



Tento výukový materiál je autorským dílem, které je chráněno autorským právem VŠCHT Praha.

Některé části výukového materiálu vycházejí z autorských děl třetích osob, která VŠCHT Praha užívá pro účely výuky svých studentů na základě zákonné licence.

Obsah tohoto výukového materiálu je určen výlučně pro výuku studentů VŠCHT Praha.

Obsah výukového materiálu nesmí být rozmnožován, zaznamenáván, napodobován, publikován ani jinak rozšiřován bez písemného souhlasu majitele autorských práv.

Autorské právo neporušuje ten student VŠCHT Praha, který výlučně pro svou osobní potřebu zhotoví záznam či napodobeninu díla nebo užije dílo jiným způsobem, který dle zákona autorské právo neporušuje.

© VŠCHT Praha 2020

Laboratorní práce č. 4: Stanovení vybraných vlastností sorbentů pomocí FTIR

Cíl práce:

Provést porovnání a identifikaci jednotlivých funkčních skupin u neznámých vzorků biocharů pomocí FTIR-ATR (Fourier-transform infrared with Attenuated total reflection).

Teoretický úvod

Principem IČ spektroskopie je absorpce infračerveného záření (760 nm – 1 nm) při průchodu vzorkem, kdy dochází ke změnám rotačně vibračních energetických stavů molekuly v závislosti na změnách dipólového momentu molekuly. Analytickým výstupem je IČ spektrum, které vyjadřuje závislost energie (transmittance ne absorbance) na vlnótu dopadajícího záření a poskytuje informace o přítomnosti vazeb mezi jednotlivými atomy měřeného vzorku.

Intenzita absorpčního signálu při dané vlnové délce je přímo úměrná koncentraci příslušné vazby. Kvantitativní stanovení obsahu sledované složky ve vzorku je založeno na sestrojení kalibrační křivky, které by měla být lineární. Z Lambert-Beerovy rovnice vyplývá, že absorbance je přímo úměrná koncentraci sledované složky c , tloušťce kyvety b a absorptivitě a . [2]

$$A = a \cdot b \cdot c$$

Pro metodu ATR má rovnice tvar:

$$A = k \cdot c$$

Kde k je konstanta zahrnující absorptivitu a tloušťku kyvety a c je opět koncentrace stanovené složky.

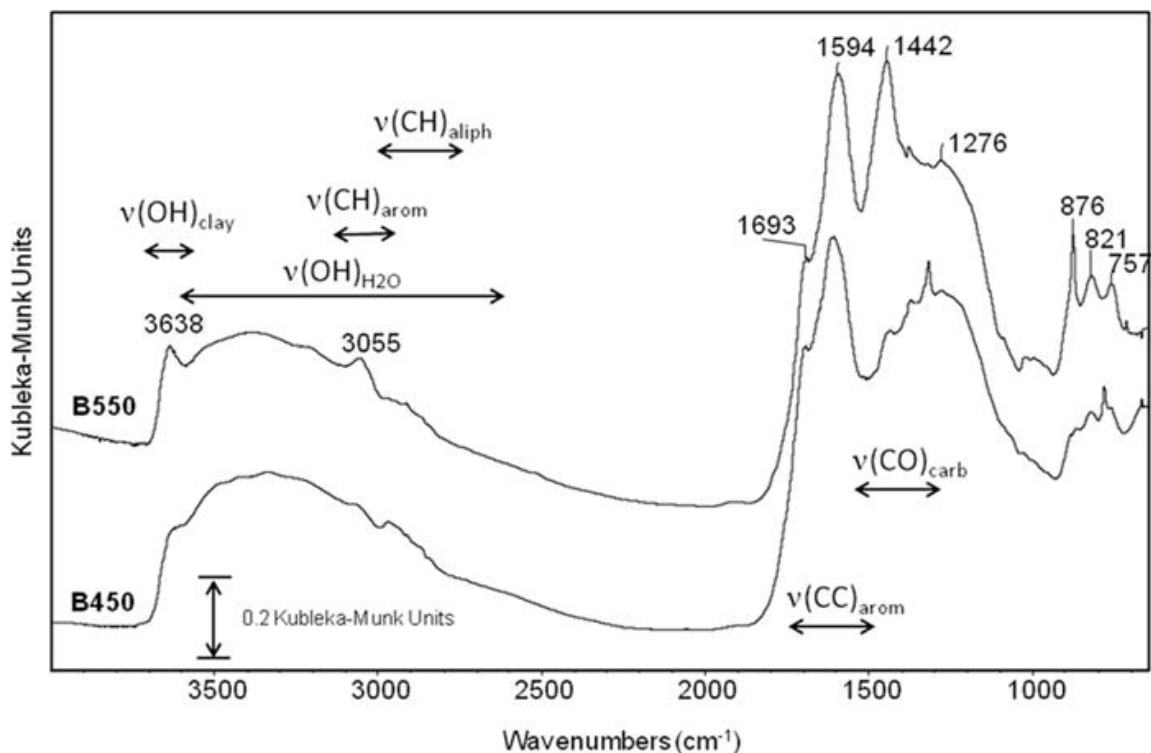


EVROPSKÁ UNIE
Evropské strukturální a investiční fondy
Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání

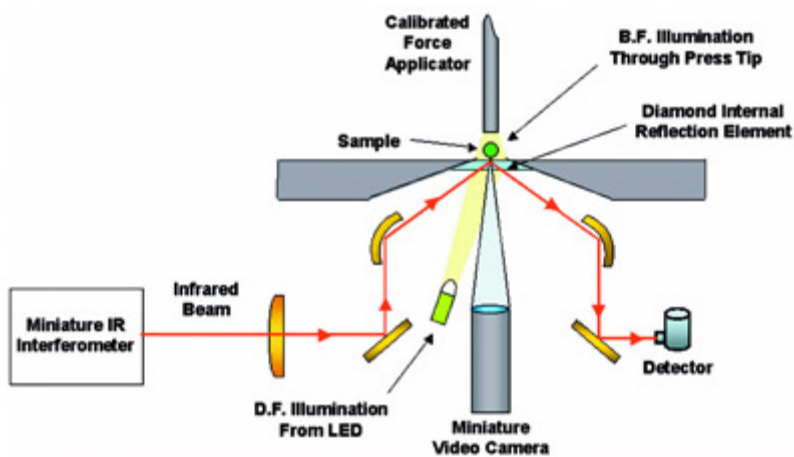


MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY

Metoda ATR je založena na totálním odrazu IČ záření při průchodu krystalem o velkém indexu lomu (diamant, ZnSe). Ve vzorku, který je v těsném kontaktu s ATR krystalem, vzniká při totálním odrazu na rozhraní dvou optických prostředí (krystal/vzorek) zeslabující se (evanescentní) vlna.



Obr. 1 IČ spektrum dvou vzorků biocharu připravených za teploty 450 °C (B450) a 550 °C (B550)[1]



Obr. 2 Princip metody ATR [5]



Pracovní postup

1. Připravte si vzorky biocharu pro potřeby FTIR analyzátoru:
 - Při práci s biocharem pracujte v digestoři (kvůli možnému zápachu) a využijte potřebné ochranné pomůcky. (rukavice, brýle, plášť)
 - Rozemelte vzorky v laboratorním mlýnku IKA A10
 - Rozetřete vzorky v třecí misce
2. Naměřte FTIR spektra:
 - Pracujte v programu OMNIC, v záložce **Expt. Set.** nastavte počet skenů na **32** a parametr **Resol.** (rozlišení) na **4**. V záložce **Bench** nastavte rozsah měření od **4000 – 450 cm⁻¹** pomocí parametrů **Max a Min range limit**. Po skončení každého měření spektrum uložte do Vámi vytvořené složky v adresáři **Spectra/laborky/vaše_jméno**.
 - Před zahájením celé serie měření je nutné naměřit pozadí přístroje pomocí **Col Bkg**.
 - Následně měřte spektra pomocí tlačítka **Col Smp**.
 - Provedte vyhodnocení naměřených dat a porovnání jednotlivých vzorků.
3. Postupujte podle pokynů obsluhy.

Vyhodnocení výsledků

Porovnejte přítomnost jednotlivých funkčních skupin u každého z měřených vzorků.[3,4]

Protokol bude obsahovat: název práce, jméno, datum, princip měření, použité přístroje, stručný postup, naměřené spektrum, závěr s diskuzí.

Literatura

1. Singh, B.; Fang, Y.; Johnston, C. T., A Fourier-Transform Infrared Study of Biochar Aging in Soils. *Soil Science Society of America journal. Soil Science Society of America* **2016**, *80* (3), 613-622.
2. Cantrell, K. B.; Hunt, P. G.; Uchimiya, M.; Novak, J. M.; Ro, K. S., Impact of pyrolysis temperature and manure source on physicochemical characteristics of biochar. *Bioresource Technology* **2012**, *107*, 419-428.
3. Kinney, T. J.; Masiello, C. A.; Dugan, B.; Hockaday, W. C.; Dean, M. R.; Zygourakis, K.; Barnes, R. T., Hydrologic properties of biochars produced at different temperatures. *Biomass and Bioenergy* **2012**, *41*, 34-43.
4. Haberhauer, G.; Rafferty, B.; Strebl, F.; Gerzabek, M. H., Comparison of the composition of forest soil litter derived from three different sites at various decompositional stages using FTIR spectroscopy. *Geoderma* **1998**, *83* (3), 331-342.
5. Fredeen, K. Diamond ATR operation. American Laboratory.
<https://www.americanlaboratory.com/914-Application-Notes/19176-Miniaturized-FTIR-for-Maximized-Productivity/>.

Návody zpracoval:

Ing. Josef Farták, Ph.D.

Rok 2018



EVROPSKÁ UNIE
Evropské strukturální a investiční fondy
Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání



MINISTERSTVO ŠKOLSTVÍ,
MLÁDEŽE A TĚLOVÝCHOVY