

FT-IR gyakorlat (MSc)

A méréseket Perkin-Elmer System 2000 FT-IR spektrométeren végezzük 4000 – 450 (vagy 550) cm^{-1} tartományban, 4 cm^{-1} felbontással, cseppfolyós nitrogénnel hűtött MCT (Hg–Cd–Te) detektor alkalmazásával. Az egy spektrumhoz tartozó mérések száma (scan) 16.

1.) CaSO_4 mennyiségének meghatározása KBr pasztillás technikával, KSCN belső standard alkalmazásával

A minta CaSO_4 és NaCl ismeretlen arányú keveréke, a cél az összetevők arányának meghatározása.

A pasztillák készítése úgy történik, hogy kb. 1,5 mg mintát achátmozsárban eldörzsölünk (homogenizálunk) kb. 300 mg vízmentes KBr-dal, majd a keveréket présformába töltve kb. 30 másodpercig 8 t-nak megfelelő nyomással préseljük.

A mérésorozat a következő lépésekből áll:

- a. Háttérkép készítése egy mintát nem tartalmazó KBr pasztillából
- b. A komponensek (CaSO_4 és KSCN) IR spektrumának elkészítése. A spektrumokból kiválasztunk egy-egy sávot, amely a CaSO_4 -ra, illetve KSCN-ra jellemző (egyedülálló, intenzív sáv, mely nem fed át a másik vegyület sávjaival).
- c. A standard (amely 30% CaSO_4 -ot, 30% KSCN-ot és 40% NaCl-ot tartalmaz) IR spektrumának elkészítése. A spektrumokról leolvassuk a jellemző sávok maximumainak abszorbanciáját.
- d. Az ismeretlen minta 50 mg-jához 20 mg KSCN-ot adva elkészítjük ennek a spektrumát is. Az abszorbanciák leolvasása után kiszámoljuk a minta CaSO_4 tartalmát. A számításokat a Lambert-Beer törvényt ($A = \varepsilon \cdot c \cdot l$) alkalmazva végezzük.

2.) Etanol spektrumának mérése és a csúcsok hozzárendelése

A tiszta folyadék spektrumát NaCl lapok között, vékony folyadékfilm formájában mérjük.

Háttér spektruma: két NaCl lap áteresztésének mérése

Minta spektruma: két NaCl lap közé felcseppentett (1 csepp) minta spektrumának mérése

A méréseket követően az ismeretanyag elsajátítását felmérő zh-t írunk.

A mérési jegyzőkönyvet a gyakorlatot követően max. 2 héten belül kell leadni.