

IR I

11. IDENTYFIKACJA GRUP FUNKCYJNYCH W WIDMACH IR

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z techniką wykonywania widm związków w postaci pastylek wykonanych z bromku potasu oraz interpretacja otrzymanych widm. Ćwiczenie polega na wykonaniu widma IR folii polistyrenowej lub PTFE oraz widm IR 3 analiz otrzymanych od laboranta.

Wykonanie ćwiczenia:

1. Wykonać widmo folii w podczerwieni:
 - umieścić folię w komorze pomiarowej spektrofotometru
 - zarejestrować jej widmo IR
2. Wykonać widma IR badanych analiz:
 - umieścić pastylkę z analizowanym związkiem w przeznaczonym do tego uchwycie (rys. 2)
 - umieścić uchwyt w sankach mieszczących się w komorze pomiarowej aparatu
 - zarejestrować jego widmo

Opracowanie wyników:

Odczytać położenie najbardziej intensywne pasm w otrzymanych widmach przyporządkować charakterystyczne pasma odpowiednim wiązaniom i grupom funkcyjnym. Na podstawie zgromadzonych informacji określić czy badane substancje należą do związków alifatycznych, nienasyconych, aromatycznych (ewentualnie w jaki sposób podstawiony jest pierścień benzenowy), karboksylowych (aldehydy, ketony, kwasy, chlorki kwasowe, amidy, estry), alkoholi, amin.

INSTRUKCJA OBSŁUGI SPEKTROFOTOMETRU BUKER ALPHA

Spektrofotometr ALPHA firmy Bruker jest podłączony do komputera PC i sterowany za pomocą oprogramowania OPUS.



Spektrofotometr uruchamia prowadzący ćwiczenia naciskając przycisk **SBY/RES** znajdujący się na tylnej ścianie urządzenia. **Uruchomienie spektrofotometru musi nastąpić przed uruchomieniem oprogramowania OPUS.** Po ćwiczeniach aparat musi pozostać włączony (wyłączenie skraca jego żywotność). Nie należy się również na nim opierać. Klapę komory pomiarowej należy otwierać i zamykać ostrożnie!

Spektrofotometr ALPHA jest przyrządem jednowiązkowym, które może pracować w trybie jednowiązkowym lub w trybie interferogramu.



Rys. 1 Komora pomiarowa

Komora pomiarowa znajduje się z przodu aparatu w jego centralnej części (rysunek 1). Po jej otwarciu z widoczne są sanki w których umieszczamy próbkę – tabletkę lub kuwetę.

O stanie urządzenia informuje dioda znajdująca się obok napisu ALPHA. Kiedy urządzenie jest gotowe do pracy świeci się ona światłem ciągłym, natomiast mrugająca dioda informuje iż urządzenie znajduje się w stanie uśpienia.

Budowa uchwytu do analizy związków w postaci pastylek KBr.



Rys. 2 Uchwyt do analizy związków w postaci pastylek KBr.

Budowę uchwyty wykorzystywanego podczas analizy związków w postaci pastylek wykonanych z bromku potasu przedstawiono na rysunku 2. Składa się ona z obudowy oraz centralnie umieszczonej celki (zamykanej zatyczką) w której umieszcza się pastylki KBr z analizowanym związkiem.



Podczas umieszczania pastylki w celce należy pamiętać aby nie dotykać jej palcami.

OPIS OPROGRAMOWANIA „OPUS” DO OBSŁUGI SPEKTROFOTOMETRU ALPHA BRUKER

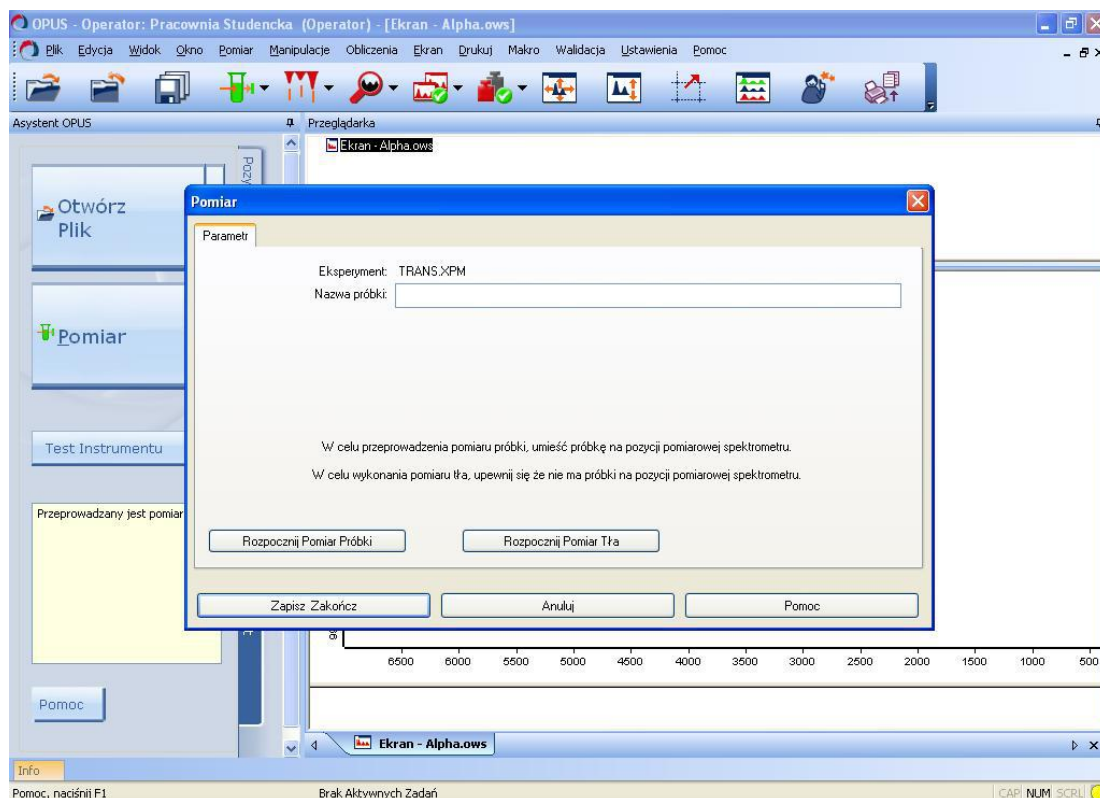
„Opus” jest głównym pakietem oprogramowania Bruker do zbierania, przeglądania i przetwarzania widm w podczerwieni (IR).

Po uruchomieniu oprogramowania „Opus” logujemy się jako: *student* i podajemy hasło: *student*

Rys. 3 Okno logowania

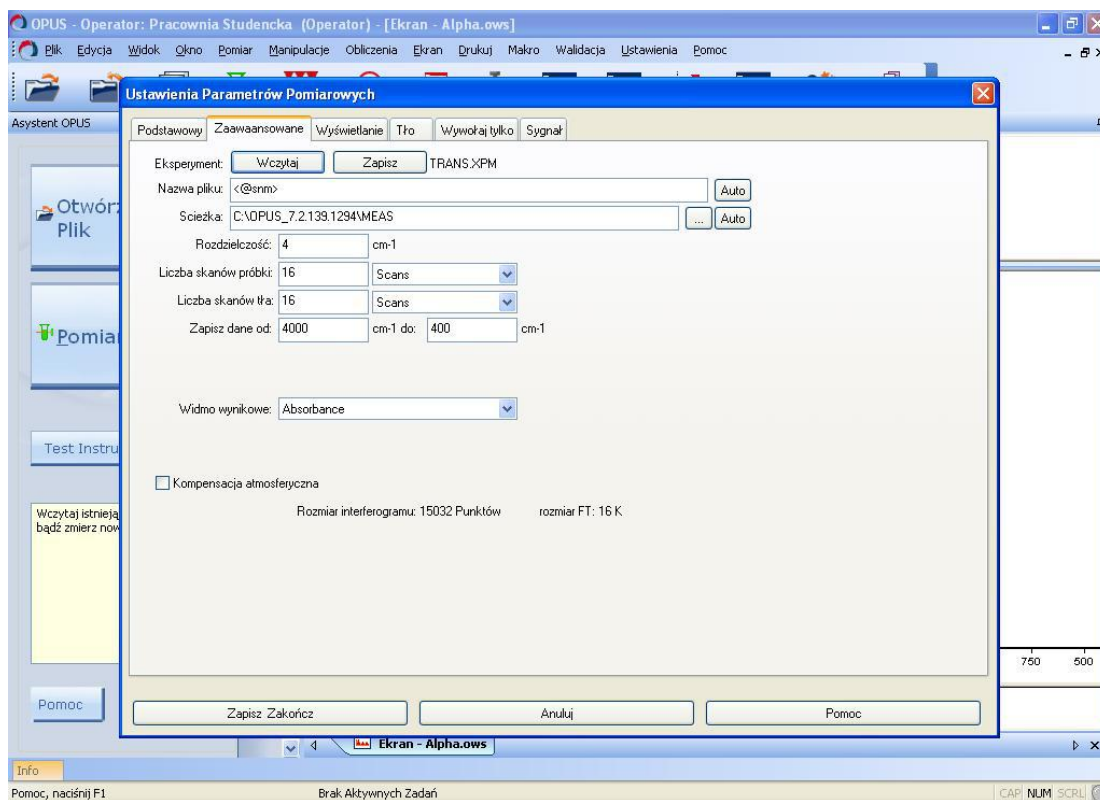
Po zalogowaniu należy odczekać kilka minut przed przystąpieniem do wykonywania pomiarów. Aktualny status aparatu widoczny jest na pasku mieszczącym się na dole programu OPUS.

Aby zarejestrować widmo należy kliknąć na duży klawisz *Pomiar* znajdujący się z lewej strony ekranu. Podać nazwę pliku pod którą ma zostać zapisane widmo (rysunek 4). Następnie wykonujemy pomiar tła (przy pustej komorze pomiarowej). Po umieszczeniu próbki rejestrujemy widmo klikając przycisk *Rozpocznij Pomiar Próbki*.






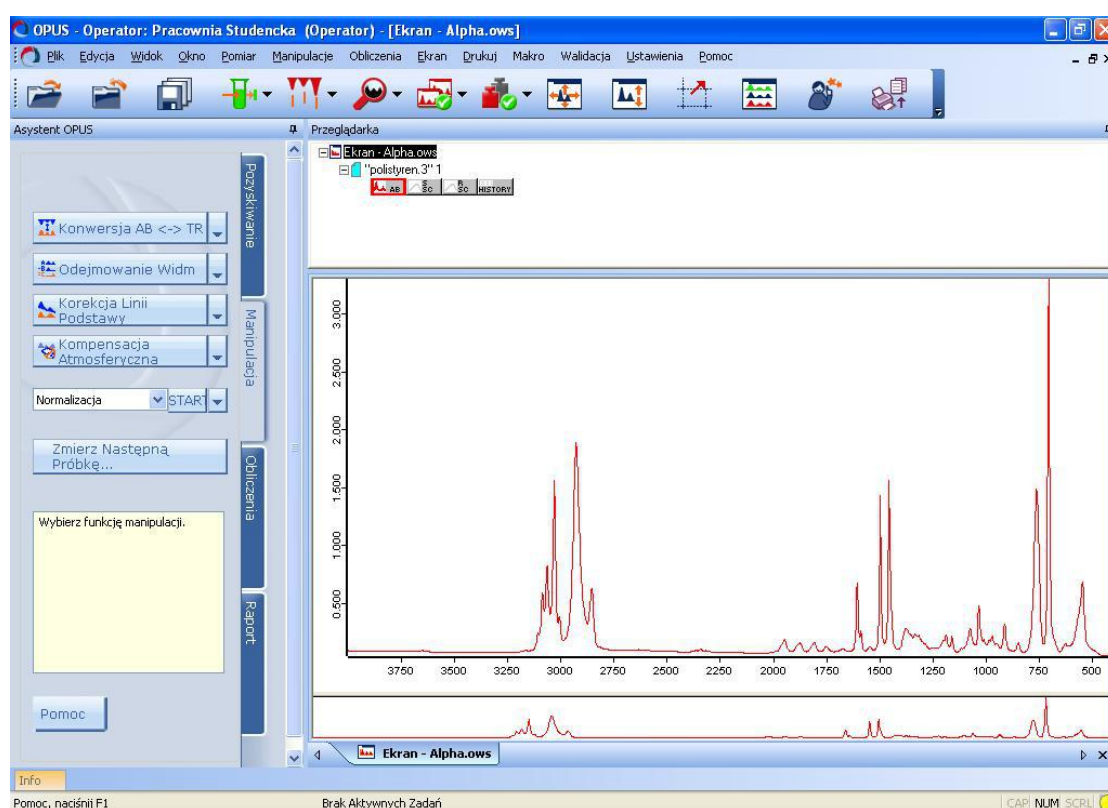
Rys. 4 Okno rejestracji widma próbki

W przypadku specyficznych pomiarów zmiana domyślnych parametrów rejestracji widma jest możliwa z górnego menu *Pomiar* za pomocą opcji *Ustawienia Parametrów Pomiarowych* (rysunek 5).

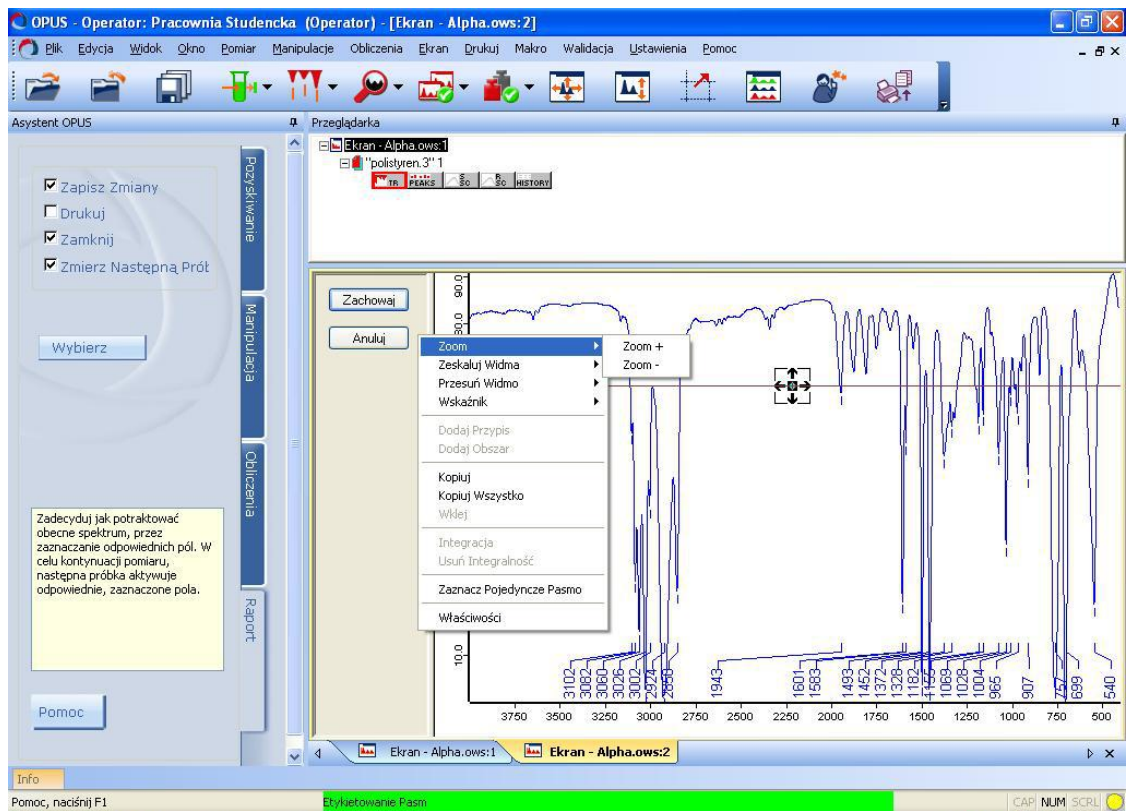


Rys. 5 Okno parametrów rejestracji widma próbki

Po zarejestrowaniu widma jego obróbka jest możliwa po wybraniu opcji *Manipulacja*. Konwersji widma z absorbancji na transmitację i na odwrót dokonuje się za pomocą klawisza *Konwersja AB<->TR*. Etykietowanie Pasm wykonujemy wybierając klawisz  z górnego menu. Korzystając z  należy ustawić poziom pasm które mają zostać poddane automatycznemu etykietowaniu. Ręcznego opisanie wybranego pasma dokonuje się z menu kontekstowego (rozwijanego poprzez naciśnięcie prawego klawisza myszki) po wybraniu opcji *Zaznacz Pojedyncze Pasma* (rysunek 7). Powiększanie/pomniejszanie wybranego fragmentu widma jest możliwe z menu kontekstowego po wybraniu opcji *Zoom +/Zoom -*. Drukowanie zarejestrowanego widma odbywa się po wybraniu ikony  lub po wybraniu opcji *Drukuj* z górnego menu.



Rys. 6 Okno pozwalające na wykonanie korekt zarejestrowanego widma



Rys. 7 Menu kontekstowe w opcji Etykietowania Pasm

Opis poszczególnych klawiszy z górnego menu programu OPUS.



- otwieranie widma wcześniej zapisanego na dysku twardym



-zamykanie okna z zarejestrowanym widmem



- zapisywanie zarejestrowanego widma na dysk twardy



- zaawansowane zbieranie danych



- automatyczne zaznaczanie pików



- szukanie widma



- porównywanie widm



- analiza ilościowa



- powrót do wcześniejszych rozmiarów i skali widma



- skalowanie rzędnej



- powiększanie zaznaczonego fragmentu widma



- kaskada



- samouczek FT-IR



- szybki wydruk widma

Charakterystyczne pasma absorpcji w podczerwieni

3500	3000	2500	2000	1500	1000	500	Assignment
							O-H st N-H, N-H st ≡C-H st =C-H st -C-H st S-H st B-H st X≡Y st X=Y=Z st P-H st Si-H st C=O st C=N st

3500	3000	2500	2000	1500	1000	500	Assignment
							C=C st N=O st NO ₂ st N-H δ B-O st C-N st C-F st S=O st C-O st P=O st C=S st P-O st N-O st =C-H δ COOH δ S-O st

Charakterystyczne pasma absorpcji w podczerwieni*

Wiązanie	Typ związku	Zakres absorpcji [cm ⁻¹]
C—H	Alkany	2850-2960 1350-1470
C—H	Alkeny	3020-3080 (<i>m</i>) 675-1000
C—H	Pierścienie aromatyczne	3000-3100 (<i>m</i>) 675-870
C—H	Alkiny	3300
C=C	Alkeny	1640-1680 (<i>v</i>)
C≡C	Alkiny	2100-2260 (<i>v</i>)
C:::C	Pierścienie aromatyczne	1500, 1600 (<i>v</i>)
C—O	Alkohole, etery, kwasy karboksylowe, estry	1080-1300
C=O	Aldehydy, ketony, kwasy karboksylowe, estry	1690-1760
O—H	Monomeryczne alkohole, fenole	3610-3640 (<i>v</i>)
O—H	Zasocjowane wiązaniami wodorowymi alkohole, fenole	3200-3600 (<i>b</i>)
O—H	Kwasy karboksylowe	2500-3000 (<i>b</i>)
N—H	Aminy	3300-3500 (<i>m</i>)
C—N	Aminy	1180-1360
C≡N	Nitryle	2210-2260 (<i>v</i>)
-NO ₂	Związki nitrowe	1515-1560 1345-1385

* Wszystkie pasma o dużej intensywności, z wyjątkiem pasm oznaczonych literami: *m* (o intensywności umiarkowanej), *w* (słabej), *v* (zmiennej). Literą *b* oznaczono pasma szerokie

Absorpcja w podczerwieni niektórych związków tlenowych

Związki	ν (O-H) [cm ⁻¹]	ν (C-O) [cm ⁻¹]	ν (C=O) [cm ⁻¹]
Alkohole	3200-3600	1000-1020	-
Fenole	3200-3600	1140-1230	-
Etery alifatyczne	-	1060-1150	-
Etery aromatyczne	-	1200-1275 1020-1075	-
Aldehydy, ketony	-	-	1675-1725
Kwasy karboksylowe	2500-3000	1250	1680-1725
Estry	-	1050-1300 (dwa pasma)	1715-1740
Chlorki kwasowe	-	-	1750-1810
Amidy	(N-H) 3050-3550	-	1650-1690