

C5966 Vybrané analytické metody a techniky konzervace - cvičení

Infračervená spektroskopie a termická analýza

<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

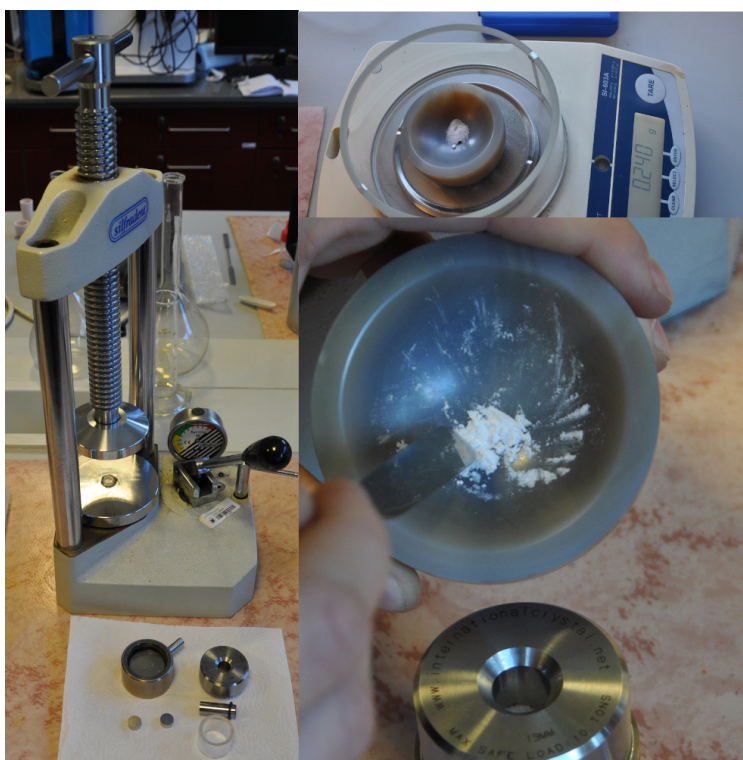
2 Infračervená spektroskopie

Cvičení bude prováděno na přístroji *Bruker Tensor 27*.



2.1 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 nasypane do lisovací matrice a lisujeme pod tlakem 8–9 tun po dobu cca 1 minuty.



2.2 Měření IR spekter vzorků metodou ATR

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

2.3 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.



3 Termická analýza

Cvičení bude prováděno na přístroji *Netzsch STA 449C Jupiter*.



3.1 Měření TG/DSC modré skalice

1. Do Pt/Rh kelímku navažte přibližně 5 mg modré skalice. S kelímkem je nutné pracovat opatrně, aby nedošlo k jeho deformaci.
2. Kelímek s navážkou velmi opatrně umístěte do DSC držáku. Kelímek musí dosednout až na dno.
3. Pomocí tlačítka Safety a tlačítka s šipkou směrem dolů spusťte pec do měřicí polohy.
4. V měřícím SW nastavte teplotní program podle následujících parametrů:
 - Maximální teplota: 1000 °C
 - Teplotní gradient: 10 K.min⁻¹
 - Průtok plynu pecí: syntetický vzduch, 100 ml.min⁻¹
5. Po ustálení vah spusťte měření.

3.2 Vyhodnocení

Z naměřeného termogramu odvodte mechanismus termické degradace modré skalice.