

# 적외선 분광법 (Infrared Spectroscopy)

## ▣ 시약 및 기구

- 시약 : KBr, Dithiooxamide, 4-aminoantipyrine, 4-aminopyridine
- 기구 : 적외선분광기, Pellet Press, KBr die set, Sample holder, 막자사발(mortar), 킴와프스, 스페츨라, 핀셋, 아세톤



FT-IR



Pellet press



Pellet die set



Mortar



Pellet holder

## ▣ 실험방법

### 1. Pellet 만들기

- background를 위한 KBr pellet과 각 시료가 포함된 pellet 3개를 합하여 총 4개의 pellet을 제조

- ① 실험 전 die set과 mortar를 아세톤을 씻고 드라이기로 말린다.
- ② KBr 시료를 spatula로 두 스푼 정도 떠서 mortar에 넣고 고체 알갱이가 보이지 않을 정도로 잘 갈아준다. 알갱이가 작을수록 pellet이 되었을 때 투명하여 빛을 잘 통과시키므로 충분히 갈아준다.
- ③ Pellet press의 윗부분과 아랫부분을 조립한 후 첫 번째 die를 pellet press의 가운데 구멍에 넣는다.
- ④ 갈아준 시료를 spatula를 이용하여 구멍에 넣는다. 이때 시료를 너무 많이 넣으면 pellet이 두꺼워져 IR이 통과하지 못하므로 적당히 넣어야 한다.
- ⑤ Bolt press를 구멍에 넣고 돌려서 시료를 평평하게 해준다.
- ⑥ 두 번째 die를 넣고 bolt press를 넣는다.



die



bolt press

## ■ 실험방법

### 1. Pellet 만들기

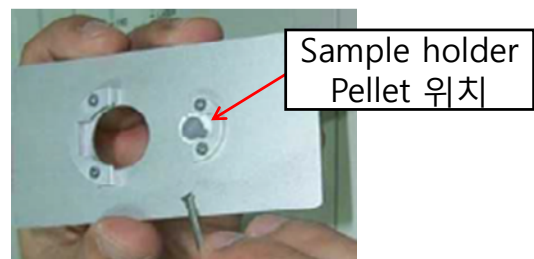
- ⑦ 완성된 die set을 minipressor 안에 넣고 위쪽의 wheel을 시계방향으로 돌려서 잠근다.
- ⑧ Knob을 시계방향으로 단단히 돌려준 뒤, lever를 여러 번 당겨서 5 ton/cm<sup>2</sup>까지 압력을 높인 후 2분 정도 기다린다. 이때 die kit는 최대압력이 5 ton/cm<sup>2</sup>이므로 그 이상으로 올리지 않도록 주의한다.
- ⑨ 압착이 끝나면 knob를 반시계방향으로 돌려 풀고, wheel도 반시계방향으로 돌려준다.
- ⑩ Pellet press의 윗부분과 아랫부분을 조심스럽게 분리하고 윗부분을 뒤집어서 위에 뒤집어서 올린다.
- ⑪ 뒤집어진 pellet press 윗부분 위에 adapter를 올리고 die set을 다시 minipressor에 놓는다.
- ⑫ Minipressor의 screw가 adapter의 정중앙에 오도록 위치를 조정한 뒤 wheel을 천천히 돌리며 첫 번째 die가 드러나면 멈춘다.



## ■ 실험방법

### 1. Pellet 만들기

- ⑬ Minipressor에서 die set을 꺼내서, 조심스럽게 뒤집은 후, adapter를 제거하고 위의 die를 제거하면 pellet이 나타난다.
  - ⑭ 3가지 시료 Dithiooxamide, 4-Aminoantipyrine, 4-Aminopyridine는 KBr : 시료 = 100 : 1 정도가 되도록 mortar에서 혼합한 뒤 ②~ ⑬ 과정을 반복한다.
- ※ 실험 후 pellet 제조에 사용한 기구들을 아세톤으로 깨끗이 세척하고, KBr은 흡습성이 있으므로 반드시 parafilm으로 밀봉하고 oven 또는 desicator 속에 보관해야 한다.



### 2. IR 스펙트럼 측정하기

- ① Pellet을 조심스럽게 핀셋으로 집어 sample holder에 넣고 cap을 씌운 뒤 sample holder를 기기 안에 넣어 스펙트럼을 측정한다.