

## ANALITIČKA KEMIJA II

- uvodno predavanje
- općenito - uzorkovanje; norme i standardi; intelektualno vlasništvo
- STATISTIKA - osnove
- EKSTRAKCIJA, KROMATOGRAFIJA - osnove
- ELEKTROANALITIČKE METODE
- BOLTZMANNOVA RAZDIoba
- SPEKTROSKOPIJA - osnove; zadaci
- INSTRUMENTACIJA - osnove; zadaci
- ATOMSKA SPEKTROSKOPIJA; zadaci
- MOLEKULSKA SPEKTROSKOPIJA - UV/VIS, fluorescencija
- IR i Ramanova spektroskopija
- NMR - uvod
- NMR - tehnike
- **NMR - seminar**

nositelj: prof.dr.sc. P. Novak; šk.g. 2012/13.

# Spektroskopija nuklearne magnetne rezonancije (NMR) Seminar

Tomislav Jednačak, dipl. ing.

Katarina Čuljak, dipl. ing.

## NMR spektrometar

## NMR spektrometar

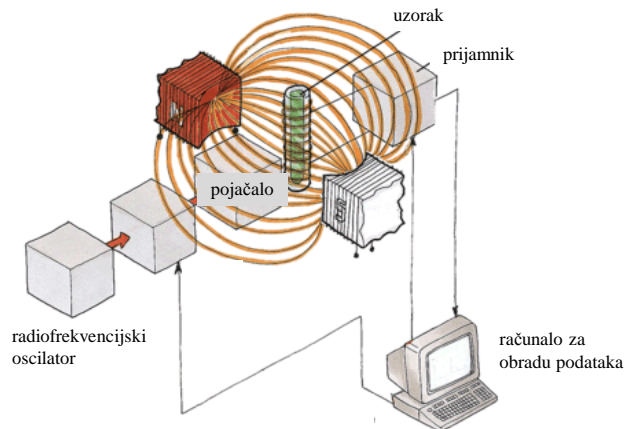
- uređaj koji se koristi za snimanje spektara NMR
- omogućava snimanje spektara otopina, tekućih i čvrstih uzoraka
- dvije izvedbe:
  - CV(engl. *Continuous Wave*) NMR spektrometar
  - FT (engl. *Fourier transform*) NMR spektrometar

## NMR spektrometar

## CV-NMR spektrometar

- temelji se na tehnici kontinuiranog vala
- u tehnici kontinuiranog vala pobuda se može izvoditi:
  - promjenom frekvencije  $\nu_1$  pri konstantnom vanjskom magnetnom polju  $B_0$
  - promjenom vanjskog magnetnog polja  $B_0$  pri konstantnoj frekvenciji  $\nu_1$
- snima se NMR spektar u frekvencijskoj domeni

## NMR spektrometar



Shematski prikaz CV-NMR spektrometra

## NMR spektrometar

## FT-NMR spektrometar

- pobuda kratkim radiofrekventnim pulsevima

- spektar u vremenskoj domeni ( $t$ ),  
FID (engl. *Free Induction Decay*)

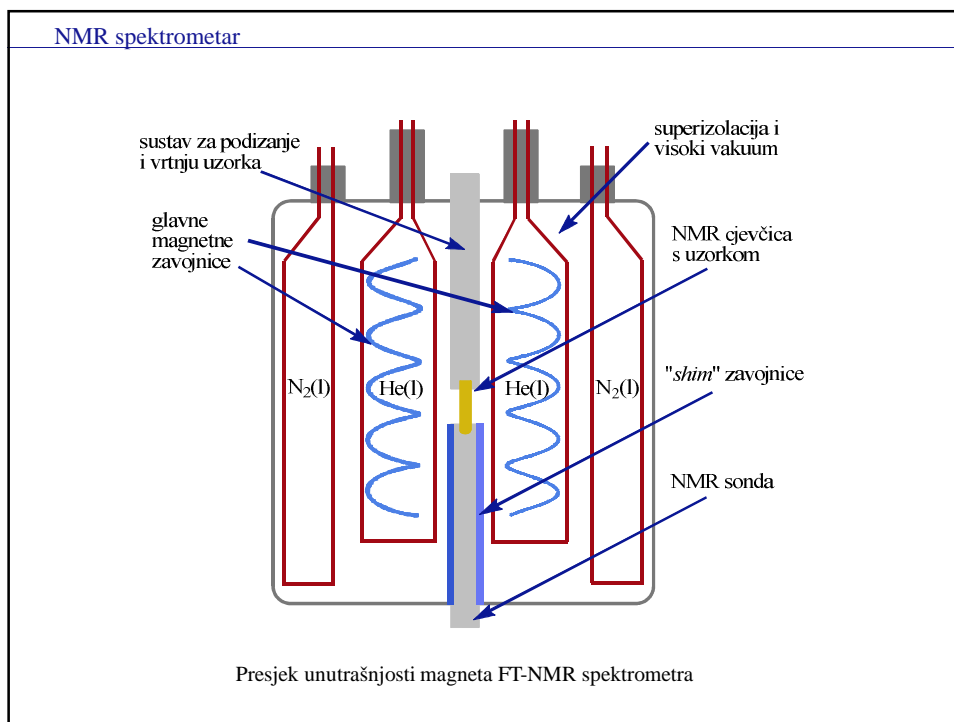
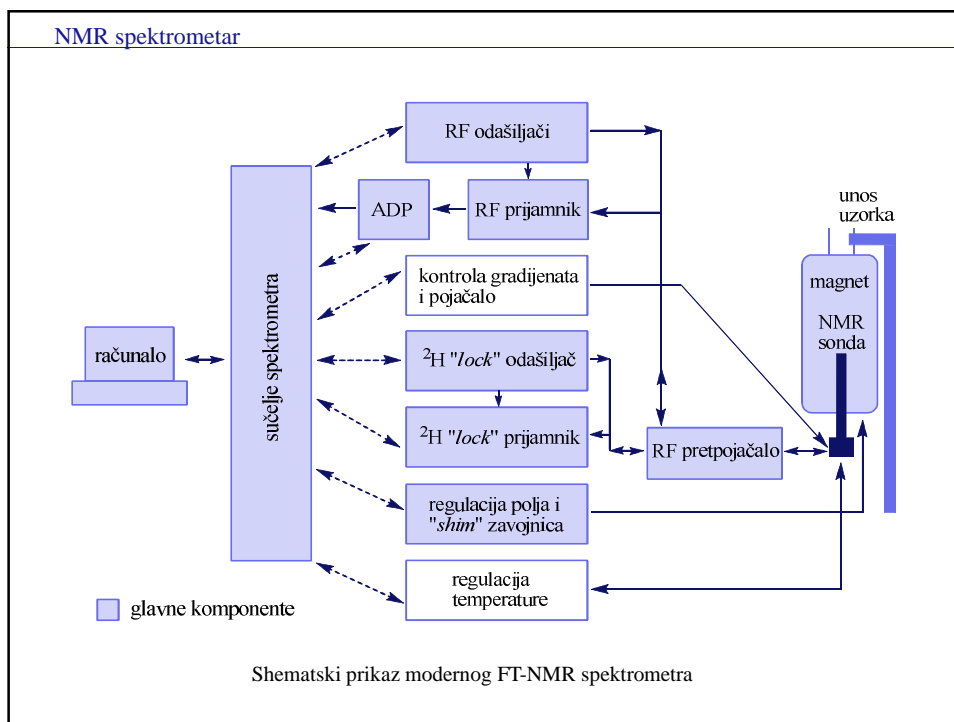


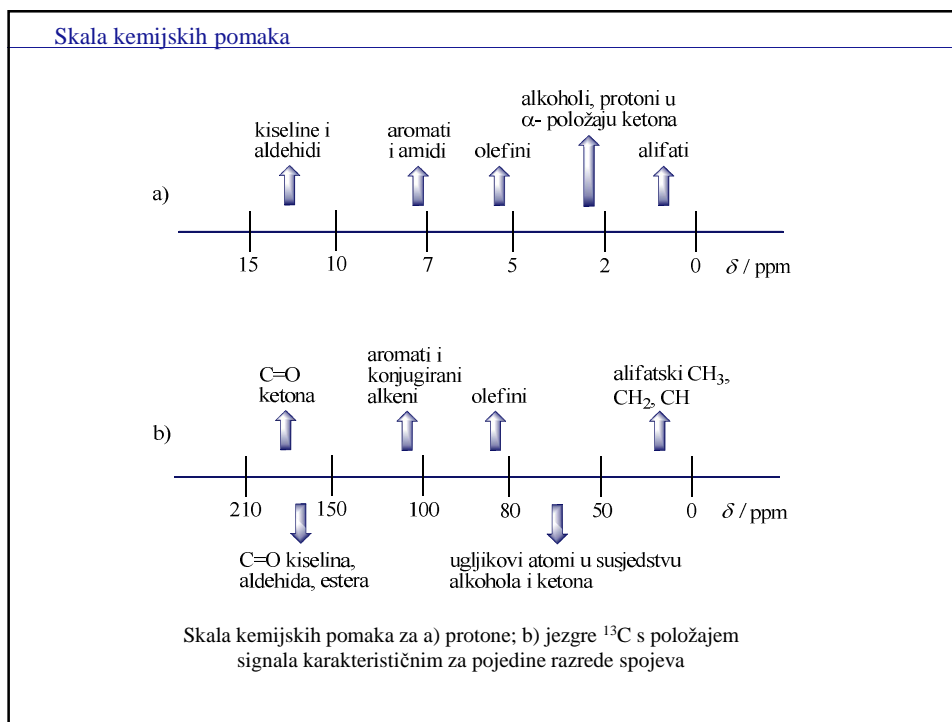
**Fourierova  
transformacija**



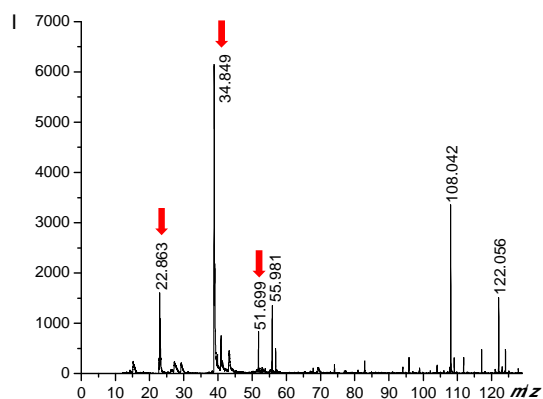
- spektar u frekvencijskoj domeni ( $\nu$ )

- koristi se u suvremenim tehnikama NMR



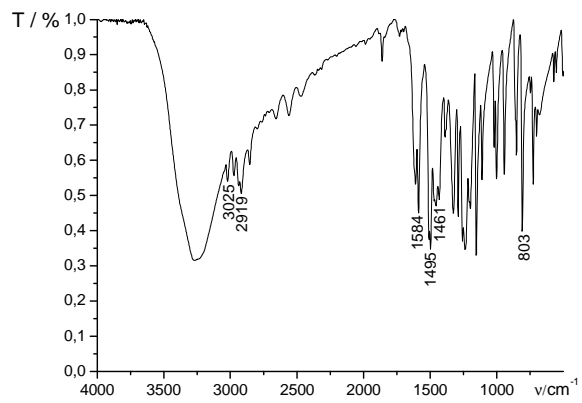


**Primjer:** Odredite strukturu analiziranog spoja na temelju njegovog spektra masa, infracrvenog,  $^1\text{H}$  NMR, APT, HSQC i HMBC spektra



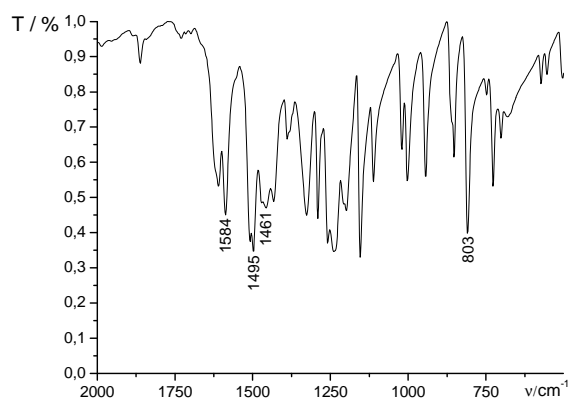
Spektar masa analiziranog spoja dobiven tehnikom MALDI-TOF. Uzorak je otopljen u smjesi acetona i vode ( $v/v=1:1$ ). Signali označeni crvenim strelicama odgovaraju ionima  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  i  $\text{Cl}^-$  koji su prisutni u matrici uzorka te njihovim aduktima.

## Primjer

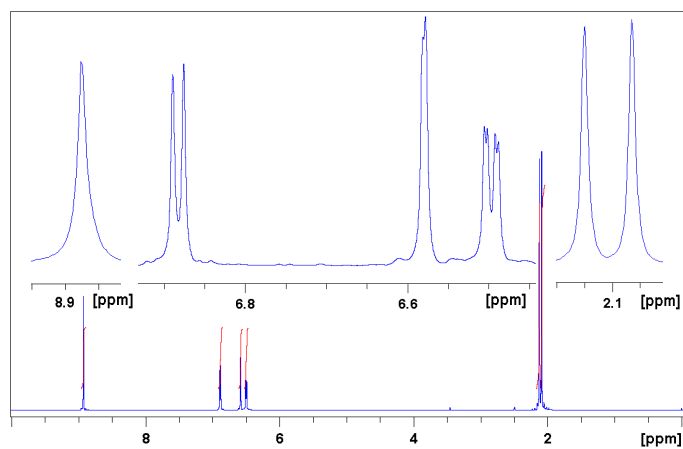


Infracrveni spektar analiziranog spoja snimljen tehnikom KBr pastile

## Primjer

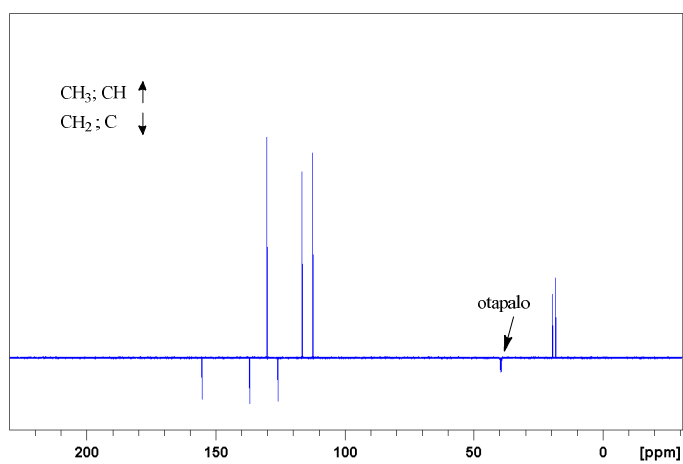
Uvećani prikaz infracrvenog spektra analiziranog spoja snimljen tehnikom KBr pastile u području od  $2000\text{ cm}^{-1}$  do  $400\text{ cm}^{-1}$

## Primjer

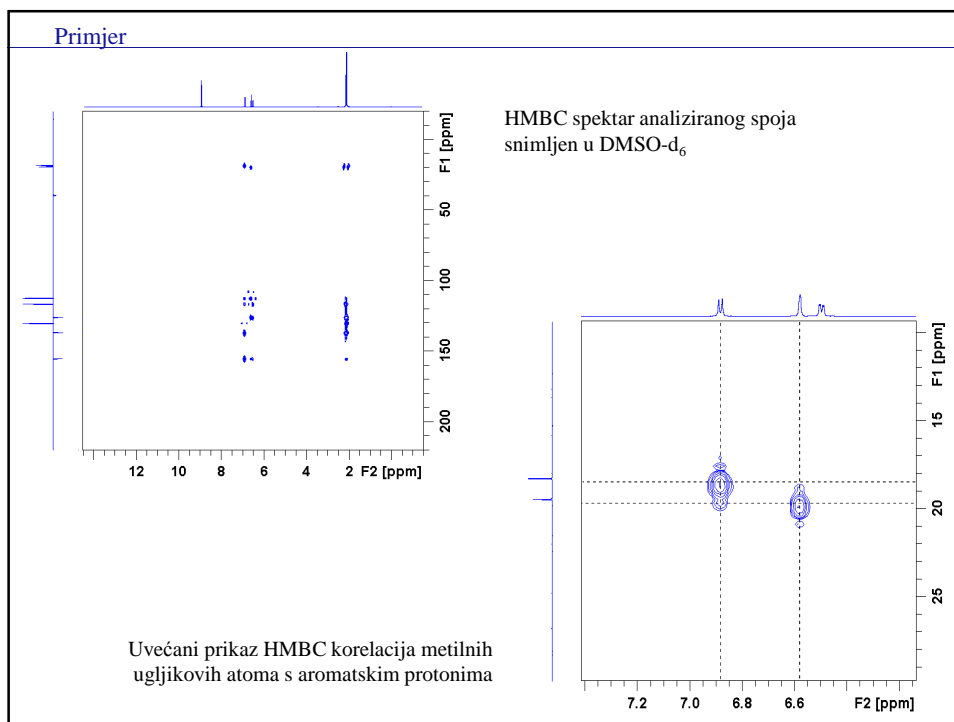
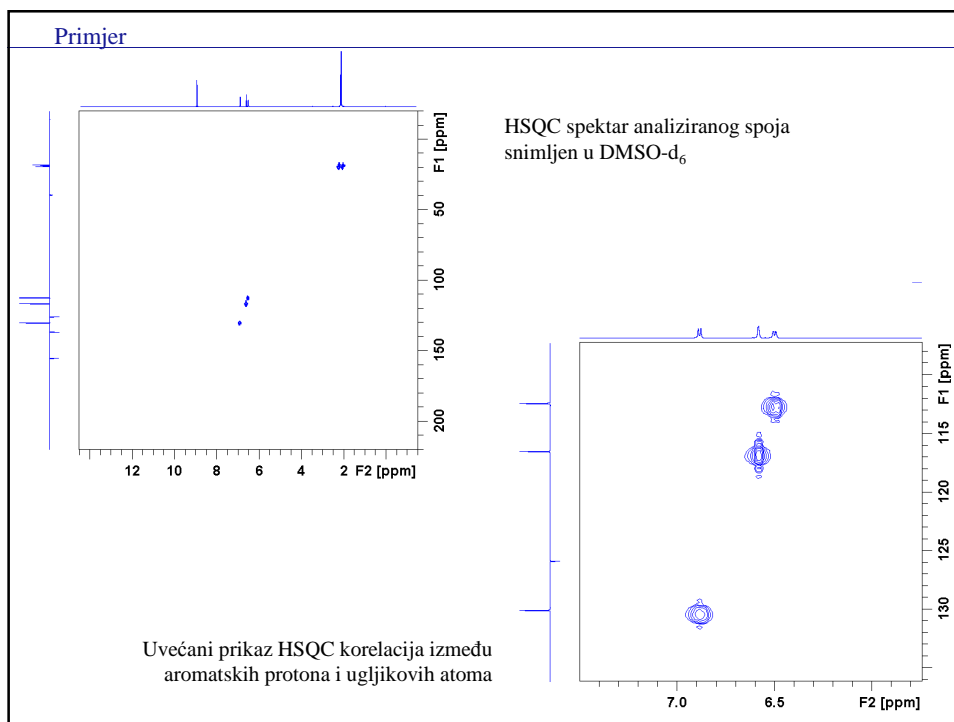


$^1\text{H}$  NMR spektar analiziranog spoja snimljen u  $\text{DMSO-d}_6$  uz uvećani prikaz područja koja odgovaraju pojedinim signalima.

## Primjer

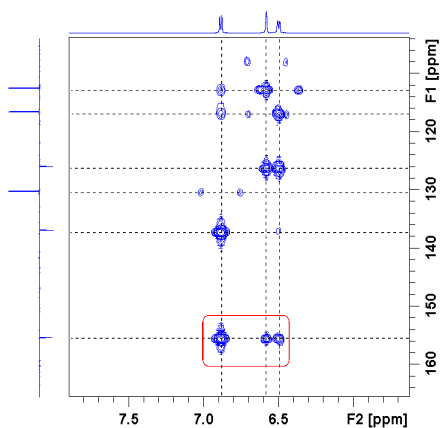


APT spektar analiziranog spoja snimljen u  $\text{DMSO-d}_6$  uz uvećani prikaz područja koja odgovaraju pojedinim signalima.



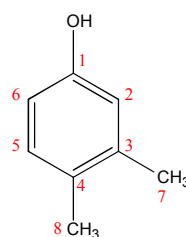


## Primjer



Uvećani prikaz HMBC korelacija između aromatskih protona i ugljikovih atoma

Struktura analiziranog spoja i brojanje atoma



## Primjer

Asignacija karakterističnih fragmenata u spektru masa analiziranog spoja

Signal	$m/z$
bazni signal	34,849
Na <sup>+</sup>	22,863
Cl <sup>+</sup>	34,849
NaC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> <sup>+</sup>	51,699
C <sub>3</sub> H <sub>4</sub> O <sup>+</sup>	55,981
C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> O <sup>+</sup>	108,042
M <sup>+</sup>	122,056

Karakteristične vibracijske vrpce u infracrvenom spektru analiziranog spoja

$\nu$ / cm <sup>-1</sup>	Način vibracije
3550 – 2750	$\nu$ (O–H)
3025	$\nu_{\text{aromatsko}}$ (C–H)
2919	$\nu_{\text{alifatsko}}$ (C–H)
1584; 1495; 1461	$\nu_{\text{aromatsko}}$ (C=C)
803	$\gamma$ (=CH) <sub>o.o.p.</sub> *

## Primjer

Asignacija  $^1\text{H}$  NMR kemijskih pomaka analiziranog spoja

H-atom	$\delta/\text{ppm}$	Intenzitet	Multiplernost
1	6,58	1	s
2			
3			
4			
5	6,88	1	d
6	6,50	1	dd
7	2,12	3	s
8	2,08	3	s
OH	8,85	1	s

## Primjer

Asignacija  $^{13}\text{C}$  NMR kemijskih pomaka analiziranog spoja

$\delta/\text{ppm}$	C-atom
155	1
117	2
137	3
125	4
130	5
112	6
20	7
19	8