

Дәріс №13

Суспензия түріндегі үлгілердің спектрлерін өлшеу әдістері және үлгіні дайындау (вазелин майы)

1. Суспензия түріндегі үлгілер туралы жалпы түсінік

Инфрақызыл спектроскопияда зерттелетін заттың агрегаттық күйіне, мөлдірлігіне және оптикалық қасиеттеріне байланысты әртүрлі үлгі дайындау әдістері қолданылады. Газ тәрізді және сұйық үлгілерді арнайы кюветаларда тікелей зерттеуге болатын болса, қатты заттарды зерттеу үшін көбіне алдын ала дайындау қажет.

Қатты заттарды зерттеудің дәстүрлі әдістерінің бірі - оларды сұйық ортада суспензия түрінде дайындау. Суспензия деп сұйық ортада ерімейтін қатты бөлшектердің таралуынан түзілген дисперстік жүйені айтады. ИҚ спектроскопиясында бұл әдіс әсіресе ұнтақ тәрізді қатты заттардың спектрін алу үшін қолданылады.

Суспензия дайындау кезінде зерттелетін қатты зат өте ұсақ бөлшектерге дейін майдаланады. Содан кейін ол ИҚ сәулесімен белгілі бір дәрежеде үйлесімді сұйық ортада біркелкі таратылады. Осындай сұйық орталардың бірі - вазелин майы. Бұл әдістің негізгі мақсаты - қатты үлгіні спектрометрде өлшеуге қолайлы формаға келтіру. Қатты бөлшектердің сұйық ортада таралуы үлгінің оптикалық қабатын қалыптастыруға және оның инфрақызыл сәулемен әрекеттесуіне мүмкіндік береді.

2. ИҚ спектроскопиясында суспензия әдісін қолдану

ИҚ спектроскопиясының негізгі мақсаты - молекулалардың инфрақызыл сәулені қандай жиіліктерде жұтатынын анықтау. Молекуладағы химиялық байланыстардың тербелістері әртүрлі энергияға ие болғандықтан, олар әртүрлі жиіліктегі ИҚ сәулелерді жұтады.

Суспензия әдісінде инфрақызыл сәуле құрамында қатты бөлшектер таралған сұйық орта арқылы өтеді. Зерттелетін заттың молекулалары белгілі бір жиіліктердегі сәулені жұтады. Нәтижесінде детекторға жететін сәуле интенсивтілігі өзгереді. Егер үлгіге түскен сәуле интенсивтілігі I_0 , ал үлгі арқылы өткен сәуле интенсивтілігі I болса, өткізгіштік:

$$T = I/I_0$$

формуласы арқылы анықталады.

ИҚ спектроскопиясында жұтылу немесе оптикалық тығыздық:

$$A = -\lg T$$

түрінде өрнектеледі.

Демек:

$$A = \lg(I_0/I).$$

Спектрометр осы өзгерістерді толқын ұзындығына немесе толқын санына тәуелді түрде тіркейді. Нәтижесінде зерттелетін заттың ИҚ спектрі алынады. Суспензия әдісі қатты үлгіні ерітудің қажеті жоқ жағдайларда пайдалы. Бұл әсіресе еріткіште ерімейтін минералдар, бейорганикалық қосылыстар, пигменттер және әртүрлі ұнтақ тәрізді материалдар үшін маңызды.

3. Суспензия дайындау принципі

Сапалы ИҚ спектрін алу үшін суспензияны дұрыс дайындау қажет. Дайындаудың бірінші кезеңі - қатты үлгіні майдалау. Үлгіні ұнтақтау кезінде оның бөлшектері неғұрлым ұсақ әрі біркелкі болғаны жөн. Ірі бөлшектер ИҚ сәулесін шашыратып, спектрдің базалық сызығын өзгертуі мүмкін. Сонымен бірге ірі бөлшектер сұйық ортада біркелкі таралмай, тез тұнуы мүмкін.

Ұсақталған үлгіге аз мөлшерде вазелин майы қосылады. Қоспа келі мен келсаптың көмегімен мұқият араластырылады. Араластыру барысында қатты бөлшектер вазелин майының ішінде біркелкі таралып, біртекті паста тәрізді суспензия түзуі керек. Суспензияның тым қою немесе тым сұйық болуы да қолайсыз. Егер қатты заттың мөлшері өте аз болса, спектрлік сигнал әлсіз болуы мүмкін. Ал үлгі концентрациясы тым жоғары

болса, күшті жұтылу жолақтары қанығып, олардың пішінін дұрыс анықтау қиындайды. Сондықтан суспензияның концентрациясы тәжірибелік жолмен оңтайландырылады.

4. Вазелин майының дисперсиялық орта ретіндегі ерекшелігі

Вазелин майы - негізінен жоғары молекулалық қаныққан көмірсутектерден тұратын май тәрізді сұйықтық. Ол қатты ұнтақтарды дисперсиялау үшін дәстүрлі түрде қолданылатын орталардың бірі. Вазелин майының маңызды қасиеті - оның қатты бөлшектерді жақсы сулап, оларды механикалық араластыру кезінде таратуға мүмкіндік беруі. Сондықтан ұнтақ тәрізді заттан салыстырмалы түрде біркелкі суспензия алуға болады.

Алайда вазелин майы толық спектрлік бейтарап орта болып саналмайды. Оның құрамындағы C-H байланыстарының тербелістеріне байланысты өзінің ИҚ жұту жолақтары бар. Сондықтан алынған спектр зерттелетін заттың ғана емес, вазелин майының да спектрлік үлесін қамтиды. Осыған байланысты тәжірибеде таза вазелин майының спектрін жеке өлшеп алған пайдалы. Кейін ол зерттелетін суспензияның спектрімен салыстырылады. Егер вазелин майының жұту жолақтары зерттелетін заттың негізгі жолақтарымен қабаттасса, спектрді түсіндіру қиындайды. Сондықтан суспензия әдісін қолданғанда дисперсиялық ортаның спектрлік ерекшеліктерін міндетті түрде ескеру керек.

5. Үлгіні ұнтақтау және вазелин майымен араластыру

Суспензия дайындаудың сапасы ең алдымен зерттелетін қатты заттың ұнтақталу дәрежесіне байланысты. Үлгі келіге салынып, біркелкі ұнтақ болғанға дейін мұқият майдаланады. Ұнтақ құрамында ірі бөлшектер қалмауы керек. Одан кейін ұнтақтың аз мөлшеріне вазелин майы қосылады. Май бірден көп мөлшерде құйылмайды, өйткені суспензияның қажетті консистенциясын біртіндеп қалыптастыру маңызды.

Қоспа келсаппен біркелкі араластырылады. Араластыру барысында қатты бөлшектердің бір-біріне жабысып қалмауына және май ішінде біркелкі таралуына көңіл бөлінеді.

Дайын суспензия біртекті, түйіршіксіз және өлшеуге ыңғайлы болуы керек. Егер суспензияны дайындау барысында қатты бөлшектер толық дисперсияланбаса, спектрдің қайталанғыштығы төмендейді. Сондықтан үлгі дайындау кезеңі өлшеу нәтижесінің сапасына тікелей әсер етеді.

6. Суспензия спектрін өлшеу әдістемесі

Дайын суспензия спектрометрдің үлгі орналастырылатын бөлігіне енгізіледі. Классикалық өткізу әдісінде суспензия жұқа қабат түрінде арнайы ИҚ мөлдір терезелердің арасына орналастырылуы мүмкін. ИҚ сәулесі үлгі қабаты арқылы өткен кезде зерттелетін заттың молекулалары белгілі бір жиіліктерді жұтады. Қалған сәуле детекторға түсіп, электрлік сигналға айналады. Өлшеу алдында фондық спектр тіркеледі. Фондық спектр аспаптың, оптикалық жолдың және қоршаған ортаның әсерін есепке алуға мүмкіндік береді.

Содан кейін суспензияның спектрі өлшенеді. Компьютер алынған сигналдарды өңдеп, спектрді толқын санына тәуелді түрде көрсетеді. ИҚ спектрлерінде көлденең осьте әдетте толқын саны $\tilde{\nu}$, ал тік осьте өткізгіштік немесе жұтылу көрсетіледі.

Толқын саны толқын ұзындығына кері шама болып табылады:

$$\tilde{\nu} = 1/\lambda.$$

Егер λ сантиметрмен берілсе, $\tilde{\nu}$ өлшем бірлігі см^{-1} болады.

7. Суспензия спектріне әсер ететін факторлар

Суспензияның ИҚ спектрінің сапасына бірнеше фактор әсер етеді.

Бірінші фактор - бөлшектердің өлшемі. Бөлшектер неғұрлым ірі болса, сәуленің шашырауы соғұрлым жоғары болуы мүмкін.

Екінші фактор - үлгінің концентрациясы. Қатты зат мөлшерінің артуы жұтылу интенсивтілігінің жоғарылауына әкеледі. Бірақ тым жоғары концентрация спектр жолақтарының қанығуына себеп болуы мүмкін.

Үшінші фактор - суспензияның біркелкілігі. Егер қатты бөлшектер сұйықтықта біркелкі таралмаса, әртүрлі өлшеулерде әртүрлі спектр алынуы мүмкін.

Төртінші фактор - бөлшектердің тұнуы. Уақыт өткен сайын қатты бөлшектер төменге шөгуі мүмкін. Сондықтан суспензияны өлшеу алдында қайта араластыру қажет.

Бесінші фактор - үлгі қабатының қалыңдығы. Қабат қалыңдаған сайын сәуленің үлгі арқылы өтетін жолы артады және жұтылу күшейеді.

Алтыншы фактор - вазелин майының өзінің спектрі. Бұл фактор спектрді интерпретациялау кезінде ерекше ескеріледі.

8. Вазелин майының өзіндік ИҚ спектріні ескеру

Вазелин майы көмірсутектерден құралғандықтан, оның құрамындағы C–H байланыстары ИҚ сәулесін белгілі бір аймақтарда жұтады. Сондықтан зерттелетін қатты заттың суспензиясын өлшегенде алынған спектрде екі түрлі ақпарат болады: бір бөлігі зерттелетін қатты затқа, екінші бөлігі вазелин майына байланысты. Осы себепті тәжірибеде салыстыру спектрін алу маңызды. Алдымен таза вазелин майының спектрі тіркеледі. Кейін зерттелетін заттың вазелин майындағы суспензиясының спектрі алынады. Екі спектрді салыстыру арқылы вазелин майына тән жолақтарды және зерттелетін заттың қосымша спектрлік ерекшеліктерін ажыратуға болады. Бұл тәсіл әсіресе әлсіз жұтылу жолақтарын талдау кезінде маңызды.

9. Спектрді өңдеу және талдау

Өлшенген спектрді бірден түсіндіру әрқашан мүмкін емес. Алдымен спектрдің сапасын бағалау қажет. Спектрдің базалық сызығы, шу деңгейі, жұтылу жолақтарының пішіні және олардың интенсивтілігі қарастырылады. Егер спектрде күшті шашырау байқалса, базалық сызық қисайып немесе толқынды түрде өзгеруі мүмкін. Мұндай жағдайда математикалық түзету әдістерін қолдануға болады.

Зерттелетін заттың спектрлік жолақтары олардың толқын саны бойынша анықталады. Әр жолақ белгілі бір химиялық байланыстың созылу немесе деформациялық тербелісімен байланысты болуы мүмкін. Мысалы, O–H, C–H, C=O, C–O және басқа байланыстардың тербелістері әртүрлі спектрлік аймақтарда байқалады. Спектрді түсіндіру кезінде жолақтың тек орналасуын емес, оның интенсивтілігін, пішінін және басқа жолақтармен арақатынасын да ескеру қажет.

10. Суспензия әдісінің артықшылықтары

Суспензия әдісінің негізгі артықшылықтарының бірі - қатты үлгілерді ерітпей зерттеу мүмкіндігі. Көптеген бейорганикалық және органикалық қатты заттар белгілі бір еріткіштерде ерімейді. Мұндай жағдайда оларды ұсақтап, дисперсиялық ортада суспензия ретінде зерттеу ыңғайлы. Екінші артықшылығы - үлгіні дайындау салыстырмалы түрде қарапайым. Арнайы химиялық реакциялар немесе күрделі синтез қажет емес. Үшінші артықшылығы - қатты заттың молекулалық тербелістеріне байланысты көптеген ИҚ жолақтарын бақылауға мүмкіндік береді. Төртінші артықшылығы - аз мөлшердегі қатты затпен жұмыс істеуге болады.

11. Суспензия әдісінің кемшіліктері

Әдістің негізгі кемшілігі - дисперсиялық ортаның спектрге әсер етуі. Вазелин майының өзіне тән C–H жолақтары зерттелетін заттың спектрімен қабаттасуы мүмкін. Екінші кемшілік - қатты бөлшектердің сәулені шашыратуы. Бұл әсіресе бөлшектер ірі болған кезде байқалады. Үшінші кемшілік - суспензияның тұрақсыздығы. Бөлшектер уақыт өте келе тұнуы мүмкін. Төртінші кемшілік - үлгі дайындау жағдайларының өлшеуден өлшеуге өзгеруі. Ұнтақтың мөлшері, вазелин майының мөлшері және араластыру дәрежесі бірдей болмаса, спектрлердің интенсивтіліктері өзгереді. Сондықтан сандық талдау жүргізген жағдайда үлгі дайындау процедурасын стандарттау өте маңызды.

12. Суспензия әдісінің ATR әдісімен салыстырылуы

Қатты үлгілерді зерттеуде суспензия әдісіне балама ретінде ATR әдісі жиі қолданылады.

Суспензия әдісінде қатты зат вазелин майында дисперсияланады және алынған қоспа арқылы ИҚ сәулесі өткізіледі. АТР әдісінде қатты үлгі арнайы АТР кристалының бетіне тікелей жанастырылады. ИҚ сәулесі кристалл ішінде толық ішкі шағылуға ұшырап, эванесценттік өріс арқылы үлгімен әрекеттеседі. Суспензия әдісінде үлгіні ұнтақтау және вазелин майымен араластыру қажет. АТР әдісінде мұндай дайындау операциялары көп жағдайда қажет емес.

Алайда белгілі бір материалдар үшін дәстүрлі суспензия әдісі әлі де тиімді болуы мүмкін. Әдісті таңдау зерттелетін үлгінің қасиеттеріне және эксперименттің мақсатына байланысты жүргізіледі.

13. Практикалық өлшеу тәртібі

Суспензия түріндегі үлгінің ИҚ спектрін өлшеуді бірнеше кезеңге бөлуге болады. Бірінші кезеңде зерттелетін қатты зат дайындалады және бөгде қоспалардан тазартылады. Екінші кезеңде үлгі келіде ұсақ ұнтаққа дейін майдаланады. Үшінші кезеңде ұнтақтың аз мөлшері вазелин майымен араластырылады. Төртінші кезеңде алынған суспензия біркелкі паста тәрізді болғанға дейін мұқият араластырылады. Бесінші кезеңде таза вазелин майының салыстыру спектрі өлшенеді. Алтыншы кезеңде зерттелетін суспензия спектрометрге орналастырылады. Жетінші кезеңде ИҚ спектрі тіркеледі. Сегізінші кезеңде алынған спектрдің сапасы тексеріліп, негізгі жұтылу жолақтары анықталады. Тоғызыншы кезеңде вазелин майының спектрімен салыстыру жүргізіліп, зерттелетін затқа тән жолақтар ажыратылады. Оныншы кезеңде анықталған спектрлік жолақтар молекулалық тербелістермен байланыстырылады.

14. Суспензия әдісінің практикалық маңызы

Суспензия әдісі ИҚ спектроскопиясының даму тарихында қатты заттарды зерттеудің маңызды тәсілдерінің бірі болды. Ол әсіресе ұнтақ тәрізді материалдардың молекулалық құрылымын зерттеуде қолданылады. Бұл әдістің көмегімен зат құрамындағы функционалдық топтарды анықтауға, әртүрлі қосылыстарды салыстыруға және материалдың химиялық құрылымындағы өзгерістерді бақылауға болады.

Зерттелетін заттың спектрін белгілі қосылыстың анықтамалық спектрімен салыстыру арқылы оның құрамындағы функционалдық топтар туралы қорытынды жасауға болады. Қазіргі аспаптық техника дамығанымен, суспензия дайындау әдісінің теориялық және практикалық маңызы сақталып отыр. Әсіресе ИҚ спектроскопиясының классикалық үлгі дайындау тәсілдерін түсіну студенттер үшін маңызды.

Қорытынды

Суспензия түріндегі үлгілердің ИҚ спектрлерін өлшеу - қатты заттарды инфрақызыл спектроскопия арқылы зерттеудің дәстүрлі әдістерінің бірі. Бұл әдісте зерттелетін қатты зат алдымен майда ұнтаққа дейін ұсақталады. Содан кейін ол вазелин майында біркелкі дисперсияланып, суспензия түзіледі. Дайын қоспа спектрометрде өлшеніп, зерттелетін заттың ИҚ жұтылу жолақтары анықталады.

Әдістің нәтижесіне бөлшектердің өлшемі, суспензия концентрациясы, үлгінің біркелкілігі, бөлшектердің тұнуы, сәуленің шашырауы және вазелин майының өзіндік спектрі әсер етеді. Сондықтан сапалы өлшеу үшін үлгіні дайындау процедурасын тұрақты сақтау, таза вазелин майының спектрін ескеру және суспензияны өлшеу алдында біркелкі күйге келтіру қажет. Суспензия әдісі қатты үлгілердің химиялық құрылымын зерттеуге мүмкіндік береді және ИҚ спектроскопиясының классикалық үлгі дайындау әдістерінің бірі болып табылады.

Бақылау сұрақтары

1. Суспензия дегеніміз не?
2. Қатты үлгілерді суспензия түрінде дайындаудың мақсаты қандай?
3. Зерттелетін қатты затты не үшін ұнтақтайды?
4. Вазелин майының суспензия дайындаудағы қызметі қандай?
5. Неліктен суспензия біркелкі болуы керек?

6. Вазелин майының өзіндік ИҚ спектрі неліктен ескеріледі?
7. Таза вазелин майының спектріні жеке өлшеудің мақсаты қандай?
8. Суспензияның концентрациясы спектрге қалай әсер етеді?
9. Қатты бөлшектердің өлшемі спектр сапасына қалай әсер етеді?
10. Сәуленің шашырауы суспензия спектріңде қандай өзгерістер тудыруы мүмкін?
11. Өткізгіштік коэффициенті қандай формуламен анықталады?
12. ИҚ спектроскопиясында оптикалық тығыздық қалай есептеледі?
13. Суспензиядағы қатты бөлшектердің тұнуы өлшеу нәтижесіне қалай әсер етеді?
14. Суспензия әдісінің негізгі артықшылықтары қандай?
15. Суспензия әдісінің негізгі кемшіліктері қандай?
16. Суспензия әдісі мен ATR әдісінің айырмашылығы неде?
17. Суспензия дайындау кезінде вазелин майының мөлшерін неге бақылау қажет?
18. Суспензия спектріні талдау кезінде қандай факторлар ескеріледі?
19. Суспензия әдісі қандай қатты үлгілерді зерттеуге ыңғайлы?
20. Суспензия түріндегі үлгілердің ИҚ спектріні өлшеудің негізгі кезеңдерін түсіндіріңіз.