

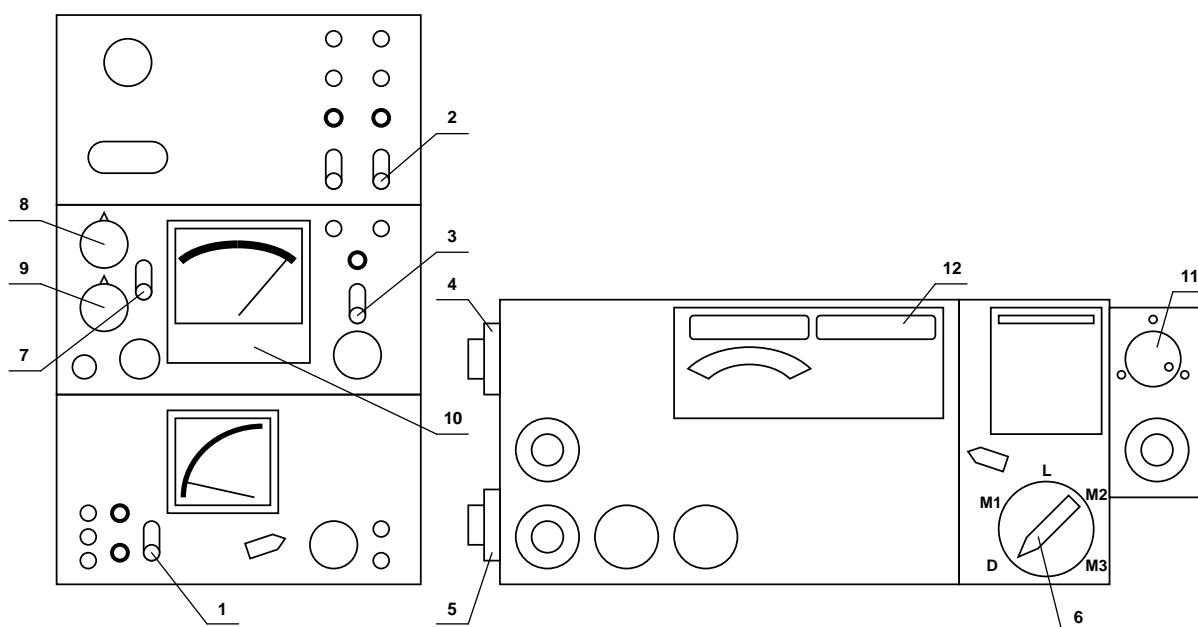
BADANIE ASOCJACJI ALKOHOLI ZA POMOCĄ SPEKTROSKOPII W PODCZERWIENI

1. Cel ćwiczenia.

Celem ćwiczenia jest zarejestrowanie i interpretacja widm absorpcyjnych w podczerwieni (w zakresie I nadtonu) roztworów alkoholu w rozpuszczalniku niepolarnym (CCl_4) oraz określenie wpływu stężenia i temperatury na równowagę asocjacji w badanym układzie.

2. Aparatury.

Spektrofotometr VSU-2P (jednowiązkowy, punktowy) z przystawką do pomiarów w bliskiej podczerwieni (rysunek 1), kuwety szklane o grubości 2 cm, ultratermostat.



Rysunek 1. Schemat spektrofotometru VSU-2P (na rysunku zaznaczono tylko elementy przyrządu używane podczas pomiarów w zakresie bliskiej podczerwieni); 1. wyłącznik lampy żarowej, 2. wyłącznik elektrometru, 3. wyłącznik przystawki pomiarowej w zakresie bliskiej podczerwieni, 4. pokrętło regulacji szerokości szczeliny, 5. pokrętło nastawiania długości fali, 6. przełącznik położenia kuwet, 7. przełącznik zakresu pomiarowego, 8. pokrętło zerowania (zgrubne), 9. pokrętło zerowania (dokładne), 10. miernik (górną skalę – absorbancja, dolną skalę – transmitancja), 11. pokrętło zmiany detektorów (dla bliskiej podczerwieni w pozycji białego punktu), 12. skala długości fali.

3. Wykonanie ćwiczenia

- 1) Włączyć termostat i nastawić zadaną temperaturę pomiaru (patrz tabela).
- 2) Sprawdzić czy w aparacie znajdują się kuwety z przygotowanymi roztworami, napełnione do ok. 80% objętości. Kuwety z przygotowanymi roztworami i rozpuszczalnikiem umieszczono w aparacie odpowiednio w położeniach M1, L, M2 i M3, gdzie M1÷M3 oznaczają roztwory o rosnącym stężeniu, L – czysty rozpuszczalnik.
- 3) Po około 10 minutach termostatowania w aparacie wykonać fragment widma badanego związku dla największego stężenia (patrz *Wykonanie widma*).
- 4) Zmierzyć absorbancję pasma I nadtonu drgania rozciągającego swobodnej grupy OH oraz pasma drgania rozciągającego grupy CH (patrz *Wykonanie pomiarów*).
- 5) Powtórzyć pomiary (bez widma) w temperaturze wyższej od poprzedniej o 10 K.
- 6) Po zakończeniu pomiarów wyłączyć aparaturę, **zakręcić wodę**.

4. Wykonanie widma

- 1) Włączyć aparat – przełączniki 1, 2, 3.
- 2) Ustawić odpowiednią szerokość szczeliny pokrętłem 4 (szerokość szczeliny zostanie podana w instrukcji obok układu pomiarowego). Ustalonej wartości nie zmieniać podczas pomiarów!
- 3) Pokrętłem 5 ustawić długość fali na wartość 1,36 μm .
- 4) Przełącznik kuwet 6 ustawić w położeniu L, pokrętłami 8 (zgrubne) i 9 (dokładne) doprowadzić wskazania miernika 10 do wartości absorbancji równej 0. **Uwaga na błąd paralaksy!**
- 5) Przełącznik kuwet ustawić w położenie gdzie jest największe stężenie roztworu. Odczytać wartość absorbancji.
- 6) Zwiększać długość fali co 0,01 μm aż do wartości 1,41 μm . Wykonać pomiar absorbancji według punktów 4÷5.
- 7) W zakresie 1,45÷1,65 μm zmieniać długość fali co 0,05 μm , natomiast w zakresie 1,65÷1,79 μm zmieniać długość fali co 0,02 μm .
- 8) Narysować widmo w zbadanym zakresie, dalsze pomiary prowadzić dla długości fal, odpowiadających wyznaczonym z widma maksimum absorbancji (długości fal odpowiadające pasmom I nadtonu drgań wolnej grupy –OH i grupy –CH).

5. Opracowanie wyników

- 1) Obliczyć stężenia molowe badanych roztworów (na podst. podanych mas alkoholu).
- 2) Obliczyć wartości współczynnika absorpcji dla obu pasm ze wzoru 1

$$\varepsilon = \frac{A}{c \cdot l} \quad (1)$$

gdzie: c – stężenie roztworu, l – grubość kuwety (2 cm).

- 3) Wykonać wykresy $\varepsilon = f(c)$ dla obu pasm i obu temperatur.
- 4) Przedyskutować przebieg wykresów i na ich podstawie wyciągnąć wnioski na temat wpływu stężenia i temperatury na równowagę reakcji asocjacji.

6. Rachunek błędów

Celem ćwiczenia jest pokazanie w sposób jakościowy stosowalności prawa Lamberta-Beera dla dwóch pasm oscylacyjnych: drgania rozciągającego grupy OH i grupy CH, wyciągnięcie wniosków na temat asocjacji badanych związków oraz wpływu temperatury na równowagę asocjacji. Obliczenia wykonywane w ćwiczeniu obejmują jedynie wartość współczynnika absorpcji ze wzoru:

$$\varepsilon = A/(c \cdot l) .$$

Wykonujący ćwiczenie powinien oszacować błąd wyznaczenia absorbancji A . Określenie błędów stężenia c jest trudne (przygotowanie roztworów w małych kolbach miarowych w żaden sposób nie kalibrowanych, w przypadkowej temperaturze), błąd jest na pewno większy, niż błąd ważenia, należy przyjąć arbitralnie wartość 5%. Grubość kuwety (l) jest podana i można ją przyjąć za dokładną.

Dla wykonania rachunku błędów trzeba zastosować wzór:

$$\delta\varepsilon/\varepsilon = \delta A/A + \delta c/c \quad [6]$$

W ćwiczeniu niepewnym parametrem jest również temperatura pomiaru: układ jest termostatowany, ale temperatura roztworu w kuwecie znacznie odbiega od temperatury w termostacie (słaby kontakt z zewnętrznym płaszczem metalowym). Wpływ temperatury na asocjację oceniany jest więc wyłącznie jakościowo.

7. Obowiązujący zakres zgadnień

Przed przystąpieniem do pomiarów należy zapoznać się z rozdziałami 1.5, 3.8.1 oraz J-22 ze skryptu „Chemia fizyczna”.

8. Literatura

- 1) R. Bareła, A. Sporzyński, W. Ufnalski, *Chemia fizyczna. Ćwiczenia laboratoryjne*. Oficyna Wydawnicza PW, 2000.
- 2) N. L. Alpert, W. E. Keiser, H. A. Szymanski, *Spektroskopia w podczerwieni. Teoria i praktyka*. PWN, 1974.
- 3) T. Biernacka, *Zastosowanie spektrofotometrii w podczerwieni i widm Ramana do celów analitycznych*. Ossolineum, 1977.
- 4) L. Sobczyk, *Wiązanie wodorowe*. PWN, 1969.
- 5) W. Szczepaniak, *Metody instrumentalne w analizie chemicznej*. PWN, 2004.