

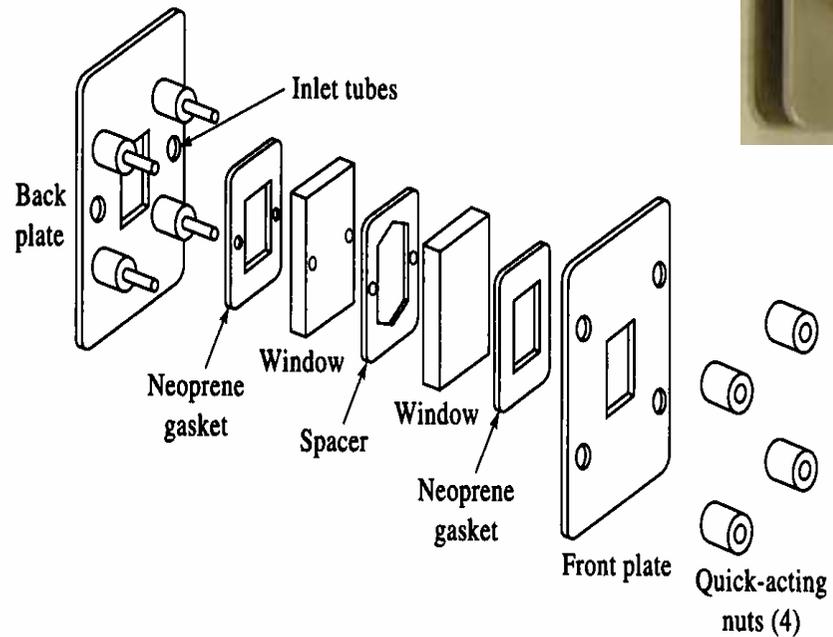
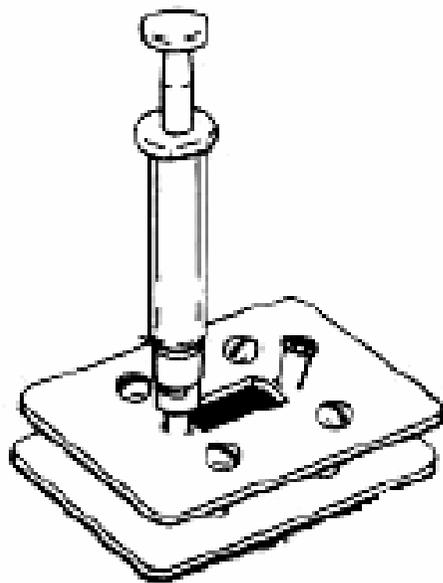
**SMC5**

**TRAVAUX PRATIQUES**

**METHODES SPECTROSCOPIQUES  
D'ANALYSE**

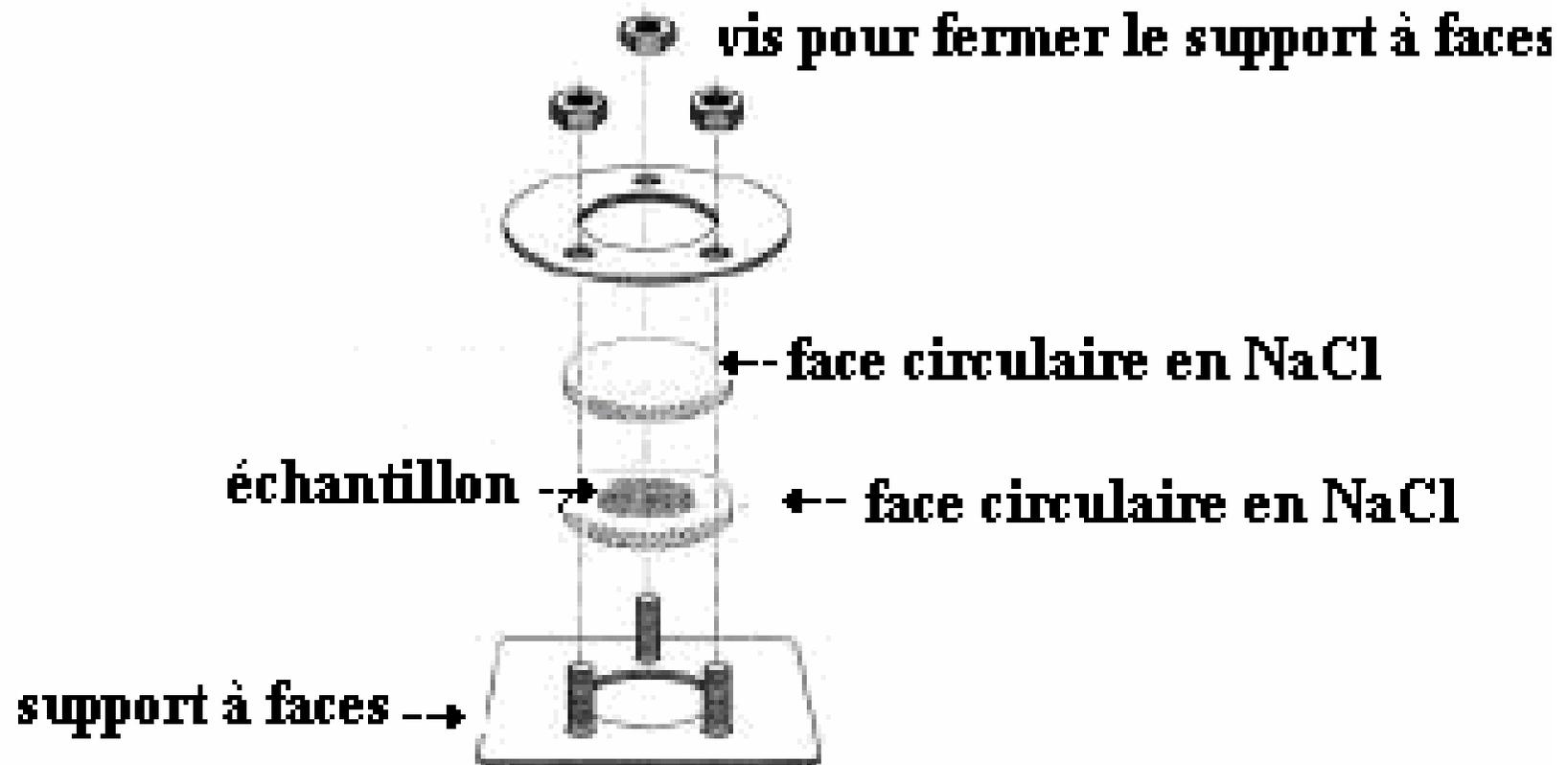
# ECHANTILLONAGE EN SPECTROSCOPIE INFRAROUGE

Liquide volatil ou solution  
cuve fermée d'épaisseur déterminée  
+ seringue adaptable

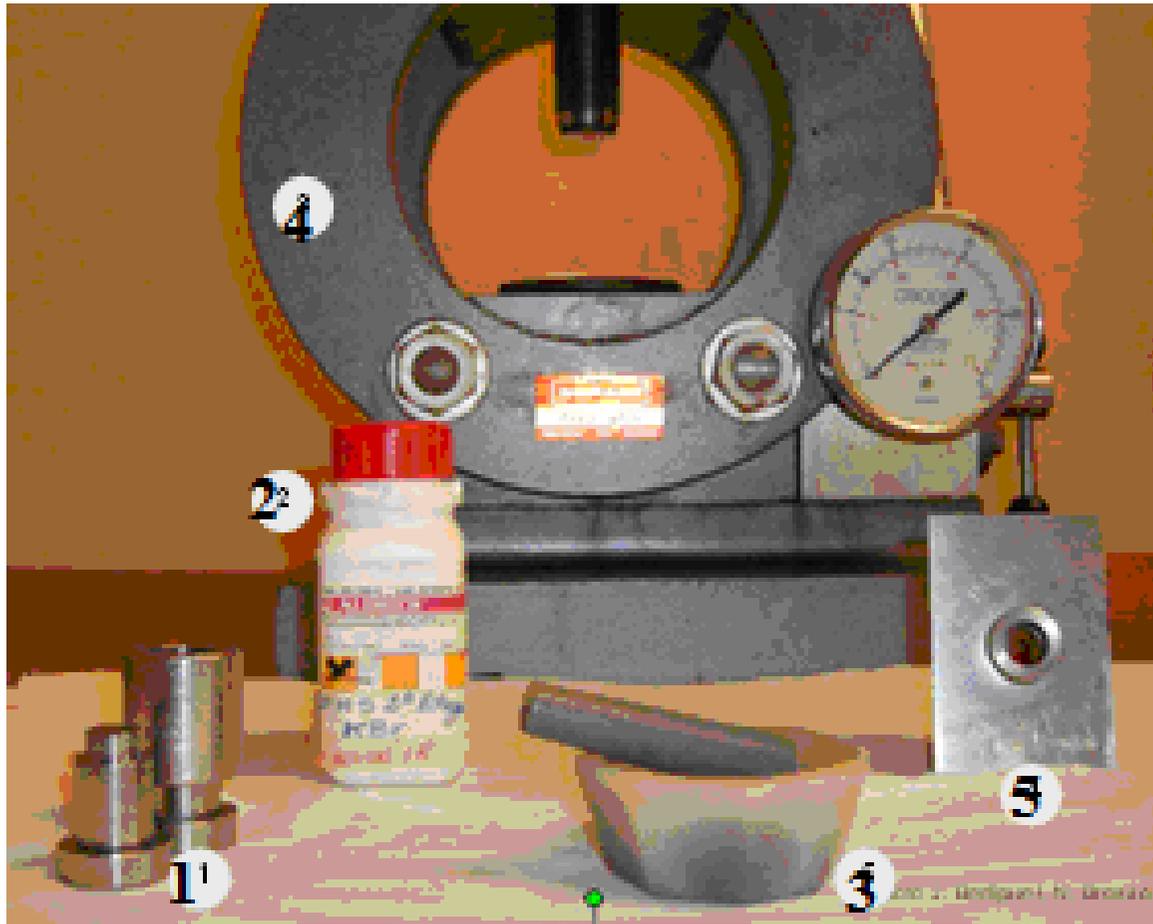


## Liquide visqueux et peu volatil

**FILM : une goutte entre 2 faces de KBr ou NaCl**



# Composé à l'état solide SOLIDE EN PASTILLE

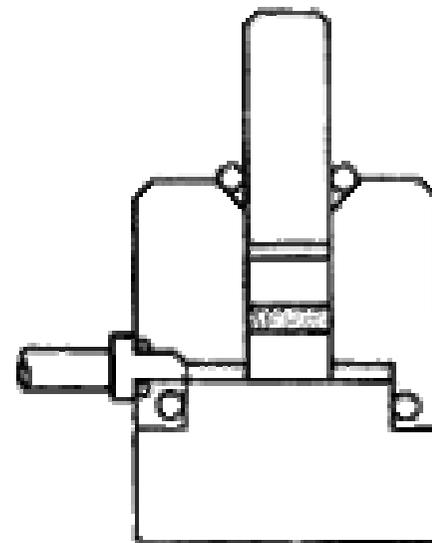
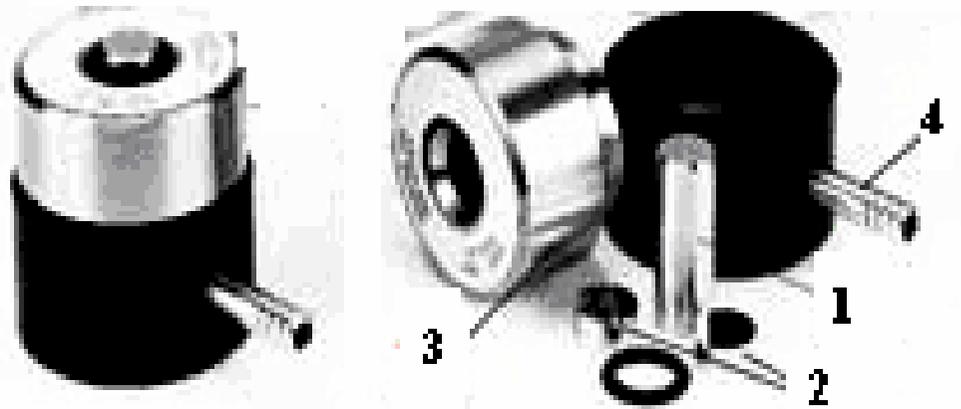


- 1 : Moule à pastiller
- 2 : KBr
- 3 : Mortier en agathe
- 4 : Presse hydraulique
- 5 : Support pour pastille

0,5 à 2 mg de la substance à analyser sont mélangés avec 100 mg de dispersif (KBr, KCl, CsCl, CsI . ..) dans un **mortier en agathe**.  
Le mélange est **broyé** très finement.



# Mélange : dans un moule ou pastilleuse



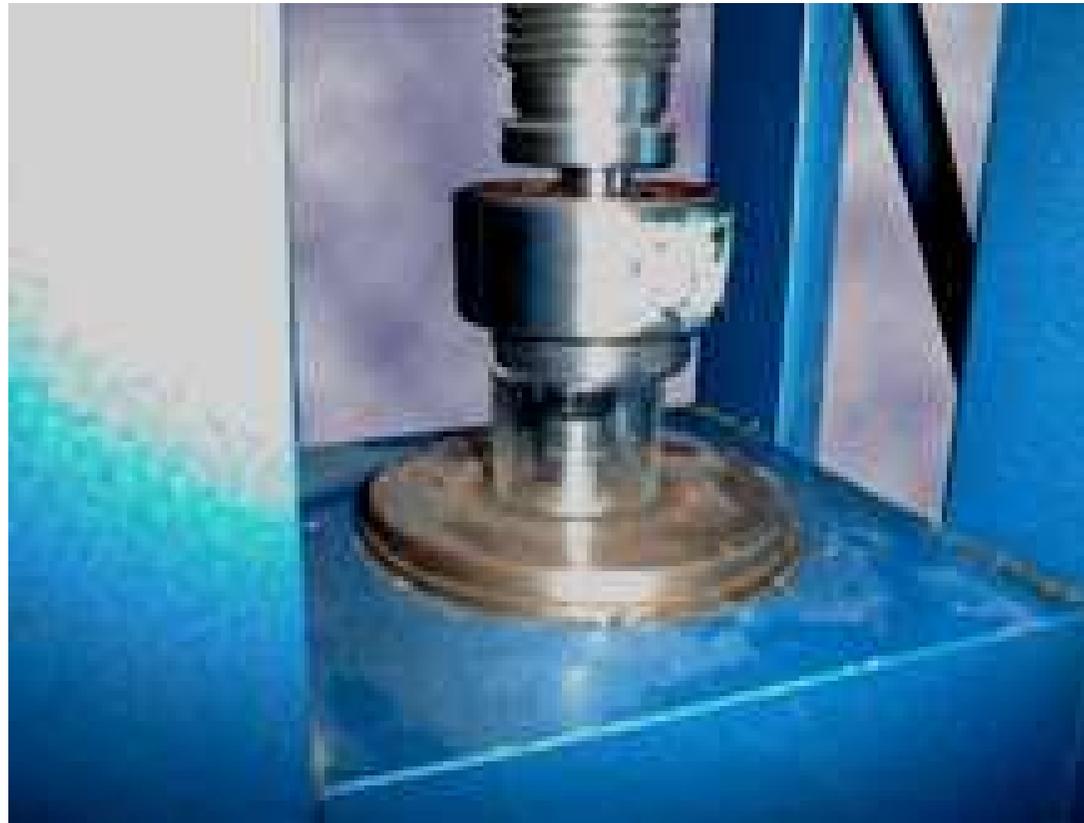
## **Moule sous la presse**

**Pression de 8 tonnes 2 à 5 minutes**

**Connexion latérale : faire le vide**



**Faire sortir les pastilles métalliques du moule en utilisant une bague d'extraction.**



**Séparer maintenant les deux pastilles de métal pour obtenir la pastille de solide qui devrait être **transparente**.**



**Placer la pastille dans le support et ensuite l'anneau pour la maintenir en place.**



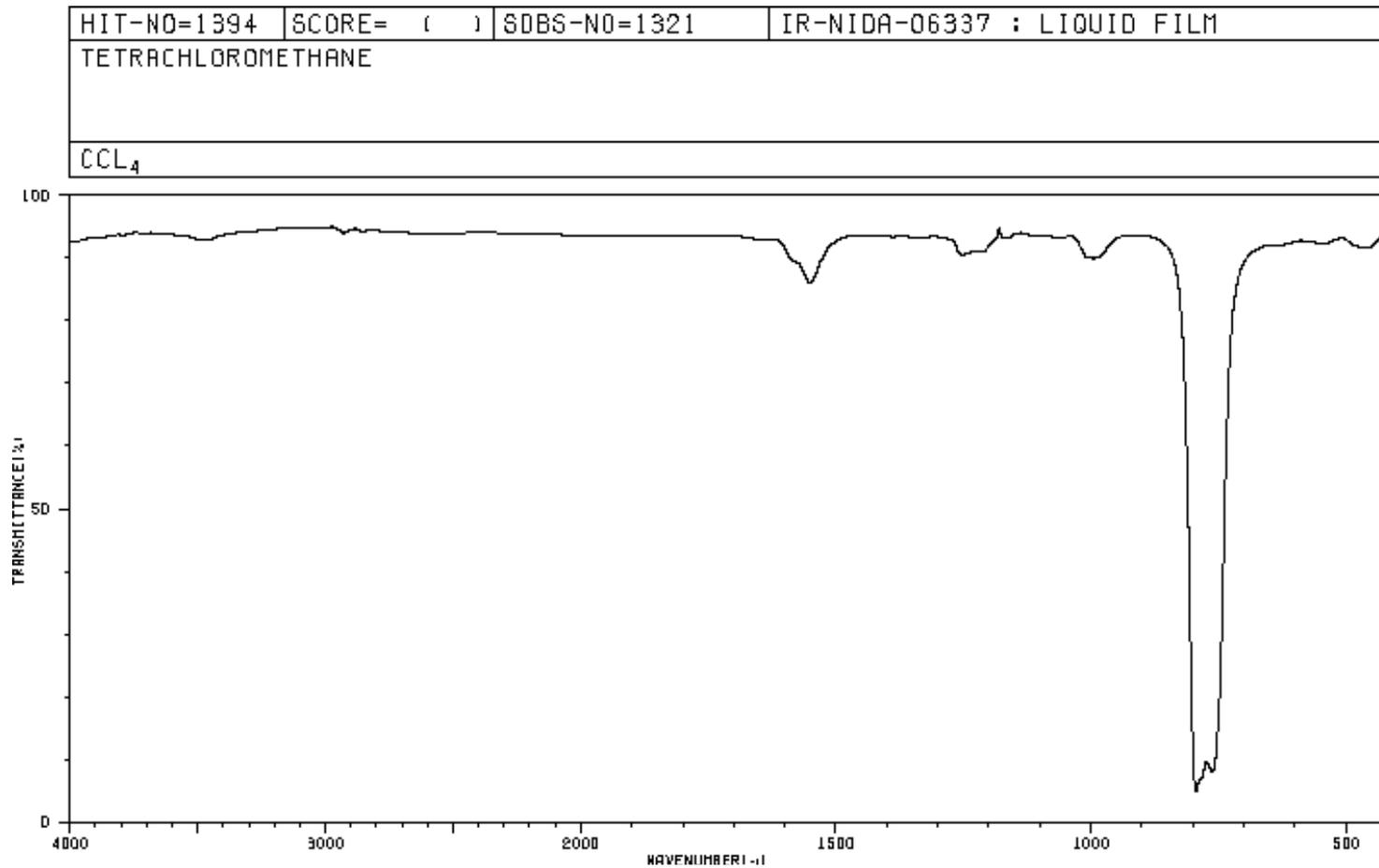
## **SOLIDE EN SUSPENSION**

**Solide dans une huile jusqu'à obtention d'une pâte homogène**

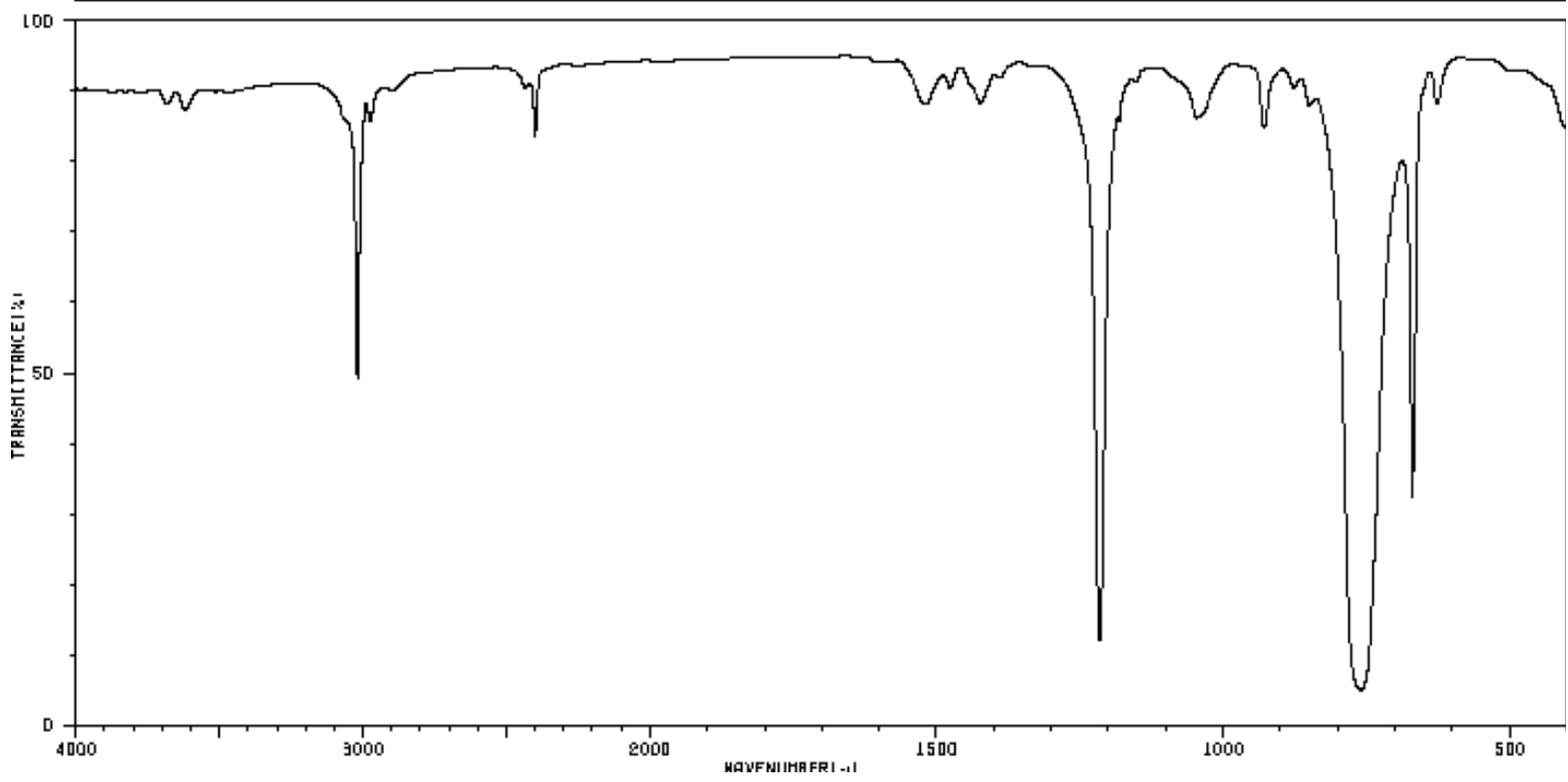
**L'huile : Nujol ou Fluorolube**

**Pâte obtenue entre 2 faces transparentes en IR  
comme pour la méthode du film**

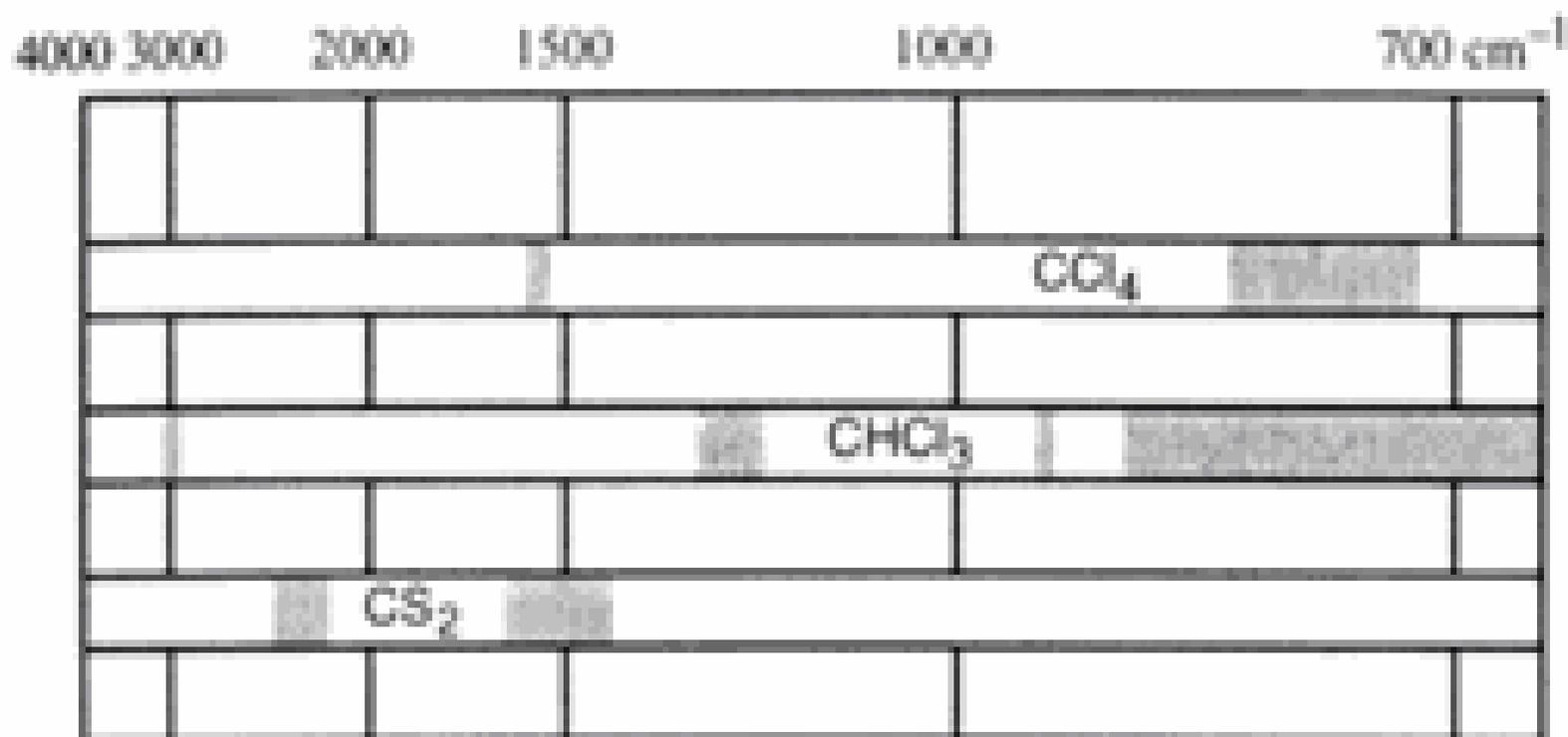
# Solvants et dispersifs couramment utilisés en infrarouge



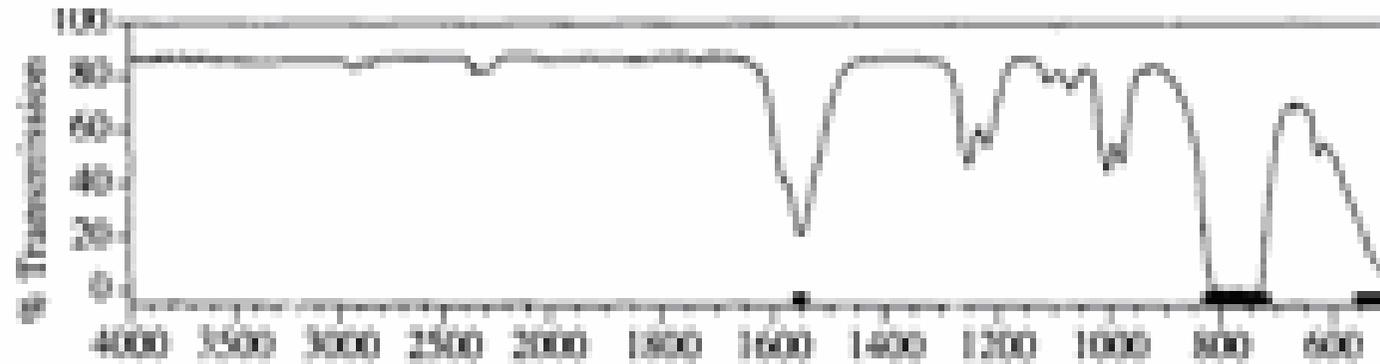
HIT-NO=1233	SCORE= ( )	SDBS-NO=894	IR-NIDA-01674 : LIQUID FILM
CHLOROFORM			
CHCL <sub>3</sub>			



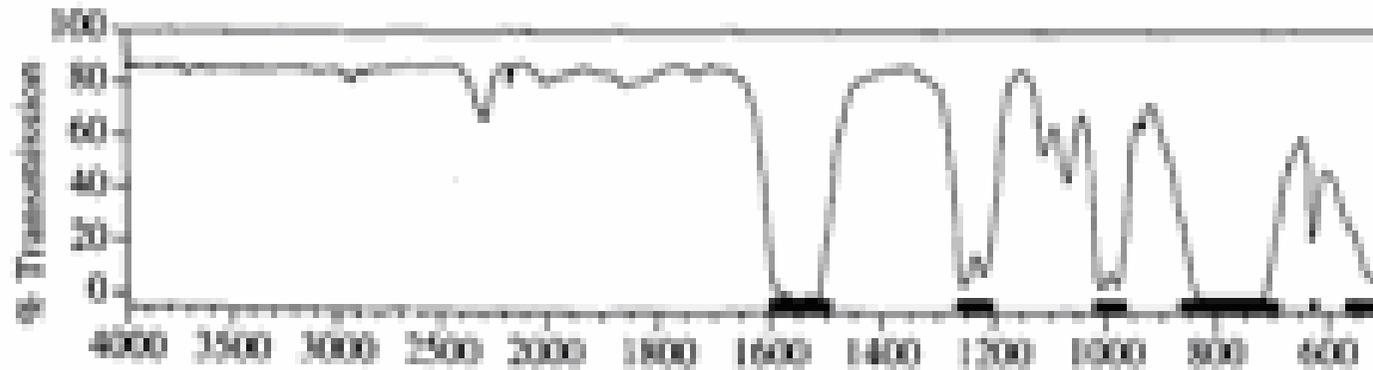
# Zones mortes des solvants usuels



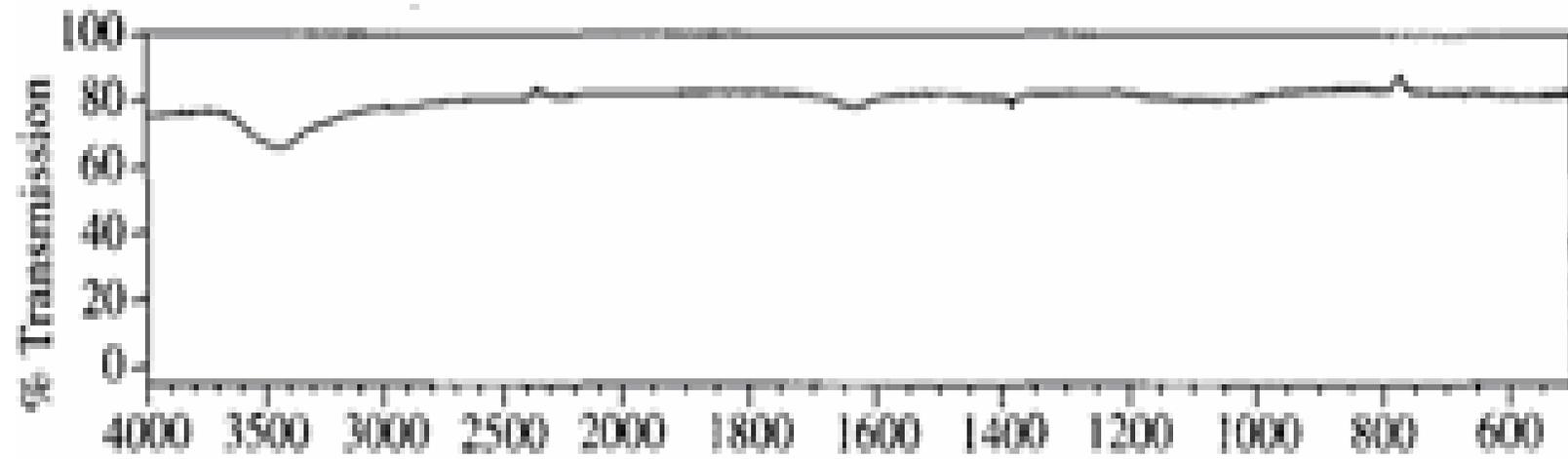
### CCl<sub>4</sub>; cellule 0.2 mm

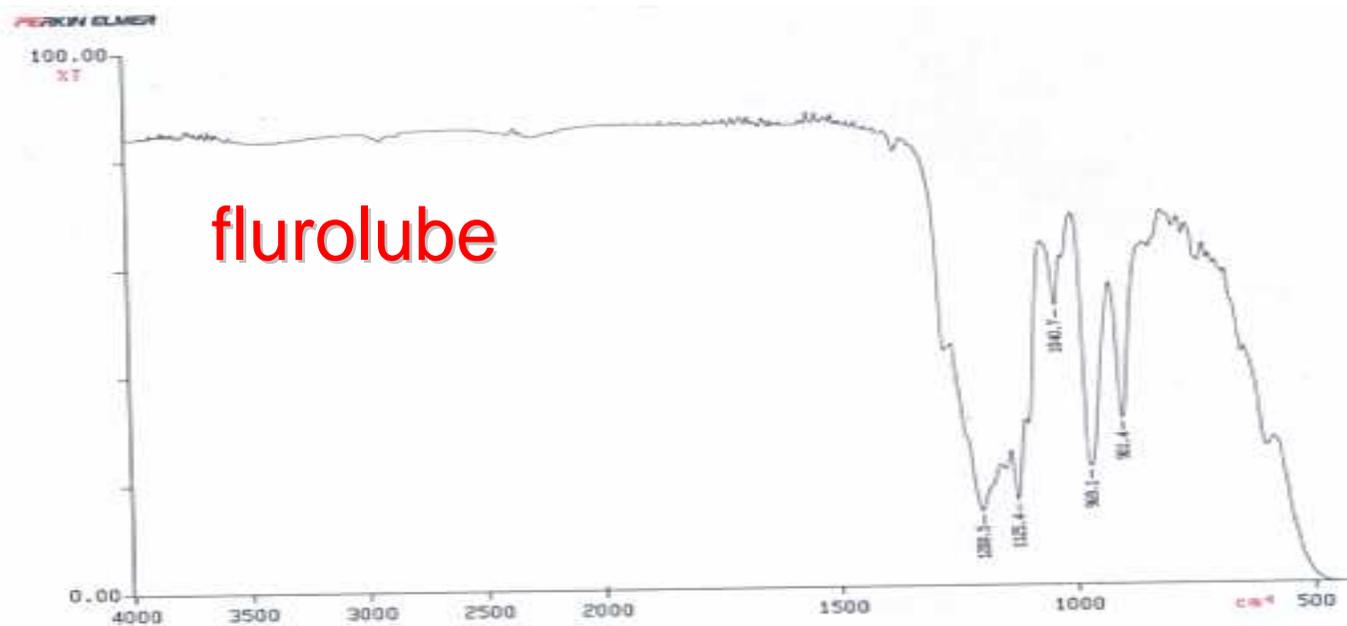
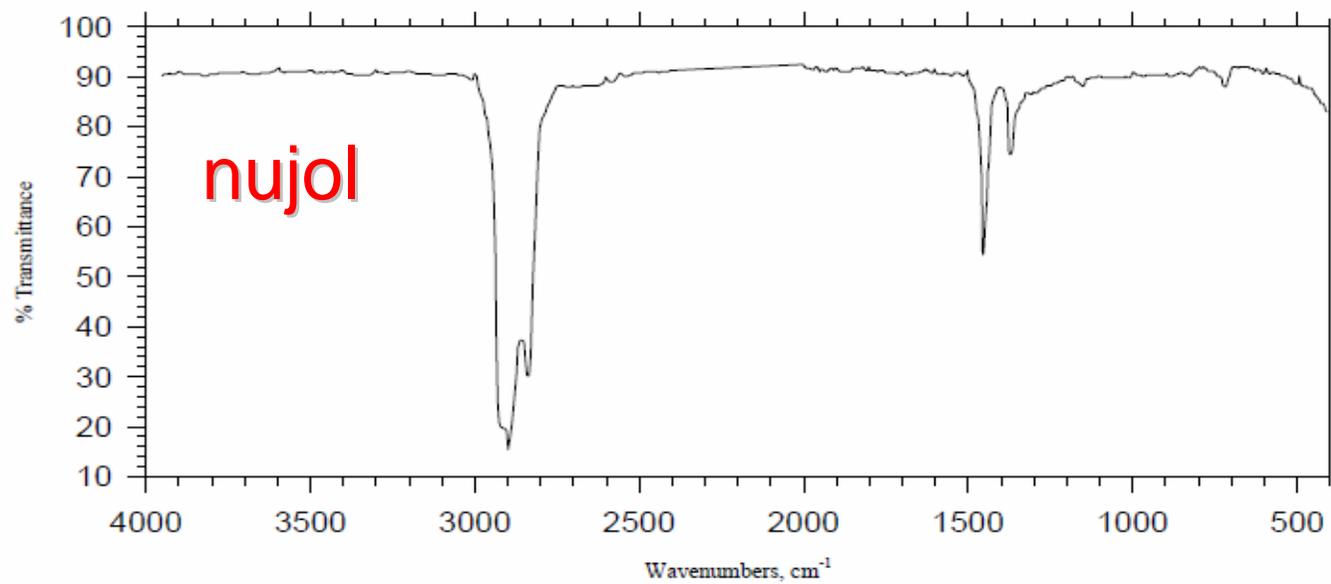


### CCl<sub>4</sub>; cellule 1 mm



# pastille de KBr

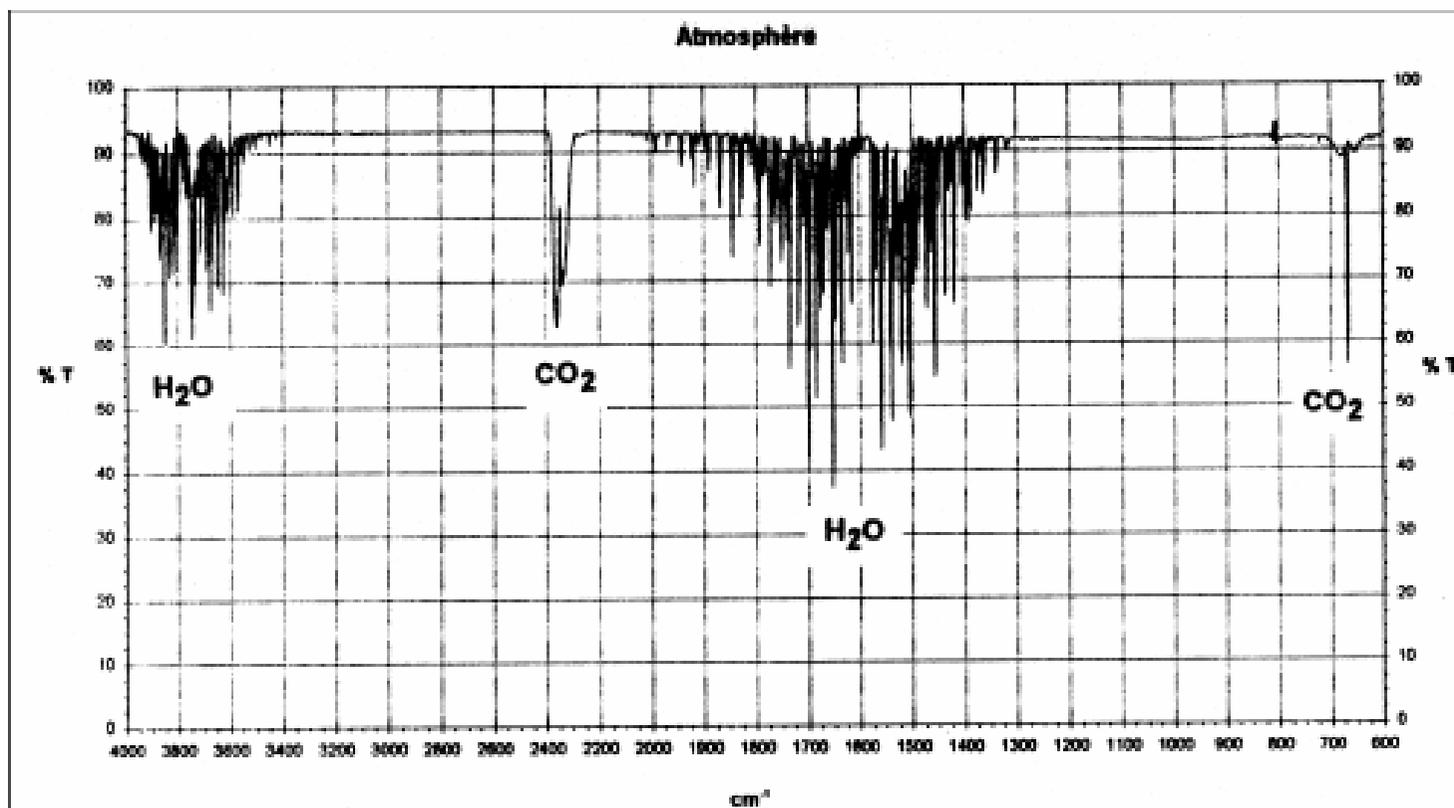




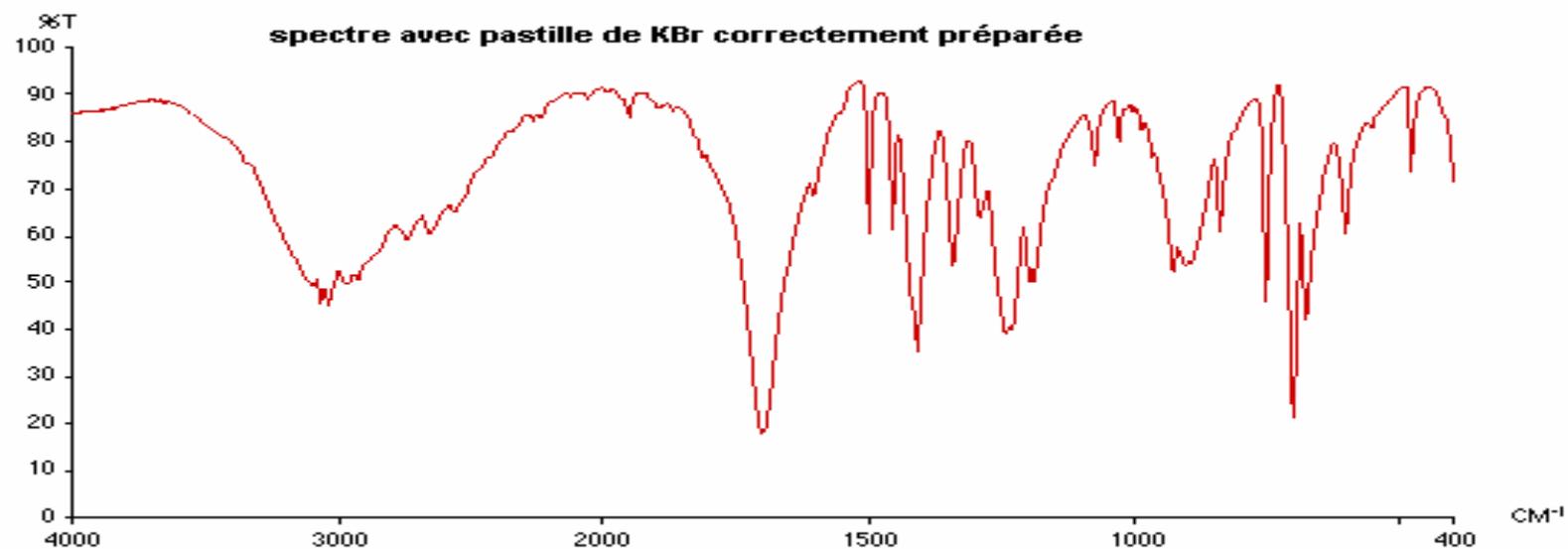
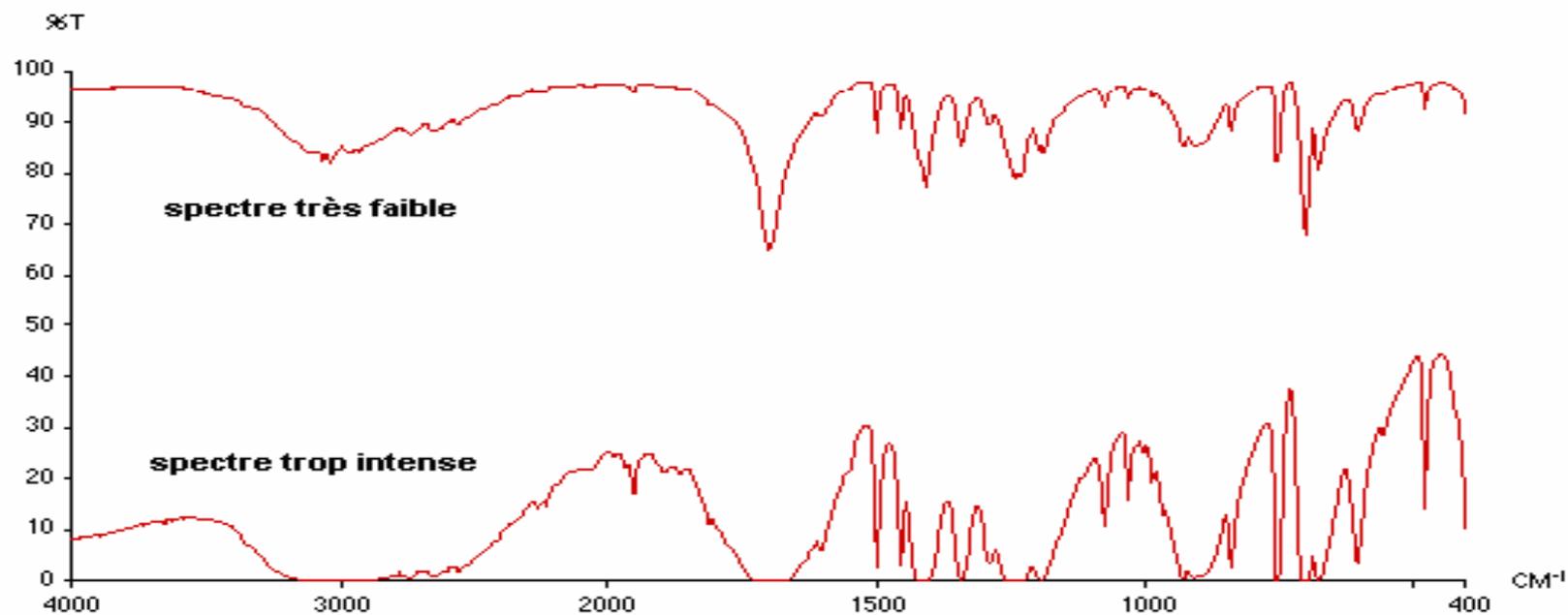
08/10/17 10:51 labo-infrarouge  
Z: 16 scans, 4.0cm<sup>-1</sup>

# Qualité des spectres enregistrés

## Spectre de l'atmosphère

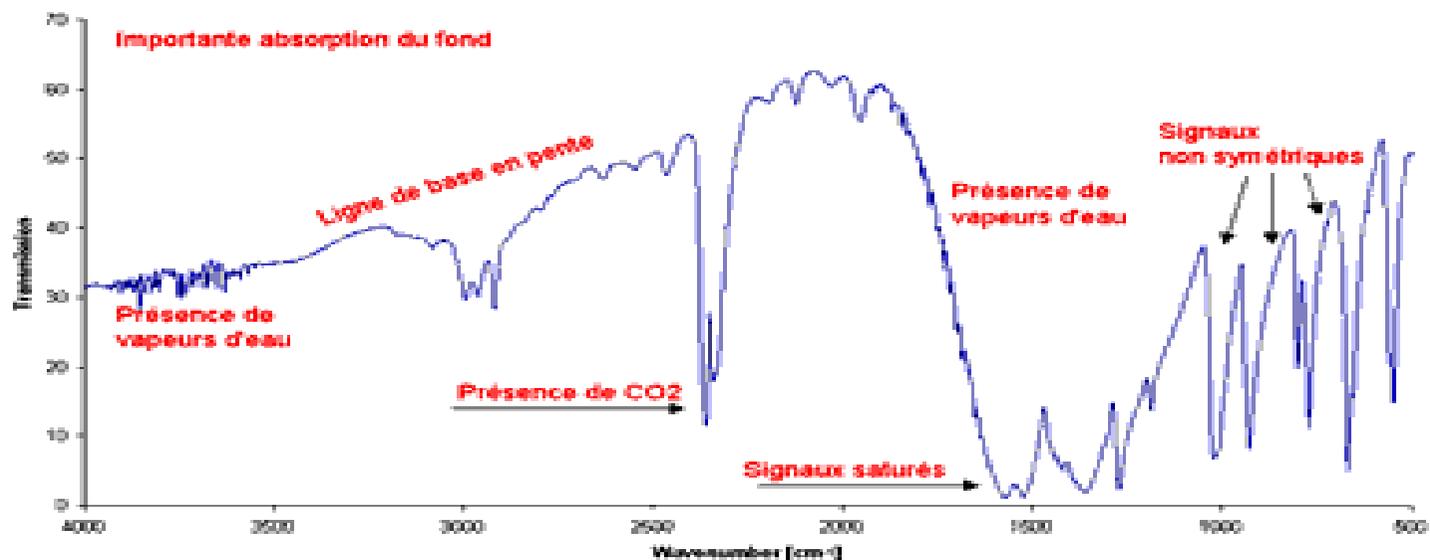


## spectres IR de l'acide phenyl-acétique à différentes concentrations en pastille de KBr :



## spectres IR d'un composé solide en pastille de KBr de mauvaise et de bonne qualité

Mauvais spectre



Bon spectre

