



МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования

«Казанский национальный исследовательский технологический университет»

Аналитический исследовательский центр

«Метод ИК-спектроскопии на примере анализатора серы и углерода LECO  
«SC-144DR»».

Методические указания  
к лабораторной работе

Казань 2021

УДК 543.421/.422

Составитель: Давлетшин Р.Р.

**ИК-спектрометрия. Методические указания к лабораторной работе.** - Метод. указания /Казан. нац. иссл. технол. ун-т; Сост.: Р.Р. Давлетшин. Казань, 2021. 12 с.

Цель настоящего методического указания дать более полное представление об ИК-спектрометрии, принцип работы анализатора серы и углерода. Предлагаются лабораторная работа по изучению основ работы на анализаторе серы и углерода LECO «SC-144DR».

Методическое указание предназначено для студентов, магистров, аспирантов ФГБОУ ВО «КНИТУ».

## СОДЕРЖАНИЕ

1 Введение	с. 4
2 Инфракрасная спектроскопия. Общие понятия	5
3 Устройство Анализатора серы и углерода «LECO SC-144DR»	6
4 Порядок подготовки анализатора	8
5 Лабораторная работа №1	10
6 Список рекомендуемой литературы	11
7 Приложение	12

## Введение

Инфракрасная (ИК) спектроскопия является ценным аналитическим методом анализа органических и неорганических соединений. Благодаря тому, что каждое соединение поглощает излучение по-разному, инфракрасная спектрометрия является чрезвычайно подходящим методом для количественного и качественного химического анализа. При прохождении излучения через изучаемую среду возникает абсорбционный инфракрасный спектр. Так как каждый тип молекул имеет свой характерный спектр, можно установить идентификационные и количественные характеристики каждого соединения. Все молекулы, за исключением биполярных, (например,  $N_2$ ,  $H_2$ ,  $O_2$ ) абсорбируют инфракрасное излучение.

Инфракрасные спектры поглощения, отражения или рассеяния несут чрезвычайно богатую информацию о составе и свойствах пробы. Сопоставляя ИК спектр образца со спектрами известных веществ, можно идентифицировать неизвестное вещество, определить основной состав пищевых продуктов, полимеров, обнаружить примеси в атмосферном воздухе и газах, провести фракционный или структурно-групповой анализ. Методом корреляционного анализа по ИК спектру пробы также можно определить его физико-химические или биологические характеристики, например, всхожесть семян, калорийность пищевых продуктов, размер гранул, плотность и т.д.

Инфракрасная спектрометрия относится к числу наиболее важных и распространённых методов исследования кинетики и механизма химических реакций.

Спектры поглощения в инфракрасной области связаны с изменением колебательного и вращательного энергетического состояния молекул и содержат чрезвычайно специфичную информацию о строении химических соединений и наличии в их молекулах различных функциональных групп. Вследствие этого ИК-спектрометрия стала высокоэффективным методом идентификации органических веществ и расшифровки их структуры.

ИК-область спектра – от 0,8 до 200 мкм (от  $1200$  до  $50\text{ см}^{-1}$  волновых чисел). Эту область в зависимости от различных колебательно-вращательных энергетических уровней молекул можно разбить на несколько участков.

Ближняя ИК-область занимает диапазон примерно от 800 до 2500 нм (от 7 до 2,5 мкм) и непосредственно примыкает к видимой области света. Пики поглощения в этой области обусловлены валентными колебаниями водорода между другими атомами молекулы и вследствие слабой интенсивности эти спектральные полосы редко используют для исследования состава вещества.

Фундаментальная (основная) область – от 2,5 до 50 мкм. Наблюдаемые в этом интервале спектры отличаются особой специфичностью для отдельных структур и позволяют проводить качественные и количественные определения. Интервал 2,5-15 мкм наиболее часто используют для анализа органических соединений, так как именно здесь располагаются характерные пики поглощения многих функциональных групп. Область от 15 до 50 мкм включает полосы по-

глощения, обусловленные колебаниями циклических структур и тяжелых атомов, может использоваться при исследовании неорганических соединений.

К далекой ИК-области относятся диапазон длины волн от 50 до 500 мкм, в которой наблюдаются спектры поглощения, обусловленные низкочастотными колебаниями и вращения молекул.

## 2 Инфракрасная спектроскопия. Общие понятия

Спектроскопия – раздел физики, посвященный изучению спектров различных видов излучения. Методы спектроскопии используются для исследования энергетической структуры атомов, молекул и макроскопических тел, образованных из них. Они применяются при изучении температуры и плотности, а в аналитической химии – для обнаружения и определения веществ.

ИК-спектроскопия представляет собой раздел молекулярной оптической спектроскопии, изучающий спектры поглощения и отражения электромагнитного излучения в ИК-области, т. е. диапазоне длин волн от  $10^{-6}$  до  $10^{-3}$  м в координатах интенсивности поглощения излучения – длина волны (или волновое число). ИК спектры представляют собой сложную кривую с большим числом максимумов и минимумов. Полосы поглощения появляются в результате переходов между колебательными уровнями основного электромагнитного состояния излучаемой системы.

ИК-спектроскопия основана на трех законах.

1. Закон Бугера – Ламберта, сущность которого состоит в следующем. Если среда однородна и слой вещества перпендикулярен падающему параллельному световому потоку, то

$$I=I_0\exp(-kd), \quad (1)$$

где  $I_0$  и  $I$  – интенсивности, соответственно падающего, и прошедшего через вещество света,  $d$  – толщина слоя,  $k$  – коэффициент поглощения, который не зависит от толщины поглощения слоя и интенсивности падающего излучения.

Для характеристики поглощательной способности вещества широко используют коэффициент экстинкции или светопоглощения  $k=k/2,303$  ( $\text{см}^{-1}$ ) и плотность  $A=\lg I_0 / I$ , а также величину пропускания  $T=I/I_0$ . Коэффициент  $k$  зависит от длины волны падающего света, т. к. его величина определена электронной конфигурацией молекул и атомов и вероятностью переходов между их электронными уровнями. Совокупность переходов создает спектр поглощения (абсорбции), характерный для данного вещества.

2. Закон Бера. Согласно закону Бера, каждая молекула или атом, независимо от относительного расположения других молекул или атомов, поглощает одну и ту же долю энергии излучения, т. е.

$$k=\varepsilon c, \quad (2)$$

где  $c$  – концентрация вещества. Важно отметить, что отклонение от закона Бера свидетельствует об образовании димеров, полимеров, ассоциатов, а также о химическом взаимодействии поглощающих частиц.

3. На основе объединения законов Бугера – Ламберта и Бера физиками получен объединительный закон Бугера – Ламберта – Бера.

$$I = I_0 \exp(-\varepsilon cd) \quad (3)$$

Спектр вещества в конденсированной фазе определяется не только природой составляющих его молекул, но и межмолекулярными взаимодействиями, влияющих на структуру электронных уровней. Иногда в спектре проявляется структура колебательных уровней.

### 3 Устройство анализатора серы и углерода



Рисунок 1 – Анализатор серы и углерода «LECO SC-144DR»

Анализатор является инфракрасным прибором, управляемым при помощи компьютерной программы. Прибор измеряет содержание углерода и серы не только в большом диапазоне органических материалов, таких как уголь, кокс, но и в некоторых неорганических материалах, таких как, например, грунты, цемент и известняк.

Принцип действия анализатора основан на сжигании образца в индукционной печи в токе кислорода и последующем определении содержания газообразных оксидов серы и углерода методом ИК-спектроскопии.

Конструктивно анализатор состоит из индукционной печи и аналитического блока, содержащего газовые колонки и ИК детекторы.



Рисунок 2 – Лодочка, используемая для сжигания образца.

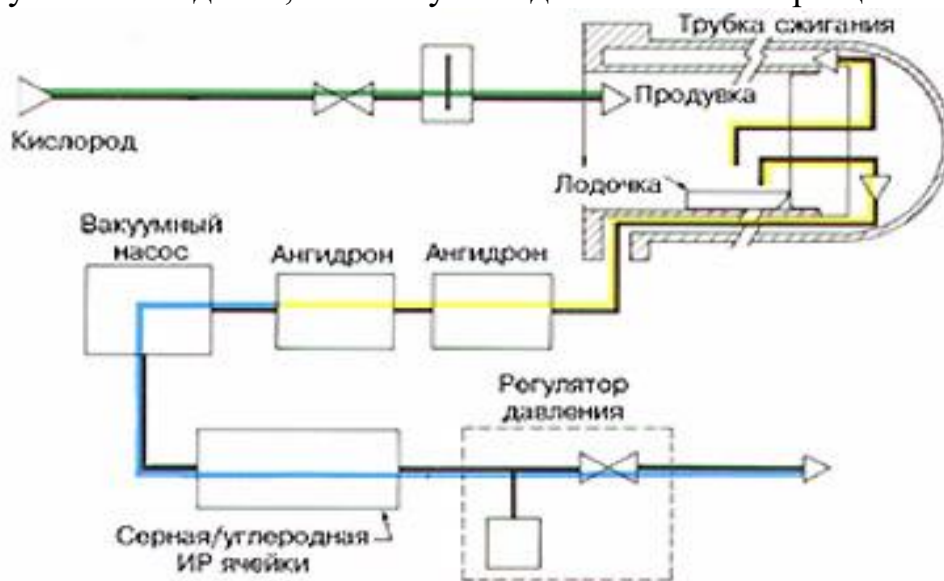
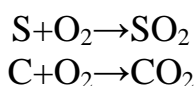


Рисунок 3 – Схема работы анализатора серы и углерода «LECO SC-144DR»

Предварительно взвешенная проба помещается в керамическую лодочку, которая загружается в печь, заполненную чистым кислородом и нагретую, как правило, до 1350 °С.

Камера сгорания заполняется кислородом и начинается горение образца. В процессе сгорания углерод и сера, содержащиеся в пробе, окисляются до  $\text{CO}_2$  и  $\text{SO}_2$ , концентрации которых определяются в соответствующих инфракрасных ячейках.



Вода, выделяющаяся при горении пробы, поглощается ангидроном, который находится в двух трубках, расположенных на передней панели. Здесь же находятся регулятор потока газа и расходомеры.

Прибор сконструирован так, что в нем установлены три инфракрасные ячейки – две ячейки для серы (низкие и большие концентрации) и одна углеродная ячейка.

Прибор переводит эти величины на величины % или ppm при помощи уравнений, которые принимают в расчёт навеску пробы, калибровку прибора и известную величину влажности.

Газы поглощают инфракрасное излучение и образуют спектр. За выходным окошком измерительной камеры точный фильтр избирательно заблокирует все длины волн, кроме CO<sub>2</sub> или SO<sub>2</sub>, и мешает им попасть в конденсирующую воронку и в детектор. Детектор отреагирует на изменения энергии между несущим и анализируемым газом и, наконец, определит концентрацию углерода или серы.

#### **4 Порядок подготовки анализатора к работе**

1. Включить компьютер и монитор. Включить прибор. На компьютере войти в программу SC-144DR.
2. Проверить параметры проведения анализа по программе (клавиша F9, или пункт меню “Diagnostic”).
3. Выставить температуру нагрева печи 1350 °C для анализа на общую серу и углерод. Установка необходимой температуры производится при вращении с помощью отвертки резистора «Потенциометр». Вращение по часовой стрелке увеличивает значение выставляемой температуры, вращение против часовой стрелки уменьшает значение выставляемой температуры. Температура нагрева печи указана в пункте «Furnace temperature».
4. При достижении заданной температуры печи, выдержать прибор в течении 30 мин.
5. Напряжение, подаваемое на инфракрасные ячейки («Low Sulfur IR Cell», «High Sulfur IR Cell», «Carbon IR Cell»), должно находиться в интервале 8,500±0,200 вольт. Температура ячеек («Oven Temperature») должна быть 48±1 °C.
6. Открыть вентиль на баллоне кислорода. При пропускании кислорода через прибор (индикатор «Pump/Oxygen Inlet» в окне “Diagnostic”) отрегулировать скорости потоков газов флоуметрами на лицевой панели прибора – для «Purge Flow Flowmeter» от 3 до 4 литров в минуту, для «Measure Flow Flowmeter» - не менее 2 л/мин.
7. Начать работу на приборе.
8. Перед началом анализа рабочих образцов провести калибровку прибора по стандартным образцам:



- добавить стандартный образец в электронный рабочий лист, выбрав на компьютере Add Sample;
- внести номер стандартного образца в электронный рабочий лист;
- взвесить в лодочке навеску стандартного образца массой 0,2-0,35 г;
- внести массу СО в электронный рабочий лист;
- навеску стандартного образца равномерно распределить по всей площади лодочки. Добавить к СО с помощью мерной ложечки плавень Comcat;
- лодочку с навеской поставить перед загрузочным окошком печи;
- нажать на компьютере Analyze. При появлении диалогового окна «Push boat into furnace», открыть шторку и задвинуть с помощью шпатель лодочку с навеской в печь до упора ограничителя. Засовывать лодочку нужно закругленным концом вперед. Шторку закрыть;
- после полного сгорания серы (изменения показаний на компьютере остановлены) результат измерения фиксируется на электронном рабочем листе;
- шторку открыть, выдвинуть лодочку с помощью шпатель на площадку перед печкой, оставить на площадке для остывания, шторку закрыть;
- при необходимости можно построить новый калибровочный график. Для этого выбрать из таблицы проб те пробы, которые будут использованы при построении калибровочного графика. Выбранные пробы изображаются в нижней части окна для диалога Calibration. В меню Tools кликнуть на функцию Calibrate. В появившемся диалоговом окне выбрать параметры нового калибровочного графика. Для записи нового калибровочного графика в память компьютера сделать клик на поле Set Calibration.

9. Анализ рабочих образцов производится в соответствии с пунктом 8. Периодически проводить обжиг пустой лодочки - «холостая проба» - для очистки камеры печи и аналитических ячеек от остатков газов. После анализа последнего образца, выйти из программы SC-144DR, закрыть вентиль на баллоне, выключить прибор, компьютер и монитор. Сохранение остаточного давления на манометре примерно на том же уровне до следующего дня свидетельствует о герметичности системы.

## 5 Лабораторная работа №1

### «Определение содержания серы и углерода в металлической стружке»

Цель работы: Изучение принципа работы анализатора, ознакомление с методикой определения содержания серы и углерода на примере металлической стружки.

#### 5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы:

- Анализатор серы и углерода LECO «SC-144DR»
- Весы электронные аналитические, высокого класса точности
- Тигель (лодочка) для сжигания исследуемого образца
- Ангидрон
- Защитный халат и очки

#### 5.2 Ход работы

*Приготовить стружку для анализа серы и углерода*

Если на поверхности пробы находятся окалина, ржавчина, обезуглероженные места, краска, металлическое покрытие, смазка, масло или загрязнения, уберите их с помощью резки, полирования или обезжиривания.

##### 5.2.1 Получения проб из металлопродукции, изделия или детали

(1) Взять пробу из центральной точки между центром поперечного сечения и углом с помощью сверления (сверла) диаметром 12 мм.

(2) Взять пробу из центральной точки между центральной осью и боковой поверхностью сверлом диаметром 12 мм.



Рисунок 4 – Схема забора пробы

#### *Проведение измерений*

Измерение содержания серы и углерода проводят при температуре 1350°C в среде кислорода.

Начните анализирование или выберите операцию Analyze в меню Samples или кликнув на икону Analyze . В качестве путеводной нити хода анализа на экране изображаются соответствующие указания.

- Убедитесь в том, что дверцы анализатора закрыты. Система попросит Вас вложить лодочку. Перед этим сообщением дверцы остаются в закрытом состоянии для того, чтобы можно было надёжно определить основную линию с минимальным доступом CO<sub>2</sub> из атмосферы.

- Дверцы должны быть постоянно закрыты из-за опасности травмирования глаз инфракрасным излучением.

Если на экране появится вызов для вкладывания лодочки, засуньте её в печь до предела, установленного ограничителем. Засовывать лодочку нужно закруглённым концом вперёд. Система автоматически проведёт детектирование вставленного образца. Окно для диалога исчезнет с экрана и начнётся анализ. В нижней части главного окна можно контролировать состояние камеры и продолжительность анализа. Здесь можно следить за временем анализирования, за величиной пика и за концентрацией.

### *Обработка результатов измерений*

Углеродная ИК-Ячейка измеряет концентрацию газообразного CO<sub>2</sub>, серная ИК камера измеряет концентрацию газообразного SO<sub>2</sub> . Прибор переводит эти величины на величины % или ppm при помощи уравнений, которые принимают в расчёт навеску пробы, калибровку прибора и известную величину влажности.

### **Контрольные вопросы**

1. Что такое ИК-спектроскопия?
2. Какие бывают области ИК-спектроскопии?
3. На каких законах основана ИК-спектроскопия?
4. Какие молекулы не поглощают ИК-излучение? Почему?
5. Что можно идентифицировать, если сопоставить ИК спектр образца со спектрами известных веществ?
6. Какие ОВР реакции происходят при сжигании пробы в печи?
7. Что нужно делать, если исследуемая проба загрязнена?

### **Литература**

1. Рабочая инструкция по проведению работ анализаторе серы и углерода LECO «SC-144DR»
2. Инструкция по охране труда при работе на анализаторе серы и углерода LECO «SC-144DR»

3. ИК-спектроскопическое исследование кристаллохимической структуры и плавкости щелочного алюмосиликата (пегматита) как компонента ТШМ для внепечной обработки электростали с замещением импортного плавикового шпата / М. И. Гасик, Ю. С. Пройдак, А. П. Горобец, Г. А. Есаулов, Ю. В. Климчик // Металлургическая и горнорудная промышленность. - 2017. - № 4. - С. 6-12. - Режим доступа: [http://nbuv.gov.ua/UJRN/MGRP\\_2017\\_4\\_5](http://nbuv.gov.ua/UJRN/MGRP_2017_4_5)

4. Руководство по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Справ. изд./С.И.Муравьева, М.И.Буковский, Е.К.Прохорова и др. - М.: Химия, 1991.368 с.

## ПРИЛОЖЕНИЕ

Пример содержания серы и углерода в легированной стали

