## Benztriazol infravörös-spektroszkópiás meghatározása H N N 1H-benzotriazol, 1,2,3-benzotriazol, BtaH

A módszer elve: infravörös tartományban a molekulák fényelnyelése összefüggésben van a molekulaszerkezettel. Egyes elnyelési helyek nagysága követi a Lambert-Beer törvényt, ez lehetővé teszi a molekulák mennyiségi meghatározását.

Készülék: Genesis Series FTIR™, számítógép. AA250-es analitikai mérleg

**Anyagok, eszközök**: kloroform (nagyon illékony folyadék, mérőlombikokat azonnal dugózni kell, csak vegyifülke alatt használható a dilutorban található!), benztriazol, 5 ml-es mérőlombikok, kistölcsér, halogénezett szénhidrogén gyűjtő, KBr-sóküvetta (l = 1,0 mm), spatula, vegyifülke.

Minta: Kérjen mintát a gyakorlatvezetőtől!

## Feladat végrehajtása

- 1. *Kalibráló oldatsorozat készítése*: mérjen közvetlenül az 5,0 ml-es mérőlombikokba benztriazolt 5 10 20 35 mg mennyiségekben (±0,5 mg pontossággal). Jegyezze fel a ténylegesen bemért mennyiségek tömegét! Állítsa jelre a lombikokat kloroformmal a vegyifülke alatt! A koncentrációkat a tényleges bemérések alapján számítsa ki!
- Kapcsolja be a Genesis Series FTIR<sup>™</sup> interferométert (kapcsoló a készülék hátoldalán)! A készülék kb. egy perc után üzemképes. Kapcsolja be a számítógépet! A "WinFIRST" program automatikusan betöltődik. Ha nem, akkor a következő ikonnal indítható:



3. Háttérfelvétel készítése: mossa át egyszer, majd töltse fel a sóküvettát kloroformmal. Dugózza le a küvettát és helyezze a tartóba! Zárja a készülék fedelét. Válassza ki a menüből a "Background Scan" parancsot! (Tools/Control Panel parancs, vagy F9 billentyű). A zöld Scan-gomb mellett a Background legyen kiválasztva! a mérést a Scan-gombbal! Indítsa el А háttérfelvétel kb. 2 perc elteltével megjelenik a képernyőn. A megjelenő "The File xxxxx.bkg Exits. Overwrite It?" kérdésre: Igen.



4. A további munka előtt a vastag fecskendővel szívjuk le a kloroformot a sóküvettából, és a szívjunk át a fecskendővel többször is levegőt, amíg a sóküvetta kiszárad.

- Spektrumfelvétel: a kisebbik, acéltűs fecskendővel öblítse át mintával a sóküvettát, töltse fel, dugózza le, majd helyezze a tartóba! A feltöltésnél vigyázzon, hogy az oldat ne folyjon ki a küvettára! Indítsa el a felvételt: F9 (vagy Control Panel, Scan). A Control Panelen ekkor a Sample legyen kijelölve.
- 6. Keresse meg és nagyítsa ki a megjelenő spektrumon és a 1008-1009 cm<sup>-1</sup> hullámszámhoz tartozó csúcsot. Ehhez az egér balgombbal jelölje ki a szóban forgó tartományt, majd engedje el az egeret.
  Uibág kijalölág agatán a graktrumra való dunla kattintággal viggzatárhatünk a graktrumra való dunla kattintággal viggzatárhatűnk a graktrumra való dunla kattintággal viggzatárhatúnk a graktrumra va

Hibás kijelölés esetén a spektrumra való dupla kattintással visszatérhetünk a spektrum alaphelyzetére.

7. *Futtassa le* a csúcsazonosító és kiértékelő programot: Math/Intergrate parancesal. (vagy Ctrl-I)

Jelölje ki a csúcs integrálandó részének kezdő és végpontját, majd OK.

Az integrálás eredményéről riport készül. Jegyezze fel a kiírt területet, az integrálás kezdő és végső hullámszámát!



- 8. *Öblítse át* a küvettát az oldatsorozat következő tagjával, és az F9 billentyűvel vegye fel az új oldat spektrumát. Végezze el az előző két pontban leírtakat! Az integrálást lehetőleg mindig azonos hullámszámok között végezzük!
- 6. *Készítsen* kalibrációs egyenest táblázatkezelő programmal. Ne számoltasson az origóval, de számoltasson R<sup>2</sup>-et! Adja meg a benztriazol koncentrációt mg/5 ml-re (ügyeljen a helyes kerekítésre)!