

# **VYSOKÁ ŠKOLA CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ V PRAZE**

Fakulta chemicko-inženýrská

**Ústav analytické chemie**



## **Semestrální práce oboru analytická chemie I**

Vypracovala: Adéla Jenišťová

Rok: 2013/2014

## Obsah

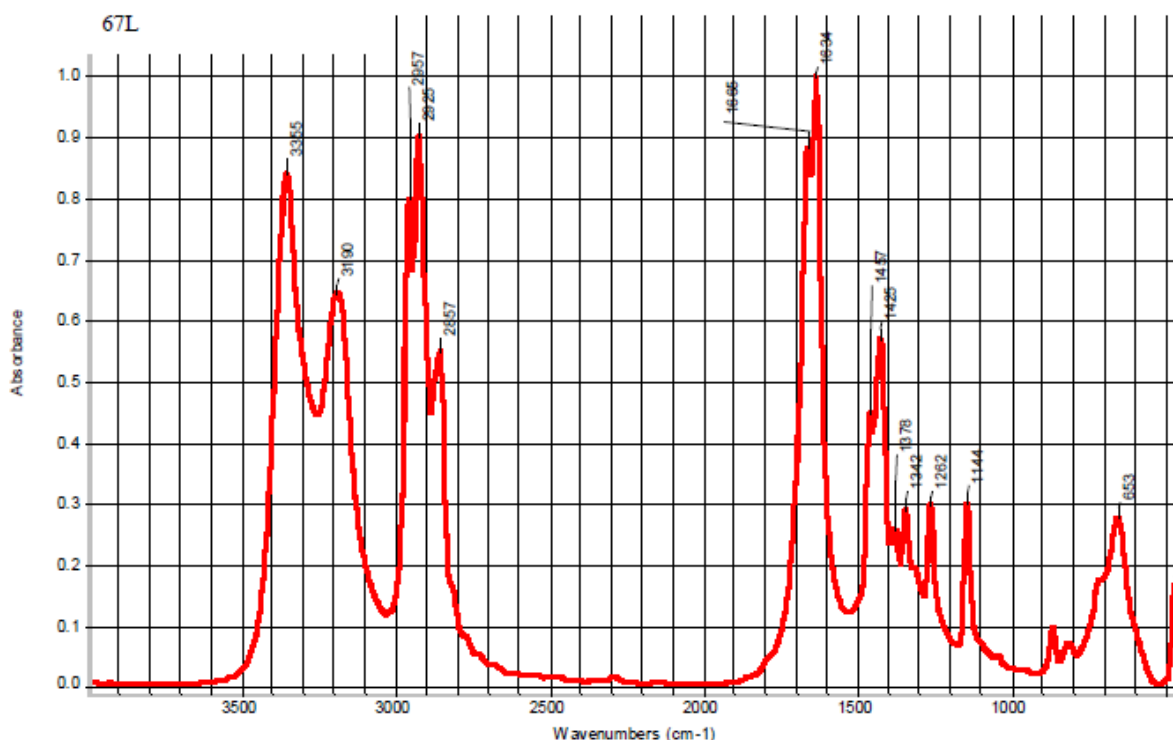
|                                                   |   |
|---------------------------------------------------|---|
| VYSOKÁ ŠKOLA CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ V PRAZE ..... | 1 |
| Fakulta chemicko-inženýrská .....                 | 1 |
| <b>Ústav analytické chemie</b> .....              | 1 |
| Semestrální práce oboru analytická chemie I ..... | 1 |
| A. První látka – vzorek 67L .....                 | 3 |
| 1. Infračervené spektrum .....                    | 3 |
| 2. 1D NMR spektra .....                           | 5 |
| <sup>13</sup> C NMR spektrum .....                | 5 |
| <sup>1</sup> H NMR spektrum .....                 | 6 |
| 3. Hmotnostní spektrum .....                      | 8 |
| 4. Vyřešená struktura vzorku 67L .....            | 8 |

## A. PRVNÍ LÁTKA – VZOREK 67L

### 1. Infračervené spektrum

V infračerveném spektru (obr. 1) lze vidět vysoké intenzity při  $3355$  a  $3190\text{ cm}^{-1}$  náležící primárním amidům (asymetrická a symetrická vibrace skupiny  $\text{NH}_2$ ). Další charakteristické pásy primárních amidů se nacházejí v oblasti  $1665\text{ cm}^{-1}$  (valenční vibrace vazby  $\text{C=O}$ , amid I),  $1634\text{ cm}^{-1}$  (deformační vibrace skupiny  $\text{NH}_2$ , amid II) a  $1425\text{ cm}^{-1}$  (valenční vibrace vazby  $\text{CN}$ , amid III). V oblasti valenčních vibrací nasycených alifatických skeletů vidíme pásy  $2957\text{ cm}^{-1}$  (asymetrická vibrace skupiny  $\text{CH}_3$ ),  $2925\text{ cm}^{-1}$  (asymetrická vibrace skupiny  $\text{CH}_2$ ) a  $2857\text{ cm}^{-1}$  (symetrická vibrace skupiny  $\text{CH}_2$ ). Další charakteristické pásy leží v oblasti „otisku palce“, kde se jedná o pás  $1457\text{ cm}^{-1}$  (deformační asymetrická vibrace, překryv  $\text{CH}_2$  a  $\text{CH}_3$ ) a  $1378\text{ cm}^{-1}$  (deštníková vibrace skupiny  $\text{CH}_3$ ). Přiřazení jednotlivých charakteristických pásů se nachází v tabulce 1.

Látka 67L bude pravděpodobně obsahovat skupiny  $\text{CONH}_2$ ,  $\text{CH}_2$  a  $\text{CH}_3$ .



Obr. 1: Infračervené spektrum vzorku 67L

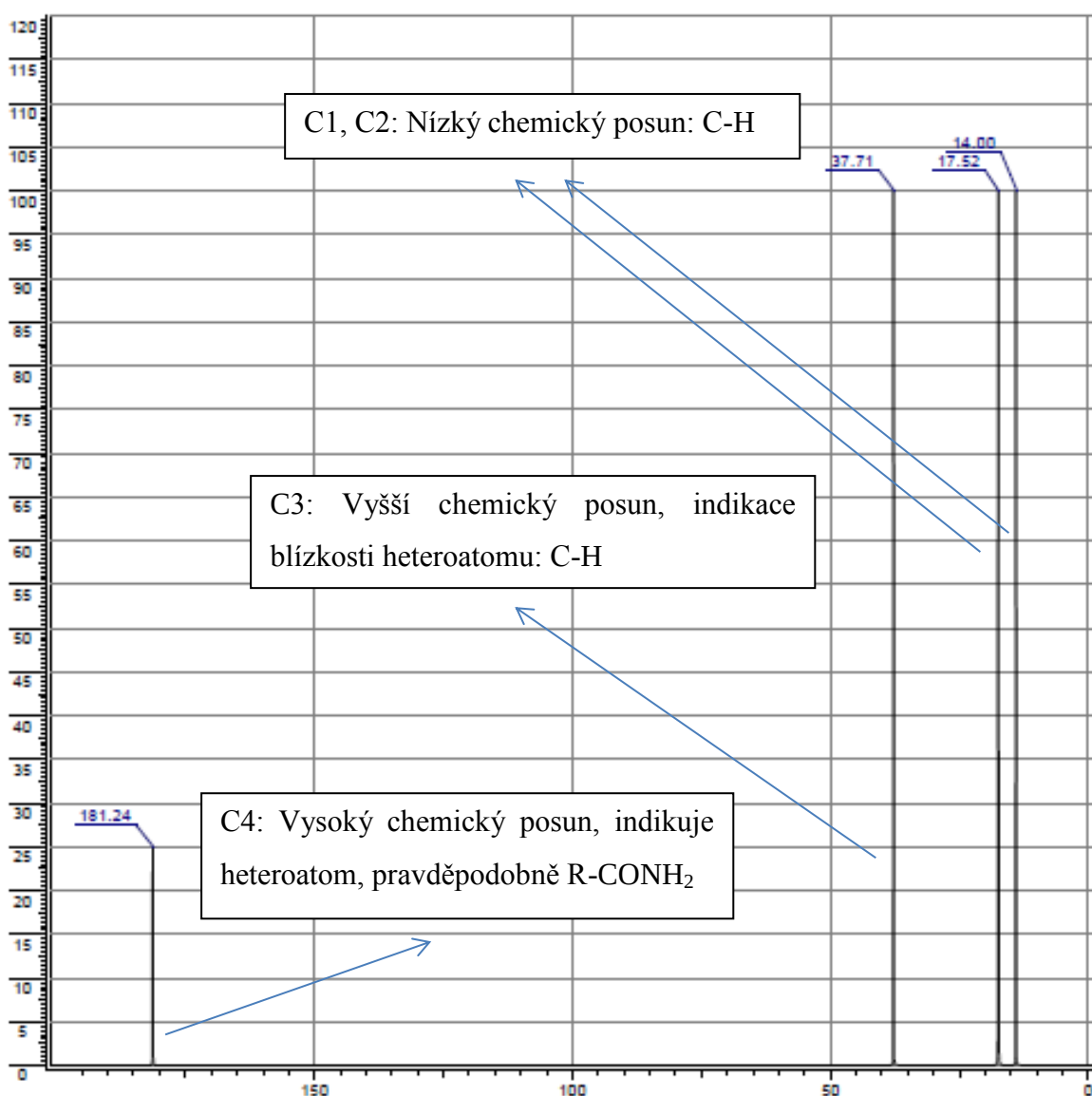
Tabulka 1: Přiřazení charakteristických pásů

| Vlnčet ( $\text{cm}^{-1}$ ) | Intenzita | Přiřazení                                             | Další charakteristický pás |
|-----------------------------|-----------|-------------------------------------------------------|----------------------------|
| 3355                        | m-s       | $\nu_{\text{as}}(\text{NH}_2)$                        | 3220 - 3180                |
| 3190                        | m-s       | $\nu_{\text{s}}(\text{NH}_2)$                         | 1670 – 1650                |
| 1665                        | s         | $\nu(\text{C}=\text{O})$ , amid I                     | 1650 – 1620                |
| 1634                        | w-m       | $\delta(\text{NH}_2)$ , amid II                       | 1420 – 1400                |
| 1425                        | m         | $\nu(\text{CN})$ , amid III                           | 1150 (1144)                |
| 2957                        | m-s       | $\nu_{\text{as}}(\text{CH}_3)$                        | 2895 - 2840                |
| 2925                        | m         | $\nu_{\text{as}}(\text{CH}_2)$                        | 2880 - 2835                |
| 2857                        | m-s       | $\nu_{\text{s}}(\text{CH}_2)$                         | 1470 - 1385                |
| 1457                        | w-m       | $\delta_{\text{as}}(\text{CH}_3, \text{CH}_2)$        |                            |
| 1378                        | m         | $\delta_{\text{s}}(\text{CH}_3)$ , deštníková vibrace |                            |

## 2. 1D NMR spektra

### $^{13}\text{C}$ NMR spektrum

V  $^{13}\text{C}$  NMR spektru (obr. 2) se nachází celkem čtyři signály uhlíků. První a druhý s posuny 14,00 ppm a 17,52 ppm náleží, vzhledem ke svým nízkým intenzitám, alifatickým skeletům. Třetí signál s chemickým posunem 37,71 ppm přísluší rovněž nasycenému alifatickému skeletu, ovšem vyšší posun indikuje blízkou přítomnost heteroatomu. Poslední signál s vysokým chemickým posunem 181,24 ppm poukazuje na přítomnost heteroatomu na tomto uhlíku, v tomto případě se bude jednat pravděpodobně o vazbu  $\text{C}=\text{O}$  na primárním amidu. Soupis signálů uhlíků a jejich chemických posunů se nachází v tabulce 2.



Obr. 2:  $^{13}\text{C}$  NMR spektrum vzorku 67L

Tabulka 2: Chemické posuny v  $^{13}\text{C}$  NMR spektru

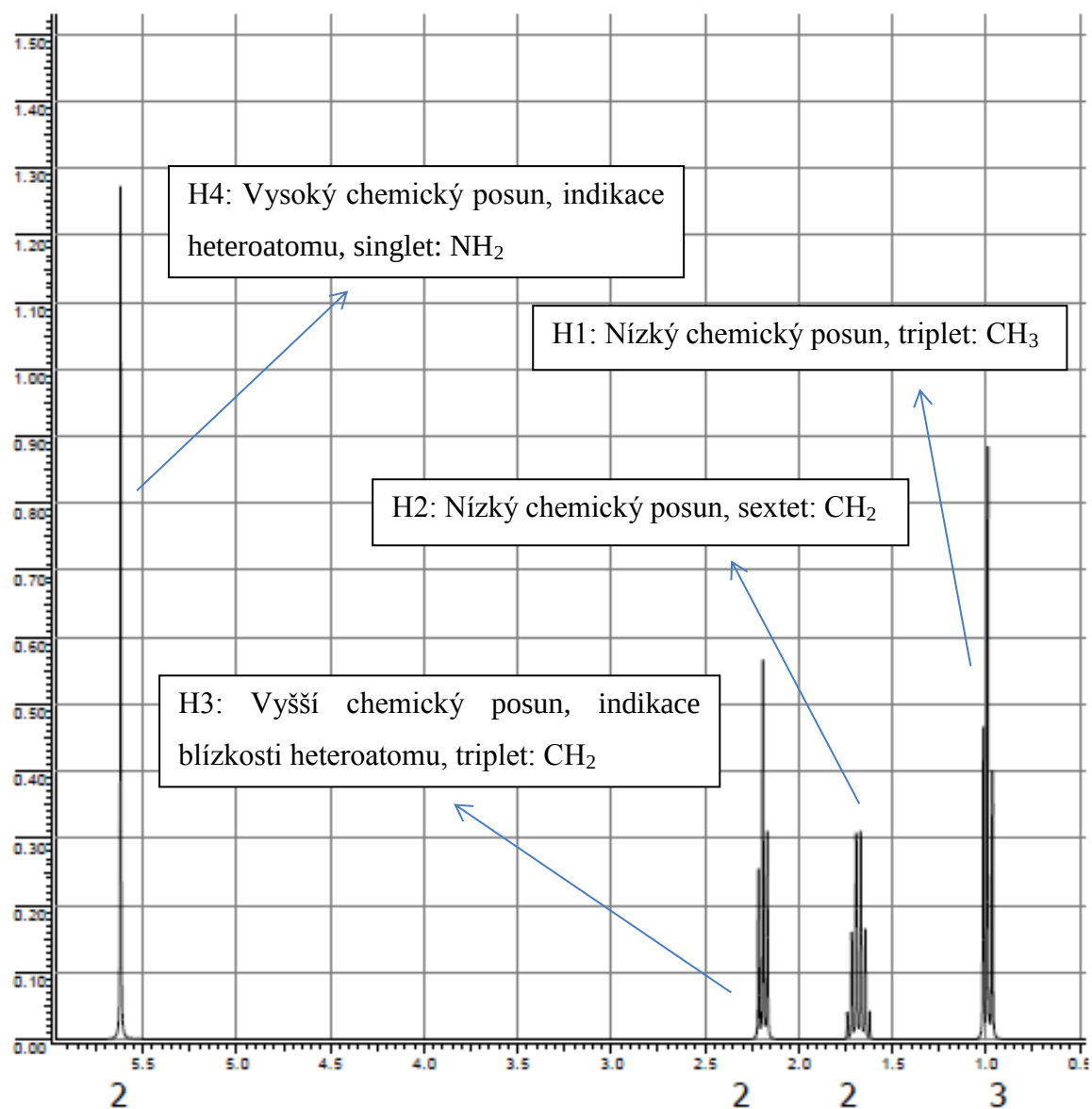
| C | Chemický posun (ppm) |
|---|----------------------|
| 1 | 14,00                |
| 2 | 17,52                |
| 3 | 37,71                |
| 4 | 181,24               |

### $^1\text{H}$ NMR spektrum

V  $^1\text{H}$  NMR spektru (obr. 3) se nachází čtyři signály náležící celkem devíti vodíkům. První signál s chemickým posunem 1,0 ppm o intenzitě tři má multiplicitu tripletu. Vzhledem k nízkému chemickému posunu a hodnotě intenzity bude tento signál náležet alifatickému skeletu, konkrétně skupině  $\text{CH}_3$ . Z multiplicity lze vyčíst, že se vedle této skupiny budou nacházet další dva vodíky, které přispívají ke štěpení linie. Druhý signál má hodnotu chemického posunu 1,6 ppm, intenzitu 2 a multiplicitu 6 (sextet). Nízký posun poukazuje opět na nasycený alifatický skelet, vzhledem k intenzitě se bude patrně jednat o skupinu  $\text{CH}_2$ . Multiplicita je v tomto případě rovna šesti, což znamená, že se vedle této skupiny bude nacházet celkem pět vodíků. Následující signál má chemický posun 2,2 ppm, intenzitu 2 a multiplicitu 3 (triplet). Jedná se opět o skupinu  $\text{CH}_2$ , ovšem vyšší posun indikuje možnou přítomnost heteroatomu v blízkosti tohoto alifatického skeletu. Vedle této skupiny se budou nacházet dva vodíky, které přispívají ke štěpení na triplet. Poslední signál má hodnotu chemického posunu 5,6 ppm, intenzitu 2 a multiplicitu 1 (singlet). Takto vysoký posun poukazuje na přítomnost heteroatomu, v tomto případě se bude patrně jednat o skupinu  $\text{NH}_2$ . Vzhledem k multiplicitě, která je rovna jedné, se vedle této skupiny nenachází žádný vodík. To potvrzuje domněnku, že se bude jednat o skupinu  $-\text{CONH}_2$ . Data jsou shrnuta v tabulce 3.

Tabulka 3: Chemické posuny, intenzity a multiplicity signálu z  $^1\text{H}$  NMR spektra

| H | Chemický posun (ppm) | Intenzita (úměrná počtu vodíků) | Multiplicita |
|---|----------------------|---------------------------------|--------------|
| 1 | 1,0                  | 3                               | triplet      |
| 2 | 1,6                  | 2                               | sextet       |
| 3 | 2,2                  | 2                               | triplet      |
| 4 | 5,6                  | 2                               | singlet      |

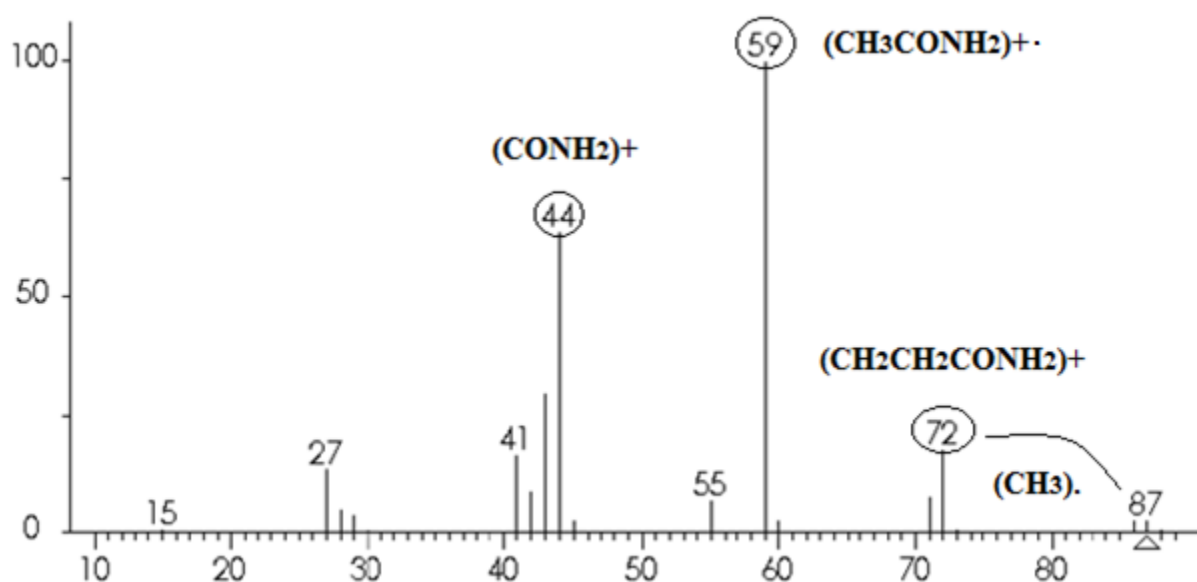


Obr. 3:  $^1\text{H}$  NMR spektrum vzorku 67L

Pravděpodobná navržená struktura vzorku 67L je tedy  $^1\text{C}^1\text{H}_3^2\text{C}^2\text{H}_2^3\text{C}^3\text{H}_2^4\text{CON}^4\text{H}_2$  (horní index značí pořadí atomu z  $^1\text{H}$  (zelená) a  $^{13}\text{C}$  (červená) NMR spekter).

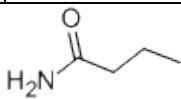
### 3. Hmotnostní spektrum

Celková hmotnost zkoumané látky je 87 g/mol, což odpovídá výše navržené struktuře (lichá hmotnost poukazuje na lichý počet dusíků). To, že se jedná skutečně o molekulovou hmotnost, dokazuje i první fragment, jehož hmotnost je rovna 15 (radikál  $\text{CH}_3$ ). Nejintenzivnější pík má hodnotu 59 a pravděpodobně náleží fragmentu  $(\text{CH}_3\text{CONH}_2)^+$  (vzniklý McLaffertyho přesmykem), druhý nejintenzivnější má hodnotu 44 (pravděpodobně  $\text{O}=\text{C}=\text{N}^+\text{H}_2$ ). Dále vidíme charakteristické hmotnosti pro nasycené alifatické skelety (27, 41) a v neposlední řadě i pík s hodnotou 72 náležící pravděpodobně fragmentu  $(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CONH}_2)^+$ .



Obr. 4: Hmotnostní spektrum vzorku 67L

### 4. Vyřešená struktura vzorku 67L

| Struktura                                                                           | Název       | Molární hmotnost (g/mol) | Číslo CAS |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------|--------------------------|-----------|
| <chem>CH3CH2CH2CONH2</chem>                                                         | n-butylamid | 87,12                    | 541-35-5  |
|  |             |                          |           |