

检测报告

# 邻氰基苯甲醛的结构确证

丁绍东 陶冠军 祝耀初

(测试中心)

## 0 前言

核磁共振波谱不论在药物分析还是有机合成产品分析中已成为一种有效的结构测定方法。

江苏省原子医学研究所通过合成,获得一种白色针状产品,预计为邻氰基苯甲醛,我们在 FX-90Q 核磁共振谱仪上,对样品结构进行了鉴定。

## 1 实验

仪器: FX-90Q核磁共振仪(JEQL公司)

样品: 由江苏省原子医学研究所提供

溶剂:  $\text{CDCl}_3$

参考: TMS

将样品溶于  $\text{CDCl}_3$  制成浓度约为15%的溶液,放入直径为5毫米的样品试管中,做氢谱,设置观察频率为89.55兆赫兹,观察频宽为1800赫兹,观察频偏为54.30千赫兹,做NON氢谱;做碳谱,设置观察频率为22.49兆赫兹,观察频宽为4500赫兹,观察频偏为43.00千赫兹,做COM碳谱。

## 2 结果与讨论

图1是样品的氢谱,在  $\delta = 7.5 \sim 8.1\text{ppm}$  之间有一组峰,这是苯环特定的吸收位置,由积分曲线可见苯环上质子数与  $\delta = 10.35\text{ppm}$  处峰的质子数之比为4:1。

由图2,根据化学位移,可知  $\delta = 116$  处的峰归属于  $-\text{C}\equiv\text{N}$  中的碳,  $\delta = 110 \sim 140\text{ppm}$  之间,其余6条谱线归属于苯环,而在  $\delta = 188\text{ppm}$  处的峰归属于  $-\text{CHO}$ 。

下面我们讨论醛基与氰基的相对位置,由图1可见  $\delta = 10.35\text{ppm}$  处的峰应为醛基中氢的贡献,而苯甲醛上醛基峰应在  $\delta = 9.94\text{ppm}$  处,若在其间位上有氰基存在,对其影响不大,但若在其邻位或对位有氰基存在时,醛基峰会向低场明显偏移,所以氰基与醛基在苯环上相对位置是处于对位或邻位。

由图2可见苯环上的碳被分成6条谱线,如果样品是对氰基苯甲醛,因2、6位和3、

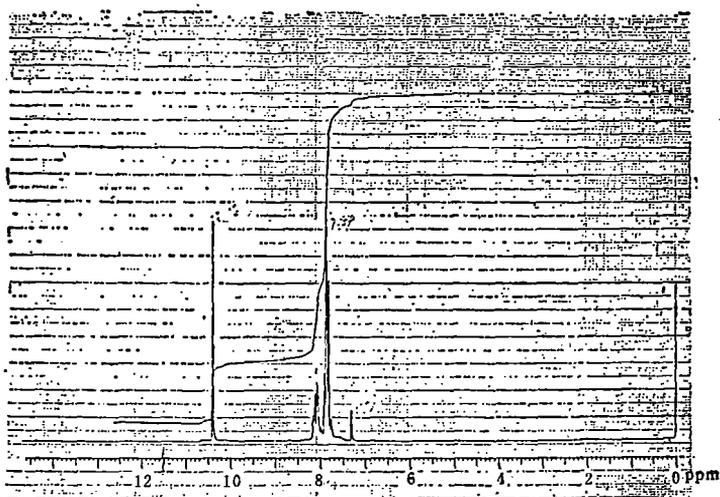


图1 样品的氢谱



图2 样品的碳谱

5位分别磁全等，苯环只能产生4条谱线，只有当样品为邻氰基苯甲醛时，苯环的6个碳所产生的信号才能被分开。因此，可确证样品为邻氰基苯甲醛。

鉴定结果与文献<sup>[1,2]</sup>完全一致。

#### 参 考 文 献

[1] Sadtler, Standard N M R Spectra, 43~46:26001~28000, 26975M

[2] Sadtler, Carbon-13 Nuclear Magnetic Resonance Spectra, 5:37~40, 7201C~8000C, 7370C