

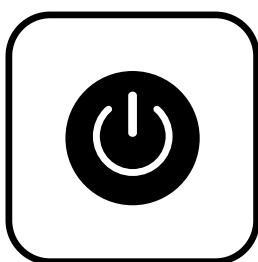
Spektroskopia fourierowska (FTIR) w badaniu struktury związków organicznych i nieorganicznych

Aparatura	Szkło i sprzęt laboratoryjny	Odczynniki
- spektrometr FTS 3000 Digilab Excalibur Mx (Bio-Rad) wraz z akcesoriami (technika transmisyjna); - waga laboratoryjna (dokładność 0,001 g); - prasa hydrauliczna ręczna Specac; - pastylkarka do pastylek o średnicy 10 mm.	- moździerz agatowy z tłuczkiem; - szpatułka-łyżeczka metalowa.	- bromek potasu, 99+%, do spektroskopii, klasa IR; - aceton do przemywania akcesoriów; - próbka do badań.

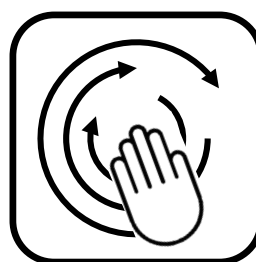
Próbka stała



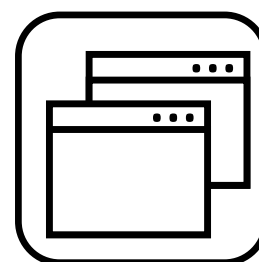
1. Zapoznać się z budową aparatury i akcesoriów do wykonania ćwiczenia.



2. Przygotować do pomiaru spektrometr FTS 3000 Digilab Excalibur Mx (Bio-Rad), wagę analityczną (wymagana dokładność do 0,001 g), prasę hydrauliczną Specac wraz z oprzyrządowaniem (pastylkarka).



3. Przemyć acetonem lub alkoholem etylowym pastylkarkę (matrycę do wykonywania pastylek z KBr), moździerz agatowy oraz pozostałe elementy mające kontakt z próbką badaną w trakcie pomiaru.



4. Włączyć oprogramowanie Varian Resolution Pro. Ustawić program pomiaru. Zakładka: *Collect* → *Rapid-Scan*: → *Electronics* → *Resolution*:* → *Scans to Co-add*:* → *Save range (custom)*: 4000–400 cm^{-1} .

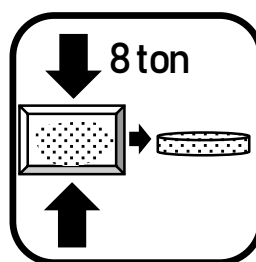
* wartość zgodnie z poleceniem Prowadzącego



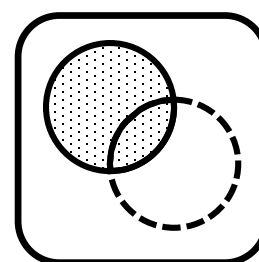
5. Moździerz agatowy umieścić na wadze laboratoryjnej, wytarować i odważyć 200 mg bromku potasu (KBr). Naczynie z KBr należy niezwłocznie zamknąć po pobraniu odważki w szklanej osłonie przeciwpodmuchowej wagi, a odważanie należy wykonać szybko ze względu na higroskopijność KBr.



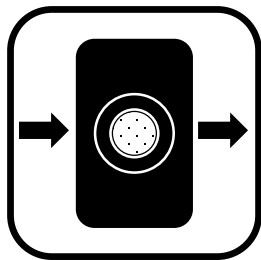
6. Po odważeniu, przenieść moździerz na blat roboczy stołu laboratoryjnego i szybko rozetrzeć tłuczkiem agatowym odważoną porcję KBr.



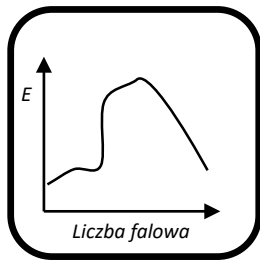
7. Odważoną i roztartą porcję KBr ostrożnie wysypać przy użyciu szpatułki do otworu pastylkarki a następnie matrycę umieścić w prasie hydraulicznej i włączyć pompę. Proces prasowania prowadzić pod naciskiem 8 ton.



8. Wyjąć sprasowaną pastylkę KBr z matrycy (sprasowana pastylka powinna być przeźroczysta). Nie dotykać powierzchni pastylki.



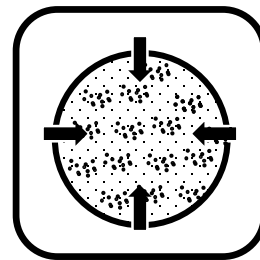
9. Ostrożnie umieścić pastylkę w uchwycie, a następnie włożyć uchwyt z pastylką do komory pomiarowej spektrometru.



10. Zarejestrować widmo w funkcji zależności absorbanca/liczba falowa w zakresie liczb falowych 4000–400 cm^{-1} dla pastylki z czystego KBr zgodnie z instrukcją obsługi spektrometru. Włączyć opcję *Collect Background* (zarejestrowane jest widmo tła).

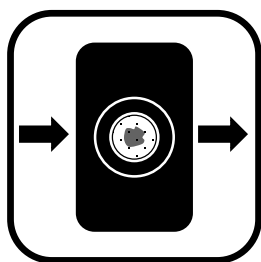


11. Przygotować drugą pastylkę. Odważyć 200 mg KBr, rozetrzeć w moździerzu agatowym. Do odważki KBr dodać około 2 mg próbki badanej w postaci proszku, a następnie całość rozetrzeć w moździerzu;

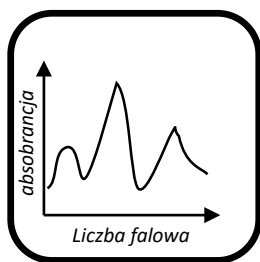


12. Odważoną i roztartą porcję KBr ostrożnie wysypać przy użyciu szpatułki do otworu pastylkarki a następnie matrycę umieścić w prasie hydraulicznej i włączyć pompę. Proces prasowania prowadzić pod naciskiem 8 ton.

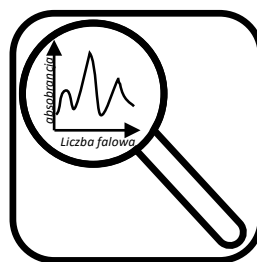
Wyjąć sprasowaną pastylkę KBr zawierającą próbkę badaną z matrycy. Nie dotykać powierzchni pastylki.



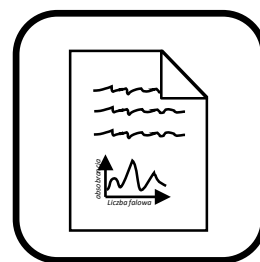
13. Umieścić pastylkę w uchwycie, a następnie włożyć uchwyt do komory pomiarowej spektrometru.



14. Zarejestrować widmo w funkcji zależności absorbanca/liczba falowa w zakresie liczb falowych 4000–400 cm^{-1} dla pastylki z badaną próbką zgodnie z instrukcją obsługi spektrometru. Włączyć opcję *Collect Sample*. Otrzymane widmo to widmo badanej próbki. Jednoznacznie nazwać zarejestrowane widmo nazwą próbki.



15. Odczytać pasma na widmie próbki i dokonać ich interpretacji. Zapisać wyniki analizy jakościowej.



16. Sporządzić raport według poleceń Prowadzącego.

Opracowanie merytoryczne:

Beata Grabowska

AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. St. Staszica w Krakowie

Opracowanie graficzne:

Karolina Kaczmarek

AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. St. Staszica w Krakowie

Instrukcja jest dostępna na licencji Uznanie autorstwa - Na tych samych warunkach 4.0. (CC BY-SA 4.0)

