

# NGHIÊN CỨU PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH BẰNG QUANG PHỔ HẤP THU HỒNG NGOẠI Ở NHIỆT ĐỘ THẤP

Dương Ái Phương, Nguyễn Văn Đến  
 Trường ĐH Khoa Học Tự Nhiên – ĐHQG TP.HCM  
 (Bài nhận ngày 26 tháng 4 năm 2002)

## TÓM TẮT :

*Nghiên cứu quang phổ hấp thu hồng ngoại ở nhiệt độ thấp bằng cách cho các chất khí vào dung môi là khí trơ hoá lỏng như Argon, ta sẽ nhận được kết quả rất đặc sắc. Nhờ vào sự biến mất của phổ quay trong cấu trúc dao động-quay, các đám hấp thu tách ra độc lập từ sự chồng phủ lên nhau trong pha khí, sẽ trở nên sắc nét, hệ số hấp thu cực đại tăng lên nhiều lần, độ bán rộng được thu hẹp một cách đáng kể, cho phép ta xác định số đám hấp thu, tần số và cường độ đám hấp thu rất chính xác, có ý nghĩa lớn trong nhiều ứng dụng quan trọng, đặc biệt là ứng dụng trong phân tích vi lượng.*

## **I/ Đặt vấn đề :**

Ngành phân tích hiện nay đang đóng một vai trò quan trọng trong nhiều lĩnh vực, đặc biệt nhờ vào sự hoàn thiện của các máy quang phổ hồng ngoại nên độ tin cậy được nâng cao trong các kết quả phân tích. Sự phong phú của các đám hấp thu trong quang phổ hồng ngoại và đặc trưng của chúng không những cho phép xác định định tính sự hiện diện của các thành phần trong hỗn hợp mà cả định lượng của chúng một cách nhanh chóng [3].

Khác với nhiều phương pháp khác, quang phổ hồng ngoại có lợi là nó có thể áp dụng phân tích các hỗn hợp nhiều thành phần. Do đó trong những năm gần đây, bên cạnh phép sắc khí, phổ cộng hưởng từ hạt nhân và khối phổ, phương pháp phân tích hồng ngoại trở thành một trong những phương pháp rất thông dụng [2].

Ngoài ra phương pháp phân tích hồng ngoại có khả năng được áp dụng rộng rãi hơn so với những phương pháp phân tích khác vì nó có thể được tiến hành không những với chất khí, chất lỏng mà với chất rắn nữa [1].

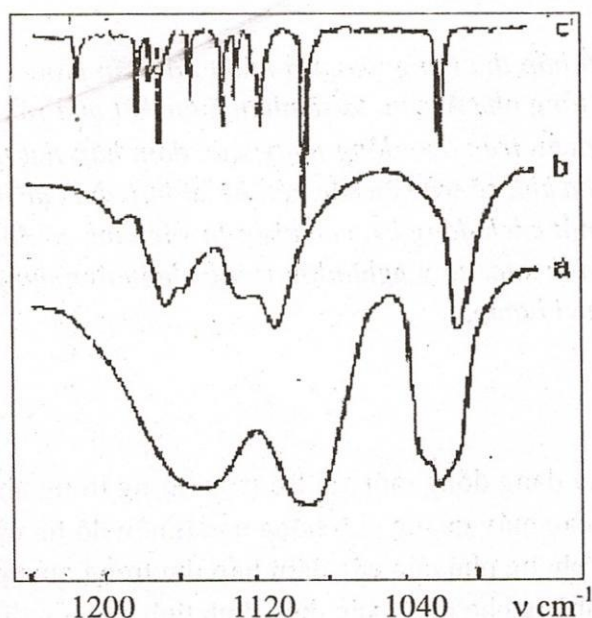
Tuy phương pháp này đã khá hoàn thiện, nhưng người ta không dừng lại với những ưu thế đã có của nó vì còn một số hạn chế trong nhiều trường hợp, đặc biệt là trong việc phân tích những tạp chất có nồng độ vô cùng bé trong các mẫu siêu tinh khiết [4]. Một phương pháp mới đã được nghiên cứu – đó là phân tích phổ hồng ngoại với các mẫu được đặt trong Cryostat. Mẫu nghiên cứu được hòa tan trong khí trơ hóa lỏng ở nhiệt độ thấp đã đưa đến những kết quả vô cùng lý thú mà các phương pháp khác khó có thể thực hiện được.

## **II/ Thực nghiệm và kết quả**

Chất khí nghiên cứu cho vào cryostat cùng với dung môi argon, tất cả được hoá lỏng nhờ Nitrogen lỏng ở lớp ngoài của hệ cryostat. Trong cryostat có hệ thống gương đặc biệt, có thể điều chỉnh để phản chiếu nhiều lần, từ đó giúp ta có thể tăng độ dài cuvet đến tối đa là 2 m.

Ghi phổ của Eté di-isopropyl ở pha khí, nhiệt độ phòng; sau đó ghi trong dung môi  $\text{CCl}_4$  cũng ở nhiệt độ phòng; cuối cùng ghi trong dung môi Argon hoá lỏng ở  $90^\circ\text{K}$  ( hình 1 ).

Ta thấy rằng khi bị hóa lỏng ở nhiệt độ thấp, các đám dao động sẽ tách ra một cách tinh tế hơn trong khi chúng bị che phủ lẫn nhau trong pha khí. Hầu hết phân tử nằm ở trạng thái cơ bản nên độ bán rộng của các đám hấp thụ có giá trị rất nhỏ, hệ số hấp thụ tăng rất cao, cho phép ta xác định đặc trưng của tần số rất chính xác. Điều đó đã giúp cho việc phân tích định tính ít bị sai lệch.

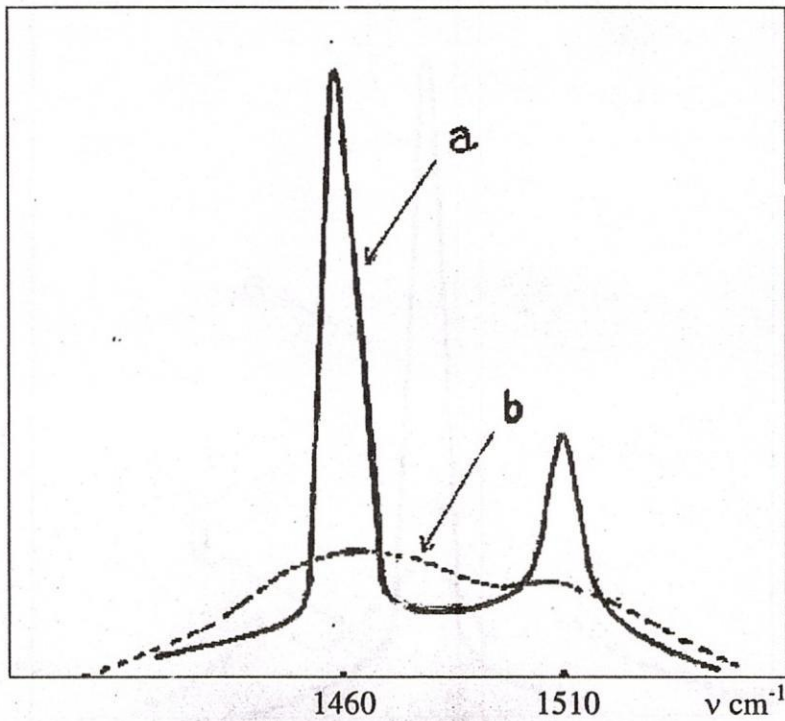


Hình 1 : Phổ của Ete di-isopropyl

- a) Pha khí
- b) Trong dung môi  $\text{CCl}_4$
- c) Trong Argon hoá lỏng ở  $90^\circ\text{K}$

Vì ở trạng thái khí bị hoá lỏng nên sự tương tác liên phân tử giữa các phân tử hòa tan với phân tử của dung môi gia tăng đã làm giảm phổ quay, và vì ở nhiệt độ thấp nên không còn tồn tại các dịch chuyển nóng do các phân tử hầu hết đều nằm ở trạng thái cơ bản, từ đó tính đơn sắc trong hấp thụ thể hiện rất rõ. Ngoài ra vì mật độ phân tử được gia tăng ở pha lỏng, đồng thời với việc tăng độ dài quang học của Cuvet trong hệ Cryostat nên hàm lượng rất bé của một tạp chất cũng có thể được phát hiện ( $10^{-10} - 10^{-12}$  mol/l).

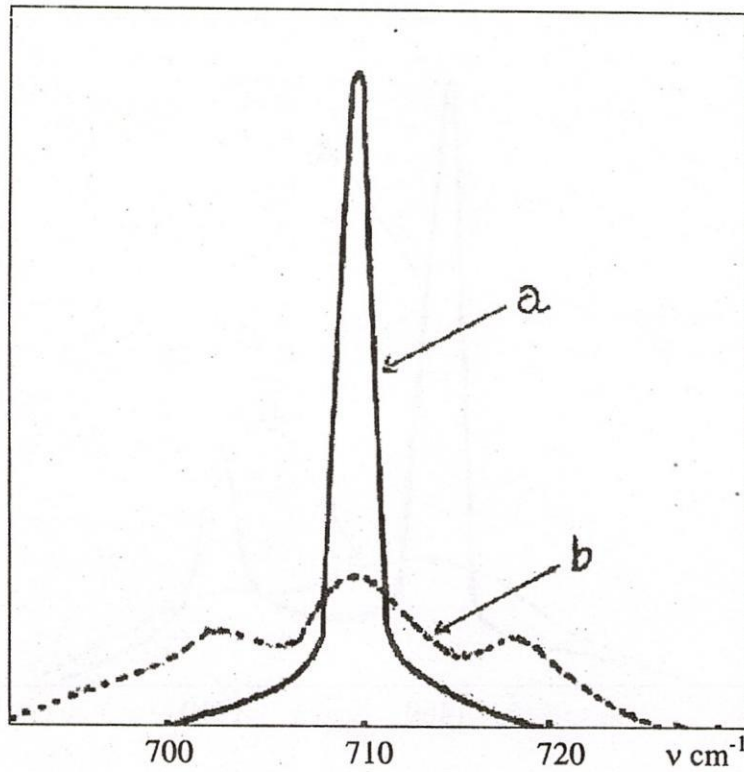
Sự tách đám và sự thu hẹp của độ bán rộng  $\Delta\nu_{1/2}$  cũng được minh họa khi nghiên cứu phổ của  $\text{SF}_6$  ghi ở  $90^\circ\text{K}$  trong dung môi argon hoá lỏng và ở pha khí, nhiệt độ phòng (hình 2). Ta thấy rằng trong pha khí các đám hấp thụ có hệ số hấp thụ  $K_{\text{vmax}}$  rất thấp, hai đám  $1460\text{ cm}^{-1}$  và  $1510\text{ cm}^{-1}$  chồng phủ lên nhau, khó có thể xác định chính xác giá trị của đặc trưng tần số và giá trị cường độ của mỗi đám. Từ đó việc phân tích định tính và định lượng sẽ hoàn toàn kém chính xác. Vấn đề trên đây được giải quyết thoả đáng khi ghi phổ trong dung môi Argon hoá lỏng ở  $90^\circ\text{K}$ , với độ dài cuvet là  $l = 7,4\text{ cm}^{-1}$ .



Hình 2 : Phổ của SF<sub>6</sub> , đám hấp thụ  $\nu_3+\nu_5 = 1460 \text{ cm}^{-1}$  và  $\nu_2+\nu_5+\nu_6 = 1510 \text{ cm}^{-1}$

- Phổ ghi trong dung môi Argon hoá lỏng ở  $90 \text{ }^\circ\text{K}$ ,  $l = 7,4 \text{ cm}$ .
- Phổ ghi trong pha khí ở nhiệt độ phòng .

Bây giờ ta ghi phổ của C<sub>2</sub>F<sub>6</sub> pha khí ở nhiệt độ phòng và so sánh với phổ của cùng chất này khi ghi trong dung môi Argon hoá lỏng ở nhiệt độ  $90 \text{ }^\circ\text{K}$ , với độ dài cuvet  $l = 7,4 \text{ cm}$ . Khảo sát đám hấp thụ  $\nu_6 = 710 \text{ cm}^{-1}$  ta thấy hệ số hấp thụ  $K_{\nu_{\max}}$  tăng vọt, độ bán rộng trở nên rất hẹp, nguyên nhân là vì các dịch chuyển nóng không còn tồn tại, hầu hết phân tử đều phân bố ở trạng thái năng lượng dao động cấp không nên các nhánh P và Q trong phổ dao động-quay gần như hội tụ về một mức dịch chuyển cơ bản  $j'=0 \rightarrow j''=1$  (hình 3).



Hình 3:

- a) Phổ hấp thụ của C<sub>2</sub>F<sub>6</sub> trong dung môi Argon hoá lỏng ở nhiệt độ T = 90<sup>0</sup>K, đám hấp thụ  $\nu_6 = 710 \text{ cm}^{-1}$ .
- b) Phổ hấp thụ của C<sub>2</sub>F<sub>6</sub> ở pha khí, nhiệt độ phòng của đám  $\nu_6$

**Kết luận:**

Kết quả nghiên cứu đã đem lại nhiều ứng dụng quan trọng trong lĩnh vực quang phổ học, đặc biệt là lĩnh vực phân tích vi lượng. Nhờ vào tính chất có thể thay đổi được độ dài quang học của cuvet nên phương pháp này trở nên rất độc đáo khi cần phân tích những thành phần có hàm lượng vô cùng bé trong mẫu nghiên cứu như các vết tạp chất tồn tại trong các mẫu siêu tinh khiết. Vì nó cho phép xác định chính xác số đám hấp thụ của một phân tử, vị trí đám hấp thụ, cường độ đám hấp thụ, nên nó cũng giúp cho việc nghiên cứu về cấu trúc phân tử, nhóm điểm đối xứng rất hữu hiệu.

## STUDY OF ANALYTICAL METHOD BY IR-SPECTROSCOPY IN LOW TEMPERATURE

Duong Ai Phuong, Nguyen Van Den  
University of Natural Sciences – VNU-HCM

**ABSTRACT:** The most active field in low temperature spectroscopy in recent years has been known as a new method spectroscopy of solutions in liquefield gases, such as inert gases, nitrogen and oxygen. As a rule, the Absorption bands are very sharp, so that accurate frequency measurements are possible. The decrease of band overlapping makes intensity measurements much more reliable and it is often possible to obtain more accurate vibrational terms than from the gas phase spectra because of the absence of the rotational structure in the vibrational bands. Therefore, it is one of the best analytical methods for the pure samples.

### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Bulanin M.D. *Journal of Molecular Structure*, 1973 Vol. 19, page 66-69.
- [2] Меликова С.М. Журнал прикладной спектроскопии, 1986 N3, T45 C 515-517.
- [2] Меликова С.М. Высокочистые вещества, 1990 N6, C 145-147.
- [3] Жигула Л.А. Журнал прикладной спектроскопии, 1992 N4, T56 C 591-596.