

Bruker Tensor II

Fourier-transzformációs infravörös (FT-IR) spektroszkóp használatának alapjai



A BME-ETT / MML laborhoz készítette: Sáfár Balázs

Bevezető

E dokumentum célja, hogy az olvasó megismerje a BME-ETT hibaanalitikai laboratóriumában található Bruker Tensor II FT-IR spektroszkóp működésének és használatának alapjait. Az infravörös spektroszkópia főleg a vegyiparban és a gyógyszeriparban elterjedt vizsgálati módszer, mivel a szerves anyagok azonosítására, illetve azok molekuláris összetételének meghatározására szolgál. A fentiek mellett azonban számos olyan helyen alkalmazható módszer, ahol kis mennyiségben kell szerves anyagokat azonosítani (pl. kriminalisztika). Az elektronikai alkatrészek, termékek gyártása során keletkező szennyeződések, amennyiben a termékekre kerülnek, a termék meghibásodásához vezethetnek: Egyes esetekben ez már a gyártás során a termék kiesését okozza (pl. kamera szenzoron jelentős mennyiségű pixelt kitakar). A gyártó akkor tud megfelelő intézkedéseket fogantatni, ha ismeri a szennyeződés forrását. Ebben segíthet az infravörös spektroszkópia, amivel a szerves szennyeződések egy nagyméretű spektrumkönyvtár segítségével azonosíthatóak.

A következő fejezet röviden, a teljesség igénye nélkül ismerteti az infravörös spektroszkópiában használatos alapfogalmakat és mérési elvet.

Elméleti háttér

Az infravörös (IR) spektroszkópia az anyag és az infravörös fény kölcsönhatásának tudománya. Az infravörös sugárzást 3 fő részre oszthatjuk: közeli-, közép-, és távoli-infravörös tartományra. Az anyagok jelentős része főleg a közép-infra tartományban eső sugárzással hat olyan módon kölcsön, hogy azt érzékelnünk tudjuk. A laboratóriumban található Bruker Tensor II-es berendezés is ebben a tartományban működik. Az IR spektroszkópiában a hullámhossz illetve a frekvencia helyett az ún. *hullámszámot* használják, amely a következőképpen áll elő:

$$W = 1 / \lambda$$

A képletben W a hullámszám és λ a fény hullámhossza. Mértékegysége cm^{-1} (ejtsd: reciprokcentiméter vagy inverz-centiméter vagy egy-per-centiméter).

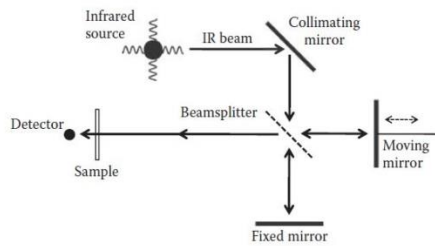
$>14\,000$ cm^{-1}	$14\,000 - 4\,000$ cm^{-1}	$4\,000 - 400$ cm^{-1}	$400 - 4$ cm^{-1}	< 4 cm^{-1}
látható & UV	közeli IR (1,4-0,8 μm)	közép IR (30-1,4 μm)	távoli IR (1 000-30 μm)	mikrohullám



Magasabb hullámszám	Alacsonyabb hullámszám
Magasabb frekvencia	Alacsonyabb frekvencia
Magasabb energia	Alacsonyabb energia
Rövidebb hullámhossz	Nagyobb hullámhossz

Az infravörös spektroszkópia lényege, hogy a mintát besugározzuk az infravörös tartományba eső fénnyel, majd a mintán áthaladt vagy arról visszavert fény tulajdonságait vetjük össze a besugárzott fény tulajdonságaival. Mivel a fény kölcsönhatásba kerül az anyaggal, ezért az anyagban található (jellemzően) kovalens kötésekre jellemző hullámhosszokon nyeli el az infravörös fényt. Ha ábrázoljuk az elnyelést a hullámszám függvényében, akkor megkapjuk az anyagra jellemző infravörös spektrumot.

Az infravörös spektroszkópia egyik fajtája a Fourier-transzformációs Infravörös (FT-IR) spektroszkópia. Az FT-IR-ben található optikai rendszerrel interferenciát hoznak létre a vizsgálathoz használt infravörös nyalábban. A kapott interferenciaképet (interferogram) végül Fourier-transzformáció segítségével elemi hullámokra bontják, amelyből a műszer elkészíti a spektrumot.



1. ábra FT-IR vázlatos működése

Bruker Tensor II

A laboratóriumban található FT-IR spektroszkópot egy úgynevezett ATR (Attenuated Total Reflection ~ csillapított teljes visszaverődés) kiegészítővel látták el. Az ATR modul az infravörös forrás fényútjában van elhelyezve. A modulban az infravörös fényt egy néhány milliméter átmérőjű kristályra irányítjuk. Az ATR-t úgy alakították ki, hogy a rajta áthalódó fény teljes visszaverődést szenvedjen el a kristály határfelületén. A teljes visszaverődés során a fény egy része behatol a kristályon elhelyezett anyagba, így a rá jellemző hullámhosszokon elnyeli azt. A fény többi része továbbhalad a detektorba. A laboratóriumban kétféle ATR található. Az egyikben gyémánt kristály található, a másikban pedig germánium-kristály. A laboratóriumi foglalkozás során használt gyémánt kristály nagy nyomást képes elviselni, így olyan mintákat is képesek vagyunk vizsgálni, melyek alakja egyébként nem tenné ezt alkalmassá (pl. porok, érdes műanyagok). A germánium azonban sokkal sérülékenyebb anyag, ezért használata nagy körültekintést igényel.



2. ábra ATR modul felépítése

Az ATR használata:

1. A kristályt megtisztítjuk izopropil alkohollal, egyes esetekben vízzel.
2. Annak érdekében, hogy a környezeti hatások illetve a műszer belső paramétereinek eltolódása minél kisebb mértékben befolyásolják a mérést, háttérrel veszünk fel.
3. A mintát elhelyezzük a kristályon, jellemzően csipesszel, vagy tűvel.
Amennyiben szükséges:
4. A vizsgált mintát a mintaleszorítóval préseljük a kristályra.
Fontos: Ügyeljünk arra, hogy a mintaleszorító alól ne csúszhasson ki a minta, mert a leszorító nekiütődhet a gyémántnak, ami kárt okozhat benne!
5. A szoftverben elindítjuk a mérést.

Megjegyzés: A mérés végeztével ne felejtjük el felengedni a leszorítót!

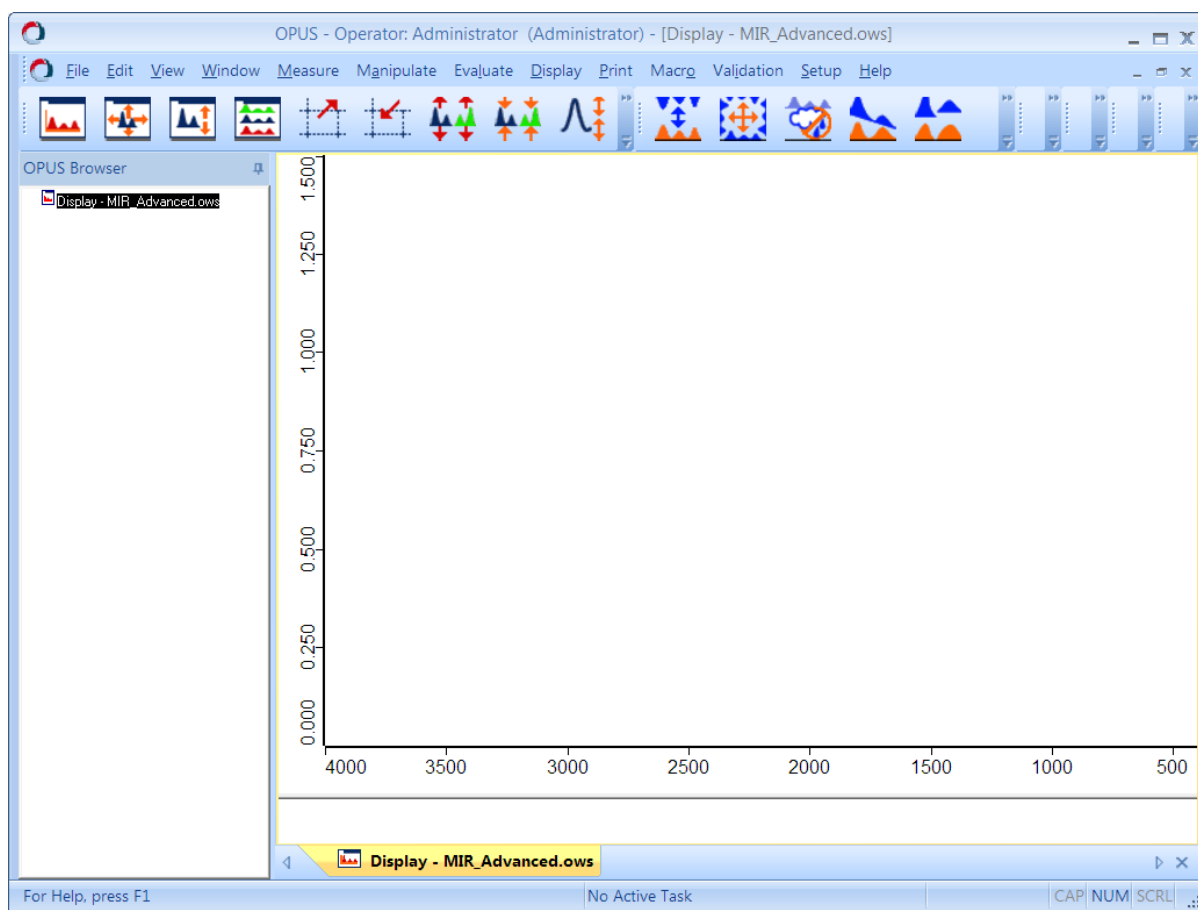
Minta-előkészítés

Az FT-IR mérések során kiemelt fontosságú a minta-előkészítés. A mérési eredmény akkor lesz a lehető legjobb, ha a minta minél nagyobb felületen érintkezik a kristállyal. Ez folyadékok esetén egyszerű feladat, azonban kemény műanyagok, vékony szálak, illetve szilárd szemcsék esetén már okozhat kihívást. Az utóbb felsorolt anyagok vizsgálatához van szükség az ATR modulokon található leszorítóra, melynek célja, hogy az anyagokat kilapítva növelje a kontaktusfelületet a kristállyal.

Az érintkezési felület növelésén túl fontos, hogy meggyőződjünk arról, hogy az alkalmazott eszközzel, illetve a minta-előkészítés során nem szennyezzük-e be a mintát. Az emberi ujjlenyomatban található zsírok például igen jellemző spektrummal rendelkeznek, melyet közvetlen kontaktussal, de akár nem megfelelően tisztított eszközzel is átvihetünk a vizsgált mintára.

Opus

A Bruker Tensor II vezérlőszoftvere az Opus, mellyel vezérelhetjük a berendezést, valamint a kapott spektrumokat feldolgozhatjuk benne, illetve könyvtári keresést is végezhetünk benne. A laboratóriumi foglalkozás során használt funkciók elérését és használatát ismereti ez a fejezet röviden:



3. ábra Opus szoftver főablak



: Alap és haladó beállítások, mérés indítása. Rákattintva erre a gombra a következő menü jelenik meg

Measurement

Basic | Advanced | Optic | Acquisition | FT | Display | Background | Check Signal

Experiment: Load **EFI-labs.xpm**

Operator name: Administrator

Sample description: FTIR Auto

Sample form: Instrument type and / or accessory Auto

Path: C:\Users\dddstudio\Documents\Bruker\OPUS_7.5.18\DATA\MEAS

File name: FTIR

Háttér felvétel indítása

Background Single Channel

Mintavételezés indítása

Sample Single Channel

Accept & Exit Cancel Help

Measurement

Basic | **Advanced** | Optic | Acquisition | FT | Display | Background | Check Signal

Experiment: Load Save **EFI-labs.xpm**

File name: <@snm> Auto

Path: <DATAPATH>\MEAS Auto

Resolution: 4 cm-1

Sample scan time: 128 Scans Measurement time > 120 seconds

Background scan time: 128 Scans

Save data from: 4000 cm-1 to: 400 cm-1

Result spectrum: Absorbance

Accessory: A225/Q Platinum ATR, Multiple Crystals CRY:Diamond

Additional data treatment

Atmospheric compensation

Interferogram size: 10550 Points FT size: 16 K

Data blocks to be saved

<input checked="" type="checkbox"/> Absorbance	<input type="checkbox"/> Phase spectrum
<input checked="" type="checkbox"/> Single Channel	<input checked="" type="checkbox"/> Background
<input type="checkbox"/> Sample Interferogram	<input type="checkbox"/> Background Interferogram

Használt átlagolás száma

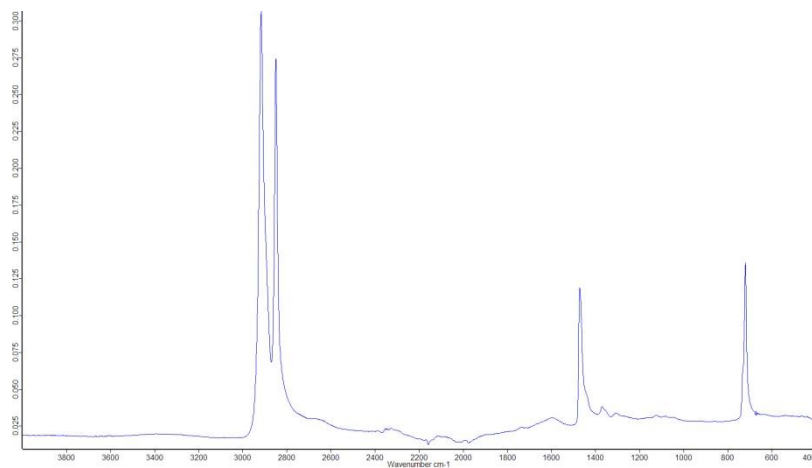
Mérési tartomány beállítása

Accept & Exit Cancel Help

A szoftverben beállítható, hogy a vizsgálat során hány mérést végezzen a műszer, a mérések eredményeit pedig átlagolja. Az átlagolás növelésével logaritmikusan javul a jel-zaj viszony, a mérési idő viszont lineárisan nő.

A Sample Single Channel gombra kattintva a műszer tulajdonképpen egy „élőkép” módba kerül, megjelenítve a kristályon található minta spektrumát. Itt ellenőrizhetjük, hogy nem tolódott-e el a spektrum az utolsó háttér felvétele óta, illetve nem maradt-e az előző mérésből minta a kristályon.

Miután ráhelyeztük a mintát a kristályra, elindulhat a mérés, melyet a bal alsó sarokban található „Start Measurement” gombbal indíthatunk el. A műszer a korábban beállított átlagolási mennyiség végrehajtása után kirajzolja a kapott spektrumot.



4. ábra Mért példa spektrum



A kapott spektrumra lefuttathatunk egy keresést, ami összeveti a beépített spektrumkönyvtárban található spektrumokkal. A találatokat egy belső algoritmus alapján pontozza 1-től 1000-ig (Hit quality), ahol a nagyobb értékkel rendelkező a nagyobb hasonlóságot jelöli.

A laboratóriumi foglalkozás során:

- megismerkedünk a Bruker Tensor II FT-IR műszer működésével, megismerjük a műszer előnyeit és hátrányait,
- különböző mérések elvégzésével megismerhetjük a műszer korlátait,
- ismereteket szerzünk a helyes mintavételezés és mintatárolásról, mely az FT-IR-es mérések kiemelten fontos pontja,
- megismerhetjük, hogy milyen műtermékek keletkeznek egy FT-IR spektrum felvétele során.

Ellenőrző kérdések:

1. Milyen infravörös tartományban működik a Tensor II-es műszer?
2. A hullámhossz illetve frekvencia helyett milyen mértékegységet használnak az infravörös spektroszkópiában?
3. Az átlagolás növelése milyen előnnyel és hátránnyal jár?