

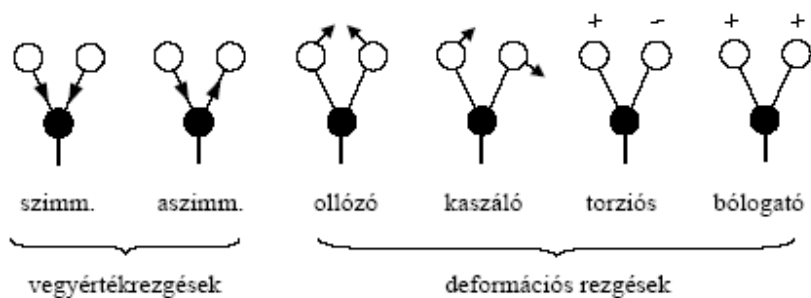
Az infravörös spektroszkópia analitikai alkalmazása

Egy molekula nemcsak haladó mozgást végez, de az atomjai (atomesoportjai) egymáshoz képest is állandó mozgásban vannak. Tétélezzünk fel egy olyan mechanikai modellt, melyben az atomokat a tömegükkel arányos golyók, a közöttük levő kötések pedig rugók (a kötéserősséggel arányosan C=C kötés esetén kétszer erősebb rugó, mint C-C esetén) képviselik! Ez a modell – akárcsak a valódi molekula - sokféle mozgást végezhet: foroghat a kötéstengelyek körül, rezeghet a kötések mentén. A molekulák rezgésének nevezzük azt a belső mozgást, melynek során az atomok az egyensúlyi helyzetüktől különböző irányban eltérnek. Minden mozgásforma sajátos energiát kíván (egyedi frekvenciával rendelkezik), amelyet pl. fényenergia formájában közvetíthetünk a molekulákkal. Az abszorbeált fény hatására az adott mozgást jellemző amplitúdó növekszik; megfelelő nagy energia elnyelése esetén akár a kötés is felszakadhat.

Egy N atomból álló molekulára $3N$ mozgásegyenlet írható fel. Az egyenletrendszer $3N$ megoldása tartalmazza a haladó mozgásra valamint a három független forgástengely mentén végezhető forgómozgásra vonatkozó értékeket is. A 3 haladómozgáshoz, ill. 3 forgómozgáshoz tartozó értékeket $3N$ -ből kivonva megadható a normálrezgések száma ($3N-6$). Lineáris molekulák esetén a rezgések száma $3N-5$. A normálrezgések során a molekula atomjai azonos frekvenciával és többnyire azonos fázisban rezegnek egyensúlyi helyzetük körül. A spektrumokban megfigyelt sávok voltaképpen ezeknek a normálrezgéseknek a gerjesztésére fordított energiát reprezentálják.

A molekulák forgásállapotai és normálrezgései az infravörös tartományba eső elektromágneses sugárzással ($\lambda = 1-25 \mu\text{m}$) gerjeszthetők. A különböző rezgési állapotokban a molekula dipólusmomentuma és/vagy a polarizálhatósága állandóan változik, és ez az állapotváltozás fényelnyeléssel vagy fénykibocsátással jár. Ha a molekula dipólusmomentuma változik, akkor a rezgés infraaktív lesz, azaz a vegyület az IR tartományba eső elektromágneses sugárzással kölcsönhatásba lép.

A normálrezgések között megkülönböztetünk vegyértékrezgéseket, (az atomok a kötésirányban mozdulnak el periodikusan) ill. deformációs rezgéseket (ennek során a kötési szögek periodikus változásáról van szó.) Mindkét típusú rezgés lehet szimmetrikus, ill. aszimmetrikus (1. ábra).



1. ábra. A metilén (=CH₂) csoport vegyérték- és deformációs rezgései

Nagyszámú vegyület színképének vizsgálata azt mutatta, hogy bizonyos atomcsoportokhoz és kötésmódhoz jellemző csoport-és kötésfrekvenciák tartoznak, melyeket karakterisztikus frekvenciáknak, sávoknak nevezzük. A karakterisztikus frekvenciák elsősorban a kötésmódtól függenek, és közelítőleg, de nem teljesen függetlenek a molekula többi részétől.

A kötési, ill. csoportfrekvenciák tulajdonságait ugyanis a kémiai szerkezet, ill. a vizsgálati körülmények jellegzetesen befolyásolják.

A molekula szerkezetéből adódó legfontosabb effektusok:

- szubsztituensek elektronnaffinitása (induktív mezomer effektusok, hiperkonjugáció)
- tömeg effektus (izotópcseré stb.)
- sztérikus tényezők (diasztereoméria és rotációs izoméria, vegyértékszögtorzulás, térkitöltés és gátlás)
- tautoméria.

A külső körülmények közül pedig elsősorban a halmazállapotot, hőmérsékletet, az oldószerhatást, ill. a kristályszerkezetet kell megemlíteni.

A vegyület színképében megjelenő frekvenciákhoz a szerkezeti egység hozzárendelése gyakran tapasztalati összehasonlításon és elméletileg értelmezhető egyszerűbb molekulák színképeivel való összevetés segítségével történik. A színképekben leggyakrabban előforduló kötési és csoportfrekvenciákat az 1. táblázatban foglaltuk össze.

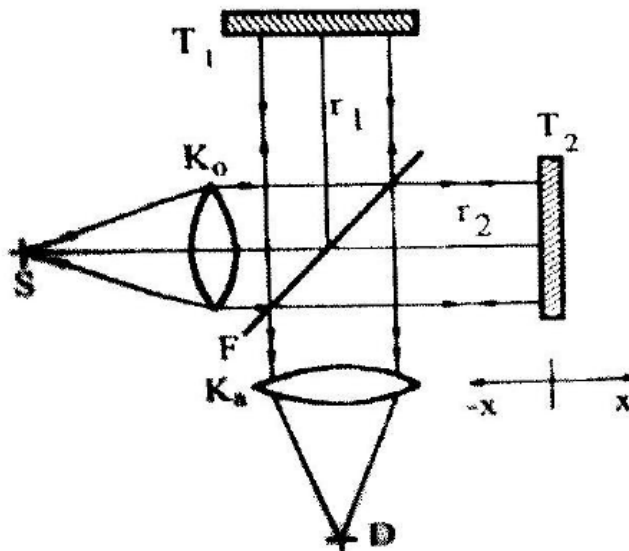
1. táblázat Néhány atomcsoport karakterisztikus hullámszáma

Kötéstípus	Hullámszám (cm ⁻¹)	Megjegyzés
O-H	3700-2500	ollózó-, torziós rezgés
N-H, H-N-H	3500-3200	ollózó-, torziós rezgés
C-H	3300	(acetilének) ollózó-, torziós rezgés
C-H	3030	(aromások) ollózó-, torziós rezgés
C-H	3100-3010	(olefinek) ollózó-, torziós rezgés
C-H	2970-2840	(alifások) ollózó-, torziós rezgés
S-H	2600-2550	ollózó-, torziós rezgés
Si-H	2300-2100	ollózó-, torziós rezgés
N=C=O	2270	ollózó-, torziós rezgés
C=N	2270-2240	ollózó-, torziós rezgés
C=C	2270-2100	ollózó-, torziós rezgés
N=N=N	2170-2130	aszimmetrikus vegyértékrezgés
C=C=C	1960	aszimmetrikus vegyértékrezgés
C=O	1870-1540	ollózó-, torziós rezgés
C=C	1690-1590	(olefinek) ollózó-, torziós rezgés
C=C	1610-1500	(aromások) ollózó-, torziós rezgés
N=N	1640-1570	ollózó-, torziós rezgés
C=N	1690-1470	ollózó-, torziós rezgés
N-H	1640-1510	deformációs rezgés
O=C-O	1620-1540	aszimmetrikus vegyértékrezgés
O-N=O	1670-1610	ollózó-, torziós rezgés
O=N-O	1650-1500	aszimmetrikus vegyértékrezgés
C-H	1490-1340	deformációs rezgés
CH ₂	1430-1280	(olefinek) kaszálo rezgés
CH ₃	1390-1360	deformációs rezgés
O-H	1450-1210	deformációs rezgés
O=C-O	1420-1300	szimmetrikus vegyértékrezgés
C-N	1420-1020	ollózó-, torziós rezgés
C-O	1430-1050	ollózó-, torziós rezgés
C-N=O	1410-1310	ollózó-, torziós rezgés
N-N=O	1410-1310	ollózó-, torziós rezgés
C-F	1410-1000	ollózó-, torziós rezgés
O=S=O	1350-1300	aszimmetrikus vegyértékrezgés
N=N=N	1340-1180	szimmetrikus vegyértékrezgés
P=O	1300-1200	ollózó-, torziós rezgés
C-O-C	1270-1230	ollózó-, torziós rezgés
C-O-C	1200-1050	ollózó-, torziós rezgés
C=C=C	1060	szimmetrikus vegyértékrezgés
C-O-C	1150-1050	(ciklikus) ollózó-, torziós rezgés
P-O-C	1230-1000	ollózó-, torziós rezgés
Si-O	1100-1000	ollózó-, torziós rezgés
O=S=O	1160-1140	szimmetrikus vegyértékrezgés
C-O-O-C	890-820	ollózó-, torziós rezgés
O-H	900-850	bólogatórezgés
C-H	900-690	bólogatórezgés
C-H	1000-690	bólogatórezgés
P-F	900-800	bólogatórezgés
P-O-P	970-930	bólogatórezgés

Infravörös spektrofotométerek felépítése

Az infravörös spektrométereknek két típusa különböztethető meg: a diszperziós és a nem diszperziós műszerek. Az előbbieket működési elve alapvetően megegyezik az ultraibolya és látható tartományban működő spektrométerekével. Általában prizmat vagy optikai rácsot használnak monokromátorként.

A nem diszperzív műszerek pl. interferenciaszűrőket, hangolható lézereket tartalmazhatnak, de a legelterjedtebb és legkorszerűbb Fourier transzformációs készülékek interferométert alkalmaznak. Az FT-spektrofotométerek központi egysége egy Michelson-féle interferométer.



2. ábra: A Michelson-féle interferométer működési elve

Monokromatikus sugárzás esetén a fényforrásból (S) kiinduló λ_0 hullámhosszúságú sugarakat egy kollimátorlencsén (K_0) párhuzamossá tesszük, majd 45° -os beesési szöggel az úgynevezett fényosztóra (F) vetítjük. A fényosztó egy féligáteresztő tükör, amely — ideális esetben — a ráeső sugárzás 50%-át átengedi a mozgó tükör (T_2) felé, másik 50%-át visszaveri az álló tükör (T_1) felé. A két tükörről visszaverődő sugarak a fényosztón találkoznak újra, és ott megint (50%—50%) megoszlanak és az azonos irányban haladó nyalábok a két fényút ($x(t)=r_1-r_2$) különbségének megfelelően interferálnak.

Így tehát a fényforrásból kiinduló sugárzás fele újra visszajut a fényforrásba, míg a másik fele egy gyűjtőlencsén (K_a) áthaladva a detektorba (D) jut. A detektort érő sugárzás tehát a két tükörről visszaverődő és a fényosztón interferáló nyalábok eredője. Mivel az egyik tükör állandó

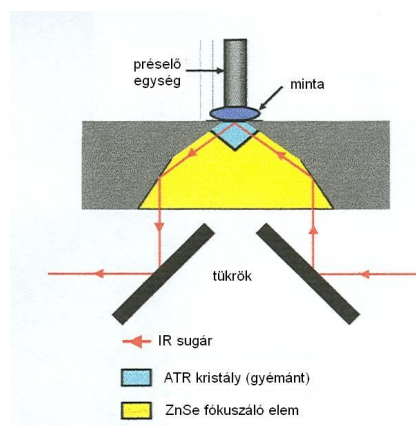
sebességgel mozog, a két fényút különbsége is folyamatosan változik az idő függvényében, és ez által folyamatosan változik a detektort érő sugárzás intenzitása is.

A Fourier-transzformációs készülékek általában egysugaras felépítésűek, így a háttér és a minta spektrumát időben egymás után kell felvenni. A háttér spektruma a fényforrás hullámhossz (hullámszám) szerinti intenzitás-eloszlását adja, a megfelelő helyeken csökkentve a levegő H₂O és CO₂ tartalmának, az oldószernek és a kuvetta anyagának elnyelésével. A minta spektrumában a háttér felsorolt elnyelési sávjai mellett megjelennek a mintát alkotó komponensek elnyelési sávjai is.

Az FT spektrométer főbb előnyei:

- 1./ A felépítése jóval egyszerűbb, csak egy mozgó része van.
- 2./ Nincs szükség szűk résekre, sokkal nagyobb a fényerő még úgy is, hogy a sugárzás fele elvész a fényosztón.
- 3./ Az összes frekvenciát egyszerre detektálja. Ugyanolyan jel-zaj arány mellett sokkal rövidebb a mérési idő.
- 4./ A hullámszám-skála pontossága 0,01 cm⁻¹-nél is jobb. Az interferométer ugyanis egy He-Ne lézer jelét is modulálja. A kapott, igen pontosan szinuszos jel segítségével vezérlik a tükör mozgását és az infravörös jelből való mintavételt.

A transzmissziós mérés technikák mellett gyakran alkalmazzák az ATR (gyengített/csillapított teljes reflexió) módszert. Ez a feltét belső reflexiót valósít meg. A mintát egy hosszúkás Ge vagy ZnSe kristály felületére helyezük, amelyet gyémántcellával kombinálunk. Az IR fény a keskeny oldalon lép be a kristályba és sokszori belső visszaverődéssel jut át rajta. A többszörös teljes belső reflexió megsokszorozza az abszorpció mértékét, mert az IR fény minden visszaverődéskor néhány mikrométer mélységig behatol a mintába, mely elnyeli a rá jellemző frekvenciájú komponenseket.



3. ábra: Az ATR kristály és mérőrendszer felépítése

Az ATR mérés előnyei:

- nincs szükség mintaelőkészítésre
- visszanyerhető a minta
- roncsolásmentes módszer
- kevés minta elegendő
- gyémánt ATR mechanikailag és kémiaailag ellenálló
- por, film, folyadék vizsgálható
- kis optikai úthossz, az oldószersávok nem zavarhatnak
- vizes oldatok vizsgálhatók (hagyományos folyadékküvetákban nem, mert az optikai úthosszuk túl nagy, a víz abszorbeálja szinte a teljes IR sugárzást)

Az ATR mérés hátrányai:

- gyengébb spektrumok, mint a transzmissziós méréseknél kapott spektrumok
- figyelni kell arra, hogy a minta és az ATR lap szoros illeszkedése megvalósuljon
- a gyémánt 2200 cm^{-1} és 1900 cm^{-1} között elnyel
- a ZnSe (és ZnSe/gyémánt) 550 cm^{-1} to 50 cm^{-1} között elnyel

Az ATR technika alkalmazása

- emulziók
- vizes oldatok
- porok
- polikristályos rendszerek
- paszták
- gélek

Az ATR és a transzmissziós technika mellett a harmadik gyakran alkalmazott módszer a DRIFT (szórt visszaverődés) módszer.

A DRIFT technika alkalmazása:

- szilárd diszperz rendszerek
- szemcsés anyagok
- finom eloszlású porok
- őrléssel vagy csiszolással kialakított porszerű vizsgálati minta

Az IR spektroszkópia alkalmazása

Az IR spektroszkópia nemcsak a kémiai kutatásokat segítő módszer, de az ipar, a gyógyászat, régészet, űrhajózás és még számos területen alkalmazott eszköz. A kémia tudományán belül számos nem analitikai alkalmazása is van. Ilyen pl. a fizikai kémiában a molekulák jellemző állandóinak (tehetetlenségi nyomatékok, atomtávolságok, kötések erőállandói, vegyértékszögek stb.), az izotóparányoknak a meghatározása, tautoméria, konformációs és egyéb egyensúlyok tanulmányozása, a reakciók kinetikai vizsgálata.

A preparatív szerves kémiában főként a szerkezet-felderítésben, valamint a részfolyamatok nyomon követésében, a közbenső termékek azonosításában, valamint a végtermék tisztaságának ellenőrzésében használják.

Az analitikában mind kvalitatív mind kvantitatív meghatározást is végeznek IR spektroszkópia segítségével.

Az első terület leggyakrabban a vegyületek azonosítását jelenti. Legegyszerűbb esetét ennek az képezi, amikor a mintánkat a rendelkezésre álló tiszta standard anyag azonos körülmények között felvett spektrumával hasonlítjuk össze. Az azonosítás során a teljes spektrumot, és nemcsak egy kiragadott sávot (ez ui. szennyeződéstől is eredhet) kell összehasonlítani. Ha a standard spektruma a mintánknál több sávot tartalmaz, akkor bizonyos, hogy a két vegyület nem azonos. Fordított esetben az azonosság még fennállhat, és a sávok számának növekedése szennyeződéssel magyarázható. Teljes bizonyossággal úgy győződhetünk meg az azonosságról, hogy ún. különbségspektrumot készítünk. Ekkor referenciaként a standard anyagot használjuk, és annak spektrumát vonjuk ki a mintáéból. Ha az azonosság a koncentrációra is vonatkozik, akkor új sávok megjelenése nélkül eltűnnek a sávok. Ha a minta megegyezik a referenciával, de koncentrációik eltérnek, akkor a különbségspektrum megegyezik a minta spektrumával, de a sávok intenzitása eltér.

Ha nem áll rendelkezésre a feltételezett termék spektruma, de sejtjük annak összetételét akkor hasonló csoportokat tartalmazó vegyületek spektrumát használjuk fel összehasonlításra, ui. az egyes atomcsoportokhoz tartozó frekvenciák különböző vegyületek esetén is közel azonos helyen jelentkeznek az IR spektrumban.

Ha semmit nem tudunk a feltételezett molekuláról, akkor a spektrumban észlelt sávokról megállapítjuk, hogy mely csoportok karakterisztikus kötési, ill. csoportfrekvenciáinak felelnek meg. A feltételezett csoportokból más vizsgálatokkal kiszűrjük a legvalószínűbbeket, majd ilyen csoportokat tartalmazó anyagok spektrumait hasonlítjuk össze a mintánkéval, míg azt legjobban meg tudjuk közelíteni.

Az azonosítás elve, munkamenete többkomponensű anyagok esetére is érvényes. Tekintve, hogy ideális esetben ezen rendszerek spektruma az alkotóelemek spektrumainak additivitásából ered, meg kell találnunk az alkotóelemek minden egyes sávját. Ehhez az összehasonlító spektrumokat standard tiszta minták vagy ismert összetételű keverékek IR spektrumainak felvétele által esetleg katalógusból, irodalomból nyerhetjük. Az azonosítást gyakran megnehezíti azonban, hogy az egyes komponensek közötti kölcsönhatás sáveltolódást okoz, és így az additivitás nem érvényesül.

Keverékek vizsgálatánál különösen javasolt a differenciálspektrumok felvétele. Négy komponensnél többet tartalmazó rendszereket célszerű megfelelő módszerekkel frakciókra bontani, s az így nyert kisebb komponensszámú egységeket analizálni.

Az IR spektroszkópia kvalitatív analitikai alkalmazásának speciális területe a tisztaságvizsgálat, melynek feladata a szennyező komponens(ek) meghatározása, azonosítása. Legegyszerűbb eset az, amikor mind a tiszta anyag, mind a szennyező(k) ismert és rendelkezésre áll. Ilyenkor a mintánk spektrumához hasonlítjuk ezeket, és azonosítjuk a szennyeződésből eredő sávokat.

Ha a szennyeződés nem ismert, akkor a mintánk spektrumát hasonlítjuk össze a tiszta anyag spektrumával, és megállapítjuk a szennyeződésből eredő sávokat, s azokat az ismeretlen minta elemzésénél írt módon azonosítjuk.

A tisztaságvizsgálatnál is igen hasznos a különbségpektrum felvétele. Referenciaként nemcsak a tiszta anyagot használhatjuk, hanem olyan előzetesen elkészített elegyet is, melyben az ismert vagy feltételezett szennyeződést ismert koncentrációban mérjük be. Ez esetben a differenciálspektrum a szennyeződés mértékére is utal, ui., ha a mintánk kevésbé szennyezett, mint az elkészített rendszer, akkor a szennyeződés elnyelési sávjainál túlkompensáció jön létre.

A kvantitatív kémiai alkalmazás azon alapszik, hogy még az igen hasonló szerkezetű vegyületek IR spektruma is különböző lehet, és az elegyek spektruma a komponensek spektrumainak összegzéséből adódik (az additivástól való eltérést ld. előzőekben). Korlátként kell megemlíteni, hogy a spektrumok általában sávdúsak, így egymás mellett max. 3-4 komponens határozható meg. Hátrány még az abszorpciós sávok nagyságrendekkel különböző intenzitása, ami miatt nem lehet általánosan megadni az IR spektrometriai analízisek érzékenységét.

Az IR sugárzás abszorpciójára is érvényesek Lambert és Beer törvényei, melyek összevont alakja:

$$E = \lg(I_0/I) = \varepsilon \times c \times l$$

ahol I_0 a beeső, I az l vastagságú rétegen áthaladó sugár intenzitása, E az abszorbanca, ε pedig a moláris abszorpciós koefficiens.

Többkomponensű rendszer egyes komponensei különböző mértékben abszorbeálnak az átmenő monokromatikus sugárból. A mért abszorbanca az egyes komponenseknek megfelelő értékekből adódnak össze:

$$E = \sum_{i=1}^n \varepsilon_i \times c_i \times l$$

ahol n a komponensek száma ε_i az egyes komponensek abszorpciós koefficiense, c_i az egyes komponensek koncentrációja, l a rétegvastagság.

Az abszorpciós sávok nagyságát az integrálabzorpcióval (területabszorpcióval) vagy az abszorpciós maximum helyénél mért abszorbanca értékkel jellemezhetjük. Bár a sávkiszélesedések miatt az integrálabzorpció a jellemzőbb, mégis ezt használják ritkábban. A maximális elnyelésnél mért abszorbanciát vagy úgy határozzuk meg, hogy a készüléket erre az ismert hullámhosszra állítjuk be, vagy felvesszük a maximum környékén a spektrumot, és a legintenzívebb elnyelést a spektrumból kiolvassuk.

Spektrumértékelés

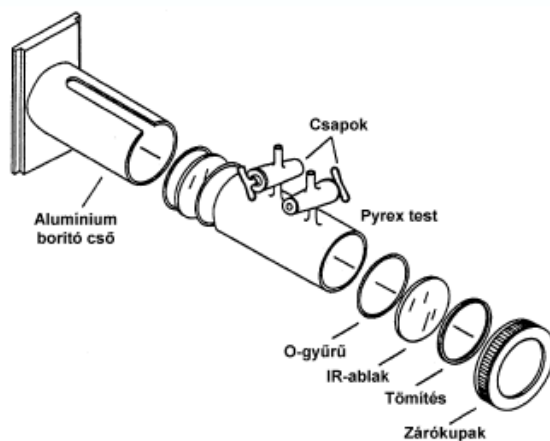
A spektrum értékelését célszerű a legnagyobb hullámszámú tartomány felől elkezdni. Ahogyan azt az 1. táblázat mutatja: 3700-2600 cm^{-1} között található az X-H vegyértékrezgések. Közülük 3700-3100 cm^{-1} között abszorbeálnak a ν_{OH} , ν_{NH_2} , ν_{NH} rezgések, 3300 cm^{-1} körül a $\nu(\equiv\text{CH})$ rezgések, 3150-3000 cm^{-1} között a $=\text{C-H}$ és Ar-H vegyértékrezgések. 3000-2750 cm^{-1} között található a metil-, metilén- és metincsoportok abszorpciója. A 2250-2000 cm^{-1} -es tartományba esnek a hármas kovalens kötések és a kumulált kettős kötések vegyértékrezgéseinek a jelei, amelyek igen jól felhasználhatók e csoportok azonosítására. 1800-1600 cm^{-1} között található az igen fontos $\nu_{\text{C=O}}$, $\nu_{\text{C=N}}$, $\nu_{\text{C=C}}$ vegyértékrezgések sávjai. A karbonilsávok gyakran a spektrum legerősebb sávjai. Az 1650-1450 cm^{-1} -es tartományban foglalnak helyet az aromás $\nu_{\text{C-C}}$, a ν_{NO} , a ν_{asNO_2} rezgések sávjai. Az 1500 cm^{-1} alatti tartományt gyakran hívják a molekula ujjlenyomatának is, mivel a sokféle deformációs rezgés, a $\nu_{\text{C-C}}$ vegyértékrezgés és más rezgések egymással csatolódnak és változatos szinképet hoznak létre, ami csak arra a vegyületre jellemző. Éppen ezért nem kell minden sávot besorolni, mivel egyik karakterisztikus frekvenciához sem rendelhetők hozzá. Ugyanakkor itt is előfordulnak viszonylag intenzív abszorpciók, amelyek

eredete nem kétséges s ezeket szintén figyelembe kell venni a spektrum értékelésekor, hiszen karakterisztikus sávok.

Minta előkészítése

Az IR spektroszkópia segítségével az anyagok mindhárom halmazállapotban vizsgálhatók.

Az önálló alakkal nem bíró, gáz-ill. folyadék halmazállapotú mintákat infrasugarat áteresztő (pl. alkálihalogenid) ablakkal lezárt küvetében mérjük:



4. ábra Infravörös gázcella

A folyadékok és oldatok felvételi technikája bonyolultabb, mint a gázoké. Fontos szempont, hogy mind a küvettaablakok, mind pedig az alkalmazott oldószerek a választott mérési tartományban infravörös áteresztők legyenek. A folyadékok IR-spektrumát vagy folyadékfilm, vagy pedig oldat formában folyadékküvettaiba töltve vehetjük fel.

Szilárd anyagokról infravörös spektrumot vagy oldott állapotban tudunk felvenni, vagy pedig különböző preparálási módszereket alkalmazunk. Szilárd film készíthető pl. oly módon, hogy az anyagból készült oldatot valamilyen felületre felvisszük, majd az oldószer elpárologtatása után képződött filmet vizsgáljuk.

Szuszpenziót is készíthetünk (Mull-technika): leggyakrabban paraffinolajat (Nujol) használunk folyadék fázisként, mely saját elnyeléssel rendelkező, hosszúláncú szénhidrogének elegye. A szilárd mintát achát mozsárban kevés szuszpendálószerrel összedörzsöljük, a kapott pasztaszerű anyagot felvisszük akár egy KBr pasztillára, akár egy küvettaablakra, a másikkal pedig befedjük. Hordozóként alkalmas lehet a köznyelvi által nyolonnak hívott fólia kis darabja is. Referenciaként hasonló rétegvastagságban önmagát a szuszpendálásra használt folyadékot kell

használni. A szuszpenziók kvalitatív célokra megfelelőek, de mennyiségi mérésekhez belső standardokat kell alkalmazni.

Használhatjuk a pasztillasajtótechnikát is. A mintát KBr pasztillázó anyaggal achát mozsárban vagy golyós malomban finoman elporítjuk, majd sajtolóformában présgépen vákuum alkalmazásával pasztillává sajtoljuk. A nagy nyomás hatására a pasztillázó anyag hidegen folyós, plasztikus állapotba kerül, beágyazza a vizsgálandó anyagot, a sajtolás végeztével áttetsző, infraáteresztő pasztillává válik. A pasztillázó anyag általában spektráltiszta, jó minőségű (pl. Merck, IR), száraz KBr. A régebbi KBr –t 110-140°C hőmérsékleten szárítószekrényben kell szárítani, és exsikkátorban tárolni. Háttérmérésekhez mindig az aznap használt KBr-ból készítsünk összehasonlító pasztillát.

A mérőkészülék üzembe helyezése

Az infravörös fotométer folyamatos üzemű készülék, ezért külön ki- és bekapcsolást nem igényel. Ennek oka, hogy a fényút illetve az alkatrészek megfelelő állapotban tartása, folyamatos páramentesítése érdekében állandó üzemi hőmérsékleten kell tartani a berendezést. Kikapcsolni csak különleges esetben, illetve szervizelés esetére szabad.

Kapcsolják be a készülékhez csatlakoztatott számítógépet és hívják be a Windows programot, a megszokott módon a WIN utasítás begépelésével. A megjelenő képernyőn keressék meg a PE Applications csoportot, azon belül kattintsanak a Spectrum for Windows ikonra. Ennek hatására megjelenik a fotométer üzemeltetéséhez szükséges szoftver főmenüje, illetve munkafelülete. Készítsenek egy KBr pasztillát a kézipréssel úgy, hogy a vastagsága kb. 0,5 mm legyen. Az Instrument legördülő menü alatt válasszák ki a Scan background menüpontot, állítsák be a felbontást és a felvételek ismétlési számát a gyakorlatvezető utasítása szerint. Ezzel az eljárással felveszik a KBr pasztilla és a mintatartó térben található levegő spektrumát háttérként.

Gyakorlatok

Egyéni feladatok:

IR-01: Választott vegyület vizsgálata KBr pasztillában

Készítsenek egy, az adott vegyületet tartalmazó KBr pasztillát! Válasszák ki az Instrument legördülő menü alatt a Scan sample menüpontot! Állítsák be a felbontást és a felvételek ismétlési számát úgy, ahogyan azt a háttér felvétele során tették, és vegyék fel a spektrumot! A File menüpont alatt a Save as menüpont kiválasztásával mentsek el a spektrumot egy jól azonosítható néven (mely hossza nem haladhatja meg a 8 karaktert).

Készítsenek a vegyület adataiból egy táblázatot. Az első oszlopban tüntessék fel az elnyelési sávok hullámszámát, a következőben azt, hogy milyen csoportrezgésekhez tartoznak ezek az elnyelési sávok, a csoportrezgéshez tartozó hullámszám-tartományt, és a rezgéstípust!

IR-02: Választott vegyület vizsgálata ATR-feltétet használva

Vegyék fel a választott szilárd anyag spektrumát ATR-feltétet használva.

Rajzolják fel a vegyület szerkezeti képletét. Készítsenek a vegyület adataiból egy táblázatot. Az első oszlopban tüntessék fel az elnyelési sávok hullámszámát, a következőben azt, hogy milyen csoportrezgésekhez tartoznak ezek az elnyelési sávok, a csoportrezgéshez tartozó hullámszám-tartományt, és a rezgéstípust!

IR-03: Választott vegyület vizsgálata DRIFT-feltétet használva

Vegyék fel a választott szilárd anyag spektrumát KBr-dal hígítva, DRIFT-feltétet használva.

Rajzolják fel a vegyület szerkezeti képleteit. Készítsenek a vegyület adataiból egy táblázatot. Az első oszlopban tüntessék fel az elnyelési sávok hullámszámát, a következőben azt, hogy milyen csoportrezgésekhez tartoznak ezek az elnyelési sávok, a csoportrezgéshez tartozó hullámszám-tartományt, és a rezgéstípust!

Csoportos feladat:

IR-04: Ismeretlen vegyület spektrumának felvétele KBr pasztillában, ATR-feltétet vagy DRIFT-feltétet használva

Vegyék fel az ismeretlen vegyület spektrumát a kiválasztott módszerrel.

Azonosítsák a vegyületet az elnyelési sávok hullámszám értékei alapján! Azonosítsák a vegyületet a spektrum könyvtár alapján!