

ИК-Фурье-спектрометр Agilent Cary 630 — помощь в проведении лабораторных работ для студентов

Вращательный спектр HCl

Методические рекомендации

Образование и наука

Автор

Норман Райт (Norman Wright)
Менеджер по продукции для
ИК-Фурье-спектроскопии
Группа по практическим
применениям ИК-Фурье-
спектроскопии Agilent Technologies,
Данбери, штат Коннектикут, США



Введение

Инфракрасная спектроскопия — это фундаментальный метод анализа, который должны знать и иметь возможность применить на практике студенты, специализирующиеся в физической, аналитической и органической химии. Для успешного применения в студенческих практикумах ИК-Фурье-спектрометры должны иметь ряд конструктивных особенностей, позволяющих работать в многопользовательской обстановке. Они должны быть просты в эксплуатации, универсальны, надежны, компактны и экономичны. ИК-Фурье-спектрометр Agilent Cary 630 полностью удовлетворяет этим требованиям.

Он позволяет проводить спектральные измерения для широкого диапазона материалов и химических веществ. Компактный ИК-Фурье-спектрометр Agilent Cary 630 с полным набором принадлежностей подходит для анализа жидкостей, твердых веществ и газов и может использоваться практически во всех традиционных областях применения.

После минимального обучения студенты могут использовать спектрометр Agilent Cary 630 для качественного анализа, связанного с органическим синтезом, а также для количественного анализа в рамках аналитических или приборных лабораторных работ.

Данная методическая информация демонстрирует применение спектрометра Agilent Cary 630 в типичном эксперименте студенческого практикума по аналитической и физической химии, посвященном измерению молекулярных постоянных хлороводорода или сходных двухатомных молекул в газовой фазе.



Agilent Technologies

ИК-Фурье-спектрометр Agilent Cary 630

Преимущества для научно-образовательной среды, применения в обучении и поддержке рутинных исследований

Общая конструкция системы

- Наиболее компактный ИК-Фурье-спектрометр с превосходными рабочими характеристиками. Сверхкомпактная конструкция значительно экономит рабочее пространство.
- Благодаря низкой массе систему можно свободно перемещать по мере необходимости.
- Полностью герметичная оптическая система и небольшие габариты позволяют использовать спектрометр в стандартных вытяжных шкафах.
 - Широкий выбор приставок для анализа жидких, твердых и газообразных проб.
 - Замечательные рабочие характеристики и простота в использовании прибора в целом делают возможным выполнение практически всех анализов менее чем за одну минуту.

Оптико-механические компоненты

- Постоянным образом отъюстированные интерферометр и оптическая система делают данный прибор исключительно надежным для ежедневного использования.
- Интерферометр и оптическая система отличаются чрезвычайной надежностью. В спектрометре Agilent Cary 630 используются такие же оптико-механические компоненты, как и в портативных и ручных промышленных системах, требующих наивысшего уровня надежности.
- Оптическая система с большой апертурой и коротким внутренним оптическим путем обеспечивает наивысшие рабочие характеристики среди приборов данного класса.

Методика и измерения

Измерения выполняли с использованием ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630 с приставкой для измерений в режиме пропускания (G8043 #300) и газовой кюветой с длиной оптического пути 50 мм (G8043 #306). Управление прибором, измерения и анализ данных осуществлялись с помощью программного обеспечения Agilent MicroLab Expert (G4097AA).

Измерения для газообразного HCl проводили следующим образом. Газовую кювету устанавливали в модуль для измерений в режиме пропускания, располагая входное и выходное отверстия таким образом, чтобы пробу можно было вводить в кювету и удалять из нее. При пустой кювете устанавливали коэффициент усиления спектрометра, обеспечивающий интенсивность сигнала в пределах от 18 000 до 25 000. Это обеспечивало уровень сигнала, достаточный для анализа пробы с оптическим разрешением 2 см^{-1} . Перед вводом пробы и получением соответствующего спектра задавали параметры сбора данных и получали фоновый спектр.

На рис. 1 показан снимок экрана с параметрами сбора данных.

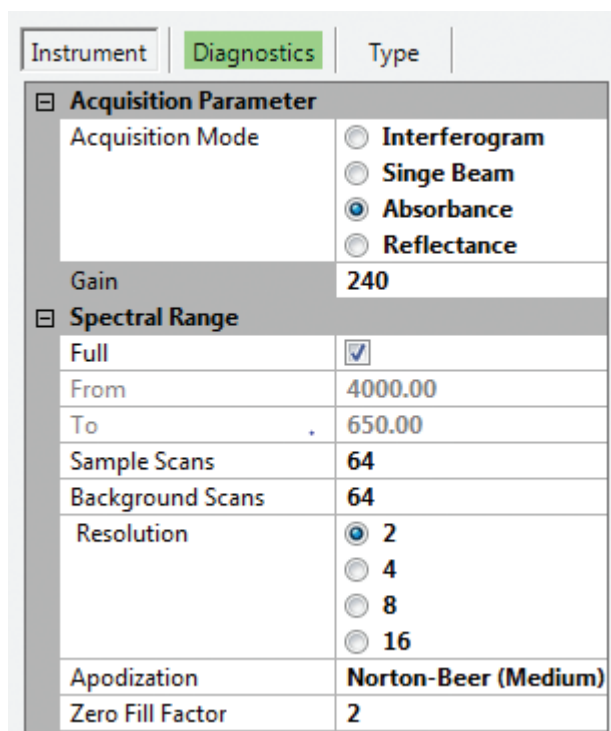


Рис. 1. Снимок экрана с параметрами сбора данных

Приставки для проб

- Взаимозаменяемые приставки, не требующие юстировки, позволяют студентам сразу применять на практике различные экспериментальные методики, такие как измерение в режиме пропускания и в режиме нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО).
- Доступные приставки для проб включают: приставку НПВО с алмазным кристаллом, приставку для измерений диффузного отражения, приставки для измерений в режиме пропускания для твердых тел, жидкостей и газов, а также инновационную приставку Agilent DialPath для анализа жидкостей.
- Приставка НПВО с алмазным кристаллом идеально подходит для анализа исходных веществ, реагентов и продуктов реакции. Она обладает устойчивостью к царапинам и высокой химической стойкостью (рН 1–14).
- Приставка НПВО позволяет проводить анализ чистой реакционной смеси в виде отбираемой пробы. Отсутствует необходимость разбавления пробы.
- Пресс для порошков обеспечивает хороший оптический контакт твердых веществ с кристаллом приставки НПВО и имеет защиту от чрезмерного давления, что исключает повреждение алмазного окна вследствие чрезмерного давления.

Программное обеспечение и пользовательский интерфейс

- Интуитивно понятное ПО с наглядным интерфейсом позволяет выполнять сбор данных практически без подготовки.
- Отображение спектров в режиме реального времени при работе с прессом приставки НПВО обеспечивает достижение надлежащего контакта между твердыми пробами и алмазным кристаллом приставки НПВО.
- Результаты экспериментов можно хранить под именами отдельных студентов или с каким-либо другим идентификатором.
- Студенты могут исследовать состав исходных веществ, выделенных промежуточных соединений и конечных продуктов посредством сравнения со спектрами из встроенной библиотеки ИК-спектров.
- Для альтернативных возможностей анализа данных или их отображения файлы данных могут быть преобразованы для работы в стандартных коммерчески доступных программных пакетах обработки, анализа и отображения данных.
- Встроенные аналитические функции гарантируют максимальную эффективность работы.

ПО MicroLab Expert позволяет пользователям с различным уровнем доступа визуализировать и обрабатывать спектральные данные, что особенно ценно в научно-образовательной среде, в таких областях нерутинного анализа, как синтез и научно-исследовательская лабораторная работа. Это полнофункциональный пакет со следующими возможностями:

- отображение спектров и операции с ними;
- математические функции;
- анализ присутствия функциональных групп;
- поиск по библиотекам;
- возможности одномерного и многомерного количественного анализа.

Также ПО MicroLab Expert может быть без труда сопряжено с инструментами настройки методик ПО MicroLab PC, что позволяет пользоваться всеми преимуществами ПО MicroLab PC для организации практикумов.

Несколько замечаний по выбору параметров

- **Число циклов сканирования.** Может быть снижено до 32 или даже до 16, если важна скорость. При 64 циклах время сканирования все равно остается в пределах ~ 1 минуты.
- **Аподизация.** С целью минимизации ширины спектральной полосы обычно применяют аподизацию с прямоугольной функцией. В данном случае переход к функции аподизации Нортон — Бира (средней) не вносит значительных изменений в ширину линии. Сохраняется хорошее разделение линий и уменьшаются пульсации базовой линии, что улучшает вид спектра.
- **Параметр дополнения нулями.** При повышении значения параметра дополнения нулями (ZFF) до 2 при расчете появляется новая точка данных между каждыми двумя соседними точками из соответствующего преобразования спектра, выполненного без использования дополнения нулями. В результате получается улучшенная форма пика без уширения линии. Однако недостаток заключается в том, что размер файла будет в два раза больше и, если не используется аподизация, колебания базовой линии будут сильнее.

Инструктор может дать студентам возможность самостоятельно изучить настройку параметров для эксперимента, а затем предложить им быстро изменить параметры, чтобы увидеть, как это влияет на результат. Например, если требуется исследование изотопной смеси $H^{35}Cl/H^{37}Cl$, то аподизация с прямоугольной функцией и дополнение нулями улучшат качество отображаемого спектра. С другой стороны, инструктор может настроить параметры эксперимента и установить экспериментальную методику, запускаемую нажатием кнопок.

Обсуждение. Измерение спектра газообразного хлороводорода

В ходе эксперимента, как правило, исследуется тонкая структура линии фундаментального колебательного перехода в H^{35}Cl для определения ряда спектроскопических параметров, таких как вращательные постоянные. Предполагая, что молекула HCl ведет себя практически как две массы, соединенные пружиной постоянной жесткости k , вращающиеся с межъядерным расстоянием r , эти молекулярные параметры можно получить из соответствующих спектроскопических констант.

Спектроскопические измерения для двухатомных газов следует проводить при разрешении, достаточном для надлежащего разрешения вращательных уровней молекулы и позволяющем точно определять положения линий. Спектрометр Agilent Cary 630 при работе с разрешением 2 см^{-1} позволяет получать требуемые спектральные результаты.

Полученные спектральные результаты для HCl (рис. 2) позволяют определить положения 10 линий как в P -, так и в R -ветви. Эти данные можно использовать для расчета физических констант и спектральных параметров в соответствии с задачами эксперимента, которые определяет инструктор.

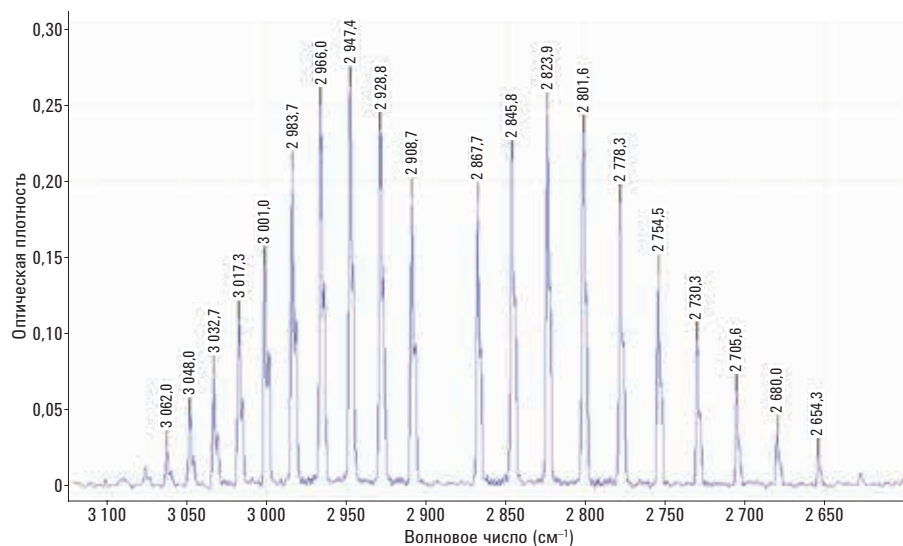


Рис. 2. Спектр поглощения HCl . Справа от центра показаны линии P -ветви, слева от центра — линии R -ветви

Выводы

ИК-Фурье-спектрометр Agilent Cary 630 отличается уникальной комбинацией возможности работы с разнообразными типами проб, простотой использования и надежностью компонентов системы в сочетании с привлекательной ценой и длительным сроком эксплуатации при низких затратах. Таким образом, спектрометр не только полностью отвечает требованиям многопользовательской научно-образовательной среды, но и превосходит их. Этот спектрометр прекрасно подойдет для работы студентов в аналитических приборных практикумах и практикумах по физической и органической химии, а инструкторы по достоинству оценят простоту и эффективность операций, которые обеспечивает данная система.

В данной методической информации продемонстрировано измерение колебательно-вращательного спектра хлороводорода в обычной физико-химической лаборатории с использованием ИК-Фурье-спектрометра Agilent Cary 630. Полученный спектр предоставляет данные, на основе которых студенты производят вычисления и определяют физические свойства молекулы, включая среднюю длину связи, вращательные постоянные и положение линии фундаментального перехода.

Литература

1. Многочисленные лабораторные эксперименты можно найти посредством несложного поиска в сети Интернет. В них описываются особенности работы с пробой, меры предосторожности, теория и расчеты, необходимые для написания отчета на основании собранных спектральных данных.
2. Garland, Nibler, Shoemaker. Experiments in Physical Chemistry, Ed 8 (2008) (Экспериментальные работы по физической химии).

Дополнительная информация

Представленные данные отражают характерные результаты. Дополнительную информацию о продуктах и услугах нашей компании см. на веб-сайте www.agilent.com/chem.

www.agilent.com/chem

Компания Agilent не несет ответственности за возможные ошибки в настоящем документе, а также за убытки, связанные или являющиеся следствием получения настоящего документа, ознакомления с ним и его использования.

Информация, описания и технические характеристики в настоящем документе могут быть изменены без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2016
Напечатано в США 4 мая 2016 г.
5991-6851RU



Agilent Technologies