

# C6250 Metody chemického výzkumu - praktikum

Infračervená a NMR spektroskopie

[https://is.muni.cz/www/moravec/c6250\\_metody\\_chemickeho\\_vyzkumu\\_-\\_praktikum/](https://is.muni.cz/www/moravec/c6250_metody_chemickeho_vyzkumu_-_praktikum/)

Zdeněk Moravec, [hugo@chemi.muni.cz](mailto: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

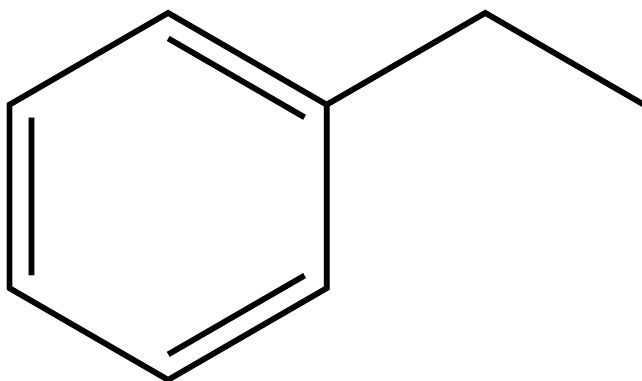
## 2 Spektroskopie nukleární magnetické rezonance

- 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  $^1\text{H}$ ,  $^{13}\text{C}$ ,  $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  COSY a  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HSQC NMR vzorku ethylbenzenu v  $\text{C}_6\text{D}_6$ . 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 <sup>3</sup> ]	$V_{CHCl_3}$ [cm <sup>3</sup> ]	$\delta_{CH_3}$	$\delta_{CHCl_3}$
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 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.

## 3 Infračervená spektroskopie

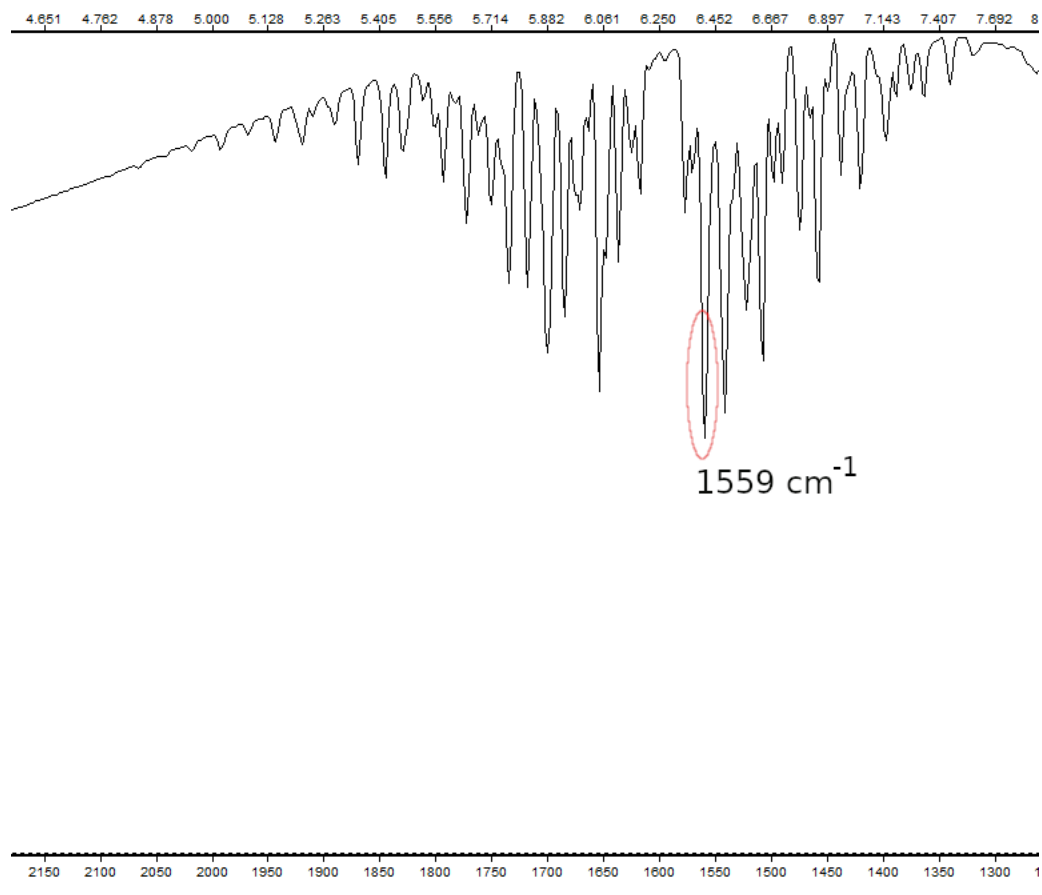
### 3.1 Stanovení vlhkosti uvnitř IR spektrometru

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 <sup>-1</sup>

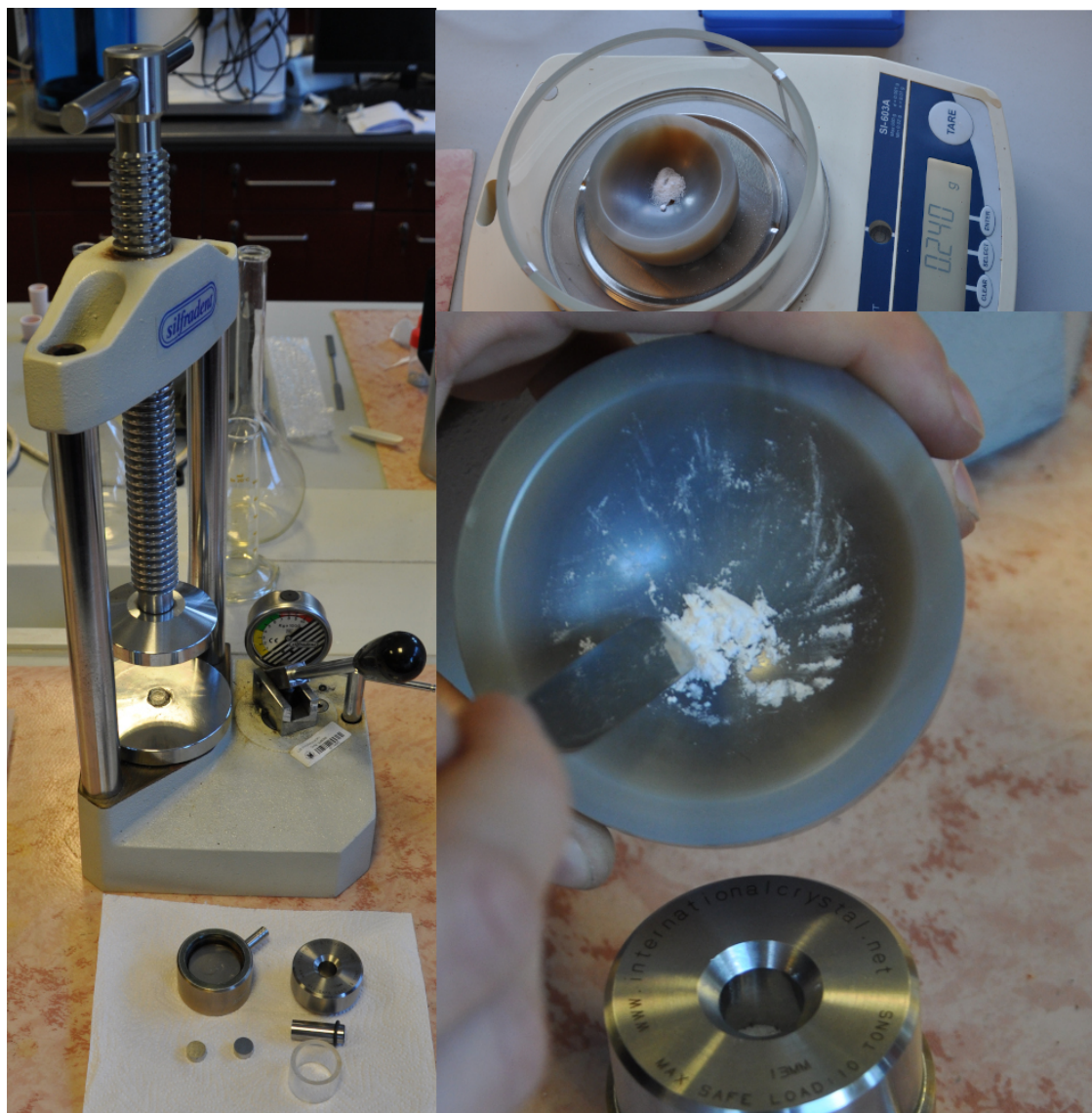
Po změření uložíme pozadí a odečteme hodnotu maximální intenzity ( $I_{\text{MAX}}$ ) a hodnotu intenzity pásu 1559 cm<sup>-1</sup> ( $I_{1559}$ ). Vlhkost pak vypočítáme:

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



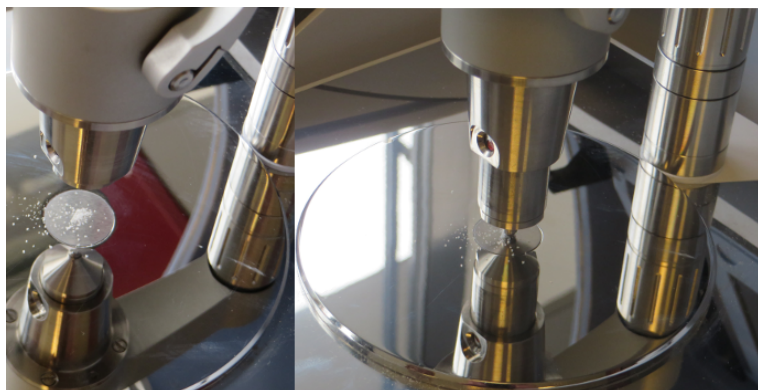
### 3.2 Měření IR spekter vzorků v suspenzi v KBr tabletách

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.