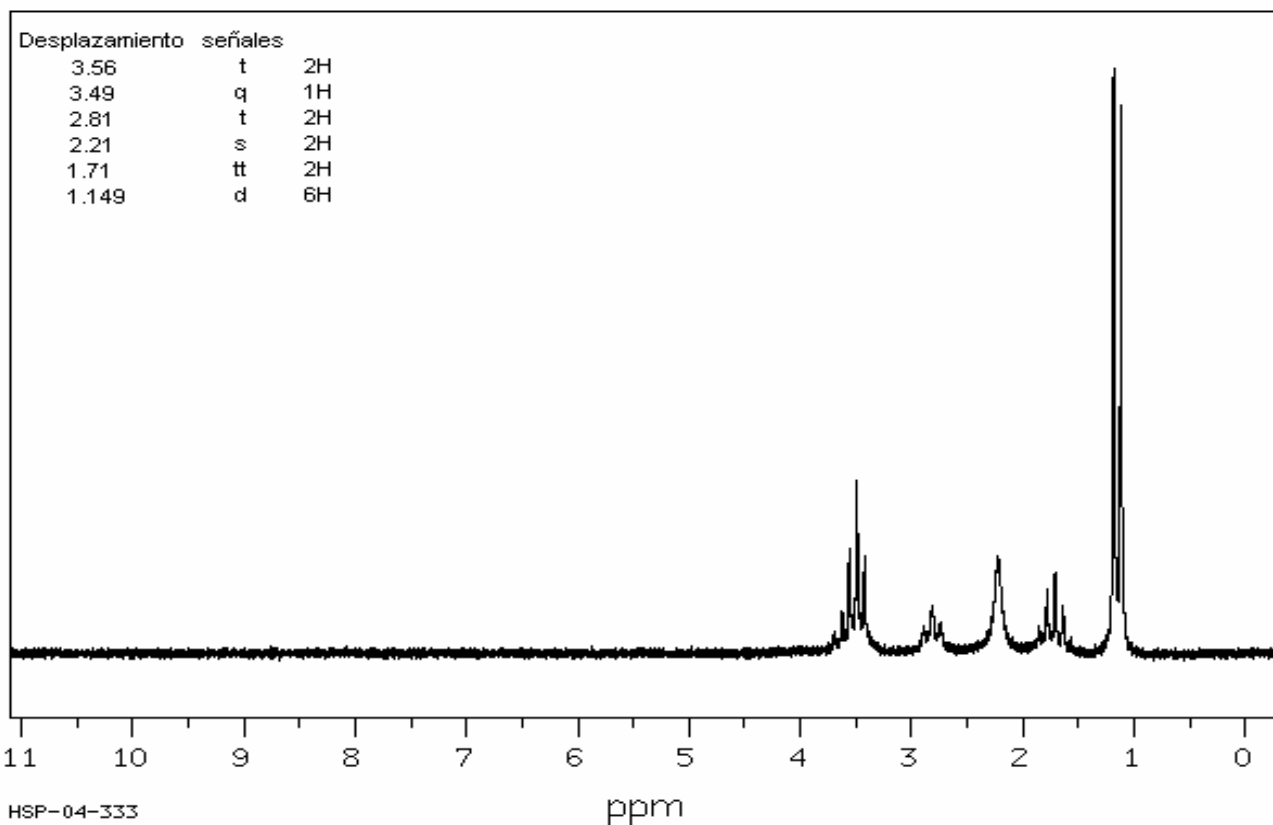


IR

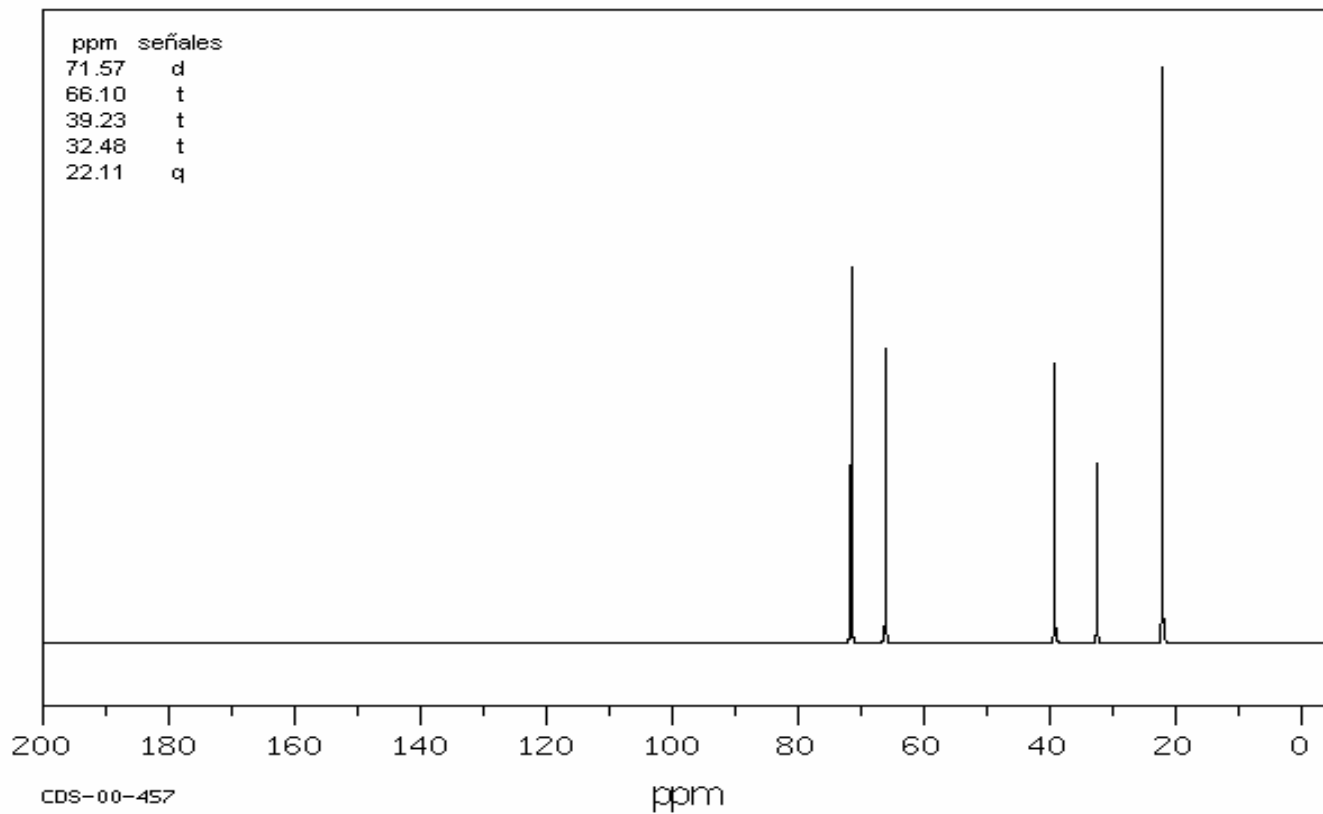


3681	84	1618	70	1368	23	913	70
3397	70	1523	70	1334	37	907	70
2974	4	1477	57	1250	84	446	64
2934	13	1466	56	1144	24		
2867	14	1455	62	1129	13		
2833	74	1428	72	1090	18		
1677	72	1380	29	959	74		

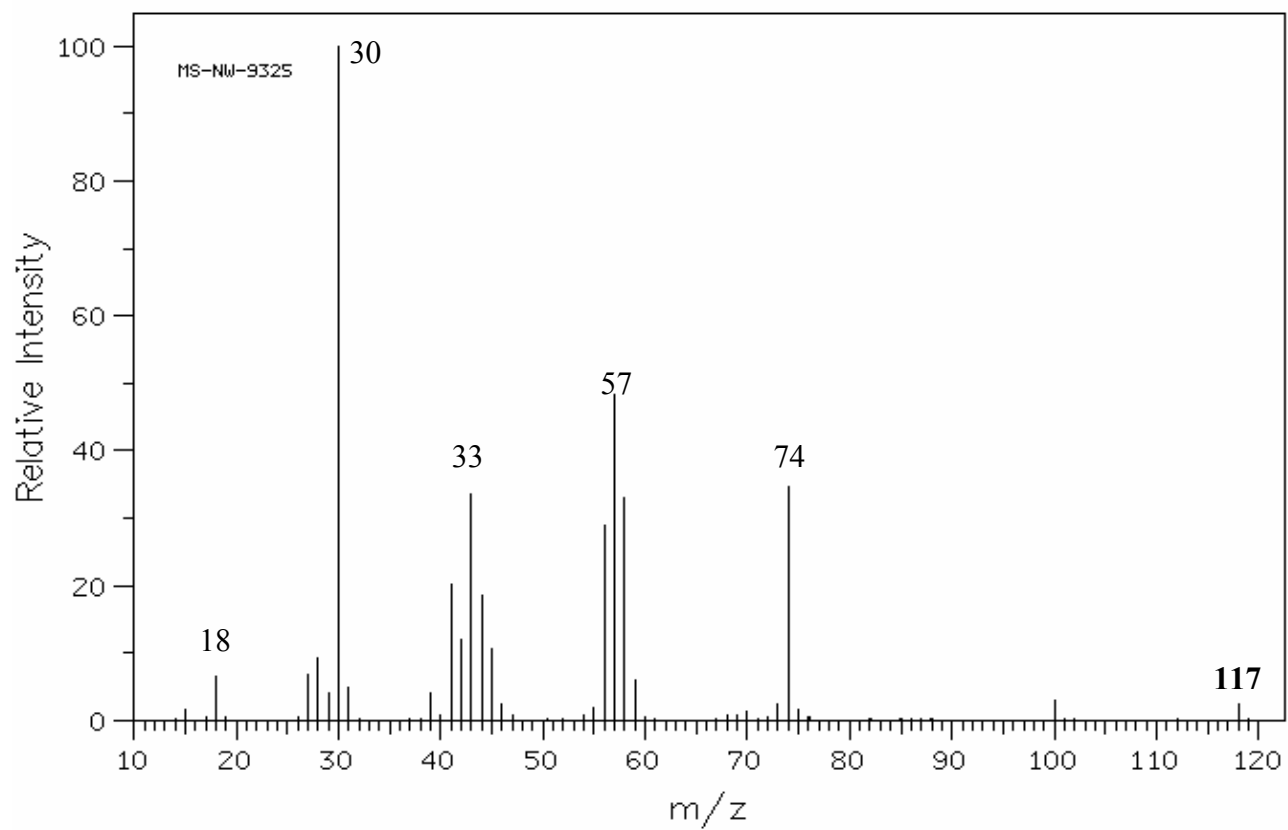
RMN-H1



RMN-C13

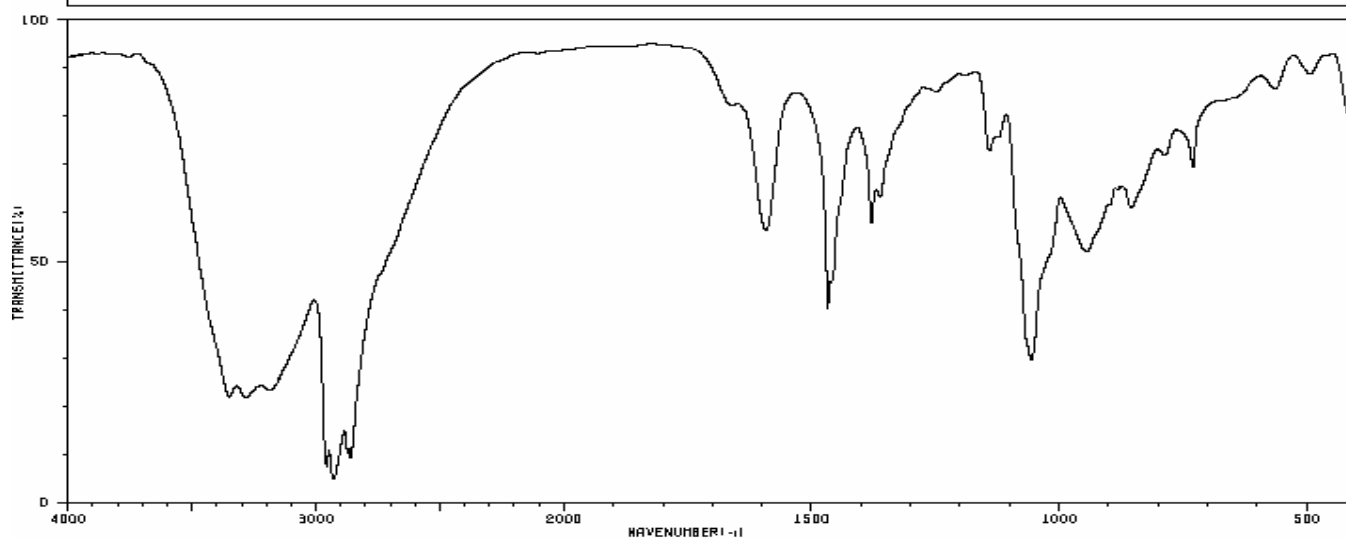


EM



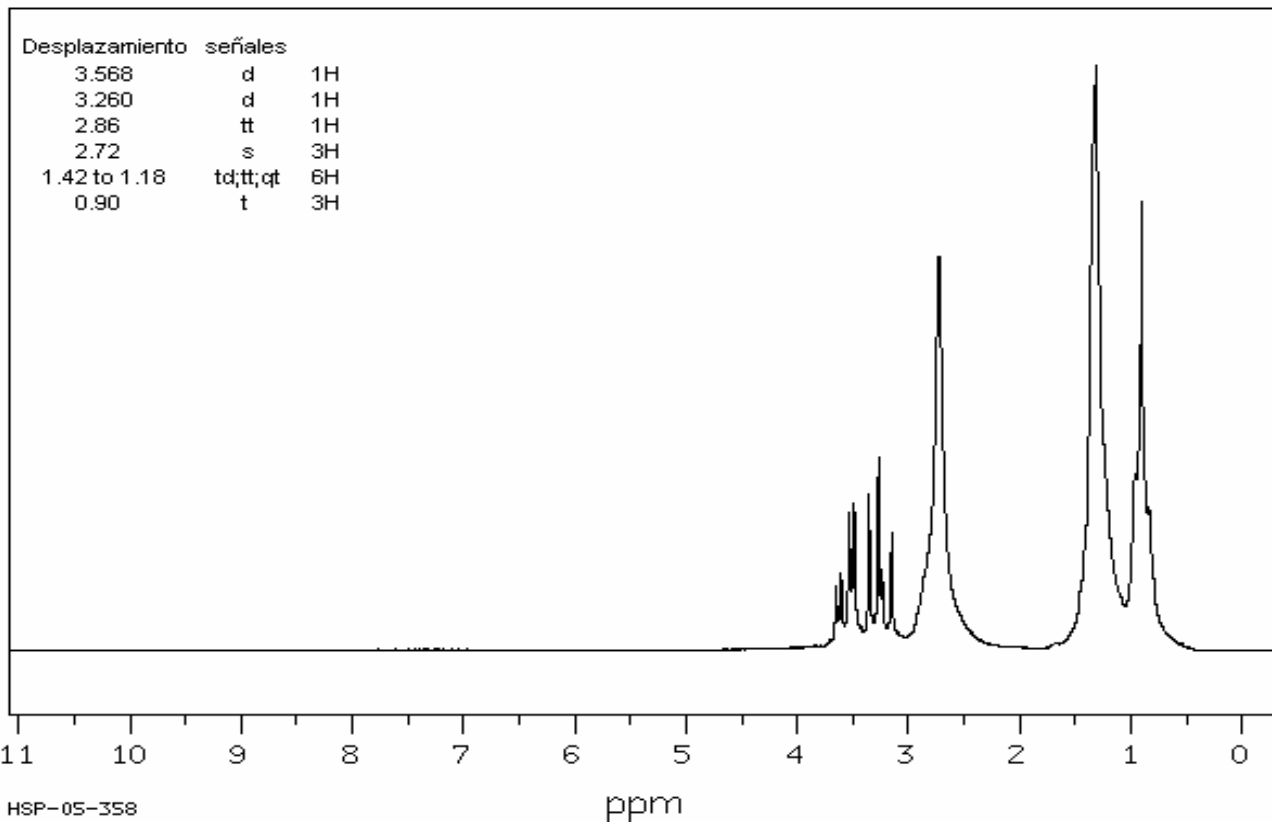
IR

HIT-NO=6089	SCORE= ()	SDBS-NO=21542	IR-NIDA-58468 : LIQUID FILM
-------------	------------	---------------	-----------------------------



3350	21	1458	38	1056	28
3284	21	1460	43	945	50
2957	7	1379	55	854	56
2930	4	1369	62	787	70
2873	10	1362	60	730	66
2860	9	1142	70	566	81
1693	65	1124	72	493	86

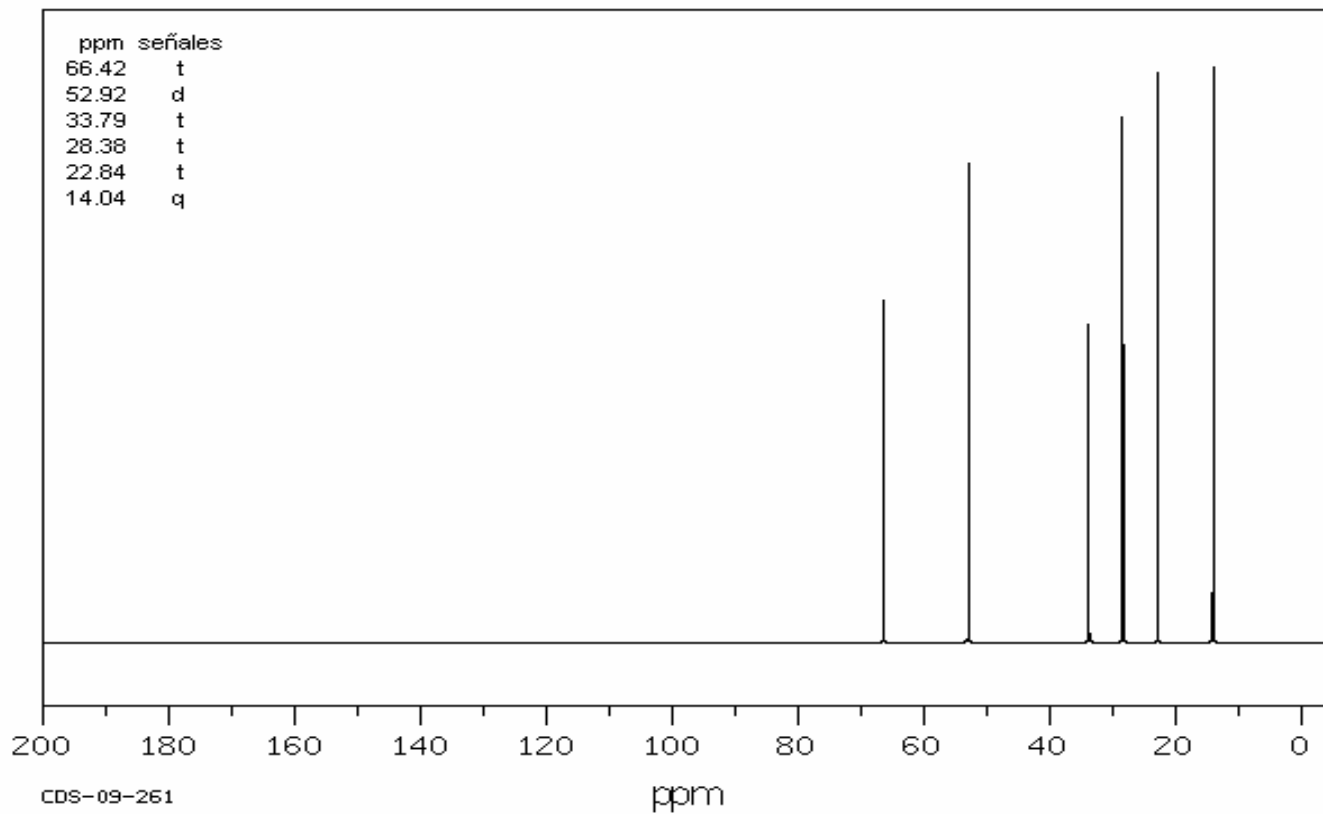
RMN-H1



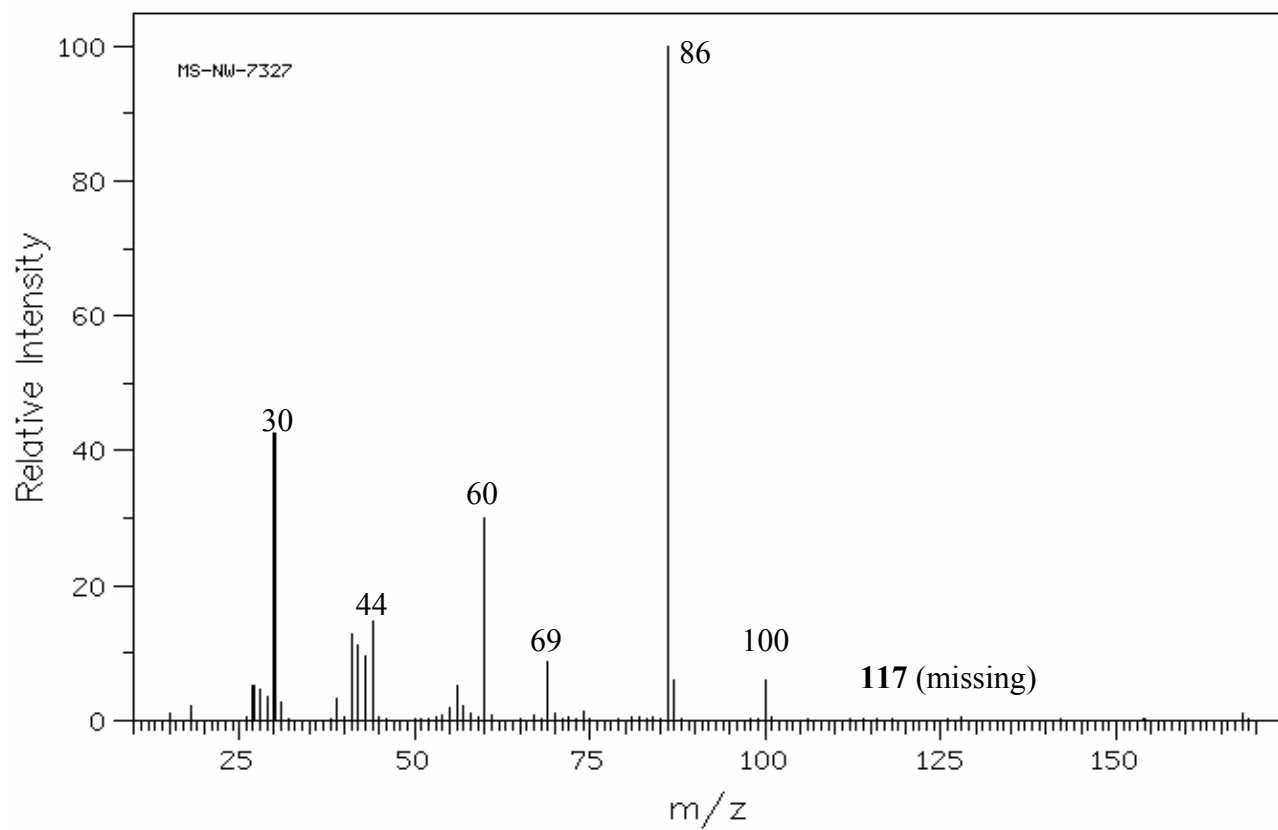
HSP-05-358

ppm

RMN-C13

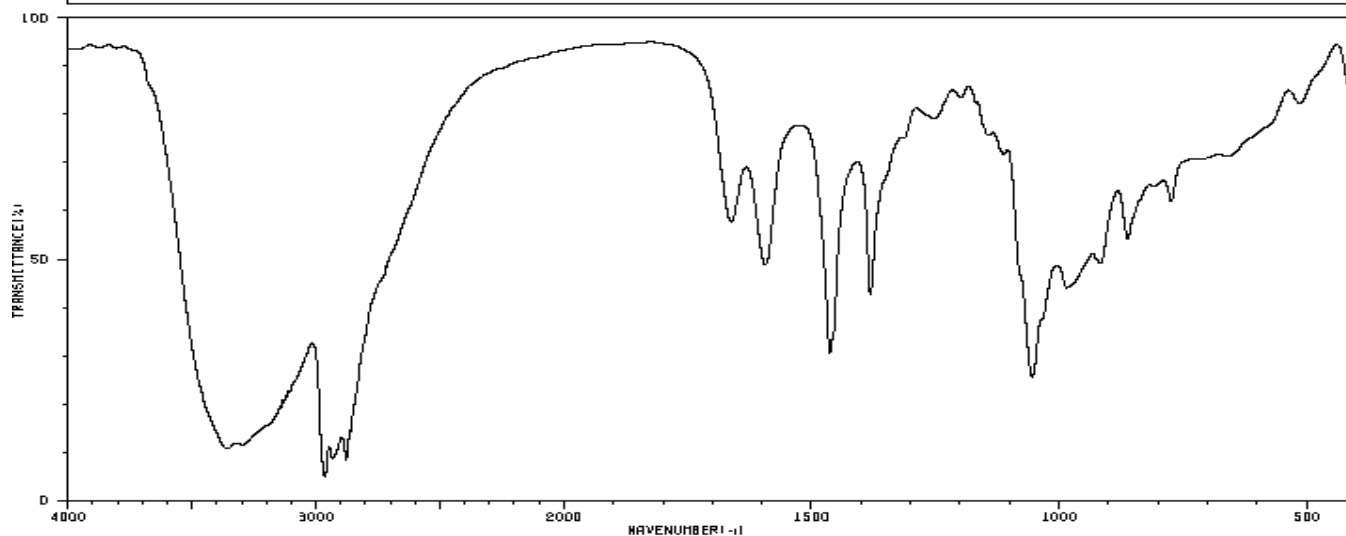


EM

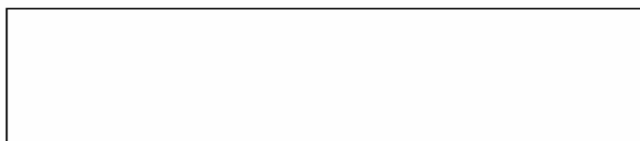


IR

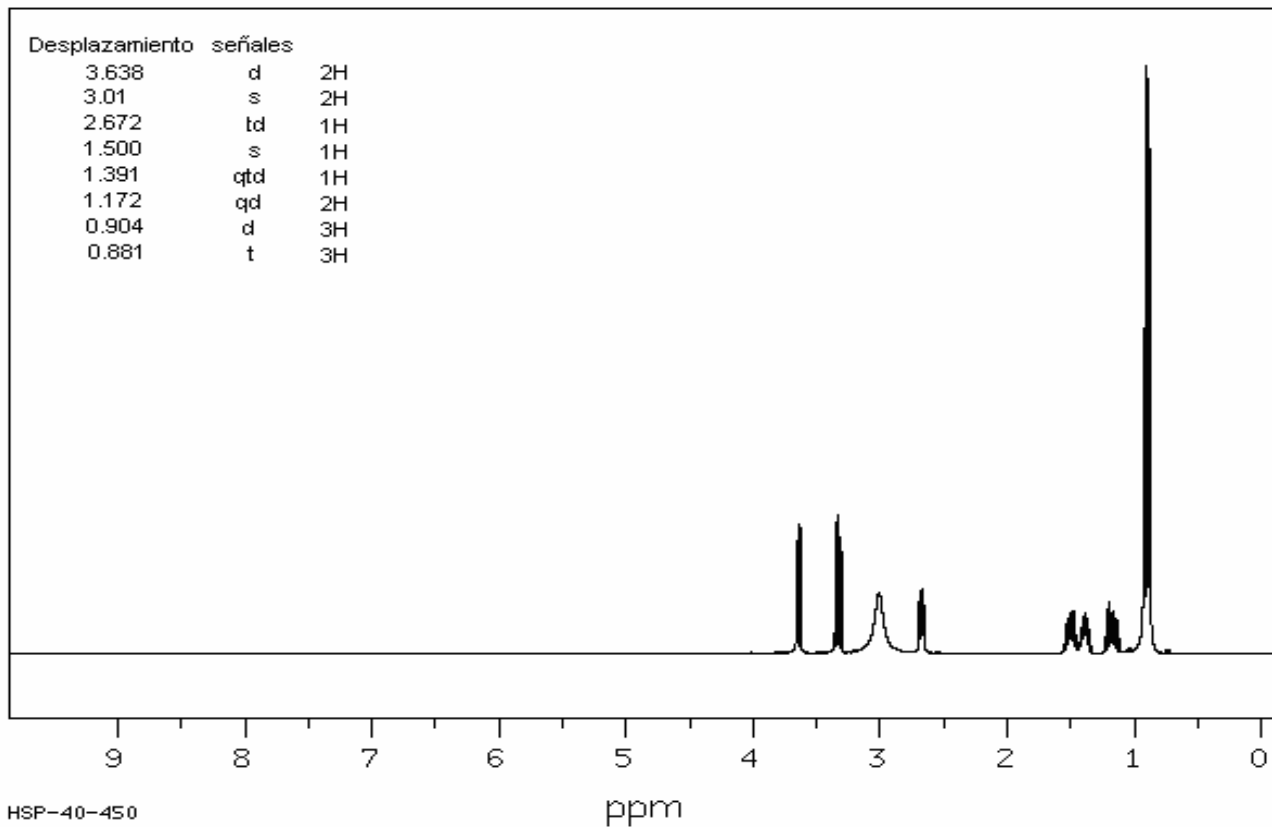
HIT-NO=4729	SCORE= ()	SDBS-NO=13353	IR-NIDA-58839 : LIQUID FILM
-------------	------------	---------------	-----------------------------



3357	10	1381	41	978	42
2963	4	1257	77	972	43
2351	6	1252	77	917	47
2077	8	1199	81	862	52
1662	55	1112	68	773	60
1593	47	1054	24	514	79
1464	29	986	42		



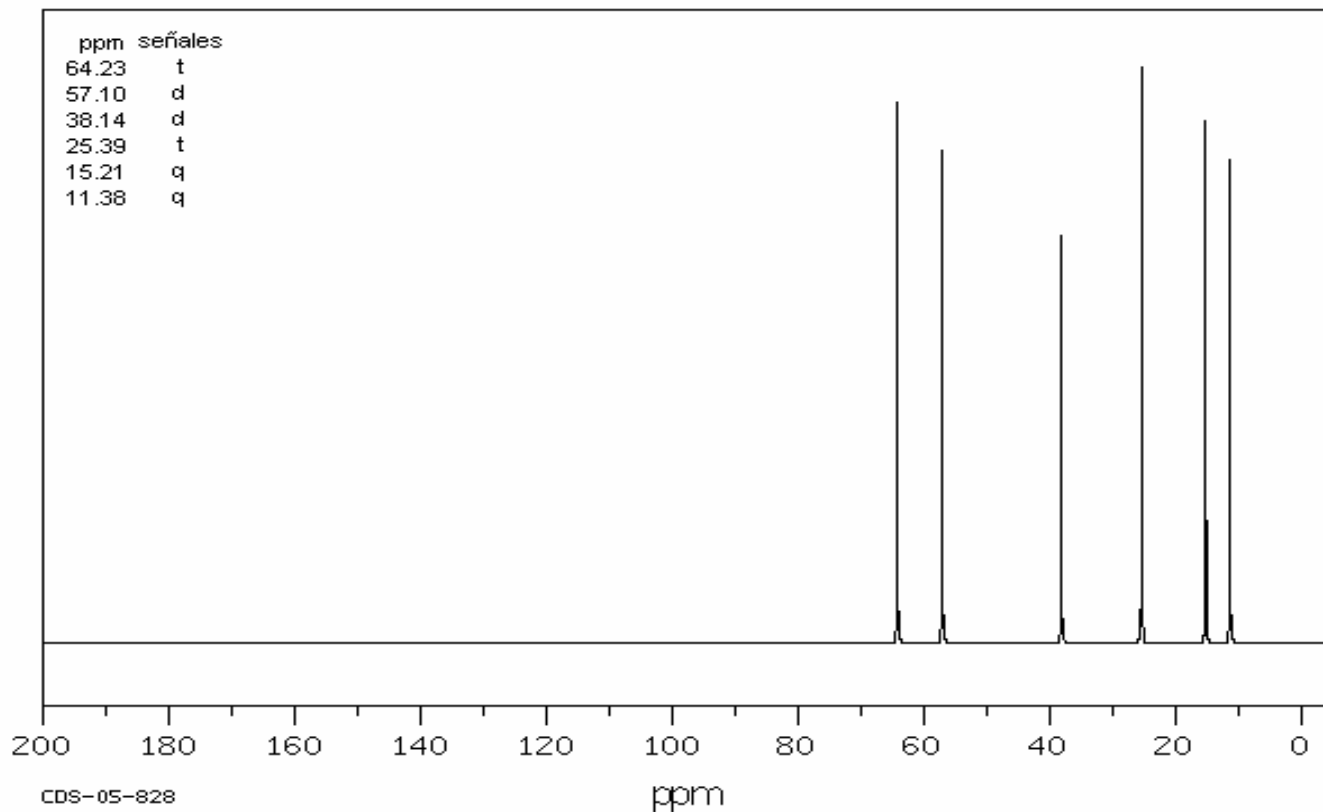
RMN-H1



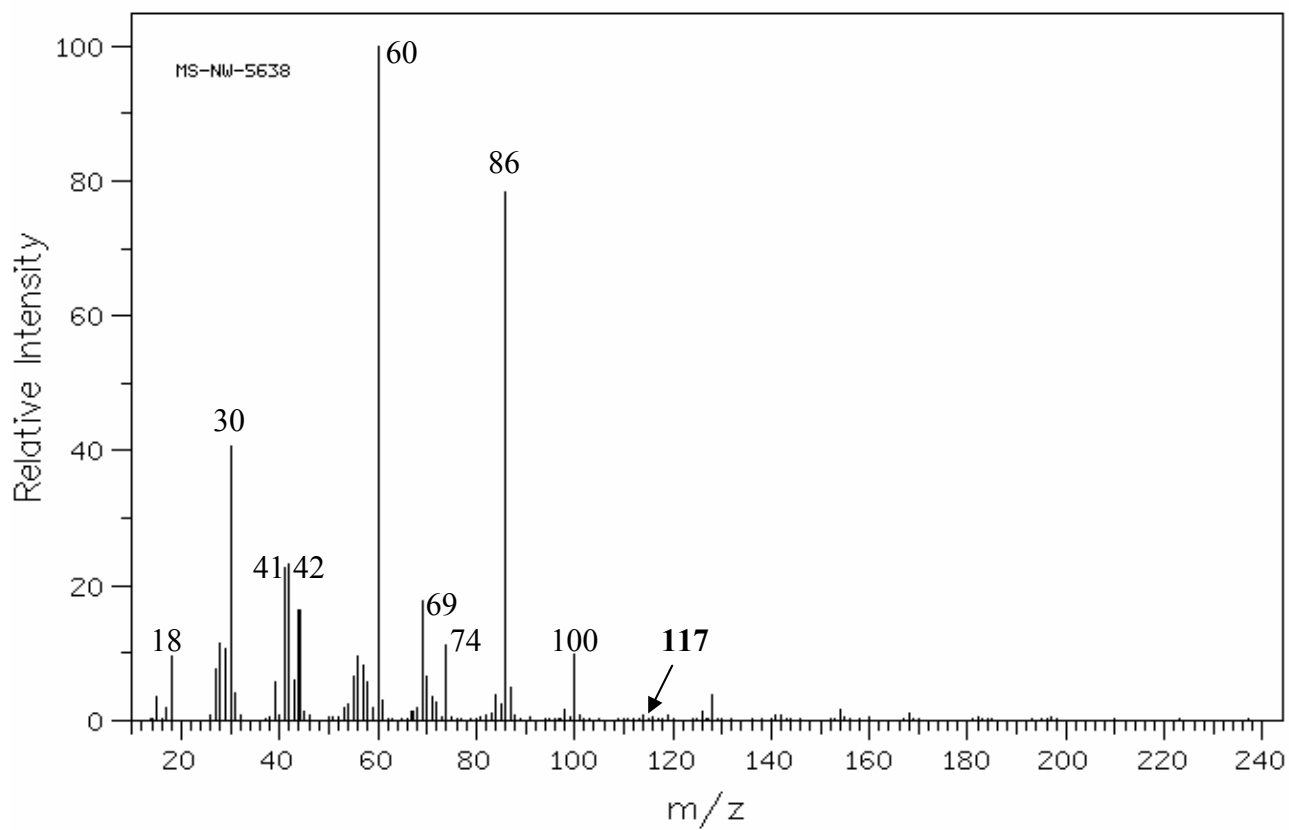
HSP-40-450

ppm

RMN-C13

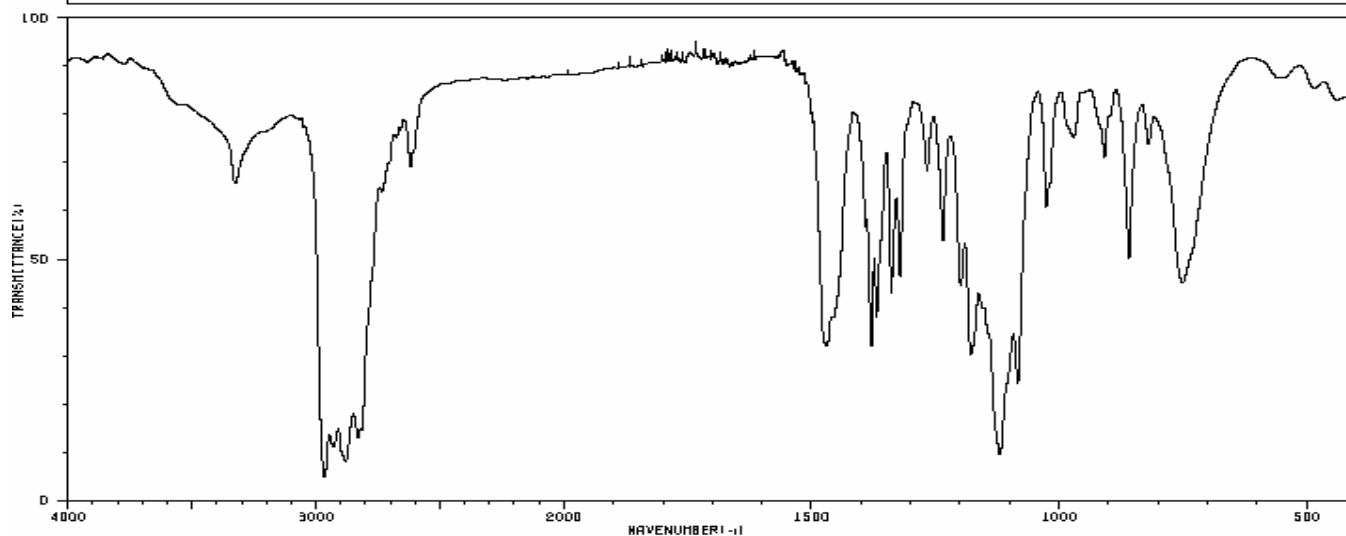


EM



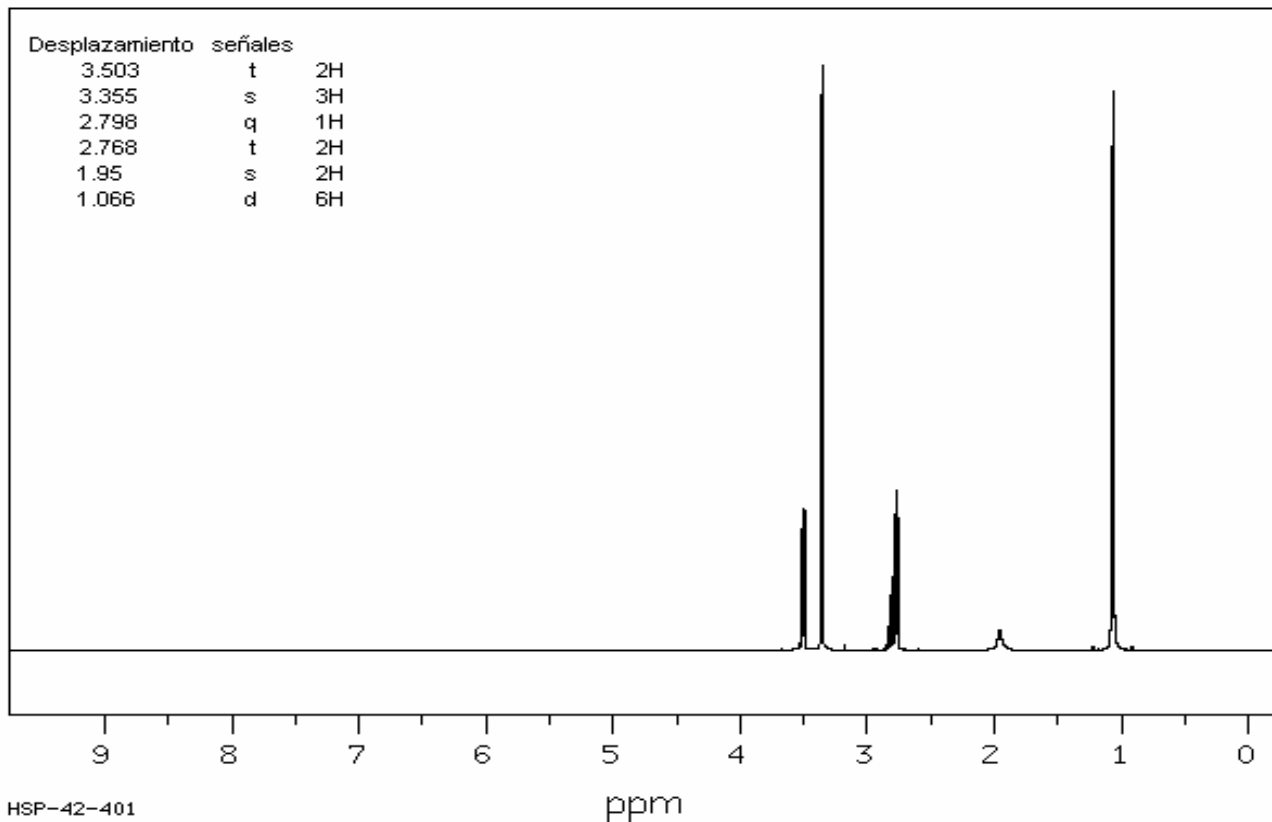
IR

HIT-NO=4325	SCORE= ()	SDBS-NO=11284	IR-NIDA-57788 : LIQUID FILM
-------------	------------	---------------	-----------------------------



3324	64	2604	70	1369	37	1174	31	869	49
2968	4	1537	86	1339	42	1119	9	820	70
2928	10	1475	32	1321	44	1083	29	751	43
2878	8	1469	31	1267	66	1026	68	667	84
2830	12	1459	37	1235	52	982	74	552	84
2816	14	1381	55	1199	43	970	72	547	64
2618	66	1379	31	1179	29	909	68	484	81

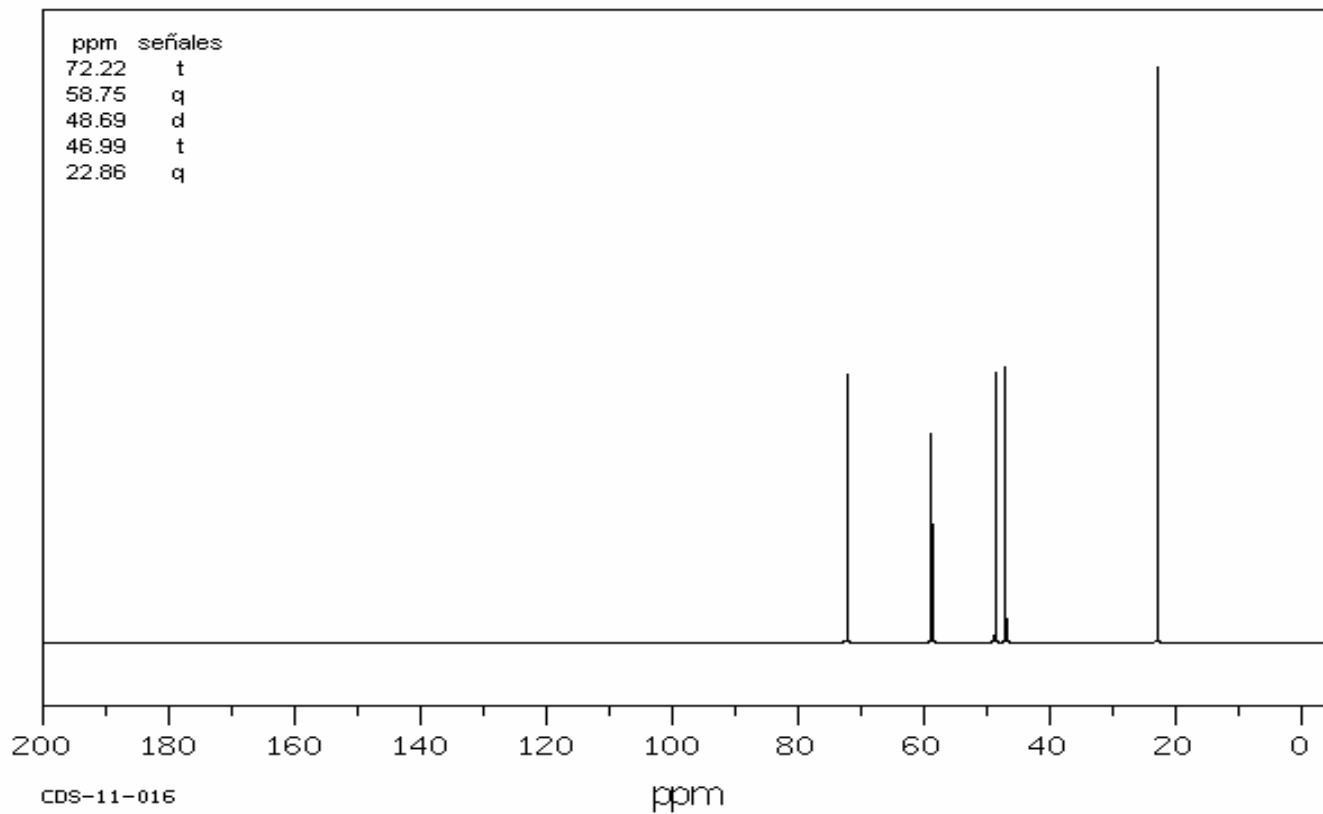
RMN-H1



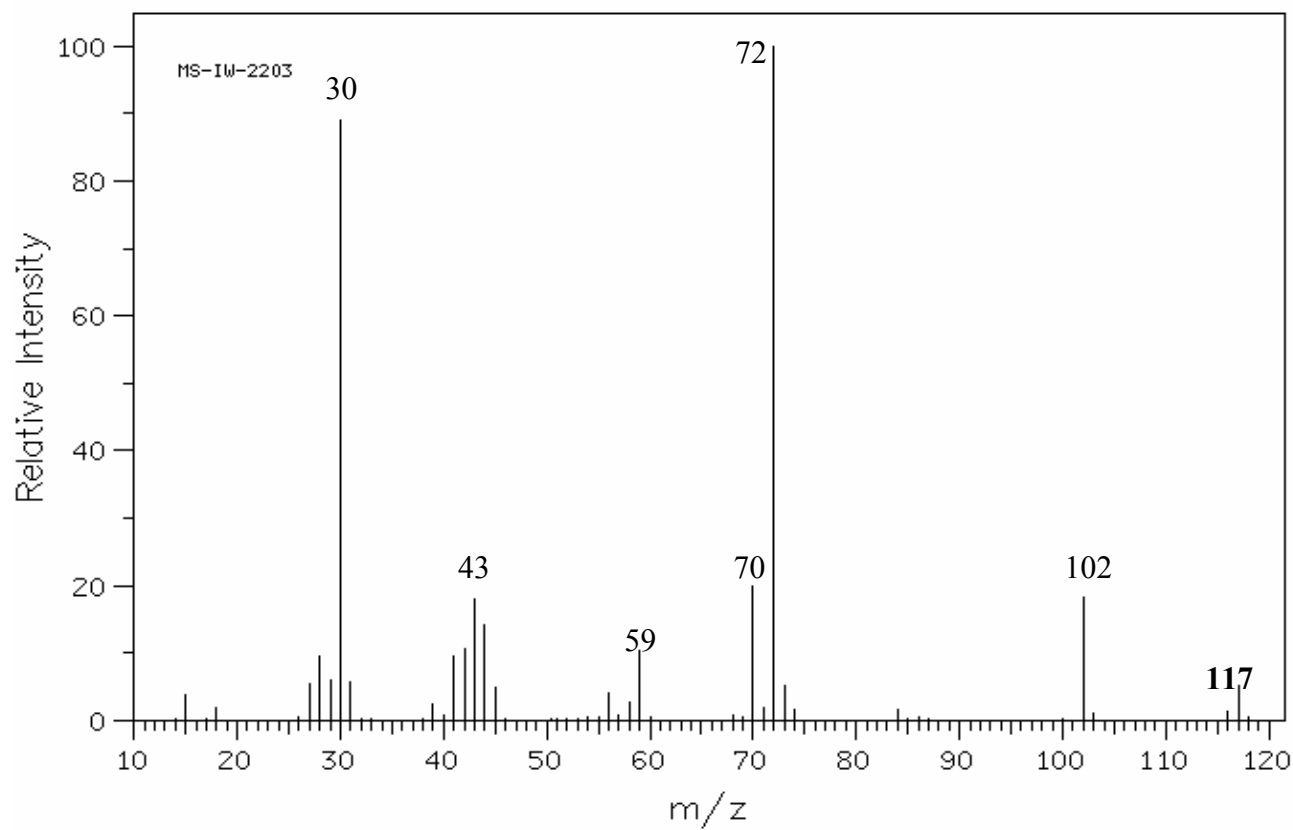
HSP-42-401

ppm

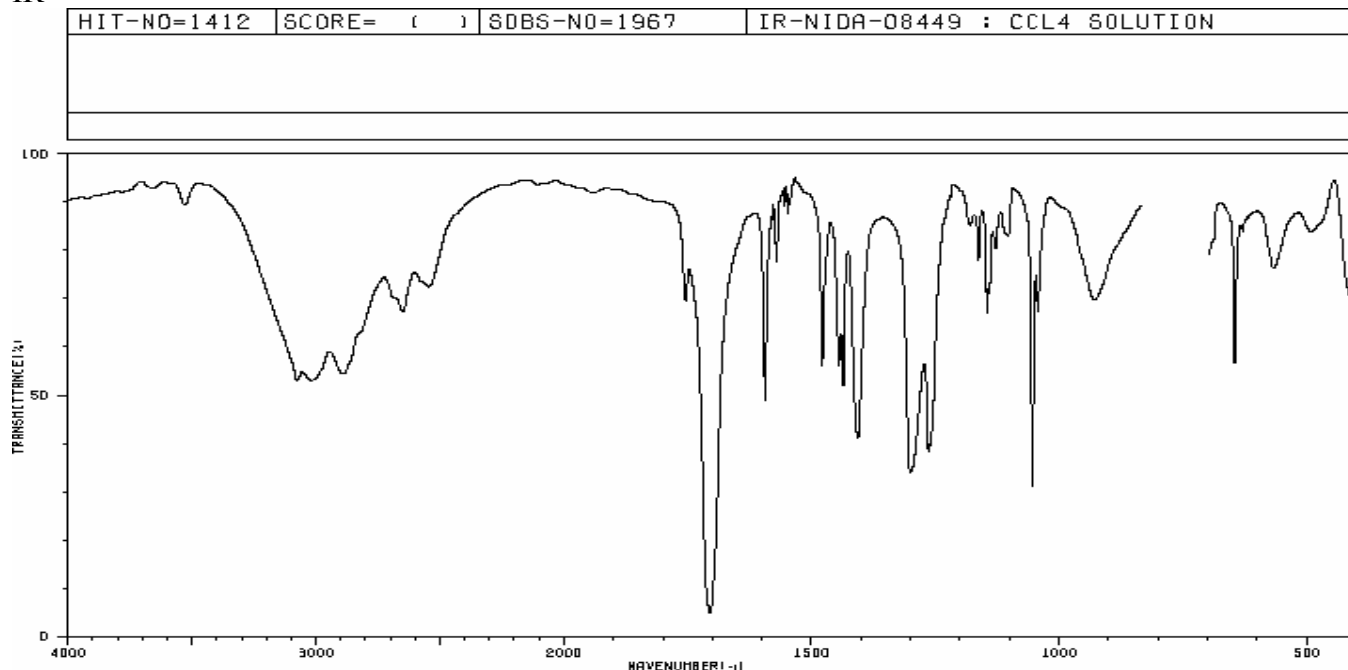
RMN-C13



EM

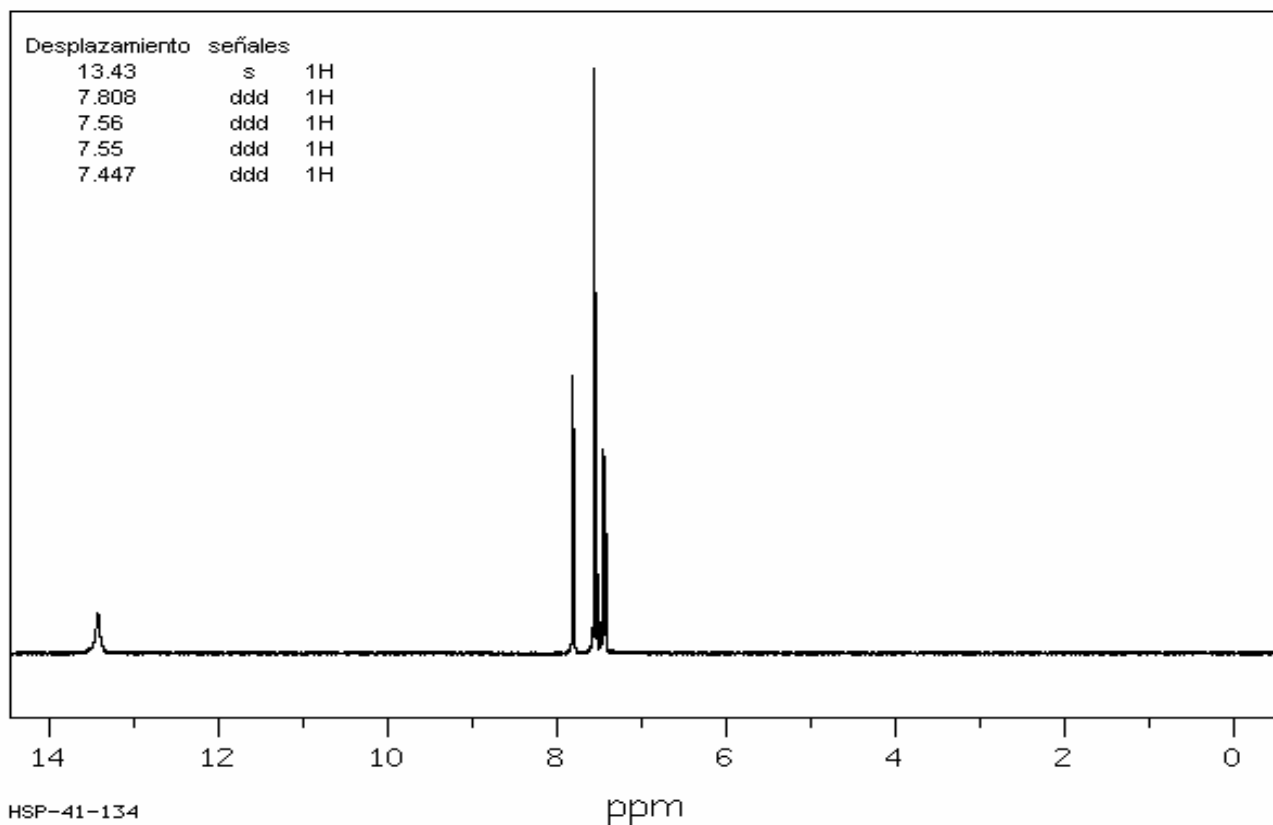


IR

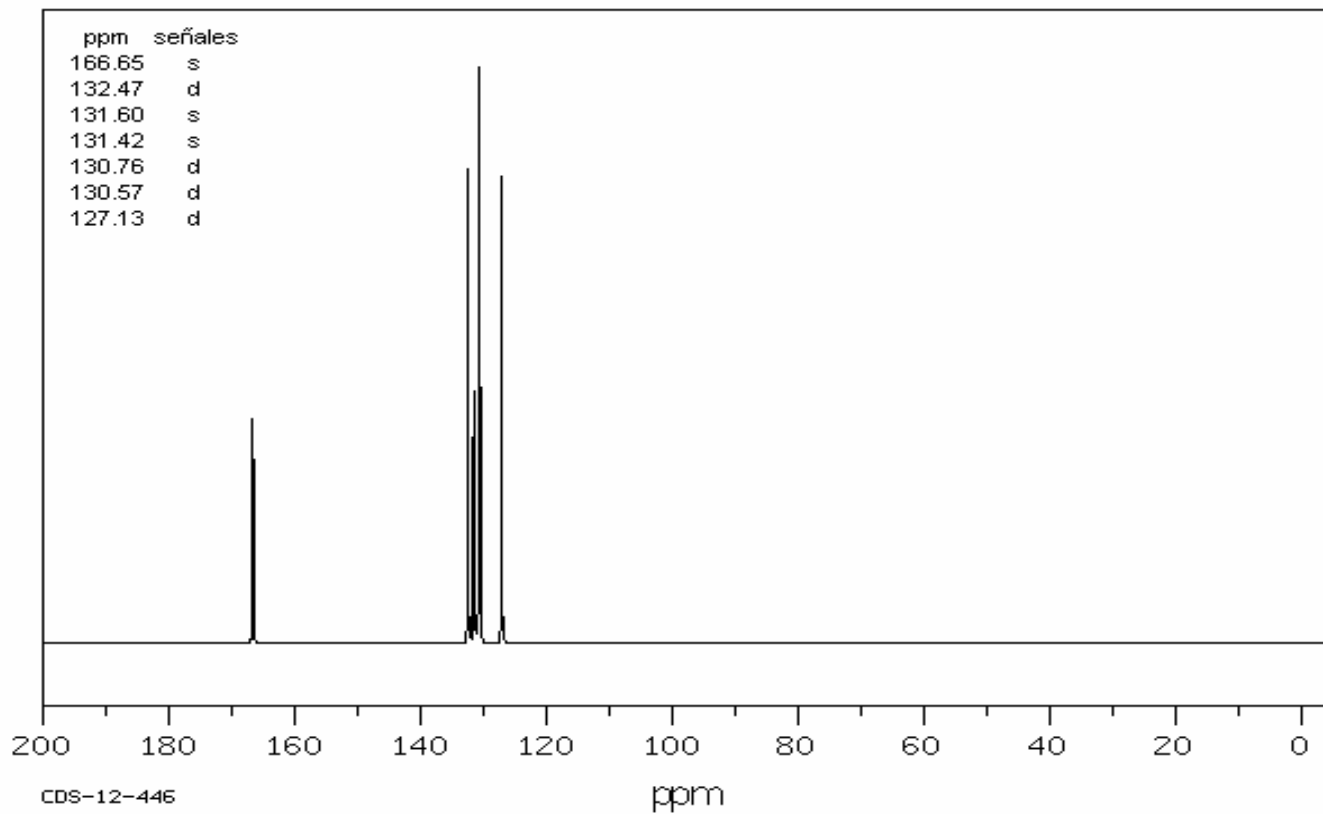


3629	86	1755	66	1479	53	1180	81	928	56
3077	50	1705	4	1444	53	1163	74	646	55
3020	50	1594	47	1436	50	1146	64	629	61
2889	52	1583	61	1407	39	1128	77	667	72
2877	68	1571	74	1301	32	1103	79	562	74
2849	84	1558	66	1265	36	1054	30	492	61
2643	70	1648	84	1254	47	1043	64		

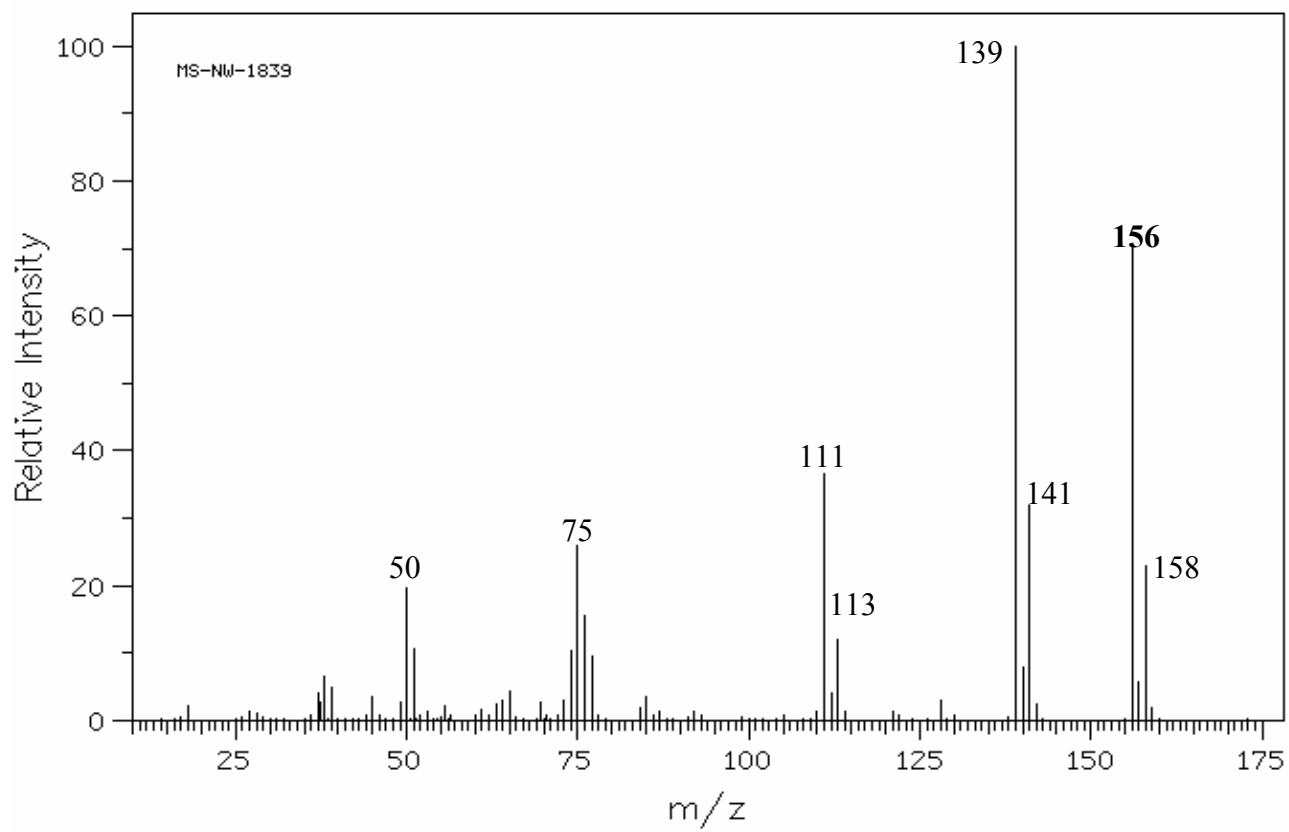
NMR-H1



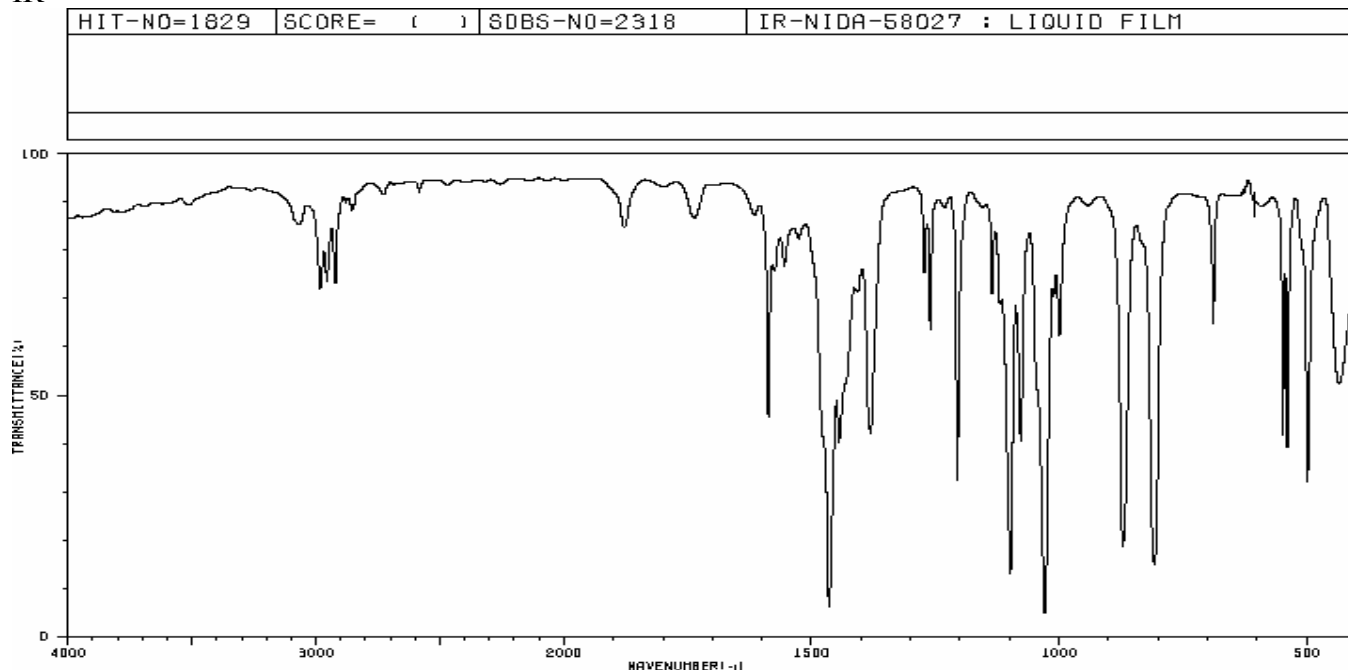
NMR-C13



EM

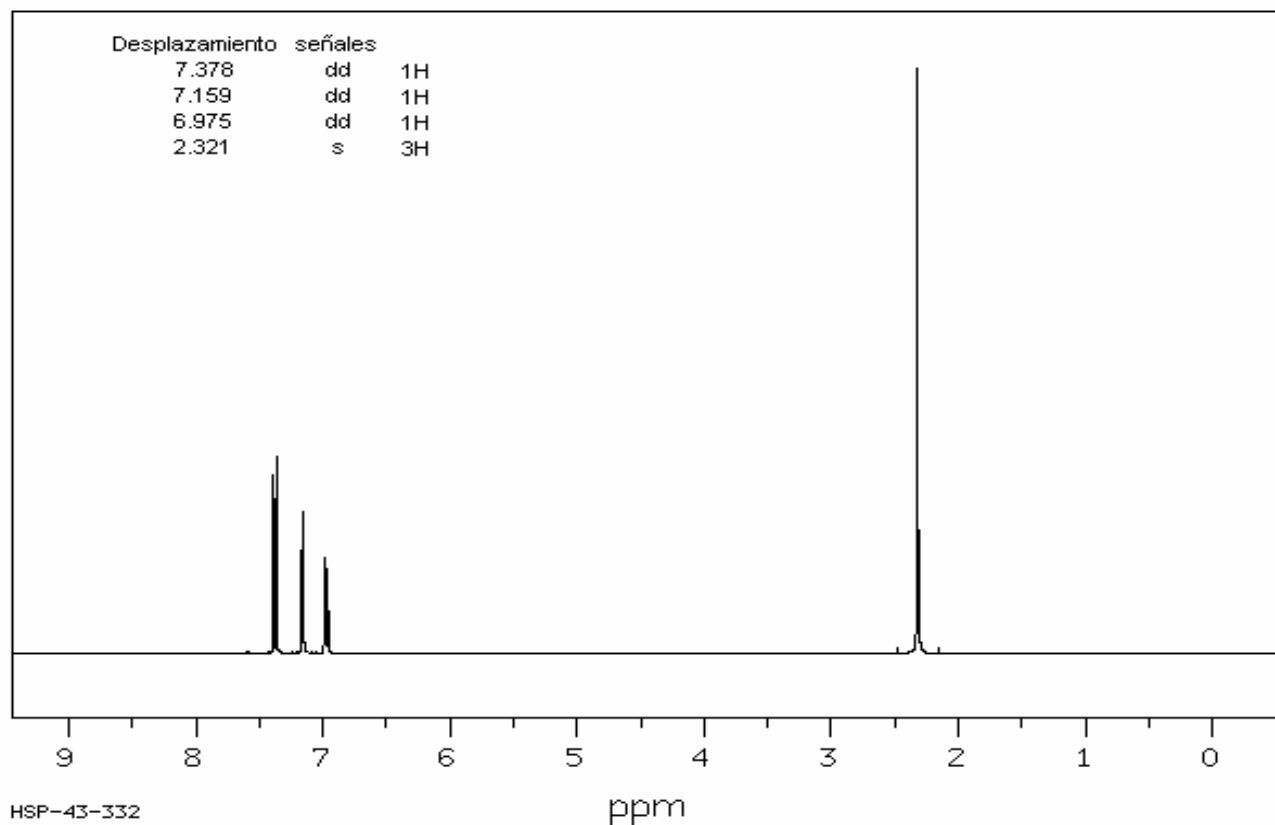


IR



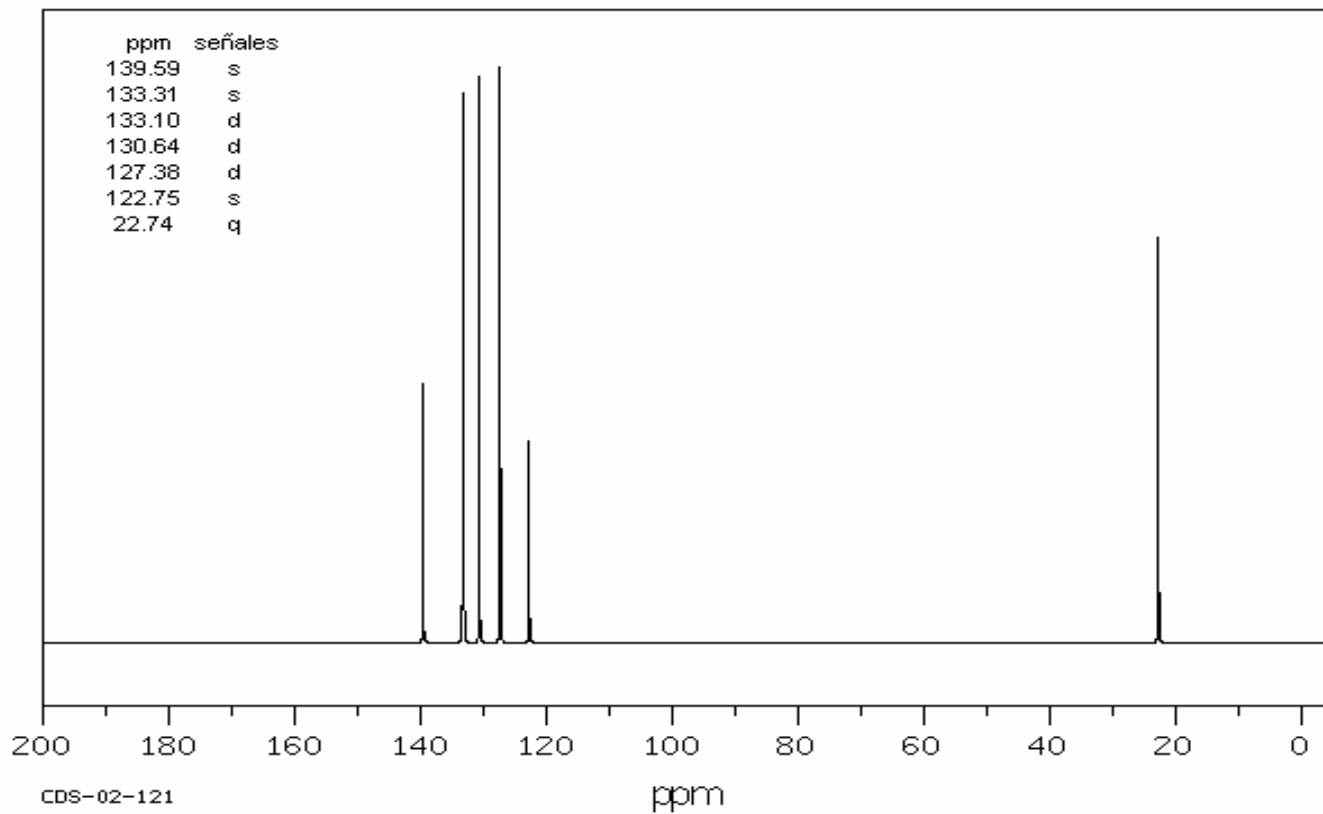
3083	81	1737	84	1465	6	1119	65	808	14
3066	81	1615	84	1444	38	1098	12	689	62
2982	70	1588	45	1360	41	1077	58	606	64
2965	70	1574	72	1273	72	1029	4	648	39
2922	70	1555	74	1260	60	1011	68	539	37
2857	84	1528	79	1206	31	989	60	499	30
1878	81	1477	39	1136	68	871	18	436	50

NMR-H1

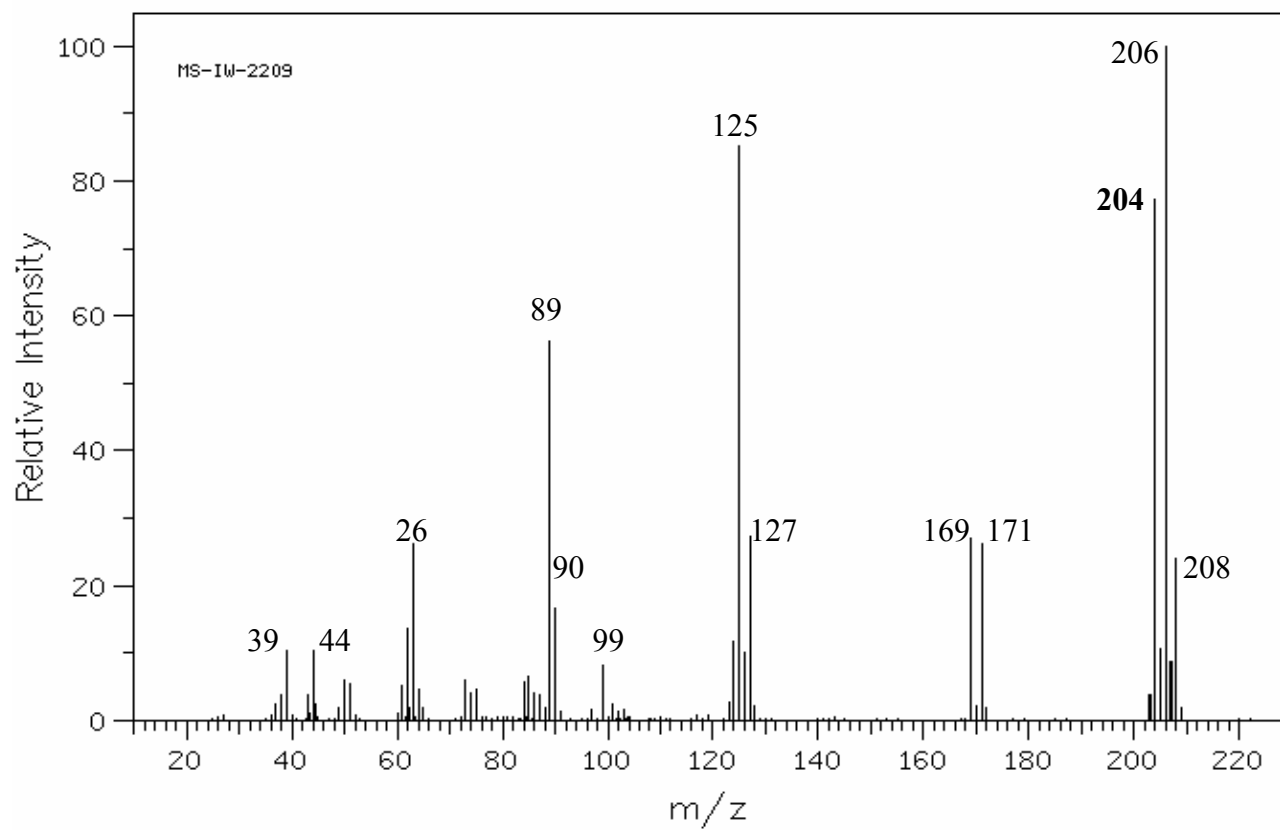


HSP-43-332

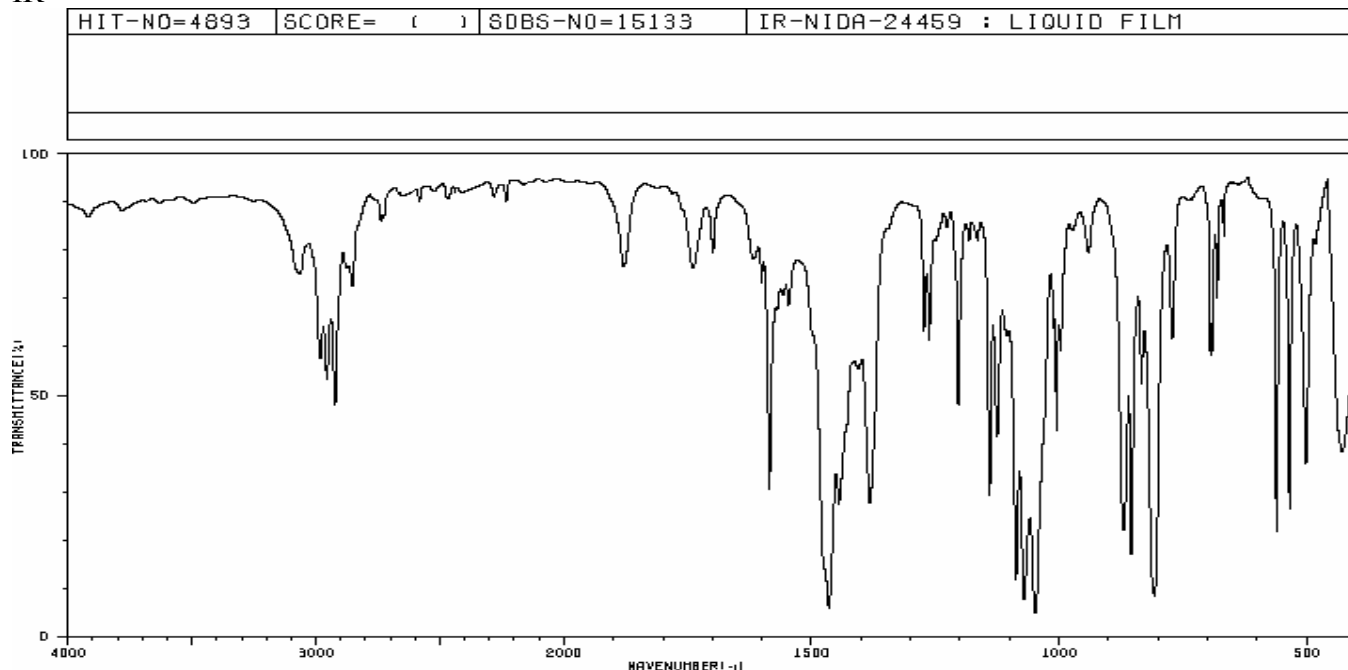
NMR-C13



EM

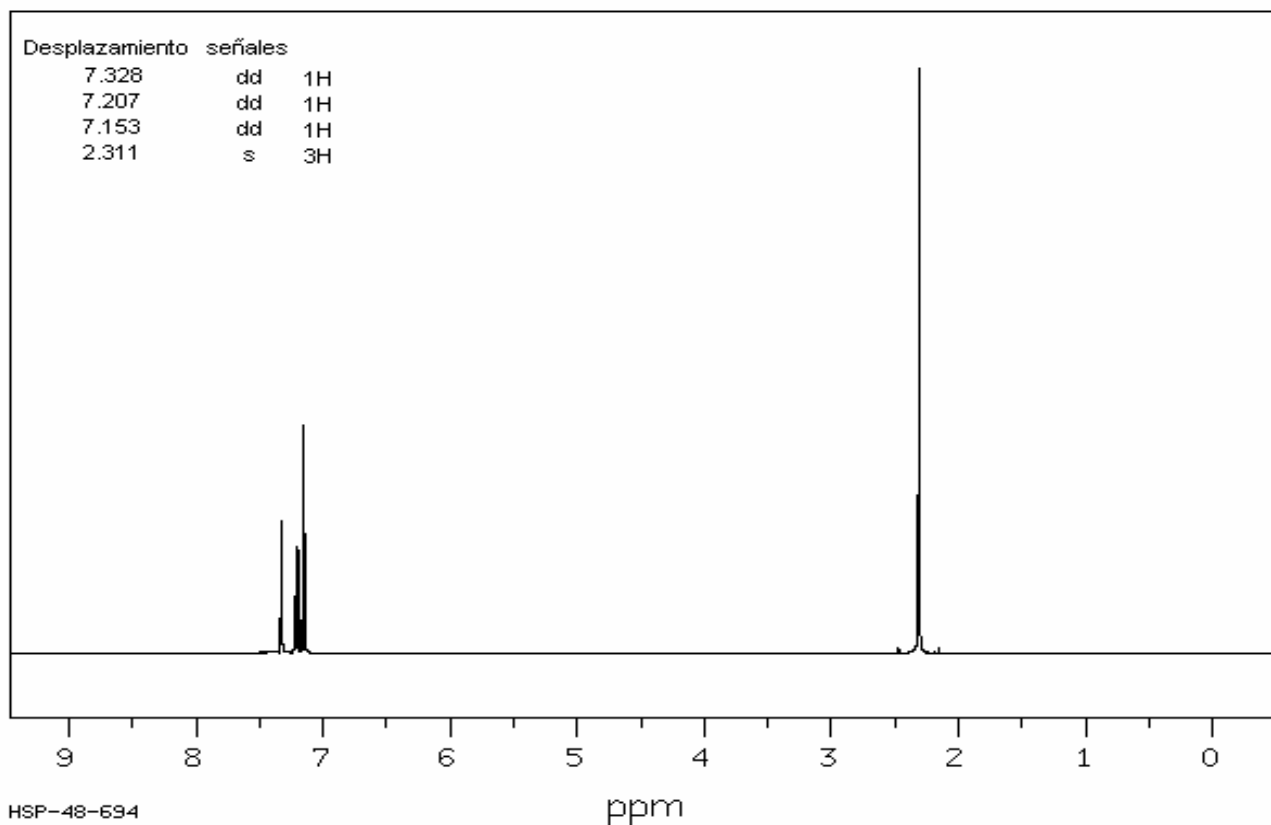


IR

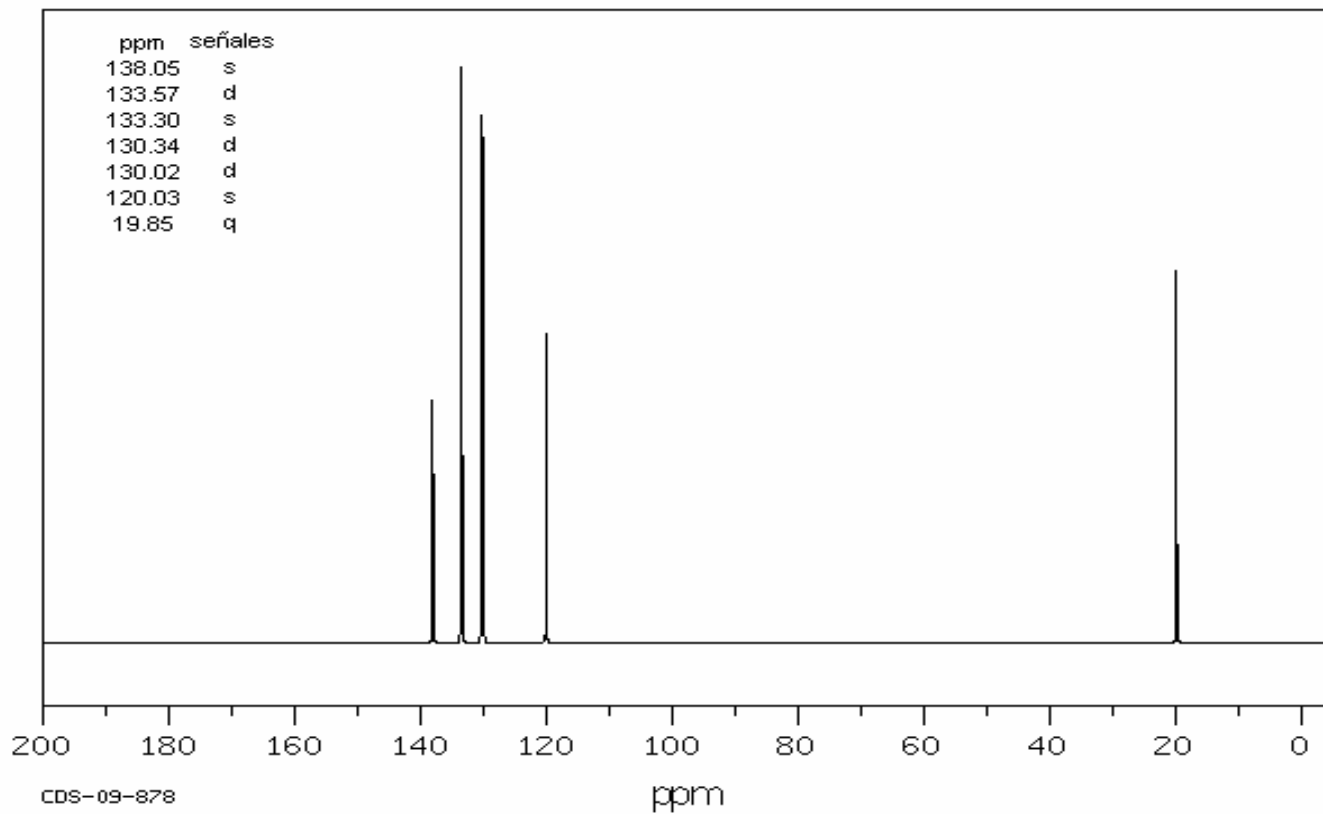


2982	65	1657	68	1262	68	1010	60	772	68
2955	50	1546	66	1204	46	1005	41	692	55
2323	46	1465	5	1141	27	997	57	661	68
2053	70	1444	26	1125	39	970	21	661	20
1601	70	1406	53	1087	11	854	16	535	25
1585	29	1383	26	1070	7	834	50	502	34
1569	66	1274	60	1049	4	808	8	429	36

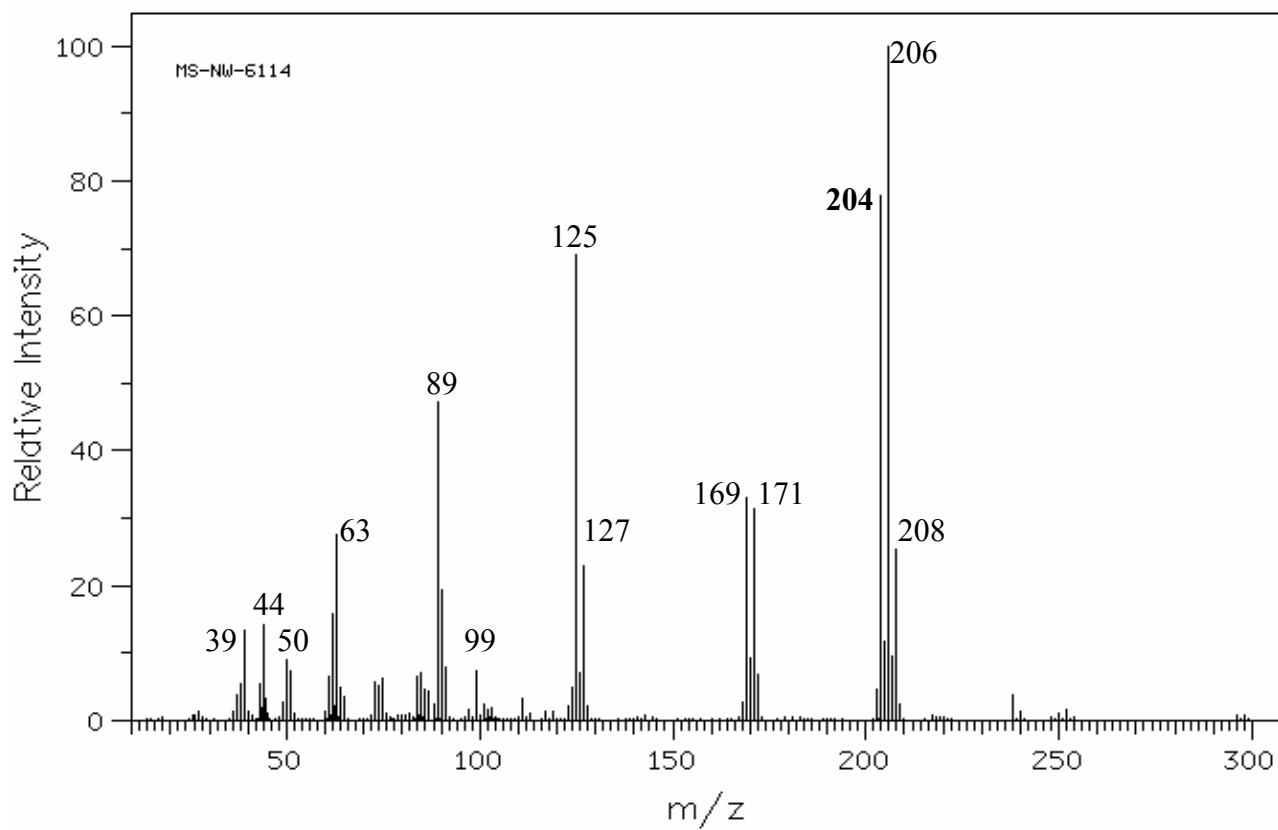
RMN-H1



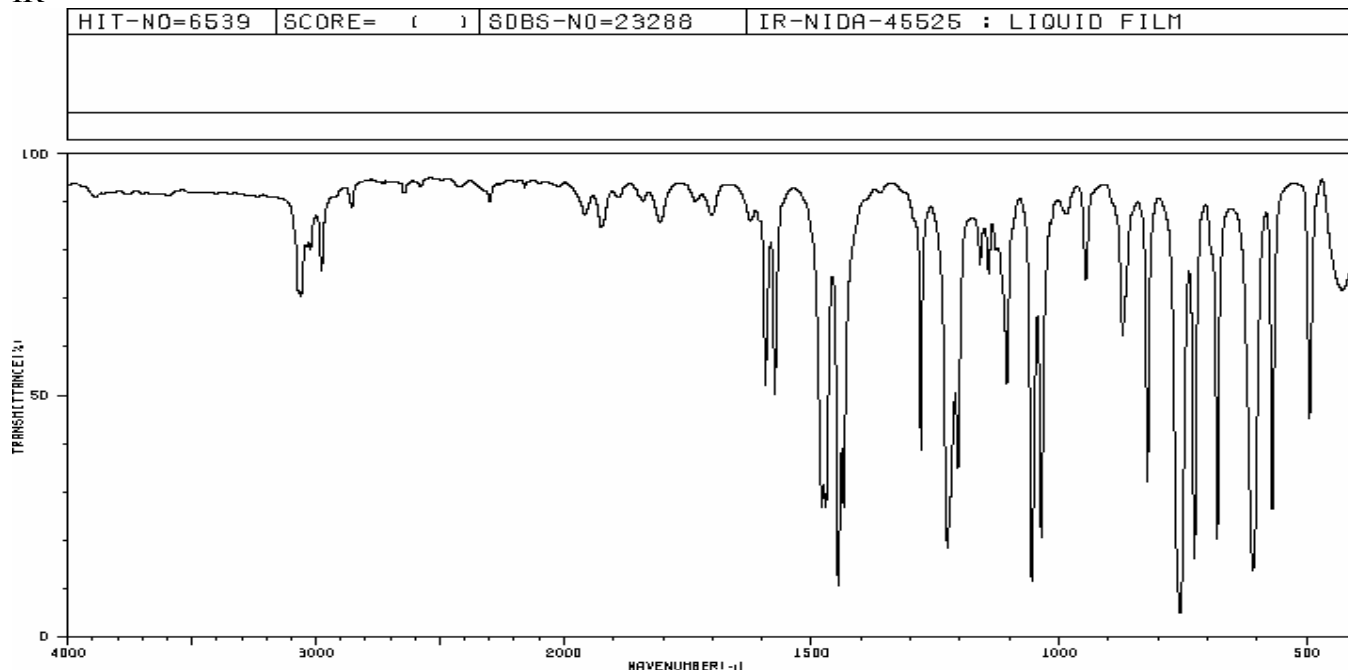
RMN-C13



EM

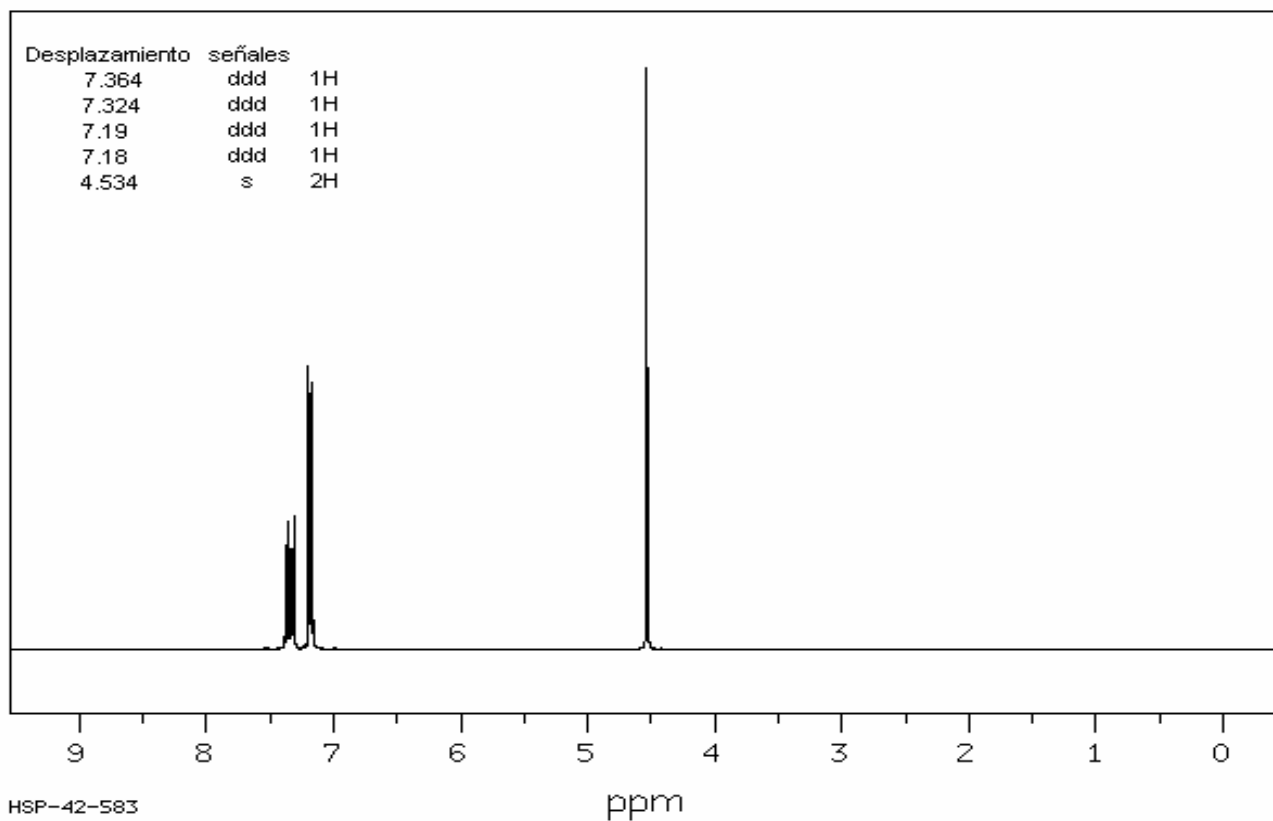


IR

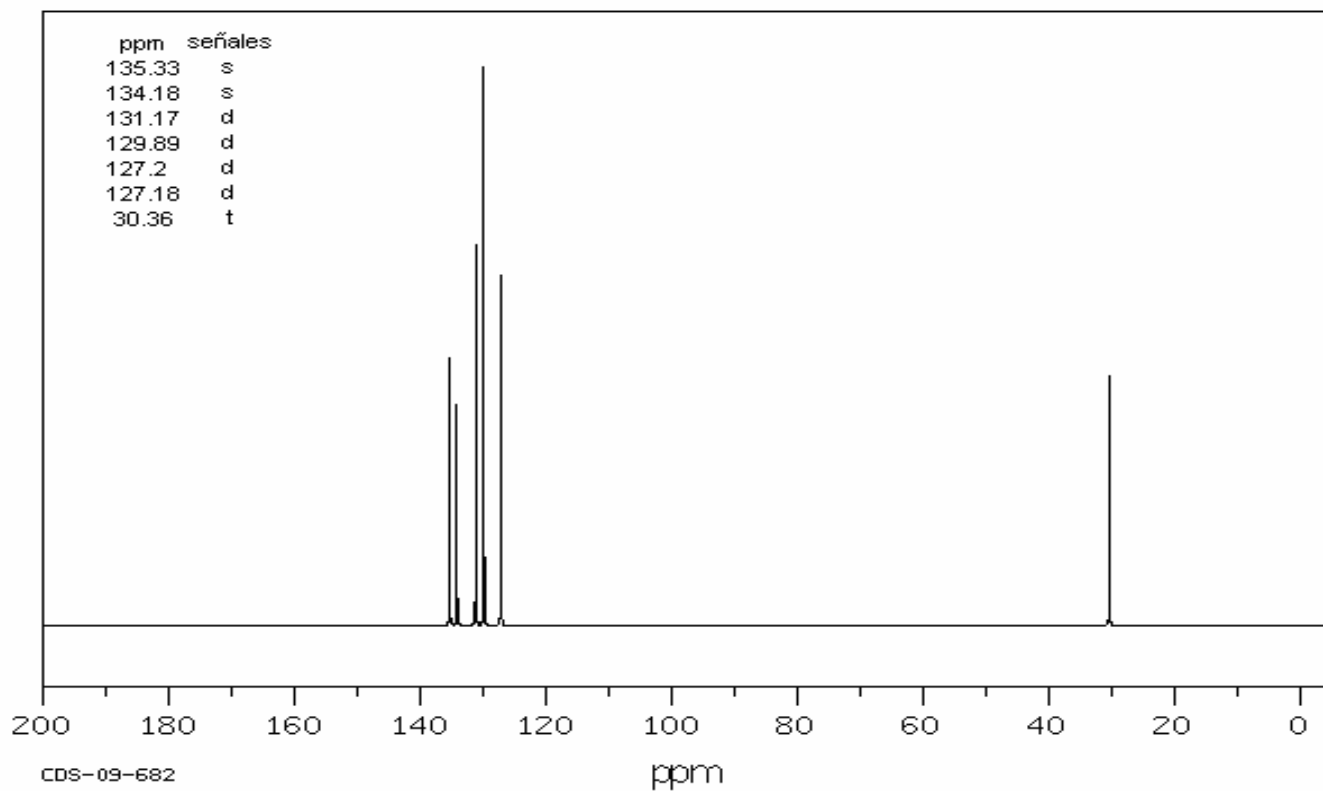


3071	68	1805	81	1446	10	1105	50	756	4
3061	68	1701	84	1435	26	1055	10	727	15
3056	77	1623	81	1279	37	1036	20	681	19
3021	77	1593	50	1226	17	986	84	609	13
2977	72	1574	47	1205	33	946	70	570	25
1958	84	1480	25	1160	74	872	60	495	43
1924	81	1471	26	1143	72	822	31	428	68

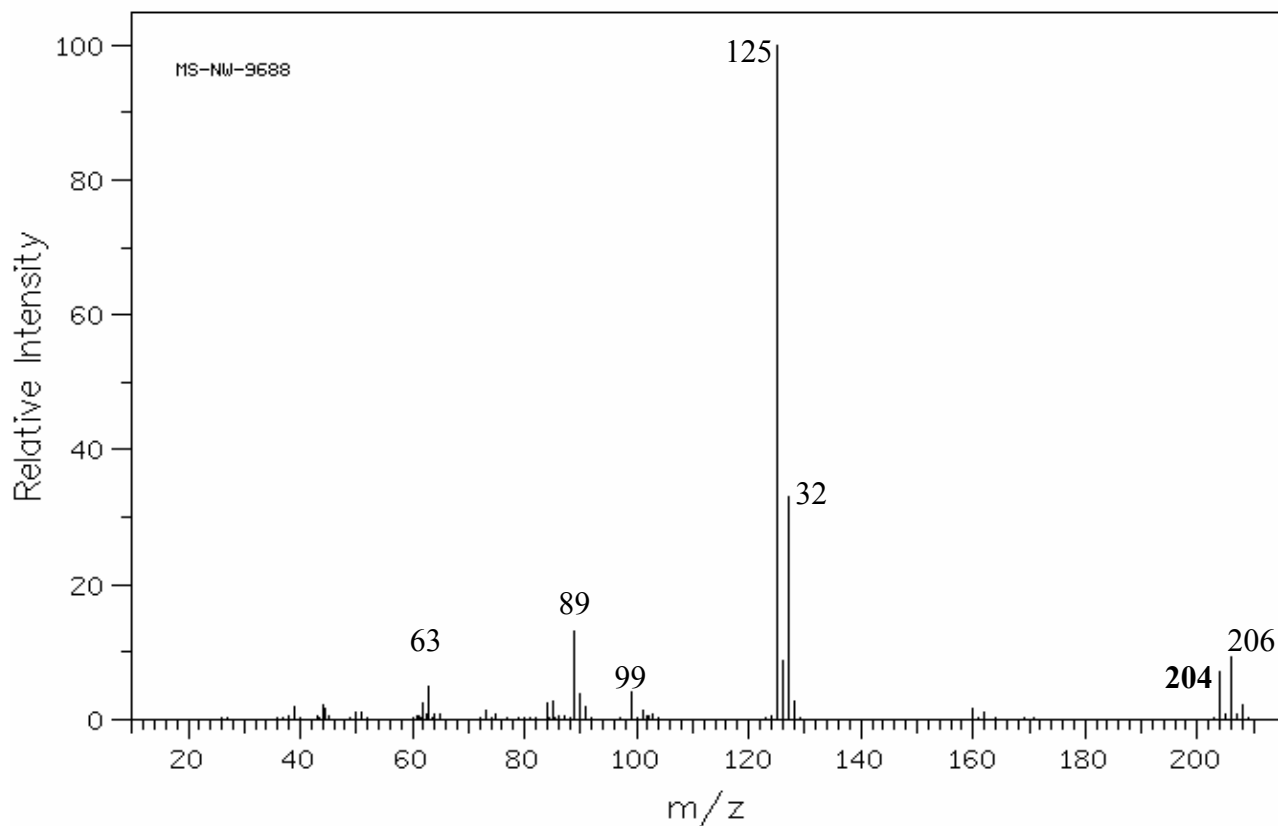
NMR-H1



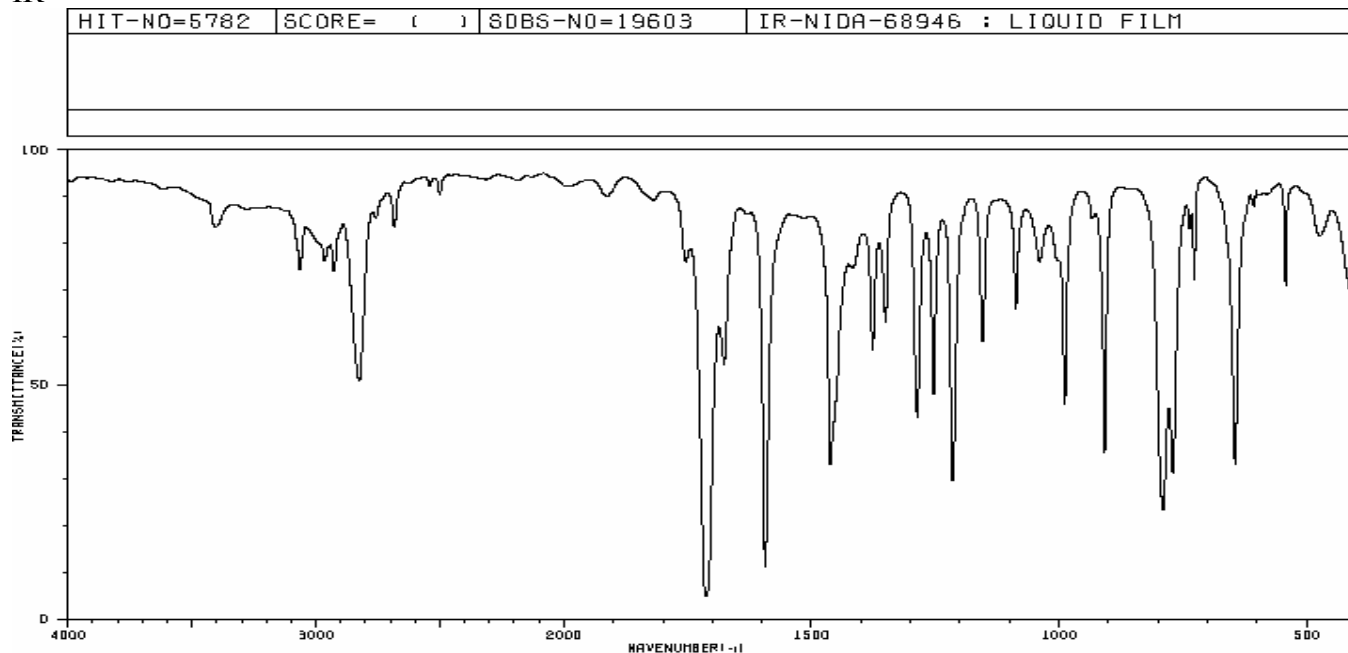
NMR-C13



EM

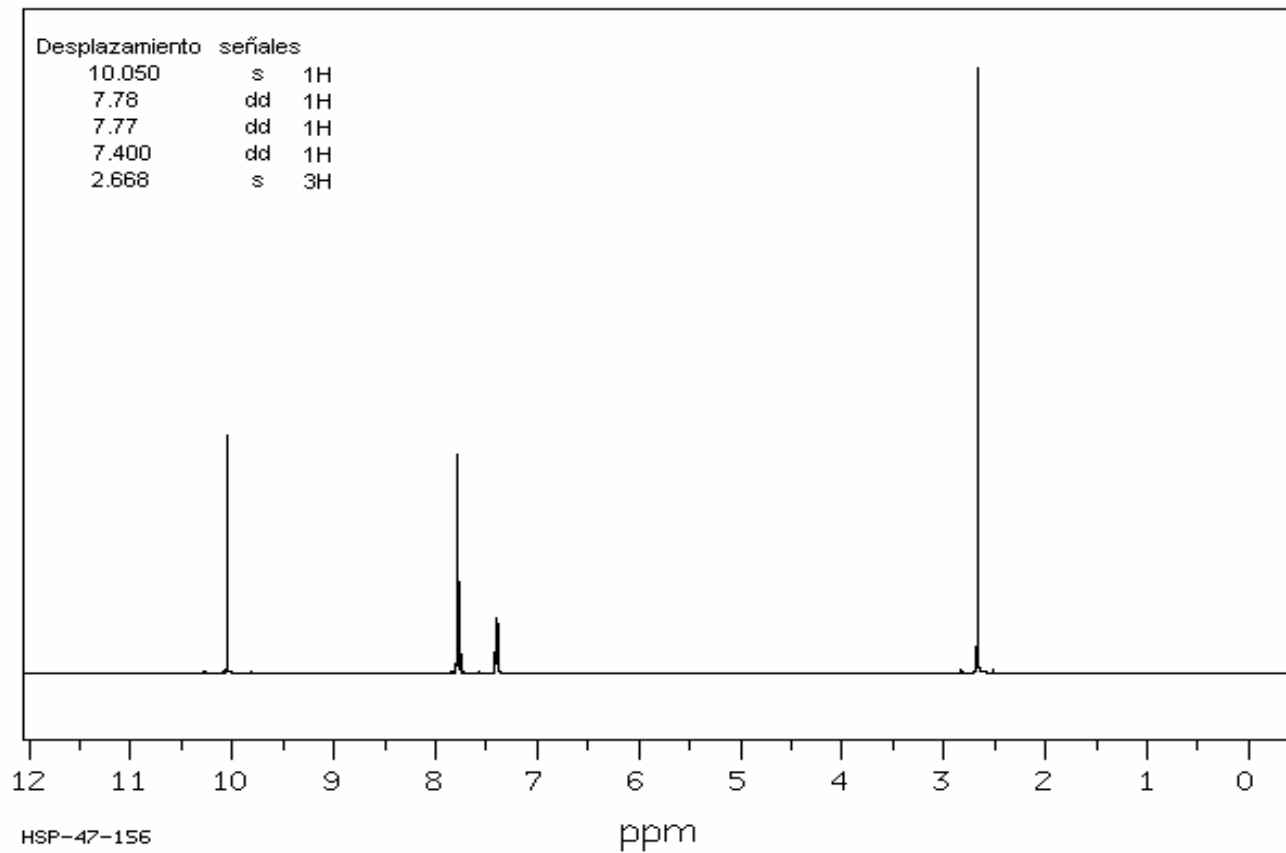


IR



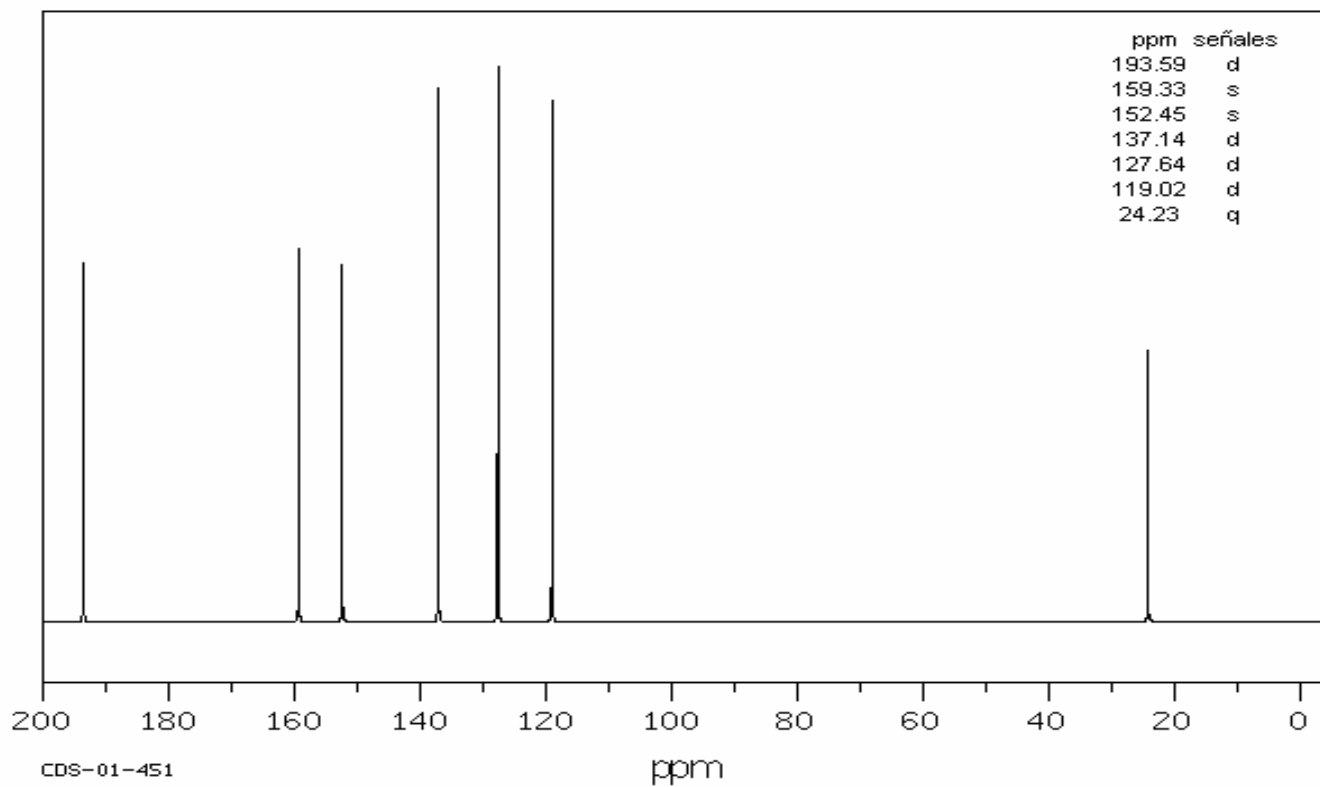
3409	79	1828	86	1462	31	1087	64	737	79		
3064	72	1822	86	1377	55	1039	72	727	70		
2967	74	1817	85	1350	80	1001	74	645	31		
2928	70	1764	72	1287	41	989	49	607	84		
2825	49	1712	4	1254	46	908	34	543	68		
2756	81	1677	52	1215	26	791	22	474	79		
2683	79	1694	10	1165	67	771	30				

NMR-H1

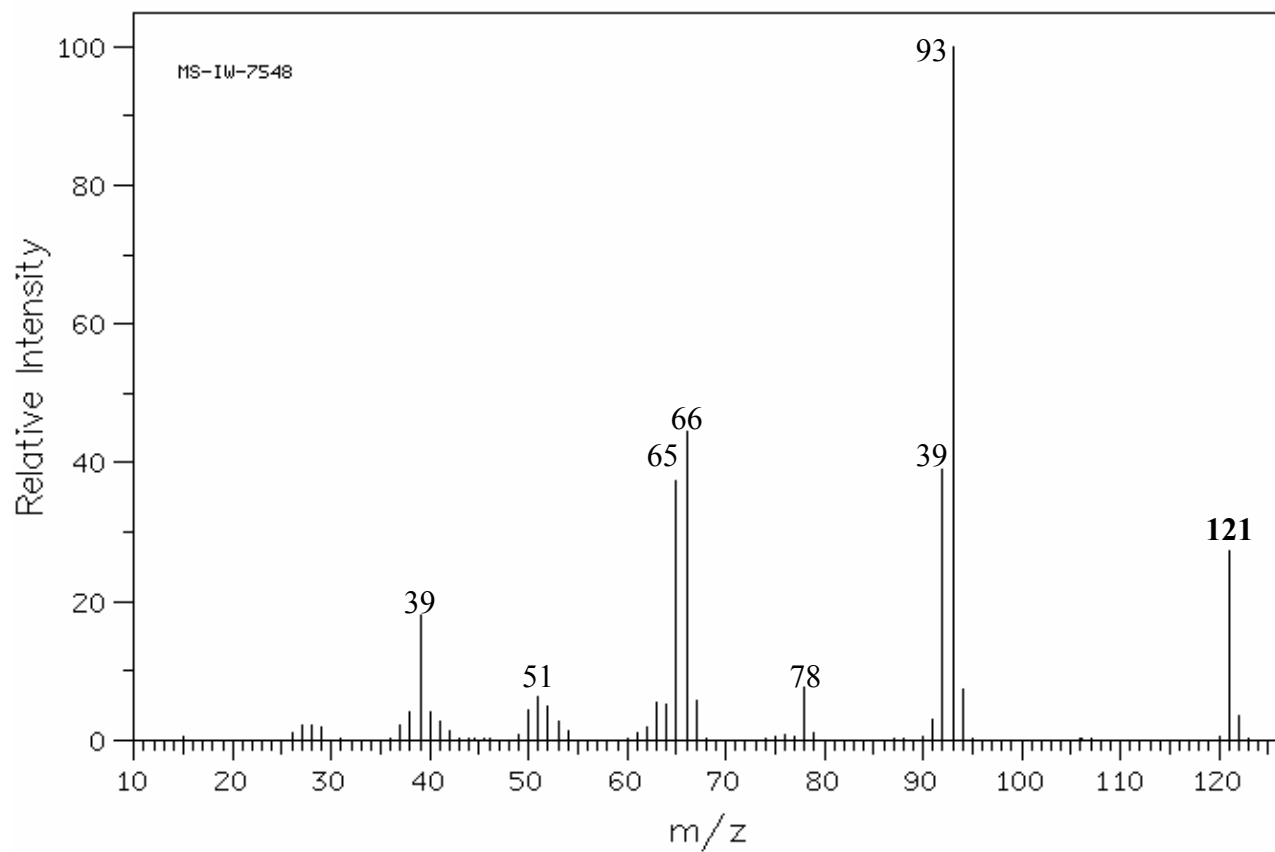


HSP-47-156

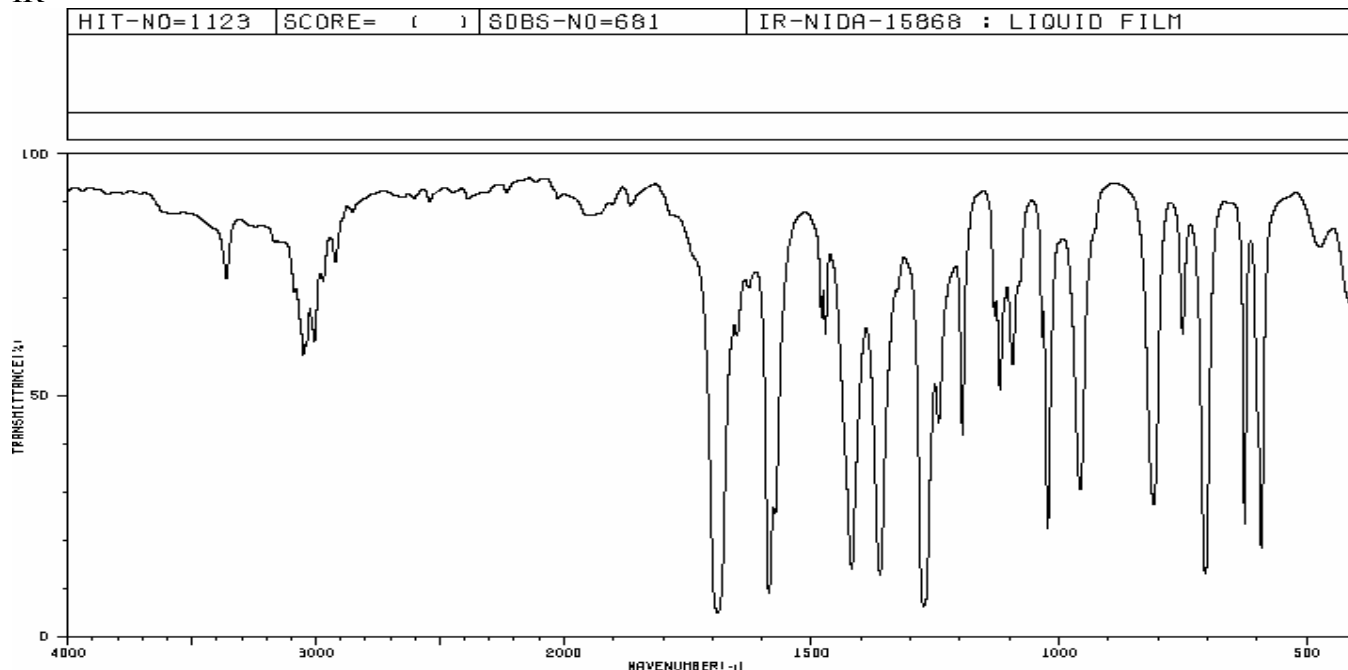
NMR-C13



EM

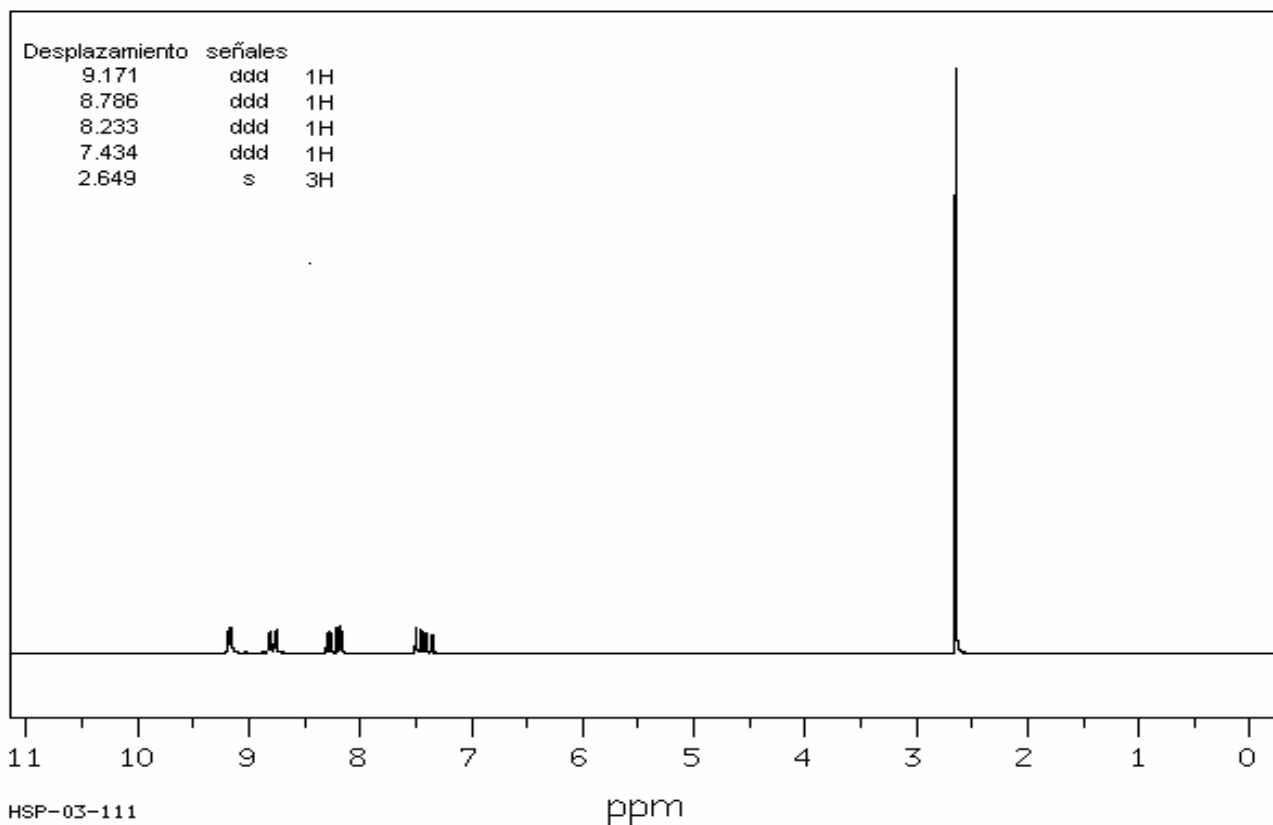


IR



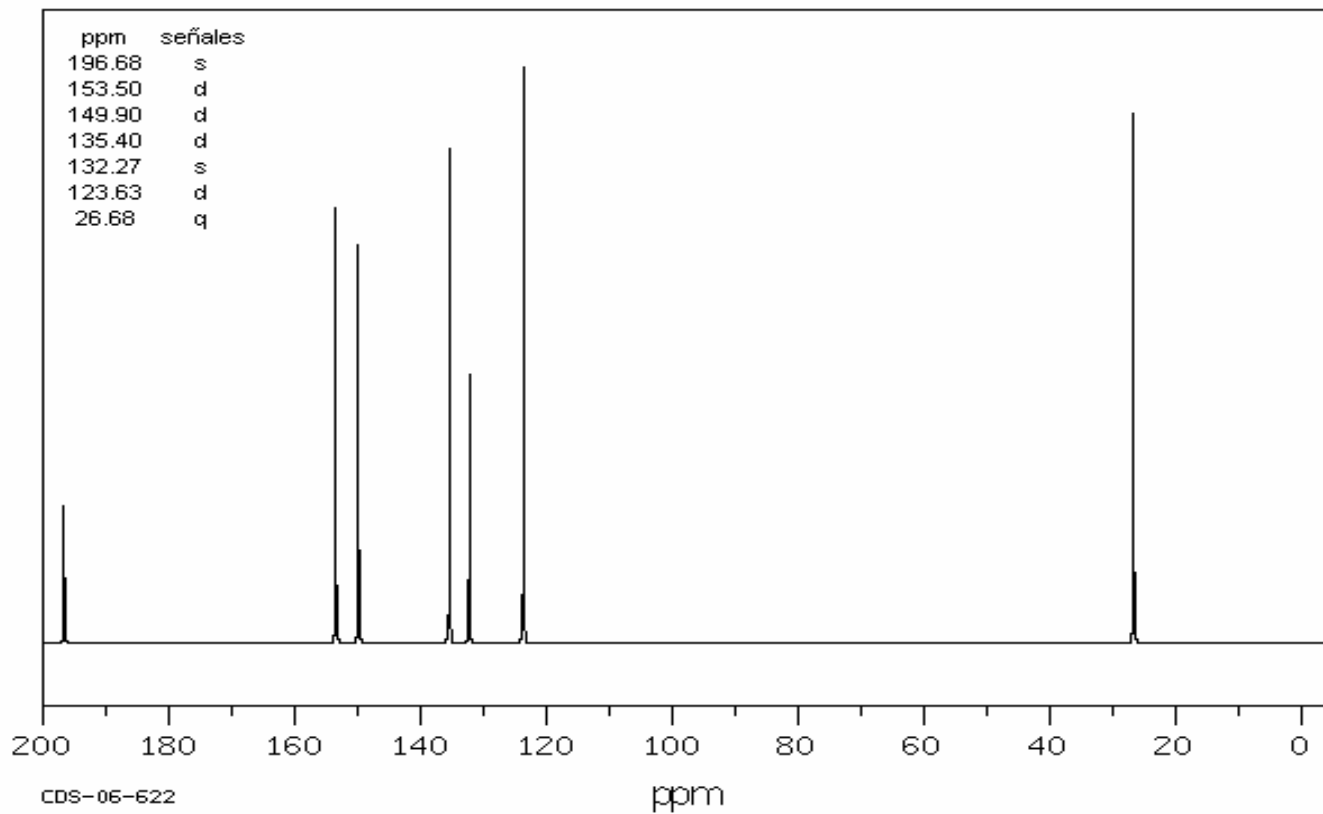
3361	72	2852	84	1673	24	1195	41	810	26
3051	57	1940	84	1480	64	1130	64	751	60
3040	56	1855	85	1471	80	1119	49	705	12
3025	66	1689	4	1419	13	1094	55	626	22
3006	58	1651	60	1362	12	1035	60	592	18
2970	70	1628	70	1273	6	1023	21	475	77
2922	74	1587	8	1244	42	958	29		

NMR-H1

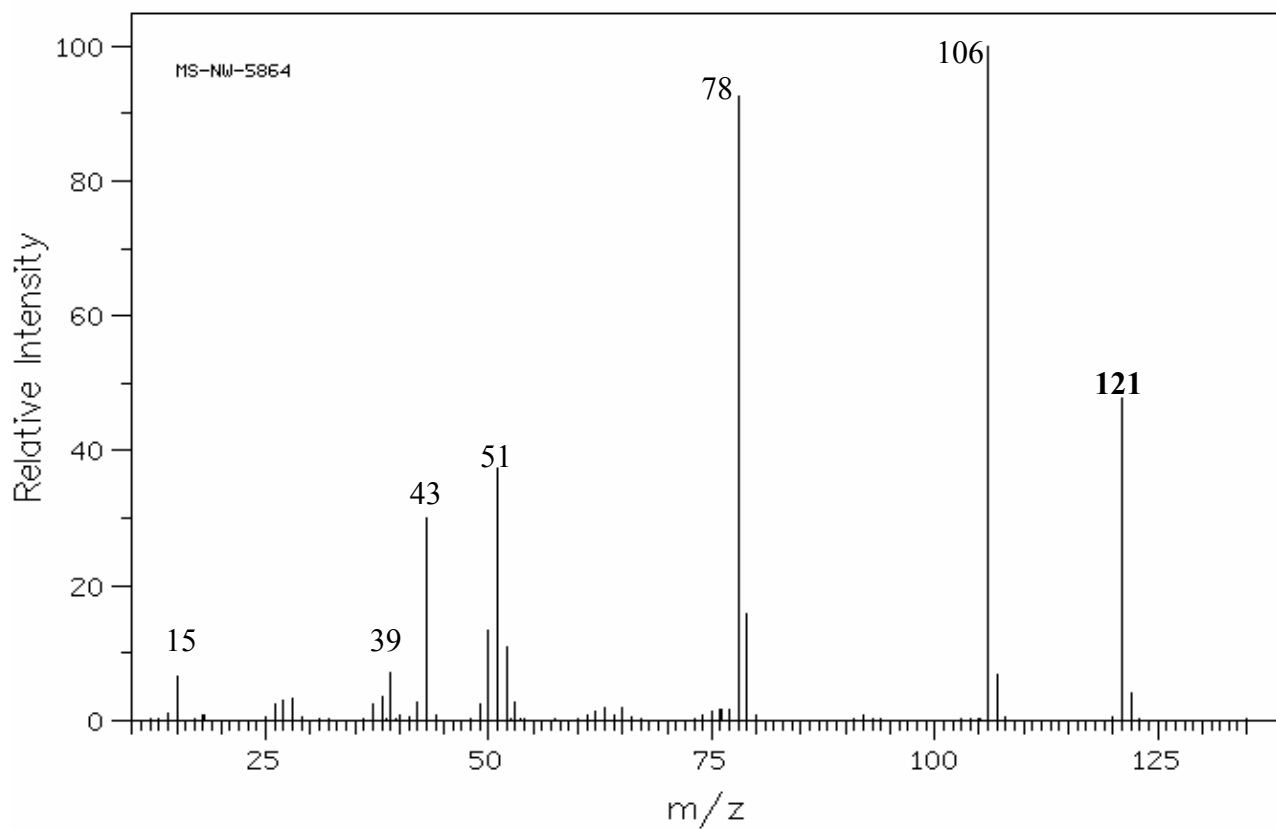


HSP-03-111

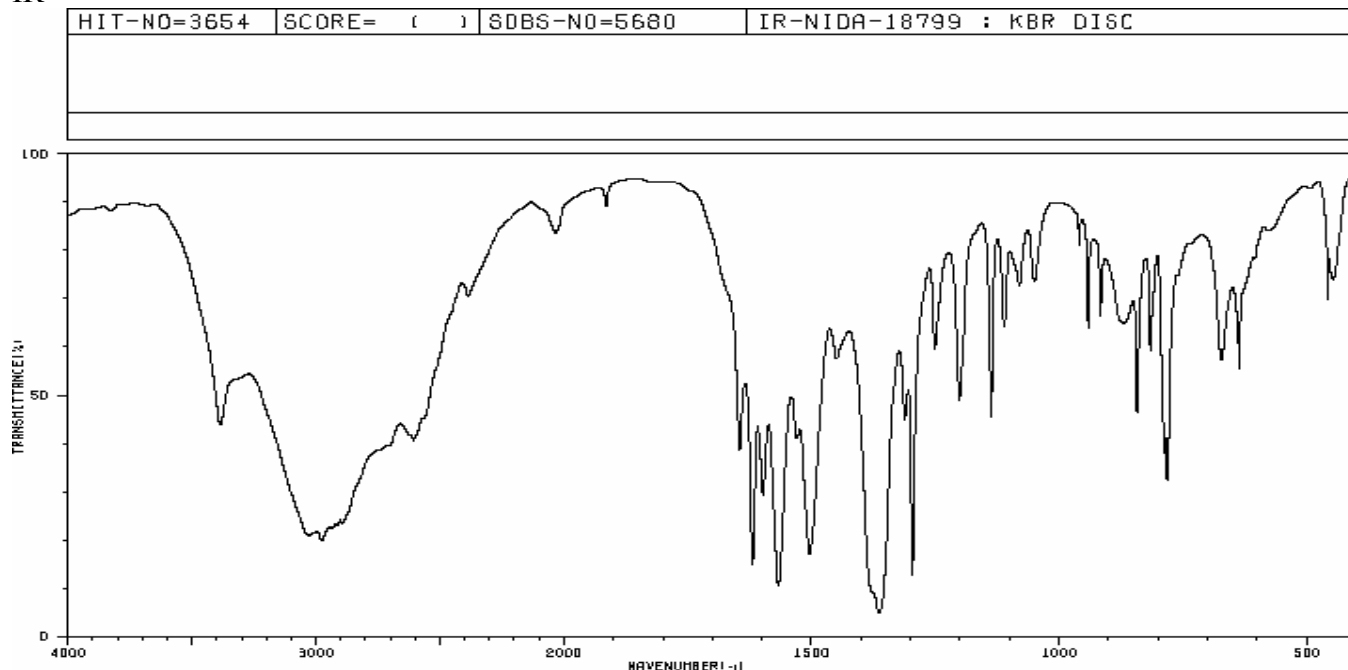
NMR-C13



EM

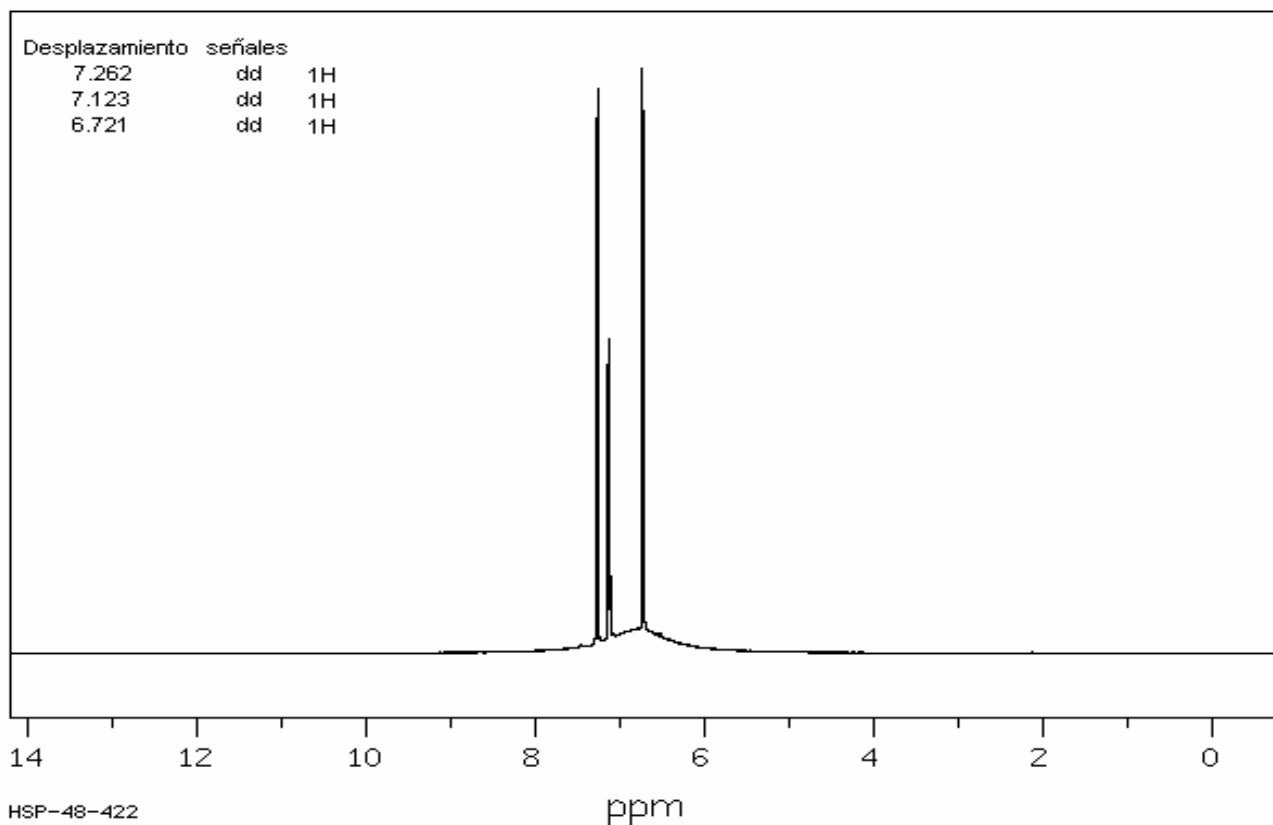


IR



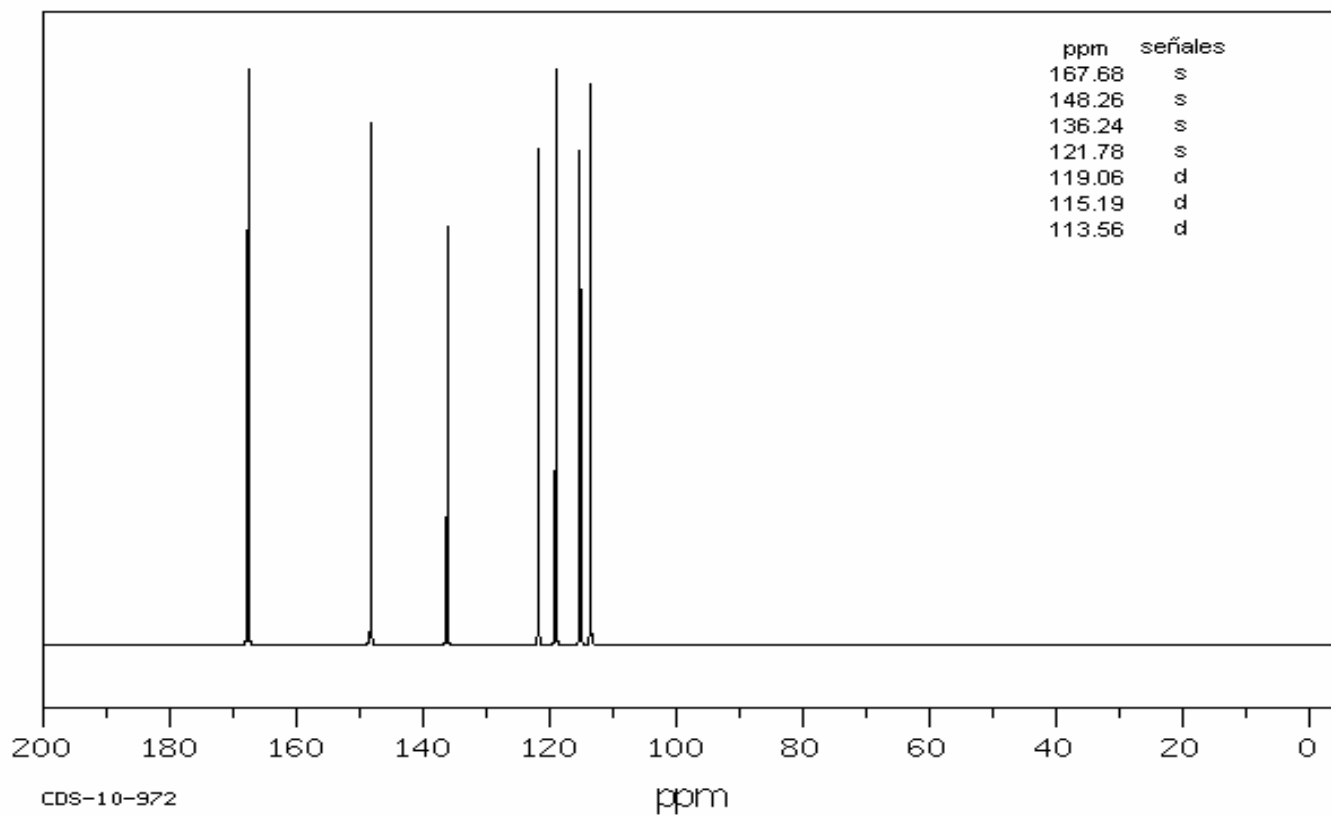
3385	42	1645	37	1364	4	1080	70	816	57		
2976	19	1619	14	1312	43	1050	70	788	36		
2825	39	1598	28	1297	12	959	77	762	31		
2606	38	1567	10	1261	67	942	62	673	66		
2386	68	1530	39	1202	47	916	64	637	53		
2033	81	1504	16	1157	43	870	62	458	66		
1914	86	1449	66	1111	62	843	44	447	70		

RMN-H1

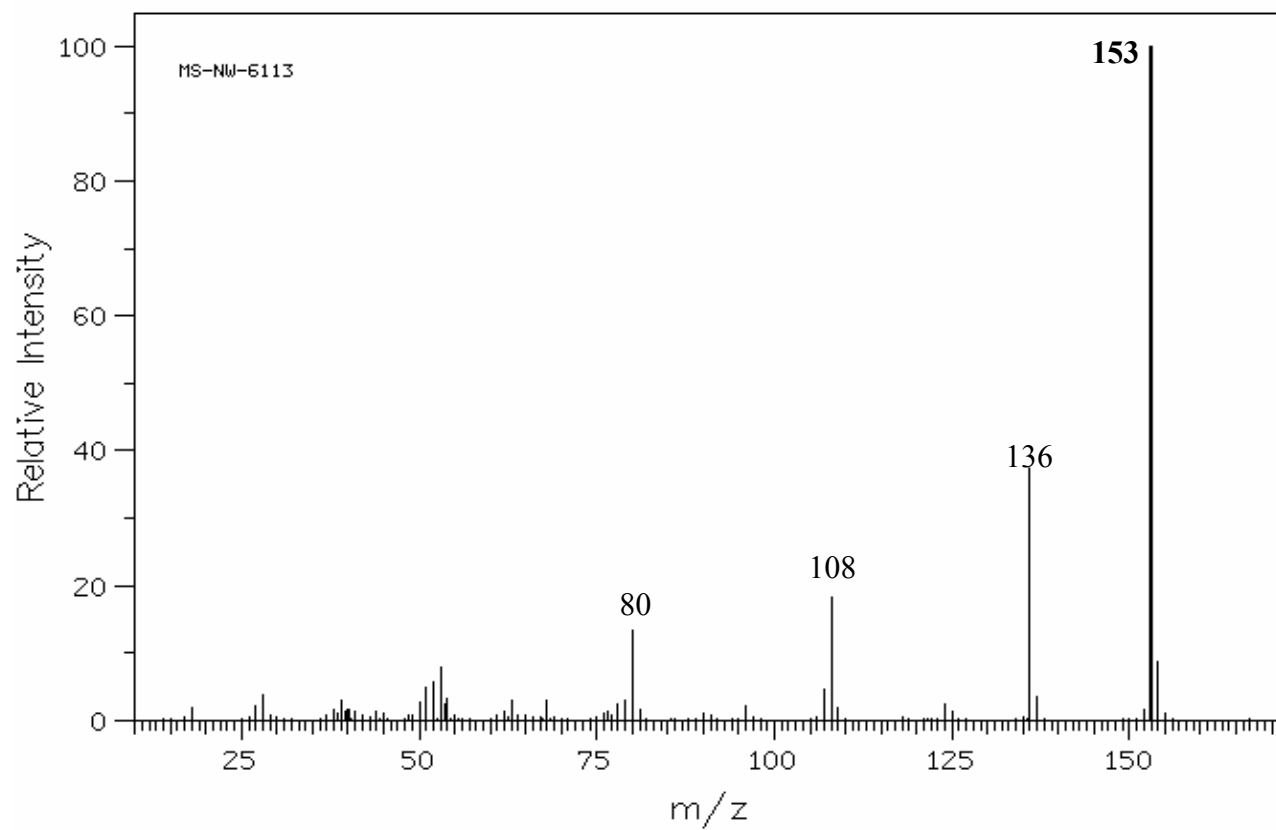


HSP-48-422

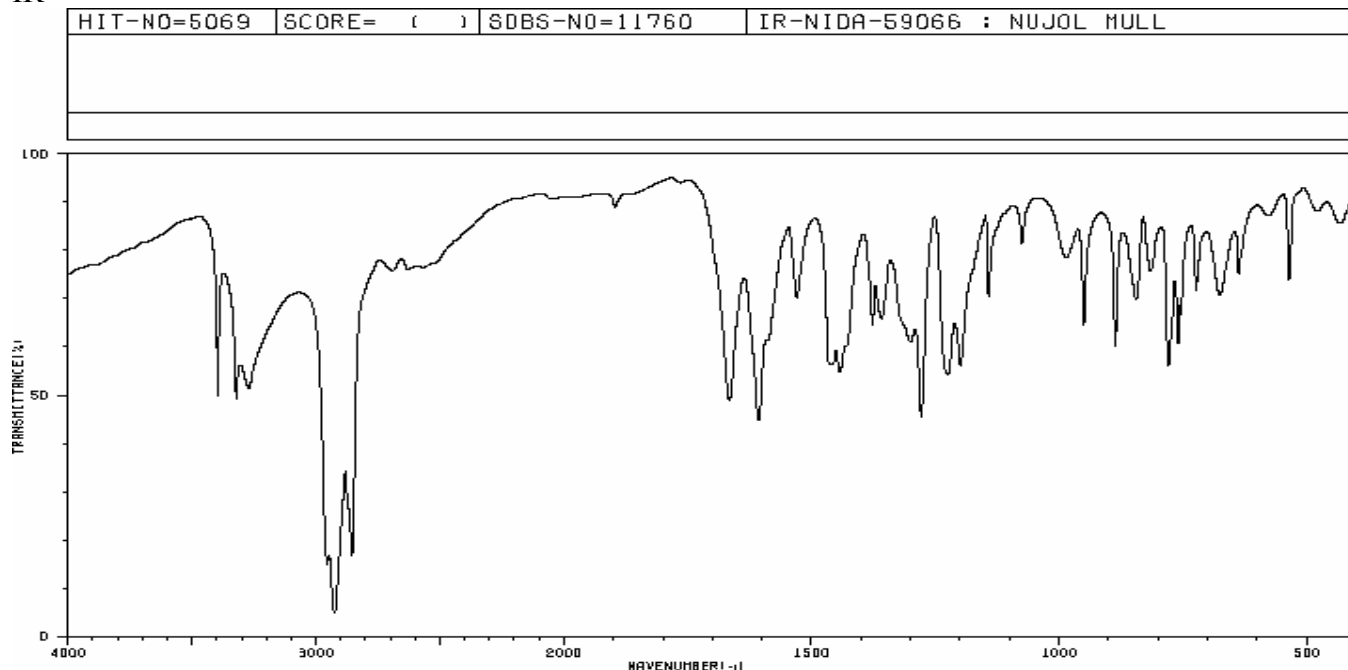
RMN-C13



EM

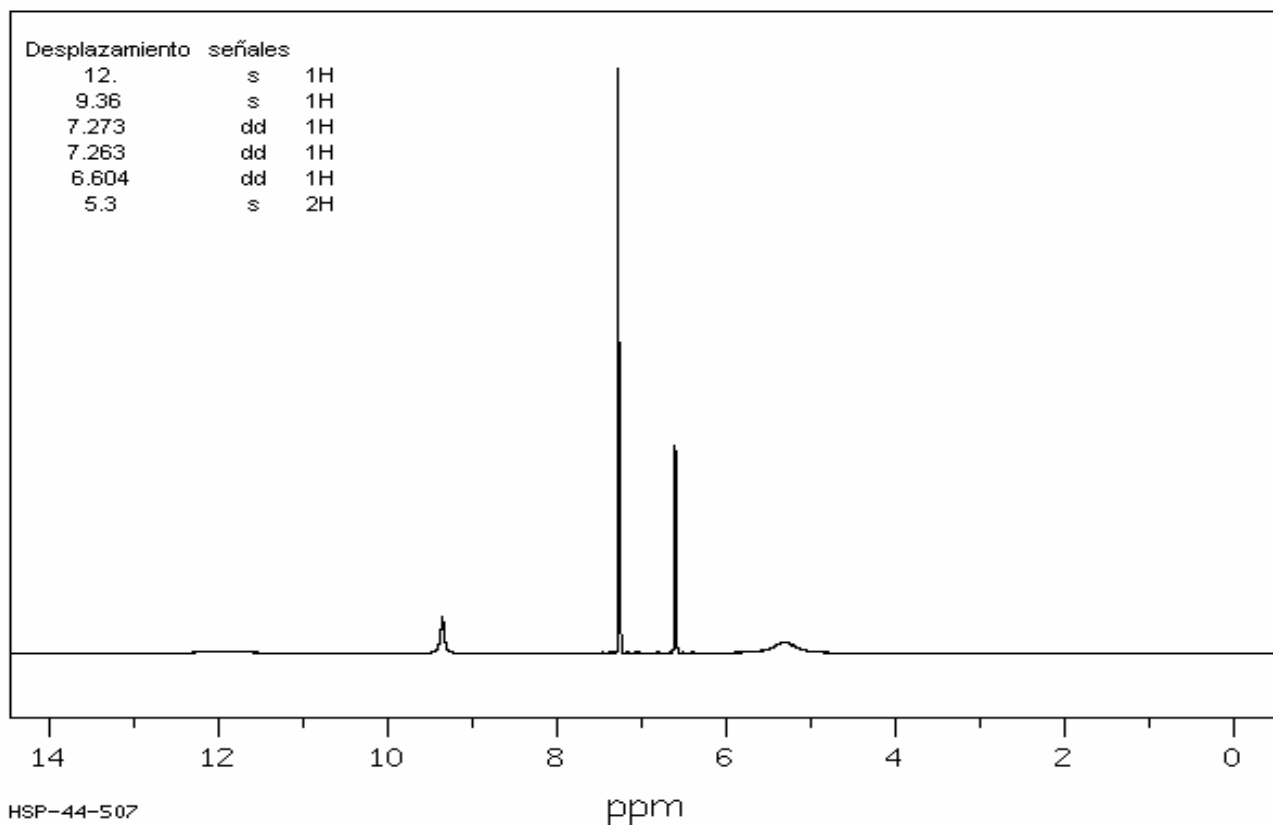


IR



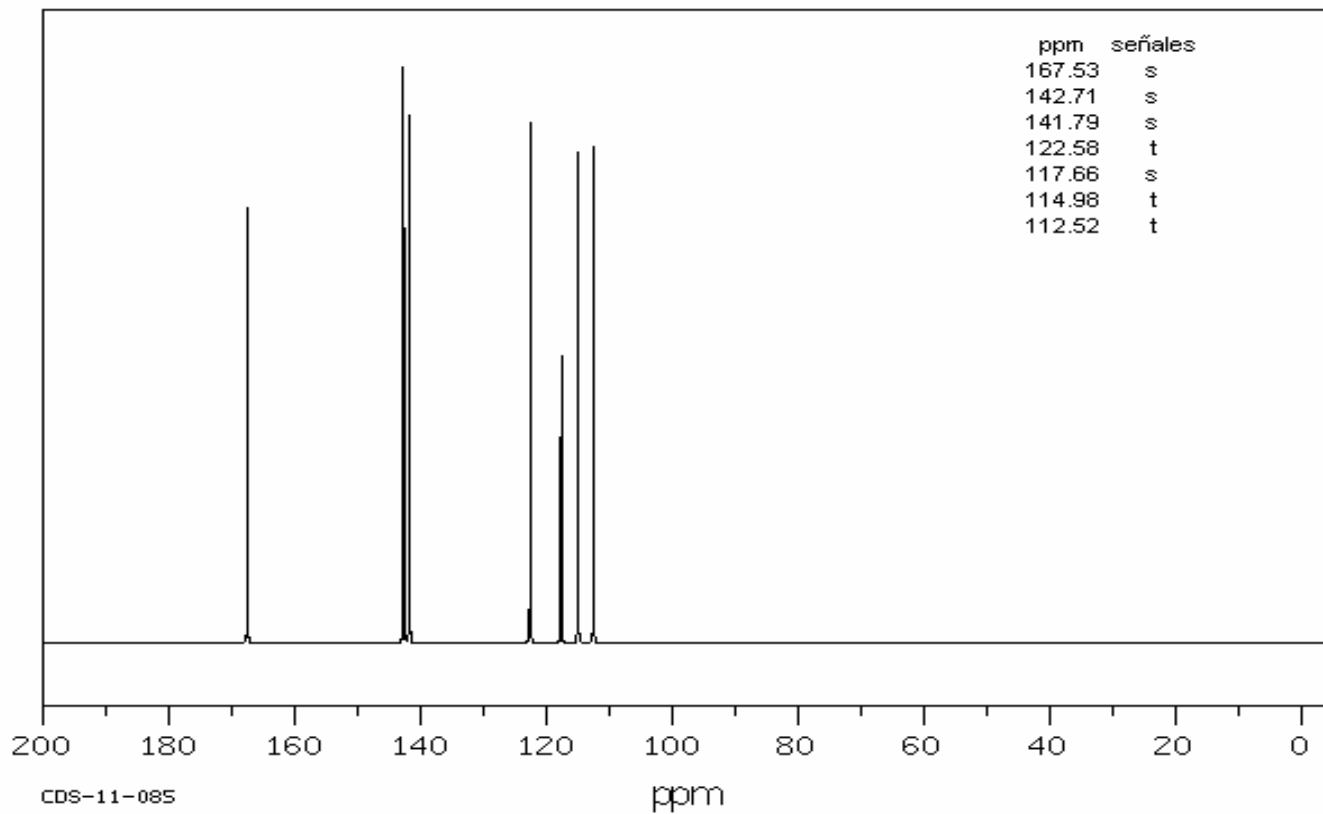
3397	49	1656	47	1359	64	1075	79	768	70
3321	47	1607	43	1301	58	986	74	760	58
3271	49	1529	68	1291	80	950	62	754	64
2954	14	1463	66	1279	43	886	68	723	68
2926	4	1458	53	1225	52	845	68	676	68
2854	16	1443	59	1199	53	815	72	636	72
2889	72	1377	62	1143	68	780	69	636	70

RMN-H1

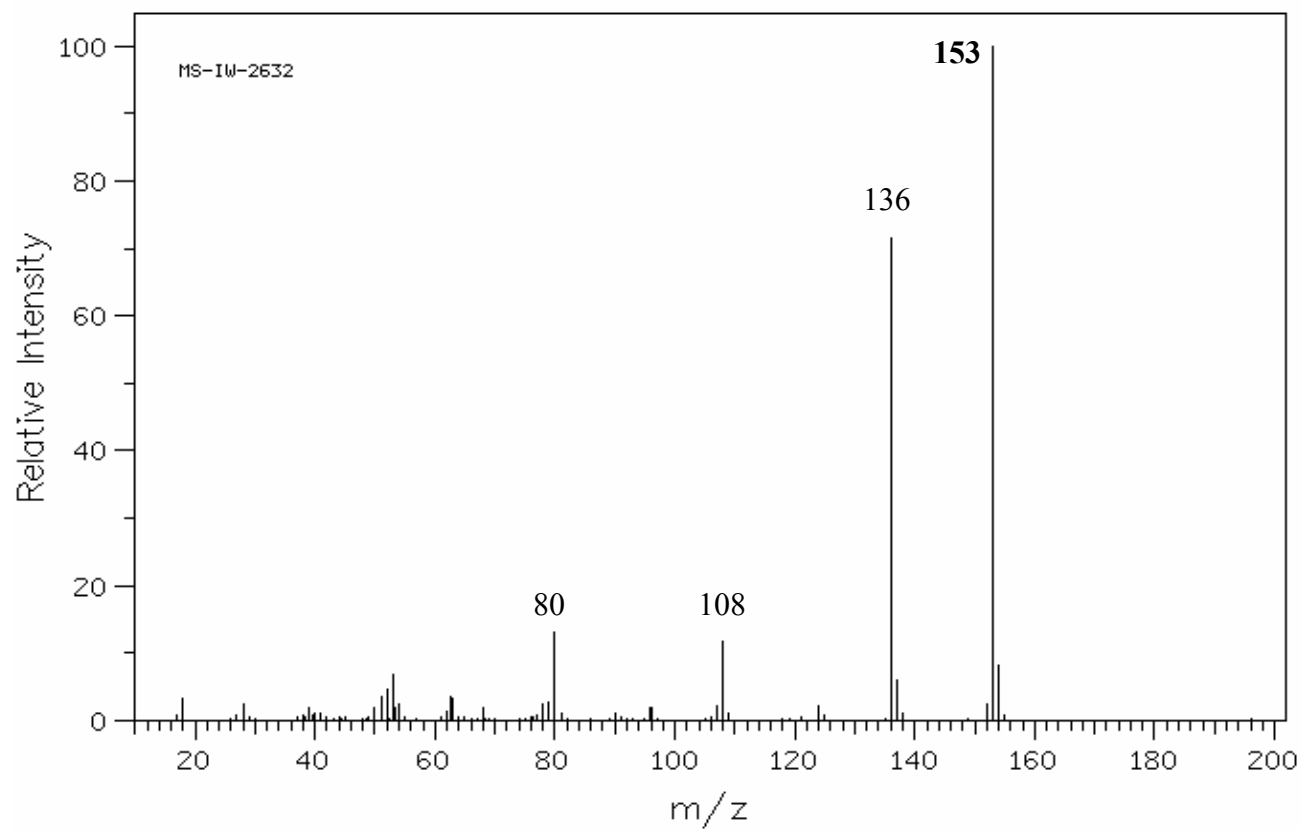


HSP-44-507

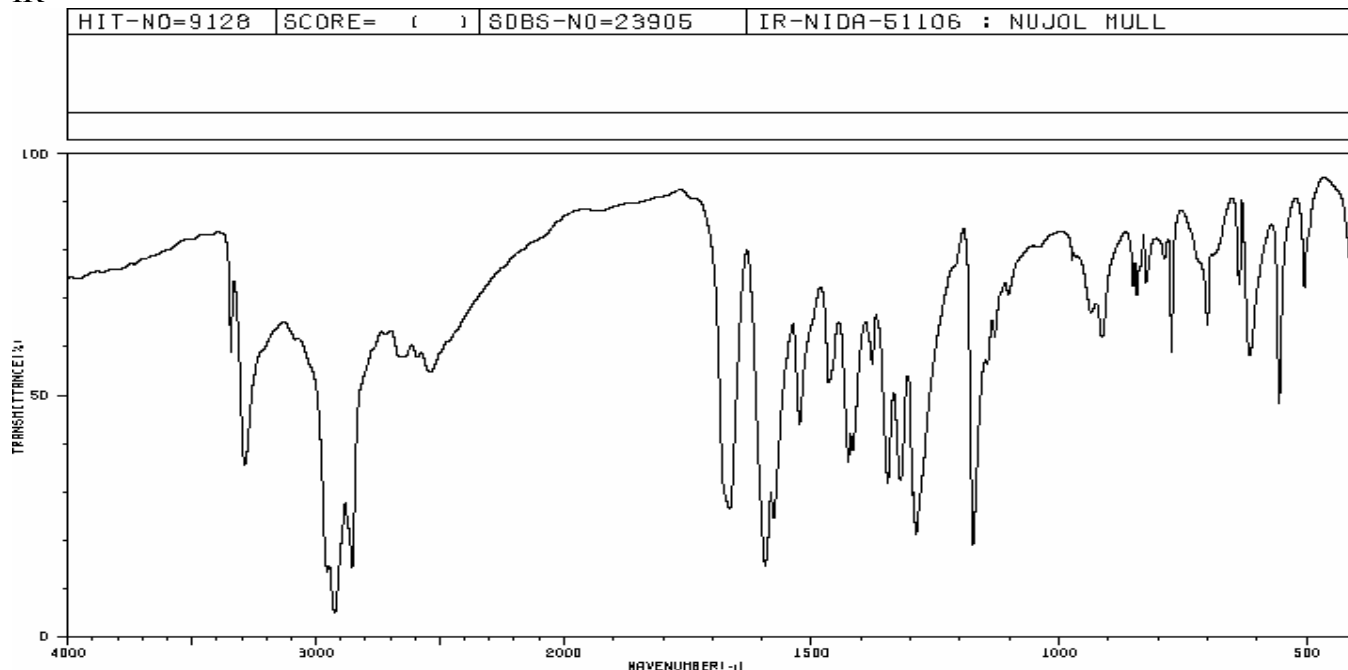
RMN-C13



EM

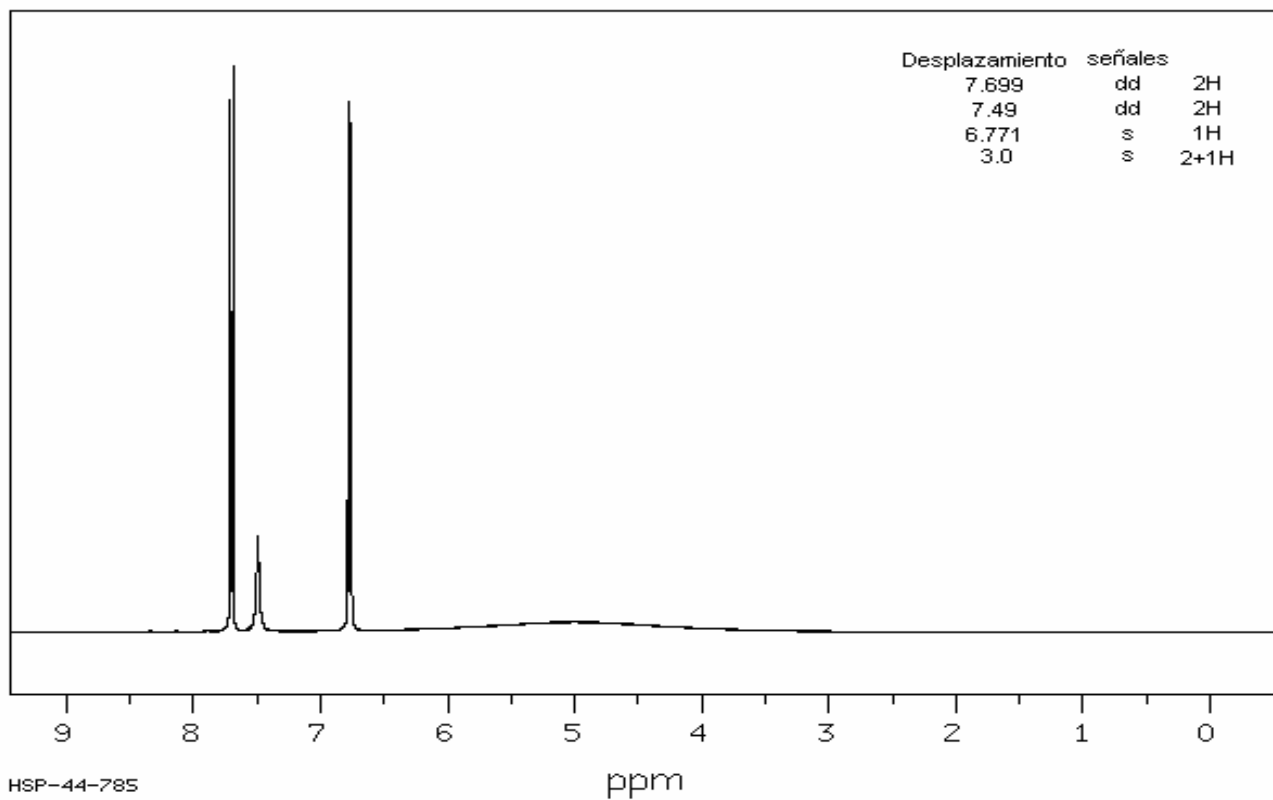


IR

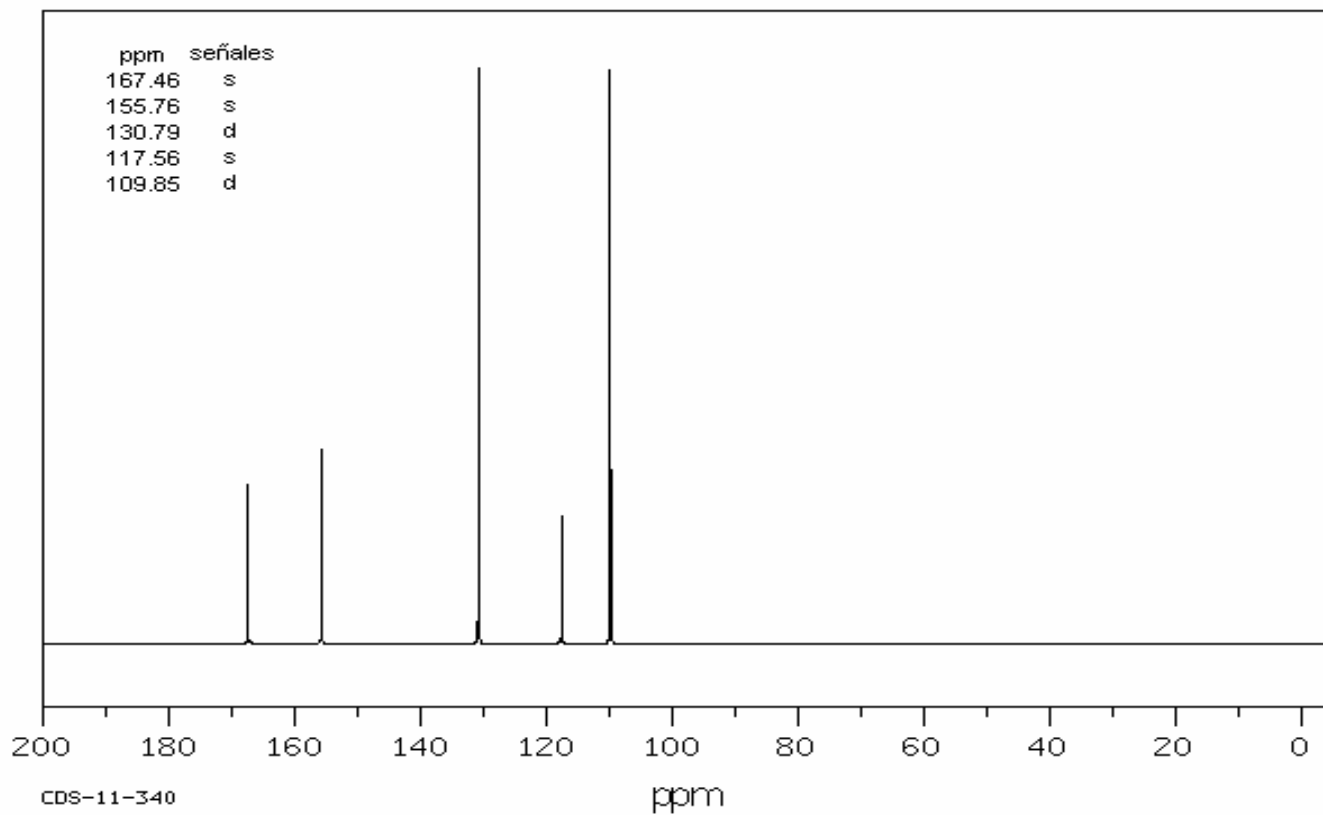


3343	67	2641	66	1426	34	1174	18	626	70
3287	34	2541	52	1417	37	1130	60	773	57
2354	12	1668	25	1376	53	1102	68	700	62
2326	4	1693	19	1347	30	936	64	636	70
2854	13	1577	23	1320	31	913	58	616	55
2666	55	1524	42	1296	28	851	70	556	46
2651	66	1466	60	1289	20	843	68	506	70

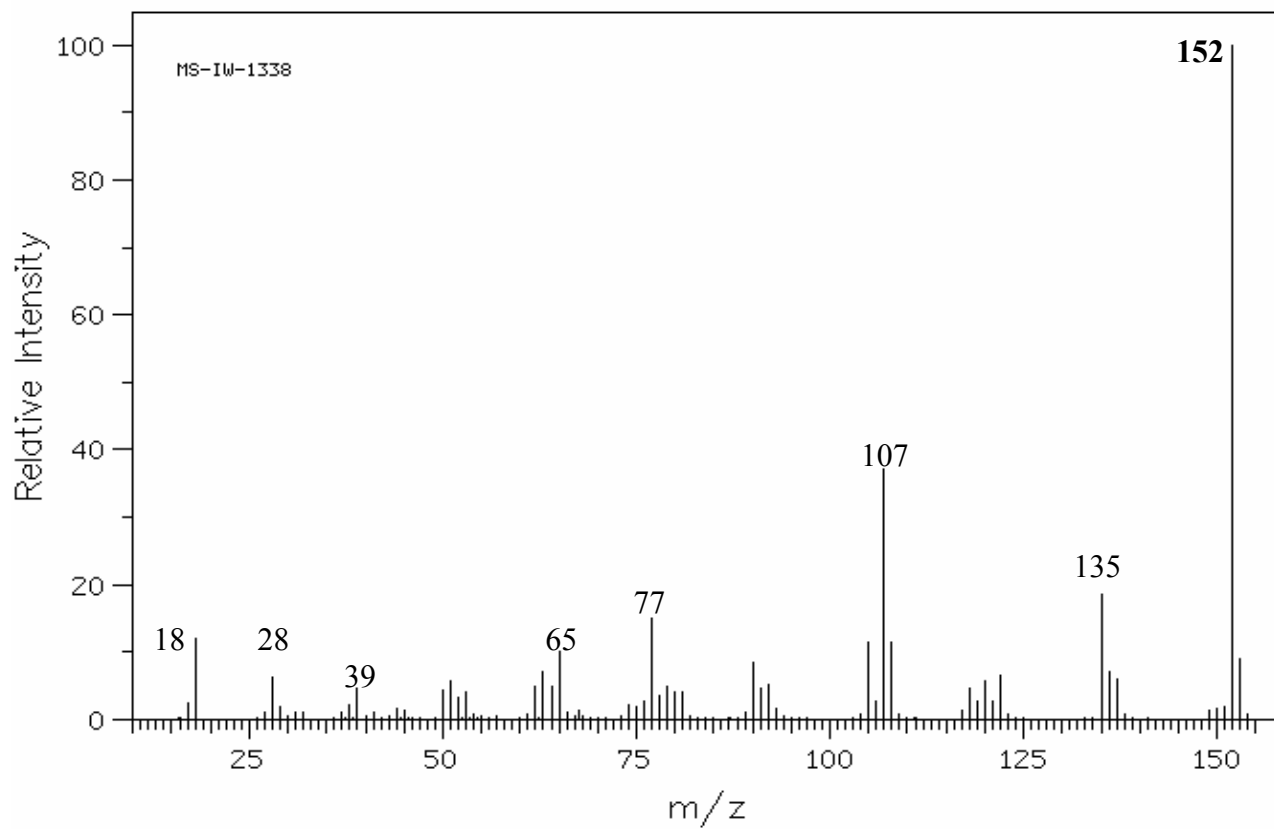
RMN-H1



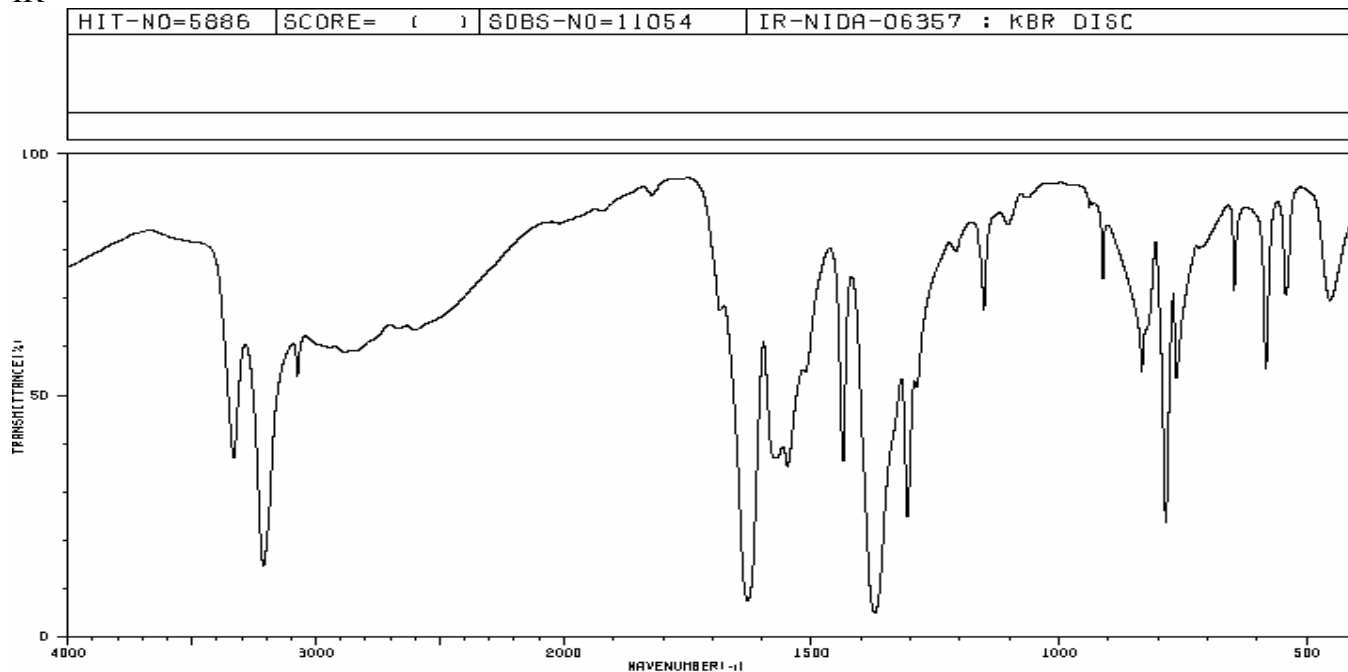
RMN-C13



EM

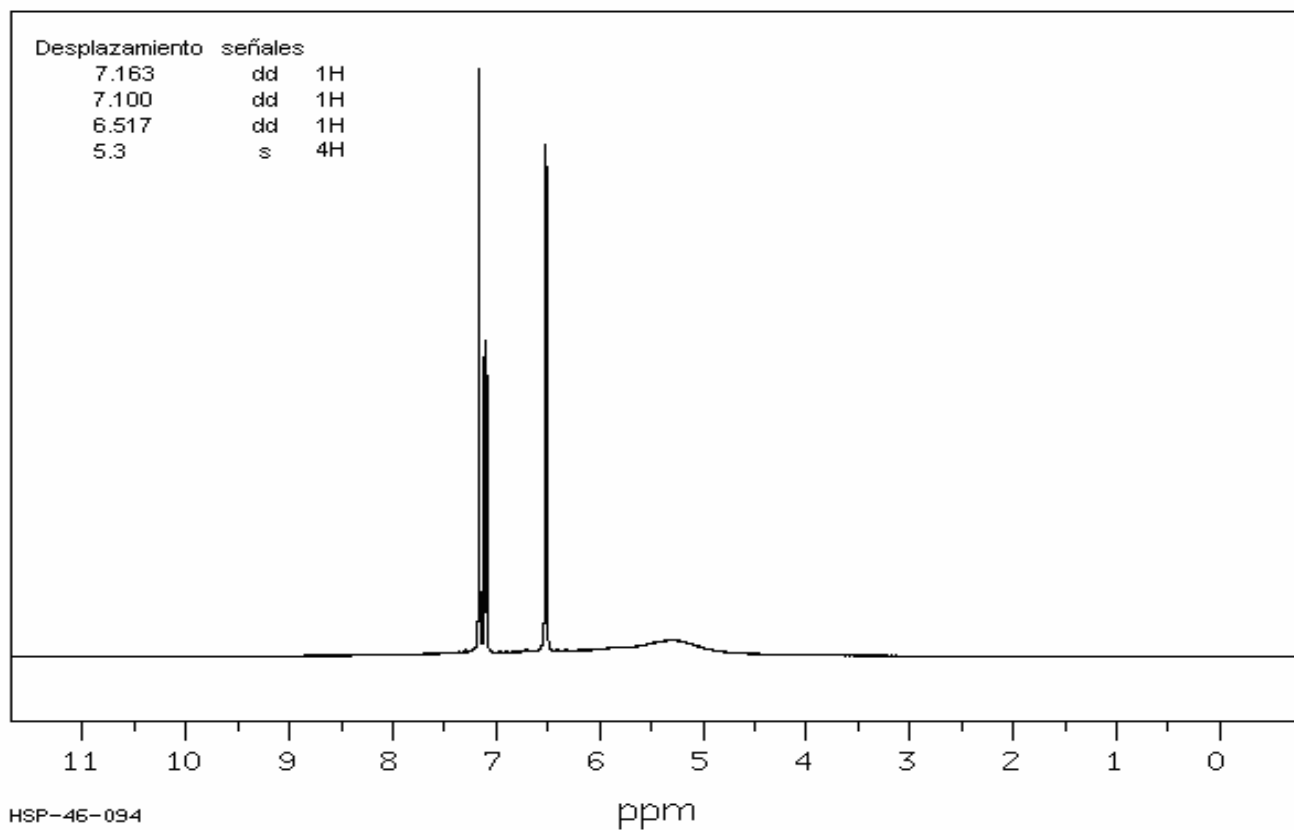


IR



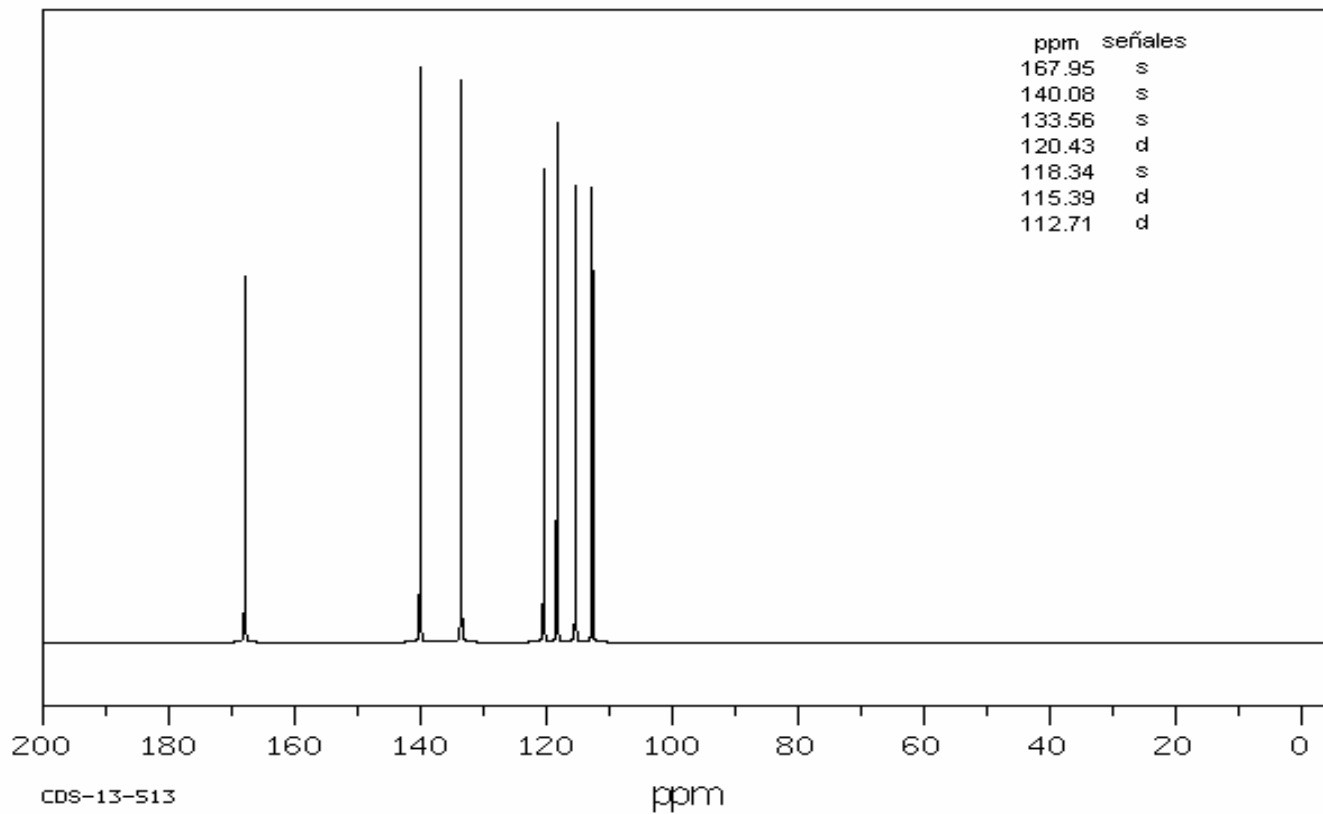
3332	36	1436	36	1103	81	683	63
3212	13	1373	4	940	86	542	68
3075	52	1307	25	912	72	453	66
1629	7	1288	60	833	63		
1572	36	1208	77	785	23		
1562	37	1153	66	764	52		
1548	34	1108	81	647	68		

RMN-H1

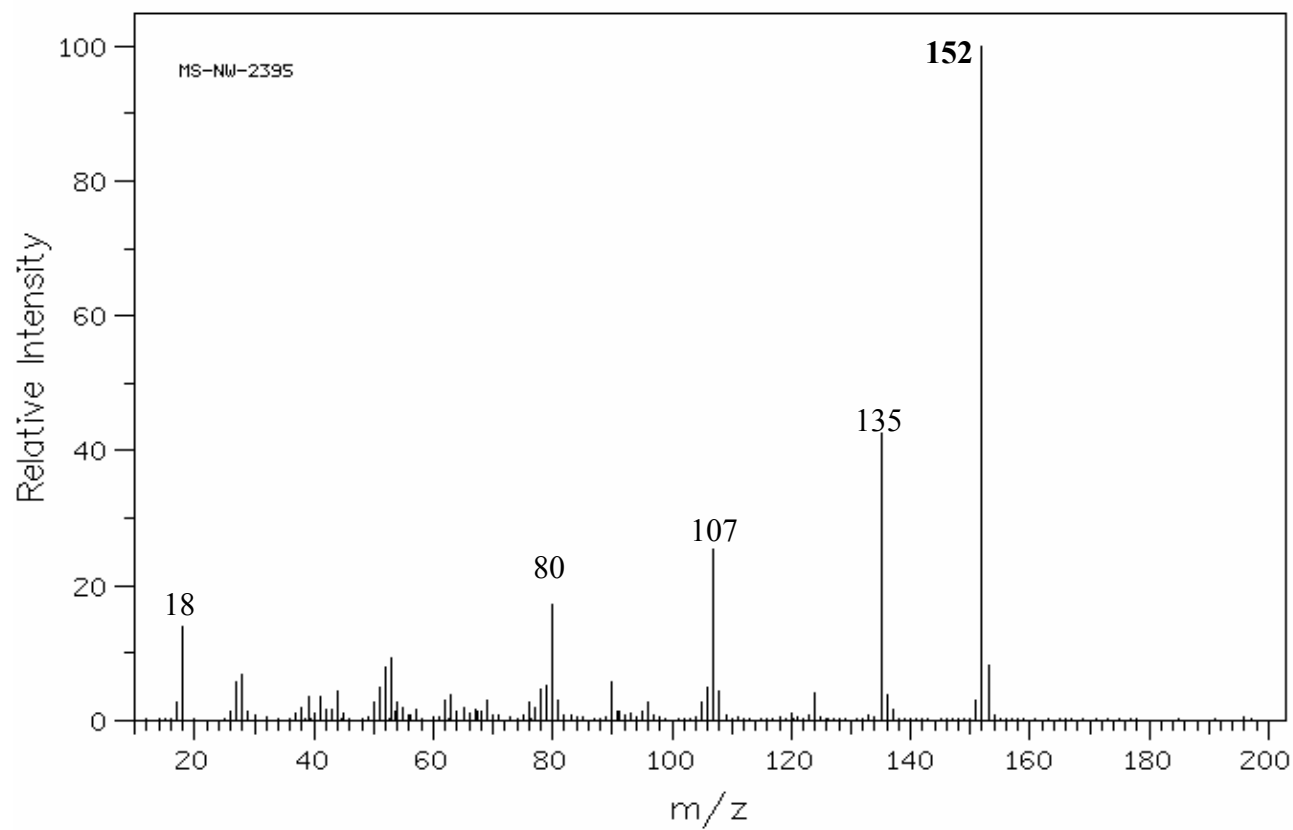


HSP-46-094

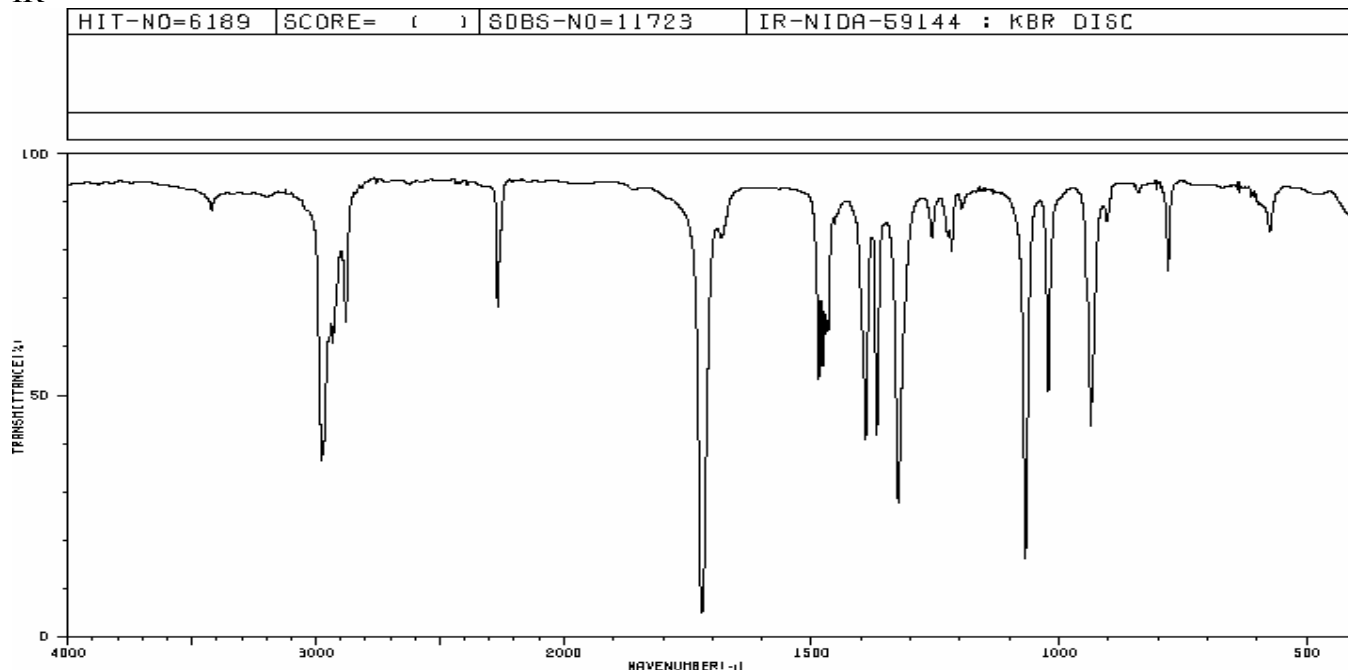
RMN-C13



EM

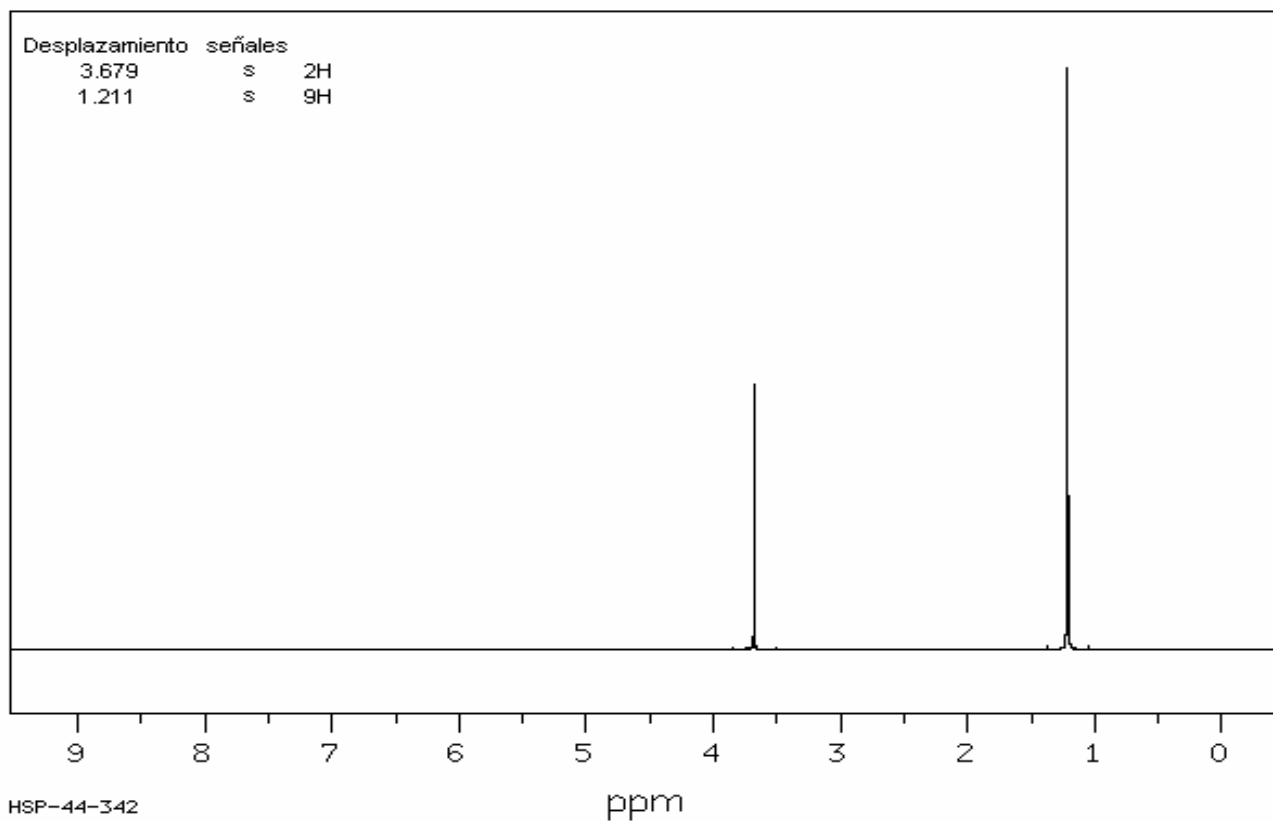


IR

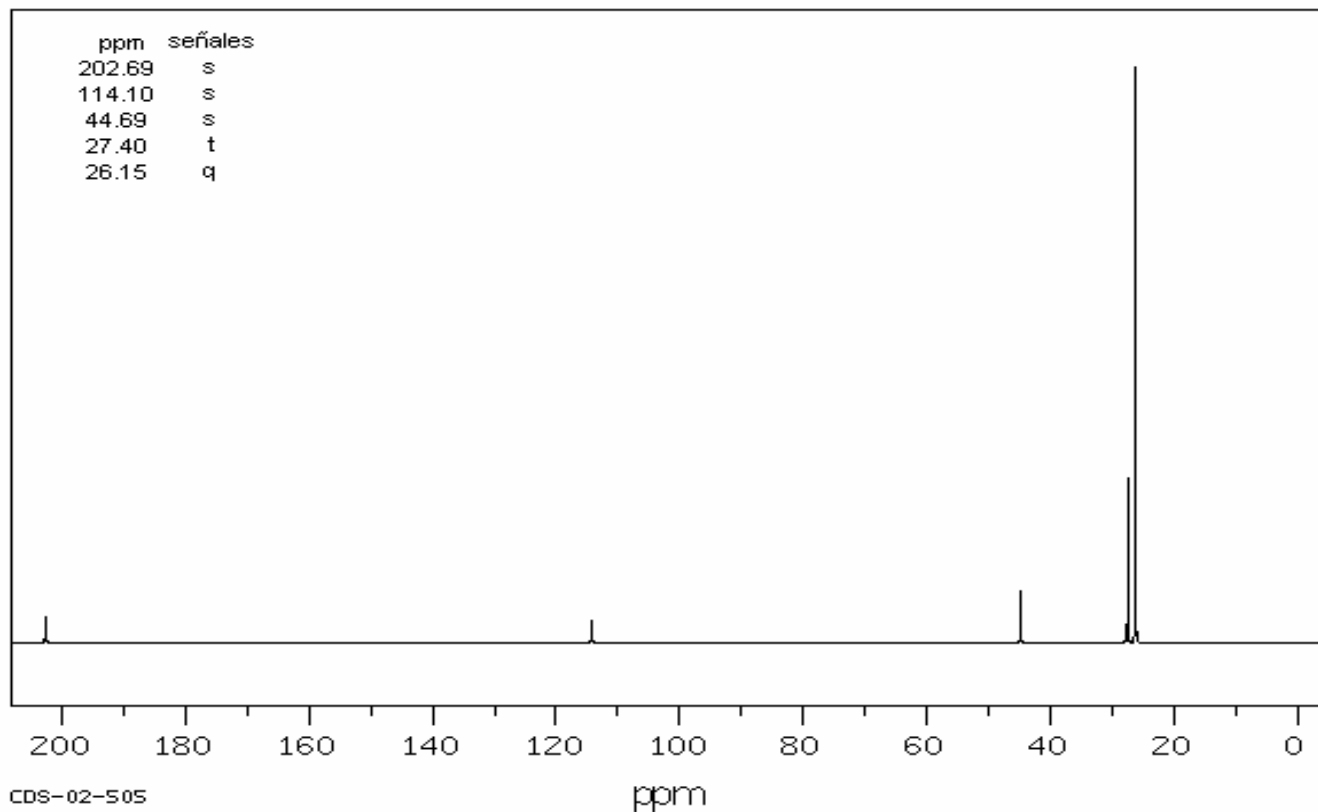


3420	84	1681	78	1325	26	936	42
2977	35	1486	50	1257	79	903	81
2347	56	1478	53	1225	79	780	72
2931	58	1471	60	1217	77	690	86
2879	62	1453	81	1197	84	575	81
2267	86	1391	39	1066	15		
1722	4	1368	39	1022	49		

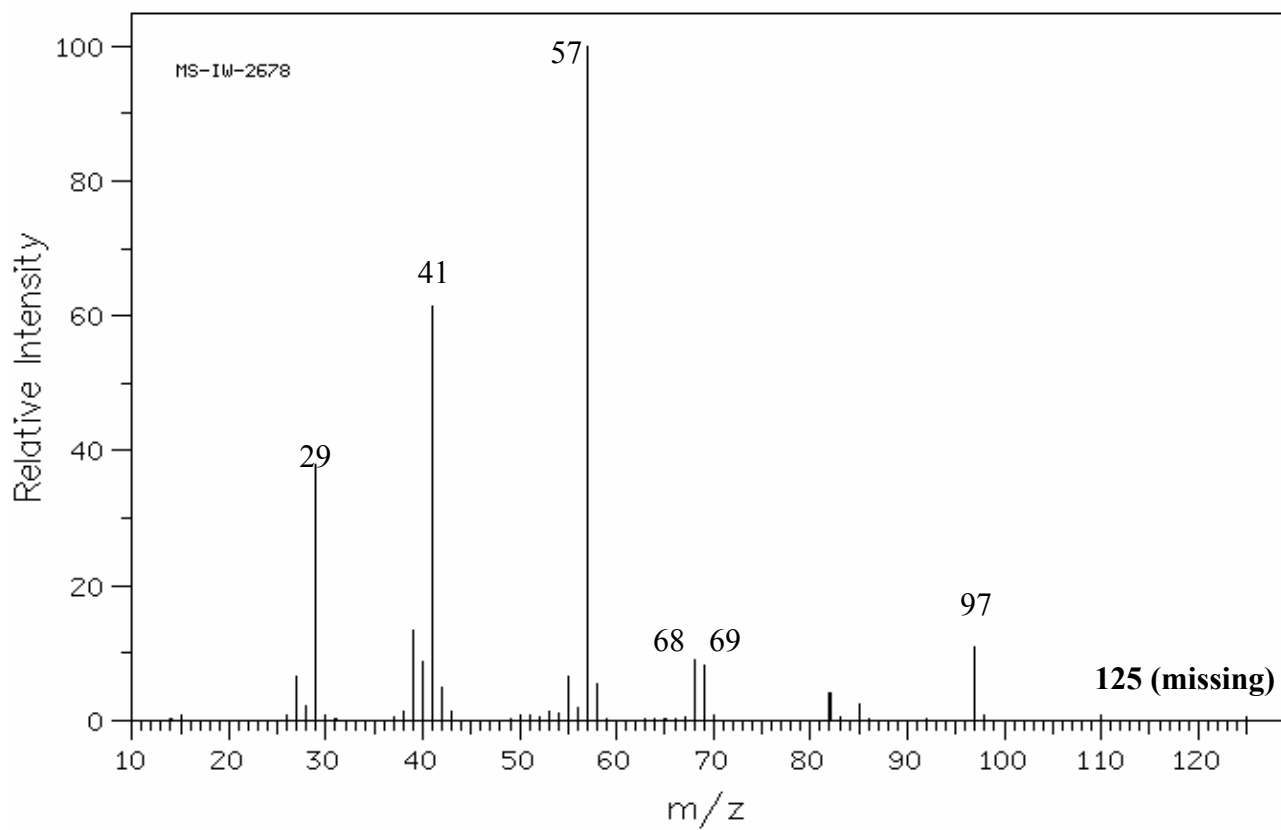
NMR-H1



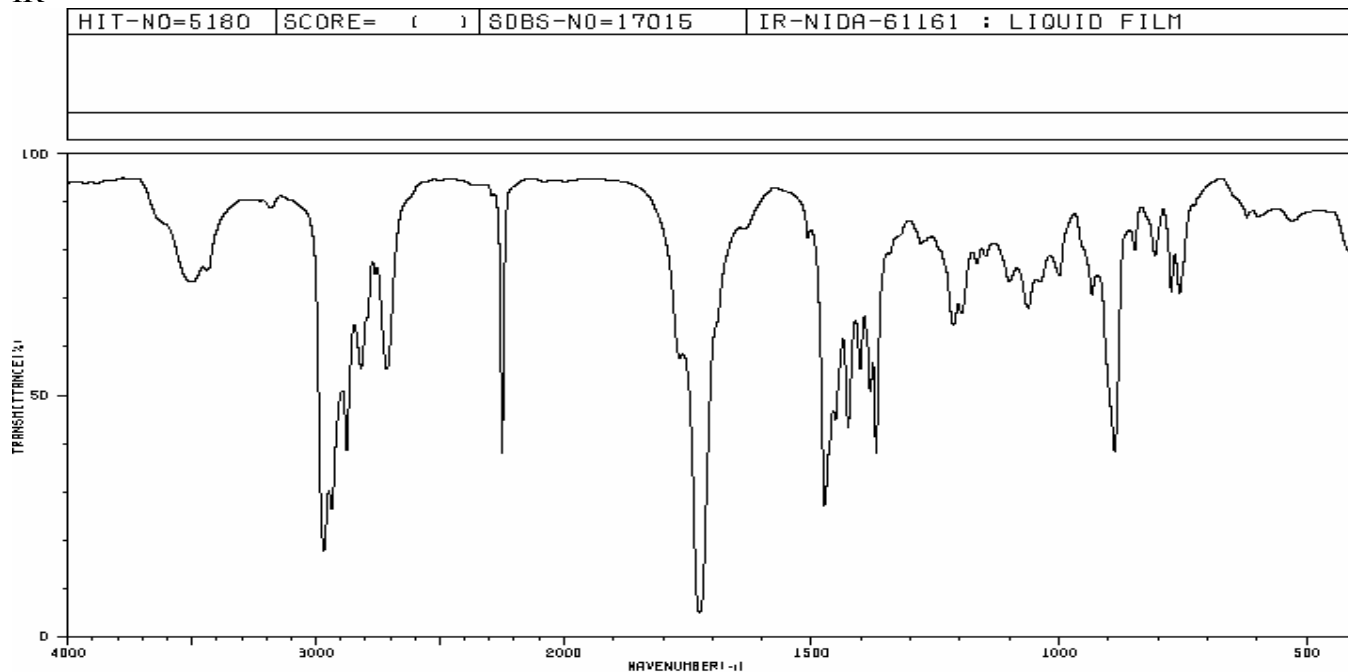
NMR-C13



EM

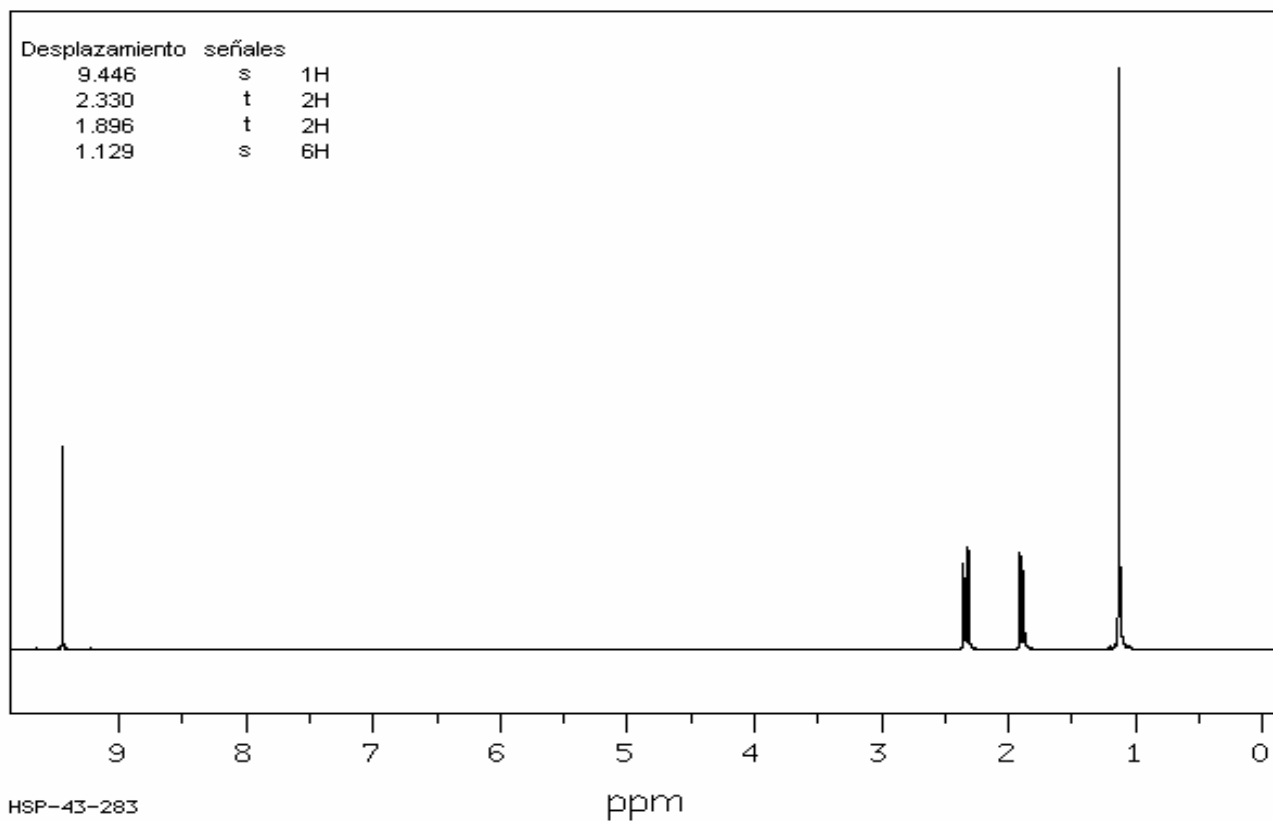


IR

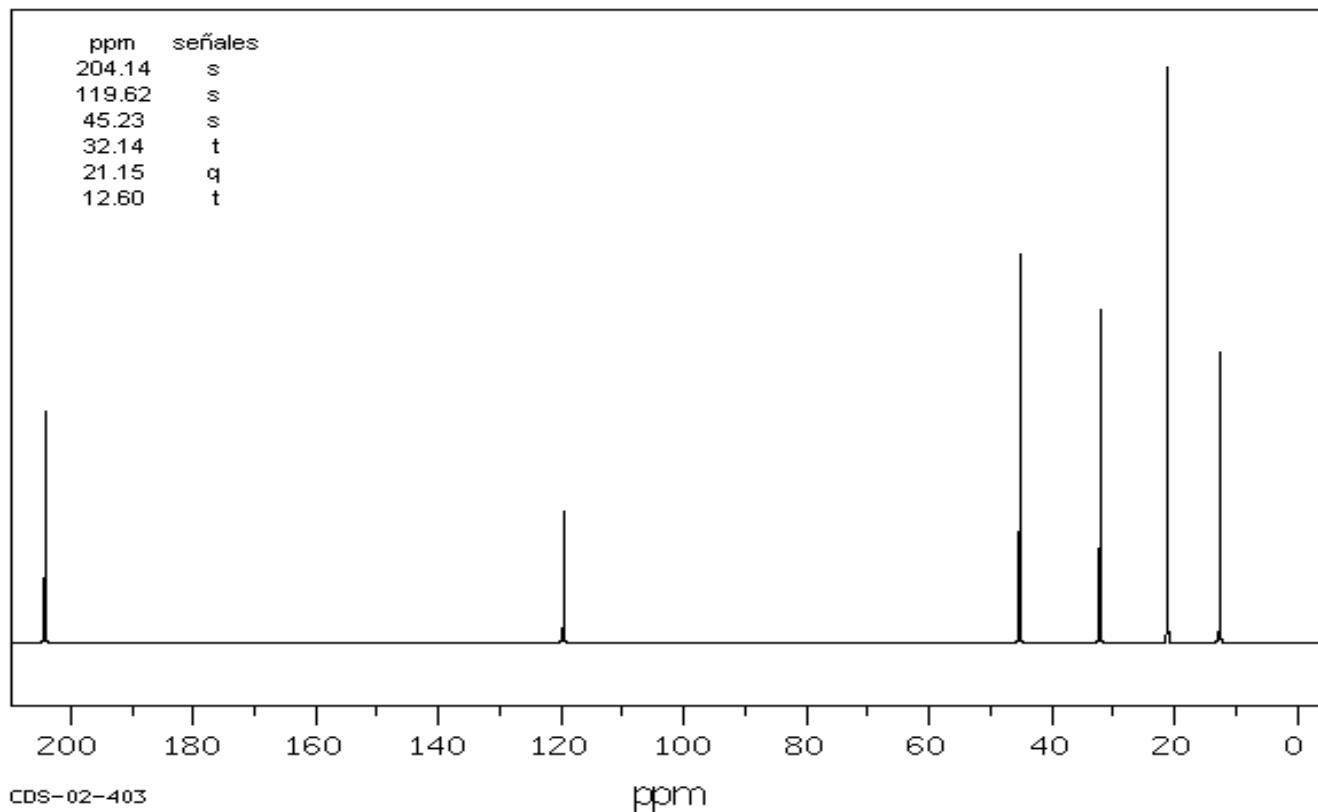


3601	70	2248	36	1381	49	1149	77	848	77
2968	17	1726	4	1370	36	1100	70	807	77
2357	25	1508	79	1279	79	1063	66	774	68
2876	37	1474	26	1274	79	1007	72	757	68
2818	53	1452	43	1213	62	1000	72	602	84
2762	72	1428	42	1197	84	933	68	596	64
2713	63	1402	69	1166	74	888	36	530	81

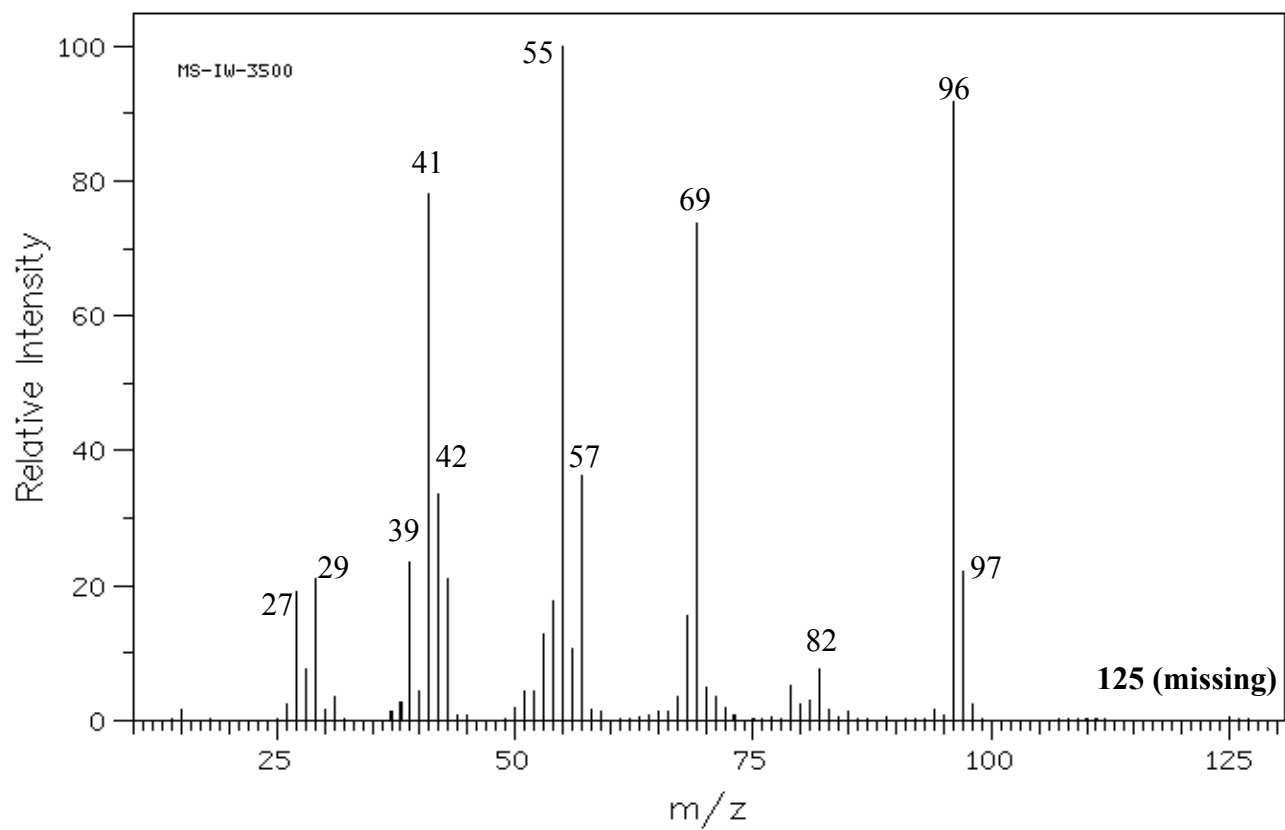
NMR-H1



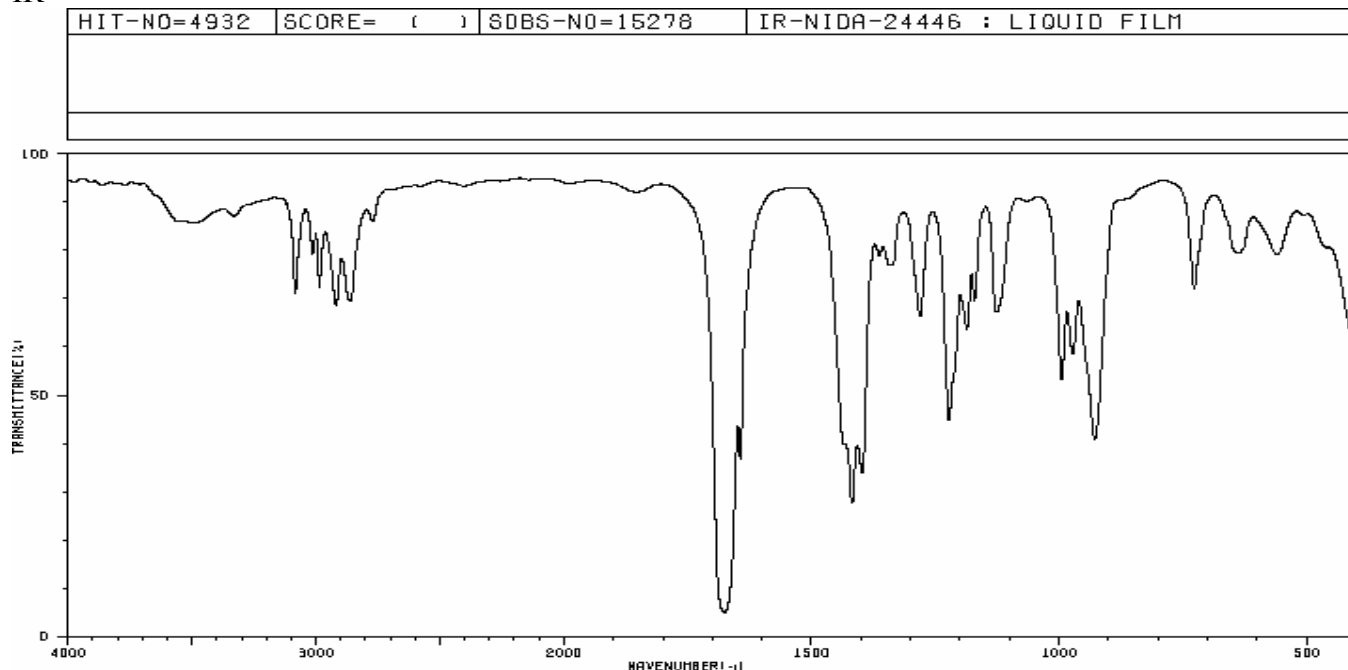
NMR-C13



EM

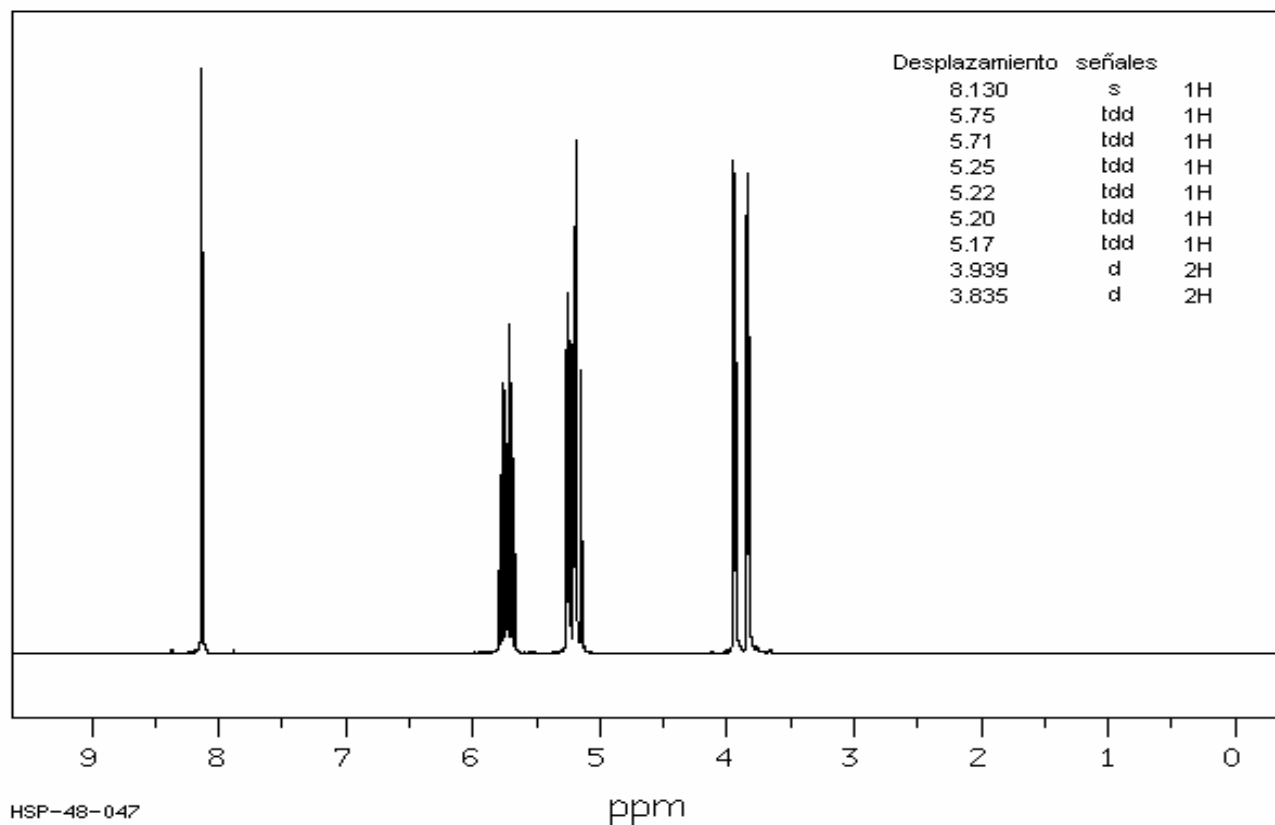


IR

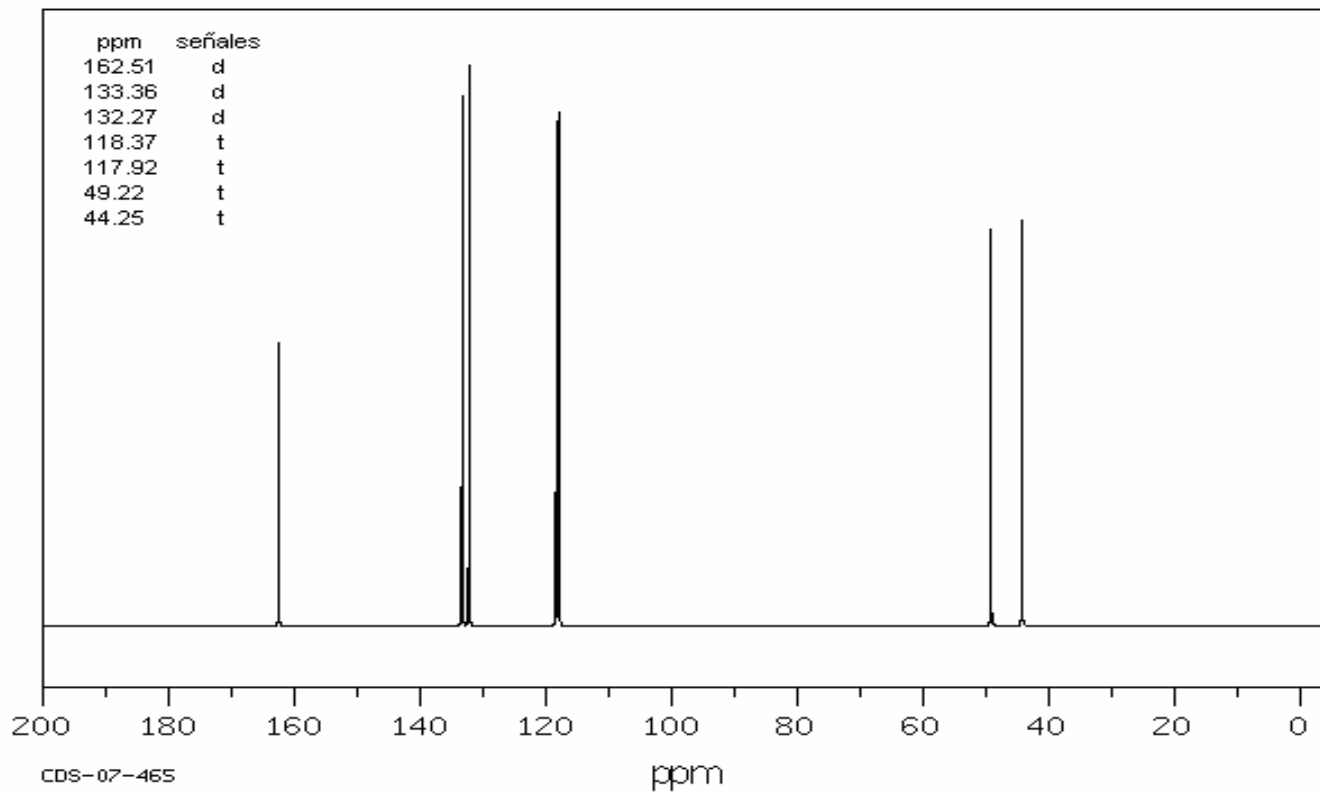


3330	84	2846	72	1363	77	996	62
3096	79	2780	84	1341	74	972	57
3062	86	2770	84	1261	84	928	59
3013	77	1676	4	1223	43	727	70
2985	70	1644	35	1186	60	639	77
2919	86	1418	26	1171	86	629	77
2862	66	1398	32	1126	64	660	77

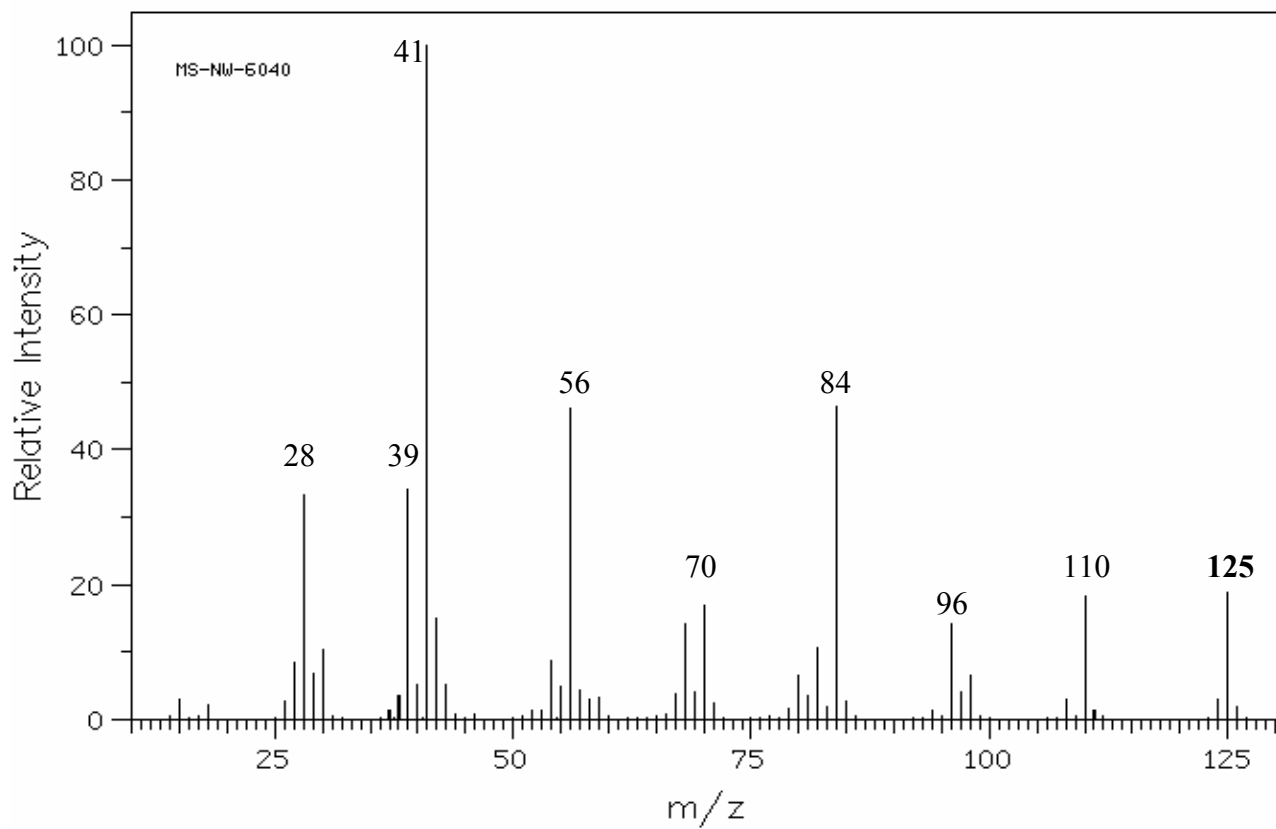
NMR-H1



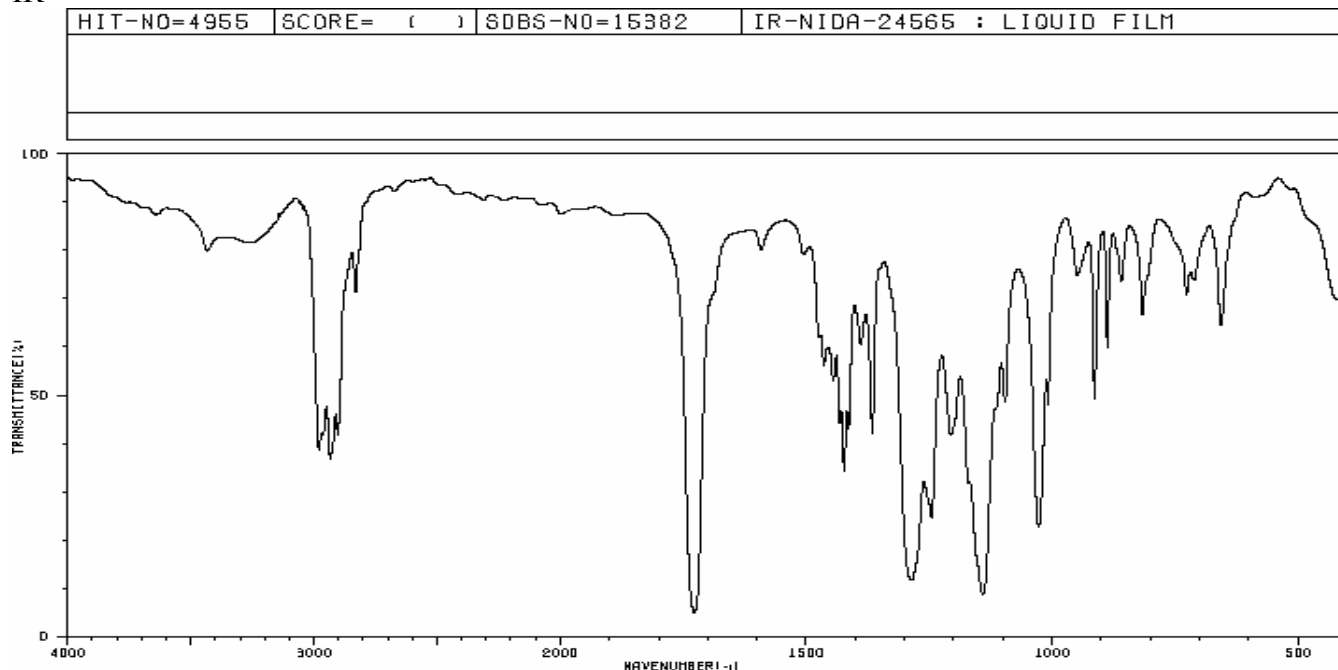
NMR-C13



EM

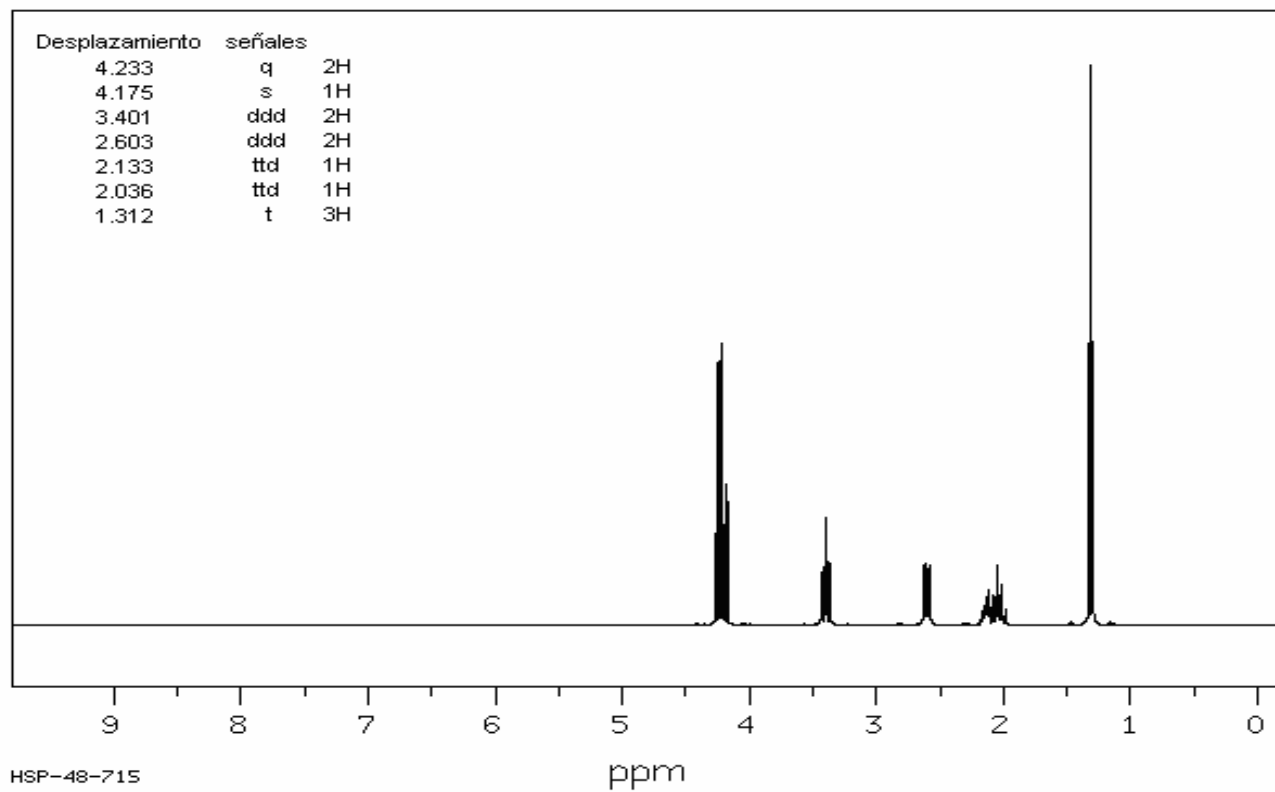


IR

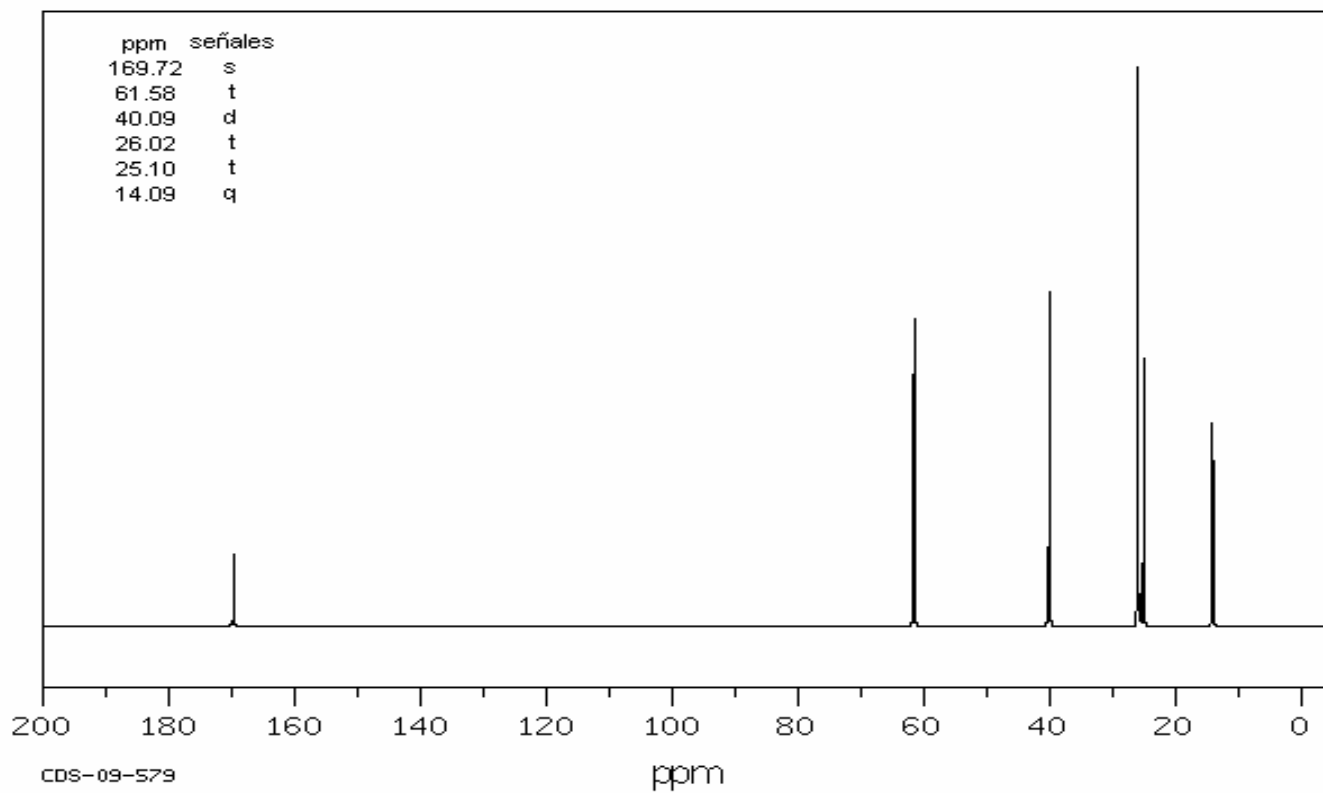


3640	84	1728	4	1414	41	1141	8	859	70
3435	77	1592	77	1389	58	1096	46	816	64
2979	37	1508	77	1380	84	1027	21	727	66
2962	39	1464	69	1366	41	1008	46	719	72
2935	35	1445	50	1287	11	949	72	712	70
2903	39	1432	42	1245	23	914	47	657	62
2831	68	1423	39	1206	39	888	67		

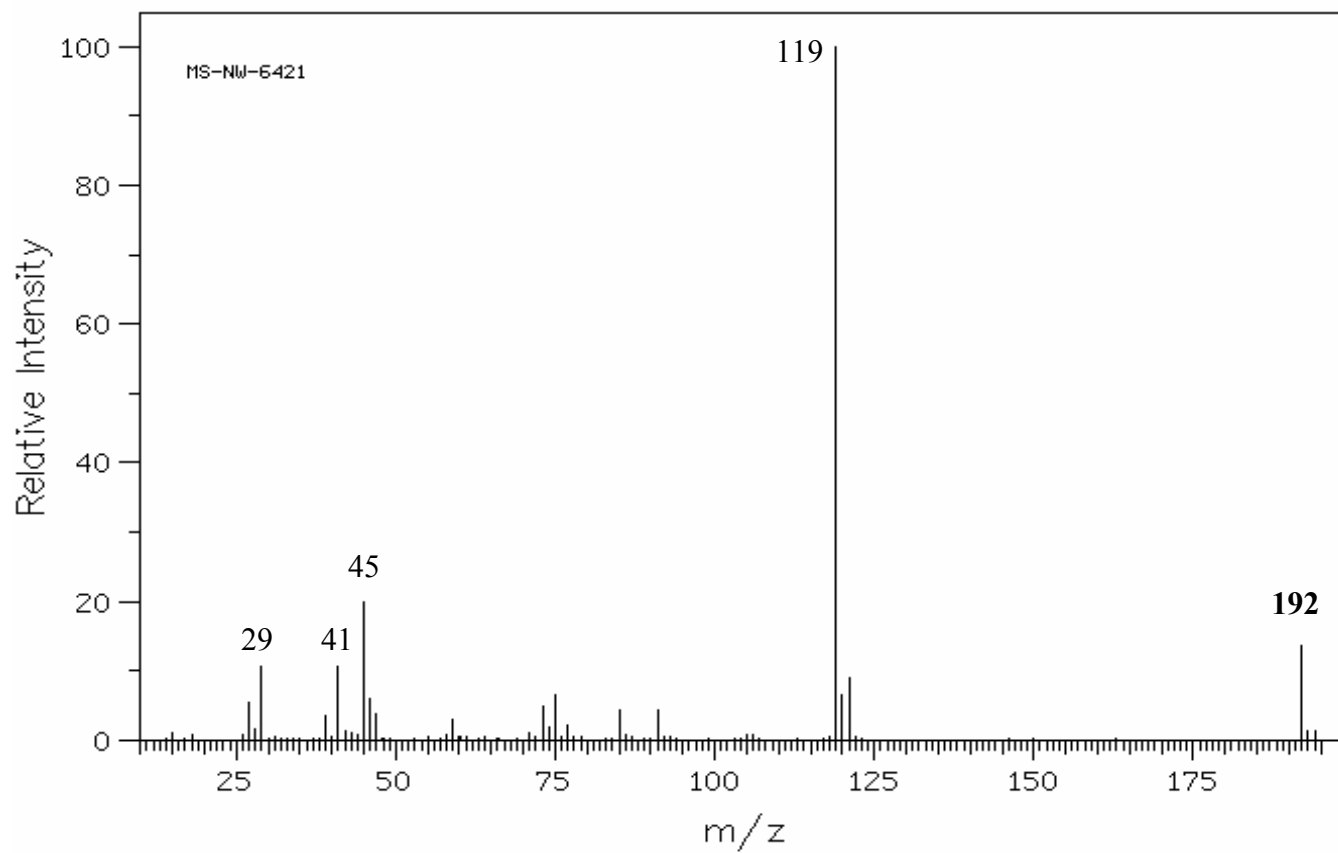
RMN-H1



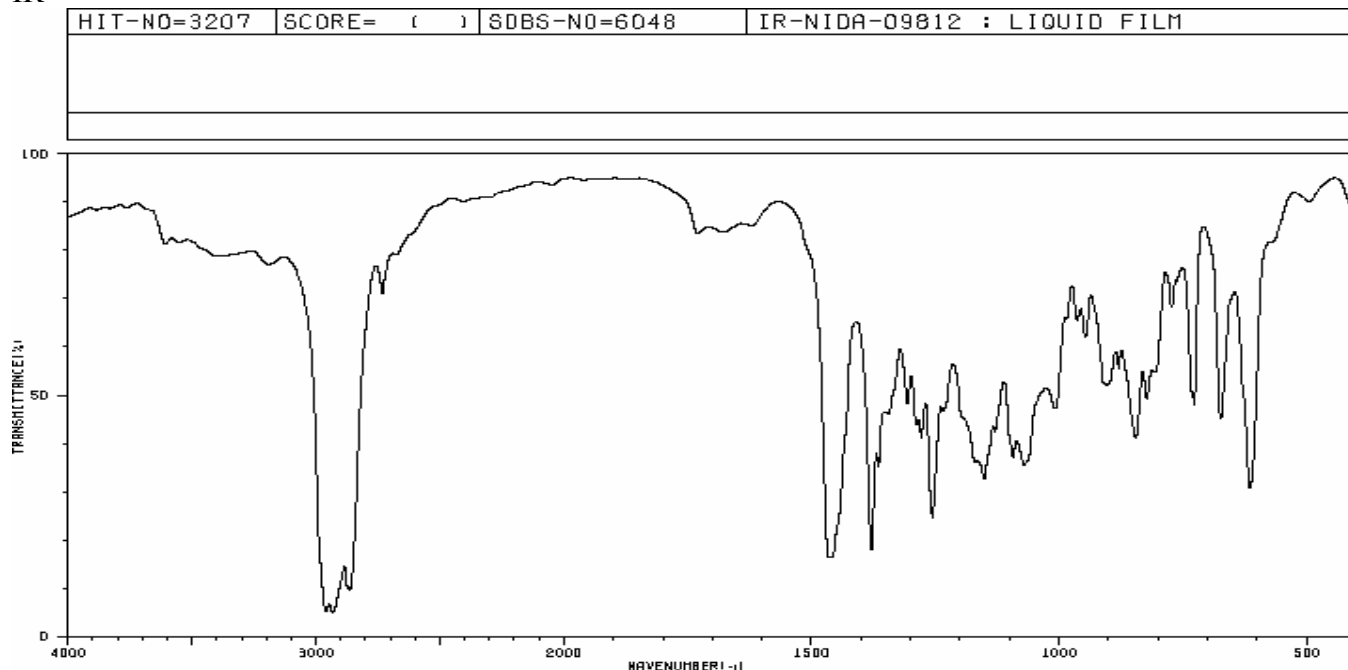
RMN-C13



EM

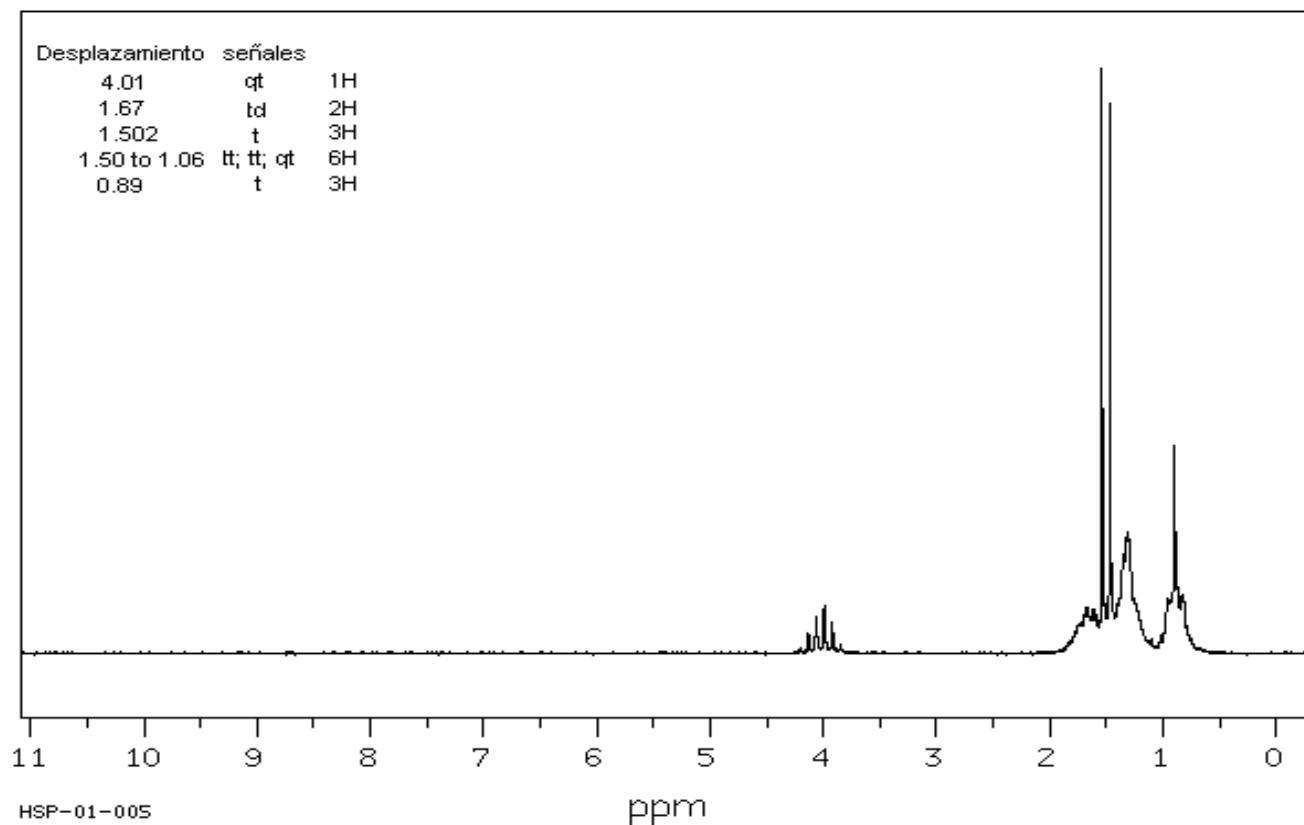


IR

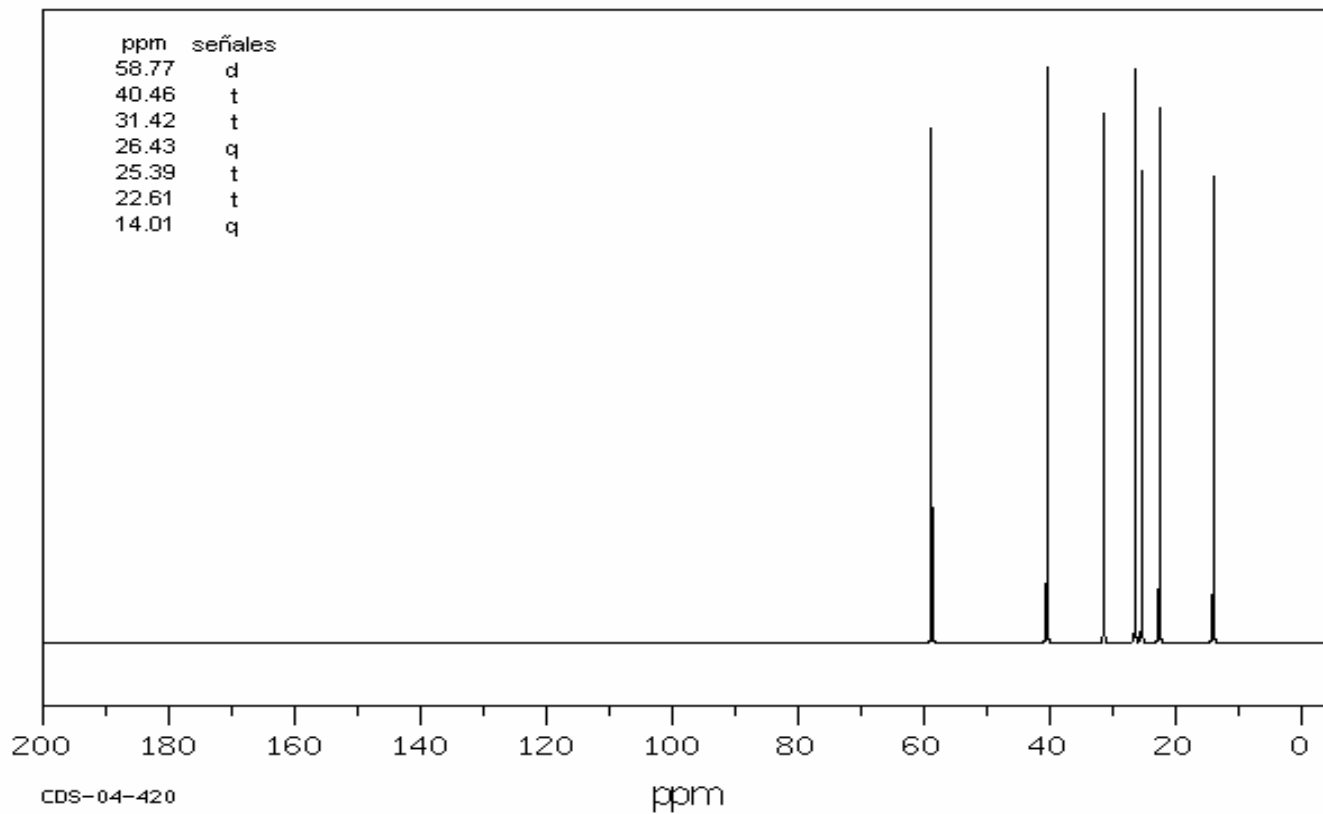


3606	79	1730	79	1279	39	1008	44	623	47		
3188	74	1467	15	1256	23	964	62	773	66		
2356	4	1461	15	1167	35	947	58	765	70		
2931	4	1379	17	1162	31	910	60	733	49		
2873	9	1365	34	1129	41	903	50	727	46		
2862	9	1307	46	1093	35	880	53	674	43		
2733	68	1289	42	1071	34	846	38	616	29		

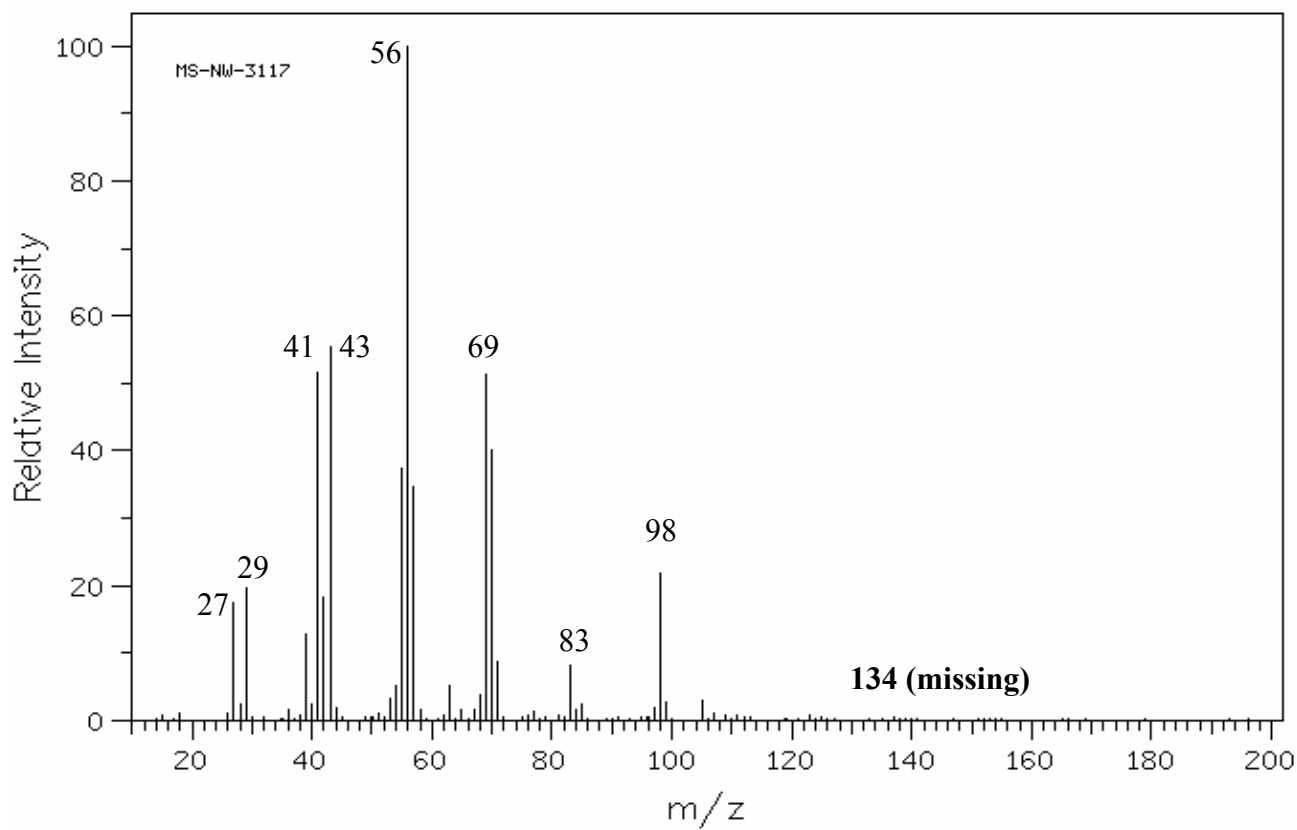
RMN-H1



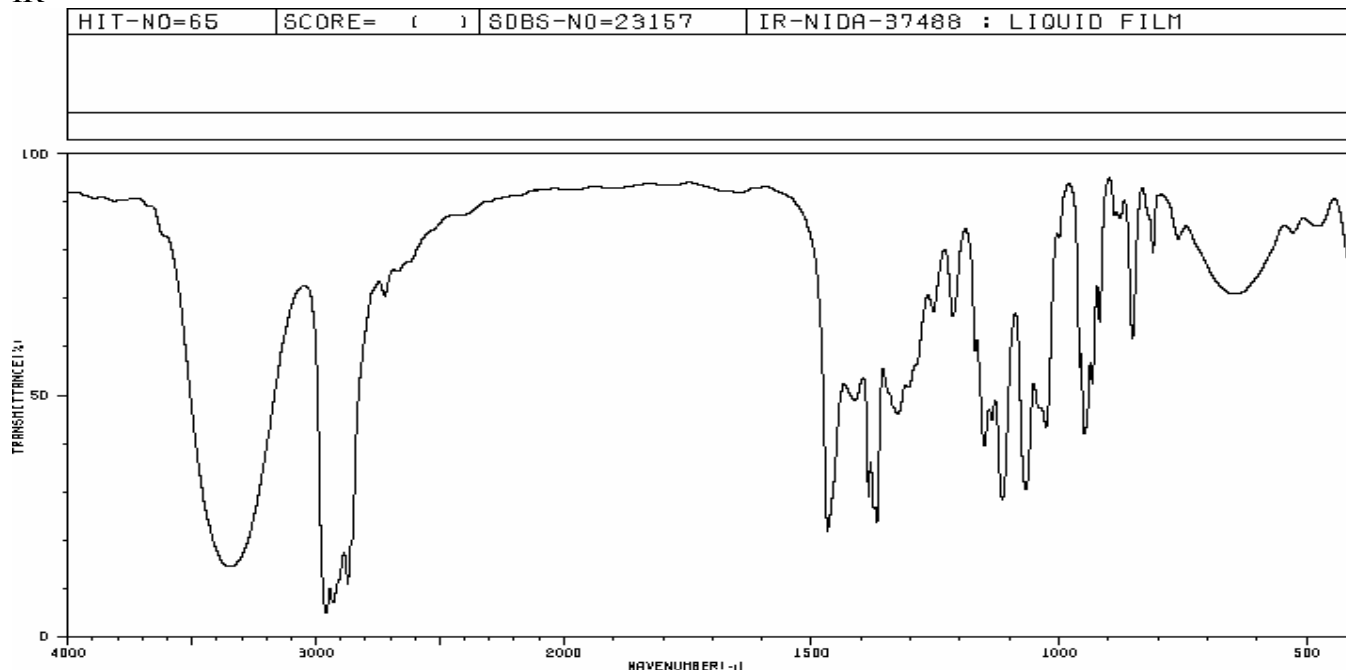
RMN-C13



EM

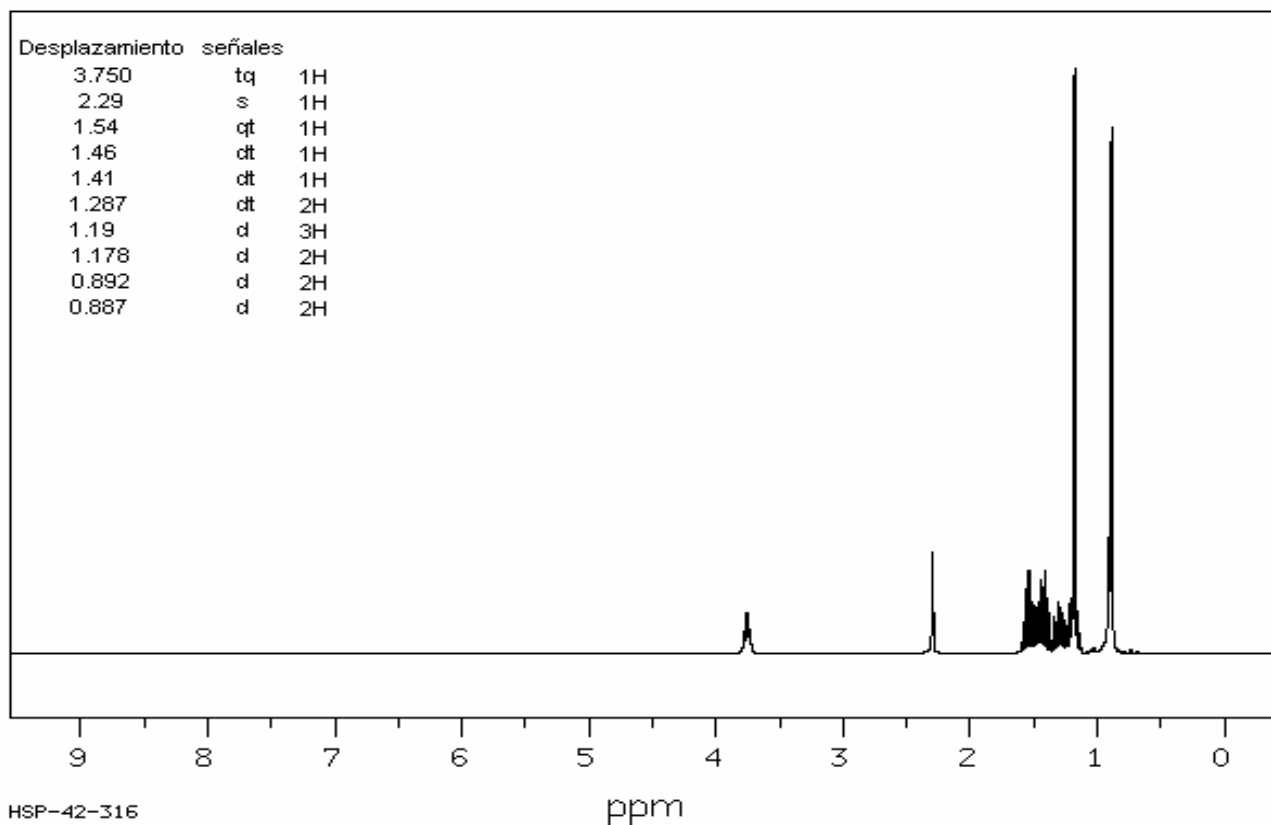


IR



3351	13	1413	47	1170	57	958	53	811	77
3341	13	1385	27	1151	38	950	41	760	79
2957	4	1374	25	1156	43	933	50	645	58
2931	6	1368	29	1115	27	918	62	629	81
2871	10	1326	44	1067	29	888	84	482	81
2720	88	1254	64	1057	46	877	84	476	51
1468	21	1214	64	1026	42	852	60		

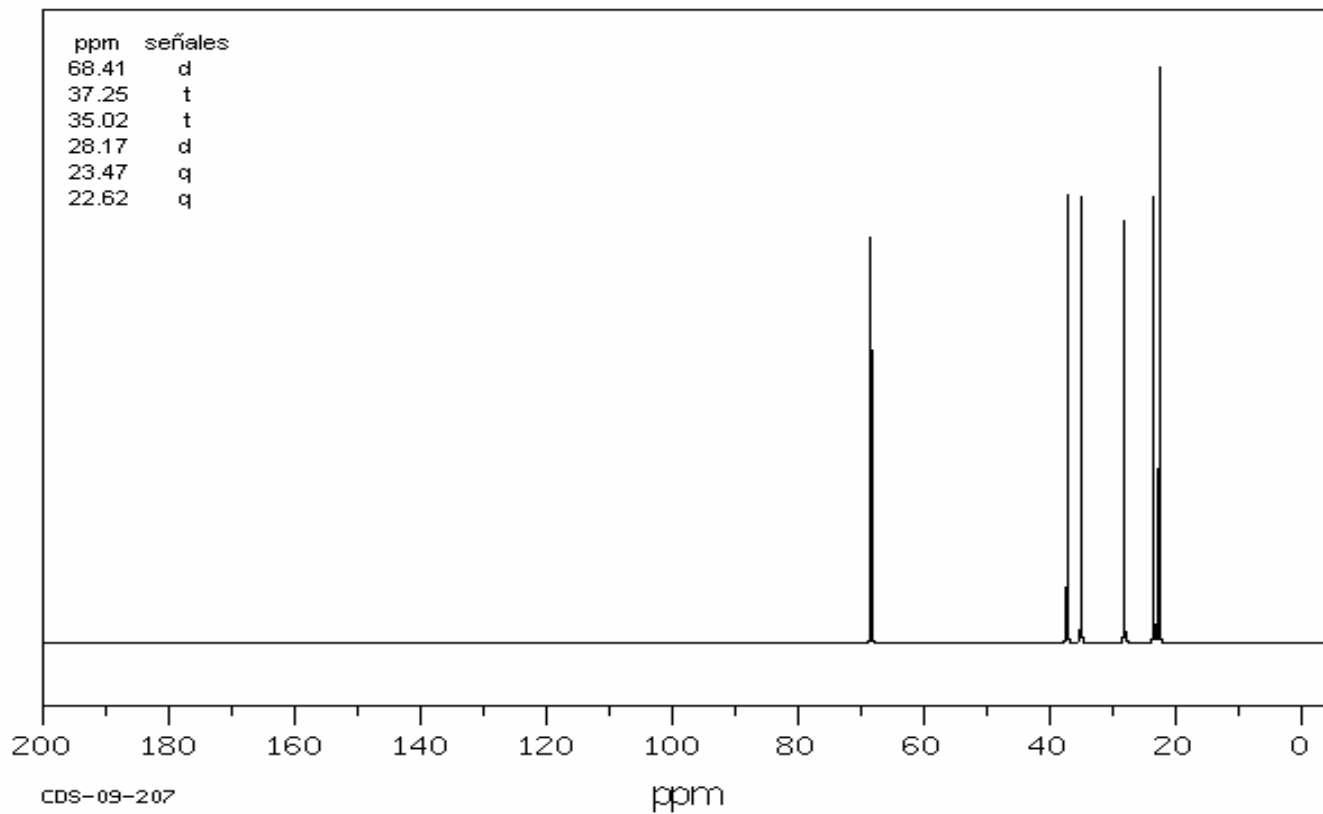
NMR-H1



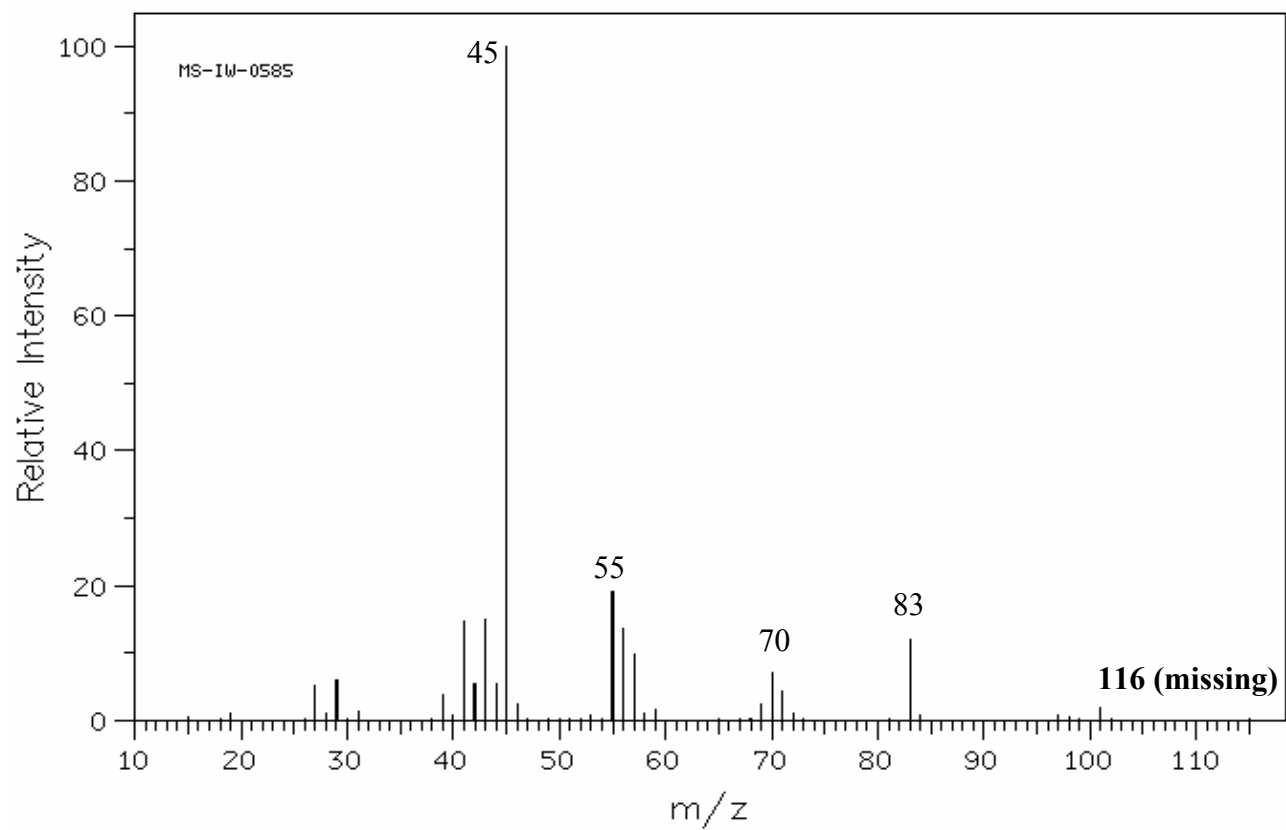
HSP-42-316

ppm

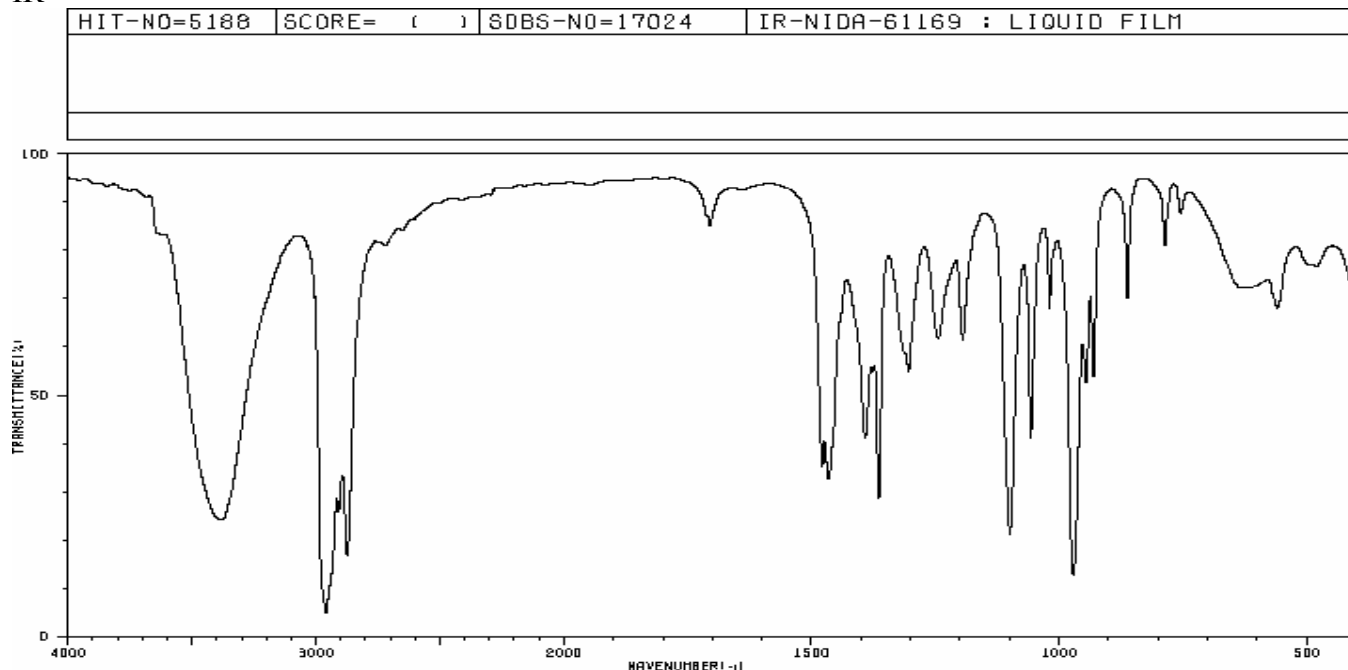
NMR-C13



EM

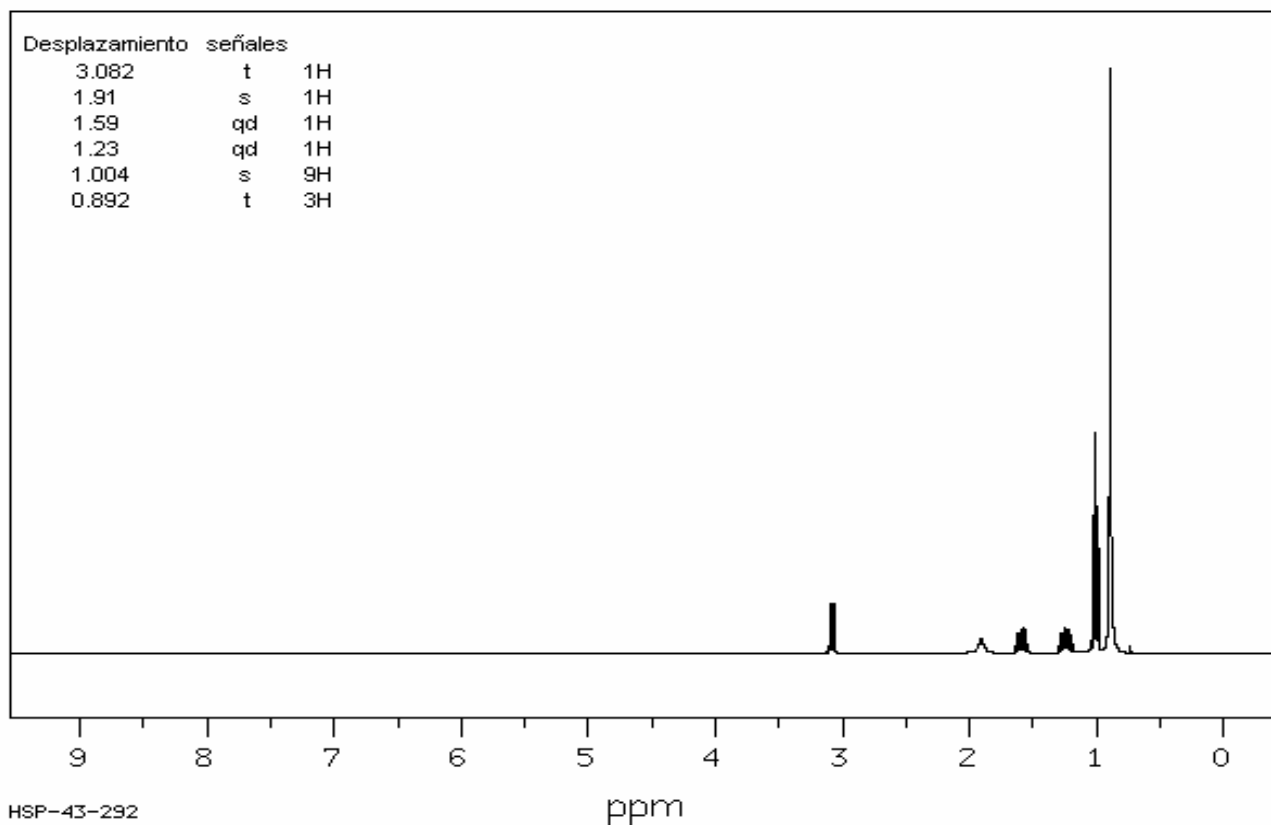


IR

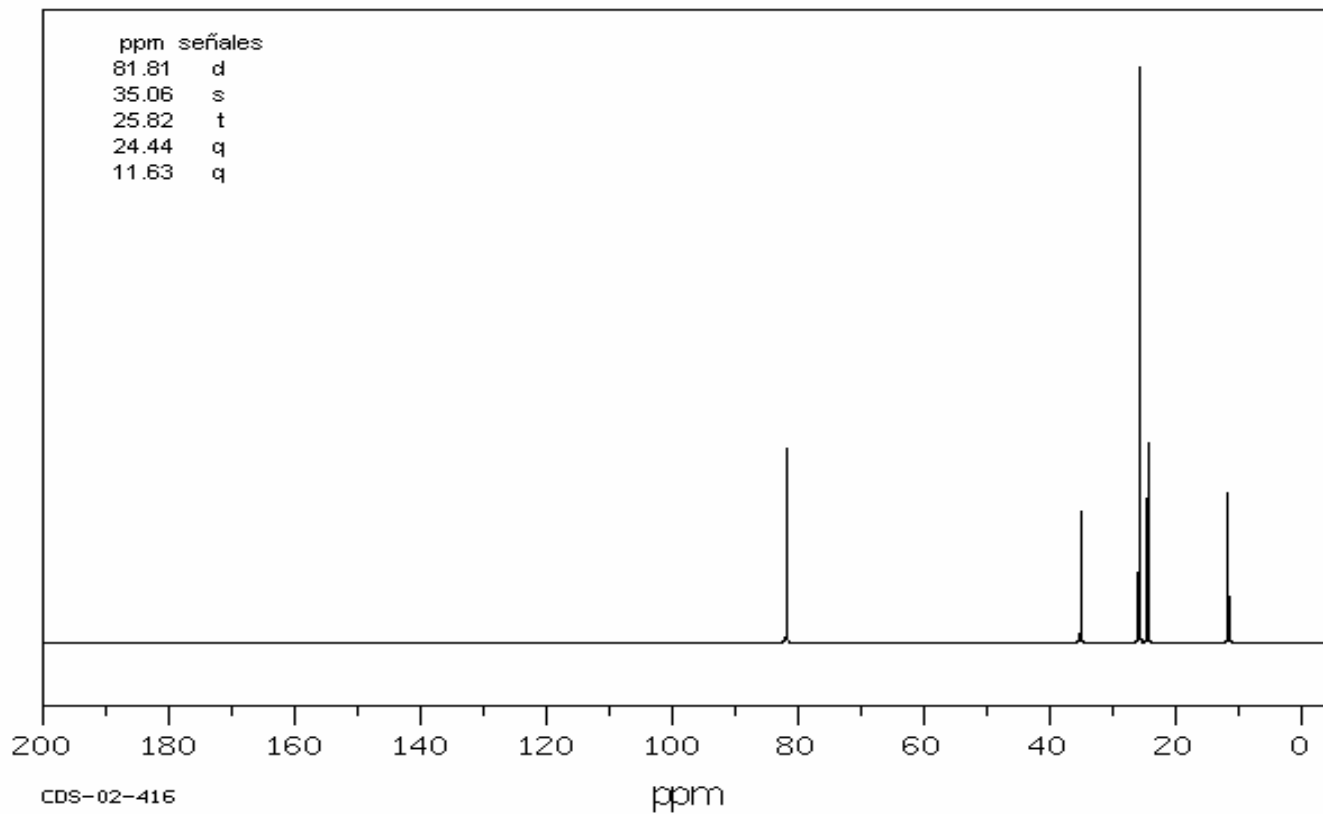


3393	23	1479	34	1195	58	862	68
3381	23	1467	31	1099	20	766	79
2960	4	1392	39	1057	39	754	64
2909	24	1376	62	1019	66	659	66
2873	16	1365	27	971	12	492	74
1711	84	1305	52	945	50	487	74
1705	81	1245	58	931	52	481	74

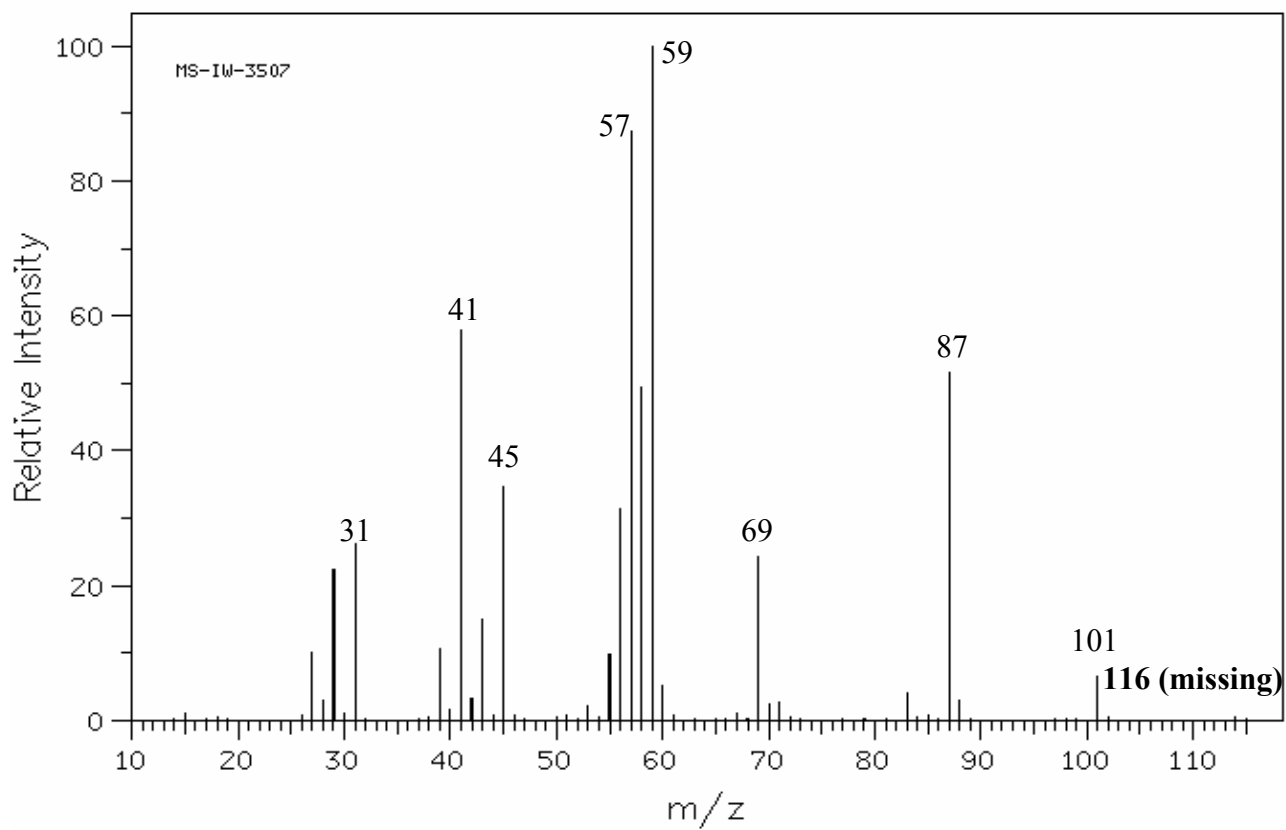
NMR-H1



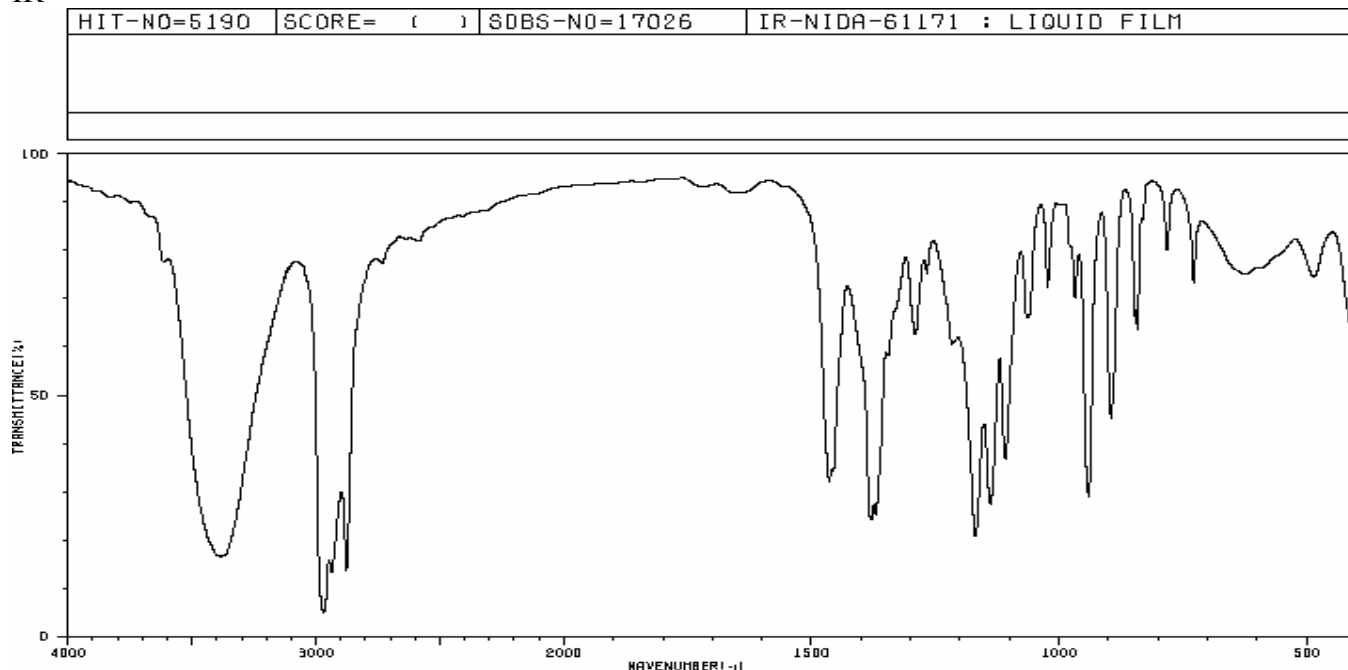
NMR-C13



EM

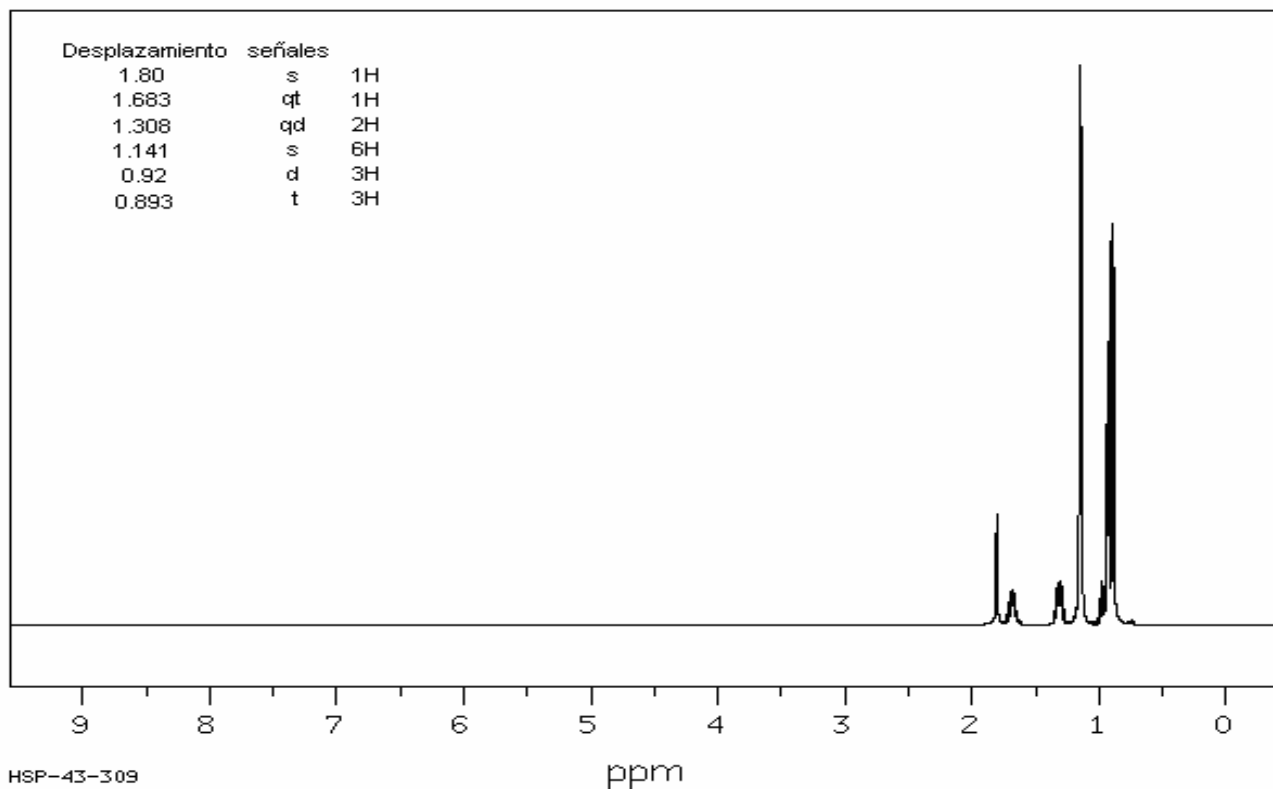


IR



3384	16	1370	23	1063	64	832	84
2970	4	1290	60	1023	70	782	77
2357	12	1267	72	966	66	729	70
2077	13	1216	68	941	27	626	72
1465	30	1170	20	895	43	486	72
1457	33	1139	26	847	84		
1379	23	1108	36	842	60		

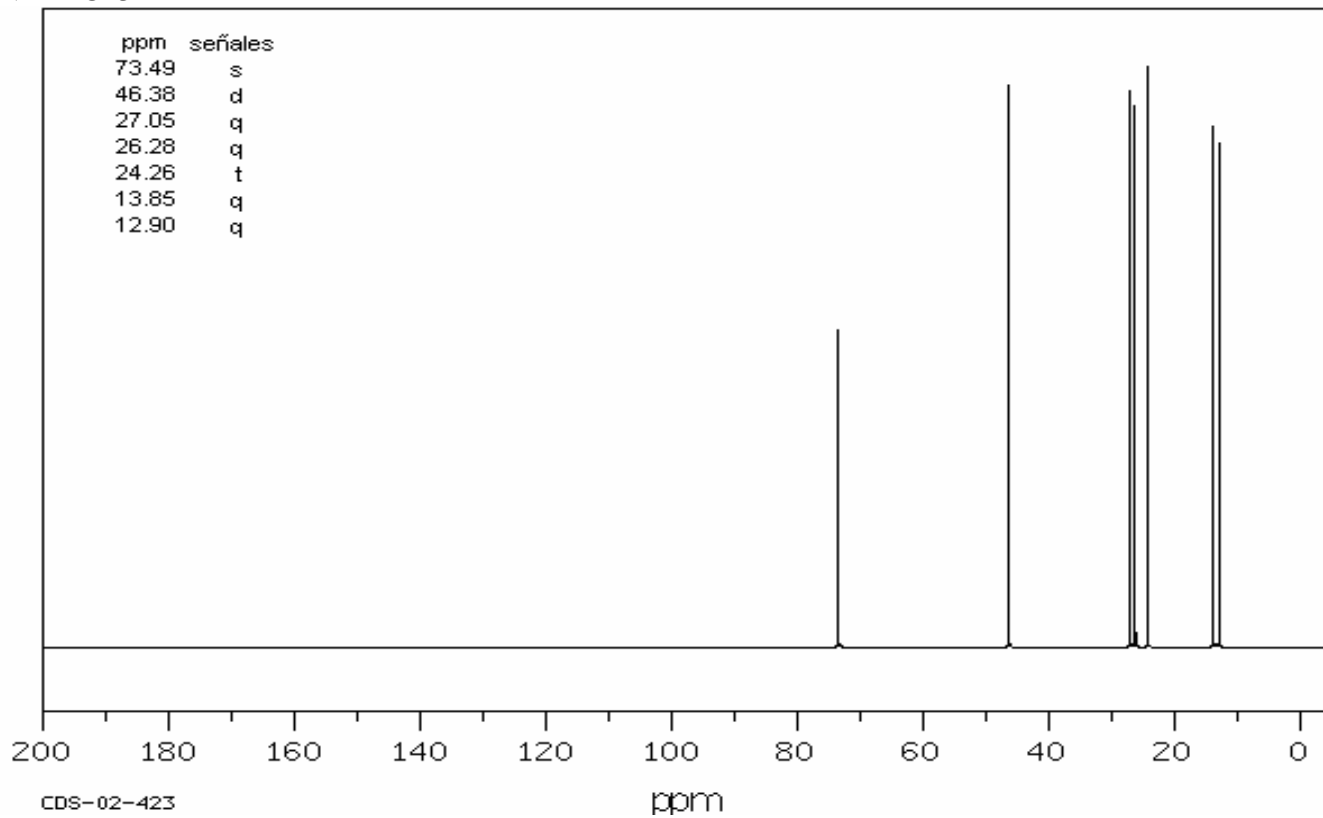
NMR-H1



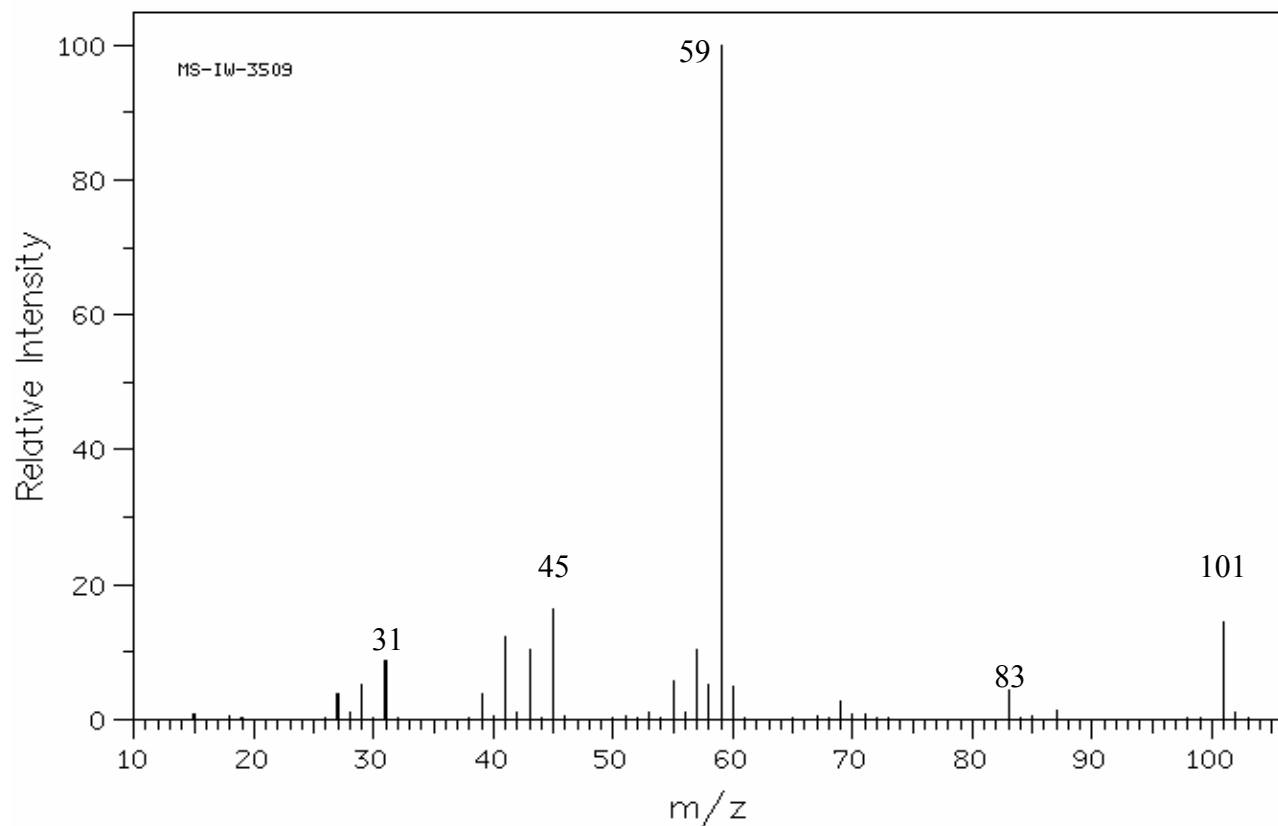
HSP-43-309

ppm

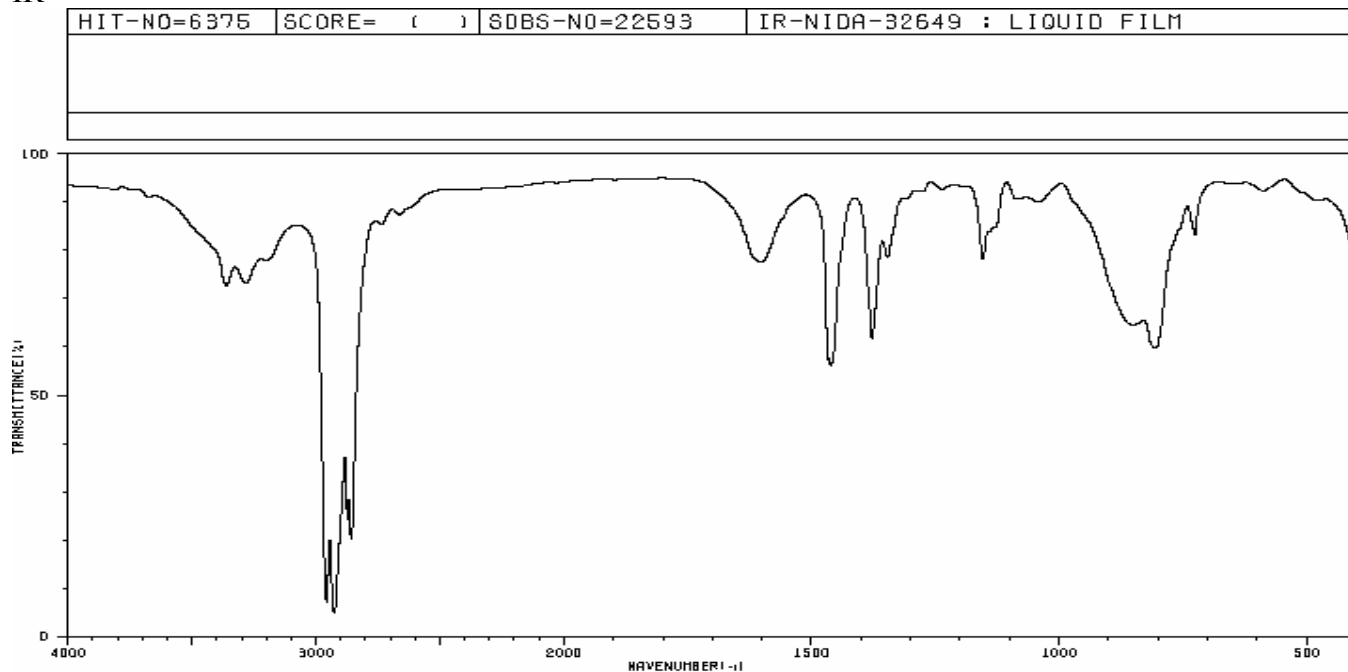
NMR-C13



EM

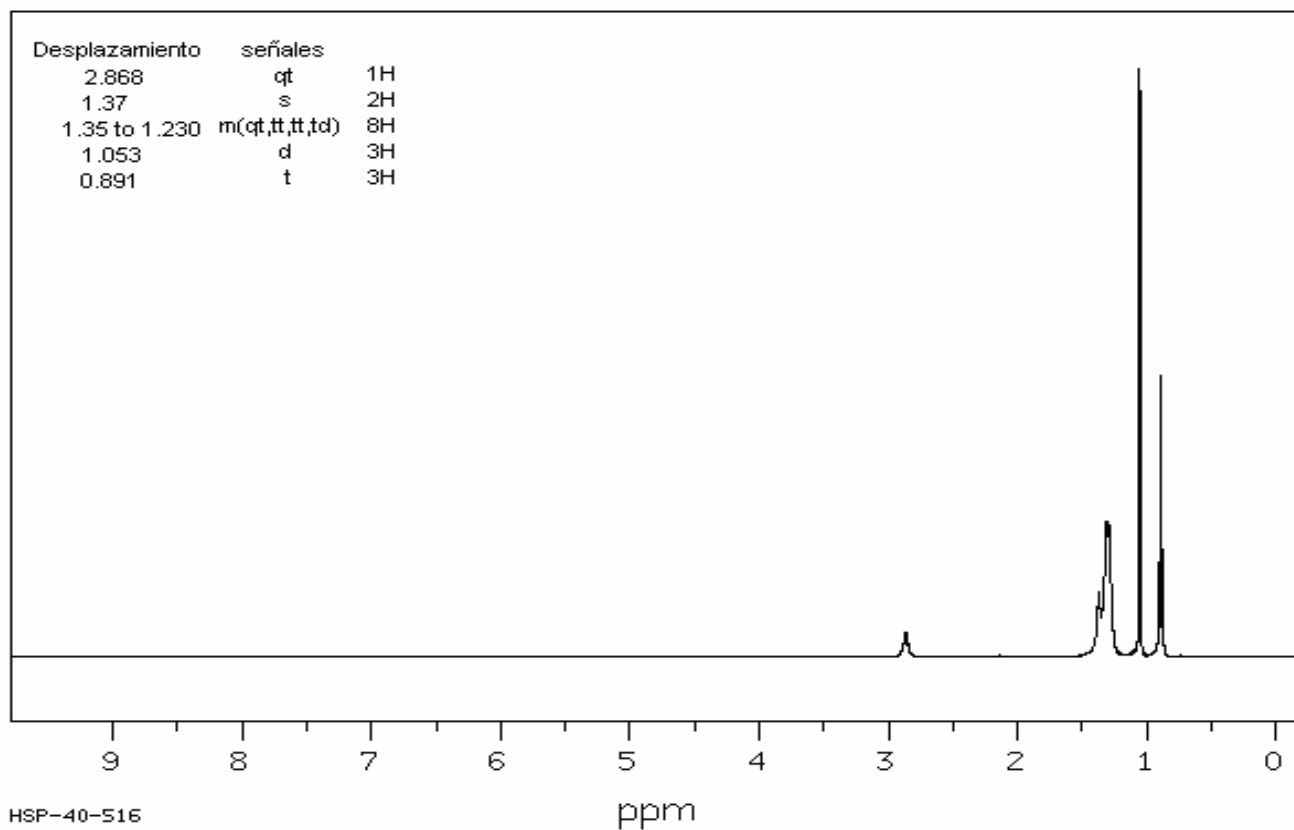


IR

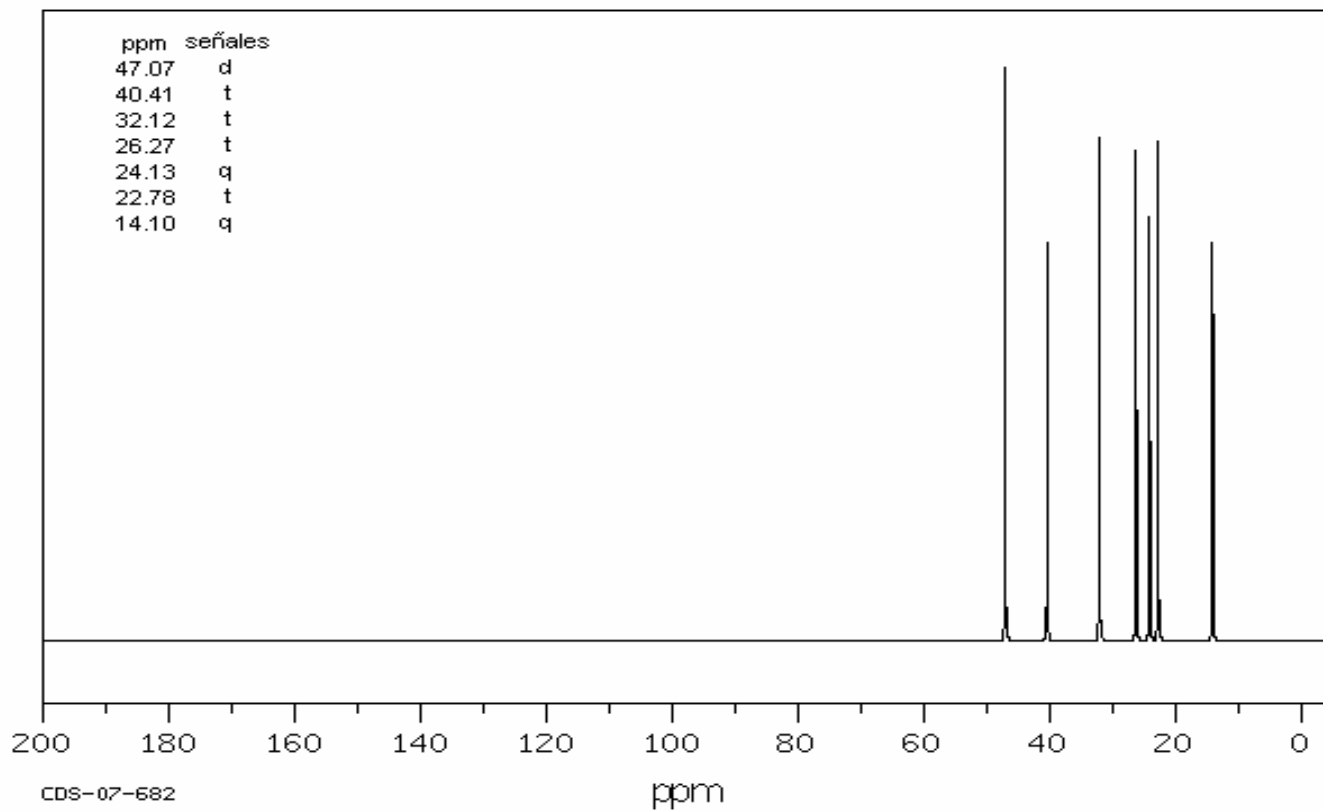


3362	70	1602	74	806	67
3284	70	1468	55	726	79
2958	7	1461	55		
2926	4	1378	68		
2873	23	1347	74		
2858	19	1155	74		
2866	84	1141	81		

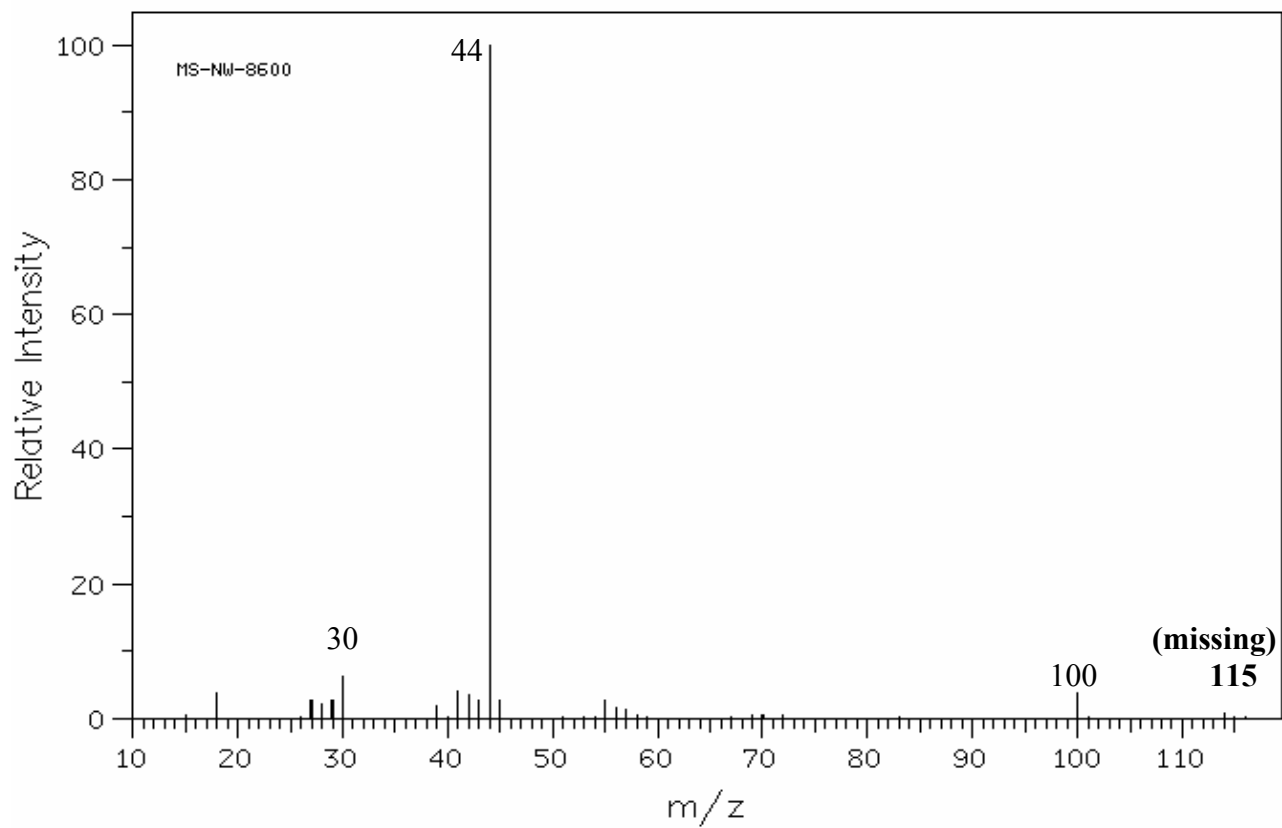
NMR-H1



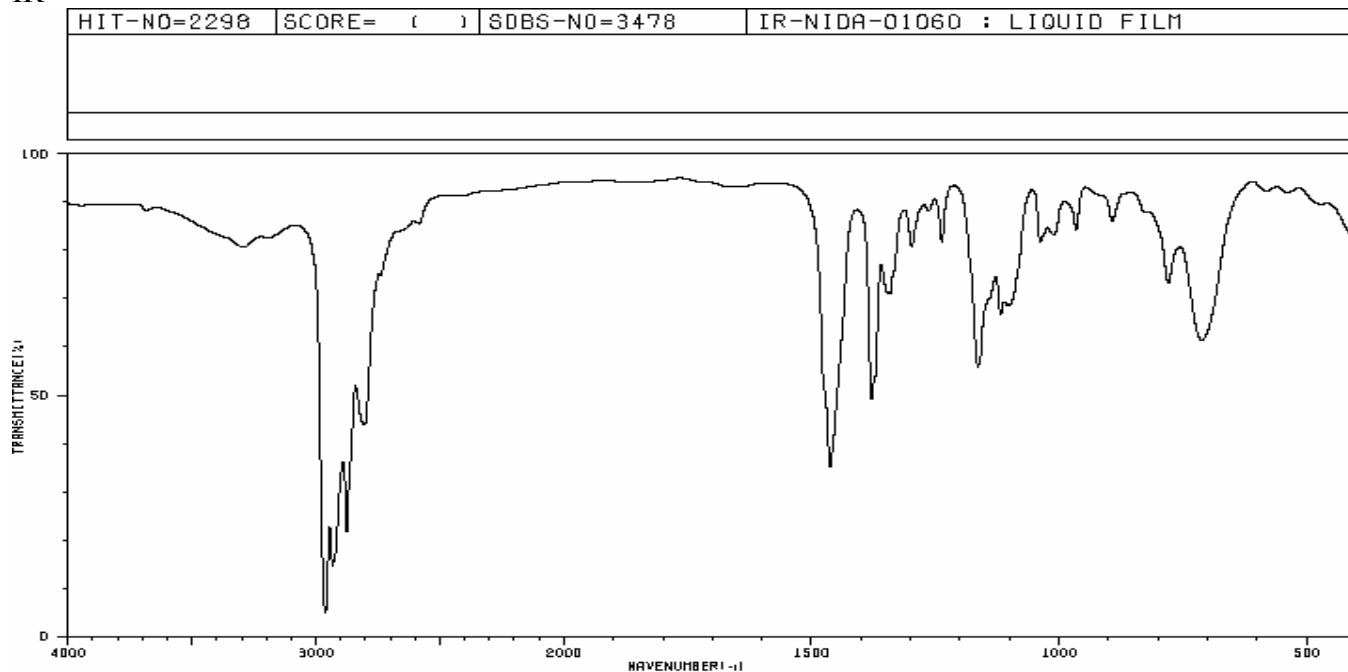
NMR-C13



EM

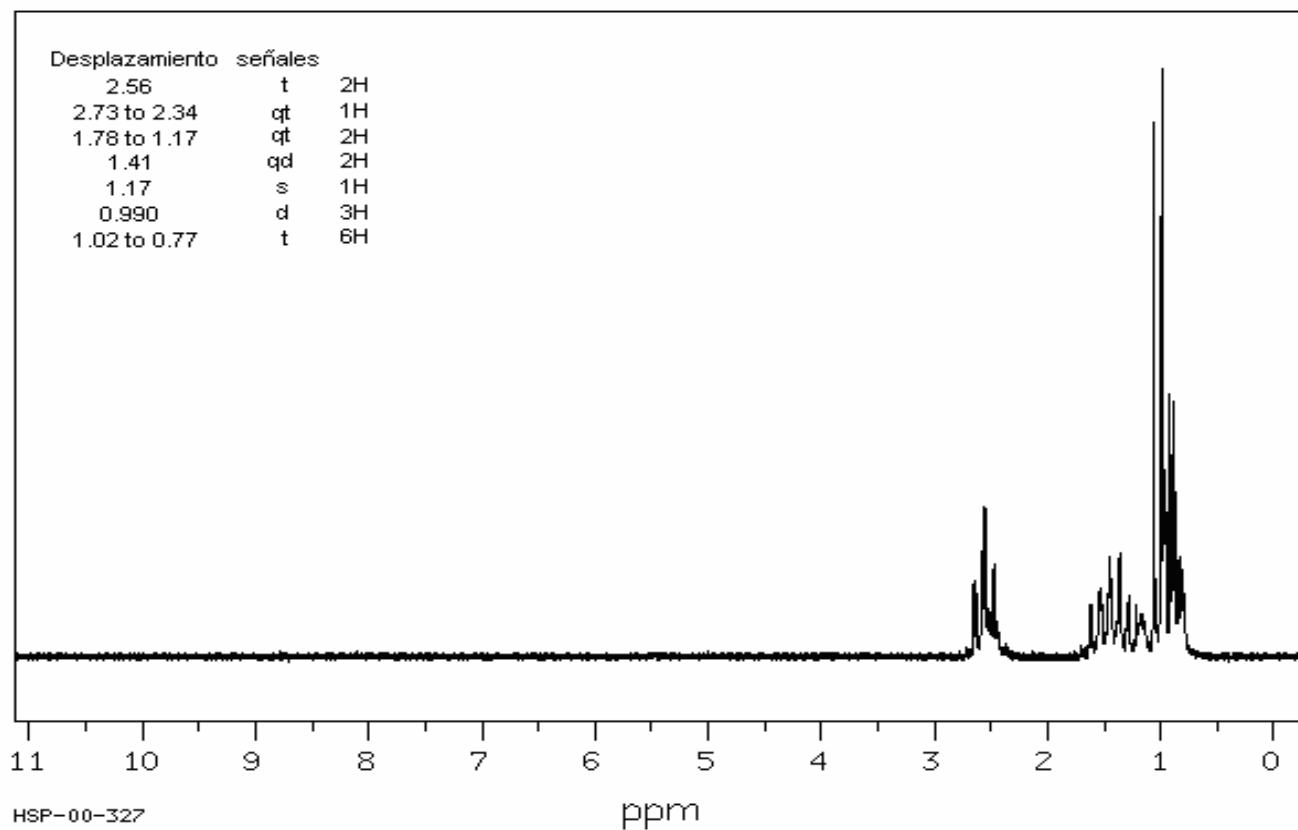


IR

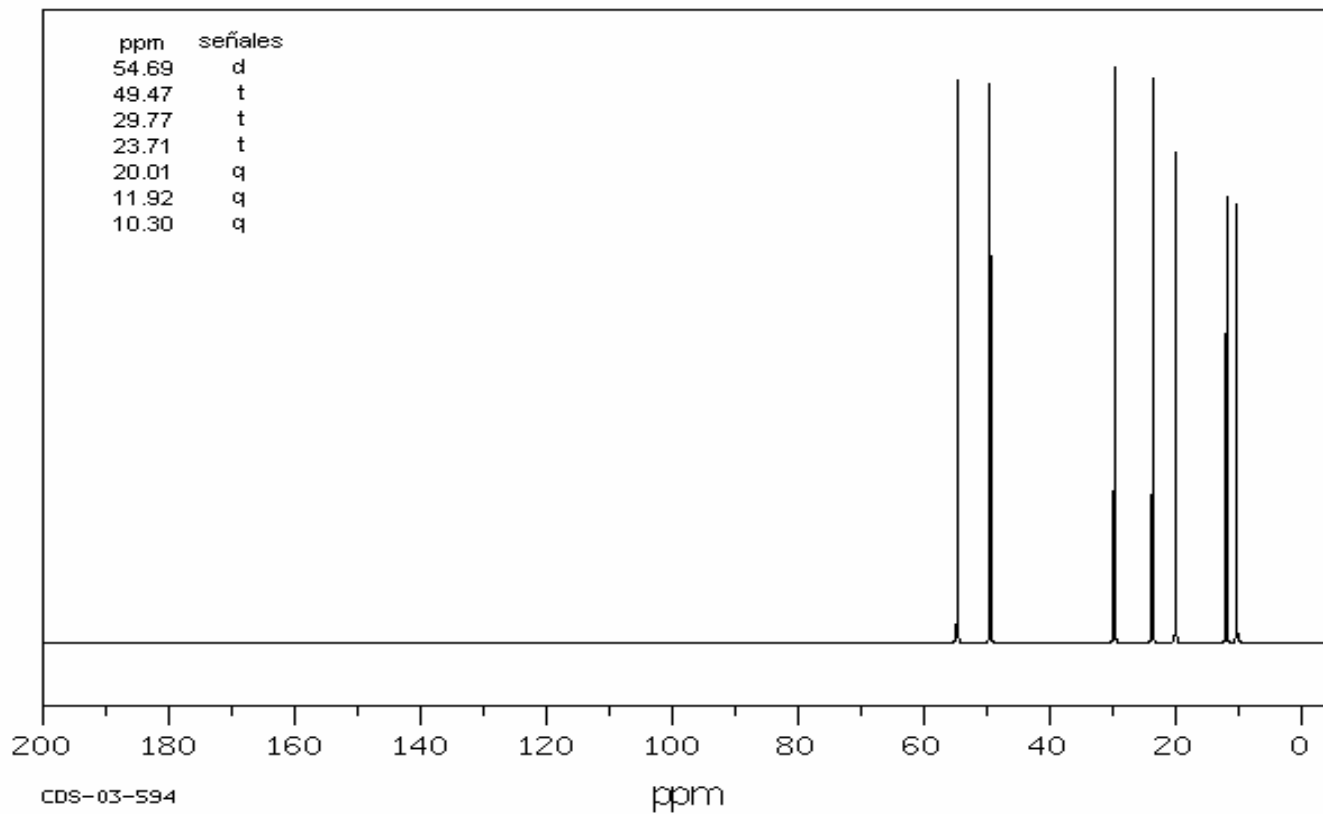


3293	77	1374	60	1165	63	1010	79
2961	4	1349	68	1118	64	965	81
2353	13	1341	68	1107	86	894	64
2876	20	1333	72	1099	66	779	70
2806	42	1298	77	1038	79	712	58
1463	33	1263	84	1029	81		
1379	47	1237	78	1019	81		

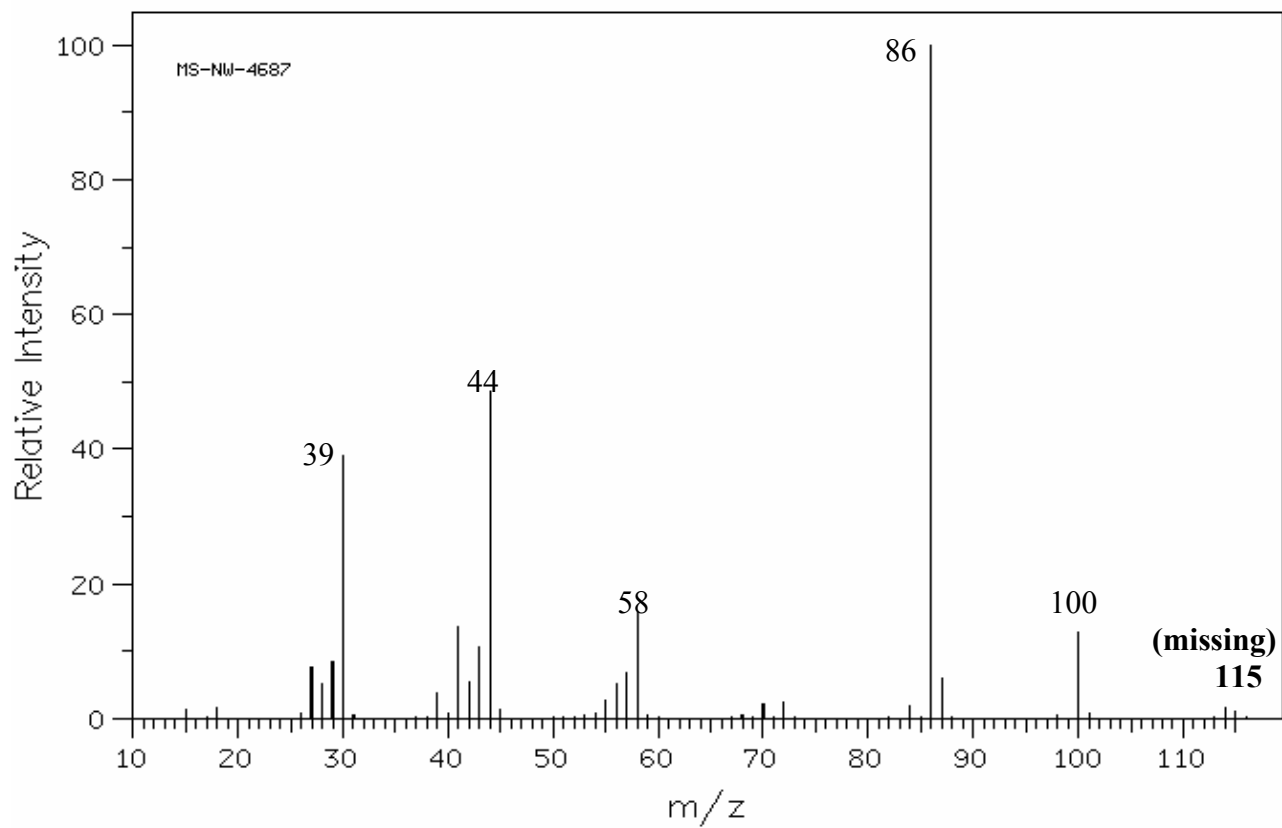
NMR-H1



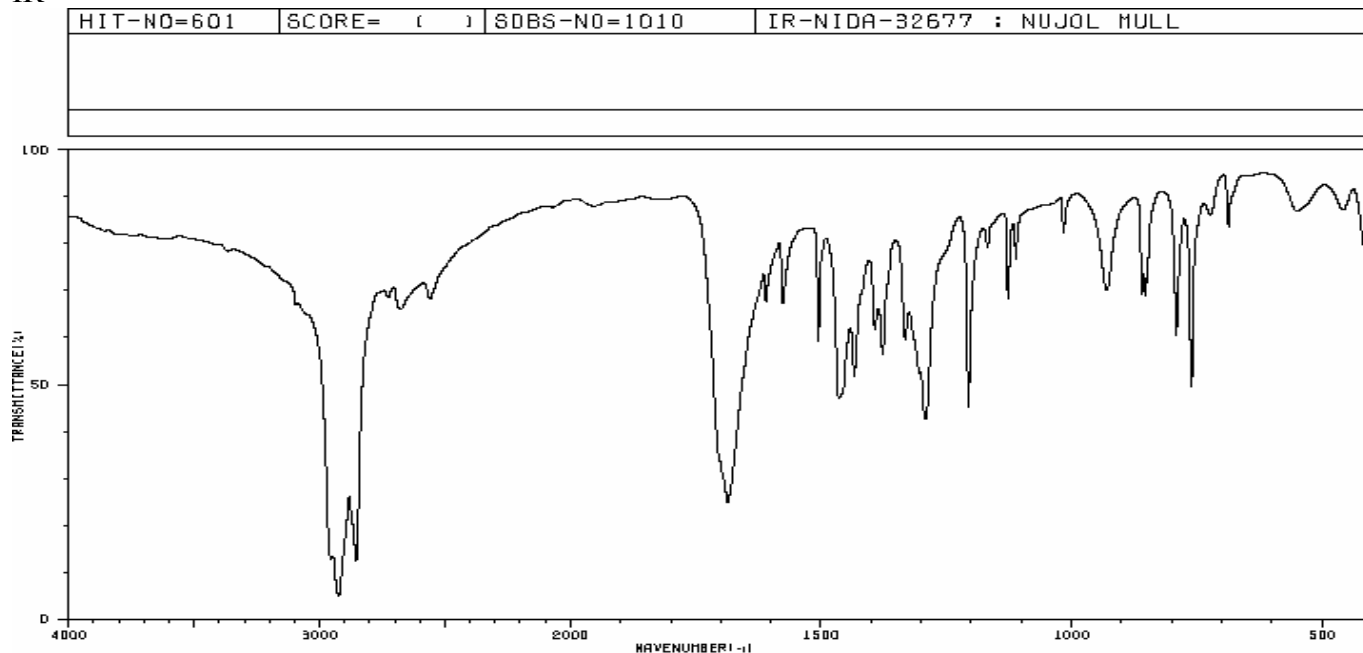
NMR-C13



EM

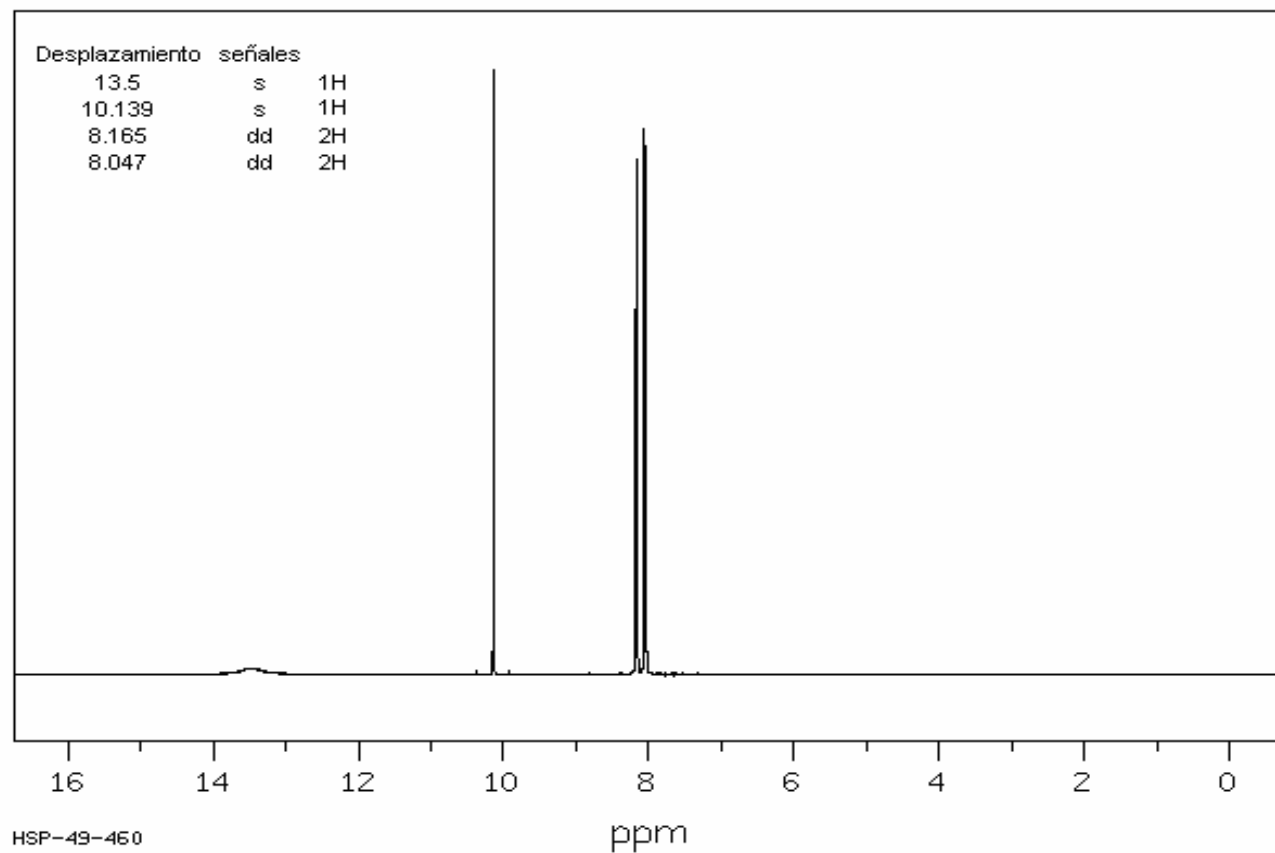


IR

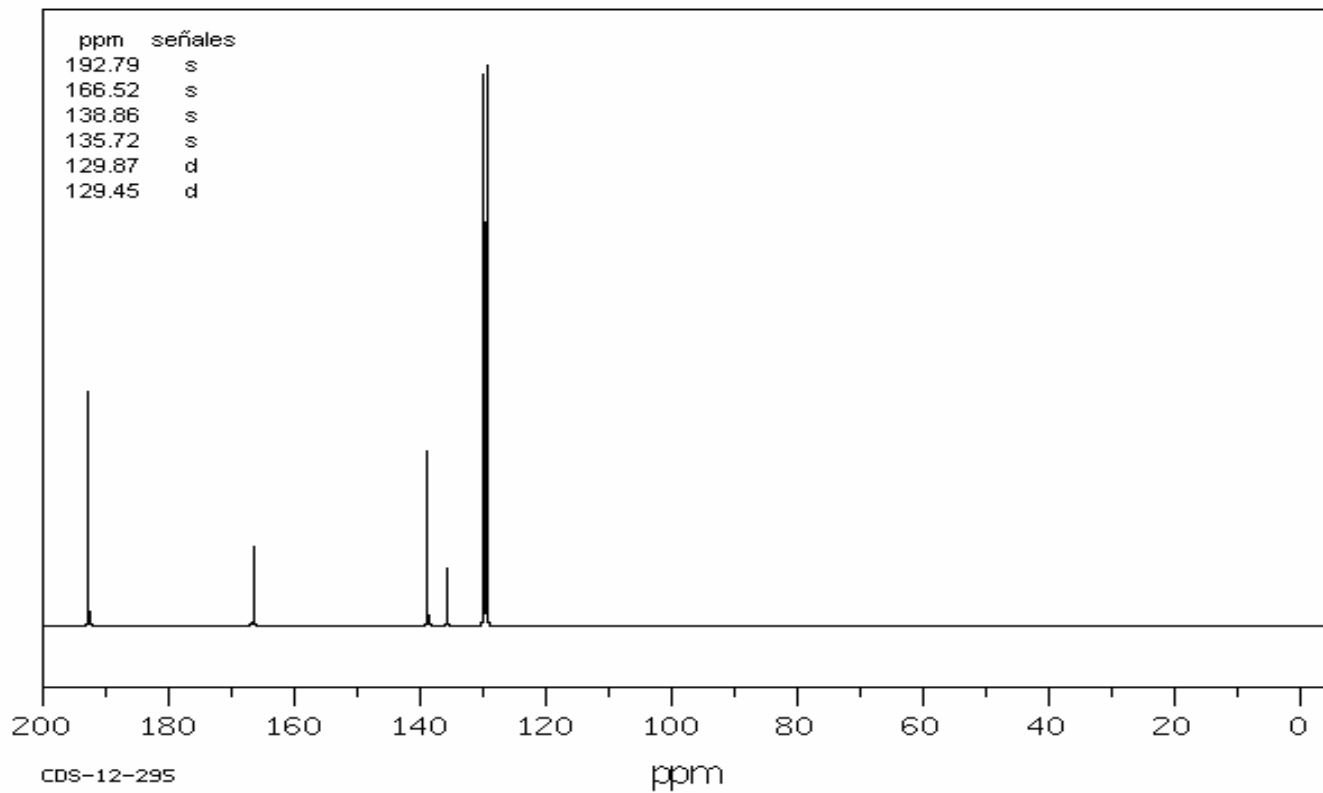


2954	12	1610	66	1333	57	1017	78	687	61
2924	4	1576	64	1304	50	930	68	550	84
2854	12	1505	57	1292	41	859	66	456	64
2727	66	1464	44	1206	43	863	66		
2677	64	1434	50	1168	77	791	58		
2559	66	1393	58	1127	86	761	47		
1686	23	1377	63	1111	74	722	84		

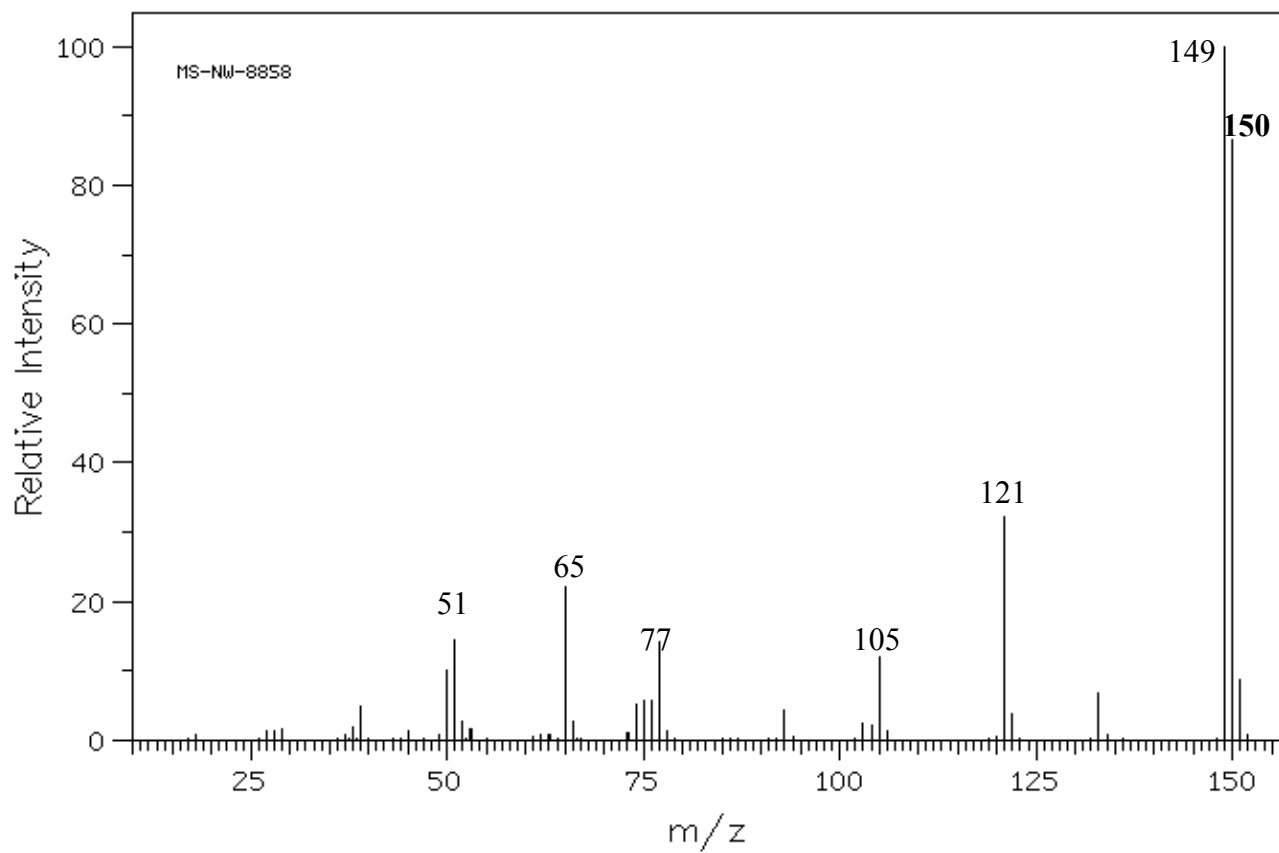
RMN-H1



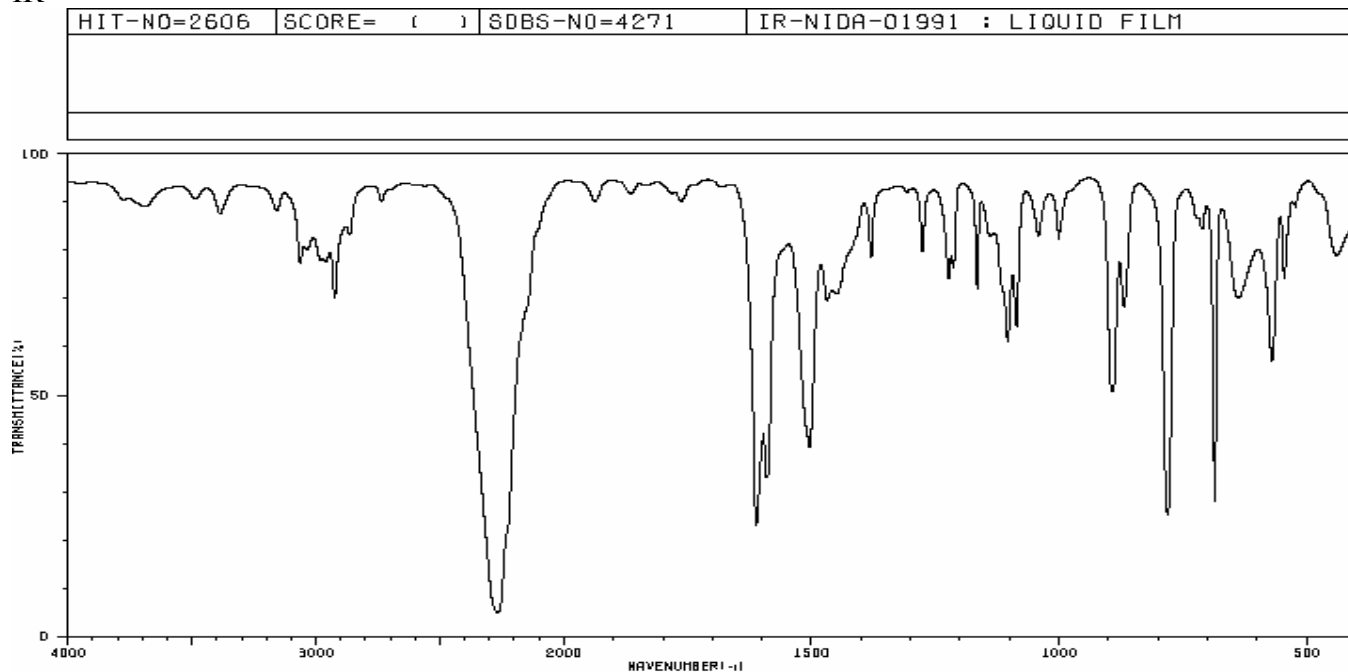
RMN-C13



EM

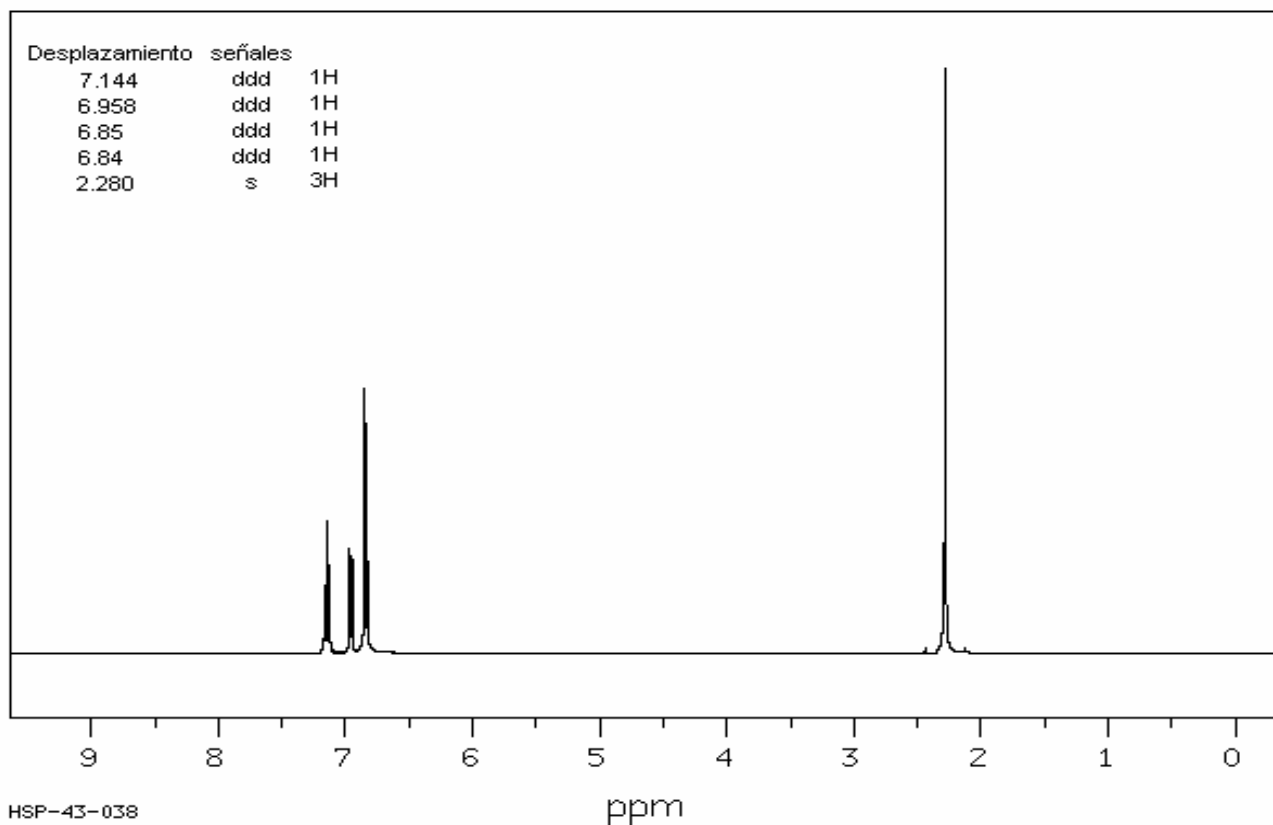


IR



3687	86	2926	68	1458	68	1104	68	722	64		
3387	84	2864	79	1451	68	1086	62	712	81		
3157	84	2267	4	1360	74	1042	79	666	26		
3064	74	1612	21	1276	77	1002	79	638	68		
3036	77	1592	31	1224	70	894	49	570	55		
2961	74	1504	37	1214	72	869	66	546	72		
2959	74	1469	66	1166	68	781	29	441	77		

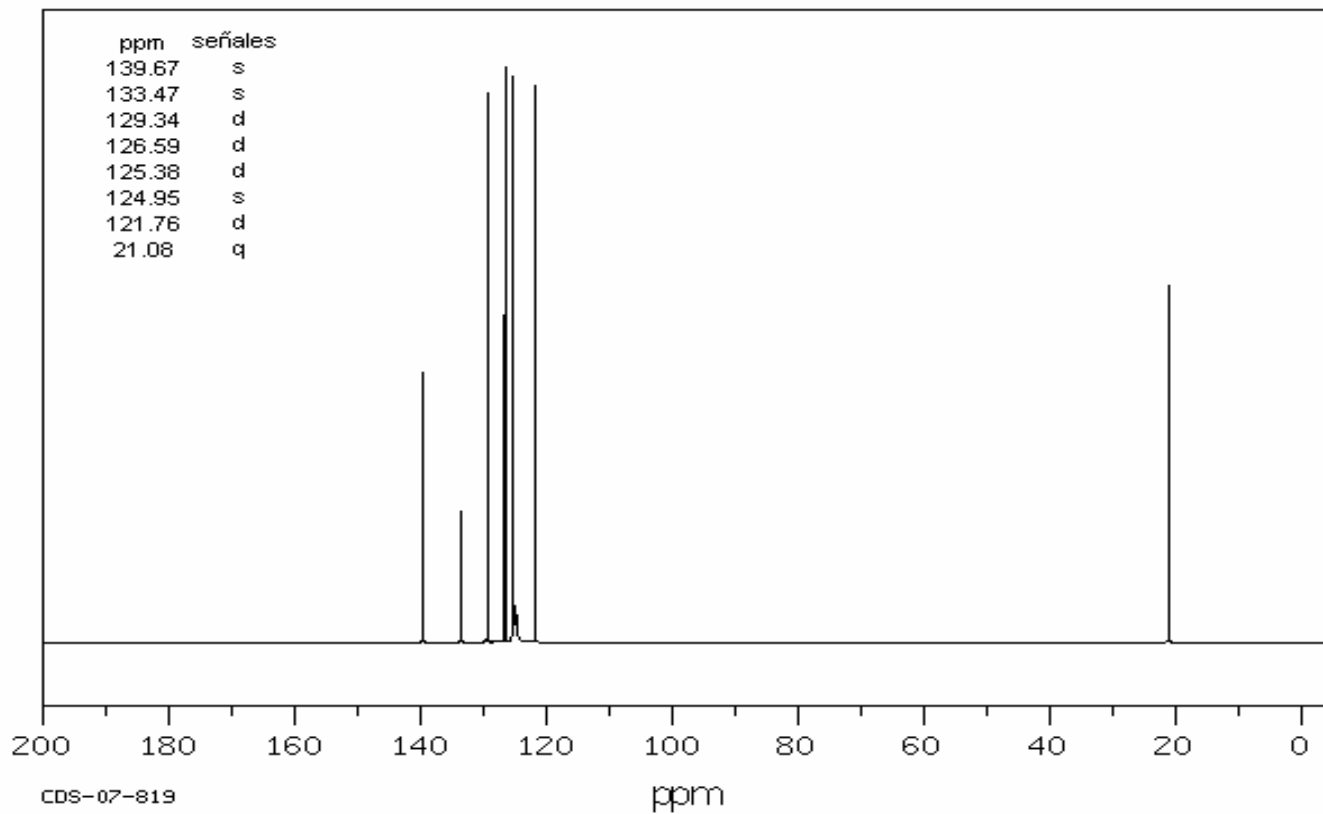
NMR-H1



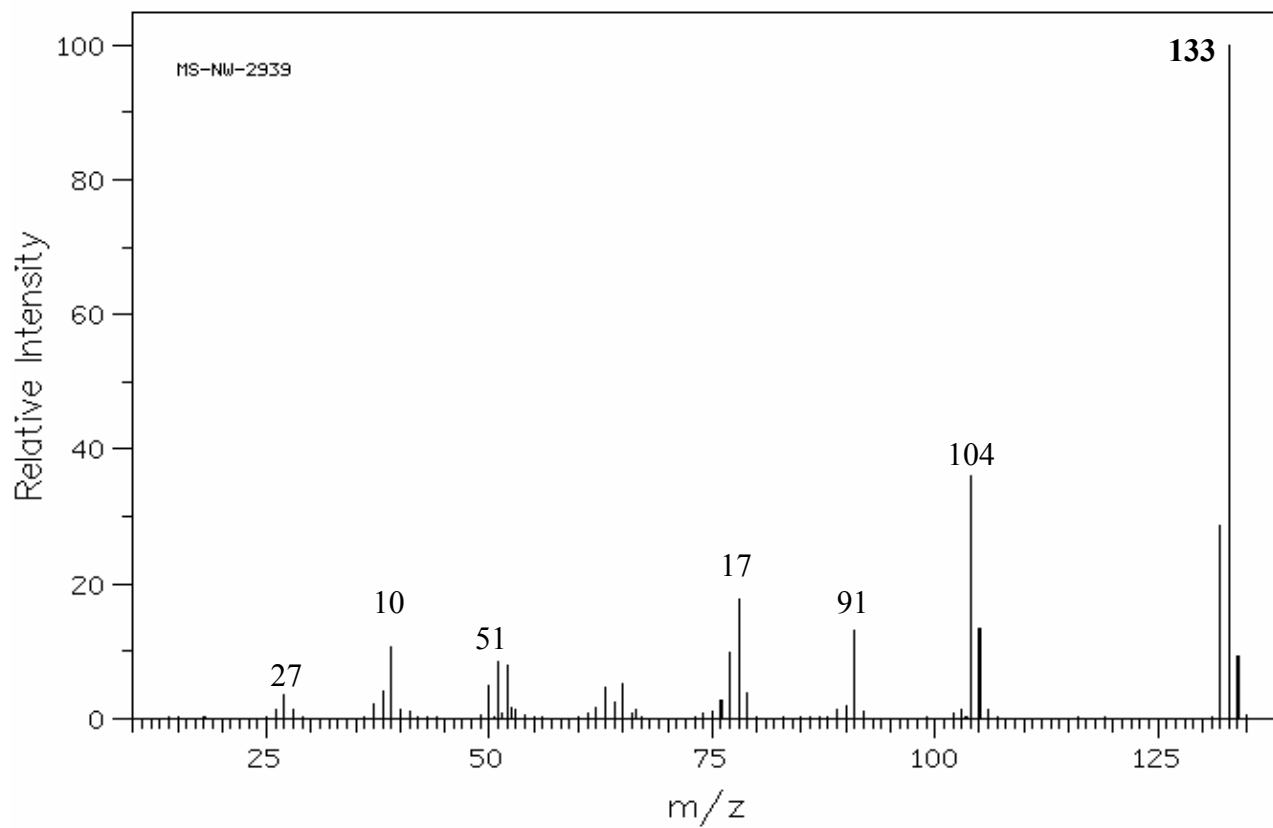
HSP-43-038

ppm

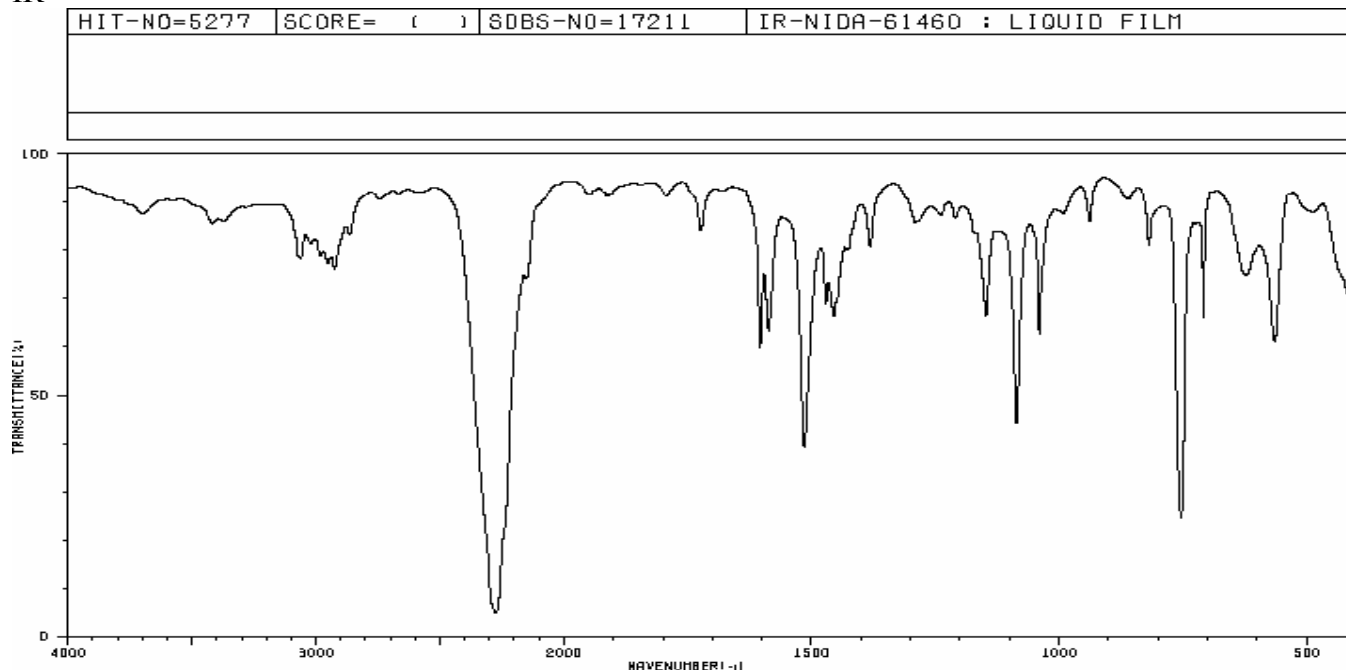
NMR-C13



EM

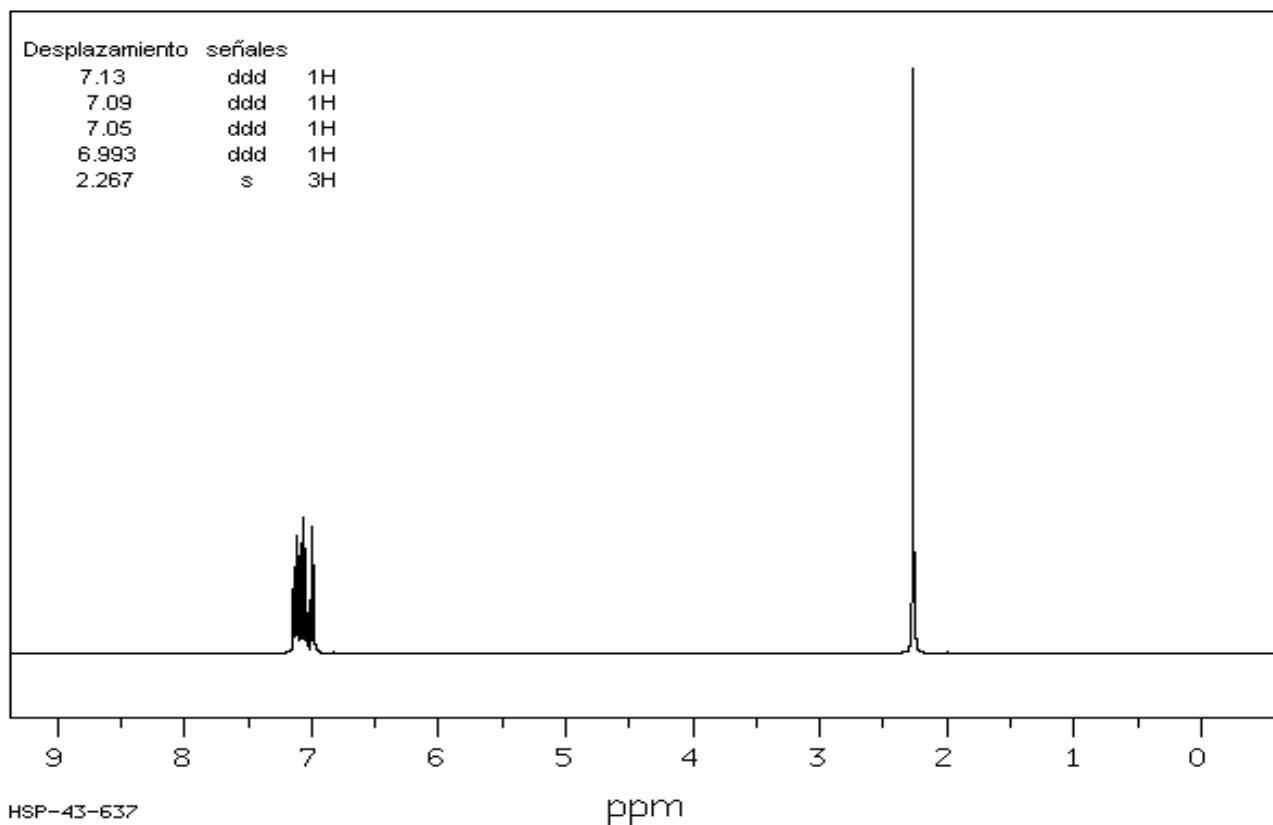


IR



3699	84	2274	4	1381	77	1086	42	566	58		
3418	81	1724	81	1291	81	1040	60	492	84		
3393	84	1604	58	1246	84	939	61	487	64		
3062	74	1587	60	1238	84	819	77				
2953	74	1514	37	1211	84	754	23				
2926	72	1471	66	1206	84	709	64				
2864	79	1466	64	1148	64	623	72				

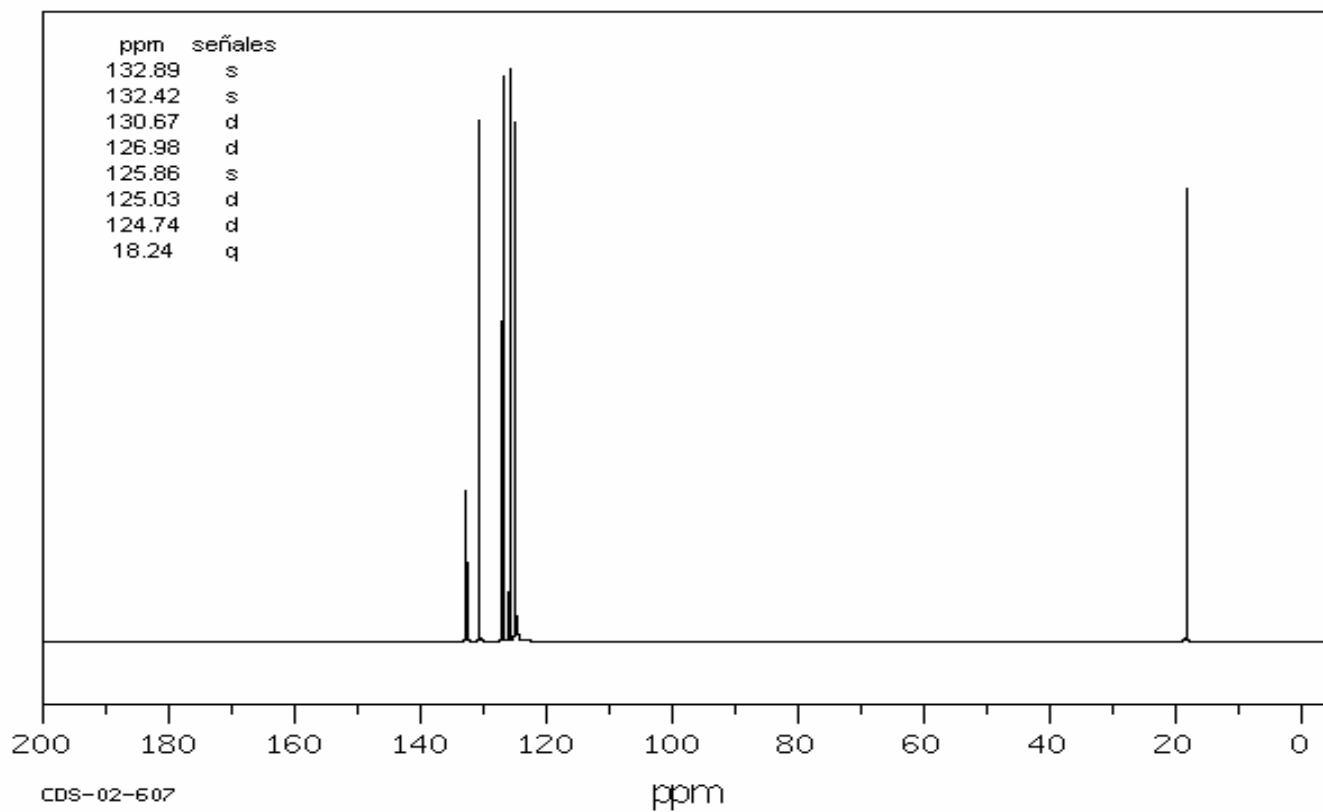
NMR-H1



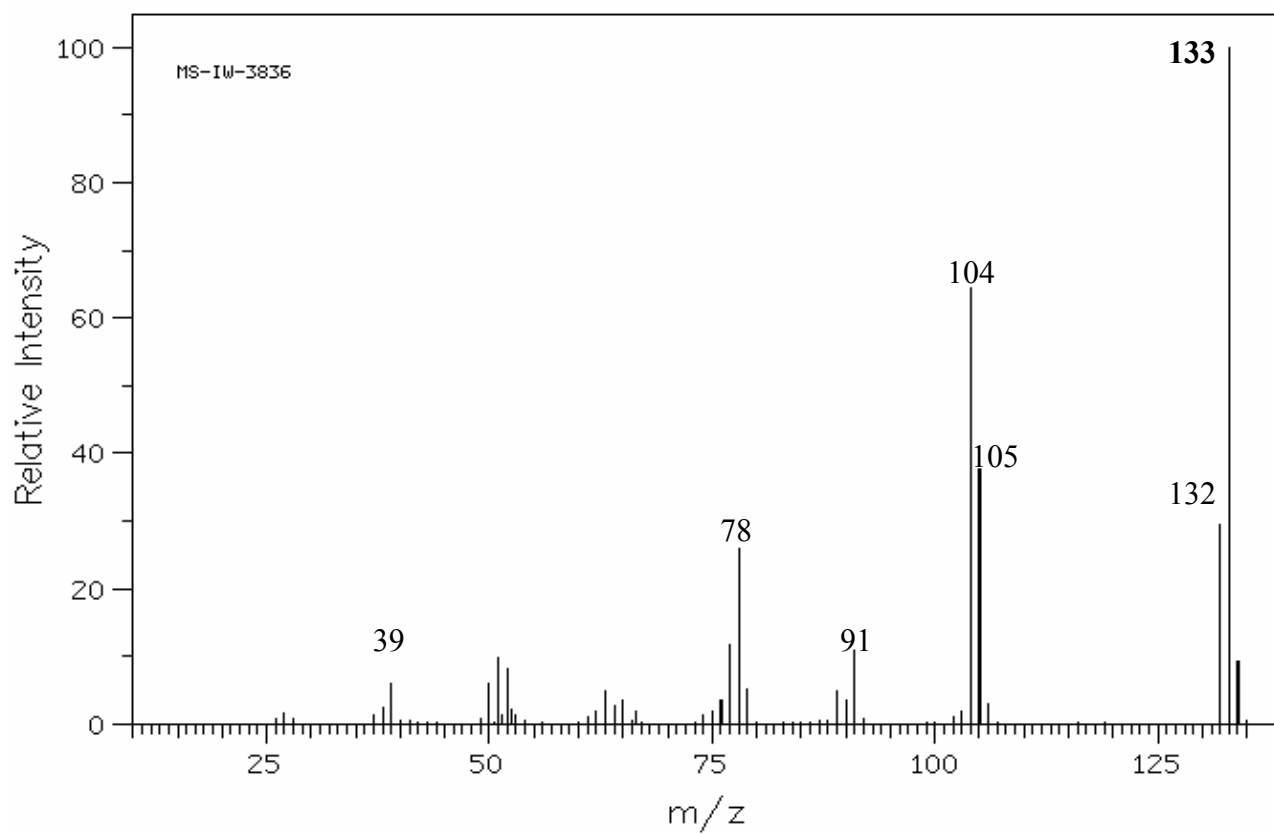
HSP-43-637

ppm

NMR-C13

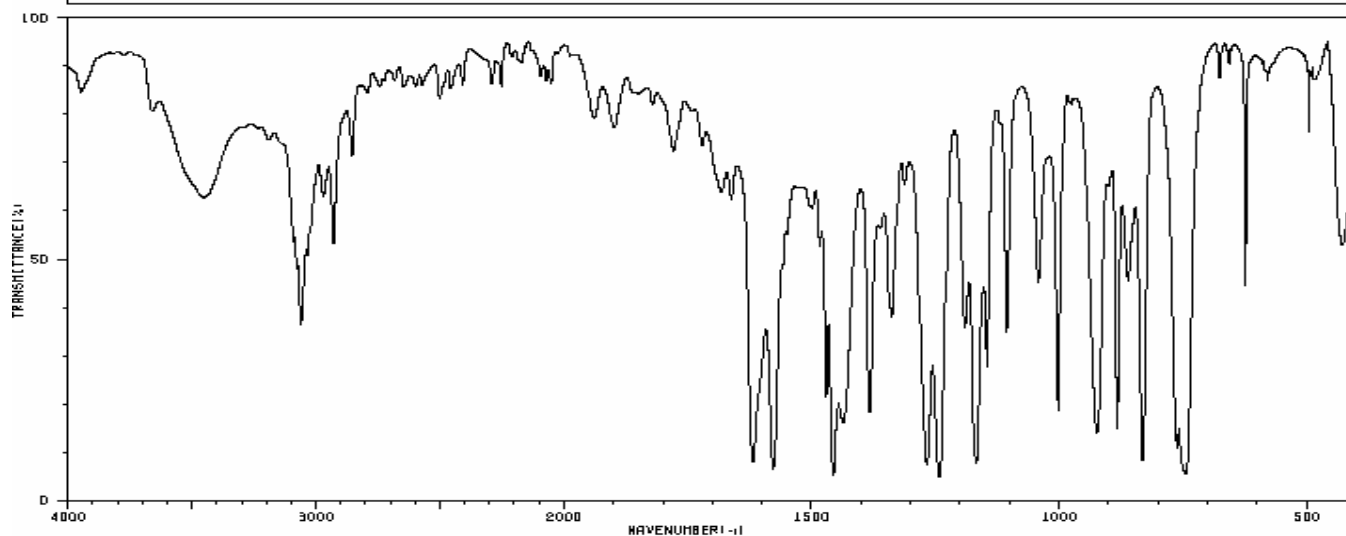


EM



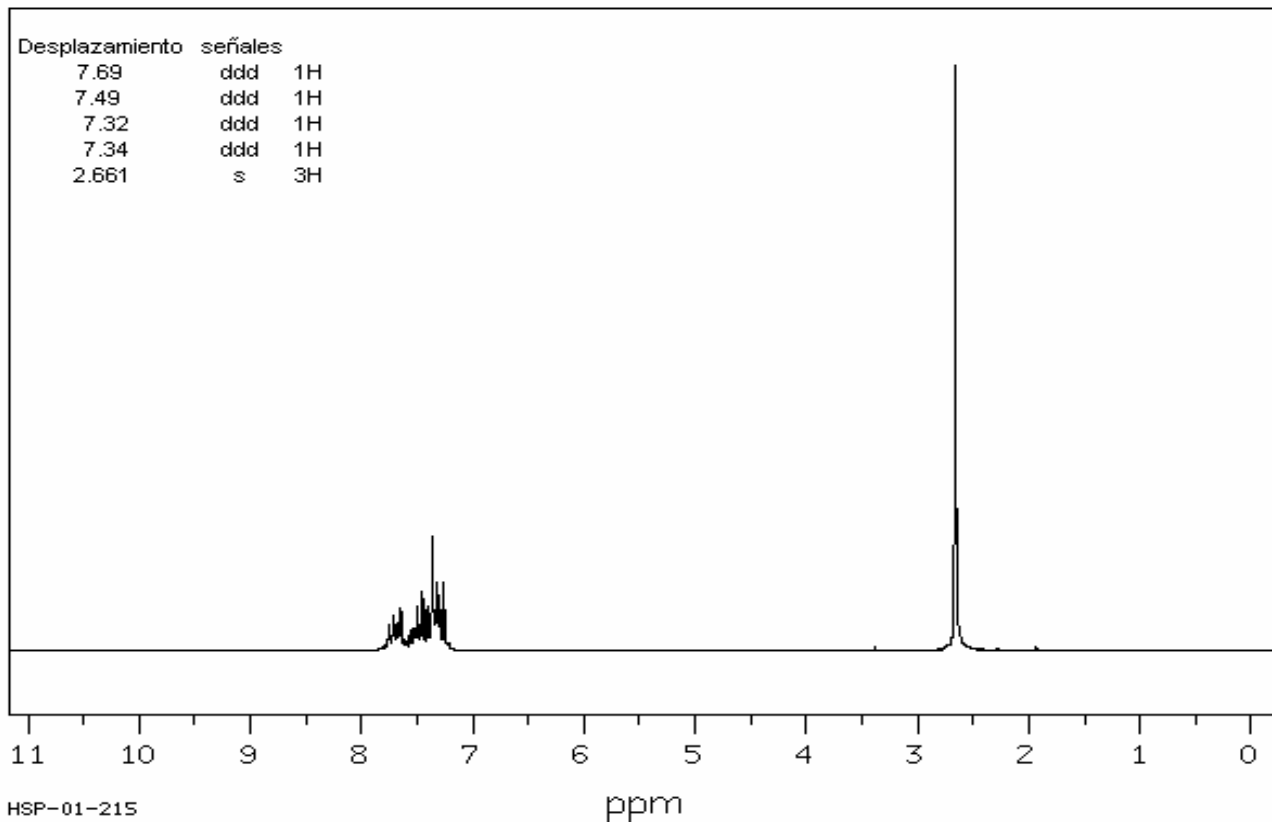
IR

HIT-NO=2149	SCORE= ()	SDBS-NO=3014	IR-NIDA-10188 : LIQUID FILM
-------------	------------	--------------	-----------------------------



3450	60	1652	60	1456	5	1190	34	883	14
3078	46	1618	7	1436	15	1168	7	861	43
3061	35	1578	6	1363	17	1146	26	832	7
3036	49	1504	68	1338	36	1106	39	762	10
2970	60	1499	58	1313	62	1042	43	745	5
2929	50	1484	50	1267	7	1002	17	624	43
1682	62	1471	20	1242	4	924	19	428	60

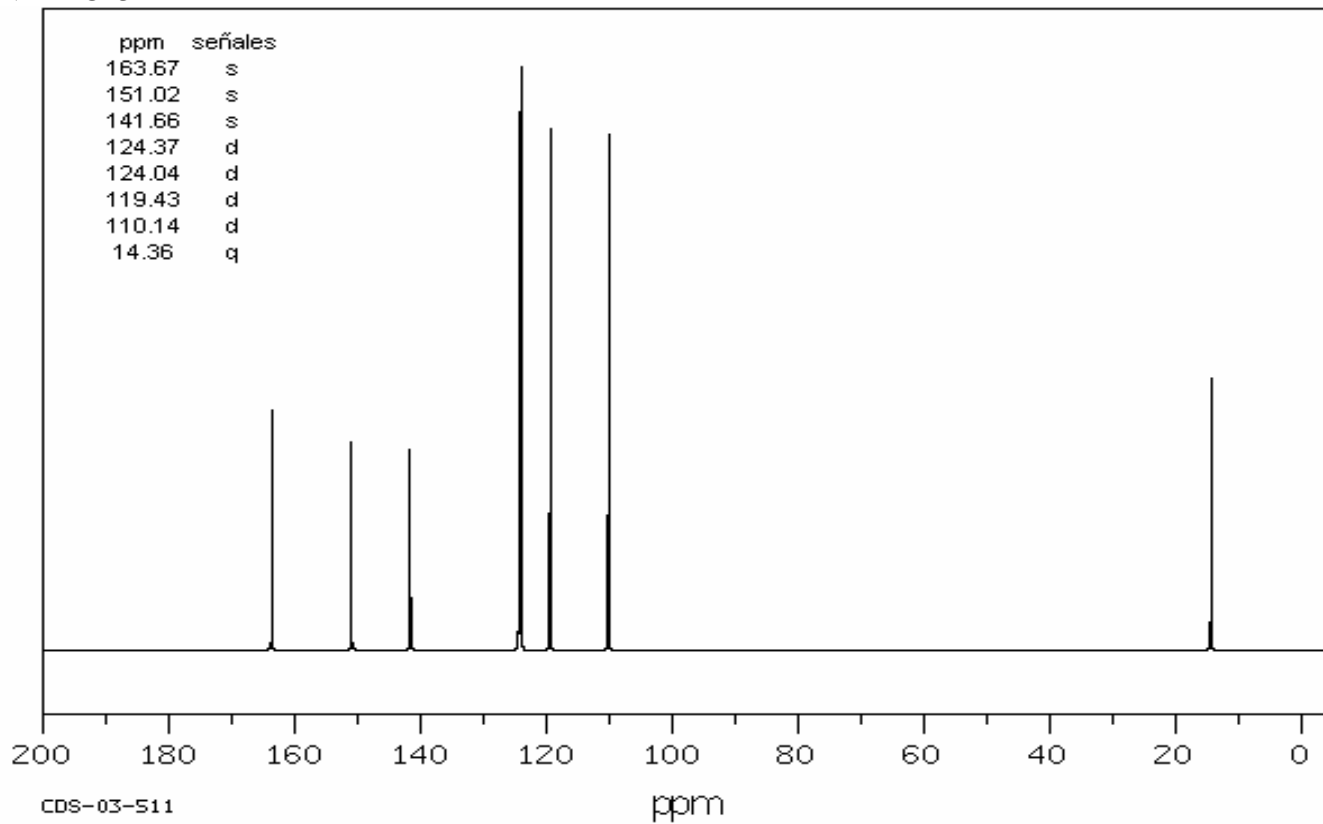
NMR-H1



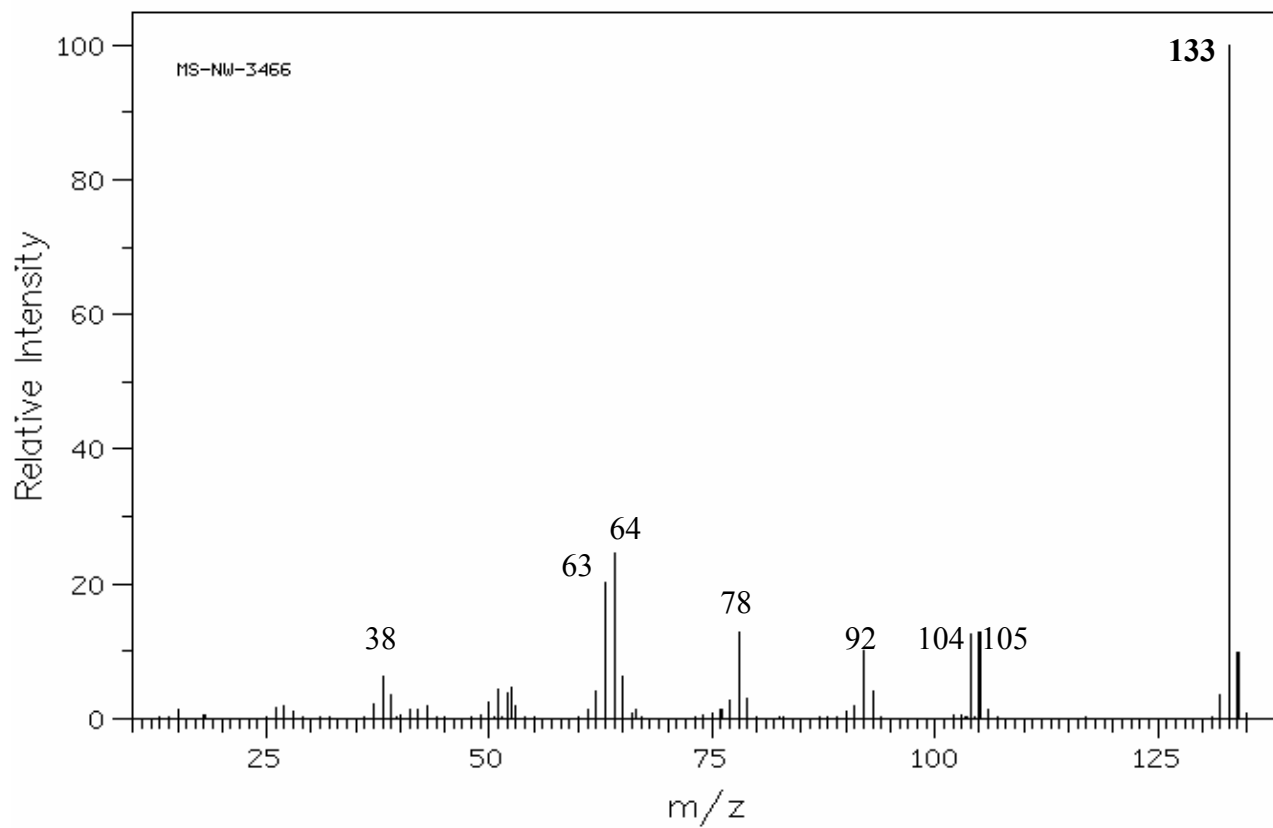
HSP-01-215

ppm

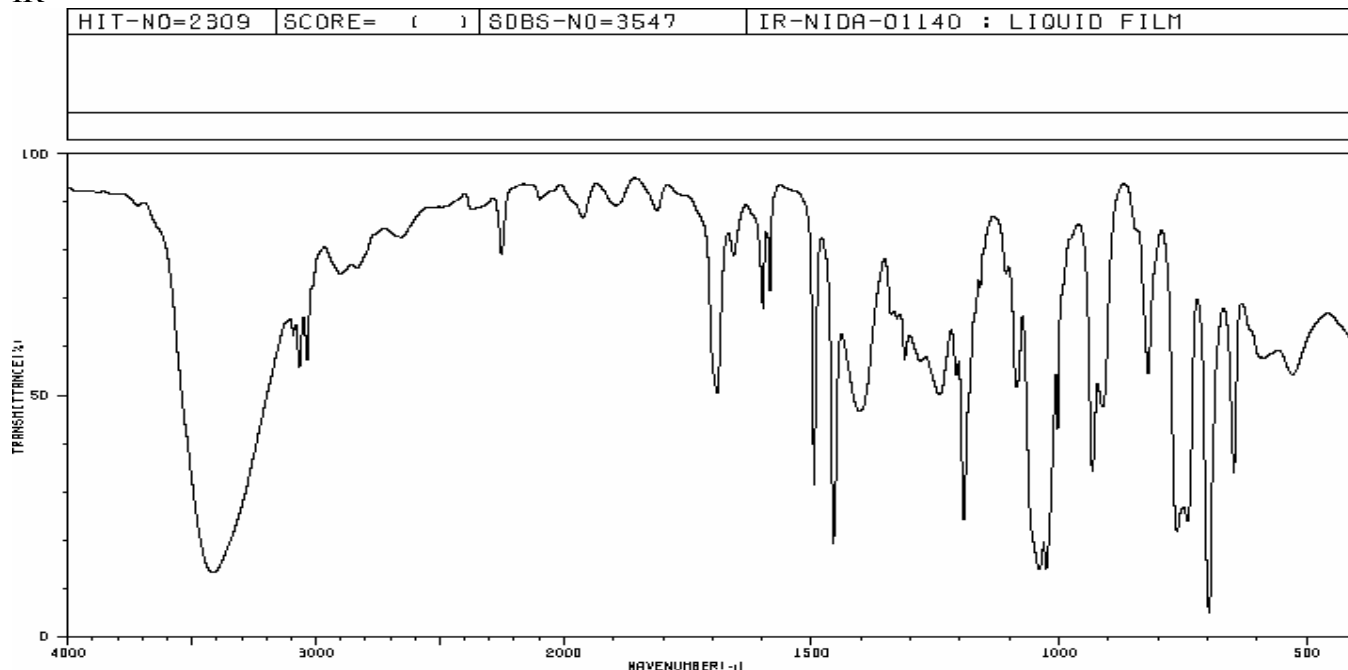
NMR-C13



EM

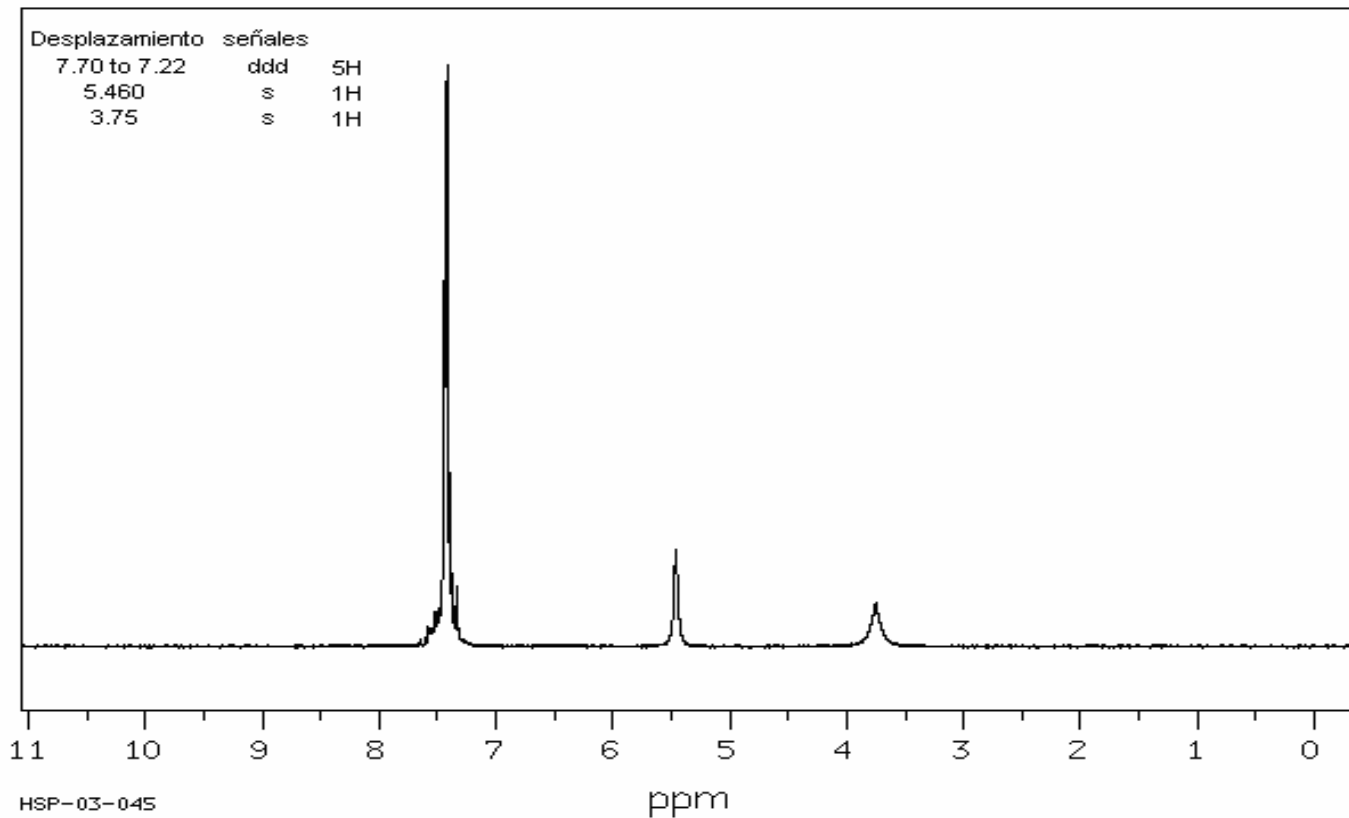


IR

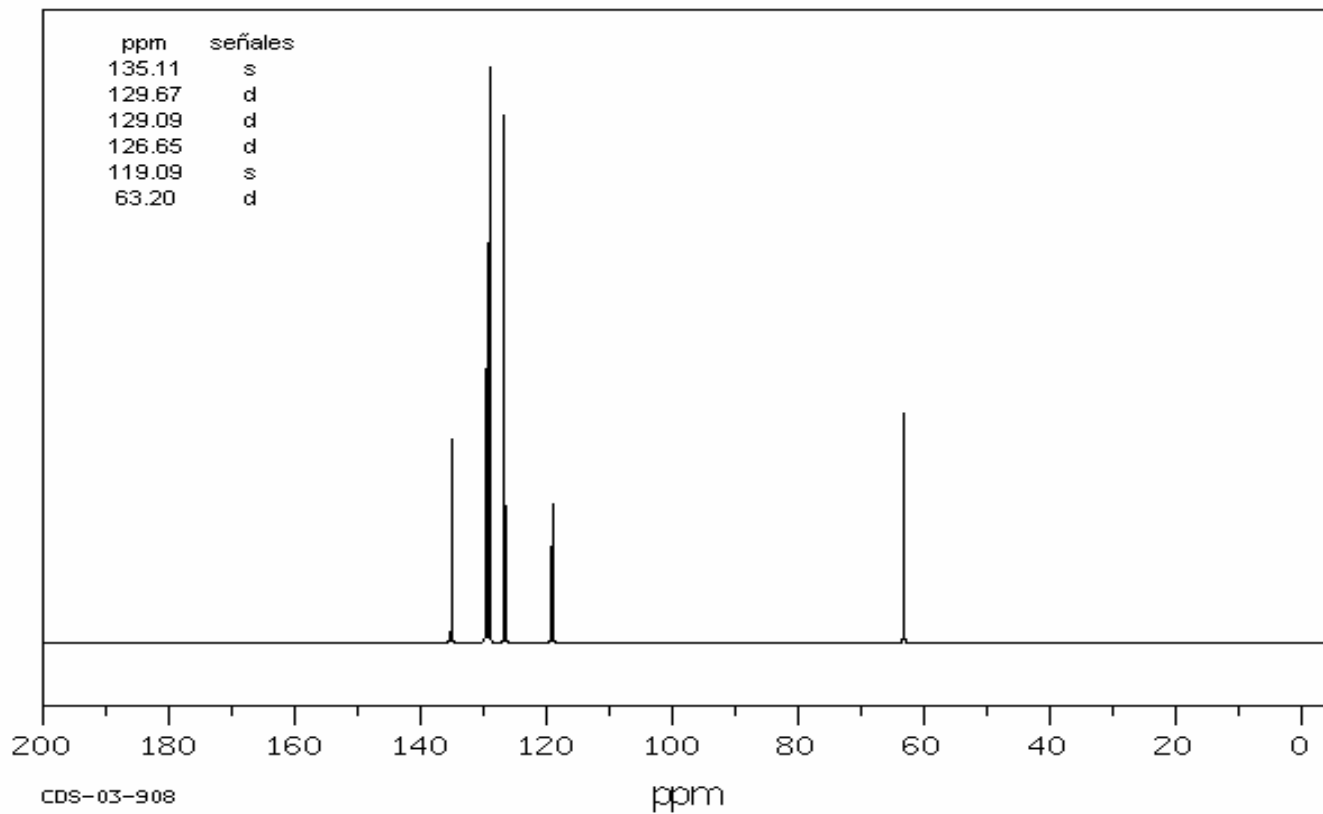


3415	12	2251	77	1402	44	1085	50	762	21
3092	60	1691	49	1312	55	1040	13	740	23
3067	53	1658	77	1242	49	1026	13	697	4
3036	56	1598	66	1208	62	1003	42	647	33
2901	72	1584	68	1193	23	933	33	595	55
2862	79	1495	30	1160	70	912	46	586	55
2852	79	1466	19	1108	72	821	52	529	52

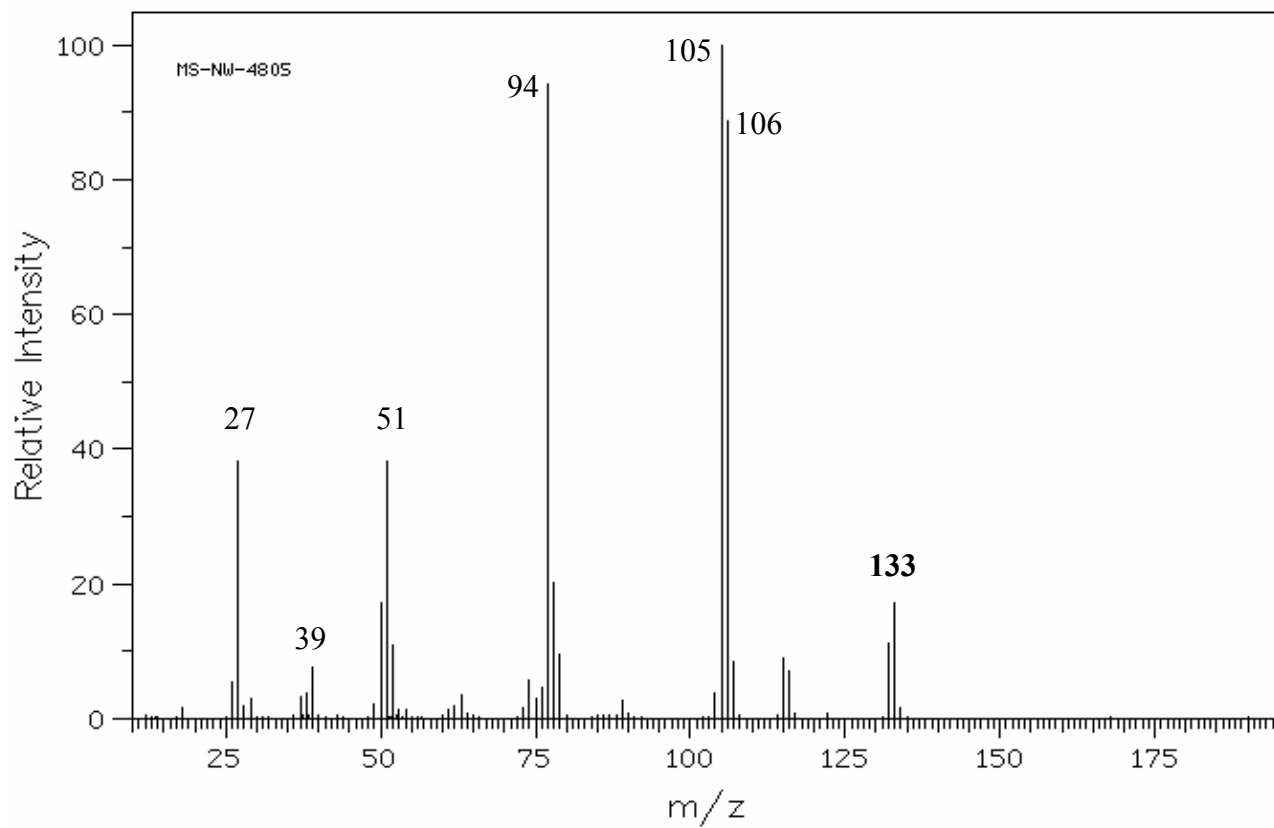
NMR-H1



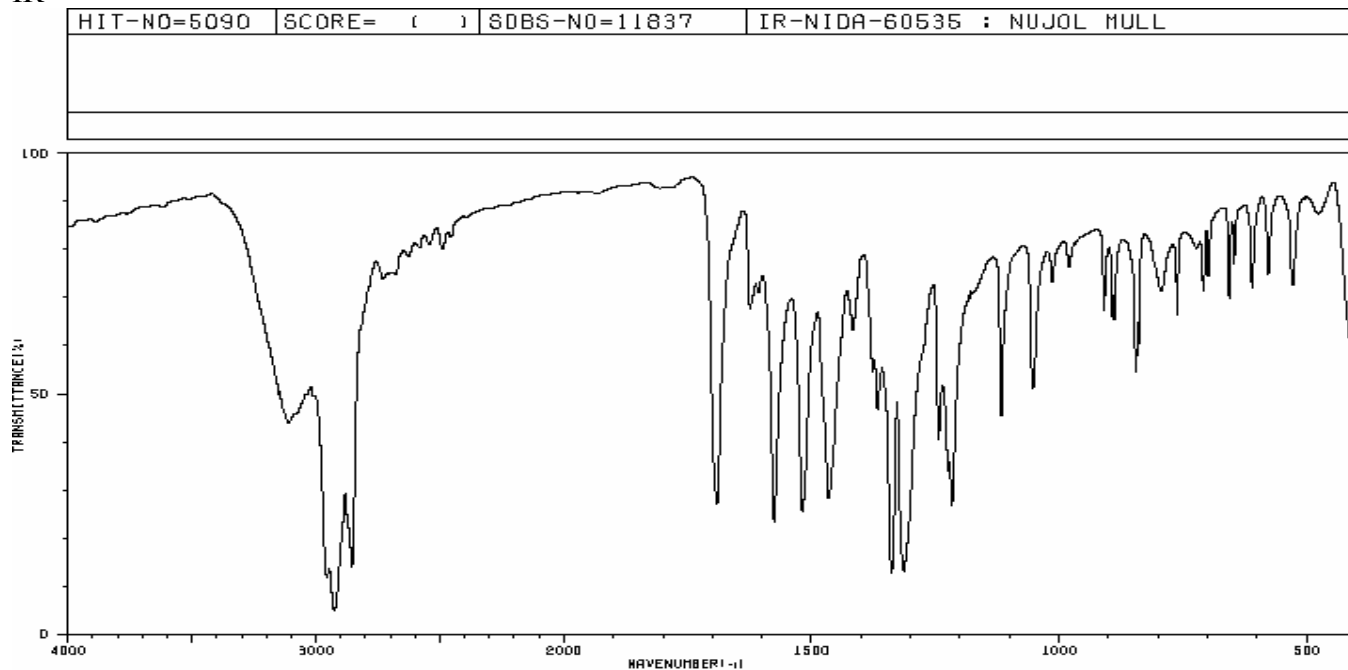
NMR-C13



EM

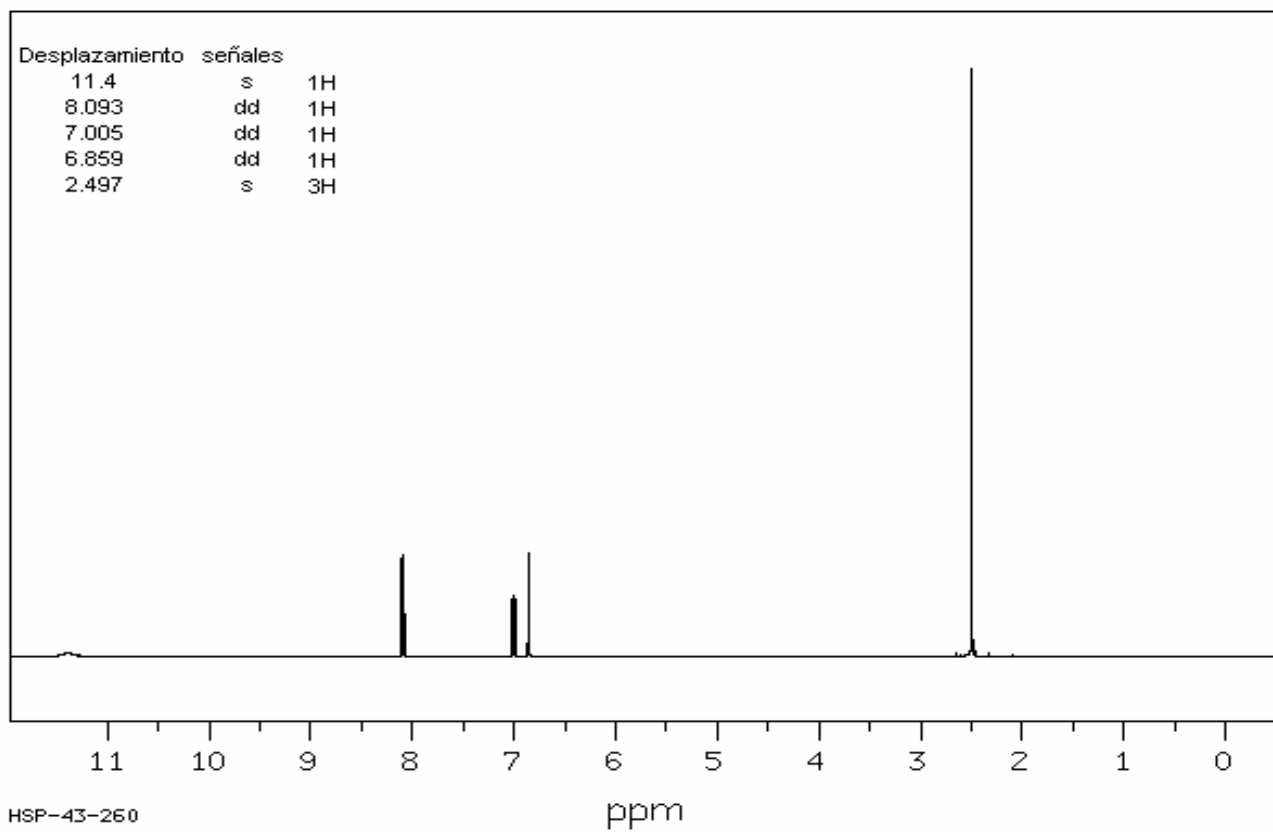


IR

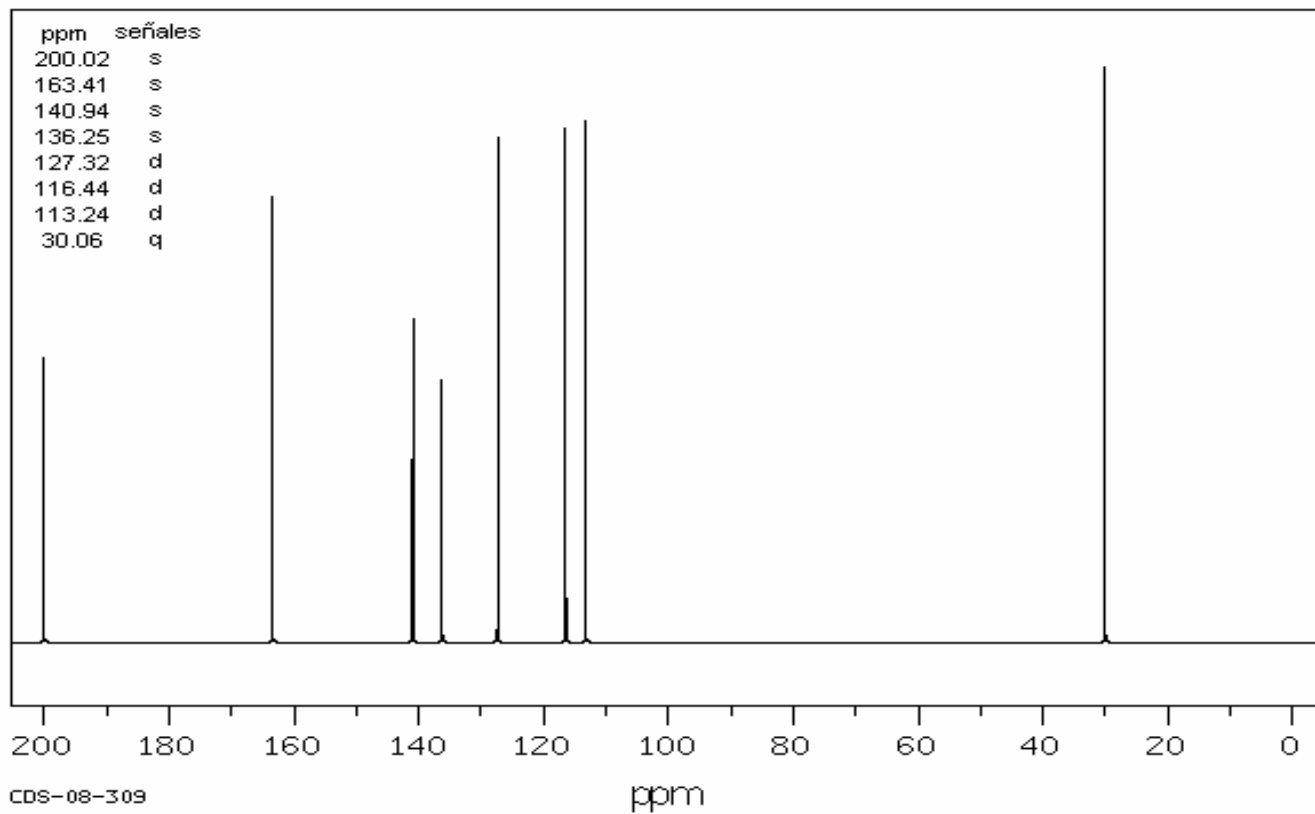


3109	42	1624	66	1377	62	1116	48	794	66
3089	44	1612	70	1367	44	1053	49	762	64
2956	11	1607	68	1359	12	1014	70	706	66
2926	4	1576	22	1314	12	910	64	699	72
2855	13	1519	24	1244	39	868	62	657	68
2729	70	1468	27	1225	33	845	52	611	70
1691	26	1416	60	1217	26	840	58	529	70

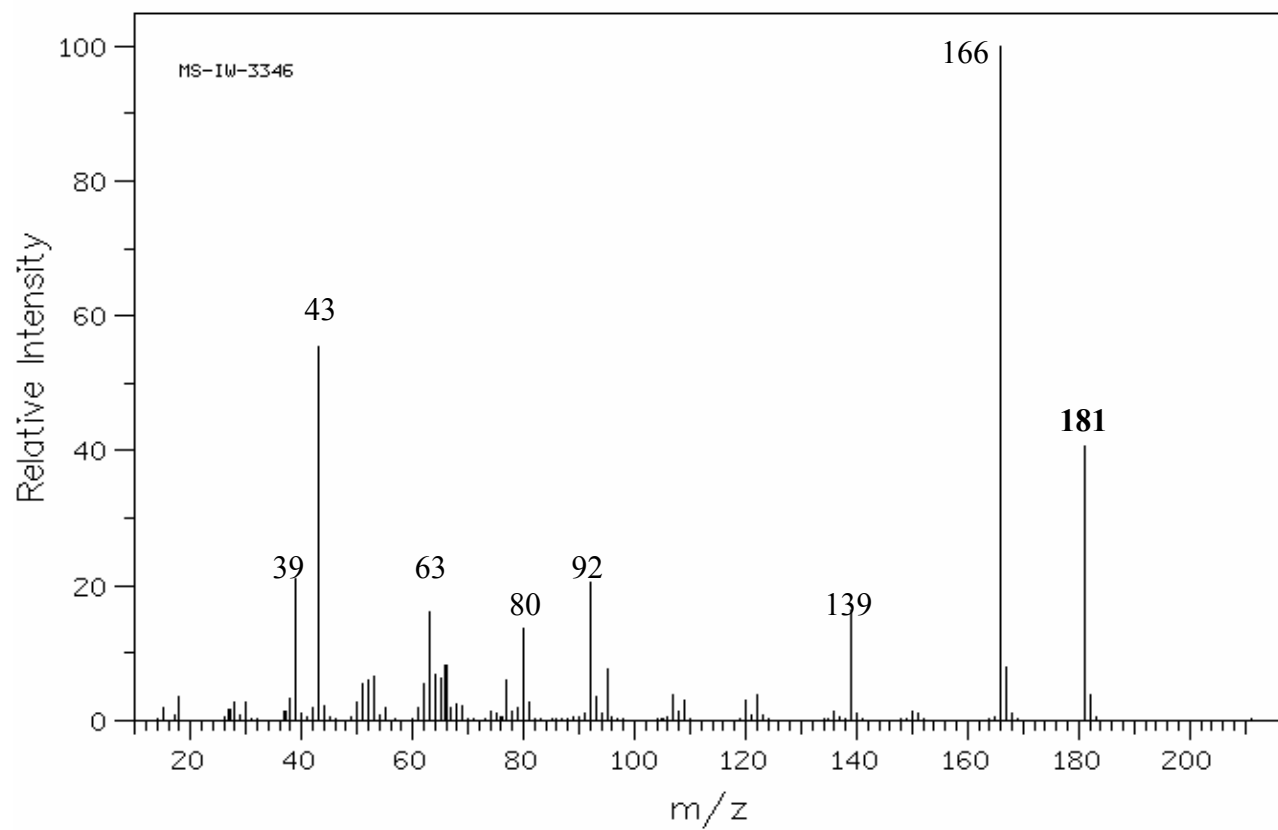
RMN-H1



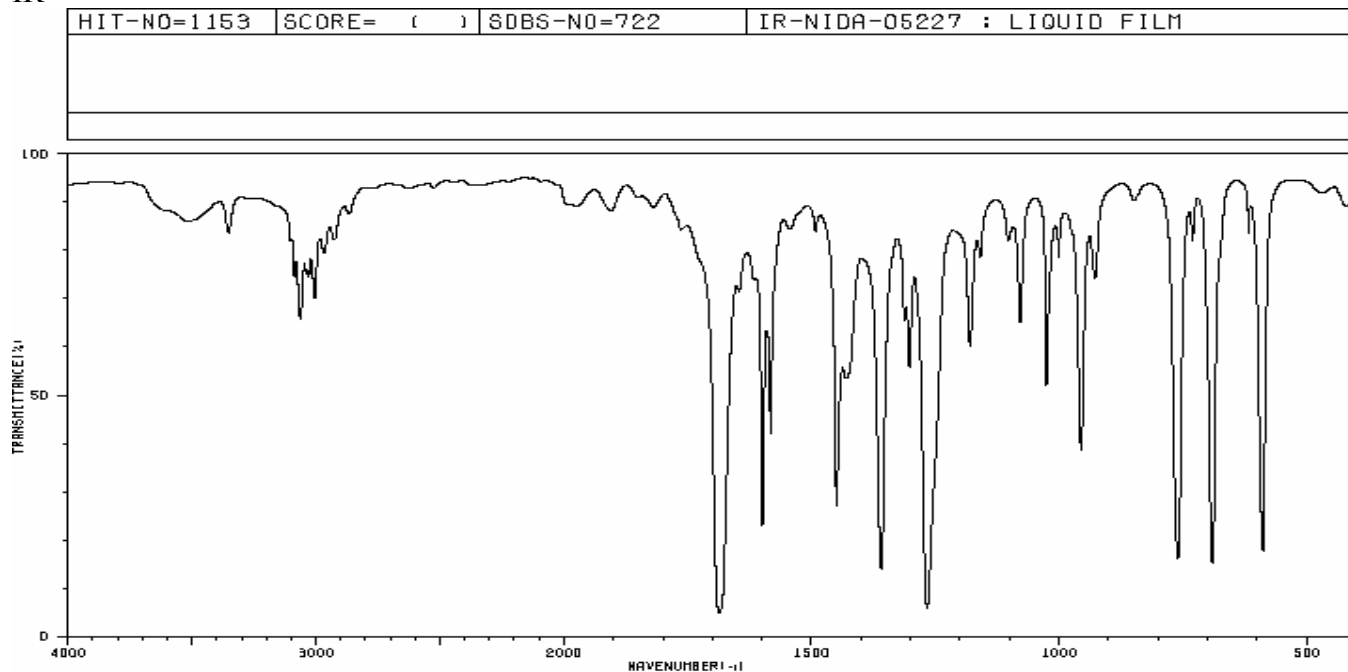
RMN-C13



EM

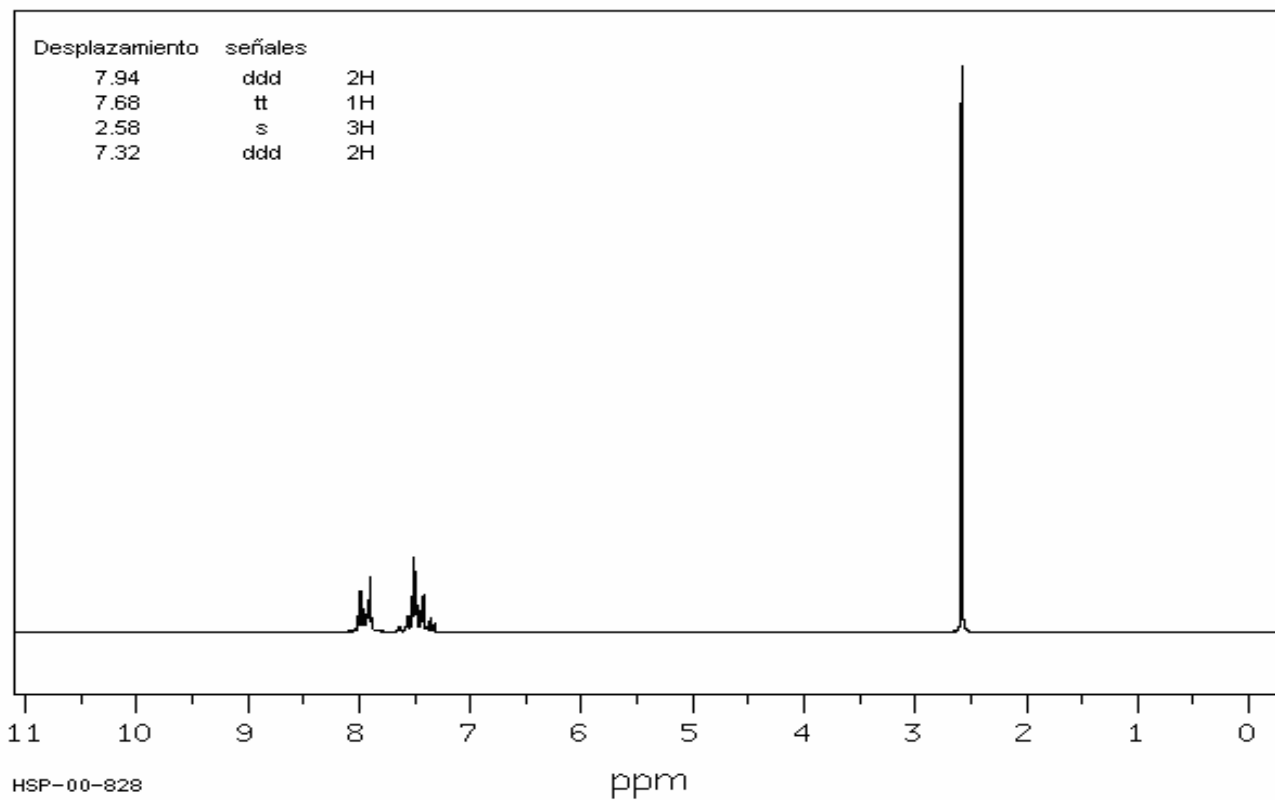


IR

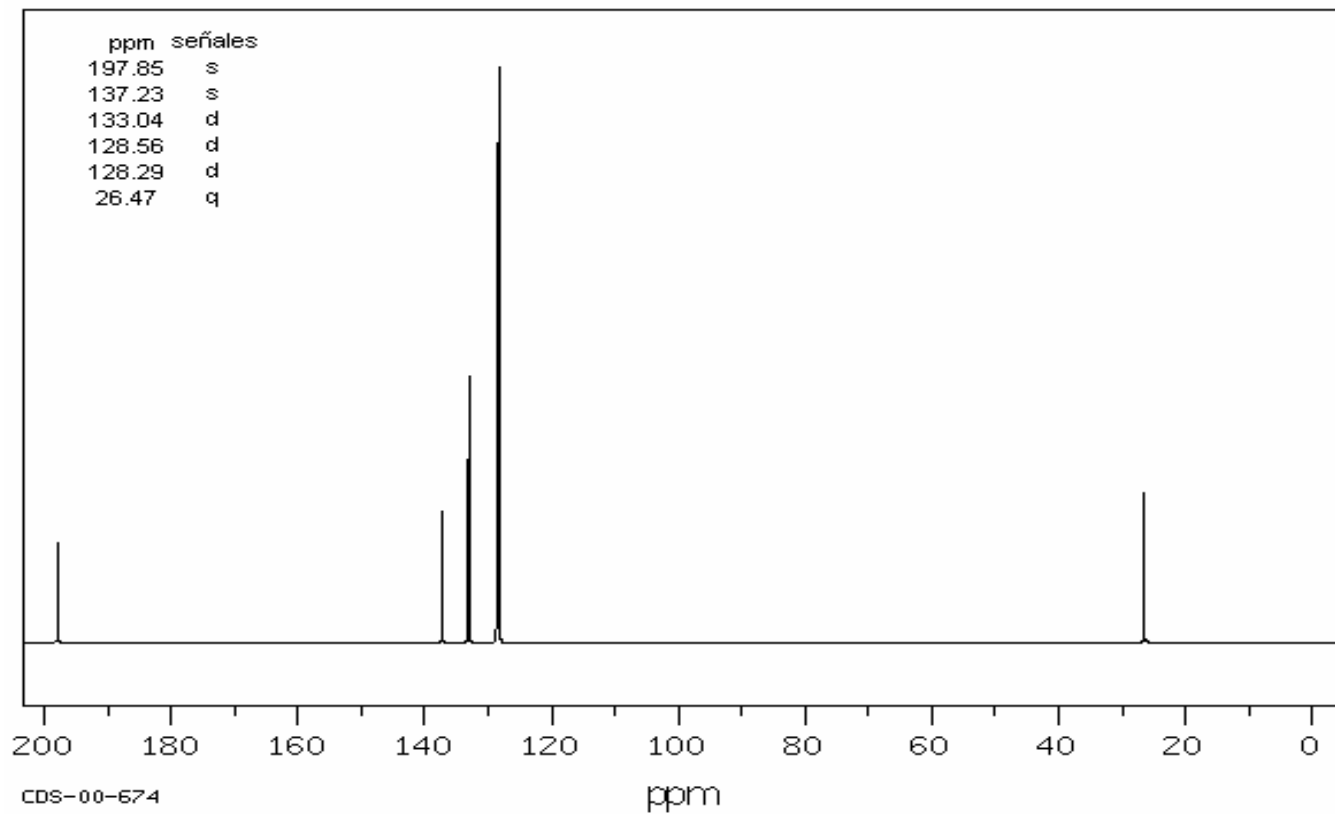


3504	84	2957	77	1645	81	1267	5	956	37
3352	81	2925	79	1492	81	1181	58	928	72
3087	72	2867	84	1450	26	1160	74	761	15
3063	64	1686	4	1430	62	1103	79	731	79
3040	72	1646	68	1360	13	1079	62	691	14
3029	72	1599	21	1313	82	1025	50	618	61
3005	68	1583	41	1303	63	1001	74	588	17

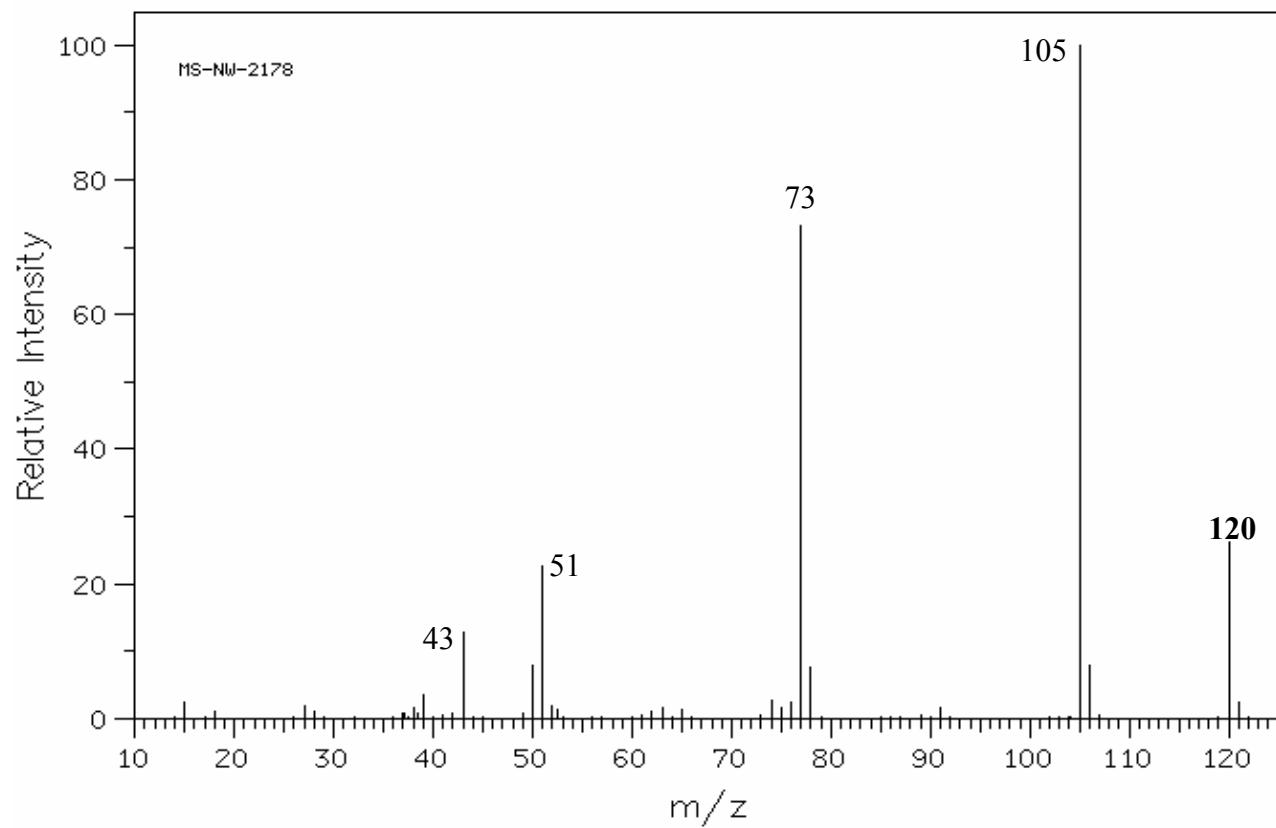
NMR-H1



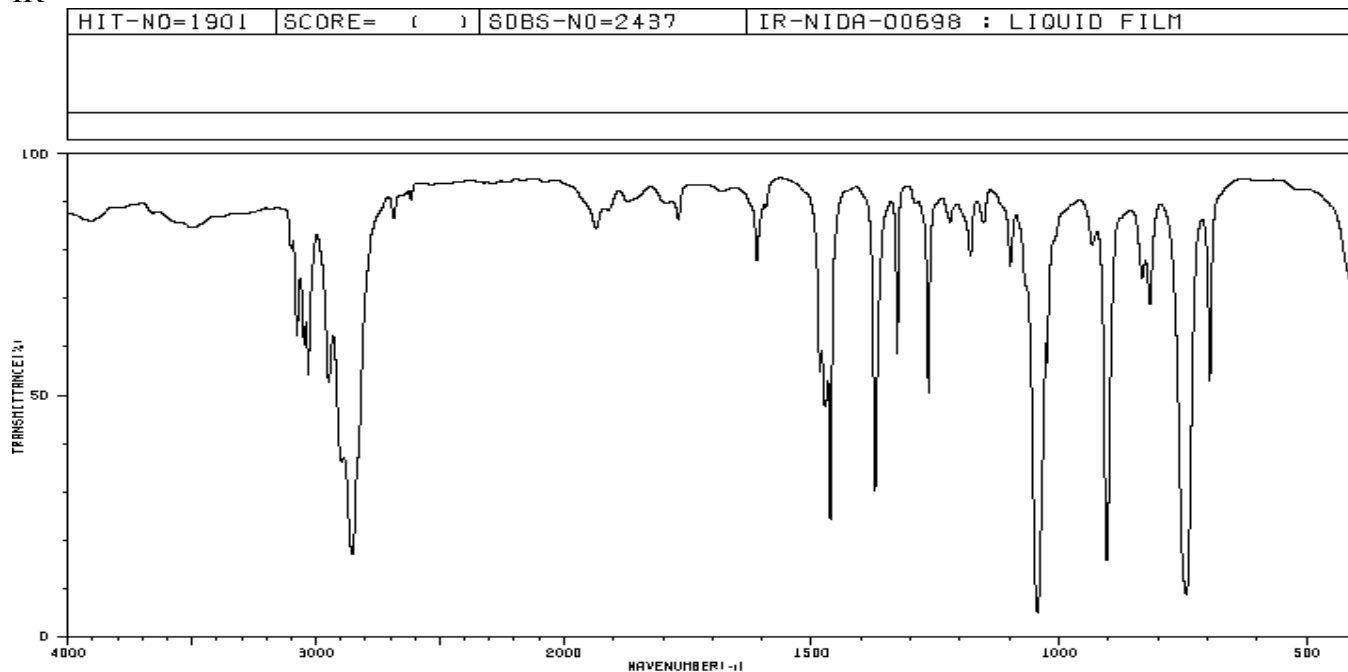
NMR-C13



EM

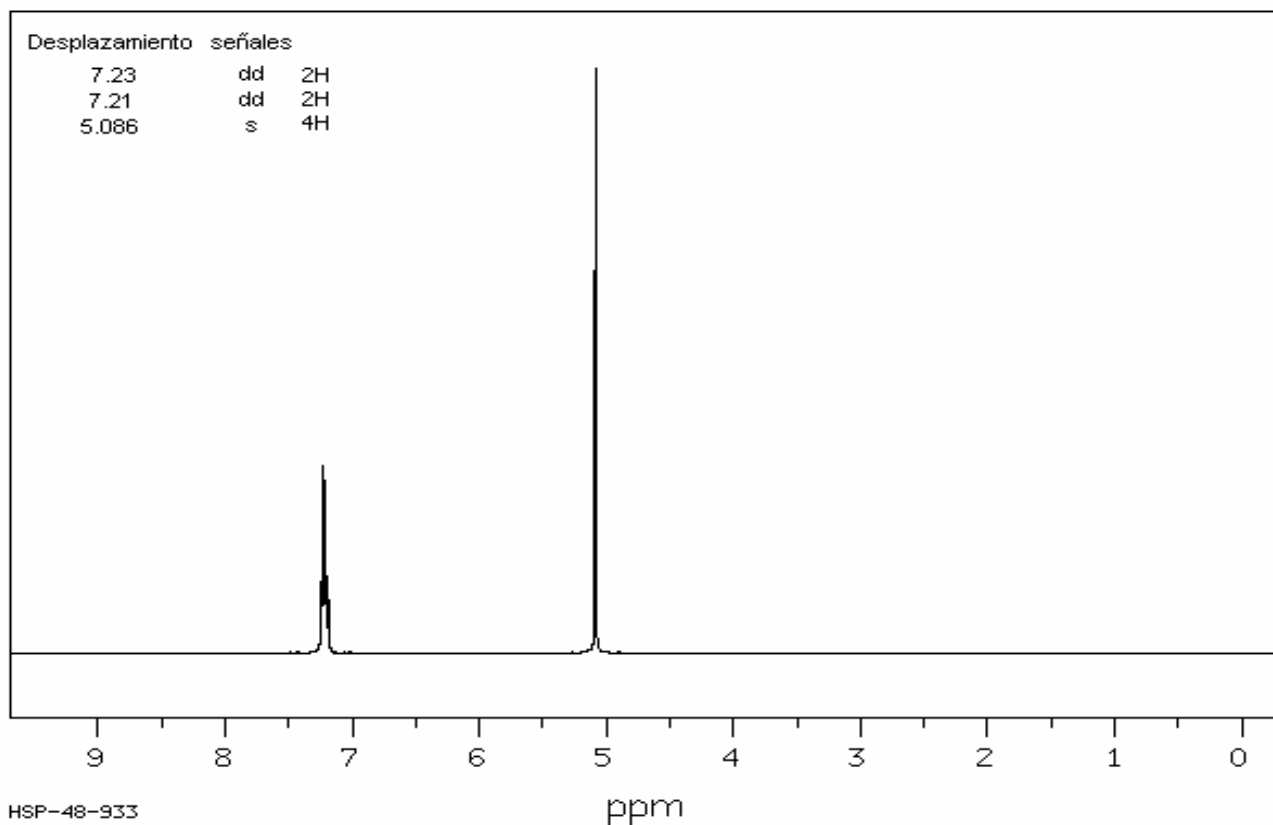


IR



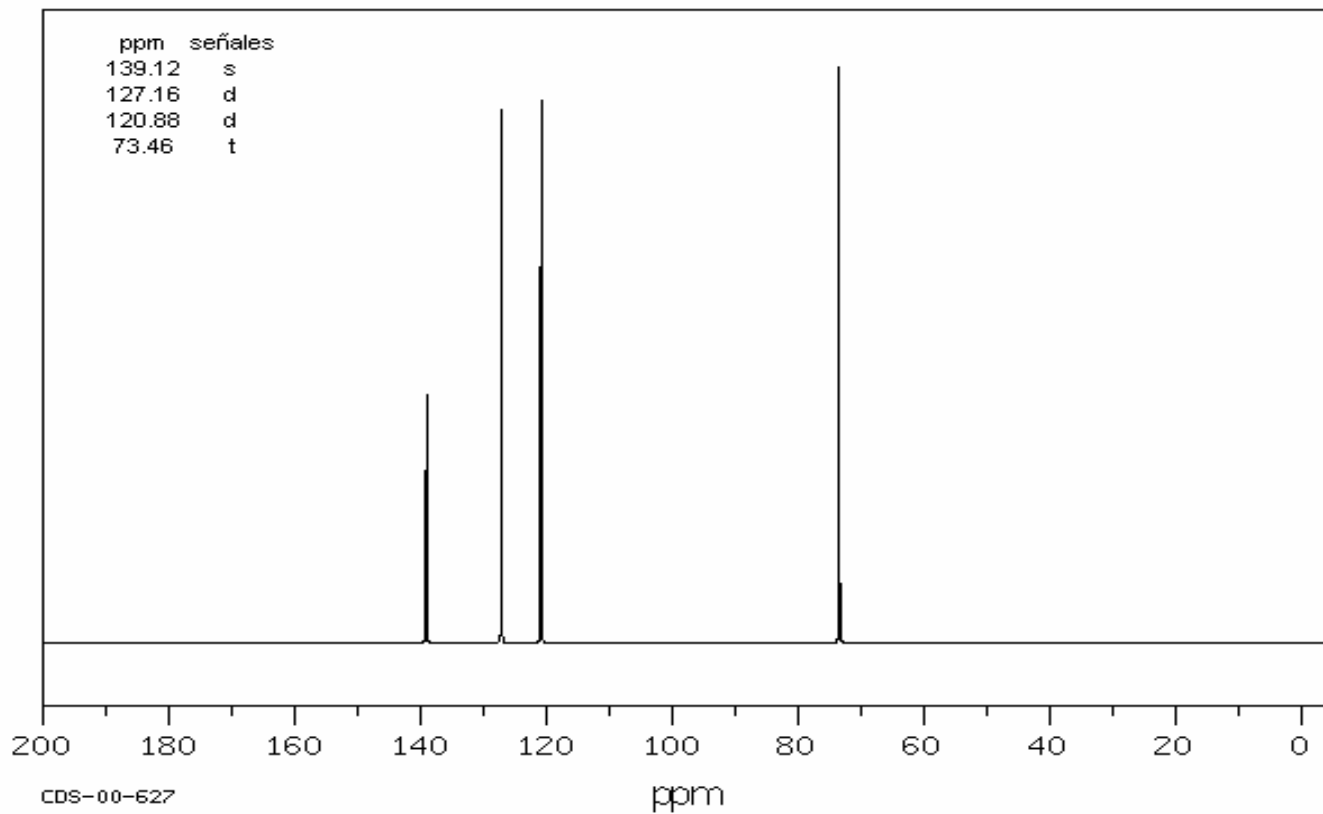
3907	84	2853	16	1483	63	1179	77	633	72		
3497	81	2686	84	1472	46	1153	81	817	66		
3101	77	1935	81	1462	23	1098	74	744	8		
3076	60	1788	86	1372	28	1044	4	696	50		
3047	58	1782	86	1327	57	1024	55				
3031	52	1769	84	1264	49	933	78				
2948	60	1611	74	1220	81	904	16				

NMR-H1

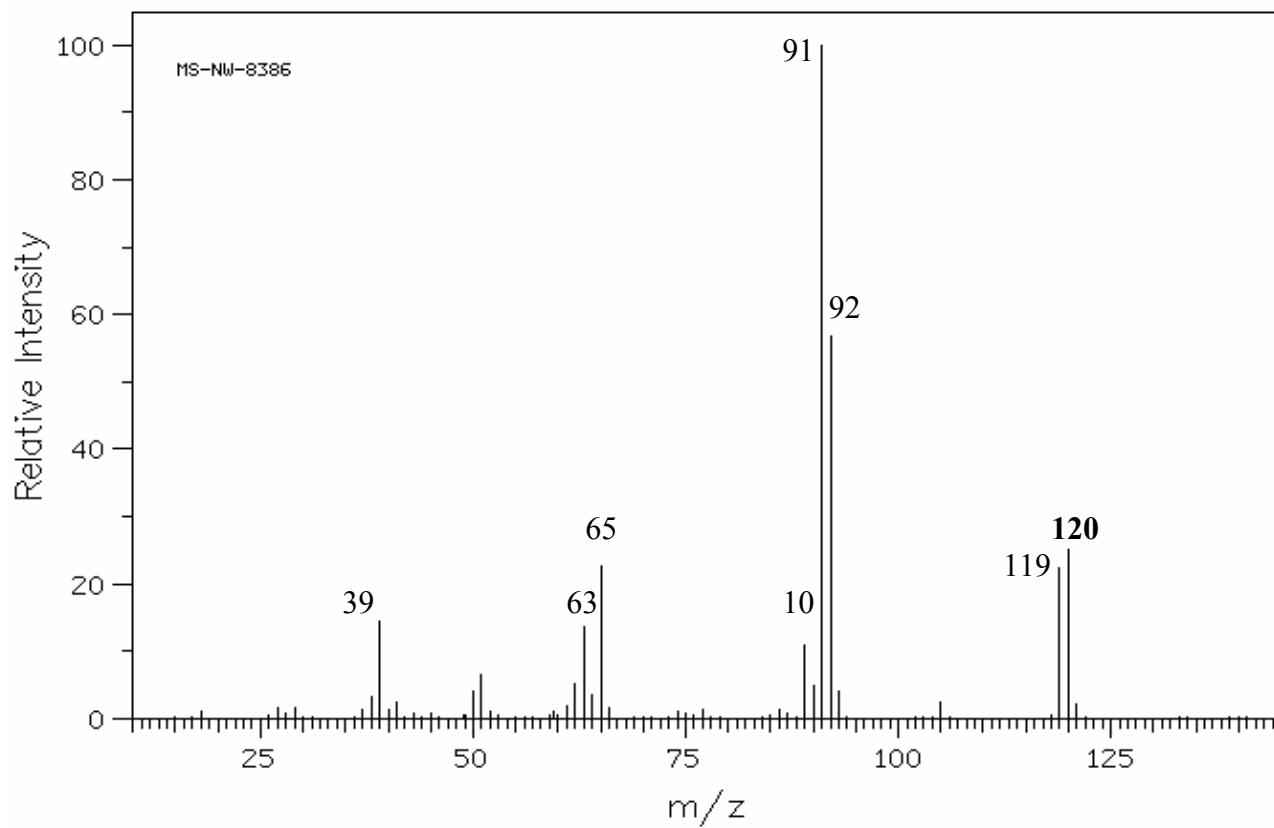


HSP-48-933

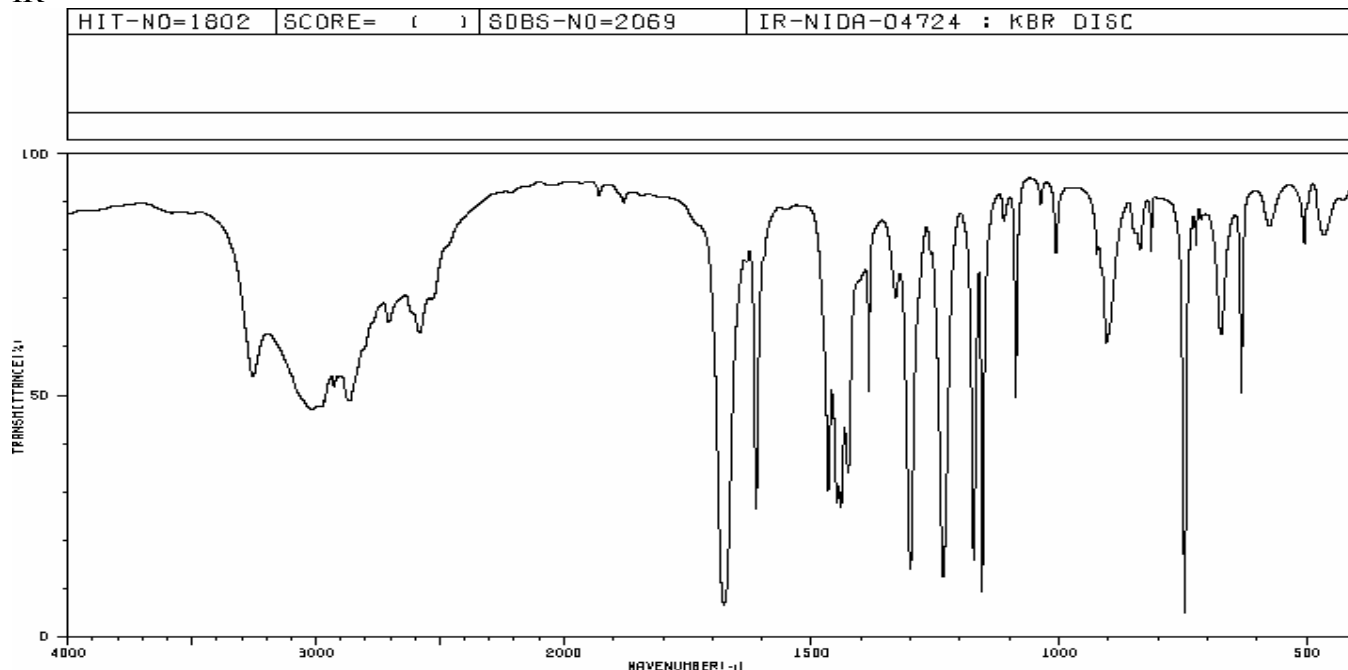
NMR-C13



EM



IR

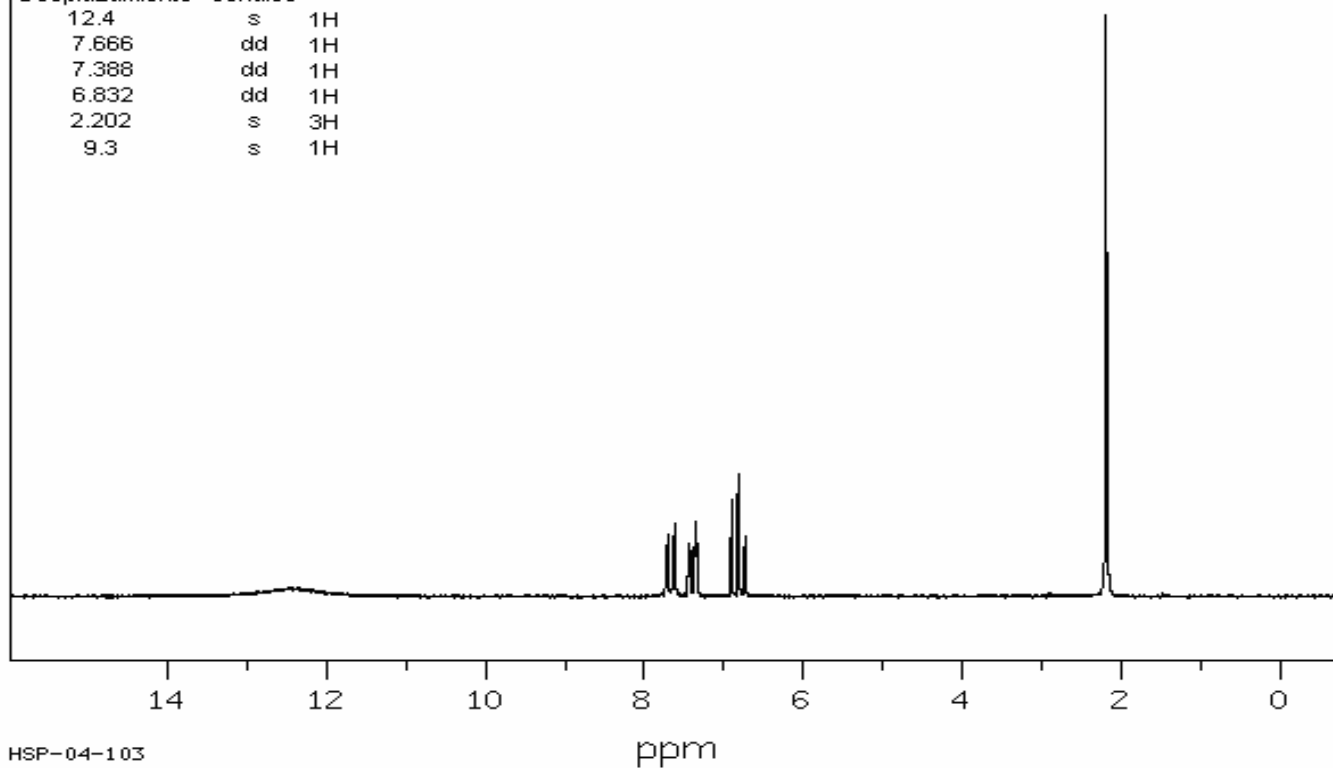


3253	62	1677	6	1330	68	1005	77	724	79
3013	46	1612	25	1301	13	924	77	674	60
2926	50	1467	29	1254	12	905	58	632	49
2866	47	1448	26	1173	15	847	79	676	81
2706	62	1441	26	1156	8	836	77	565	84
2562	60	1428	39	1111	81	814	77	505	79
1878	86	1384	49	1087	47	746	4	465	79

NMR-H1

Desplazamiento señales

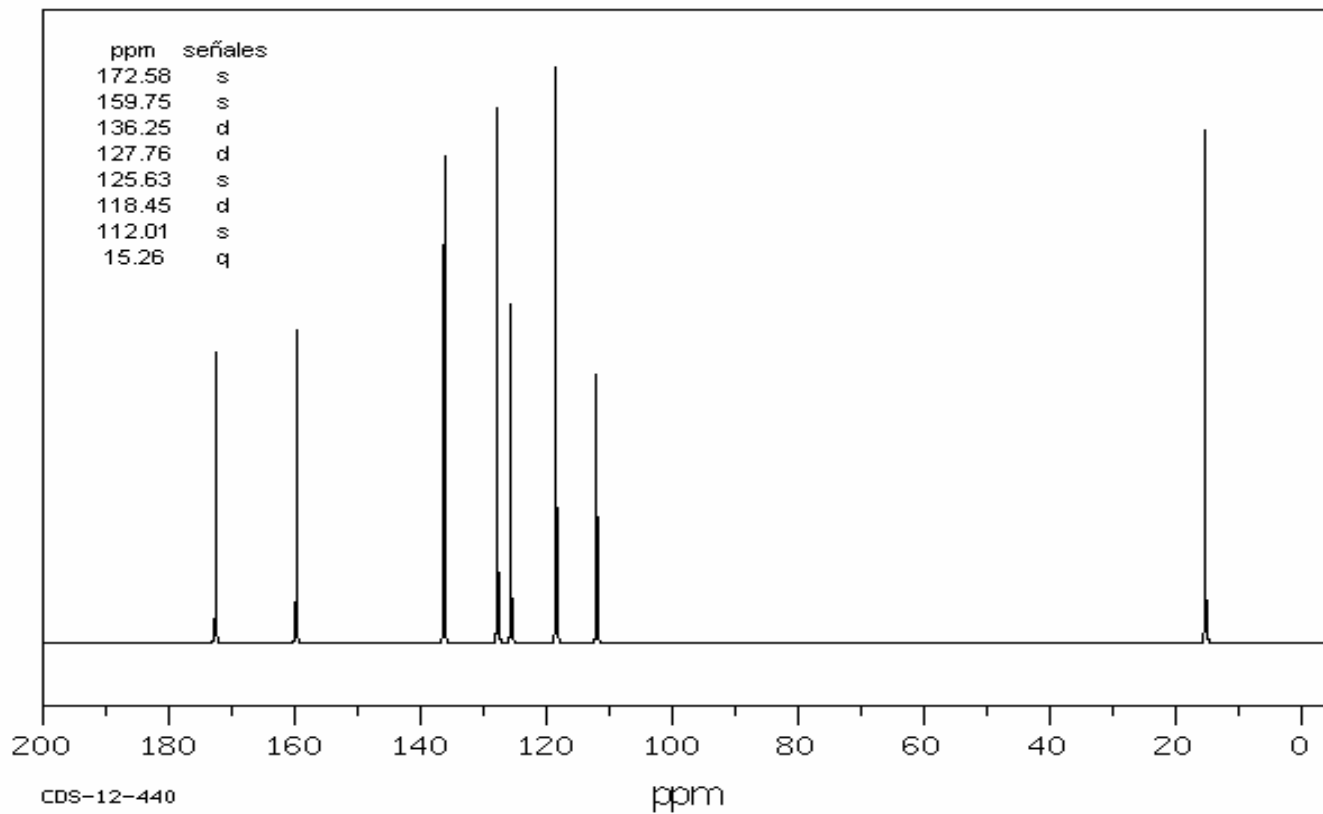
12.4	s	1H
7.666	dd	1H
7.388	dd	1H
6.832	dd	1H
2.202	s	3H
9.3	s	1H



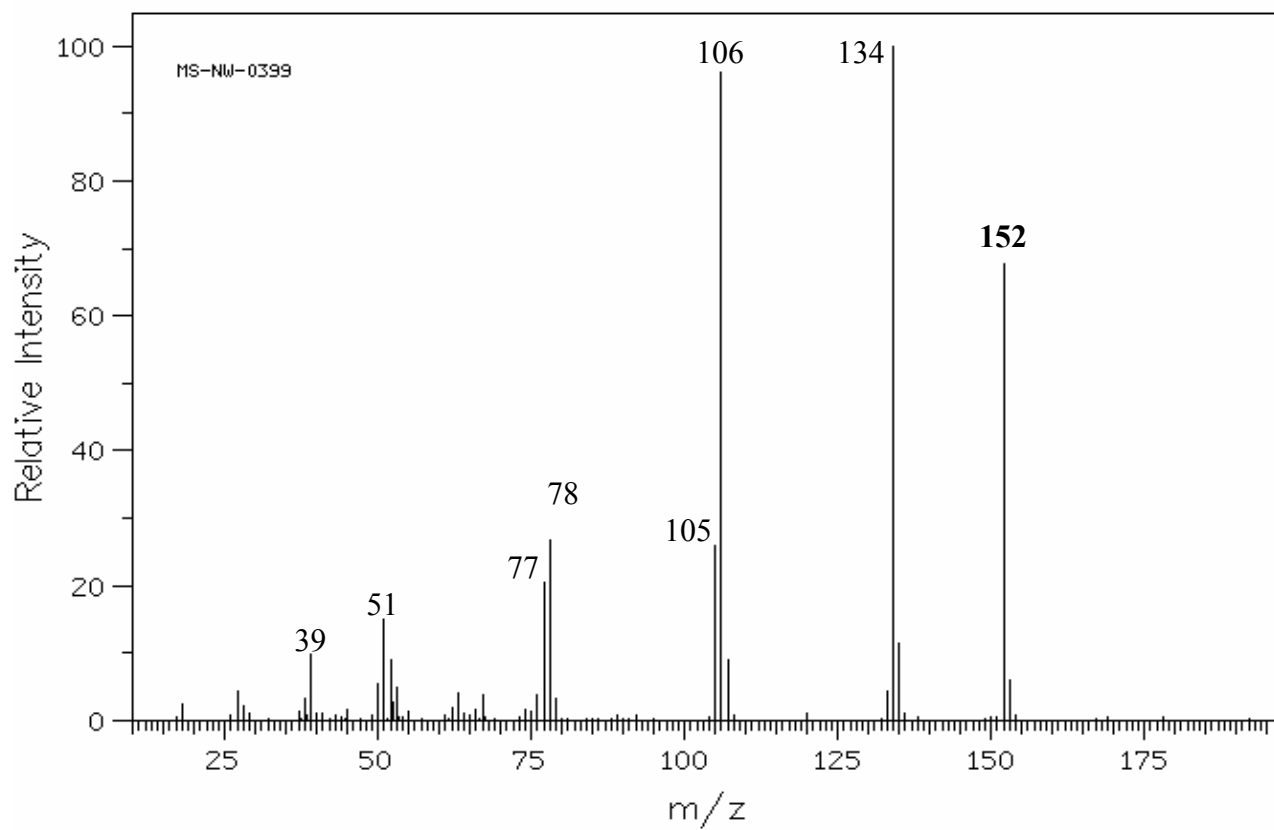
HSP-04-103

ppm

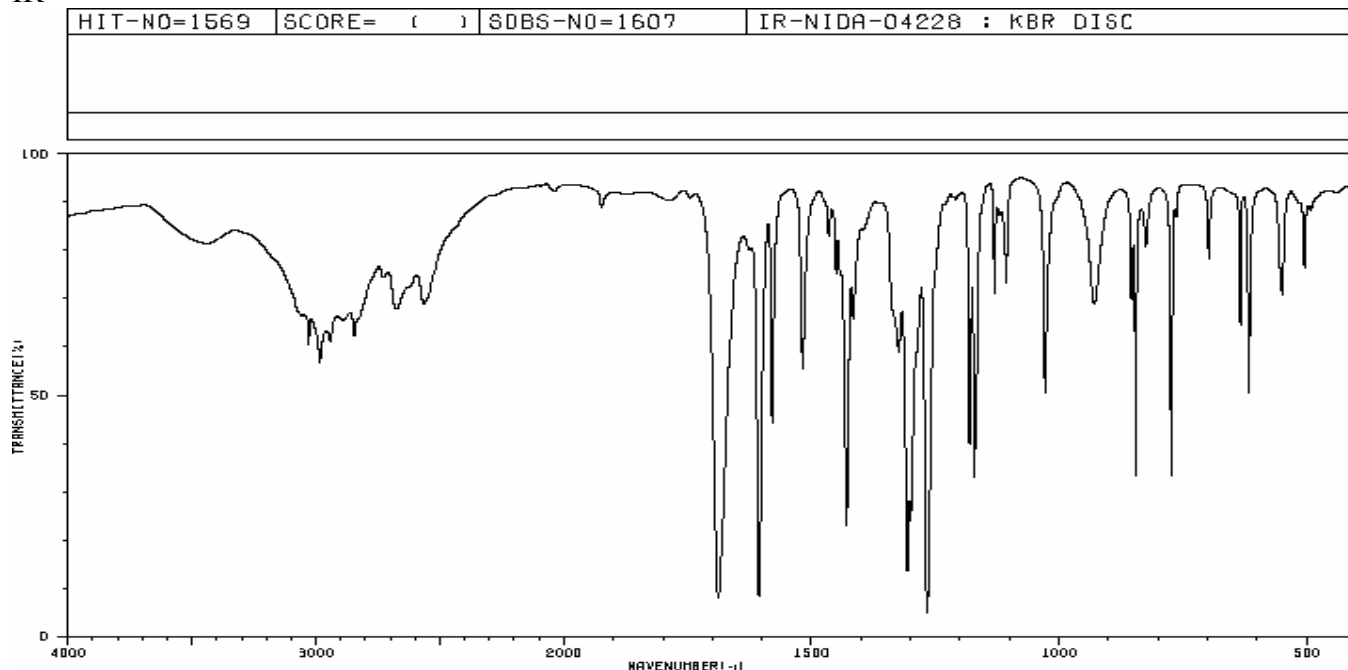
NMR-C13



EM

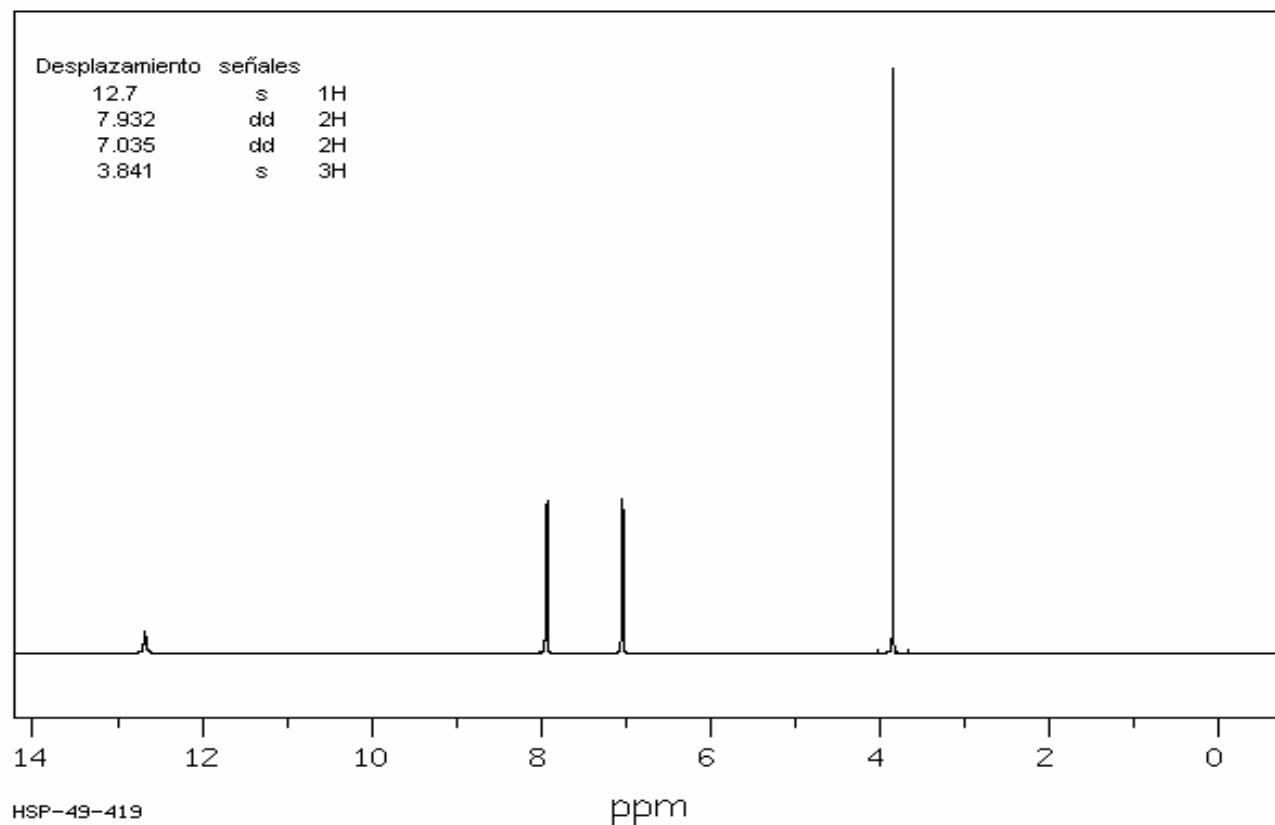


IR

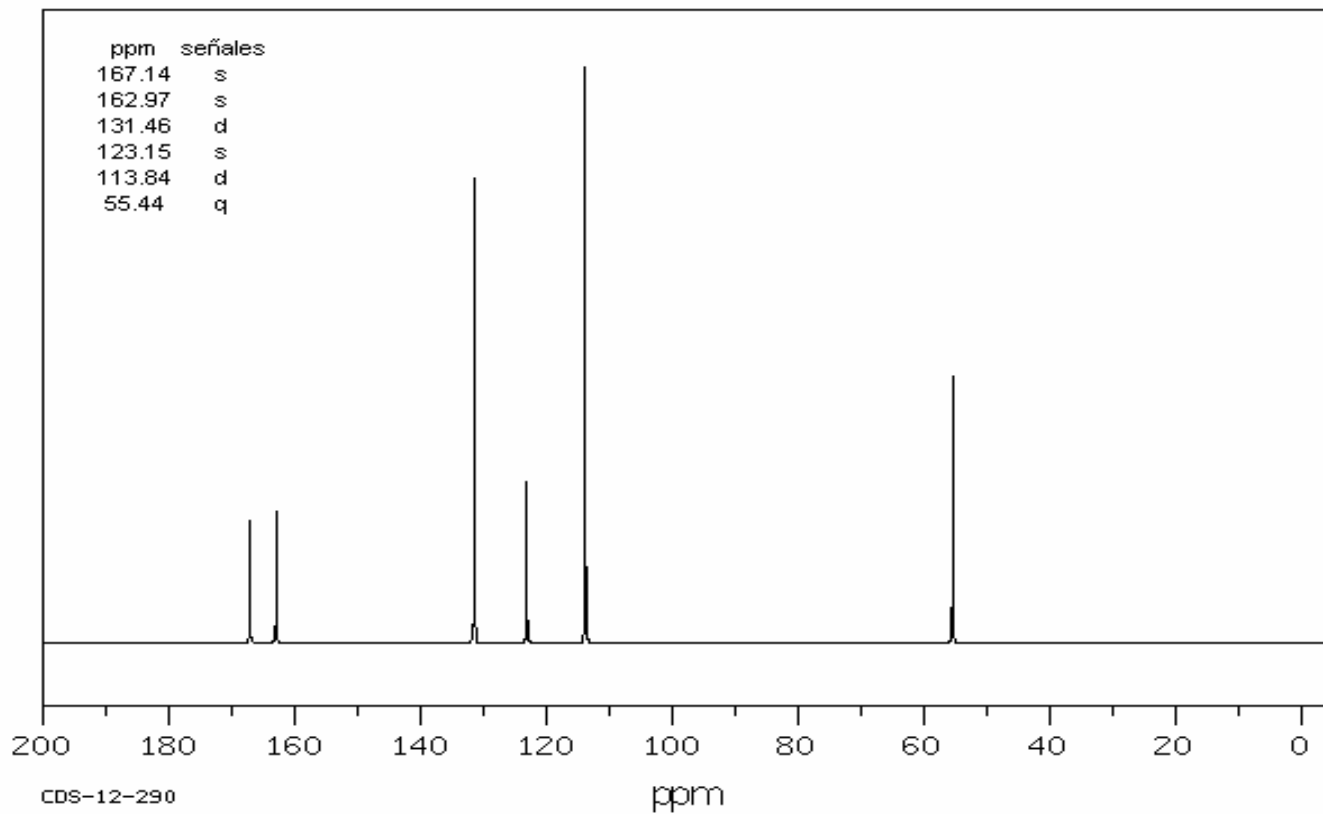


3029	68	2664	66	1429	22	1172	32	825	77
2984	55	1688	7	1416	64	1131	68	774	32
2356	80	1608	8	1324	57	1107	70	698	74
2941	68	1580	42	1307	13	1028	49	634	62
2845	60	1518	53	1301	23	929	66	617	49
2729	72	1468	79	1267	4	854	68	550	66
2675	66	1451	72	1181	38	846	32	505	74

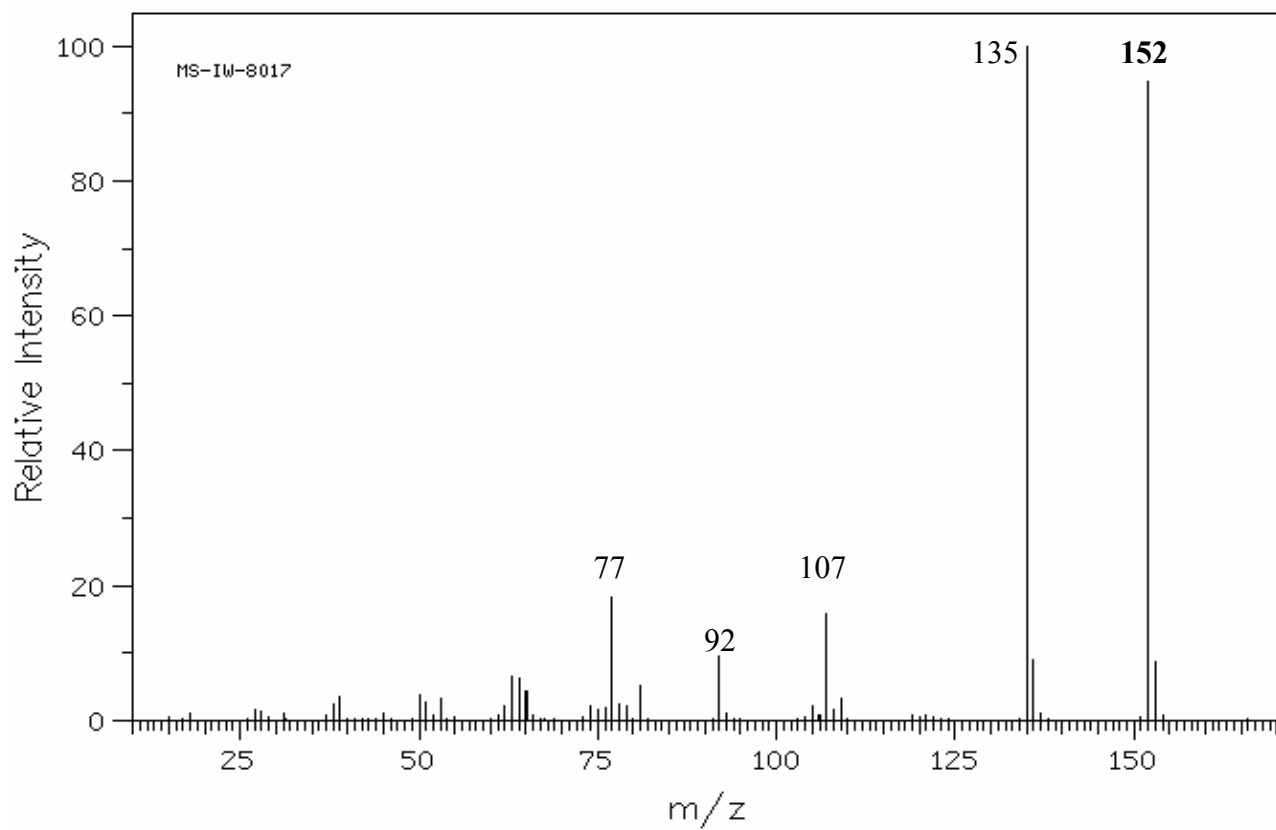
NMR-H1



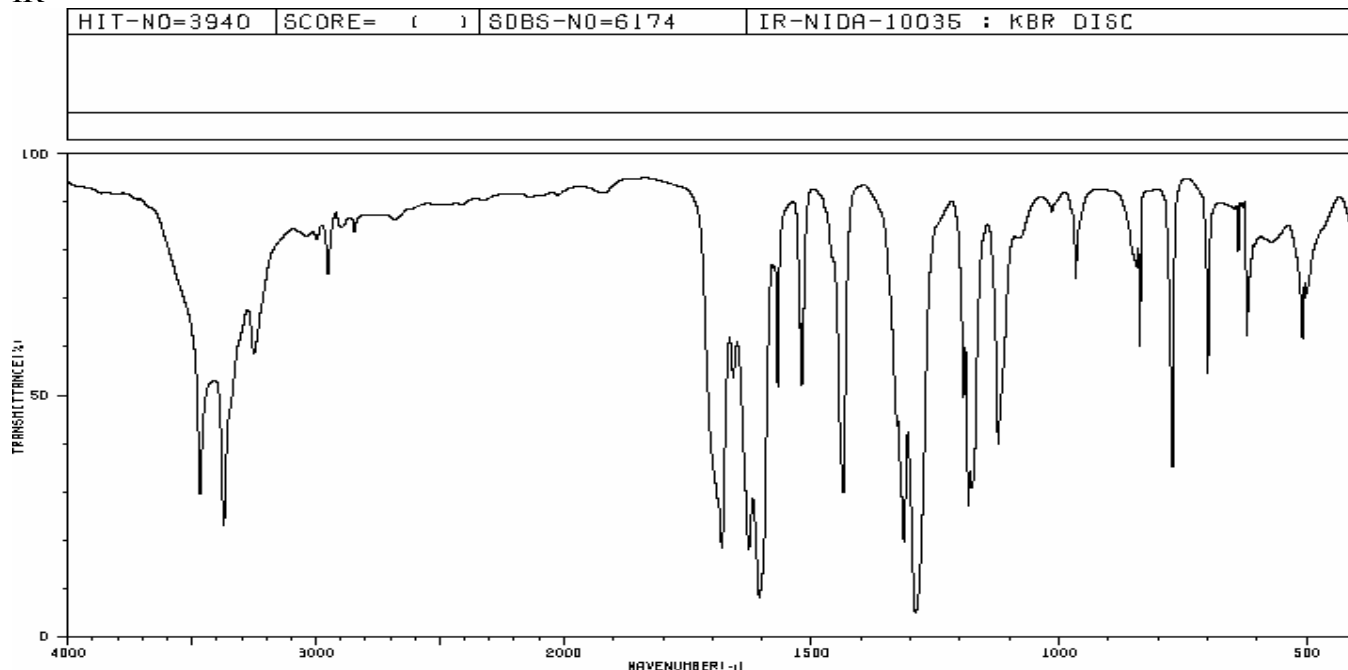
NMR-C13



EM

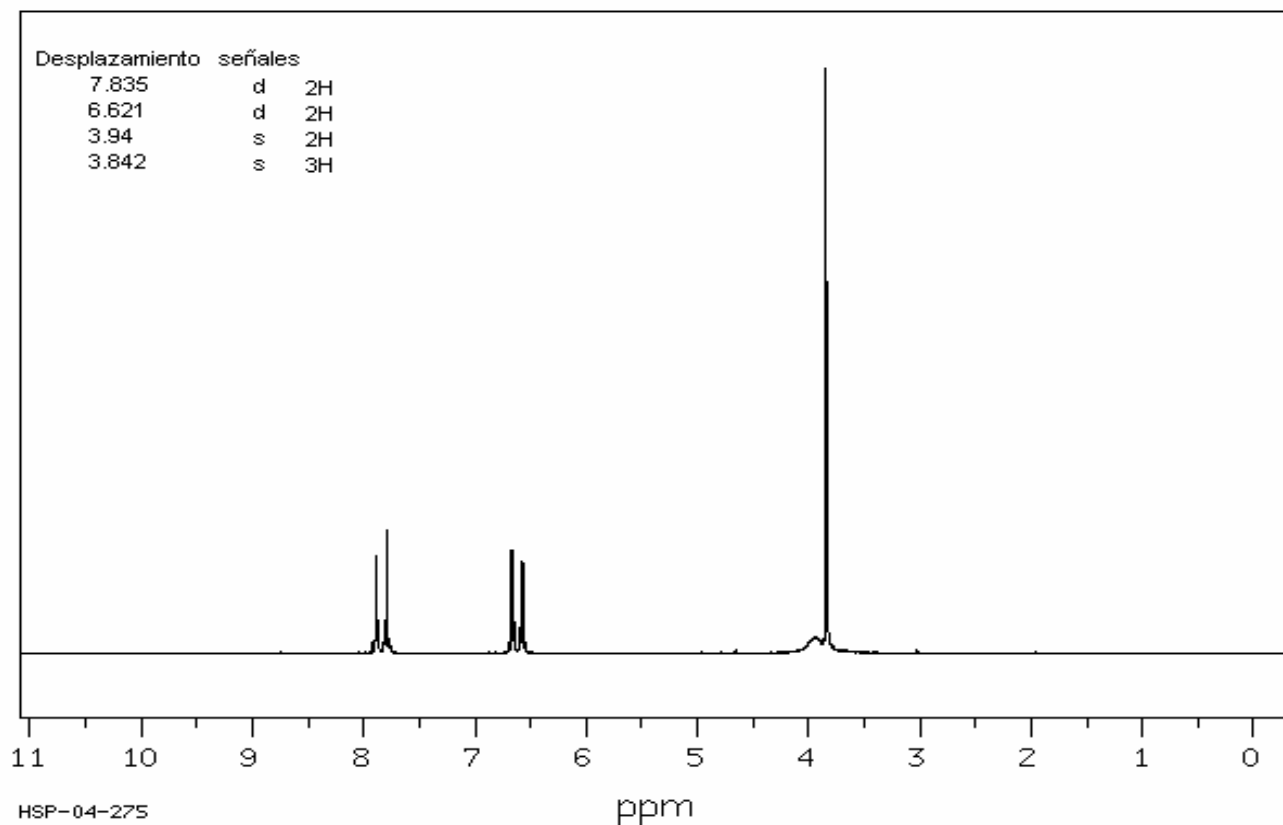


IR



3468	28	2847	81	1625	62	1176	29	700	52
3371	21	2682	84	1519	50	1123	38	639	77
3251	57	1681	17	1455	26	966	70	621	50
3036	79	1668	52	1314	18	862	77	613	72
2995	79	1627	17	1290	4	842	74	608	77
2951	72	1605	7	1193	47	837	58	572	79
2895	81	1568	48	1184	26	771	34	508	58

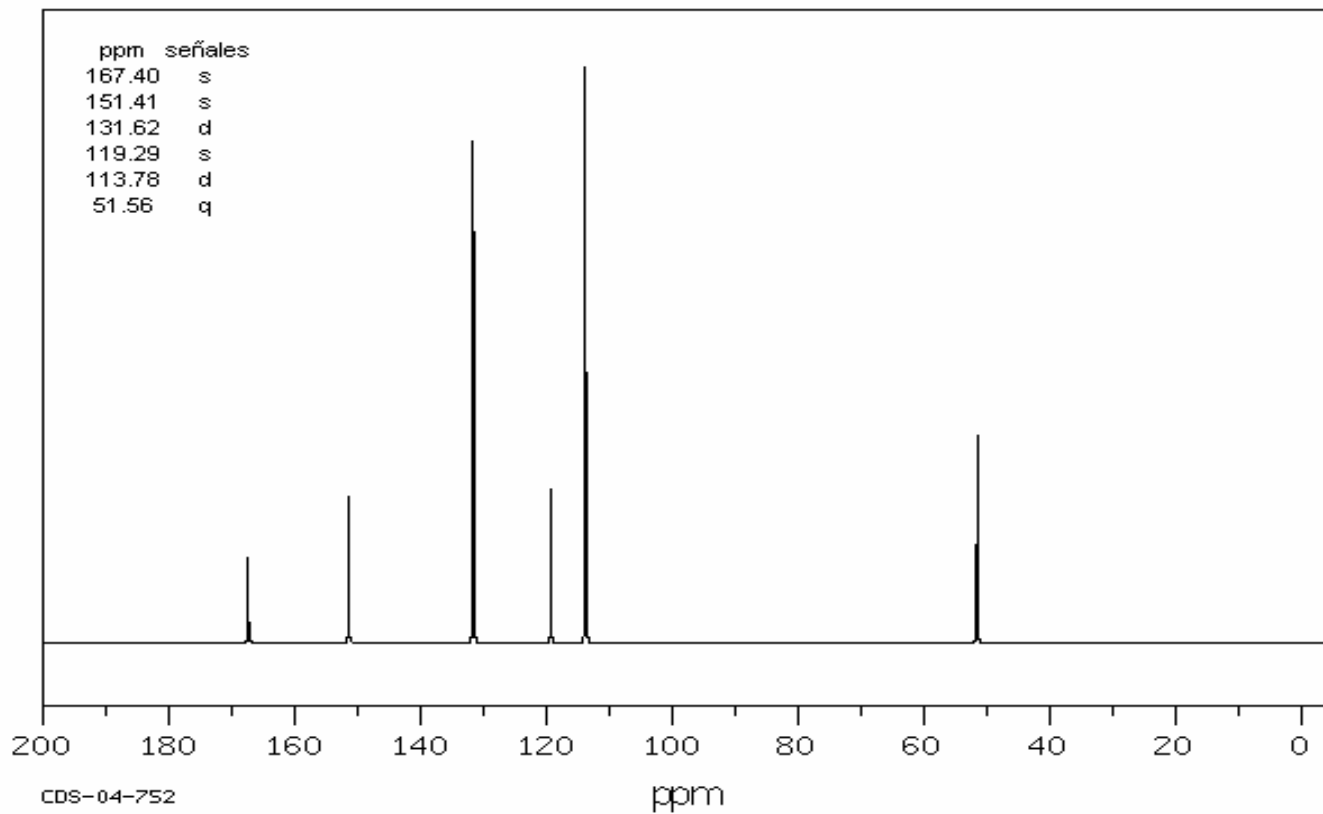
RMN-H1



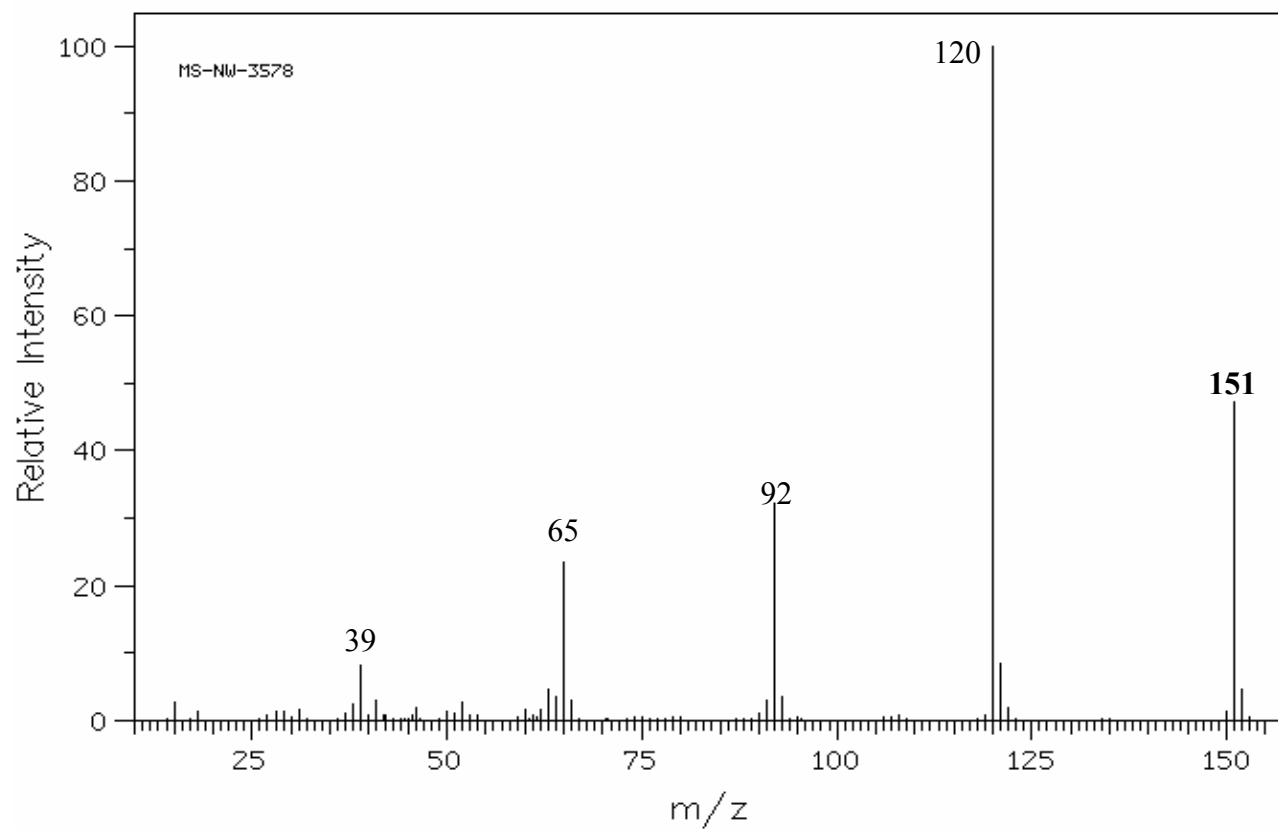
HSP-04-275

ppm

RMN-C13

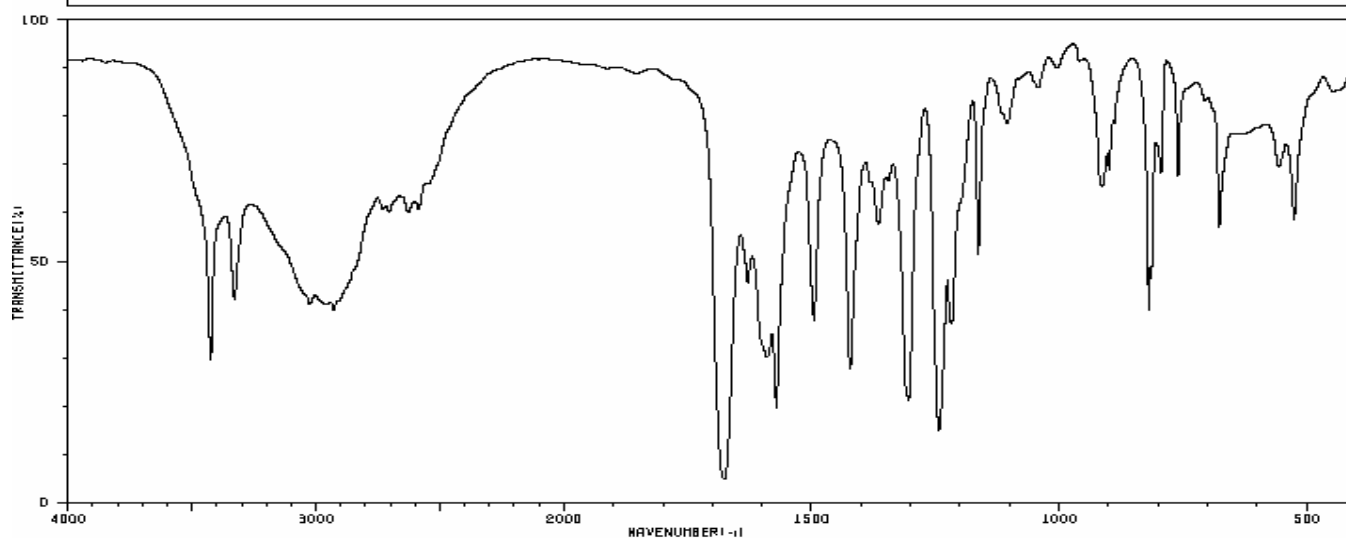


EM



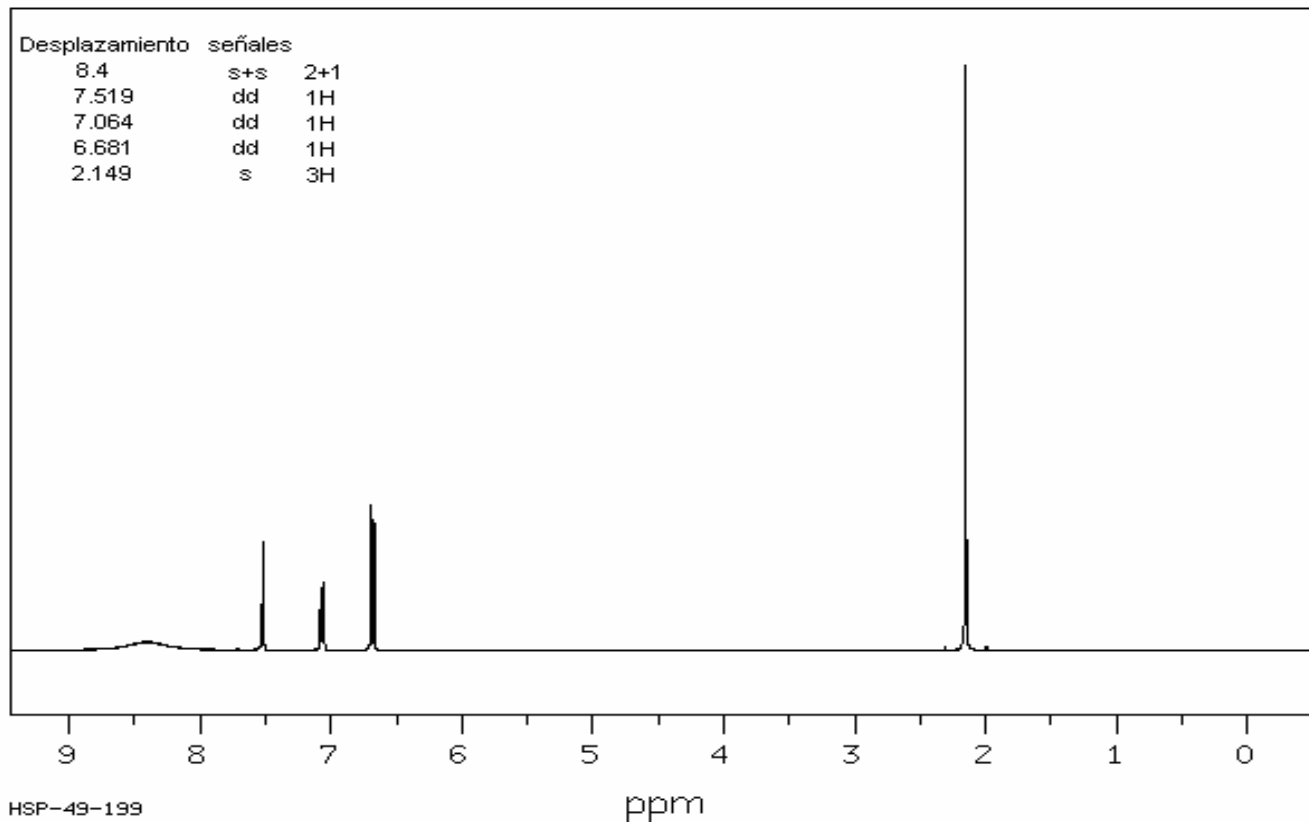
IR

HIT-NO=6322	SCORE= ()	SDBS-NO=12184	IR-NIDA-15467 : KBR DISC
-------------	------------	---------------	--------------------------



3426	26	2706	58	1671	19	1164	50	814	44
3329	41	2628	58	1495	36	1115	77	805	72
3025	39	2601	60	1422	26	1105	77	795	56
2947	39	2586	58	1365	55	1042	81	760	66
2929	38	1677	4	1304	20	913	64	677	55
2729	58	1628	44	1243	14	899	66	557	56
2717	58	1591	29	1216	36	819	38	526	57

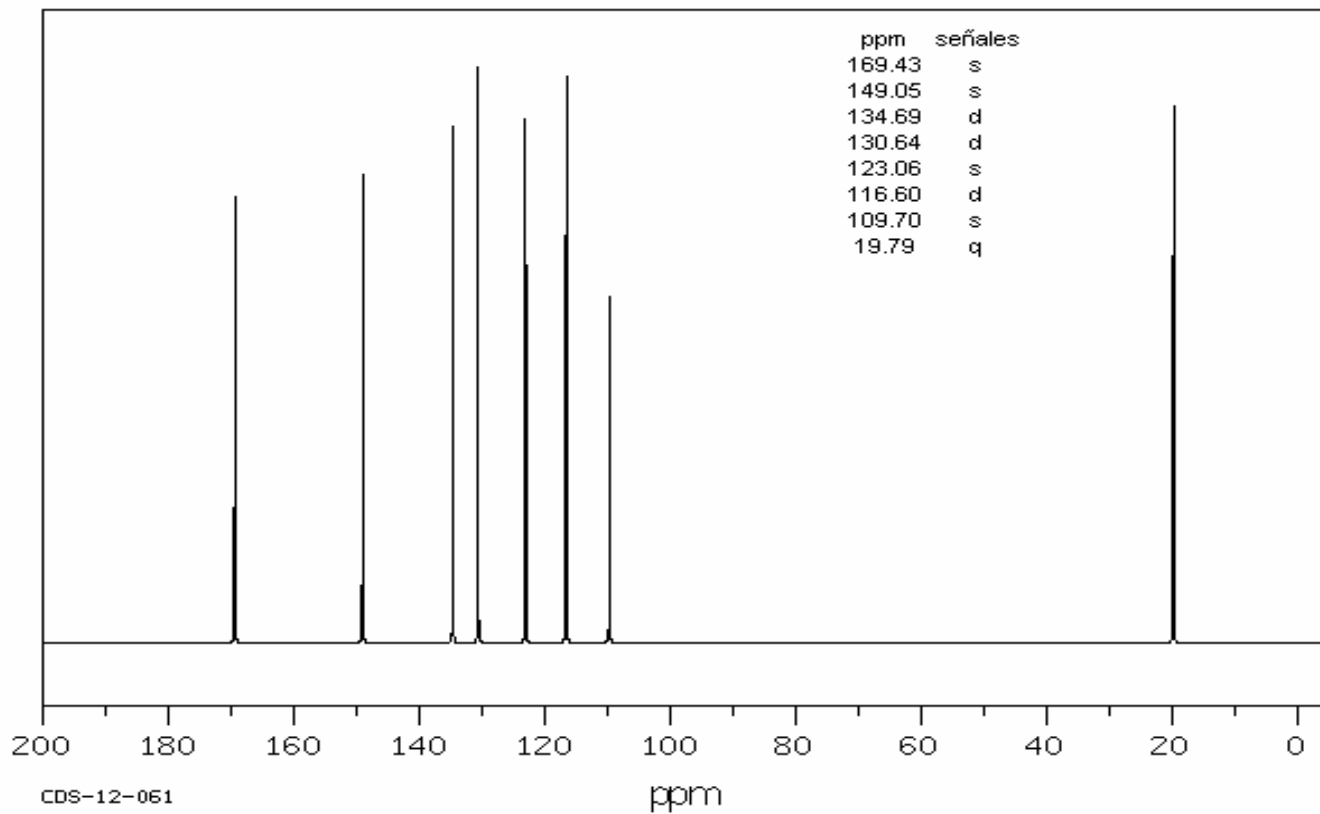
RMN-H1



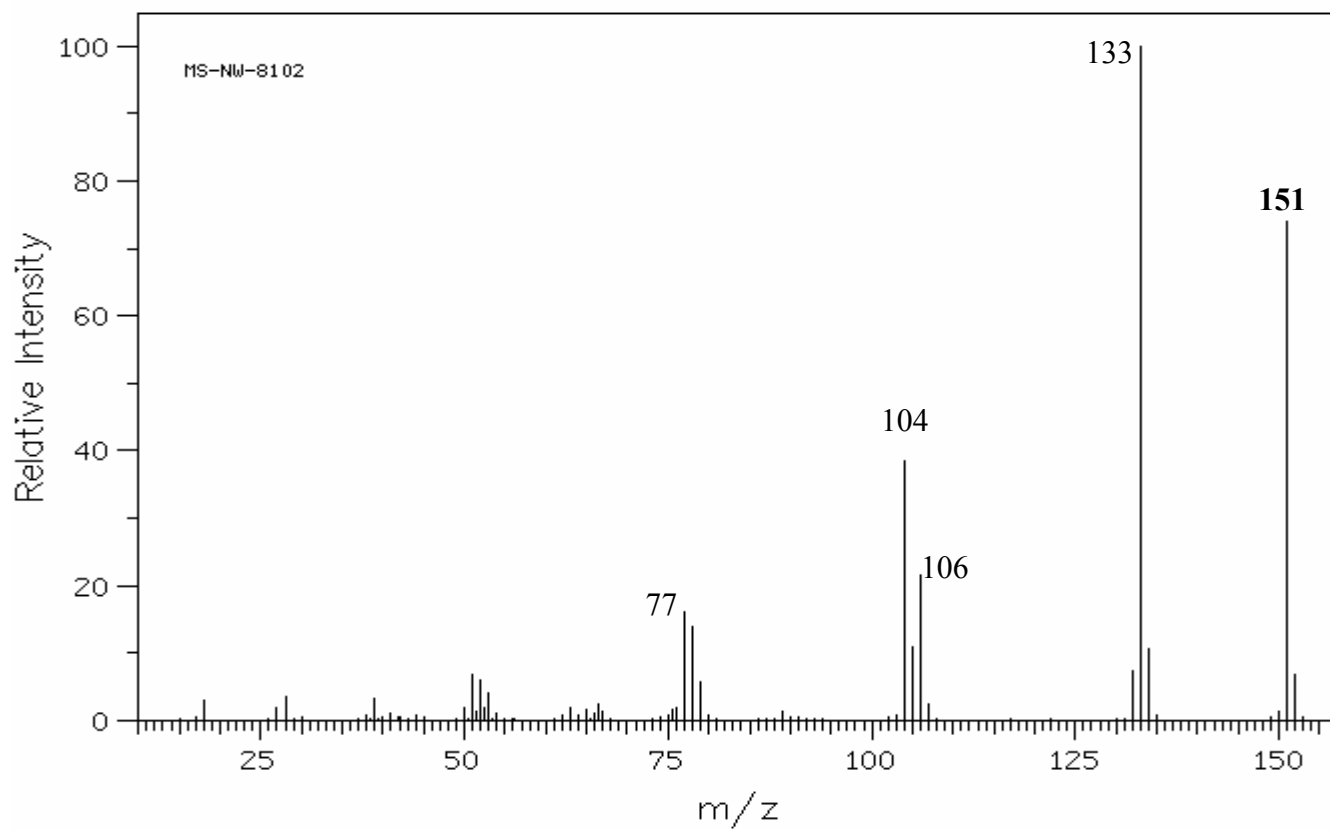
HSP-49-199

ppm

RMN-C13

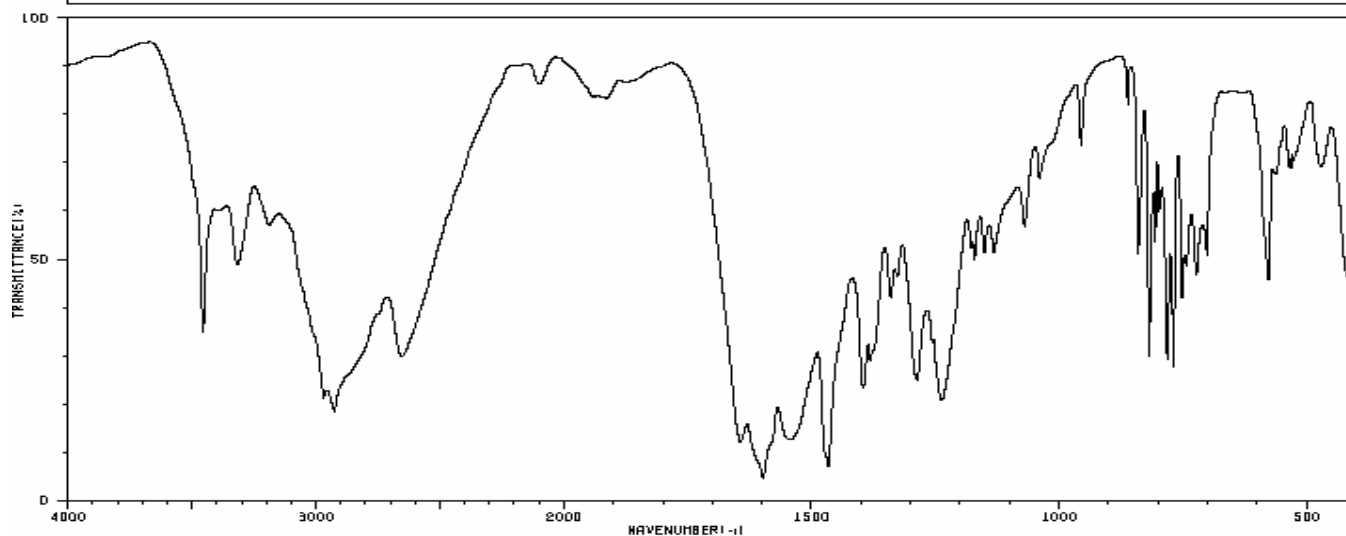


EM



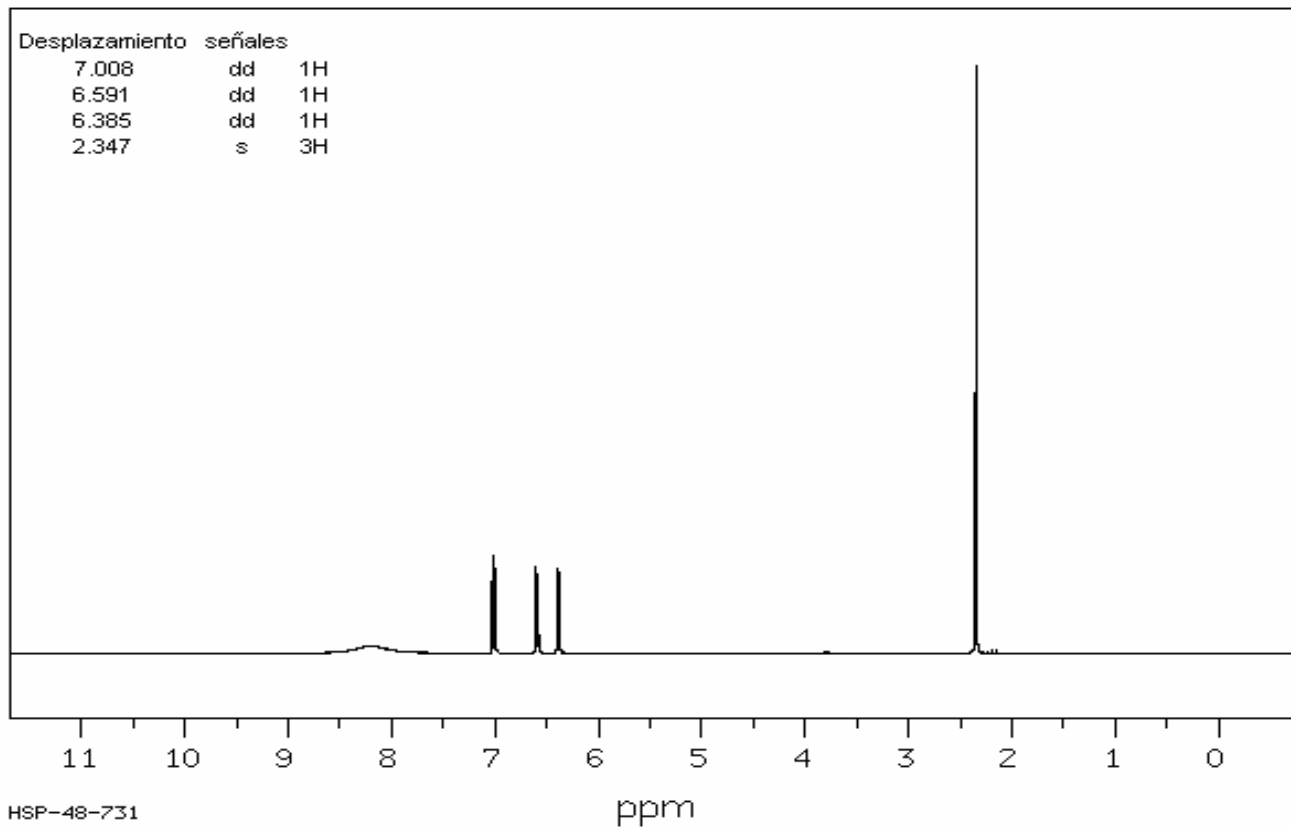
IR

HIT-NO=7239	SCORE= ()	SDBS-NO=15040	IR-NIDA-23467 : KBR DISC
-------------	------------	---------------	--------------------------



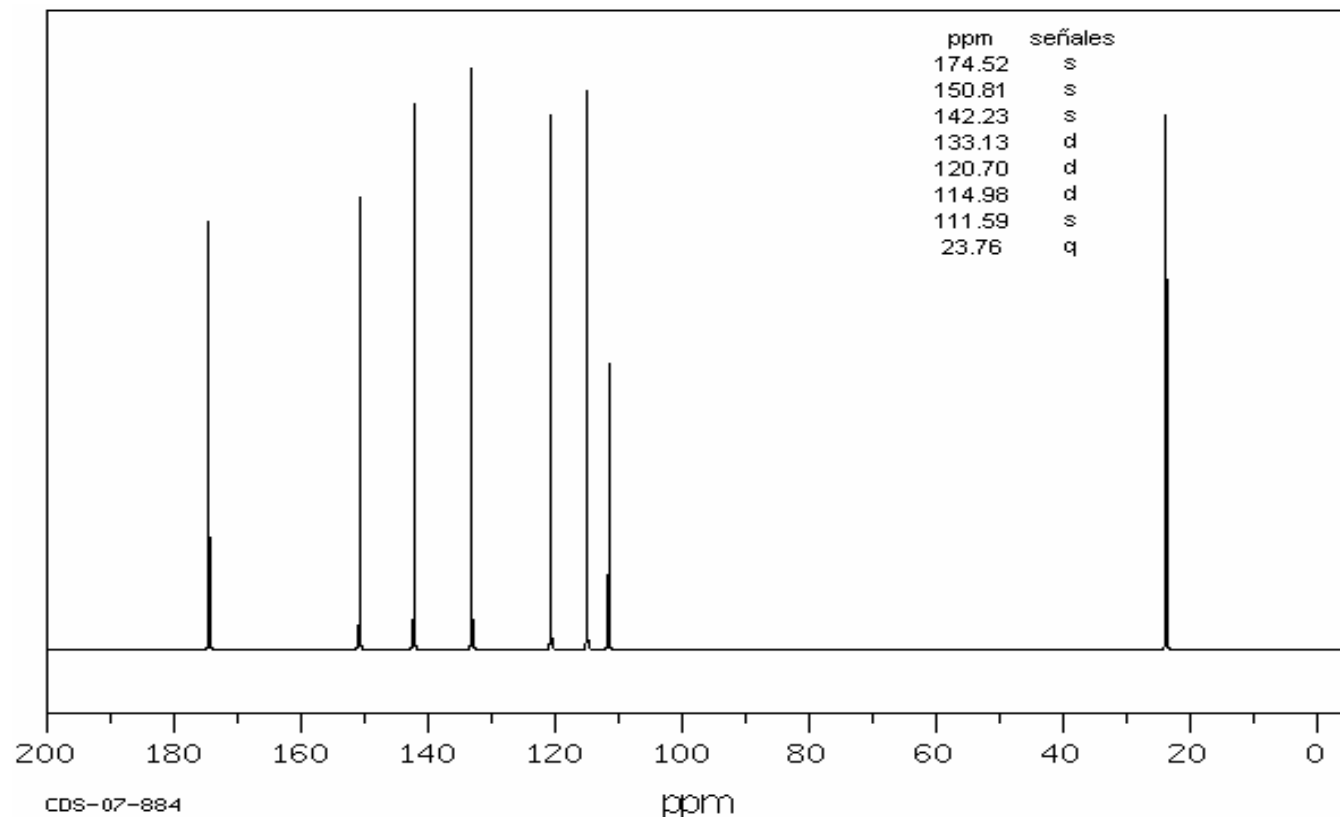
3455	34	1698	4	1288	24	1040	64	752	41		
3317	47	1544	12	1237	20	840	50	743	47		
3186	55	1467	7	1176	50	818	29	723	46		
2970	21	1396	23	1172	49	806	62	711	56		
2926	18	1382	28	1152	50	798	58	702	49		
2853	29	1340	41	1131	50	781	28	586	53		
1644	12	1327	44	1069	55	769	27	578	44		

RMN-H1

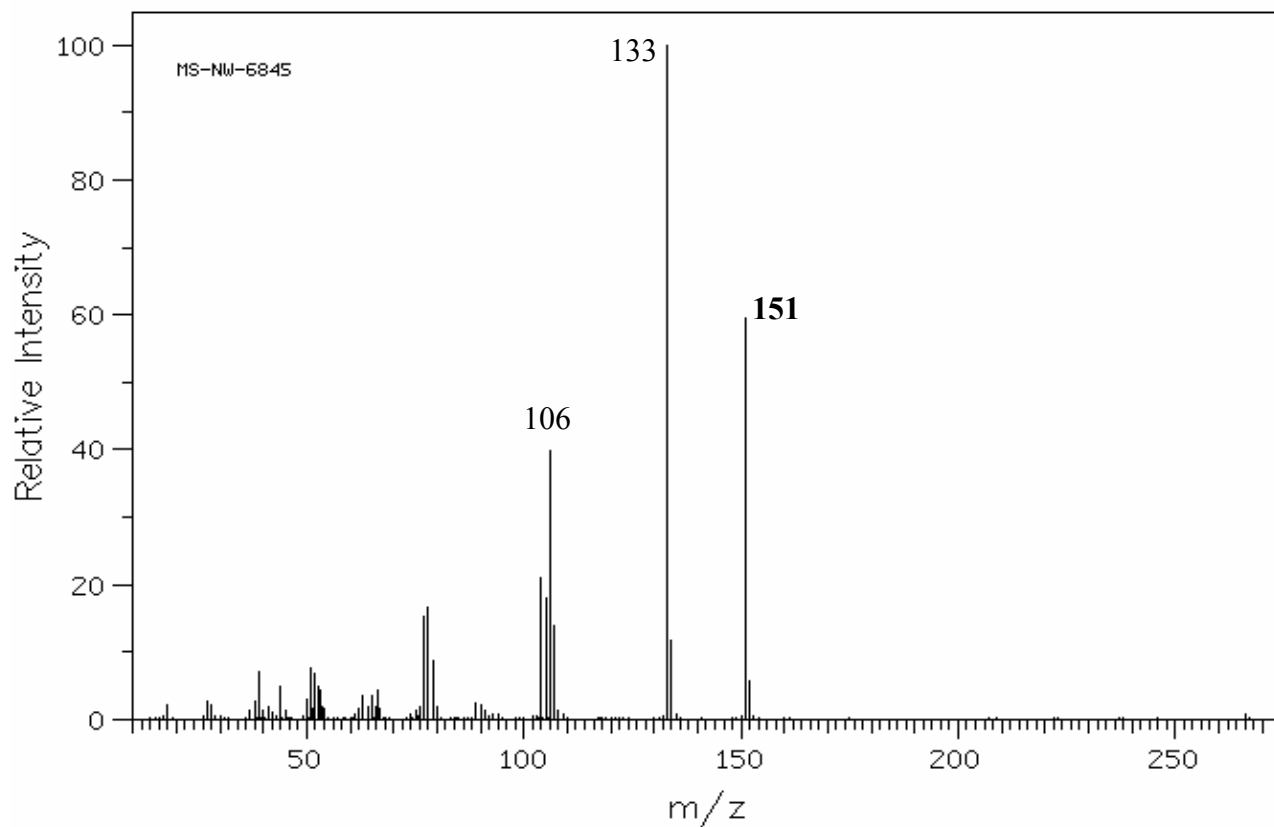


HSP-48-731

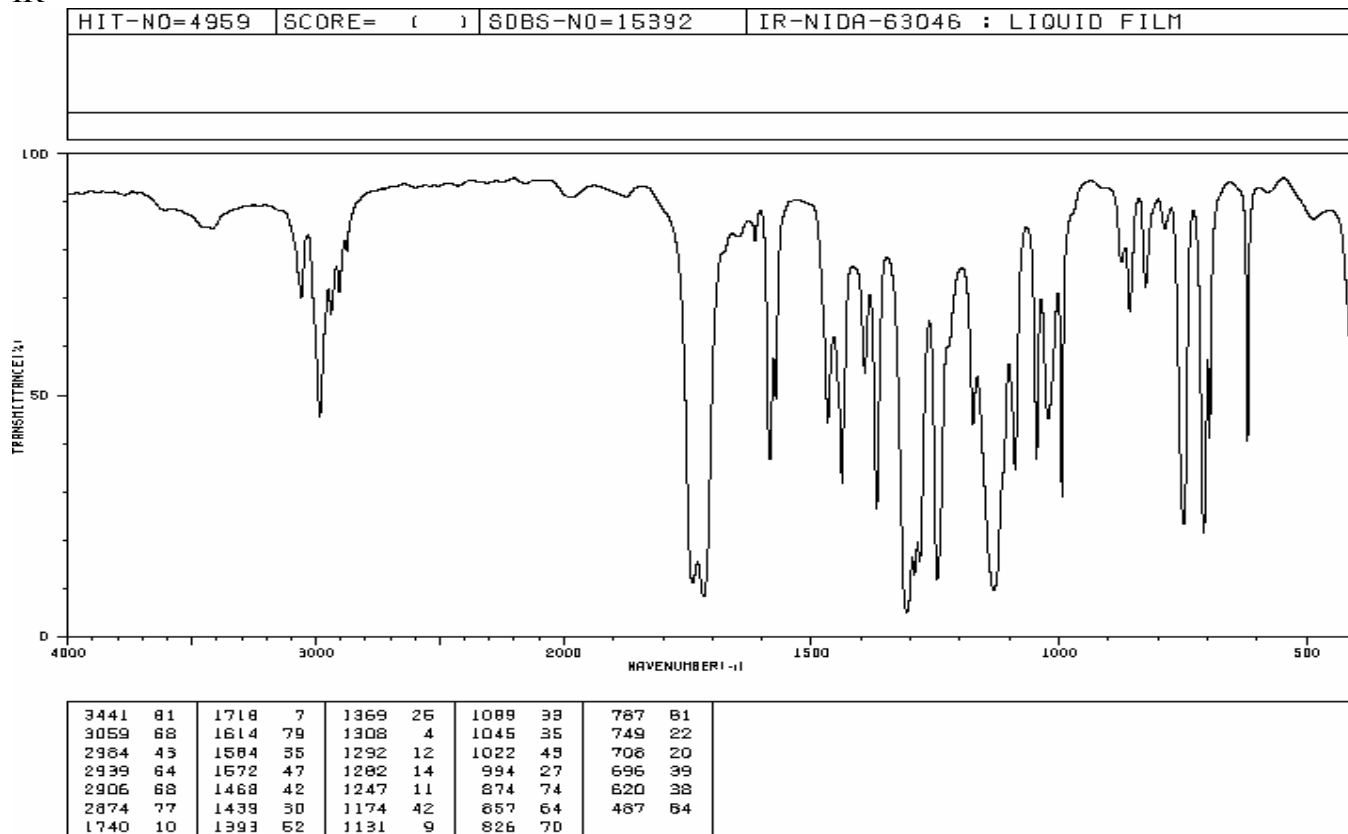
RMN-C13



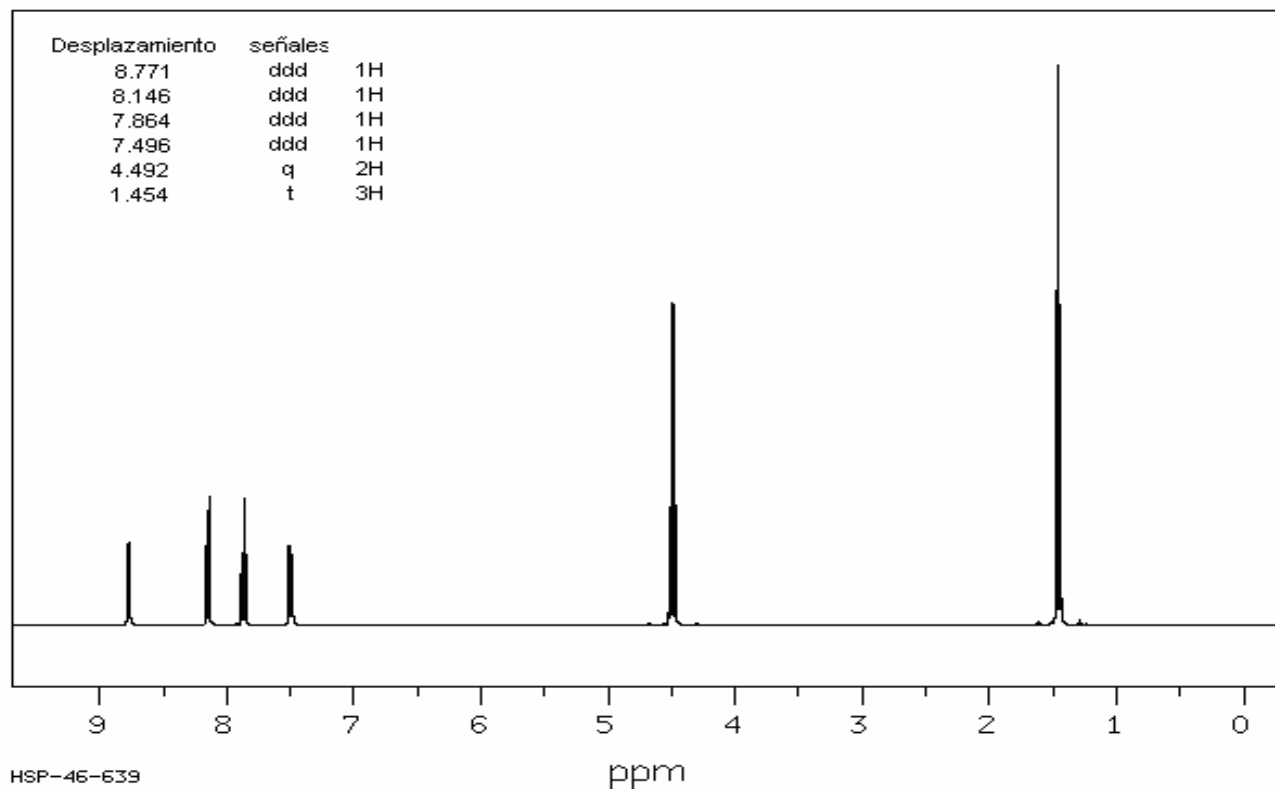
EM



IR

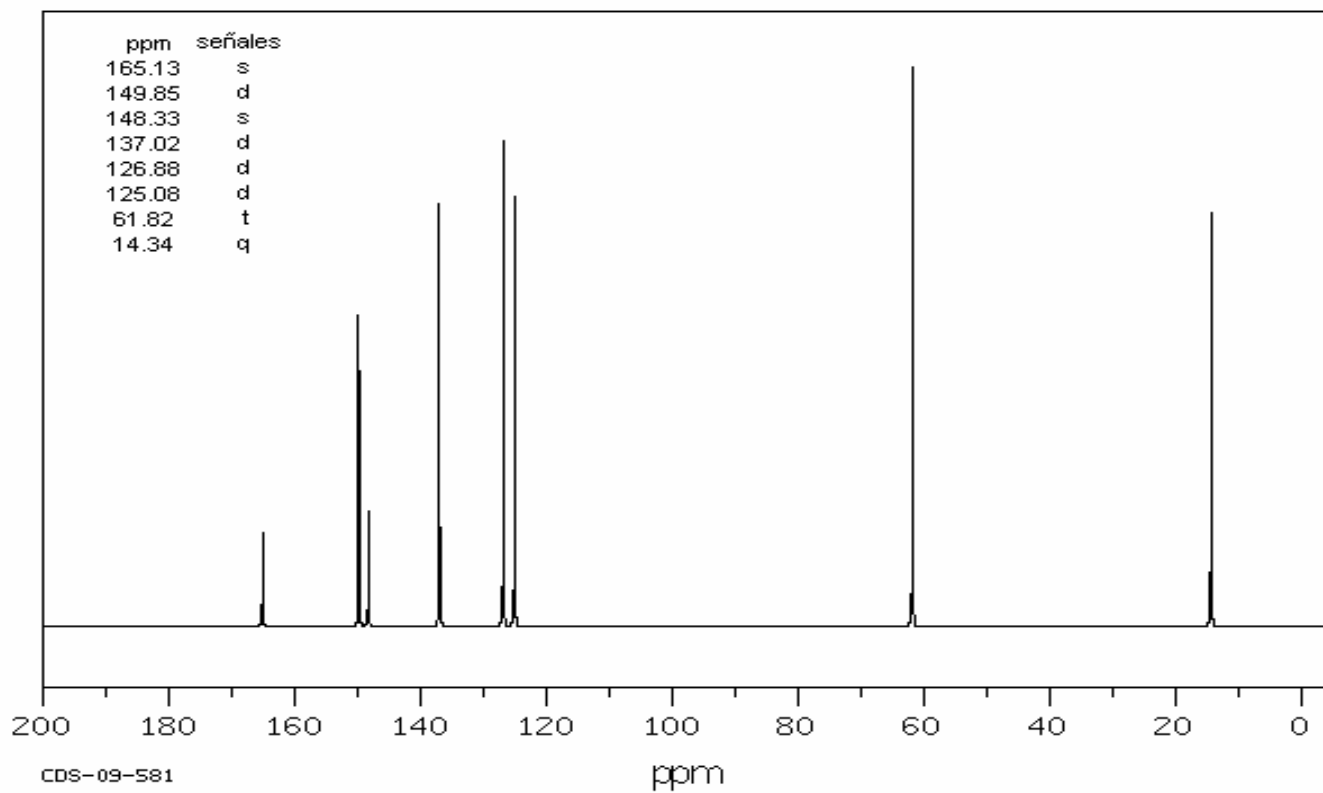


RMN-H1

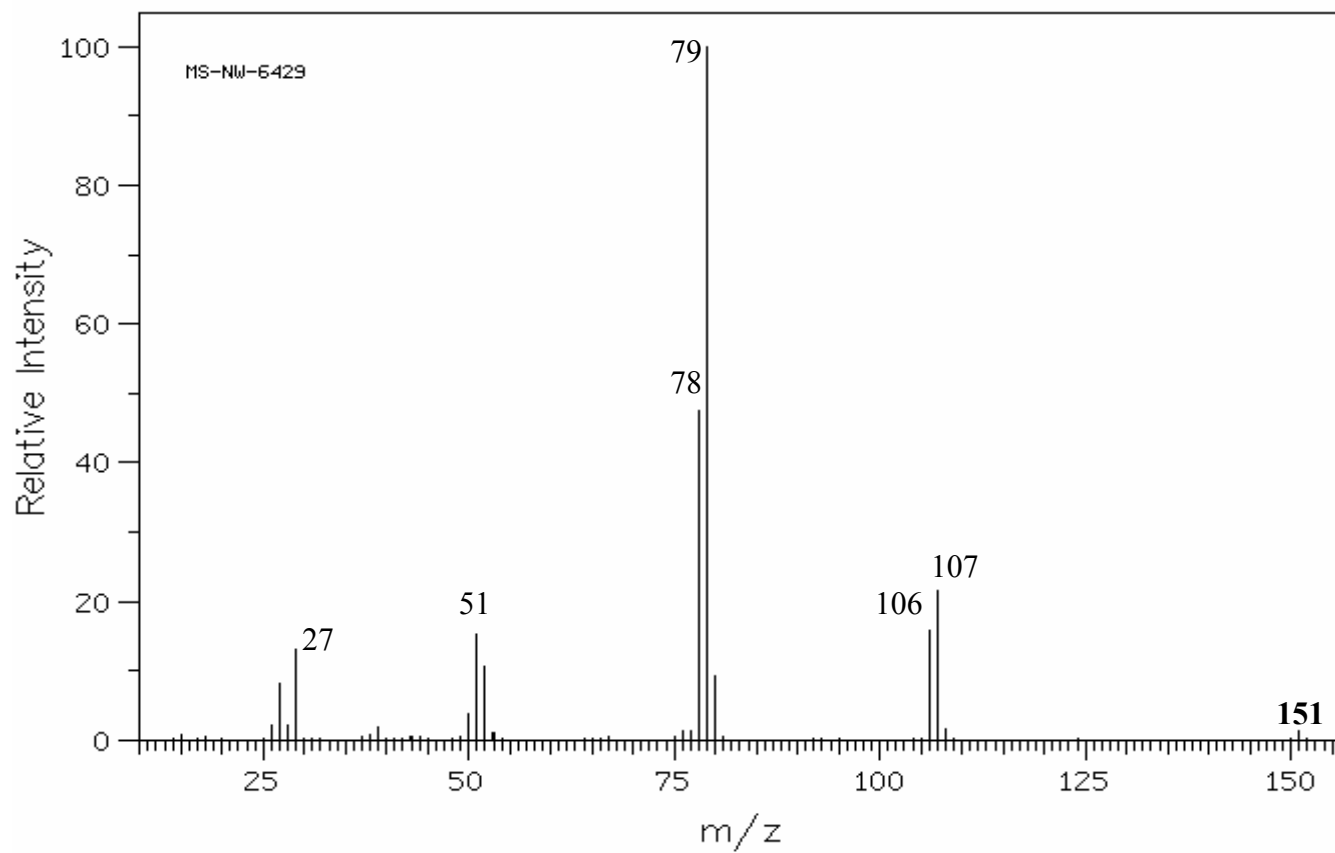


HSP-46-639

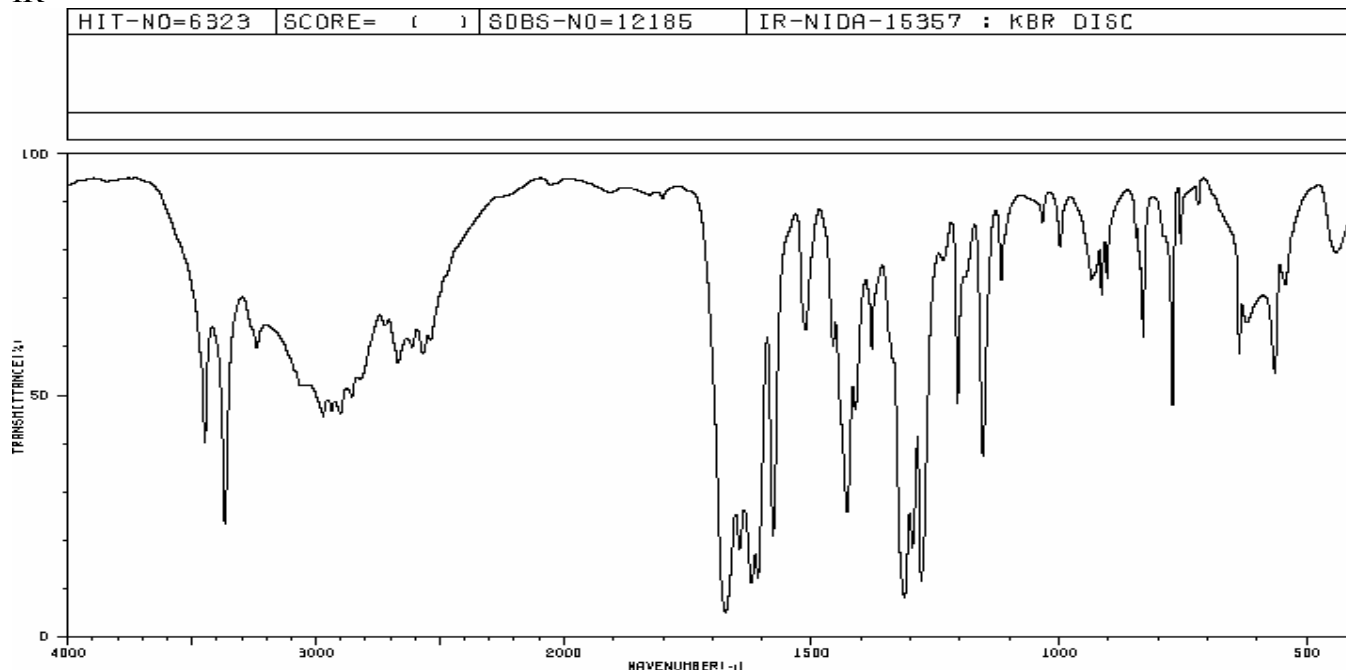
RMN-C13



EM

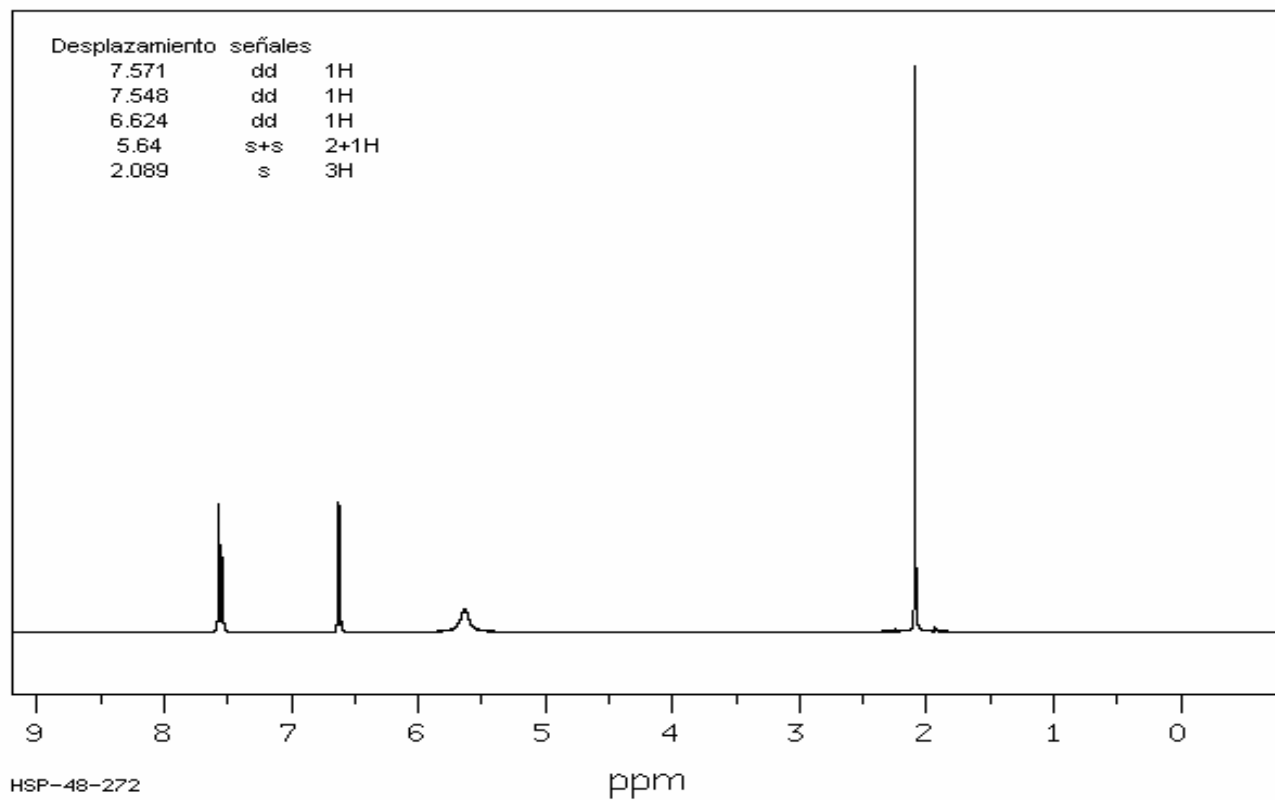


IR



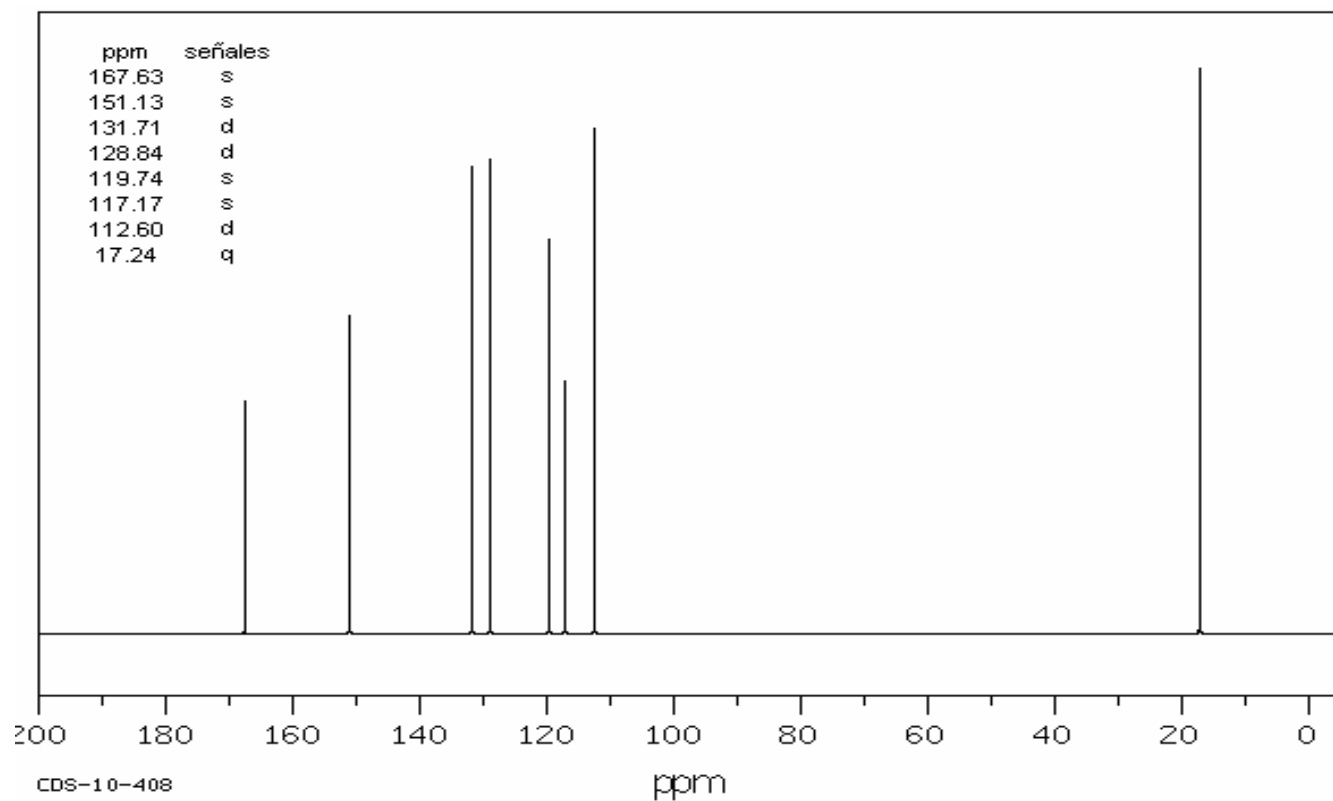
3448	36	2719	62	1621	10	1379	57	914	58		
3368	22	2669	55	1608	11	1313	7	903	70		
3256	57	2612	57	1577	20	1297	17	851	60		
2970	43	2569	57	1612	60	1278	10	771	46		
2937	44	2537	58	1456	57	1206	46	637	57		
2901	44	1674	4	1428	24	1154	36	624	62		
2855	47	1646	17	1412	44	936	70	666	62		

RMN-H1

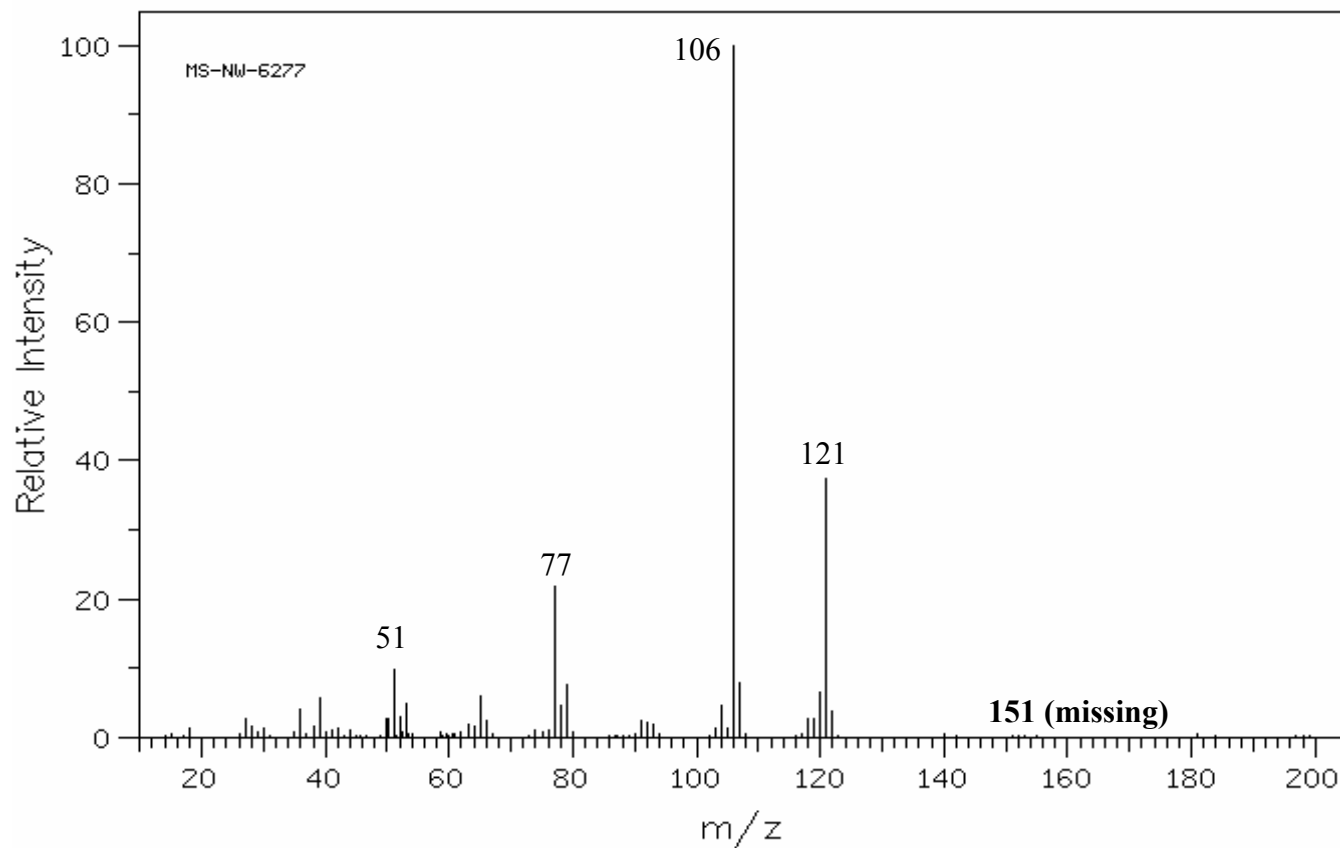


HSP-48-272

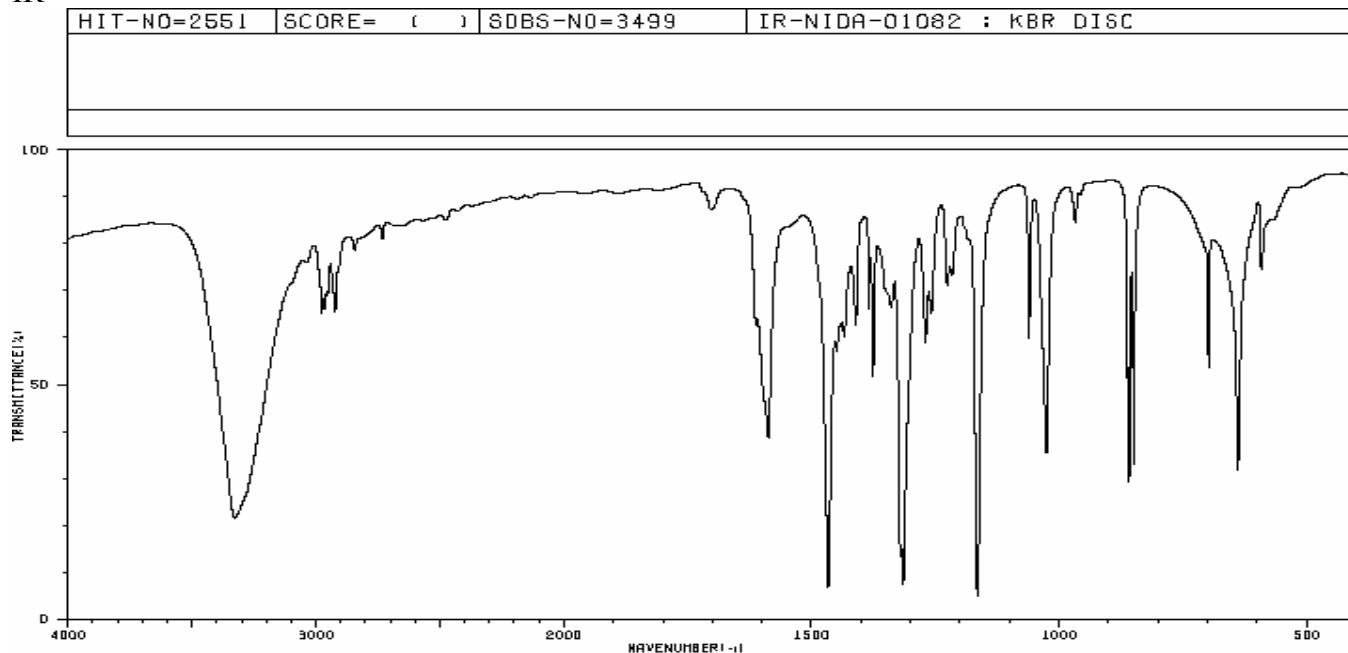
RMN-C13



EM

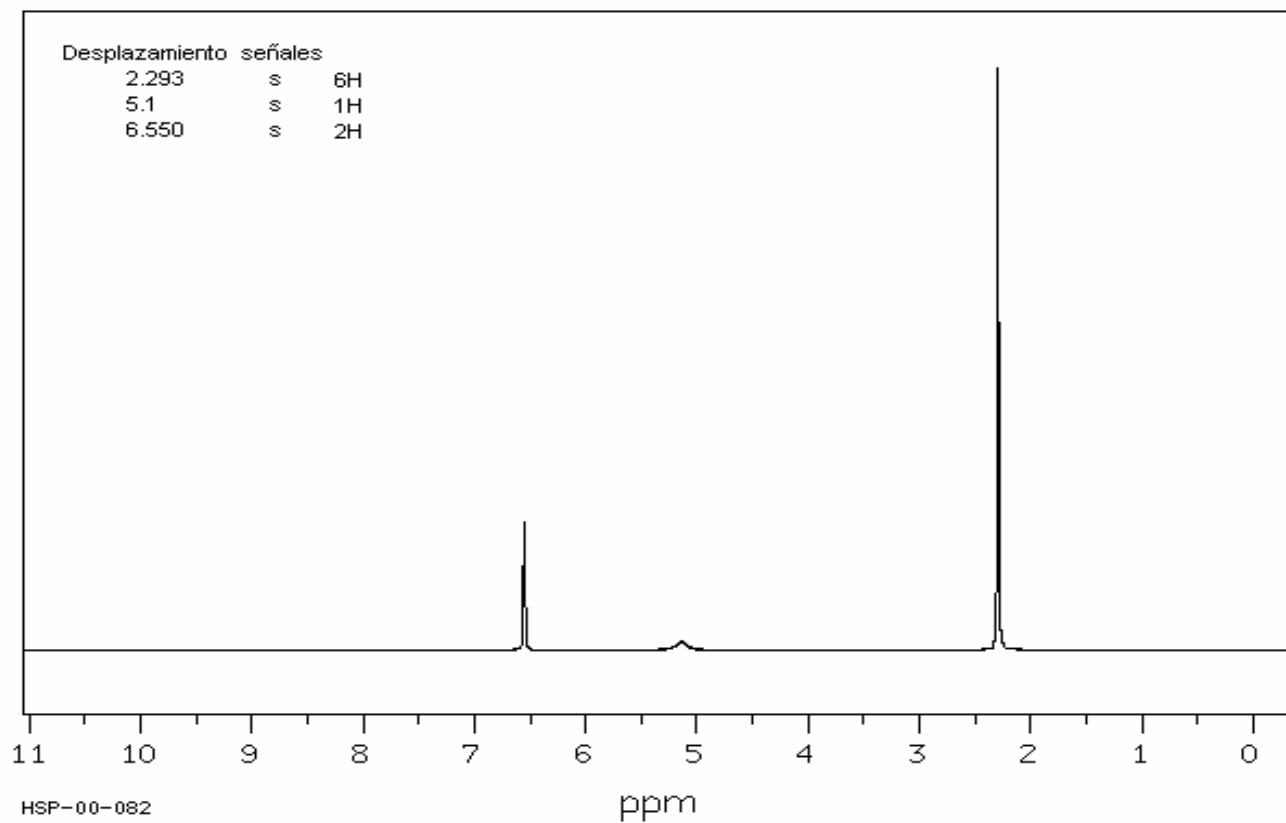


IR

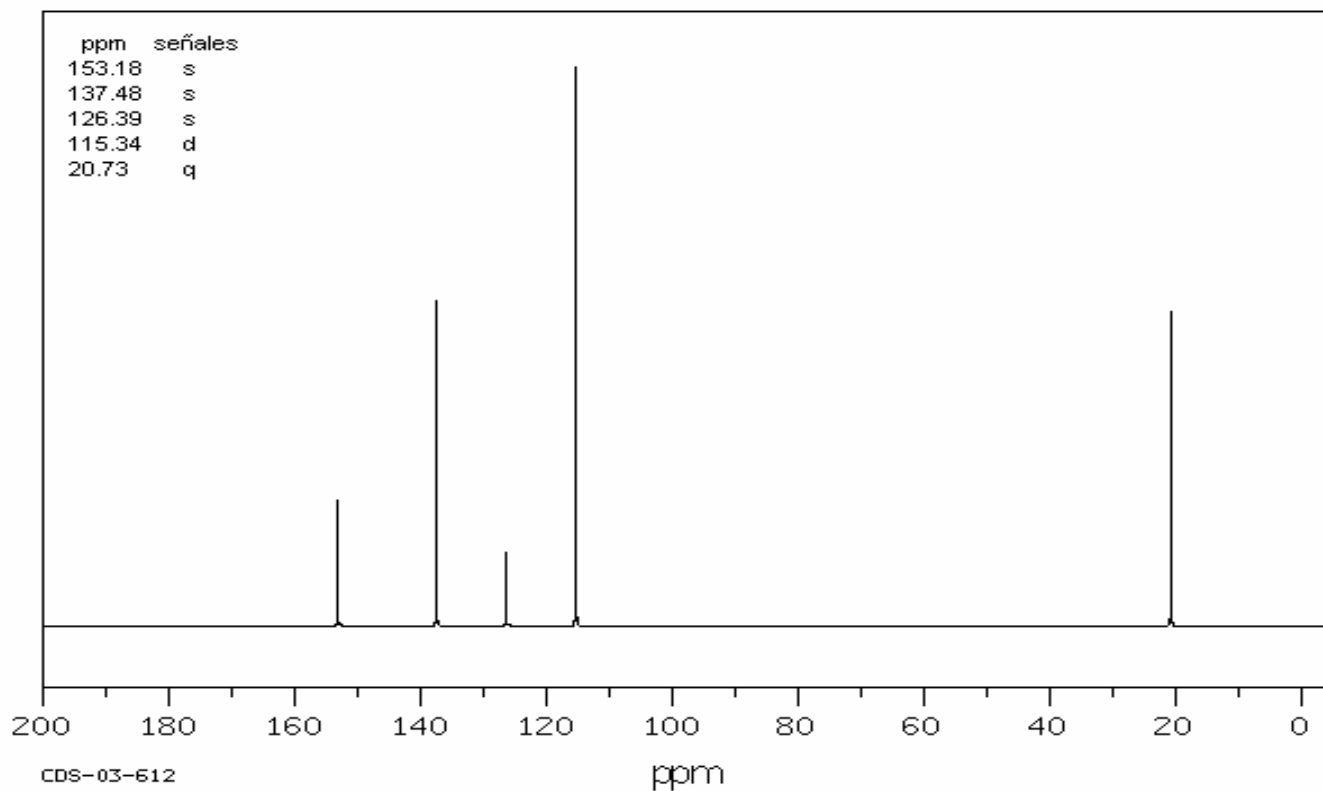


3327	20	1703	84	1376	49	1217	70	699	52
2976	82	1588	37	1339	64	1166	4	640	30
2963	84	1467	5	1321	12	1061	57	592	72
2963	66	1449	55	1315	7	1026	34	571	81
2923	82	1434	58	1270	57	967	81		
2843	77	1411	60	1256	82	659	29		
2732	77	1384	64	1226	68	849	32		

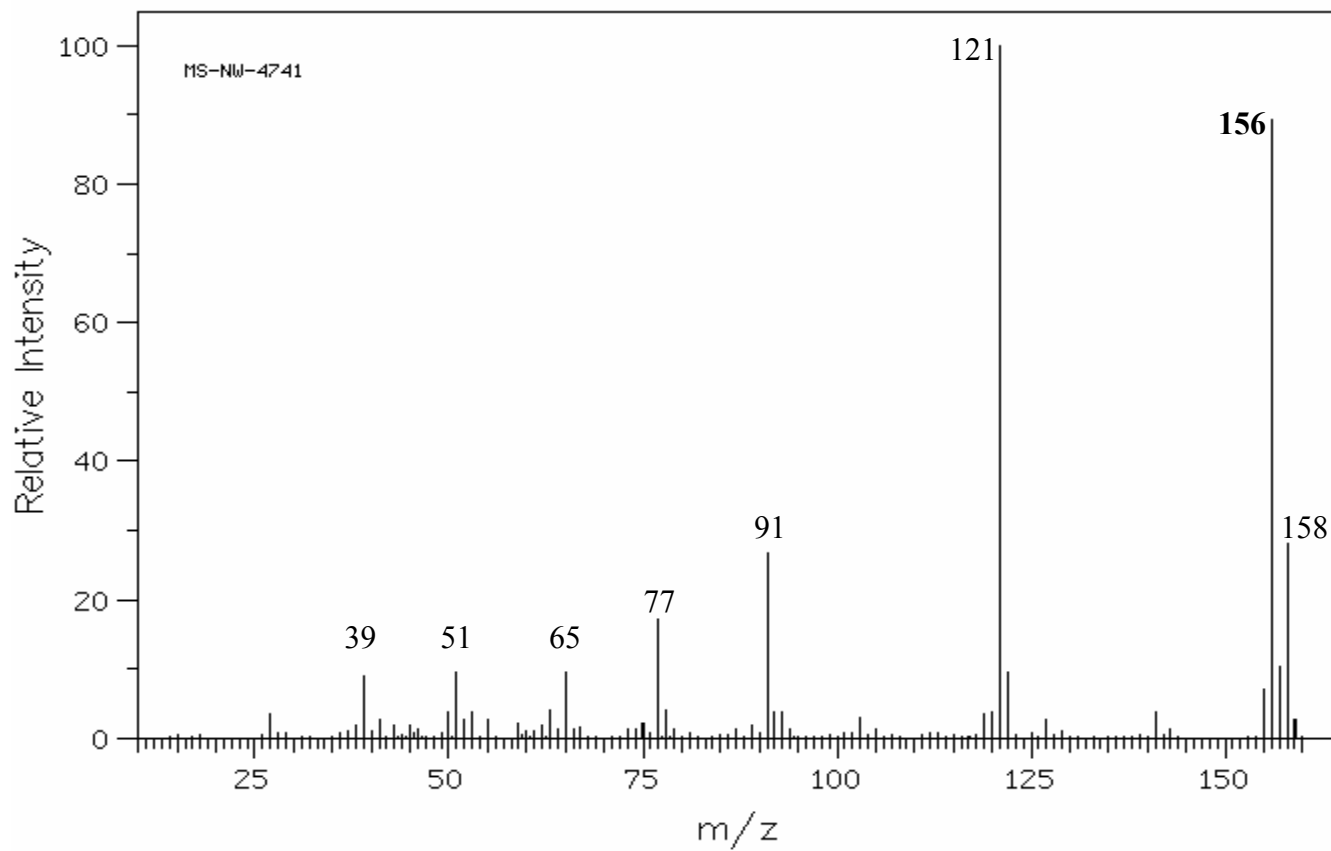
RMN-H1



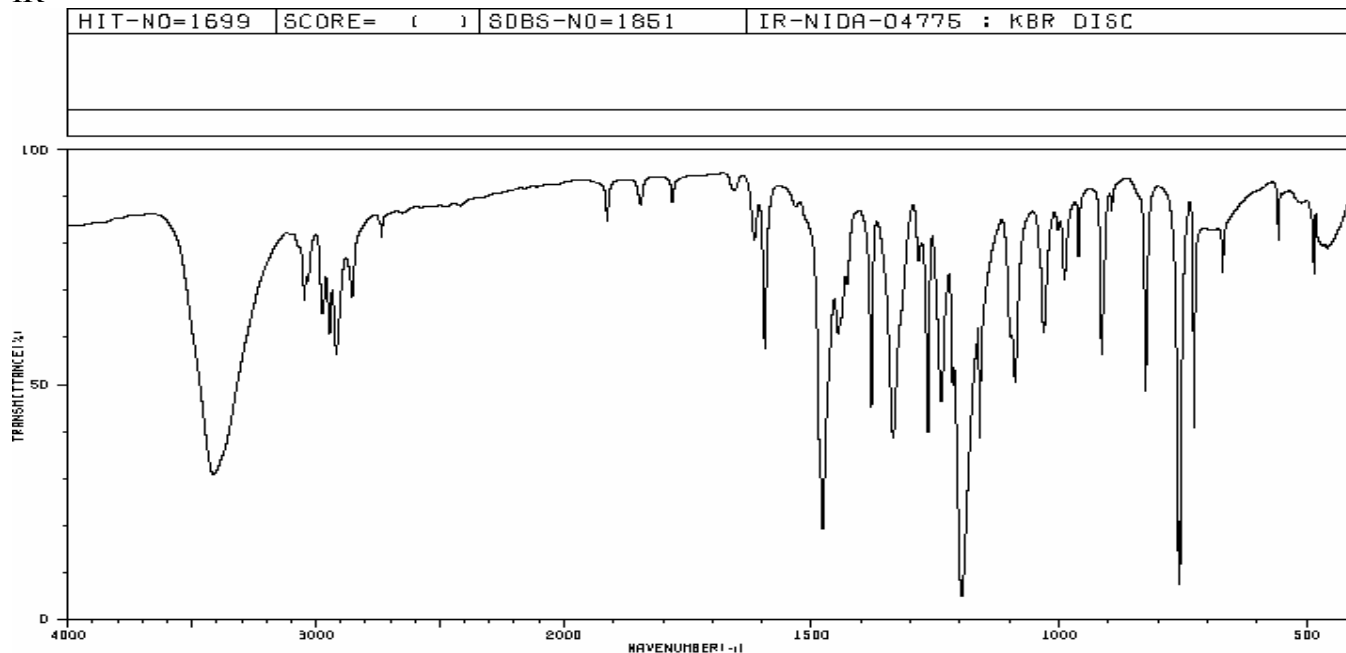
RMN-C13



EM

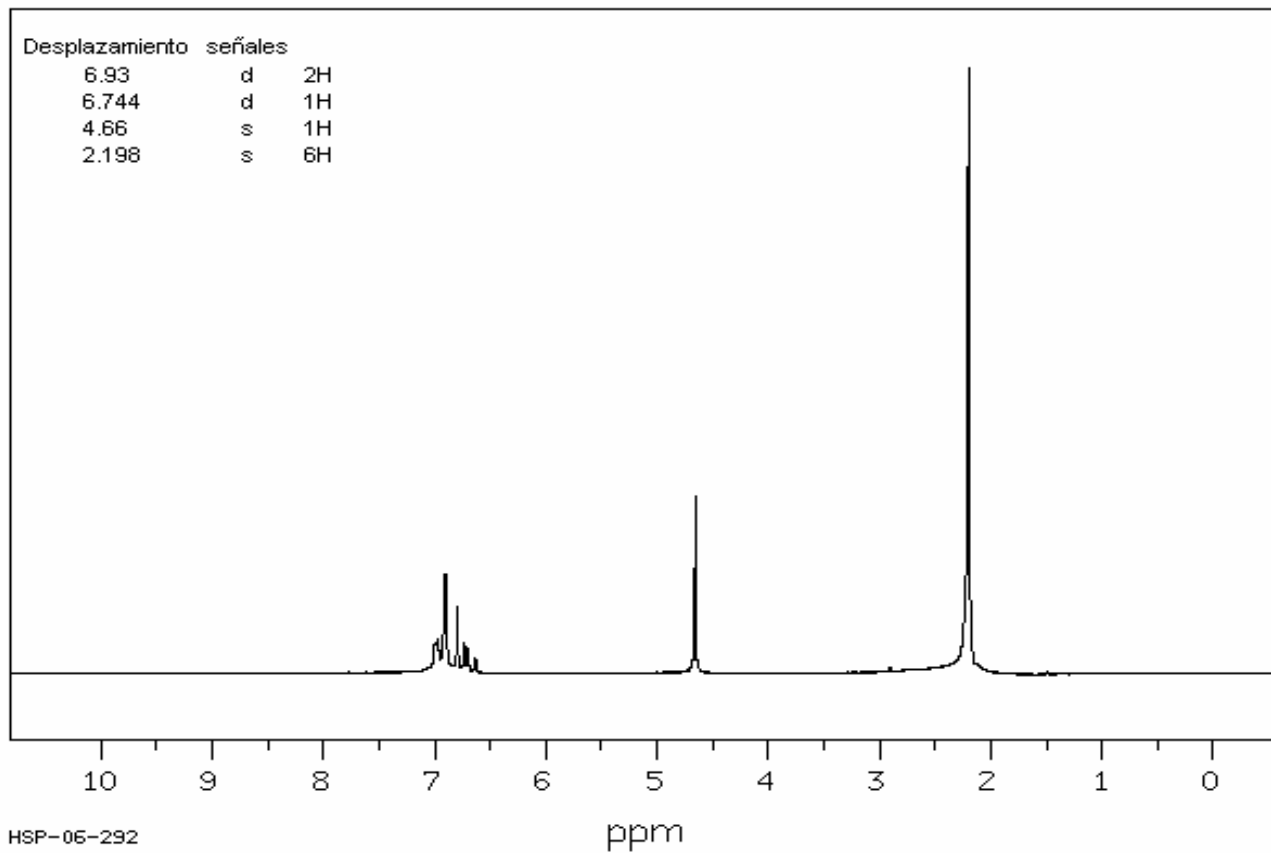


IR



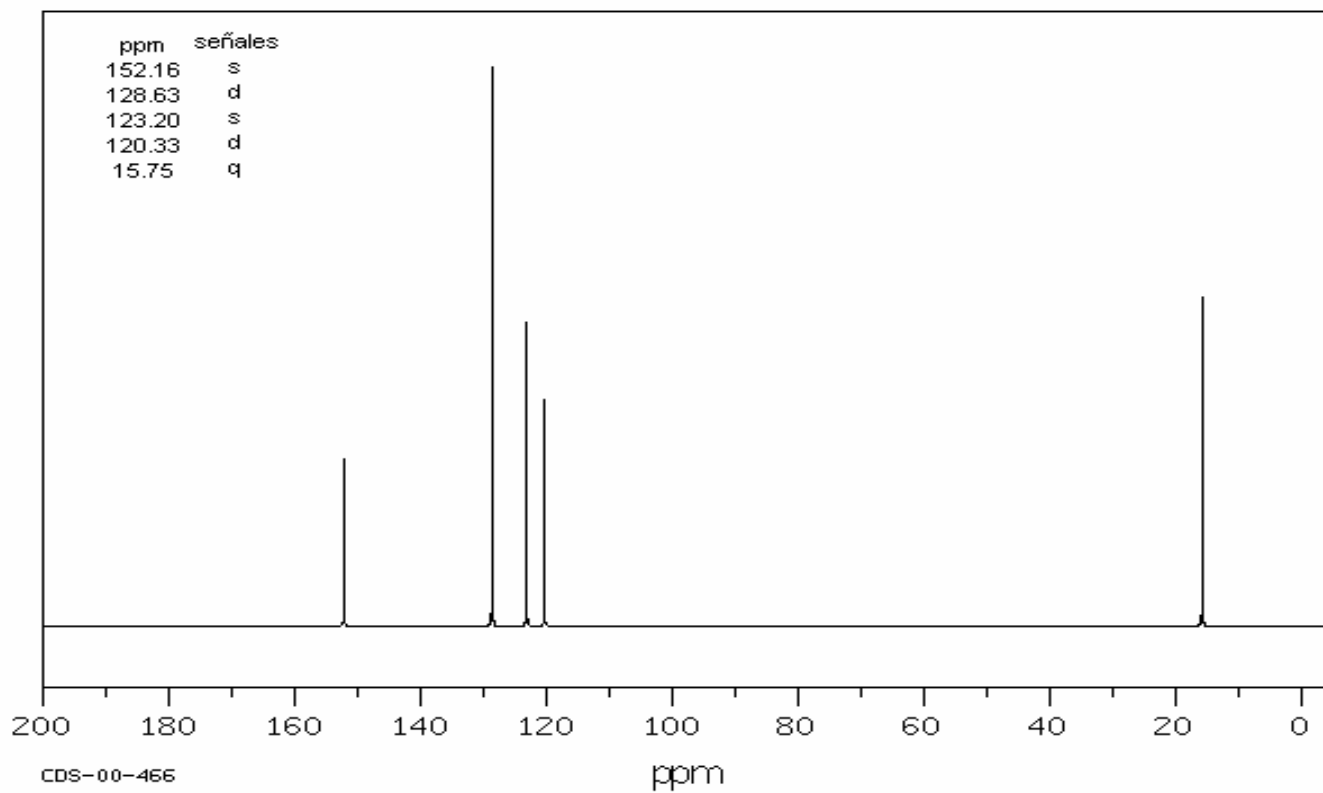
3413	29	1616	77	1285	74	1089	49	757	7
3047	86	1594	55	1265	38	1031	58	728	39
3032	70	1478	18	1238	44	1003	79	671	70
2974	62	1446	58	1215	47	989	70	657	77
2945	58	1428	68	1197	4	961	74	486	70
2918	53	1379	49	1161	37	914	55	467	77
2855	66	1336	37	1098	58	825	47	459	77

NMR-H1

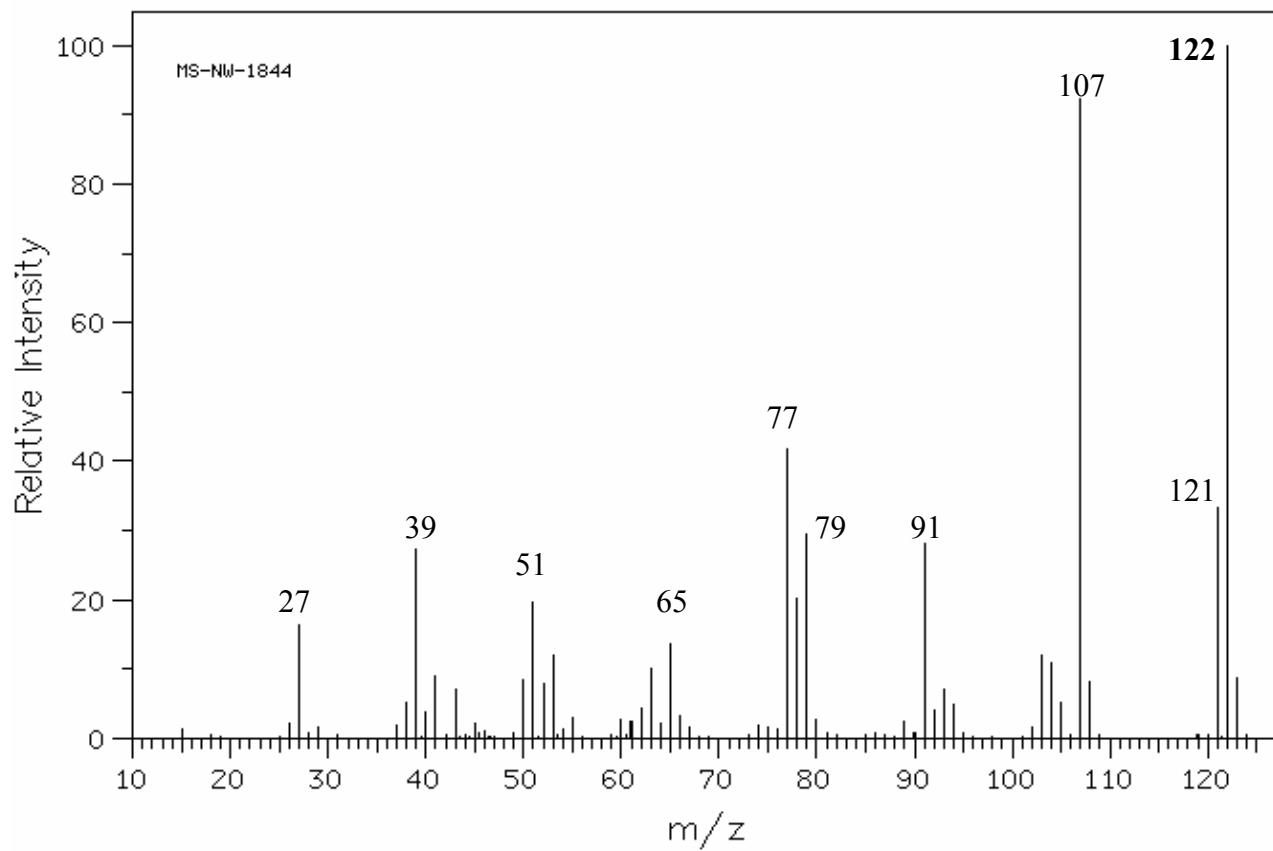


HSP-06-292

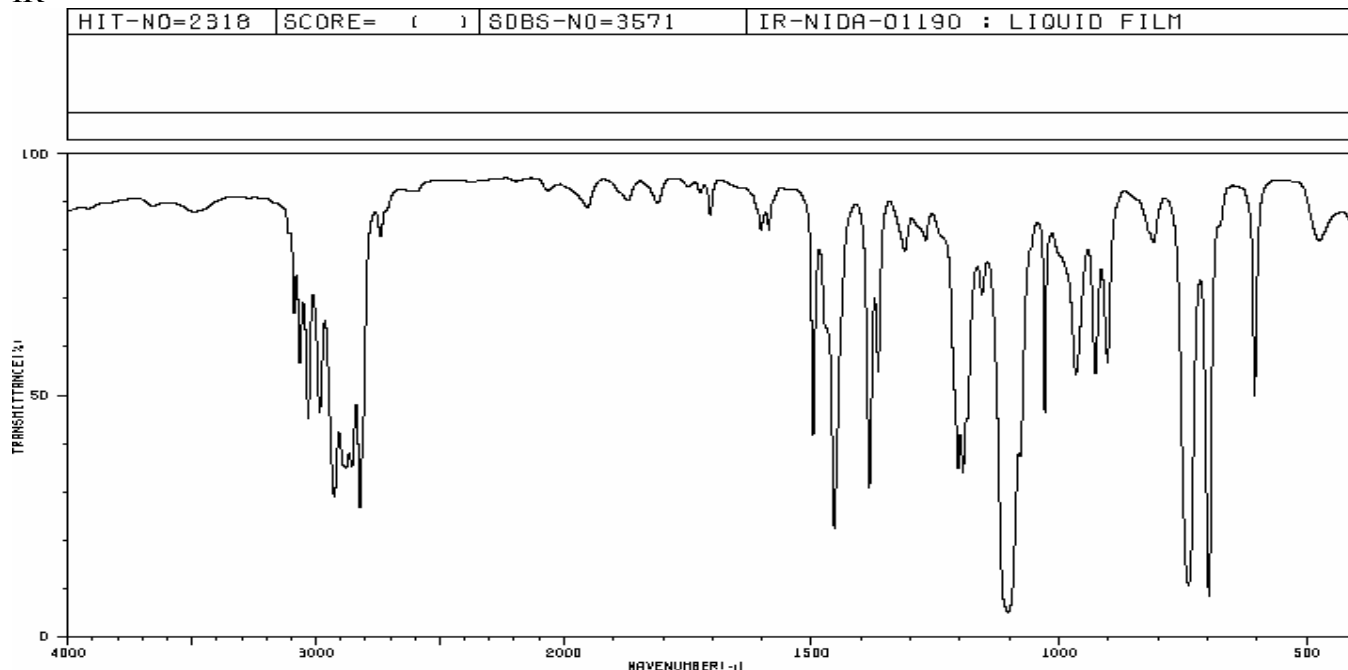
NMR-C13



EM

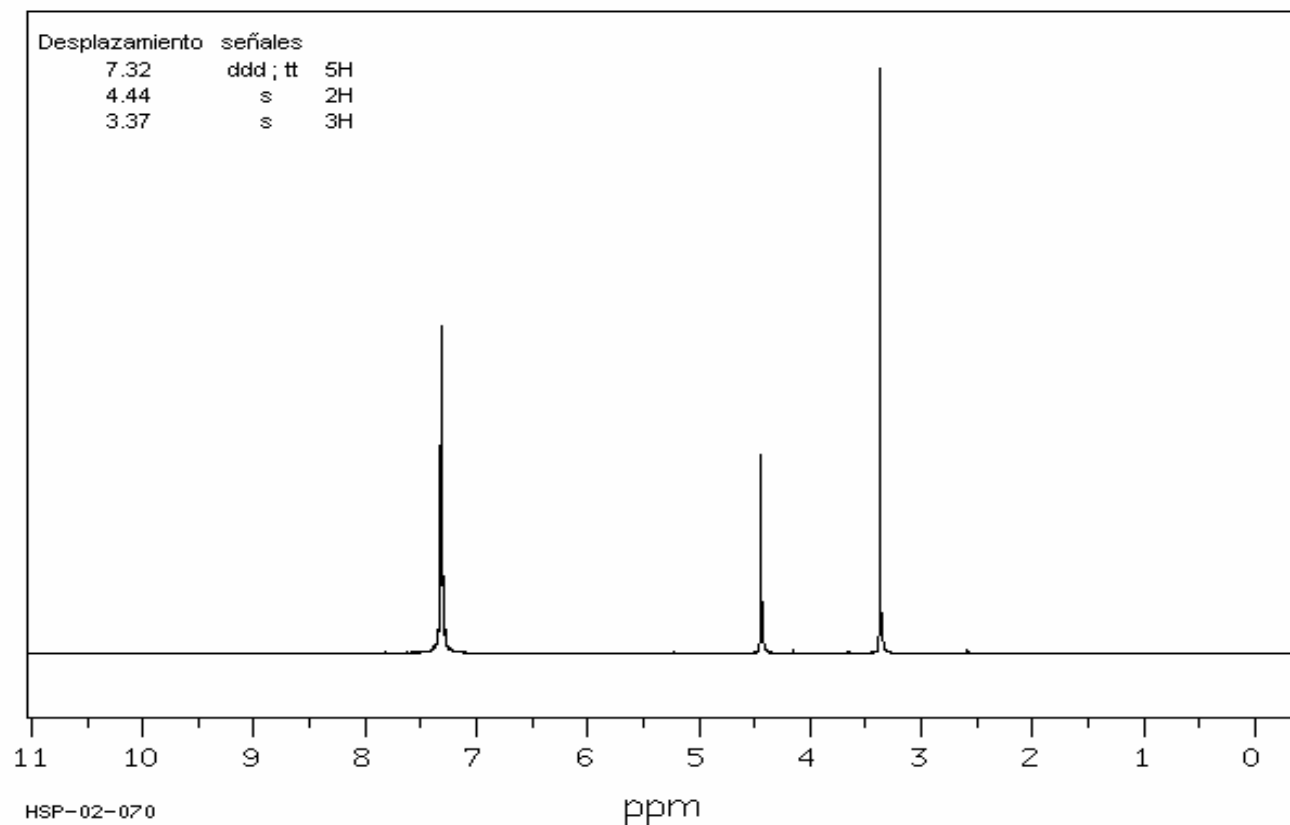


IR

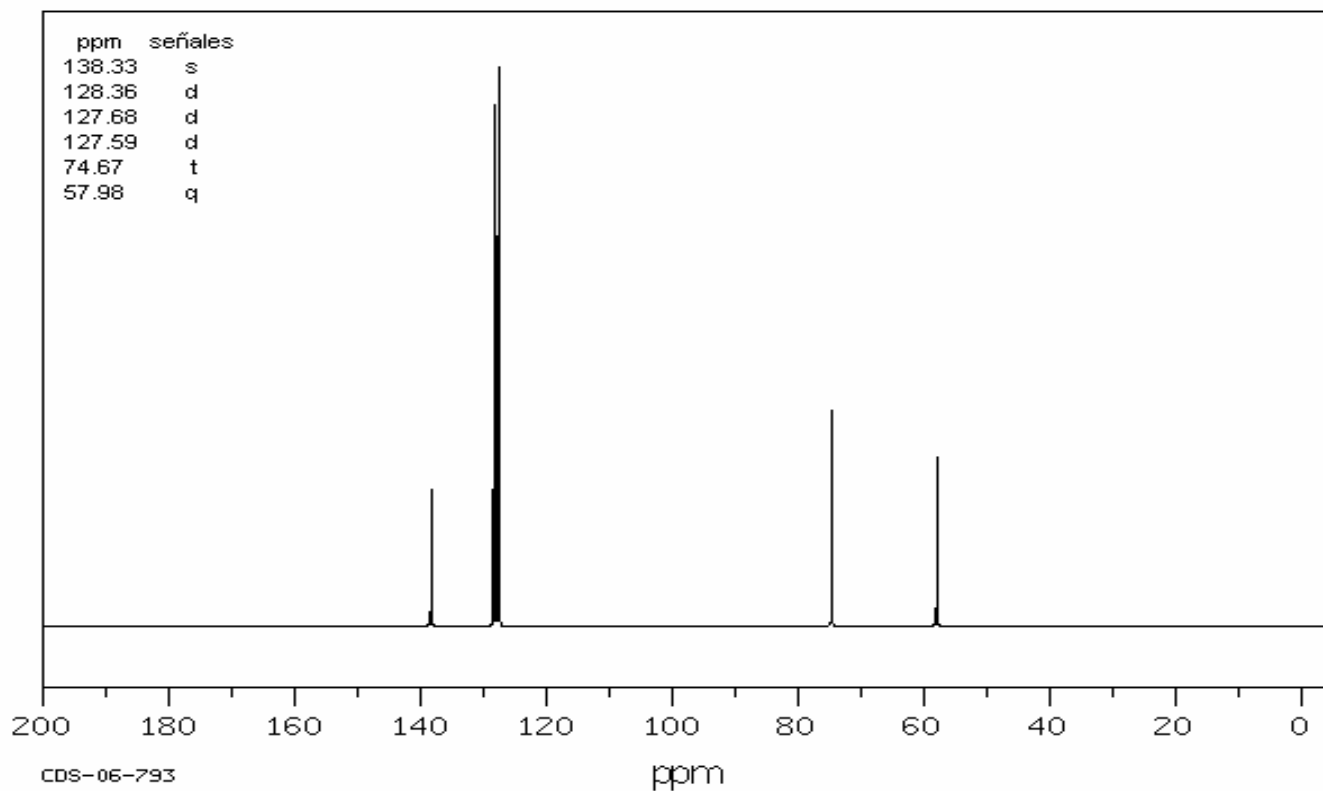


3089	64	2856	33	1497	39	1195	32	902	55		
3065	55	2822	25	1455	21	1186	43	818	79		
3051	43	2739	79	1363	29	1156	68	809	79		
2984	44	1962	86	1366	52	1103	4	739	10		
2926	27	1704	84	1312	77	1029	44	698	8		
2890	34	1603	81	1270	79	966	52	605	47		
2878	33	1587	81	1205	33	927	52	475	79		

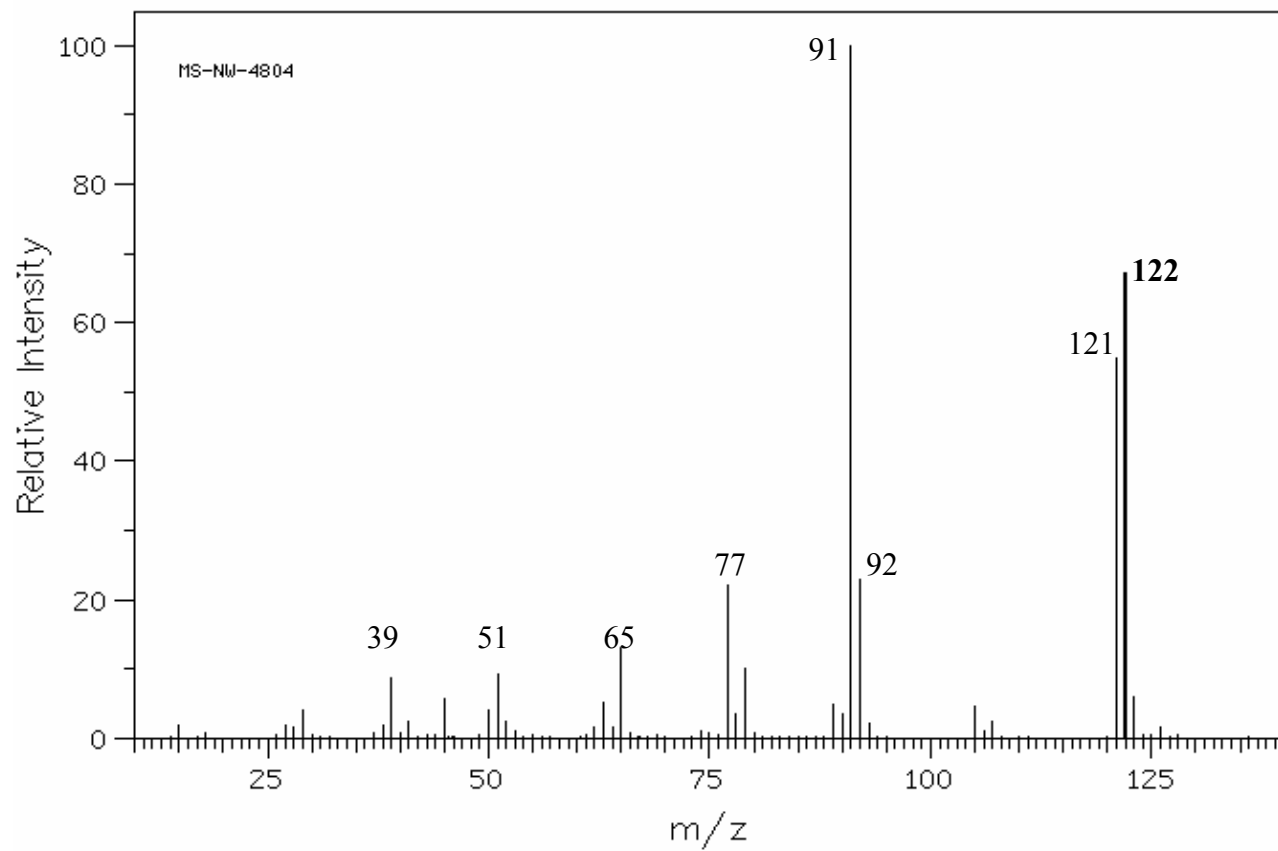
NMR-H1



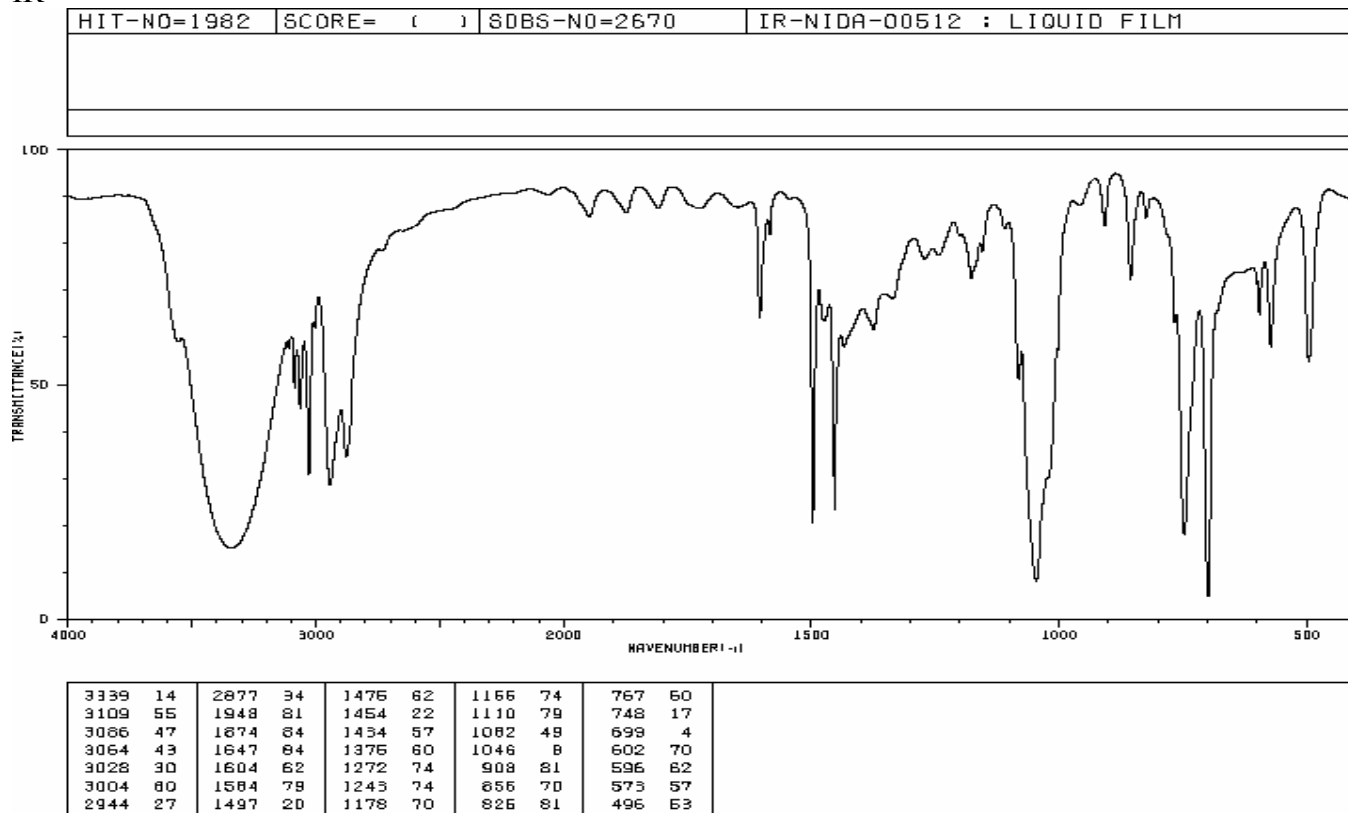
NMR-C13



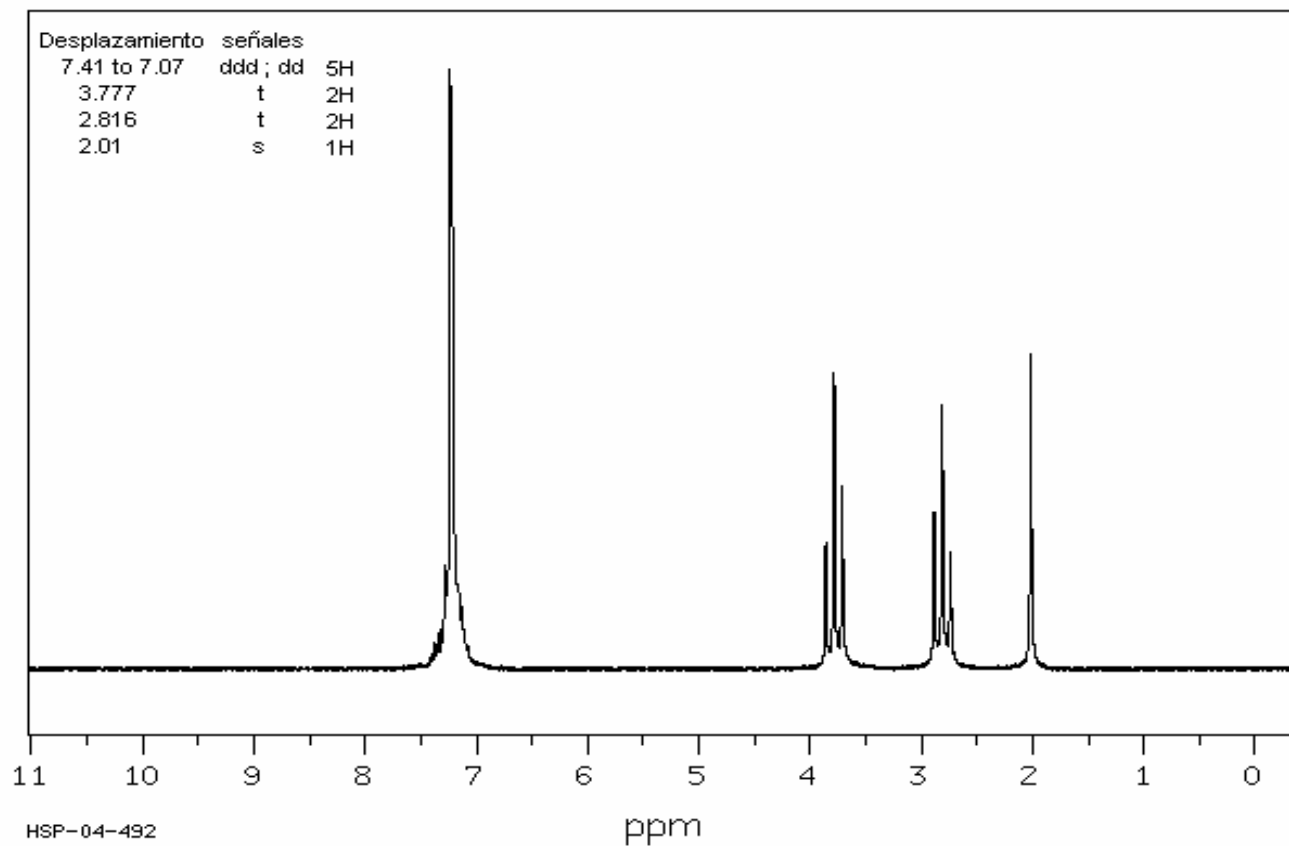
EM



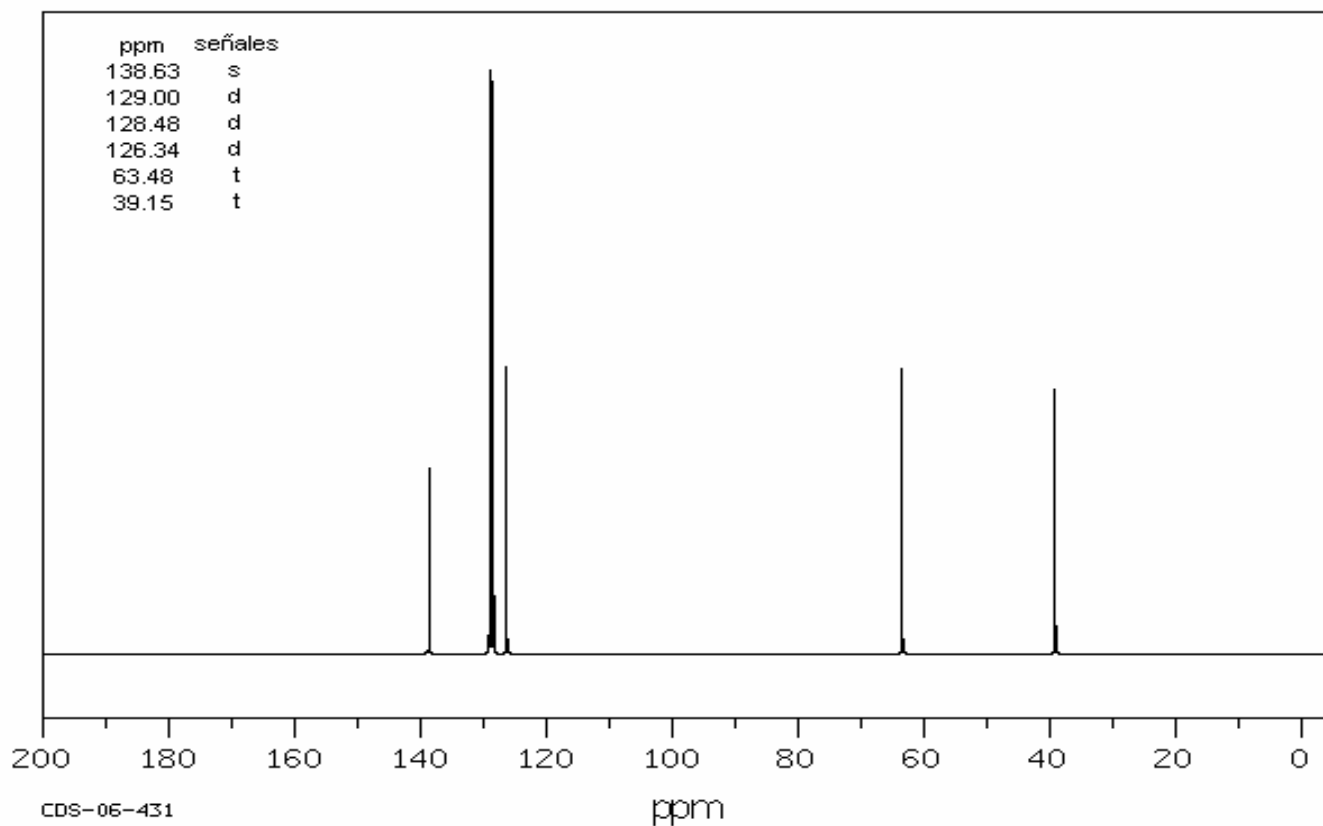
IR



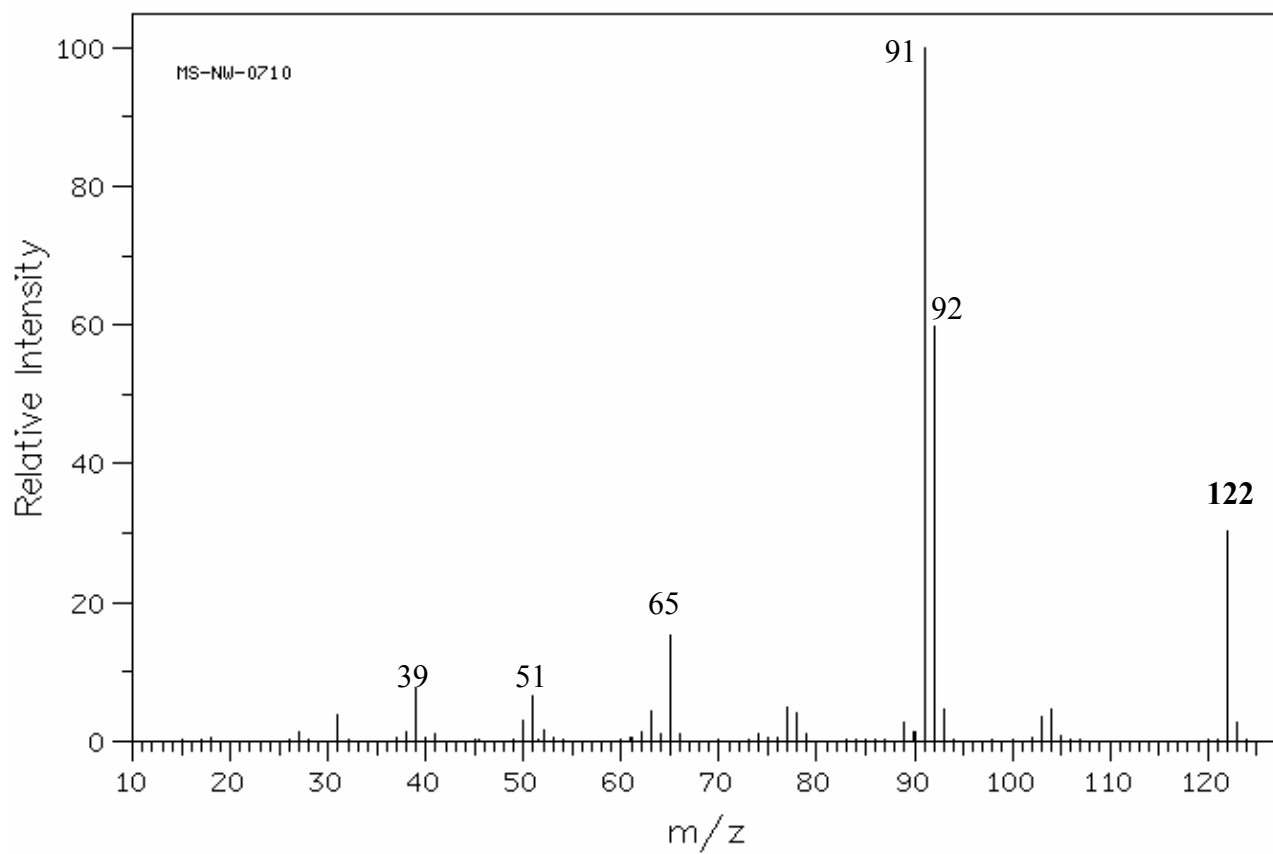
NMR-H1



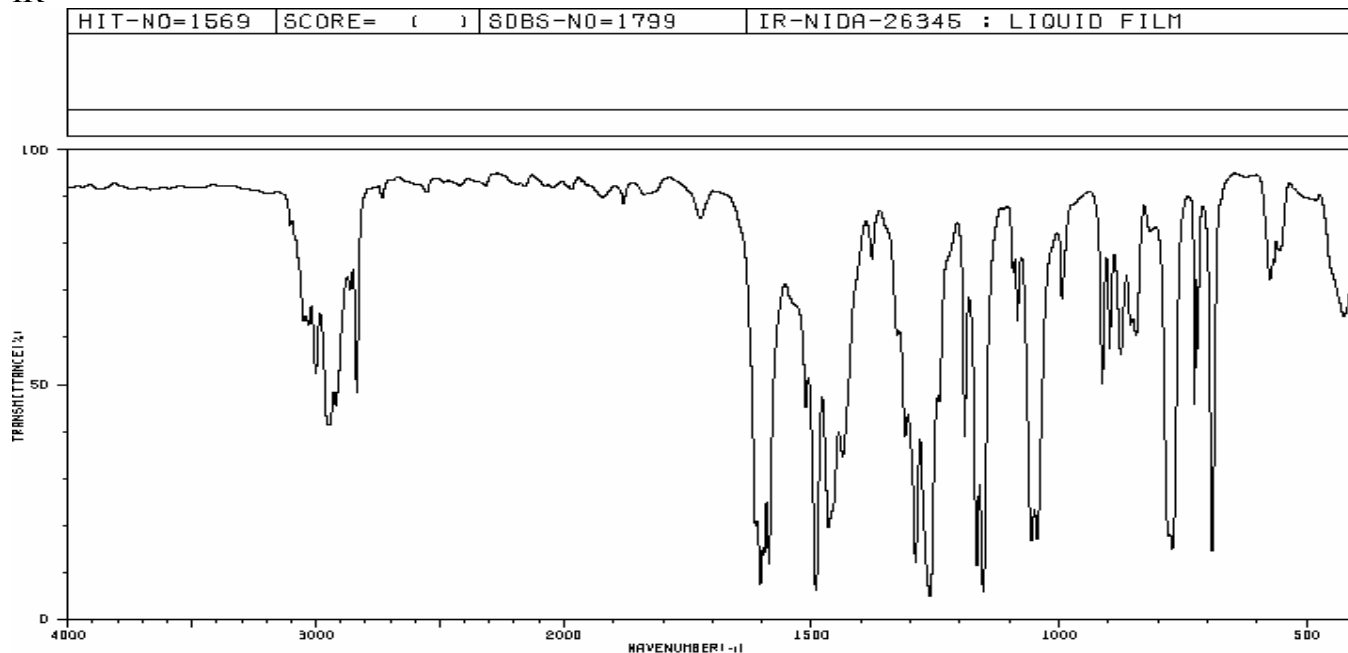
NMR-C13



EM

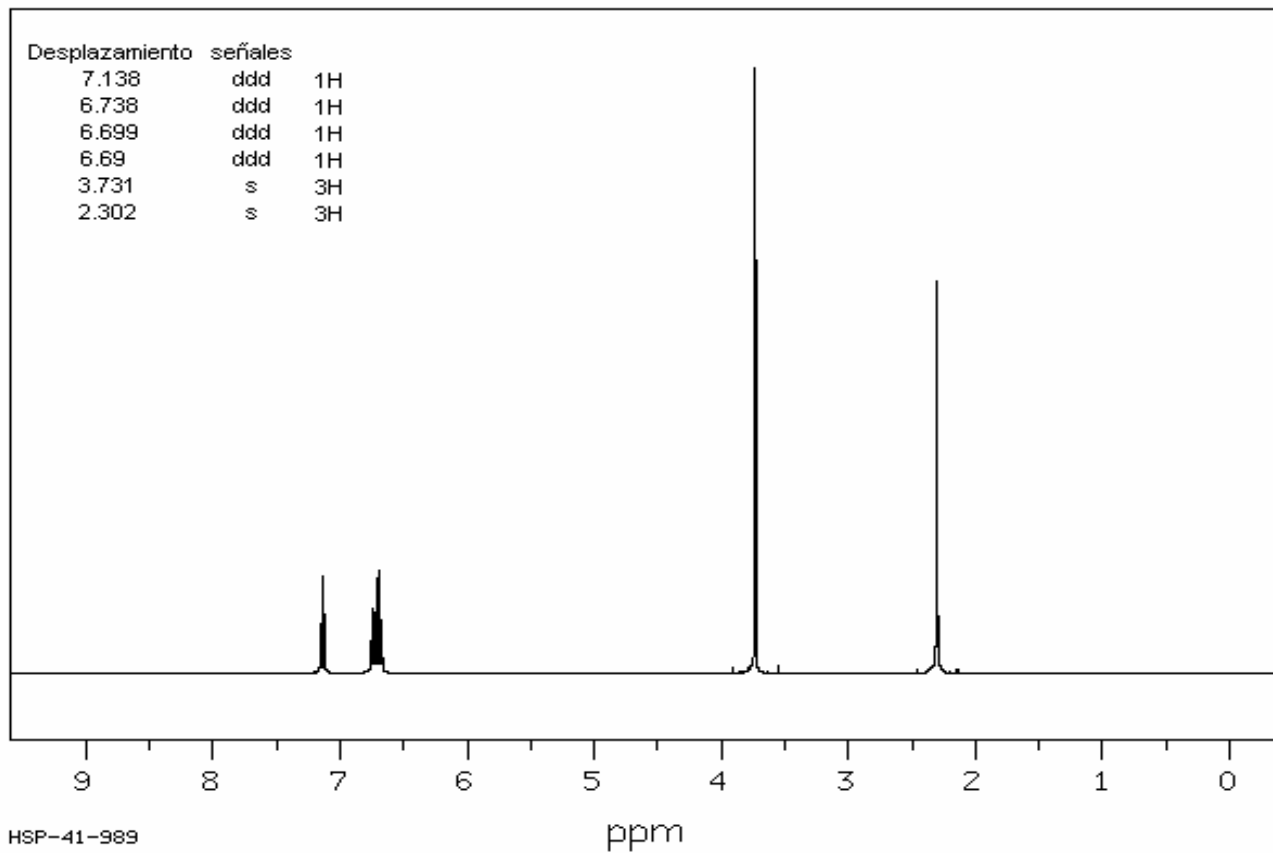


IR

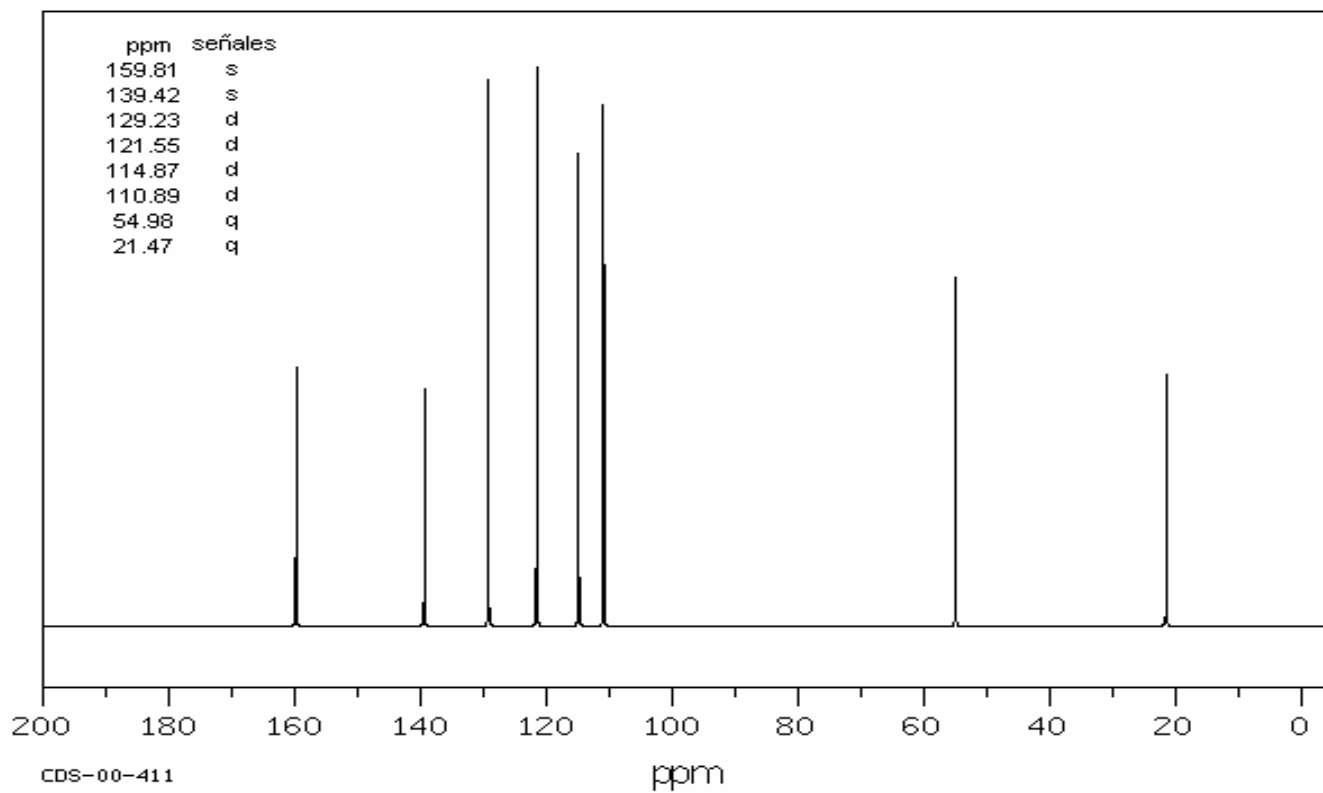


3050	60	1604	7	1311	37	1084	60	846	58	
3029	60	1596	13	1290	11	1056	16	778	17	
3001	50	1588	11	1261	4	1044	15	771	14	
2964	39	1612	43	1242	44	913	47	726	43	
2921	43	1492	6	1191	37	898	55	720	55	
2855	46	1468	18	1167	10	876	59	691	13	
1614	19	1438	33	1154	5	856	60	426	62	

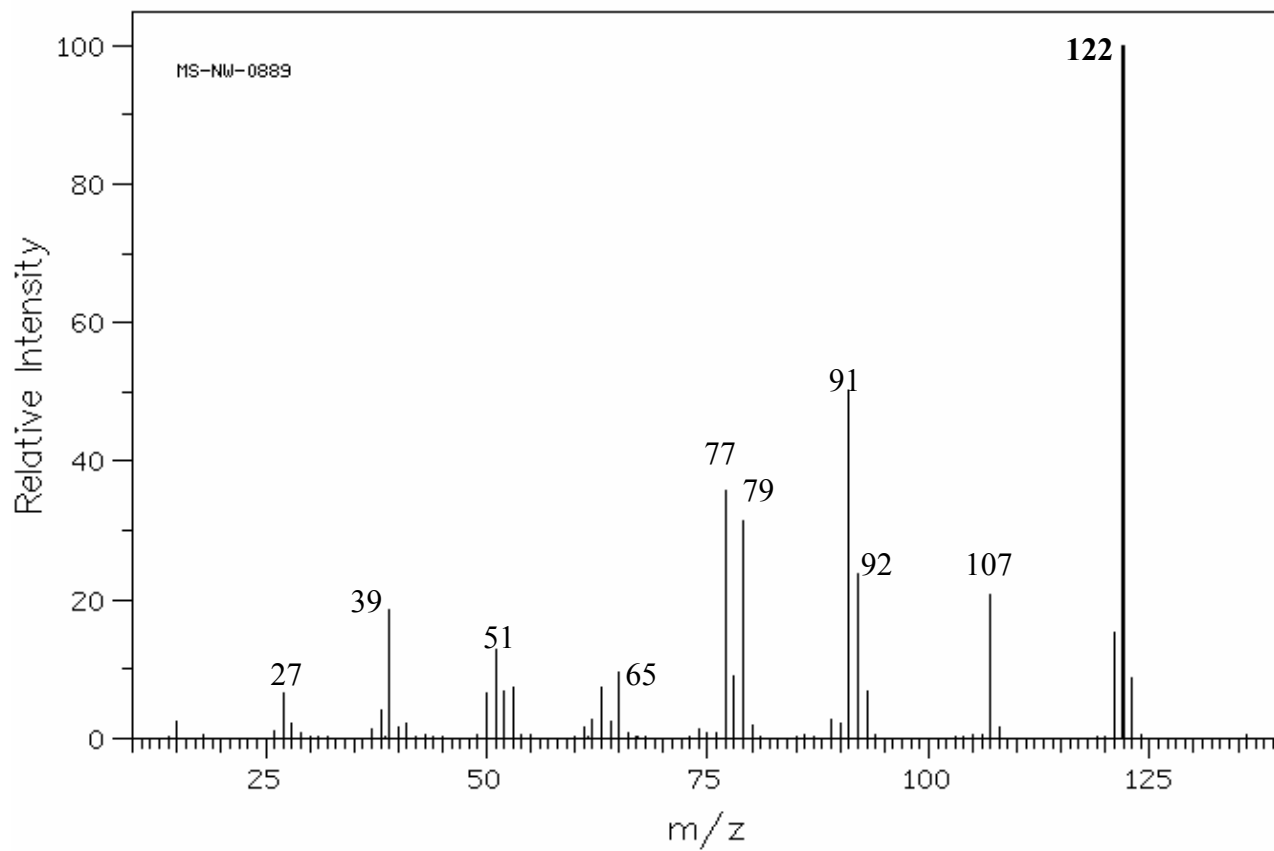
NMR-H1



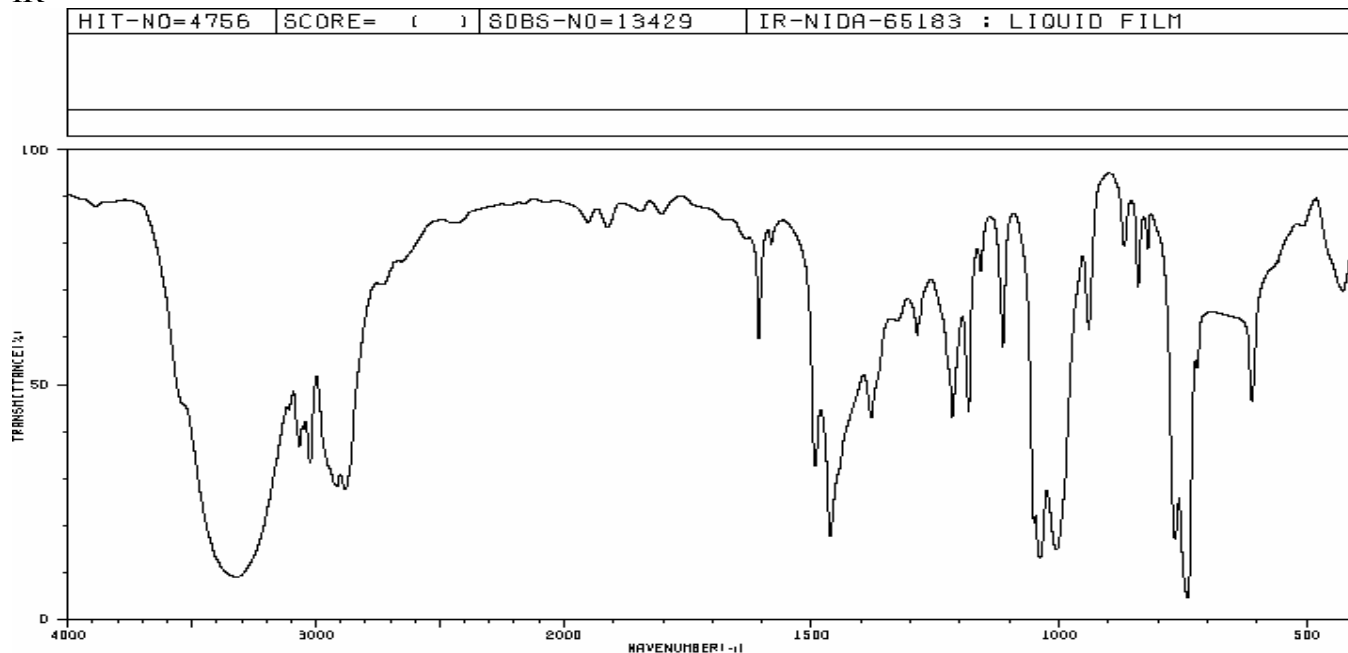
NMR-C13



EM

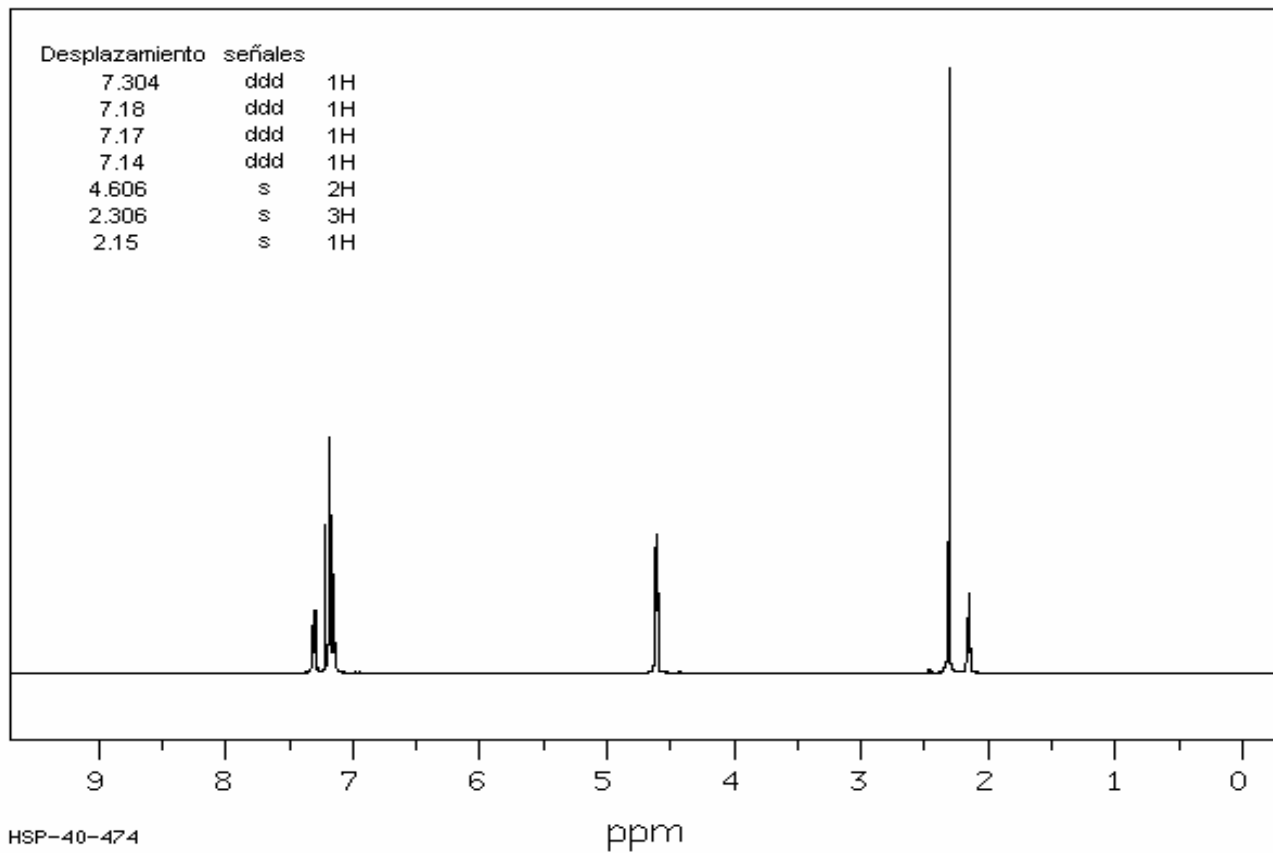


IR

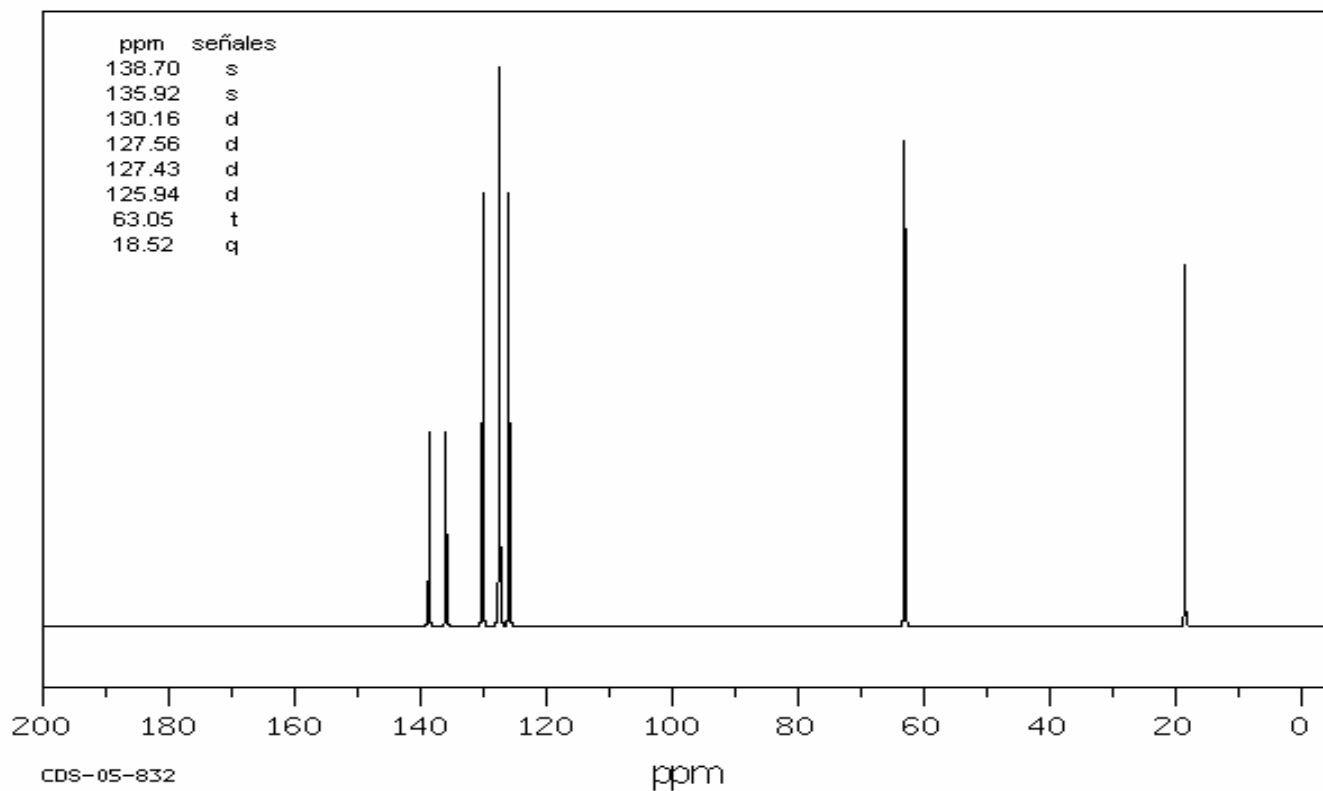


3328	9	1951	81	1492	32	1113	57	821	77
3317	9	1911	81	1462	17	1051	20	766	17
3067	36	1850	84	1379	42	1038	19	741	4
3048	39	1845	84	1287	58	1005	14	721	52
3023	33	1804	84	1216	42	940	60	611	44
2316	27	1608	58	1163	43	859	77	428	56
2883	27	1581	77	1158	72	840	68		

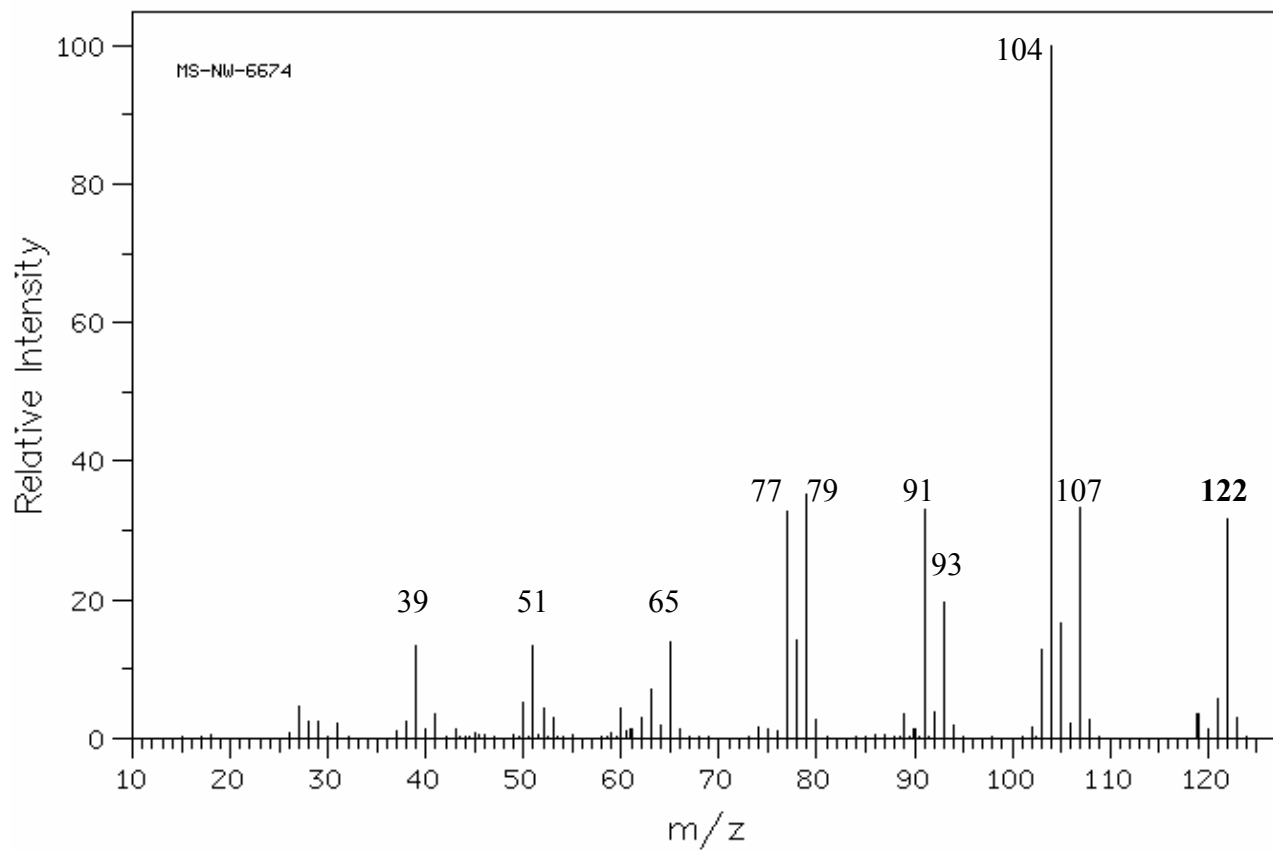
NMR-H1



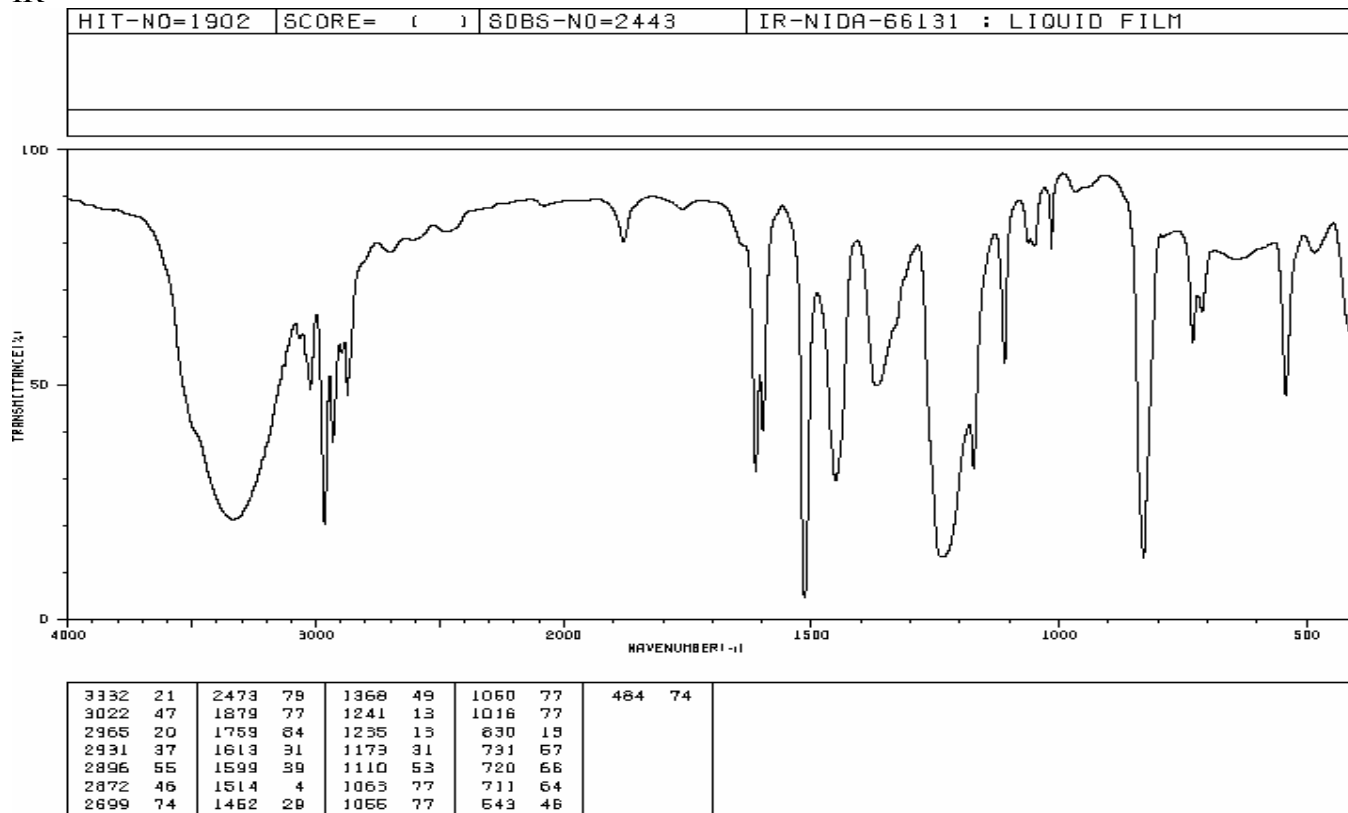
NMR-C13



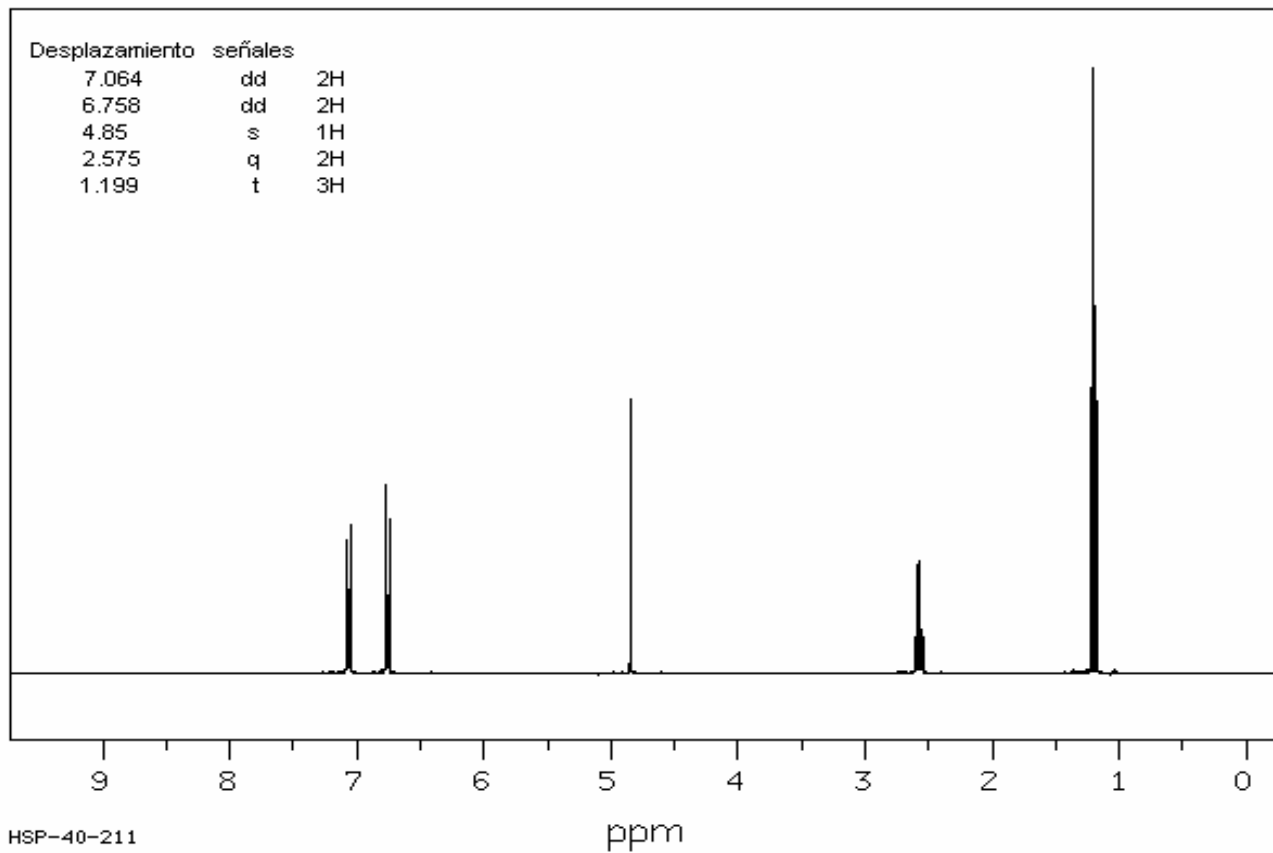
EM



IR

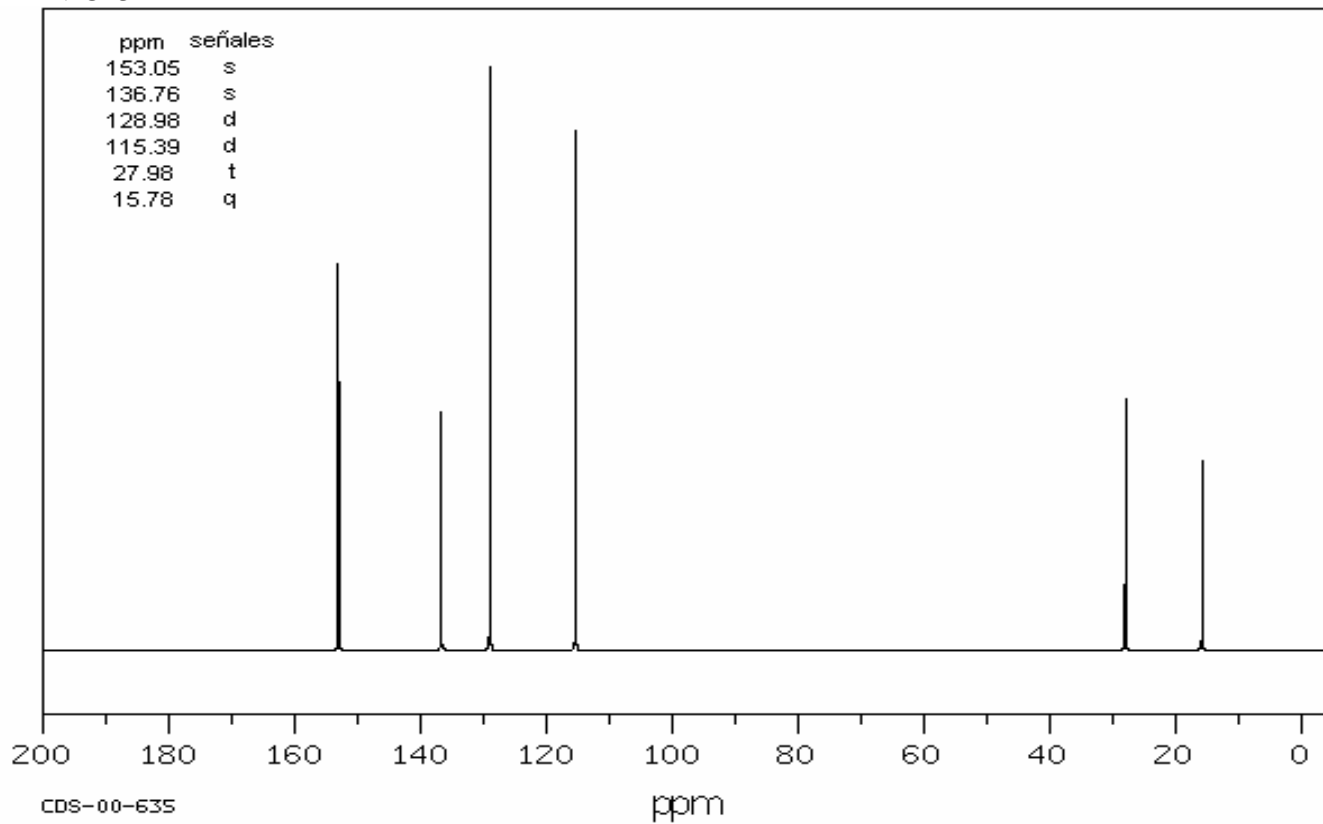


RMN-H1

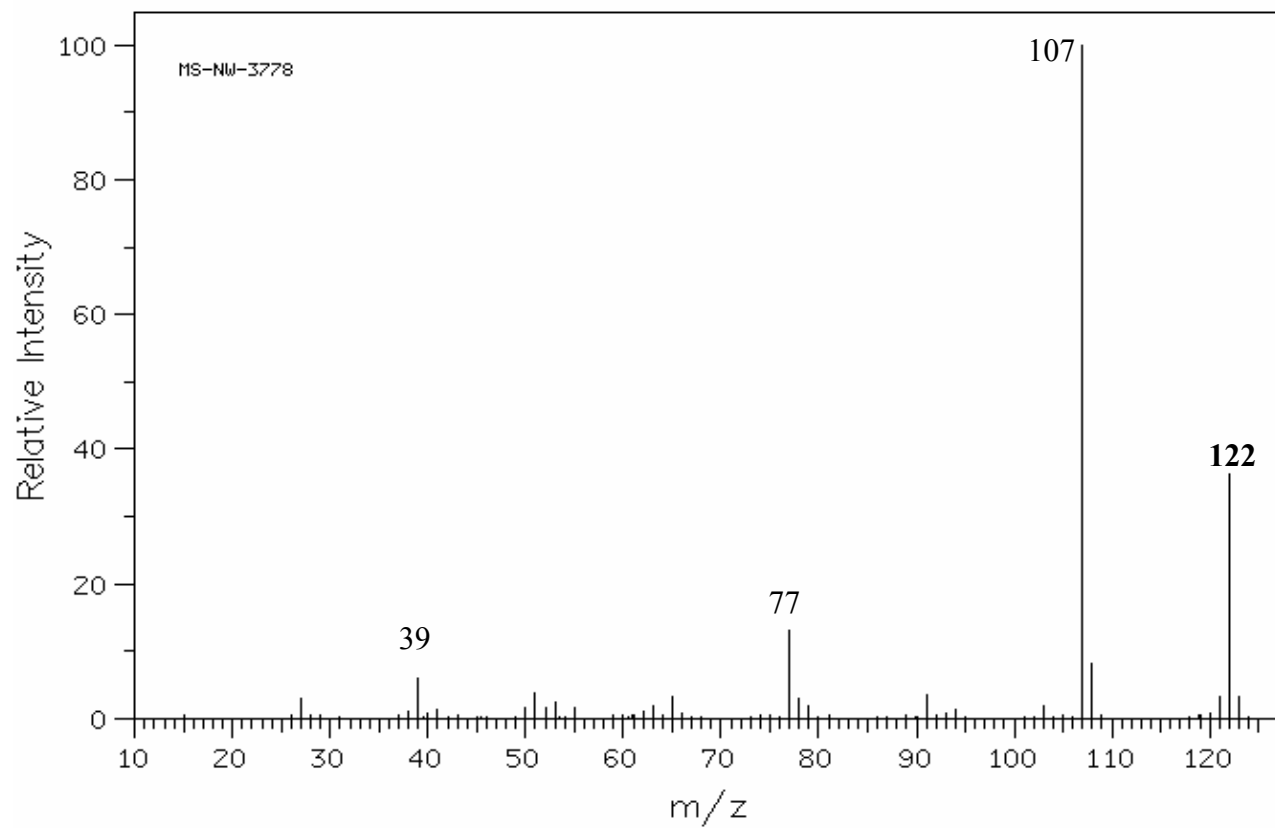


HSP-40-211

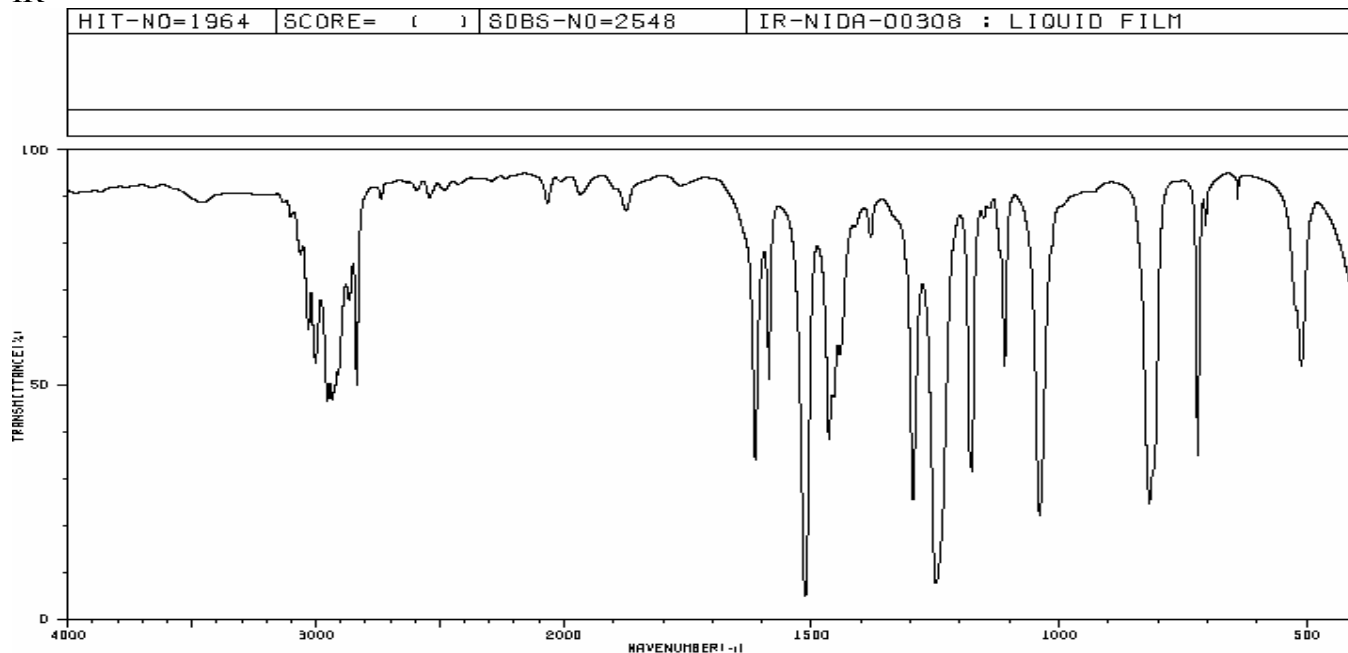
RMN-C13



EM

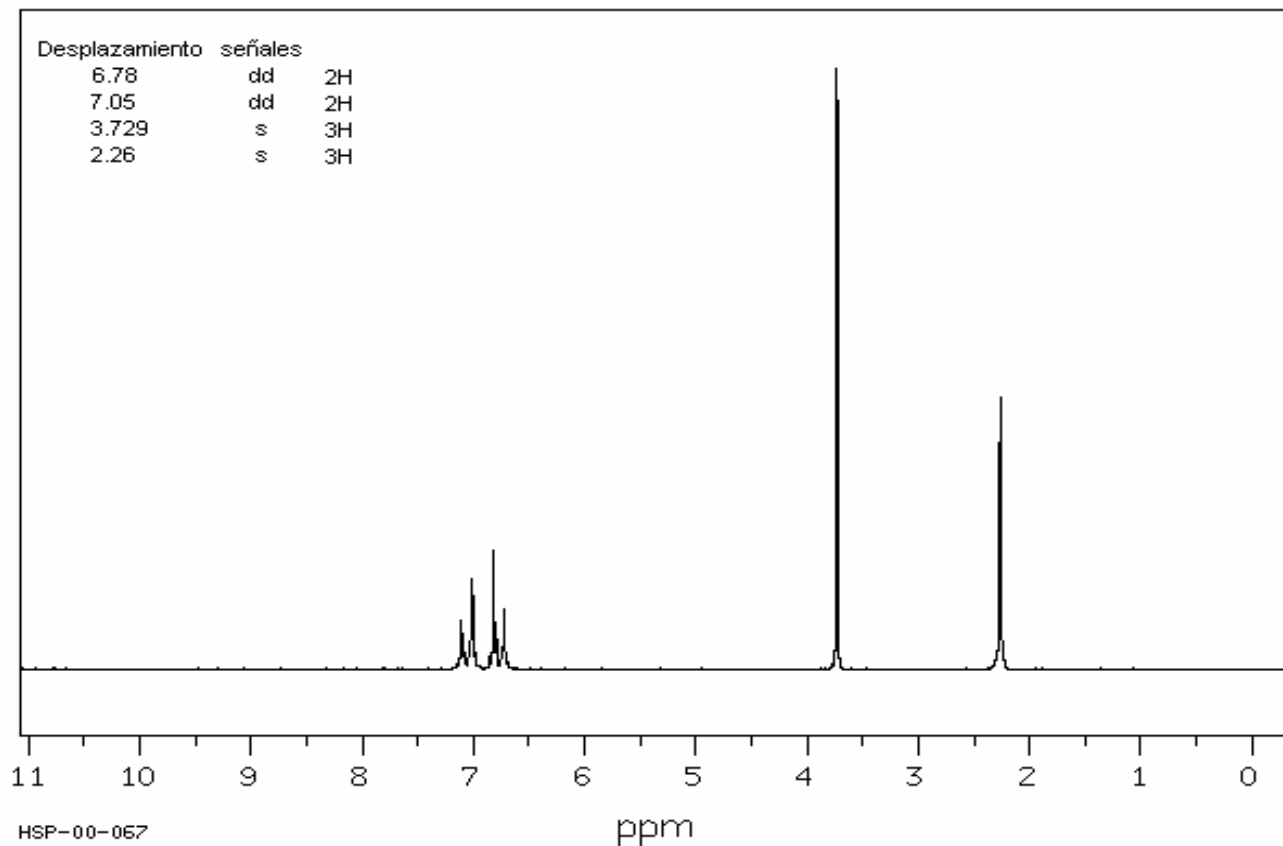


IR

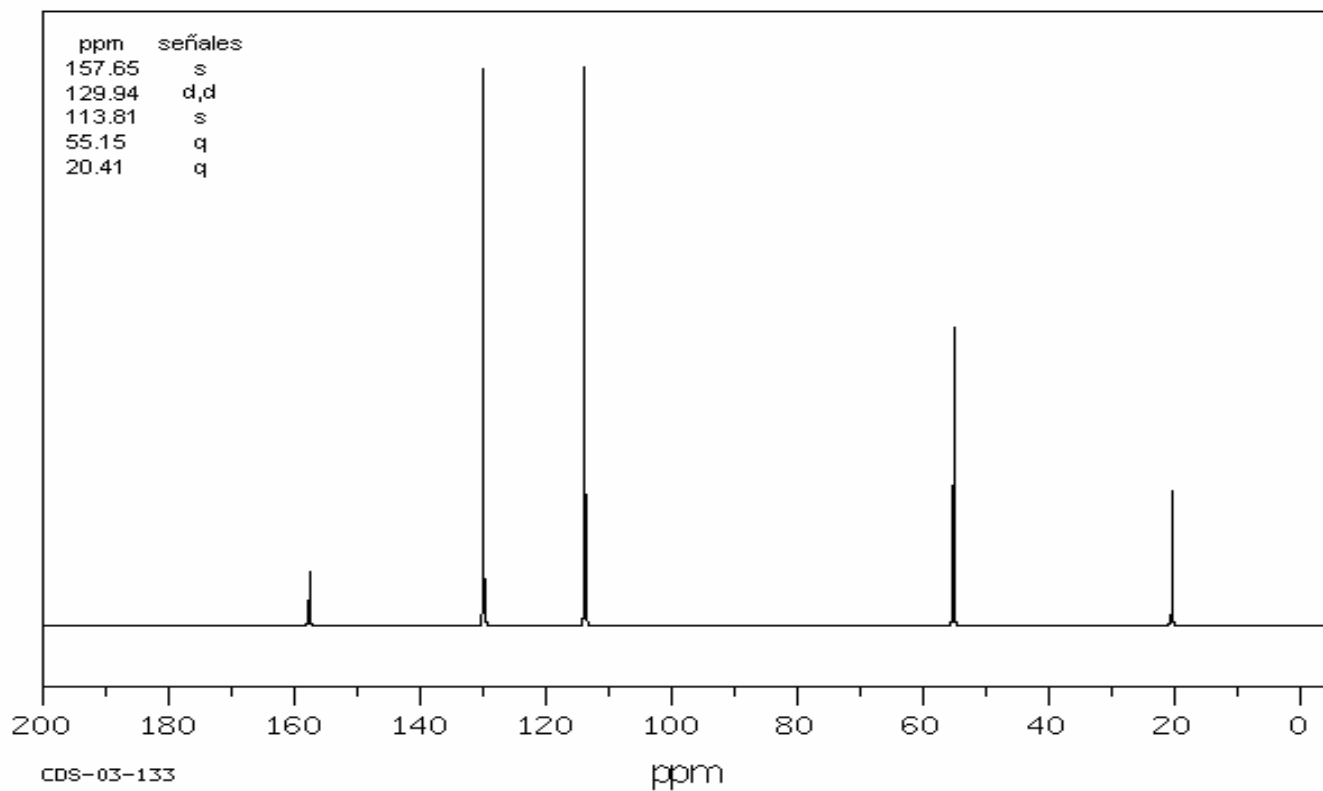


3473	86	2936	44	1674	84	1380	78	818	23
3462	86	2911	50	1614	32	1296	24	720	34
3452	86	2868	66	1586	49	1249	7	704	61
3062	74	2936	47	1613	4	1176	30	640	86
3031	58	2736	86	1465	37	1152	81	511	52
3002	52	2543	86	1456	46	1110	52		
2953	44	2066	84	1444	63	1039	21		

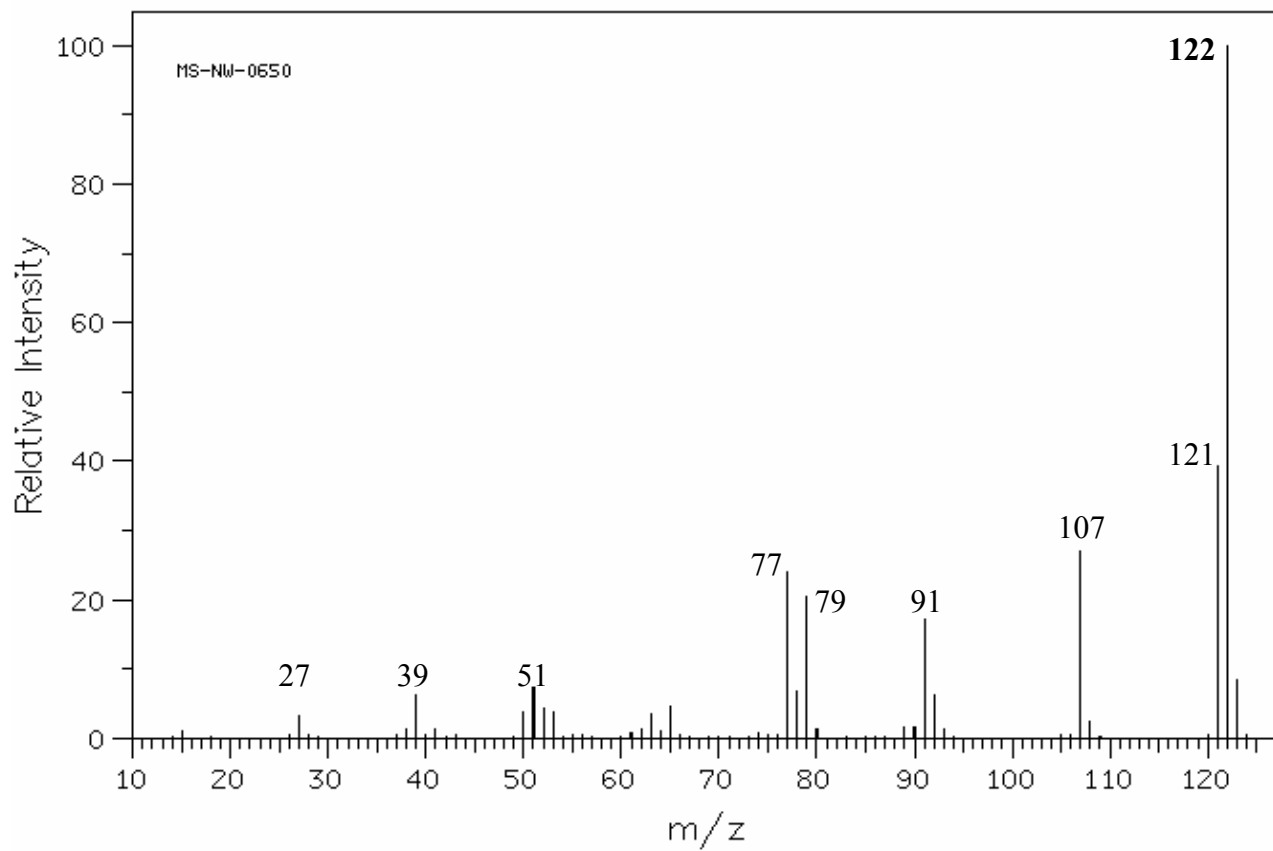
NMR-H1



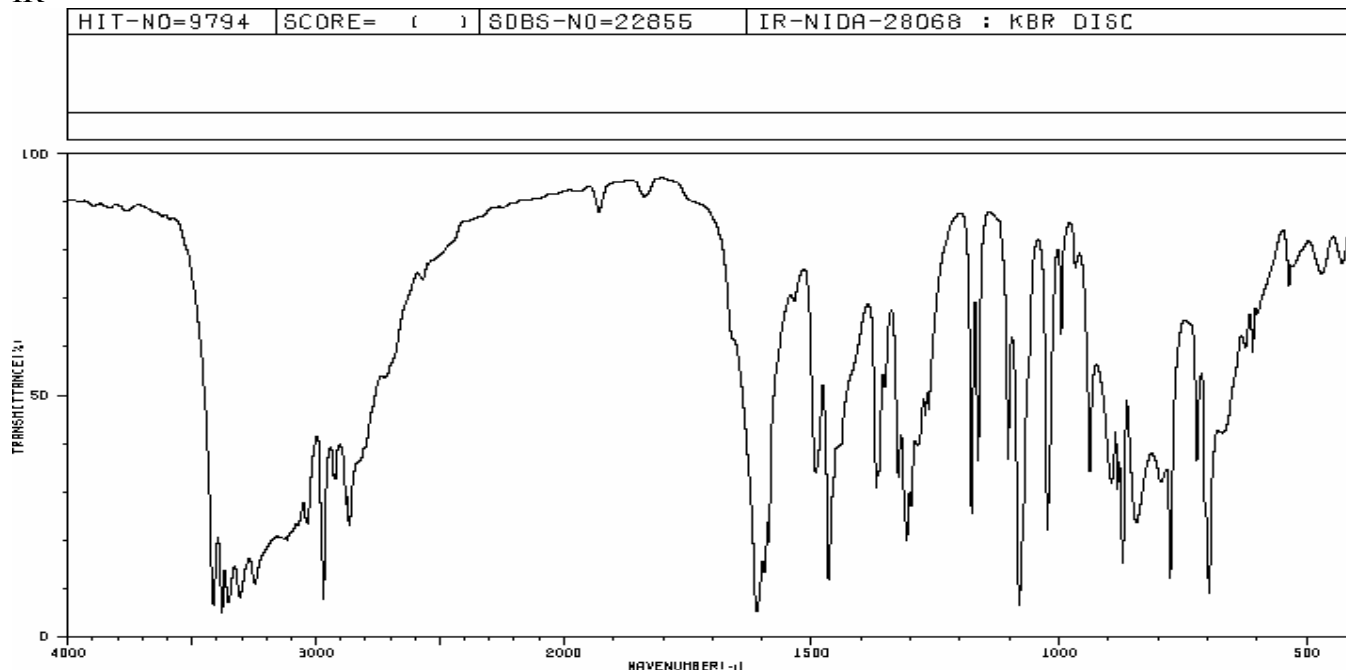
NMR-C13



EM

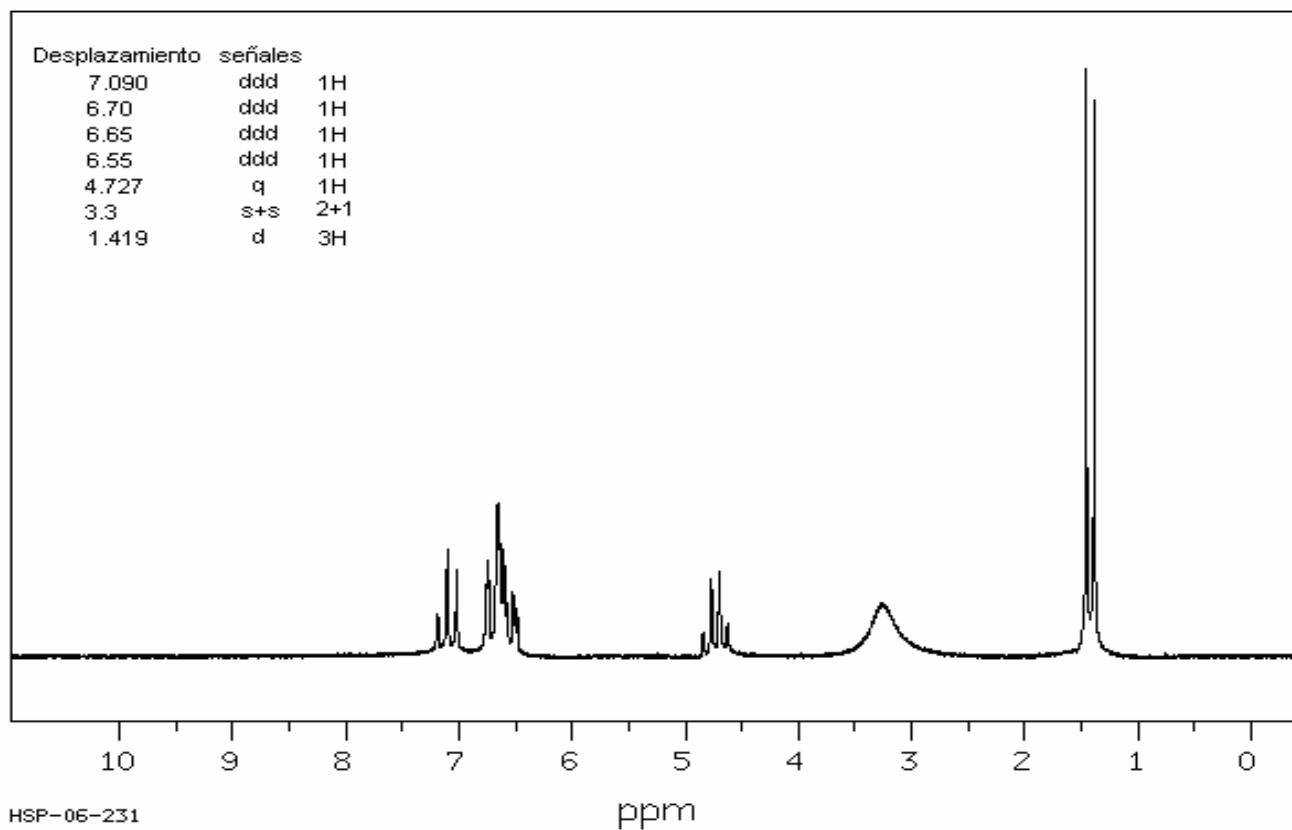


IR



3413	6	2959	7	1492	32	1155	35	871	14
3379	4	2921	31	1466	11	1103	35	844	22
3351	6	2879	25	1369	29	1081	5	795	31
3307	7	2866	21	1325	31	1023	21	776	11
3246	10	1611	4	1308	19	938	33	722	35
3032	22	1595	12	1299	26	884	30	706	23
2981	26	1586	18	1177	24	882	28	697	8

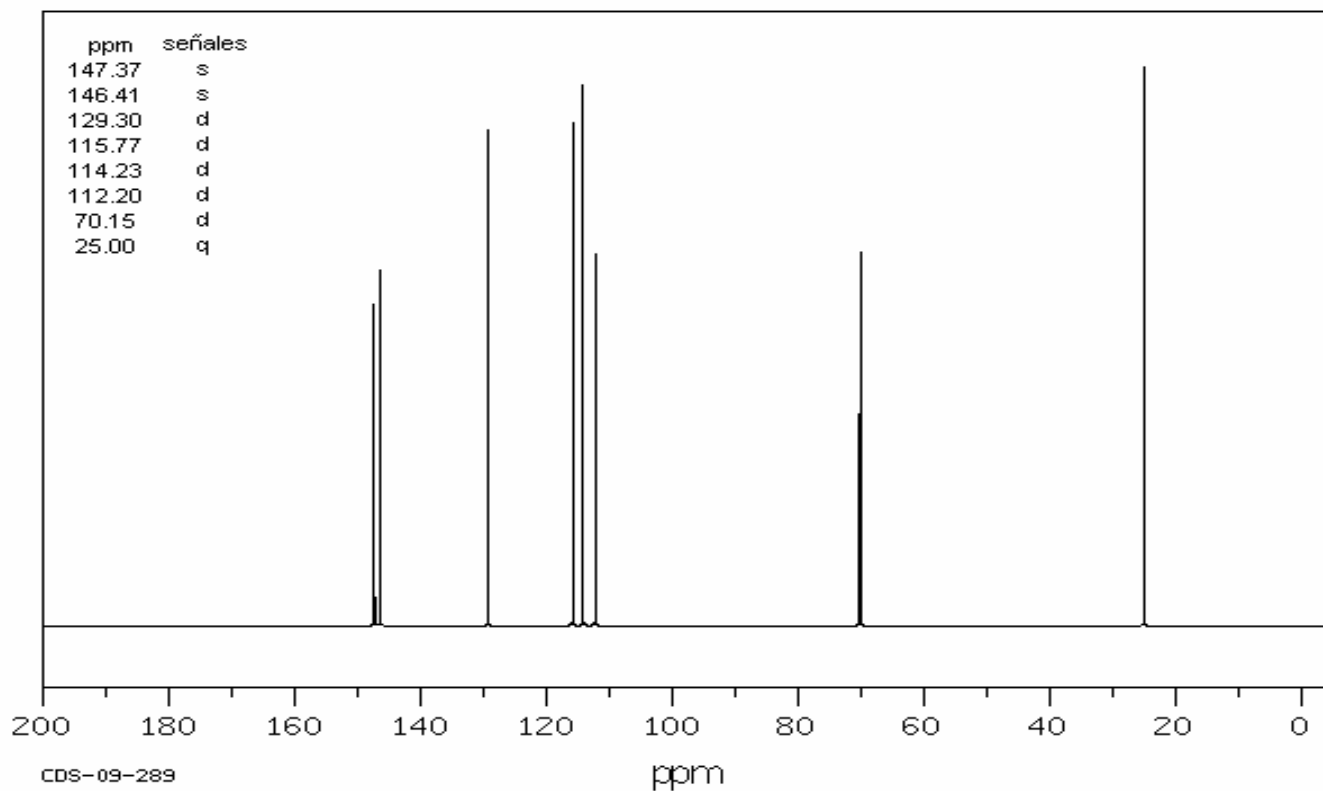
RMN-H1



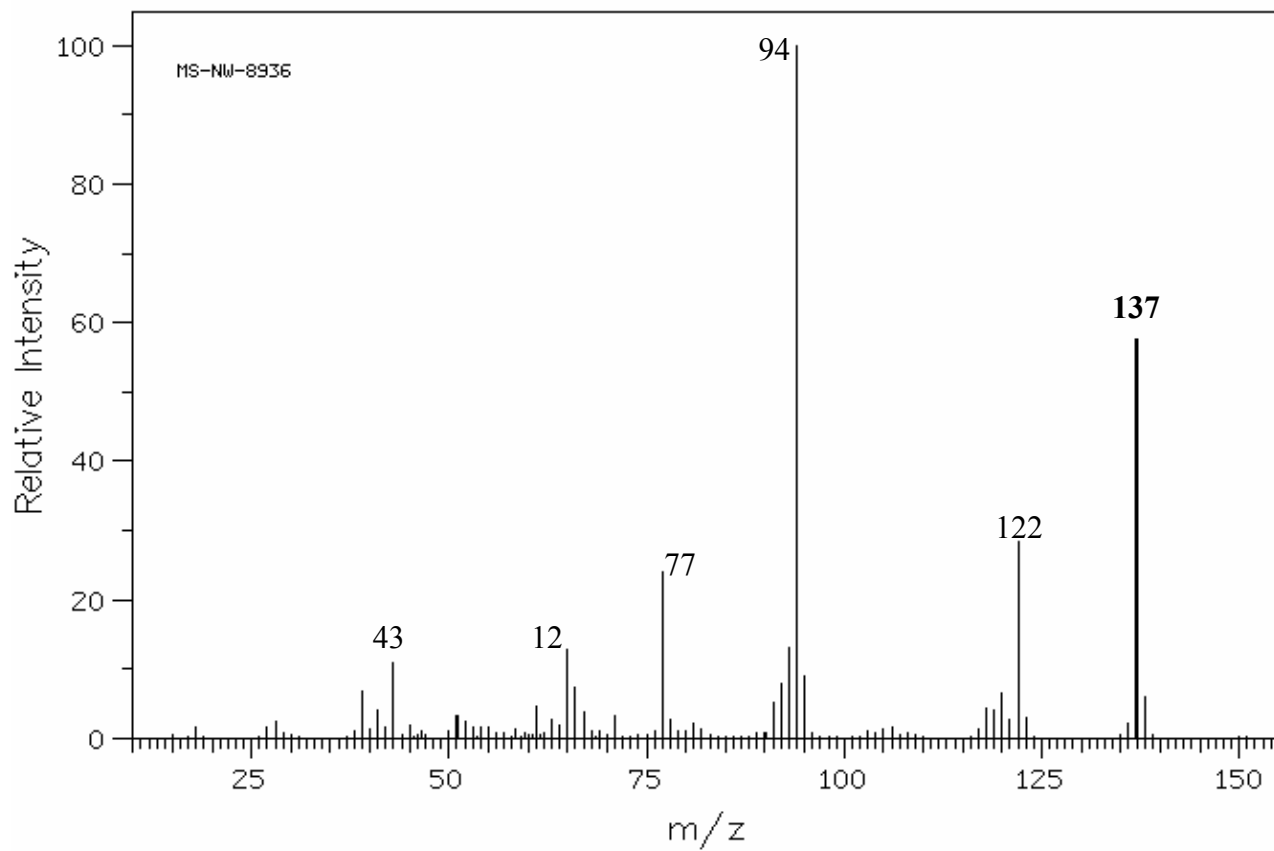
HSP-06-231

ppm

RMN-C13

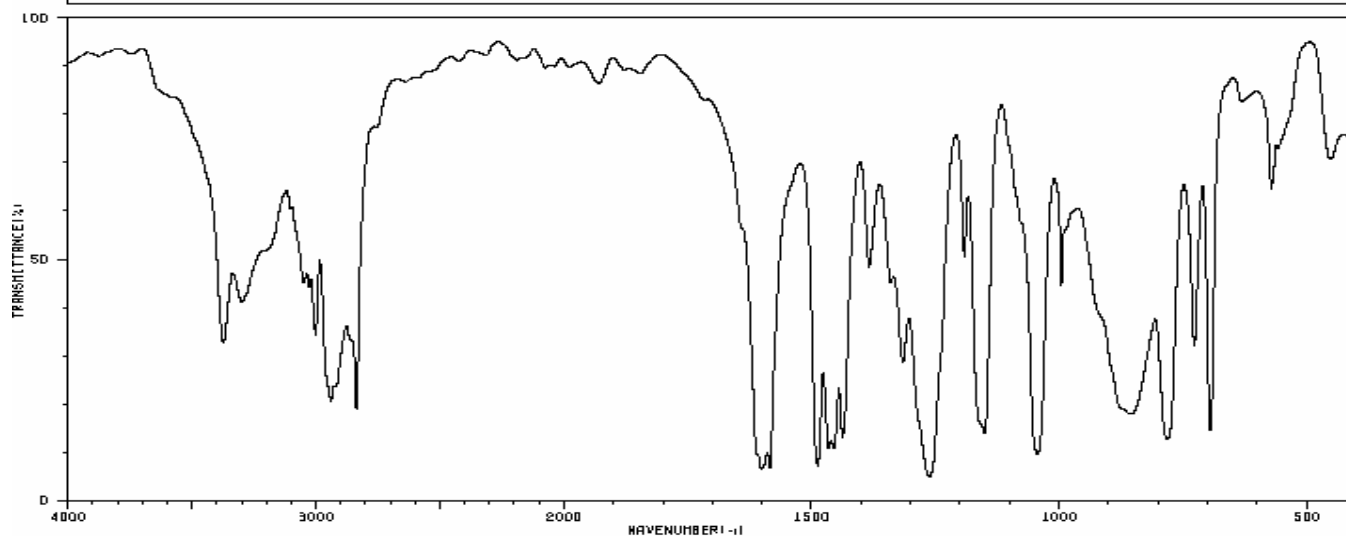


EM



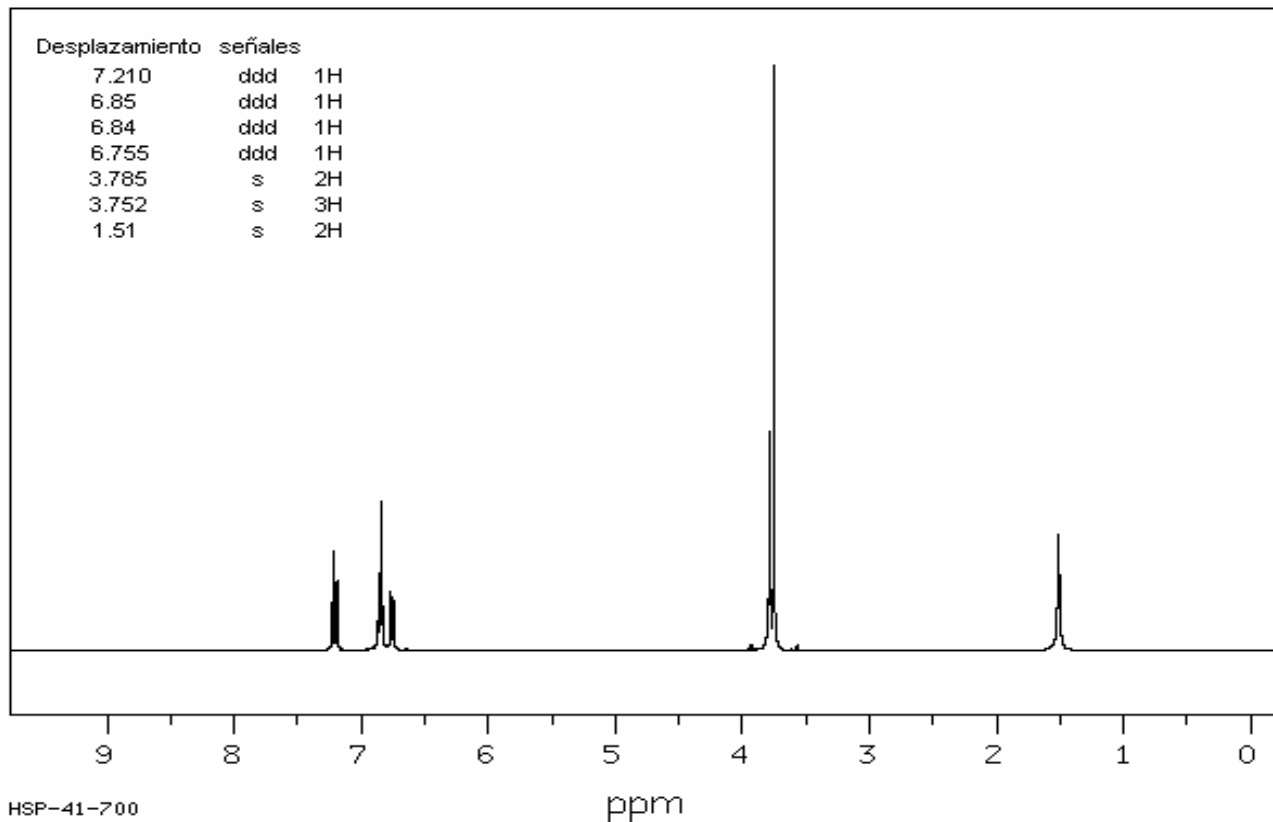
IR

HIT-NO=4744	SCORE= ()	SDBS-NO=13392	IR-NIDA-26021 : LIQUID FILM
-------------	------------	---------------	-----------------------------



3373	31	2920	22	1488	7	1262	4	782	12		
3299	39	2857	32	1466	10	1192	49	727	31		
3049	43	2838	18	1455	10	1151	19	695	13		
3027	42	2075	86	1438	12	1044	9	632	79		
3002	33	1930	84	1384	46	995	42	572	62		
2952	22	1801	6	1340	43	860	17	558	70		
2940	20	1684	6	1316	27	856	17	453	68		

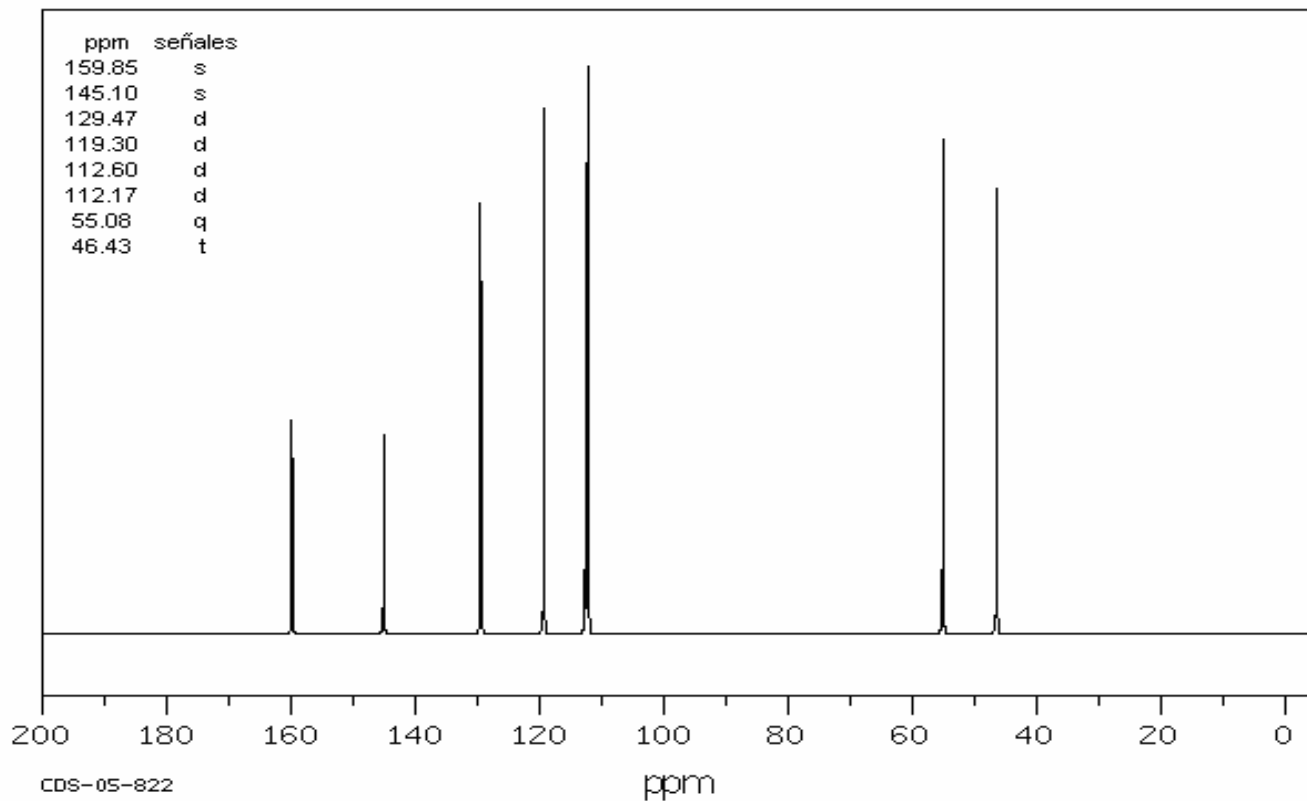
RMN-H1



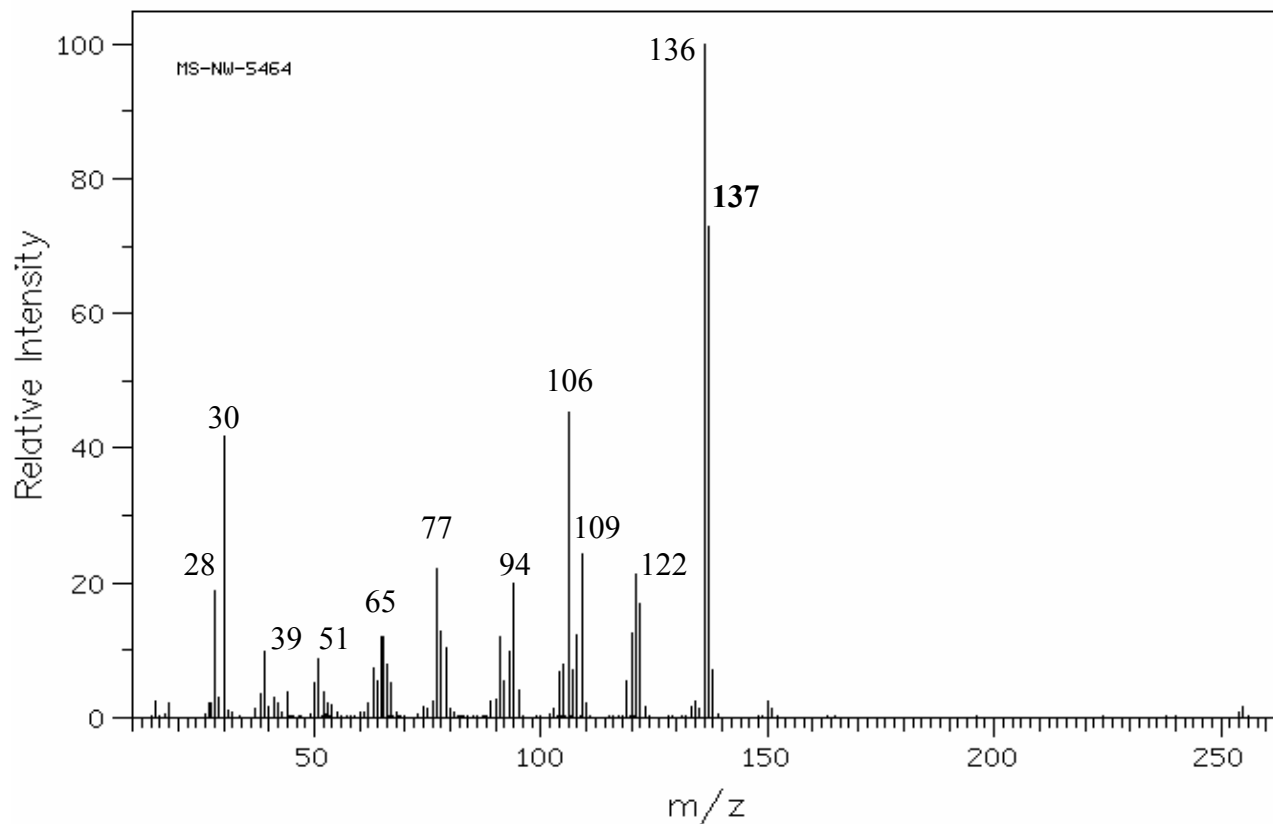
HSP-41-700

ppm

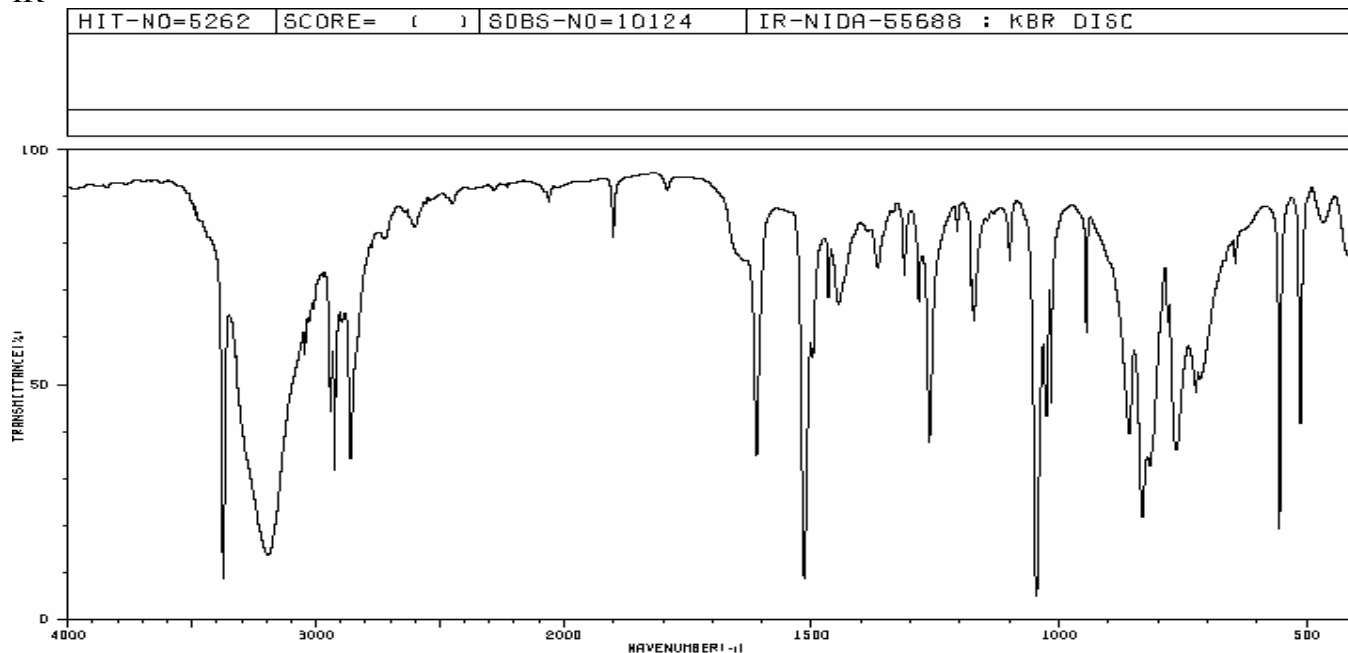
RMN-C13



EM

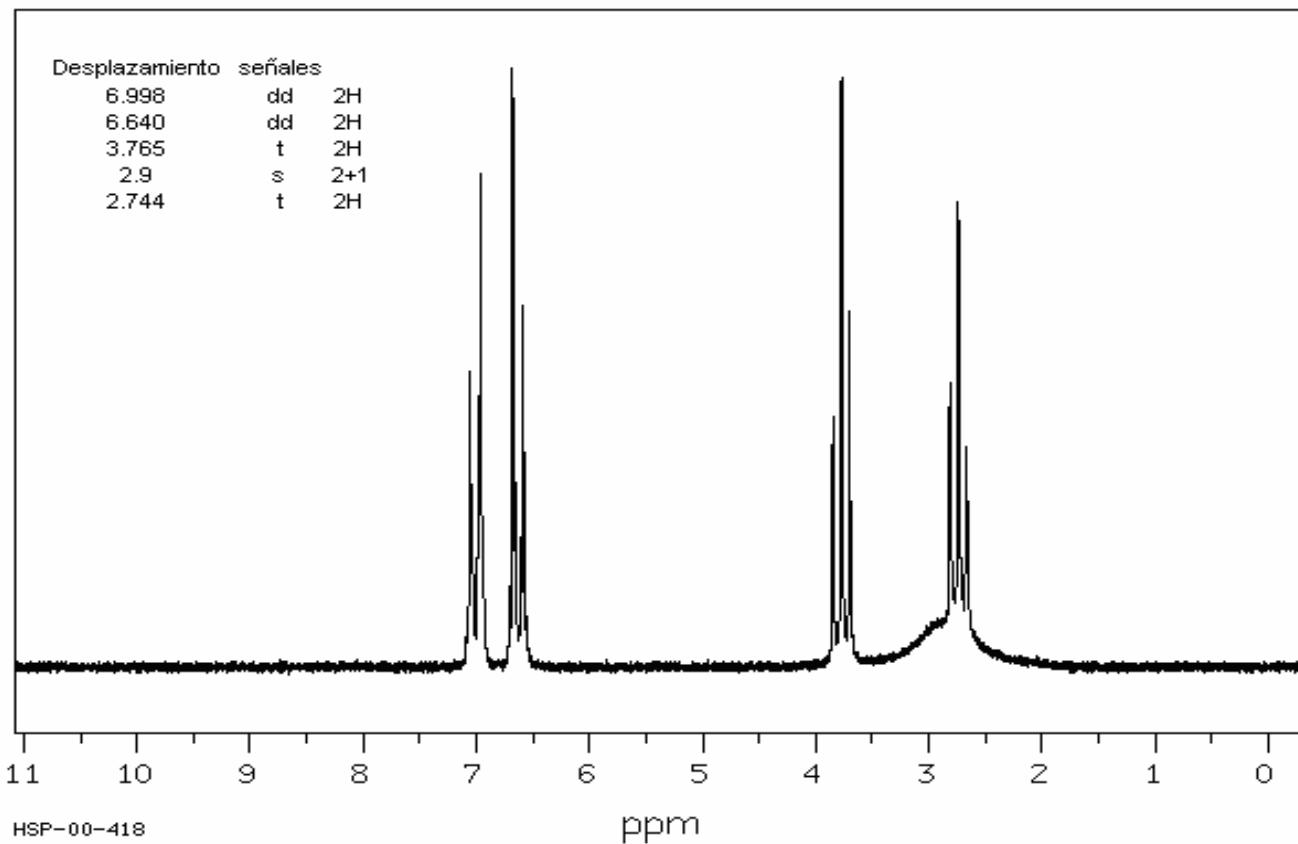


IR

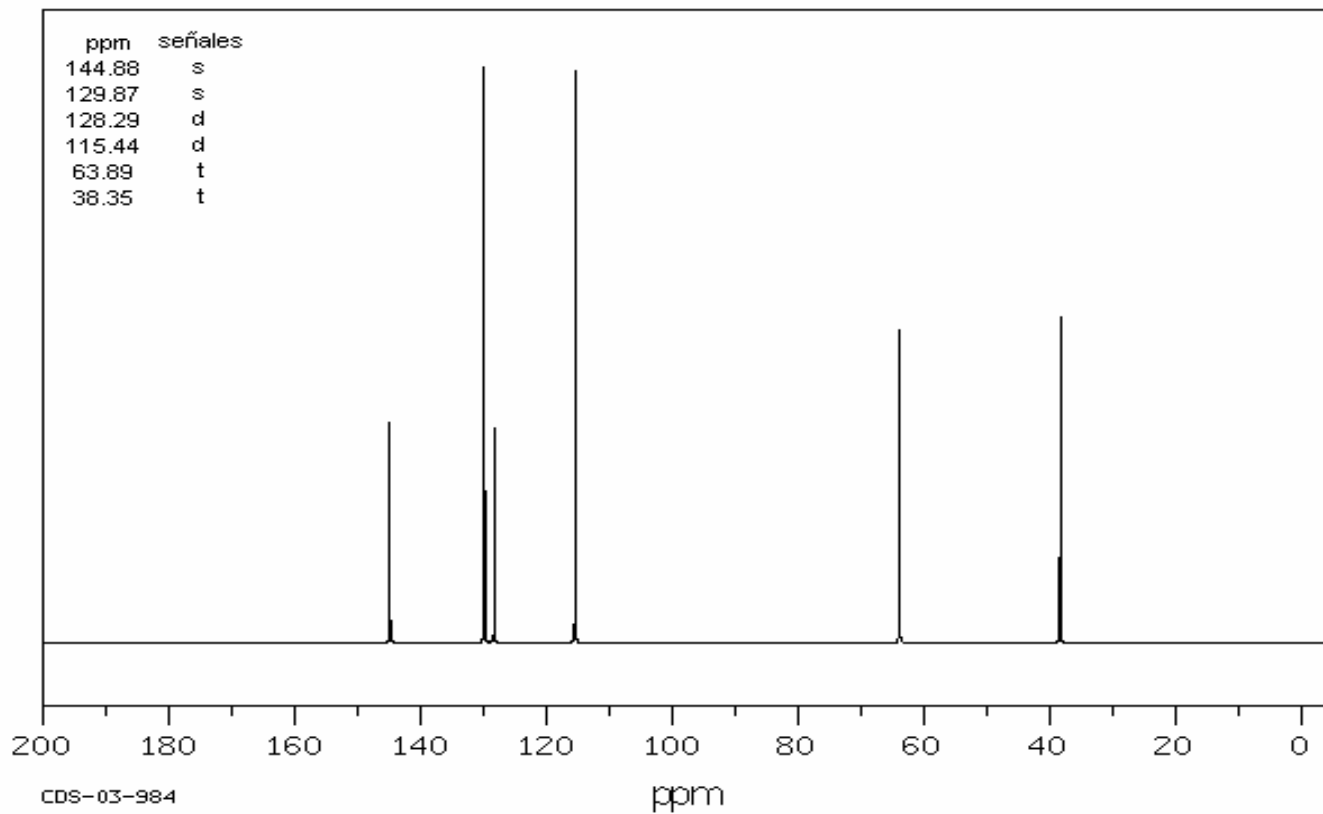


3373	8	2850	39	1366	72	1046	4	781	50
3194	13	2846	50	1313	70	1025	42	763	35
3045	55	1611	34	1284	86	1016	44	724	46
3008	64	1616	8	1262	36	946	68	716	49
2941	43	1498	53	1178	68	858	38	645	72
2925	31	1468	66	1172	82	832	21	555	16
2896	60	1446	64	1100	74	816	32	613	41

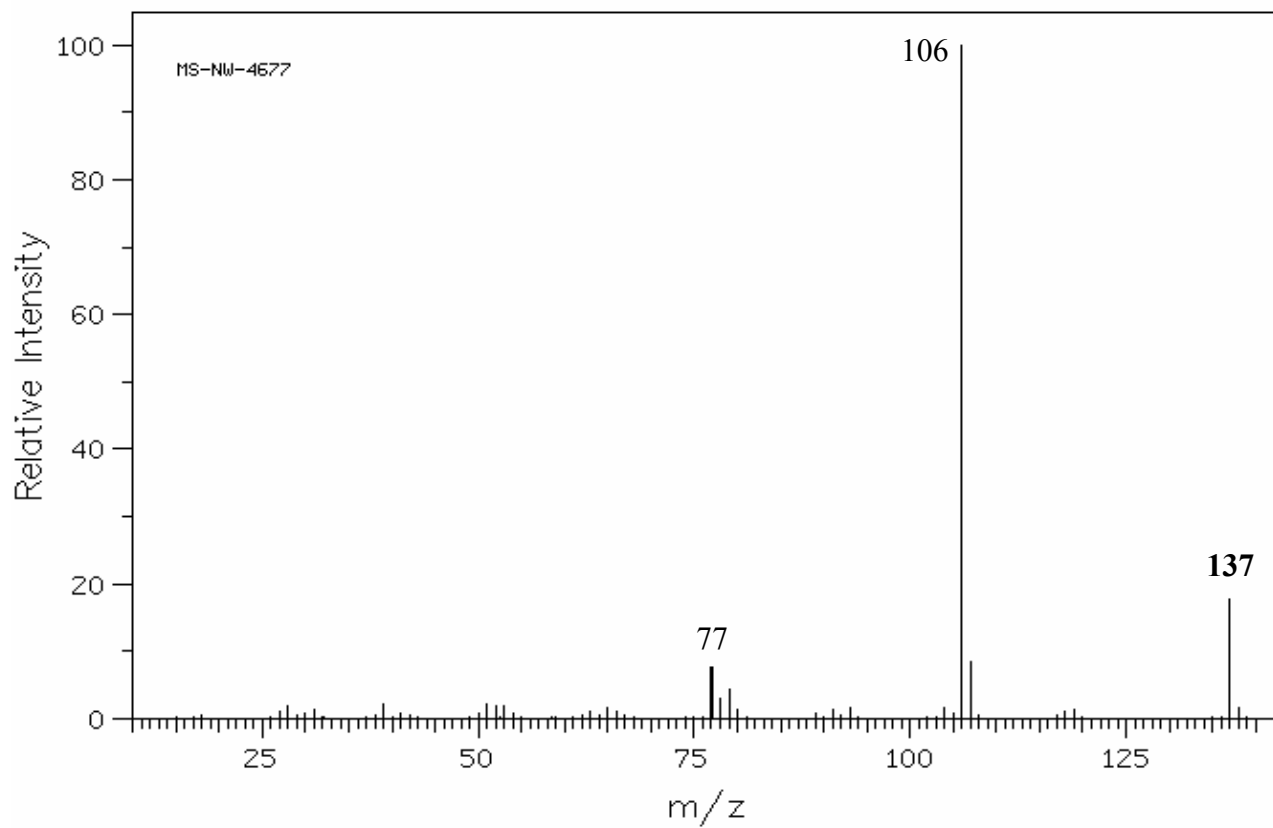
RMN-H1



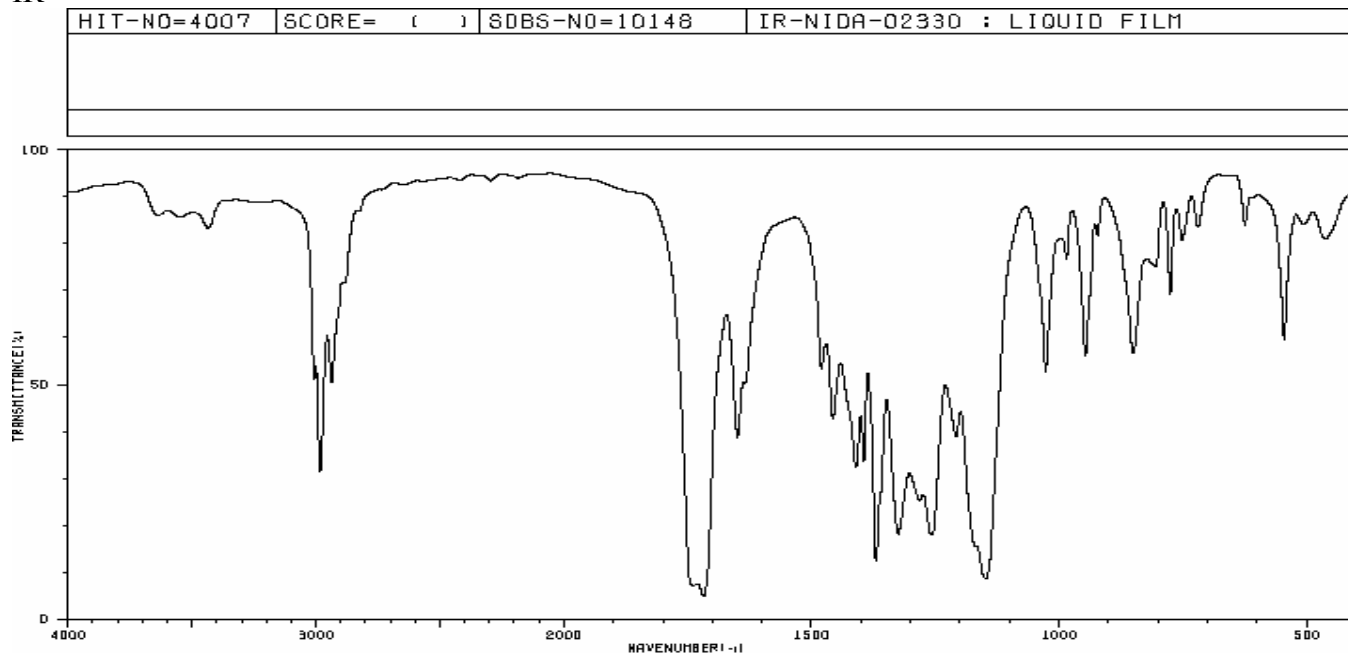
RMN-C13



EM

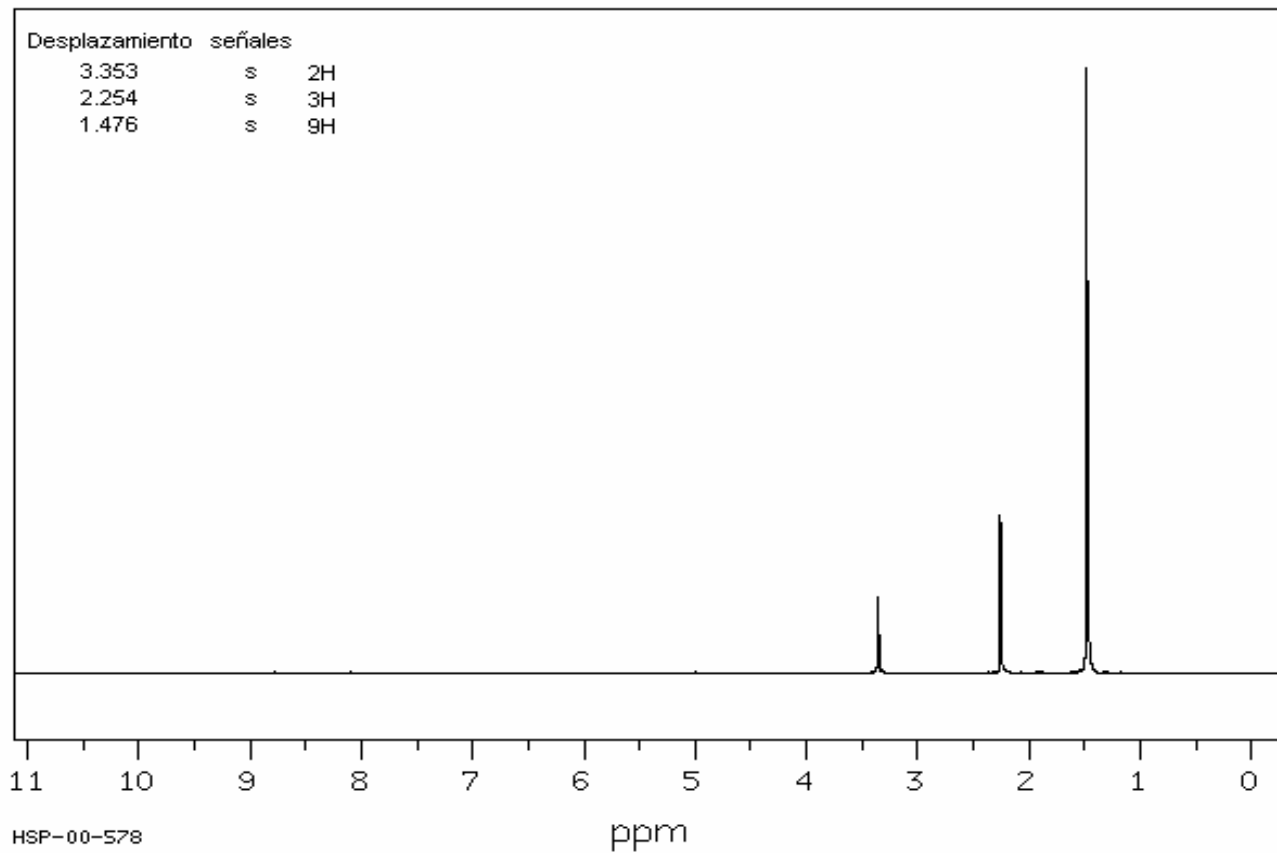


IR

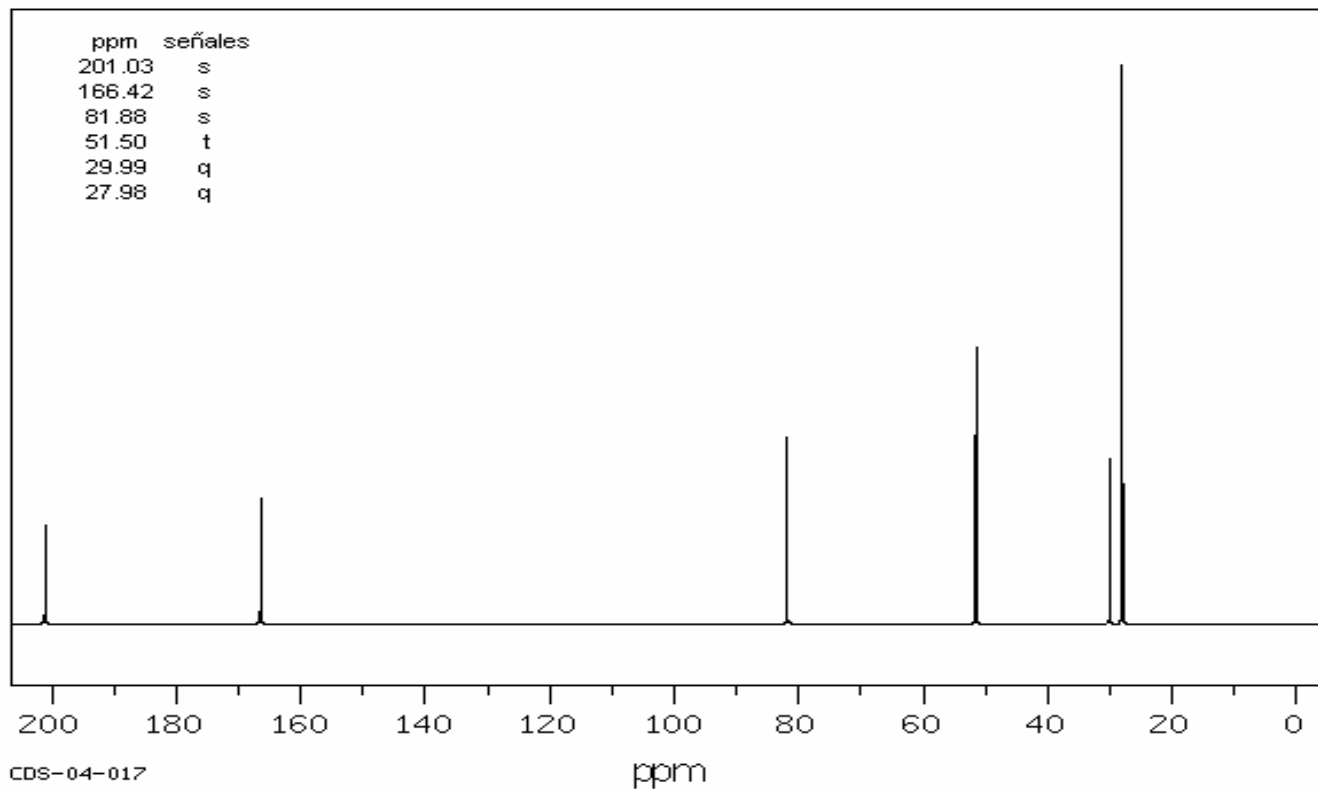


3547	81	1650	37	1325	17	947	53	720	81
3434	79	1634	49	1282	23	938	66	626	81
3007	49	1480	52	1258	17	922	79	546	57
2982	30	1456	41	1209	37	860	65	607	81
2936	49	1411	31	1149	8	806	72	463	79
1751	7	1395	32	1027	50	776	66		
1717	4	1370	12	985	74	762	77		

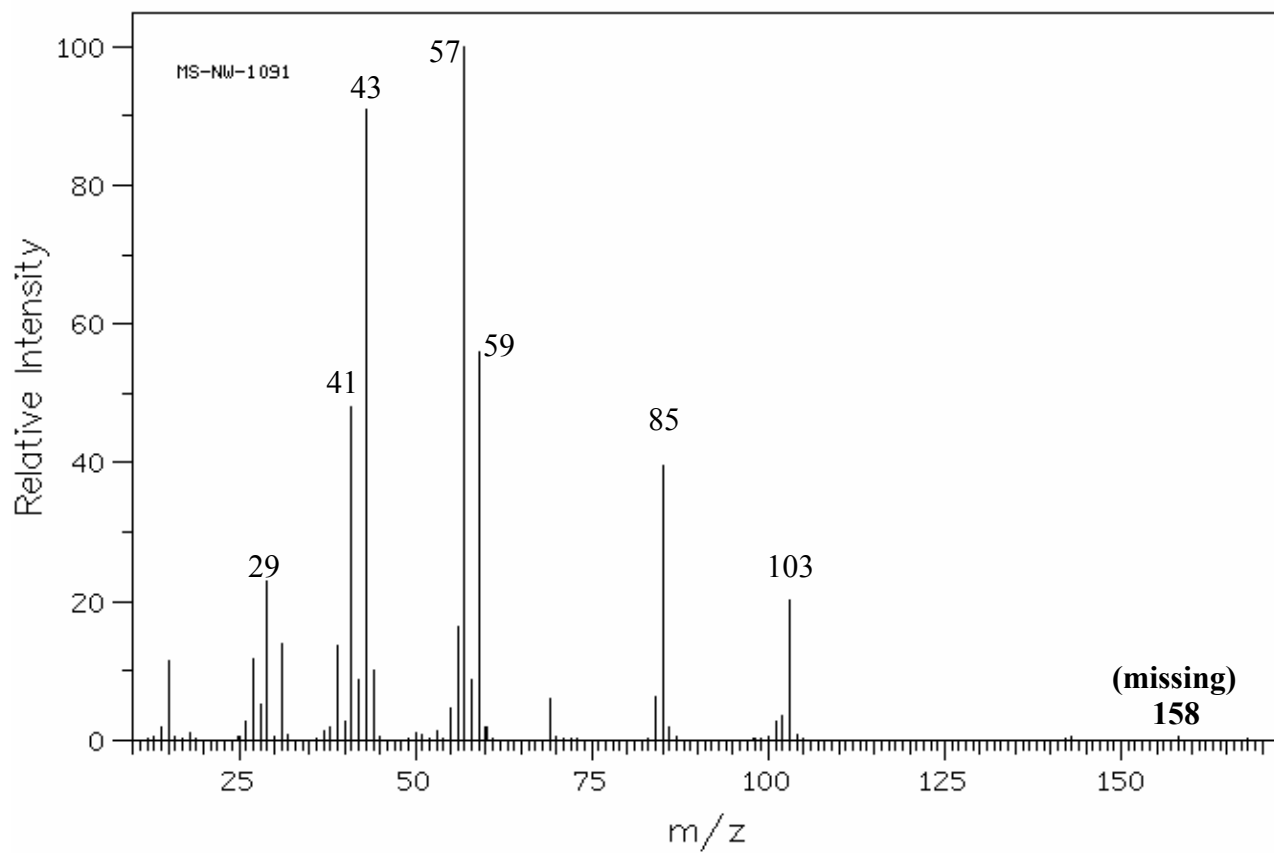
RMN-H1



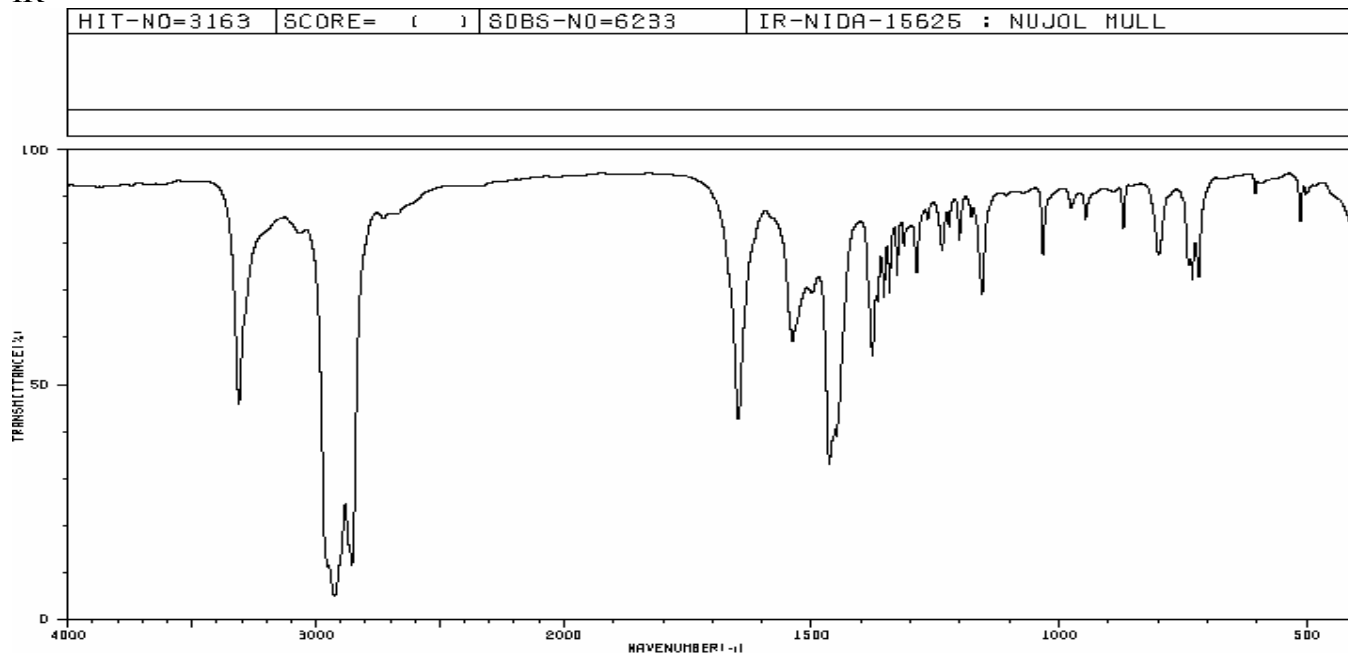
RMN-C13



EM

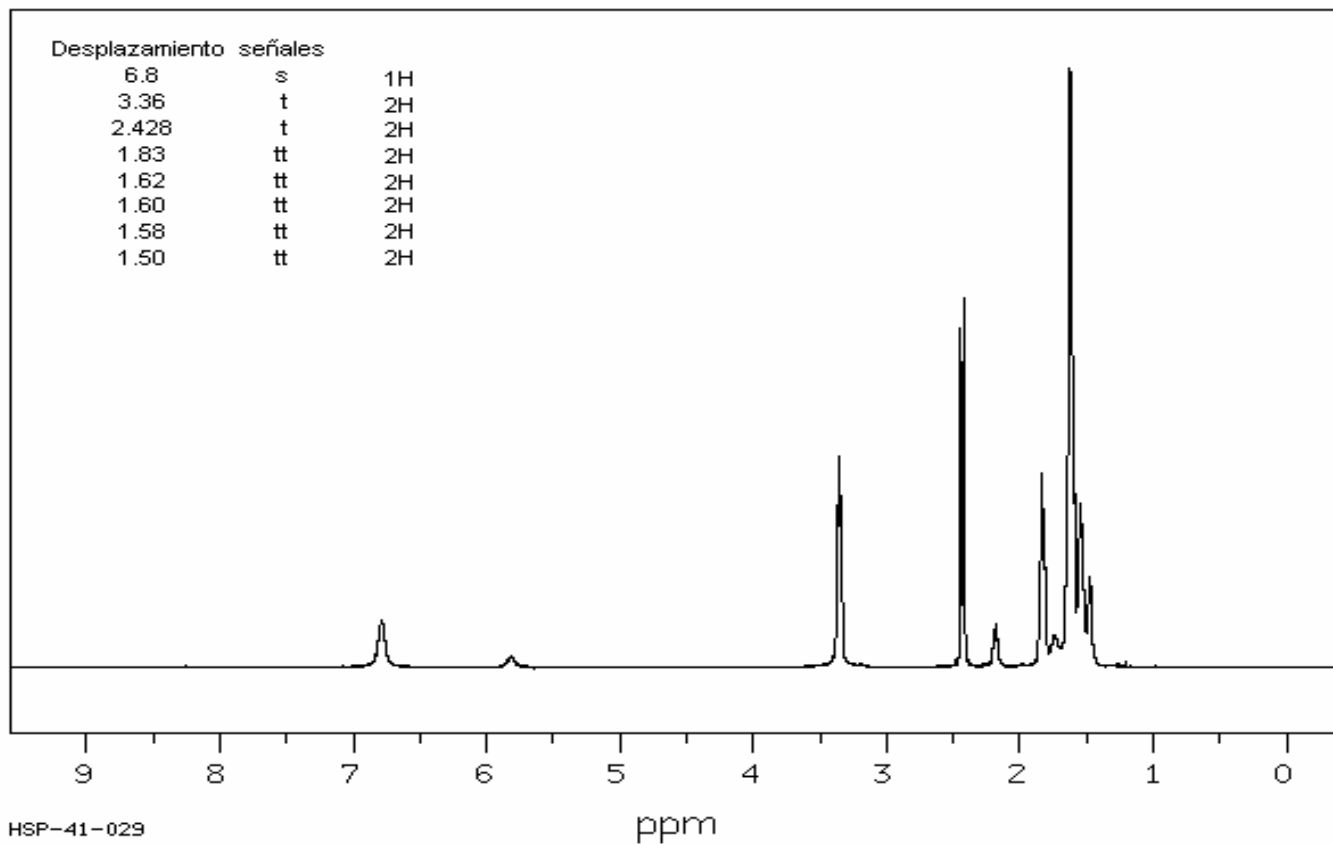


IR



3311	43	1454	31	1314	77	1156	66	739	72		
2953	10	1450	37	1288	70	1033	74	731	70		
2925	4	1377	55	1266	81	1021	66	716	70		
2864	10	1366	66	1237	74	976	64	613	81		
2728	81	1354	66	1222	79	946	81				
1649	41	1343	66	1202	77	670	79				
1638	67	1328	70	1178	81	799	74				

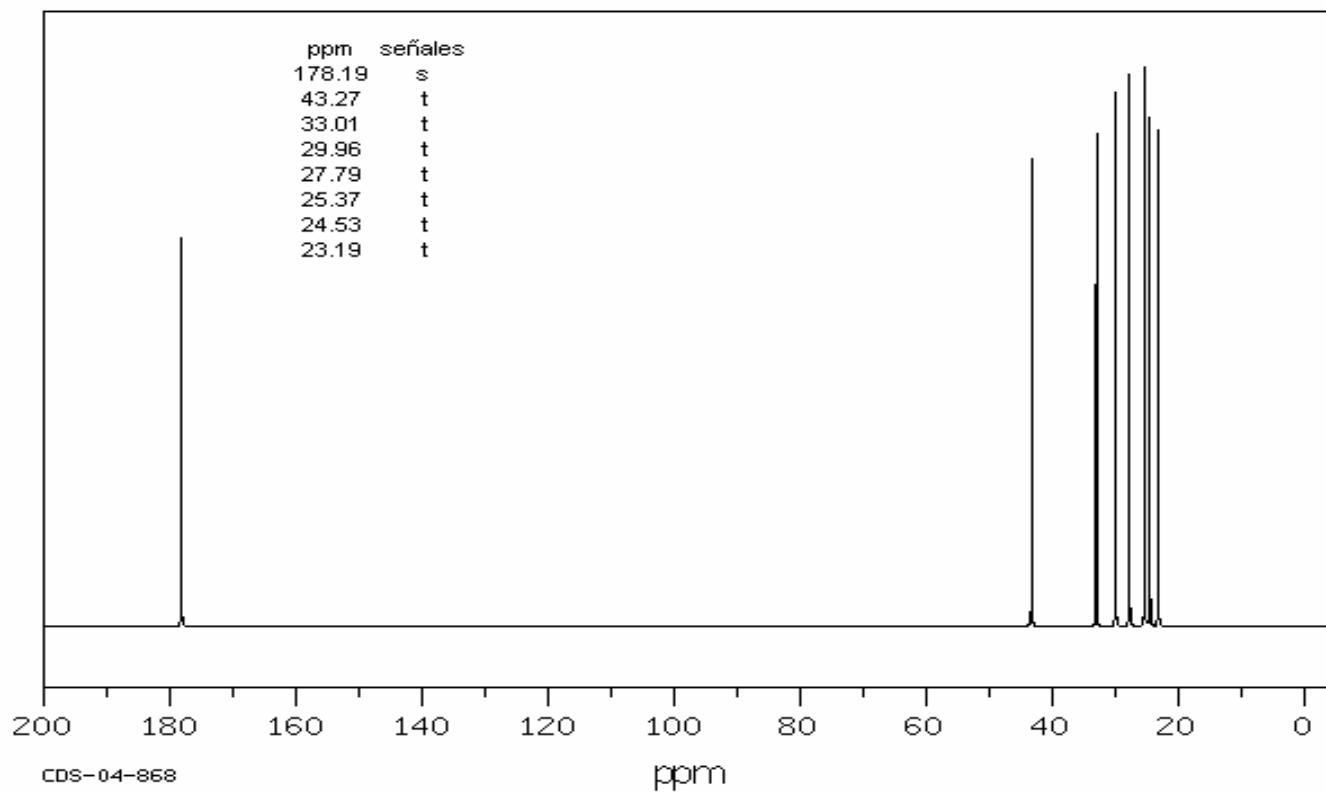
RMN-H1



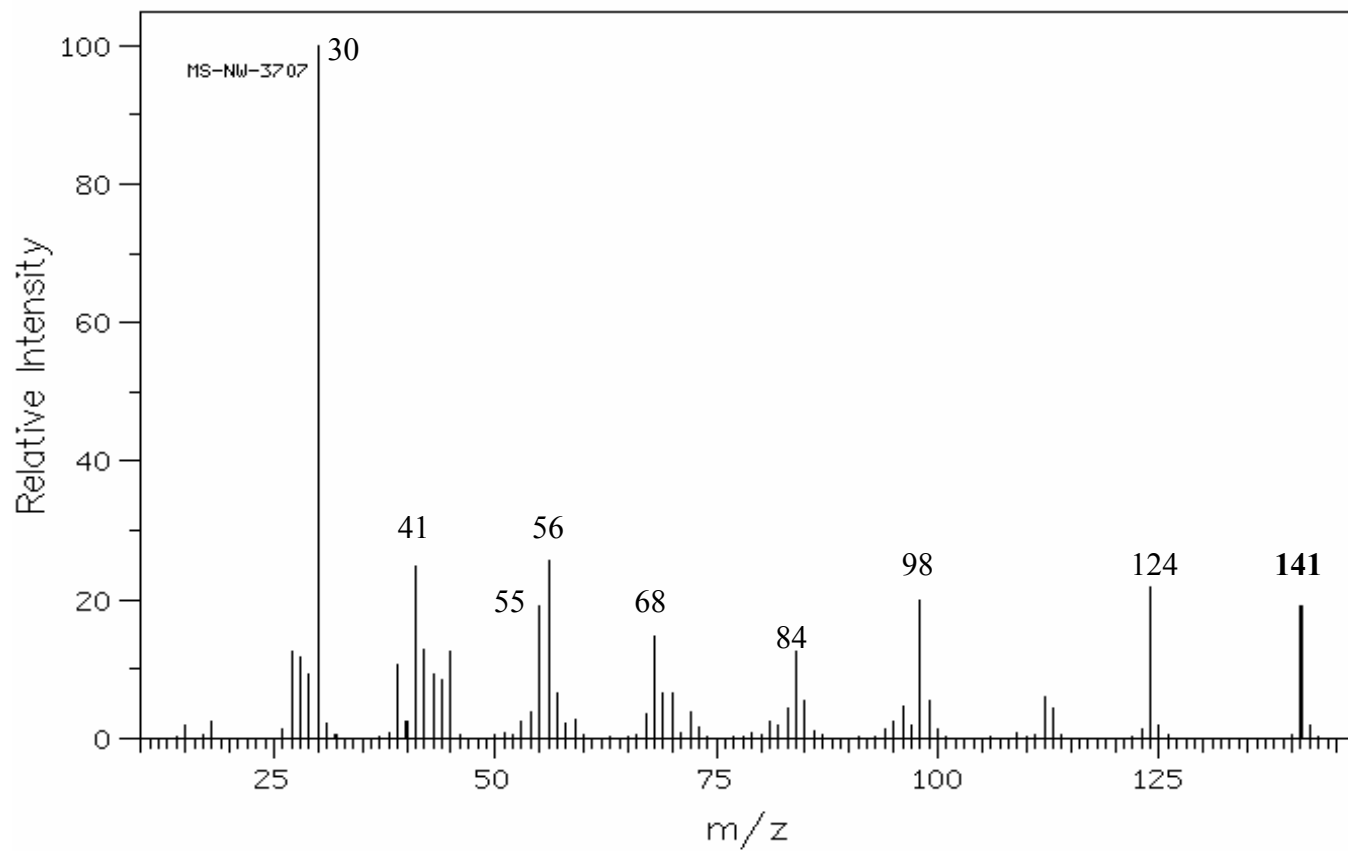
HSP-41-029

ppm

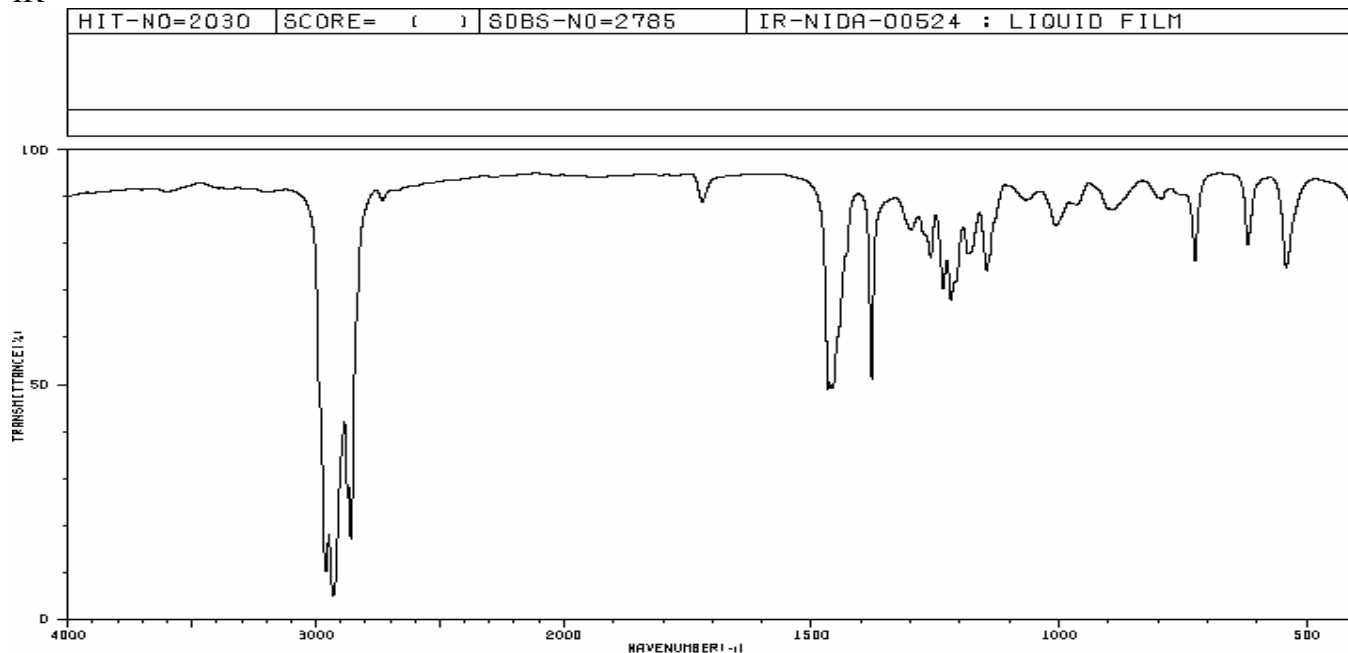
RMN-C13



EM

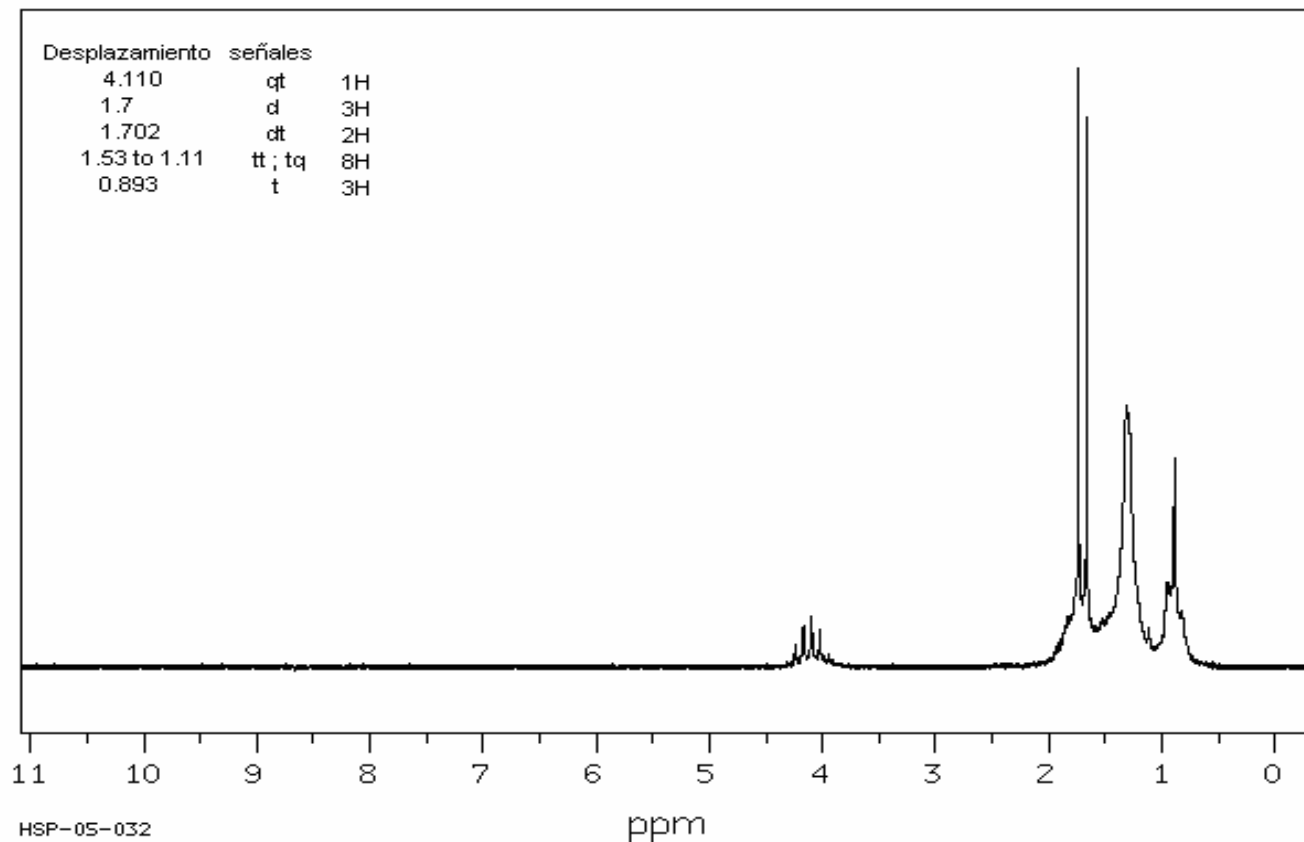


IR

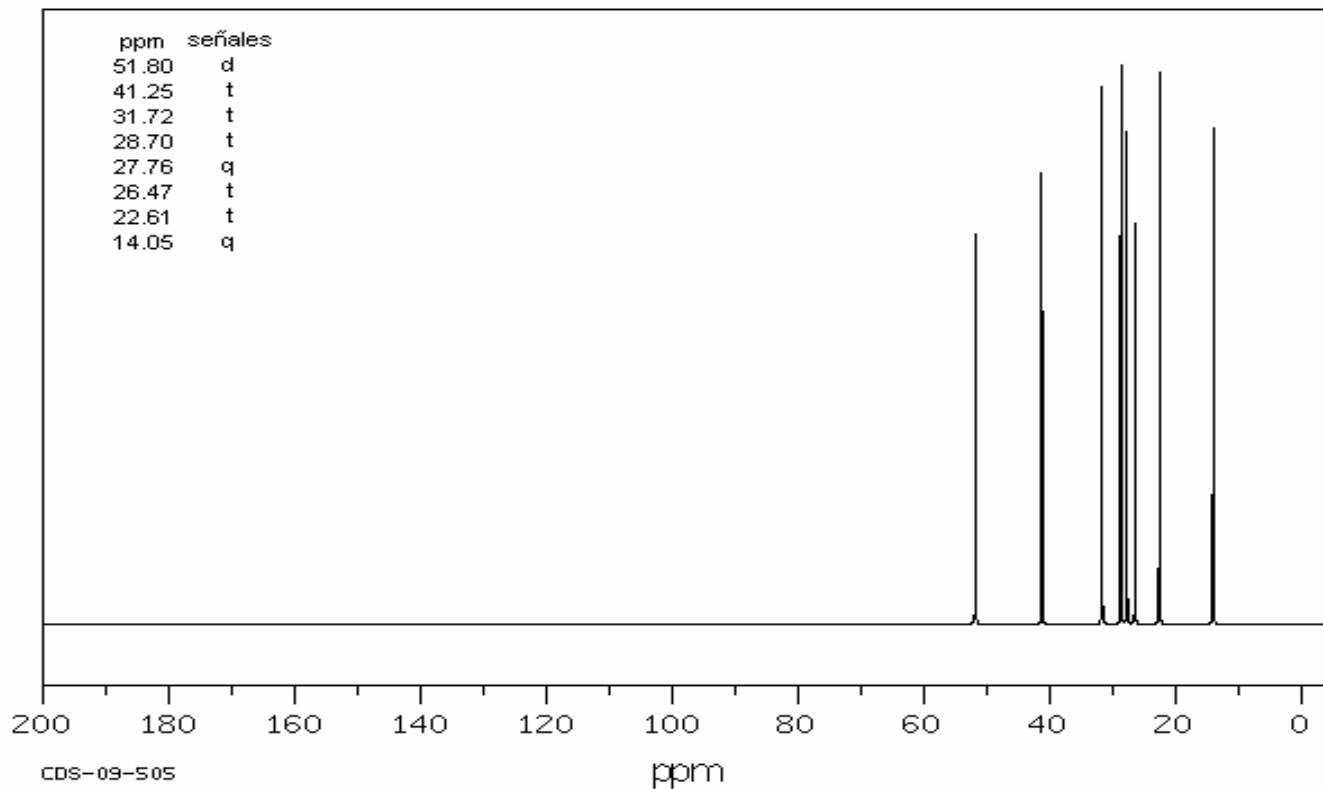


2960	9	1459	47	1185	74	892	84
2930	4	1379	49	1179	74	794	86
2873	24	1299	79	1147	72	725	74
2860	16	1260	74	1066	86	619	77
2733	86	1234	68	1008	81	542	72
1721	86	1219	66	902	84	533	77
1467	47	1210	68	897	84		

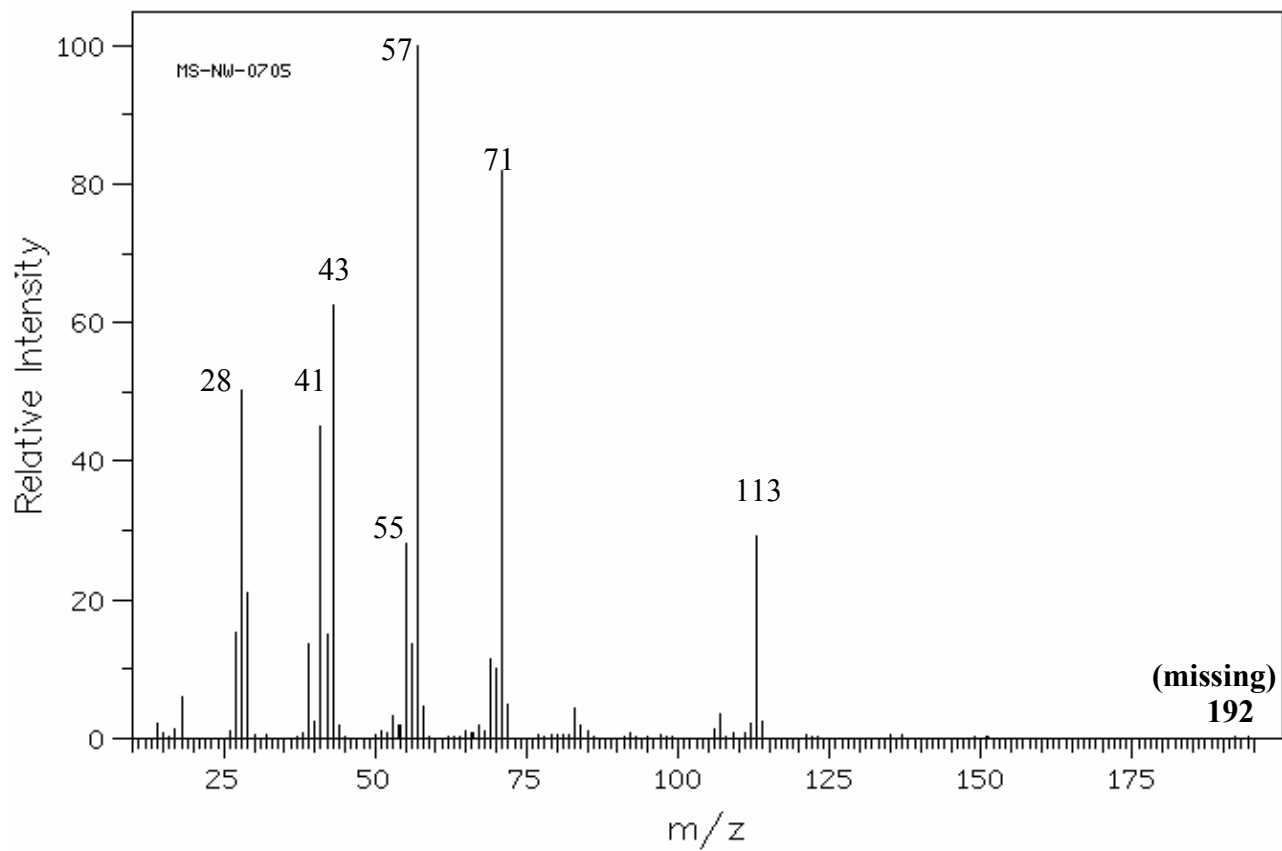
NMR-H1



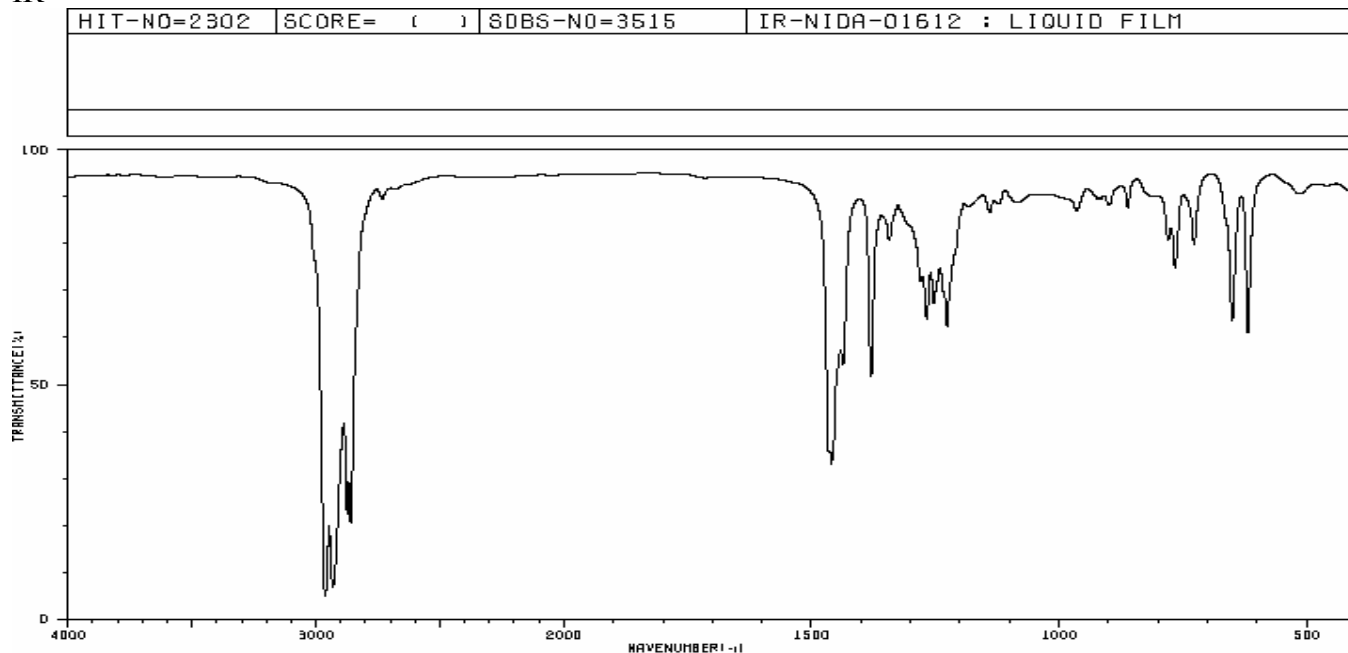
NMR-C13



EM

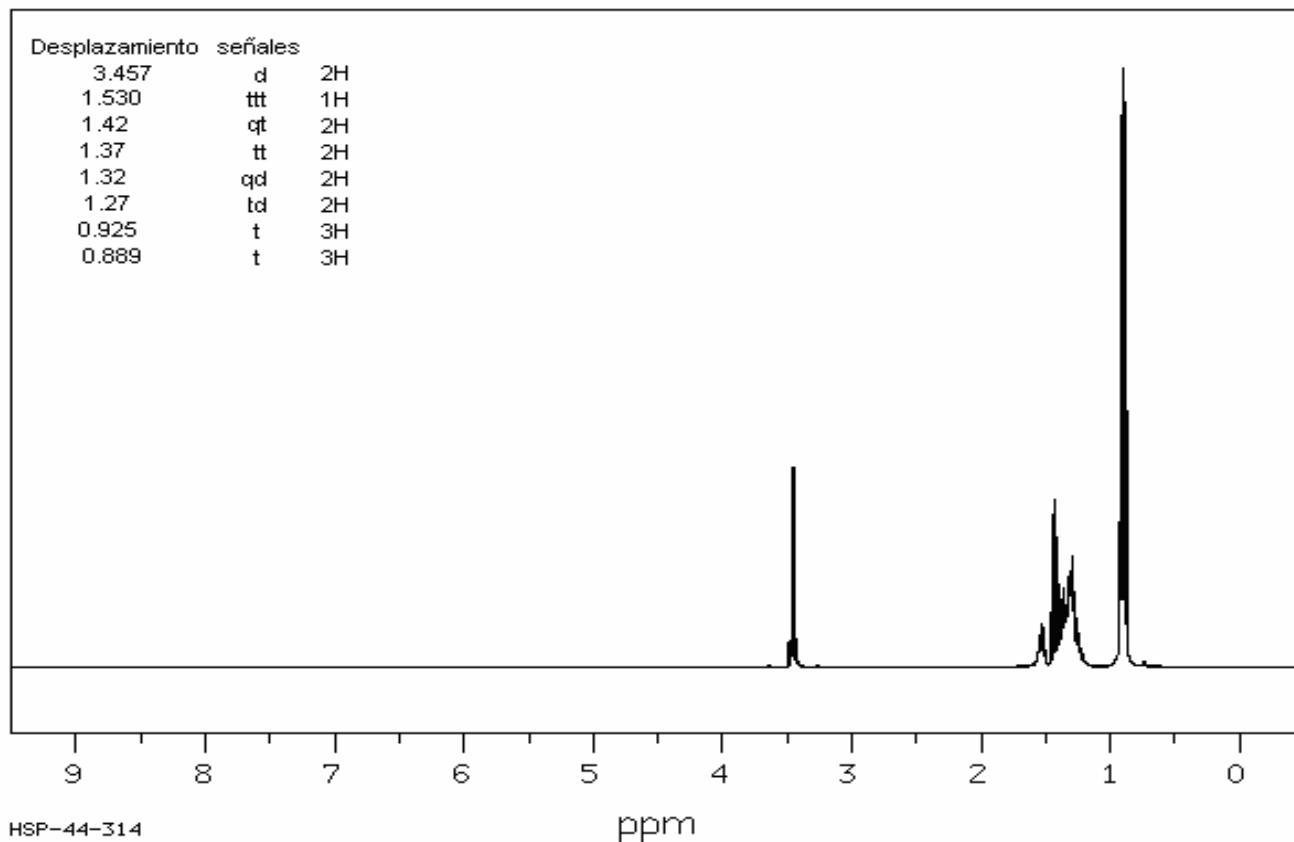


IR

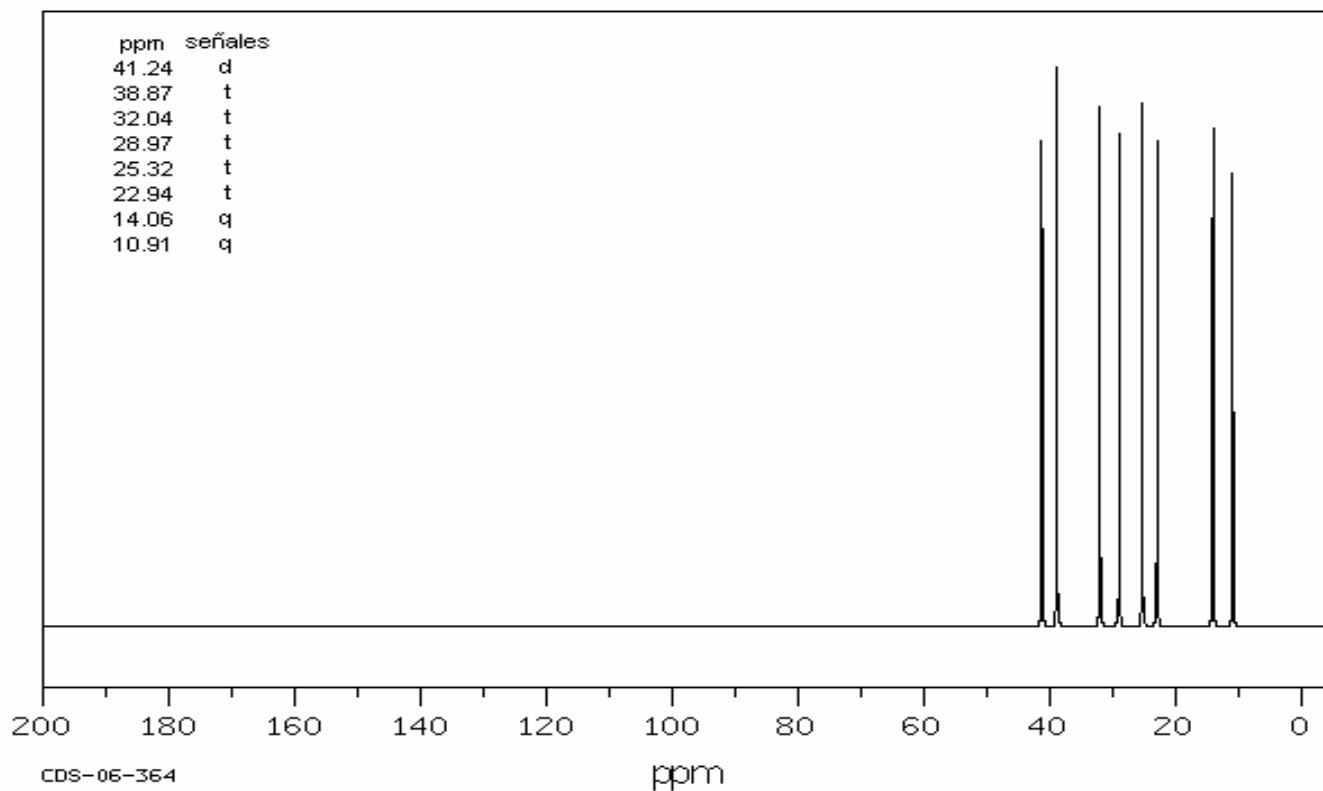


2963	4	1437	62	1227	60	906	86	619	58
2932	6	1380	50	1141	84	899	84		
2874	21	1343	77	1130	86	861	84		
2860	20	1280	70	1088	86	780	77		
2733	86	1268	62	1083	86	766	72		
1466	34	1254	64	965	84	728	77		
1460	32	1234	66	913	86	661	60		

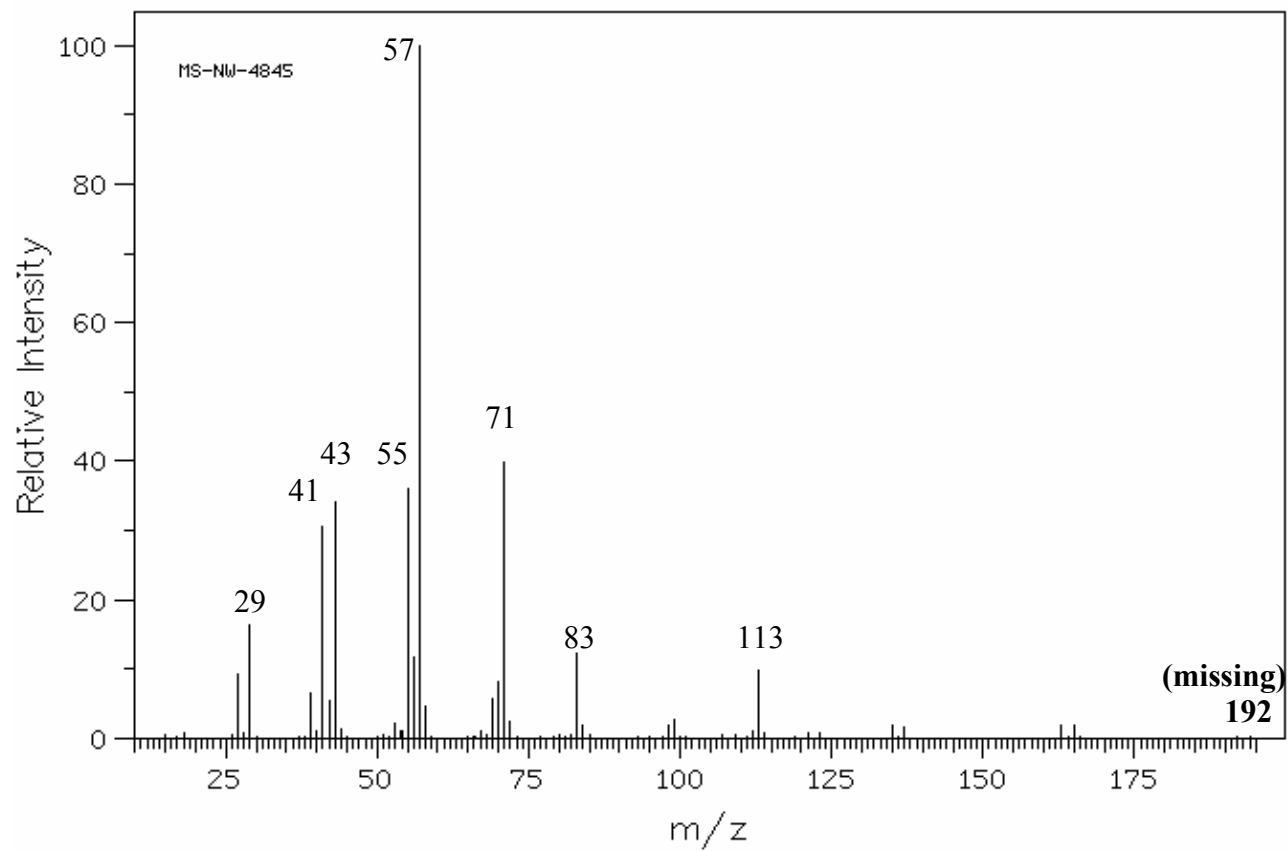
NMR-H1



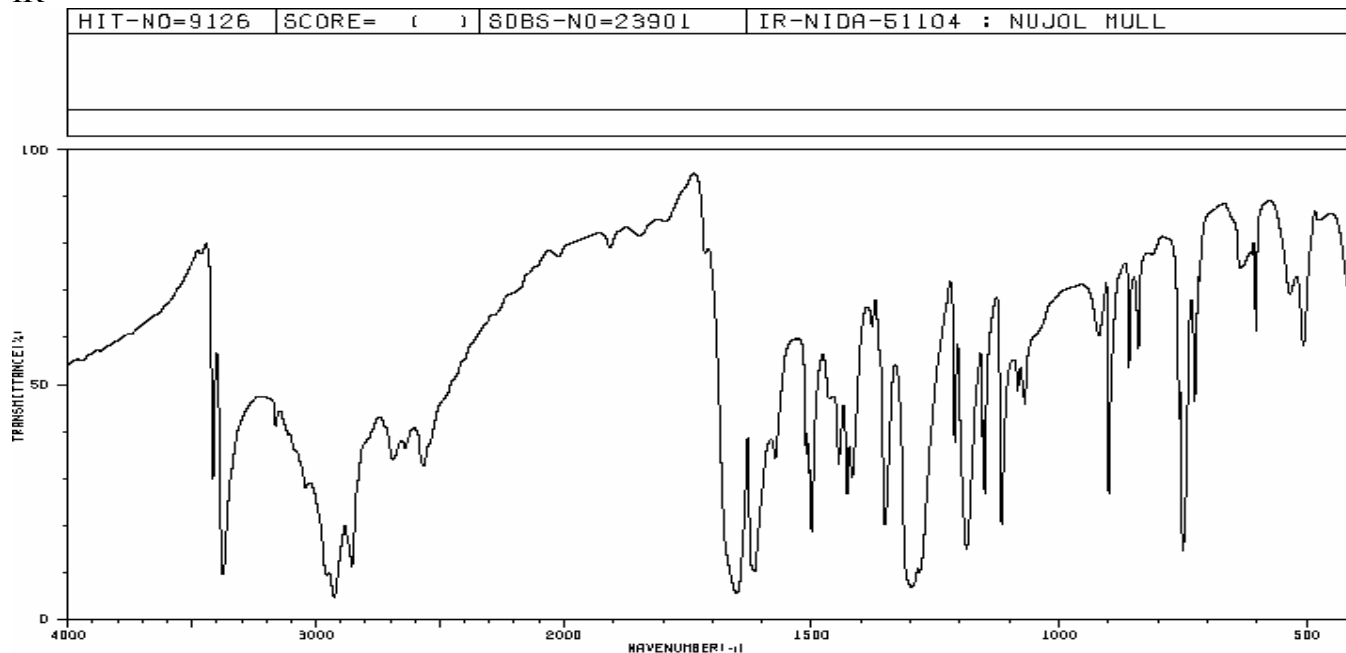
NMR-C13



EM

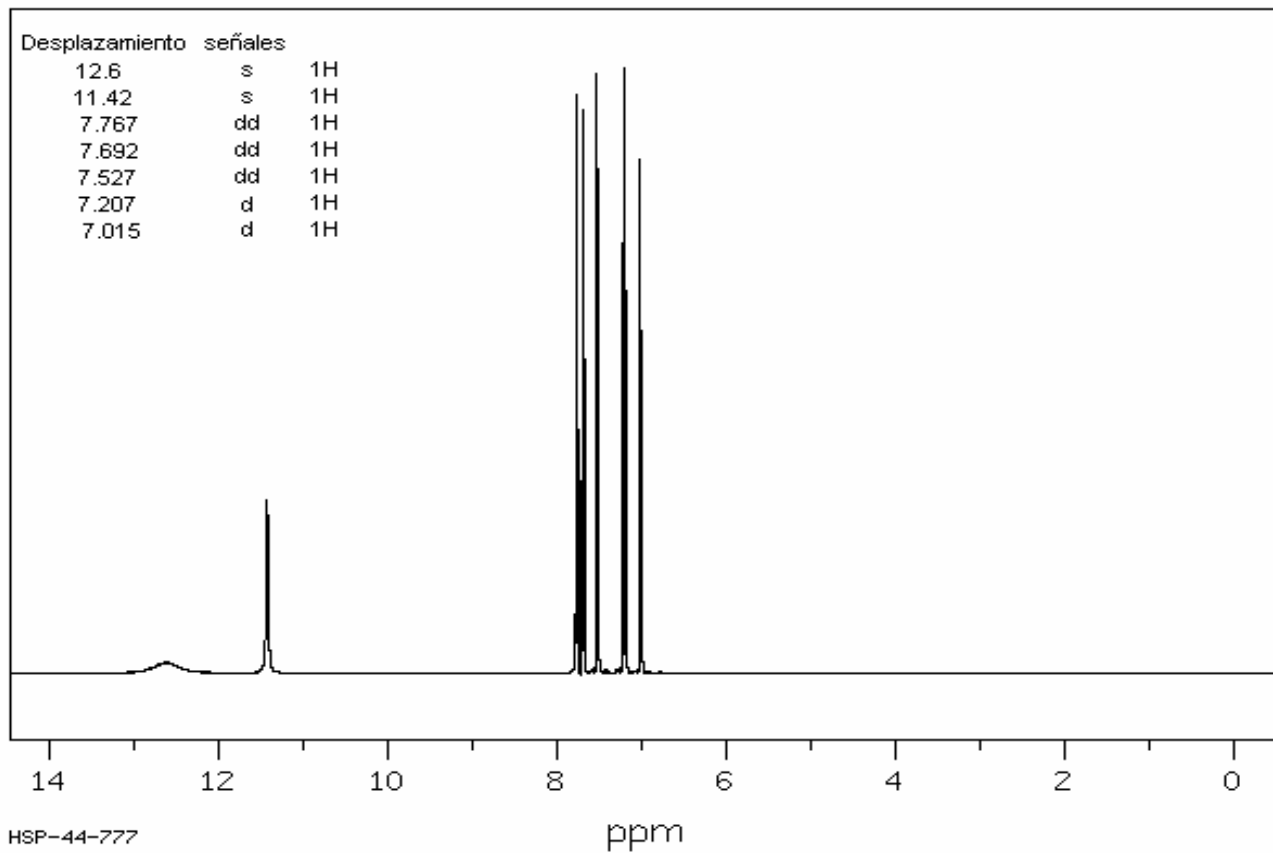


IR



3415	29	2690	39	1606	30	1283	10	900	26		
3375	9	2639	35	1500	18	1211	37	859	52		
3163	39	2555	32	1445	32	1187	14	840	55		
3044	27	1661	6	1428	26	1161	26	768	42		
2955	9	1615	10	1418	29	1116	20	750	14		
2926	4	1573	34	1353	20	1084	47	726	44		
2856	11	1611	34	1298	7	1069	44	607	57		

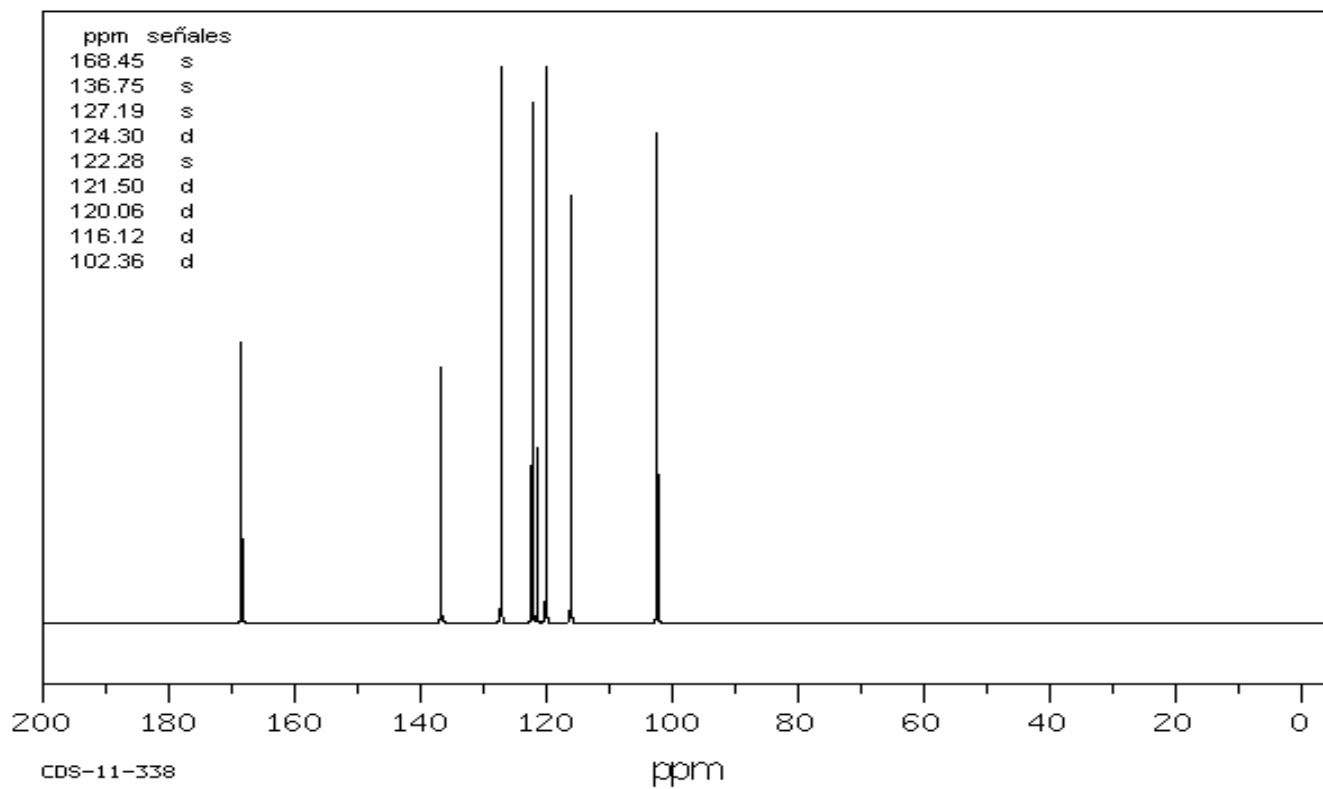
RMN-H1



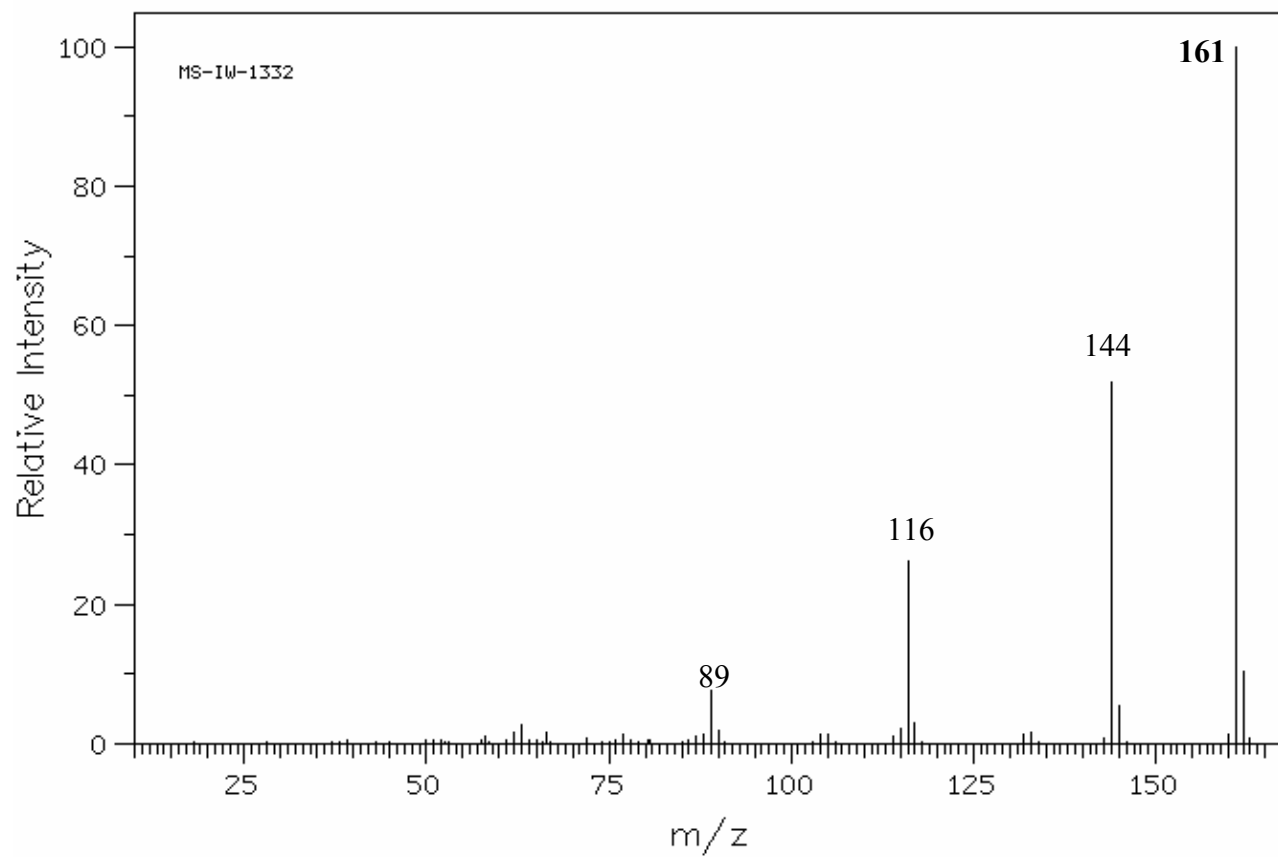
HSP-44-777

ppm

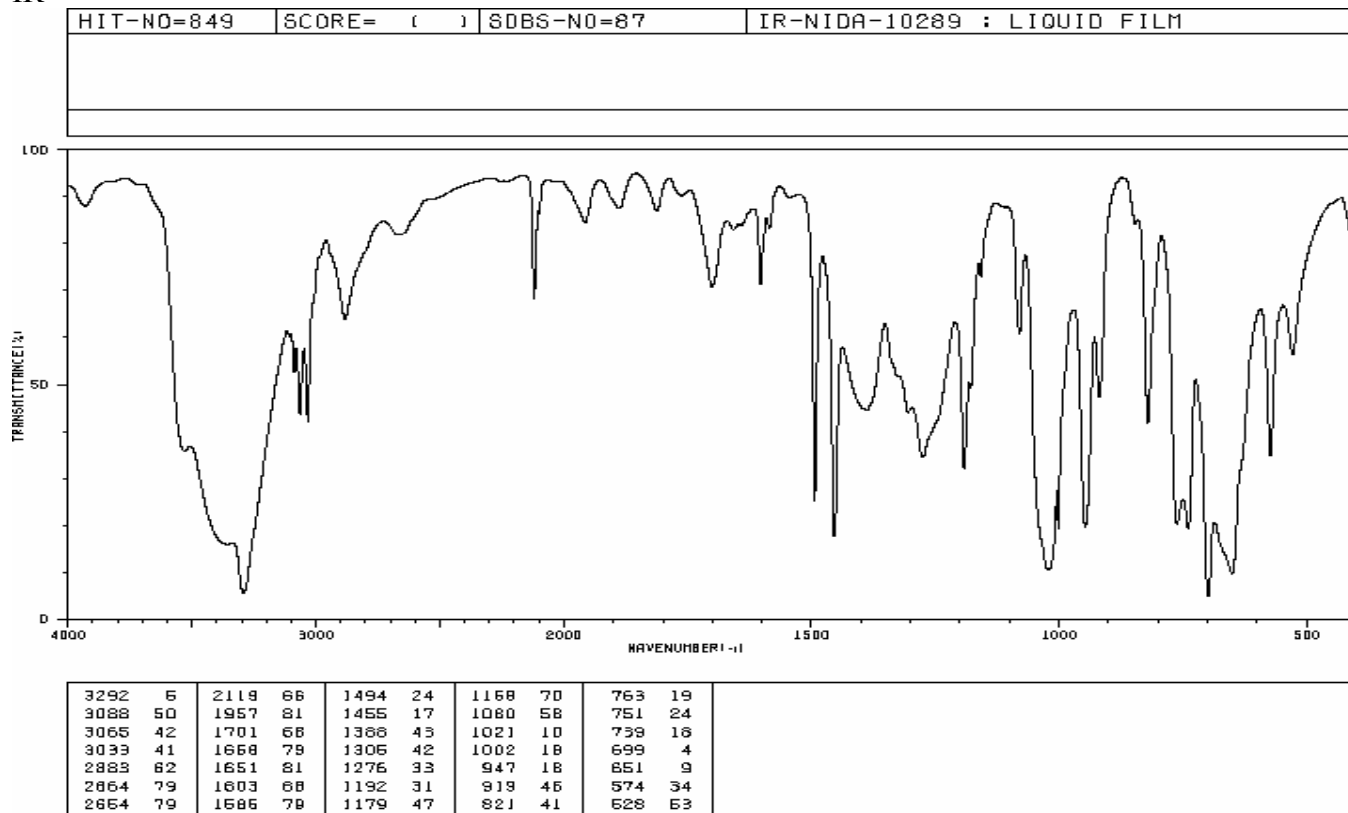
RMN-C13



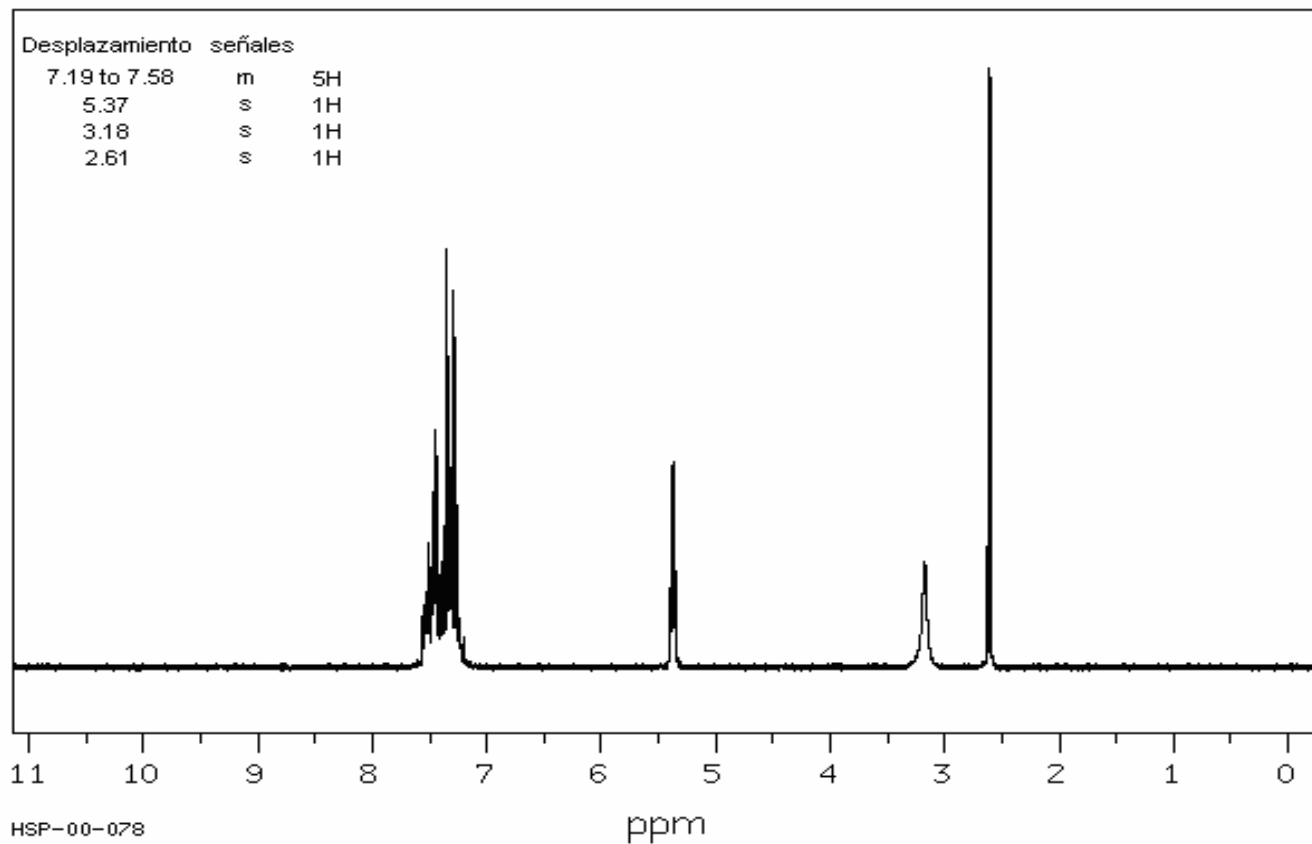
EM



IR

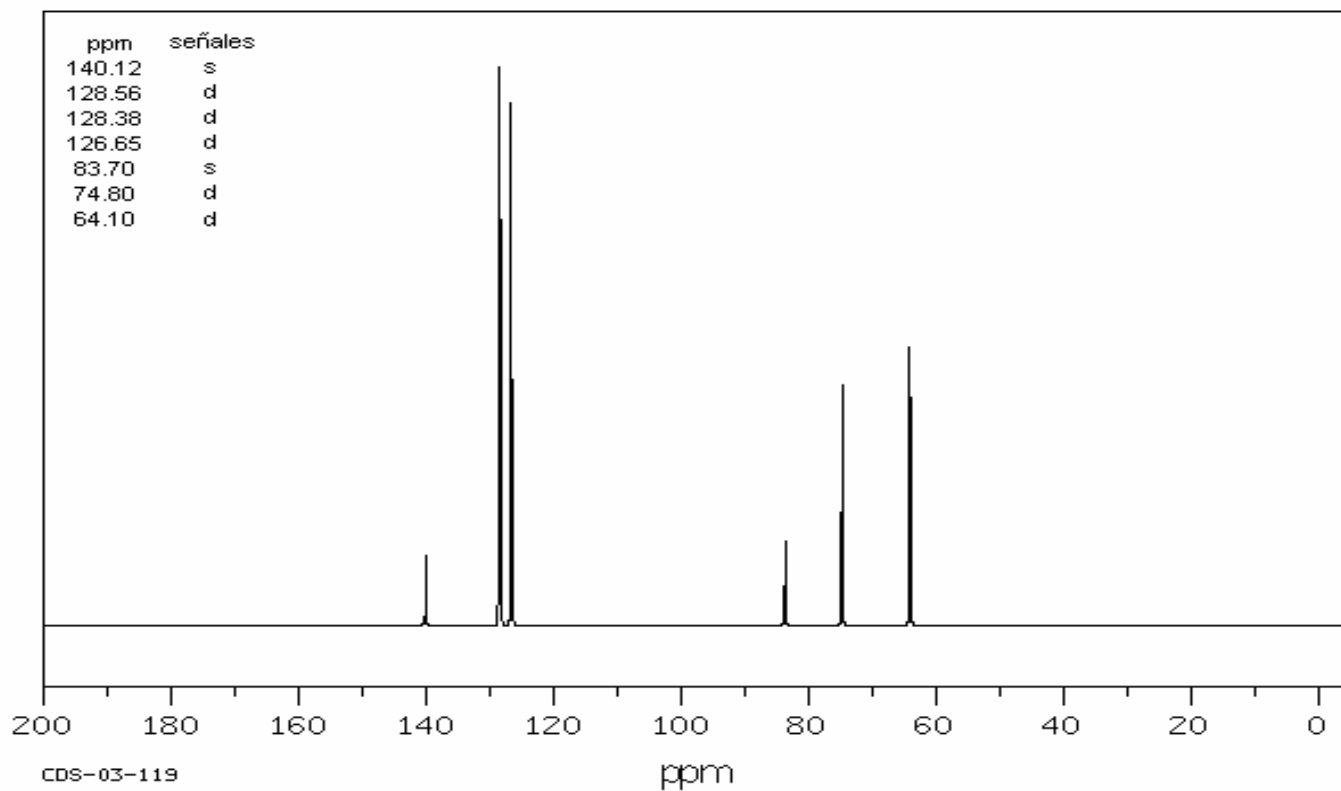


RMN-H1

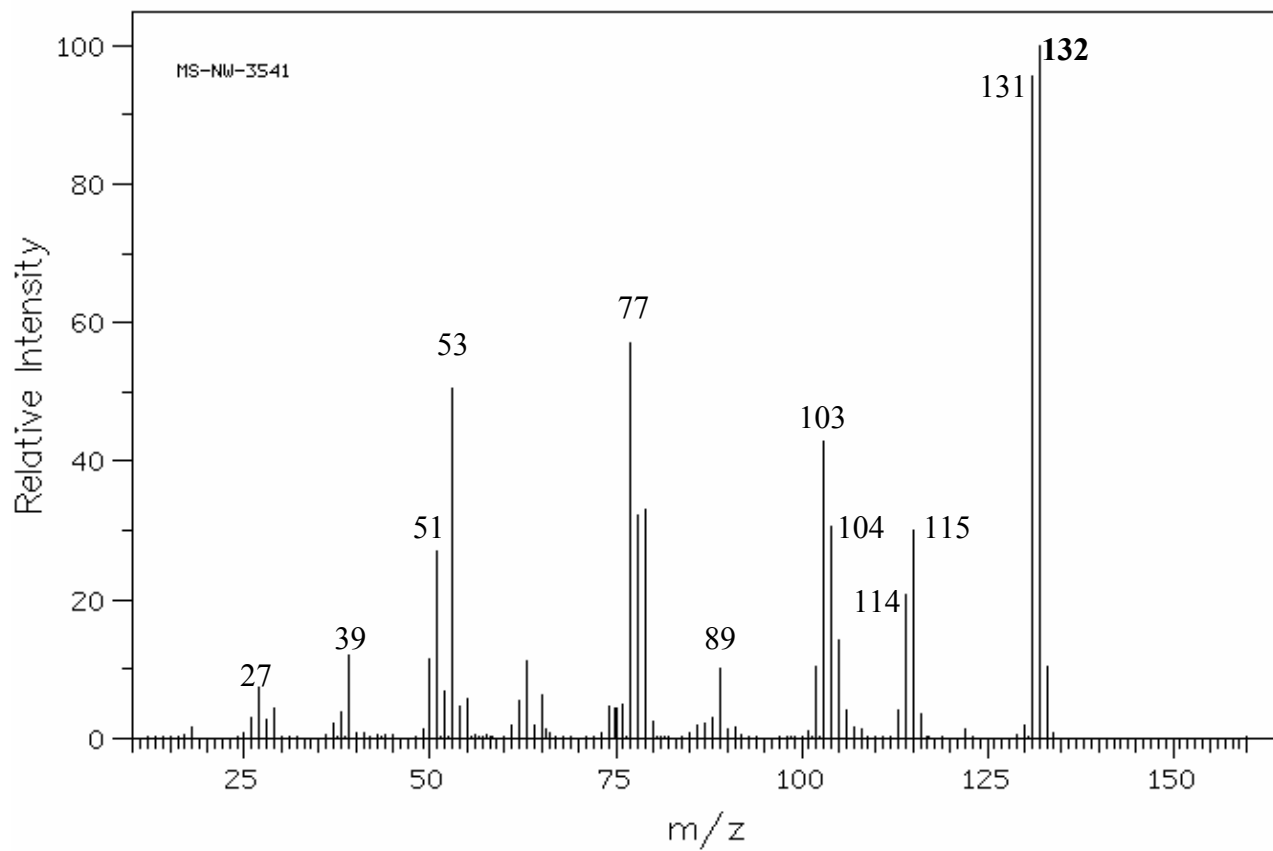


HSP-00-078

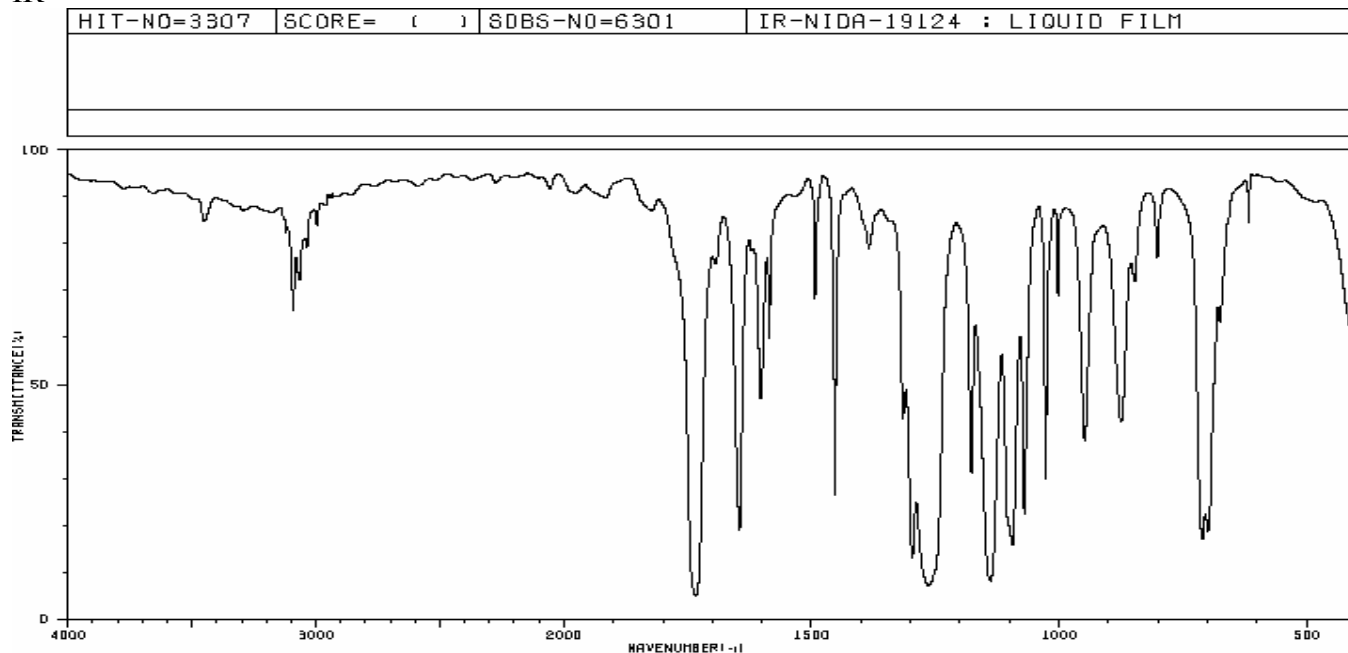
RMN-C13



EM

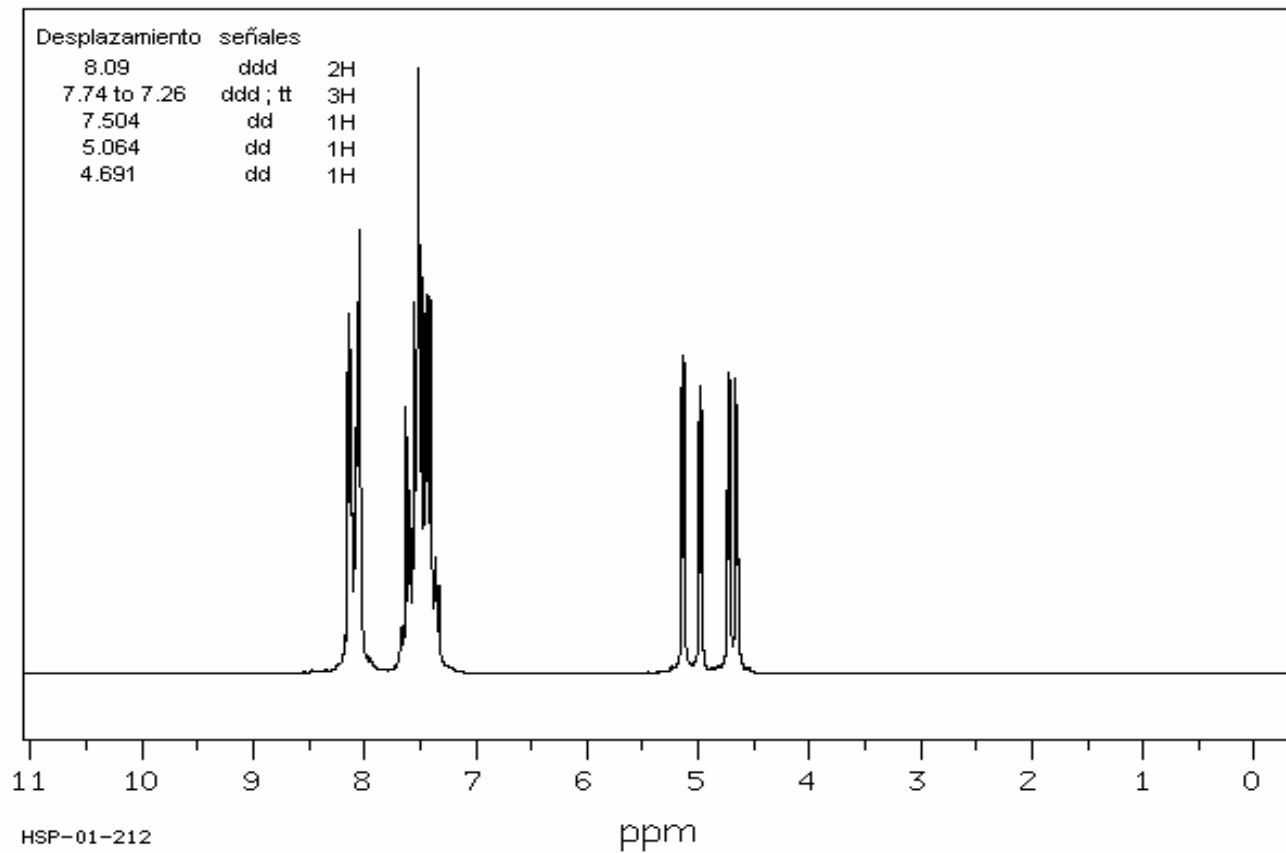


IR



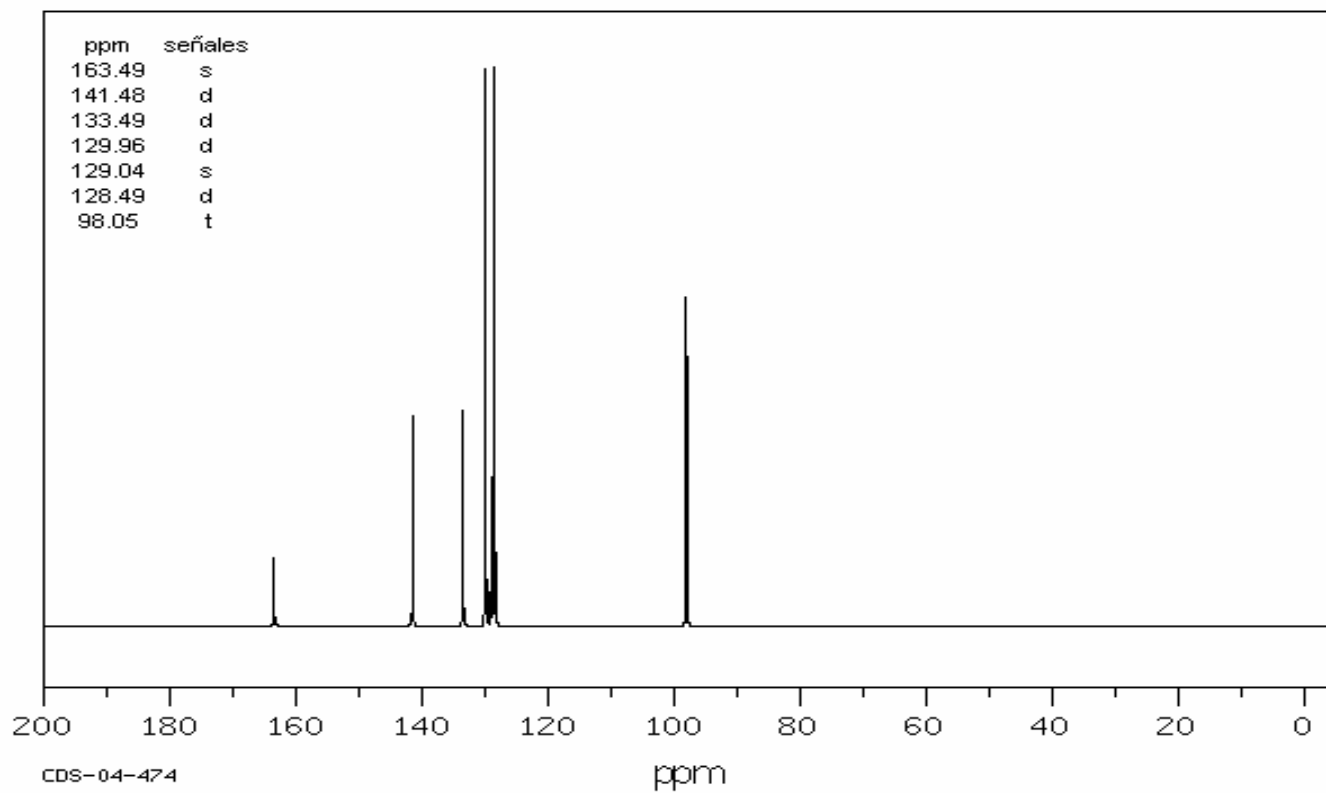
3450	81	1916	86	1493	66	1140	7	876	41	
3121	79	1823	84	1453	25	1102	18	847	68	
3092	84	1733	4	1365	77	1094	15	802	74	
3078	74	1694	72	1316	41	1070	21	711	16	
3065	70	1645	18	1297	12	1027	28	699	18	
3037	77	1603	44	1266	7	1003	66	675	60	
2996	81	1585	67	1178	30	949	36	617	81	

NMR-H1

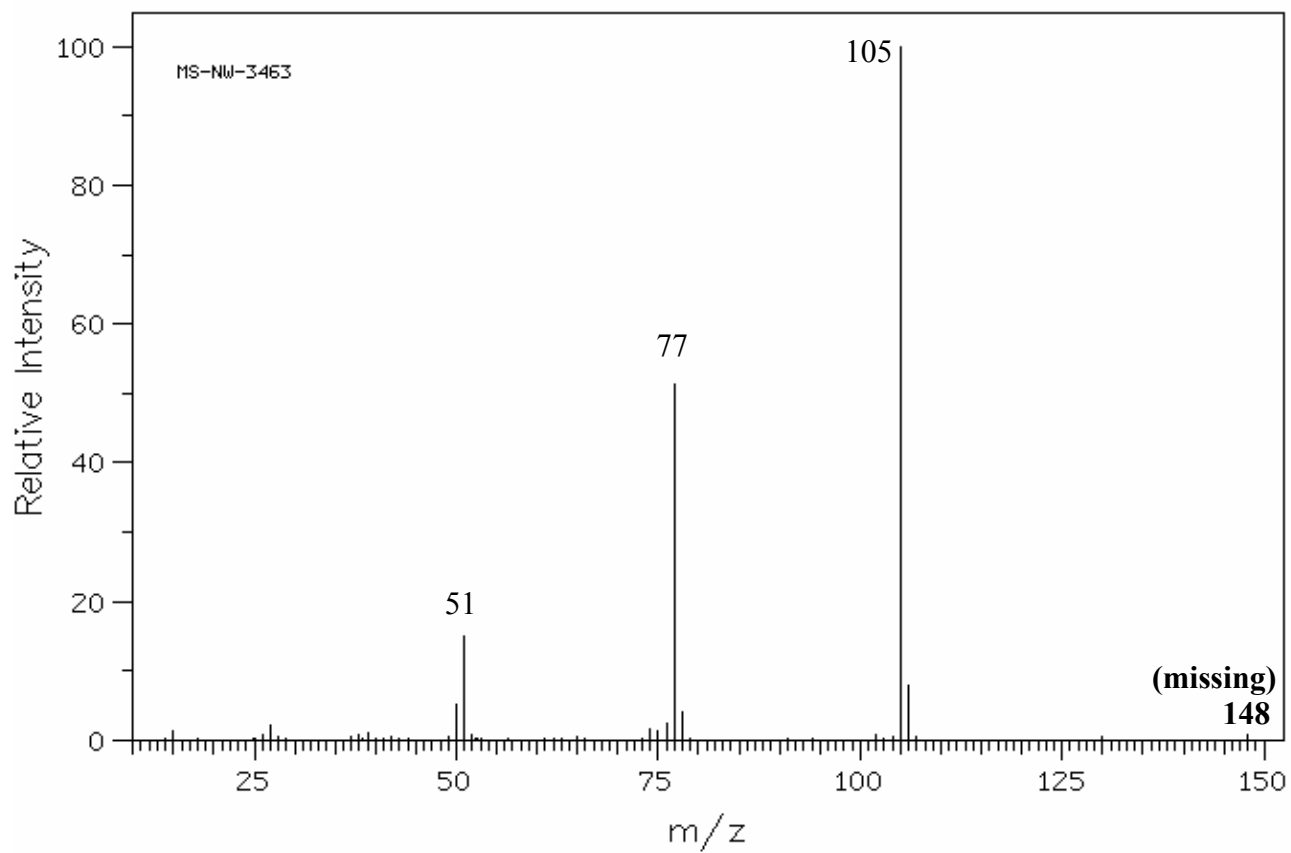


HSP-01-212

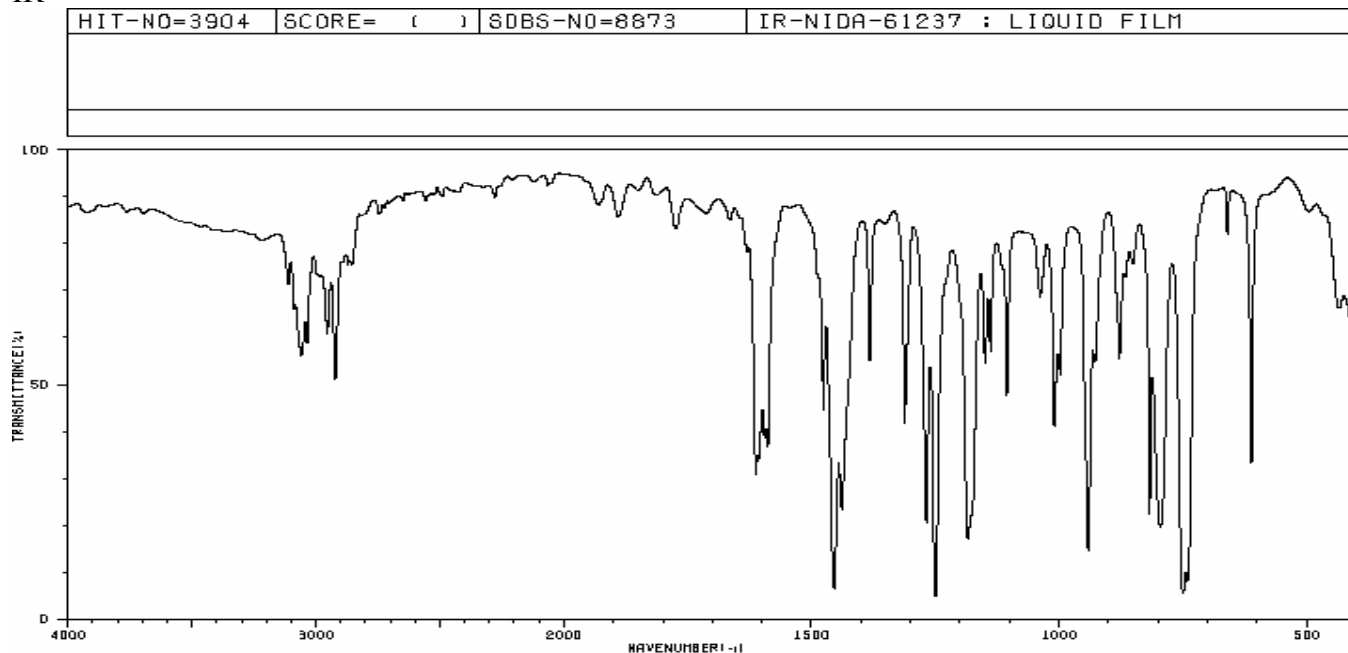
NMR-C13



EM

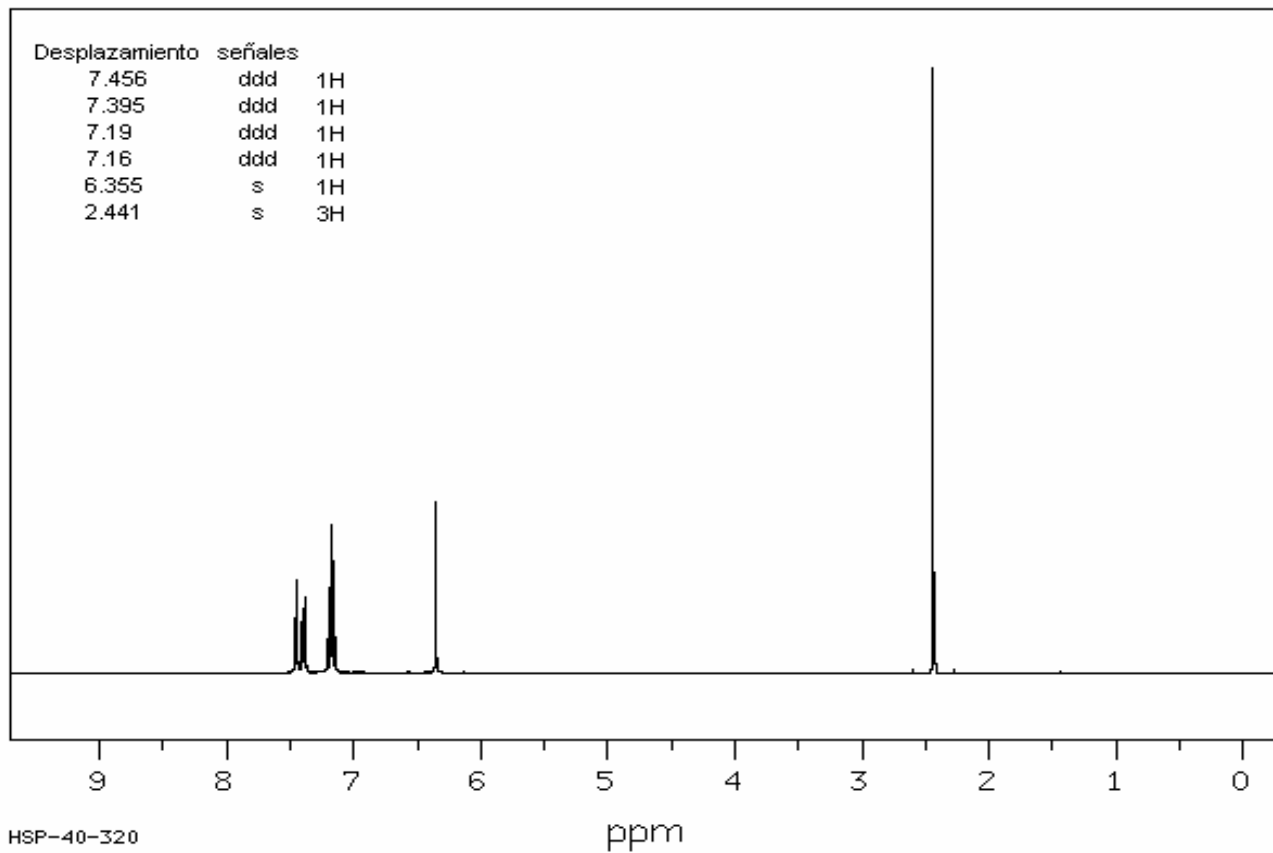


IR

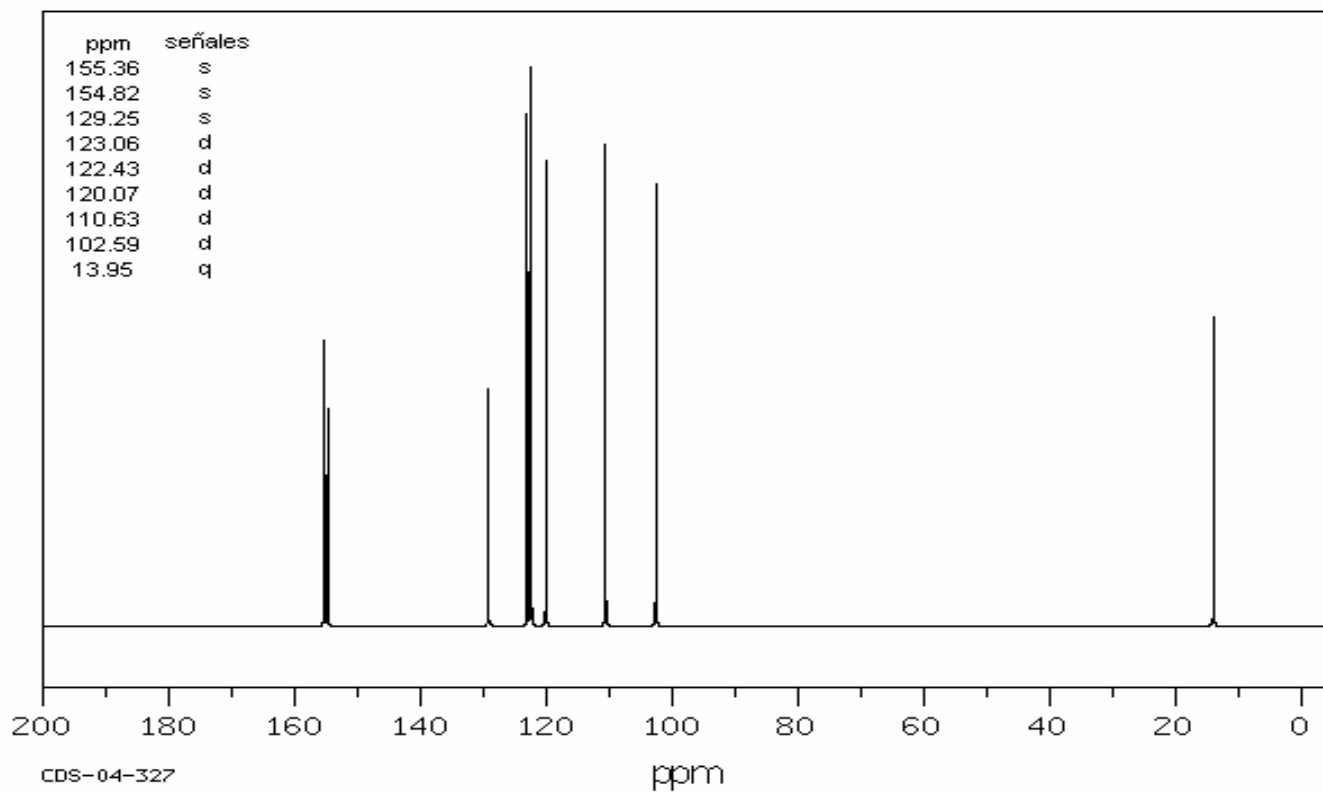


3111	68	1607	39	1312	41	1139	55	878	53		
3061	53	1594	37	1268	20	1105	46	818	21		
3035	57	1588	35	1261	52	1038	65	796	18		
2965	58	1476	43	1250	4	1010	39	750	5		
2922	49	1455	6	1185	16	998	50	741	8		
2910	66	1439	22	1176	21	941	14	612	32		
1612	29	1382	53	1150	52	928	53	435	54		

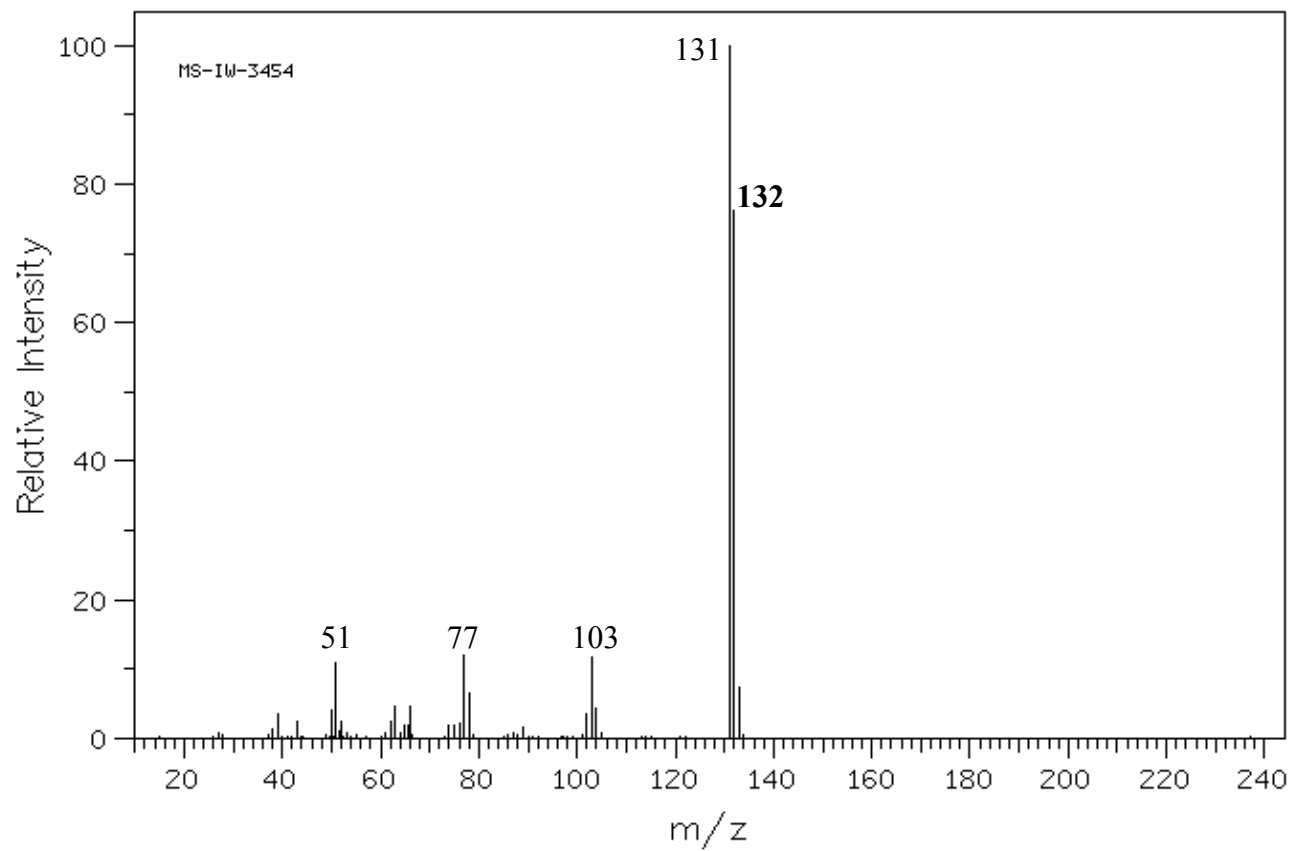
RMN-H1



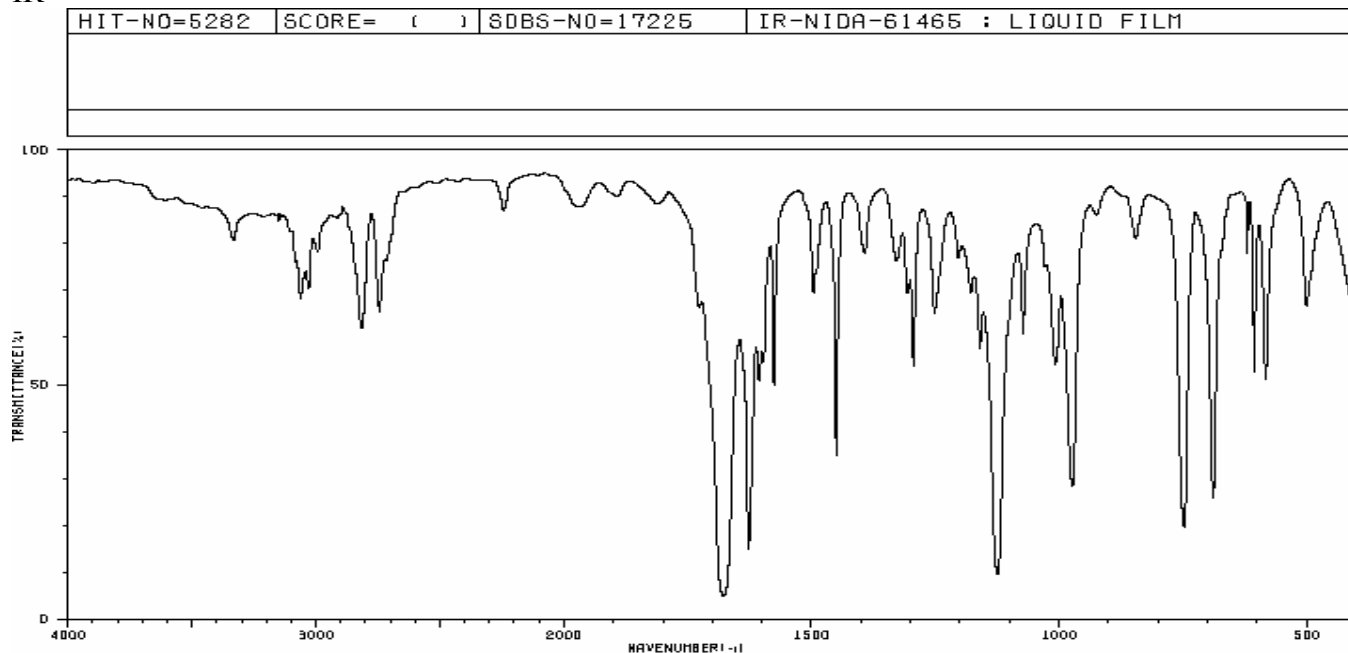
RMN-C13



EM

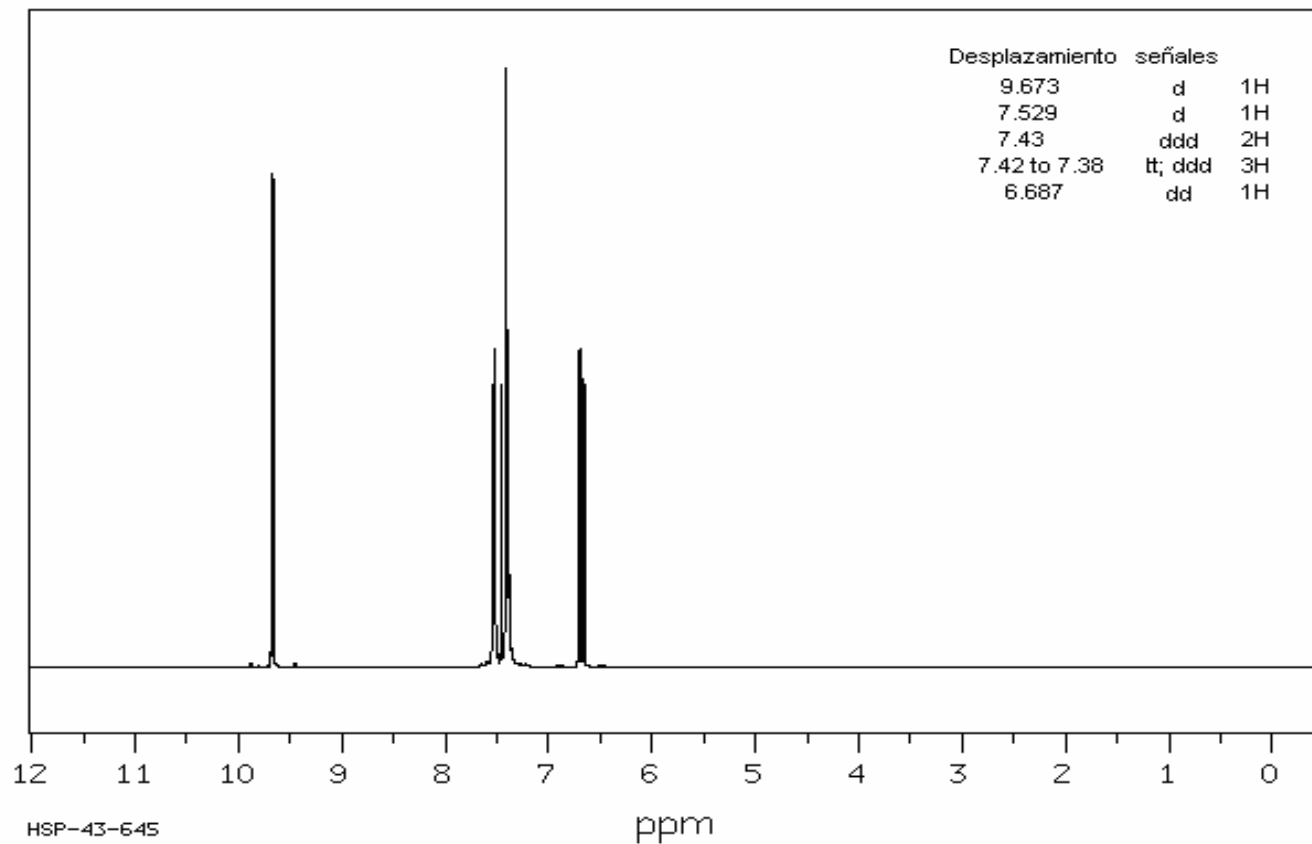


IR

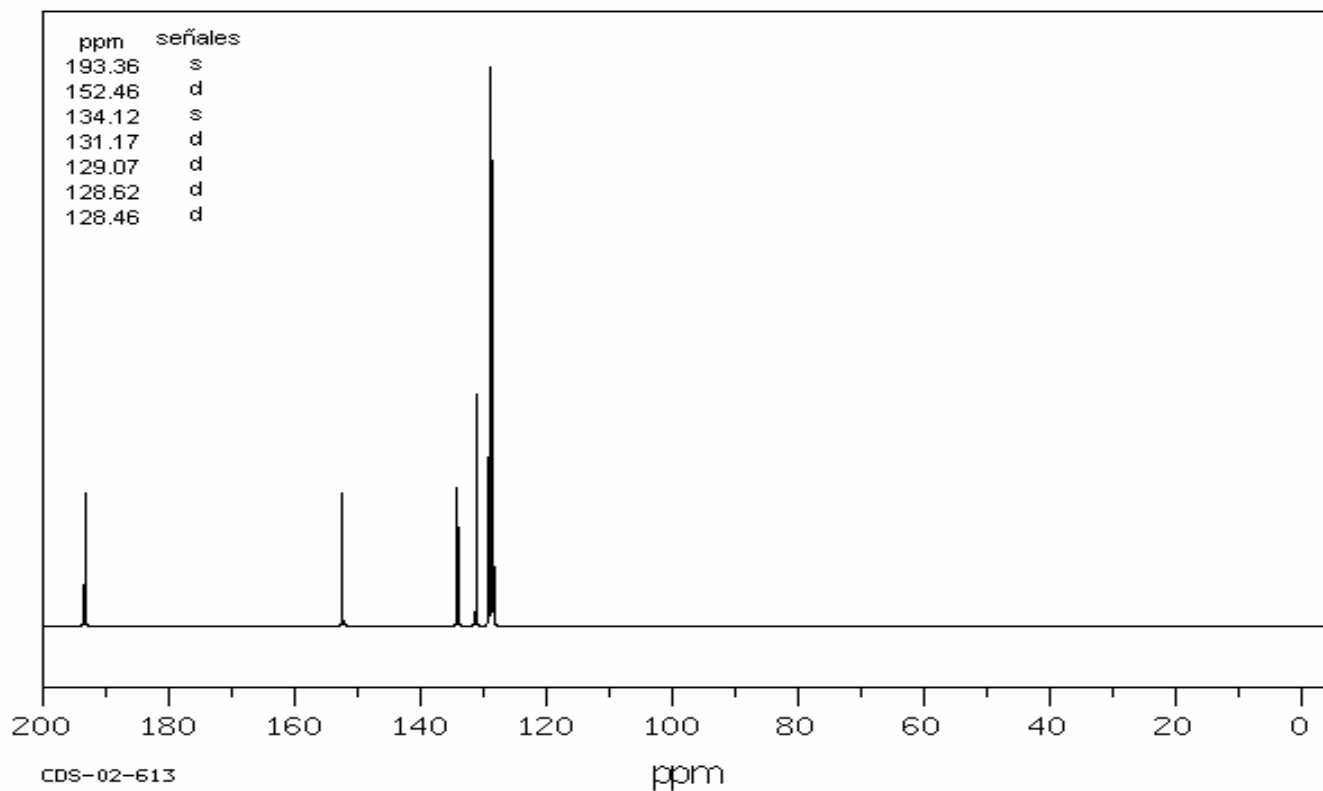


3332	77	2744	64	1496	68	1204	74	646	79
3322	79	2716	74	1450	34	1179	66	748	19
3063	86	1677	4	1393	74	1160	55	689	25
3048	70	1627	14	1329	74	1126	9	620	74
3029	68	1606	49	1306	66	1073	58	606	50
2992	74	1597	59	1295	52	1008	52	584	49
2814	60	1676	47	1262	62	973	27	601	64

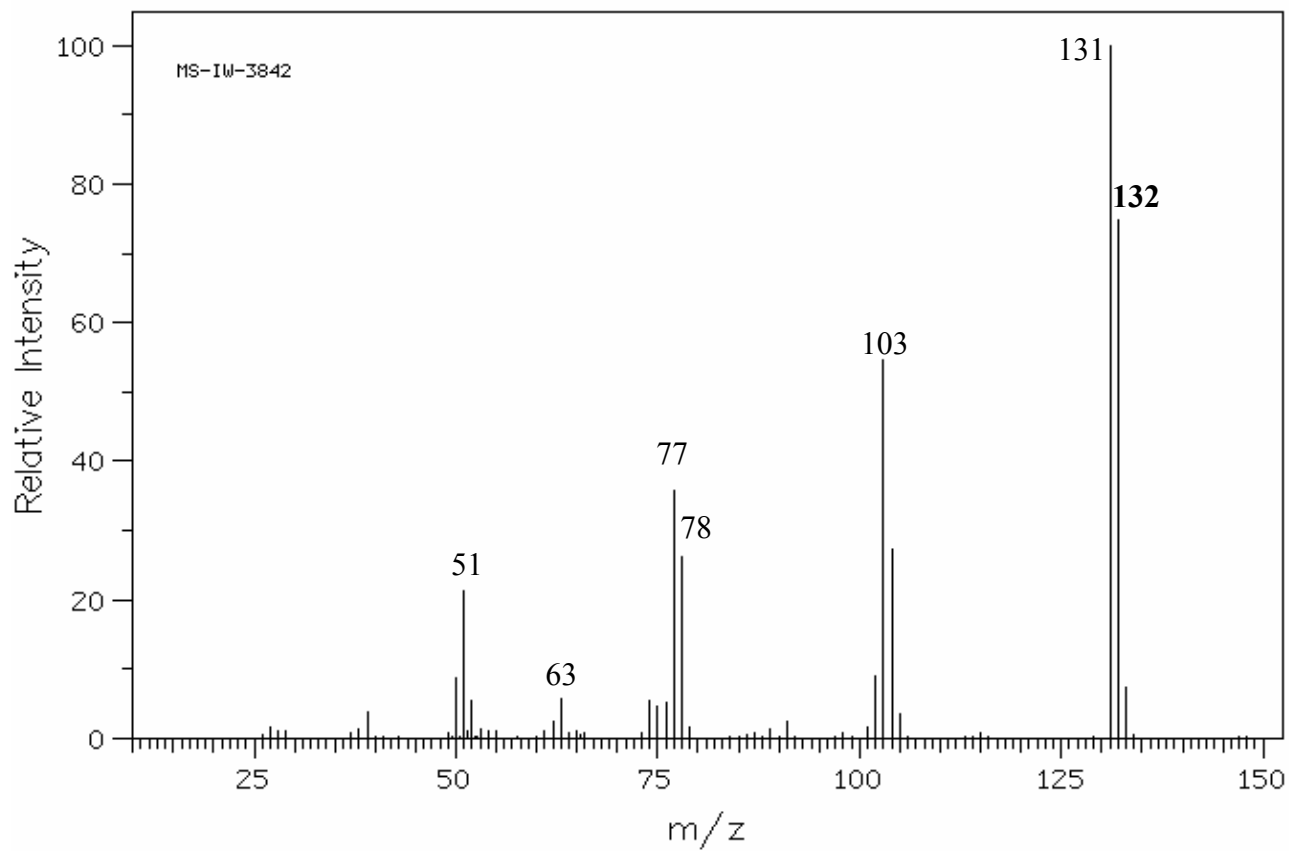
RMN-H1



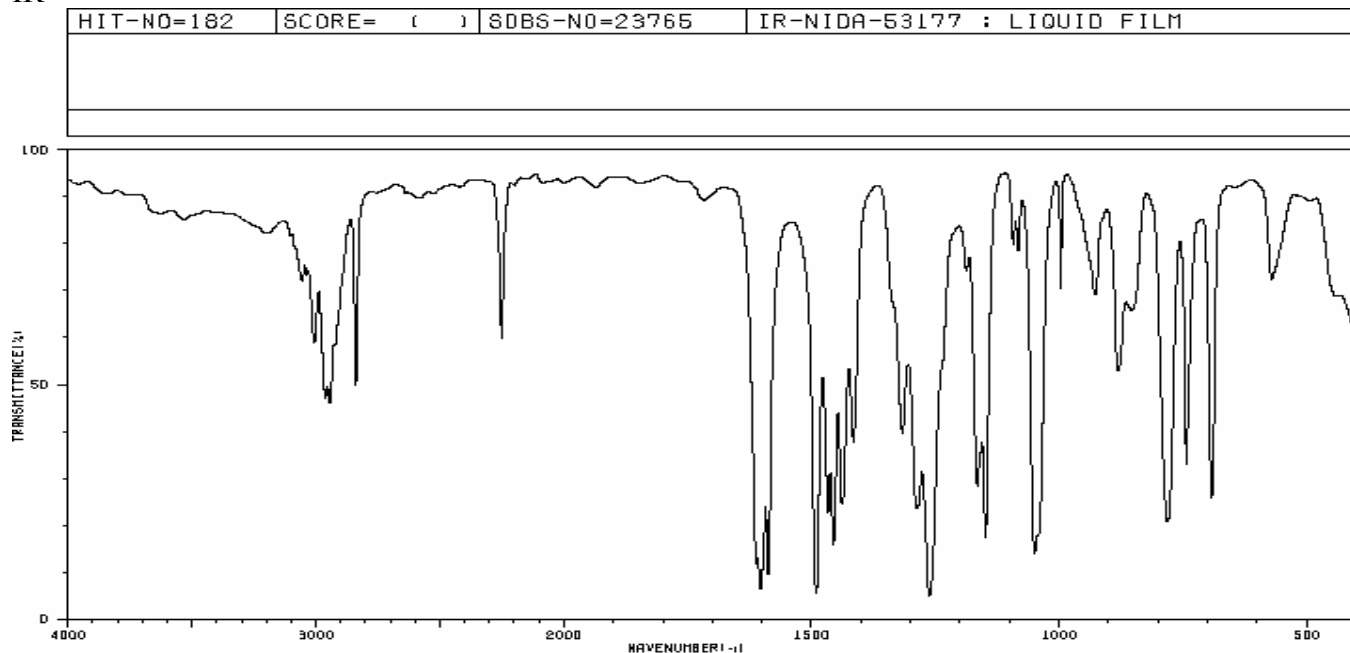
RMN-C13



EM

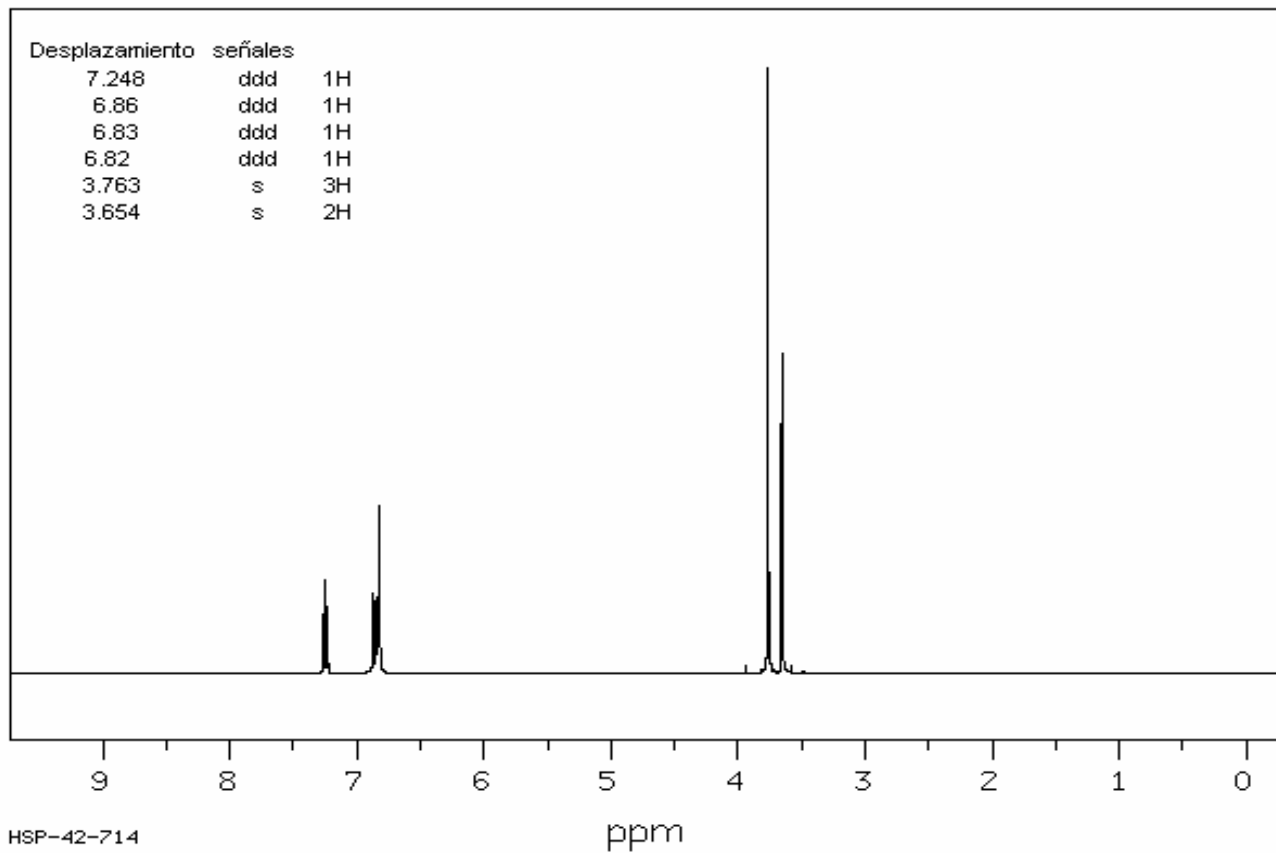


IR

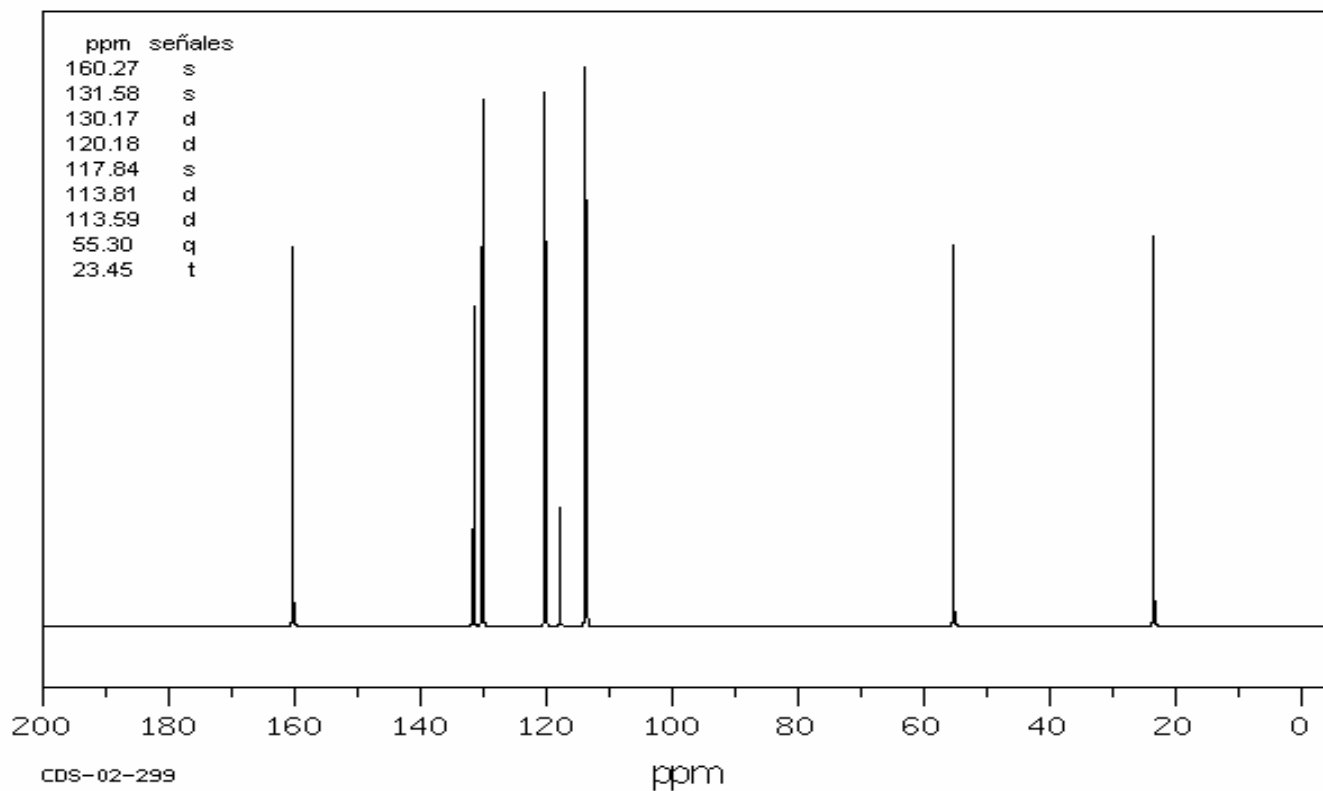


3200	79	1611	11	1415	36	1093	77	866	56
3055	70	1603	6	1317	38	1082	77	854	64
3007	57	1588	9	1286	23	1050	19	781	20
2962	46	1491	5	1262	4	1041	17	743	32
2943	44	1467	21	1187	72	997	68	692	25
2836	47	1458	15	1166	27	926	66	571	70
2251	58	1439	23	1149	17	881	50	662	72

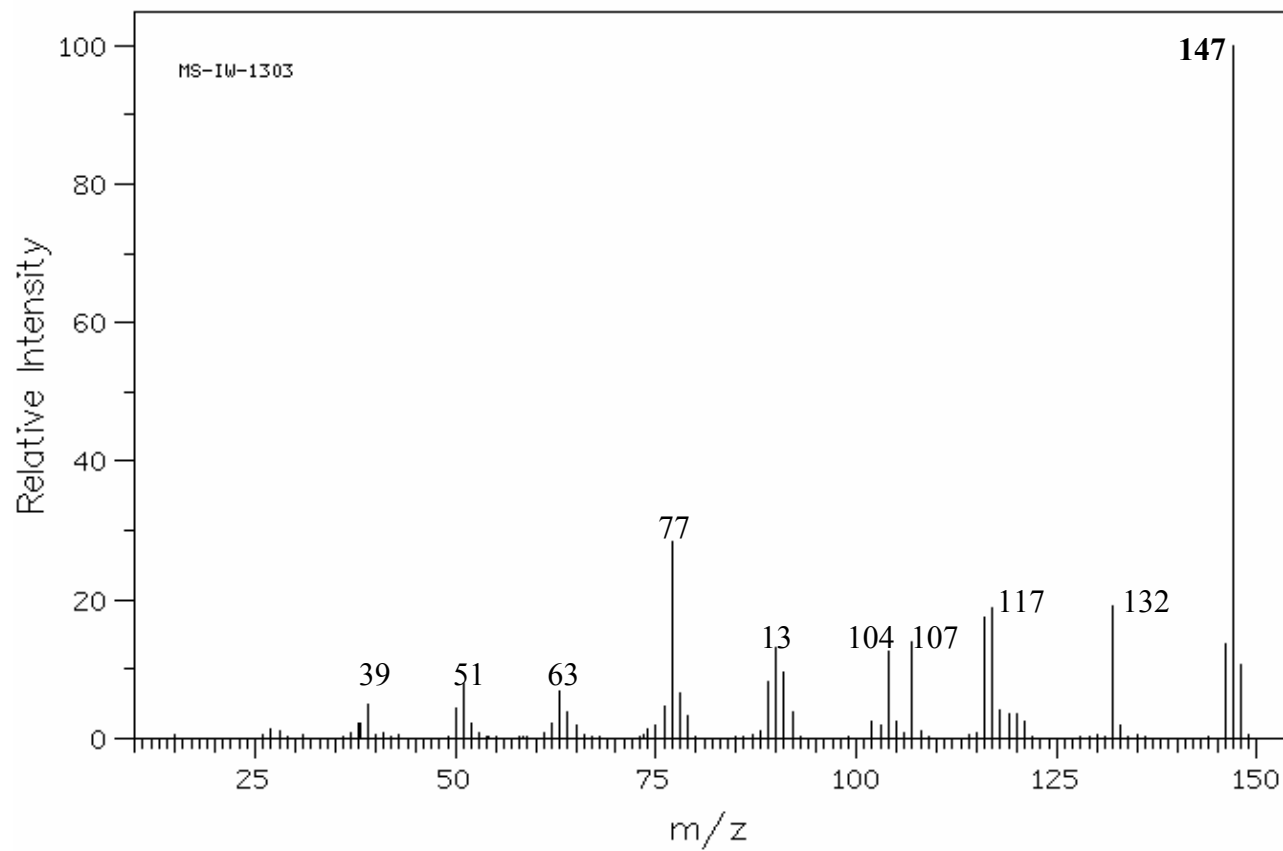
RMN-H1



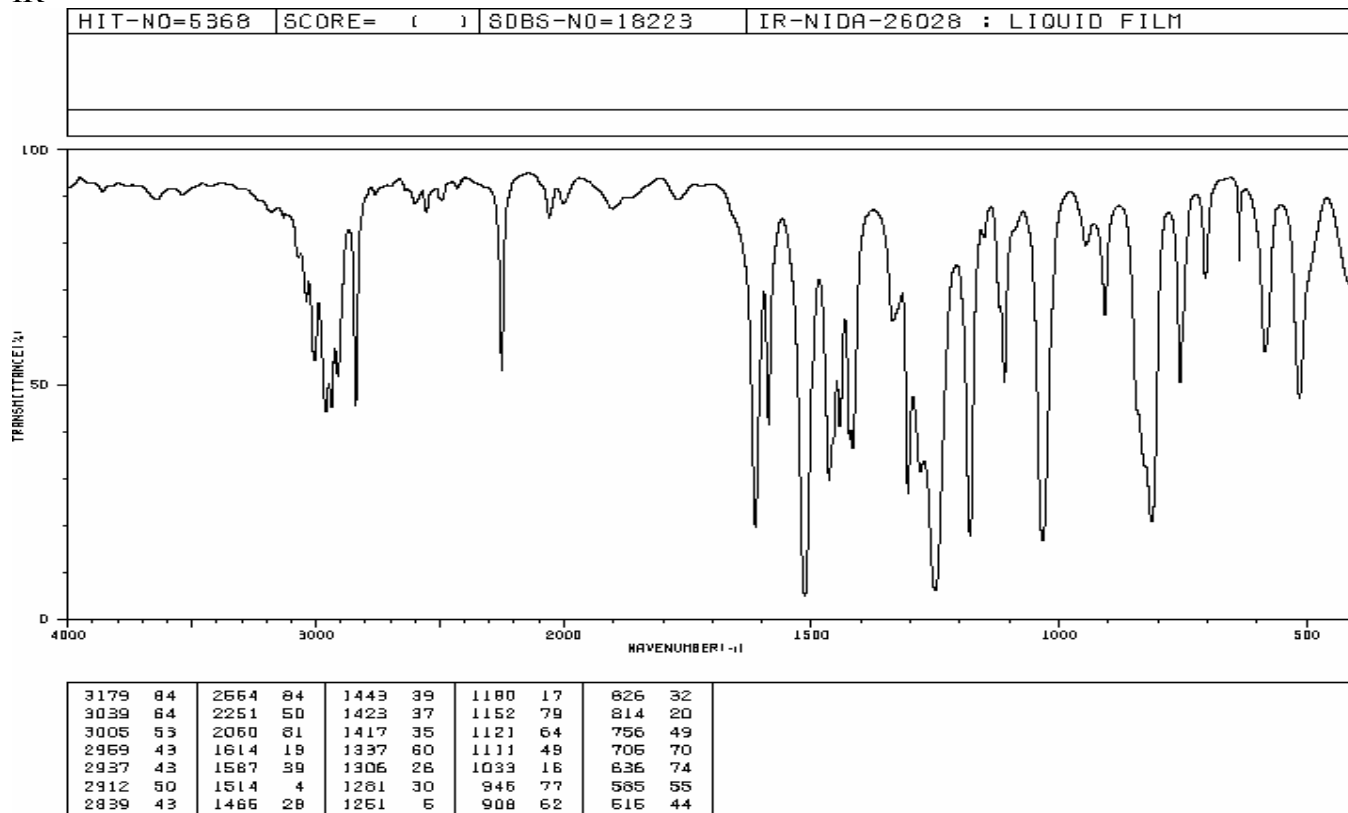
RMN-C13



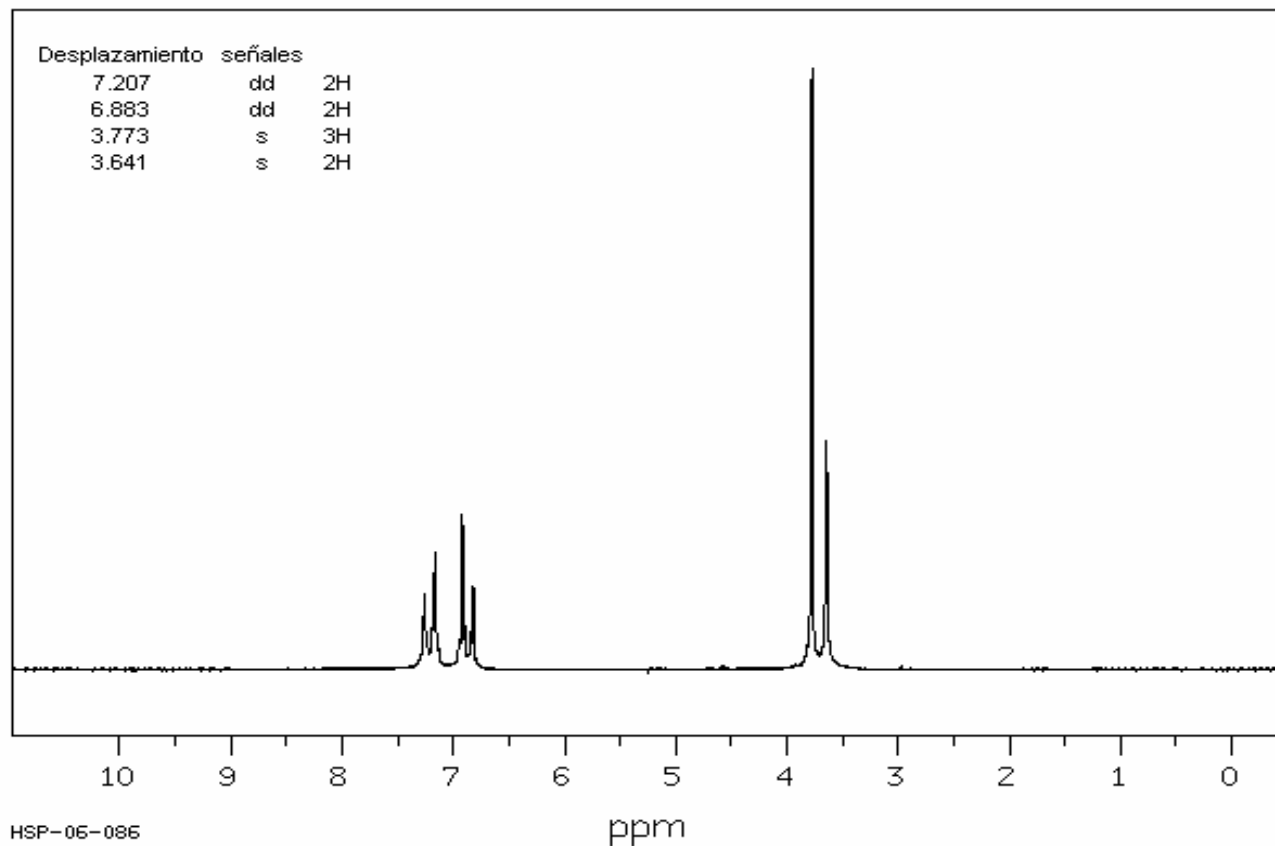
EM



IR

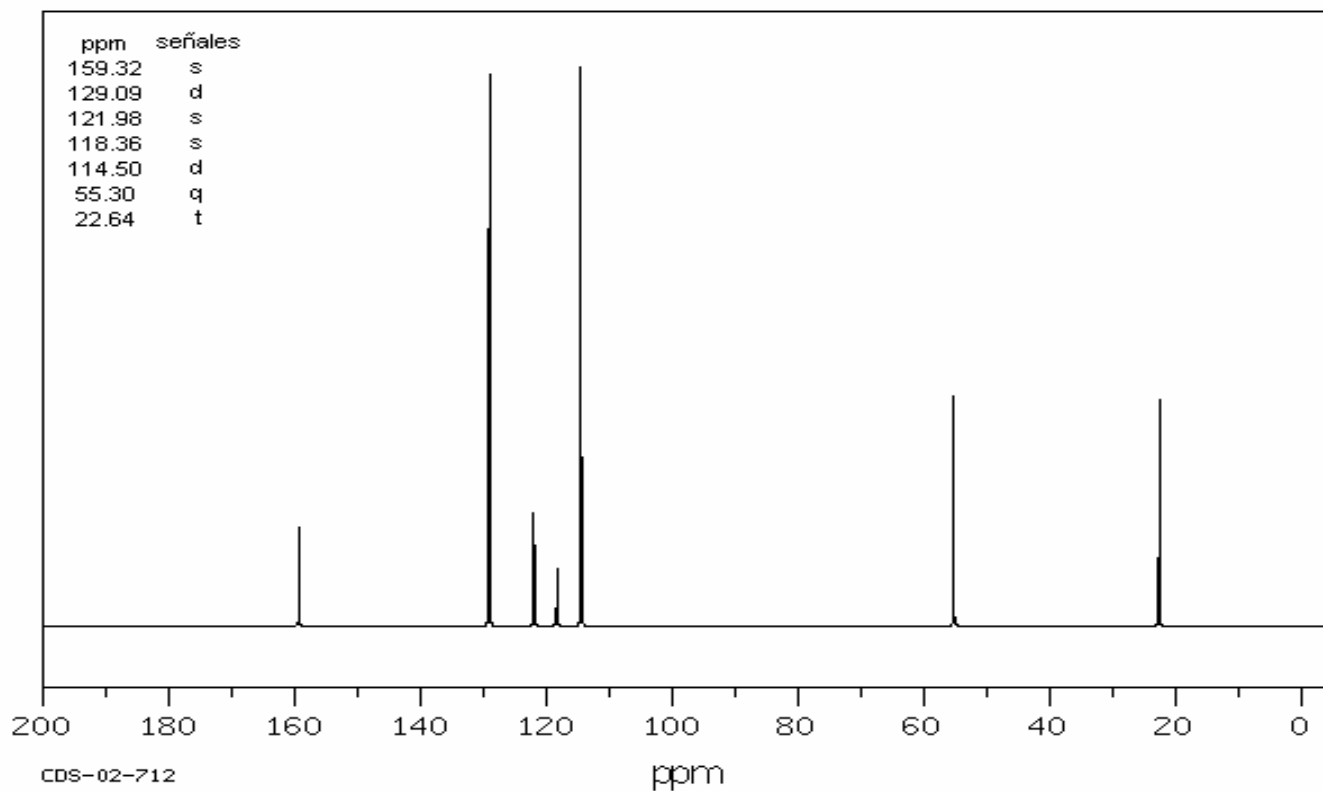


RMN-H1

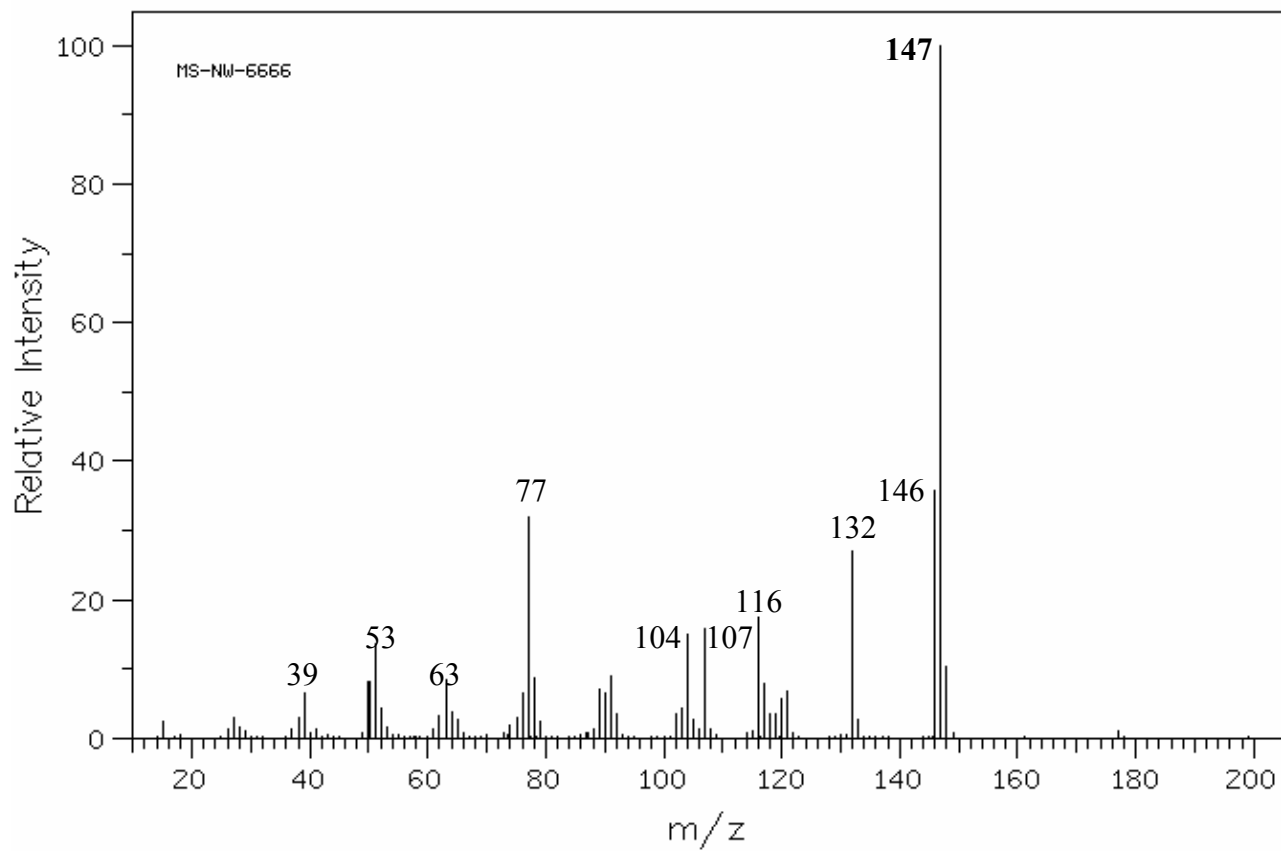


HSP-05-086

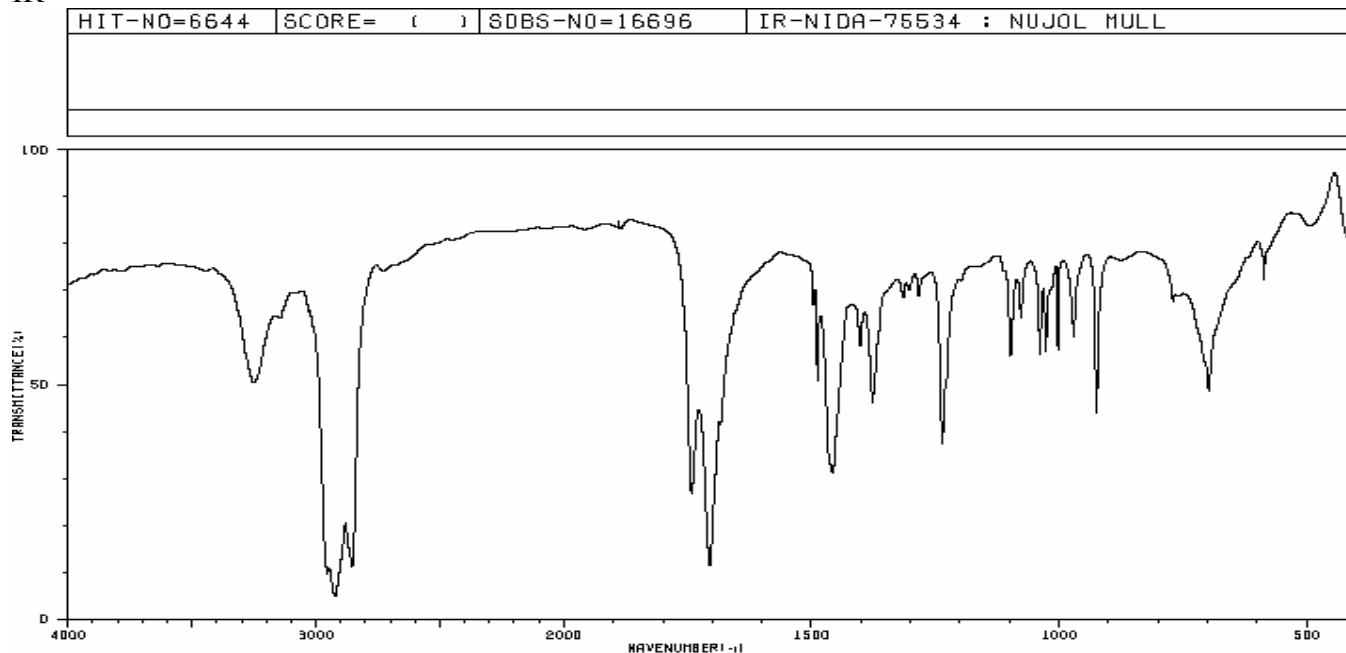
RMN-C13



EM

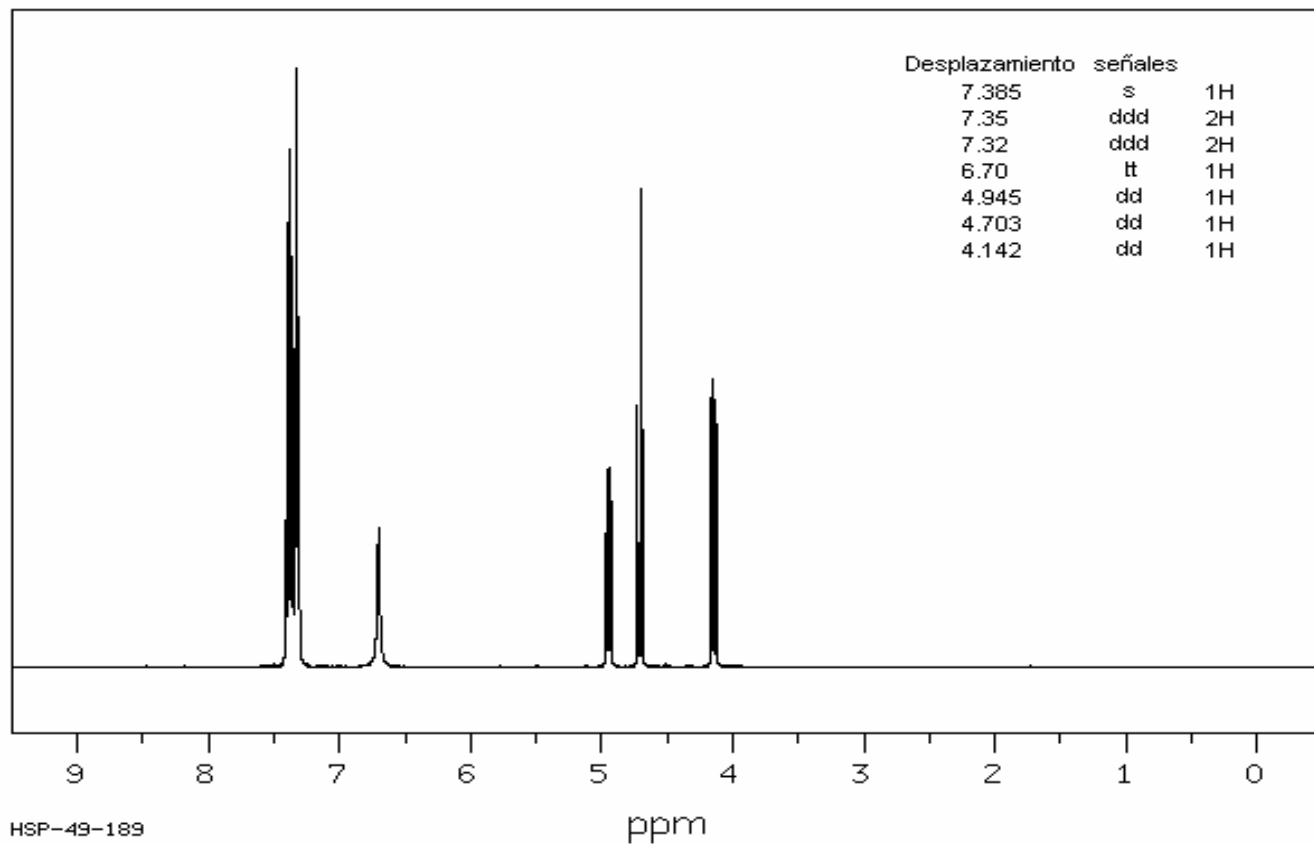


IR



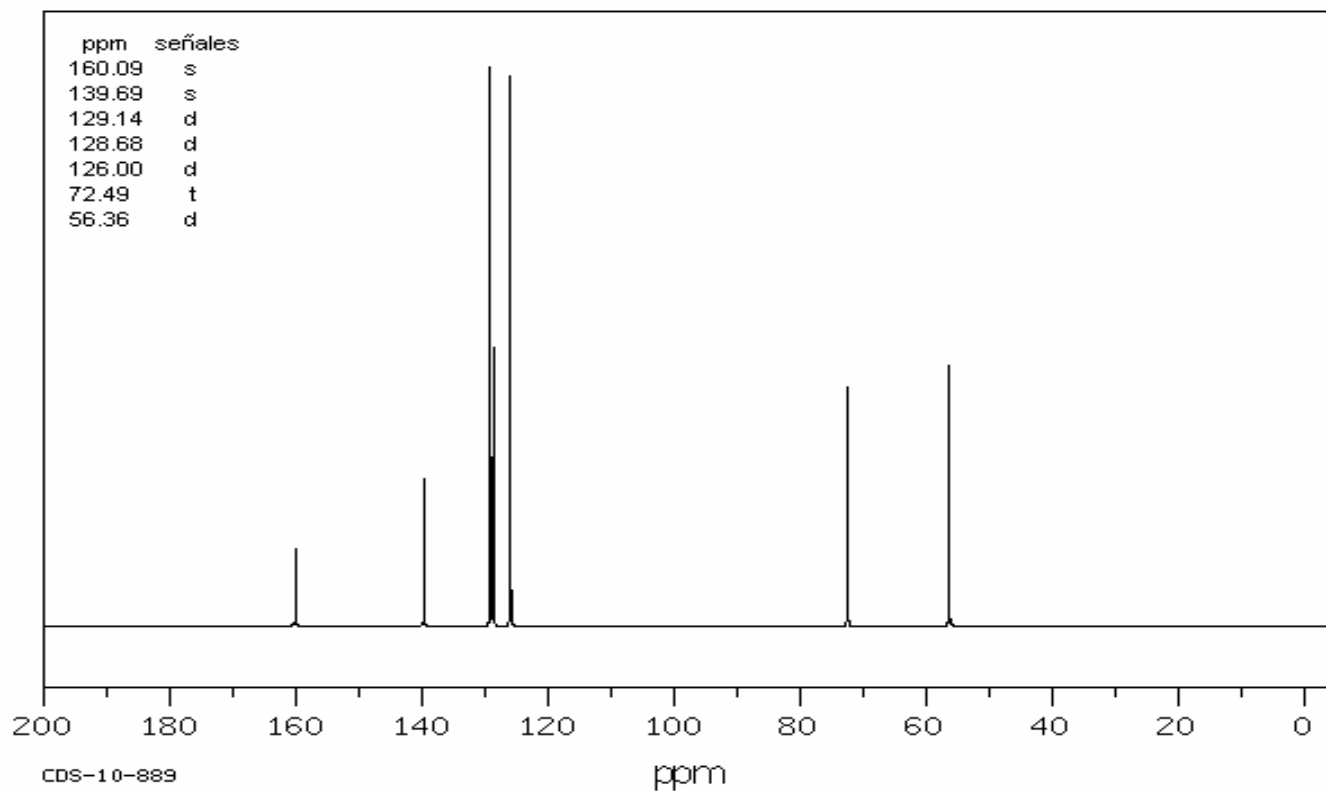
3261	49	1706	10	1316	66	1027	56	493	81		
2954	9	1497	64	1304	68	1003	55				
2923	4	1488	49	1264	86	971	58				
2864	10	1467	30	1237	36	926	42				
2729	70	1402	55	1098	53	770	66				
1889	79	1377	44	1077	82	698	46				
1742	26	1367	67	1039	63	687	70				

RMN-H1

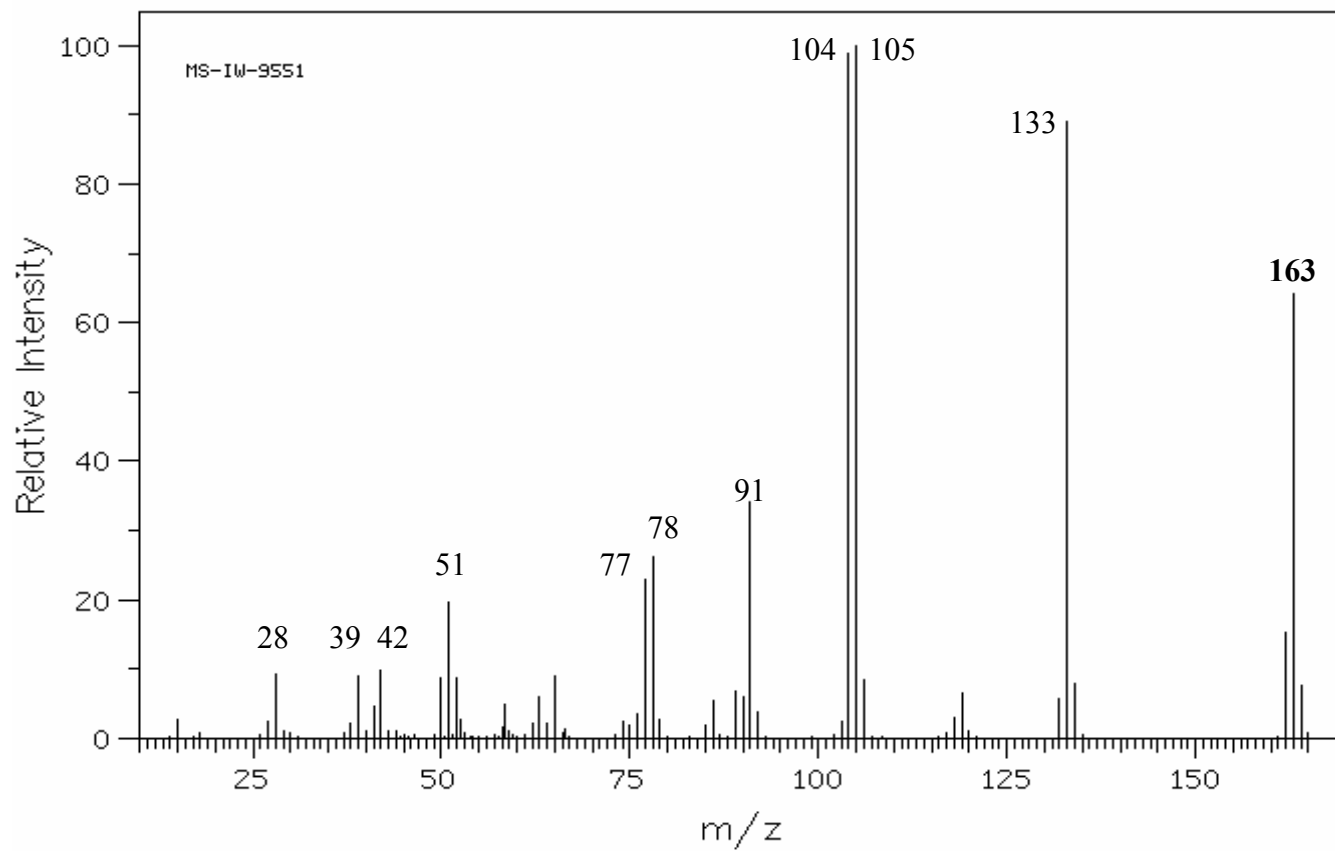


HSP-49-189

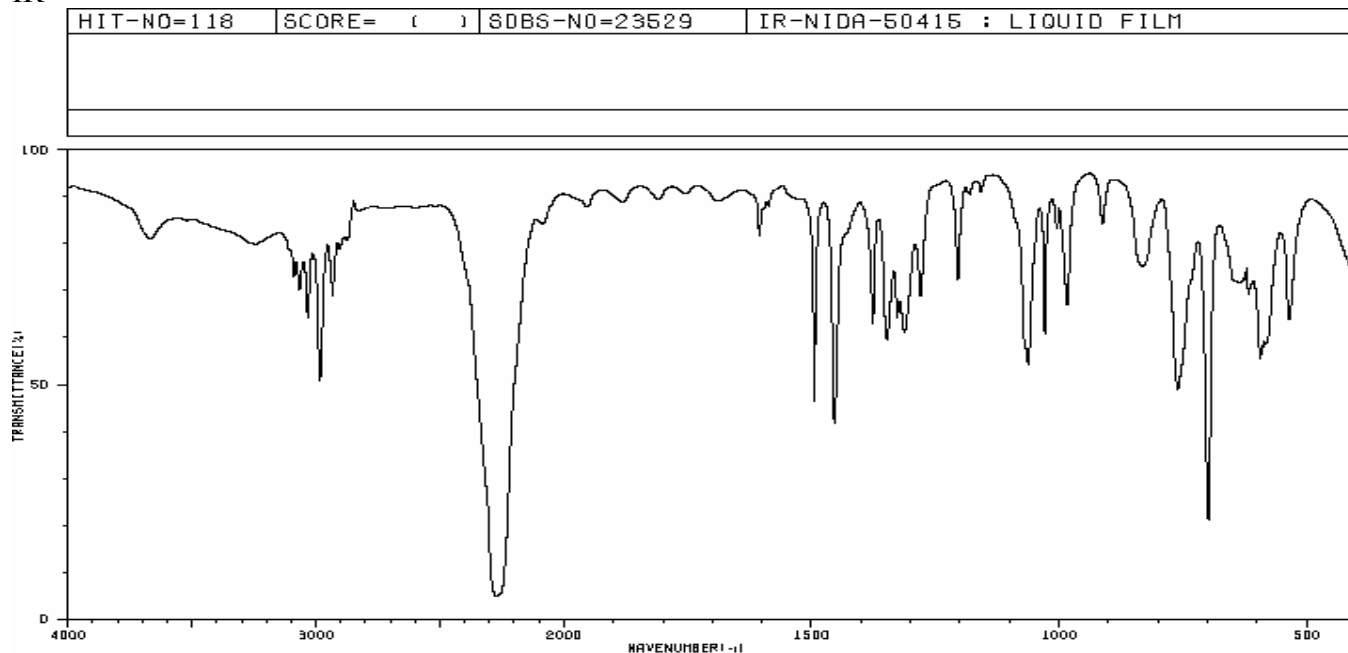
RMN-C13



EM

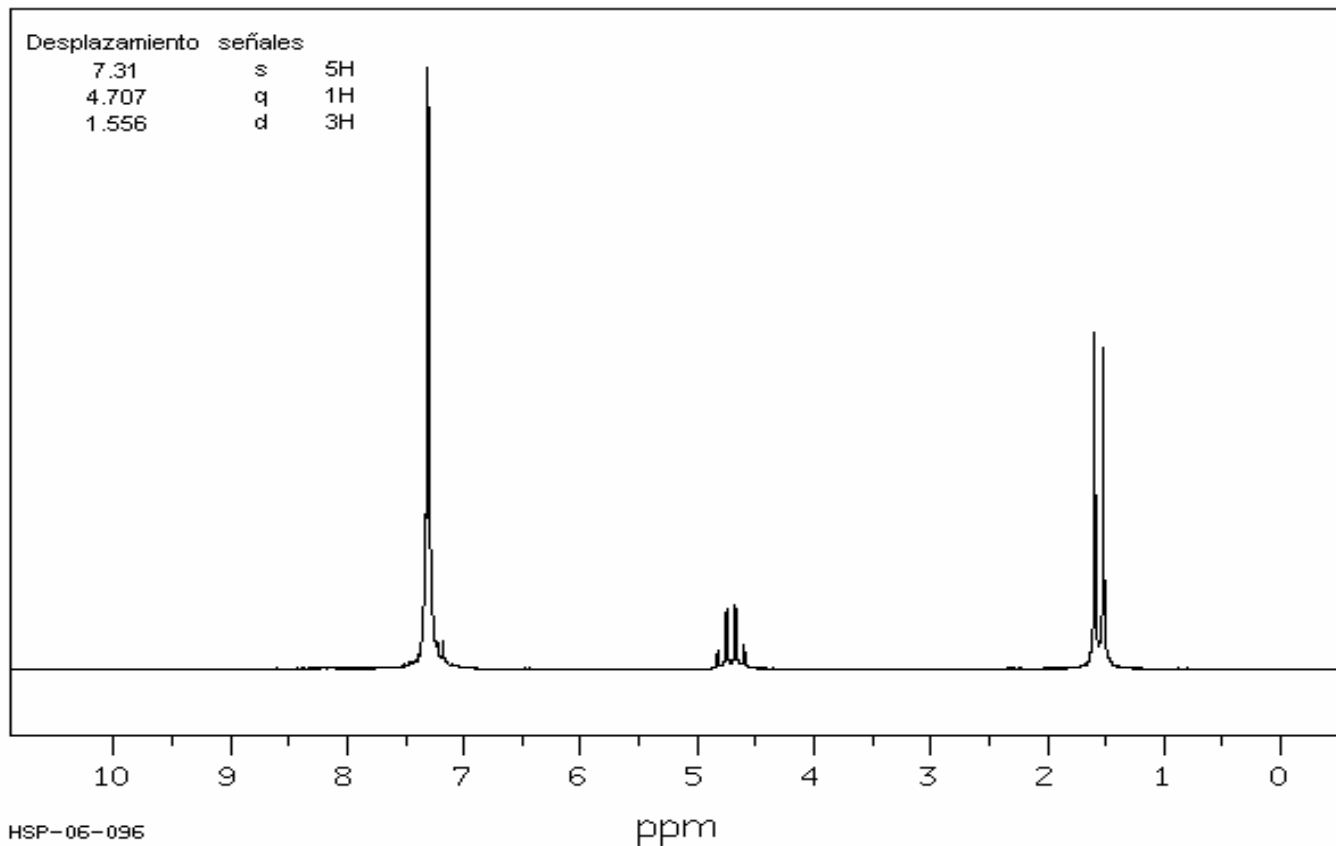


IR



3666	79	2906	77	1376	60	1029	58	648	70
3243	77	2275	4	1348	57	1004	79	642	70
3088	70	1953	64	1327	82	984	64	637	66
3066	68	1606	79	1313	68	912	61	618	66
3033	62	1587	84	1280	66	832	72	595	53
2983	49	1494	44	1205	70	761	47	587	55
2932	66	1464	39	1062	62	699	20	636	62

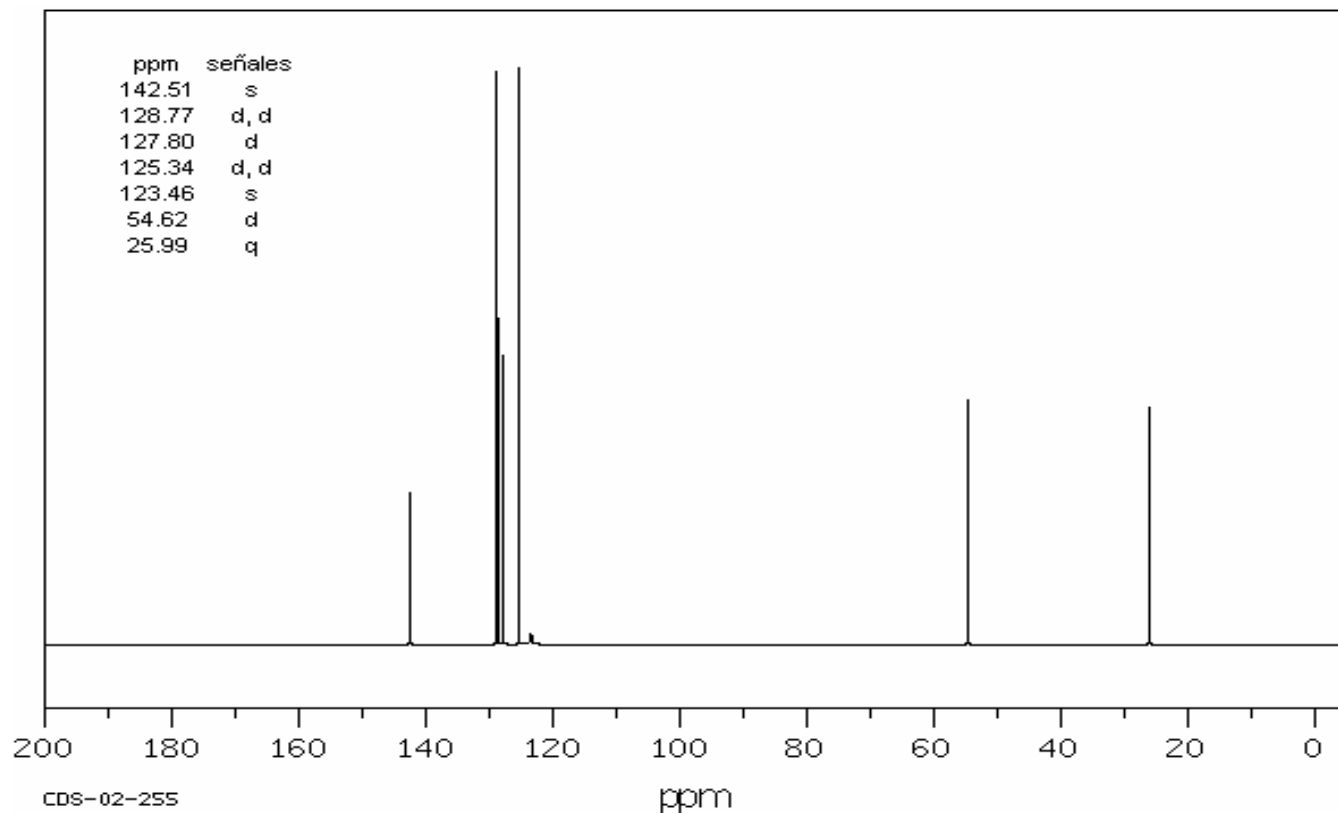
RMN-H1



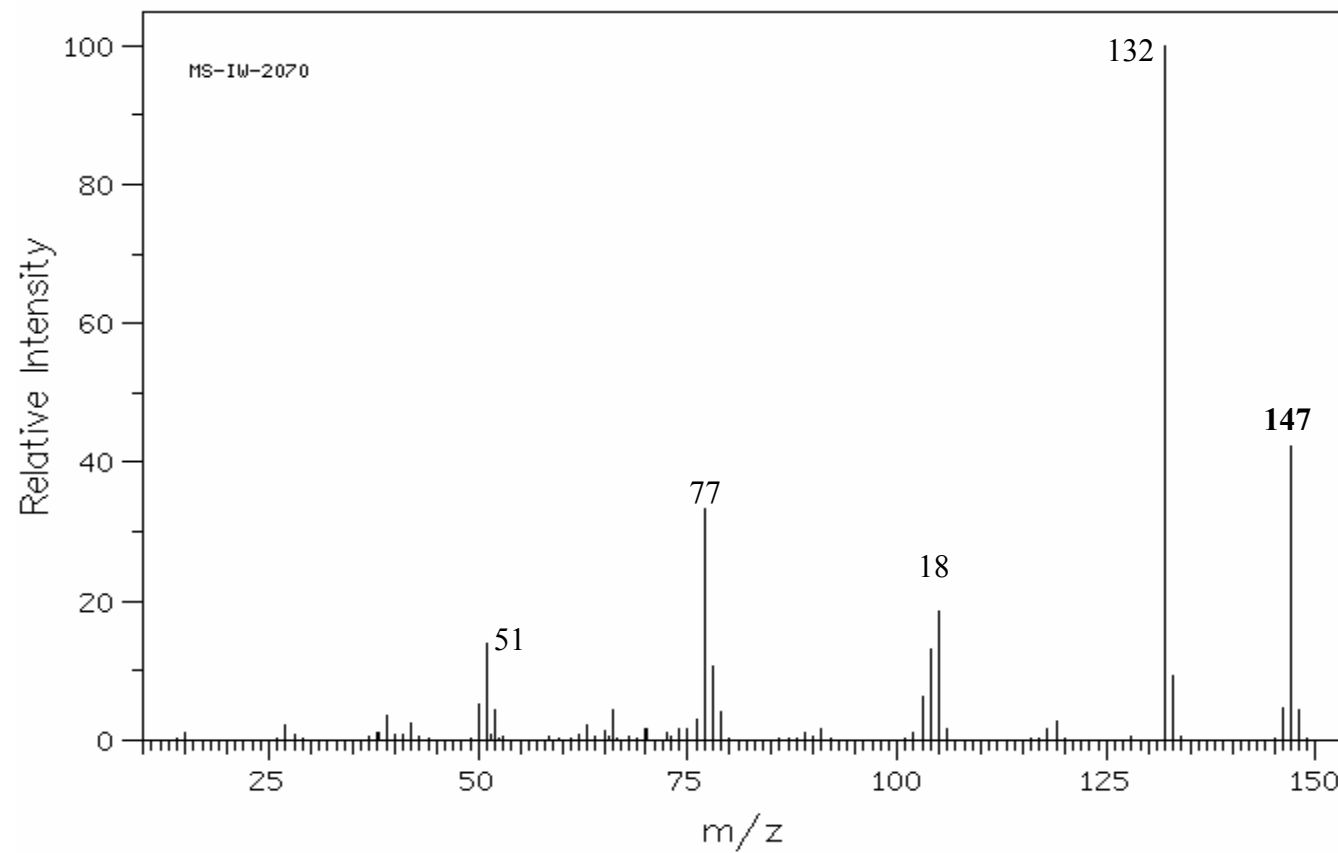
HSP-06-096

ppm

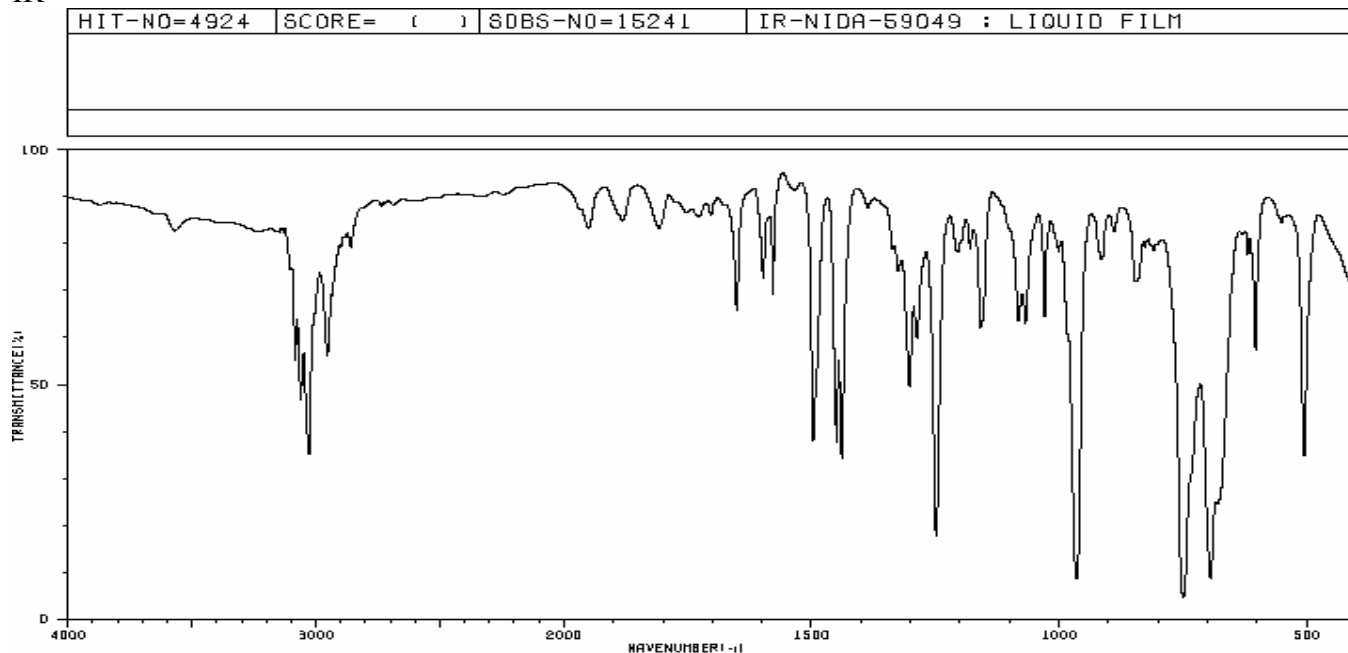
RMN-C13



EM

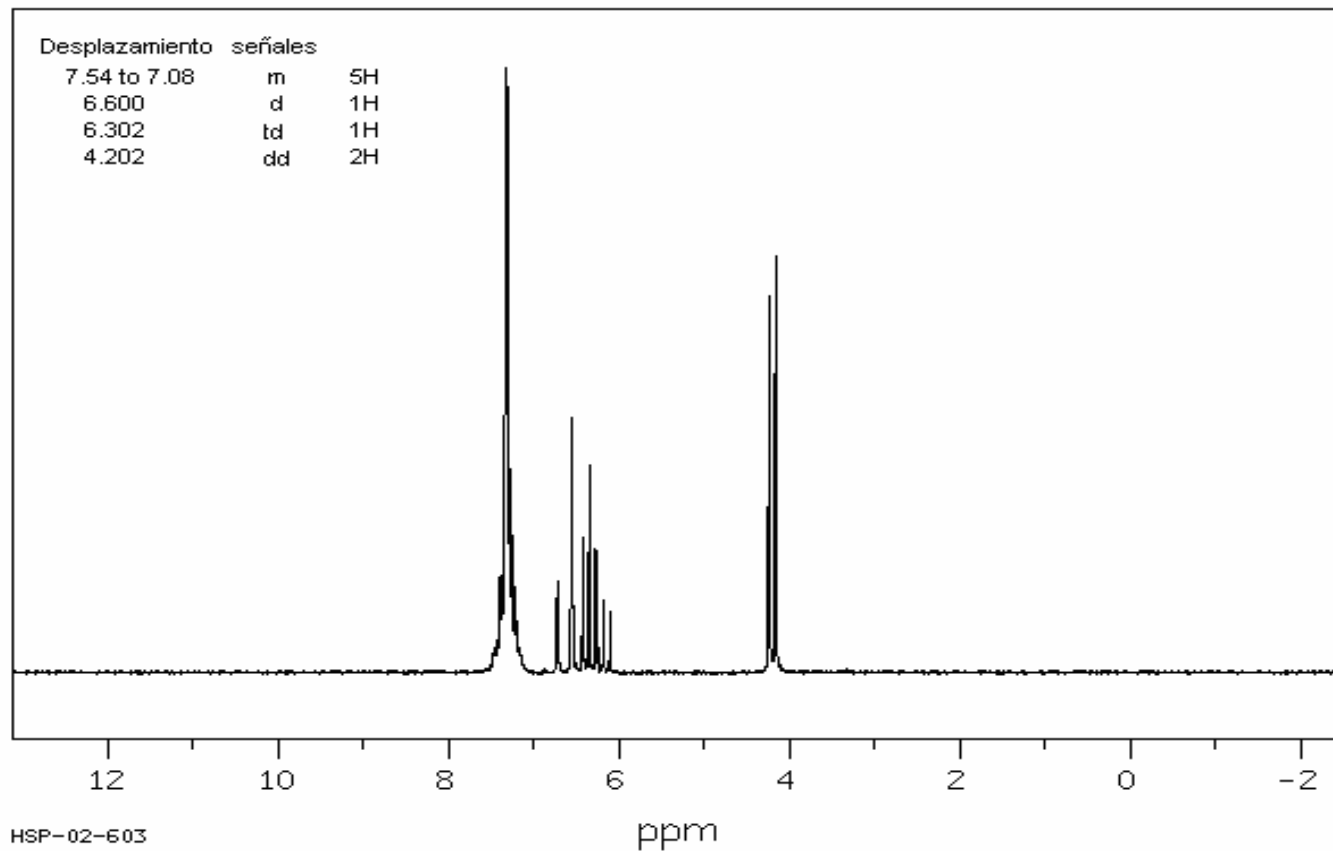


IR

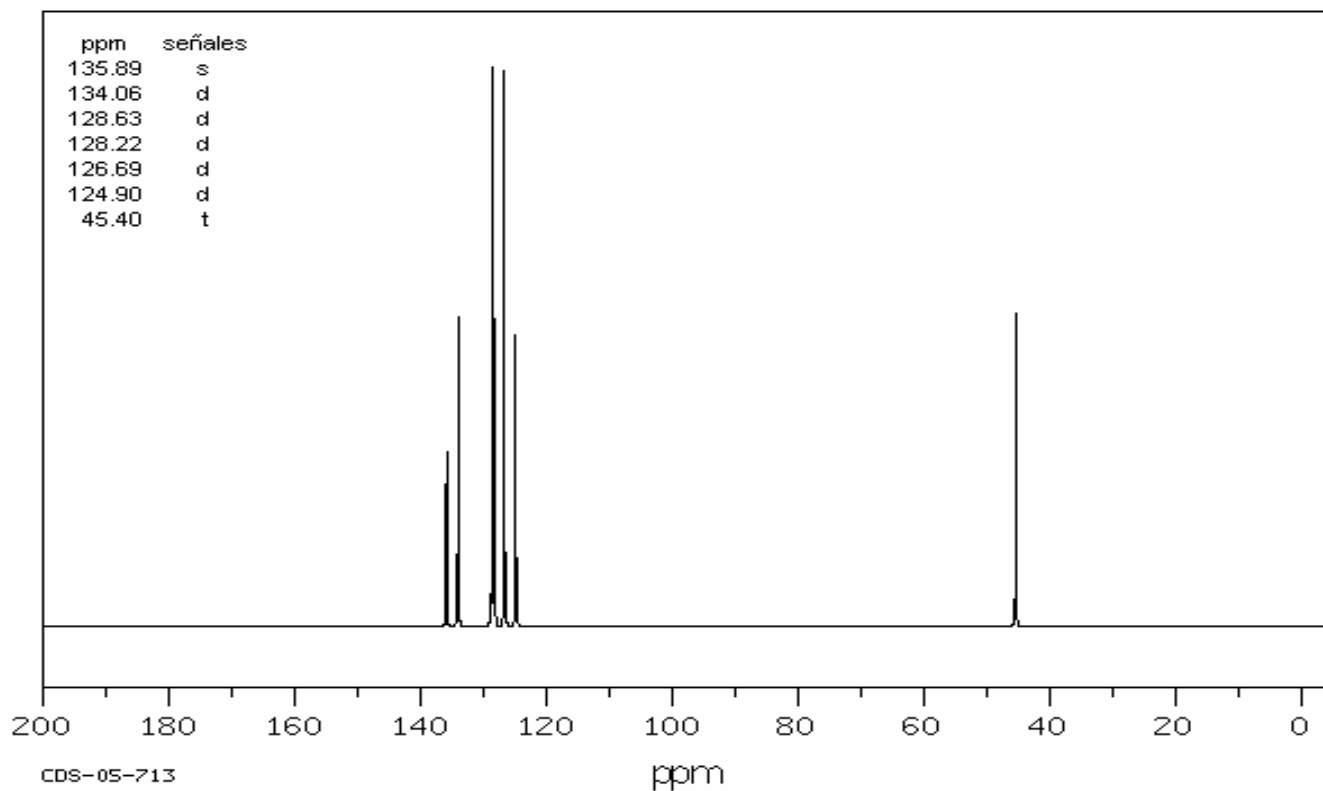


3084	63	1698	70	1287	68	1028	62	810	77		
3061	46	1578	68	1249	17	1001	77	750	4		
3026	34	1497	37	1205	74	964	8	694	6		
2964	55	1460	37	1180	77	914	74	679	24		
2934	66	1439	34	1159	60	890	79	620	74		
2860	77	1325	72	1062	82	847	70	603	55		
1661	64	1303	49	1068	60	826	77	606	34		

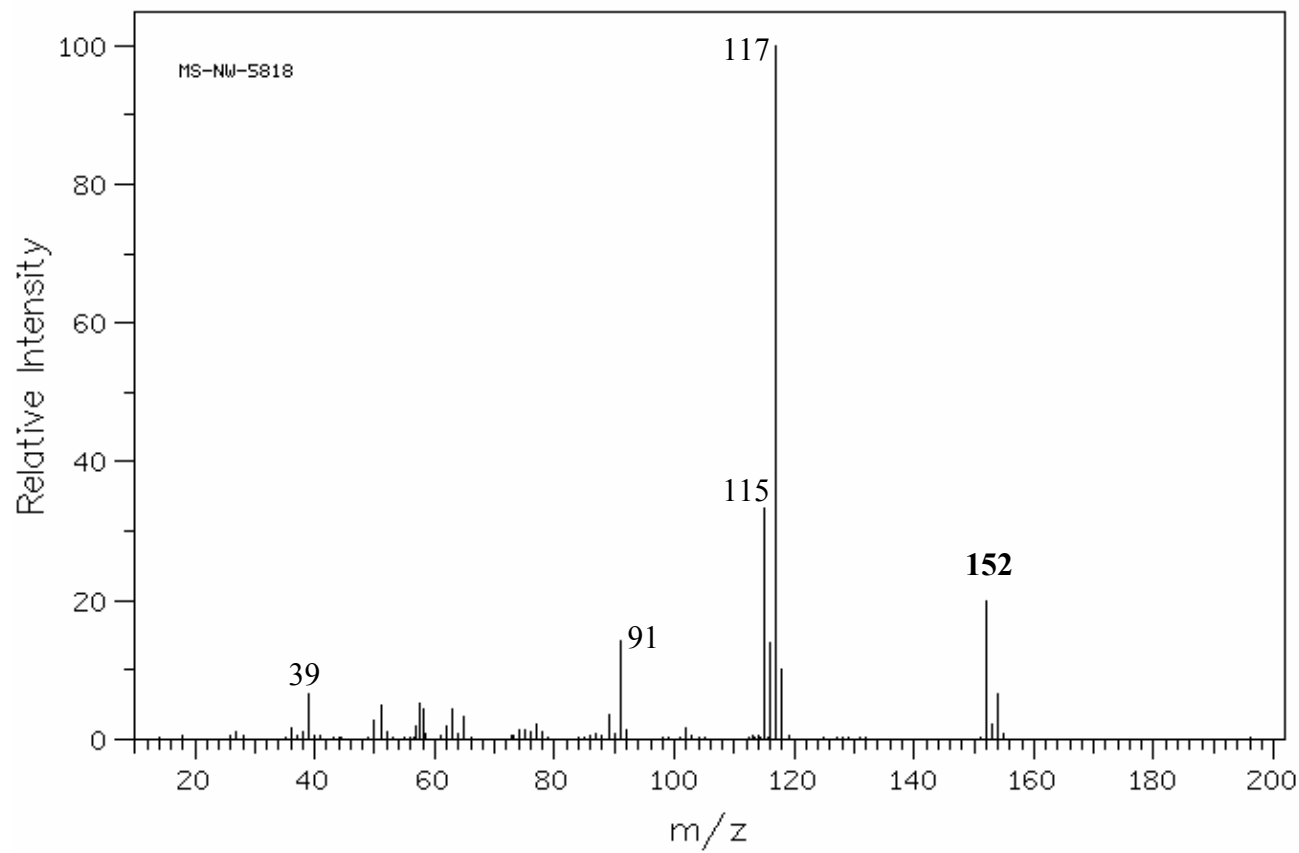
RMN-H1



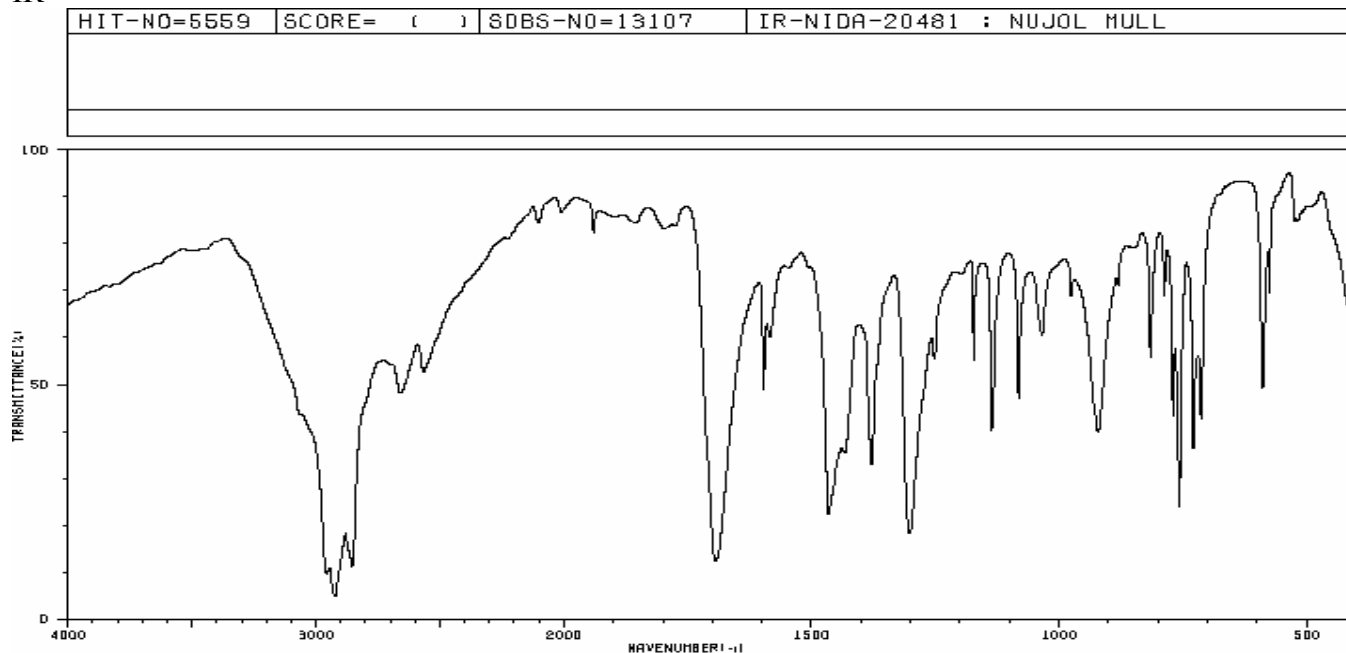
RMN-C13



EM

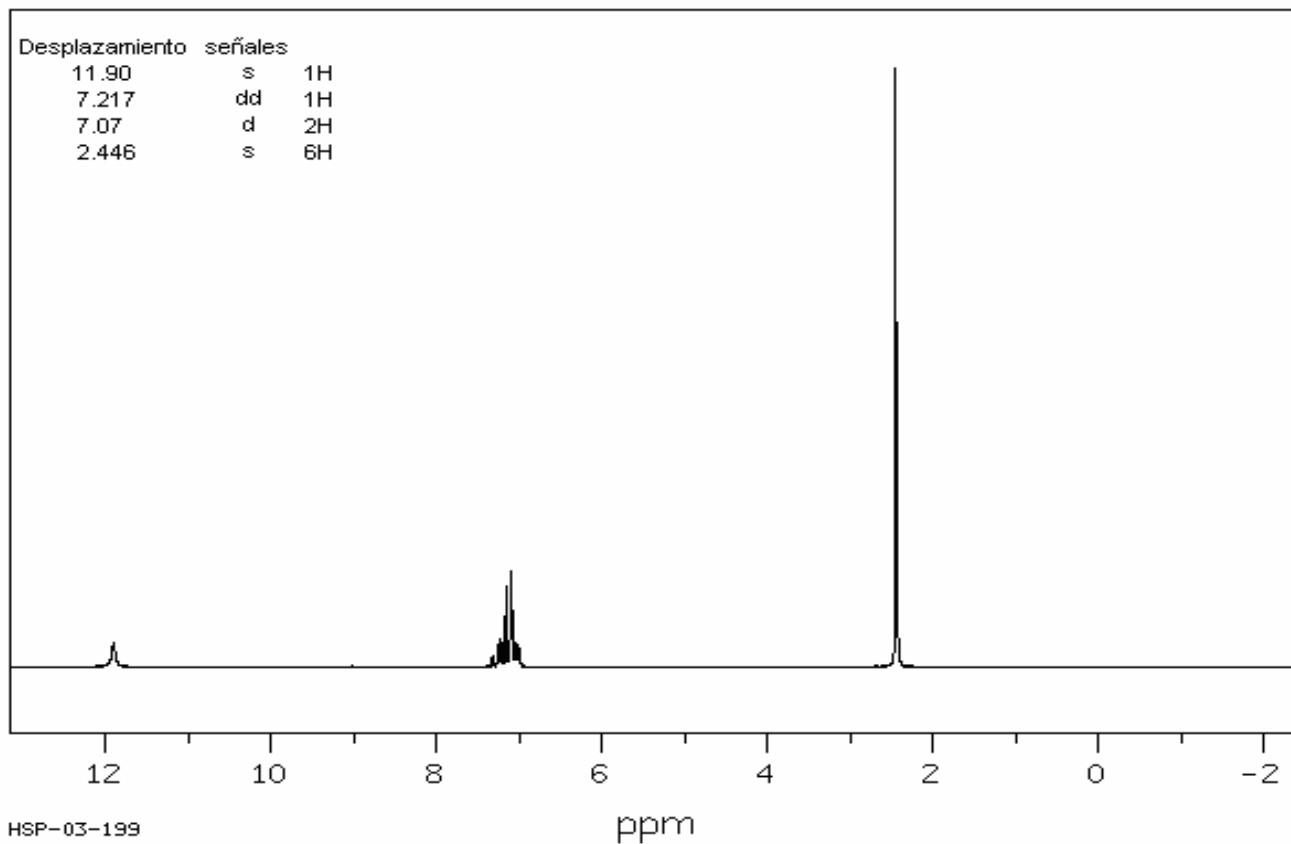


IR



2956	9	1855	81	1379	31	1034	58	758	23		
2923	4	1795	79	1367	52	976	66	729	35		
2854	10	1694	12	1303	17	921	38	714	41		
2668	46	1697	47	1263	63	881	68	699	47		
2566	50	1585	58	1173	53	816	53	576	66		
2102	81	1468	21	1136	36	788	66	526	61		
1940	79	1433	34	1082	44	770	41	621	81		

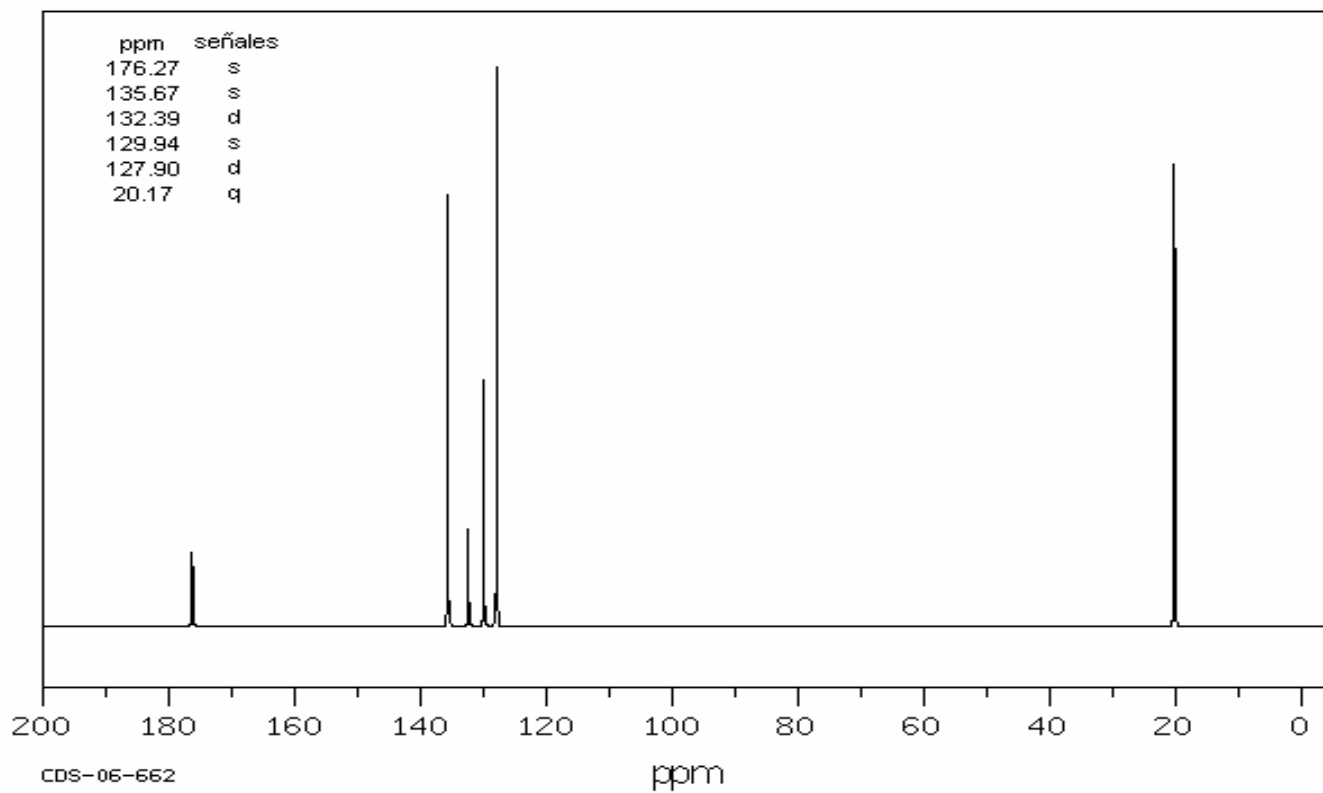
RMN-H1



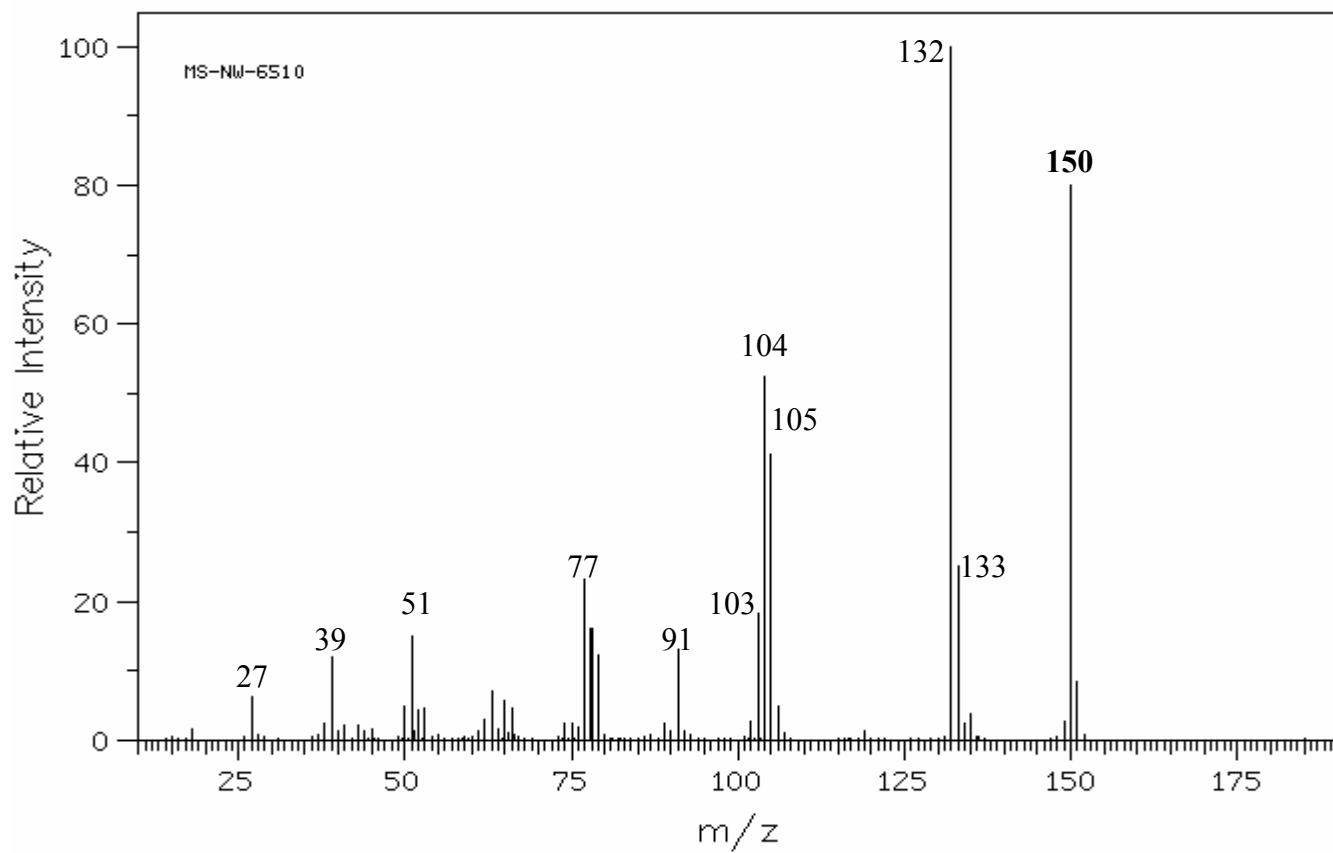
HSP-03-199

ppm

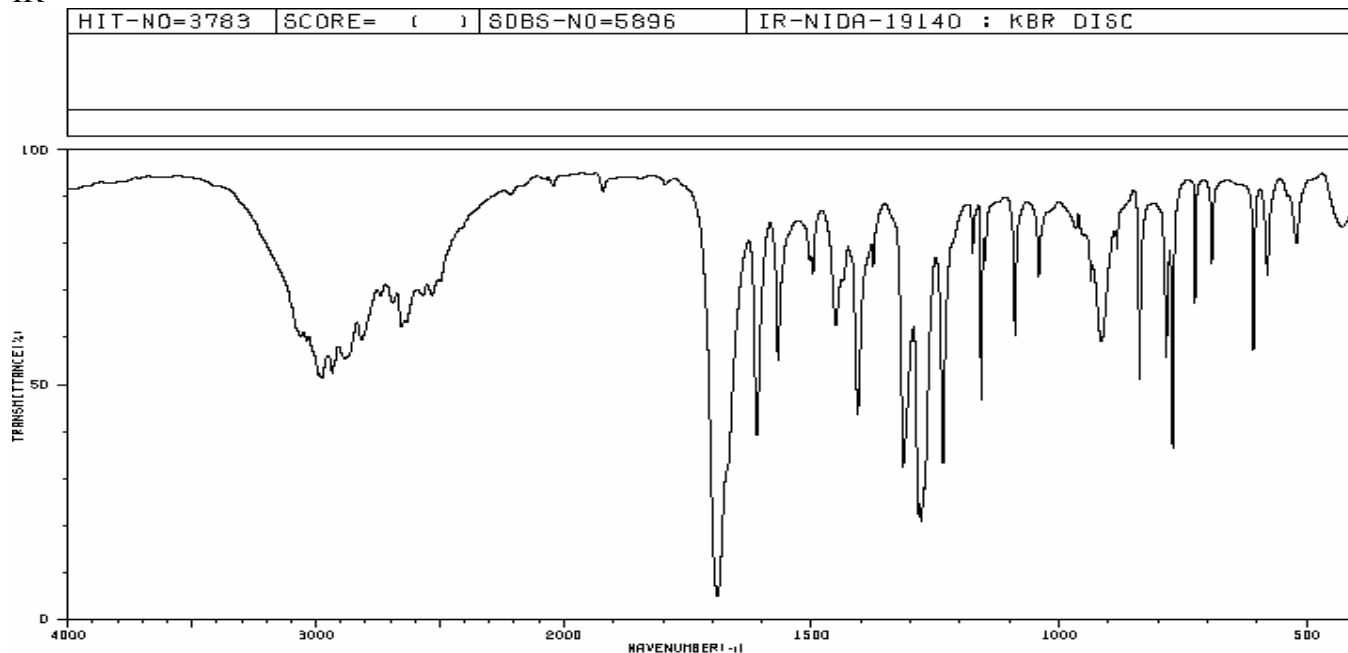
RMN-C13



EM

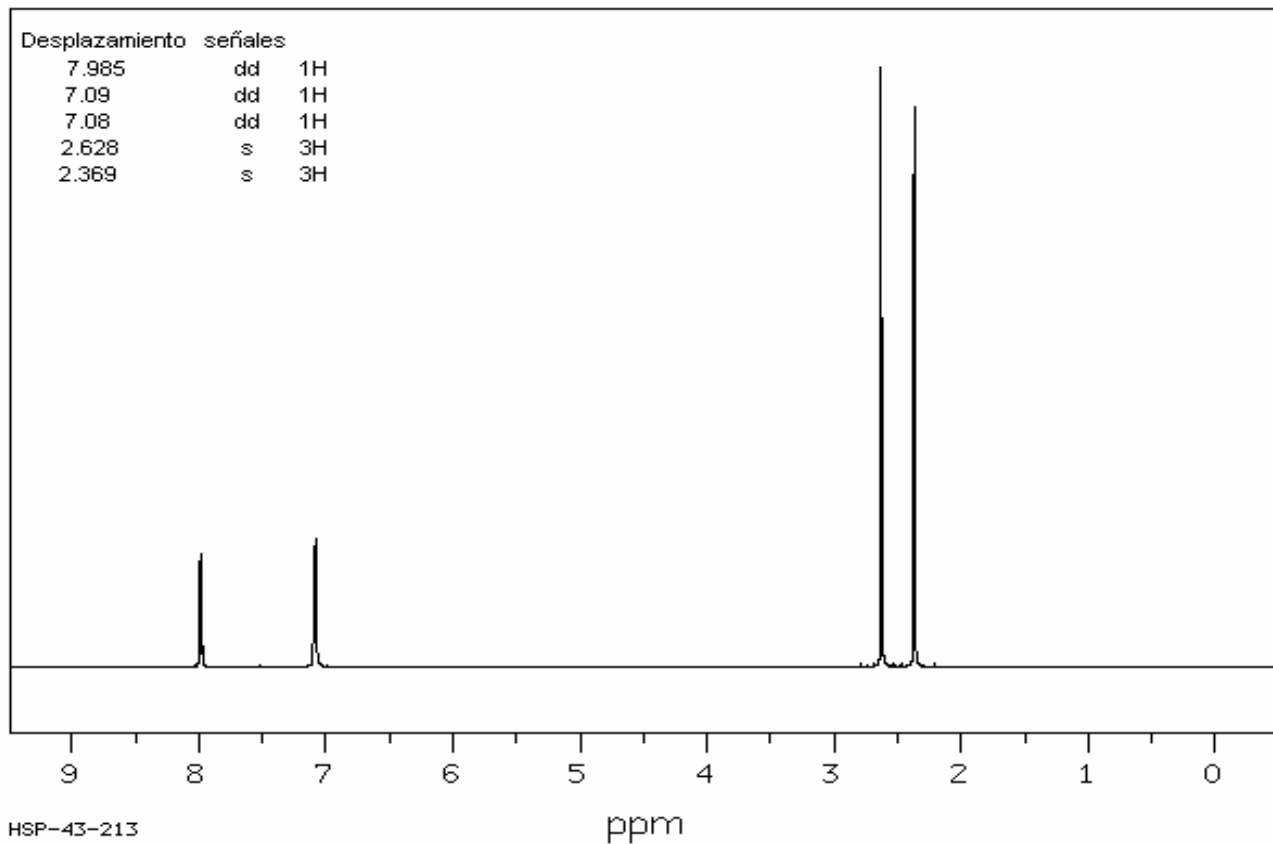


IR



2988	60	2654	60	1497	70	1272	26	838	49		
2976	49	2634	60	1452	60	1235	32	784	53		
2934	50	2569	65	1437	68	1158	44	771	35		
2883	53	2531	68	1407	42	1089	68	726	64		
2813	57	1690	4	1315	31	1041	70	692	72		
2759	66	1611	37	1266	21	936	70	608	55		
2689	64	1568	53	1279	20	916	67	580	70		

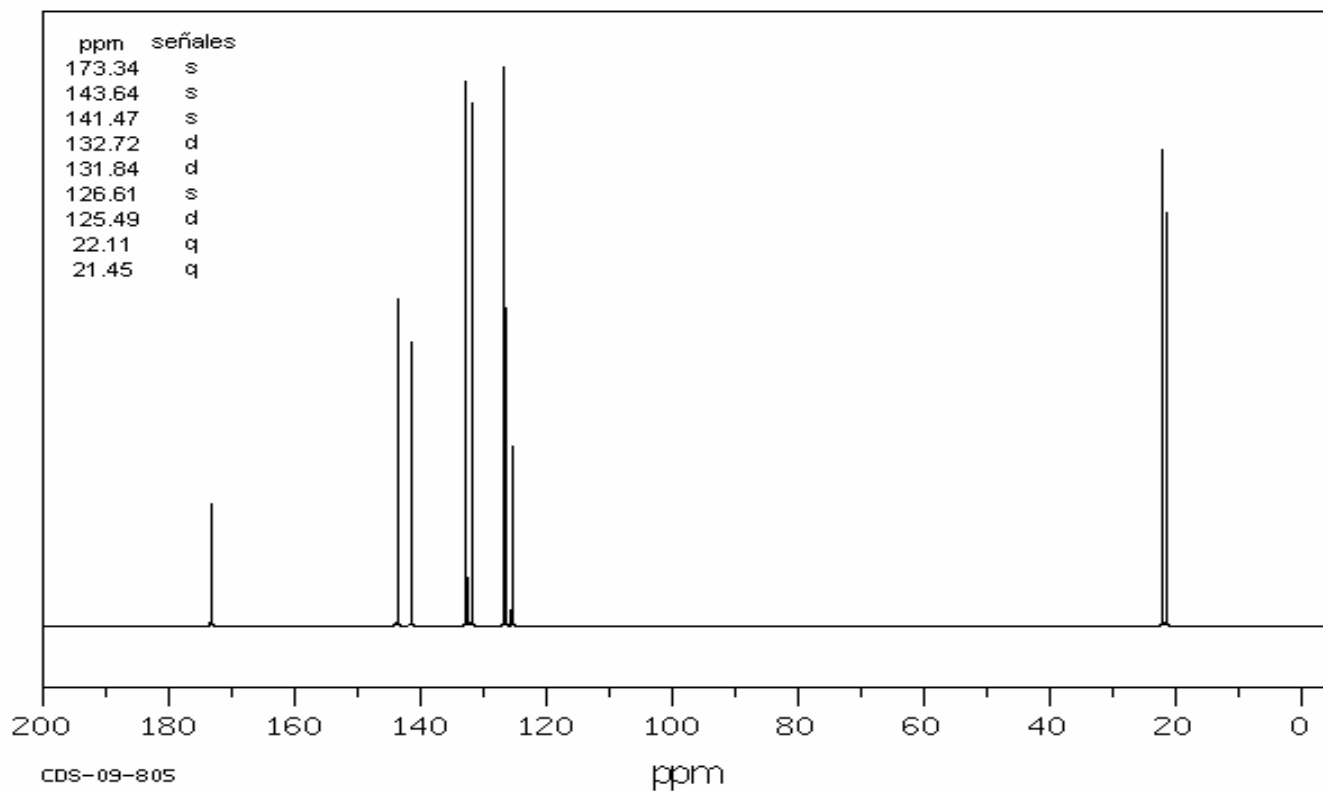
RMN-H1



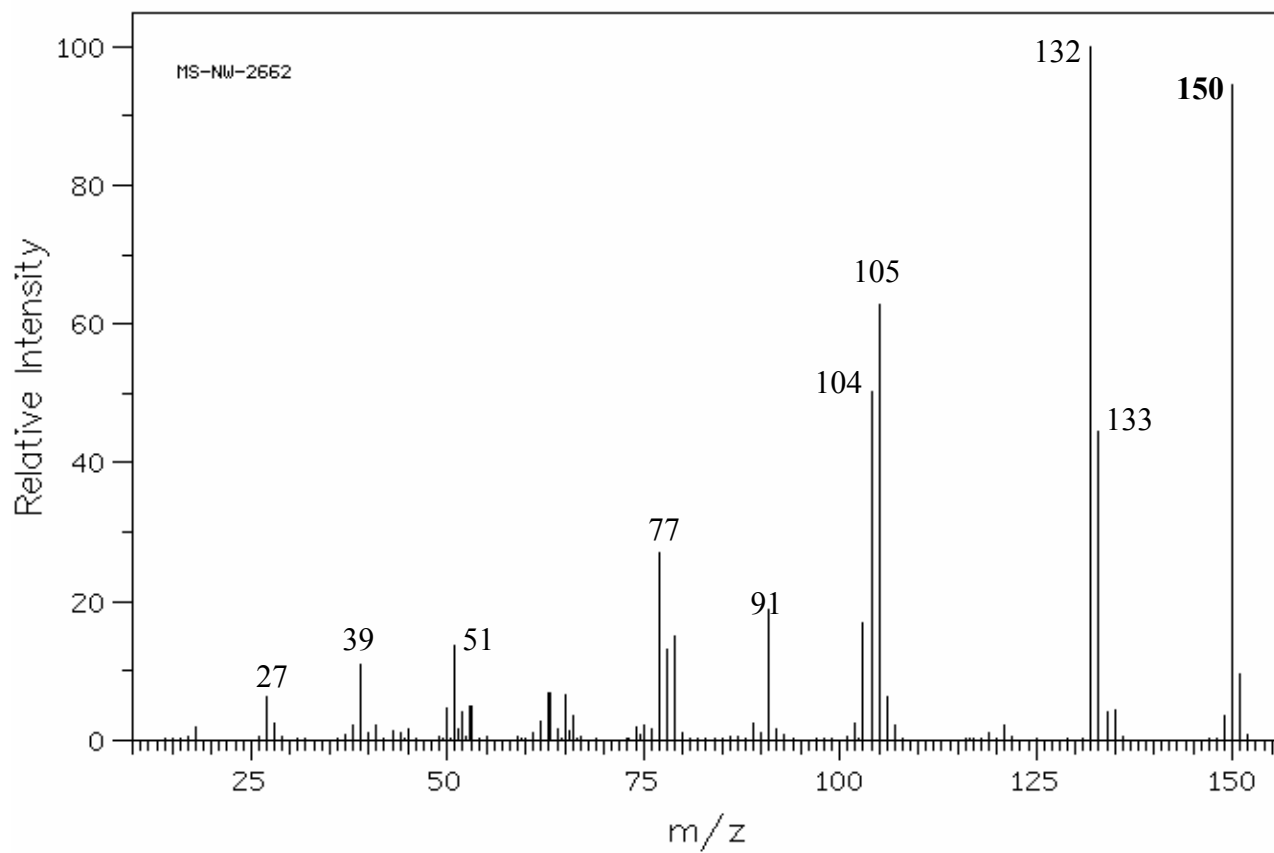
HSP-43-213

ppm

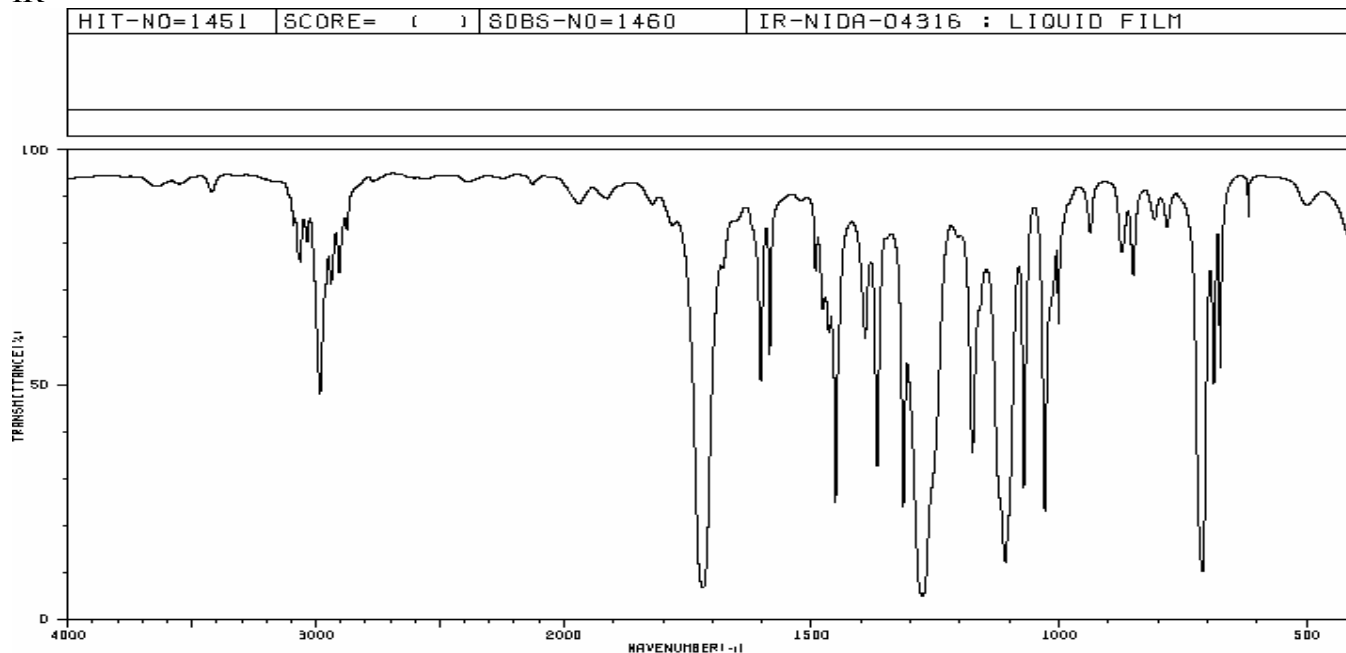
RMN-C13



EM

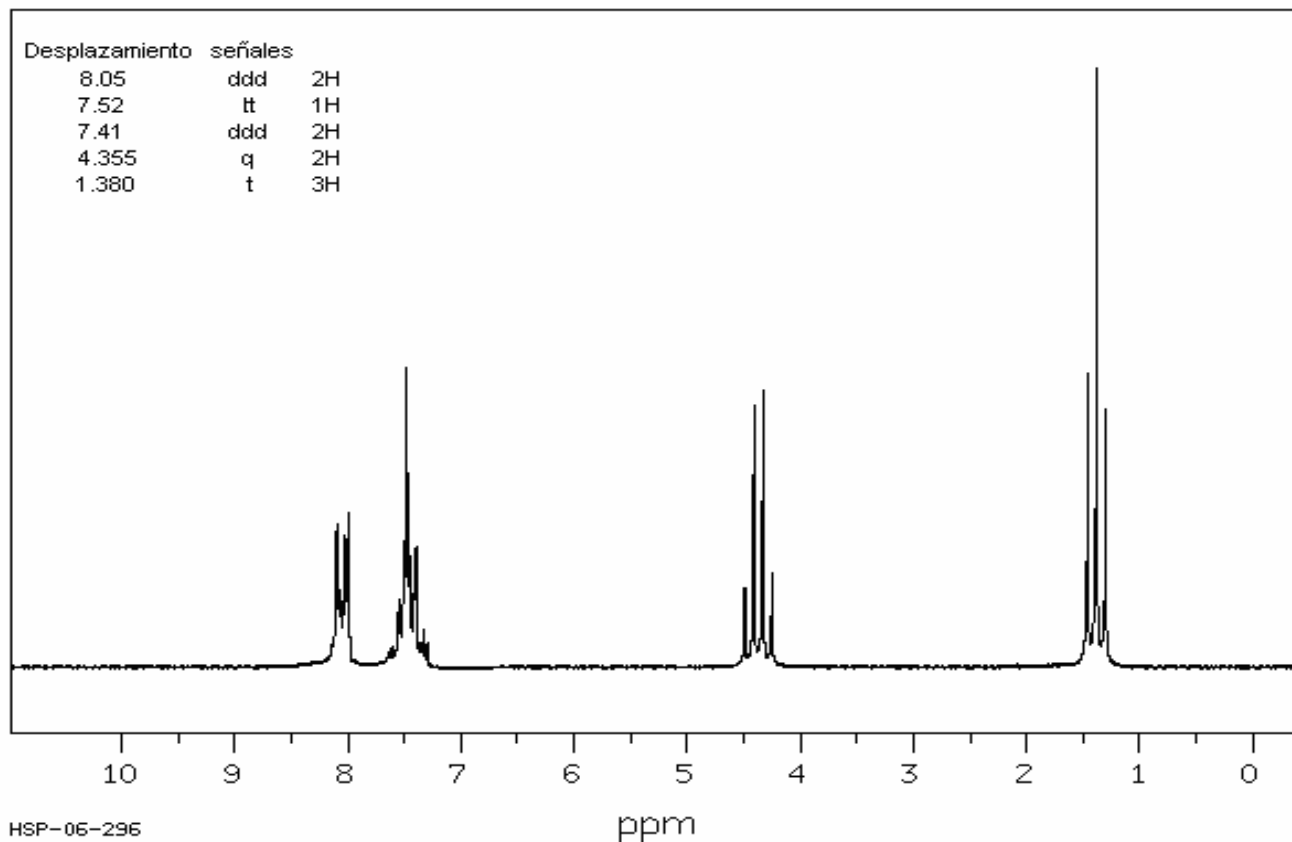


IR

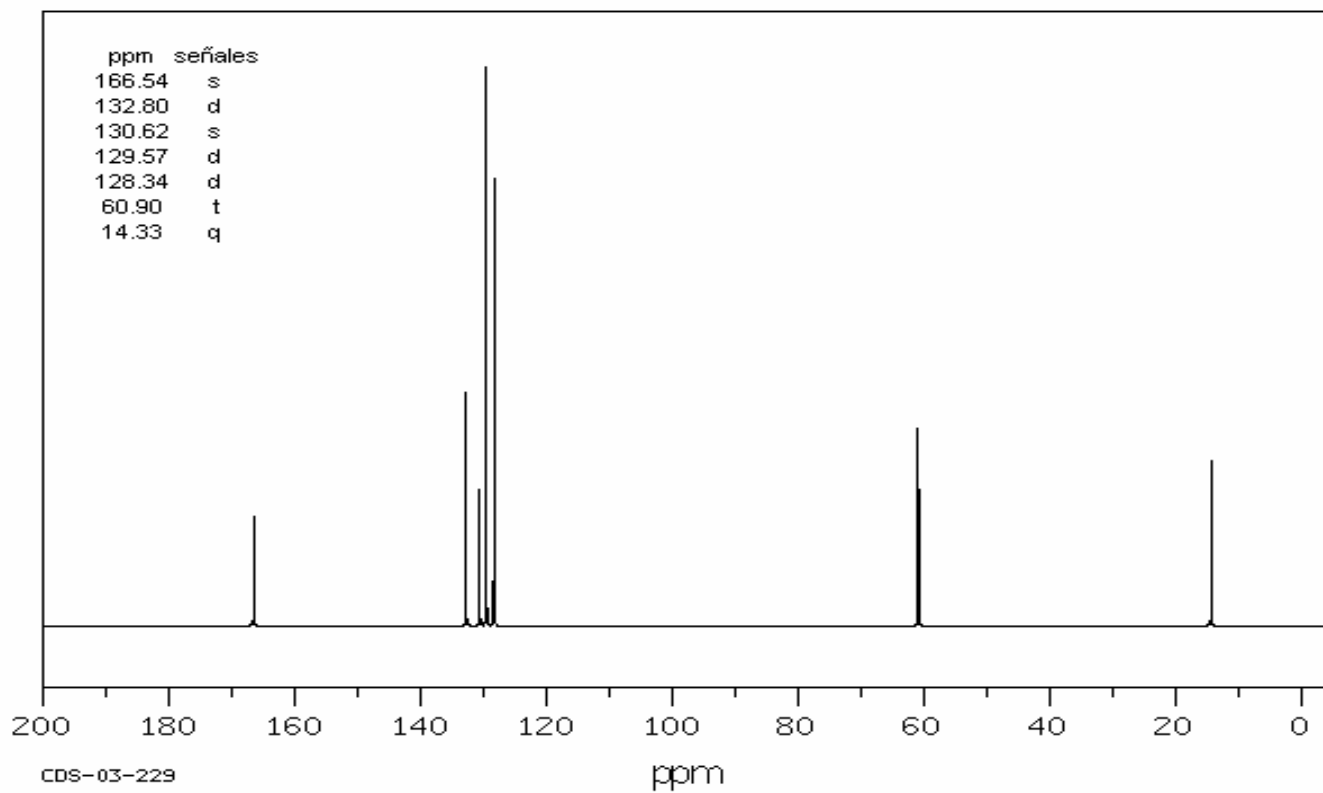


3091	81	1959	84	1465	68	1109	12	807	81		
3064	72	1822	84	1452	23	1071	26	782	79		
3035	77	1719	6	1392	57	1029	21	711	9		
2983	46	1603	49	1368	31	1002	60	688	47		
2939	68	1585	53	1315	23	937	79	675	52		
2907	70	1482	72	1276	4	873	74	618	61		
2874	79	1478	64	1176	34	861	70	606	84		

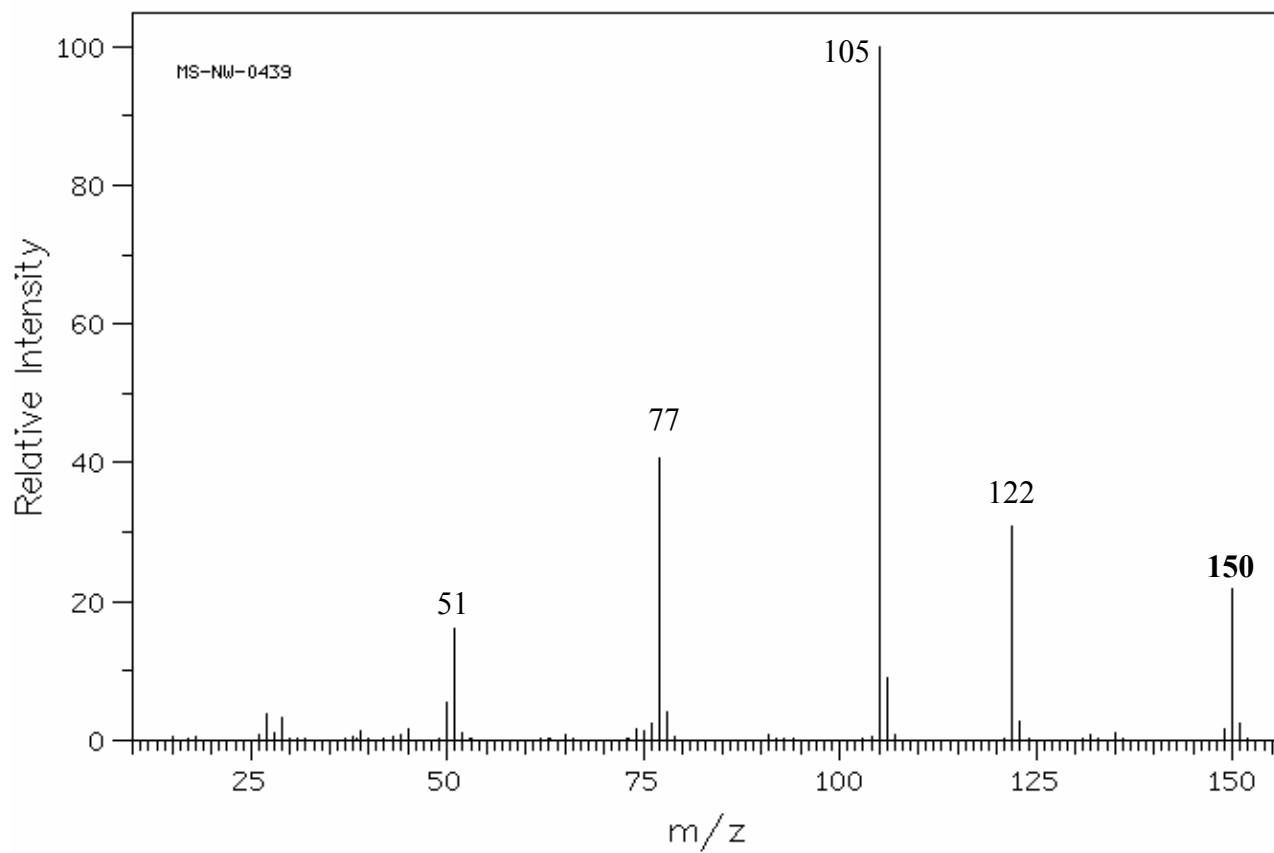
NMR-H1



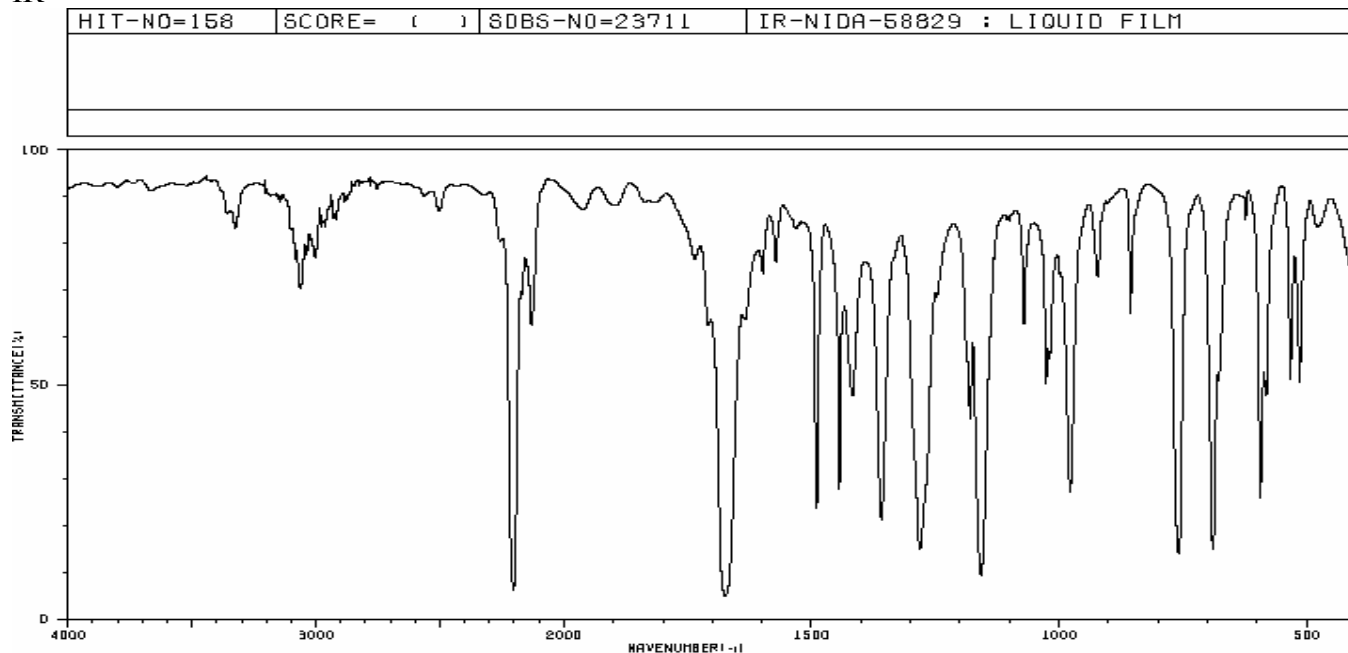
NMR-C13



EM

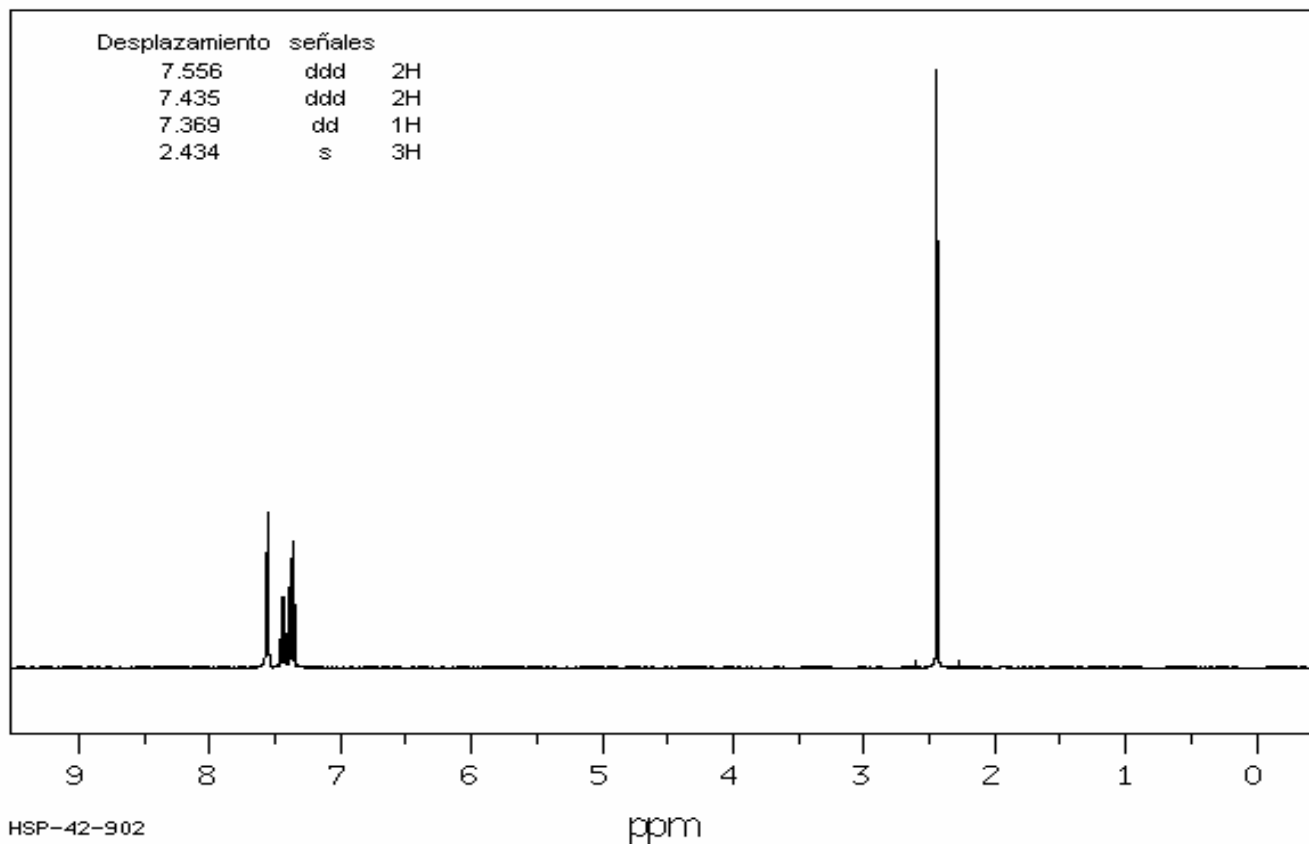


IR



3324	79	2131	60	1632	79	1168	9	759	13
3083	74	1736	74	1491	22	1071	60	690	14
3062	86	1709	60	1444	26	1026	49	676	49
3049	74	1674	4	1418	46	1019	63	694	26
3037	74	1634	62	1359	20	978	26	582	46
3003	74	1598	70	1261	14	922	70	533	49
2203	6	1672	72	1180	41	866	62	616	49

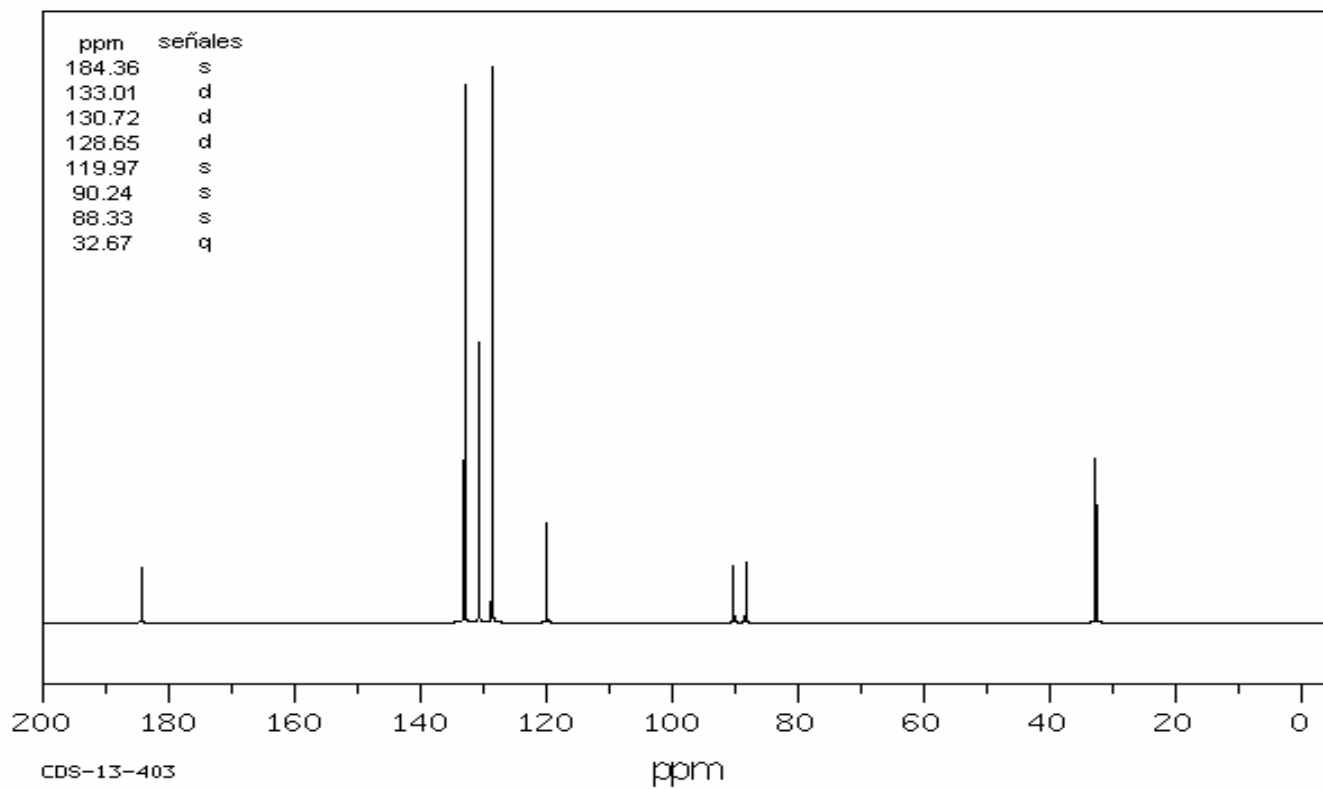
RMN-H1



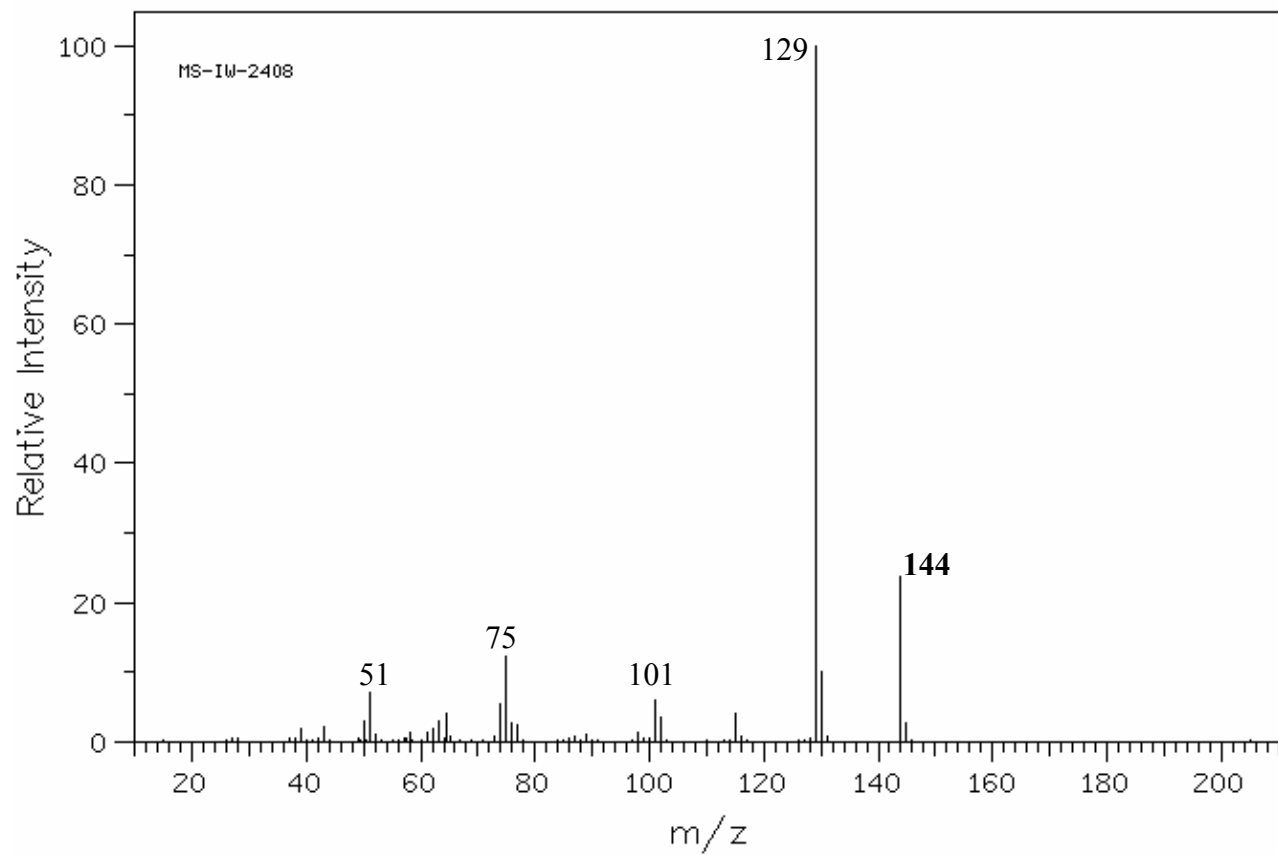
HSP-42-902

ppm

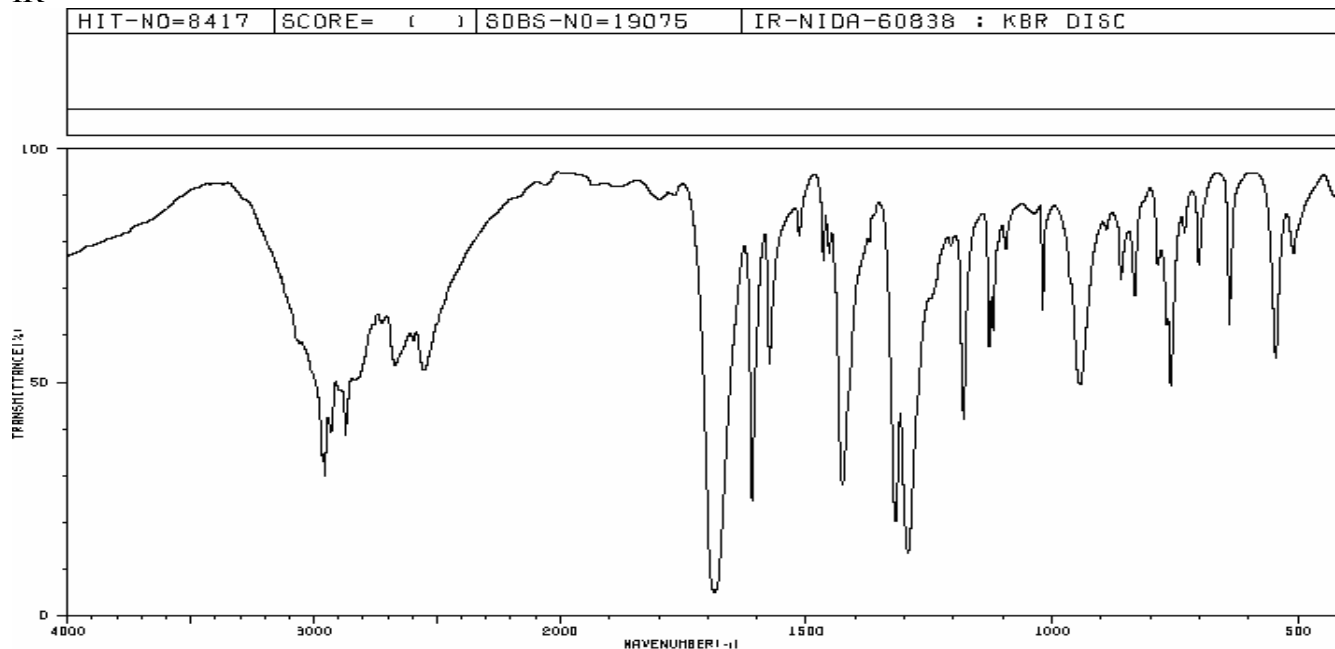
NMR-C13



EM

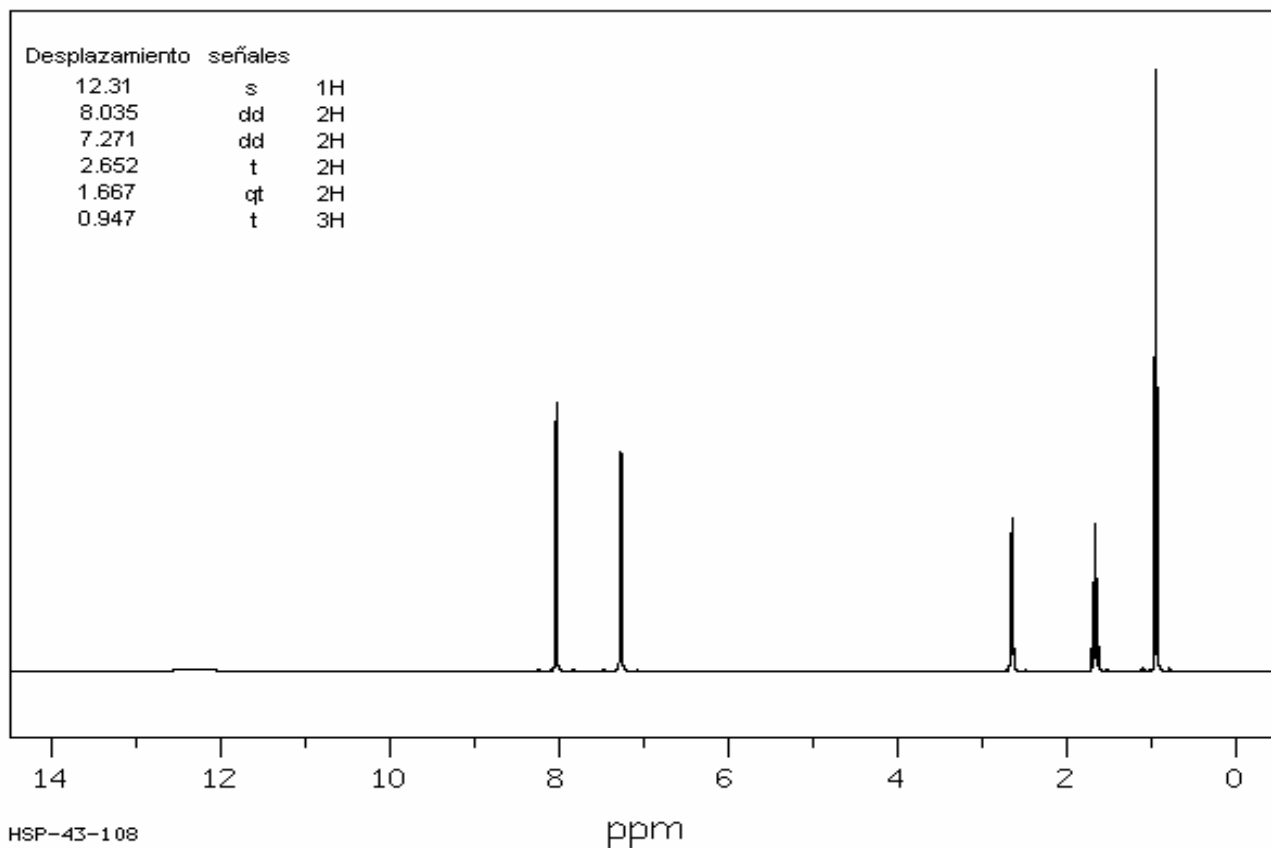


IR

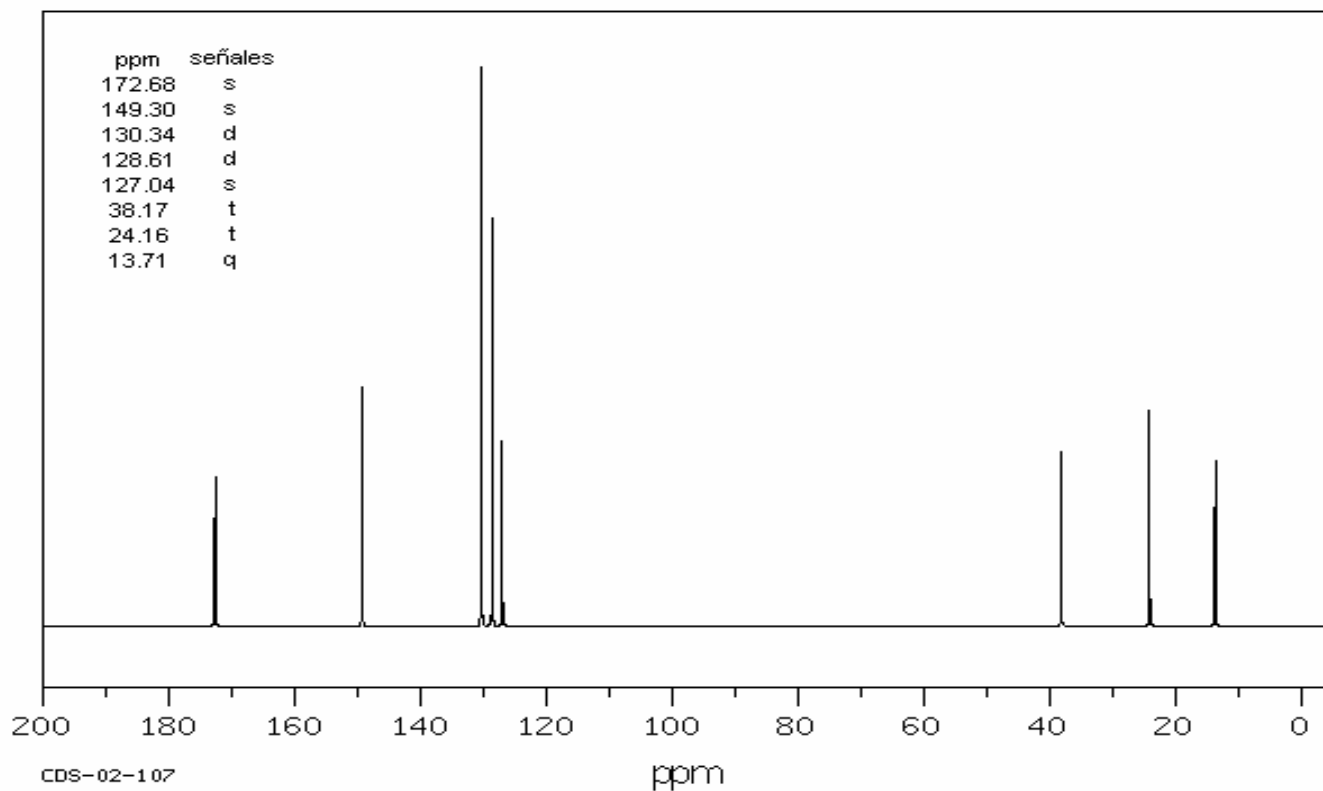


2966	33	2564	50	1427	26	1094	74	786	72		
2955	28	1688	4	1319	19	1019	62	767	60		
2930	37	1610	25	1293	12	943	47	759	47		
2871	37	1576	62	1206	77	889	79	702	72		
2724	60	1514	79	1180	41	860	70	640	60		
2671	52	1465	72	1128	55	843	79	546	53		
2596	67	1464	74	1120	68	832	66	509	74		

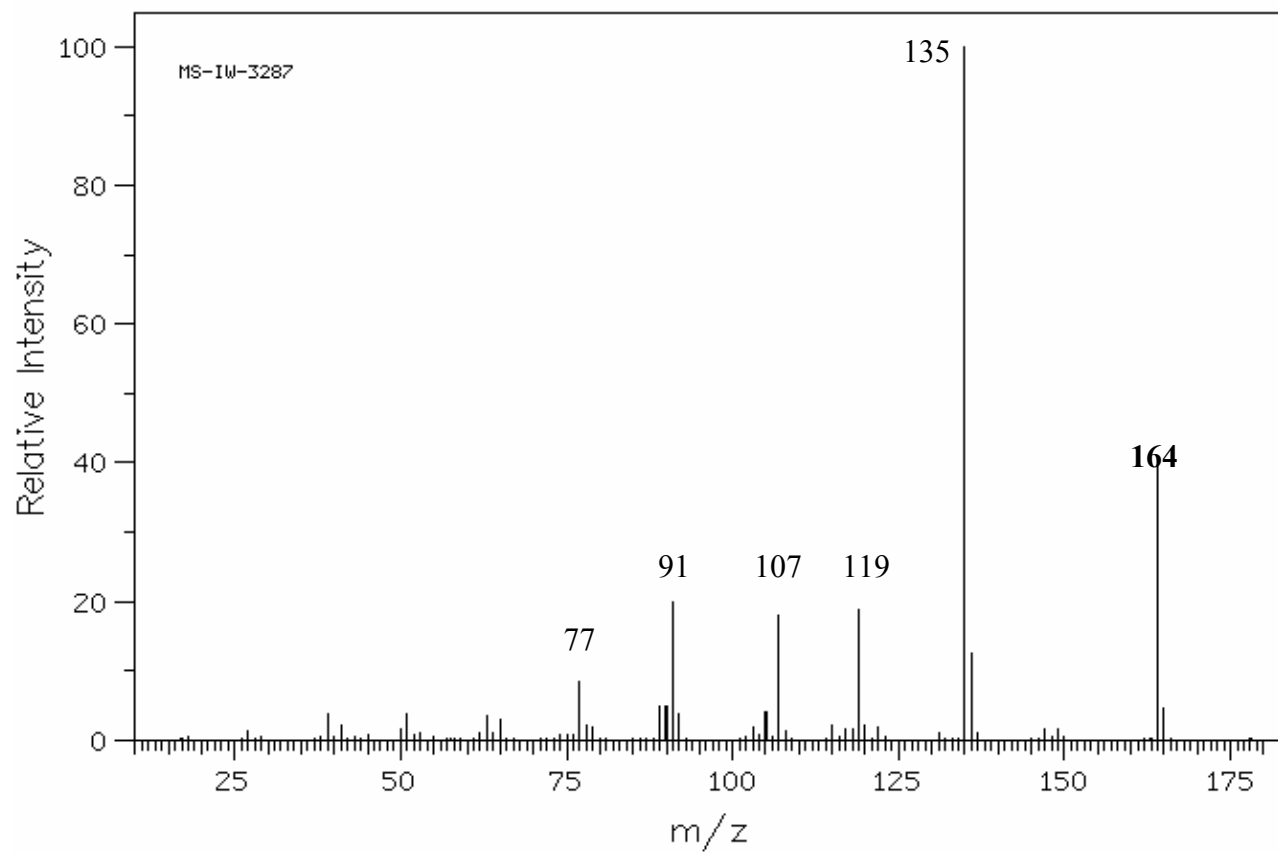
RMN-H1



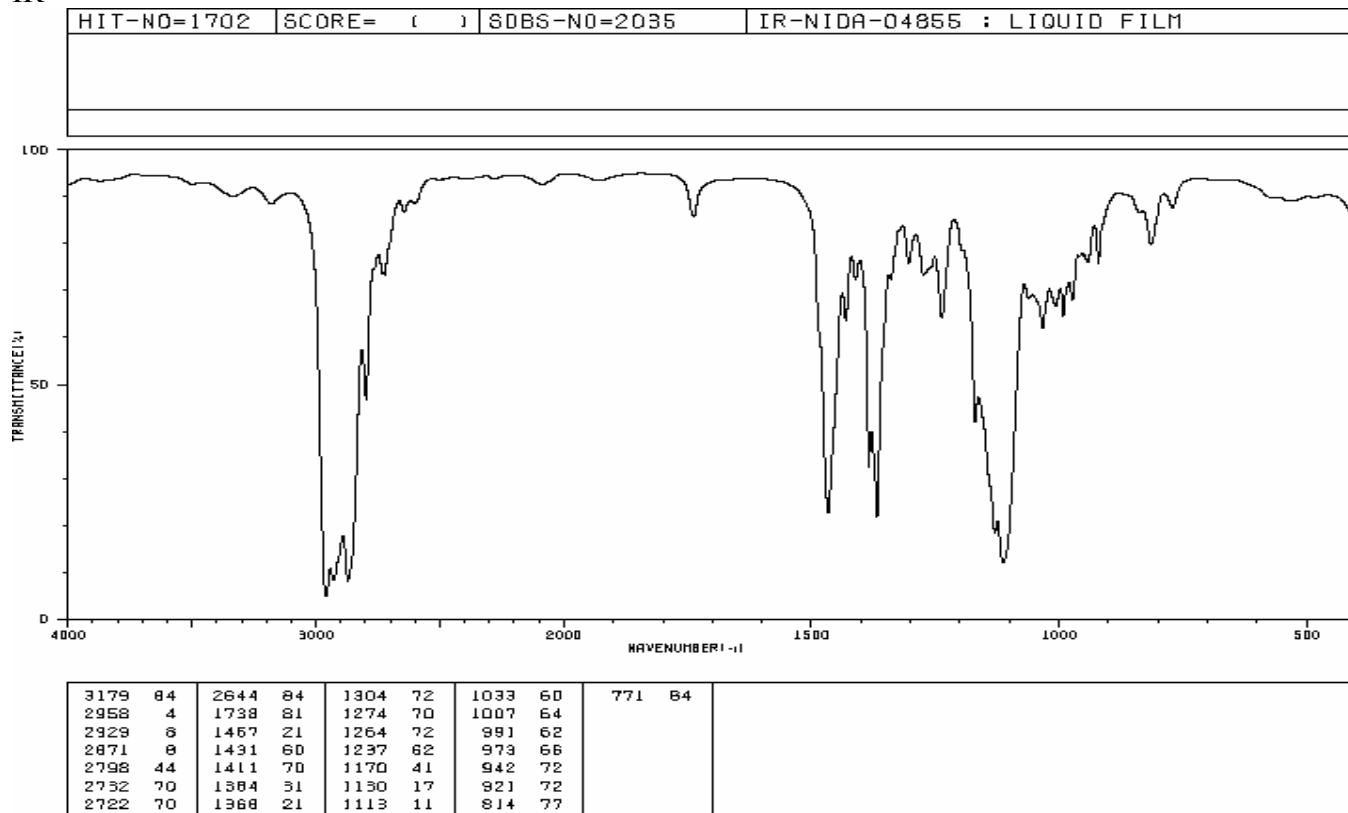
RMN-C13



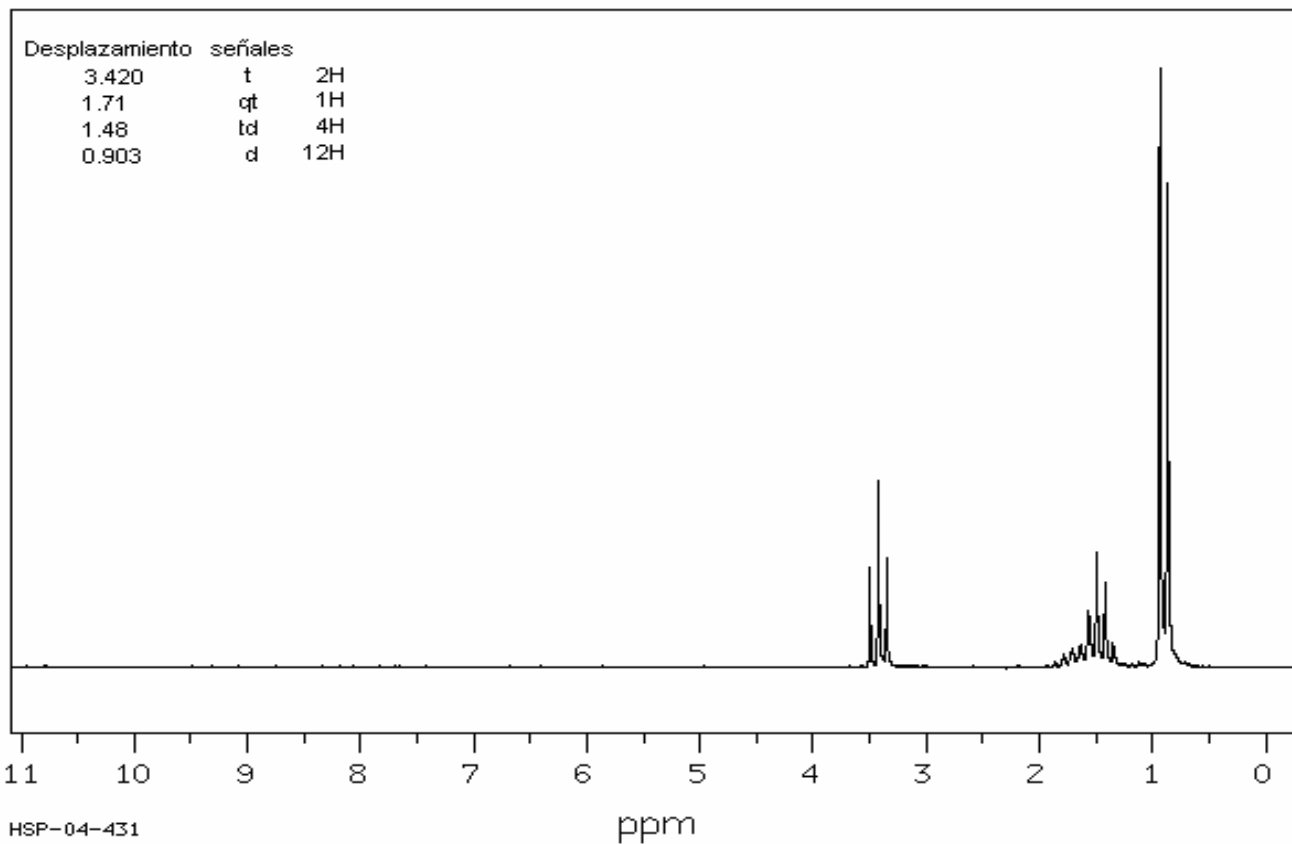
EM



IR

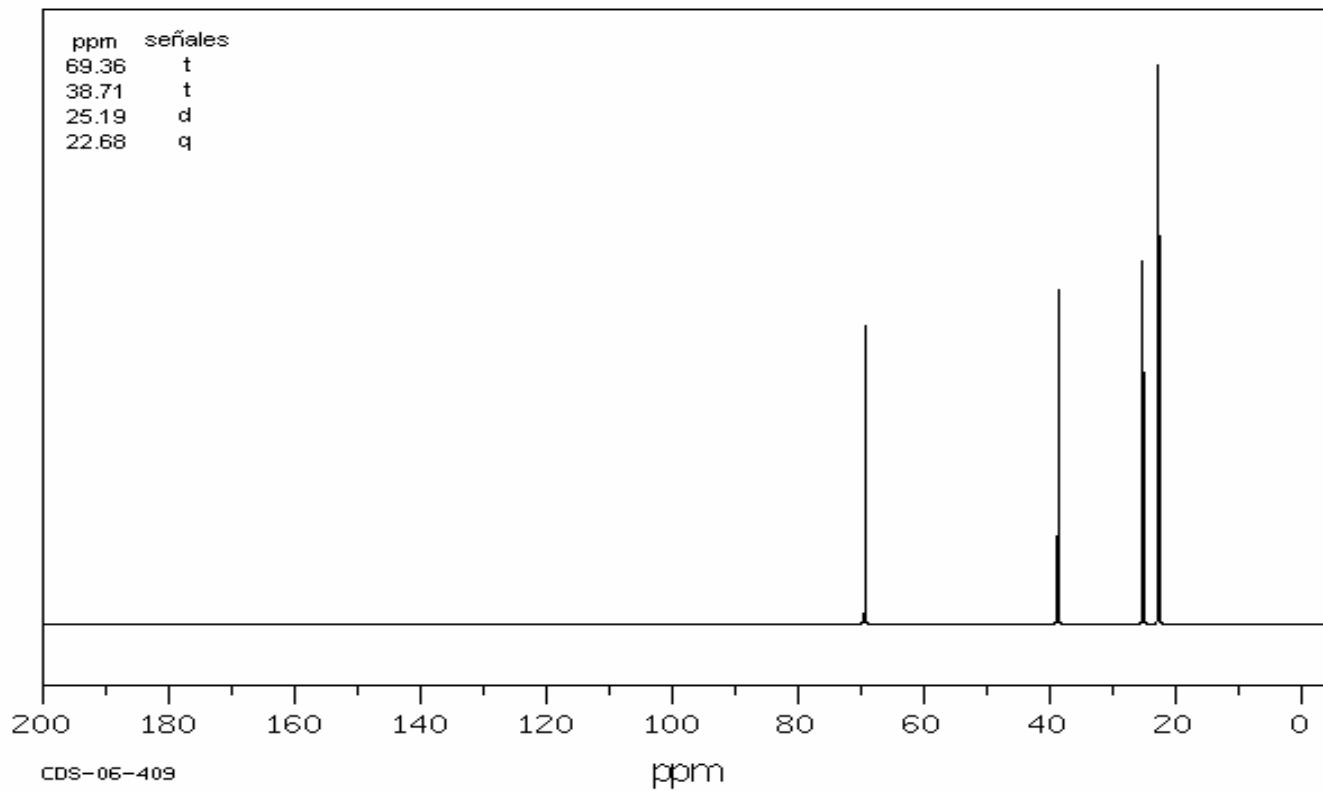


RMN-H1

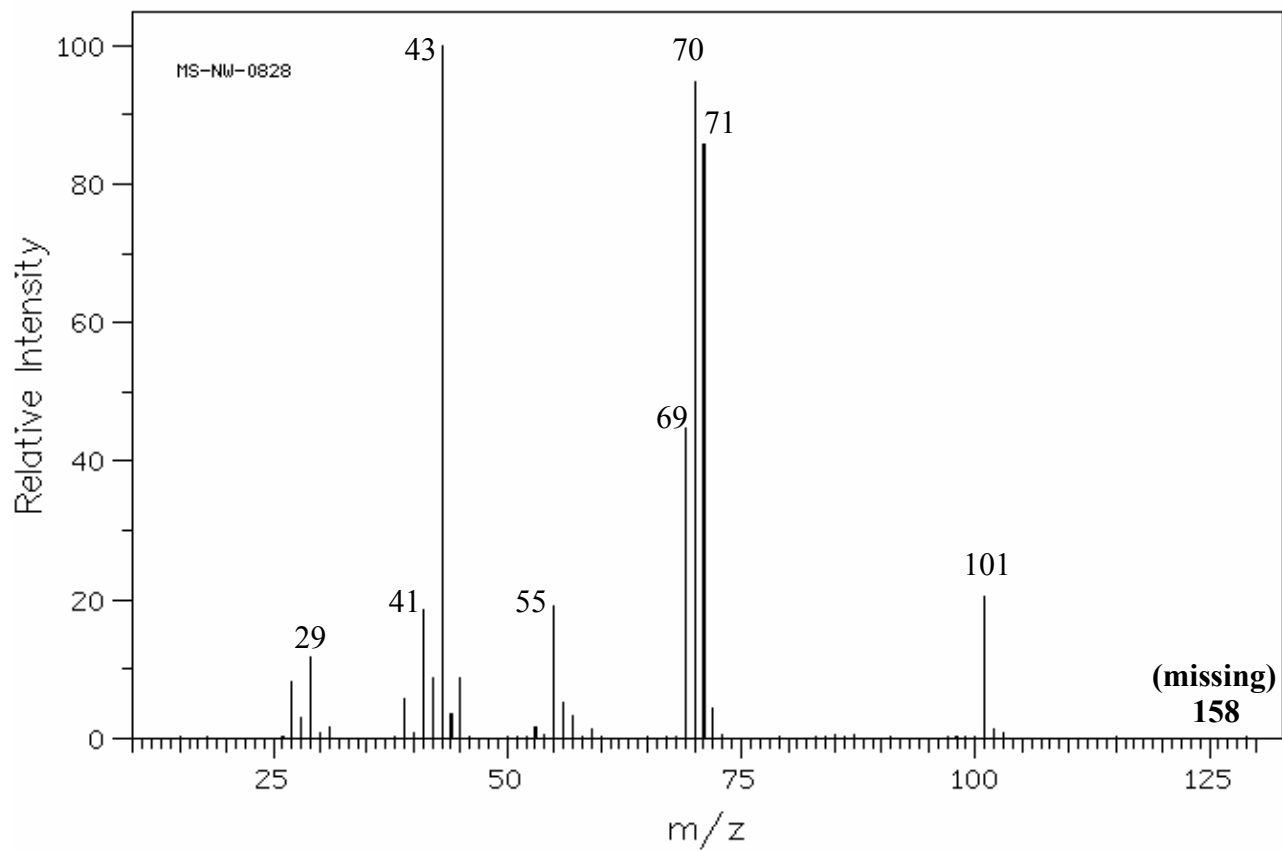


HSP-04-431

RMN-C13

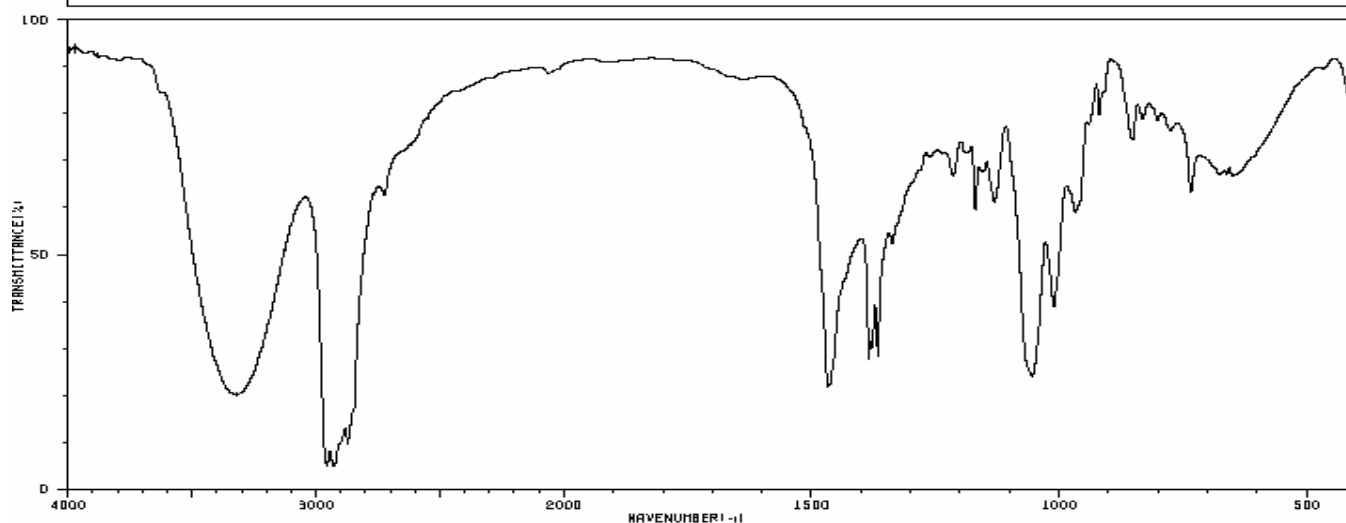


EM



IR

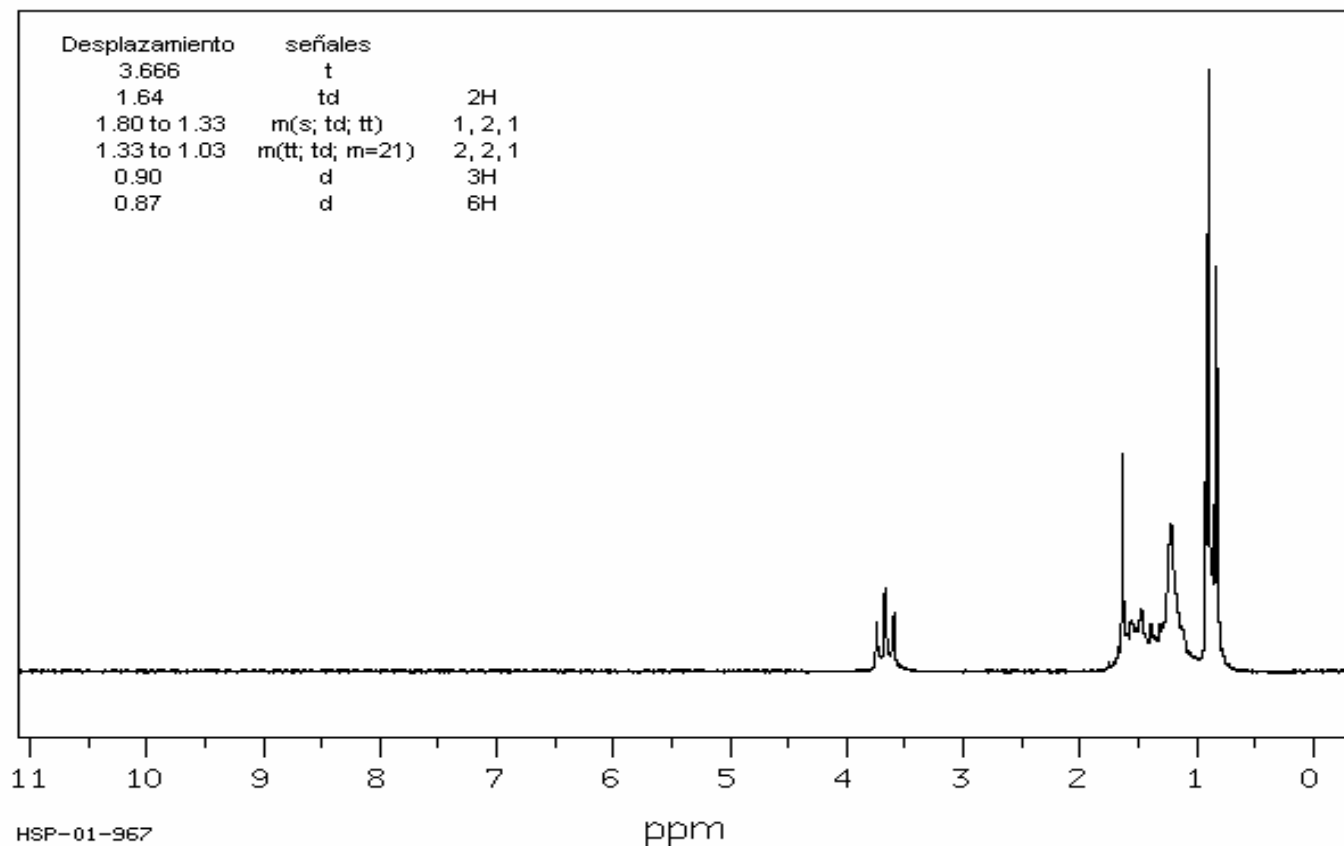
HIT-NO=3562	SCORE= ()	SDBS-NO=6855	IR-NIDA-12409 : LIQUID FILM
-------------	------------	--------------	-----------------------------



3331	20	2721	60	1337	60	1011	37	776	74
3320	19	2060	86	1215	64	967	57	735	60
3310	20	1468	21	1189	88	919	77	677	64
2966	6	1463	21	1170	67	910	61	672	64
2939	7	1384	26	1160	66	851	72	650	64
2926	4	1378	29	1150	66	830	77	645	64
2870	9	1366	27	1054	23	801	77	639	64

RMN-H1

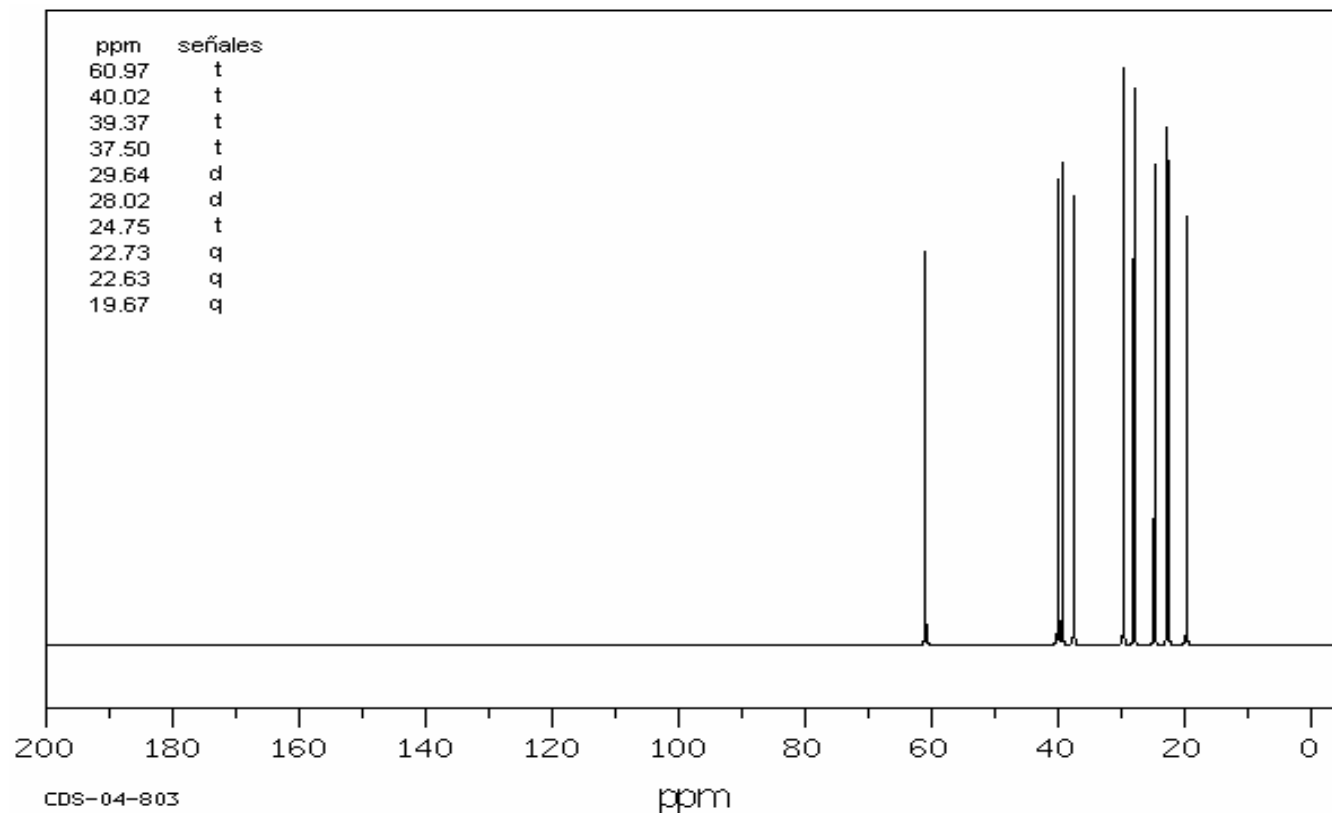
Desplazamiento	señales	
3.666	t	
1.64	td	2H
1.80 to 1.33	m(s; td; tt)	1, 2, 1
1.33 to 1.03	m(tt; td; m=21)	2, 2, 1
0.90	d	3H
0.87	d	6H



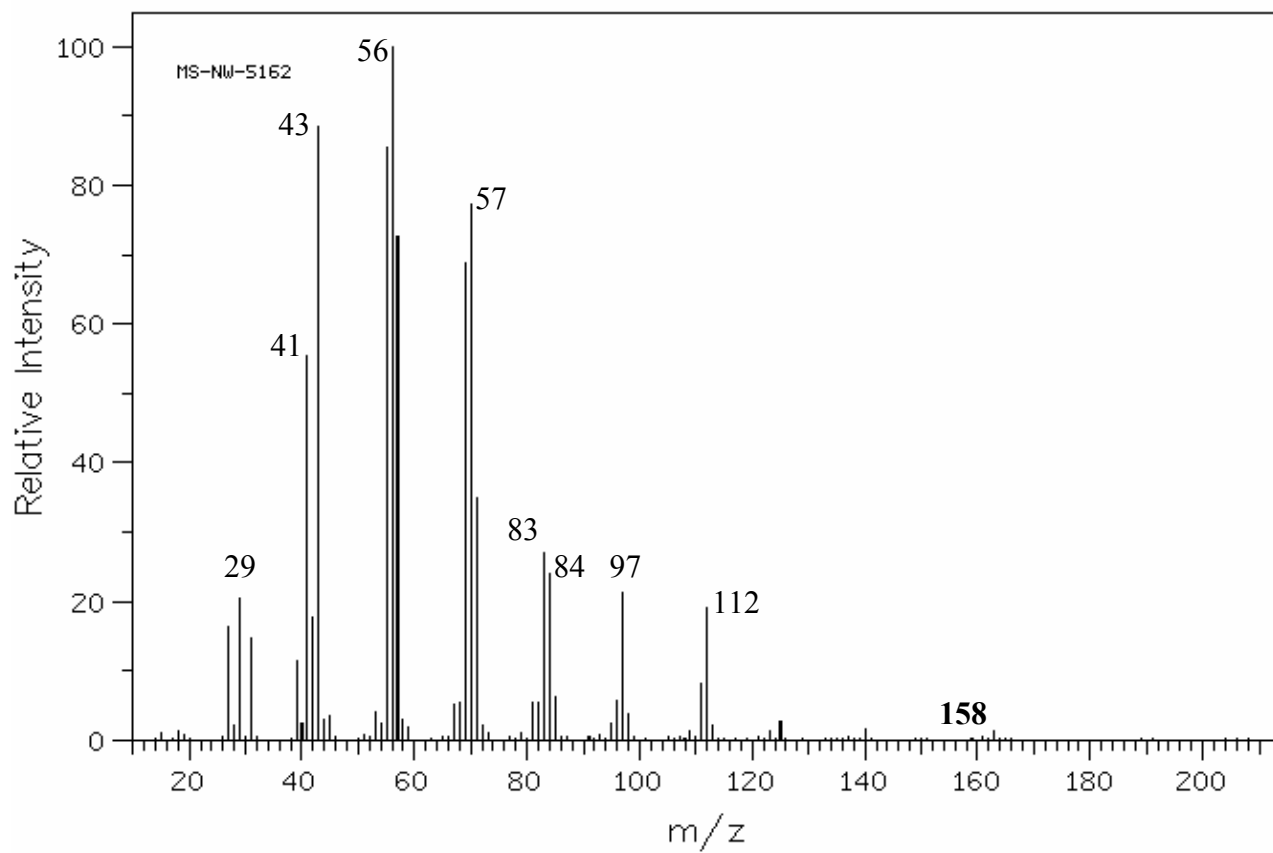
HSP-01-967

ppm

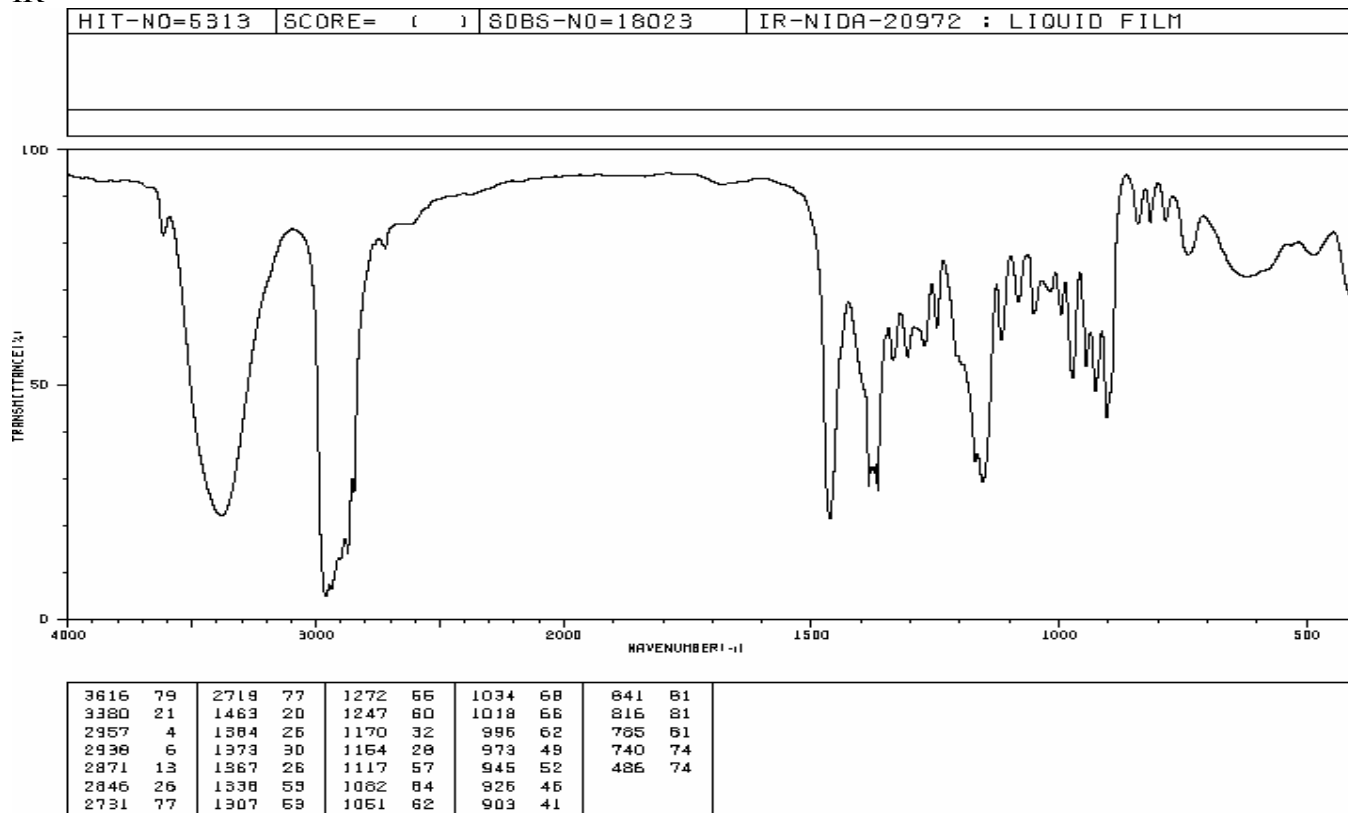
RMN-C13



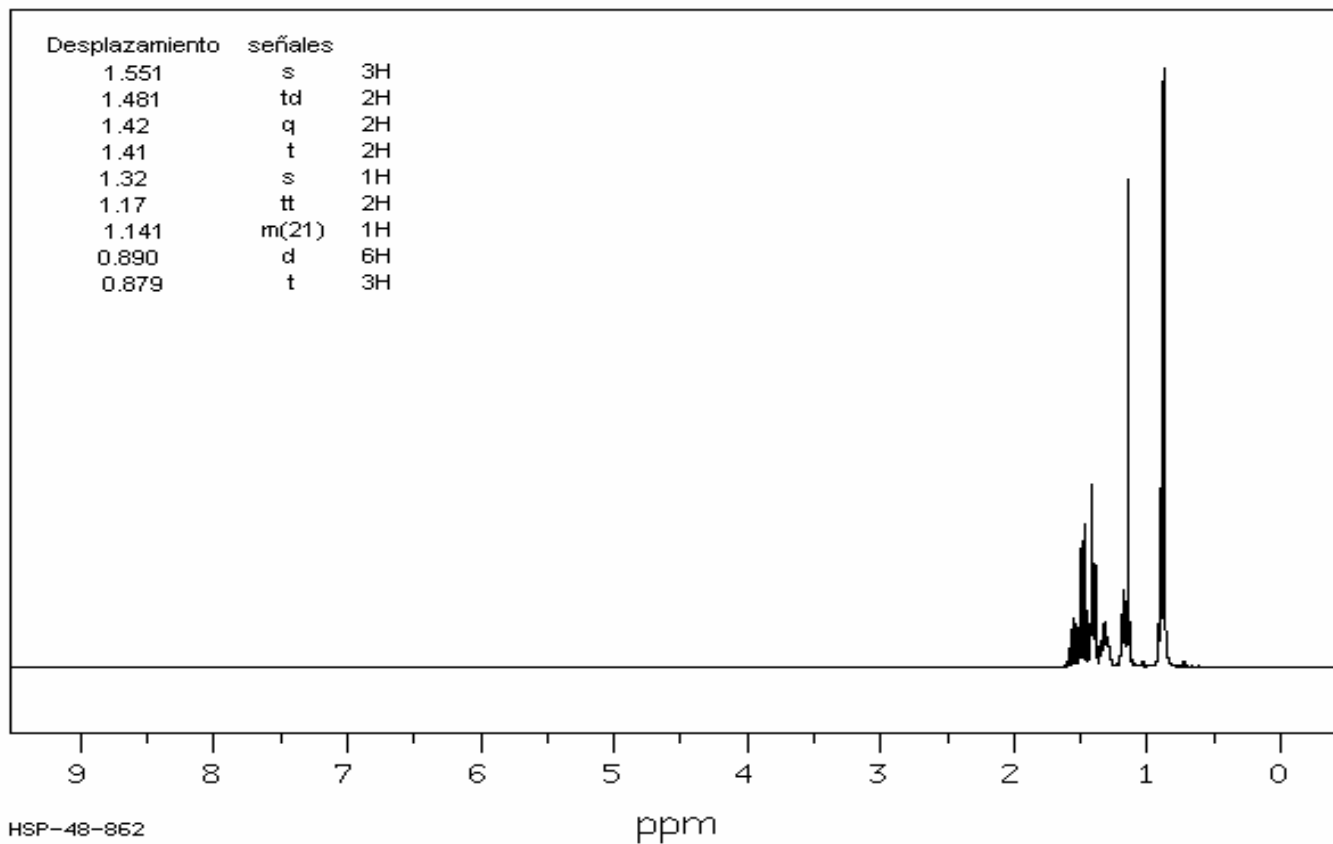
EM



IR

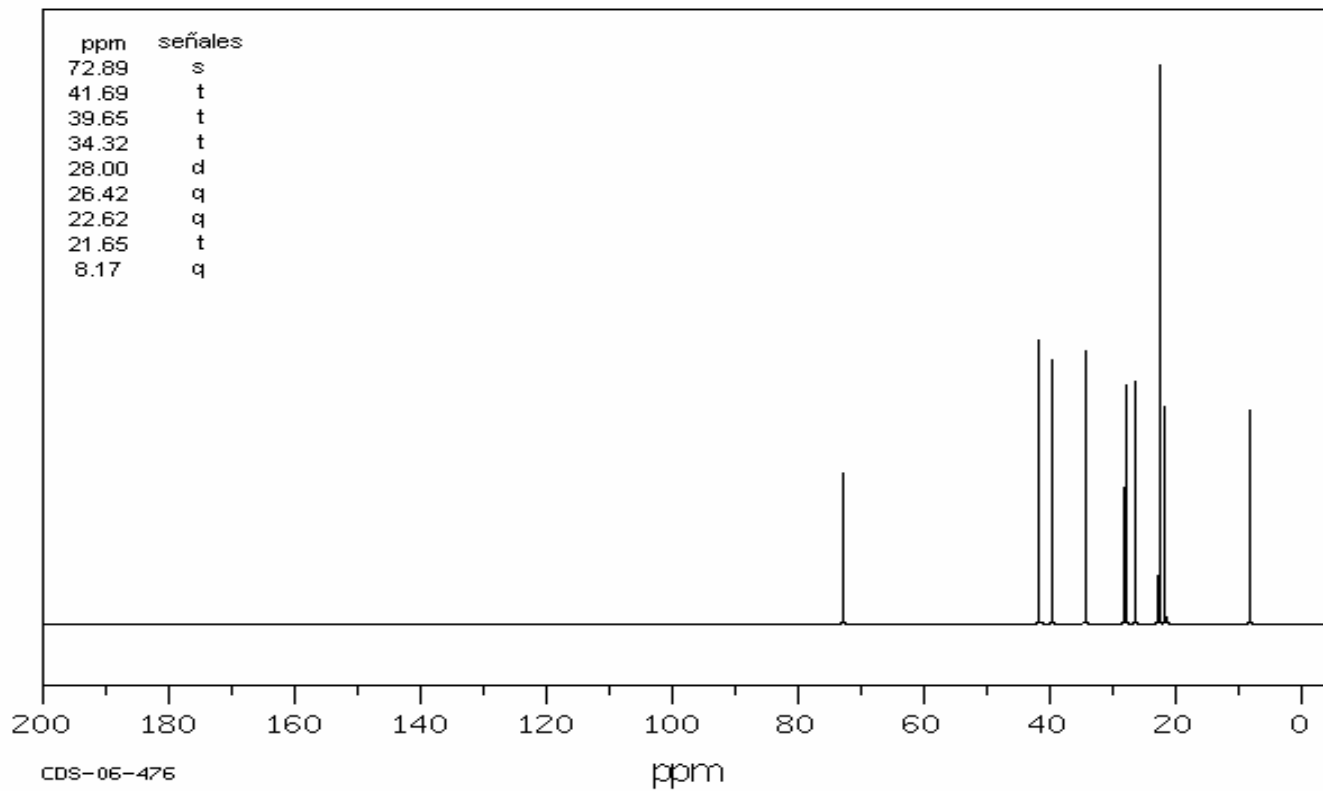


RMN-H1

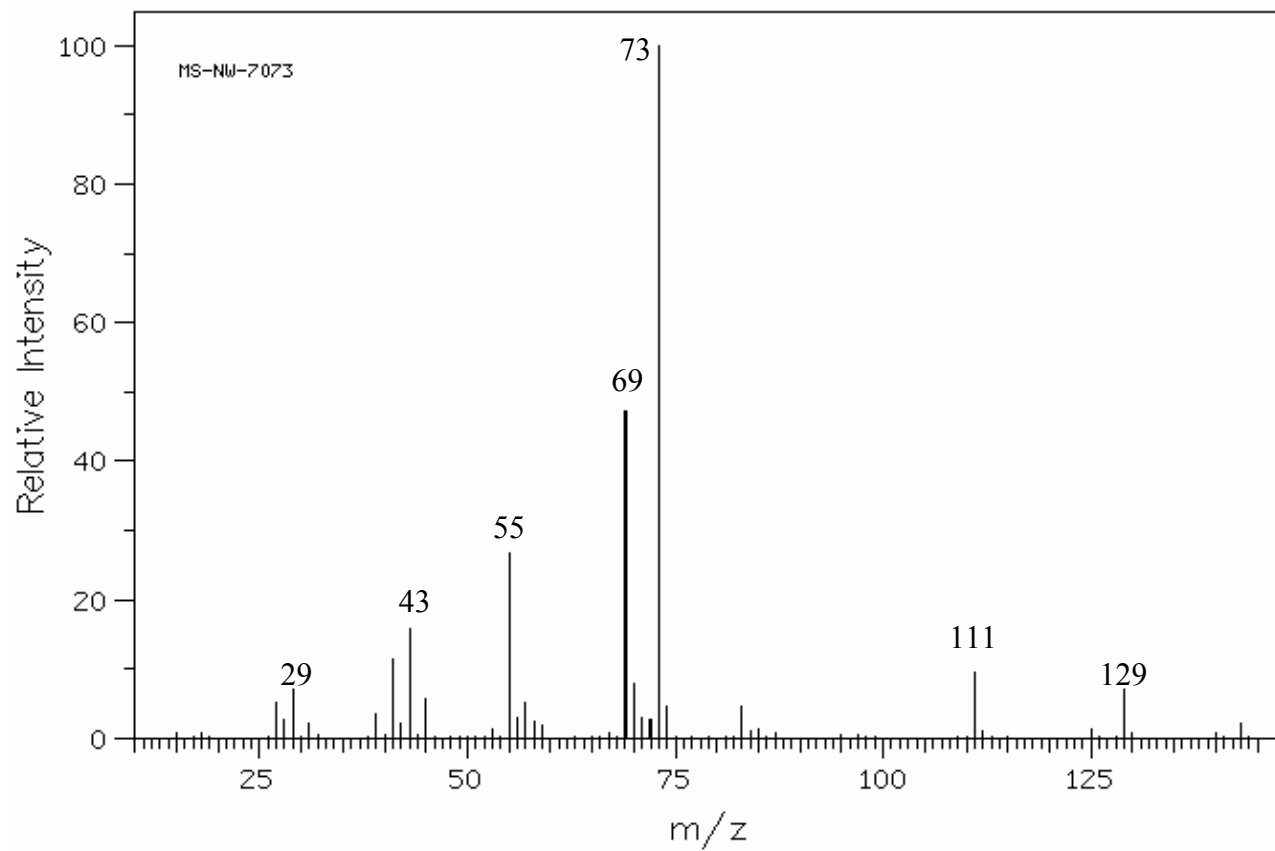


HSP-48-862

RMN-C13

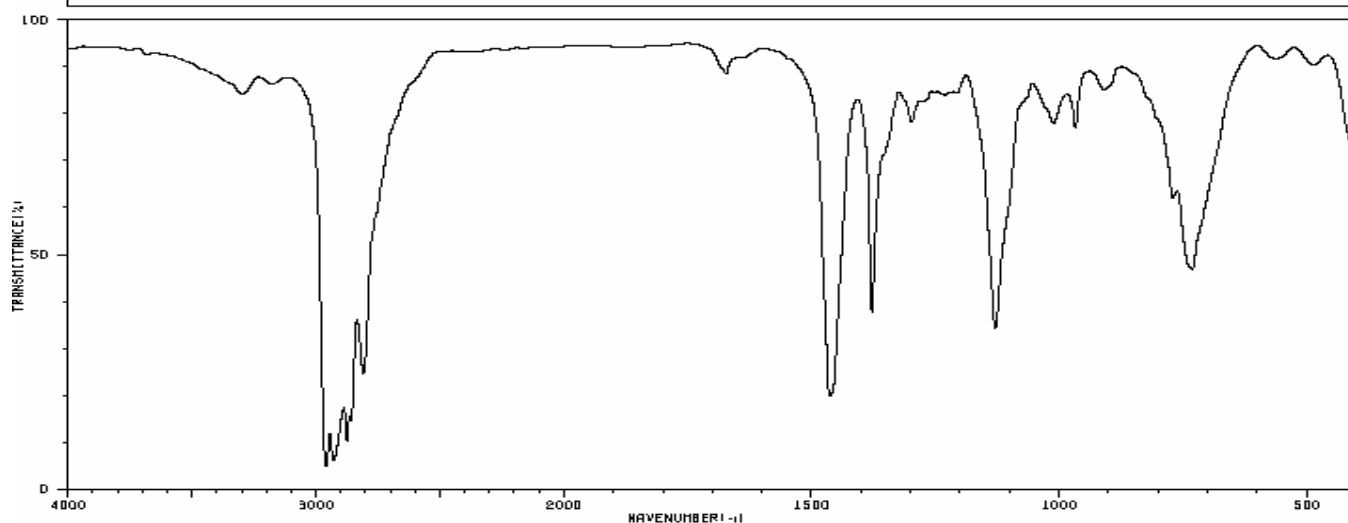


EM

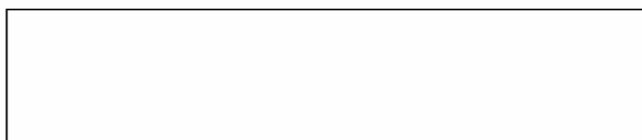


IR

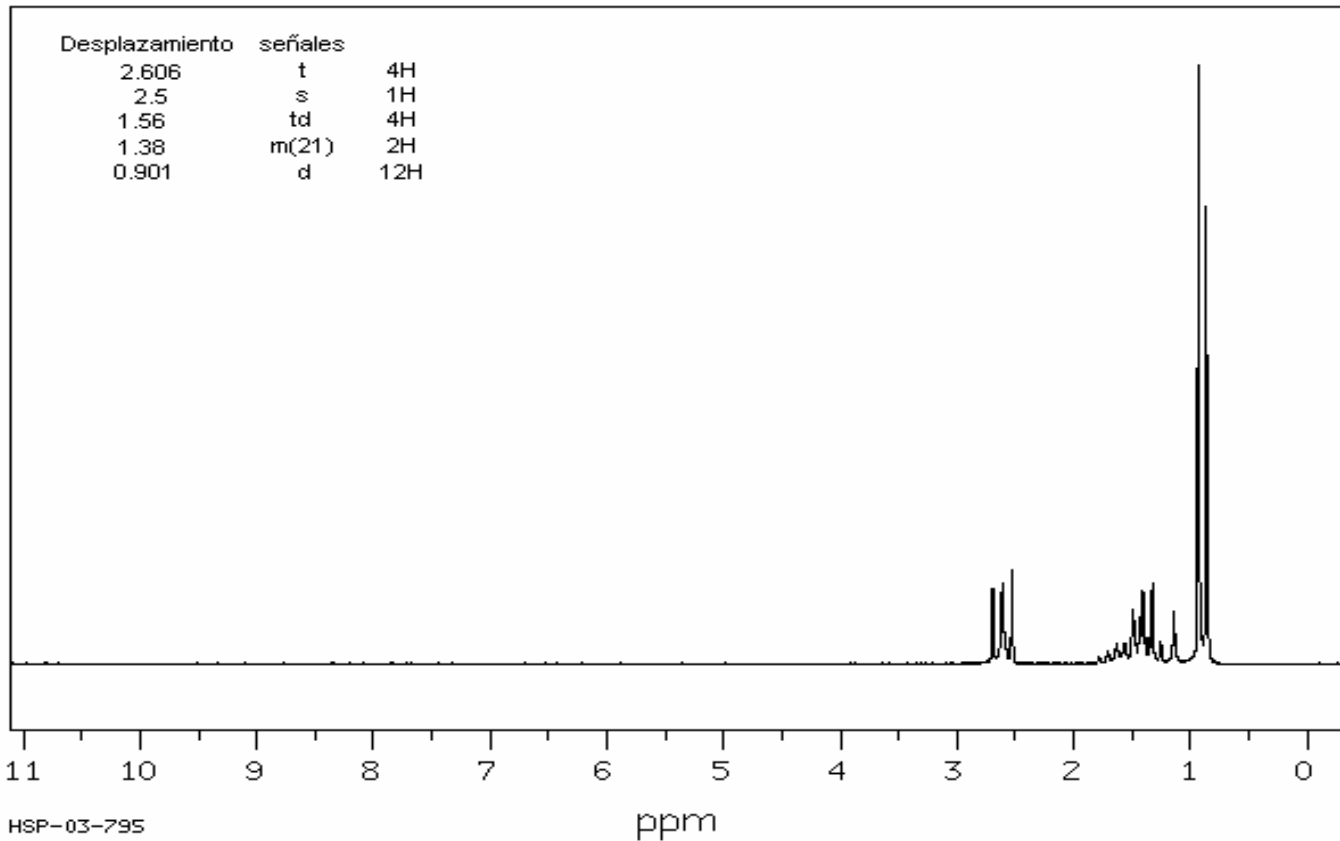
HIT-NO=5971	SCORE= ()	SDBS-NO=20092	IR-NIDA-58351 : LIQUID FILM
-------------	------------	---------------	-----------------------------



3298	81	1673	84	1010	74
3176	84	1462	18	967	74
2958	4	1379	35	910	81
2928	6	1299	74	770	58
2874	9	1136	41	732	44
2859	13	1129	39		
2808	23	1018	77		



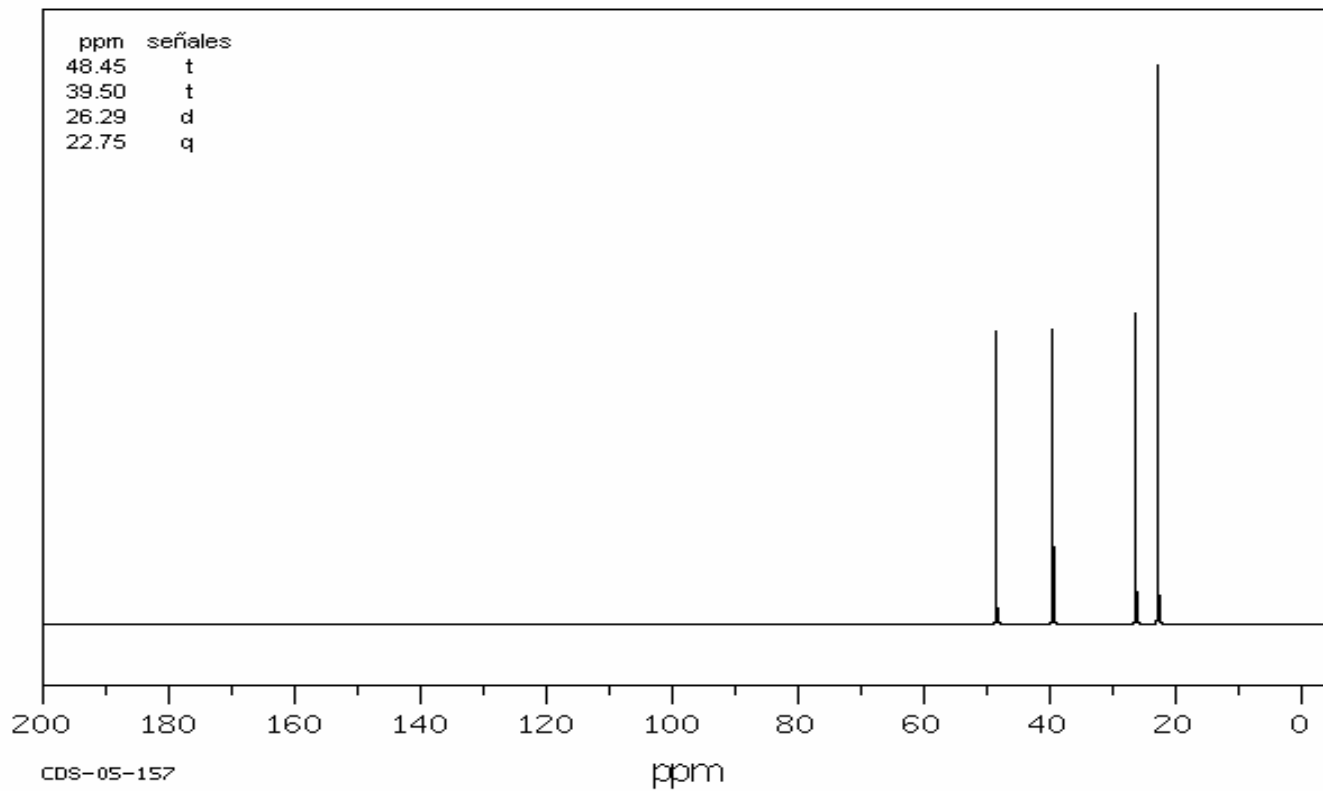
RMN-H1



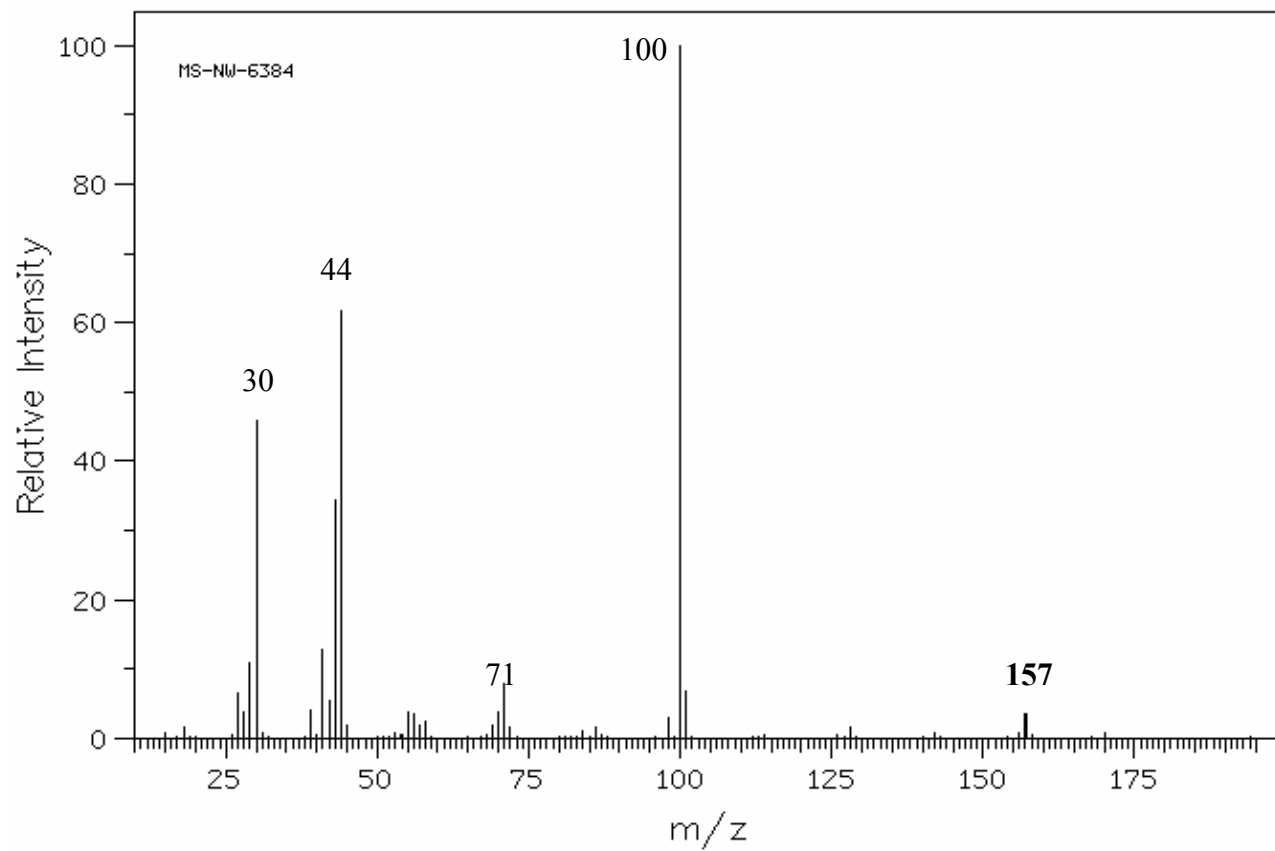
HSP-03-795

ppm

RMN-C13

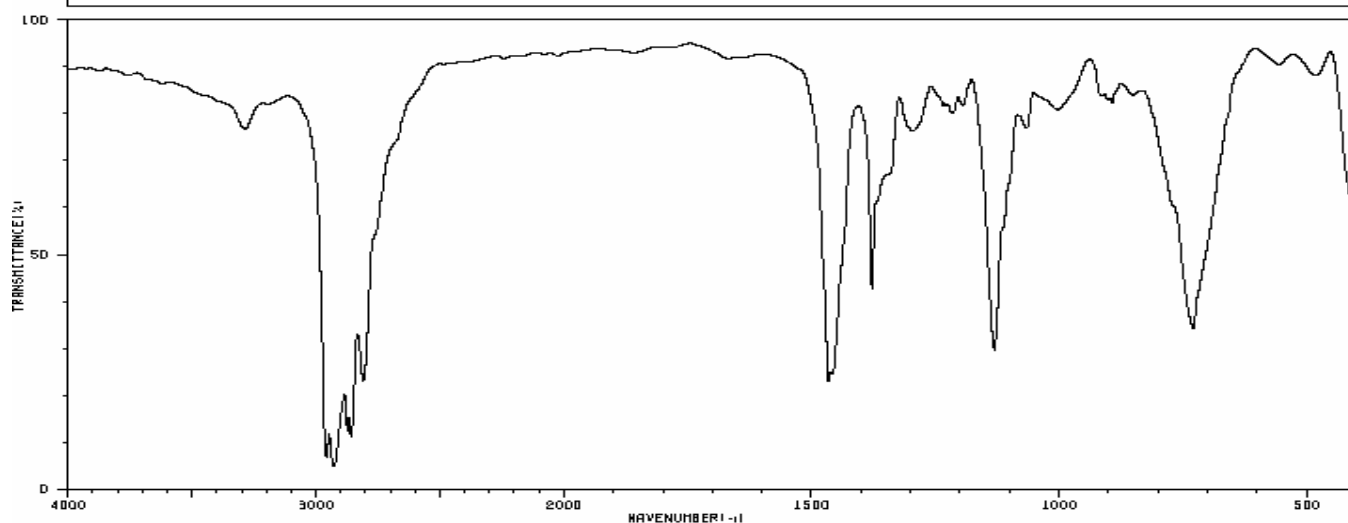


EM

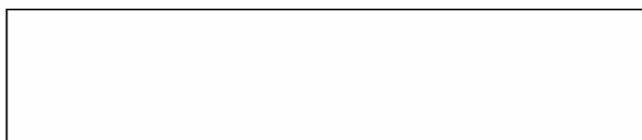


IR

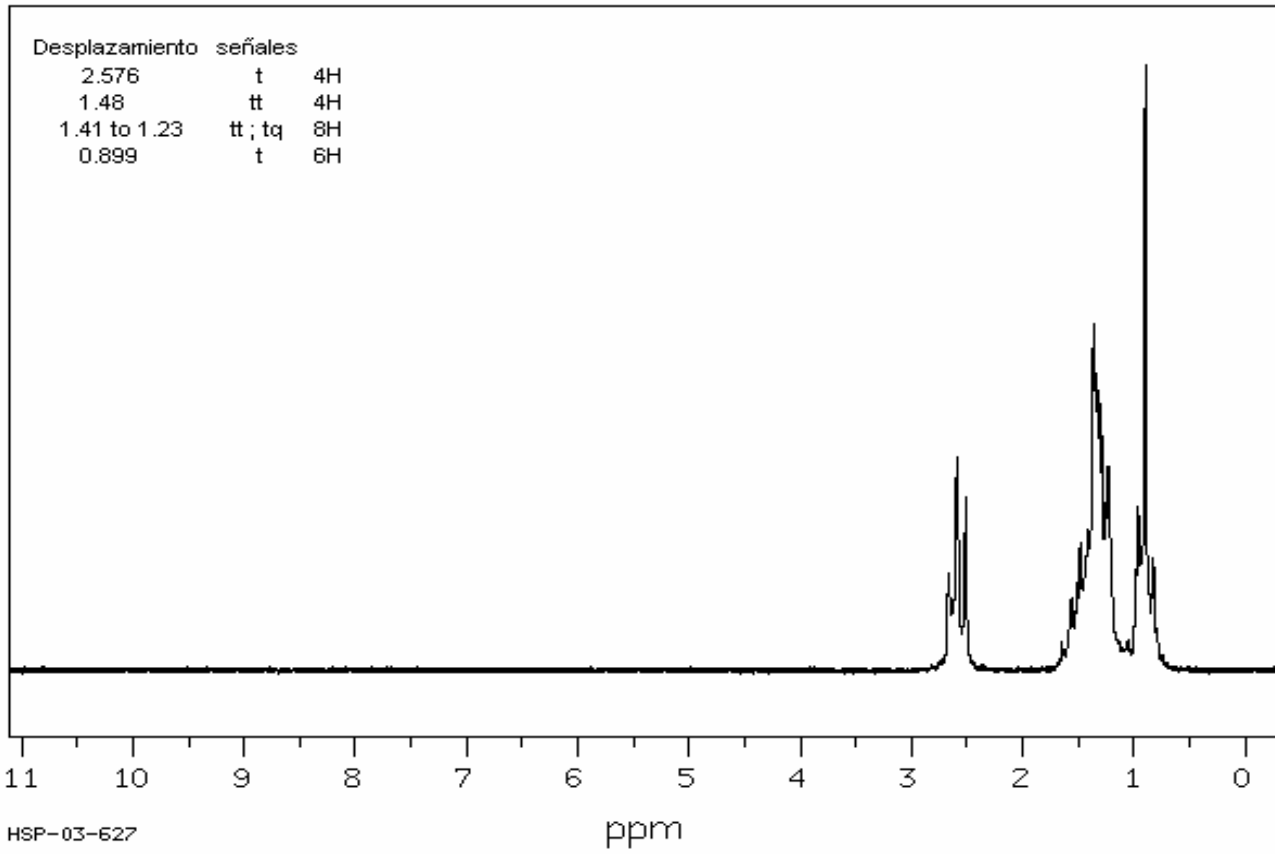
HIT-NO=6184	SCORE= ()	SDBS-NO=21782	IR-NIDA-27067 : LIQUID FILM
-------------	------------	---------------	-----------------------------



3287	74	1458	29	1215	77	730	39
2957	6	1378	41	1195	79	463	84
2926	4	1359	58	1131	26		
2873	12	1305	74	1066	74		
2859	10	1296	74	1002	77		
2809	22	1228	79	899	79		
1467	22	1222	77	892	79		

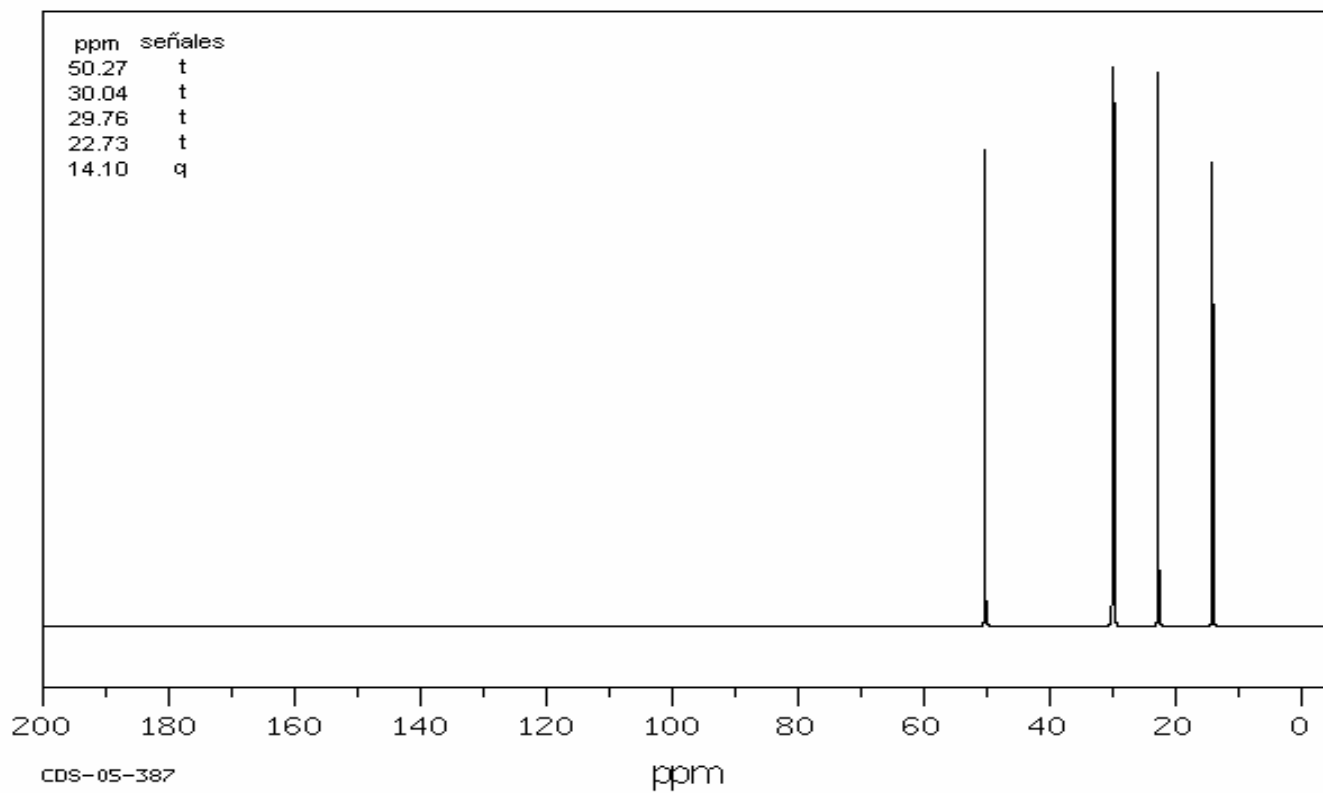


RMN-H1

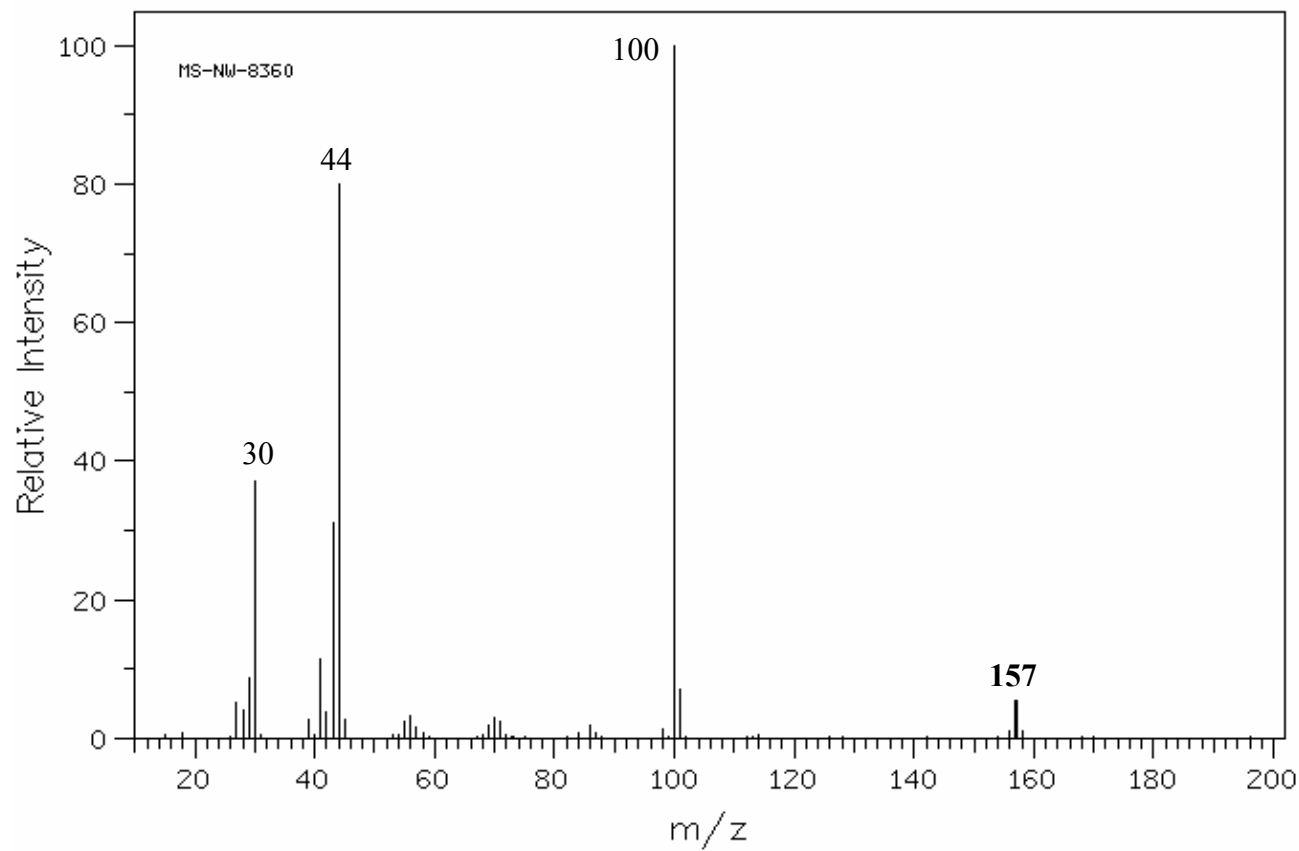


HSP-03-627

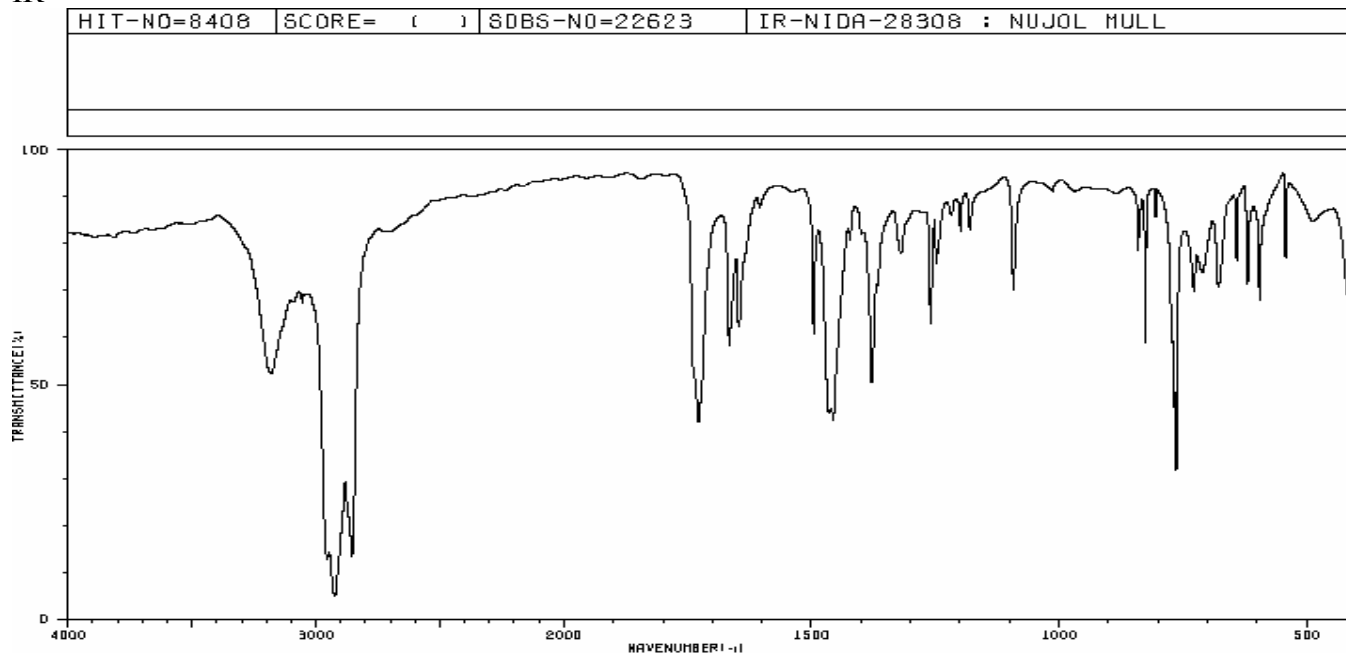
RMN-C13



EM

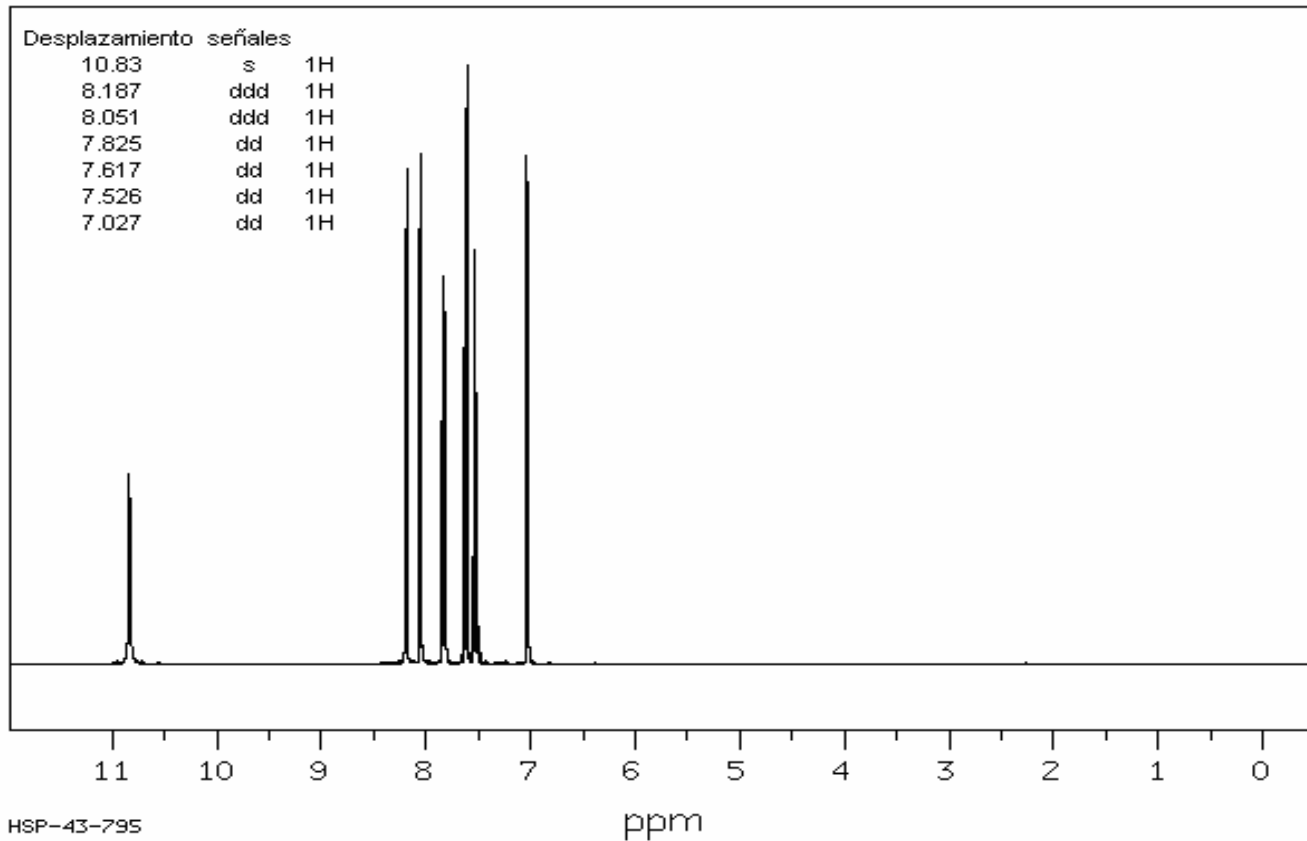


IR

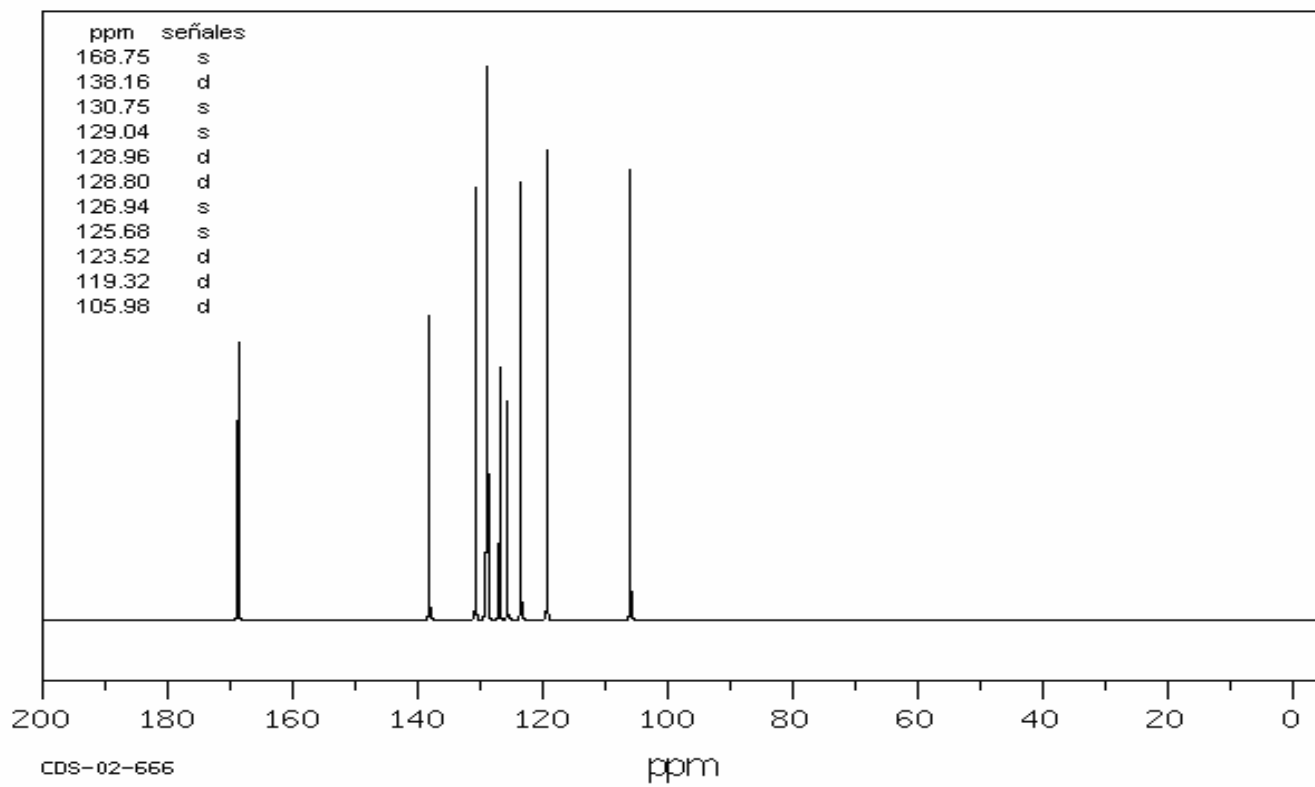


3180	60	1656	66	1379	49	1093	68	711	70
3058	64	1646	60	1367	68	840	77	678	68
2954	12	1605	64	1320	74	825	57	642	74
2924	4	1496	58	1260	60	805	61	620	68
2869	21	1465	42	1249	72	771	57	596	66
2854	12	1458	41	1200	79	764	50	543	74
1728	41	1423	77	1181	79	728	66	487	81

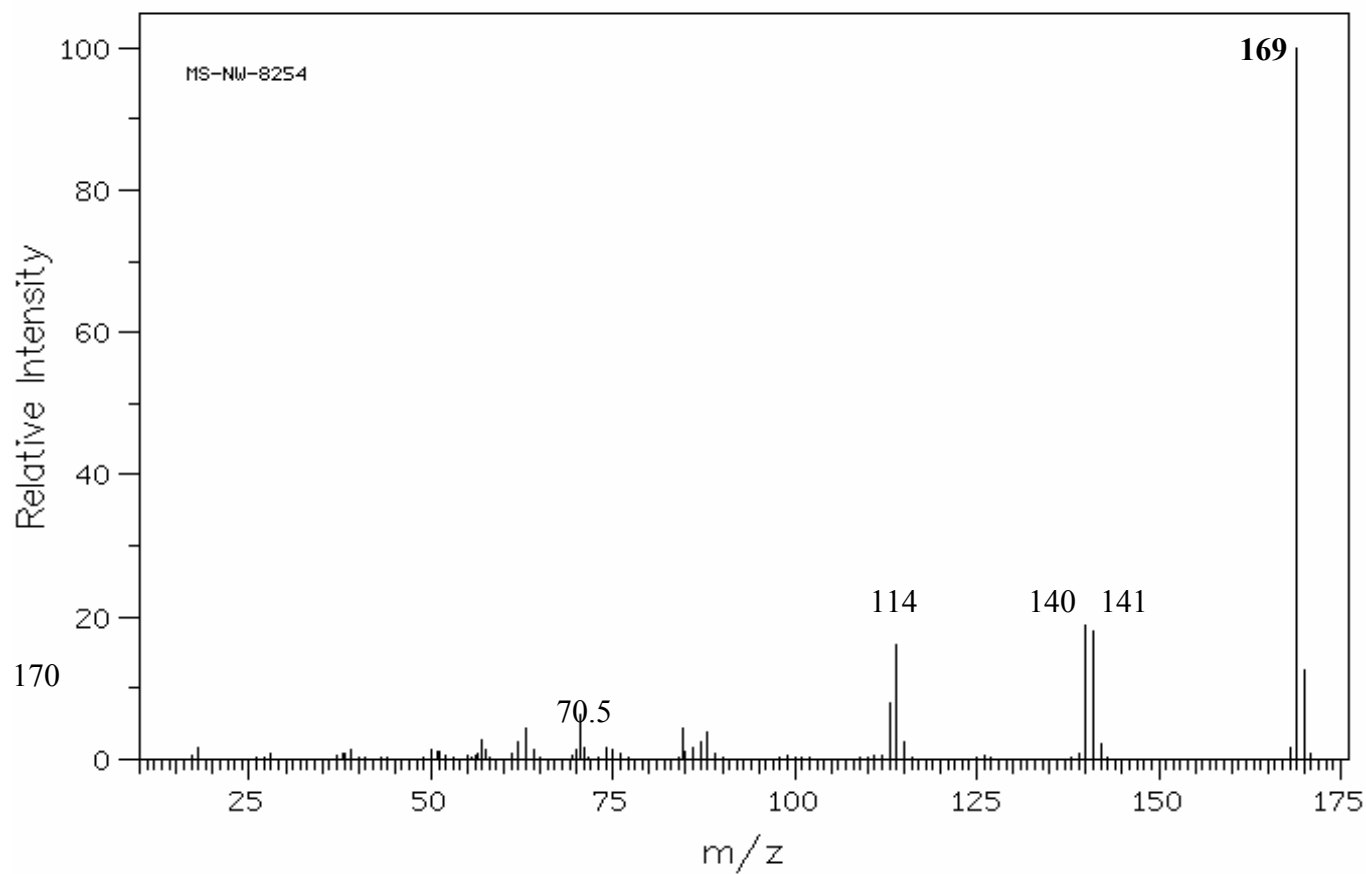
RMN-H1



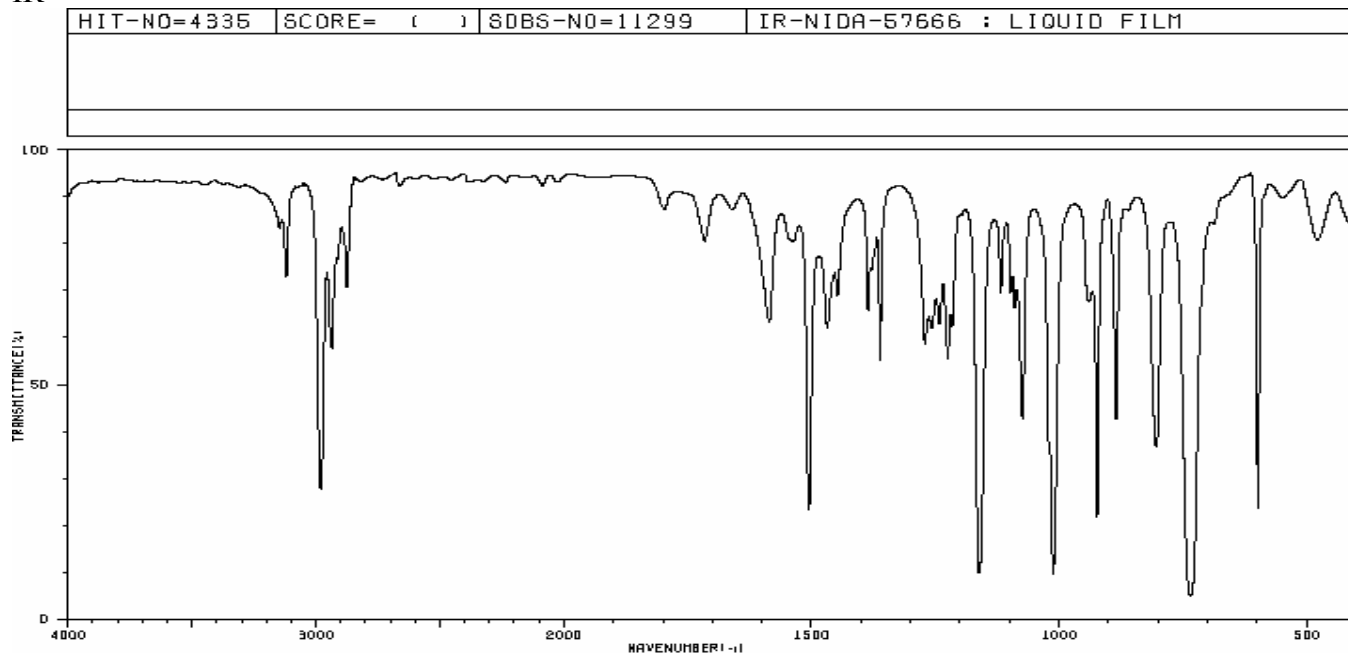
RMN-C13



EM

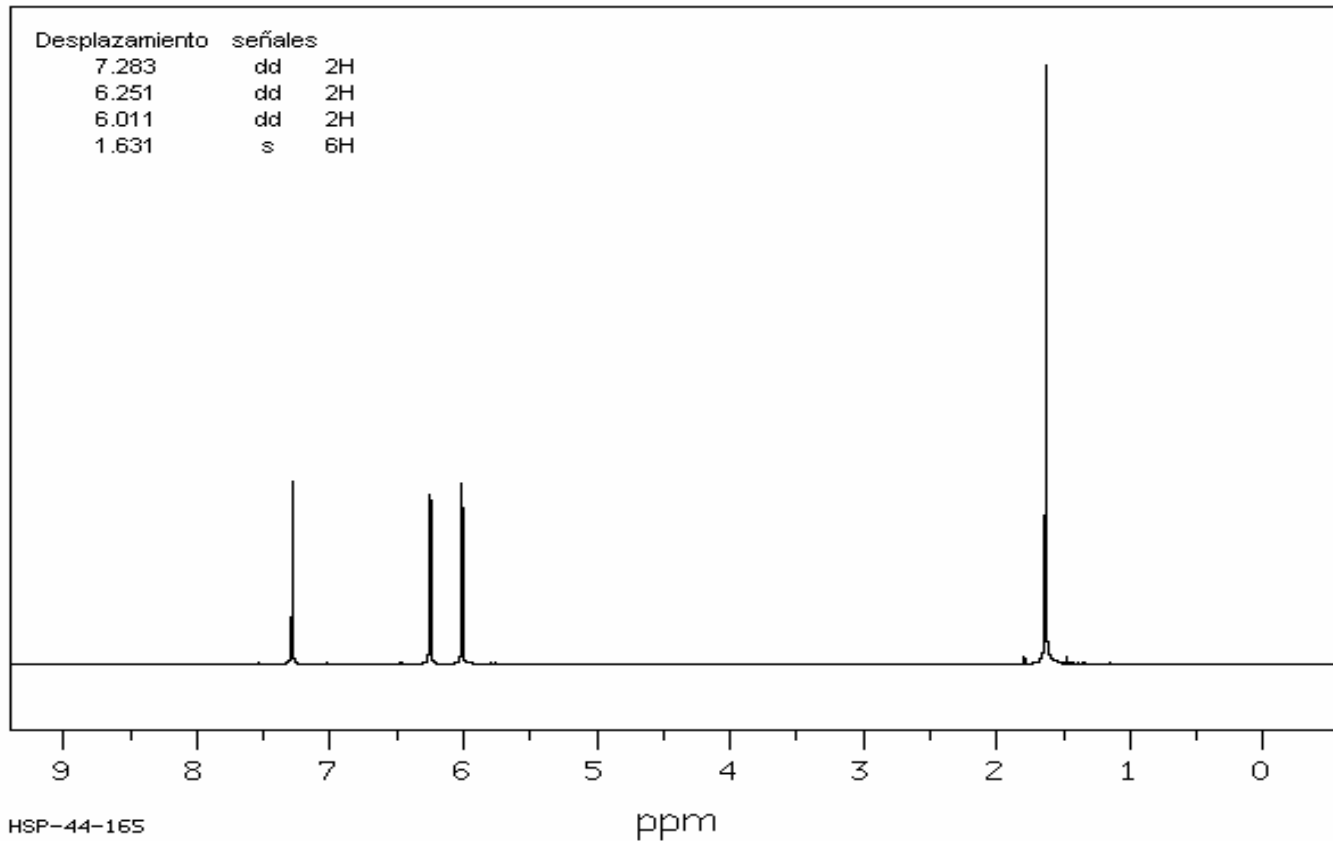


IR

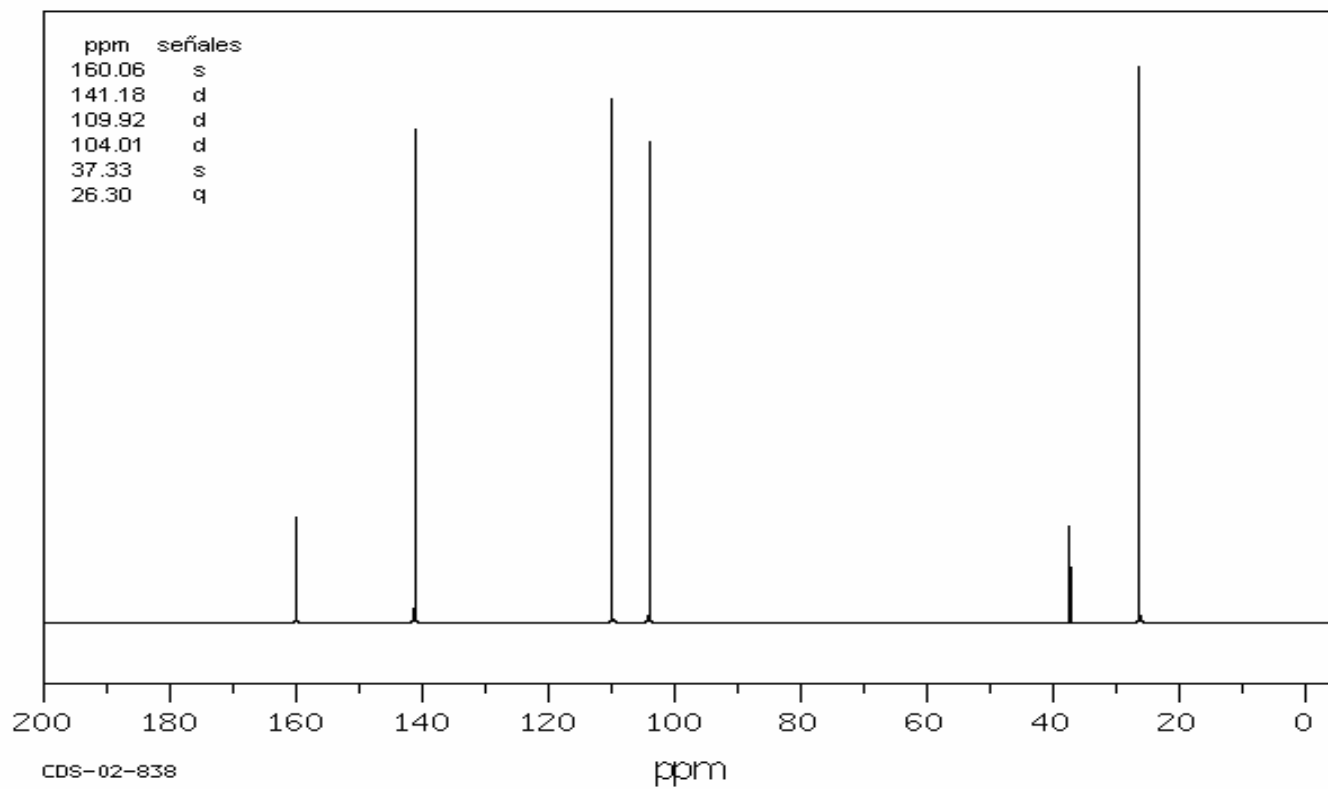


3147	79	1686	60	1373	74	1153	9	940	54		
3119	70	1540	77	1362	53	1117	66	923	20		
2980	26	1505	22	1272	57	1097	66	885	41		
2960	68	1469	58	1258	60	1090	64	804	36		
2936	55	1448	66	1242	60	1074	41	735	4		
2875	68	1388	62	1226	53	1020	34	599	22		
1716	77	1378	72	1216	60	1012	9	479	77		

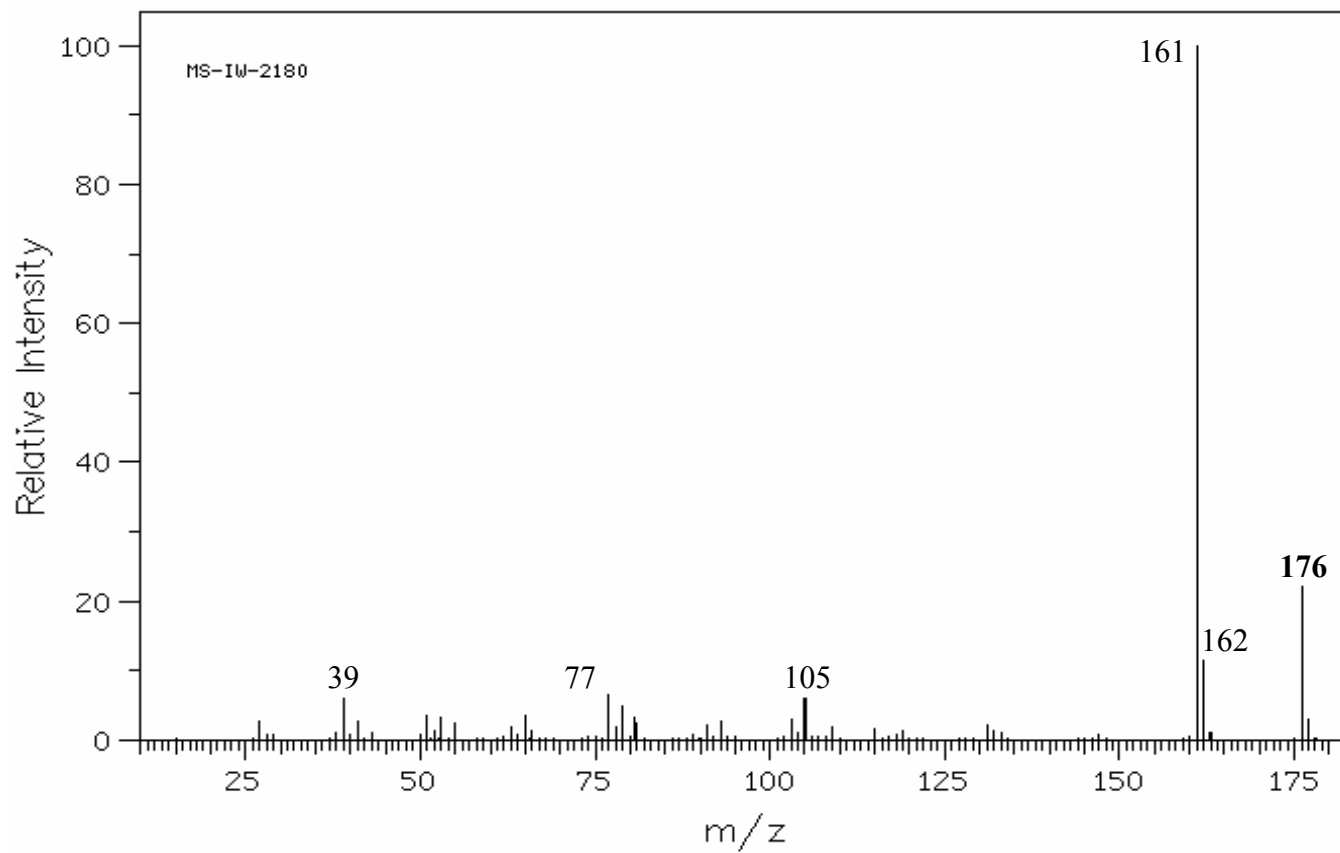
RMN-H1



RMN-C13

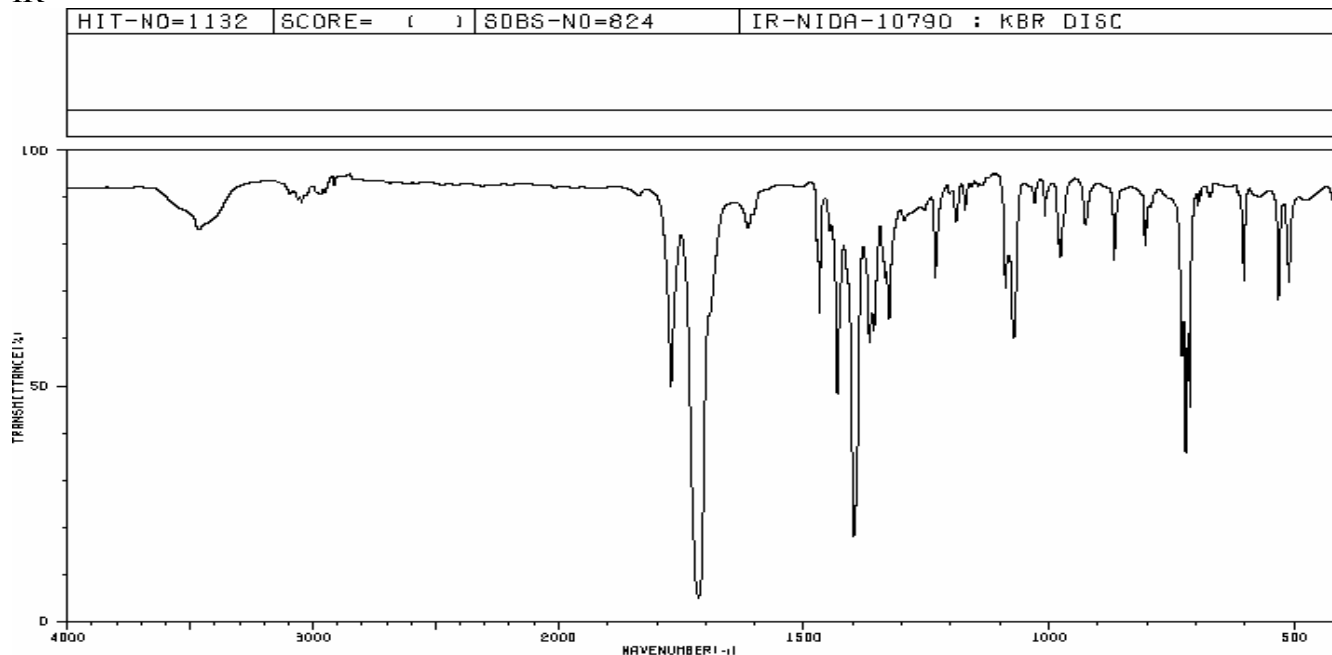


EM



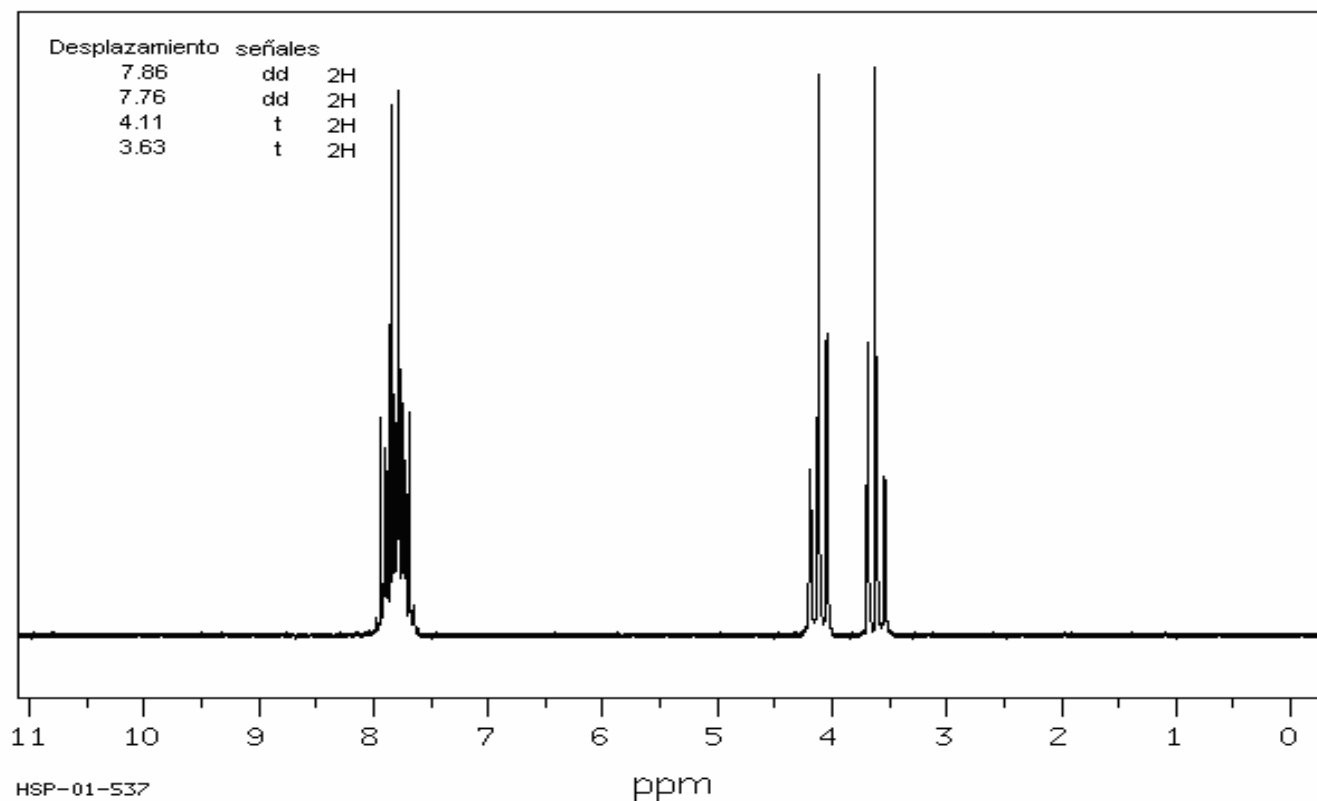
PROBLEMA 95

IR

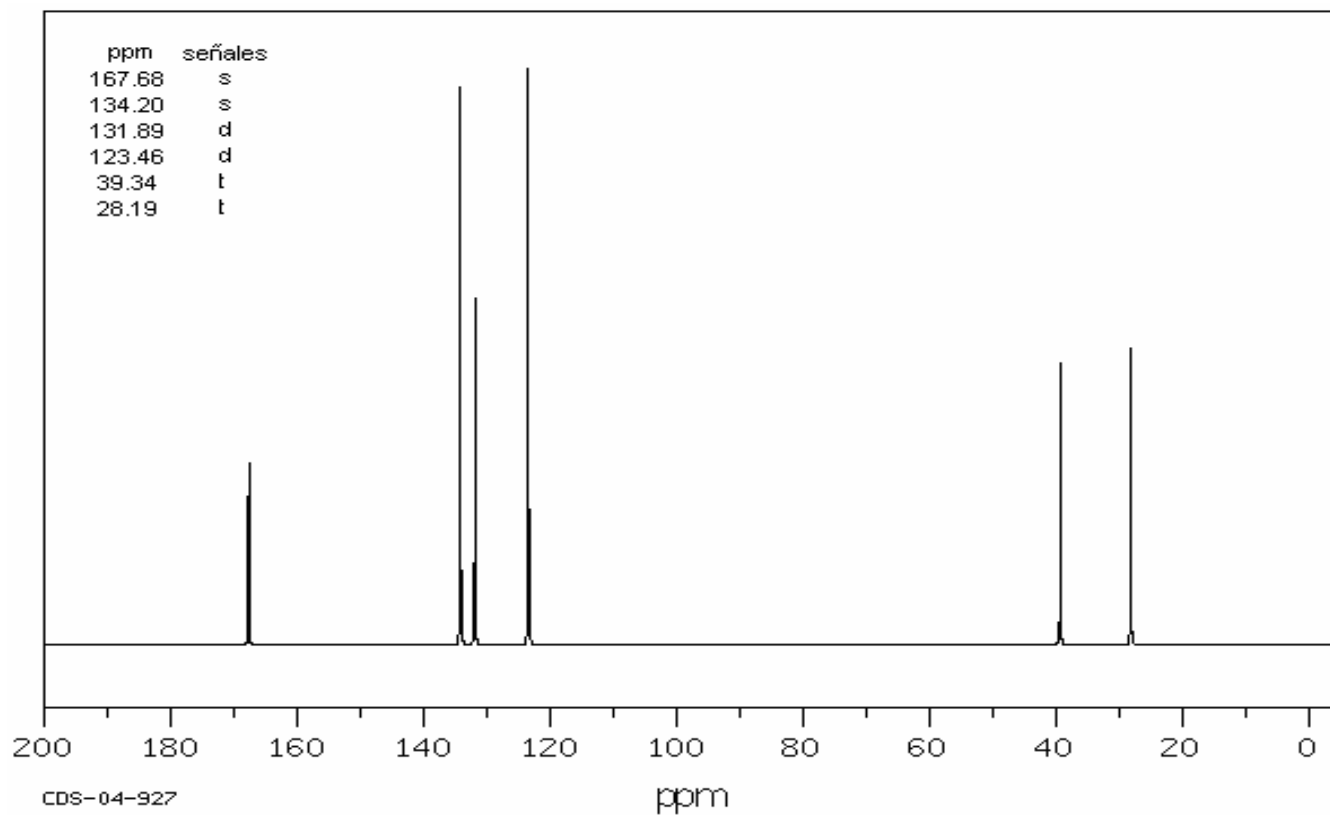


3469	79	1447	78	1296	81	1009	84	729	66
1771	47	1432	46	1232	70	981	77	721	34
1714	4	1398	17	1190	81	976	74	713	43
1613	81	1367	67	1171	84	926	81	696	84
1603	84	1357	60	1089	68	867	74	602	70
1475	77	1335	70	1072	58	805	77	532	66
1468	64	1326	62	1030	86	792	84	511	70

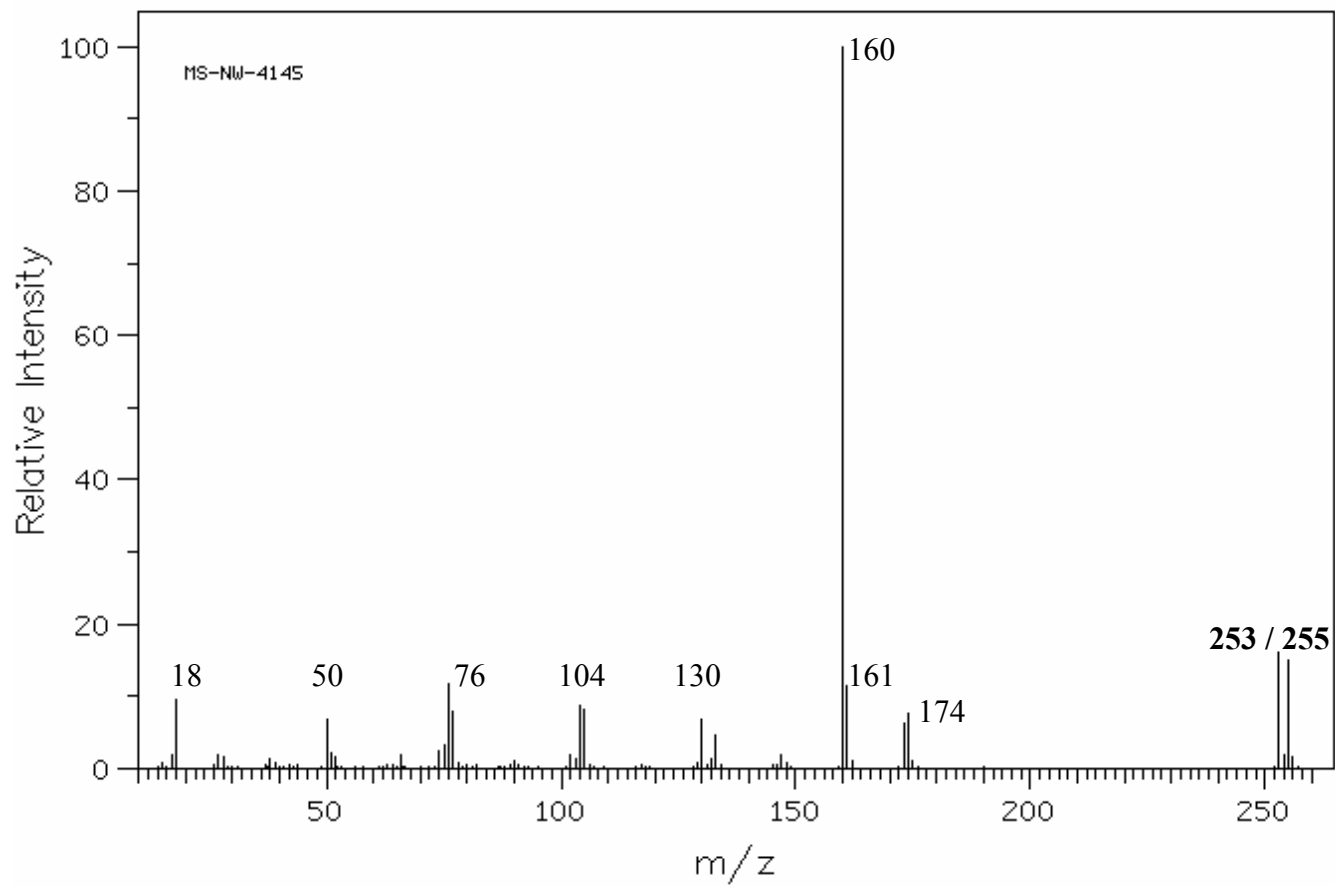
RMN-H1



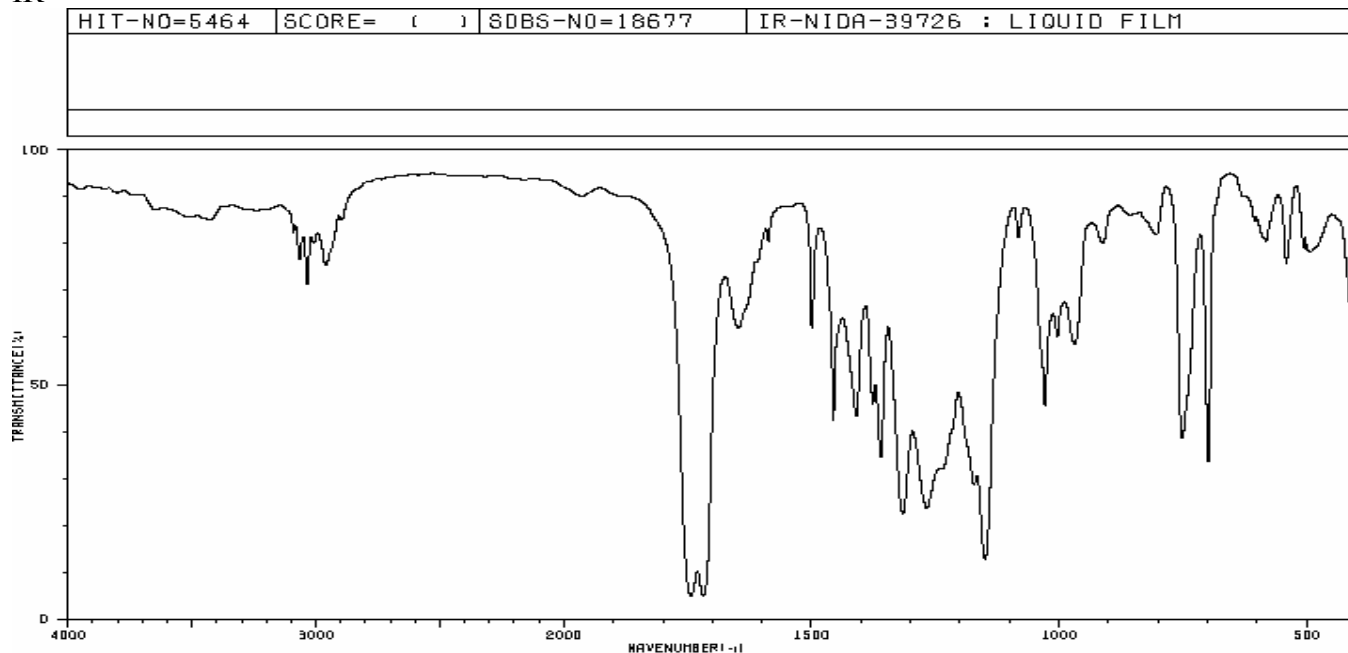
RMN-C13



EM

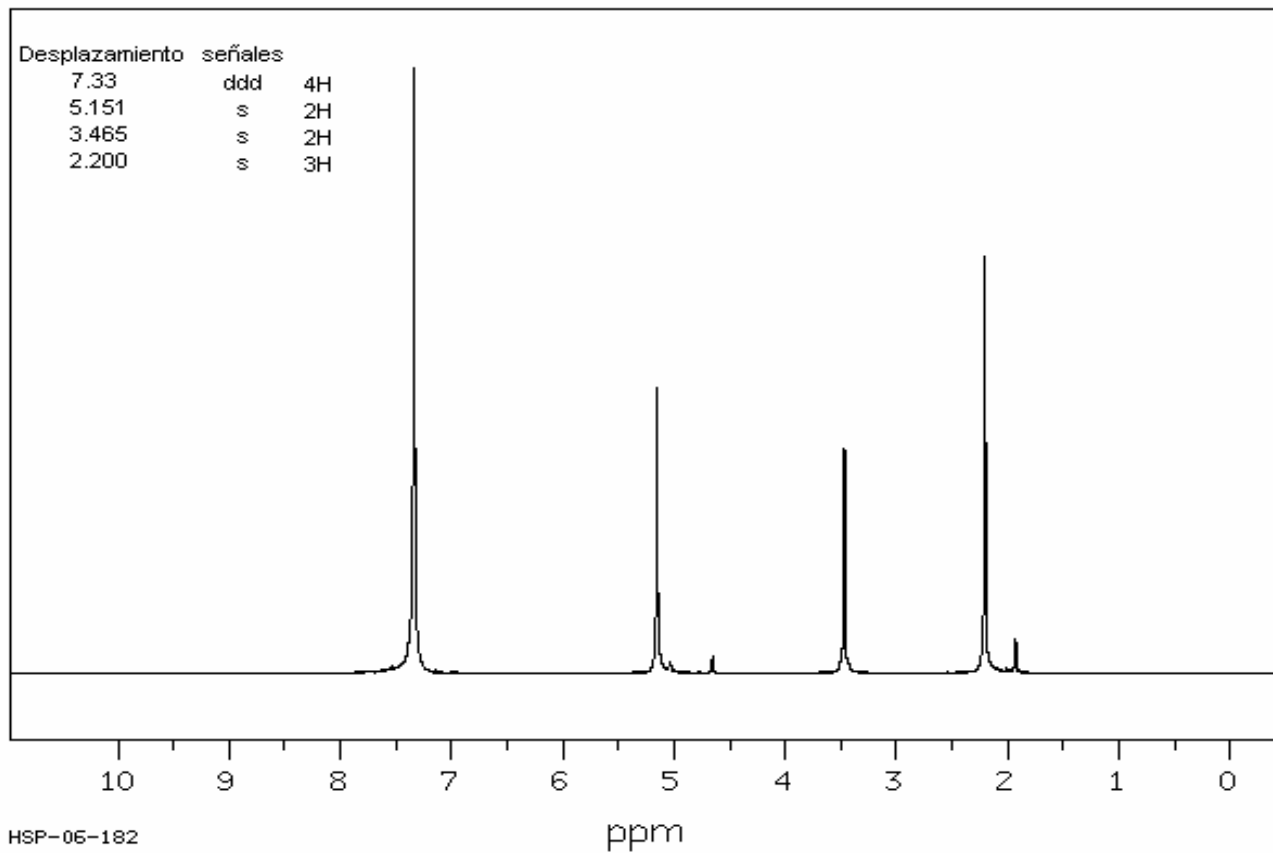


IR

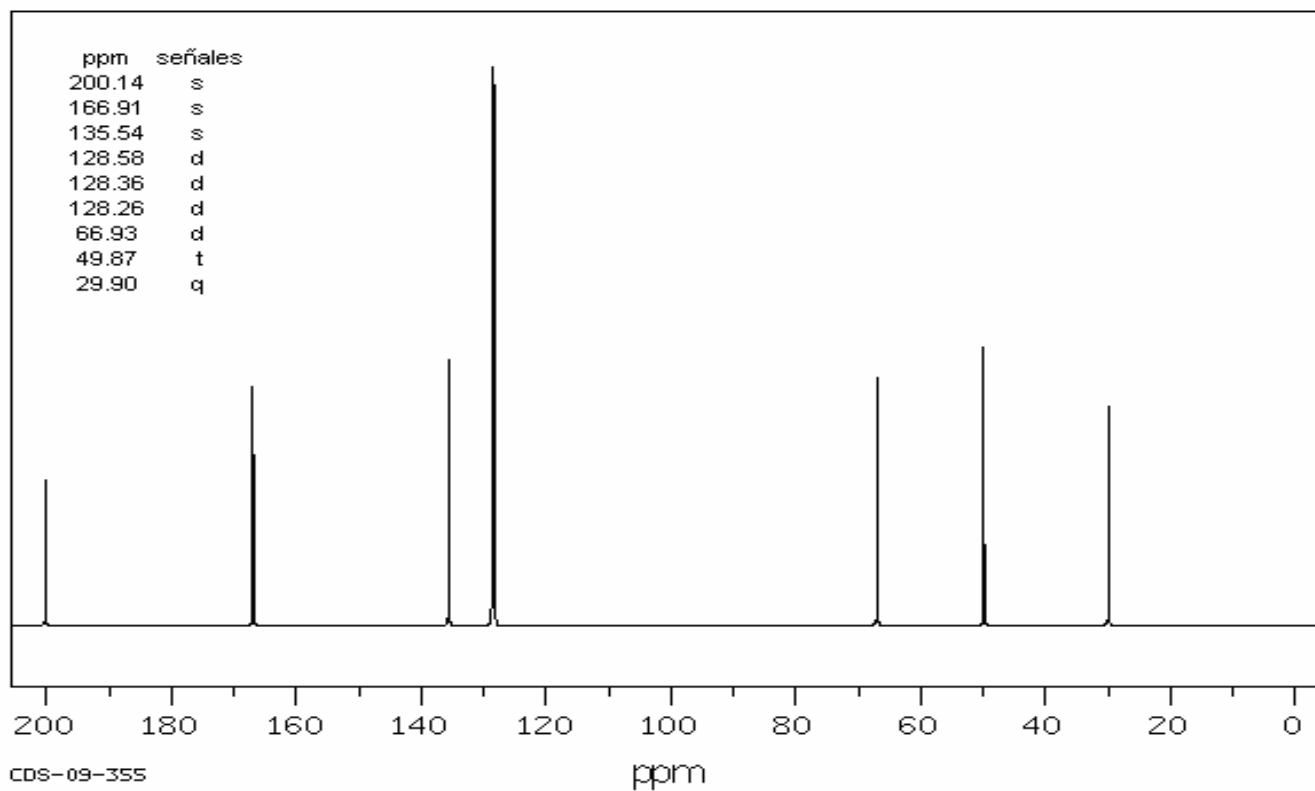


3092	79	1648	60	1316	21	969	67	606	81
3067	74	1587	77	1268	22	922	79	583	77
3036	88	1499	58	1172	27	812	77	542	72
3008	77	1466	41	1160	12	817	81	536	79
2961	72	1410	42	1082	79	804	79	505	77
1744	4	1377	44	1029	43	752	57	493	74
1719	4	1361	39	1003	68	699	32		

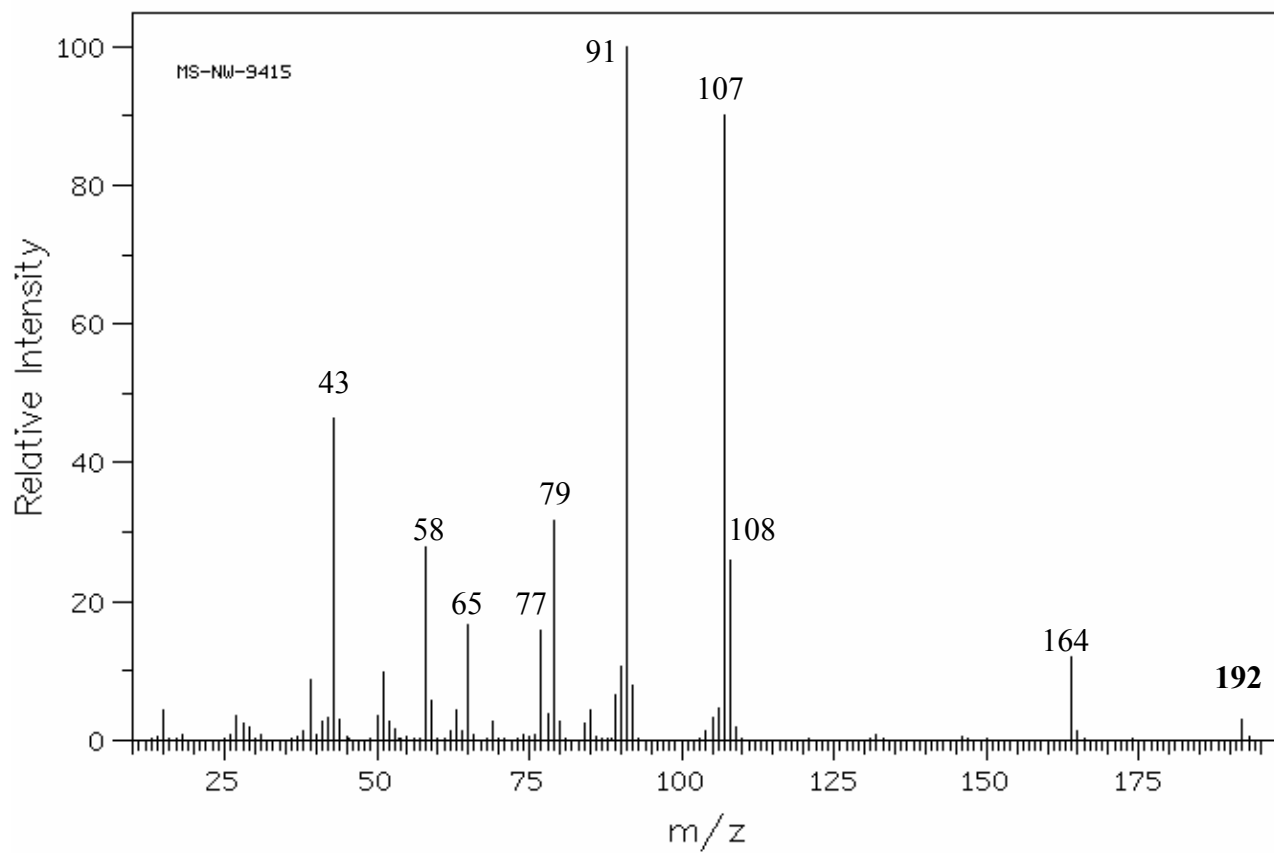
RMN-H1



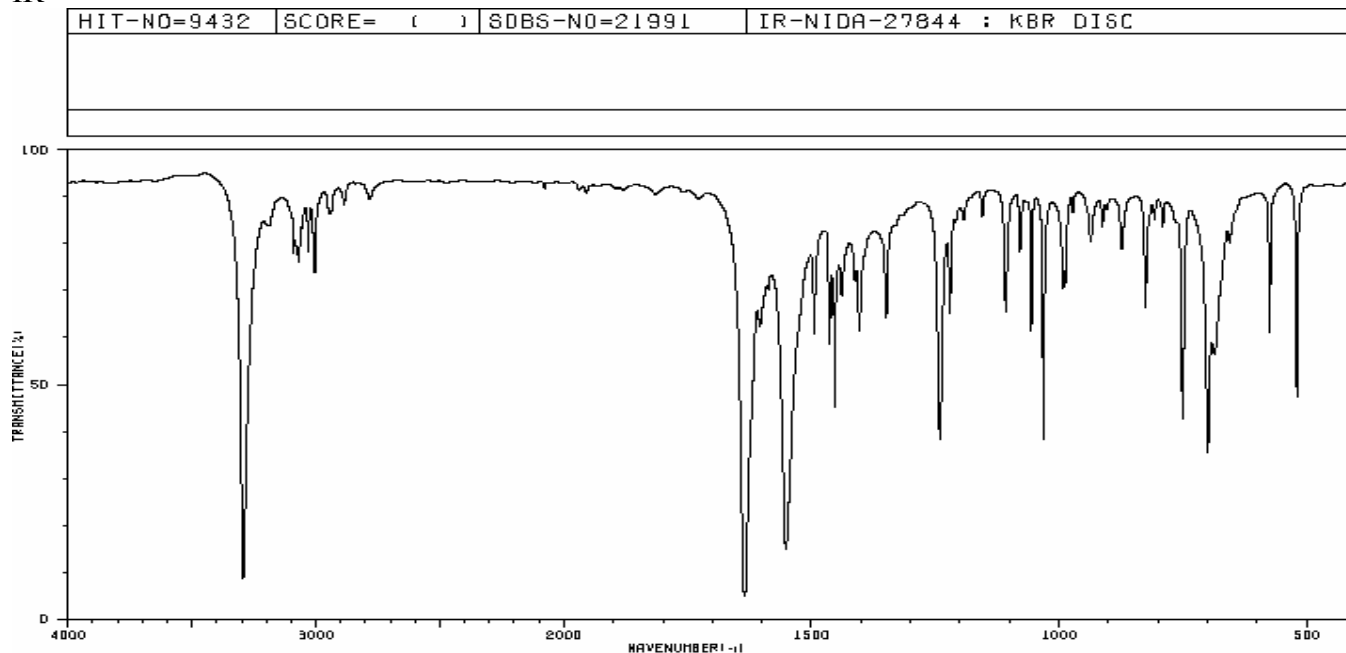
RMN-C13



EM

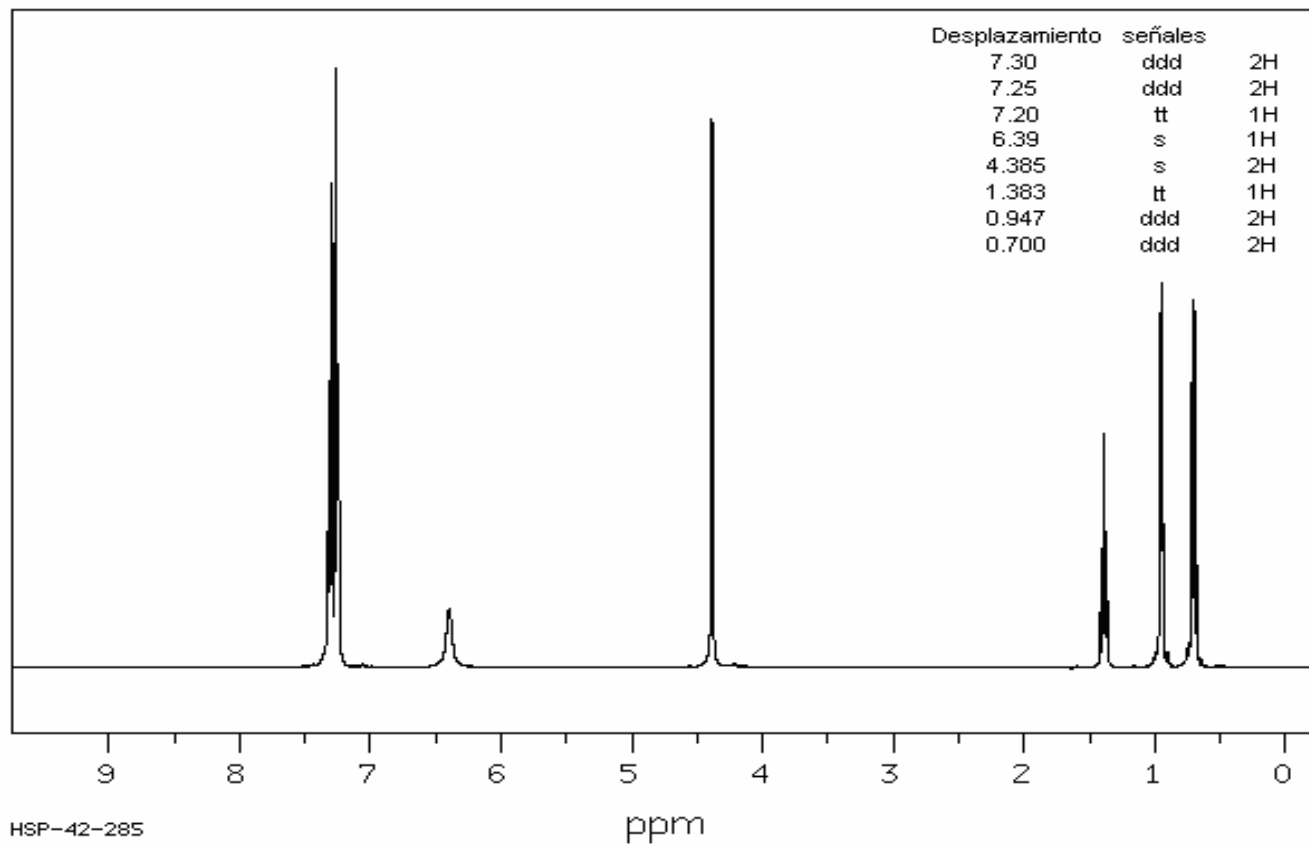


IR

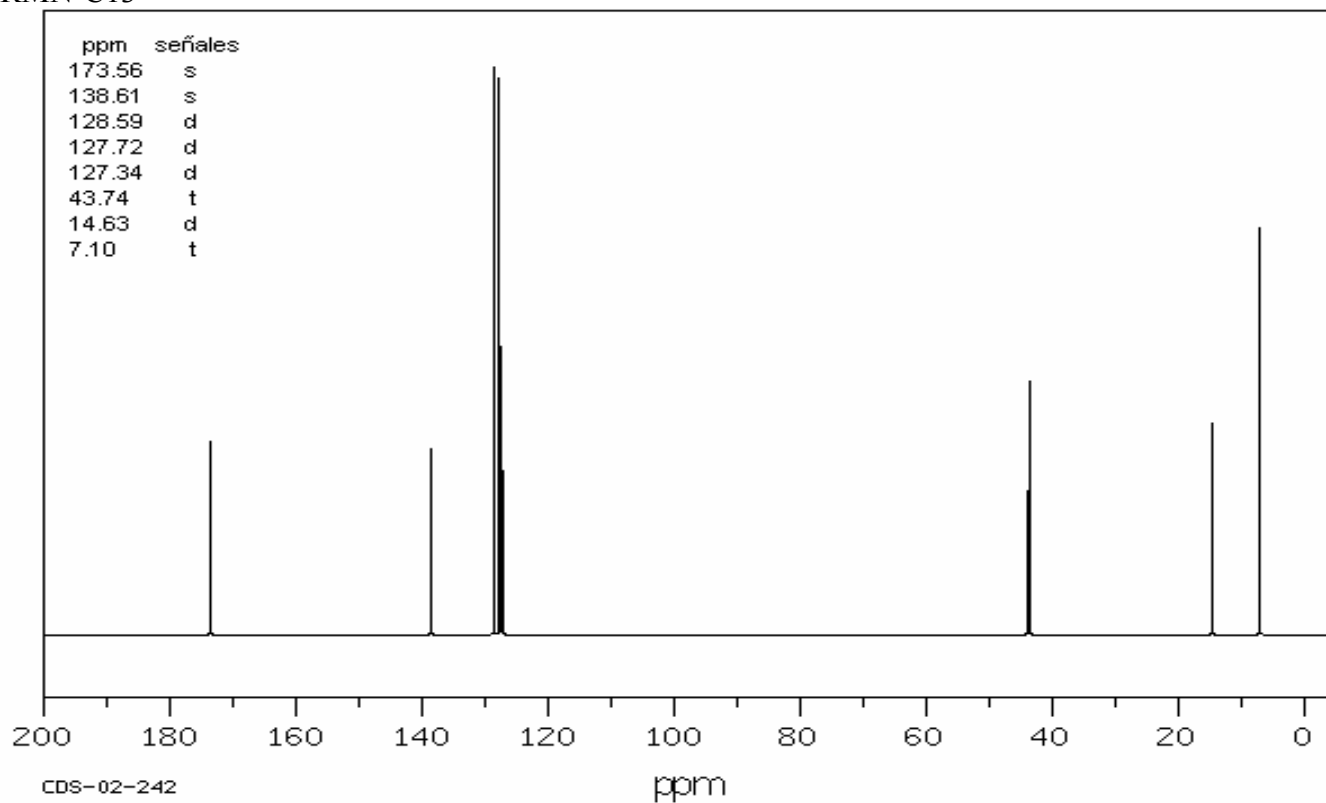


3293	6	1604	60	1413	70	1078	74	764	81		
3090	74	1587	68	1404	58	1056	58	751	41		
3071	72	1552	14	1350	82	1032	37	700	34		
3068	79	1495	58	1242	37	991	68	687	55		
3032	74	1464	57	1221	62	936	77	656	77		
3005	70	1454	49	1156	81	873	77	575	58		
1636	4	1439	66	1108	62	826	64	621	46		

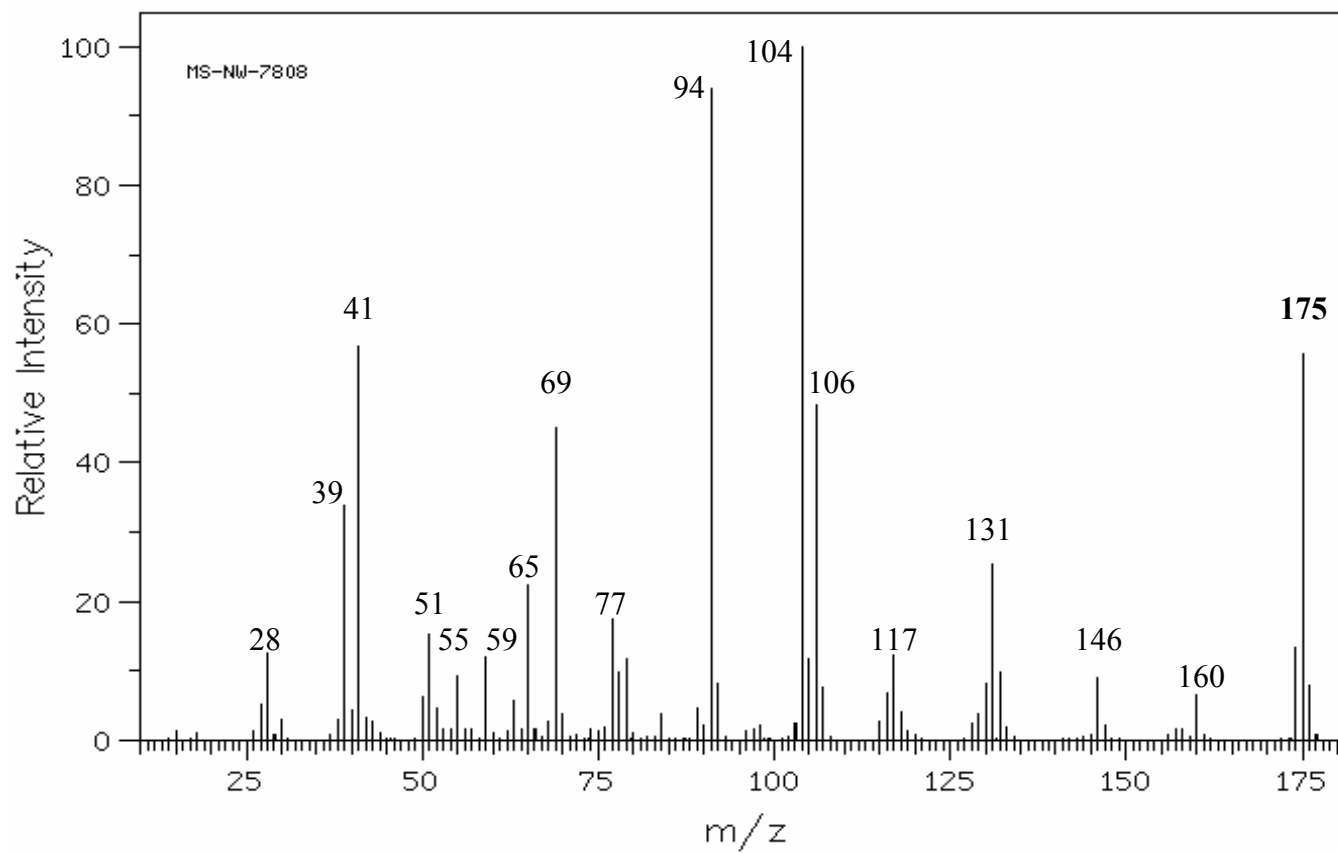
RMN-H1



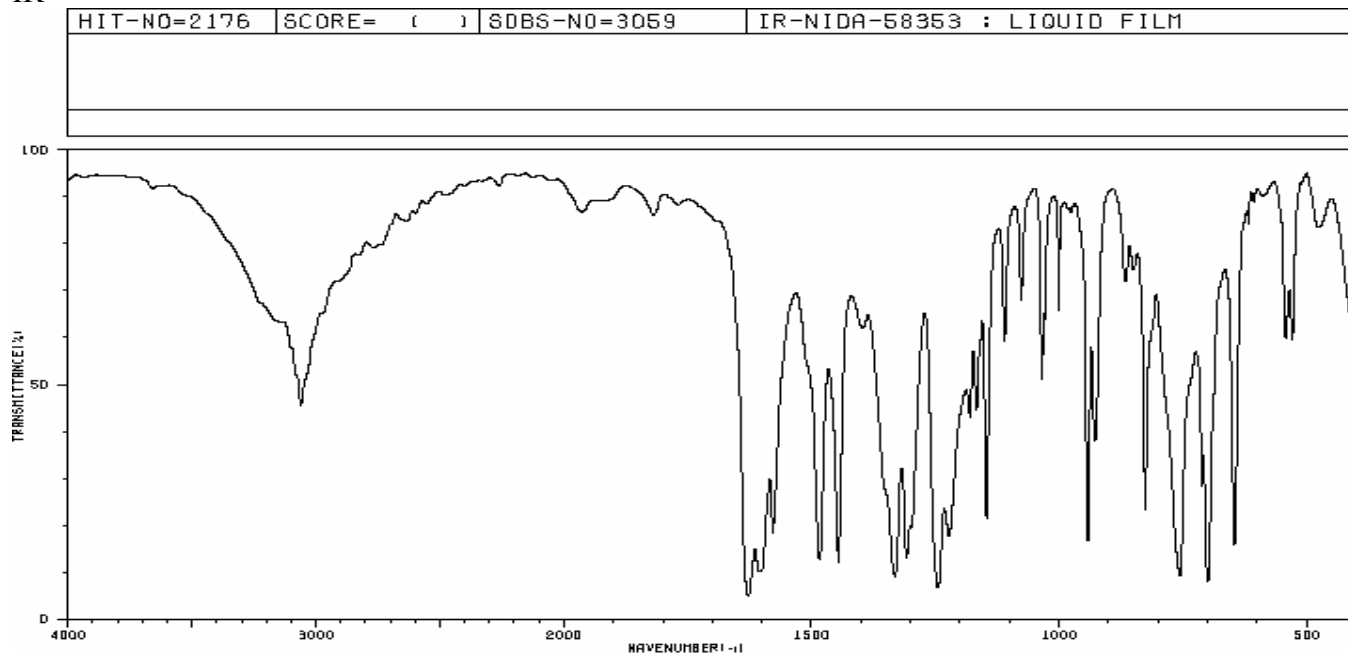
RMN-C13



EM

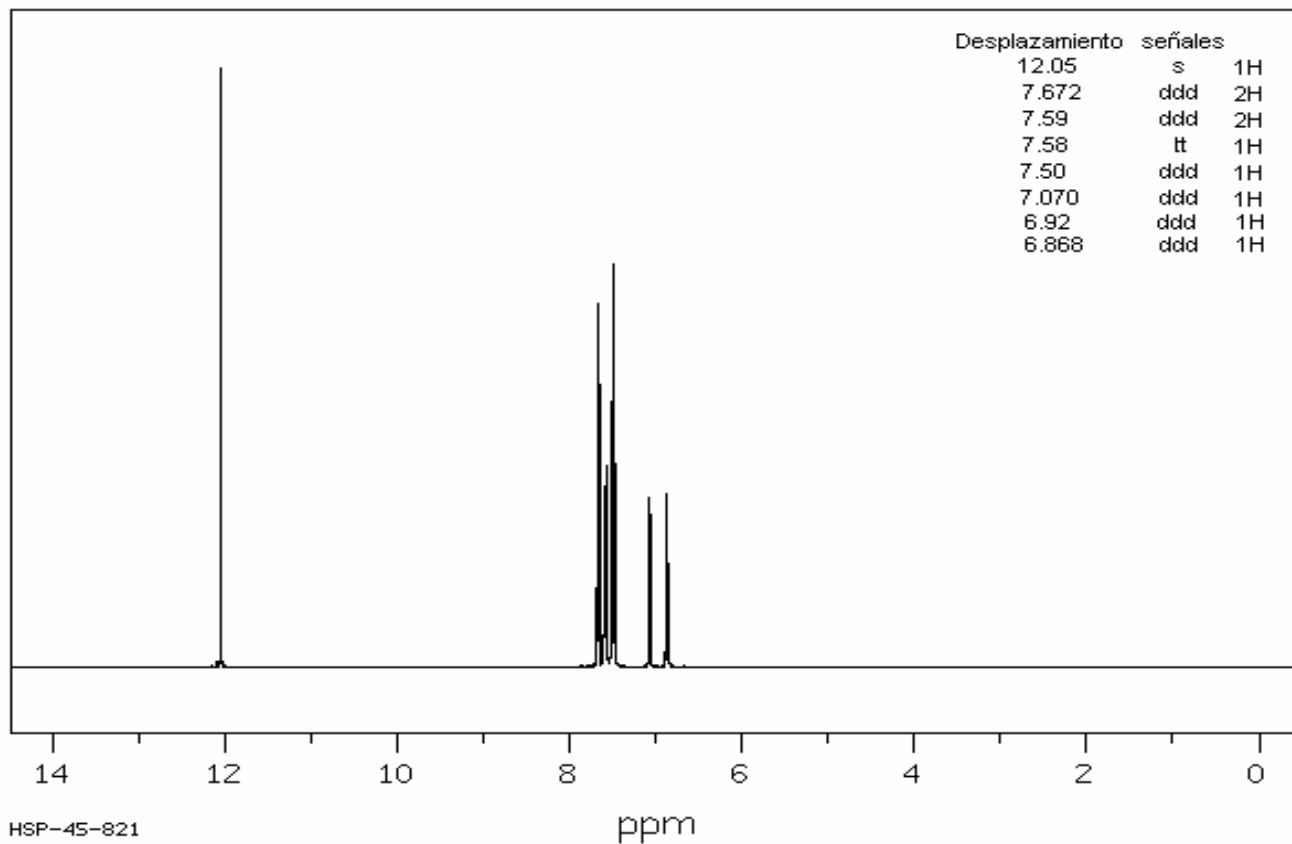


IR

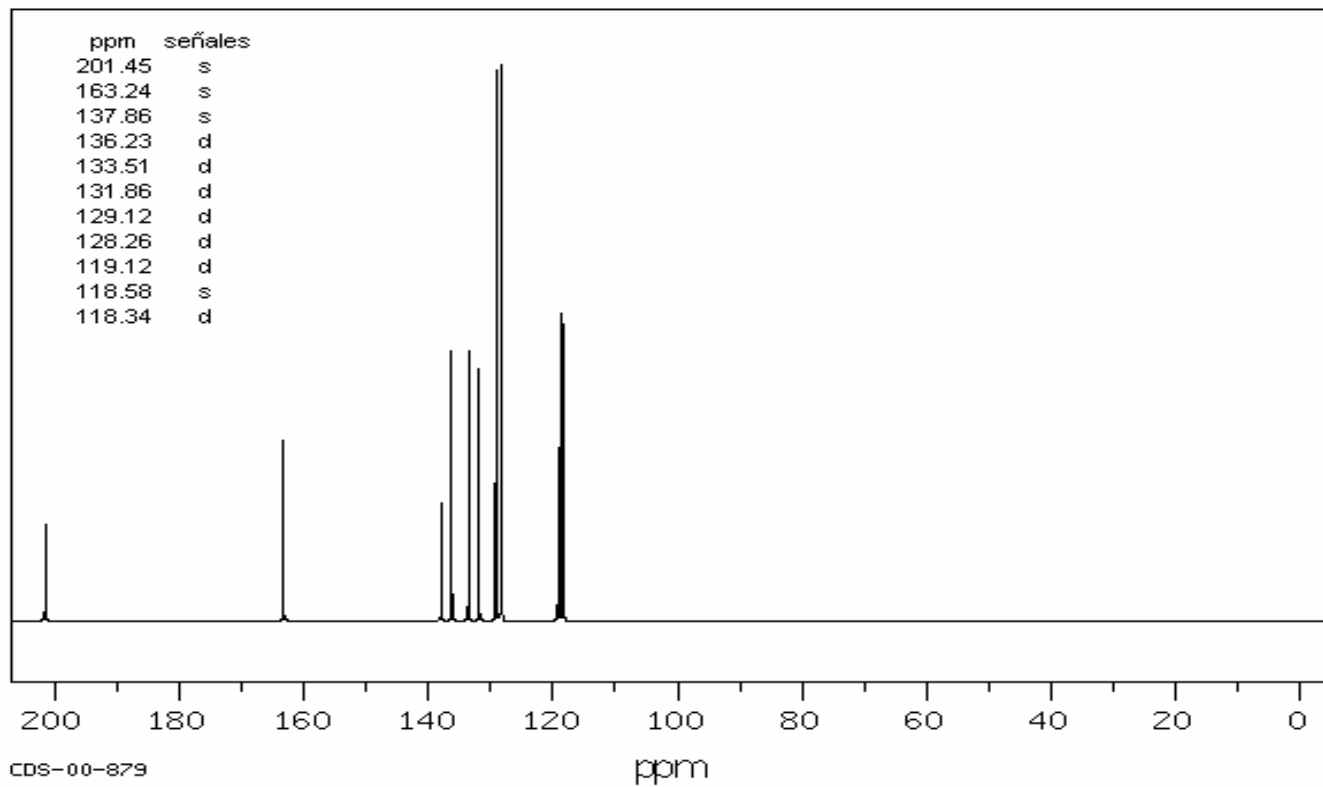


3081	60	1484	12	1222	17	1029	62	757	8		
3060	43	1446	11	1181	41	1001	62	711	26		
2830	81	1397	60	1168	43	942	15	699	7		
1627	4	1332	8	1147	20	928	36	646	15		
1606	9	1308	12	1110	57	866	70	543	57		
1601	10	1299	18	1077	86	850	72	529	57		
1578	17	1245	6	1035	49	826	22	476	79		

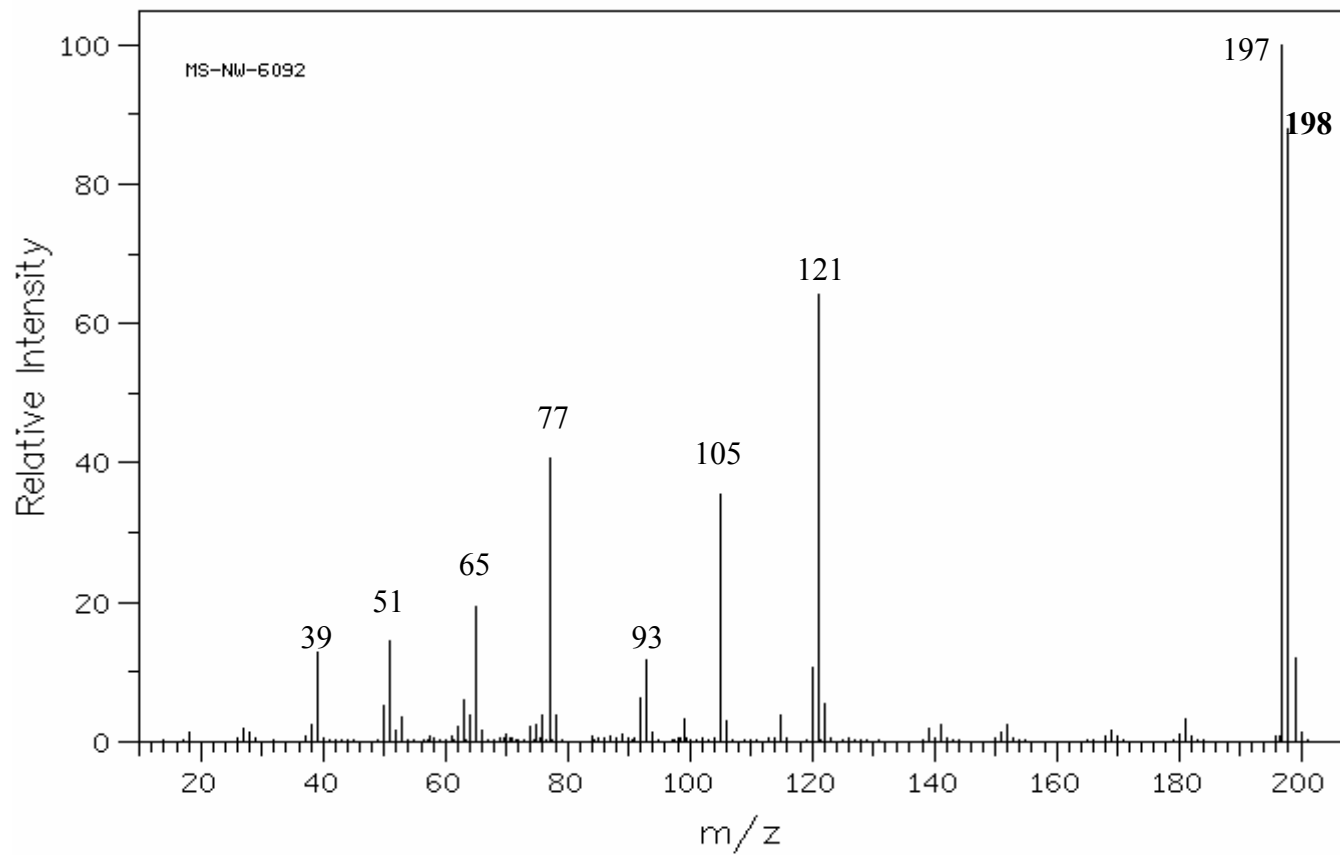
RMN-H1



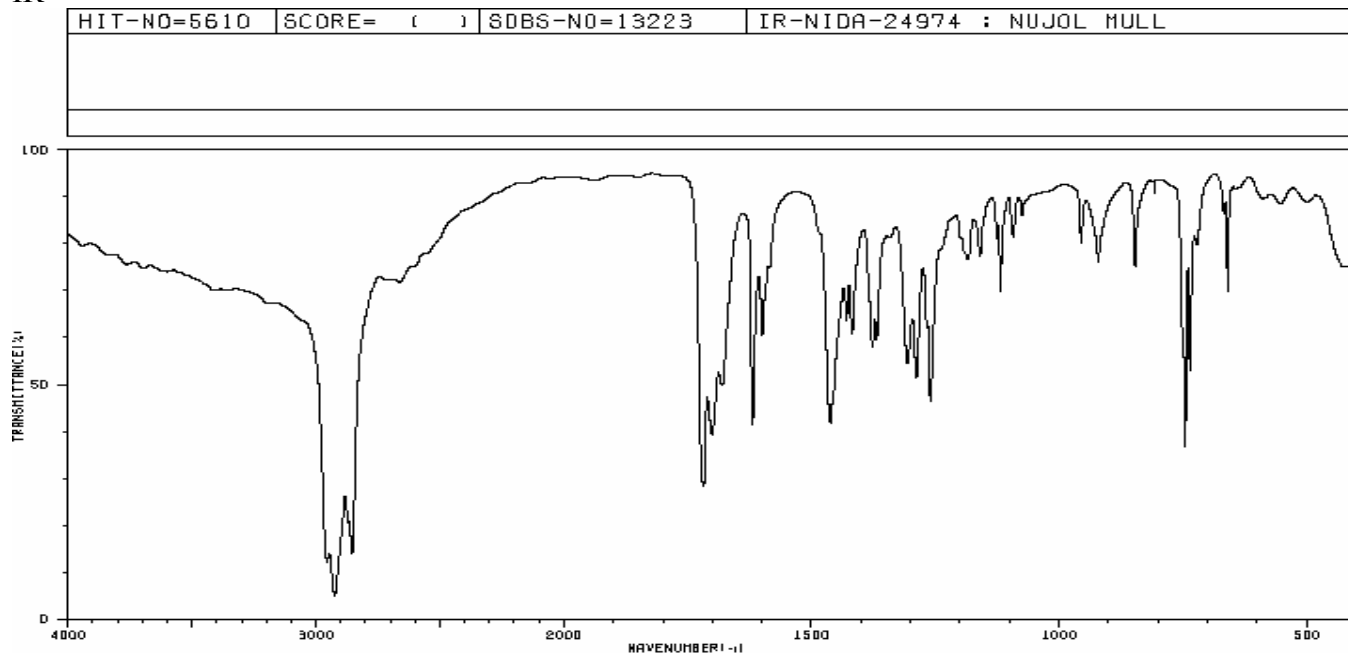
RMN-C13



EM

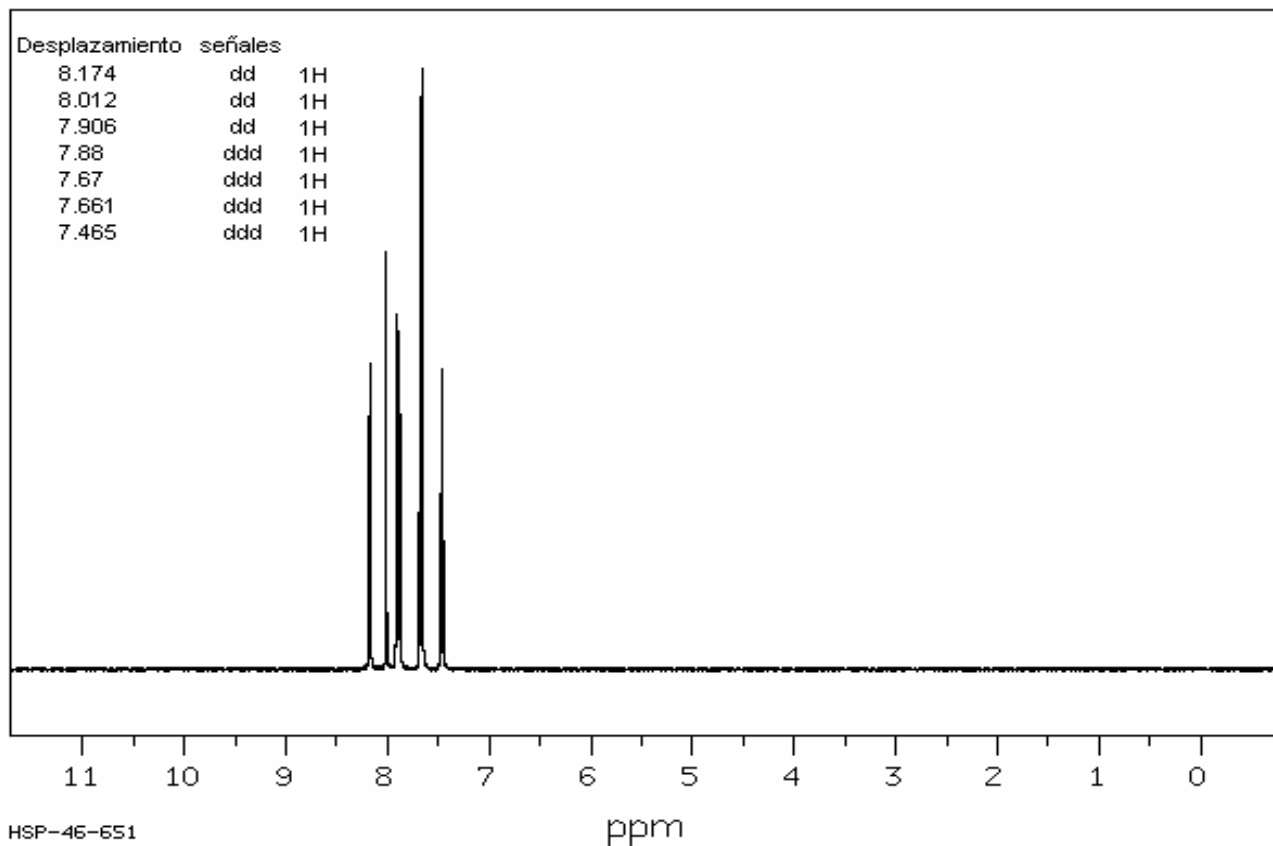


IR

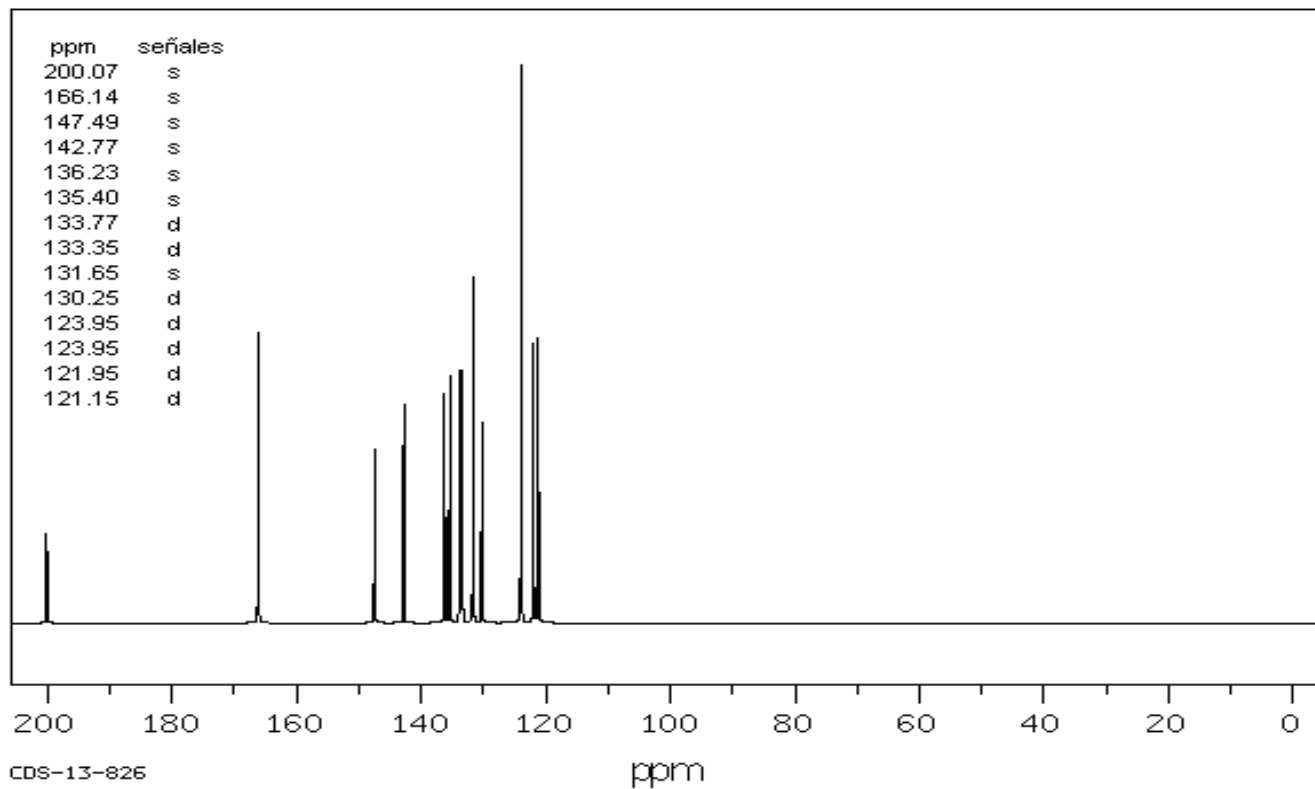


2954	11	1681	47	1369	67	1150	74	847	72		
2936	8	1619	39	1307	52	1126	79	751	58		
2924	4	1600	58	1289	49	1118	68	746	35		
2869	20	1462	39	1268	60	1093	79	736	60		
2855	13	1430	60	1260	44	1075	84	722	77		
1719	26	1418	58	1199	79	956	77	668	64		
1701	37	1378	66	1183	74	922	72	660	66		

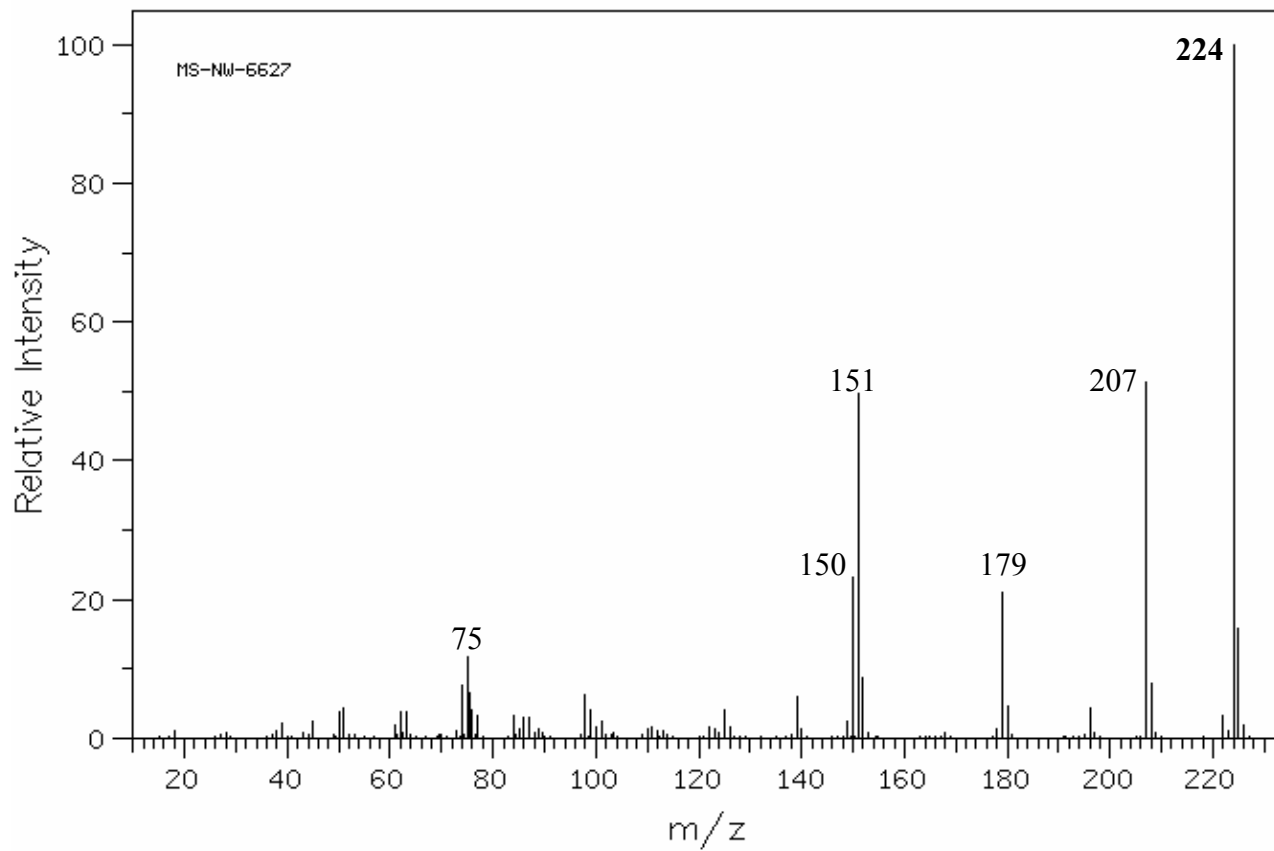
RMN-H1



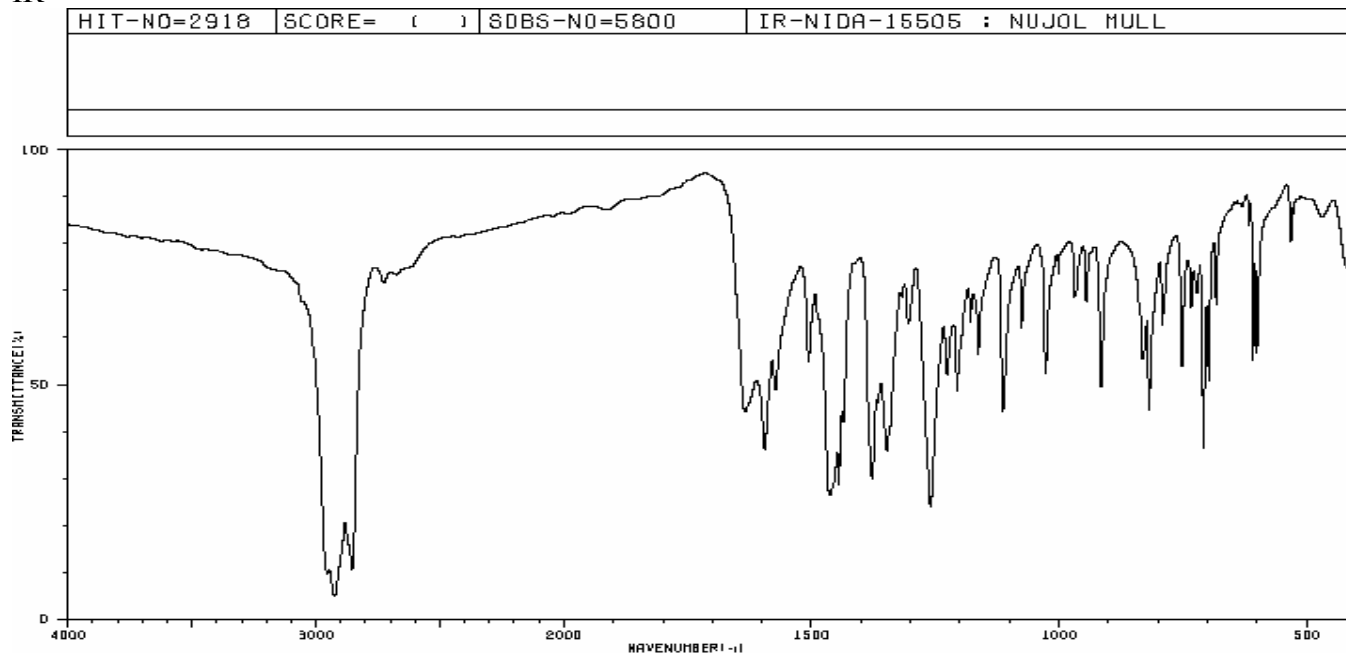
RMN-C13



EM

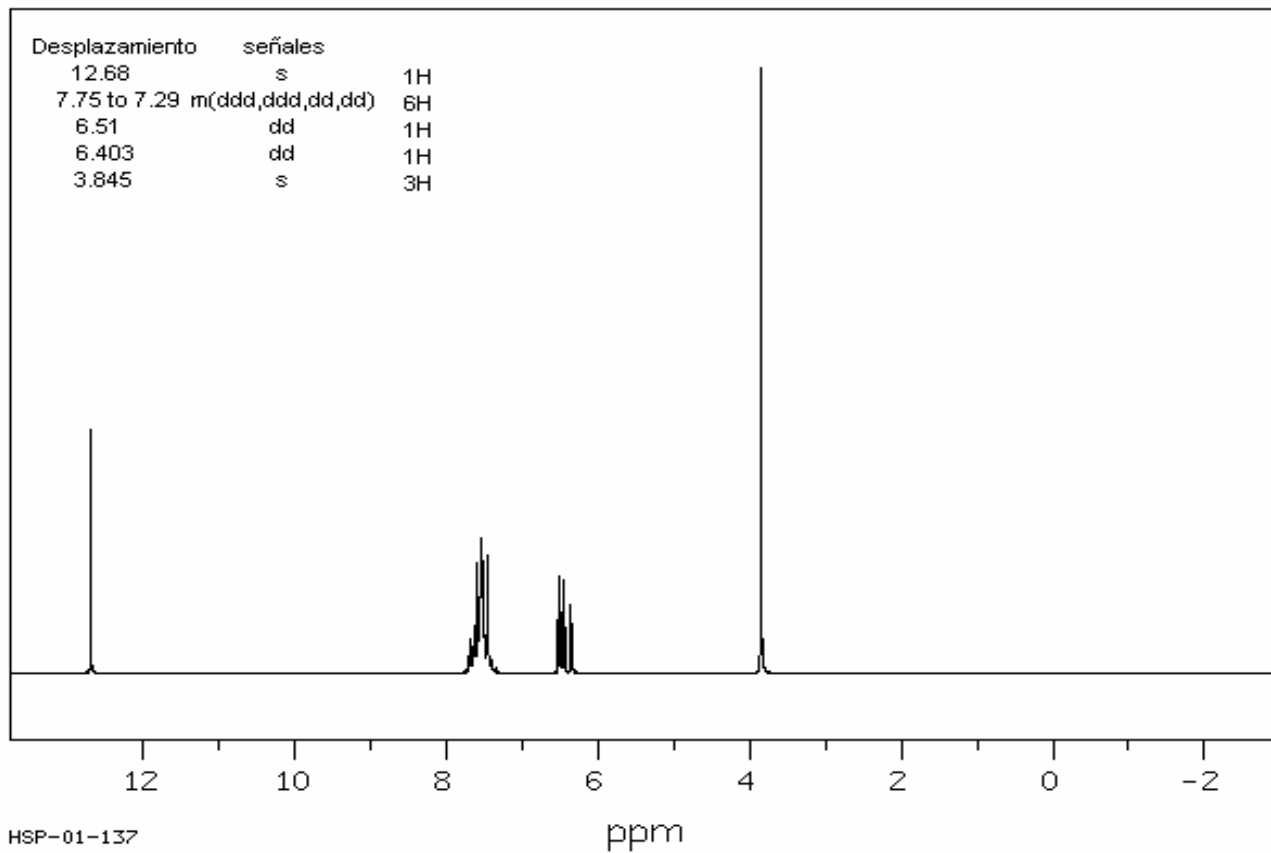


IR

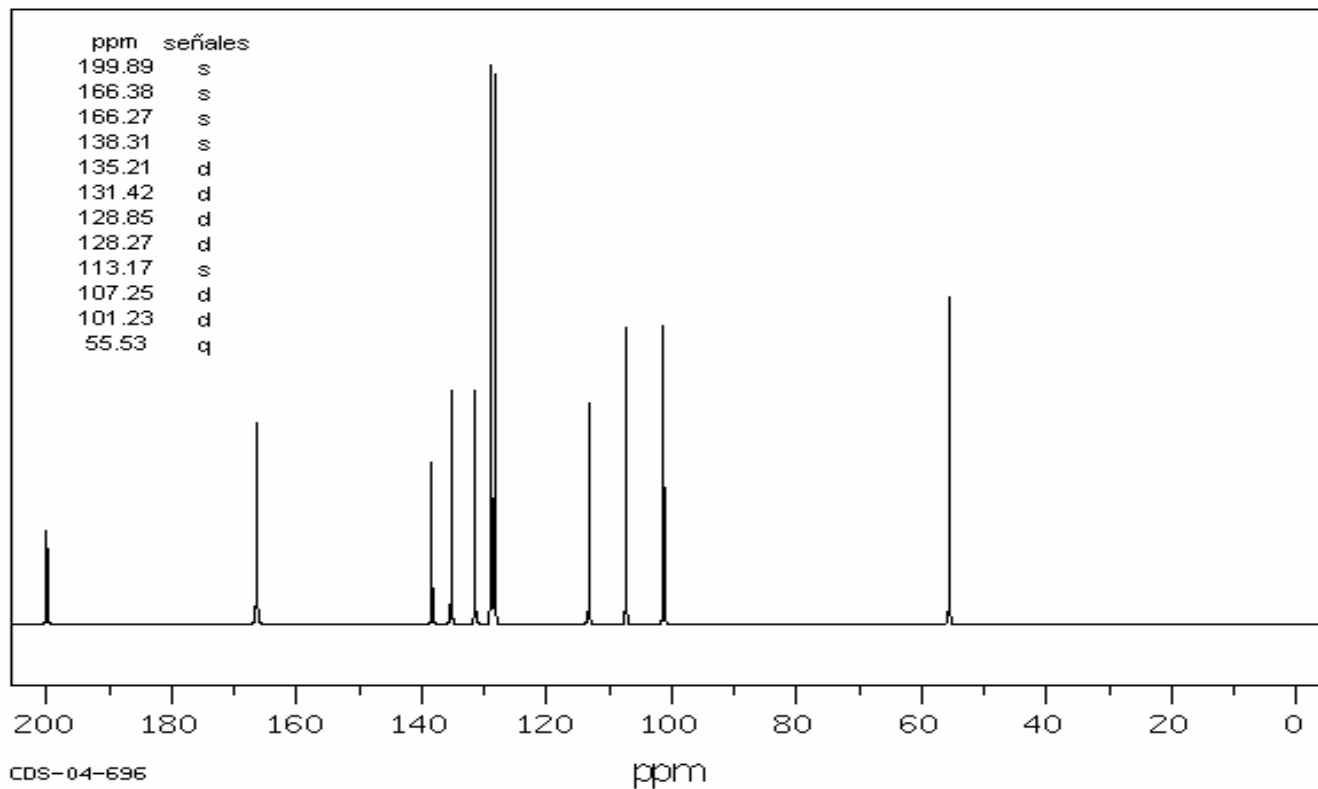


2954	9	1452	26	1227	60	959	66	734	54
2924	4	1444	27	1206	47	945	64	722	66
2854	10	1438	41	1179	80	915	47	709	35
1634	43	1378	28	1164	55	833	63	696	49
1594	35	1349	34	1113	42	819	43	683	64
1573	47	1305	60	1076	80	792	60	609	53
1505	63	1260	23	1028	60	752	62	601	55

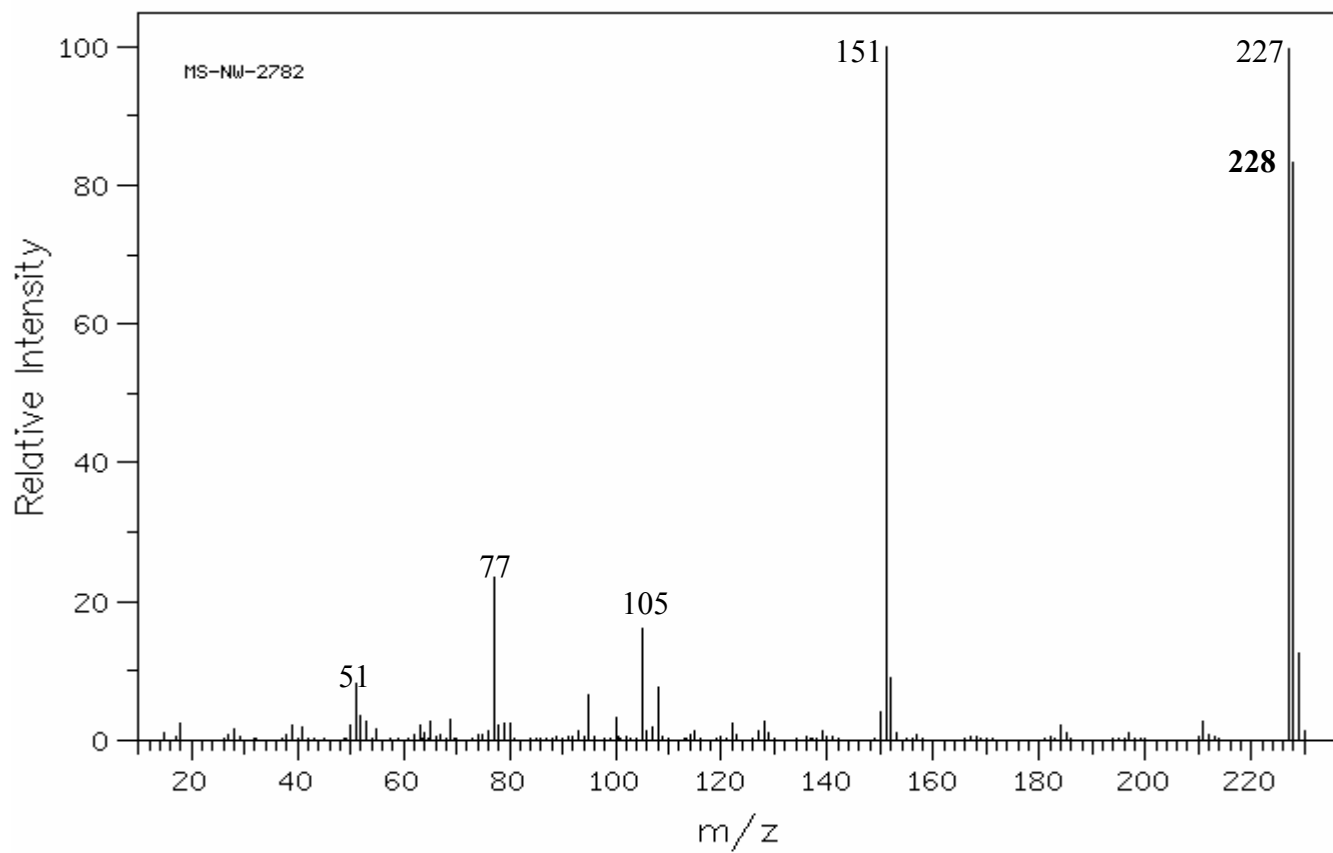
RMN-H1



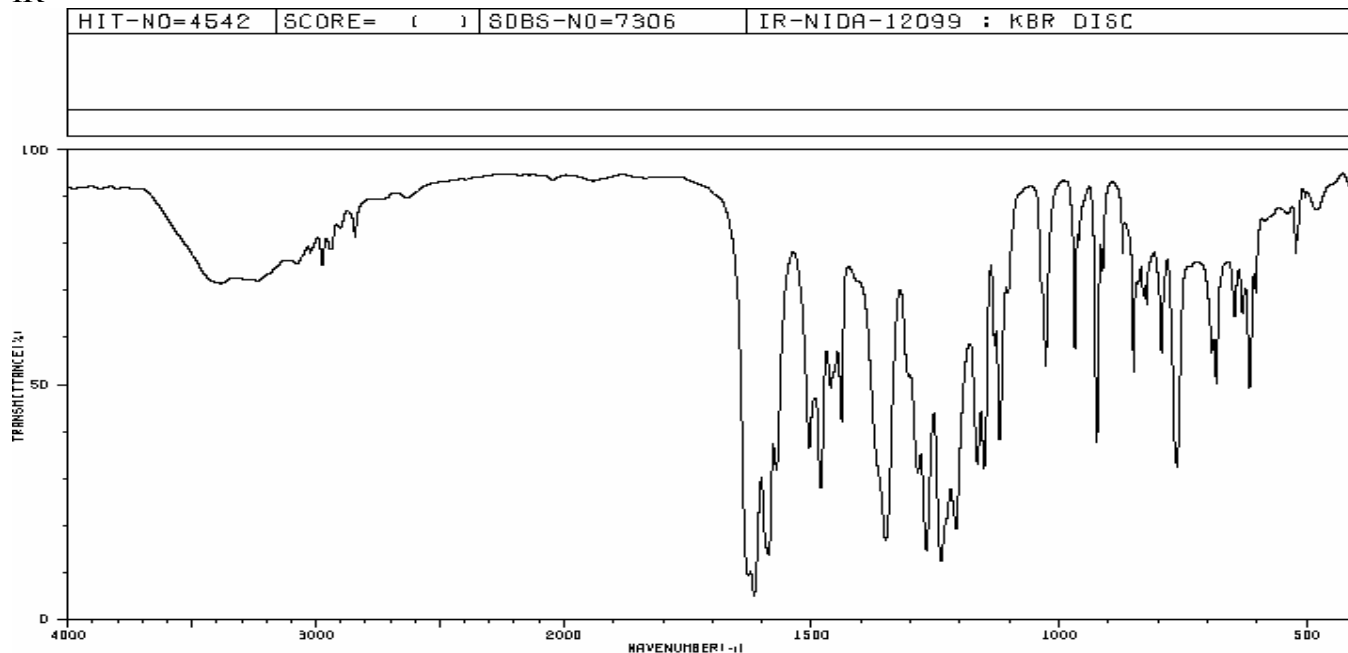
RMN-C13



EM

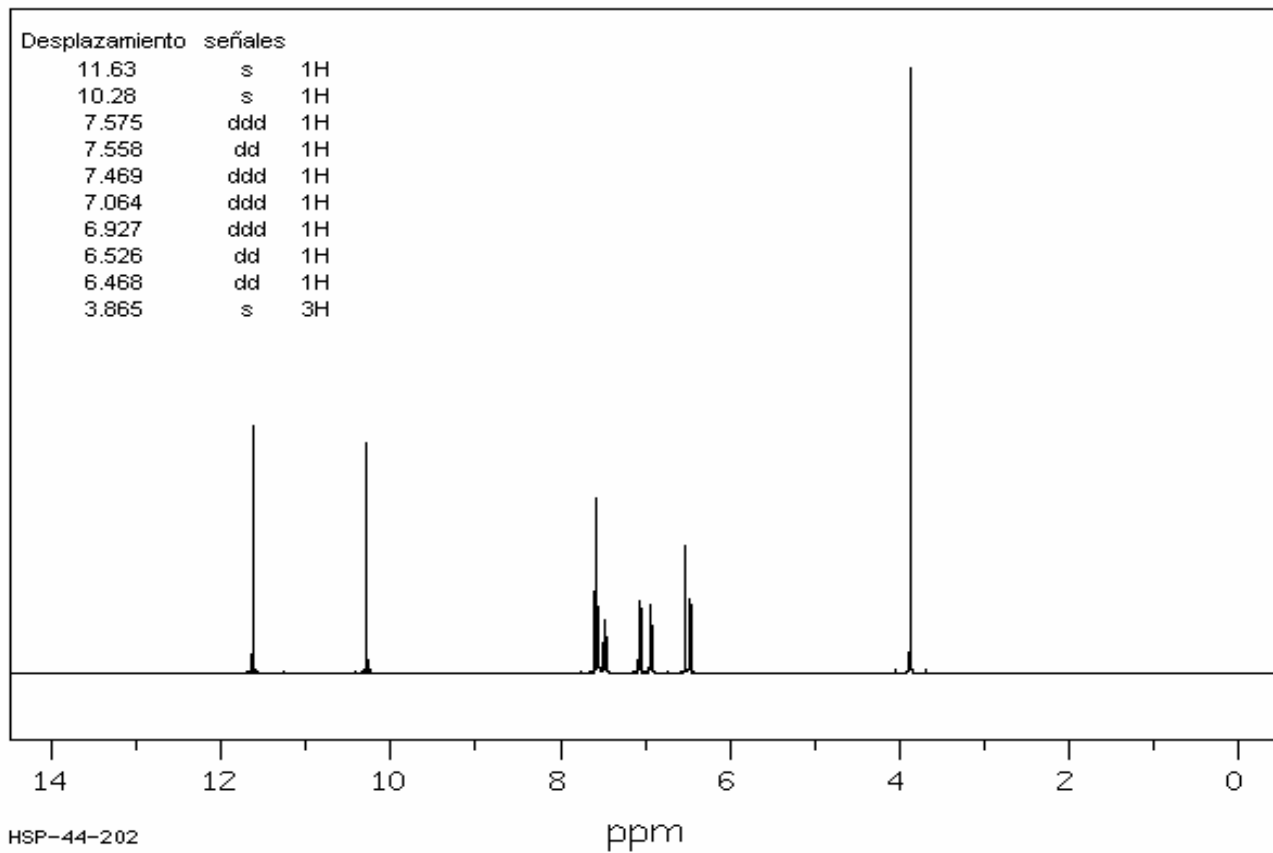


IR



3386	68	1482	26	1209	18	968	55	692	55		
1628	8	1461	47	1166	31	924	36	683	47		
1616	4	1439	41	1152	30	850	50	646	52		
1587	13	1360	16	1130	55	831	66	630	62		
1571	30	1286	30	1120	36	823	64	624	68		
1505	35	1269	19	1105	86	794	55	616	47		
1493	44	1239	12	1027	62	762	31	602	66		

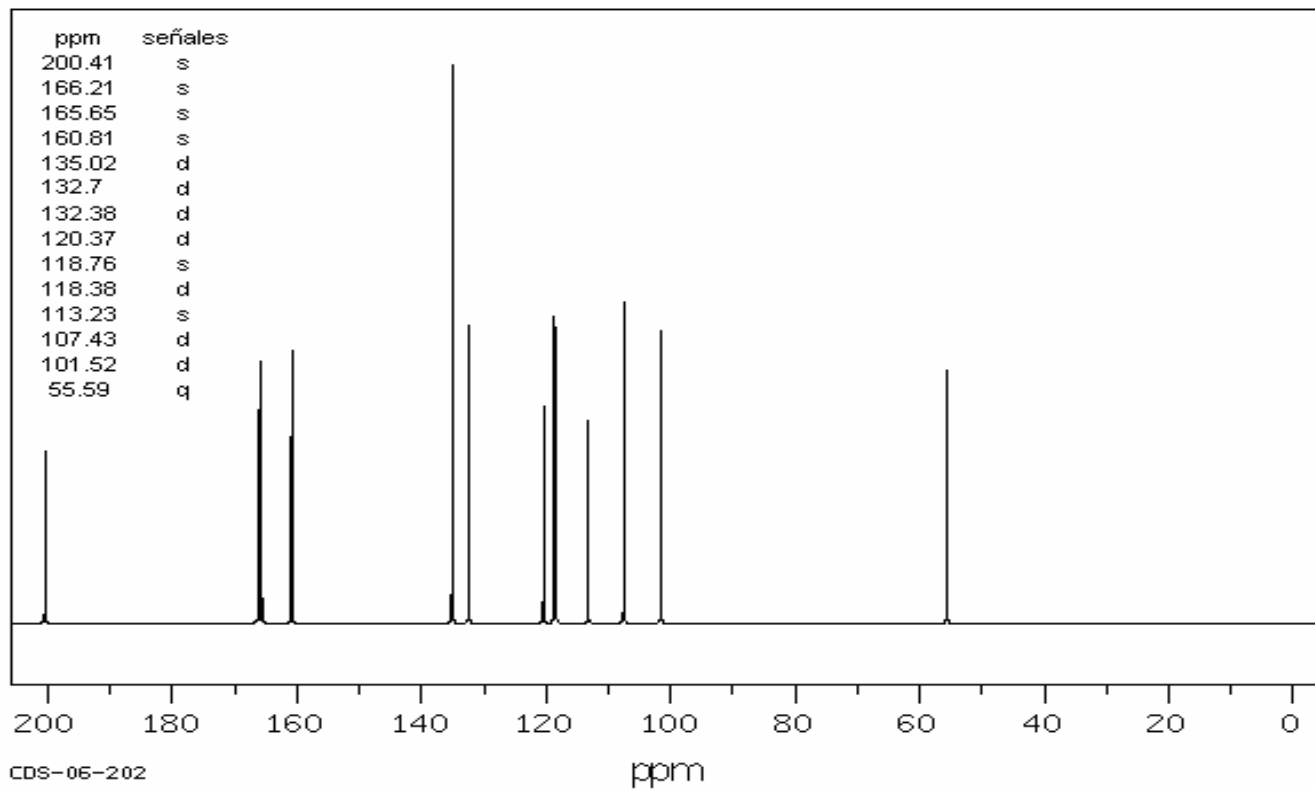
RMN-H1



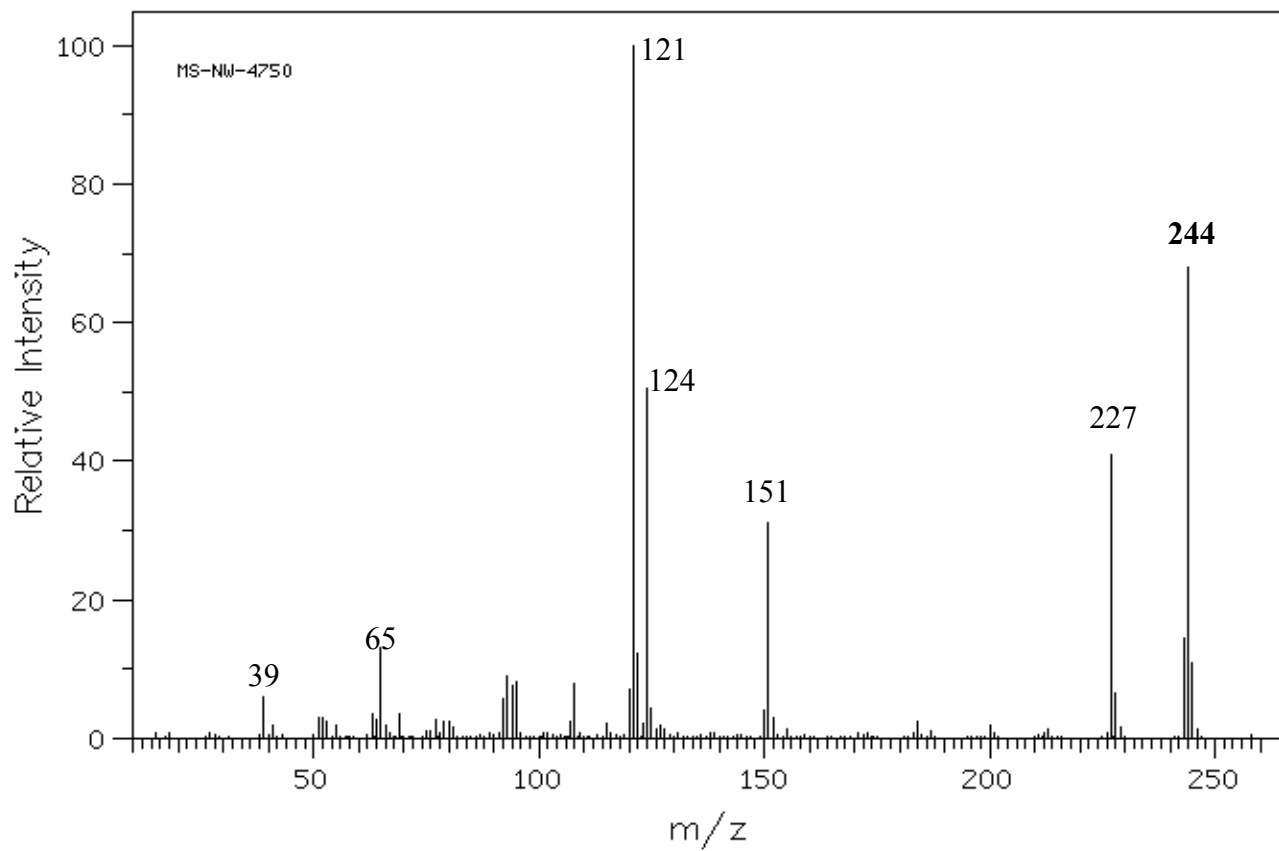
HSP-44-202

ppm

RMN-C13



EM



Discusión

Aunque el presente trabajo aporta una buena opción para adquirir la suficiente habilidad para la interpretación y elucidación estructural, a través de la resolución de los ejercicios propuestos, queda claro que no solo mostrar los espectros es suficiente para su comprensión y por lo tanto la necesidad de usar y entender los datos expresados en tablas resulta indispensable para el análisis de estos.

Dichas tablas no se incluyen en este trabajo debido a que no pretende ser un libro o compendio de tablas de identificación sino un texto de apoyo para el estudiante de Química que tiene la necesidad de aprender a identificar un compuesto por medio de estas técnicas espectroscópicas; además fomenta a este a documentarse acerca de dichas tablas, de las cuales existe una extensa bibliografía que reporta los valores de desplazamiento de los núcleo atómicos dependiendo del grupo funcional en el cual se encuentren.

Conclusiones

Se logro el objetivo de elaborar un cuaderno de ejercicios que sirva de apoyo al químico para la resolución de este tipo de problemas que se le pudiera presentar en la caracterización de una molécula.

El ultimo objetivo planteado se deja a consideración del lector que será el que, finalmente, evalúe el trabajo de acuerdo a su funcionalidad.

Bibliografía

- Ultrafast infrared and Raman spectroscopy / edited by M.D. Fayer. New York : M. Dekker, c2001
- Modeling NMR chemical shifts : gaining insights into structure and environment / Julio C. Facelli, Angel C. de Dios, editors. Washington, D.C. : American Chemical Society, c1999
- Interpreting infrared, Raman, and nuclear magnetic resonance spectra / Richard Allen Nyquist. San Diego, California : Academic, c2001
- Molecular spectroscopy / John M. Brown. Oxford : Oxford University, 1998
- Solving problems with NMR spectroscopy / Atta-ur-Rahman and Muhammad Iqbal Choudhary. San Diego : Academic, c1996
- A guide to the complete interpretation of infrared spectra of organic structures / Noel P.G. Roeges. Chichester : Wiley, c1994
- NMR spectroscopy : basic principles, concepts, and applications in chemistry / H. Gunther. Chichester : J. Wiley, 1994
- Nuclear magnetic resonance : Basic principles / Atta-ur-rahman. New york : Springer, c1986
- Structure elucidation by nmr organic chemistry : A practical guide / E. breitmaier ; tr. by julia wade. Chichester : J. Wiley, c1993.
- Carbon-13 nuclear magnetic resonance spectroscopy / George c. levy, robert I. lichter, gordon I. Nelson. New york : Wiley, c1980

- **Principios básicos de espectroscopia** / Raymond chang ; traducción i. katime amshta.
Madrid : AC, 1977.
- **<http://www.ugr.es>**
- **<http://es.geocities.com>**