

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6

КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ СЛОИСТЫХ СИЛИКАТОВ

Цель работы: ознакомиться с ИК - спектром слюды и провести его интерпретацию.

Приборы и принадлежности: спектрофотометр Specord 75 IR, микрометр, нож для щипки слюды.

Основные понятия

Для проведения качественного анализа проб по ИК - спектрам необходимо провести интерпретацию инфракрасного спектра. При этом необходимо сочетание экспериментальных данных с теоретическим расчетом. Изучение ИК - спектров неорганических веществ в настоящее время проводится двумя методами: выявлением характеристических частот и сравнением спектров сложных веществ со спектрами индивидуальных соединений.

Метод характеристических частот

Молекулы, имеющие одни и те же химические группы, часто имеют одинаковые частоты в спектре. Эти частоты называют характеристическими.

Расшифровка ИК-спектра производится следующим образом: идентификацию полос поглощения начинают с наиболее сильных и высокочастотных полос в области валентных колебаний ОН-связи. По таблицам характеристических частот полосу поглощения относят к колебанию конкретной связи. Наличие той или иной связи подтверждают деформационной полосой поглощения, относящейся к данной связи.

Метод сравнения

Идентификация неизвестного соединения по ИК-спектру осуществляется сравнением его спектра с эталонными спектрами. Для этого необходима обширная картотека эталонных спектров, при этом важнейшим фактором является стандартность условий их регистрации. В настоящее время имеются многочисленные атласы ИК-спектров поглощения органических и неорганических соединений.

Идентификация веществ по ИК-спектру является полностью достоверной только при точном совпадении изучаемого спектра со спектром эталона по положению (частоте), форме и относительной интенсивности всех полос, то есть всей спектральной кривой.

Порядок выполнения работы

1. Подготовить образцы слюд необходимой толщины.
2. Снять ИК-спектры приготовленных образцов.
3. Провести интерпретацию полос полученного спектра.
4. Данные занести в табл. 5.1, необходимые сведения взять из табл. 5.2 и 5.3.
5. Провести анализ полученных результатов.

Таблица 5.1

Частоты максимумов наблюдаемых полос поглощения

№ п/п	Частоты максимумов полос поглощения	Интерпретация полос
1		
2		
3		

В табл. 5.2, 5.3 приведены частоты максимумов основных полос поглощения ОН-групп для диоктаэдрических и триоктаэдрических слюдов (в табл. 5.2 - данные для мусковита, в табл. 5.3 - для флогопита, биотита, вермикулита). Пользуясь ими, можно провести интерпретацию спектра слюдов в области валентных и деформационных колебаний ОН-групп.

Таблица 5.2

Частоты колебаний ОН-групп в ИК-спектре мусковита

Частота, см ⁻¹	Интерпретация
351	ОН (γ)
405	ОН (γ) E ав
630	ОН (γ) E ав
691	ОН (γ) E ав
700	ОН
805	ОН (γ)
925	ОН (δ)
1000*	ОН (H ₂ O)
1795*	ОН (δ)
1800, 2045, 2705	ОН (комбин.)
3003, 3444	
3025*	
3120*	ОН
3280*	
3440*	ОН (ν) H ₂ O
3620*	ОН (ν) (струк.)
3666, 3650, 3618	ОН (ν)
3634	ОН (ν) в пл. ас.
3675, 3680*, 3660*	
3630, 3635*, 3590*	ОН (ν)
3570*	
4080*	ОН (комбинир.)
4200*	
4535*	
7080*	2 ν ОН
10387	3 ν ОН

Таблица 5.3

Частоты колебаний ОН-групп в ИК-спектрах триоктаэдрических слюд (флогопит, биотит, вермикулит)

Слюда	Частота, см ⁻¹	Интерпретация
Флогопит	343, 364	ОН (γ)
-	607, 658	ОН (γ)
-	708, 728, 773, 804	ОН (γ)
-	1620*	ОН (δ) H ₂ O
Вермикулит	1640	ОН (δ) H ₂ O
-	1700, 2070, 2670	H ₃ O
-	1635, 1800, 2024	
-	2854, 3110, 3216	ОН (комб.)
-	3316, 3430, 3528	
Флогопит	3320*	ОН (ν) H ₂ O
-	3400*	ОН (ν) H ₂ O
Биотит	3590*, 3675	ОН (ν)
Флогопит	3550*	ОН (ν) H ₂ O
-	3620*	ОН (ν) H ₂ O
	3635*	ОН (ν) струк.
-	3700*	ОН (ν) струк.
Биотит	3636*, 3652, 3668	
Флогопит	3680, 3696*, 3712*	ОН (ν)
Флогопит, биотит	4200*	ОН (комбин.)
Флогопит, биотит	4300*	ОН (комбин.)
Флогопит (мягкий), Вермикулит	5120*	ОН (комбин.)
Флогопит, Вермикулит	7080*	2 ν ОН
Флогопит	7324, 7410	2 ν ОН

γ - либрационные колебания, δ - деформационные, ν - валентные

Контрольные вопросы

1. Как проводят интерпретацию спектров минералов и пород методом сравнения?
2. Что такое характеристические частоты?
3. Как проводится отождествление полос поглощения с помощью характеристических частот?
4. Какие характерные особенности имеют ИК-спектры слоистых минералов?
5. Как по валентным колебаниям ОН-связи в слюдах отличить мусковит от флогопита?
6. Как по ИК-спектру отличить гидратированные слюды от менее гидратированных?
7. Какие частоты в спектре исследуемых слюд в области валентных колебаний относятся к свободной воде, какие к связанной.
8. Назвать частоты поглощения ОН-групп в области деформационных колебаний ОН-связи.