

# Laboratoře z NMR 1

**Místo:** Laboratoř NMR, místnost A28 a počítačová učebna 276

**Kontakt:** doc. Ing. Bohumil DOLENSKÝ, Ph.D.

Ústav analytické chemie

Vysoká škola chemicko-technologická

Technická 5, 166 28 Praha 6

budova A, laboratoř A28

Telefon: (+420) 220 44 4110

E-mail: [Bohumil.Dolensky@vscht.cz](mailto:Bohumil.Dolensky@vscht.cz)

## Obsah

1. Nastavení přístroje JEOL ECZ 500R (11,73 Tesla, 500 MHz) a měření  $^1\text{H}$  a  $^{13}\text{C}$  spekter NMR vzorku neznámé organické látky a vzorku lihoviny (vlastní vzorek v množství 0,1 mL vítán).
2. Zpracování naměřených dat pomocí freeware programu ACD/NMR Processor Academic Edition [www.acdlabs.com](http://www.acdlabs.com).
3. Vyhodnocení  $^1\text{H}$  a  $^{13}\text{C}$  spekter neznámé látky. Výpočty molární hmotnosti, elementární analýzy, empirického a sumárního vzorce, a stupně nenasycenosti pomocí tabulkového procesoru MS Excel. Odvození struktury neznámé látky s pomocí predikce chemických posunů programem ChemDraw a SpecTool.
4. Vyhodnocení  $^1\text{H}$  spekter lihoviny. Výpočet molárního a hmotnostního obsahu ethanolu, methanolu a vody v lihovině pomocí tabulkového procesoru MS Excel. Posouzení závadnosti lihoviny.

## Předpoklady

1. Základní znalost  $^1\text{H}$  a  $^{13}\text{C}$  spekter NMR jednoduchých látek, tj., počet signálů, integrální intenzita signálů, multiplicita signálů, chemické posuny signálů (tabulky sebou povoleny).

2. Znalost základních analytických výpočtů, tj. výpočty a převody molárních a hmotnostních zlomků, výpočet molární hmotnosti a elementární analýzy ze sumárního vzorce, výpočet empirického vzorce z elementární analýzy.
3. Znalost vazností níže uvedených prvků. Výpočet stupně nenasycenosti jednak ze strukturního vzorce a jednak ze sumárního vzorce.
4. Práce s tabulkovým procesorem Excel.

### **Postup pro stanovení struktury neznámé organické látky**

1. Vytvořte soubor tabulkového procesoru s názvem ROK-MESIC-DEN-JMENO, a průběžně ho ukládejte na pracovní plochu do složky NMR-1-Vysledky.
2. Připravte si v tabulkovém procesoru výpočet molární hmotnosti, elementární analýzy a stupně nenasycenosti látek obsahujících C ( $A_r = 12,011$ ), H ( $A_r = 1,008$ ), N ( $A_r = 14,007$ ), O ( $A_r = 15,999$ ), Cl ( $A_r = 35,450$ ) a Br ( $A_r = 79,904$ ).<sup>1</sup> Dusík uvažujte pouze trojvazný.
3. Připravte si v tabulkovém procesoru výpočet empirického vzorce z elementární analýzy. Obsah kyslíku se obvykle nestanovuje, ale dopočítává. Pokud tedy součet obsahů stanovených prvků není přibližně 100 %, přiřaďte zbývající hodnotu kyslíku.
4. Z elementární analýzy neznámých vzorků vypočtete empirický vzorec a vypočtete jeho stupeň nenasycenosti.
5. Zpracujte FID záznamy  $^1\text{H}$  a  $^{13}\text{C}$  NMR experimentů data. U získaných spekter upravte fázi, korigujte základní linii, jako referenci použijte standard či zbytkové rozpouštědlo. Stanovte počet signálů v  $^1\text{H}$  spektru NMR a jejich integrální plochu, a následně poměr signálů. Stanovte počet signálů  $^{13}\text{C}$  spektra NMR.
6. Z informací s bodu 3. a 4. navrhnete sumární vzorec.
7. S ohledem na přítomné prvky a chemické posuny  $^1\text{H}$  a  $^{13}\text{C}$  jader navrhnete strukturní fragmenty molekuly s pomocí tabulek chemických posunů či programu SpecTool. Znovu navrhnete sumární vzorec a ověřte jeho smysluplnost výpočtem stupně nenasycenosti.
8. Na základě multiplicity signálů v  $^1\text{H}$  spektru zpřesněte fragmenty molekuly; uvažte možnou symetrii molekuly.
9. Navrhnete strukturu organické sloučeniny a v programu ChemDraw a/nebo SpecTool provedte predikci chemických posunů  $^1\text{H}$  a  $^{13}\text{C}$  jader. Porovnejte chemické posuny predikce s experimentálními. V případě malých rozdílů považujte strukturu za správnou.

Za malý rozdíl je považováno ca. 0,3 ppm u chemických posunů  $^1\text{H}$  jader a ca. 2 ppm u chemických posunů  $^{13}\text{C}$  jader. Pokud jsou rozdíly velké, zkontrolujte předchozí postup a navrhněte jinou strukturu.

10. Do souboru tabulkového procesoru zaznamenejte navrženou strukturu, a hodnoty a rozdíly chemických posunů predikce a experimentu.

### **Postup pro vyhodnocení závadnosti lihoviny**

1. Spočítejte molární hmotnosti ethanolu, methanolu a vody.
2. Zpracujte FID záznamy  $^1\text{H}$  NMR experimentu. U získaných spekter upravte fázi, korigujte základní linii, jako referenci užíjte standard či zbytkové rozpouštědlo.
3. Určete signály ethanolu, methanolu a vody, a odečtěte jejich integrální hodnoty; neopomeňte přítomnost hydroxylových skupin ethanolu a methanolu.
4. V tabulkovém procesoru vytvořte výpočet pro stanovení molárního a hmotnostního obsahu zastoupených složek, a výpočet molárního a hmotnostního poměru methanolu a ethanolu. Aromatické složky a nečistoty zanedbejte, jsou-li zanedbatelné.
5. Do souboru tabulkového procesoru zaznamenejte, zda je analyzovaná lihovina z hlediska obsahu methanolu nezávadná.
6. Soubor tabulkového procesoru uložte do výše určené složky a na své paměťové médium. Soubor můžete dále upravovat. Konečnou verzi odešlete do půlnoci na email [dolenskb@vscht.cz](mailto:dolenskb@vscht.cz).

### **Reference**

1. Více o molárních hmotnostech na stránkách Komise pro izotopické zastoupení a atomové hmotnosti při IUPAC (CIAAW, The Commission on Isotopic Abundances and Atomic Weights, [www.ciaaw.org](http://www.ciaaw.org)).