

OSNOVE IR SPEKTROSKOPIJE I UPUTE ZA KORIŠTENJE IRSpirit instrumenta

Zagreb, travanj 2024.

Gordana Majstorović, dipl.ing.

Nina Mihoci, prof

Infracrvena spektroskopija (IR spektroskopija) je analitička tehnika koja se koristi za proučavanje i identifikaciju kemijskih spojeva pomoću infracrvenog svjetla. Temelji se na apsorpciji infracrvenog zračenja od strane molekula, što uzrokuje prijelaze u vibracijskim stanjima molekula.

Osnovni principi IR spektroskopije

1. Vibracije molekula:

- Molekule mogu vibrirati na različite načine, uključujući istežanje i savijanje veza.
- Svaka vrsta vibracije ima karakterističnu frekvenciju koja ovisi o masi atoma i jačini kemijskih veza između njih.

2. Apsorpcija infracrvenog zračenja:

- Kada molekula apsorbira infracrveno svjetlo, prelazi u više energetske vibracijske stanje.
- Apsorpcija se događa pri određenim valnim brojevima (recipročna vrijednost valne duljine) koji odgovaraju vibracijskim frekvencijama molekula.

3. IR spektar:

- IR spektar pokazuje pri kojim valnim brojevima dolazi do apsorpcije svjetlosti.

- Na vodoravnoj osi spektra su valni brojevi (izraženi u cm^{-1}), a na okomitoj osi je stupanj apsorpcije (transmisija ili apsorpcija svjetlosti).

4. Identifikacija spojeva:

- Svaki kemijski spoj ima jedinstveni IR spektar koji djeluje kao "otisak prsta".
- Analiza spektra omogućuje identifikaciju prisutnih funkcionalnih skupina, a time i identifikaciju spojeva.

Tehnike IR spektroskopije

- **FTIR (Fourierova transformacija infracrvene spektroskopije):**
 - Najčešća tehnika IR spektroskopije koja koristi Fourierovu transformaciju za pretvaranje podataka interferograma u spektar.
 - Nudi visoku razlučivost i osjetljivost te brzo prikupljanje podataka.
- **ATR (prigušena potpuna refleksija):**
 - Koristi se za mjerenje IR spektra krutih, tekućih i plinovitih uzoraka bez opsežne pripreme uzorka.
 - Radi na principu unutrašnje reflektirane svjetlosti i omogućuje analizu površinskih slojeva uzoraka.

Primjena IR spektroskopije

1. Kemijska analiza:

- Određivanje strukture i identifikacija organskih i anorganskih spojeva.
- Proučavanje kemijskih reakcija i reakcijske kinetike.

2. Farmacija:

- Kvalitativna i kvantitativna analiza djelatnih tvari.
- Identifikacija nečistoća i kontrola kvalitete farmaceutskih proizvoda.

3. Znanosti o okolišu:

- Analiza onečišćujućih tvari u zraku, vodi i tlu.
- Praćenje stanja okoliša i utvrđivanje izvora onečišćenja.

4. Znanosti o materijalima:

- Proučavanje polimera, kompozita i drugih materijala.
- Identifikacija i karakterizacija materijala u industriji.

Prednosti i ograničenja

Prednosti:

- Brzina i jednostavnost analize.
- Neinvazivnost i minimalna priprema uzorka.
- Širok spektar primjenjivosti u različitim znanstvenim područjima.

Ograničenja:

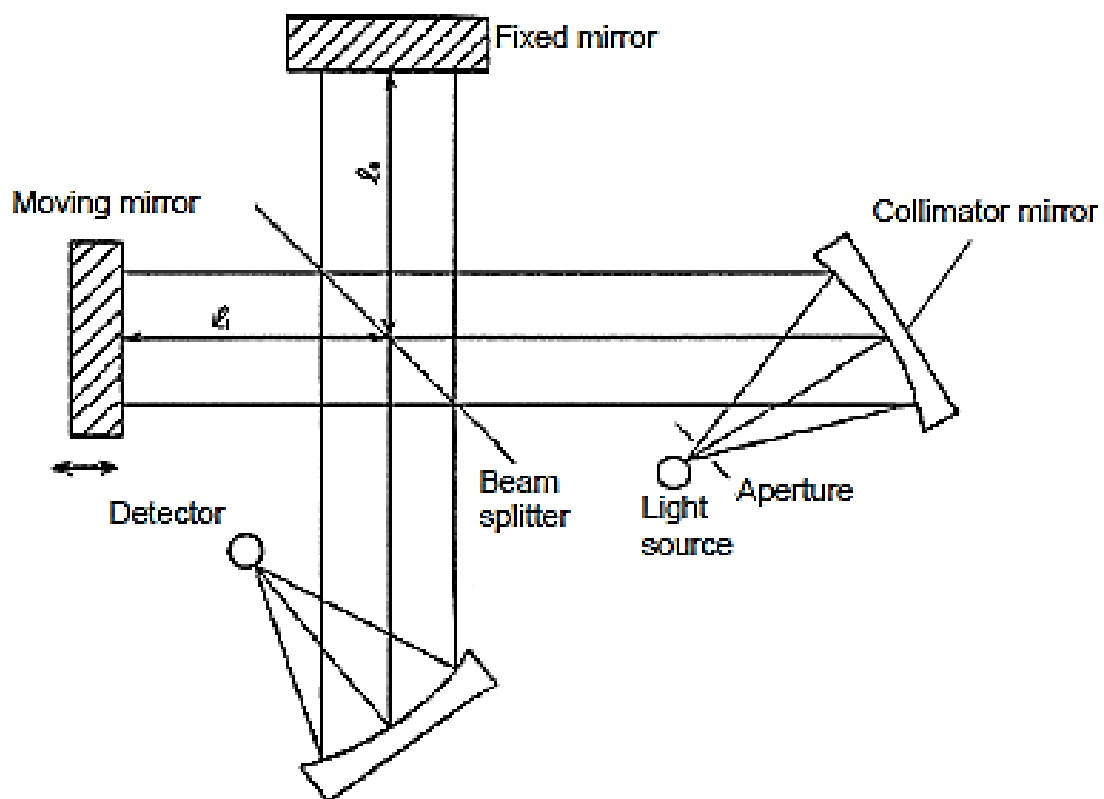
- Ograničena osjetljivost na vrlo niske koncentracije spojeva.
- Složenost spektralne interpretacije u miješanim uzorcima.
- Ograničenja u analizi visoko polarnih ili ionskih spojeva.

IR spektroskopija moćan je alat za kemijsku analizu, pružajući ključne informacije o molekularnoj strukturi i kemijskim spojevima.

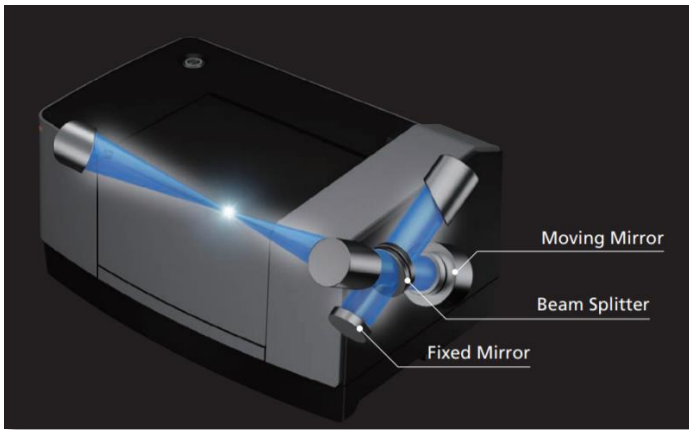
INSTRUMENT IRSpirit- Upute za korištenje



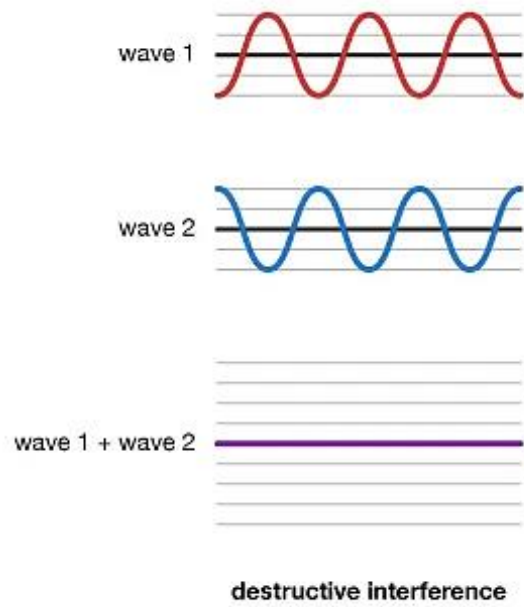
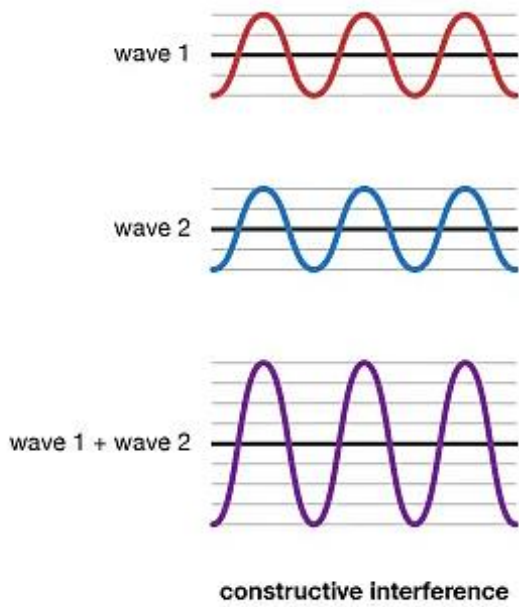
Princip FTIR optičkog sustava



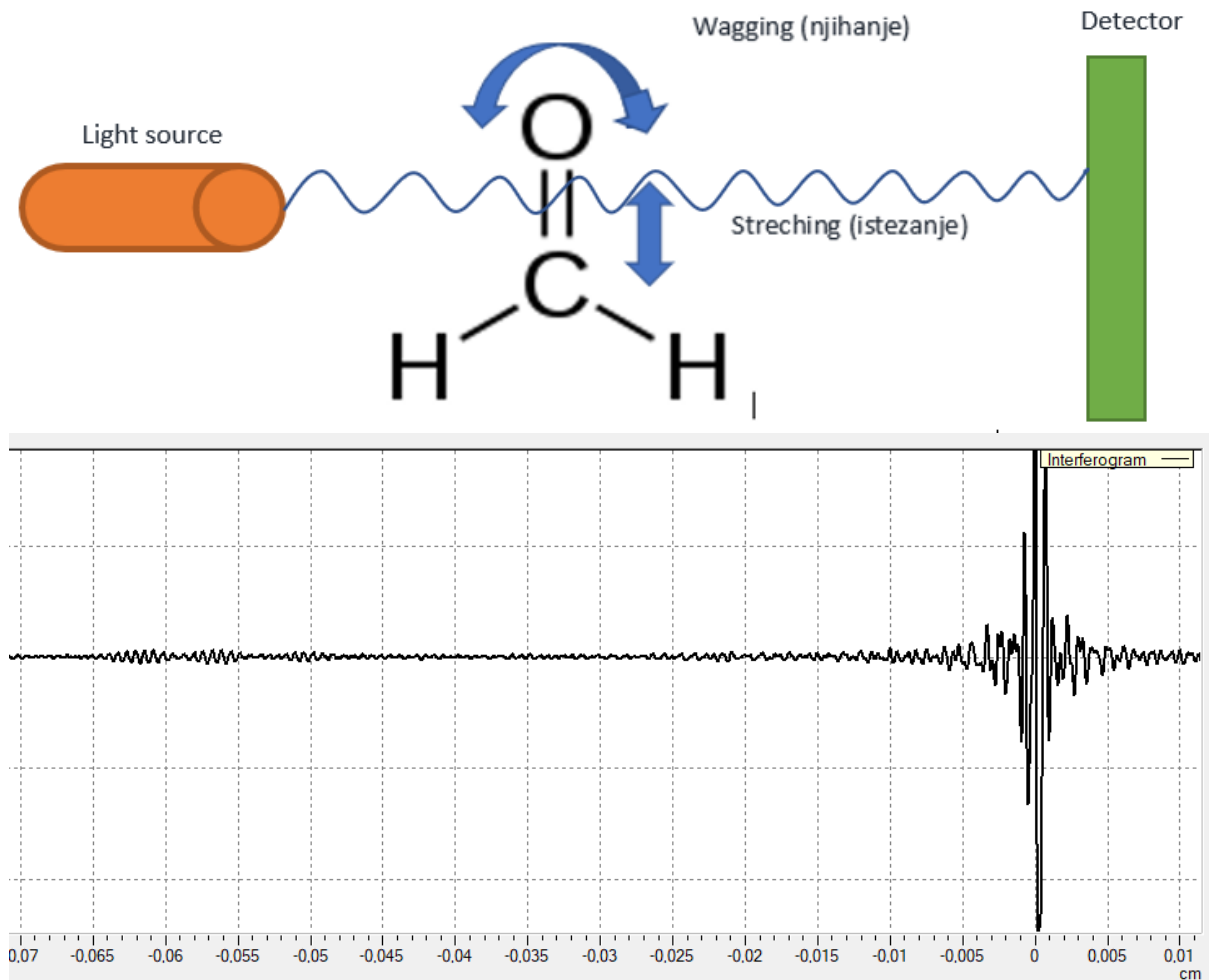
Michelsonov interferometar



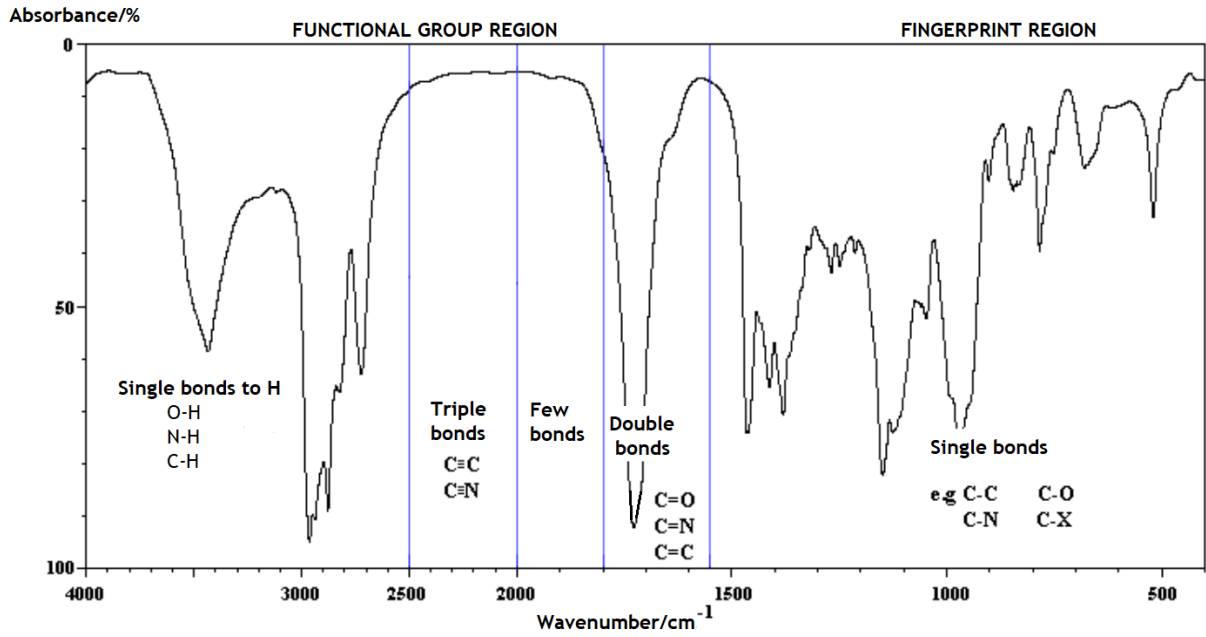
Kakav SIGNAL možemo vidjeti?



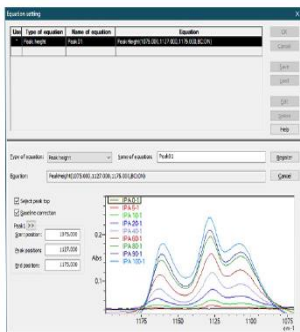
Primjer: formaldehid (C=O)



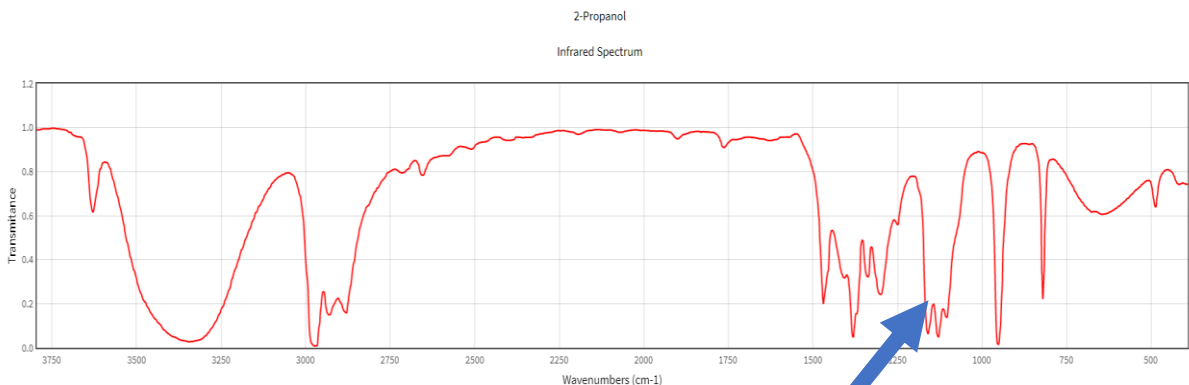
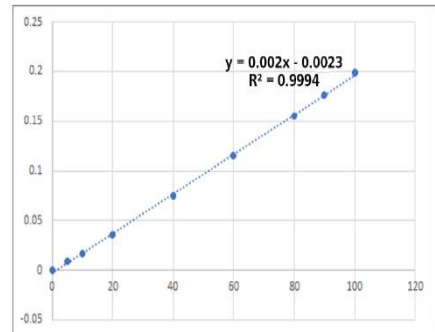
- Molekulske vibracije nastaju kao posljedica apsorpcije IR zračenja kada
- Primijenjena IR frekvencija = prirodna frekvencija vibracija
- Svaka veza ili funkcionalna skupina zahtijeva različitu frekvenciju za apsorpciju.
- Stoga se karakteristični vrh opaža za svaku funkcionalnu skupinu ili dio molekule



FTIR - Koristi se za kvantifikaciju

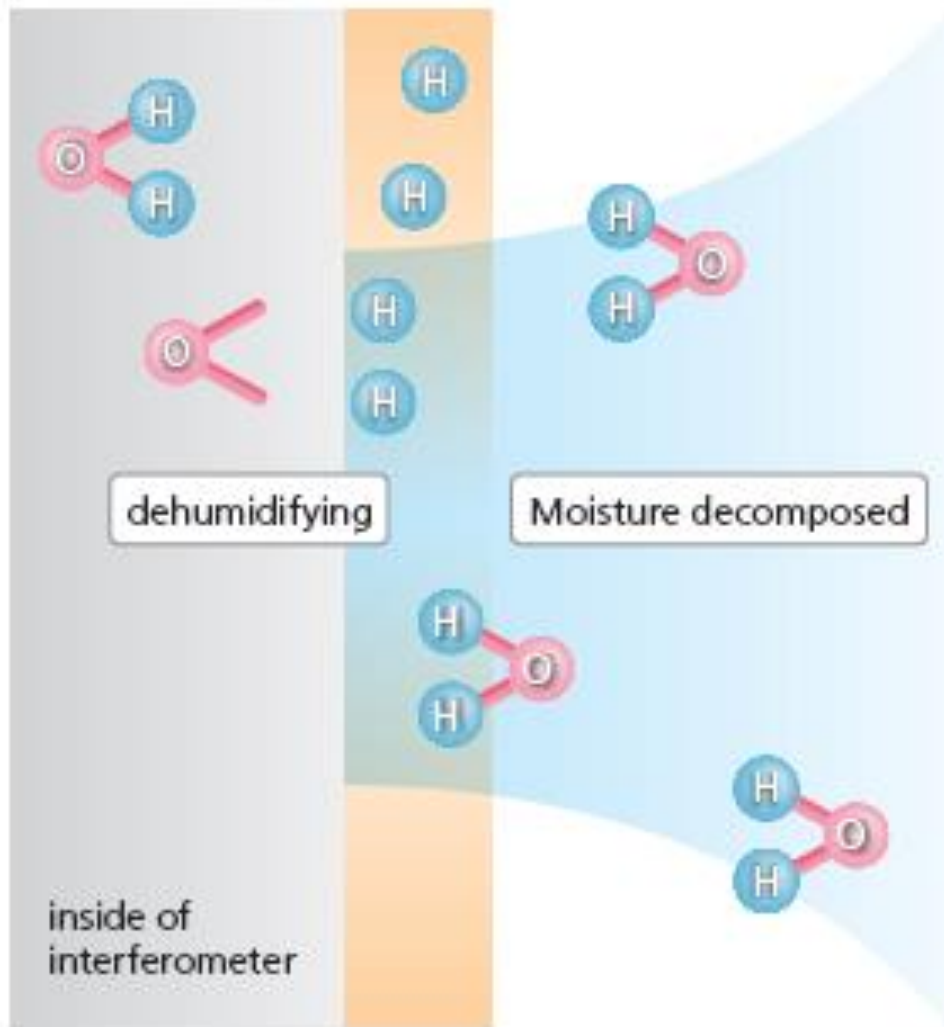


Spectrum Name	Concentration	Value
IPA 0-1	0	0
IPA 5-1	5	0.009
IPA 10-1	10	0.017
IPA 20-1	20	0.036
IPA 40-1	40	0.075
IPA 60-1	60	0.115
IPA 80-1	80	0.155
IPA 90-1	90	0.176
IPA 100-1	100	0.199



1127cm⁻¹ 2°alkohol C-O istežanje

Odvlaživač zraka na instrumentu



Polimerna elektrolitska membrana

VAŽNO:

Održava unutrašnjost interferometra na niskoj vlažnosti pokretanjem odvlaživača čak i kada se FTIR ne koristi!!

Stoga uvijek ostaviti utikač za napajanje FTIR-a priključen na AC napajanje kako bi se održalo napajanje.

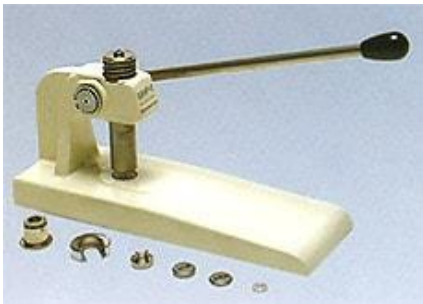
Narančasti indikator svijetli kada je vlažnost unutar interferometra niska

Ako je glavno napajanje isključeno, potrebno je jednom tjedno zamijeniti silikagel.

FTIR tehnike

Transmisija

- mjeri intenzitet zračenja koje prolazi kroz uzorak
- KBr metoda – čvrsti uzorci



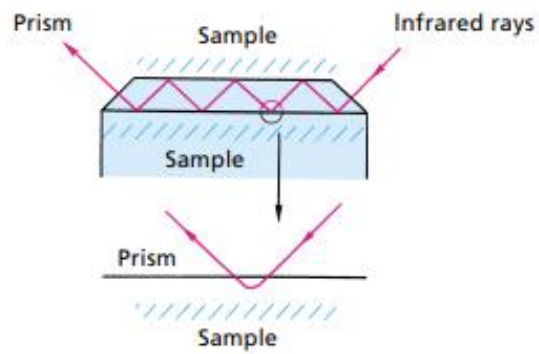
Kivete

- uzorci tekućina i plinova

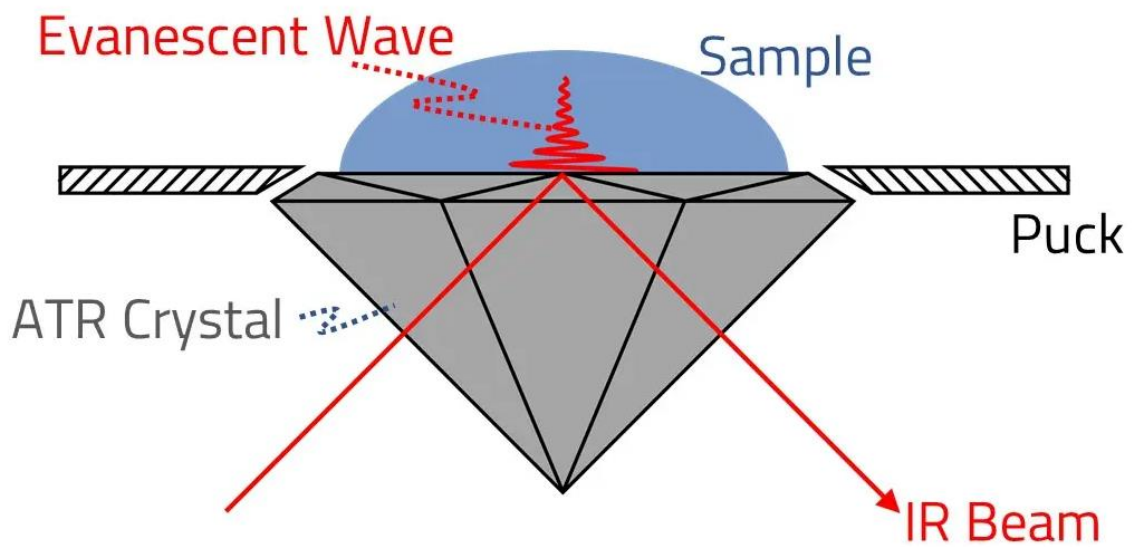


Refleksija

- Mjeri intenzitet reflektiranog zračenja koje je bilo u kontaktu s uzorkom
- Prizma ima veći indeks loma od uzorka
- Uzorak se mora postaviti u blizak dodir s površinom prizme



ATR tehnika (Attenuated Total Reflectance)



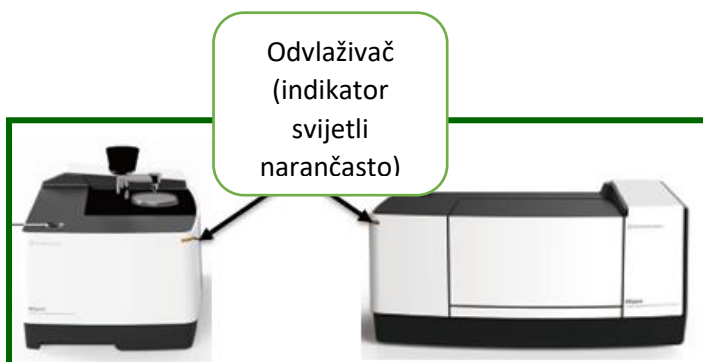
ATR kristal mora biti kemijski i fizički kompatibilan s uzorkom

Potrebno je odabrati opciju prizme: Dijamant s AR premazom/ZnSe/Ge



ZnSe prizma

- Otporna u području pH = 4-11
- Čisti se vodom, metanolom, acetonom
- Reagira s kiselinama dajući vrlo otrovni vodikov selenid (H_2Se)
- Posjeduje ručku koja se može i mora okretati s limitatorom momenta, kako ne bi pukla ako se prejako stisne i vrti.
- Automatsko prepoznavanje pribora



Kompaktni FTIR koji je mobilan (prenosiv).

- uzorci se mogu mjeriti na mjestu s ograničenim prostorom
- s jedinicom postavljenom vodoravno ili okomito.
- s širokim odjeljkom za uzorke




Namjenski IR program (softver) osigurava trenutačni i jednostavan rad sustava

IR Pilot

Select a analysis purpose.


Folder Name: C:\LabSolutions\ Sample Name: ProductA

Sample ID: 19800825 Comment:




Identification Test

Used for acceptance inspections of raw materials and confirmation of compounds. Determination can be done using peak detection, peak ratio calculation, or calculation of the degree of match.




Contaminant Analysis

Used for the qualitative analysis of contaminants.



Quantitative Analysis


The concentration of the samples is quantified using calibration curves prepared in advance. This measurement enables quantitative of gas using gas cells and quantitative of liquid samples using fixed cells.




Film Thickness

The film thickness of samples is calculated based on interference fringes on spectra. It can be used to measure the film thickness on the order of several tens to several mm using a transmission method (films) and specular reflection

Instrument



Accessory



Registered Program

Program1

Program2

Program3

Program4

Pharma Report

[Comp] button : Start Pharma Report

[Edit Comp.] button : Create or Edit Comp. Information

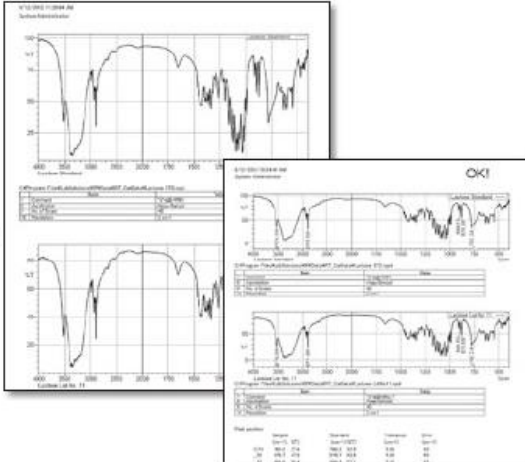
Polyurea (Report) Lactose (Report)

Polyurea (Printout) Lactose (Printout)

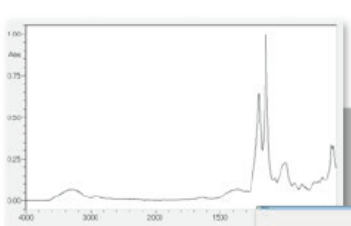
Polyurea (Peak) Lactose (Peak)

Component List/Quantitative

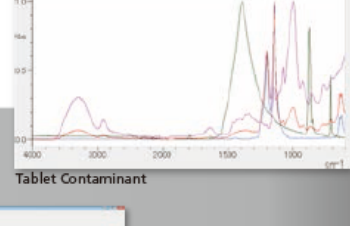
Use	No.	Shortname	Transmission (%)	No. of Sub/Peaks
<input type="checkbox"/>	1	PTFE	8	A
<input type="checkbox"/>	2	PTFE	8	B
<input type="checkbox"/>	3	PTFE	8	C
<input type="checkbox"/>	4	PTFE	8	D
<input type="checkbox"/>	5	PTFE	8	E
<input type="checkbox"/>	6	PTFE	8	F
<input type="checkbox"/>	7	PTFE	8	G
<input type="checkbox"/>	8	PTFE	8	H
<input type="checkbox"/>	9	PTFE	8	I
<input type="checkbox"/>	10	PTFE	8	J



Tablet Contaminant



Tablet Contaminant



Major Components

- (++) Polytetrafluoroethylene (PTFE) 2
- (++) Polytetrafluoroethylene (PTFE) 1

Accessory Components

- (++) CaCO3 3
- (++) Sugar (starchy flour)

Identification Report

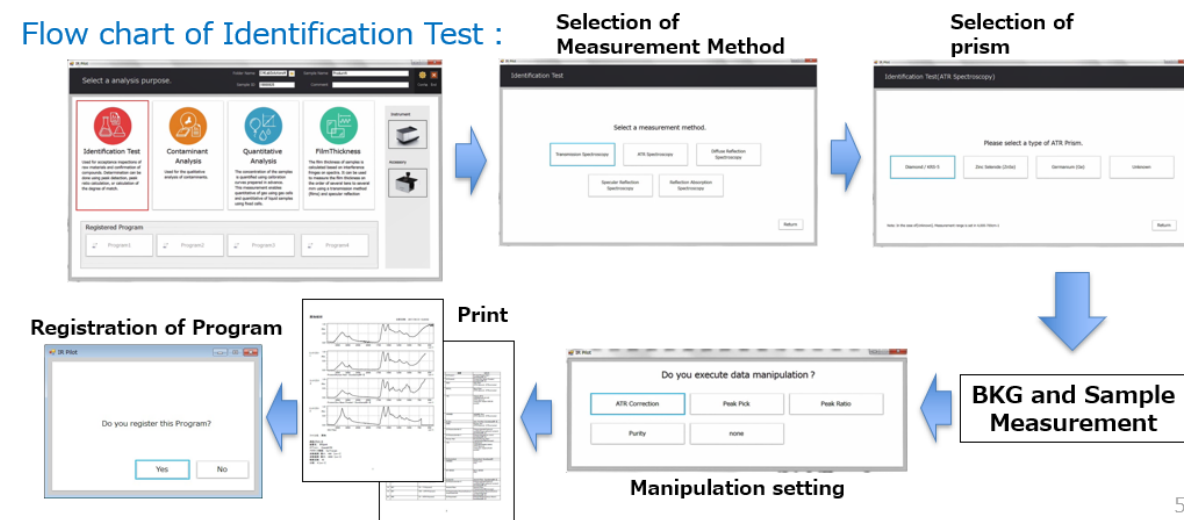
Major Components

- (++) Polytetrafluoroethylene (PTFE) 2
- (++) Polytetrafluoroethylene (PTFE) 1

Accessory Components

- (++) CaCO3 3
- (++) Sugar (starchy flour)

Flow chart of Identification Test :



Priprema instrumenta za rad

1. Provjera silika gelova

Potrebno je provjeriti sadrži li instrument propisanu količinu silika gela (pakiranja 3 x 10 g) i da plave čestice nisu postale bijele ili ružičaste.

Ako se primijeti čak i mala razlika u boji, potrebno je zamjeniti novim pakiranjem.

2. Uključivanje prekidača za pokretanje

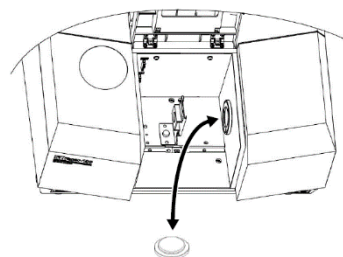
Provjeriti je li prozor za održavanje zatvoren i je li pričvršćen prozor odjeljka za uzorke

3. Provjera odvlaživanja u instrumentu

Provjeriti svijetli li indikator vlažnosti narančasto

4. Pričvršćivanje prozora odjeljka za uzorke

Ukloniti poklopac odjeljka za uzorke i pričvrstite KBr prozor. (Ne dirati optički element golim rukama.)



Održavanje i pregled

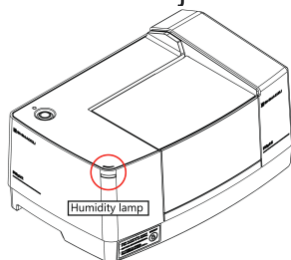
Vrste pregleda:

1. Inspekcija POKRETANJA (START-UP)
2. PERIODIČNI pregled
3. Kalibracija valnog broja

1.Pregled POKRETANJA - svaki dan prije korištenja IRSpirita

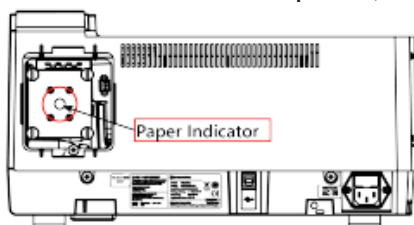
a) Provjera indikatora vlažnosti

- svijetli narančasto



b) Provjera indikatora papira kada dodatni odvlaživač nije instaliran

- mora biti plava, obavezno zamijeniti ako je bijela ili ružičasta



c) Provjera prozora odjeljka za uzorke

- vizualno provjeriti je li proziran; ako se zamutio, zamijeniti ga novim

d) Provjera spektra

- daje intenzitet pri različitim valnim brojevima
- odjeljak za uzorke mora biti prazan
- konfigurirajte sljedeće parametre i izmjeriti

Measurement mode:	Power Spectrum
Resolution:	2 cm ⁻¹
Wavenumber Range:	4700 to 340 cm ⁻¹
No. of scans:	45 scans
Apodization:	HAPP-GENZEL

2.PERIODIČNI pregled – jednom tjedno ako FTIR ne radi

- a) Provjera svjetiljke vlažnosti
- b) Provjera indikatora papira
- c) Provjera prozora odjeljka za uzorke
- d) Provjera silika gela

3. Kalibracija valnog broja - jednom mjesečno

Ako "Provjera valne duljine lasera" ne uspije tijekom inicijalizacije, kalibracija valnog broja mora se izvršiti jer nije zajamčena točnost valnog broja

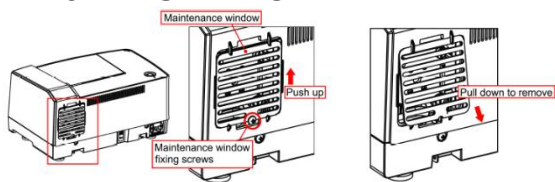
Provjeriti da ne postoji ništa što bi ometalo IR svjetlo (kao što su uzorci ili pribor)

Odaberite [Instrument] - [Kalibracija valnog broja]

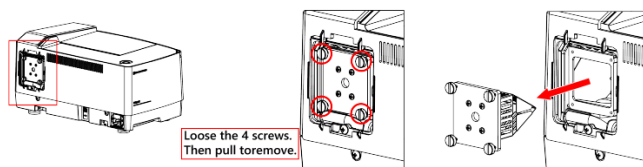
- Provjera točnosti trenutnog valnog broja
- Izračunavanje vrijednosti korekcije za valni broj
- Provjera kalibriranog rezultata

Kliknite [OK] nakon svake sljedeće poruke.

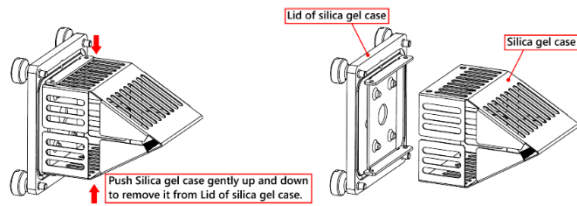
ZAMJENA SILIKA GELA



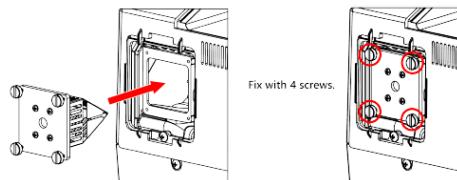
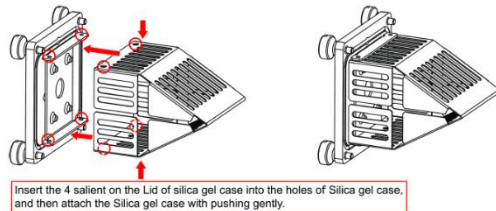
1. Ukloniti prozor za održavanje na stražnjoj strani IR Spirit



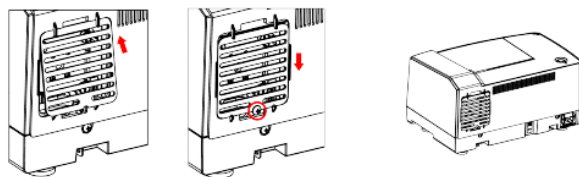
2. Ukloniti poklopac kutije od silika gela



3. Skinuti kutiju od silika gela s poklopca kutije od silika gela.



4. Zamijeniti stare silika gelove novima

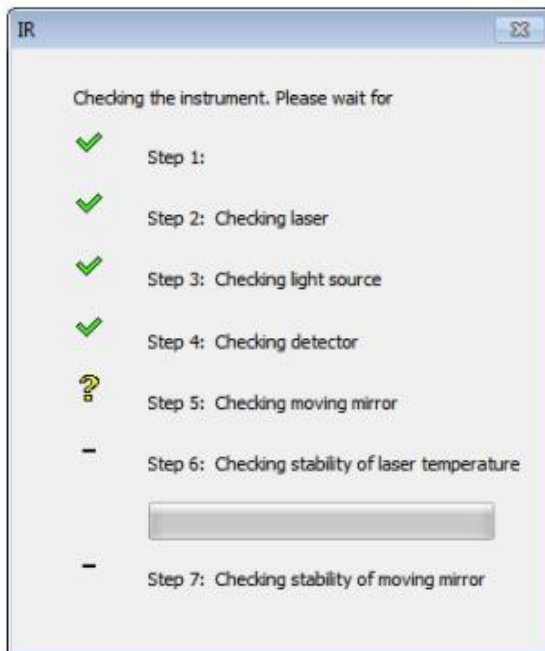


5. Instalirajte prozor za održavanje

AKTIVACIJA

1. Uključiti prekidač Start IRSpirit. (30 min stabilizacija)
2. Uključiti računalo.
3. Pokrenuti program LabSolutions IR.
4. Potvrditi da nema dodataka, uzoraka itd. koji prekidaju infracrvenu zraku u odjeljku za uzorke.
5. Izvrši [Instrument]-[Inicijaliziraj].
6. Izvrši [Instrument]-[Dijagnostika],

a zatim potvrditi da su sve provjerene stavke u redu.



GAŠENJE

1. Potvrditi da su svi potrebni LabSolutions IR podaci spremjeni.
2. Izaći iz softvera LabSolutions IR.
3. Isključiti računalo.
4. Isključiti prekidač za pokretanje IRSpirita.

(Kada je opcijski odvlaživač montiran na IRSpirit, neka AC kabel ostane priključen kako bi se pokrenuo odvlaživač zraka.)

