

บทที่ 10

อินฟราเรด สเปกโตรสโคปี

(Infrared Spectroscopy)

10.1 บทนำ

อินฟราเรดให้ข้อมูลที่รวดเร็วและมีประสิทธิภาพในการหาหมู่ฟังก์ชันในโมเลกุลของสารประกอบอินทรีย์ ย่านอินฟราเรดในสเปกตรัมของรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่ให้ประโยชน์มากที่สุดต่อนักเคมีอินทรีย์คือ ย่านความถี่ระหว่าง 4,000–650 cm^{-1} (cm^{-1} เป็นหน่วยของจำนวนคลื่นต่อวินาที หรือเรียกว่า เลขคลื่น) และความยาวคลื่นระหว่าง 2.5–15 ไมโครเมตร (1 ไมโครเมตร (μm) = 10^{-6} เมตร) สมการแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความยาวคลื่นและเลขคลื่น คือ

$$\text{ความยาวคลื่น } (\mu\text{m}) = \frac{10,000}{\text{เลขคลื่น } (\text{cm}^{-1})}$$

อินฟราเรด สเปกตรัม เป็นการพลอตระหว่างความถี่ (เลขคลื่น, cm^{-1}) หรือความยาวคลื่น, μm) และ Transmittance (T)(รูปที่ 10.1) Transmittance เป็นอัตราส่วนระหว่างความเข้มของรังสีที่ผ่านสารตัวอย่าง (Transmitted radiation, I) และ ความเข้มของรังสีที่ตกกระทบสารตัวอย่าง

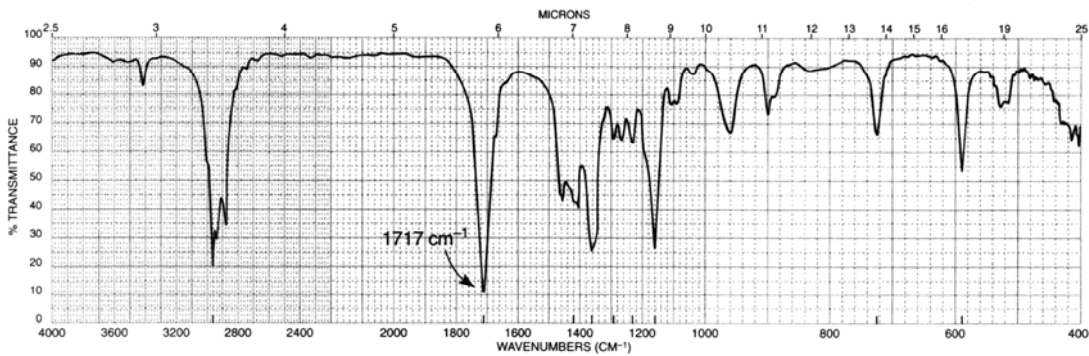
สมการที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีที่ผ่านสารตัวอย่างและความเข้มของรังสีที่ตกกระทบสารตัวอย่าง คือ

$$\text{Transmittance} = \frac{I}{I_0}$$

I = ความเข้มของรังสีที่ผ่านตัวกลาง

I_0 = ความเข้มของรังสีที่ตกกระทบตัวกลาง

$$\% \text{ Transmittance} = 100 T$$



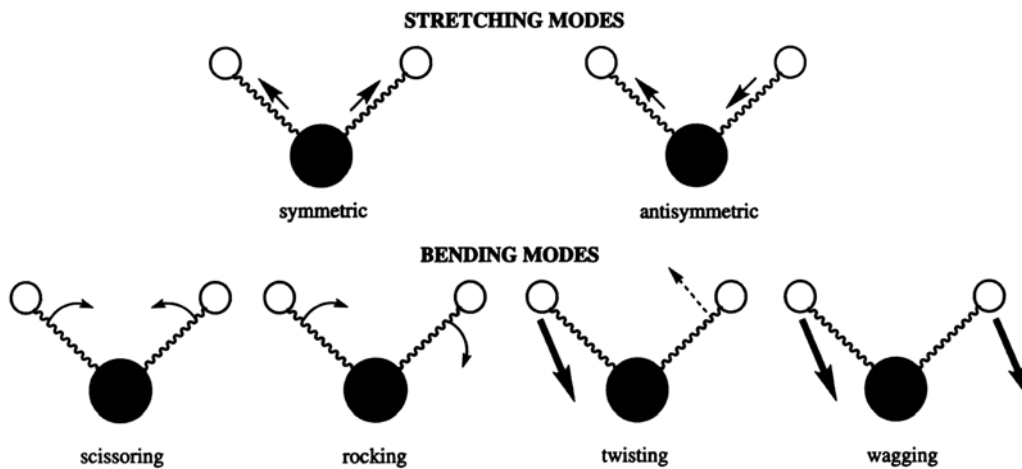
รูปที่ 10.1 อินฟราเรด สเปกตรัมของ 2-pentanone

การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดตรงกับพลังงานในช่วง 2-10 กิโลแคลอรีต่อโมล พลังงานของรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าในย่านนี้ก่อให้เกิดการสั่นแบบยืด (stretching) และแบบงอ (bending) ของพันธะในโมเลกุลของสาร การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดเป็นขบวนการควันไทส์ (quantized) กล่าวคือ การที่สารจะดูดกลืนรังสีอินฟราเรดนั้น ความถี่ของรังสีที่ถูกดูดกลืนจะต้องตรงกับความถี่ของการสั่นของพันธะนั้น

นอกจากนี้ การสั่นของพันธะทุกประเภทในโมเลกุลมิได้ให้พีคใน IR สเปกตรัมเสมอไป การสั่นของพันธะที่ก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงไดโพลโมเมนต์ (dipole moment) เท่านั้นที่จะมีพีคปรากฏใน IR สเปกตรัม ตัวอย่างเช่น การสั่นของพันธะ C=C ใน RCH=CHR ไม่มีพีคใน IR สเปกตรัม ส่วนการสั่นของ C=O ในสารประกอบคาร์บอนิลเกิดพีคที่มีความเข้มสูงใน IR สเปกตรัม

โดยทั่วไป แถบที่เกิดใน IR สเปกตรัม เกิดจากการสั่นแบบพื้นฐาน ได้แก่ การยืดและการงอ ยังมีแถบที่มีความเข้มต่ำเกิดที่ความถี่ 2 เท่า 3 เท่า หรือ 4 เท่าของความถี่แบบพื้นฐาน แถบเหล่านี้ เรียกว่า overtone ซึ่งเกิดเมื่อความถี่พื้นฐานมีความเข้มสูง

บางครั้ง อาจมีแถบเกิดที่ความถี่ที่เป็นผลบวกหรือผลต่างของความถี่แบบพื้นฐาน แถบเหล่านี้เรียกว่า combination bands ถ้า overtone หรือ combination bands เกิดใกล้กับแถบพื้นฐาน ผลก็คือ ทำให้ความเข้มของแถบพื้นฐานลดลง แต่ไปเพิ่มความเข้มของ overtone และ combination bands ปรากฏการณ์นี้ คือเกิด Fermi resonance และพีคทั้งคู่บางครั้งเรียกว่า Fermi doublet รูปที่ 10.2 แสดงการสั่นแบบพื้นฐานของหมู่ CH₂



รูปที่ 10.2 รูปแบบการสั่นของพันธะในหมู่เมทิลีน

10.2 การวิเคราะห์ IR สเปกตรัม

IR สเปกตรัมมีประโยชน์ในการหาหมู่ฟังก์ชันของโมเลกุล แต่เนื่องจากมีพีคจำนวนมาก ใน IR สเปกตรัม เราจึงไม่สามารถคาดหวังว่าจะรู้ทุกพีคใน IR สเปกตรัม ขั้นตอนต่อไปนี้อาจเป็นแนวทางเริ่มต้นในการแปรข้อมูลจาก IR สเปกตรัมได้

1. ตรวจสอบว่ามีหมู่คาร์บอนิลหรือไม่

หมู่คาร์บอนิลให้แถบที่มีความเข้มสูงในย่าน 1680-1820 cm^{-1}

2. ถ้ามีหมู่คาร์บอนิล ให้วิเคราะห์ต่อไปว่า เป็นสารประกอบคาร์บอนิลประเภทใดโดยตรวจสอบว่าสารประกอบคาร์บอนิลนั้นยังมีหมู่ฟังก์ชันอื่นที่พบใน IR สเปกตรัม หรือไม่

กรดคาร์บอกซิลิก

การยืด O-H ให้แถบกว้างและความเข้มสูงมากในย่าน 2400-3400 cm^{-1} และมักเคยกับแถบการยืด C-H

แอลดีไฮด์

การยืด C-H ให้แถบที่มีความเข้มปานกลางถึงอ่อนที่ 2750 cm^{-1} และ 2850 cm^{-1} แถบ 2850 cm^{-1} อาจถูกบดบังจากแถบการยืด C-H ของหมู่ CH_3 , CH_2

เอไมด์

การยืด N-H ให้แถบที่มีความเข้มปานกลางใกล้ 3500 cm^{-1} อาจมีหนึ่งหรือสองแถบ

แอนไฮไดรต์

แถบการยืด C=O มี 2 แถบใกล้ 1760-1810 cm^{-1}

เอสเทอร์

การยืด C–O ให้แถบที่มีความเข้มปานกลางถึงเข้มในย่าน 1000-1300 cm^{-1} อาจมีมากกว่าหนึ่งแถบ

คีโตน

ถ้าไม่มีแถบสำคัญอื่นๆ ที่กล่าวมาข้างต้น ก็น่าจะเป็นสารประกอบคีโตน

3. ถ้าไม่ใช่สารประกอบคาร์บอนิล

แอลกอฮอล์และฟีนอล

การยืด O–H ให้แถบที่มีความเข้มสูงและกว้างในย่าน 3200-3600 cm^{-1} และแถบการยืด C–O ในย่าน 1000-1300 cm^{-1}

เอมีน

การยืด N–H ให้หนึ่งหรือสองแถบที่มีความเข้มปานกลางใกล้ 3500 cm^{-1}

อีเทอร์

การยืด C–O ให้แถบที่มีความเข้มปานกลางถึงเข้มในย่าน 1000-1300 cm^{-1} อาจมีมากกว่าหนึ่งแถบ

อัลกิลอีเทอร์ ให้แถบเดี่ยวในย่าน 1085-1150 cm^{-1}

เอลิล อัลกิล อีเทอร์ ให้ 2 แถบ แถบหนึ่งในย่าน 1200-1275 cm^{-1} และ อีกหนึ่งแถบในย่าน 1020-1075 cm^{-1}

สารประกอบไนโตร

การยืด N=O ให้แถบที่มีความเข้มสูง 2 แถบในย่าน 1500-1600 cm^{-1} และย่าน 1300-1390 cm^{-1}

ไนทริล

การยืด C≡N ให้แถบที่มีความเข้มค่อนข้างอ่อนในย่าน 2150-2260 cm^{-1}

เฮโลเจน

ฟลูออรีน : การยืด C–F ให้แถบที่มีความเข้มสูงในย่าน 1000-1400 cm^{-1}

คลอรีน : การยืด C–Cl ให้แถบที่มีความเข้มสูงในย่าน 600-800 cm^{-1}

โบรมีน : การยืด C–Br ให้แถบในย่าน 400-600 cm^{-1} ซึ่งมักไม่เห็นใน IR สเปคตรัม

ไอโอดีน : การยืด C–I ให้แถบในย่าน 400-600 cm^{-1} ซึ่งมักไม่เห็นใน IR สเปคตรัม

4. ไฮโดรคาร์บอน

อะโรเมติก

การยืด C-H ที่ $3000\text{-}3100\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นพีคเล็กและแหลมคม อาจมีหลายพีค

การยืด C=C เกิดในช่วง $1450\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$ อาจมีถึง 4 แถบคือที่ $1450, 1500, 1580$ และ 1600 cm^{-1}

การงอของ C-H (ออกนอกระนาบ) เป็นแถบที่มีความเข้มสูงเกิดในย่าน $675\text{-}900\text{ cm}^{-1}$ ใช้บอกรูปแบบการแทนที่บนวงเบนซีนได้

วงเบนซีนที่มีหมู่แทนที่ 1 หมู่ เกิดที่ 690 และ 750 cm^{-1}

วงเบนซีนที่มีหมู่แทนที่ 2 หมู่แบบอโท เกิดที่ 750 cm^{-1}

วงเบนซีนที่มีหมู่แทนที่ 2 หมู่แบบเมตา เกิดที่ $690, 780\text{ cm}^{-1}$ และอาจมีอีก 1 แถบที่มีความเข้มปานกลางใกล้ 880 cm^{-1}

วงเบนซีนที่มีหมู่แทนที่ 2 หมู่แบบพารา เกิดที่ $800\text{-}850\text{ cm}^{-1}$

แถบคอมบีเนชันและโอเวอร์โทนเกิดในช่วง $1667\text{-}2000\text{ cm}^{-1}$

อัลเคน

การยืดของ C-H ให้แถบที่มีความเข้มสูงที่ $2850\text{-}2960\text{ cm}^{-1}$

การงอของ C-H ให้แถบที่มีความเข้มปานกลางใกล้ 1375 cm^{-1} และ 1450 cm^{-1}

อัลคีน

การยืด C=C ให้แถบที่มีความเข้มต่ำใกล้ 1650 cm^{-1} (ถ้าเป็นอัลคีนที่มีความสมมาตร แถบนี้จะไม่ปรากฏใน IR สเปกตรัม)

การยืด C-H ของไวนิลที่ $3000\text{-}3100\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นพีคเล็กและแหลมคม

อัลไคน์

การยืด $\text{C}\equiv\text{C}$ ให้แถบที่มีความเข้มต่ำใกล้ 2150 cm^{-1} (ถ้าเป็นอัลไคน์ที่มีความสมมาตร แถบนี้จะไม่ปรากฏใน IR สเปกตรัม)

การยืด $\text{C}\equiv\text{C-H}$ ที่มีความเข้มสูงใกล้ 3300 cm^{-1}

ตารางสหสัมพันธ์ (ตารางที่ 10.1) เป็นตารางที่รวบรวมความยาวคลื่นของแถบ IR ของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ในย่าน $4000\text{-}600\text{ cm}^{-1}$

ตารางที่ 10.1 ความถี่ของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ

cm ⁻¹	หมู่ฟังก์ชัน	รายละเอียด
3600-3400	O-H stretching	3650-3590 cm ⁻¹ (sh, w) แอลกอฮอล์อิสระ 3400-3200 cm ⁻¹ (b) แอลกอฮอล์ที่เกิดพันธะไฮโดรเจน 3400-2400 cm ⁻¹ (vs, vb) กรดคาร์บอกซิลิก
3500-3200	N-H stretching	3200-3400 cm ⁻¹ (m) 1 ^o เอมีนและเอมีด มี 2 แถบ 3200-3400 cm ⁻¹ (w) 2 ^o เอมีนและเอมีด มี 1 แถบ
3300 (vs)	=C-H stretching	3300 cm ⁻¹ อัลไคน์ที่มี =C-H ที่ปลายโซ่
3100-3000 (w, sh)	=C-H stretching	อัลคีนและเบนซีน (อาจมีหลายพีค)
3000-2800	C-H stretching	หมู่ CH ₃ , CH ₂ และ CH ของอัลเคน
2850-2780	C-H stretching	แอลดีไฮด์
2250-2225	C=N stretching	ไนทริล (m)
2260-2100	C=C stretching	อัลไคน์ (w) โมเลกุลที่สมมาตรจะไม่มีแถบนี้ปรากฏ
1820-1760 (s)	C=O stretching	แอนไฮไดรด์ (s) มี 2 แถบ
1800 (s)	C=O stretching	กรดคลอไรด์
1770 (s)	C=O stretching	แกมมา-แลกโตน
1735 (s)	C=O stretching	เอสเทอร์
1725 (s)	C=O stretching	แอลดีไฮด์
1715 (s)	C=O stretching	คีโตน
1710 (s)	C=O stretching	กรดคาร์บอกซิลิก
1690-1650 (s)	C=O stretching	เอไมด์
1650-1600 (w)	C=C stretching	อัลคีน
1650-1590 (s-m)	N-H bending	1 ^o เอมีน
1650-1550 (w)	N-H bending	2 ^o เอมีน
1620-1590 (s)	N-H bending	1 ^o เอมีด
1550-1510 (s)	N-H bending	2 ^o เอมีด
1600, 1580, 1500 และ 1450	C=C stretching	เบนซีนและเบนซีนที่มีหมู่แทนที่ ความเข้มข้นไม่แน่นอน อาจมี 2, 3 หรือมีทั้ง 4 แถบ
1520 (s) และ 1350 (s)	NO ₂ bending	สารประกอบไนโตร
1465-1450	C-H bending	หมู่ CH ₂
1450-1375	C-H bending	หมู่ CH ₃
1400-1000	C-F stretching	สารประกอบฟลูออไรด์

cm ⁻¹	หมู่ฟังก์ชัน	รายละเอียด
1300-1150	CH ₂ -X	สารประกอบเฮโลเจน
1300-1000	C-O stretching	อีเธอร์และเอสเทอร์
1220	C-O stretching	ฟีนอล
1150	C-O stretching	3 ^o แอลกอฮอล์
1100	C-O stretching	2 ^o แอลกอฮอล์
1050	C-O stretching	1 ^o แอลกอฮอล์
990 และ 910	C-H (OOP bending)	อัลคีน (หมู่แทนที่ 1 หมู่, RCH=CH ₂)
970	C-H (OOP bending)	อัลคีน (หมู่แทนที่ 2 หมู่, trans)
890	C-H (OOP bending)	อัลคีน (หมู่แทนที่ 2 หมู่, R ₂ C=CH ₂)
815	C-H (OOP bending)	อัลคีน (หมู่แทนที่ 3 หมู่, R ₂ C=CHR)
700-690	C-H (OOP bending)	อัลคีน (หมู่แทนที่ 2 หมู่, cis)
750 และ 690	C-H (OOP bending)	เบนซีน (หมู่แทนที่ 1 หมู่)
750	C-H (OOP bending)	เบนซีน (หมู่แทนที่ 2 หมู่แบบ ออโท)
780 และ 700	C-H (OOP bending)	เบนซีน (หมู่แทนที่ 2 หมู่แบบ เมตา)
825-800	C-H (OOP bending)	เบนซีน (หมู่แทนที่ 2 หมู่แบบ พารา)
800-600	C-Cl	สารประกอบคลอไรด์
600-500	C-Br	สารประกอบโบรมൈด์
~ 500	C-I	สารประกอบไอโอดีน

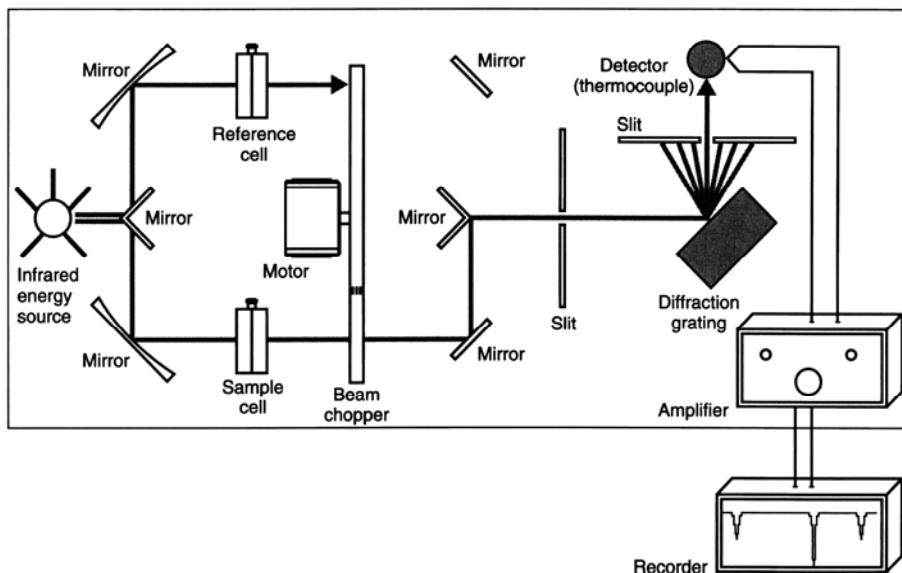
คำย่อ : s = ความเข้มสูง , vs = ความเข้มสูงมาก , m = ความเข้มปานกลาง , w = ความเข้มต่ำ , vw = ความเข้มต่ำมาก
sh = แหลมคม , b = กว้าง , vb = กว้างมาก , OOP = out - of - plane (การสั่นนอกระนาบ)

10.3 IR สเปกโตรมิเตอร์

เครื่องมือที่ใช้บันทึก IR สเปกตรัม คือ IR สเปกโตรมิเตอร์ ซึ่งอาจเป็นแบบธรรมดา (รูปที่ 10.3) หรือ FTIR สเปกโตรมิเตอร์ (รูปที่ 10.4)

IR สเปกโตรมิเตอร์แบบธรรมดา

IR สเปกโตรมิเตอร์แบบธรรมดาประกอบด้วยแหล่งกำเนิดรังสีเป็น Nernst glower ซึ่งเป็นสารผสมของออกไซด์ของ zirconium, yttrium และ thorium จะถูกเผาด้วยไฟฟ้าแรงสูงและให้กำเนิดรังสี IR รังสี IR จะถูกแยกออกเป็นลำรังสีสองลำโดยการสะท้อนด้วยกระจก ลำรังสีลำหนึ่งจะผ่านเซลล์ของสารตัวอย่าง อีกลำหนึ่งเรียกว่า ลำรังสีอ้างอิงซึ่งจะผ่านเซลล์สารอ้างอิง ลำรังสีที่ผ่านสารตัวอย่างและลำรังสีอ้างอิงจะวิ่งไปยัง beam chopper ซึ่งเป็นลิ้นชักกระจกเงาที่หมุนได้



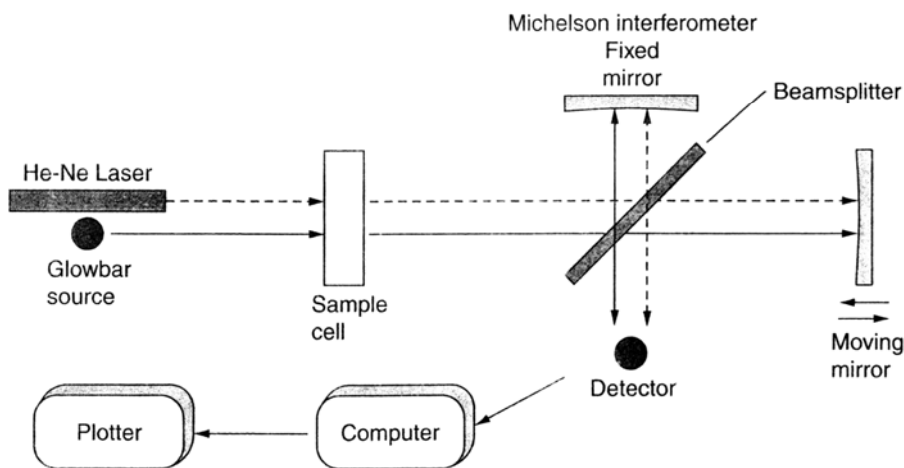
รูปที่ 10.3 อินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์ แบบธรรมดา

FTIR สเปกโตรมิเตอร์

หัวใจของ FTIR สเปกโตรมิเตอร์ เป็น Michelson interferometer ดังแสดงในรูปที่ 10.4 ใน FTIR สเปกโตรมิเตอร์ (รูปที่ 10.4) รังสี IR จากแหล่งกำเนิด Global ผ่านสารตัวอย่าง และต่อไปยัง beam splitter (อุปกรณ์แยกลำรังสี) ซึ่งจะแยกลำรังสีที่ผ่านสารตัวอย่างแล้วกิ่งหนึ่งไปยังกระจกที่หมุนได้ (moving mirror) และสะท้อนลำรังสีอีกกิ่งหนึ่งไปยังกระจกที่ยึดกับที่ ทั้งลำรังสีที่สะท้อนและที่ผ่านสารตัวอย่าง (Transmitted beam) จะถูกสะท้อนกลับไป beam splitter

IR สเปกโตรมิเตอร์แบบเดิมบันทึกทีละเลขคลื่นในแต่ละครั้ง แต่ FTIR สเปกโตรมิเตอร์เก็บข้อมูลเลขคลื่นทั้งหมดในครั้งเดียวและเนื่องจากมีจุดข้อมูล (data points) มาก จึงต้องมีคอมพิวเตอร์เป็นส่วนประกอบสำคัญใน FTIR สเปกโตรมิเตอร์เพื่อวิเคราะห์ข้อมูล He-Ne laser เป็นตัวเปล่งแสงสีแดง(6328 nm)ซึ่งเป็นความยาวคลื่น (ความถี่) มาตรฐานอ้างอิงสำหรับความถี่ที่บันทึกใน IR สเปกตรัม

FTIR มีข้อดีหลายข้อ ข้อแรกคือ มีค่าสัญญาณต่อคลื่นรบกวน (signal-to-noise) สูง ช่วยให้สัญญาณชัดเจน และเนื่องจากสเปกตรัมทั้งหมดถูกส่องกราด (scan) ภายในช่วงเวลาสั้น (ไม่เกิน 1 วินาที) การส่องกราดหลายครั้งจึงสามารถทำได้รวดเร็วและนำข้อมูลมารวมกัน สัญญาณจากพีคต่างๆเป็นบวก และมักเกิดที่ความถี่เดียวกันเวลาส่องกราด ส่วนพีคของสัญญาณรบกวนเป็นทั้งบวกและลบและเกิดที่เลขคลื่นแบบสุ่ม ทำให้สัญญาณของพีคต่างๆถูกย่ำหลายๆครั้งแต่สัญญาณของคลื่นรบกวนถูกหักล้างออกไป ดังนั้น เราจึงได้ IR สเปกตรัมที่ชัดเจนและใช้สารตัวอย่างเพียงเล็กน้อย (1 มิลลิกรัมหรือน้อยกว่า) ได้ และได้สเปกตรัมที่มีคุณภาพดีพอๆ กับใช้สารตัวอย่างขนาด 10 มิลลิกรัม ข้อได้เปรียบอีกข้อหนึ่งคือจะได้ความถี่ที่ถูกต้องแม่นยำเพราะเทียบมาตรฐานจากพีคของ He-Ne laser



รูปที่ 10.4 Michelson interferometer ใน FTIR สเปกโตรมิเตอร์

การทดลองที่ 10

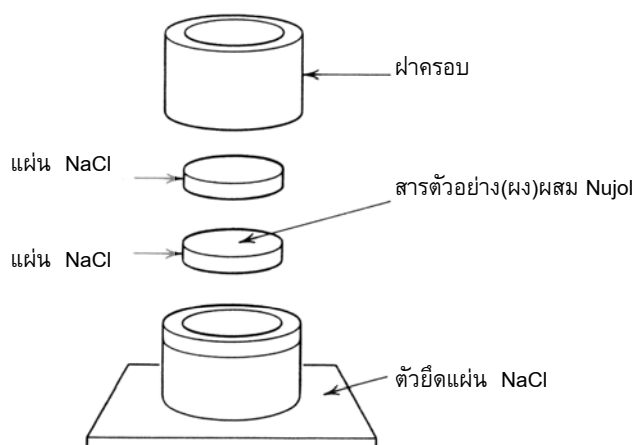
อินฟราเรด สเปกโตรสโคปี

นักศึกษาจะได้รับมอบหมายให้เตรียมสารตัวอย่างที่เป็นของแข็งและของเหลว ผู้ควบคุมปฏิบัติการจะต้องสาธิตการใช้ IR สเปกโตรมิเตอร์ นักศึกษาต้องเรียนรู้วิธีการต่างๆ ในการเตรียมสารตัวอย่าง ทั้งของแข็งและของเหลว วิธีบันทึกสเปกตรัมและการวิเคราะห์สเปกตรัมเพื่อหาสูตรโครงสร้างของสาร

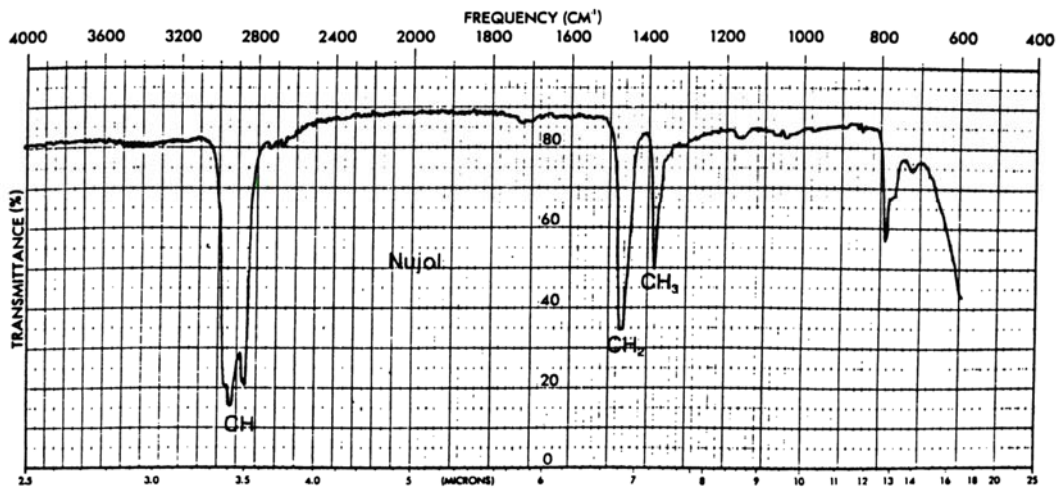
การเตรียมสารตัวอย่าง

การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อบันทึกสเปกตรัมขึ้นกับว่าสถานะทางกายภาพของสารตัวอย่าง วิธีการเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นของแข็งและของเหลวมีหลายวิธีและมีอุปกรณ์ที่ใช้แตกต่างกัน สารตัวอย่างของแข็ง

1. เตรียมเป็น Nujol mull โดยหยด nujol (mineral oil) ในสารตัวอย่าง 2-3 มิลลิกรัม ผสมเข้ากันแล้วทาบนแผ่น NaCl เซลล์ แล้วประกบด้วยแผ่น NaCl อีกแผ่นหนึ่ง ใส่ในตัวยึด (รูปที่ 10.5) Nujol เองดูดกลืนรังสี IR ในย่านเดียวกับการยืดและการงอของ C-H ในสารประกอบอัลเคน (รูปที่ 10.6) ถ้าต้องการดูแถบของหมู่ CH_3 และ CH_2 ในย่านนี้ควรใช้น้ำมันชนิดอื่น เช่น Hexachloro-butadiene หรือ Chlorofluorocarbon oil หรือเตรียมสารตัวอย่างโดยใช้วิธีอื่น แผ่น NaCl หลังใช้แล้ว ควรใช้ที่ขจัดกลุ่ม CH_2Cl_2 เช็ดให้สะอาดและจับเฉพาะขอบ นำไปเก็บใน desicator เนื่องจาก NaCl ดูดความชื้นง่าย

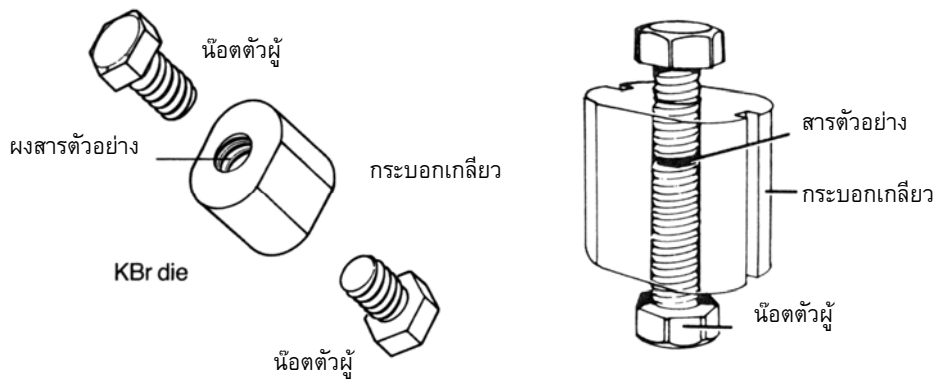


รูปที่ 10.5 แผ่นโซเดียมคลอไรด์และตัวยึด



รูปที่ 10.6 IR สเปกตรัมของ Nujol

2. เตรียมเป็น KBr disc โดยบดสารตัวอย่างของแข็งบริสุทธิ์ (1-2 มิลลิกรัม) รวมกับผง KBr (100 มิลลิกรัม) นำเข้าเครื่องอัด minipress (รูปที่ 10.7) จนได้แผ่นกลมแบนใสคล้ายแก้ว ทั้งสารตัวอย่างและ KBr ควรผ่านการอบให้แห้งก่อนบดรวมกัน หลังจากอัดเป็นแผ่นแบนแล้ว นำแผ่น KBr disc ใส่ที่ยึดพิเศษแล้ววางบนลำรังสี IR และหลังการวัดควรเก็บใน desicator และสามารถนำมาวัดสเปกตรัมซ้ำได้อีก



รูปที่ 10.7 Minipress สำหรับเตรียม KBr disc

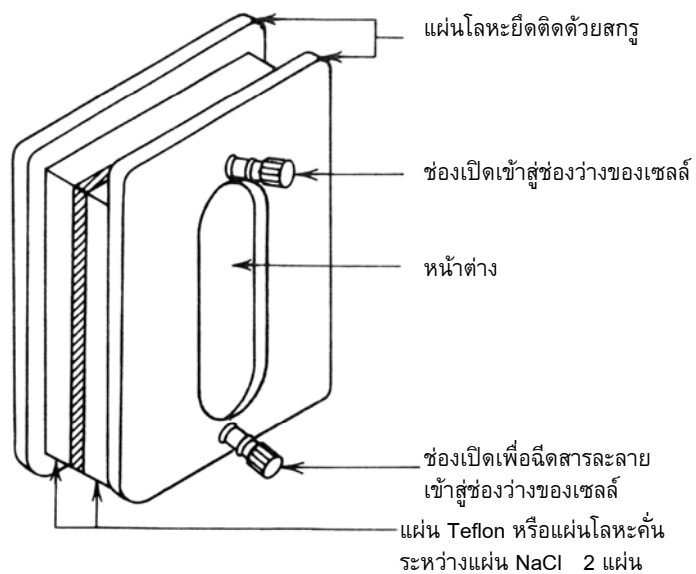
สารตัวอย่างของเหลว

1. หยดของเหลวบริสุทธิ์บนแผ่น NaCl แล้วประกบด้วยแผ่น NaCl อีกแผ่น ให้กระจายเป็นฟิล์มบางระหว่างแผ่น NaCl ทั้งสอง นำไปใส่ที่ยึด (รูปที่ 10.8)



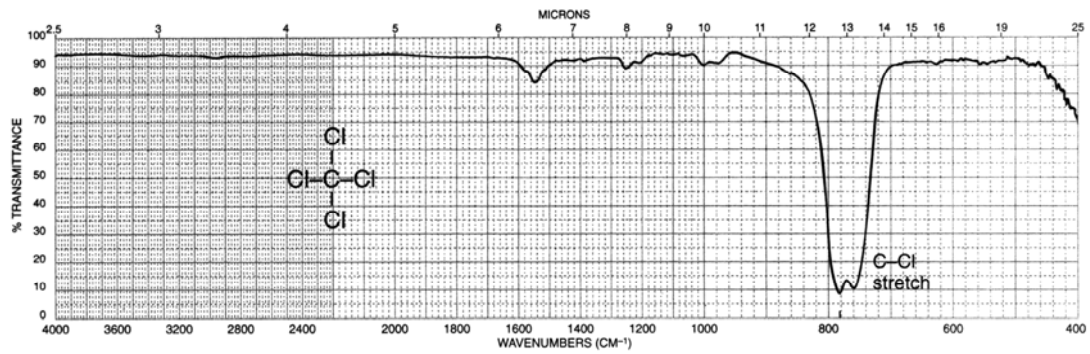
รูปที่ 10.8 การเตรียมสารตัวอย่างของเหลวโดยเตรียมเป็น thin-film

2. สารตัวอย่างของแข็งและของเหลวสามารถเตรียมเป็นสารละลายของ CCl_4 , CHCl_3 , CS_2 (5-10% โดยน้ำหนัก) ใส่สารละลายในเซลล์สารละลาย (solution cell) ระวังมิให้เกิดฟองอากาศภายใน วิธีที่ดีที่สุดคือ ฉีดสารละลายเข้าเซลล์สารละลายโดยใช้ไซริงค์ (syringe) (รูปที่ 10.9)

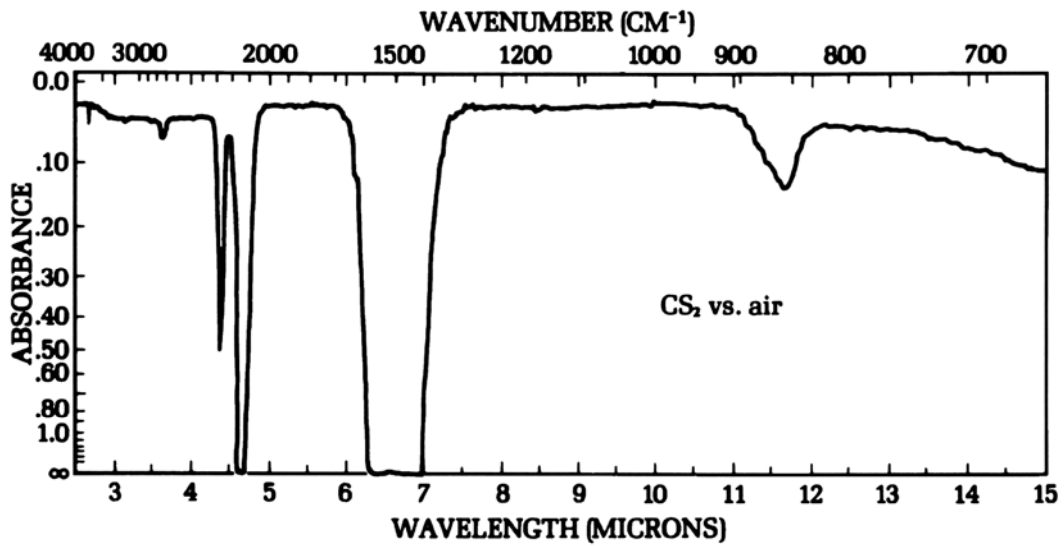


รูปที่ 10.9 เซลล์สารละลายสำหรับสารตัวอย่างของเหลว

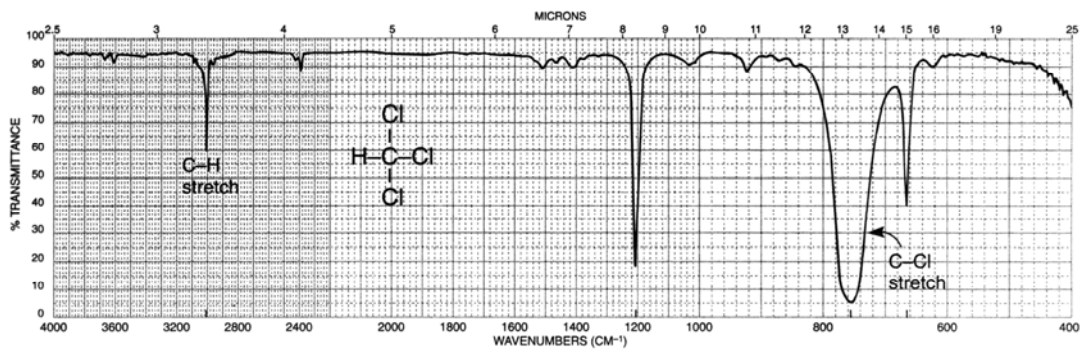
ตัวทำละลายแต่ละชนิดมีแถบเด่นในบางช่วงของสเปกตรัม (ดูรูปที่ 10.10, 10.11, 10.12) นอกจากนี้ตัวทำละลายเหล่านี้ล้วนมีพิษร้ายแรง จึงต้องใช้ความระมัดระวังในการจับต้อง ห้ามสูด



รูปที่ 10.10 IR สเปกตรัมของ carbon tetrachloride



รูปที่ 10.11 IR สเปกตรัมของ carbon disulfide



รูปที่ 10.12 IR สเปกตรัมของ chloroform

การบันทึก IR สเปกตรัม (ในกรณีที่มี IR สเปกโตรมิเตอร์)

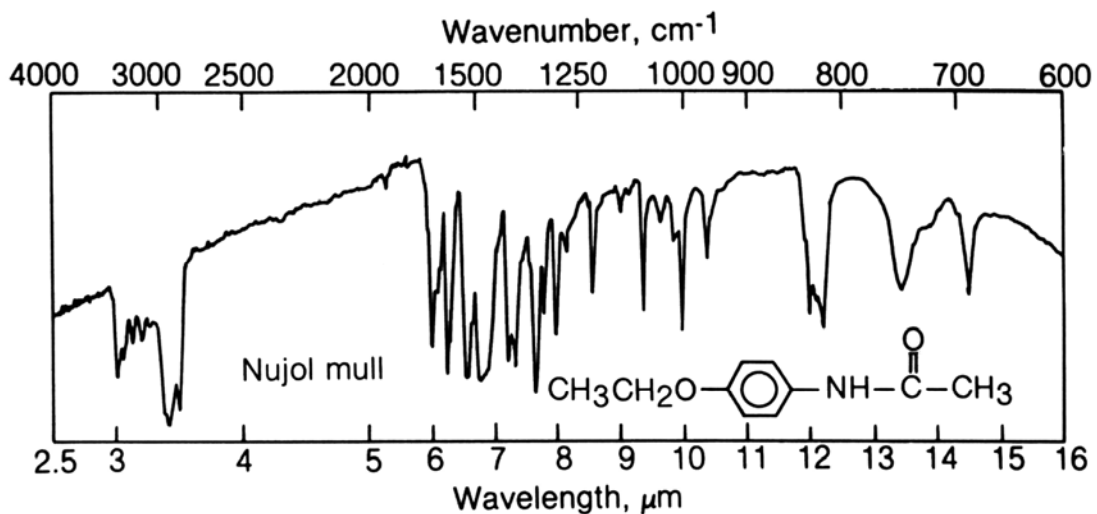
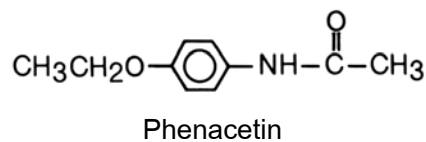
ผู้ควบคุมปฏิบัติการจะสาธิตการใช้ IR สเปกโตรมิเตอร์ นักศึกษาต้องเรียนรู้วิธีการต่างๆ ในการเตรียมสารตัวอย่าง ทั้งของแข็งและของเหลว วิธีบันทึกสเปกตรัมและการวิเคราะห์สเปกตรัมเพื่อหาสูตรโครงสร้างของสาร

การวิเคราะห์ IR สเปกตรัม

1. การวิเคราะห์แถบใน IR สเปกตรัม

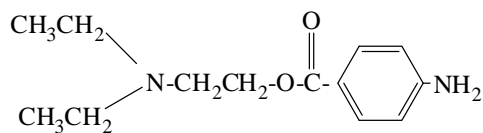
จงเขียนรูปแบบการสั่นของพันธะในโมเลกุลของสารประกอบต่อไปนี้ บอกตำแหน่ง (เลขคลื่น, cm^{-1}) ของแถบ IR ที่เกิดจากการสั่นของพันธะเหล่านี้

ก. Phenacetin ซึ่งมี IR สเปกตรัมดังแสดงในรูปที่ 10.13 และมีสูตรโครงสร้างดังนี้

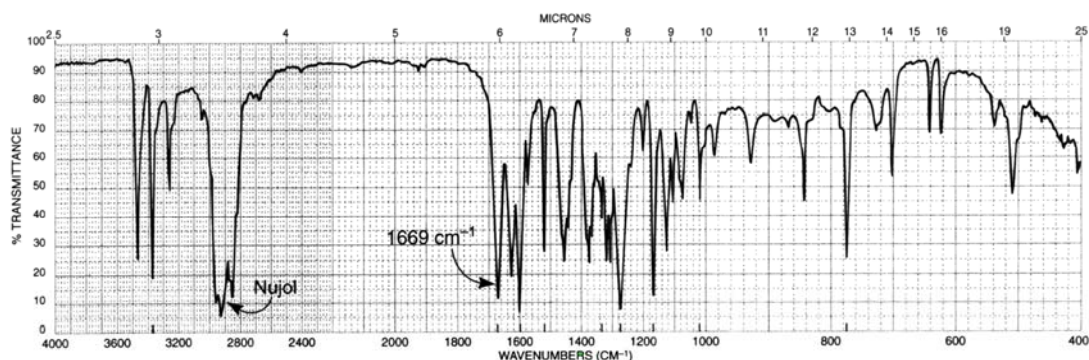


รูปที่ 10.13 อินฟราเรด สเปกตรัมของ Phenacetin

ข. **Procaine** ซึ่งมี IR สเปกตรัมดังแสดงในรูปที่ 10.14 และมีสูตรโครงสร้างดังนี้



Procaine




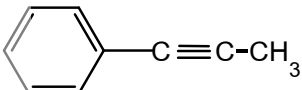

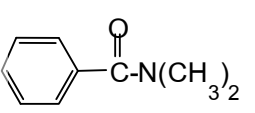

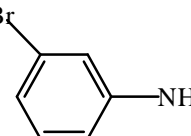
รูปที่ 10.14 IR สเปกตรัมของ Procaine

2. การวิเคราะห์หาสูตรโครงสร้างของสาร Unknown จาก IR สเปกตรัม

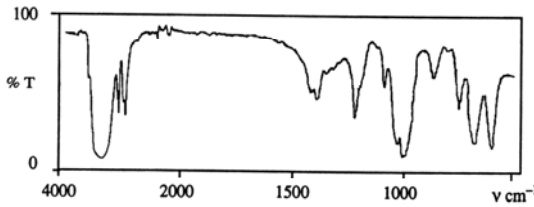
นักศึกษาแต่ละกลุ่มจะได้รับแจก IR สเปกตรัมอีก 3 สเปกตรัม ให้นักศึกษาวิเคราะห์สเปกตรัมอย่างละเอียดและตอบคำถามต่อไปนี้

- สารประกอบเหล่านี้เป็นสารประกอบ aliphatic หรือ aromatic
- บอกแถบสำคัญ (เป็นเลขคลื่น) รูปแบบการสั่น และหมู่ฟังก์ชัน
- หาสูตรโครงสร้างของสารจาก IR สเปกตรัมและสูตรโมเลกุลของสาร

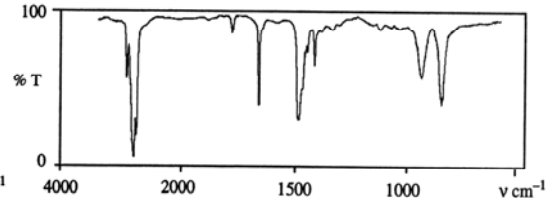
แบบฝึกหัด

1. จงเปลี่ยนความยาวคลื่นต่อไปนี้ไปเป็นเลขคลื่น
 (ก) $5.00 \times 10^{-4} \text{ cm}$ (ข) $7.40 \text{ }\mu\text{m}$ (ค) $3.33 \text{ }\mu$
2. จงเปลี่ยนเลขคลื่นต่อไปนี้ไปเป็นความยาวคลื่น
 (ก) 3000 cm^{-1} (ข) 831 cm^{-1} (ค) 1650 cm^{-1}
3. จงเรียงลำดับสารประกอบต่อไปนี้ตามความเข้มที่เพิ่มขึ้นของการยืดของพันธะ C=C (โดยเริ่มจากความเข้มต่ำสุดก่อน) ให้สมมติว่าความเข้มขึ้นของสารทุกตัวในเซลล์สารตัวอย่างเท่ากัน
 (ก) $\text{CH}_3\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{CH}_3$ (ข) $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{CH}_3$ (ค) $\text{CH}_2=\text{CCl}_2$
4. นักศึกษาคนหนึ่งบันทึกสเปกตรัมของสารพบว่า มีแถบความเข้มต่ำเกิดที่ 3710 cm^{-1} ($2.7 \text{ }\mu\text{m}$) แต่นักศึกษามั่นใจว่า สารที่บันทึกสเปกตรัมนี้ไม่ใช่แอลกอฮอล์และเอมีนอย่างแน่นอน ท่านคิดว่า แถบนี้เกิดจากอะไร
5. จงใช้ IR สเปกตรัมของสารประกอบต่อไปนี้เพื่อจำแนกสารคู่ต่างๆ ต่อไปนี้ **บอกแถบสำคัญใน IR สเปกตรัม** เพื่อยืนยัน
 (ก) $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2\text{H}$ และ $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2\text{CH}_3$
 (ข) $\text{CH}_3\text{CH}=\text{CHCO}_2\text{CH}_3$ และ $\text{CH}_2=\text{CHCH}_2\text{CO}_2\text{CH}_3$
 (ค)  และ 
 (ง)  และ 
 (จ)  และ 

6. IR สเปกตรัมต่อไปนี้ สเปกตรัมไหนเป็นของ benzyl alcohol และสเปกตรัมไหนเป็นของ 1-octene ซึ่งบันทึกในคลอโรฟอร์ม

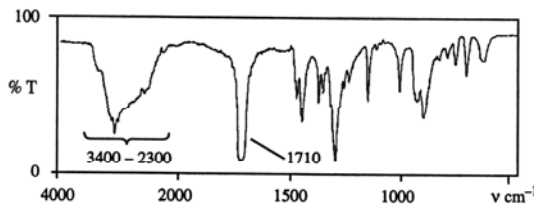


(ก)

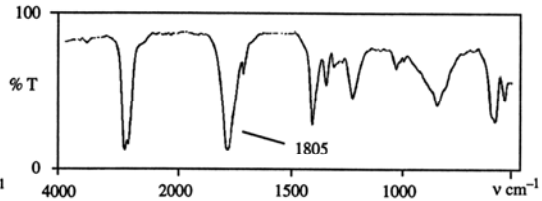


(ข)

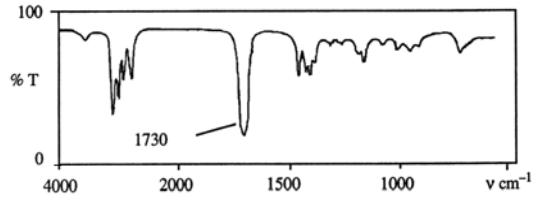
7. สเปกตรัมต่อไปนี้ เป็นของเอซิลคลอไรด์ (acyl chloride), แอลดีไฮด์, กรดคาร์บอกซิลิกและเอไมด์ จงวิเคราะห์และบอกแถบสำคัญที่ใช้ยืนยันว่า สเปกตรัมใดเป็นของสารใด



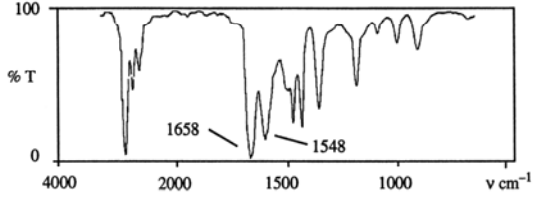
(ค)



(ง)

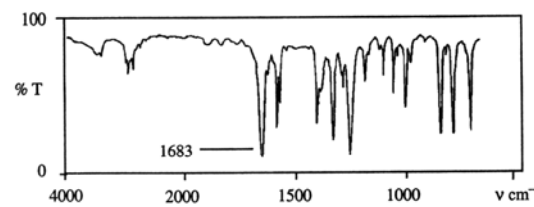


(จ)

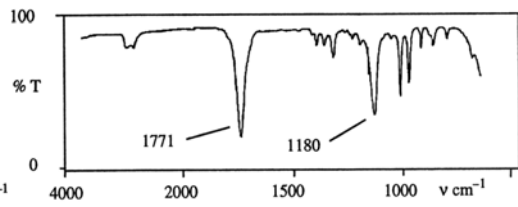


(ฉ)

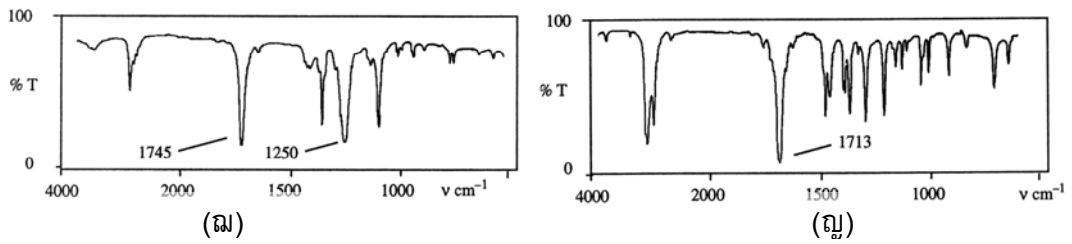
8. จงตัดสินจากแถบสำคัญที่มีลูกศรชี้ว่า สเปกตรัมใดเป็นของสารใดในสาร 4 ชนิดนี้: butyrolactone, Cyclohexanone, ethyl ethanoate และ methyl phenyl ketone และบอกด้วยว่า แถบที่มีลูกศรชี้ขึ้นเกิดจากการสั่นของพันธะอะไร



(ช)



(ฐ)



9. จาก IR สเปกตรัมของสารประกอบต่อไปนี้ จงวิเคราะห์แถบ IR ที่ใช้ยืนยันสูตรโครงสร้างของสารเหล่านี้

