

C6250 Metody chemického výzkumu - praktikum

Infračervená, Ramanova a NMR spektroskopie

Zdeněk Moravec, hugo@chemi.muni.cz

1 Průběh cvičení

Kliknutím na tento text se dostanete do formuláře, kde si můžete zvolit datum konání cvičení.

Cvičení probíhá v laboratořích A12/112, A12/215 a A8/1S12. Doba cvičení je 4-5 hodin.

1. Krátký úvod k IR spektroskopii (*A12/112 nebo A12/215*)
2. Spuštění spektrometrů, stanovení vlhkosti uvnitř přístroje
3. Měření IR spekter vzorků v KBr tabletách a metodou ATR
4. Interpretace IR spekter
5. Měření Ramanových spekter (*A12/215*)
6. Interpretace Ramanových spekter
7. Krátký úvod k NMR spektroskopii (*A8/1S16*)
8. Měření NMR spekter na benchtop NMR spektrometrech Magritek 60 MHz a Bruker Avance III 300 MHz
9. Interpretace NMR spekter

1.1 Protokol

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

- Protokol zašlete na adresu hugo@chemi.muni.cz do dvou týdnů ode dne konání cvičení.

2 Infračervená spektroskopie

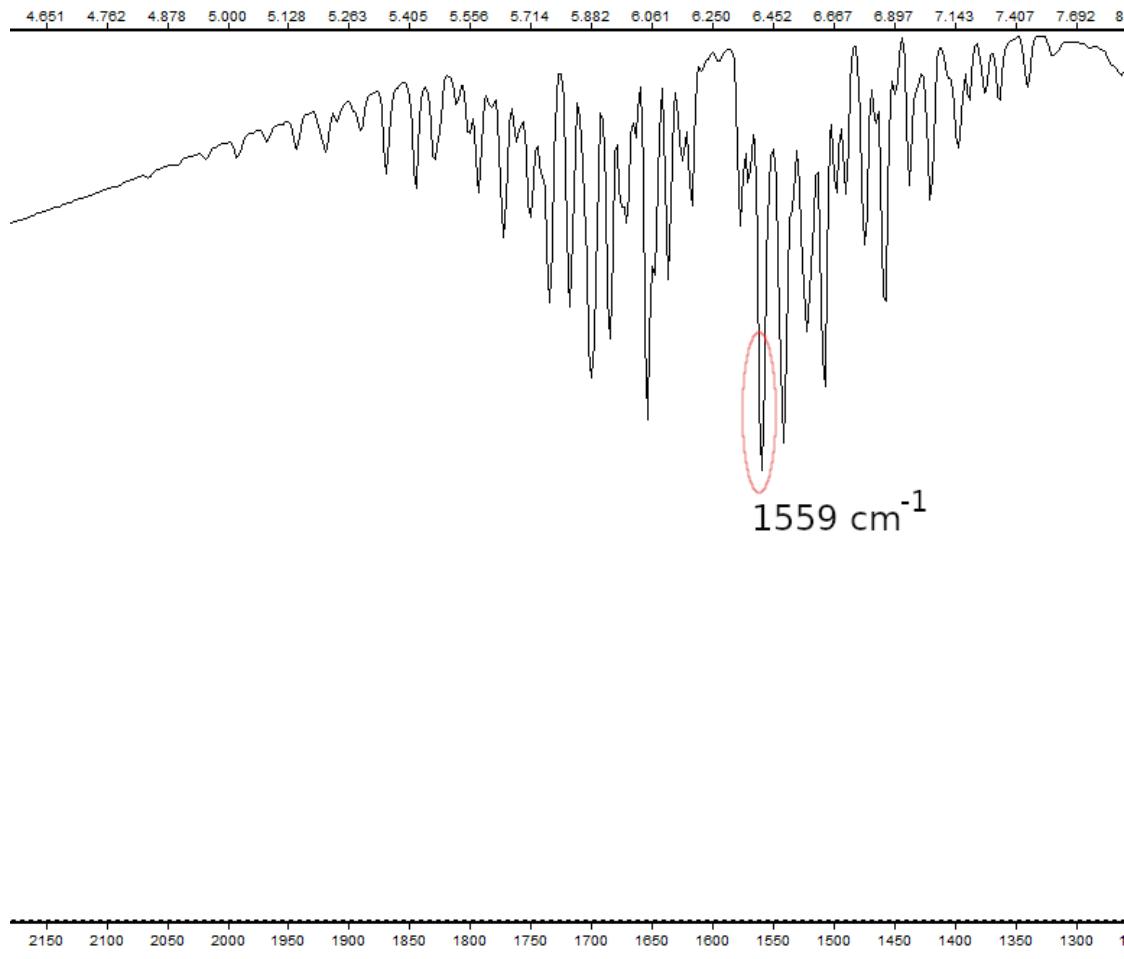
2.1 Stanovení vlhkosti uvnitř IR spektrometru

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

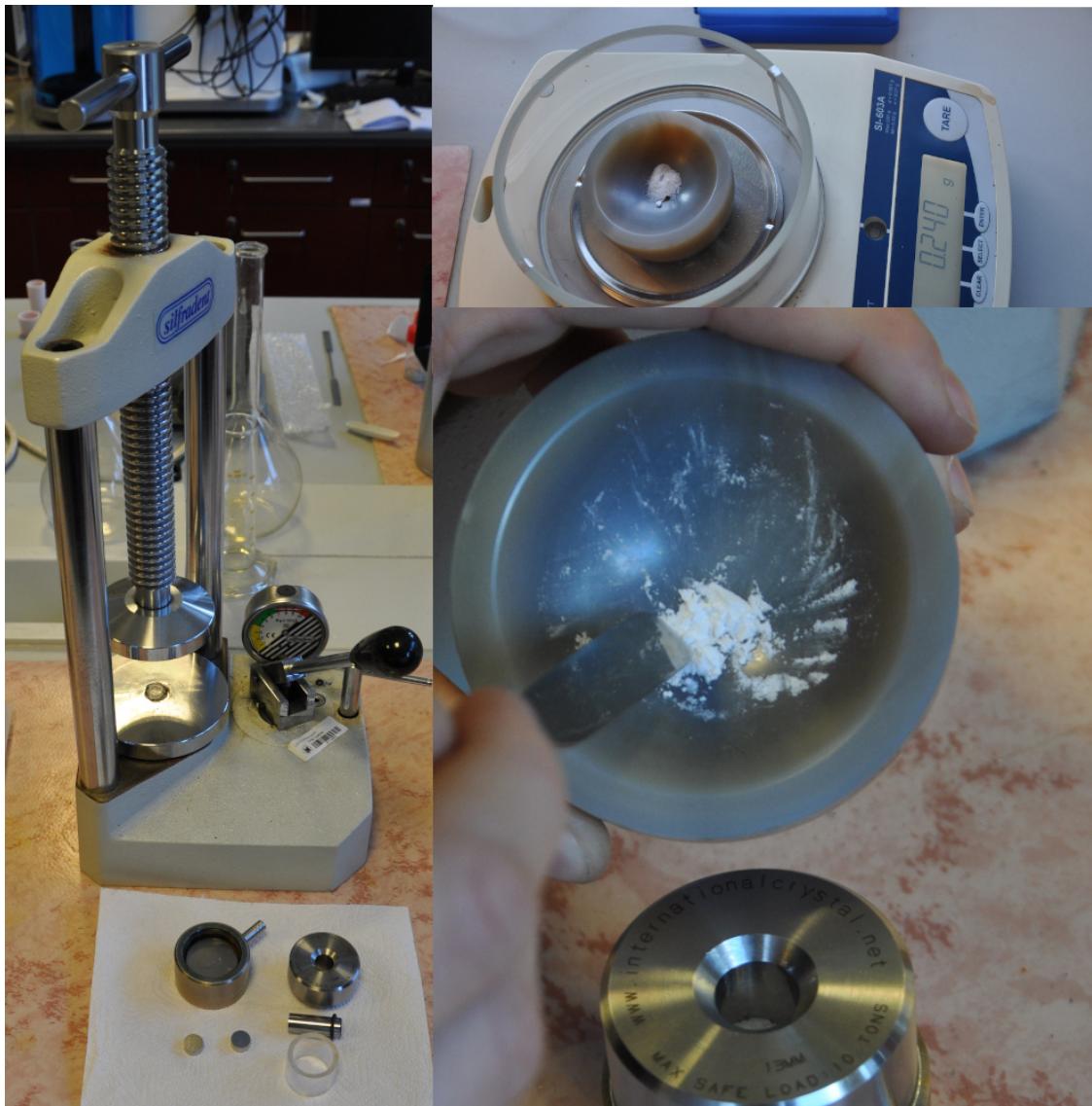
Po změření uložíme pozadí a odečteme hodnotu maximální intenzity (I_{MAX}) a hodnotu intenzity pásu 1559 cm^{-1} (I_{1559}). Vlhkost pak vypočítáme:

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



2.2 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 7-9 tun po dobu cca 1 minuty.



2.3 Měření IR spekter vzorků metodou ATR

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



2.4 Vyhodnocení

Studenti dostanu naměřená IR spektra v textovém formátu, úkolem bude vytvořit grafický záznam spektra a přiřadit nejintenzivnější pásy vibracím vazeb v molekule vzorku.

3 Ramanova spektroskopie

Vzorek naplníme do Ramanských kapilár - kapiláry ze speciálního skla o průměru 0,8 mm, kapiláru je nutné naplnit do výšky alespoň 5 mm. Půl hodiny před měřením je nutné začít chladit detektor spektrometru kapalným dusíkem.



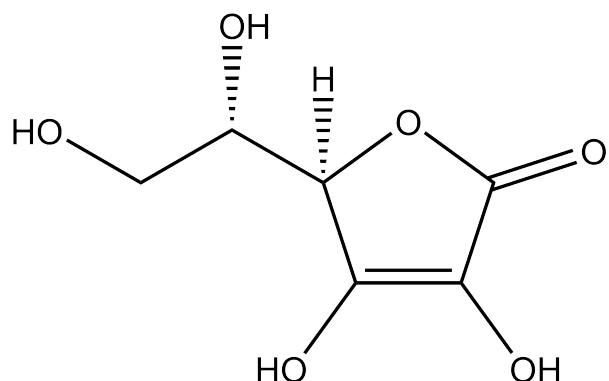
4 Spektroskopie nukleární magnetické rezonance

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



4.1 Kyselina askorbová

Prvním úkolem bude naměření ^1H , ^{13}C a $^1\text{H}-^1\text{H}$ COSY NMR vzorku kyseliny askorbové rozpouštěné v D_2O a DMSO-d_6 . Na spektrech si ukážeme vliv rozpouštědla a síly magnetického pole na vzhled spektra.



4.2 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		

4.3 Vyhodnocení

Do protokolu vložte naměřená spektra kyseliny askorbové 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.