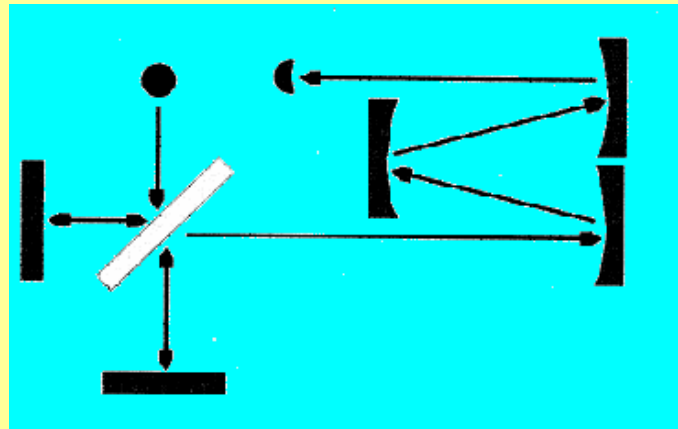


FT-IR spektroszkópia alapjai

Dr. Meszlényi Gábor



Az infravörös spektroszkópia alapjai

Tartományai:

Közeli IR (NIR): $12500-4000\text{ cm}^{-1}$ —→ felhang és kombinációs sávok

Közép IR (Analitikai IR): $4000-400\text{ cm}^{-1}$ —→ rezgési és forgási sávok

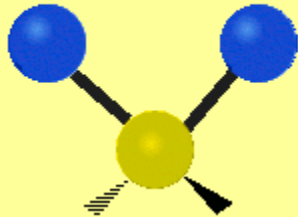
Dipólusmomentum változása (aszimmetria elősegíti)

Kovalens szerves vegyületek csoportjainak és kötéseinek rezgései gerjesztődnek (vegyérték és deformációs rezgések)

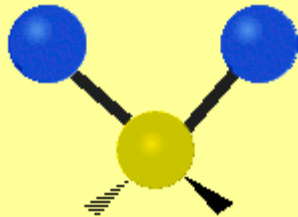
Összetett aniont tartalmazó szervesetlen vegyületek és az ammóniumion vegyületei is gerjeszthetők (van IR-spektrumuk)

Távoli IR (FIR): $400-10\text{ cm}^{-1}$ —→ forgási sávok, kristályrácsok rezgései

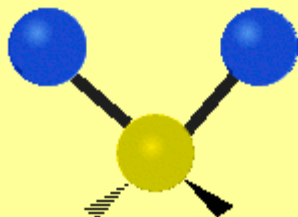
Aszimmetrikus
vegyértékrezgés



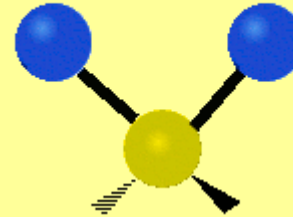
Szimmetrikus
deformációs rezgés



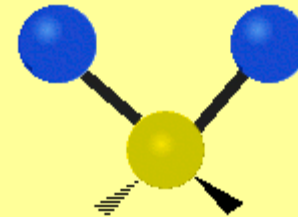
Szimmetrikus
síkra merőleges deformációs rezgés



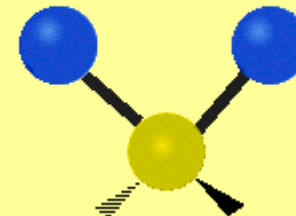
Szimmetrikus
vegyértékrezgés



Aszimmetrikus
deformációs rezgés



Aszimmetrikus
síkra merőleges deformációs rezgés



Az infravörös spektroszkópia alapjai

A készülék felépítése:

Fényforrások (mind diszperziós, mind FT-IR spektrofotométerben)

Globalar izzó: SiC, Nernst izzó: $\text{ZrO}_2 + \text{Y}_2\text{O}_3 + \text{Er}_2\text{O}_3$, Cr-Ni tekercs

Az IR sugárzás és a minta kölcsönhatása:

Régen: diszperziós készülék

IR-spektrofotométereknél már nem alkalmazzák

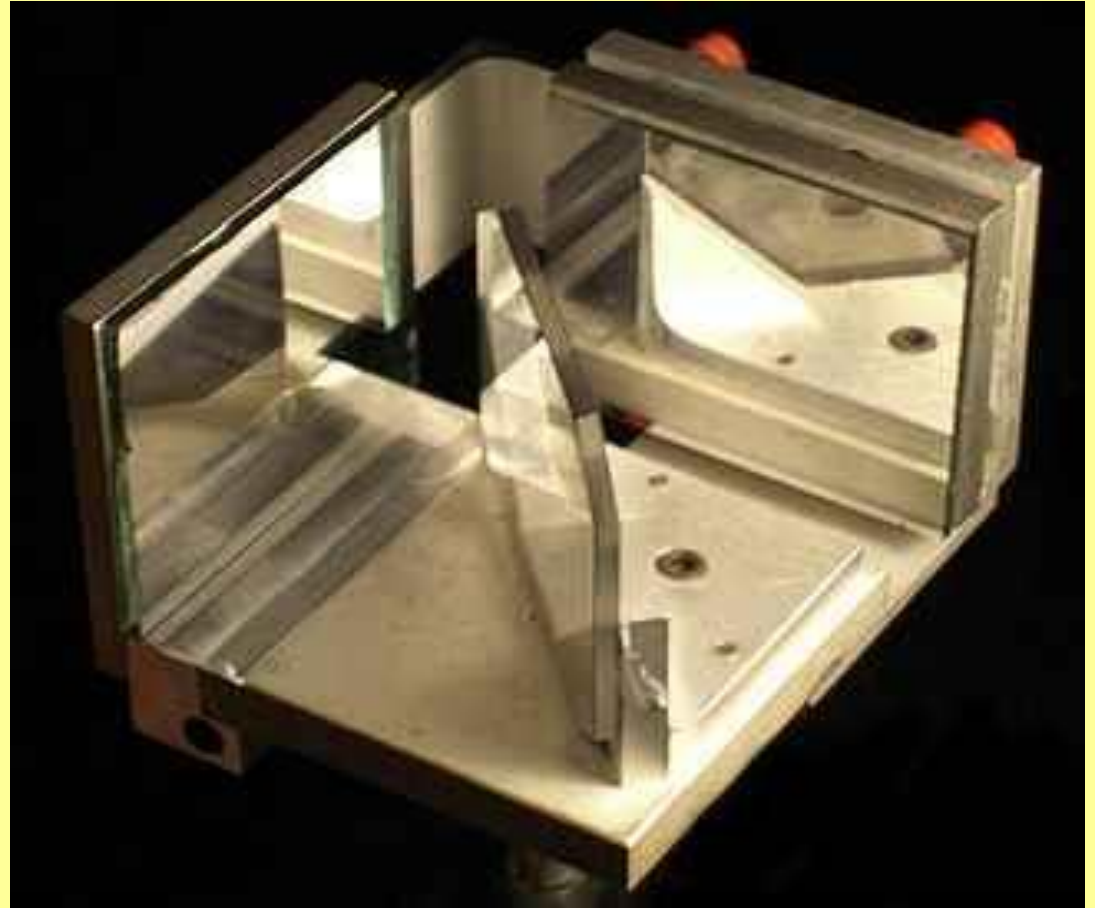
Monokromátor: prizma vagy optikai rács

Ma: interferometrikus megoldás

Albert Abraham Michelson 1887-ben fedezte az interferométert

Michelson (1852-1931) és interferométere

1907: Nobel díj



Albert Abraham Michelson

A Michelson interferométer

- **Álló és mozgó tükör egymásra merőleges. A félig áteresztő tükör (50 %) 45°-ban helyezkedik el: KBr-on vékony germánium vagy szilícium bevonat.**
- **He-Ne lézer (633 nm, vörös fény) a mozgó tükör mozgását szabályozza.**
- **A kapott interferogram Fourier-transzformáltja az IR-spektrum.**

Az FT-IR MÉRÉSTECHNIKA ELŐNYEI

1. Multiplex (Fellgett előny) mérés.

A frekvenciakomponenseket egyszerre mérjük.

2. Jobb áteresztés (Jaquinot előny):

Nincs diszperziós elem, ami csökkenti fényintenzitást.

3. Nagy hullámszám pontosság (Conne előny):

0,01 cm⁻¹ (a He-Ne lézer szabályozása miatt)

4. Állandó spektrális felbontás: max. 0,001 cm⁻¹

5. Gyors mérési idő: (2 – 20 másodperc)

6. Spektrumkezelési lehetőségek:

Tárolás, alapvonalkorrekció, összeadás, kivonás, számítógépes összehasonlítás

7. Mikroszkópos felvételek készítése

8. Kis mintaszükséglet

9. A minta fényszórása nem zavar

Raman spektroszkópia

- A foton rugalmatlan szóródása a molekula polarizált állapotát változtatja meg. Csak a molekulák 0,1 %-a szenved rugalmatlan szóródást, ezért nagy energiájú fényforrás kell (pl. Ar lézer, 488 nm-en (zöld) sugároz).
- A mozgó tükröt ugyanúgy He-Ne lézer szabályozza.
- Az IR spektroszkópia komplementer (kiegészítő) módszere.
- Az IR spektroszkópiának az aszimmetrikusság, a Raman spektroszkópiának a szimmetrikusság kedvez.

Az infravörös spektroszkópia alapjai

Detektorok:

- Piroelektromos: triglicin-szulfát (TGS), vagy DTGS. IR fény hatására az elektromos térbe helyezett, polarizált kristály állapotváltozása feszültség jelet generál.
- Fotovezetésses: higany-kadmium-tellúrid (MCT). IR fény hatására a vezetőképesség megnő. Cseppfolyós nitrogénnel a detektort hűteni kell a termikus zaj csökkentése miatt.
- Termikus: bolométerek az IR-sugárzás által okozott hőmérséklet változást mérik.

Az infravörös spektroszkópia alapjai

Vizsgálható minták:

- Szilárd: KBr-os beágyazás, Nujolos technika, speciális ATR feltétek.
- Folyadékok: folyadékfilm képzés (10 – 15 μm). Küvettaablakok: NaCl, KBr, CaF_2 , Csl, TlBr-TlI elegykristály (KRS-5), Ge, Si, ZnSe, gyémánt. Oldatban, fix küvettában, az optikai fényúthossz 0,02 – 1,00 mm.
- Gázok: Ritkán vizsgálunk gázokat. Speciális gázküvetták, úthossz meghosszabítás aranybevonatú tükrökkel. A fényútra merőlegesek, kb. 1,0 – 1,5 m hosszúak. A 20-100-szoros reflexió miatt 20-360 m optikai fényúthossz. Pannon egyetemen: CH_4 , CO, N_2O , H_2S .
- Szerkezeti információ: Önállóan korlátozott (referencia mintával, spektrumatlaszok felhasználásával). NMR-rel, MS-sel együtt.

Gyakorlat

- Folyadékok felvétele:

Aceton, izopropanol

- Szilárd minták felvétele:

NaCl, TiO₂, PMMA

- A PMMA képlete: poli(metil-metakrilát)

