

C6250 Metody chemického výzkumu - praktikum

Infračervená a NMR spektroskopie

https://is.muni.cz/www/moravec/c6250_metody_chemickeho_vyzkumu_-_praktikum/

Zdeněk Moravec, hugo@chemi.muni.cz

1 Průběh cvičení

Návod není nutné tisknout!

Cvičení probíhá v laboratořích A8/1S12 a C12/112. Doba cvičení je 3–4 hodiny.

1. Krátký úvod k NMR spektroskopii (*A8/1S12*)
2. Měření NMR spekter na benchtop NMR spektrometrech Magritek 60 MHz, Bruker Avance III 300 MHz a Bruker AvanceIIIHD 500 MHz
3. Interpretace NMR spekter
4. Krátký úvod k IR spektroskopii (*A12/112*)
5. Spuštění spektrometrů
6. Změření IR spektra atmosféry, stanovení vlhkosti uvnitř přístroje
7. Měření IR spekter vzorků v KBr tabletách a metodou ATR
8. Interpretace IR spekter

1.1 Protokol

Protokol zašlete na adresu hugo@chemi.muni.cz *do dvou týdnů* ode dne konání cvičení. Optimálním formátem je PDF.

1.1.1 Doporučená struktura protokolu

1. Hlavička (Jméno, datum konání cvičení)
2. Princip
3. Postup
4. Spektra (naměřená spektra studenti dostanou v textovém formátu)
5. Interpretace spekter
6. Závěr

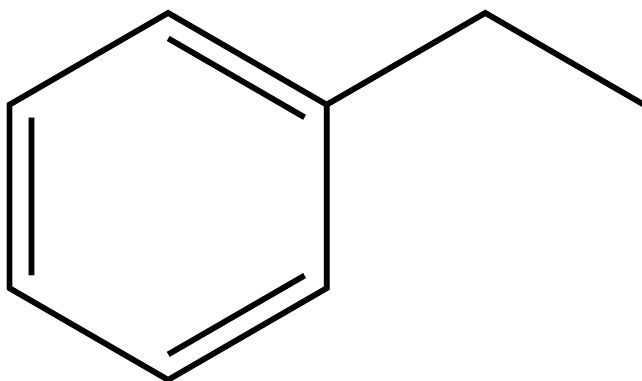
2 Spektroskopie nukleární magnetické rezonance

- Měření bude probíhat na spektrometrech Magritek 60 MHz a Bruker Avance III 300 MHz a Bruker AvanceIIIHD 500 MHz.
- Cílem měření bude demonstrace vlivu síly magnetického pole na rozlišení NMR spektra a ukázka interpretace 1D a 2D spekter jednoduchých organických sloučenin.



2.1 Ethylbenzen

Prvním úkolem bude naměření ^1H , ^{13}C , ^1H - ^1H COSY a ^1H - ^{13}C HSQC NMR vzorku ethylbenzenu v C_6D_6 . Na spektrech si ukážeme vliv síly magnetického pole na vzhled spektra.



2.2 Interakce rozpouštědel

Pomocí NMR můžeme pozorovat i interakce mezi jednotlivými rozpouštědly. To lze pěkně ilustrovat na směsi toluenu a chloroformu. Během cvičení změříme následujících pět vzorků.

V_{Tol} [cm ³]	V_{CHCl_3} [cm ³]	δ_{CH_3}	δ_{CHCl_3}
0,5	0		
0,5	0,2		
0,5	0,4		
0,5	0,6		
0,5	0,8		

2.3 Vyhodnocení

Do protokolu vložte naměřená spektra ethylbenzenu a interpretujte je.

Z naměřených dat v druhé úloze sestrojte křivku závislosti chemického posunu na koncentraci chloroformu v toluenu a proložte ji vhodnou křivkou. Vypočítejte rovnici regresní křivky.

3 Infračervená spektroskopie

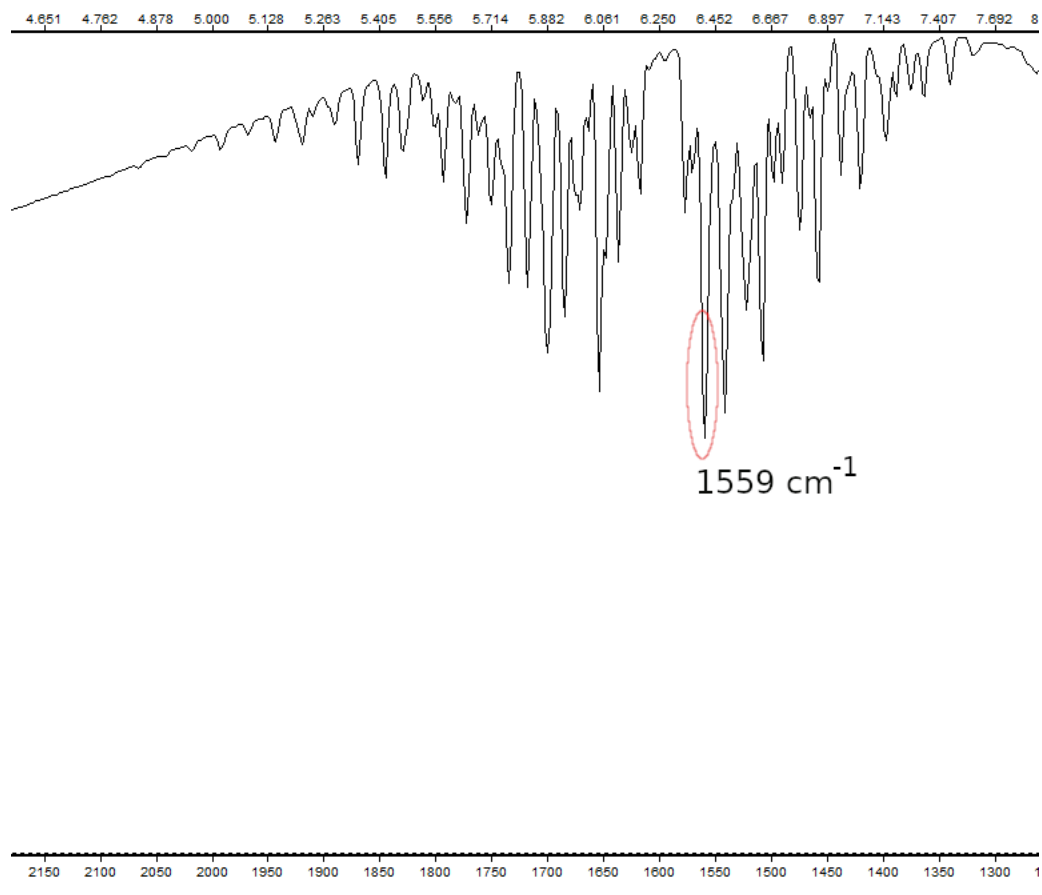
3.1 Stanovení vlhkosti uvnitř IR spektrometru

Hodnota vlhkosti uvnitř spektrometru je důležitá, protože optika je citlivá na stopy vlhkosti. Pro stanovení vlhkosti nastavíme spektrometr následujícím způsobem:

Počet skenů (background)	16
Počet skenů (vzorek)	1
Rozlišení	2 cm ⁻¹

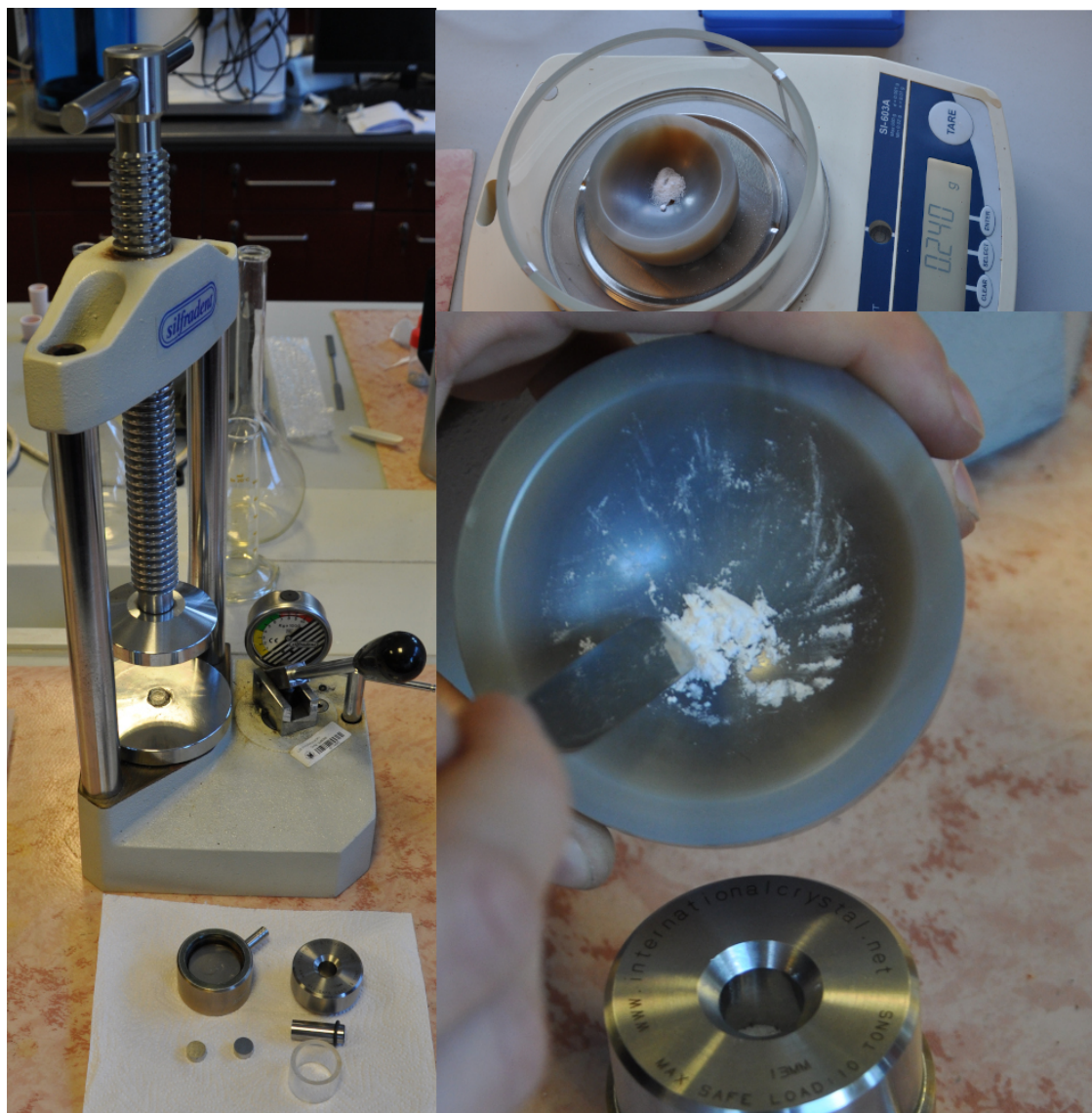
Po změření uložíme pozadí a odečteme hodnotu maximální intenzity (I_{MAX}) a hodnotu intenzity pásu 1559 cm⁻¹ (I_{1559}). Vlhkost pak vypočítáme:

$$M_{\text{REL}} = \left(1 - \frac{I_{1559}}{I_{\text{MAX}}}\right) \cdot 100\%$$



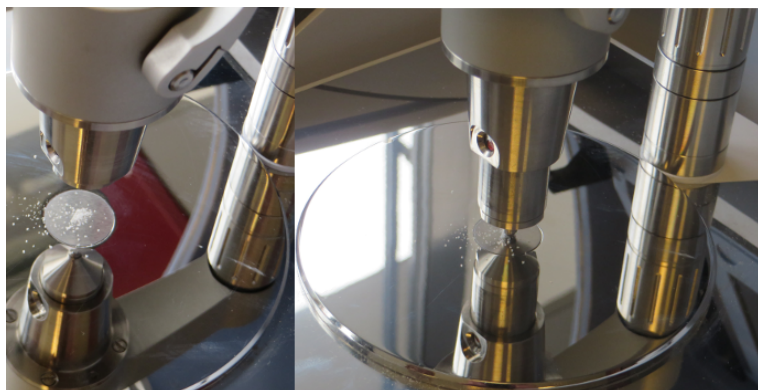
3.2 Měření IR spekter vzorků v suspenzi v KBr tabletách

1–3 mg vzorku smícháme s cca 300 mg KBr a směs rozetřeme v achátové třecí misce. Získaný prášek nasypeme do lisovací matrice a lisujeme pod tlakem 8–9 tun po dobu cca 1 minuty.



3.3 Měření IR spekter vzorků metodou ATR

Vzorek nasypeme na krystal diamantu, přitlačíme hrotem a změříme spektrum. Vzorky není potřeba žádným způsobem upravovat.



3.4 Vyhodnocení

Studenti dostanou naměřená IR spektra v textovém formátu, úkolem bude vytvořit grafický záznam spektra (doporučuji využít Gnuplot) a přiřadit nejintenzivnější pásy vibračním vazeb v molekule vzorku.