



Интегрисане академске студије фармације  
Инструменталне методе- Б14

**П14. IR спектри једињења са  $C=O$  групом.  
Снимање IR спектара.**

**Проф. др Недељко Манојловић**

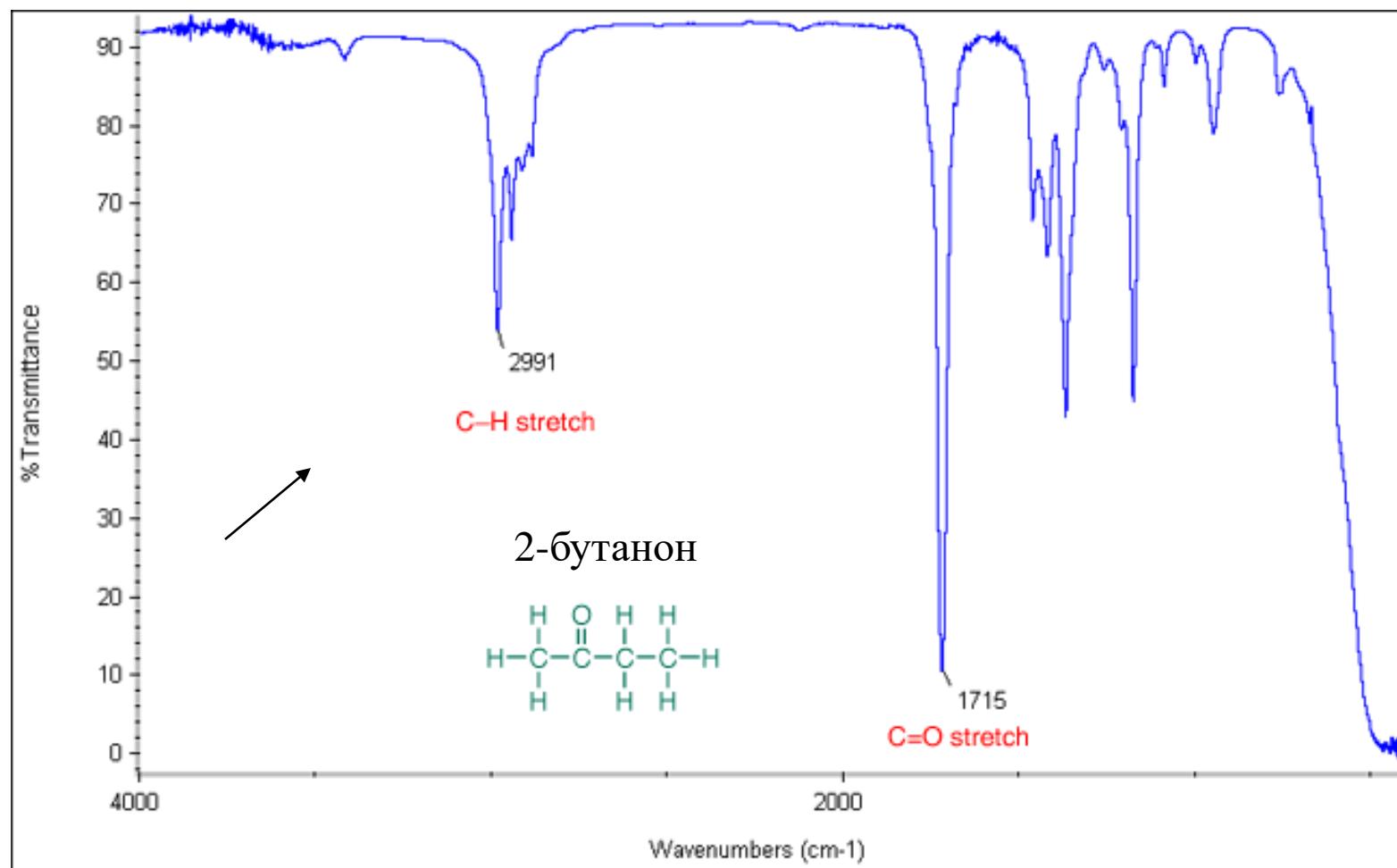
# IR СПЕКТРИ ЈЕДИЊЕЊА СА КАРБОНИЛНОМ ГРУПОМ

$\nu(\text{C}=\text{O})$  најчешће најинтензивнија трака у спектру



Кетони

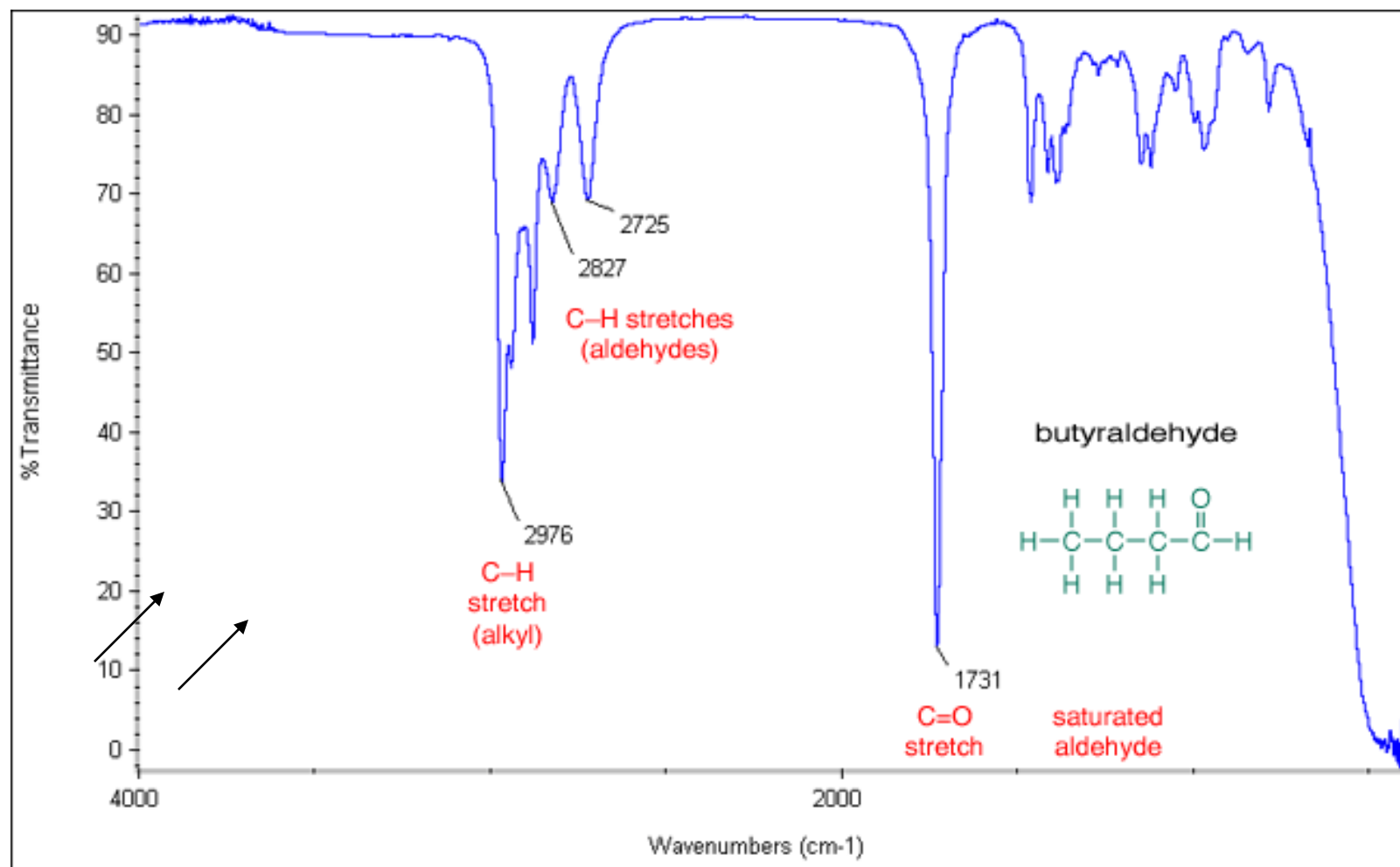
- Алифатични  $\nu(\text{C}=\text{O})$   $1715\text{ cm}^{-1}$   
 $\alpha,\beta$ -незасићени кетони  $1686\text{-}1660\text{ cm}^{-1}$





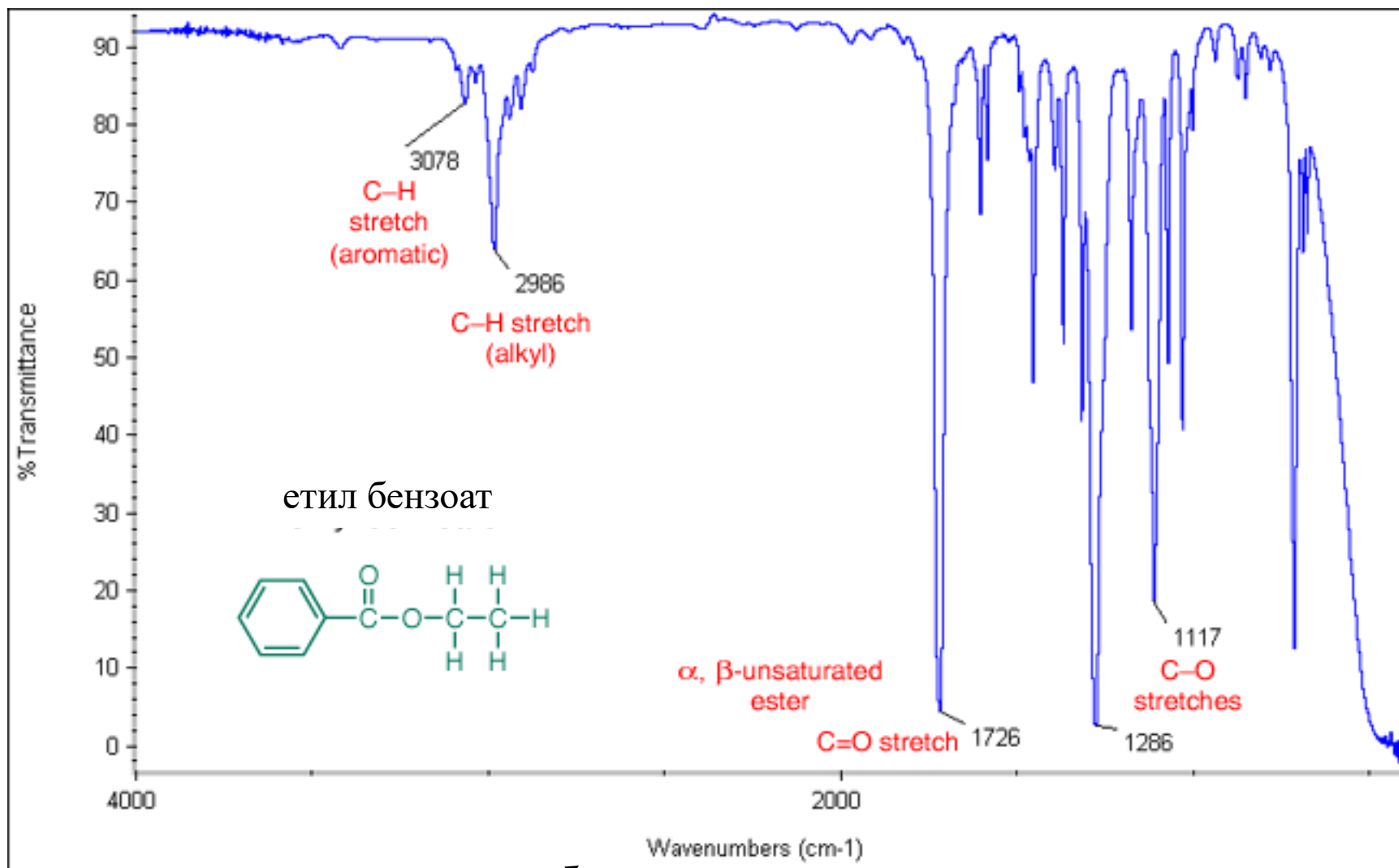
## Алдехиди

- Алифатични  $\nu(\text{C}=\text{O})$  1740-1720  $\text{cm}^{-1}$
- $\alpha,\beta$ -незасићени алдехиди  $\nu(\text{C}=\text{O})$  1710-1685  $\text{cm}^{-1}$
- $\nu(\text{H}-\text{C}=\text{O})$  2830-2695  $\text{cm}^{-1}$  Фермијева резонанца



## Естри

- Алифатични  $1750-1735\text{ cm}^{-1}$
- $\alpha,\beta$ -незасићени естри  $1730-1715\text{ cm}^{-1}$
- $\nu(\text{C-O})$   $1300-1000\text{ cm}^{-1}$



## Анхидриди киселина

Алифатични

$\nu_{\text{as}} (\text{C}=\text{O})$  1820

$\nu_{\text{s}} (\text{C}=\text{O})$  1760

$\nu (\text{C}-\text{O})$  1175-1045

## Халогениди киселина

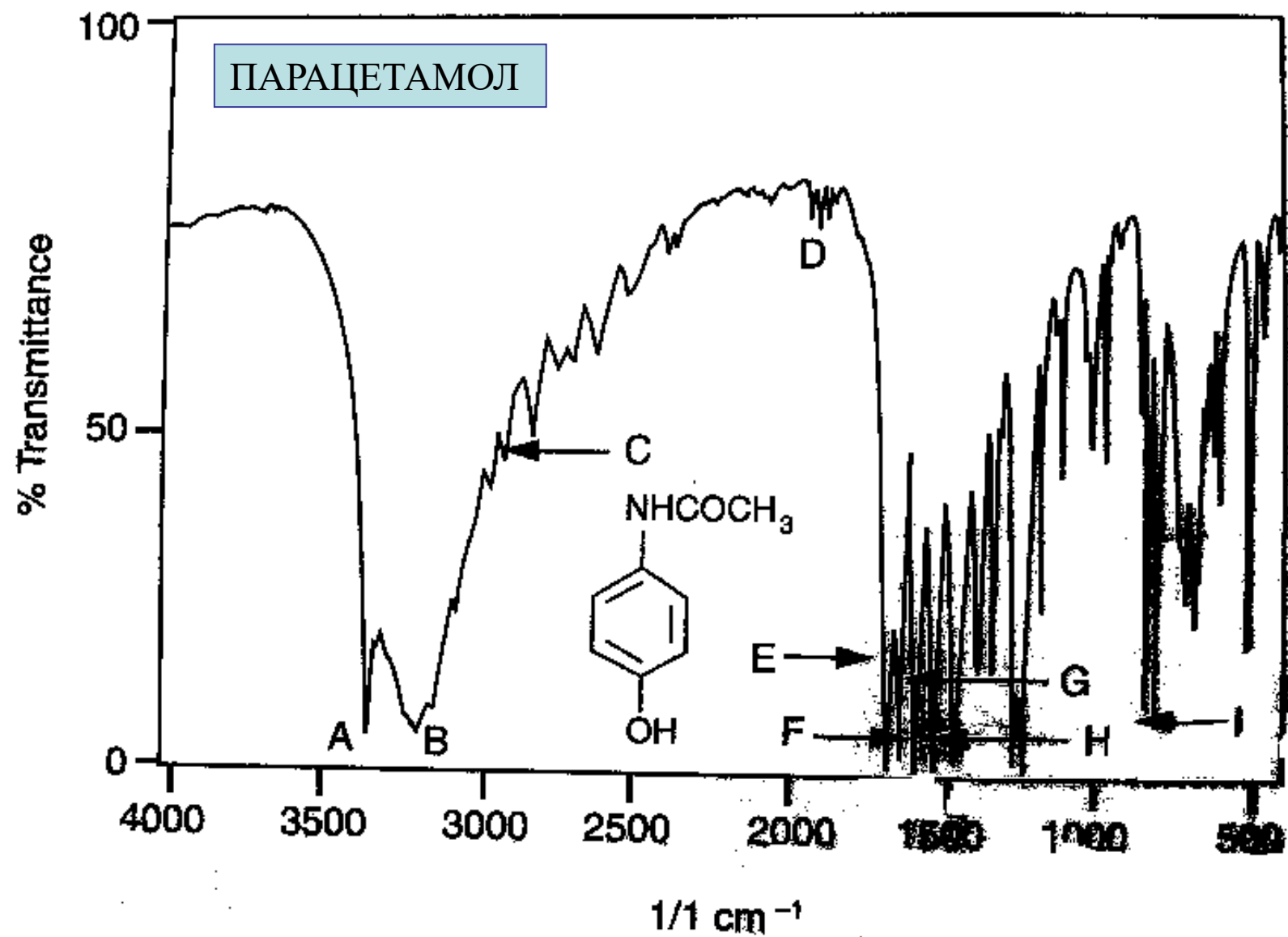
$\nu (\text{C}=\text{O})$  1750-1900

$\text{RCOF} > \text{RCOCl}$



## Амиди

- **Амидна трака I**  $\nu$  (C=O) положај зависи од јачине водоничне везе
- Циклични амиди (лактами) – смањивање прстена повећава фреквенцију апсорпције C=O  
 $\nu$  (N-H) као код амина
- **Амидна трака II** од N-H валенционих вибрација које се куплују са C-N валенционим вибрацијама
- **Амидна трака III** потиче од C-N валенционих вибрација које се куплују са NH деформационим вибрацијама

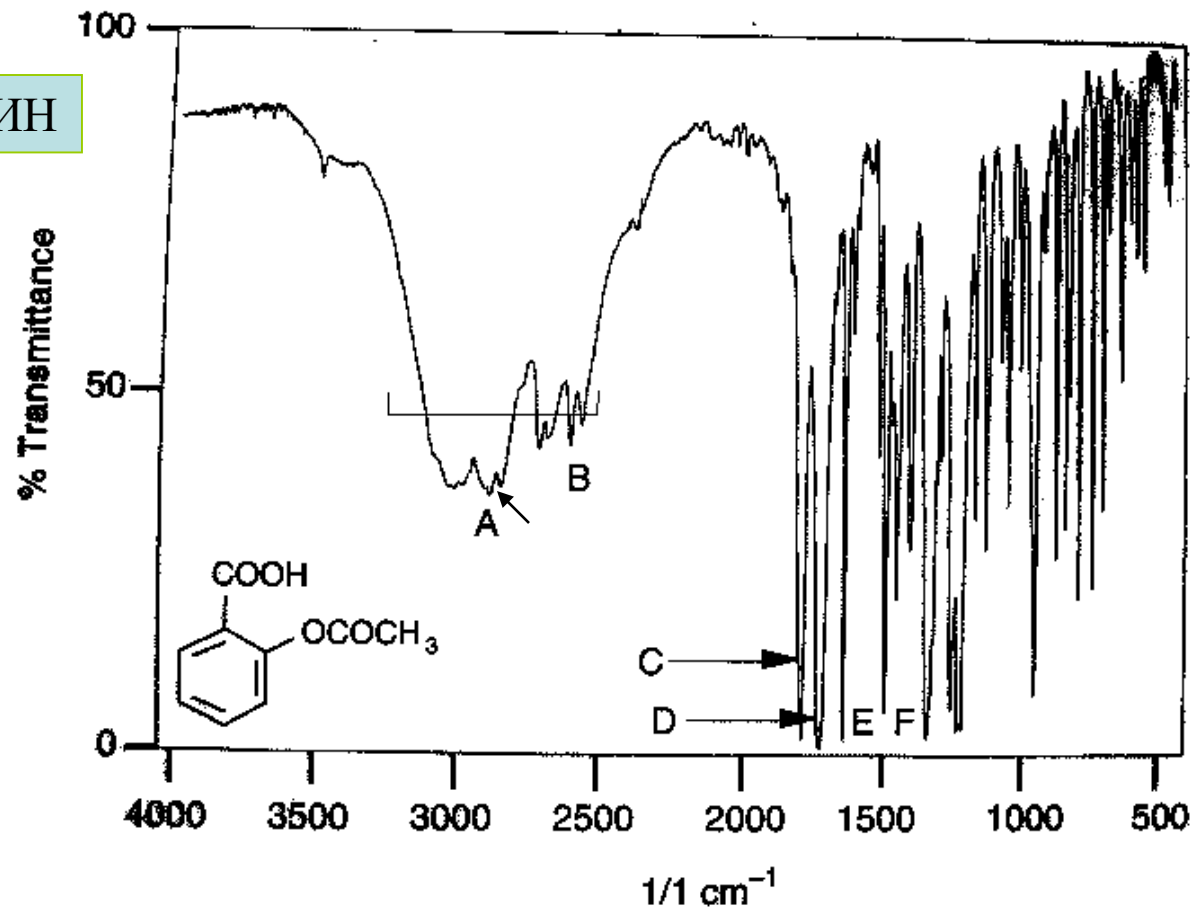


## ОБРАТИТЕ ПАЖЊУ

### НАЧИН КАКО ТРЕБА РЕШАВАТИ ЗАДАТАК

На слици је приказан IR спектар аспирина снимљен у облику KBr пилуле. Поред сваке траке обележене на спектру словом (A-F) напишите одговарајућу област или вредност апсорпције и тип вибрације од које потиче.

# АСПИРИН



A	$\nu$ (C-H)	2800-3000	од $\text{CH}_3$
B	$\nu$ (O-H)	2400-3300	од $\text{COOH}$
C	$\nu$ (C=O)	1757	од $\text{OCOCH}_3$
D	$\nu$ (C=O)	1690	од $\text{COOH}$
E	$\nu$ (C=C)	1608	од аромата
F	$\nu$ (C=C)	1460	од аромата

# Снимање IR спектра

---

- ❑ Сви модерни инструменти раде на принципу Фуријеове трансформације
  - ❑ IR зраци од извора пролазе кроз узорак и иду у детектор
  - ❑ Апсорпција зрачења од стране молекула доводи до промене вибрационе енергије
  - ❑ Приказивање апсорпције у функцији таласне дужине представља **IR спектар**
-

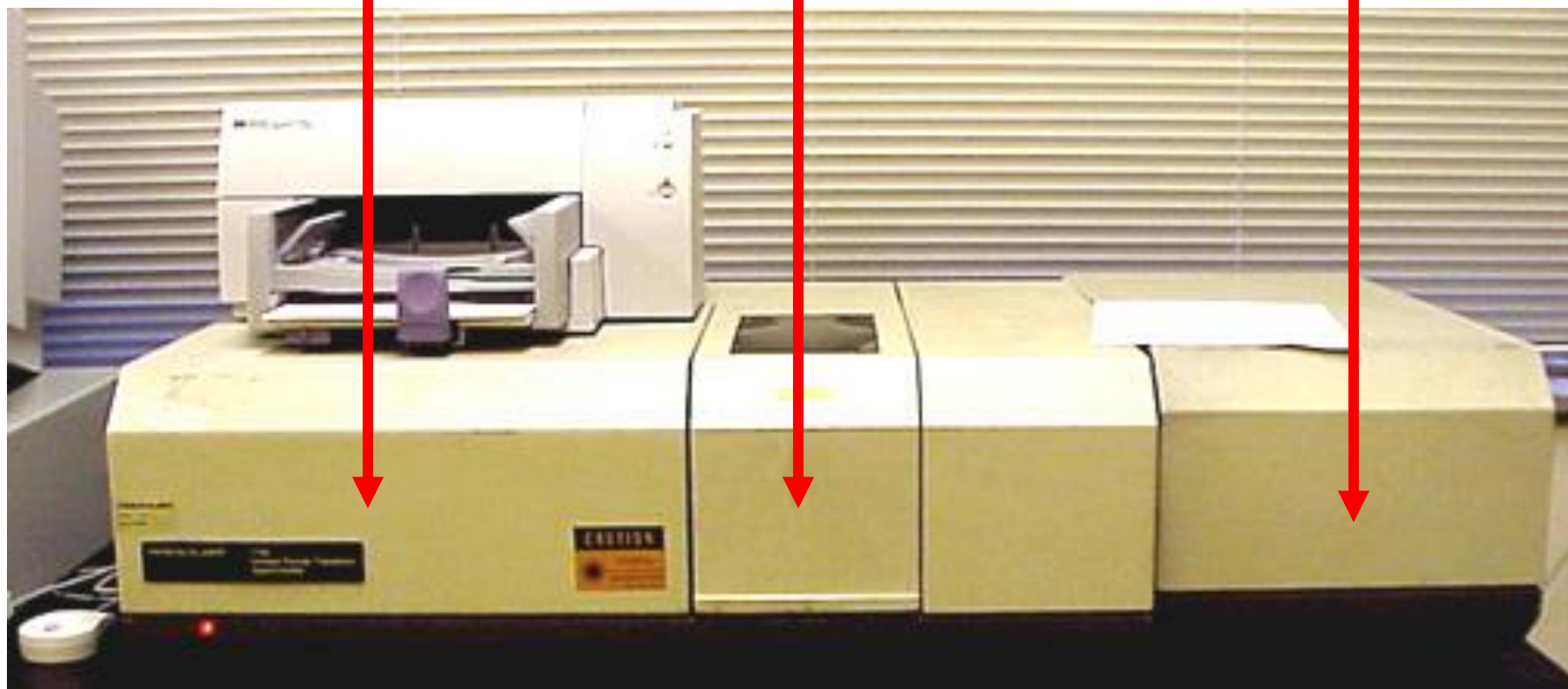
# FT IC СПЕКТРОМЕТАР

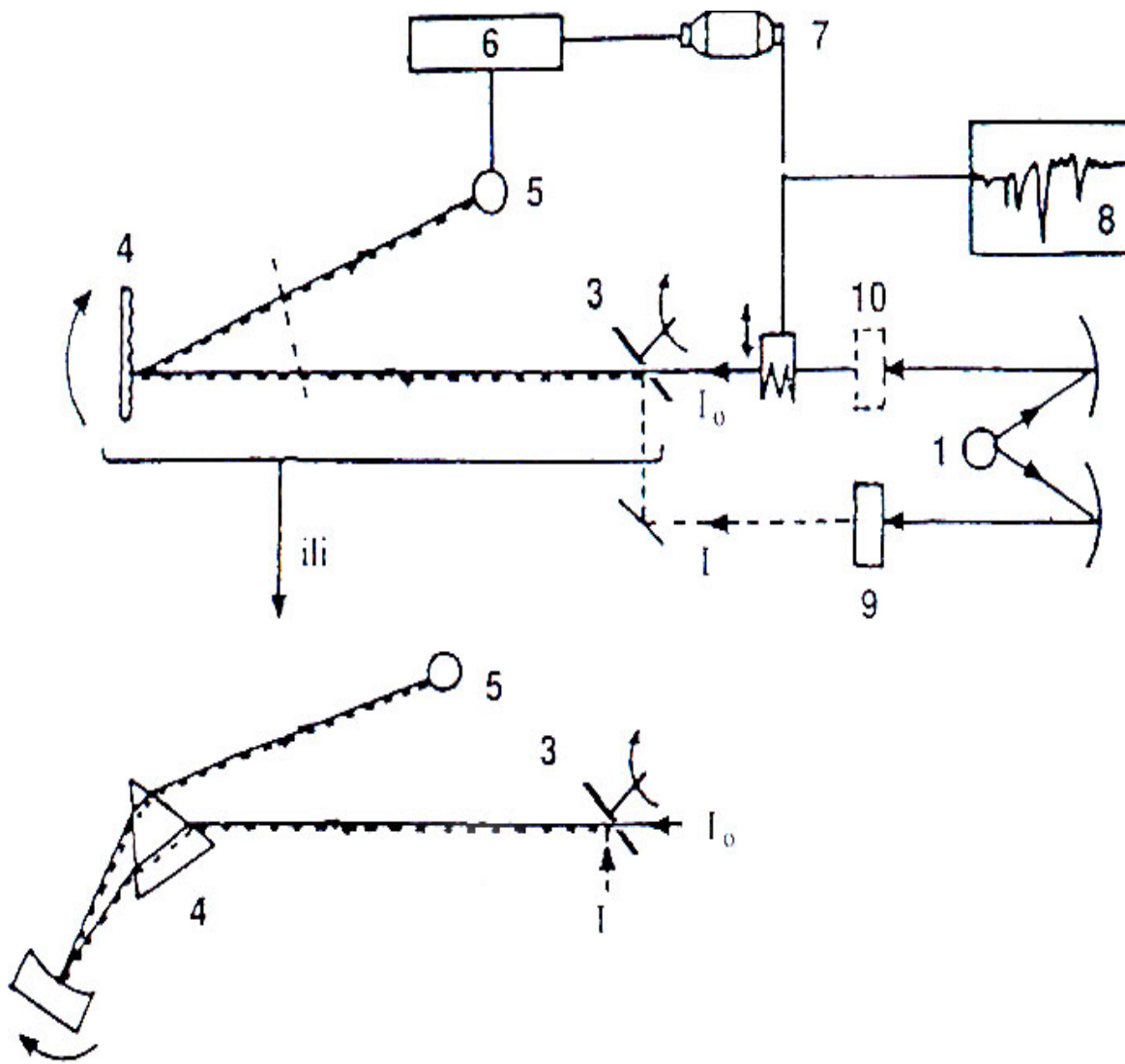
---

Извор светлости

Узорак

Детектор





- 1 - Светлосни извор
- 2 - покретни заклон ("оптички чешаљ")
- 3 - Ротирајуће селекторско огледало
- 4 - Монохроматр (решетка или призма)
- 5 - Детектор
- 6 - Појачивач
- 7 - Сервомотор
- 8 - Писач
- 9 - Узорак
- 10 - Референтна ћелија

Схема двозрачног ИР спектрофотометра

# Припрема узорка за снимање IR спектра

---

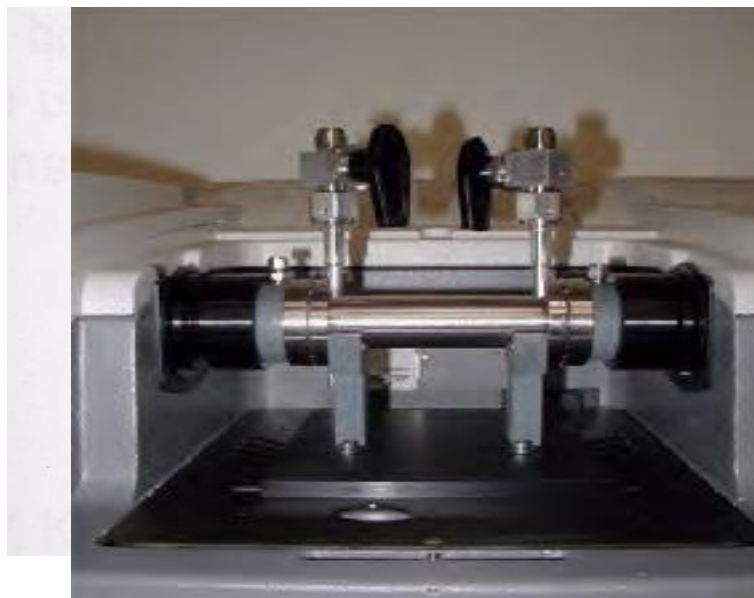
- **Начин припреме узорка зависи од његовог агрегатног стања, као и од тога да ли се снима спектар чисте супстанце или раствора.**
  - **Како изглед спектра веома зависи од услова снимања, то је неопходно да се они увек наведу поред спектра**
-



## Спектри гасова

---

- Користе се **стаклене гасне ћелије** са прозорима од IR пропустљивог материјала, као што су неоргански халогениди ( нпр. NaCl или KBr)



---

Ћелија за снимање гасовитих узорака

# Спектри течности ( капиларни филм )

---

- Најједноставнији начин је директно снимање течности у облику **капиларног филма** формираног између плочица пропустљивих за ИР зрачење (NaCl, KBr, CaF<sub>2</sub>, CsBr, CsJ, ZnSn, AgCl, AgBr итд.)
  - Најјефтиније и највише коришћене су плочице од **NaCl**-а, међутим оне су непропустљиве за ИР зрачење испод 650 cm<sup>-1</sup>
-

# Спектри чврстих узорака. Плочице од NaCl-а

---



---

Калуп за снимање спектра чврстих узорака    KBr пилуле

# **Спектри течности (капиларни филм)**

---

- Већина наведених материјала је хигроскопна, тако да је неопходно да се плочице чувају у ексикатору.**
-

# Ексикатор



**Плочица се такође узима рукавицом како би се избегао додир са влагом и плочица замастила.**





**За снимање спектра довољна је једна мања кап  
течног узорка ( један  $\mu\text{L}$ ) која се наноси на плочицу  
помоћу пипете**

---



**Друга плочица се ставља на прву и између ове две плочице распореди се течност у виду танког филма.**

---





## Плочице се причвршћују помоћу прстенова

---



**узорак се постави у инструмент на месту  
проласка зрака**

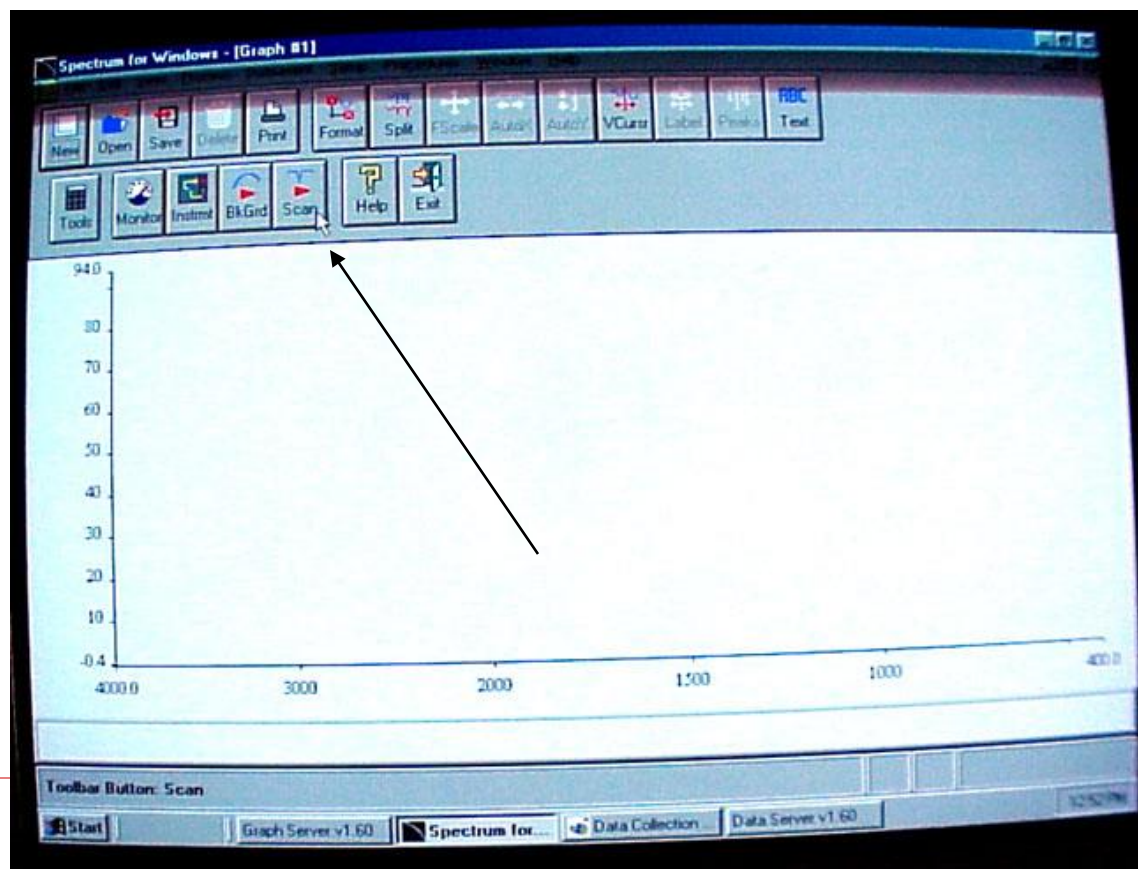


**Светлосни зрак пролази кроз узорак као што је приказано на слици црвеном линијом**

---

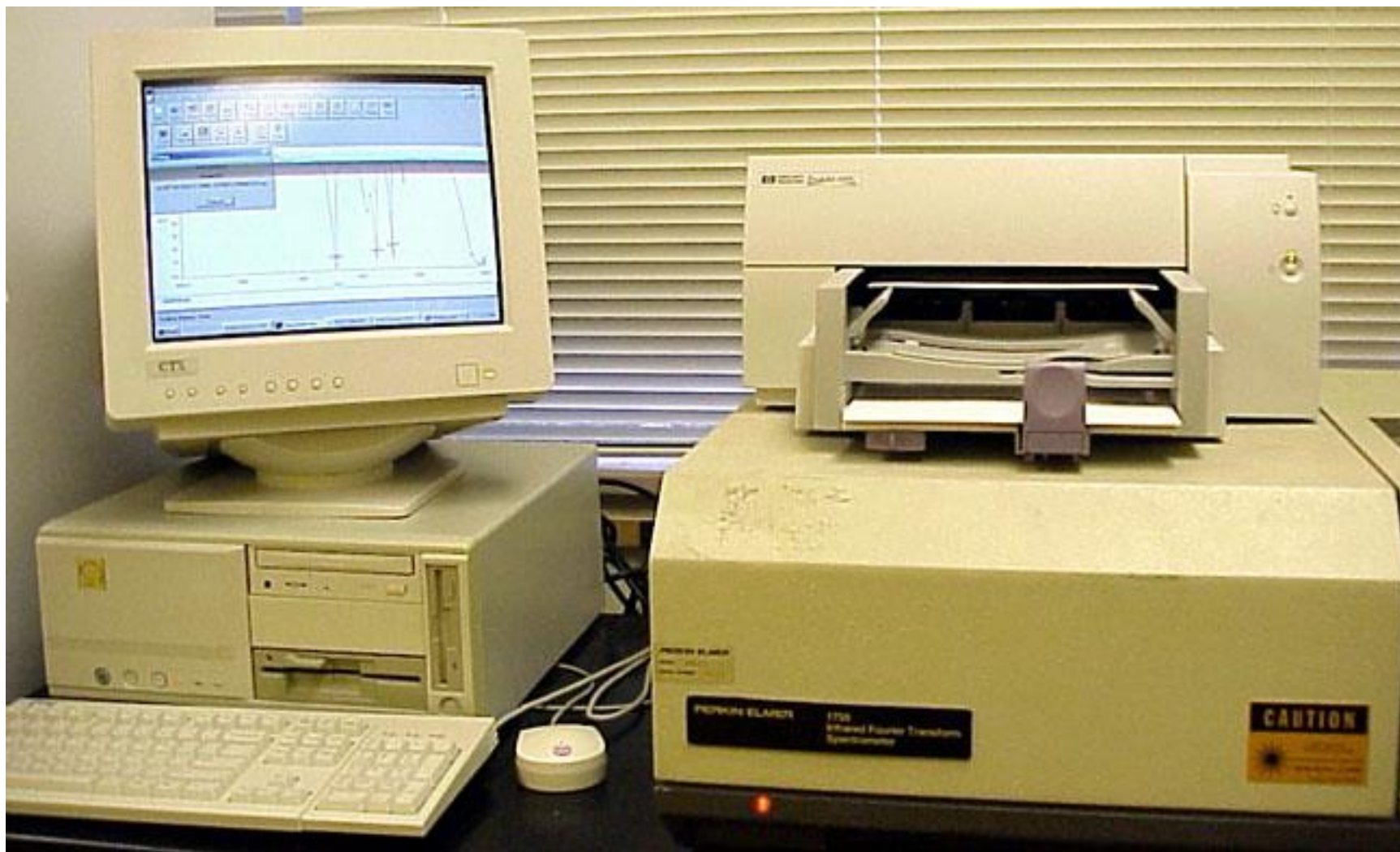


Након тога се на рачунару притисне дугме “scan”  
и почиње снимање

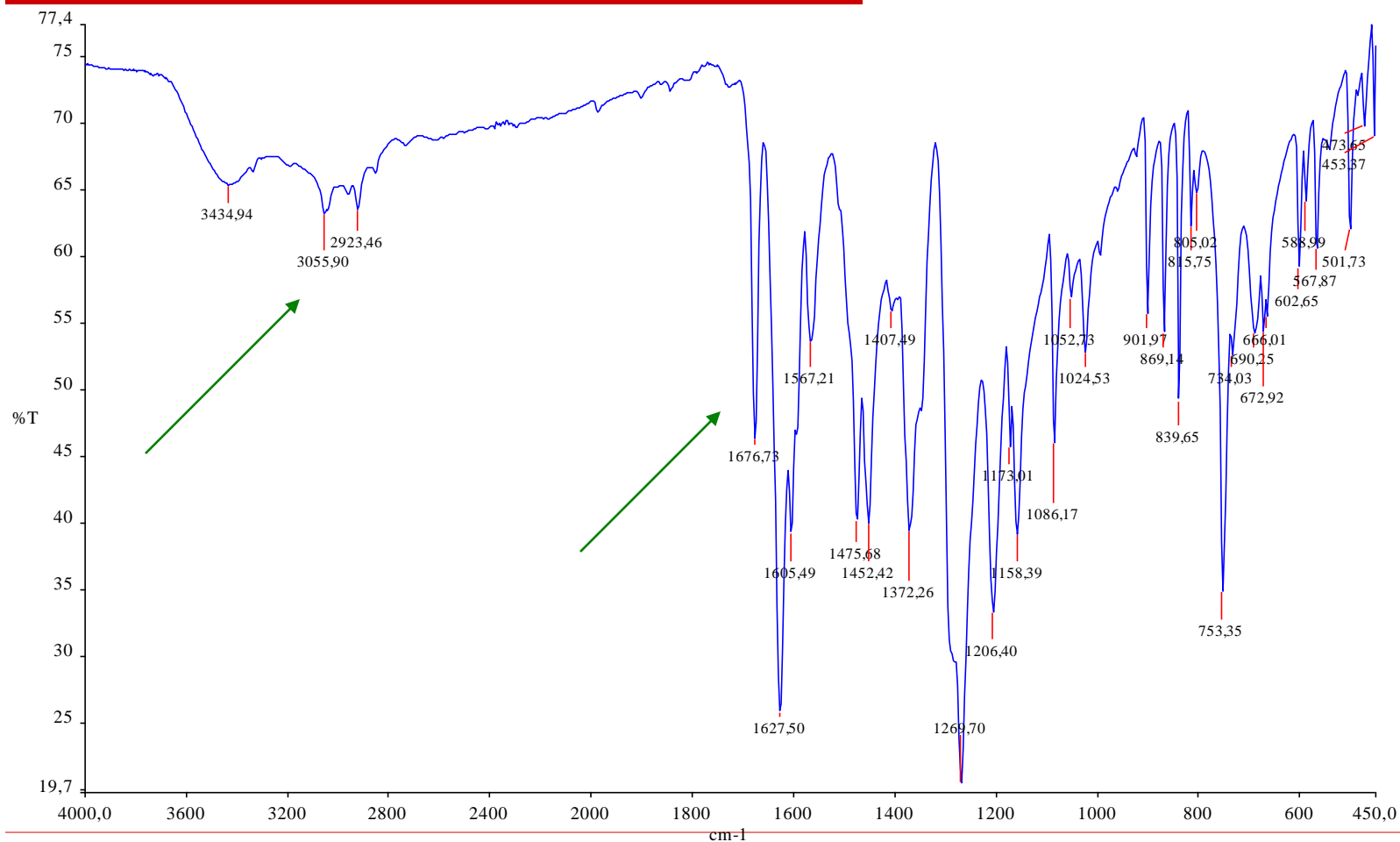




**Након скенирања спектар се може одштампати**



Као резултат добија се IR спектар са одговарајућим апсорпционим максимумима



Након снимања спектра неопходно је испирање  
плочица чистим и сувим растварачем (обично  
циклохексаном)

---

НИКАДА ВОДОМ !!!

---

# Раствор циклохексана

---





---

**Замућене плочице се морају испоирати како би поново биле прозирне.**

**То се остварује полирањем плочица на платну за чишћење.**

---



# Спектри чврстих узорака

---

- За снимање чврстих узорака примењују се три начина :
  - Пресовање супстанце заједно са кристалним KBr-ом у плочицу(тзв. KBr- пилулу или KBr- диск)
  - Прављење суспензија
  - Снимање чврсте супстанце у облику раствора који се сипа у мини кивете, с тим да се у другу кивету сипа чист растварач.
-

# ПРИМЕНА IR СПЕКТРОСКОПИЈЕ У КВАНТИТАТИВНОЈ АНАЛИЗИ

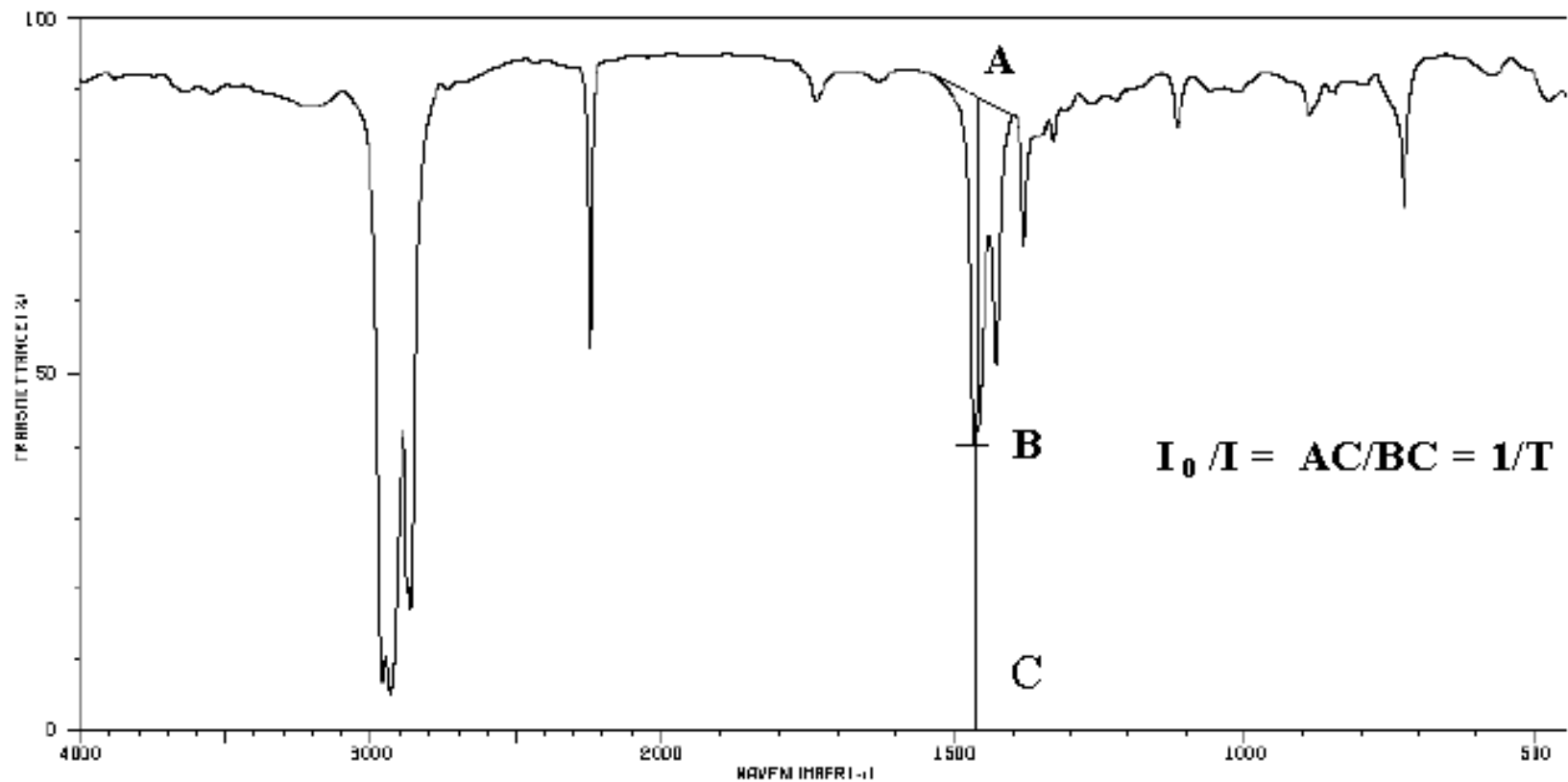
---

□ заснива се на Beer-Lambert-овом закону који важи за разблажене растворе

□ мери се интензитет одабраних апсорпционих максимума

□ тачност је мање када се врши одређивање чврстих узорака снимљених као KBr пилуле

---



$$I_0/I = AC/BC = 1/T$$

$$A = \log(AC/BC)$$

- 
- најмање грешке се праве мерењем максимума интензитета 25-65 %.
  - ПОСТУПАК: сними се серија спектра стандардних узорака познате концентрације; Припреми се калибрациона крива  $A = f(c)$ ;

## □ Метода интерног стандарда

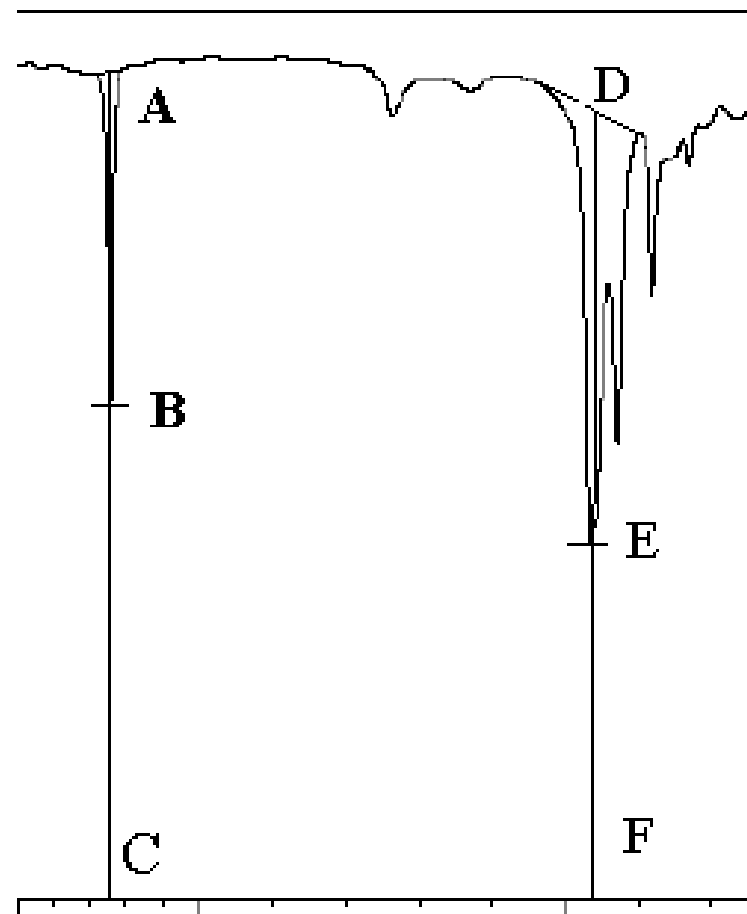
- интерни стандард је једињење које има мали број апсорпционих максимума и чије се траке не преклапају са одређиваним узорком.
- често се користи KCNS ( $2125\text{ cm}^{-1}$ ). Претходно се припреми крива зависности  $A/A_s$  од  $C/C_s$ .

Претходно се припреми крива зависности  $A/A_s$  од  $C/C_s$ .

- $A$  и  $A_s$  су апсорбације узорка и стандарда,  $C$  и  $C_s$  су њихове концентрације.
- $C_x$  се одређује тако што се тако у одмерену количину узорка дода одмерена количина стандарда и снима IR спектар ове смеше.
- На основу вредности  $A_x/A_s$  прочита се однос  $C_x/C_s$ .



2125



$$A_s = \log(AC/BC)$$

$$A_x = \log(DF/EF)$$

---

□ IR спектроскопија се користи и за праћење  
ТОКА ХЕМИЈСКИХ РЕАКЦИЈА.

□ Пример. Редукција кетона у алкохол.  
Појављује се  $\nu(\text{OH})$  трака, а смањује  
 $\nu(\text{C=O})$ .

