

IR II

12. Oznaczanie chloroformu w tetrachloroetylenie metodą spektrofotometrii w podczerwieni

Promieniowanie podczerwone ma naturę elektromagnetyczną i jego absorpcja przez materię podlega tym samym prawom, co absorpcja promieniowania widzialnego i ultrafioletowego. A zatem absorpcję promieniowania podczerwonego można wykorzystać do ilościowego oznaczania substancji. W analizie ilościowej w podczerwieni stosuje się **prawo Lamberta – Beera**. Prawo to, opisujące absorpcję promieniowania przez roztwory, można sformułować następująco:

jeżeli współczynnik absorpcji rozpuszczalnika jest równy zero, to wiązka promieniowania monochromatycznego, po przejściu przez jednorodny roztwór substancji absorbującej o stężeniu c , ulega osłabieniu według równania:

$$I = I_0 \cdot e^{-k \cdot l \cdot c} \quad [1]$$

gdzie: I_0 – oznacza natężenie wiązki promieniowania monochromatycznego padającego na jednorodny roztwór, I – natężenie wiązki promieniowania po przejściu przez roztwór absorbujący, l – grubość warstwy roztworu, k – współczynnik absorpcji, e – podstawa logarytmu naturalnego.

Równanie [1] przedstawia się częściej w postaci zlogarytmowanej:

$$\ln \frac{I_0}{I} = k \cdot l \cdot c \quad [2]$$

lub

$$A = a \cdot l \cdot c \quad [3]$$

gdzie: $a = 0,4343 \cdot k$, zaś $A = \log I_0 / I$ nazywana jest **absorbancją**.

Absorbancja jest wielkością bezwymiarową i przyjmuje wartości od 0 do $+\infty$.

Inną wielkością stosowaną do określenia zdolności pochłaniania promieniowania jest **transmitancja T**, definiowana jako:

$$T = \frac{I}{I_0} \quad [4]$$

Transmitancja może przybierać wartości od 0 do 1 lub wyrażona w procentach wartości od 0% do 100%.

Pomiędzy absorbancją i transmitancją zachodzi zależność:

$$A = \log \frac{1}{T} = -\log T \quad [5]$$

Z równania [3] wynika, że wykresem zależności pomiędzy absorbancją A i stężeniem c jest linia prosta o nachyleniu $a \cdot l$, która może być wykorzystana do celów analitycznych jako krzywa kalibracyjna.

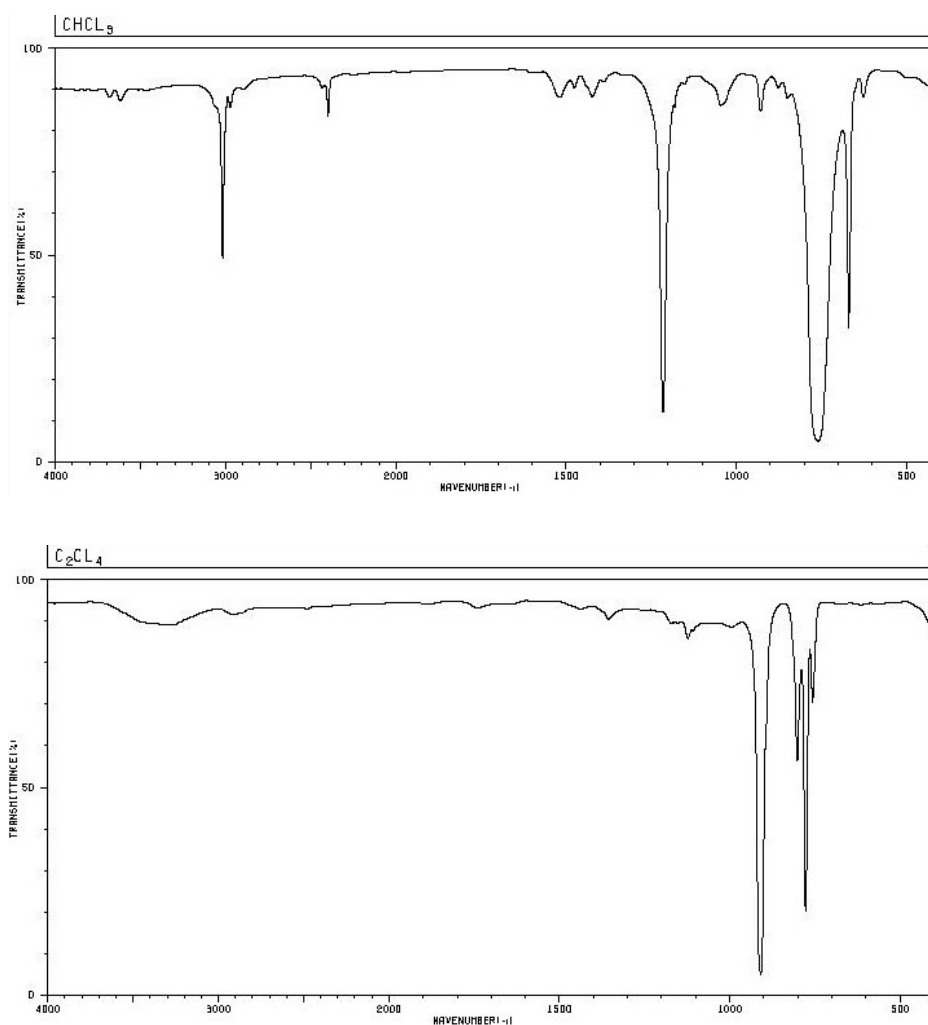
Odczynniki i aparatura:

- roztwory chloroformu w tetrachloroetylenie o stężeniach 10, 20, 30 i 40 %

Wykonanie ćwiczenia:

1. **Dokonać wyboru pasma analitycznego.** Pasma analityczne powinno być intensywne i nie powinno nakładać się na pasma innych składników próbki.

Do oznaczania chloroformu w tetrachloroetylenie odpowiednim wydaje się być pasmo absorpcyjne, odpowiadające drganiom rozciągającym wiązanie C—H w chloroformie i nieobecne w widmie tetrachloroetyleny, który w naszym przypadku pełni rolę rozpuszczalnika. W celu sprawdzenia powyższego stwierdzenia oraz określenia położenia pasma absorpcji grupy C—H, zarejestrować widma IR chloroformu i tetrachloroetyleny w zakresie $3400 - 2200 \text{ cm}^{-1}$. Porównać je z widmami zarejestrowanymi w zakresie $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ (rys. 1)



Rysunek 1

2. **Zarejestrować widma IR roztworów wzorcowych chloroformu** w zakresie liczb falowych $3400 - 2200 \text{ cm}^{-1}$.

3. Wykonać widma IR dwóch analizowanych próbek o nieznanym stężeniu chloroformu.

Opracowanie wyników:

1) Obliczyć absorbancję pasma absorpcji grupy C–H dla roztworów wzorcowych i roztworów analizowanych.

Widmo absorpcji w podczerwieni jest zapisywane jako zależność transmitancji od długości fali. Aby obliczyć absorbancję danego pasma absorpcji należy wyeliminować absorpcję tła, czyli absorpcję pochodzącą od nieoznaczonych składników próbki.

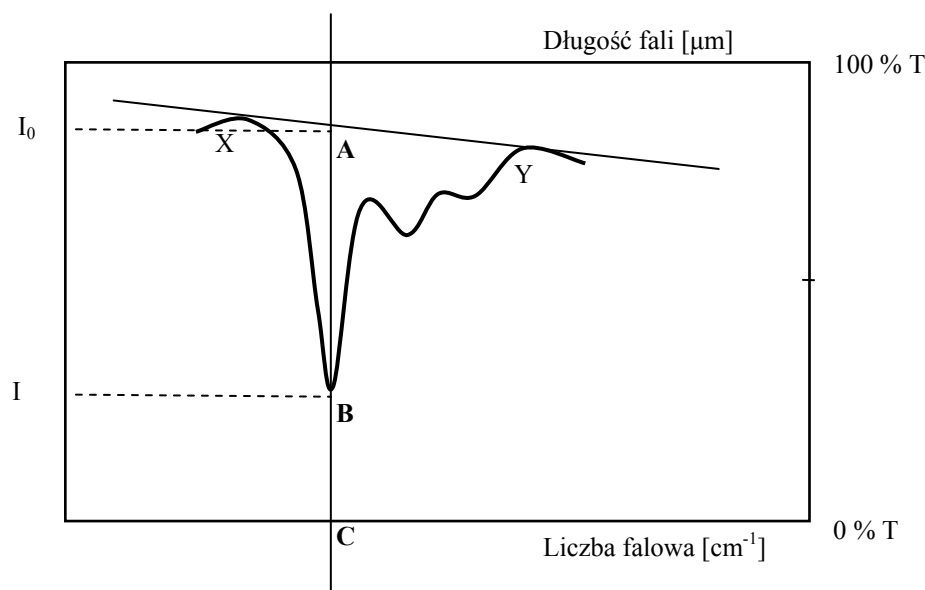
Najczęściej stosowaną metodą eliminacji tła jest **metoda linii podstawowej**.

Sposób postępowania przedstawiono na rysunku:

- Rysujemy styczną do krawędzi widma łącząc dwa skrajne punkty widma X i Y (otrzymujemy w ten sposób tzw. linię podstawową).
- Rysujemy linię pionową przez środek pasma absorpcji, prostopadłą do linii 100% T (linia ABC)
- Obliczamy absorbancję pasma absorpcji przyjmując, że:

$$I_0 = \text{odcinek AC}$$

$$I = \text{odcinek BC}$$



Po uwzględnieniu powyższego wyrażenie na absorbancję przyjmuje postać:

$$A = \log AC / BC$$

A zatem mierzymy długość odcinka AC (np. w mm) i dzielimy tę wartość przez długość odcinka BC (również w mm). Logarytm dziesiętny otrzymanego wyniku daje nam wartość absorbancji rozpatrywanego pasma.

2) **Wykreślić krzywą kalibracyjną** dla roztworów wzorcowych w układzie współrzędnych absorbancja – stężenie chloroformu.

3) **Odczytać**, z krzywej kalibracyjnej, **wartości stężeń chloroformu w próbkach** otrzymanych do analizy.

INSTRUKCJA OBSŁUGI PROGRAMU SP80



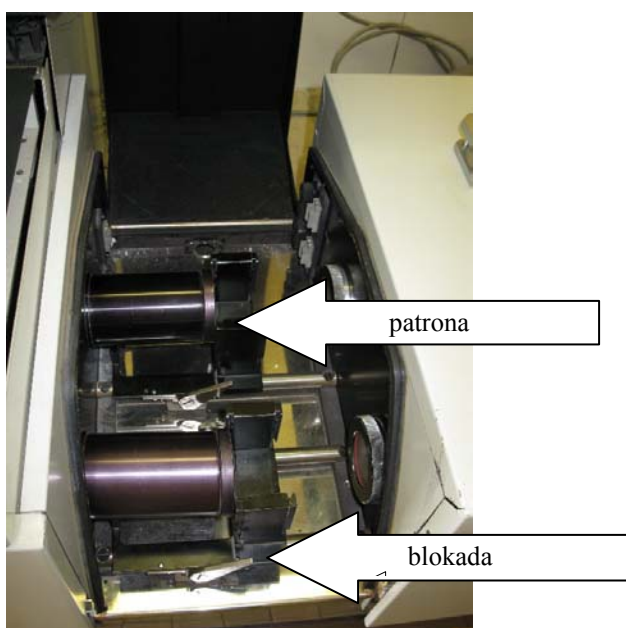
Rysunek 2

1. Informacje ogólne.

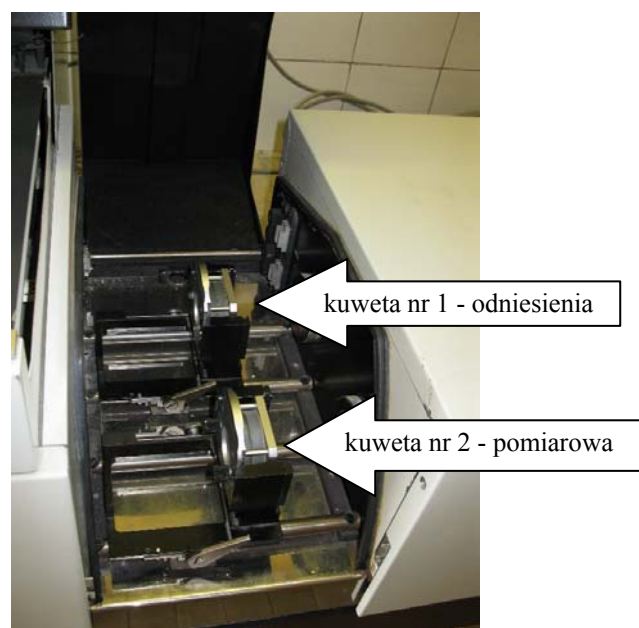
Program SP80 służy do sterowania spektrofotometrem SPECORD M-80, transmisji widma z aparatu do komputera i z komputera do aparatu. Wyboru żądanej funkcji w programie dokonuje się poprzez ustawienie wskaźnika na odpowiedniej opcji menu i naciśnięcia klawisza ENTER. Większość opcji w menu głównym posiada swoje „podmenu”. Powrót z „podmenu” do głównego odbywa się poprzez wybranie ostatniej opcji na liście lub naciśnięcie klawisza ESC. W dolnej części ekranu znajdują 3 linie, w których wyświetlane są komunikaty o stanie aparatu, ewentualnych błędach obsługi spektrofotometru oraz błędach transmisji między komputerem i spektrofotometrem.

Spektrofotometr SPECORD M-80 (rys. 2) **uruchamia prowadzący ćwiczenia**. Po zakończeniu pomiarów student zobowiązany jest wyłączyć przyrząd.

Komora pomiarowa spektrofotometru znajduje się z przodu aparatu, z prawej jego strony (rys. 2). Po jej otwarciu widoczne są sanki, w których umieszczone są patryny ze środkiem suszącym. Przed wykonaniem ćwiczenia należy je usunąć uwalniając blokadę sanek (rys. 3) i ustawić sanki w położeniu wyjściowym. W tylnych sankach należy umieścić kufetę odniesienia (kufeta nr 1) natomiast w przednich umieszczamy kufetę nr 2 z badanymi cieczami (rys. 4).



Rysunek 3

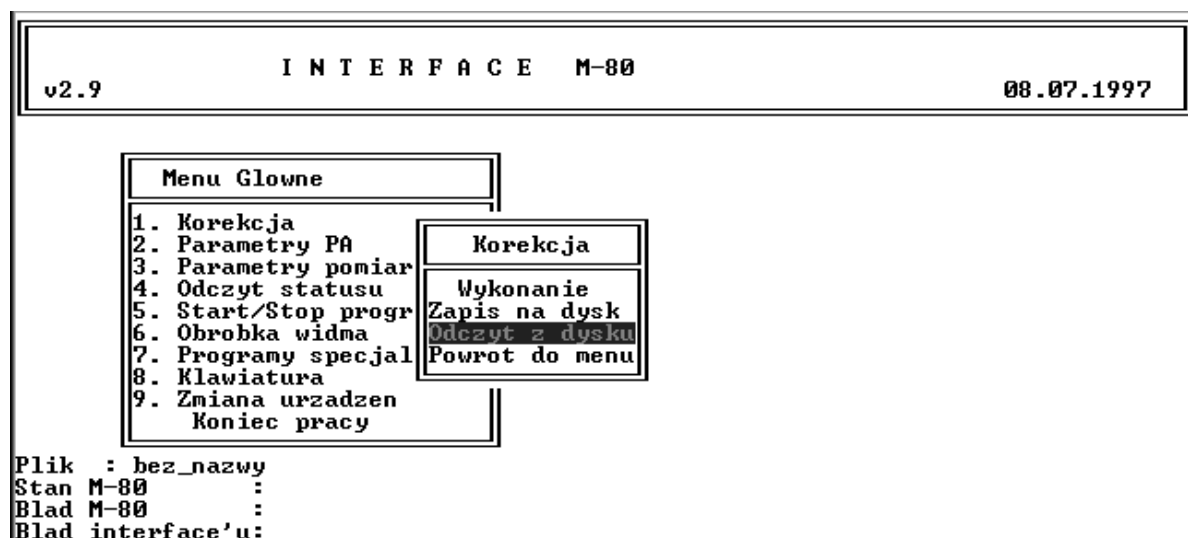


Rysunek 4

Poniżej opisane zostaną niezbędne funkcje obsługi programu.

2. Korekcja aparatu

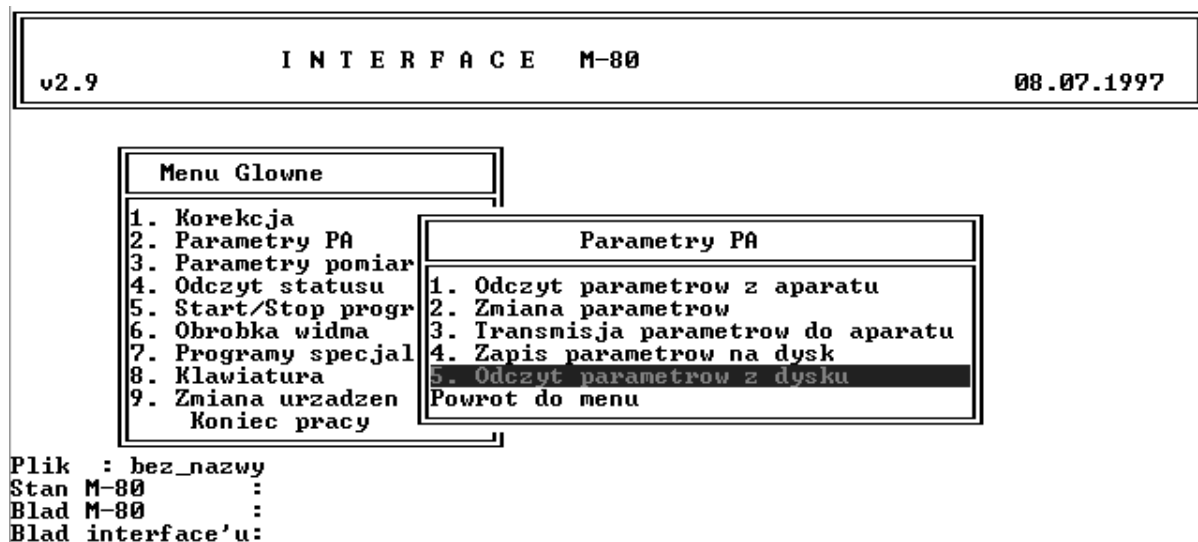
Aby rozpocząć pracę ze spektrofotometrem SPECORD M-80 należy na wstępie wczytać korekcję do aparatu (rys. 5). Wykonać to należy w następujący sposób. Z menu głównego wybrać opcję pierwszą: **Korekcja** a z podmenu: **Odczyt z dysku** i wybrać odpowiedni plik (**korekcja, kor**) i nacisnąć ENTER.



Rysunek 5

3. Parametry PA

W dalszej części należy przesłać do aparatu właściwe dla danego ćwiczenia parametry pomiarowe (PA). Po wybraniu z menu głównego **Parametry PA** wybrać **Odczyt z dysku** a następnie plik **cw-IR.ppa** i nacisnąć ENTER. Aby wczytać parametry do aparatu wybrać z menu **Transmisja parametrów do aparatu** i nacisnąć ENTER (rys. 6).



Rysunek 6

4. Rejestracja widma

Z menu głównego wybrać opcję **Start/Stop programu** oraz **Pomiar widma do MW** i nacisnąć klawisz ENTER (rys. 7) – rozpocznie się rejestracja widma.

Menu Głowne	
1. Korekcja	Start/stop programu
2. Parametry PA	1. Pomiar widma do MW
3. Parametry pomiar	2. Pomiar widma do AZ
4. Odczyt statusu	3. Pomiar energii
5. Start/Stop progr	4. Pomiar z podaniem czasu
6. Obrobka widma	5. Stop programu
7. Programy specjal	6. Rysowanie widma z MW
8. Klawiatura	7. Rysowanie widma z AZ
9. Zmiana urzadzen	Powrot do menu
Koniec pracy	

Plik : bez_nazwy
Stan M-80 :
Bład M-80 :
Bład interface'u:

Rysunek 7

Aby zarejestrować następane widmo wybrać ponownie opcję **Pomiar widma do MW**.

5. Zakończenie pracy z programem SP-80

Aby zakończyć pracę z programem wyjść do menu głównego i wybrać **Koniec pracy** i następnie wcisnąć literę T.

6. Wyłączyć spektrofotometr!!!