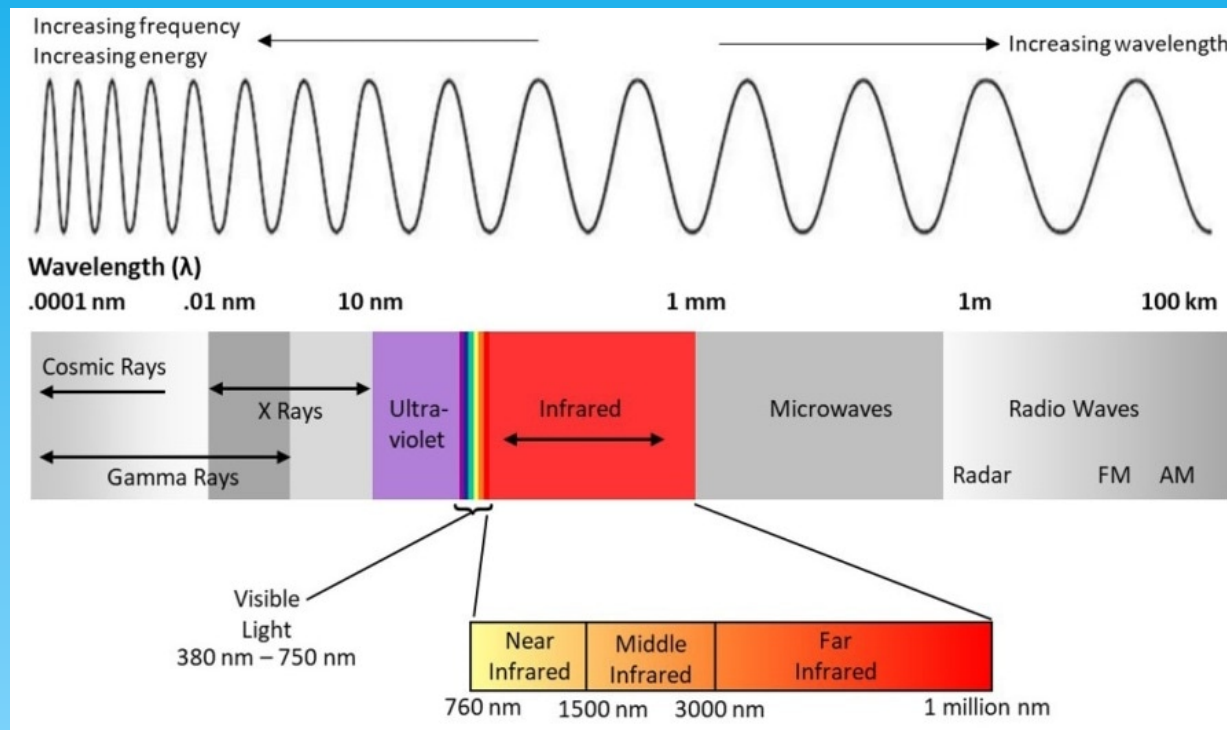


ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΕΝΟΡΓΑΝΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

Εργαστηριακή άσκηση 2 : Φασματοσκοπία I.R

Φασματοσκοπία I.R

Η περιοχή υπερώθρου IR καλύπτει την περιοχή μετά το ορατό ($7,8 \times 10^{-2} \text{ cm} - 10^{-2} \text{ cm}$ ή από $0,76$ έως $1000 \mu\text{m}$)



Σε αντίθεση με τη φασματοσκοπία υπεριώδους και ορατού, στη φασματοσκοπία υπερώθρου αντί του μήκους κύματος της ακτινοβολίας, λ , χρησιμοποιείται ο κυματαριθμός, $\tilde{\nu}$, για τον οποίο ισχύει:

$$\tilde{\nu} = \frac{\nu}{c} \quad \nu (\text{cm}^{-1}) = 1 / \lambda(\text{cm}) \quad \tilde{\nu} = \frac{1}{\lambda}$$

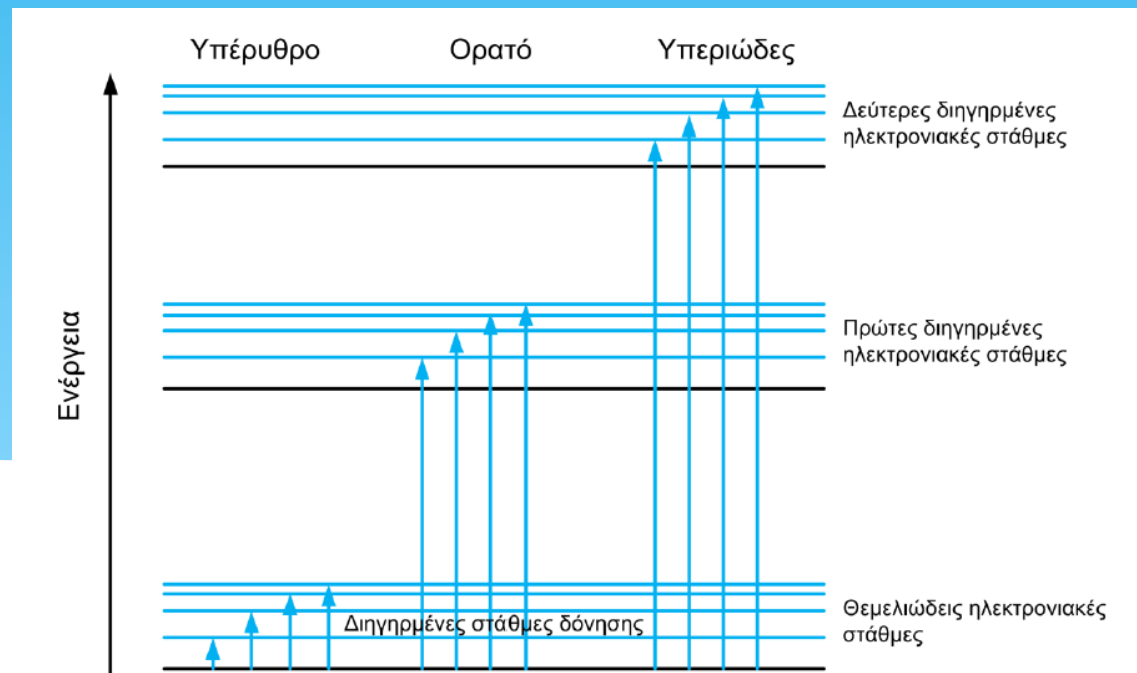
Η φασματική περιοχή της υπέρυθρης ακτινοβολίας μπορεί να διαιρεθεί σε τρεις υποπεριοχές: την εγγύς υπέρυθρη (NIR, 0,75 – 3 μm), τη μέση υπέρυθρη (MWIR, 3 – 30 μm) και την άπω υπέρυθρη περιοχή (FIR, 30 - 1000 μm). Στον παρακάτω πίνακα δίνονται οι παραπάνω περιοχές, με το αντίστοιχο εύρος μηκών κύματος σε μm και κυματαριθμών σε cm^{-1} .

Περιοχή	Μήκος κύματος / μm	Κυματαριθμός / cm^{-1}
Εγγύς Υπέρυθρη	0,75 - 3	13300 - 3330
Μέση Υπέρυθρη	3 - 30	4000 - 330
Άπω Υπέρυθρη	30 - 1000	330-10

Τα περισσότερα φάσματα υπέρυθρου λαμβάνονται και αξιολογούνται στην περιοχή 4000 – 400 cm^{-1} .

ΑΡΧΗ ΦΑΣΜΑΤΟΣΚΟΠΙΑΣ ΥΠΕΡΥΘΡΟΥ

Στο παρακάτω σχήμα , παρουσιάζονται διαφορετικά ενεργειακά επίπεδα του ίδιου μορίου. Οι τρεις ομάδες οριζόντιων γραμμών, αντιστοιχούν σε τρεις διαφορετικές, ενεργειακά, ηλεκτρονιακές διαμορφώσεις (configurations). Η χαμηλότερης ενέργειας, πιο σταθερή ηλεκτρονιακή διαμόρφωση είναι αυτή της θεμελιώδους κατάστασης (ground state electron configuration). Τα άτομα των μορίων, ακόμα και **όταν βρίσκονται στη θεμελιώδη ενεργειακή κατάσταση, δε μένουν ακίνητα, αλλά εκτελούν δονητικές και περιστροφικές κινήσεις.**



Ακτινοβολία με μήκη κύματος στην υπέρυθρη περιοχή, έχει χαμηλότερη ενέργεια από αυτή στην ορατή ή υπεριώδη περιοχή και για αυτό το λόγο, μπορεί να διεγείρει μόνο τις δονήσεις των μορίων, στην ίδια ηλεκτρονική διαμόρφωση (στάθμη). Τέτοιες διεγέρσεις φαίνονται στην αριστερή ομάδα κάθετων γραμμών του προηγούμενου σχήματος.

Όταν η υπέρυθρη ακτινοβολία αλληλεπιδράσει με το δείγμα που μελετάται, τα μόρια διεγείρονται, αυξάνοντας έτσι την ενέργεια δόνησης και περιστροφής τους. Για να μπορούν τα μόρια του δείγματος να απορροφήσουν στο υπέρυθρο φάσμα, θα πρέπει η συχνότητα της προσπίπτουσας ακτινοβολίας να συμπίπτει με τη συχνότητα δόνησης των ατόμων του δεσμού. (Η ΕΝΕΡΓΕΙΑ ΕΙΝΑΙ ΚΒΑΝΤΙΣΜΕΝΗ)

Η ύπαρξη δόνησης προϋποθέτει την ύπαρξη δεσμού

Καθορισμός των τύπων των δεσμών σε ένα μόριο.

Οι συχνότητες, με τις οποίες δονούνται τα άτομα στο μόριο, εξαρτώνται από τις μάζες των ατόμων (τα πιο βαριά μόρια δονούνται σε χαμηλότερες συχνότητες), τον τύπο του δεσμού (πολλοί και ισχυροί δεσμοί δονούνται σε υψηλότερες συχνότητες) και το σχήμα του μορίου.

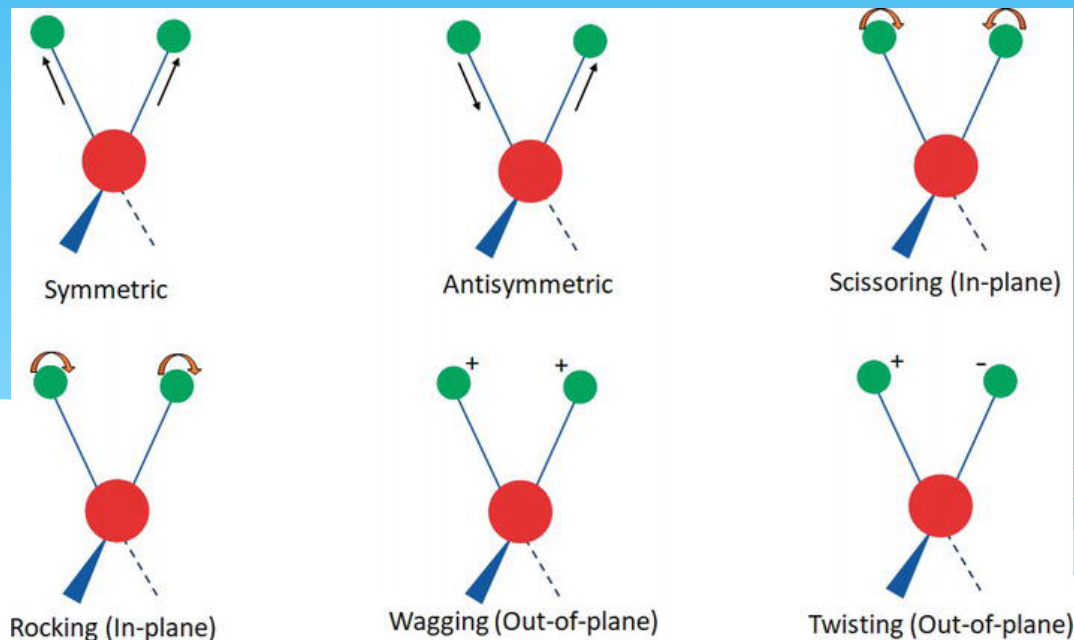
Είδη δονήσεων

1. **Δονήσεις τάσης (stretch)** : όταν τα άτομα πλησιάζουν και απομακρύνονται κατά μήκος του δεσμού.

Οι δεσμοί δεν είναι στατικοί...(Φανταστείτε τους σαν ελατήρια !!!) Αυξάνεται και μειώνεται το μήκος του δεσμού



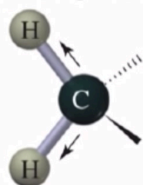
2. **Δονήσεις κάμψης (bending)** : όταν τα άτομα κινούνται με τέτοιο τρόπο ώστε να αλλάζει η γωνία των δεσμών.



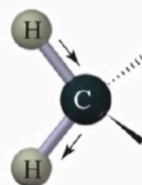
General Theory of IR Spectroscopy

Normal modes of vibration = stretching and bending

Stretching vibrations

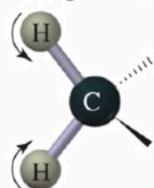


symmetric stretch

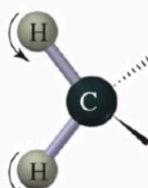


asymmetric stretch

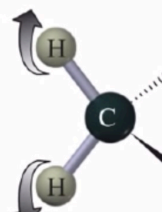
Bending vibrations



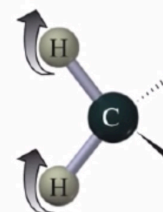
symmetric in-plane
bend (scissor)



asymmetric in-plane
bend (rock)



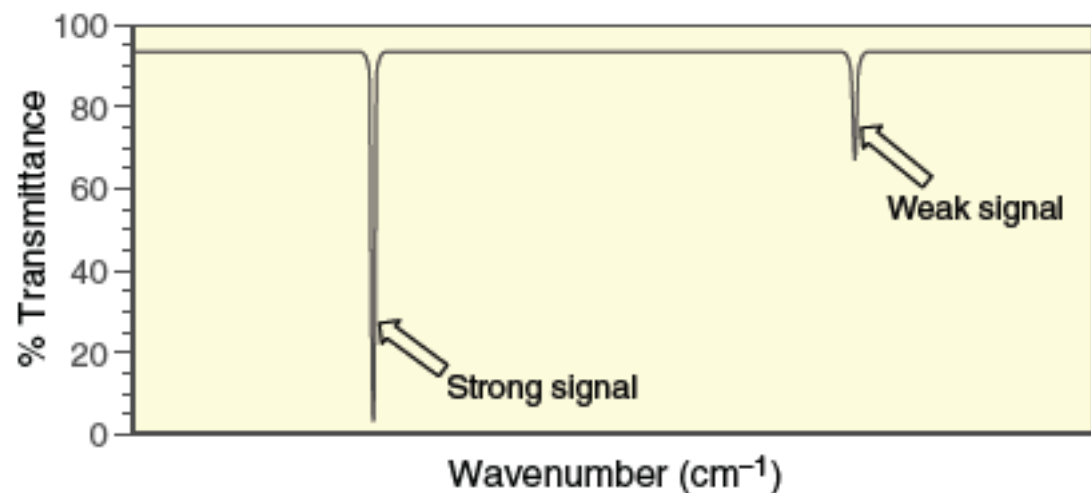
symmetric out-of-plane
bend (twist)



asymmetric out-of-plane
bend (wag)

σειεται (wagging mode)
κλυδωνίζεται (rocking mode),
στρεβλώνεται (twisting mode)
ψαλιδωτή κίνηση (scissoring mode)

<https://www.youtube.com/watch?v=YOmB4ve64Qc>

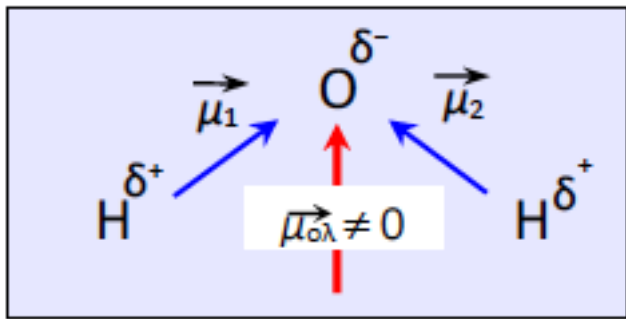


2. Δίπολα μόρια - Διπολική ροπή

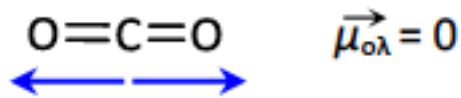
Είδαμε ότι στο μόριο του HCl εμφανίζεται ένα θετικό (δ^+) και ένα αρνητικό κέντρο (δ^-). Για το λόγο αυτό το μόριο χαρακτηρίζεται ως ηλεκτρικό δίπολο καθώς αντιστοιχεί σε ένα θετικό και ένα αρνητικό φορτίο ίσου μέτρου, σε ορισμένη μεταξύ τους απόσταση r . Μέτρο της πολικότητας ενός μορίου αποτελεί η διπολική ροπή (μ), ένα διανυσματικό μέγεθος από το θετικό προς το αρνητικό κέντρο, το μέτρο του οποίου δίνεται από τη σχέση:

$$\mu = \delta \cdot r$$

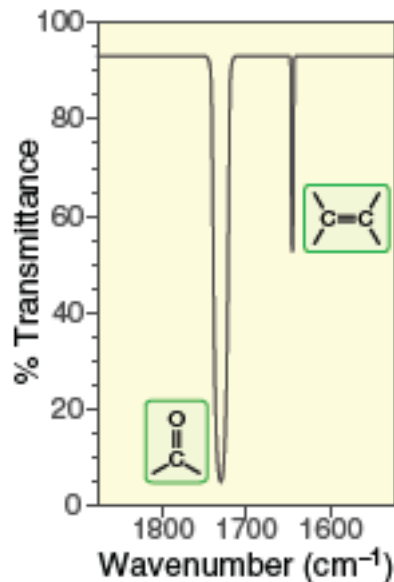
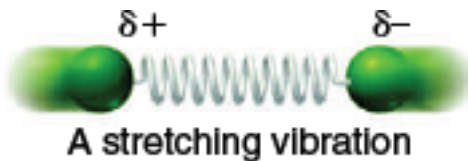
όπου δ το μερικό φορτίο (δ^+ ή δ^-) και r η απόσταση μεταξύ των δύο μερικών φορτίων (πόλων).



Διπολική ροπή στα μόρια νερού και CO₂
Είναι ένα διανυσματικό μέγεθος



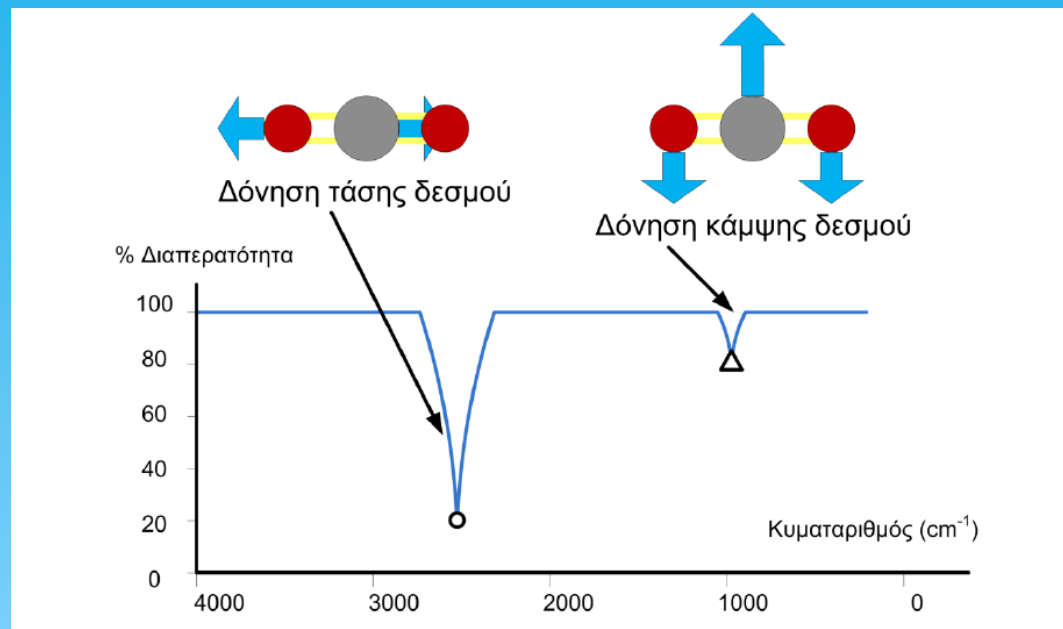
Για να υπάρξει απορρόφηση στην υπέρυθη περιοχή, θα πρέπει να υπάρχει μεταβολή της διπολικής ροπής κατά τη διάρκεια της δόνησης. Σε αντίθετη περίπτωση, η δόνηση είναι ανενεργή στην υπέρυθη περιοχή.



Ισχυρότερο δίπολο στο
Καρβονύλιο !!!!

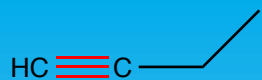
Ο αριθμός των τρόπων δόνησης ενός μορίου είναι $3N-5$ για γραμμικά μόρια και $3N-6$ για μη γραμμικά μόρια, όπου N ο αριθμός των ατόμων του μορίου.

Π.χ το μόριο του CO_2 , που είναι τριατομικό, γραμμικό μόριο έχει 4 τρόπους δόνησης: μία (1) συμμετρική δόνηση τάσης του δεσμού C-O, δύο (2) δονήσεις κάμψης των δεσμών O-C-O και μία (1) μη συμμετρική δόνηση τάσης του δεσμού C-O



Όταν η δόνηση ενός δεσμού είναι συμμετρική, δεν παρατηρείται απορρόφηση υπέρυθρης ακτινοβολίας. Για να υπάρξει απορρόφηση στην υπέρυθρη περιοχή, θα πρέπει να υπάρχει μεταβολή της διπολικής ροπής κατά τη διάρκεια της δόνησης. Σε αντίθετη περίπτωση, η δόνηση είναι ανενεργή στην υπέρυθρη περιοχή. Όσο μεγαλύτερη είναι η μεταβολή της διπολικής ροπής, τόσο ισχυρότερη είναι η απορρόφηση.

Παράδειγμα

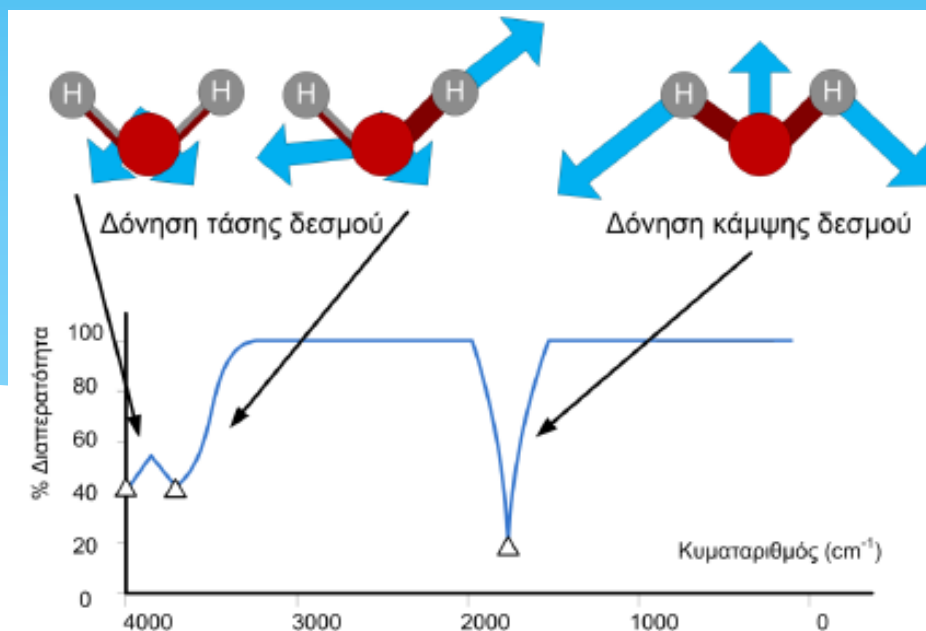


I.R active



I.R inactive (εδώ έχω συμμετρία)

Π.χ Το μόριο του H₂O που είναι τριατομικό, μη γραμμικό μόριο έχει 3 τρόπους δόνησης: μία (1) συμμετρική δόνηση τάσης του δεσμού H-O, μία (1) δόνηση κάμψης των δεσμών H-O-H και μία (1) μη συμμετρική δόνηση τάσης του δεσμού H-O

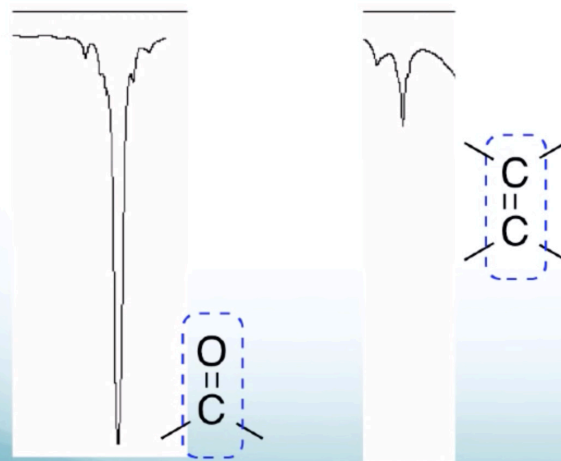


Όσο πιο πολικός ο δεσμός τόσο μεγαλύτερη απορρόφηση θα έχει σε σχέση με ένα μη πολικό δεσμό

O-H > N-H > C-H
Most intense less intense

Signal Intensity in an IR Spectrum

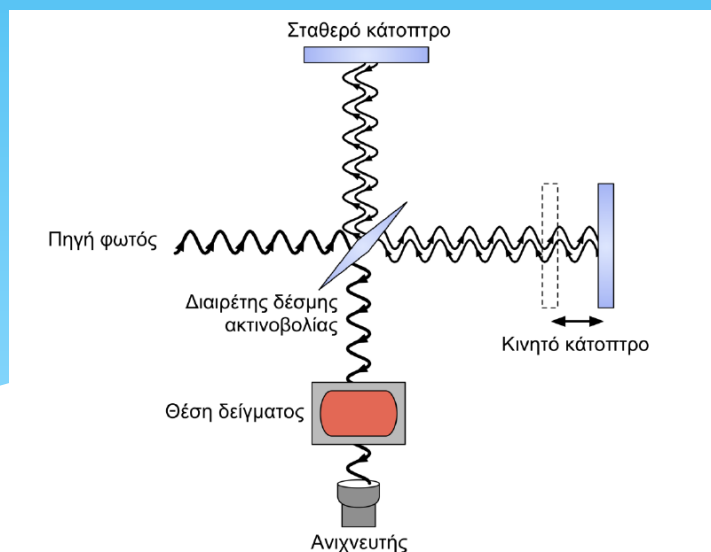
A more polar bond will have a stronger absorption than a less polar bond.



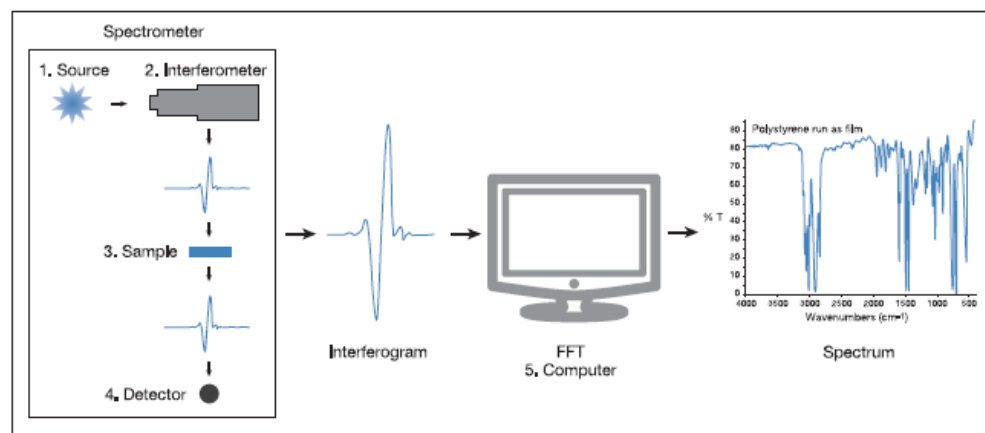
- Συνήθως λαμβάνουμε φάσματα διαπερατότητας
- Έχουμε ασθενή (weak), μεσαία (medium) και ισχυρά (strong) σήματα.
- Καθώς και narrow ή broad.
- Χρήσιμο για πληροφορίες σχετικά με την παρουσία ή απουσία **λειτουργικών ομάδων**.
- Παρέχει μοριακό δακτυλικό αποτύπωμα – χρήσιμο για σύγκριση δειγμάτων
- Δεν παρέχει λεπτομερείς πληροφορίες για τον μοριακό ή συντακτικό τύπο μίας ένωσης.
- Επομένως είναι σχετικά περιορισμένη η εφαρμογή του: Χρησιμοποιείται συνήθως σε συνδυασμό με άλλες μεθόδους.

Fourier – Transform I.R (FT-I.R)

Στη φασματοσκοπία υπέρυθρου με μετασχηματισμό Fourier (FTIR), το συμβολόμετρο Michelson, γνωστό ήδη από τα τέλη του 19ου αιώνα, αποτελεί την καρδιά της τεχνικής. Το συμβολόμετρο Michelson είναι μια διάταξη οπτικών, που απαρτίζεται από δύο κάτοπτρα κάθετα μεταξύ τους, εκ των οποίων το ένα είναι κινητό, και ένα διαιρέτη δέσμης (beam splitter) που παρεμβάλλεται μεταξύ τους σε γωνία 45ο. Το συμβολόμετρο Michelson χωρίζει μια δέσμη ακτινοβολίας σε δύο δέσμες και τις επανασυνθέτει, αφού πρώτα ακολουθήσουν ξεχωριστές διαδρομές που διαφέρουν στο μήκος. Οι μεταβολές της έντασης της επαλληλίας των δύο δεσμών ακτινοβολίας ως συνάρτηση της διαφοράς των οπτικών διαδρομών καταγράφονται από έναν ανιχνευτή

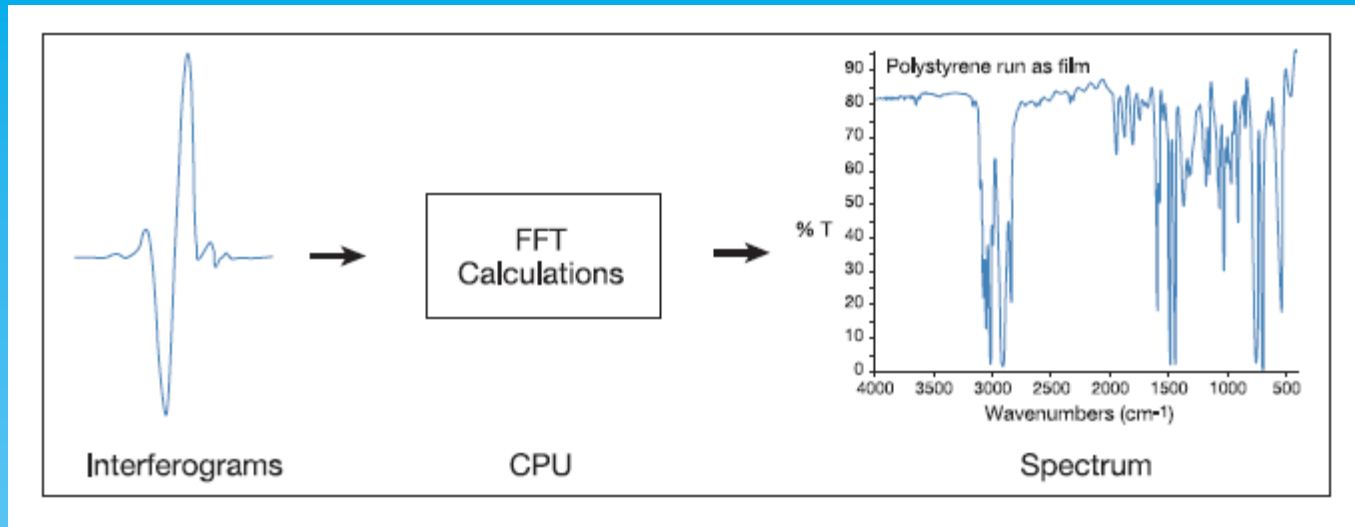


Συμβολόμετρο Michelson



Το συμβολογράφημα μετατρέπεται σε φάσμα

Η μαθηματική επεξεργασία του συμβολογραφήματος (μετασχηματισμός Fourier) δίνει το φάσμα απορρόφησης υπερούθρου.



ΠΛΕΟΝΕΚΤΗΜΑΤΑ FT – IR.

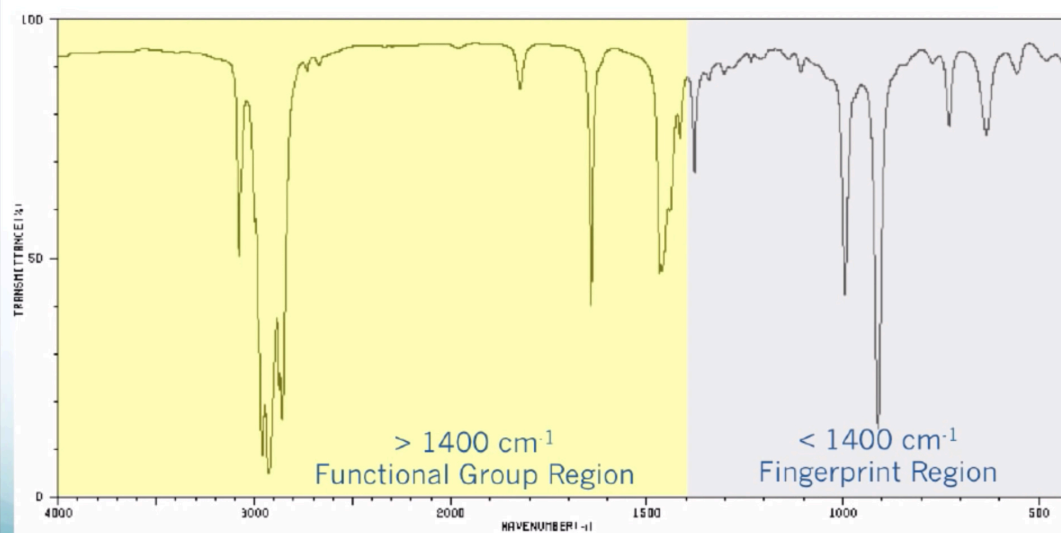
- Πιο ακριβής μέθοδος που δεν απαιτεί εξωτερικό calibration
- Χρόνος λήψης φάσματος – μία σάρωση ανά δευτερόλεπτο
- Ευαισθησία – οι σαρώσεις (scans) προστίθενται με αποτέλεσμα να ελαχιστοποιείται ο θόρυβος.
- Με κατάλληλο λογισμικό μπορεί να γίνει ποσοτική ανάλυση.

Φάσματα I.R

Τα φάσματα υπέρυθρου είναι γραφικές παραστάσεις της διαπερατότητας, %T, (κυρίως) αλλά και της απορρόφησης, A, έναντι του κυματαριθμού, ν (cm^{-1}). Ένα φάσμα υπέρυθρου μπορεί να χωριστεί στις παρακάτω περιοχές, με βάση τα άτομα ή τις ομάδες των οποίων οι δονήσεις προκαλούν απορρόφηση στο IR

Location of Peaks in an IR Spectrum

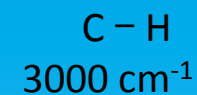
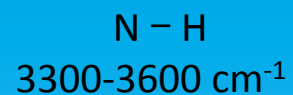
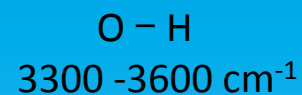
Two General Regions in an IR Spectrum:



Περιοχή λειτουργικών ομάδων
(εδώ επικεντρωνόμαστε) $> 1400 \text{ cm}^{-1}$

Περιοχή «δακτυλικού αποτυπώματος»
(πολύπλοκη περιοχή) $< 1400 \text{ cm}^{-1}$

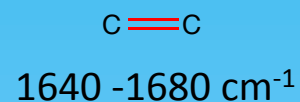
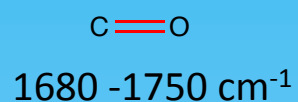
1. Περιοχή 4000-2500 cm^{-1} (δονήσεις τάσης απλών δεσμών)



2. Περιοχή 2500 -2000 cm^{-1} (δονήσεις τάσης τριπλών δεσμών)



3. Περιοχή 2000 -1500 cm^{-1} (δονήσεις τάσης διπλών δεσμών)



4. Περιοχή κάτω από τα 1500 cm^{-1} (δακτυλικό αποτύπωμα)

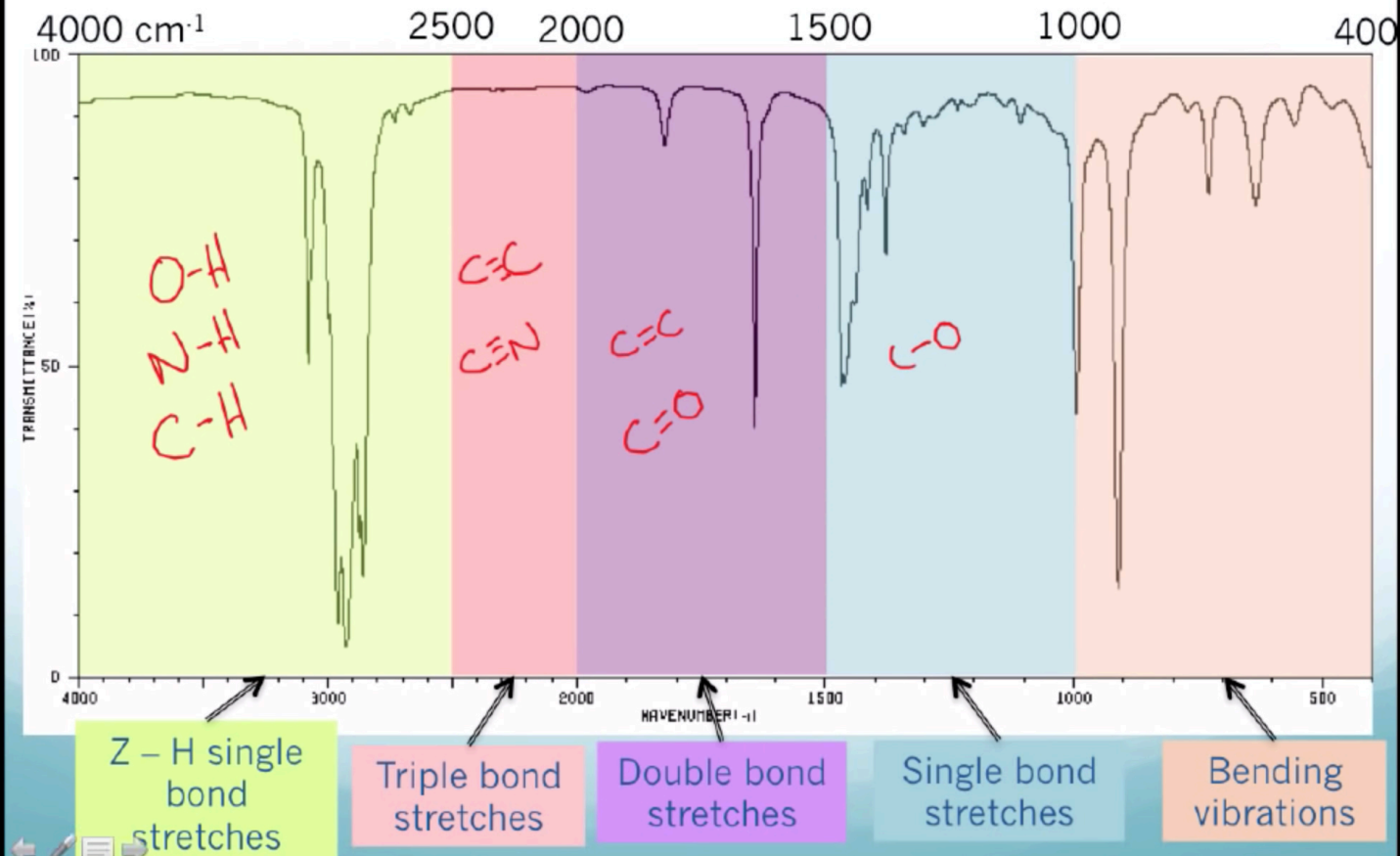
Δόνηση τάσης απλών δεσμών



(από τα 1000 - 400 cm^{-1} έχω δονήσεις κάμψης - bending)

Location of Peaks in an IR Spectrum

More Specific Regions in an IR Spectrum:



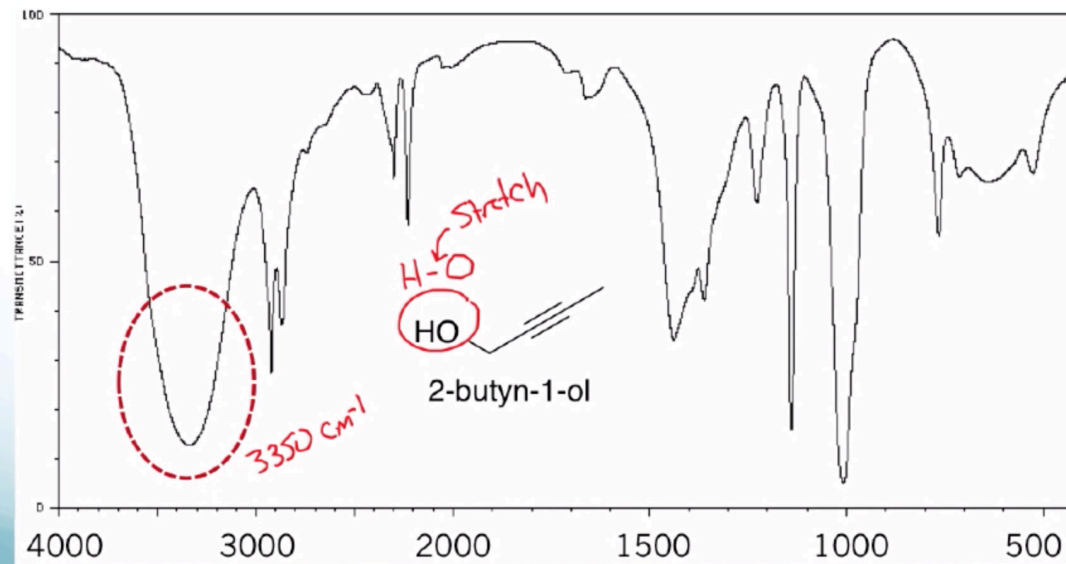
Αλκοόλες **O-H** ευρεία, ισχυρή χαρακτηριστική απορρόφηση σε 3200-3600 cm^{-1}
Είναι σαν γλώσσα (tongue).

Location of Peaks in an IR Spectrum

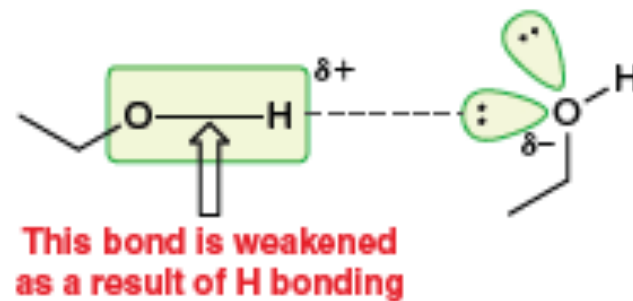
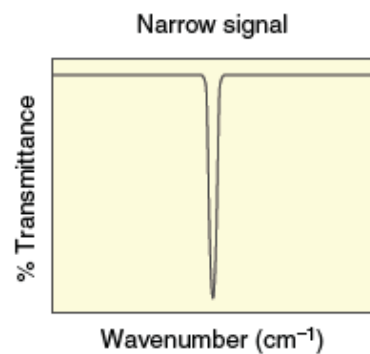
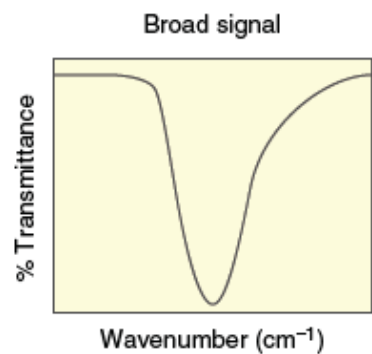
Hydroxyl Group, OH

Generally broad and intense $\sim 3300 \text{ cm}^{-1}$

$3200 - 3600 \text{ cm}^{-1}$

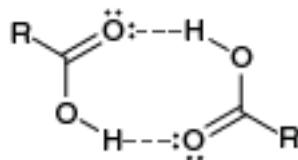


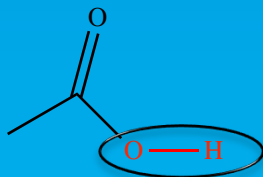
Σχήμα σήματος απορρόφησης – Δεσμός υδρογόνου



Οι O – H δεσμοί εξασθενούν λόγω των δεσμών H και έτσι εμφανίζεται μια κατανομή των Απορροφήσεων λόγω της δόνησης O-H

Το ίδιο συμβαίνει όταν έχω καρβοξύλιο.....

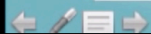
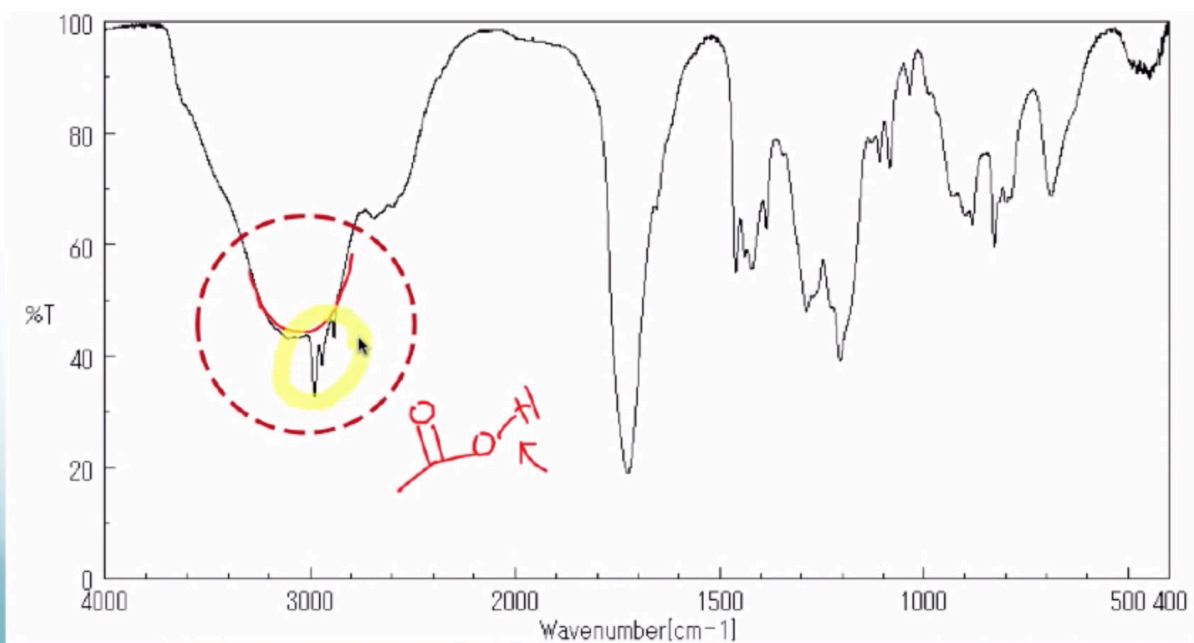




Location of Peaks in an IR Spectrum

Carboxylic Acid OH Group

A Carboxylic Acid O-H stretch is generally lower in frequency and even more broad than an alcohol OH. Often $\sim 3000\text{ cm}^{-1}$



Αμίνες **N-H**

λιγότερο ευρείες κορυφές και με μικρότερη ένταση ($3300 - 3500 \text{ cm}^{-1}$)

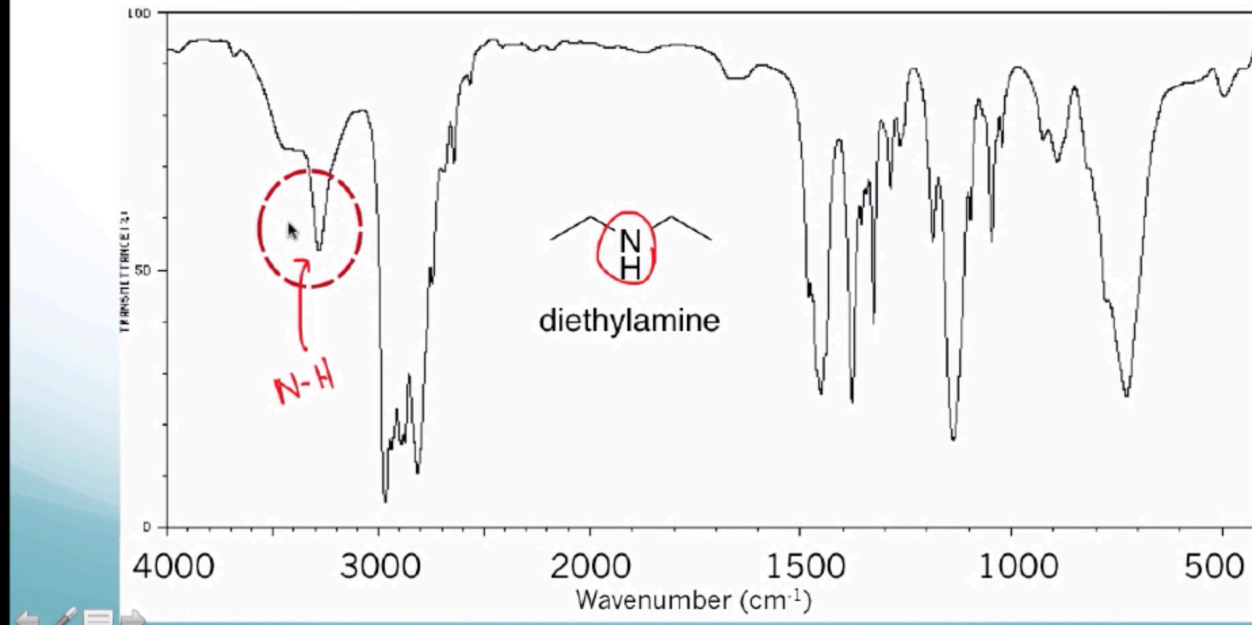
Οι πρωτοταγείς αμίνες δίνουν διπλές κορυφές, οι δευτεροταγείς απλή κορυφή

Location of Peaks in an IR Spectrum

Amine Group, NH and NH₂

Generally less broad and less intense than the OH stretch. Generally appear between 3300 and 3500 cm^{-1}

Secondary amines R₂NH exhibit one N-H stretching band.

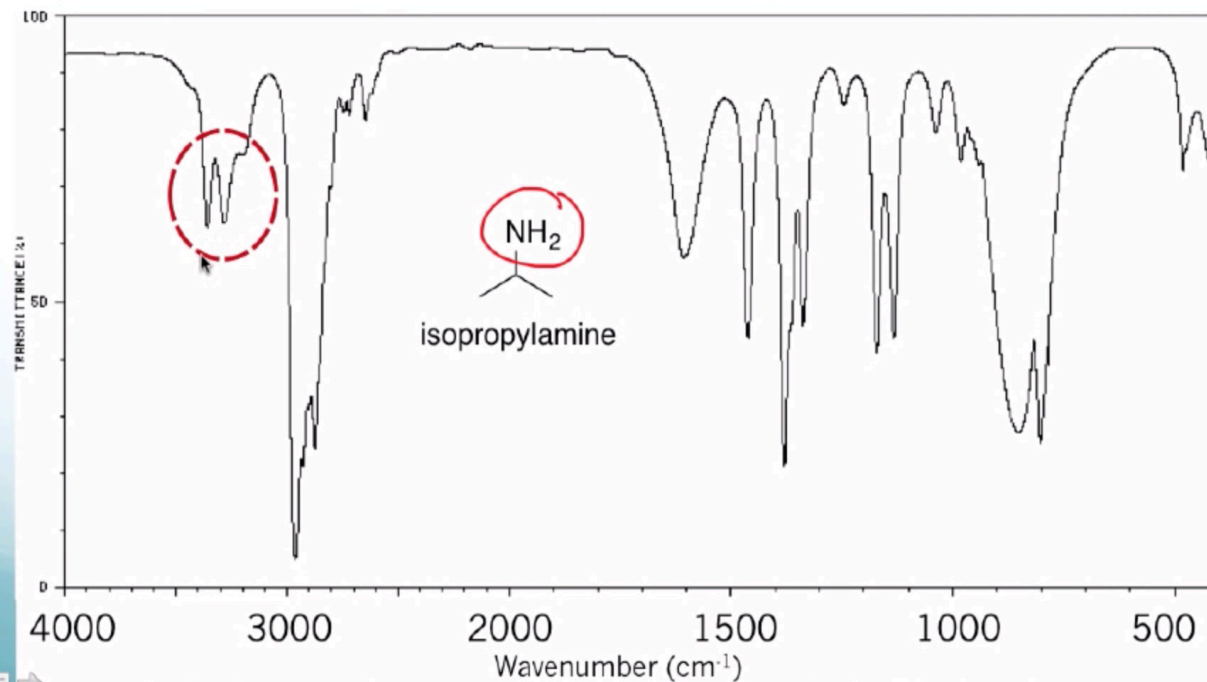


Location of Peaks in an IR Spectrum

Amine Group, NH and NH₂

Generally less broad and less intense than the OH stretch. Generally appear between 3300 and 3500 cm⁻¹

Primary amines R-NH₂ exhibit two N-H stretching bands.



Δεσμός $C-H$ μεταξύ $2700 - 3300\text{ cm}^{-1}$ (intense and narrow)

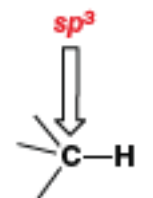
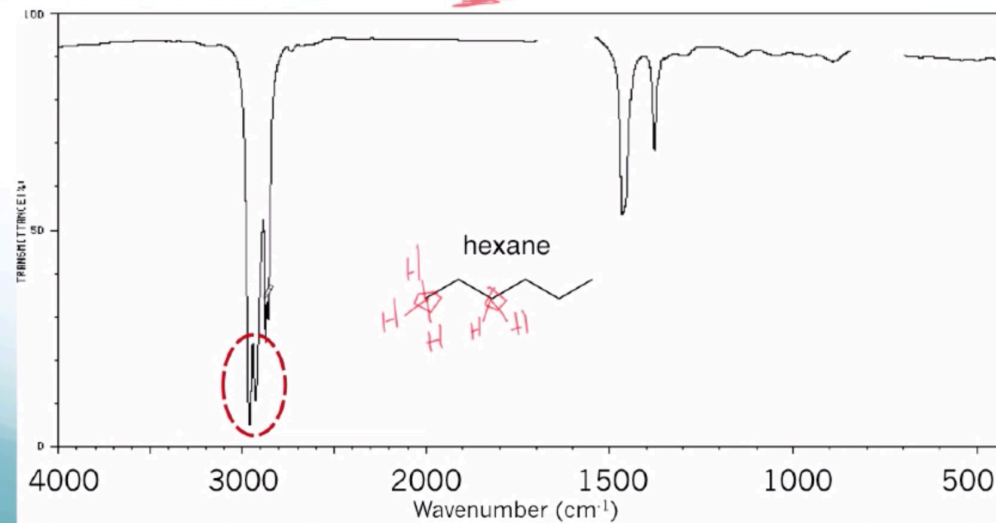
Ο $sp^3 C-H$ βρίσκεται λιγότερο από 3000 cm^{-1} ($2850 - 2960\text{ cm}^{-1}$)

Location of Peaks in an IR Spectrum

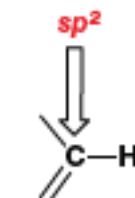
Carbon-Hydrogen, CH

All C-H stretches occur between 2700 and 3300 cm^{-1} . They are relatively intense and typically quite narrow.

Csp^3-H ($-CH_2-H$) appear just below 3000 cm^{-1}



$\sim 2900\text{ cm}^{-1}$



$\sim 3100\text{ cm}^{-1}$



$\sim 3300\text{ cm}^{-1}$

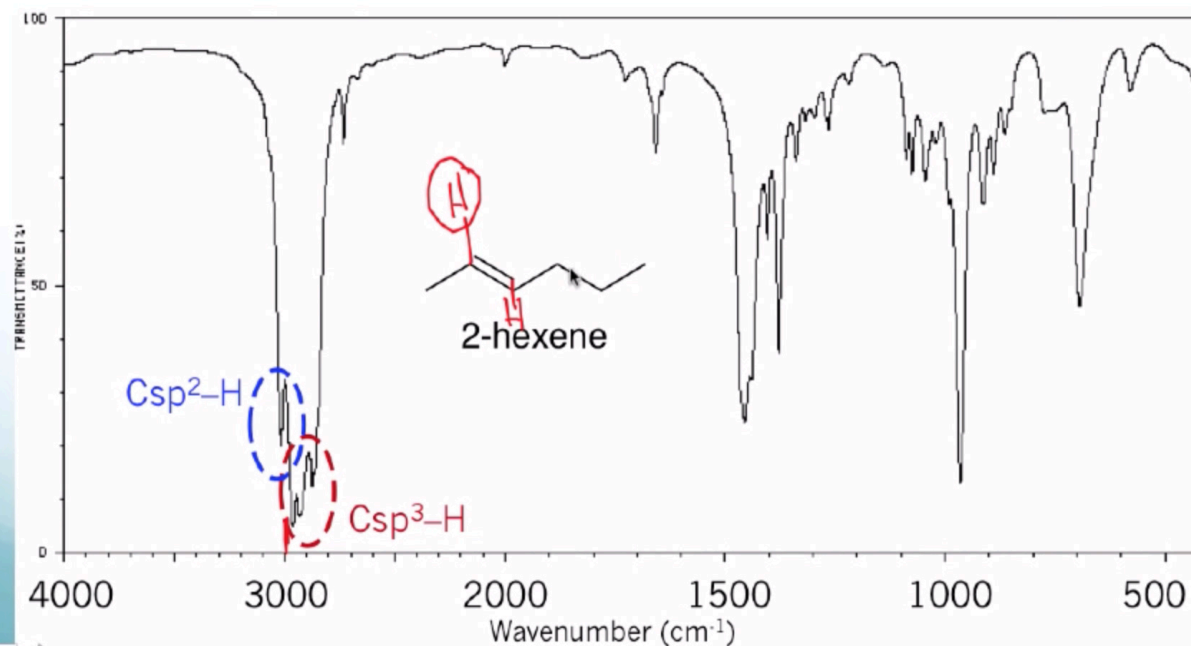
Ο sp^2 C-H βρίσκεται λίγο παραπάνω από 3000cm^{-1} περίπου $3020-3100\text{cm}^{-1}$

Location of Peaks in an IR Spectrum

Carbon-Hydrogen, CH

All C-H stretches occur between 2700 and 3300cm^{-1} . They are relatively intense and typically quite narrow.

Csp^2-H (C=C-H) appear just above 3000cm^{-1}

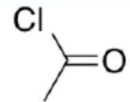
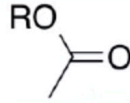
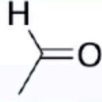
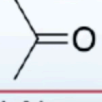
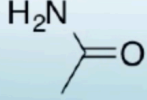


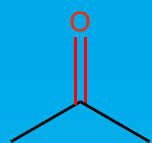
Ομάδα Καρβονυλίου $C=O$ (μοιάζουν με μύτη σπαθιού(swords))

Location of Peaks in an IR Spectrum

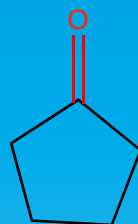
Carbonyl Group, $C=O$

The $C=O$ stretch is very strong and generally appears between $1650-1850\text{ cm}^{-1}$

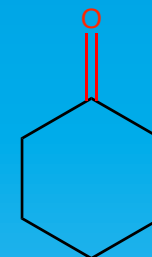
	1750-1850
	1700-1750
	1720-1740
	1680-1750
	1650-1700



1715 cm^{-1}



1750 cm^{-1}



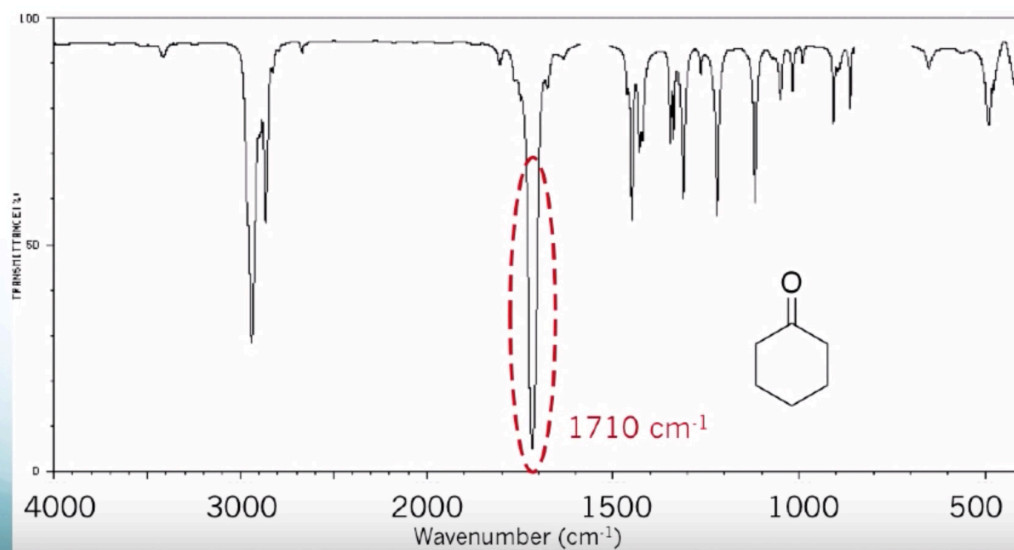
1710 cm^{-1}

IR Spectroscopy Lecture

Location of Peaks in an IR Spectrum

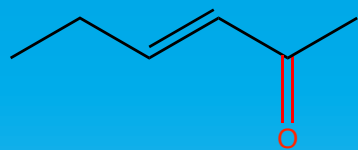
Carbonyl Group, C=O

The C=O stretch is very strong and generally appears between 1650-1850 cm^{-1}

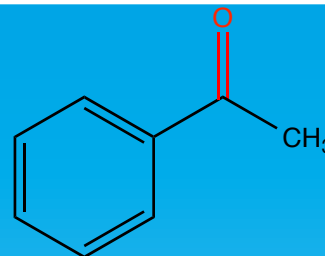


34:53 / 1:03:26





1690 cm^{-1}



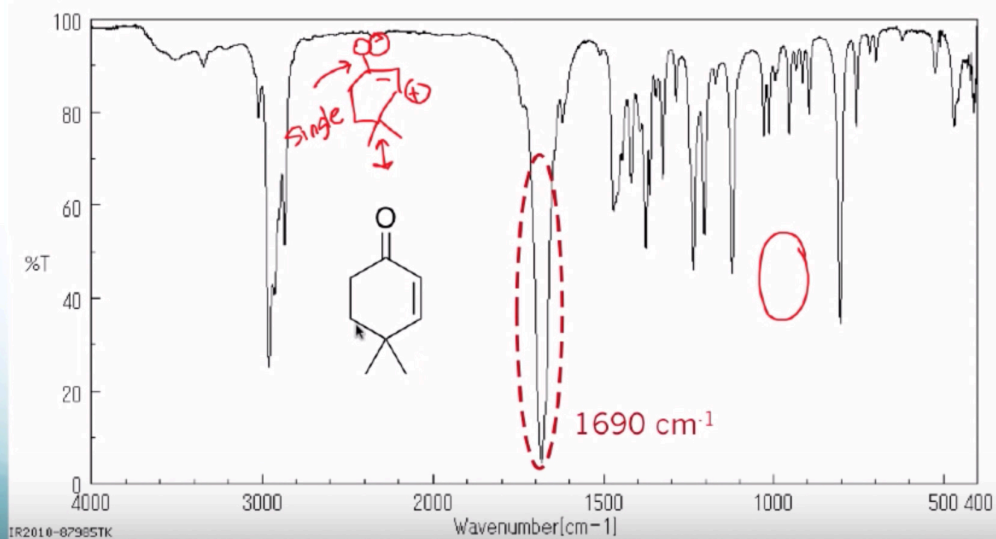
1690 cm^{-1}

IR Spectroscopy Lecture

Location of Peaks in an IR Spectrum

Carbonyl Group, C=O

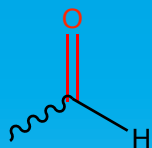
When the C=O is in conjugation to a C=C or a C \equiv C, the frequency is lowered 20-40 cm^{-1}



36:20 / 1:03:26



Αλδεΐδες

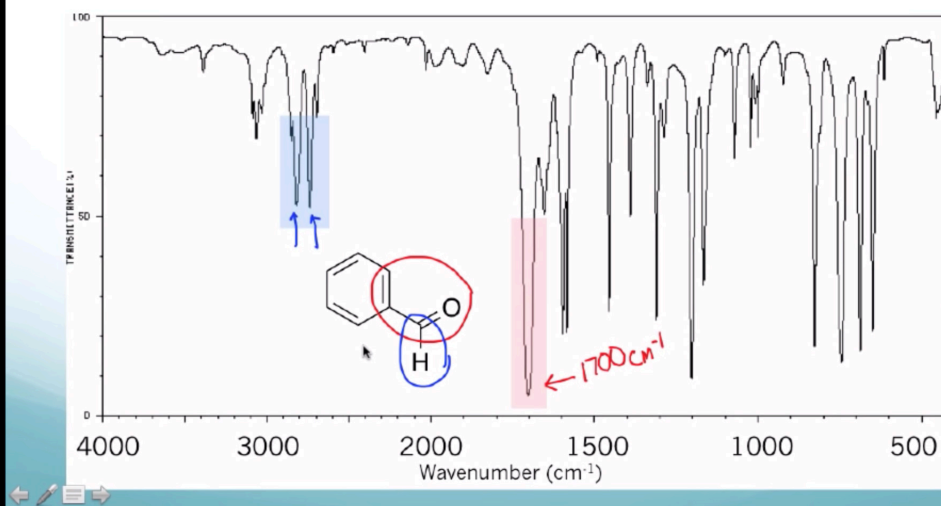


Οι κορεσμένες αλδεΐδες στα 1730 cm^{-1}
ενώ αλδεΐδες δίπλα σε διπλό δεσμό
ή σε αρωματικό δακτύλιο απορροφούν στα 1705 cm^{-1}

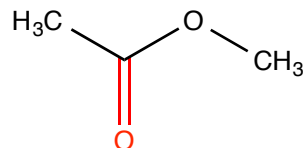
Location of Peaks in an IR Spectrum

Carbonyl Group: Aldehyde

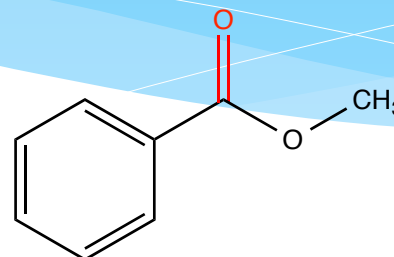
In addition to the C=O stretch, the aldehyde C-H stretch appears as two bands. One will be at ~ 2720 and the other at $\sim 2820\text{ cm}^{-1}$.



Εστέρες



1735 cm^{-1}

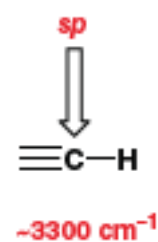
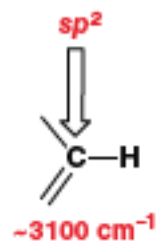
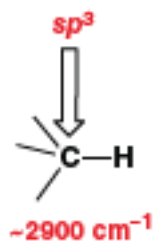
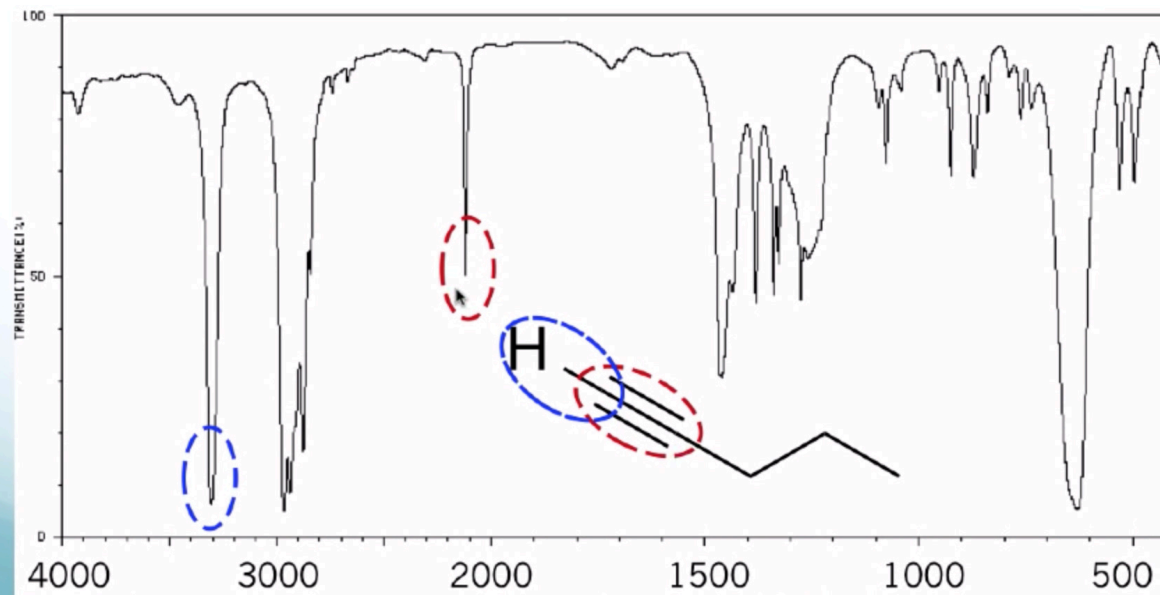


1715 cm^{-1}

Location of Peaks in an IR Spectrum

Alkyne ($C\equiv C$) and Nitrile ($C\equiv N$) Groups

Terminal alkynes are much easier to identify. In addition to the $C\equiv C$ stretch, a sharp $C-H$ stretch at $\sim 3300\text{ cm}^{-1}$ will also be observed.





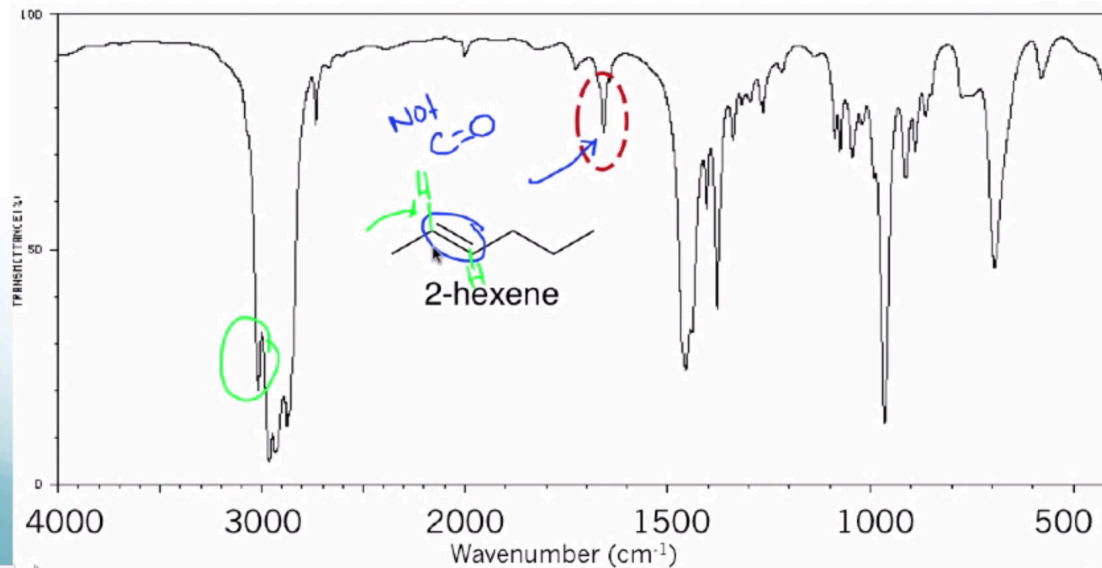
Στα $1620 - 1680\text{ cm}^{-1}$

Είναι οξείες κορυφές αλλά έχουν χαμηλότερη ένταση

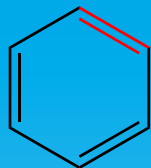
Location of Peaks in an IR Spectrum

Carbon-Carbon Double Bond (C=C)

C=C stretches are one of the more difficult functional groups to identify in an IR spectrum. Alkene stretches occur between 1620 and 1680 cm^{-1} . They are sharper and less intense than C=O signals.



Αρωματικοί άνθρακες

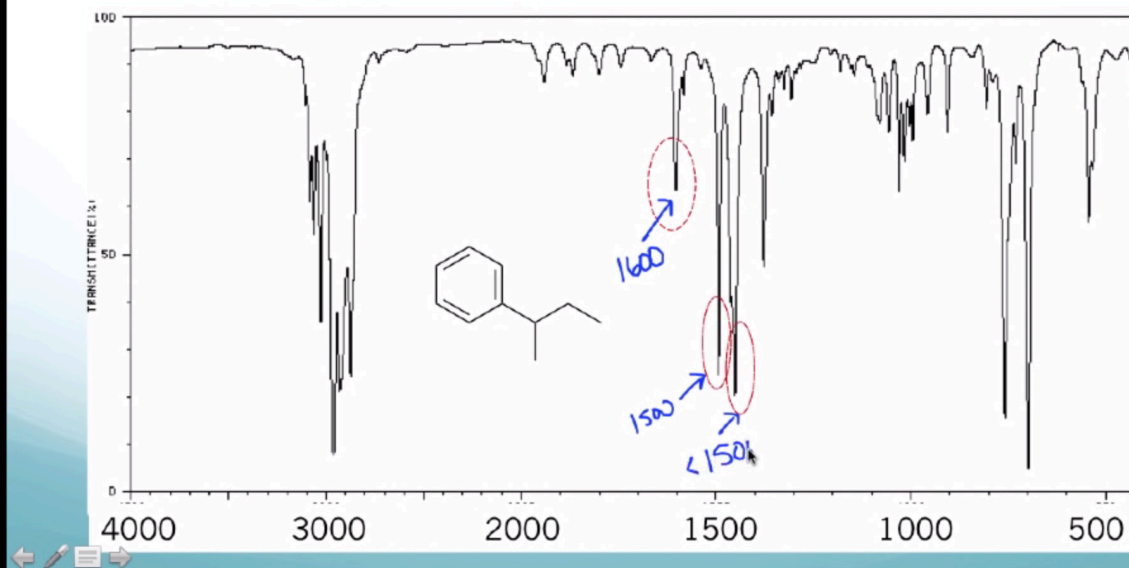


Στα $1400 - 1600 \text{ cm}^{-1}$

Location of Peaks in an IR Spectrum

Aromatic Carbon-Carbon Double Bond (C=C)

C=C stretches corresponding to an aromatic ring generally occur between 1450 and 1600 cm^{-1} . There can be up to three signals: One at ~ 1600 , One at ~ 1500 , and one slightly $< 1500 \text{ cm}^{-1}$.



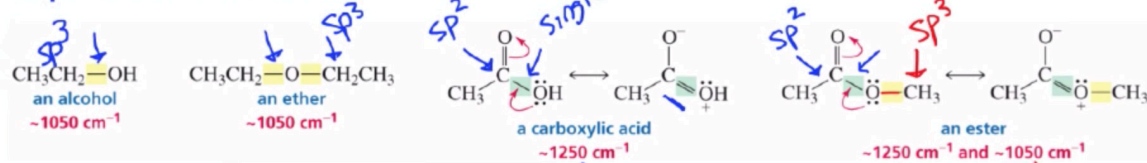
Δεσμός C—O

Location of Peaks in an IR Spectrum

Carbon Oxygen Single Bond Stretch (C—O)

$C_{sp^3}-O$ 1000-1100 cm^{-1}

$C_{sp^2}-O$ 1200-1300 cm^{-1}



The carbon—oxygen bond in an alcohol is a pure single bond.

The carbon—oxygen bond in an ether is a pure single bond.

The carbon—oxygen single bond in a carboxylic acid has partial double bond character.

One carbon—oxygen single bond in an ester is a pure single bond and one has partial double bond character.

Bending information

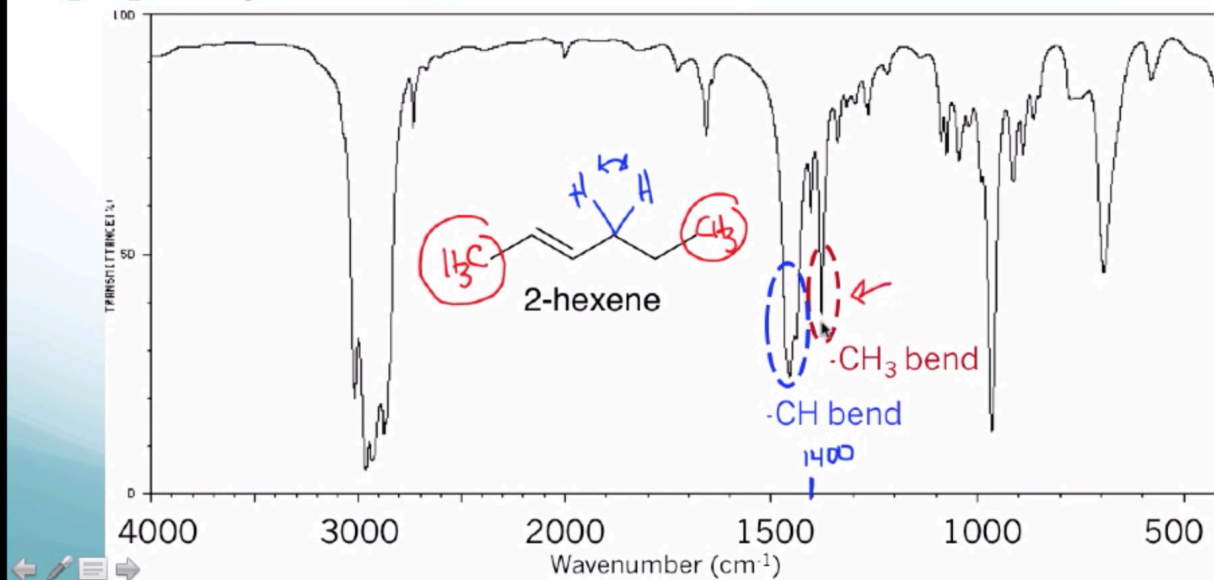
Location of Peaks in an IR Spectrum

Carbon-Hydrogen (C-H) Bending Vibrations

Bending vibrations are generally less pronounced than stretching. Additionally, because the bending vibrations are generally found in the fingerprint region, they are often hard to identify.

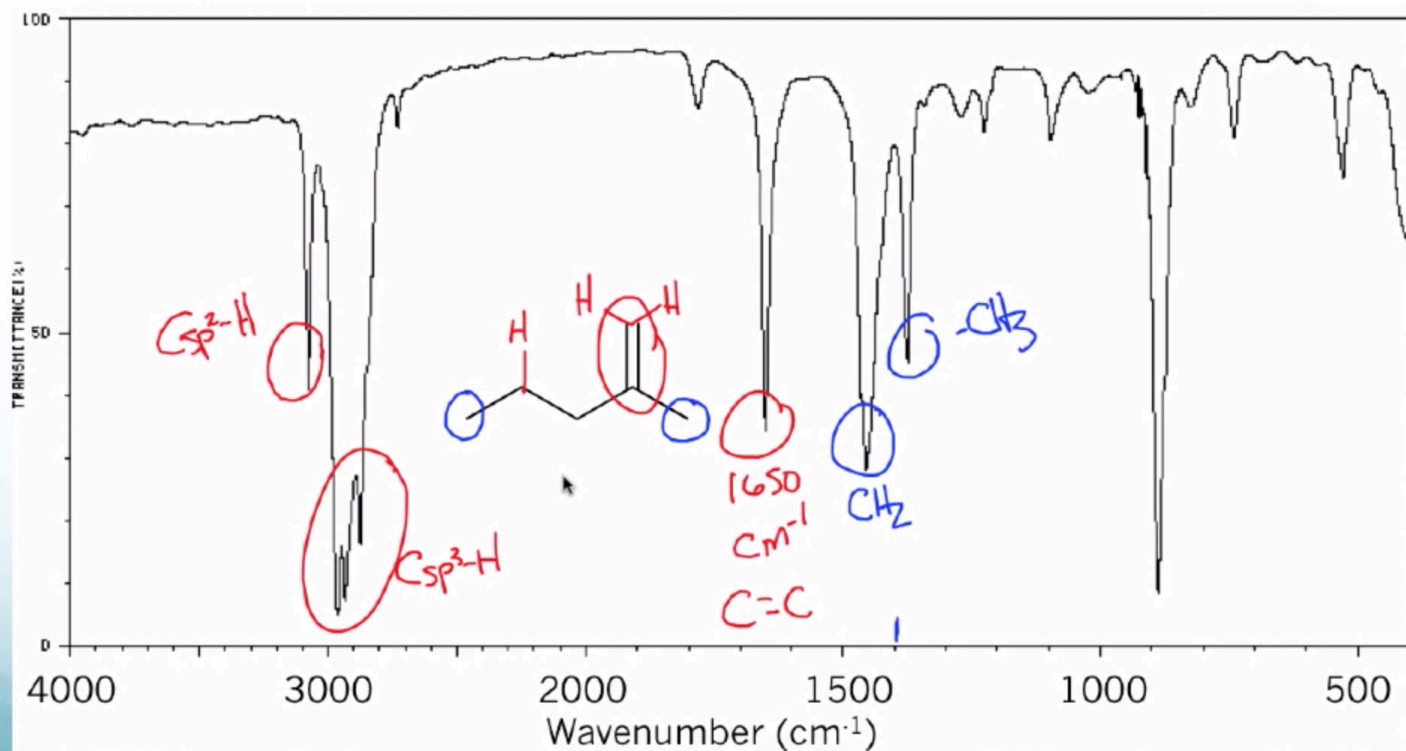
-CH₃ bending just below 1400 cm⁻¹

R₂CH₂ and R₃CH bending just above 1400 cm⁻¹



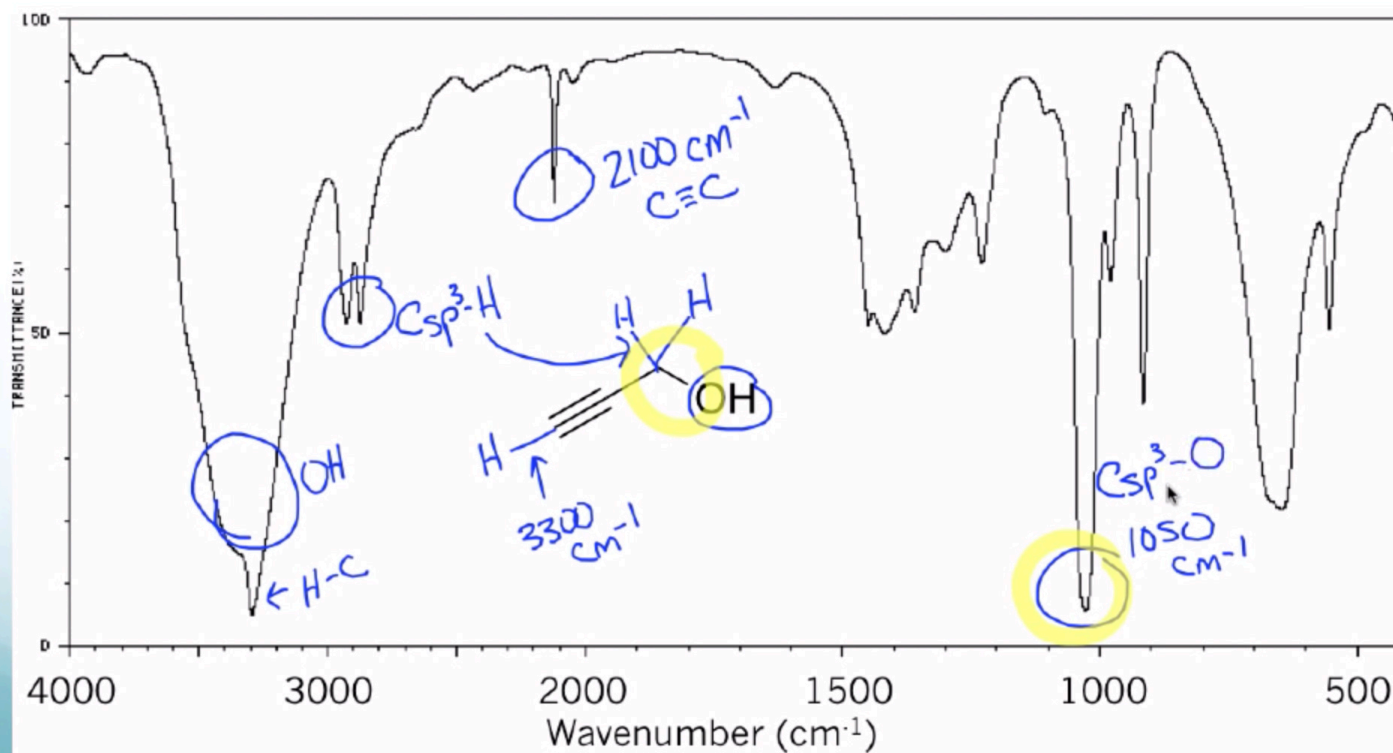
Guide to Analyzing an IR Spectrum

2-methyl-1-pentene



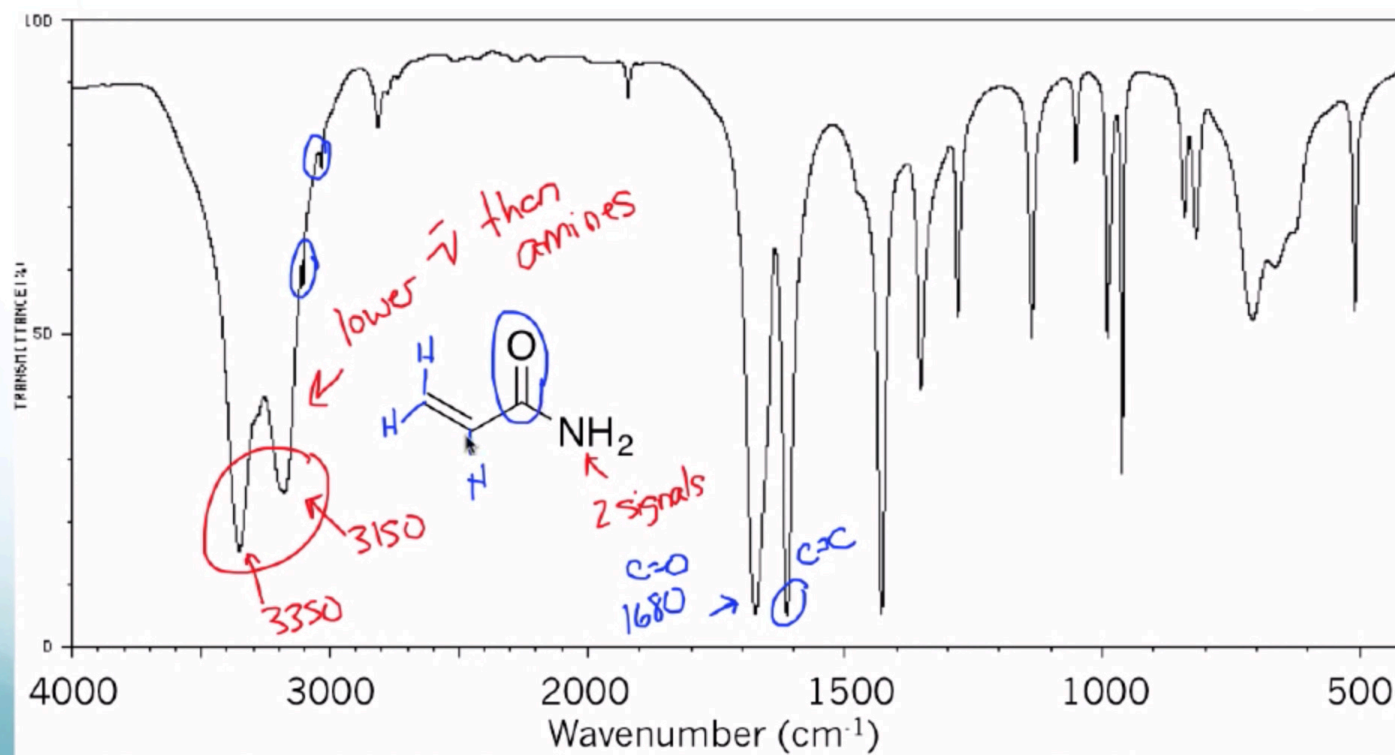
Guide to Analyzing an IR Spectrum

2-propyn-1-ol



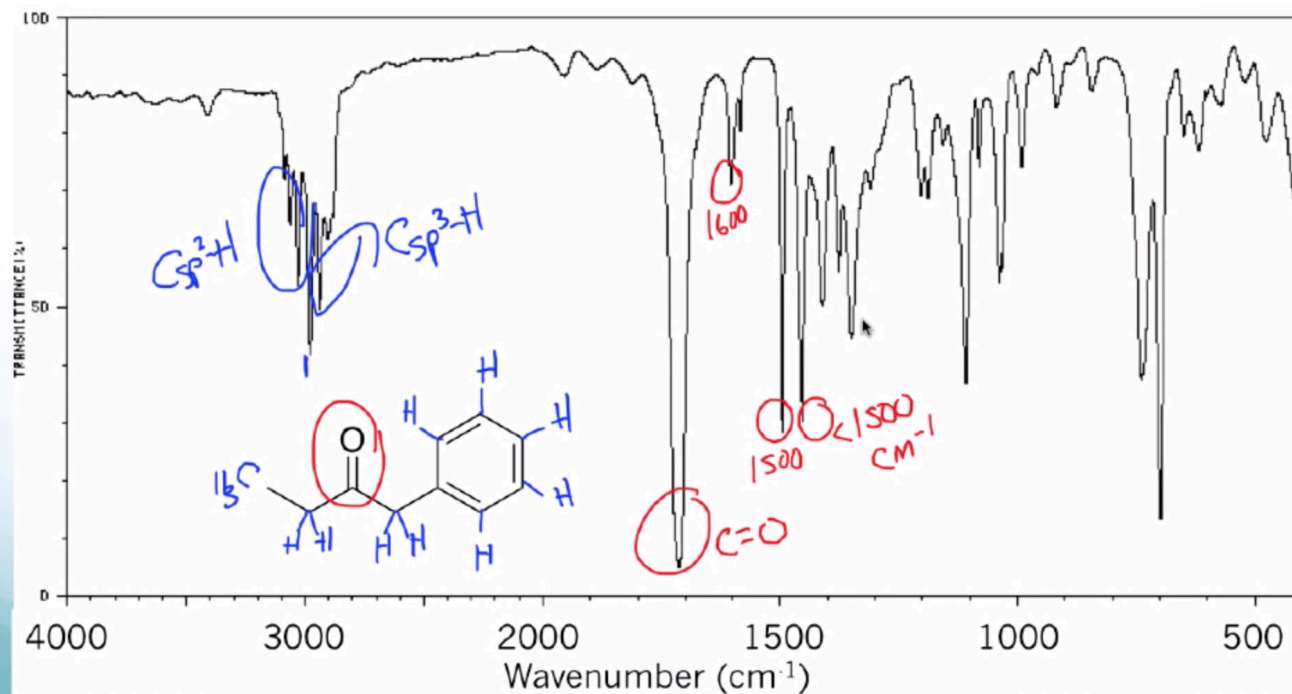
Guide to Analyzing an IR Spectrum

acrylamide



Guide to Analyzing an IR Spectrum

ethyl benzyl ketone



Για όσες / όσους ενδιαφέρεστε για ένα πραγματικά εκπαιδευτικό βίντεο.....έχει διάρκεια μιας ώρας βέβαια.....

<https://www.youtube.com/watch?v=u2IBdtINsrQ&t=2476s>

Προσδιορισμός γλυκόζης με φασματοσκοπία FT - IR

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Όργανα - σκεύη -αντιδραστήρια

- φασματοφωτόμετρο FT-IR Shimadzu 8300
- Ξηρό KBr
- Γλυκόζη (ξηρή)
- Γουδί (από αχάτη)
- Ειδική συσκευή συμπίεσης
- Χάρτινη θήκη (holder)
- Λαβίδα
- Αναλυτικός ζυγός
- Πρέσα μορφοποίησης
- Αντλία



ΣΗΜΕΙΩΣΗ

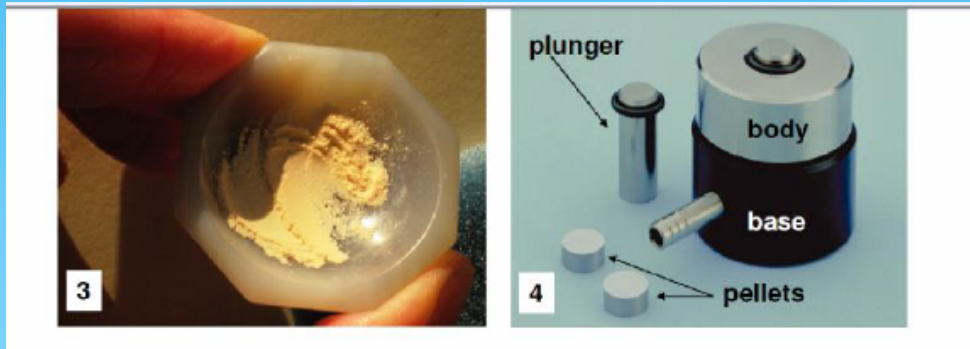
Το KBr είναι ή μήτρα όπου θα «φιλοξενήσει» το δείγμα μας. Έχει το πλεονέκτημα έναντι του NaCl να **μην απορροφά καθόλου στο IR** και ως εκ τούτου τα λαμβανόμενα αποτελέσματα είναι πολύ καλύτερα.

Πορεία Εργασίας

- Ζυγίζεται σε αναλυτικό ζυγό περίπου 180 -190 mg ξηρό KBr (σε αλουμινόχαρτο)
- Ζυγίζεται ποσότητα σακχάρου 3mg

Προετοιμασία παρασκευής του δείγματος (Τεχνική πιεσμένου δισκίου με KBr)

- Μεταφέρονται σε γουδί από αχάτη

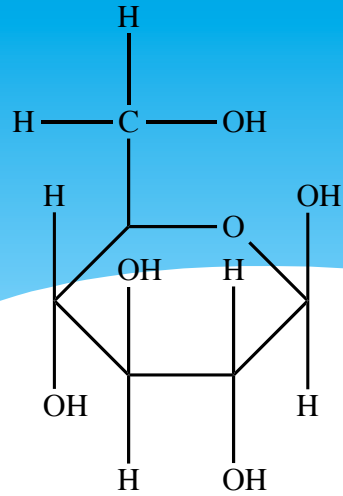


- Αναμιγνύονται, λειοτριβούνται και ομοιογενοποιούνται τα δυο υλικά
- Το μείγμα τοποθετείται στην ειδική συσκευή συμπίεσης που έχει καθαριστεί με αιθανόλη ή ακετόνη
- Η συσκευή συναρμολογείται και τοποθετείται σε υδραυλικό πιεστήριο.

- Στη βαλβίδα εξόδου της συσκευής συνδέεται αεραντλία, για μερικά λεπτά, ώστε να απομακρυνθεί ο εγκλωβισμένος, στη συσκευή, αέρας.
- Με την αεραντλία να λειτουργεί συνεχώς, εφαρμόζεται πίεση ~ 5 tons για χρονικό διάστημα από 3 - 5 min.
- Με το τέλος του χρόνου συμπίεσης, διακόπτεται η λειτουργία της αντλίας, εκτονώνεται η πίεση και η συσκευή συμπίεσης απομακρύνεται από το πιεστήριο και αποσυναρμολογείται. Στον πυθμένα του εμβόλου συμπίεσης της συσκευής, έχει δημιουργηθεί ένα λεπτό, διαφανές δισκίο. Λαμβάνεται δισκίο υψηλής διαπερατότητας...
- Το δισκίο αφαιρείται, προσαρμόζεται σε ειδική υποδοχή(holder)
- **Λαμβάνεται φάσμα με κενό το θάλαμο τοποθέτησης του δείγματος, με σκοπό την ελαχιστοποίηση του θορύβου (φάσμα του background) !!!!!**
- Τοποθετείται το δείγμα μας με το holder στην πορεία της δέσμης στο φασματοφωτόμετρο υπερύθρου.

Η συνέχεια στο βίντεο που ακολουθεί... (σας έχω επισυνάψει ένα pdf που περιγράφει τα βήματα που βλέπετε στο βίντεο...)

[https://youtu.be/Vujl8foF8tk.](https://youtu.be/Vujl8foF8tk)

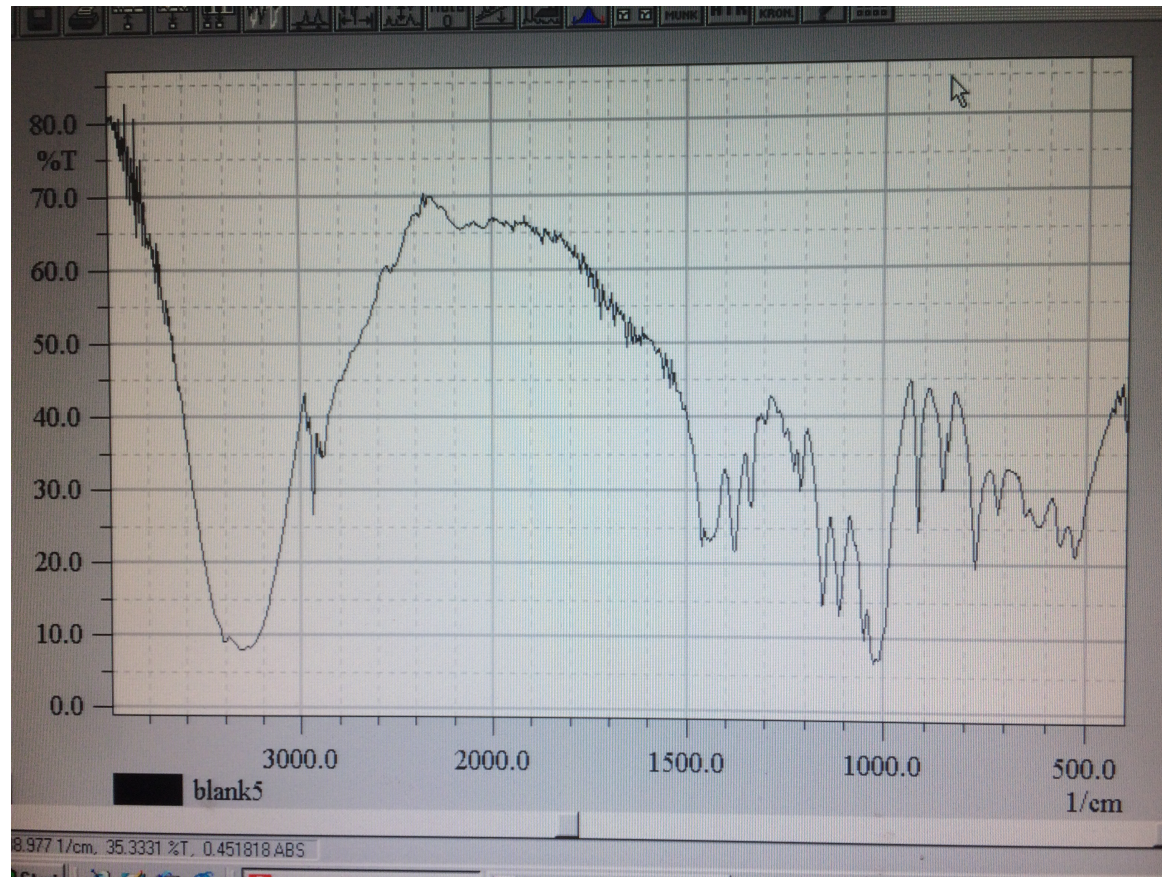


Γλυκόζη

Σχολιάστε το φάσμα IR της γλυκόζης που λάβαμε

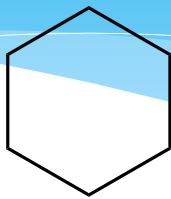
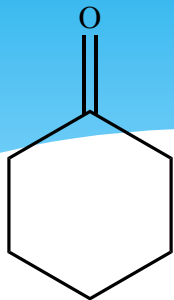
Ποιές κορυφές αναγνωρίζετε και ποιές κορυφές- δονήσεις φαίνεται να μην υπάρχουν.....

Με ενδιαφέρον οι περιοχές $3400 - 1500 \text{ cm}^{-1}$



Ερωτήσεις - Ασκήσεις

Αντιστοιχήσετε (δικαιολογώντας) τις 3 παρακάτω ενώσεις στα φάσματα I.R



κυκλοεξανόνη κυκλοεξανόλη κυκλοεξάνιο

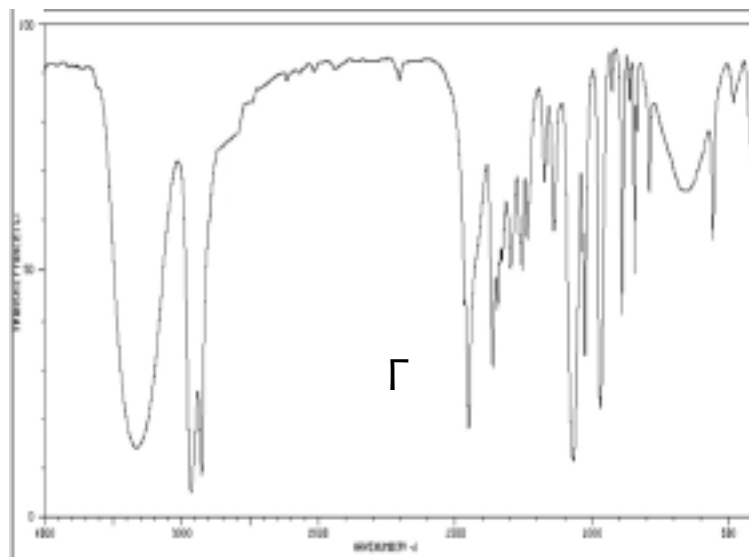
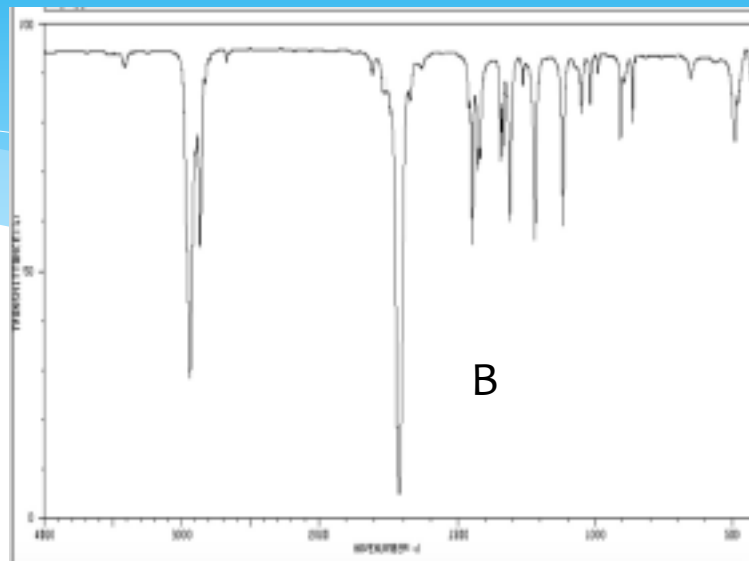
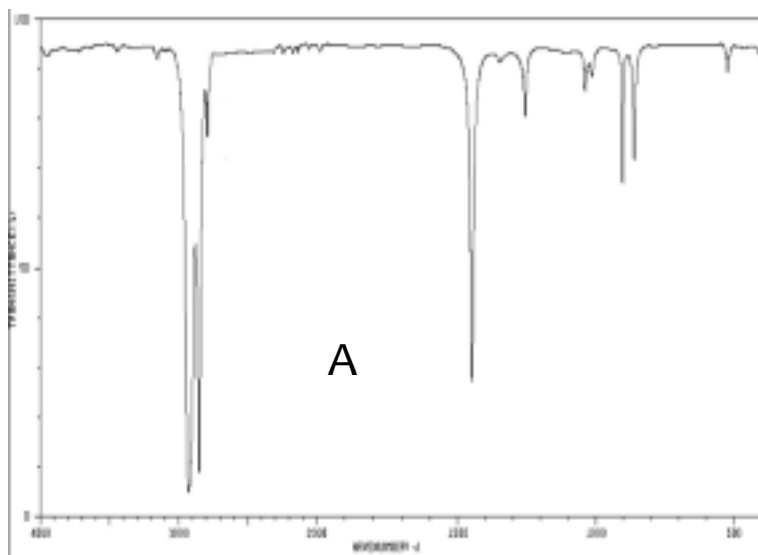
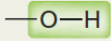
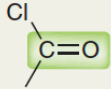
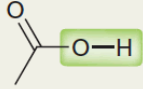
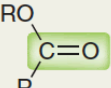

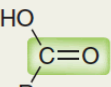
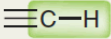


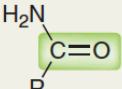
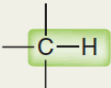


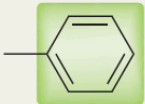
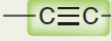
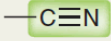


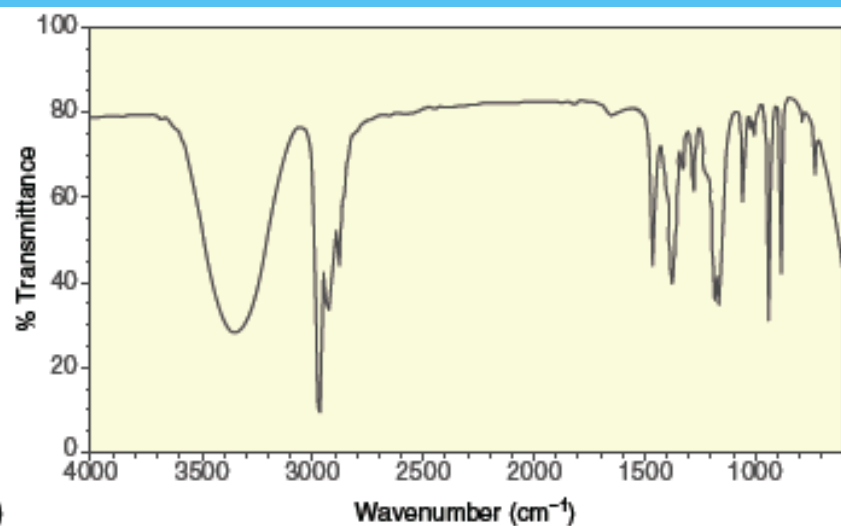
TABLE 14.2 IMPORTANT SIGNALS IN IR SPECTROSCOPY

STRUCTURAL UNIT	FREQUENCY (cm^{-1})	STRUCTURAL UNIT	FREQUENCY (cm^{-1})
USEFUL SIGNALS IN THE DIAGNOSTIC REGION			
Single Bonds (X—H)		Double Bonds	
	3200–3600		1750–1850
	2200–3600		1700–1750
	3350–3500		1700–1750
	~3300		1680–1750
	3000–3100		1650–1700
	2850–3000		1600–1700
	2750–2850		1450–1600 1650–2000
Triple Bonds			
	2100–2200		
	2200–2300		
USEFUL SIGNALS IN THE FINGERPRINT REGION			

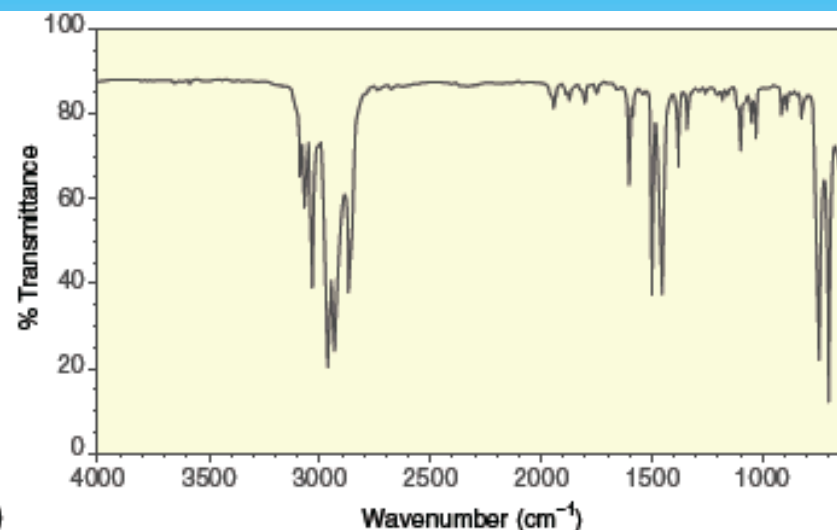
Discussed
in
Chapter 20

Discussed
in
Chapter 17

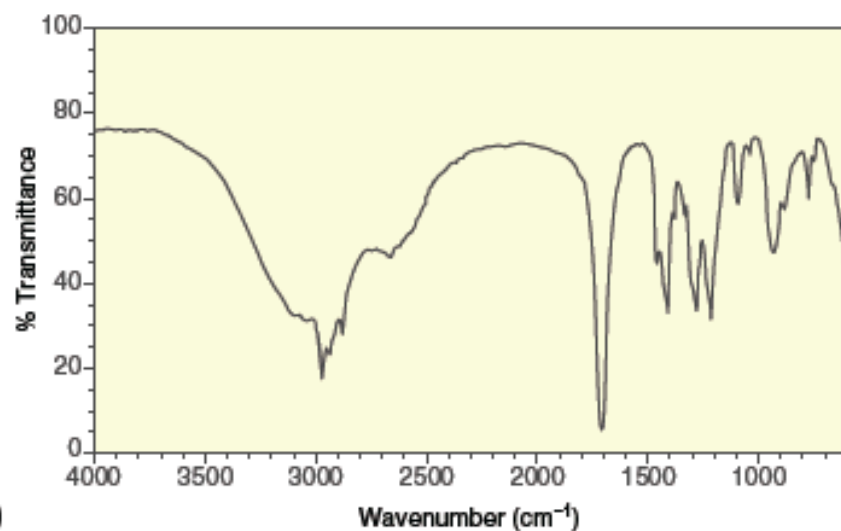
2. Στα παρακάτω φάσματα ποιά ή ποιά ανήκουν σε αλκοόλη, σε καρβοξυλικό οξύ ή σε κανένα από τα παραπάνω ?



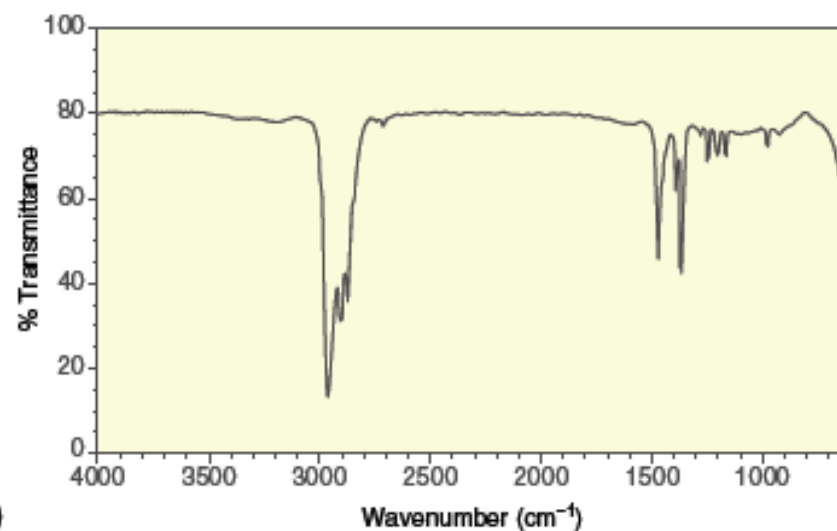
(a)



(b)



(c)

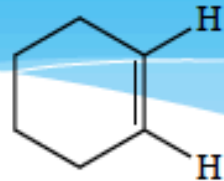


(d)

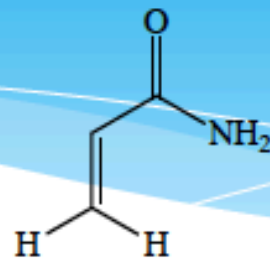
3. ΑΝΤΙΣΤΟΙΧΗΣΤΕ (ΔΙΚΑΙΟΛΟΓΩΝΤΑΣ) ΤΙΣ 3 ΠΑΡΑΚΑΤΩ ΕΝΩΣΕΙΣ ΣΤΑ ΦΑΣΜΑΤΑ I.R



1



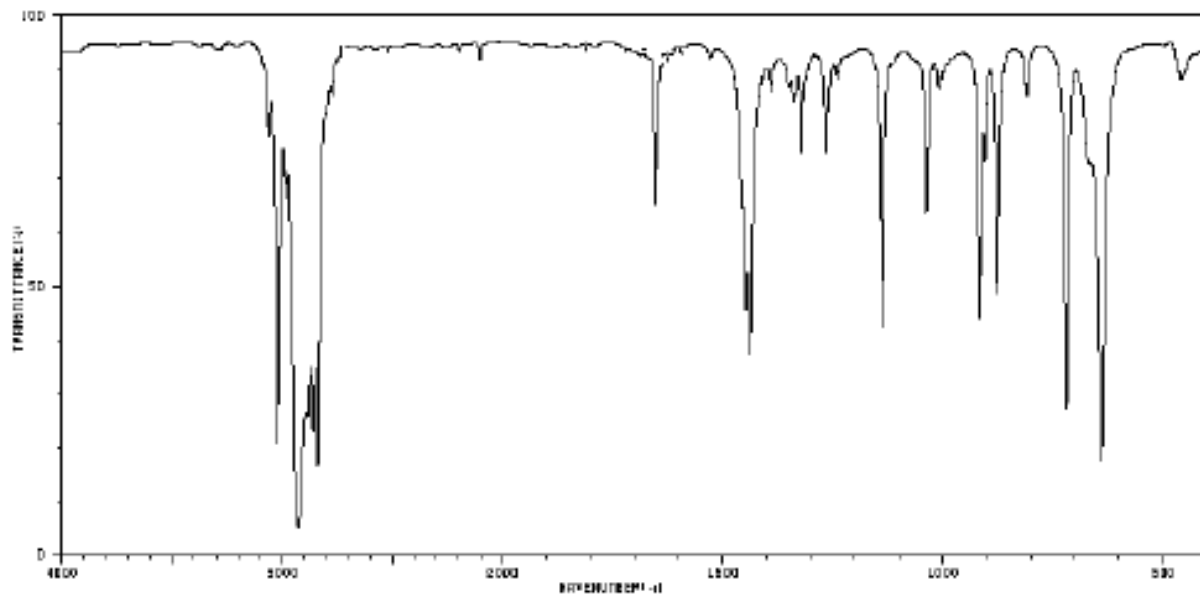
2



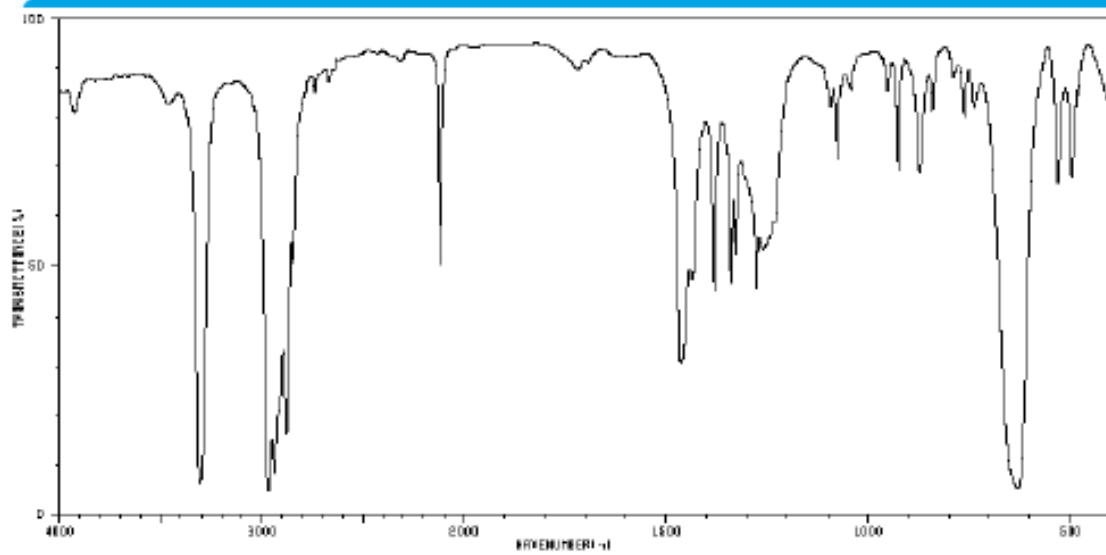
3

1. 1-ΠΕΝΤΙΝΙΟ
2. ΚΥΚΛΟΕΞΕΝΙΟ
3. ΑΚΡΥΛΑΜΙΔΙΟ

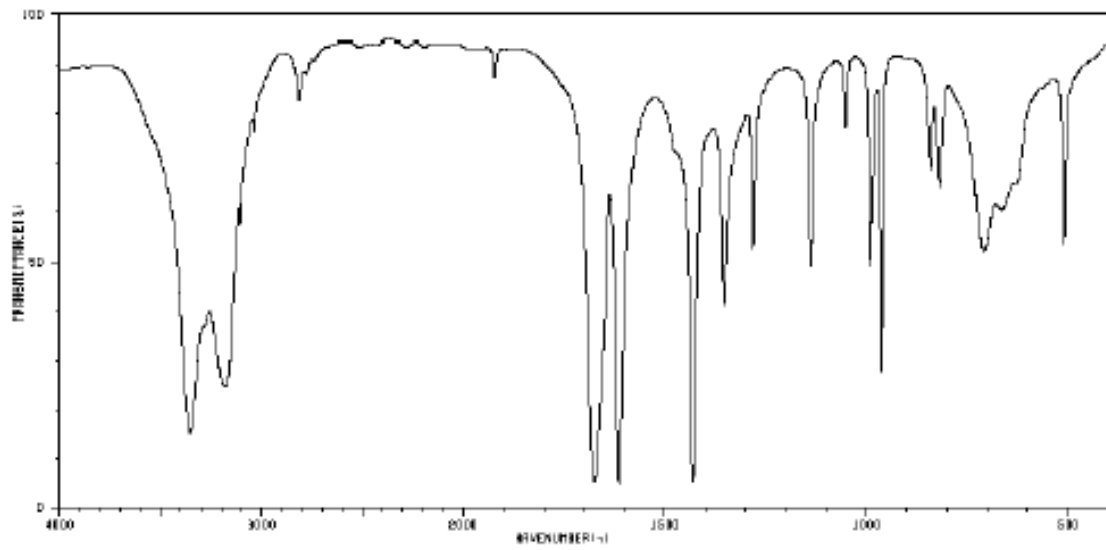
Ασχοληθείτε με τις κορυφές από τους 1500 cm^{-1} και πάνω....



A



B



Γ