

## Фармацевтическая химия 5 курс

### Занятие № 5

#### Тема: ИК-спектроскопия в фармацевтическом анализе.

**Цель:** Усвоение студентами навыков проведения идентификации ЛС методом ИК-спектроскопии.

#### **План занятия:**

1. Краткое содержание, цели, задачи и порядок проведения занятия.
  - 1.1 Проведение инструктажа по технике безопасности.
  - 1.2 Требования, предъявляемые к студентам на занятиях.
2. Краткие теоретические положения:
  - 2.1 ИК –спектрофотометрия - как один из основных методов исследования структуры и идентификации ЛС.
  - 2.2 Основные направления практического применения ИК – спектрофотометрии в фармацевтическом анализе.
  - 2.3 Принципиальная схема ИК –спектрофотометров.
  - 2.4 Подготовка проб.
  - 2.5 Интерпретация спектров.
  - 2.6 Краткий опрос знания студентами теоретических основ ИК – спектрофотометрического метода анализа ЛС.
  - 2.7 Решение задач.
3. Практическая работа студентов по идентификации ЛС с использованием ИК –спектров.
4. Обработка практического материала и подготовка отчетов.
5. Проверка отчетов.

**Инструктаж по ТБ.** Основы техники безопасности при работе в химической лаборатории с использованием ИК –спектрофотометрического оборудования изучаются студентами самостоятельно. Знания правил ТБ принимаются преподавателем перед началом практического занятия, о чем делается специальная запись в журнале инструктажа по ТБ.

**Требования к студентам:** белый халат, шапочка, сменная обувь, тетрадь для конспектов и записей на занятии.

### **Общие теоретические положения:**

ИК –спектр химического соединения является одной из его наиболее важных характеристик.

ИК область спектра занимает диапазон длин волн от границы видимой до микроволновой области (0,75 до 200 мк). Однако, обычно под ИК областью подразумевают более узкий интервал от 2,5 до 16 мк. (Более коротковолновый и длинноволновый участки спектры называют соответственно ближней и дальней ИК областями. Для характеристики ИК излучения более часто используют волновые числа (величины обратные длинам волн – обратные сантиметры,  $\text{см}^{-1}$ ). Так, интервал 2,5-16 мк соответствует  $4000\text{-}625 \text{ см}^{-1}$ .

Все молекулы состоят из химически связанных между собой атомов. Движение этих атомов напоминает колебание шариков, связанных пружинами. Аналогично системе шариков, амплитуды колебаний связей увеличиваются при воздействии на них, в частности, электромагнитных волн (инфракрасных лучей). Различие между молекулой и шариками на пружинах заключается в том, что колебательные энергетические уровни молекулы квантованы и молекулой поглощаются только те частоты ИК излучения, энергия которых точно соответствует разностям между двумя уровнями энергии связи; амплитуда данного колебания возрастает скачком. Поэтому при облучении образца ИК светом с непрерывно меняющейся частотой определенные участки спектры излучения поглощаются молекулой, а луч проходящий через вещество ослабляется в области поглощения. Регистрируя интенсивность прошедшего излучения в зависимости от длин волн (или волновых чисел), получают кривую, на которой видны полосы поглощения. Это и есть ИК-спектр.

Явление взаимодействия веществ с ИК -излучением было открыто У.Эбни и И.Фестингом в 1861 г. В настоящее время ИК -спектрофотометрия стала одним из основных методов исследования веществ различной химической природы, в том числе и лекарственных соединений.

Впервые метод стал фармакопейным с 1968 г (ГФ X), где он рекомендовался для контроля качества трех лекарственных веществ: фторотана, оксациллина и метициллина натриевых солей, а в разделе "Общие методы физико-химического, химического и биологического исследования" фармакопеи помещен материал, касающийся некоторых практических вопросов ИК-спектрофотометрии.

Наряду с ультрафиолетовой ИК -спектрофотометрия включена во все современные фармакопеи. Так, Международная фармакопея (Женева, 1990 г) рекомендует этот метод практически в анализе половины описанных в ней лекарственных веществ. Получать ИК-спектры можно не только для субстанций, но и в ряде случаев для готовых препаратов. Для этого необходимо, чтобы вспомогательные вещества, входящие в состав препарата (например, таблеток), не подавляли спектр действующего вещества.

ИК-спектрофотометрия используется:

- при установлении структуры новых БАВ получаемых путем химического синтеза или выделяемых из природных объектов (животное или растительное сырье, продукты жизнедеятельности микроорганизмов); изучении строения метаболитов;
- при испытании на подлинность лекарственных веществ;
- количественном анализе;
- контроле технологического процесса в промышленном производстве фармацевтических препаратов.

Поглощение инфракрасного излучения вызывают колебания связанные с изменением либо длин связи, либо углов между связями. Это означает, что в зависимости от частоты поглощенного излучения начинает периодически растягиваться определенная связь или искажаться определенный угол между связями.

Таким образом, основными типами колебаний являются так называемые валентные и деформационные колебания.

Колебания, заключающиеся в изменении длины связи между связанными атомами и не сопровождающиеся отклонением от межъядерной оси, называются валентными, т.о. валентными колебаниями называются колебания ядер атомов вдоль линии связи, они обозначаются буквой  $\nu$  ( $\nu$  C=C,  $\nu$  C=O).

Валентные колебания располагаются в области больших частот 4000-1400  $\text{см}^{-1}$ , деформационные - в области низких  $< 1400 \text{ см}^{-1}$ . В зависимости от природы колебания подразделяются на скелетные (800-1500  $\text{см}^{-1}$ ) и колебания групп ( $>1500 \text{ см}^{-1}$ ).

Колебательными спектрами обладают не все молекулы, а только те, у которых при колебании происходит изменение ее дипольного момента. Например, HCl, H<sub>2</sub>O, но не Cl<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, и т.д.

Спектры молекул представляют собой сложный набор различных колебаний, каждое из которых проявляется в узком интервале частот. Общее число линий (полос поглощения) в спектре, связанных с колебаниями атомов, определяется для нелинейной молекулы формулой  $3N - 6$  основных колебаний и  $3N - 5$  для линейной молекулы, где N- число атомов в молекуле. Фактически число полос в спектре не всегда равно этому числу. Оно может уменьшаться вследствие того, что часть полос не проявляется в ИК-спектре, что связано со степенью симметрии молекулы. Уменьшение числа полос происходит из-за того, что для достаточно симметричных молекул различные колебания могут иметь одинаковые частоты и в результате этого в спектре проявляется вместо 2-3 лишь одна полоса.

Интенсивность поглощения в ИК-спектрофотометрии обычно выражают как поглощение (Д) или чаще как пропускание (Т) светового потока в процентах

$$T, \% = \frac{J}{J_0} \times 100$$

Полосы также оцениваются ориентировочно как сильные (с), средние (ср) и слабые (сл).

При изучении взаимодействия с ИК- излучением веществ различного химического строения (модельные соединения) было установлено, что многие атомные группы такие как -ОН, - NH<sub>2</sub>, -NO, >CO, а также определенные связи, такие как С-Н, С-С, С=С, С=О, характеризуются определенными частотами, мало отличающимися в различных соединениях. Такие частоты получили название характеристических или групповых частот. Они обозначаются греческой буквой  $\nu$  и для основных классов органических соединений приведены в табл.1-5.(приложение 2)

Частота валентных колебаний определяется массой атомов и прочностью (энергией) связи. Чем больше масса, тем меньше частота, например

$$\nu_{\text{C-C}} \sim 1000 \text{ см}^{-1} \quad \nu_{\text{C-H}} \sim 3000 \text{ см}^{-1}$$

Чем прочнее, тем выше частота колебаний

$$\nu_{\text{C-C}} \sim 1000 \text{ см}^{-1} \quad \nu_{\text{C=C}} \sim 1600 \text{ см}^{-1}$$

Существование таких частот обусловлено тем, что хотя зависимость между колебаниями разных частей молекулы существует всегда, взаимодействие связей в пределах функциональной группы характеризуется строгим постоянством и только в небольшой степени зависит от природы углеродного скелета, несущего эту функциональную группу. Поэтому оказывается возможным установить соответствие между различными функциональными группами и свойственными им групповыми частотами. Именно по этой причине ИК-спектрофотометрия используется главным образом для определения функциональных групп молекулы.

Схема ИК-спектрофотометра сходна со схемой УФ-спектрофотометра, однако конструкция приборов более сложна. ИК-излучение является тепловым; его источником обычно служит керамический стержень (SiC-карборунд), раскаляемый проходящим электрическим током. С помощью системы зеркал световой поток разделяется на два одинаковых луча, один из которых пропускается через кювету с веществом, другой - через кювету сравнения. Прошедшие через кюветы излучение поступает в монохроматор, состоящий из вращающейся призмы, зеркала и щели, позволяющий выделять

излучение со строго определенной частотой и плавно изменять эту частоту. Учитывая, что в ИК-области большинство веществ непрозрачно, призмы изготавливаются из монокристаллов солей. В приборах высокого класса применяют три призмы: из LiF ( $2000-3800\text{ см}^{-1}$ ), NaCl ( $700-2000\text{ см}^{-1}$ ) и KBr ( $400-700\text{ см}^{-1}$ ).

Интенсивности двух световых потоков (основного и луча сравнения), прошедших через монохроматор, автоматически вычитаются одна из другой. Электрический импульс, образующийся при попадании результирующего светового потока на детектор типа термопары, усиливается и регистрируется самопишущим потенциометром. Запись представляет собой ИК-спектр в виде зависимости поглощения или пропускания (в %) от частоты (в  $\text{см}^{-1}$ ) или длины волны (в мкм)

Для правильной работы прибор должен находиться на прочной устойчивой поверхности, исключающей его колебания, что особенно важно в момент снятия спектров. Располагать прибор необходимо вдали от нагревательных приборов и источников воды (влаги). Последнее особенно важно, поскольку вода затрудняет получение ИК-спектров, так как поглощает ИК-излучение.

ИК-спектрофотометрия включает следующие стадии:

1. Подготовка исследуемого образца
2. Регистрация (снятие) спектра с помощью прибора
3. Интерпретация (анализ спектра, отнесение полос поглощения к определенным ФГ, связям, фрагментам структур)
4. Решение аналитической задачи.

Существуют различные способы подготовки исследуемого образца в ИК-спектрофотометрии:

1. Растворы веществ наиболее удобны для получения спектров, так как в этом случае отсутствуют межмолекулярные взаимодействия. В связи с тем, что в ИК-области поглощает любое вещество, в качестве растворителей используют соединения простейшей структуры, спектры которых состоят из минимального числа полос, и наиболее часто –  $\text{CCl}_4$  и  $\text{CS}_2$ .

2. Тонкие пленки ( $< 0,01$  мм) жидкого вещества, помещенные между солевыми пластинами.

3. Пасты, приготовляемые тщательным растиранием твердого образца с вазелиновым маслом и помещаемые в виде тонкого слоя между солевыми пластинами. Само вазелиновое масло поглощает в области  $2900$  и  $1400$   $\text{см}^{-1}$ . Методика получения пасты с вазелиновым маслом наиболее проста.

4. Твердые вещества в виде тонкого порошка  $0,5-1$  г тщательно перемешанные с порошком бромида калия  $\approx 100$  мг и затем спрессованные в специальном устройстве под давлением в тонкую пластину (таблетку).

Инфракрасный спектр испытуемого образца должен иметь полное совпадение полос поглощения с полосами поглощения прилагаемого спектра сравнения по положению и относительным интенсивностям.

Однако в настоящее время при интерпретации ИК-спектров необходимо учитывать ряд факторов.

Поэтому в случае ИК-спектроскопии (особенно при получении спектров таблеток, где имеется побочное действие вспомогательных веществ) добиться полного (100%) совпадения полос даже для подлинного (нефальсифицированного) препарата не всегда удается. Некоторые очень слабые полосы могут исчезать, а иногда появляться в виде артефактных полос поглощения очень небольшой интенсивности. При разрешении  $1$   $\text{см}^{-1}$  воспроизводимость значений волновых чисел составляет обычно  $\pm 4-8$   $\text{см}^{-1}$  в области  $4000-2000$   $\text{см}^{-1}$  и  $\pm 1-3$   $\text{см}^{-1}$  в области  $2000-400$   $\text{см}^{-1}$ . Последнее может приводить к слиянию (неразрешению) полос поглощения, находящихся друг от друга на расстоянии нескольких  $\text{см}^{-1}$ .

Поэтому при интерпретации спектров важно чтобы все полосы большой, средней и малой интенсивности имели полное совпадение с соответствующими полосами стандартного спектра. Исчезновение или появление полос очень малой интенсивности (1—2 % по шкале пропускания), а также слияние полос, находящихся друг от друга на расстоянии менее  $6-8$   $\text{см}^{-1}$ , не свидетельствует о факте подделки.

При расшифровке спектров необходимо учитывать следующие моменты:

- а) отсутствие характеристической полосы поглощения является более надежным доказательством отсутствия структурной группы, чем доказательство ее наличия на основании появления полосы поглощения;
- б) не все полосы можно интерпретировать;
- в) выводы, получаемые из спектров, часто остаются более или менее обоснованными предположениями; точным доказательством спектры становятся тогда, когда имеются надежные данные для сравнения и спектр идентифицируемого вещества во всех деталях совпадают со спектром проанализированного соединения.

Для структурного анализа часто рекомендуют следующую схему:

- определение класса соединения (для алифатических соединений частота валентных колебаний группы  $\equiv\text{CH} < 3000 \text{ см}^{-1}$ , для ненасыщенных и ароматических соединений частота валентных колебаний группы  $>\text{CH} > 3000 \text{ см}^{-1}$ );
- обнаружение функциональных групп (-ОН, -NH<sub>2</sub>, >NH, - CN, >C=O) целесообразно начинать с области высоких частот;
- установление типа заместителей в ароматических соединениях, положения и характера двойных связей, влияния стерических факторов.

Полученная таким образом информация в большинстве случаев достаточна для выбора некоторых возможных вариантов.

При определении подлинности ИК-спектр лекарственного вещества является такой же константой как  $t_{nl}^0$ ,  $t_{kin}^0$ ,  $[\alpha]$  и др. В этом случае анализа спектра не требуется. Как же поступают на этой стадии контроля качества?

- а) рекомендуется получить ("снять") спектр анализируемого вещества и стандартного образца этого же соединения в одинаковых условиях (агрегатное состояние, растворитель, толщина слоя и др.) - при этом картина спектров должна совпадать (число полос, их частота, форма контура). Способ рекомендован для гормонов стероидной структуры, антибиотиков.



- б) если стандартный образец отсутствует, то рекомендуется сравнивать полученный спектр анализируемого вещества со спектром приведенным в фармакопейной статье: в этом случае в статье также приведены условия получения спектра анализируемого вещества.
- в) в некоторых случаях рекомендуется снимать не весь спектр, а наиболее характерные его фрагменты. Например, для фуразолидона-стандарта ФС рекомендует снять спектр в области 1900-700 см (область "отпечатков пальцев").

**Решение задач** (разбор задач со студентами).

Идентификация полос поглощения ИК-спектров субстанций и препаратов фторхинолонов и цефалоспоринов.

**Практическая работа** студентов по идентификации ЛС с использованием ИК –спектров.

1. Получить задание у преподавателя.
2. Приготовить образец для анализа.
3. Снять ИК-спектр.
4. Сделать необходимые расчеты и дать максимальную информацию об указанном соединении (строение, формула, функциональные группы), ответив на вопросы:

объясните природу нормальных колебаний и групповых частот, их количество и активность для анализируемых веществ;

какие колебания проявляются в области «отпечатков пальцев»? Каково аналитическое значение этой области? Колебания каких функциональных групп расположены в этой области?

какую важную информацию можно получить из спектров ближней ИК-области?

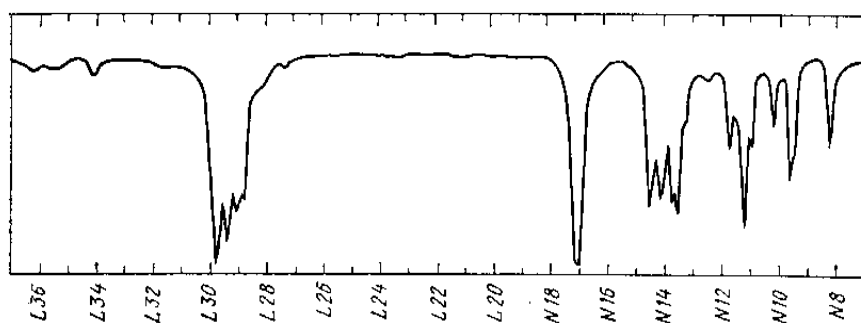
какую важную информацию можно получить из спектров средней ИК-области?

какую важную информацию можно получить из спектров дальней ИК-области?

5. Сравните информацию, получаемую из УФ и ИК-спектров, сопоставить с информацией из НД.
6. Сделать выводы.
7. Составить отчет и сдать его преподавателю.

### Решение задач (с разбором у доски)

1. Напишите все возможные структурные формулы соединения  $C_5H_{10}O$  исходя из его ИК-спектра, приведенного на Рис. 1, и предложите пути окончательного определения структуры.



Ответ:

Присутствие полос поглощения  $1720\text{ см}^{-1}$  (валентные колебания) и  $1100\text{ см}^{-1}$  (деформационные колебания карбонильной группы в алифатических кетонах) позволяет сделать заключение о том, что исследуемое соединение относится к алифатическим кетонам.

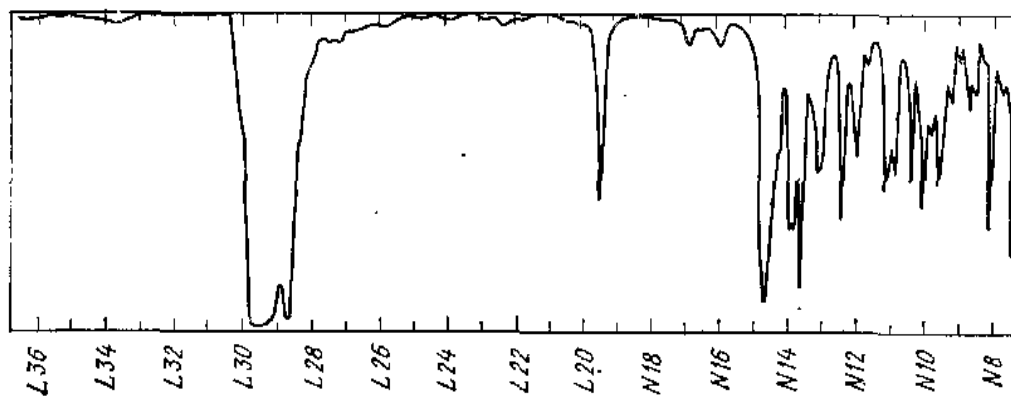
$1380\text{ см}^{-1}$  - деформационное колебание метильной группы; расщепление полосы позволяет сделать заключение о наличии гем-диметильной группы.

$1460\text{ см}^{-1}$  - деформационное колебание метиленовой группы.

$2850 - 2980\text{ см}^{-1}$  – валентные колебания метильной и метиленовой групп.

Суммируя все вышесказанное, можно предположить, что искомым соединением является метиизопропилкетон  $CH_3C(O)CH(CH_3)_2$

2. Что можно сказать о строении соединения  $C_{14}H_{25}Cl$  на основании его ИК-спектра Рис. 2



Ответ:

2850 – 2980  $\text{cm}^{-1}$  – валентные колебания метильной и метиленовой групп;

Плечо на фронте полосы около 3000-3040  $\text{cm}^{-1}$  обусловлено валентными колебаниями ненасыщенного –C–H фрагмента;

1950  $\text{cm}^{-1}$  – полоса поглощения валентных колебаний алленового фрагмента –C=C=C-;

1470  $\text{cm}^{-1}$  - деформационное колебание метиленовой группы;

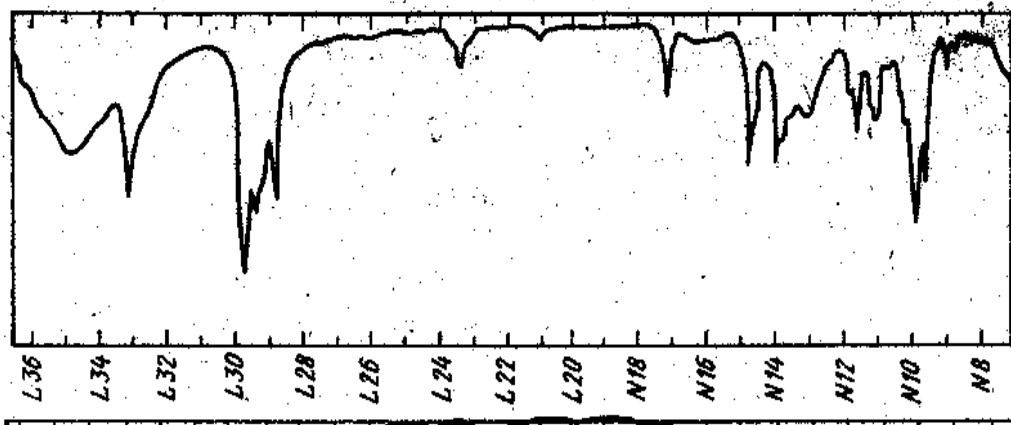
1380  $\text{cm}^{-1}$ - деформационное колебание метильной группы; расщепление полосы позволяет сделать заключение о наличии гем-диметильной группы;

850  $\text{cm}^{-1}$  – полоса поглощения деформационных колебаний алленового фрагмента –C=C=C-;

750  $\text{cm}^{-1}$  – полоса поглощения валентных колебаний –C–Cl группы;

Таким образом, исследуемое соединение имеет в своей структуре метильные, метиленовые и гем-метильные группы, кумулированную (алленовую) двойную связь и –C–Cl группу, и, с учетом брутто формулы, вероятно, является 5-хлор-2,2-диметил-3-изопропилноадиеном-3,4  
 $\text{CH}_3 - \text{C}(\text{CH}_3)_2 - \text{C}(\text{CH}(\text{CH}_3)_2) = \text{C} = \text{CCl} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_3$  (брутто формула  $\text{C}_{14}\text{H}_{25}\text{Cl}$ ).

3. На Рис. 3 Приведен ИК-спектр соединения, состав которого отвечает общей формуле  $\text{C}_n\text{H}_{2n-2}\text{O}$ . Какое это соединение?



Ответ:

3500  $\text{cm}^{-1}$  (валентные) и 1110  $\text{cm}^{-1}$  (деформационные колебания гидроксильной группы);

3300  $\text{cm}^{-1}$  валентные колебания ацетиленового –C–H фрагмента;

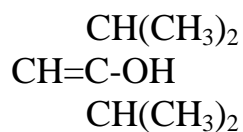
2850 – 2980  $\text{cm}^{-1}$  – валентные колебания метильной и метиленовой групп;

2350  $\text{cm}^{-1}$  – валентные колебания ацетиленовой связи –C≡C-;

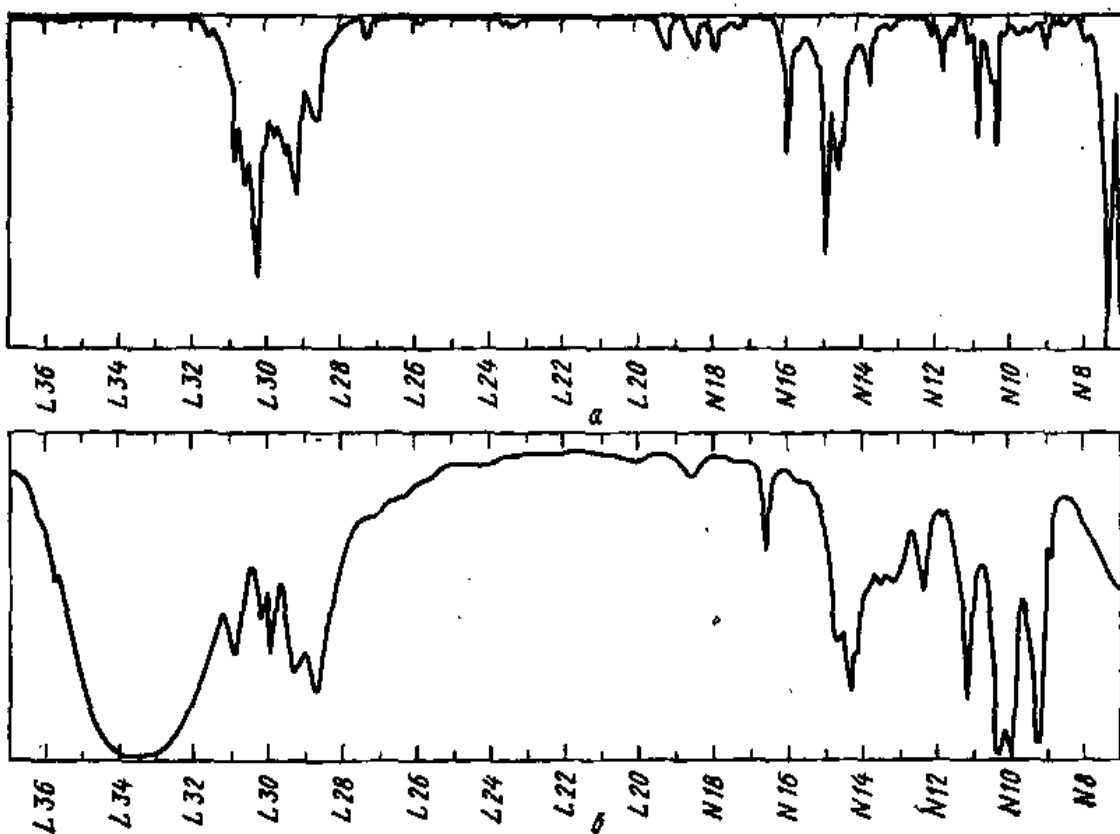
1380  $\text{cm}^{-1}$ - деформационные колебания метильной группы; расщепление полосы позволяет сделать заключение о наличии гем-диметильной группы;

Отсутствие полосы в области  $1460\text{ см}^{-1}$ , позволяет сделать заключение об отсутствии метиленовых групп.

Суммируя все вышесказанное, можно предположить, что искомым соединением является диизопропилацетиленилкарбинол



4. Каким веществам принадлежат ИК-спектры, изображенные на Рис. 4, если известно, что молекулярная масса соединения «а» не превышает 100, а соединение «б» имеет молекулярную массу около 60



Ответ: соединение «а»

$3040\text{ см}^{-1}$  - валентное колебание С-Н групп ароматического кольца;  
 $2850$  и  $2930\text{ см}^{-1}$  - валентное колебание метильной группы;  
 $1610$  и  $1510\text{ см}^{-1}$  - скелетное колебание бензольного кольца;  
 $1380\text{ см}^{-1}$  – деформационное колебание метильной группы;  
 $690$  и  $730\text{ см}^{-1}$  – неплоские деформационные колебания пяти смежных атомов водорода ароматического кольца.

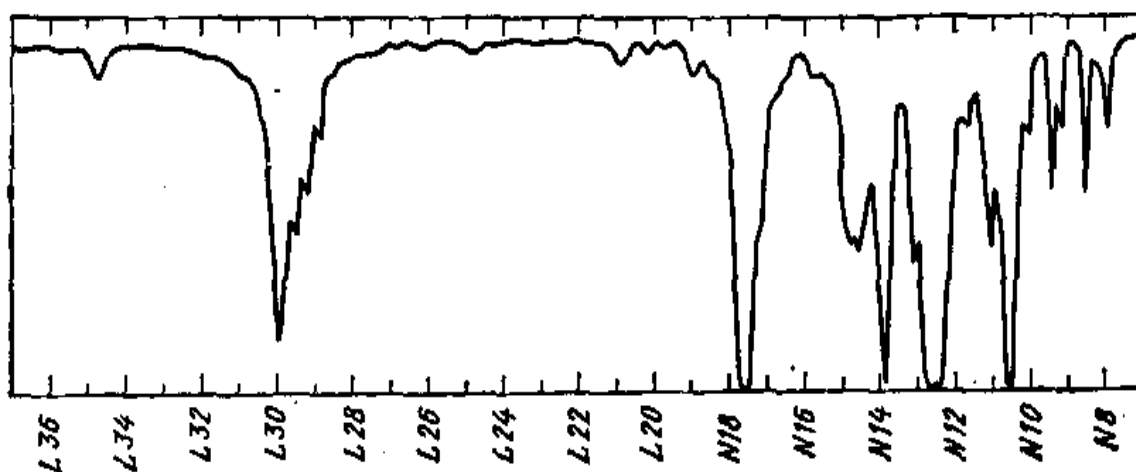
Таким образом, очевидно, что соединение «а» представляет собой моно-метильное производное бензола – толуол  $\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$  (М.масса – 92).

Соединение «б»

3300  $\text{cm}^{-1}$  – валентное колебание связанной гидроксильной группы;  
 3100  $\text{cm}^{-1}$  - валентное колебание ненасыщенной С-Н группы;  
 2860 и 2810  $\text{cm}^{-1}$  - валентное колебание насыщенной метиленовой группы;  
 1650  $\text{cm}^{-1}$  – валентное колебание –С=C- связи;  
 1030  $\text{cm}^{-1}$  – валентное колебание –С-О связи первичной спиртовой группы;  
 990 и 920  $\text{cm}^{-1}$  – неплоские деформационные колебания концевой метиленовой группы.

Таким образом исследуемое соединение имеет в своей структуре гидроксильную группу, двойную связь и насыщенную и ненасыщенную (концевую) метиленовые группы, и, очевидно, является аллиловым спиртом  $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{OH}$  (М.масса 58).

5. Что можно сказать по ИК-спектру (Рис. 5) о структуре вещества, содержащего 54,53% углерода и 9,15% водорода.



Ответ:

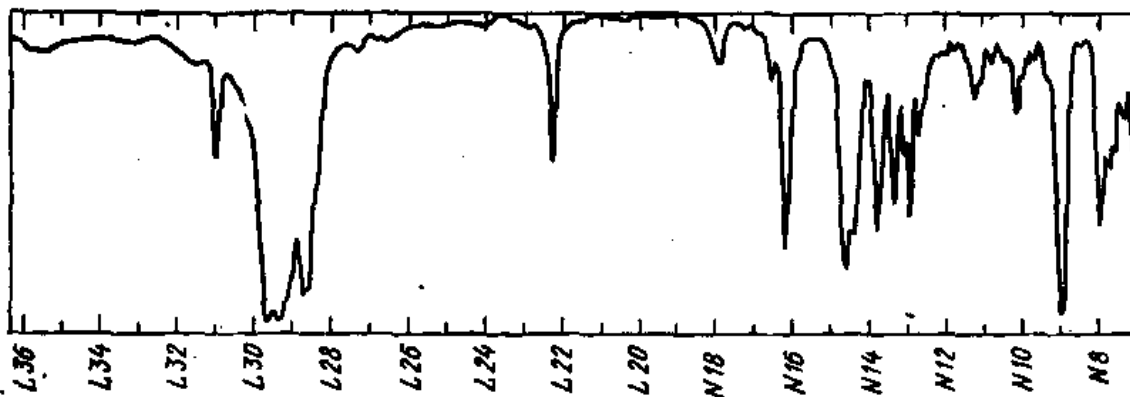
2850 – 2980  $\text{cm}^{-1}$  – валентные колебания метильной и метиленовой групп;  
 1760  $\text{cm}^{-1}$  ( валентные колебания), 1270 и 1070  $\text{cm}^{-1}$  (деформационные колебания) карбонильной группы в сложных эфирах;  
 1460  $\text{cm}^{-1}$  - деформационное колебание метиленовой группы;  
 1380  $\text{cm}^{-1}$  – деформационное колебание метильной группы;  
 Отсутствие полос поглощения в области 1500-1600  $\text{cm}^{-1}$  говорит об отсутствии ненасыщенных и ароматических связей в молекуле. Наличие узкой синглетной полосы около 3450  $\text{cm}^{-1}$ , очевидно, определено примесью алифатического спирта.

Таким образом, исследуемое соединение относится к алифатическим сложным эфирам.

Процентное содержание кислорода в молекуле исследуемого соединения составляет 36,32% (  $100 - (54,53+9,15)$ ), что соответствует двум атомам (или М.массе 32). Решая простую пропорцию, находим, что 1% соответствует 0,874 у.е.. Отсюда, легко найти, что исследуемое соединение содержит  $54,53 \times 0,874 / 12 = 4$  атома углерода и  $9,15 \times 0,874 / 1 = 8$  атомов водорода; т.е.

имеет брутто-формулу  $C_4H_8O_2$  и является либо этилацетатом  $CH_3CH_2-O-C(O)CH_3$ , либо метилпропионатом  $CH_3-O-C(O)CH_2CH_3$

6. Напишите структурную формулу углеводорода  $C_9H_{14}$ , если известно, что он синтезирован из н-бутилацетилена, и имеет ИК-спектр, приведенный на Рис. 6



Ответ:

Поскольку углеводород синтезирован из бутилацетилена, логично предположить наличие фрагмента  $-C\equiv C-CH_2-CH_2-CH_2-CH_3$ , подтверждением чему может служить наличие в спектре полосы валентных колебаний  $-C\equiv C-$  группы ( $2220\text{ см}^{-1}$ );

$1380\text{ см}^{-1}$  – деформационные колебания метильных групп, поскольку полоса одиночная, можно сделать заключение об отсутствии *гем*-диметильной группы;

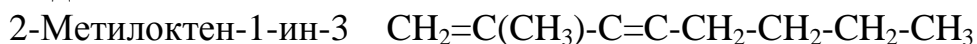
$1460\text{ см}^{-1}$  – деформационные колебания метиленовых групп, присутствие плеча у этой полосы, и наличие характерной полосы  $890\text{ см}^{-1}$  (неплоское деформационное колебание концевой метиленовой группы);

$1640\text{ см}^{-1}$  – валентные колебания  $C=C$  группы с концевой  $-CH_2$  группой;

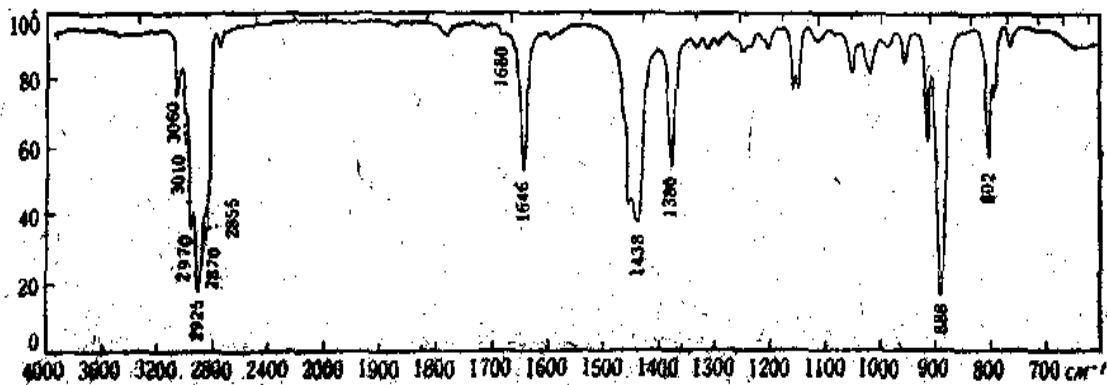
$3100\text{ см}^{-1}$  – валентные колебания  $C-H$  группы при сопряженной кратной связи;

Оставшийся фрагмент молекулы, очевидно, должен состоять из трех углеродных атомов, иметь концевую  $CH_2=C-$  группу. Вычитая из молекулярной массы искомого соединения (122 у.е.), сумму молекулярных масс бутилацетилена и фрагмента  $CH_2=C-$ , получаем 15 у.е. (т.е.  $-CH_3$  группа).

Суммируя все вышесказанное, можно предположить, что искомым соединением является:



7. Определите структуру оптически активного соединения  $C_{10}H_{16}$  исходя из его ИК-спектра приведенного на Рис. 7. В УФ-области никаких максимумов поглощения не обнаружено.



Ответ:

- 3060-3010  $cm^{-1}$  - валентные колебания С-Н группы;
- 2850 – 2980  $cm^{-1}$  – валентные колебания метильной и метиленовой групп;
- 1680  $cm^{-1}$  - валентные колебания  $-C\equiv C$  - связи ;
- 1650  $cm^{-1}$  – валентные колебания  $C=C$  группы с концевой  $-CH_2$  группой;
- 1460  $cm^{-1}$  – деформационные колебания метиленовых групп;
- 1380  $cm^{-1}$  – деформационные колебания метильных групп;
- 890  $cm^{-1}$  - неплоское деформационное колебание концевой метиленовой группы;

Суммируя все вышесказанное, можно предположить, что искомым соединением является:



d-Лимонен

### ЛИТЕРАТУРА

1. Арзамасцев А.П., Дорофеев В.Л., Коновалов А.А., Кочин В.Ю., Лебедев Н.Н., Титов И.В. «Экспресс – анализ с целью выявления фальсифицированных средств» Практическое руководство. Фторхинолоны и цефалоспорины. Н.: Издательский дом «Русский врач», - 2003. – 132 с.
2. Кросс А.Д. «Введение в практическую инфракрасную спектроскопию» Пер с англ. – М.: Иностранная литература, 1961 - 110 с.
3. Смит А. «Прикладная ИК – спектроскопия»: Пер с англ. М.: Мир, 1982 – 327 с.
4. Сайдов Г.В., Свердлова О.В. «Практическое руководство по молекулярной спектроскопии»: Учебное пособие / Под ред. Бахишева Н.Г. – Л.: Издательство Ленинградского университета. 1980-136 с.