

## ***Návody na laboratorní cvičení z analytické chemie***

**Název úlohy:** Infračervená spektrometrie

**Úkol:** Určení základního skeletu organické látky

### **Teoretický princip:**

Využívá se infračerveného záření, tj. záření s vlnovými délkami od 780nm do 1000 $\mu$ m. V infračervené spektrometrii se běžně místo vlnové délky používá vlnčet. Nejdůležitější oblast pro infračervenou spektrometrii je 4000 – 670 $\text{cm}^{-1}$  tj. rozsah vlnových délek od 2,5 $\mu$ m do 15 $\mu$ m. Toto záření má nižší energii než UV/VIS záření a jeho energie nestačí ke změně elektronového stavu molekuly. Postačuje pouze ke změně vibračních a rotačních stavů molekul.

Pro interpretaci IČ spekter jsou důležité především změny vibračních stavů. Vazba mezi atomy v molekule se chová jako pružina, která je schopna absorbovat energii.

Rozlišujeme valenční vibrace (mění se délka vazby) a deformační vibrace (mění se vazebný úhel).

IČ spektrometrie se využívá především ke kvalitativní analýze. V IČ spektru rozlišujeme oblast charakteristických vibrací, kde se vyskytují absorpční pásy různých funkčních skupin a oblast otisku palce, která je dána celkovou strukturou molekuly.

### **Postup:**

Vaším úkolem je určit typ látky a její funkční skupiny.

Podle návodu k obsluze spektrofotometru, který je třeba přečíst před začátkem práce, provedte měření kapalných popř. tuhých vzorků. Každý ve skupině proměří dva zadané vzorky. Po proměření vzorku provedte jeho vyhodnocení podle zadaného návodu:

### **Při vlastní analýze dodržujte tento postup:**

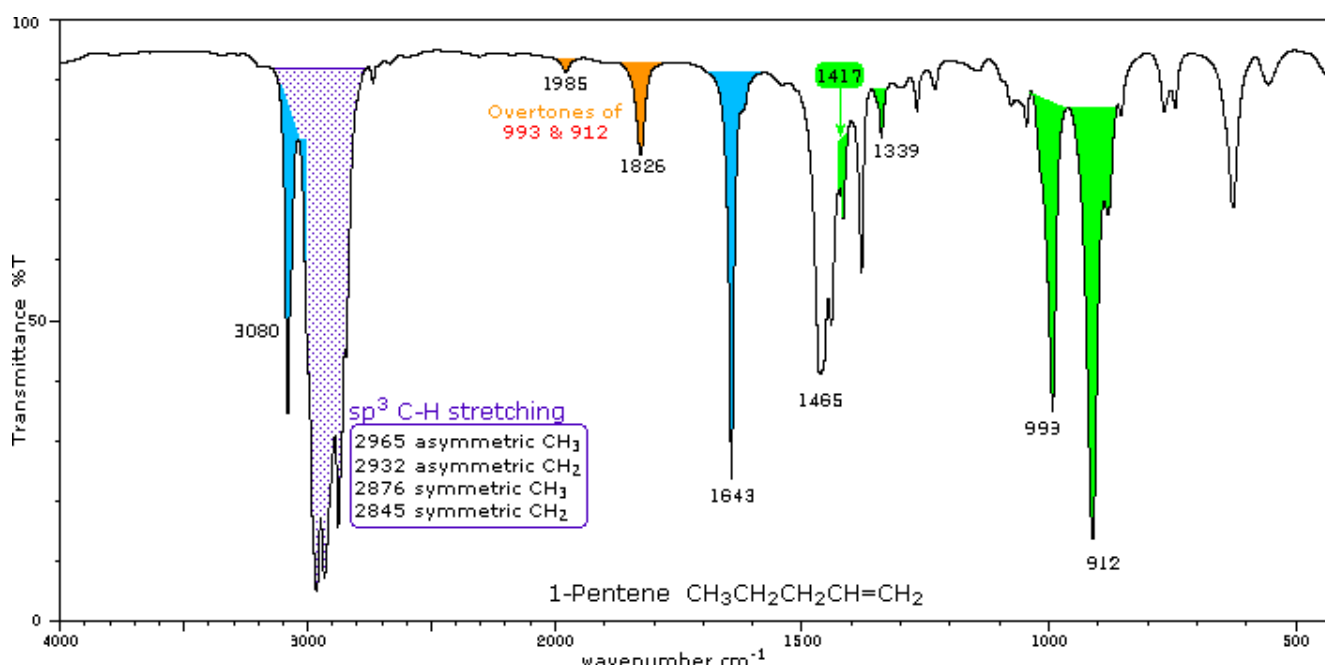
- Odečtěte ze spektra polohu maxim významných absorpčních pásů a jejich relativní intenzitu. Popis uveďte do spektra a též uspořádejte do tabulky.
- Přiřaďte pozorované absorpční pásy jednotlivým funkčním skupinám. Začněte s nejvýraznějšími absorpčními pásy v oblasti 3700 – 2700 $\text{cm}^{-1}$ , pokuste se nejprve zjistit typ skeletu (aromatický, alifatický nasyc., nenasyc. atp.) a pak analyzovat možné substituenty. Nezapomeňte, že poloha absorpčních pásů některých skupin je závislá na přítomnosti ostatních funkčních skupin v molekule. Výsledky je proto vždy nutno konfrontovat. Je

např. nevhodné uvažovat o přítomnosti aryl-ketonické skupiny z polohy absorpčního pásu valenční vibrace C=O, pokud jste neprokázali přítomnost aromátu na základě jeho absorpčních pásů.

- c) Častou chybou při málo pečlivé práci je nedokonalé omytí okének mezi jednotlivými vzorky, příp. nedostatečné očištění ATR krystalu. Výsledkem je pak spektrum směsi, které budete těžko interpretovat. Všimněte si proto, zda se vám silné absorpční pásy ve spektru předchozího vzorku neobjevují znovu jako slabší pásy ve spektrech následně měřených látek. V tomto případě je jediným možným řešením zopakovat příslušná měření. Opět připomínám, že má-li být daná funkční skupina v molekule prokázána, měly by být nalezeny všechny absorpční pásy, které ji charakterizují, a měly by korespondovat i intenzity jednotlivých absorpčních pásů (v případě intenzit je nutno respektovat poměr intenzit, jejich absolutní hodnota je totiž závislá na zastoupení skupin v molekule). Naopak z nepřítomnosti pásů v určitých oblastech lze přítomnost některých funkčních skupin nebo vazeb vyloučit.

## Příklady interpretace

Pro snazší interpretaci naměřených spekter jsou zde uváděny dva příklady. Nejprve zjišťujeme typ základního skeletu a teprve poté se zaměřujeme na případné substituenty. Při důkazu jednotlivých skupin postupujeme od pásů při nejvyšších vlnočtech směrem k vlnočtům nižším. V případě spektra na obrázku, absorpční pás 3080  $\text{cm}^{-1}$  napovídá o přítomnosti valenční vibrace dvojně vazby, která je dále potvrzena valenční vibrací C = C u 1643  $\text{cm}^{-1}$ . Přítomnost  $\text{CH}_2$  a  $\text{CH}_3$  skupin prokazují absorpční pásy jejich valenčních vibrací s maximy 2965, 2932, 2876, 2845  $\text{cm}^{-1}$  a pásy deformačních vibrací 1465 a 1375  $\text{cm}^{-1}$ . Je tedy zřejmé, že se jedná o organickou látku s nenasyceným alifatickým skeletem. Pás s vlnočtem 1417  $\text{cm}^{-1}$  je potvrzením přítomnosti deformační vibrace skupin  $\text{CH}_2$  v uskupení -  $\text{CH} = \text{CH}_2$  a pás 1339  $\text{cm}^{-1}$  deformační vibrace CH. Zbylé pásy 993  $\text{cm}^{-1}$  a příslušný svrchní přechod 1985  $\text{cm}^{-1}$  přísluší mimorovinné vibraci skupiny  $\text{CH}_2$  v uskupení -  $\text{CH} = \text{CH}_2$  a 912  $\text{cm}^{-1}$  a příslušný svrchní přechod 912  $\text{cm}^{-1}$  mimorovinné vibraci skupiny CH v uskupení R -  $\text{CH} = \text{CH}_2$ .



**Závěr:** Jde pravděpodobně o nenasycený alifatický uhlovodík. Z nalezených skupin lze usuzovat na sloučeninu typu R -  $\text{CH}_2 - \text{CH} = \text{CH}_2$ .

## ZPRACOVÁNÍ VÝSLEDKŮ

V protokolu vedle částí předepsaných laboratorním řádem uveďte:

- tabulku vlnočtů maxim absorpčních pásů z ATR spektra a jejich relativní intenzity pro jednotlivé vzorky s pravděpodobným přiřazením funkčních skupin
- závěry o struktuře látky vyplývající z výsledků IČ-spektroskopie organických látek
- řádně vytištěná IČ spektra organických vzorků s úplným popisem (tj. aby jejich obsah byl srozumitelný nezávisle na textu protokolu)