

C5966 Vybrané analytické metody a techniky konzervace - cvičení

Infračervená spektroskopie a termická analýzy
<https://is.muni.cz/www/moravec/c5966/>

Zdeněk Moravec, hugo@chemi.muni.cz

1 Průběh cvičení

Návod není nutné tisknout!

Cvičení probíhá v laboratoři C12/112. Doba cvičení je 2–3 hodiny.

1. Krátký úvod k IR spektroskopii (*A12/112*)
2. Spuštění spektrometrů
3. Změření IR spektra atmosféry, stanovení vlhkosti uvnitř přístroje
4. Měření IR spekter vzorků v KBr tabletách a metodou ATR
5. Interpretace IR spekter

1.1 Protokol

Protokol zašlete na adresu hugo@chemi.muni.cz *do dvou týdnů* ode dne konání cvičení. Optimálním formátem je PDF.

1.1.1 Doporučená struktura protokolu

1. Hlavička (Jméno, datum konání cvičení)
2. Princip
3. Postup
4. Spektra (naměřená spektra studenti dostanou v textovém formátu)
5. Interpretace spekter
6. Závěr

2 Infračervená spektroskopie

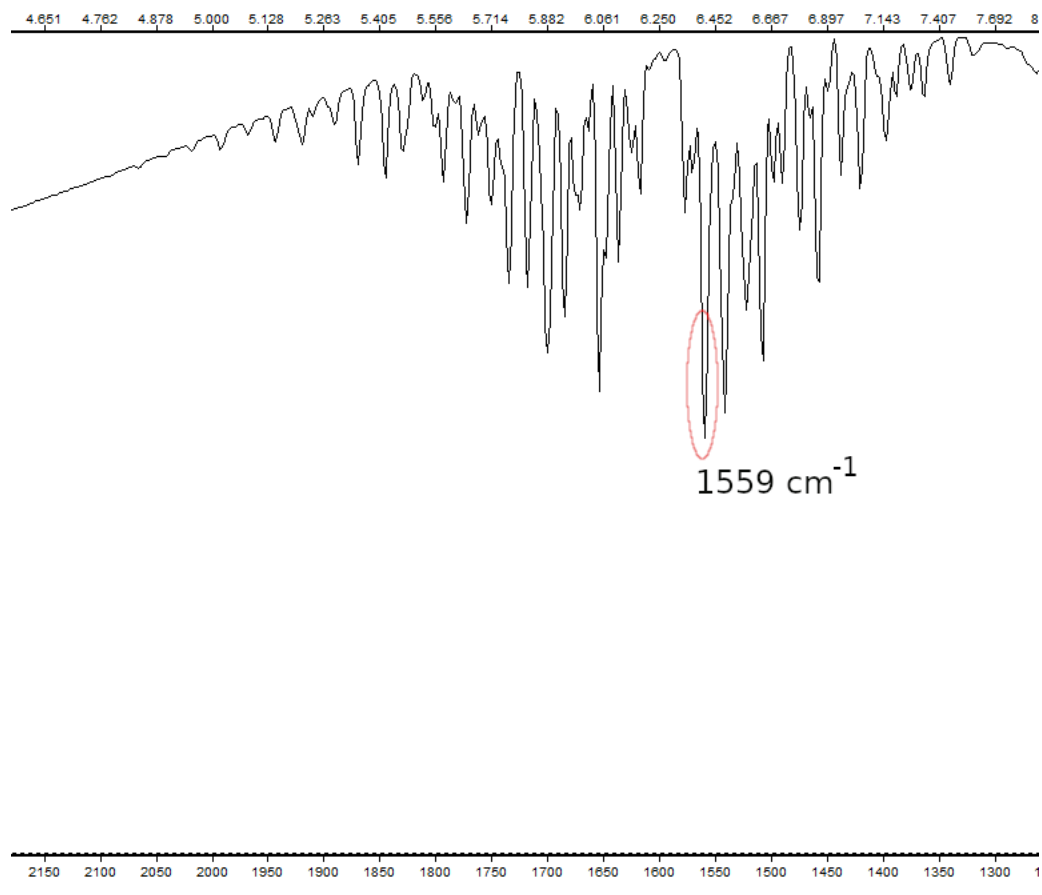
2.1 Stanovení vlhkosti uvnitř IR spektrometru

Hodnota vlhkosti uvnitř spektrometru je důležitá, protože optika je citlivá na stopy vlhkosti. Pro stanovení vlhkosti nastavíme spektrometr následujícím způsobem:

Počet skenů (background)	16
Počet skenů (vzorek)	1
Rozlišení	2 cm ⁻¹

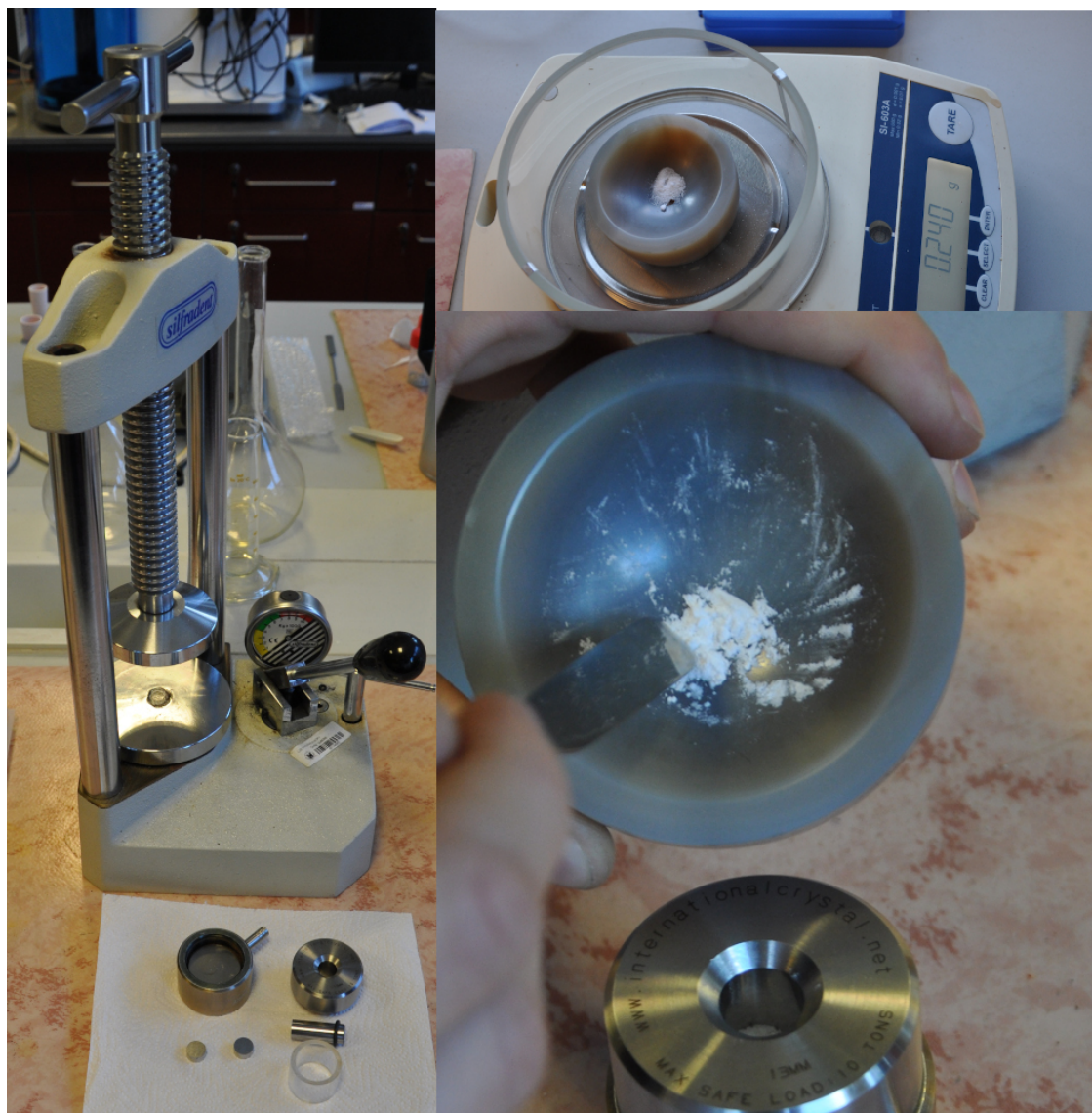
Po změření uložíme pozadí a odečteme hodnotu maximální intenzity (I_{MAX}) a hodnotu intenzity pásu 1559 cm⁻¹ (I_{1559}). Vlhkost pak vypočítáme:

$$M_{\text{REL}} = \left(1 - \frac{I_{1559}}{I_{\text{MAX}}}\right) \cdot 100\%$$



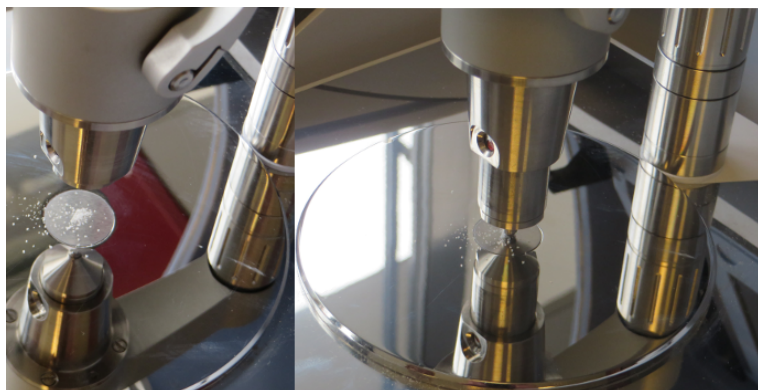
2.2 Měření IR spekter vzorků v suspenzi v KBr tabletách

1–3 mg vzorku smícháme s cca 300 mg KBr a směs rozetřeme v achátové třecí misce. Získaný prášek nasypeme do lisovací matrice a lisujeme pod tlakem 8–9 tun po dobu cca 1 minuty.



2.3 Měření IR spekter vzorků metodou ATR

Vzorek nasypeme na krystal diamantu, přitlačíme hrotem a změříme spektrum. Vzorky není potřeba žádným způsobem upravovat.



2.4 Vyhodnocení

Studenti dostanou naměřená IR spektra v textovém formátu, úkolem bude vytvořit grafický záznam spektra (doporučuji využít Gnuplot) a přiřadit nejintenzivnější pásy vibračním vazeb v molekule vzorku.