

ThermoFisher
S C I E N T I F I C

The world leader in serving science



Příslušenství k FT-IR spektrometrům: ATR vláknová optika



**Seminář Molekulová
Spektroskopie 2011
Hotel Jezerka Seč
Říjen 2011**

IR Spektrum

- **NIR (blízká IR)** \Rightarrow Overtonové vibrace + Kombinační vibrace

12820 - 4000 cm^{-1}

780 - 2500 nm

- **MIR (střední IR)** \Rightarrow Fundamentální vibrace

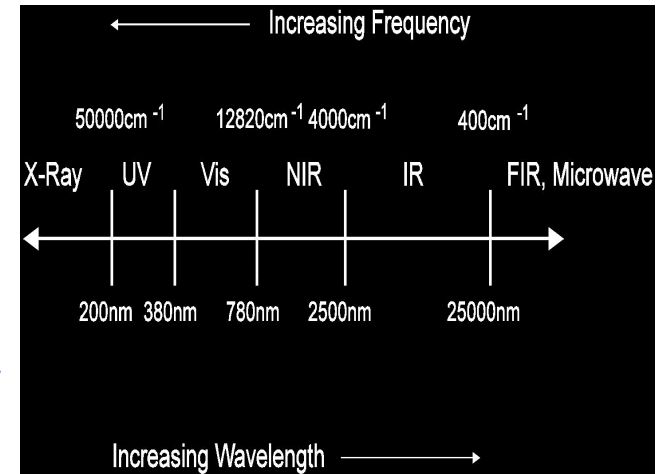
4000 - 400 cm^{-1}

2500 - 25000 nm

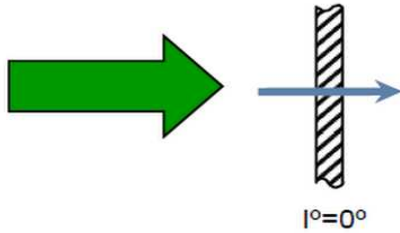
- **FIR (vzdálená IR)** \Rightarrow Framework Vibrations

400 - 20 cm^{-1}

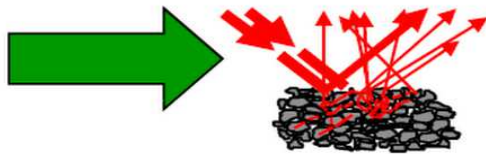
25000 - 500000 nm



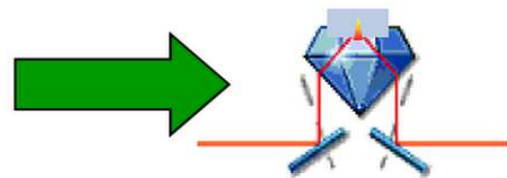
IR – výběr optimální měřicí techniky



➤ Transmise: dobrá citlivost, často nutná „úprava“ vzorku. Kyvety, tablety, folie.

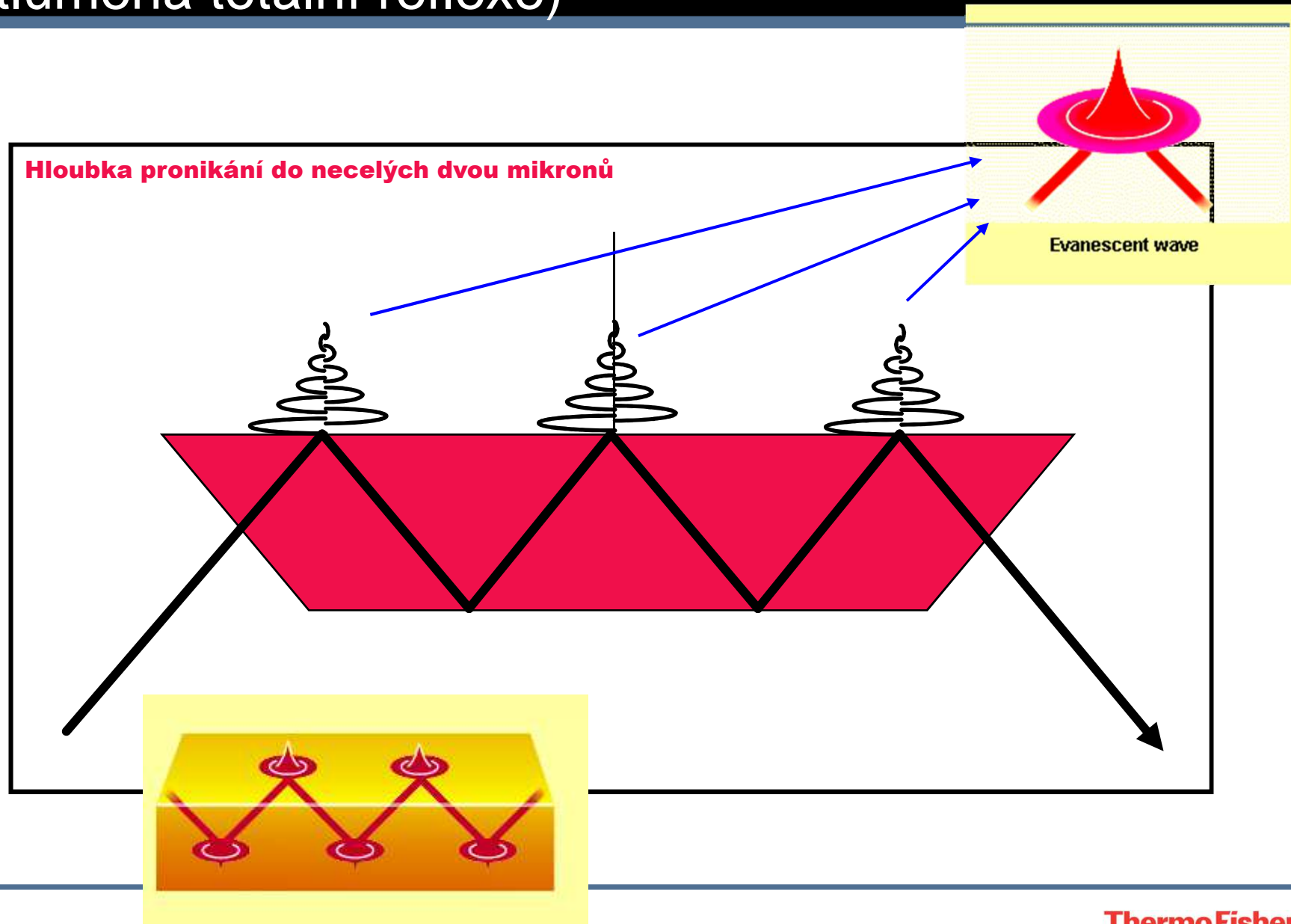


➤ Reflektance: difúzní, spekulární. Jednoduchost, vhodné pro prášky.



➤ ATR: Attenuated Total Reflectance: jednoduchost, rychlost, bez úpravy vzorků. Kapaliny, pevné látky.

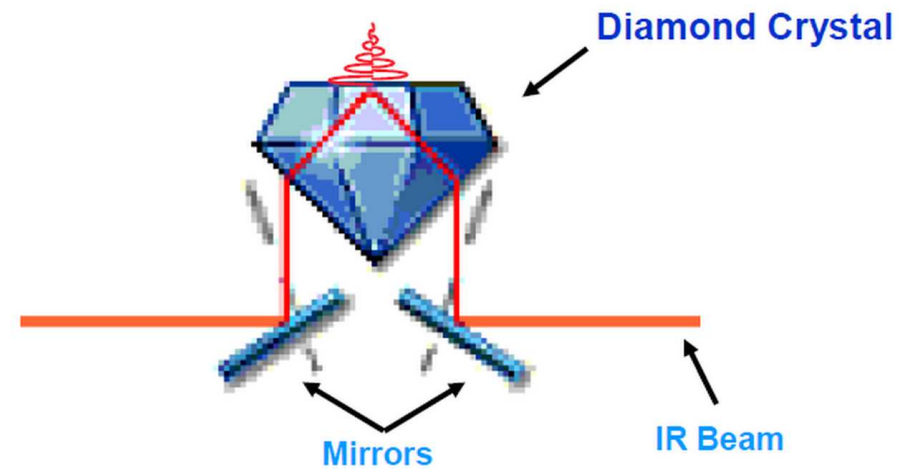
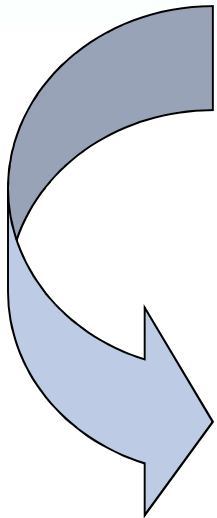
Attenuated Total Reflectance - ATR (tlumená totální reflexe)








Teorie ATR spektroskopie



- ✓ Vznik evanescenční vlny
- ✓ Hloubka pronikání vlny do vzorku
- ✓ Volba krystalu a konstrukce (počet odrazů)
- ✓ Kapaliny versus pevné látky (přítlak)

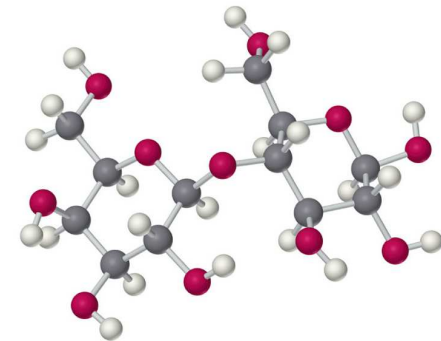


Teorie ATR spektroskopie – volba krystalu

Materiál	Spektrální rozsah (cm ⁻¹)	Úhel lomu	Hloubka pronikání (μm, 1000 cm ⁻¹)	Tvrдость (Knoop)	Použití
Diamant 	25000 – 2500 1900 – 200	2,4	2,01	7000	Tvrđý a chemicky inertní. Cena. Vibrace C-C.
ZnSe 	20000 – 550	2,4	2,01	137	Nejpoužívanější. Měkký, malá pH odolnost.
Germanium 	5500 – 675	4,0	0,66	550	Vhodný zejména pro černé vzorky (pryže atd.).
Křemík 	8900 – 1500 475 - 120	3,4	0,85	1150	Odolný, tvrdý. Vhodný pro měření nad 1500 cm ⁻¹ .
AMTIR  (GeAsSe sklo)	11000 - 725	2,5	1,77	170	Resistentní v kyselých roztocích.

ATR + vláknová optika: hlavní otázky

- **Materiál vláken:** odolnost, přenos signálu, cena.
- **ATR sondy:** různé typy materiálů „těla“ sondy: antikorozivní, antabrazivní, odolné vysokým teplotám, vysokým tlakům i nízkým teplotám.
- **ATR krystal:** výběr materiálu krystalu, konstrukce krystalu (počet odrazů, lepidlo).
- **Příklady využití kombinace ATR-vláknová optika:**
 - On-line monitoring chemických reakcí
 - Krystalizační procesy
 - Výzkum a vývoj ve farmaceutickém průmyslu
 - Analýza kontaminace povrchů
 - Analýza lidské kůže
 - Fermentace



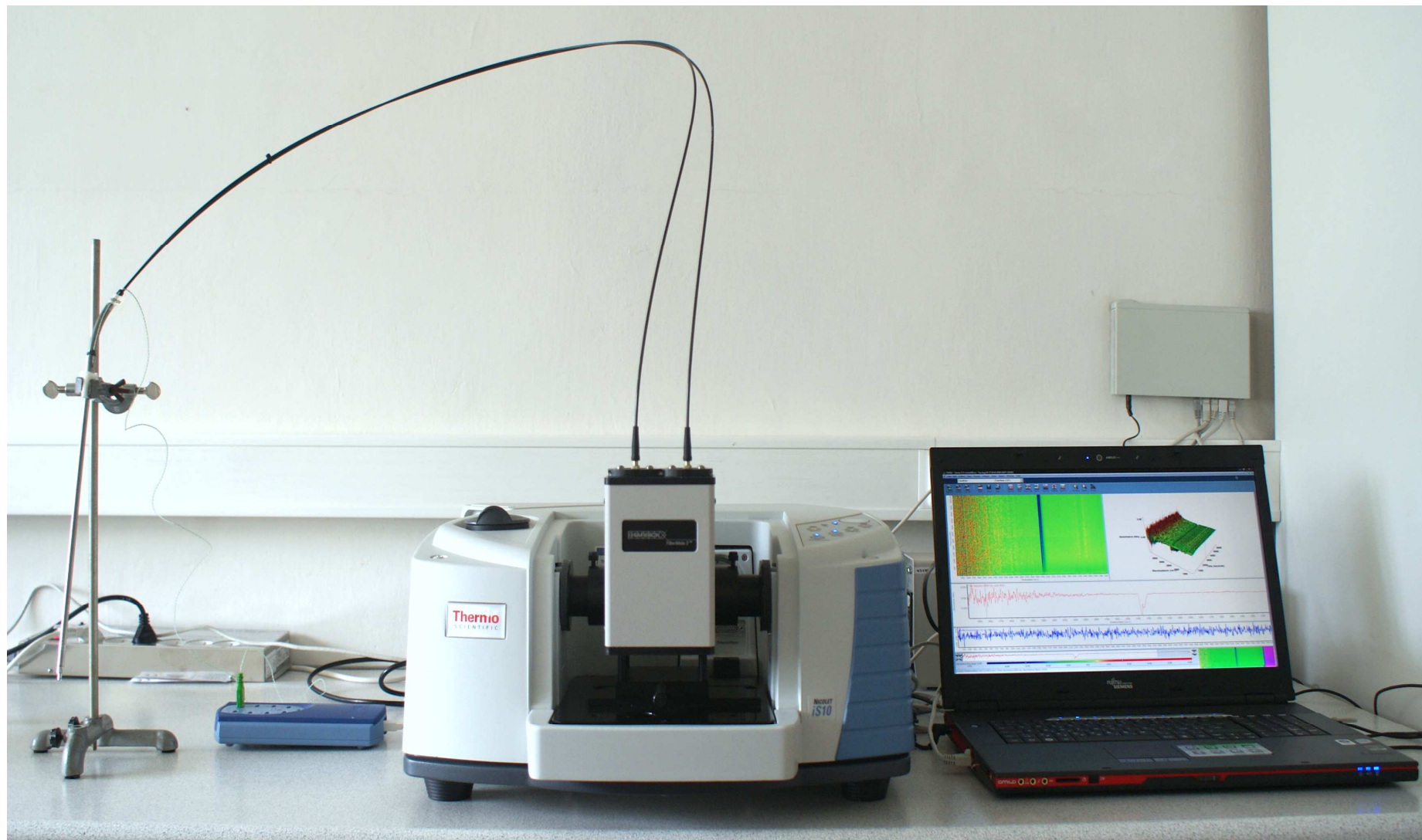
Typy používaných vláken

Vlákna používaná pro IR spektroskopii, seřazeno dle historického vývoje:

Typ vlákna	Podkategorie	Příklady
Skleněná	Fluoridy těžkých kovů (HMFG) Germanate Chalcogenide (CIR)	ZBLAN (ZrF ₄ -BaF ₂ -LaF ₃ -AlF ₃ -NaF) GeO ₂ -PbO As ₂ S ₃ and AsGeTeSe
Krystalická	Polycrystalline – PC Single crystal – SC	AgBrCl (PIR) Sapphire
HWG	Metal/dielectric film Refractive index < 1	Hollow glass waveguide Hollow sapphire at 10.6 mm

HWG vlákna jsou nejnovějším a uživatelsky nejatraktivnějším typem vláknové optiky pro infračervenou spektroskopii. HWG vlákna jsou vyráběna z plastových, kovových, či skleněných tubiček na kterých je jako povlak nanesen speciální vysoce odrazivý materiál. HWG vlákna jsou vysoce odolná poškození při jejich ohybu a ztráta informace je u většiny z nich menší než 0,1 dB/m (pro porovnání – chalcogenická As₂S₃ vlákna mají ztrátu 10 dB/m).

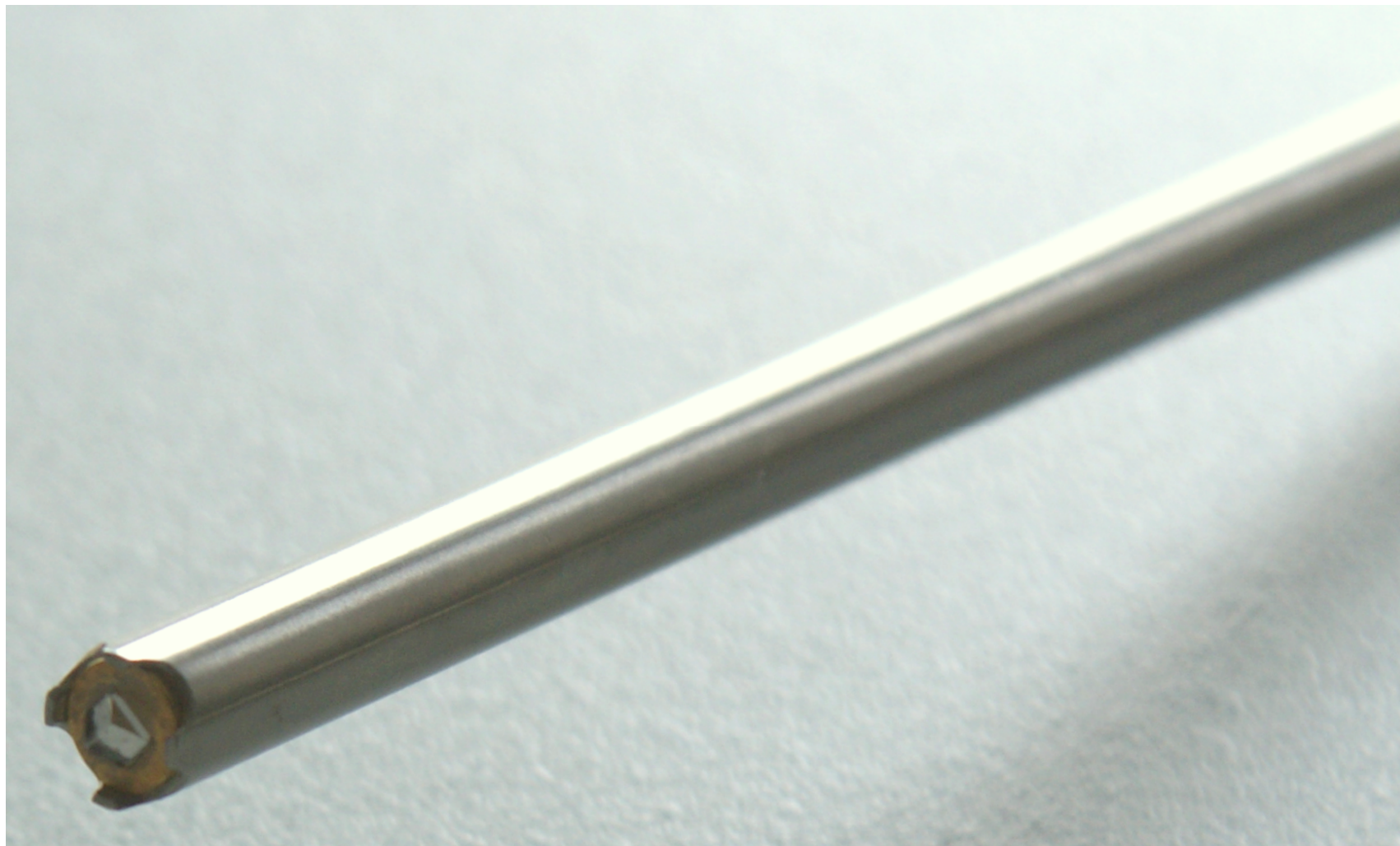
iS10 FT-IR + ATR vláknová optika + Omnic Series



iS10 FT-IR + ATR vláknová optika + Omnic Series



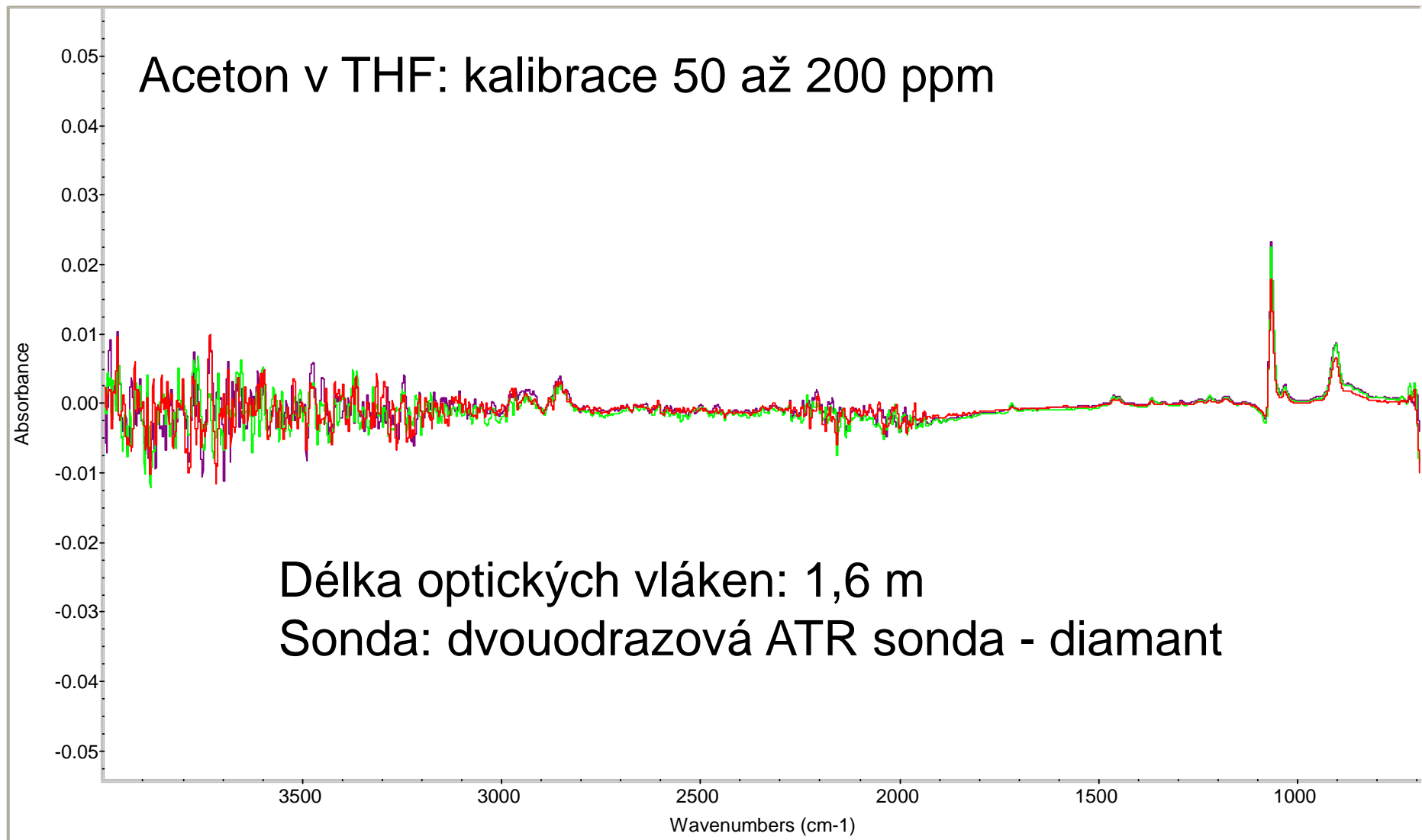
iS10 FT-IR + ATR vláknová optika + Omnic Series



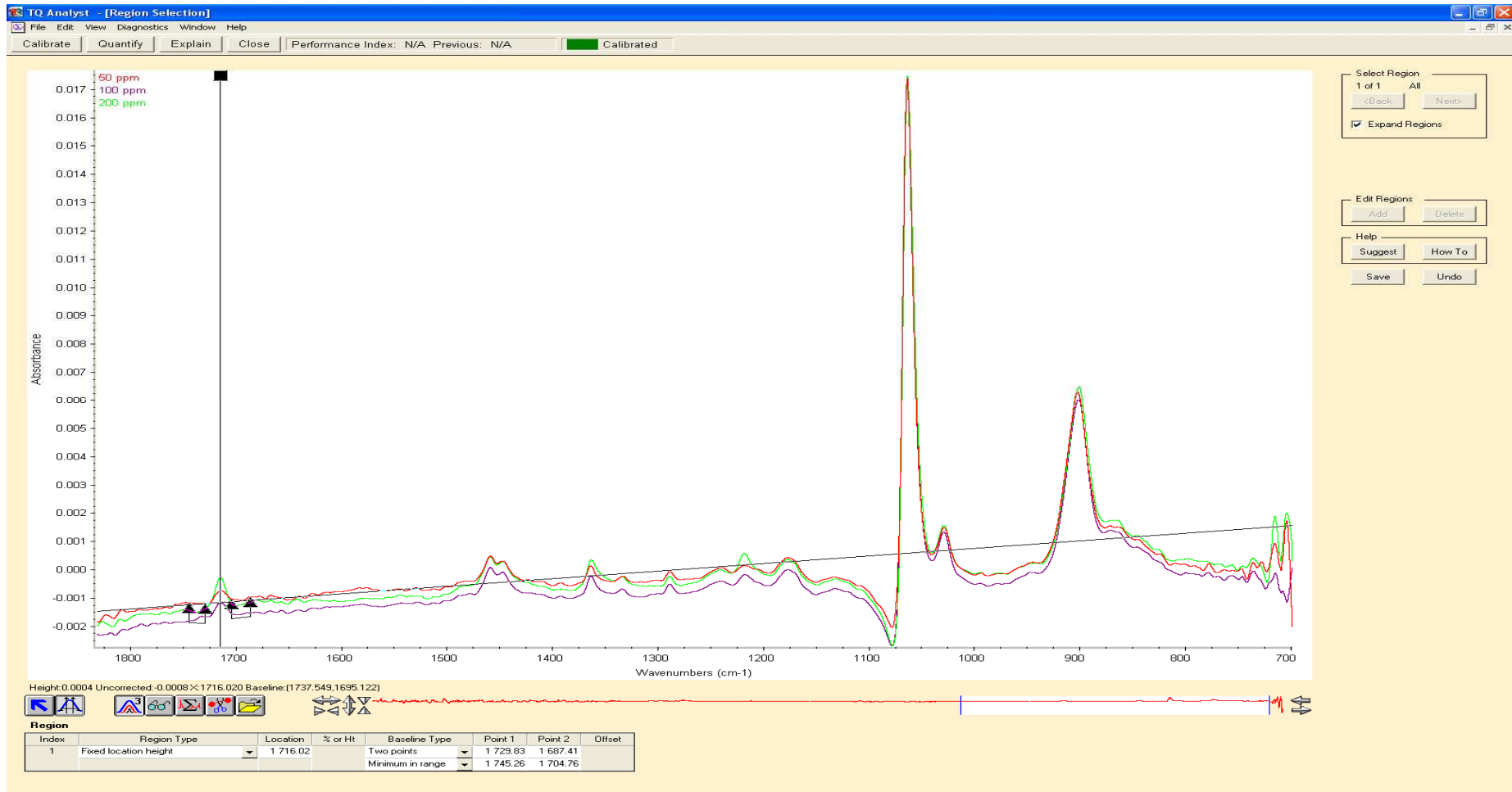
iS10 FT-IR + ATR vláknová optika + Omnic Series

Dvou-odrazová diamantová ATR sonda s vláknovou optikou s SMA konektory	Tělo vlastní sondy materiál = pozlacený Hastelloy, Spektrální rozsah 3300 – 550 cm ⁻¹ Pracovní teplota od -100°C do 170°C, Tlak do 500 bar, včetně integrovaného teplotního senzoru s USB komunikací a řídicím programem
Dvou-odrazová křemíková ATR sonda s vláknovou optikou s SMA konektory	Tělo vlastní sondy = materiál Hastelloy Spektrální rozsah 3300 – 550 cm ⁻¹ Pracovní teplota do 130°C Tlak do 100 bar, včetně integrovaného teplotního senzoru s USB komunikací
Čtyř-odrazová diamantová ATR sonda s vláknovou optikou s SMA konektory	Tělo vlastní sondy materiál = Hastelloy, Spektrální rozsah 3300 – 550 cm ⁻¹ Pracovní teplota do 140°C Tlak do 7 bar, včetně integrovaného teplotního senzoru a řídicího programu

iS10 FT-IR + ATR vláknová optika + Omnic Series



iS10 FT-IR + ATR vláknová optika + Omnic Series



Corr. Coeff.: 0.99647 RMSEC: 5.23

Typy používaných vláken

Vlákna používaná pro IR spektroskopii, seřazeno dle historického vývoje:

Typ vlákna	Podkategorie	Příklady
Skleněná	Fluoridy těžkých kovů (HMFG) Germanate Chalcogenide (CIR)	ZBLAN (ZrF ₄ -BaF ₂ -LaF ₃ -AlF ₃ -NaF) GeO ₂ -PbO As ₂ S ₃ and AsGeTeSe
Krystalická	Polycrystalline – PC Single crystal – SC	AgBrCl (PIR) Sapphire
HWG	Metal/dielectric film Refractive index < 1	Hollow glass waveguide Hollow sapphire at 10.6 mm

HWG vlákna jsou nejnovějším a uživatelsky nejatraktivnějším typem vláknové optiky pro infračervenou spektroskopii. HWG vlákna jsou vyráběna z plastových, kovových, či skleněných tubiček na kterých je jako povlak nanesen speciální vysoce odrazivý materiál. HWG vlákna jsou vysoce odolná poškození při jejich ohybu a ztráta informace je u většiny z nich menší než 0,1 dB/m (pro porovnání – chalcogenická As₂S₃ vlákna mají ztrátu 10 dB/m).

Novinka: Příslušenství FlexIR Hollow Waveguide

Měření FT-IR spekter
ve střední oblasti IČ
spektra pomocí
nejnovějšího typu
optických vláken:
HWG
(*hollow waveguide*)

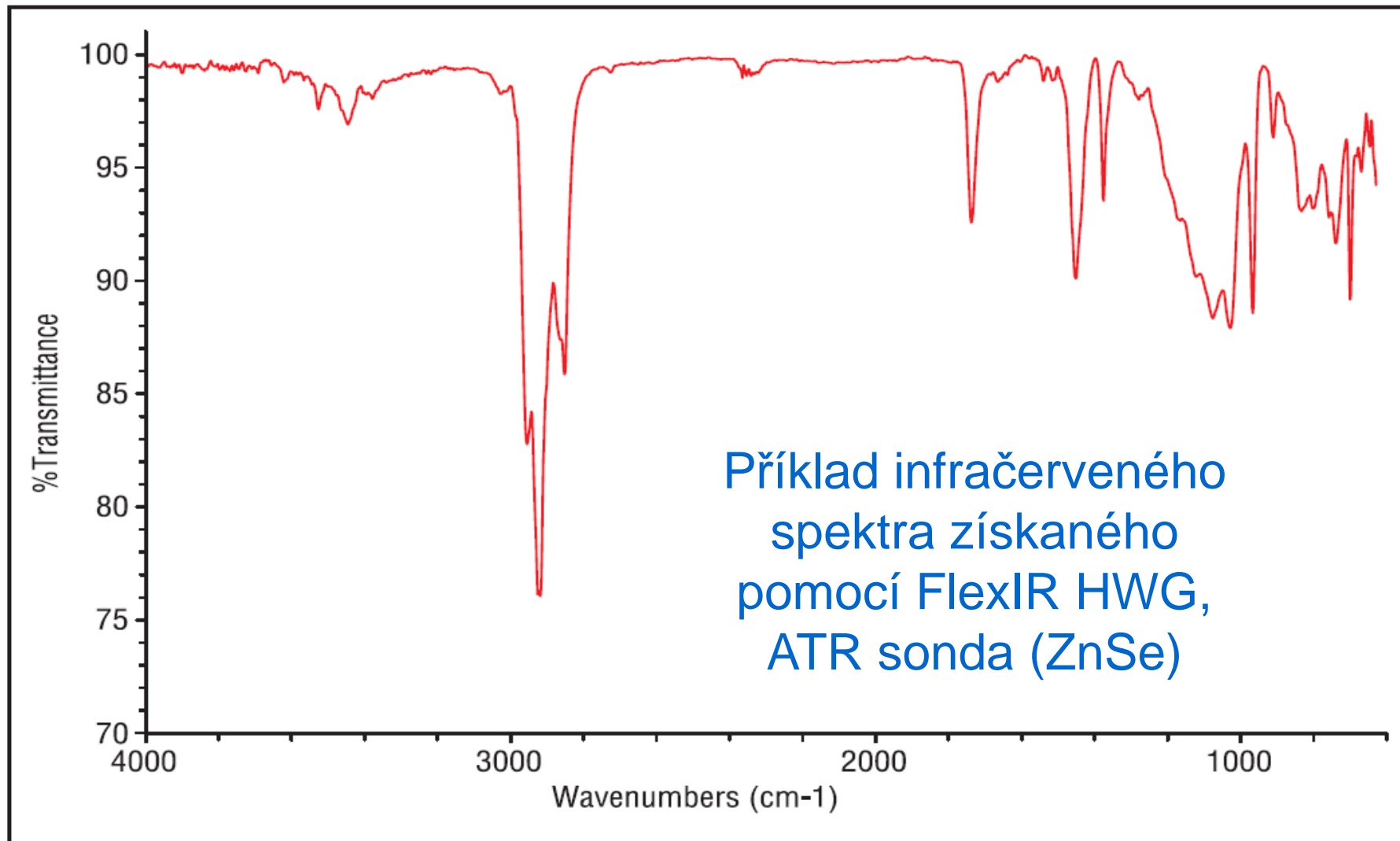
Lze dokoupit jako
příslušenství k již
provozovaným
spektrometrům.



Příslušenství FlexIR Hollow Waveguide

- ✓ Rychlé a jednoduché měření FT-IR spekter kapalin a pevných látek mimo vzorkový prostor spektrometru
- ✓ 1 metr dlouhá, optická vlákna nejnovějšího typu HWG schopná přenosu informace pro celou střední infračervenou oblast
- ✓ **Spektrální rozmezí: 5000 až 700 cm^{-1} (!)**
- ✓ Možnost připojení ATR, spekulární a difúzně reflektanční sondy
- ✓ **Možnost ZnSe a Diamantového ATR krystalu**
- ✓ Měřicí sonda je permanentně najustovaná pro konzistentní výsledky analýzy
- ✓ Součástí sady je vysoce citlivý MCT detektor (včetně elektroniky) chlazený dusíkem

Příslušenství FlexIR Hollow Waveguide



Děkuji za pozornost!!!

