ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОМЕТРИЯ В ИДЕНТИФИКАЦИИ КОМПОНЕНТОВ ЭПОКСИДНЫХ РЕМОНТНЫХ СОСТАВОВ

Питерскова М.Ю.

г. Новокуйбышевск, ГБОУ СОШ № 5 «ОЦ», 11 «А» класс

Научный руководитель: Богомолова М.А., г. Новокуйбышевск, учитель химии ГБОУ СОШ № 5 «ОЦ»;
Научный руководитель: Редькин Н.А., к.х.н., доцент кафедры АЭХ СГАУ

Данная статья является реферативным изложением основной работы. Полный текст научной работы, приложения, иллюстрации и иные дополнительные материалы доступны на сайте II Международного конкурса научно-исследовательских и творческих работ учащихся «Старт в науке» по ссылке: https://www.school-science.ru/2017/13/27510.

Эпоксидные полимеры нашли широкое применение в промышленности. На их основе изготавливают покрытия, стойкие к действию кислот, щелочей, нефти и нефтепродуктов, детали станков и машин сложной формы, строительные материалы. Эпоксидные смолы широко применяются и в быту. Так древесно-стружечные плиты (ДСП) пропитываются смолами на основе эпоксидных полимеров. Из эпоксидных смол изготавливают корпуса бытовых приборов, рамы для фотографий и картин и многие другие предметы.

В настоящее время широкой популярностью стали пользоваться ремонтные составы на основе эпоксидных смол – это многокомпонентные двухфазные смеси, содержащие эпоксидную смолу и отвердитель. При смешивании двух фаз начинается процесс отверждения эпоксидной смолы. Полученный материал обладает высокой механической прочностью и не пропускает воду. Так как, качество ремонтных составов во многом зависит от того, какие компоненты входят в их состав, то разработка подходов к анализу таких материалов является актуальной.

Целью данной работы была разработка методики качественного анализа эпоксидных ремонтных составов с помощью ИК спектрометрии.

Задачи исследования:

1. Записать ИК спектры компонентов ремонтных составов
2. Подобрать условия разделения ремонтных составов на отдельные компоненты
3. Идентифицировать компоненты ремонтных составов

ИК-Фурье спектрометрия

Термин «ИК-Фурье спектрометрия» возник с появлением нового поколения приборов, в основе оптической схемы которых используются различного типа интерферометры. В таких приборах после получения результирующей интерферограммы исследуемого вещества ИК спектр рассчитывается вычислительной машиной с использованием математического преобразования Фурье.

Выбор метода пробоподготовки в ИК спектрометрии определяется агрегатным состоянием анализируемого образца, его физико-химическими свойствами (твердостью, летучестью) и возможностями лаборатории, в которой проводится анализ. Наиболее распространенными являются следующие методы пробоподготовки: прессование таблеток с галогенидами щелочных металлов, суспензионный метод, получение пленок, метод нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО), исследование образца с предварительным разделением компонентов методом тонкослойной хроматографии (ТСХ).

Прессование таблеток с галогенидами щелочных металлов является основным и наиболее универсальным способом пробоподготовки. Он заключается в тщательном перемешивании в агатовой ступке тонкоизмельченного образца с порошком KBr и последующем прессовании смеси в пресс-форме в прозрачную или полупрозрачную таблетку.

Для получения качественных спектров с помощью этого метода степень диспергирования вещества должна быть высока, размер частиц (2-7 мкм) сопоставим с длиной волны ИК излучения. Иногда для облегчения растирания добавляют несколько капель перегнанного растворителя (четыреххлористого углерода или гексана), который испаряется при последующем растирании. Наилучшие результаты получаются при вакуумировании пресс-формы, что позволяет избавиться от включений воздуха в таблетки.

Метод прессования таблеток с KBr целесообразно рекомендовать для образцов, которые нерастворимы в обычных растворителях, аморфны или имеют устойчивую кристаллическую структуру и не содержат ионов, способных к обмену.

Суспензионный метод включает в себя растирание образца до мелкодисперсного состояния (размер частиц 2-7 мкм) и приготовление суспензии в иммерсионной жидкости с близким к образцу показателем преломления. При этом в качестве матрицы обычно используют вазелиновое масло, фторированные или хлорированные углеводороды.

Получение пленок. При таком способе пробоподготовки необходимо на окошке из оптического материала сформировать тонкую (около 5 мкм) прозрачную пленку диаметром 3-5 мм. Желательно, чтобы в пределах светового луча спектрометра толщина образца была одинаковой. Спектры, получаемые таким путем, не очень воспроизводимы, поэтому иногда приходится проводить повторные исследования.

Метод НПВО. Широко применяется для непрозрачных, многослойных, сильно поглощающих объектов и является неразрушающим методом исследования.

Использование метода НПВО основано на том, что на границе раздела фаз образца и оптического материала (кристалла из галогенидов таллия или селенида цинка) возникает «затухающая волна» ИК излучения, проникающая на некоторую глубину в оптически менее плотную среду (образец), при этом регистрируется спектр пропускания ультратонких верхних слоев образца.

Спектр пробы, полученный методом НПВО, совпадает со спектром пропускания вещества, полученным обычными способами пробоподготовки (например, в таблетке с бромидом калия), по наличию, форме и относительной интенсивности полос поглощения. Поэтому по НПВО спектрам идентификацию вещества можно проводить обычным способом по библиотекам ИК спектров веществ в конденсированном состоянии.

Исследование смеси веществ методом ИК спектроскопии затруднено, так как в получаемом суммарном ИК спектре невозможно идентифицировать каждое вещество.

Для исследования смеси веществ можно использовать препаративную тонкослойную хроматографию (ТСХ), нанося пробу на старт хроматографической пластины в виде полосы с последующим хроматографированием в подходящей системе растворителей, которая не содержит труднолетучих компонентов. Из пластины после ее высушивания вырезаются полосы, содержащие отдельные хроматографические зоны, с которых смываются подхдящим экстрагентом полученные отдельные компоненты смеси. Далее после высушивания от экстрагента идентификацию веществ можно проводить методом ИК-Фурье спектроскопии, подготовив пробу в виде таблетки с KBr или тонкой пленки на стекле из оптического материала.

Исследуемые образцы

В работе было исследовано 2 образца эпоксидных замазок: «Момент Эпоксилин 2 в 1» и быстросхватывающийся эпоксидный пластилин «Секунда».

Методика определения

Для разделения компонентов замазок подбирали подходящие однокомпонентные органические подвижные фазы. Разделение проводили на ТСХ пластинах с силикагелем Sorbfil ПТСХ-П-А-УФ. Детектирование зон проводили с помощью хроматографического облучателя УФС 254/365 (Sorbfil).

Для записи ИК спектров использовали ИК-Фурье спектрометр SPECTRUM 100 (Perkin Elmer) с приставкой нарушенного полного внутреннего отражения фирмы Pike Technologies Inc. Образцы непосредственно помещали на кристалл приставки НПВО и записывали спектр в диапазоне 550-4000 $см^{-1}$. При проведении идентификации экстракты упаривали досуха и записывали спектры сухих остатков.

Нерастворимый осадок отделяли от ацетонового экстракта центрифугированием (центрифуга ОПН-8, 1000 об/мин). Состав наполнителей определяли с помощью качественных реакций на катионы и анионы.

Обсуждение результатов

Целью данной работы была разработка методики качественного анализа эпоксидных ремонтных составов с помощью ИК спектрометрии.

Для обнаружения компонентов эпоксидных замазок нами были подобраны условия извлечения органических компонентов из исследуемых образцов. Для этого примерно по 0,3 г от каждого слоя помещали в отдельные пробирки и заливали их 1 мл ацетона. Смесь встряхивали 1-2 мин, а затем центрифугировали. Полученный раствор использовали для проведения анализа с помощью тонкослойной хроматографии и после упаривания растворителя записывали ИК спектр, а осадки исследовали с помощью химических реакций и ИК спектрометрии.

Представлены спектры упаренных растворов синего и белого слоев замазки «Момент Эпоксилин 2 в 1», а также нерастворимых в ацетоне компонентов.

Из представленных спектров следует, что в ацетоне растворились органические компоненты замазок, а неорганические остались в осадке.

Анализ осадков проводили с помощью качественных химических реакций. Для проведения качественных реакций к осадкам добавили немного дистиллированной воды и нагрели на водяной бане, а затем отцентрифугировали. Обнаружения анионов в растворе проводили с помощью групповых реагентов:

1. $AgNO_3$, образующий осадок с ионами Cl^-, Br^-, J^-, S^{2-}, который не растворяется в HNO_3. При действии $AgNO_3$ осадок не образовался.

2. $BaCl_2$, образующий осадок с ионами CO_3^{2-}, SO_4^{2-}, SO_3^{2-}, PO_4^{3-}, который не растворяется в HNO_3. При добавлении $BaCl_2$ наблюдалось образование мути.

$$Ba^{2+} + An^{2-} \rightarrow BaAn\downarrow$$

Ионы CO_3^{2-}, SO_3^{2-} нами были исключены, так как при действии кислот не выделялся газ. При действии магнезиальной смеси (смесь $MgCl_2$ с NH_4OH и NH_4C1) белый кристаллический осадок $MgNH_4PO_4$ не образовался, поэтому ионы PO_4^{3-} также отсутствовали в исследуемых образцах.

Для обнаружения сульфат ионов их нерастворимые соли были переведены в карбонаты. Для этого к осадку добавили раствор Na_2CO_3, перемешали и отцентрифугировали. К центрифугату добавили HCl до полного прекращения выделения газа, а затем $BaCl_2$. Появление белого осадка свидетельствует о присутствии ионов SO_4^{2-}.

Качественные реакции на ионы NO_3^-, NO_2^-, CH_3COO^- не дали видимых эффектов. Таким образом, можно сказать, что в исследуемых осадках содержатся только анионы SO_4^{2-}.

При обнаружении катионов использовали бессероводородный метод анализа. Этот метод основан на делении всех катионов на шесть аналитических групп, каждая из которых имеет свой групповой реагент.

Для проведения качественных реакций к осадкам добавили немного дистиллированной воды и нагрели на водяной бане, а затем отцентрифугировали. Растворы проверили на действие групповых реагентов. Осадков в исследуемых пробах не образовалось, характерного окрашивания растворов при образовании аммиакатов также отсутствовало. При действии концентрированной серной кислоты образовалась муть во всех пробирках, поэтому был сделан вывод о наличии катионов 3 аналитической группы.

Нерастворимые сульфаты были переведены в карбонаты, растворены в уксусной кислоте, а затем в полученных растворах провели качественные реакции на катионы Ca^{2+}, Sr^{2+}, Ba^{2+}. Так как осадок образовался только при действии на раствор оксалатом аммония $(NH_4)_2C_2O_4$, то был сделан вывод, что в исследуемом растворе присутствуют ионы Ca^{2+}:

$$Ca^{2+} + (NH_4)_2C_2O_4 \rightarrow CaC_2O_4\downarrow + 2NH_4^+.$$

Так как в осадке были обнаружены ионы Ca^{2+} и SO_4^{2-}, был сделан вывод о том, что наполнителем является гипс.

Для обнаружения компонентов в растворе нами была проведена тонкослойная хроматография ацетоновых экстрактов.

Как следует из приведенных данных, каждый экстракт содержит только по одному основному органическому компоненту, которые нами были идентифицированы по ИК спектрам.

Выводы

1. Проведен анализ двух эпоксидных замазок «Эпоксилин 2 в 1» и «Секунда» с помощью комплекса аналитических методов, включающих в себя такие методы, как экстракция, химический анализ, тонкослойная хроматография, ИК-Фурье спектрометрия.

2. С помощью химического анализа было установлено, что наполнителем во всех образцах выступает гипс. Используя ТСХ, было показано, что в ацетоновых экстрактах из материала содержится только по одному компоненту. Эти компоненты были идентифицированы по ИК спектрам.

3. Эпоксидные замазки «Эпоксилин 2 в 1» и «Секунда» состоят из двух слоев, внешние слои каждого материала содержит эпоксидную смолу и гипс, а внутренние слои – отвердитель аминного типа и гипс.