

Лабораторная работа №2 **Инфракрасная спектроскопия**

Задание 1 «Идентификация соединений по инфракрасным спектрам диффузного отражения или с использованием метода нарушенного полного внутреннего отражения»

Цель работы. Ознакомление с техникой ИК – спектроскопии и получение ИК – спектров поглощения полимерных пленок. Освоение методики работы на Фурье-ИК-спектрометре Vertex 70.

1. Включите спектрофотометр Vertex 70 и подготовьте его к работе.
2. Получите у преподавателя образцы трех полимерных пленок для их идентификации.
3. Записывают файл полученного ИК спектра сравнения.
4. Пользуясь таблицей 3, найдите характеристичные частоты для функциональных групп исследуемых соединений и с их помощью идентифицируйте полученные образцы.
5. В отчет о проделанной работе входит спектр трех полимерных образцов, спектры исследуемых соединений, их формулы и характеристичные частоты функциональных групп, по которым проводилась идентификация соединений.

Контрольные вопросы

1. В каких областях спектра проявляются переходы между вращательными, колебательными и электронными состояниями молекулы.
2. Как связано волновое число с длиной волны.
3. Переходы между колебательными состояниями молекул проявляются в области примерно от 50 до 4000 см⁻¹. Какова энергия этих переходов, какова спектральная область этих переходов в мкм.
4. Какую информацию можно получить из ИК – спектров.
5. Что служит источником непрерывного спектра в инфракрасной области спектра.
6. Зачем при съемке ИК – спектров поглощения порошкообразных или мелкокристаллических веществ используются иммерсионные среды вазелинового масла или KBr.
7. Приведите основной закон, используемый для количественного анализа в ИК – спектроскопии.

Библиография

1. Смит А. Прикладная ИК-спектроскопия. – М.: Мир, 1982. – 328 с.
2. Атласы, справочники ИК-спектров

ЗАДАНИЕ № 2

Задание 1 Определение эффективности действия стабилизатора методом ИК–спектроскопии (по накоплению карбонильных групп)

Цель работы. Оценить эффективность действия антиоксиданта по скорости накопления карбонильных групп в окисляемом полимере.

Вариант 1. Один из образцов полимера содержит заданный стабилизатор, второй – не стабилизирован.

Вариант 2. Один из образцов полимера содержит заданный стабилизатор, второй – стабилизатор сравнения.

Оборудование и реактивы: термостат для термоокисления на воздухе; ИК-спектрометр с Фурье–преобразованием; образец полимера и стабилизатор.

Подготовка пленок образцов полимеров: Полиэтилен – образцы для анализа приготавливают в виде пленок толщиной 0,4–0,6 мм путем горячего прессования на лабораторном прессе при температуре 150 – 160°C (170–175°C) и давлении 30 МПа. Для получения образца определенной толщины в пресс–форму вкладывают ограничитель соответствующей толщины с круглыми ячейками.

Определение толщины пленок осуществляют спектрально. Для этого пленки неокисленного полимера зажимают между стеклами разборной кюветы и снимают их ИК-спектры. Толщину кюветы находят предварительно из спектра интерференции. Найденное таким образом соотношение между оптической плотностью полосы поглощения 1453см^{-1} и толщиной образца используют в последующих опытах. Толщина пленок в опытах по окислению составляет 10-15 мкм.

Проведение испытаний. Термоокисление полимера проводят на воздухе в блочной печи. Спектры исследуемых образцов снимают в области $1800\text{--}1500\text{см}^{-1}$. Для проведения количественного анализа в качестве аналитической используют полосу поглощения при $\nu = 1720\text{см}^{-1}$ (5.82 мкм), соответствующую валентным колебаниям карбонильных групп кетонного и альдегидного типа. В качестве внутреннего стандарта выбирают полосу при $\nu = 1470\text{ см}^{-1}$, относящуюся к деформационным колебаниями $\text{CH}_3\text{--}$ и $\text{CH}_2\text{--}$ групп.

Порядок получения и обработки спектра: Включают прибор, в соответствии с инструкцией. Образец полимера в виде пленки помещают между окнами разборной кюветы, закрепляют в держателе и устанавливают в рабочем канале спектрометра; из порошка полимера готовят пасту (для приготовления пасты исследуемый образец полимера тщательно растирают в агатовой ступке и смешивают с небольшим количеством вазелинового масла). Затем образовавшуюся пасту наносят в виде тонкого слоя на одно из окошек разборной кюветы и накрывают сверху другим окошком; собранную таким образом кювету помещают в

держатель. Записывают спектр исследуемого вещества в широком интервале длин волн. Значение оптической плотности определяют методом базовой линии в максимуме полосы поглощения при 1720 см^{-1} .

По вычисленному значению оптической плотности определяют содержание карбонильных групп (M_{CO}) в полимере, пользуясь формулой:

$$M_{CO} = K D_{1720}/d ,$$

где $K = 0,0433$ – постоянный коэффициент;

D_{1720} – оптическая плотность образца в максимуме аналитической полосы;

d – толщина образца (см).

Степень окисления полимера при заданном времени, стабилизаторе и температуре оценивают по отношению оптических плотностей в точках 1720 и 1470 см^{-1} .

Оформление результатов: привести ИК-спектры исследуемых образцов полимера до и после окисления; рассчитать процент пропускания T , оптическую плотность D , содержание карбонильных групп M_{CO} в полимере и степень его окисления; построить график зависимости D_{1720} от $t_{ок}$, где $t_{ок}$ – время термоокисления образца. Нарастание M_{CO} представить в виде таблицы.

Для количественной оценки стабилизирующей эффективности антиоксиданта определить коэффициент стабильности – отношение нарастания M_{CO} окисленного и не окисленного образцов каучука (или полимерной пленки).

Сделайте вывод по проведенной работе.

Задание 3 «Количественный анализ смеси изомеров ксилола»

Положение полос поглощения замещенных производных бензола весьма специфично для каждого типа замещения. Так дизамещенные производные имеют не перекрывающиеся характерные области поглощения, что позволяет производить количественный анализ содержания изомеров в растворе:

Тип замещения	Области поглощения (см^{-1})
1,2 - замещенные	735 - 770
1,3 - замещенные	690 - 710; 759 - 810
1,4 - замещенные	800

Задача: 1. Приготовить 1 и 5 % растворы (по объему) каждого изомера ксилола в циклогексане ($C = 0,1$ м/л), снять их ИК-спектры в области $600 - 1000 \text{ см}^{-1}$. Идентифицировать полосы поглощения характерные для каждого типа замещения.

2. Полученную у преподавателя смесь ксилолов разбавить циклогексаном в отношении 1:20, записать ИК-спектр и, пользуясь градуировочным графиком, найти концентрации изомеров в смеси.

Форма отчета: ИК-спектры растворов, таблицы для каждого из приготовленных и исследуемых растворов. Привести градуировочные графики для каждого ксилола. Привести найденные концентрации изомеров в задаче.

Спектральные данные для раствора 1.

Вещество	ν_{\max}	I_0	I	D	C
<i>o</i> - КСИЛОЛ					
<i>m</i> - КСИЛОЛ					
<i>p</i> - КСИЛОЛ					

Использованы лабораторные работы из пособий:

1. Кузнецов Е.В., Дивгун С.М., Бударина Л.А, Аввакумова Н.И., Куренков В.Ф. Практикум по химии и физике полимеров — М.: Химия, 1977. – 256 с.

2. Швец, А.А. Практические работы по применению инфракрасной спектроскопии в химии координационных соединений для студентов дневного и вечернего отделений химического факультета РГУ