

醛和酮的红外光谱分析

一. 实验目的

- 1、掌握压片法和液膜法等制样方法；
- 2、熟悉红外光谱仪结构及操作；
- 3、利用所测红外光谱图进行结构分析。

二. 实验原理

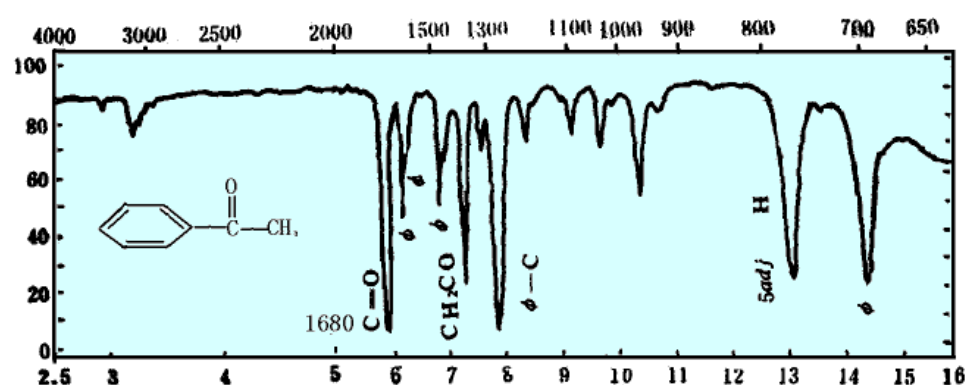
红外吸收光谱法：利用物质的分子对红外辐射的吸收，得到与分子结构相应的红外光谱图，从而来鉴别分子结构的方法，称为红外吸收光谱法，简称红外光谱法。

（一）红外吸收光谱产生的条件

- 1、 能量必须匹配；
- 2、分子振动时，必须伴随有瞬时偶极矩的变化。分子是否显示红外活性，与分子是否有永久偶极矩无关。只有同核双原子分子（ H_2 、 N_2 等）才显示非红外活性。

（二）红外光谱图

纵坐标为吸收强度，横坐标为波长 λ （ μm ）和波数 $1/\lambda$ 单位： cm^{-1} 可以用峰的个数，峰位，峰形，峰强来描述。



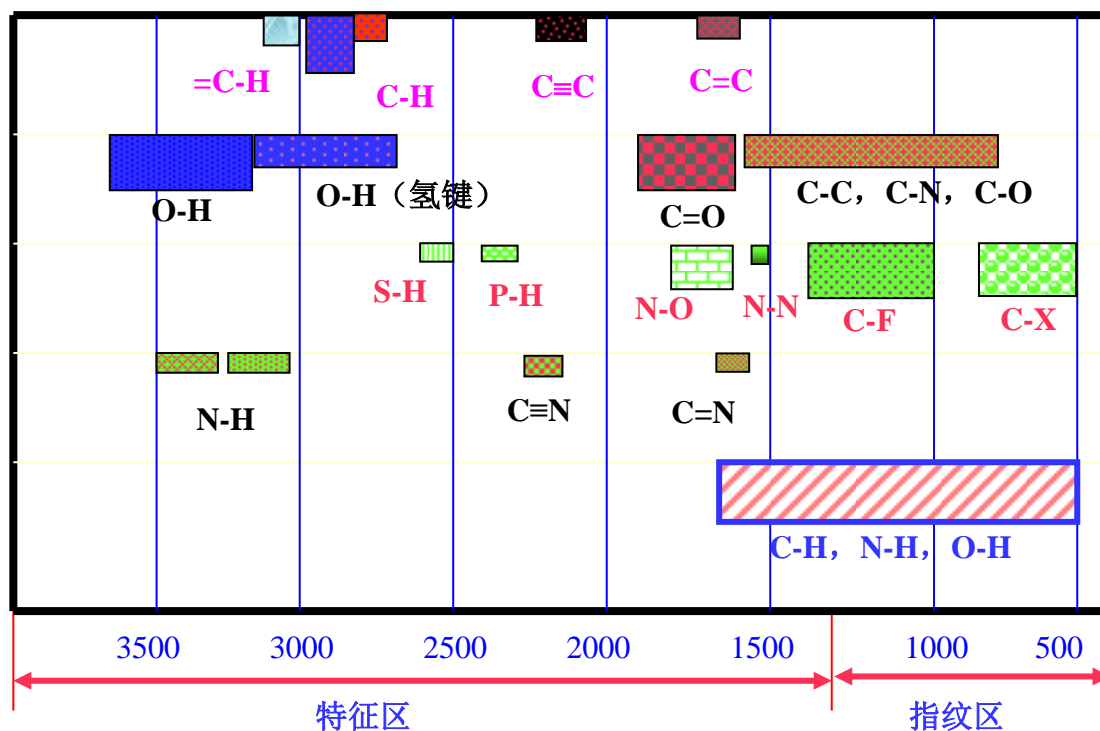
（三）红外光谱与分子结构的关系

1、基团频率与特征吸收峰：例如，羰基总是在 $1870-1650cm^{-1}$ 间，出现强吸收峰，它们的频率不随分子构型变化而出现较大的改变。

常见的化学基团在 $4000\sim600cm^{-1}$ 范围内有特征吸收，一般将这一波段分成

两个区域：官能团区（ $4000\sim1300\text{cm}^{-1}$ ）和指纹区（ 1300cm^{-1} 以下的区域）。

常见基团的红外吸收带



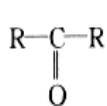
2、影响基团频率位移的因素：内部因素和外部因素

外部因素：样品的状态、测定温度及溶剂极性 etc 外部因素

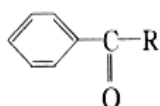
内部因素：电子效应；氢键效应；振动偶合效应；费米共振效应；立体障碍；环的张力。

例如：诱导效应，使 $\text{C}=\text{O}$ 键电子云密度增加，键力常数增大，振动频率升高。

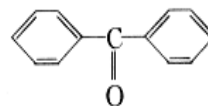
由于共轭效应使共轭体系中的电子云密度趋于平均化，导致双键略有伸长，单键略有缩短，结果使 $\text{C}=\text{O}$ 双键频率向低频移动，单键频率略向高频移动。



1710—1725

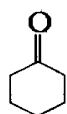


1695—1680

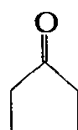


1667—1661

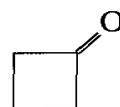
环的张力越大， $\sigma_{\text{C}=\text{O}}$ 频率就越高



1715cm^{-1}



1745cm^{-1}



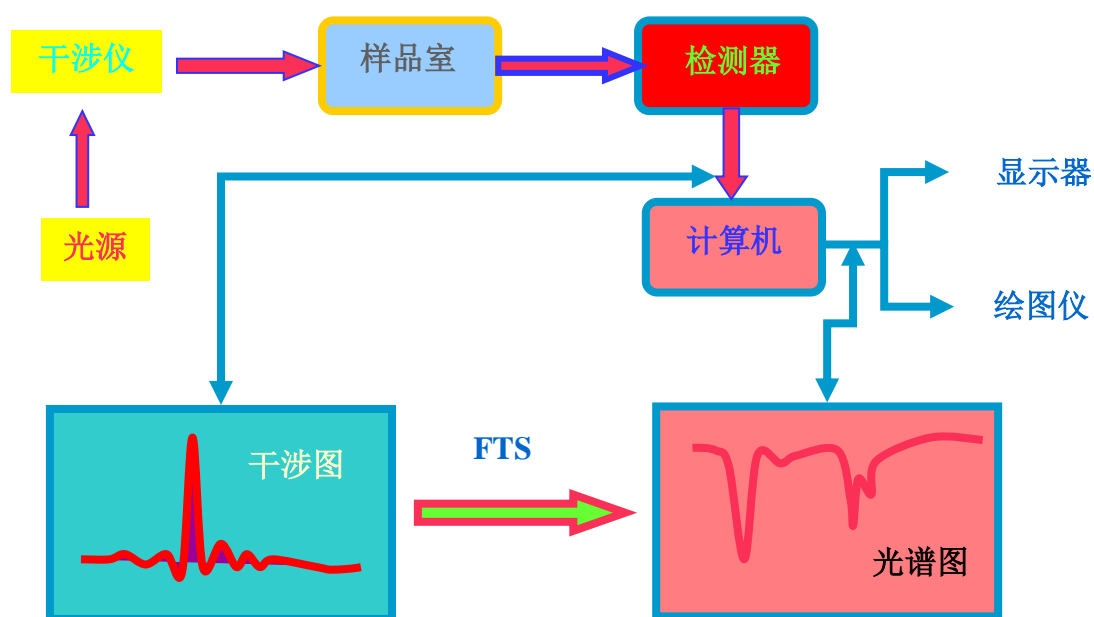
1775cm^{-1}

酮	$\text{C}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{C}$	1715 cm^{-1}	酯	$\text{C}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OR}$	$1725-1750\text{ cm}^{-1}$
酰胺	$\text{C}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{N}$	1680 cm^{-1}	羧酸	$\text{C}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OH}$	1820 cm^{-1} 1750 cm^{-1}

三. 仪器和试剂

仪器：傅里叶变换红外光谱仪，压片机，红外灯，玛瑙研钵。

试剂：二苯甲酮、环己酮、苯甲醛、KBr。



四. 实验内容

1. 制样

压片法：取红外灯下干燥的 KBr 固体 400 mg，加 1-2 mg 二苯甲酮，在玛瑙研钵中充分研细后（颗粒直径约为 $2\text{ }\mu\text{m}$ ），取约 100 mg 铺在压模内，于压片机上压成透明薄片。

液膜法：按上述方法压制纯 KBr 透明盐片，分别滴涂少量环己酮和苯甲醛试液。

2. 测量

- (1) 将空白 KBr 盐片放入测试架，扫空白图谱。
- (2) 分别测量二苯甲酮、环己酮和苯甲醛的红外光谱图。

五. 结果处理

- 1、写出各有机物的结构式，根据红外光谱图找到各特征基团吸收峰位置
($-\text{C}=\text{C}-(\text{Ar})$; $-\text{C}=\text{O}$; $-\text{CH}_3$; $-\text{CH}_2-$; $-\text{CH}=\text{O}$);
- 2、讨论影响 $-\text{C}=\text{O}$ 吸收频率大小的因素;
3. 比较 $-\text{C}=\text{O}$ 以及 $-\text{CH}=\text{O}$ 基团吸收峰特点,并解释如何从红外谱图上区分这两种基团。

六. 注意事项

1. 制样及测量过程中要注意防止吸湿。
2. 取样要适量。
3. 盐片不能太厚。

七. 思考题

1. 为什么红外光谱仪池窗材料要用盐?
2. 为什么 KBr 在压片前要研成细小颗粒? 为什么盐片不能压得太厚?