

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA ELEKTROTECHNICKÁ

KATEDRA TECHNOLOGIÍ A MĚŘENÍ

DIPLOMOVÁ PRÁCE

**Knihovna infračervených spekter materiálů používaných v
elektrotechnice**

Vedoucí práce: Ing. Pavel Prosr, Ph.D.

Autor: Bc. Roman Niebauer

2013

Anotace

Tato diplomová práce je zaměřena na měření a analýzu infračervených spekter elektrotechnických materiálů. První kapitola pojednává o vlastnostech a druzích elektrotechnických materiálů. V druhé kapitole je popsán princip funkce infračervených spektrometrů a metody měření infračervených spekter pomocí spektrometru s Fourierovou transformací. Třetí kapitola se věnuje měření vzorků do knihovny infračervených spekter. Ve čtvrté kapitole jsou popsány jednotlivé funkční skupiny vyskytující se v infračervených spektrech a způsoby jejich analýzy.

Klíčová slova

Vodiče, polovodiče, izolanty, Fourierova transformace, infračervené spektrum, absorbance, transmitance, knihovna, spektroskopie, funkční skupina

Abstract

This thesis is focused on measurement and analysis of infrared specters of electrotechnical materials. First chapter deals with attributes and types of electrotechnical materials. In the second chapter is described principle of function of infrared spectrometers and measuring methods with Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). Third part is focused on measurement of sample to library of infrared spectrums. In fourth chapter describes individual functional groups which occurs in infrared spectrum and methods of theirs analysis.

Keywords

Conductor, semiconductor, insulator, Fourier transformation, infrared spectrum, absorbance, transmittance, library, spectroscopy, functional group

Prohlášení

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě diplomovou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě elektrotechnické Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této diplomové práce.

Dále prohlašuji, že veškerý software použitý při řešení této diplomové práce je legální.

V Plzni dne 7.5.2013

Roman Niebauer

.....

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat vedoucímu diplomové práce Ing. Pavlu Prosrovi, Ph.D. za cenné rady, připomínky a metodické vedení práce. Dále bych chtěl poděkovat rodině a přátelům za veškerou podporu, kterou mi poskytli při studiu. Nakonec bych chtěl poděkovat Ing. Pavlu Košťálovy za cenné rady týkající se diplomové práce.

Obsah

Seznam symbolů a zkratk	9
Úvod	11
1. Základní dělení materiálů v elektrotechnice	12
1.1 VODIČE.....	12
1.1.1 Základní podstata vodivosti	12
1.1.2 Důležité vlastnosti vodivých materiálů	12
1.1.3 Druhy elektricky vodivých materiálů	13
1.2 POLOVODIČE	13
1.2.1 Fyzikální podstata vodivosti	13
1.2.2 Druhy polovodičových materiálů.....	15
1.3 IZOLANTY	15
1.3.1 Důležité vlastnosti izolantů.....	15
1.3.2 Druhy elektrických izolantů	17
2. Základní princip FTIR spektroskopie	20
2.1 INFRAČERVENÉ ZÁŘENÍ.....	20
2.2 INFRAČERVENÉ SPEKTRUM	21
2.2.1 Oblasti infračerveného spektra	21
2.2.2 Zobrazení infračerveného spektra.....	22
2.3 ABSORBOVÁNÍ ENERGIE MOLEKULOU.....	23
2.3.1 Stupně volnosti	25
2.4 FTIR SPEKTROMETRIE	26
2.4.1 Interferometr a interferogram.....	26
2.4.2 Fourierova transformace	27
2.4.3 Měřící metody používané v FTIR.....	28
3. Knihovna naměřených infračervených spekter	36
3.1 POSTUP MĚŘENÍ VZORKŮ INFRAČERVENOU SPEKTROSKOPÍ	36
3.1.1 Nastavení experimentu	36
3.2 DRUHY, VLASTNOSTI A POUŽITÍ MĚŘENÝCH MATERIÁLŮ	39

4. Identifikace infračervených spekter	40
4.1 IDENTIFIKACE MATERIÁLU PODLE KNIHOVNY INFRAČERVENÝCH SPEKTER.....	40
4.2 IDENTIFIKACE MATERIÁLU PODLE ABSORPČNÍCH PÁSŮ.....	42
4.2.1 <i>Struktura molekul</i>	43
4.2.2 <i>Hlavní absorpční regiony infračerveného spektra</i>	43
4.2.3 <i>Základní funkční skupiny a jejich charakteristika</i>	45
4.2.4 <i>Vyhodnocení infračerveného spektra</i>	50
5. Závěr	53
Použitá literatura	55
PŘÍLOHA 1: INFRAČERVENÉ MATERIÁLY ULOŽENÉ V KNIHOVNĚ ROZDĚLENÉ PODLE TEPLOTNÍCH TŘÍD.....	I
PŘÍLOHA 2: DRUHY A OBLASTI VÝSKYTU ABSORPČNÍCH PÁSŮ JEDNOTLIVÝCH FUNKČNÍCH SKUPIN.....	VII

Seznam symbolů a zkratek

FTIR	Fourier transform infrared spectroscopy
IR	infračervený
ATR	attenuated total reflectance
DRIFTS	diffuse reflection spectroscopy
ρ [$\Omega \cdot m$]	rezistivita
G [S]	vodivost
α_R [K^{-1}]	teplotní součinitel odporu
ϵ_r [-]	relativní permitivita
ϵ_0 [$8,859 \cdot 10^{-12} F \cdot m^{-1}$]	permitivita vakua
E_p [$V \cdot m^{-1}$]	elektrická pevnost
U_p [V]	průrazové napětí
t [s]	čas
p [Pa]	tlak
$\text{tg } \delta$ [-]	ztrátový činitel
λ [m]	vlnová délka
W [cm^{-1}]	vlnočet
f [Hz]	frekvence
E [eV]	energie fotonu
h [$6,626 \cdot 10^{-34} J \cdot s$]	Planckova konstanta
c [299 792 458 m/s]	rychlost světla
A	absorbance
%T	procentní transmittance
I_0	světelná intenzita pozadí
I	intenzita absorbovaného světla
ϵ [-]	pohltivost
c [-]	koncentrace
l[cm]	délka světelné dráhy procházející vzorkem
C=O	karbonyl
N[-]	počet atomů v molekule
δ [cm]	optický dráhový rozdíl interferometru
DTGS	polysyntetický deuterium triglycin sulfát

MCT	tellurid rtuti-kadmia
n_v [-]	index lomu vzorku
n_k [-]	index lomu krystalu
θ [°]	úhel dopadu na fázovém rozhraní
d_p [μm]	hloubka průniku
R [-]	absolutní reflektance
k [cm ² /mmol]	molární absorpční koeficient
PET	polyethylentereftalát
C-H	uhlovodík
C≡N	nitril
C≡C	alkyn

Úvod

Infračervená spektroskopie je jedna z nejdůležitějších analytických metod dostupných v dnešních laboratořích. Kapaliny, rozpouštědla, prášky, filmy, plyny, vlákna, pasty mohou být změřeny infračerveným spektrometrem. Předkládaná práce je zaměřena na měření pomocí infračervená spektroskopie a následnou analýzu naměřených infračervených spekter.

Infračervená spektroskopie je metoda založená na měření vibrací atomů v molekulách. Spektrometr vyšle na měřený vzorek infračervené záření, které je absorbováno vzorkem. Energie z tohoto záření je pohlcena atomy, které se díky ní začnou vibrovat. Důležité je, že jednotlivé atomy začnou vibrovat při dodání různých dávek energie. Absorpce energie atomy jsou poté viditelné na naměřeném spektru. Na základě toho, můžeme poznat, o který druh látky se jedná a jaká je její koncentrace.

Počátky infračervené spektroskopie sahají do 50. let. V těchto dobách se používaly převážně disperzní spektroskopy. Přestože se Fourierova transformace ve spektroskopii užívala také již v 50. letech, spektroskopy s Fourierovou transformací se začaly více používat až v 70. letech díky rozvoji výpočetní techniky. Od té doby začaly spektroskopy s Fourierovou transformací nahrazovat staré disperzní spektroskopy, které byly výrazně pomalejší. Dnes jsou FTIR spektroskopy nejpoužívanější přístroje na měření infračervených spekter materiálů. Hlavní výhody FTIR spektroskopie jsou vysoká kvalita naměřených spekter a rychlost měření.

Tato práce je rozdělená do čtyř kapitol. První dvě kapitoly jsou rešeršemi na danou problematiku a druhé dvě jsou praktické. V první kapitole jsou popsány elektrotechnické materiály. U každé skupiny materiálů jsou popsány jejich důležité vlastnosti a vyjmenovány konkrétní typy. Druhá kapitola pojednává o spektroskopii s Fourierovou transformací. Je zde popsán princip molekulových vibrací, princip funkce interferometru a jednotlivé měřicí metody na kapalných, plynných a pevných vzorcích. Třetí kapitola je zaměřena na měření vzorků do knihovny infračervených spekter. Je zde popsán způsob měření na FTIR spektrometru Nicolet 380 a důležitá nastavení v měřicím softwaru Omnic. Ve čtvrté kapitole jsou popsány jednotlivé funkční skupiny objevující se v infračervených spektrech a postup analýzy neznámého vzorku.

1. Základní dělení materiálů v elektrotechnice

V elektrotechnice se používá mnoho různých materiálů. Můžeme je dělit podle skupenství, složení, struktury či použití

Zde se budu zabývat těmito základními skupinami :

- vodiče
- polovodiče
- izolanty

1.1 Vodiče

Vodiče jsou nejpoužívanější materiály v elektrotechnice, protože vedou elektrický proud. Požadavky na vlastnosti vodivých materiálů závisí na použití konkrétního vodiče.

1.1.1 Základní podstata vodivosti

Nejrozšířenějším typem vodičů jsou kovy. Kovy obsahují volné elektrony, které při vložení kovu do elektrického pole usměrní svůj tok proti směru intenzity pole. Tomuto typu vodivosti se říká elektronová, protože se na vedení proudu podílí elektrony. Existuje ještě vodivost iontová, se kterou se můžeme setkat u plynů.[1]

1.1.2 Důležité vlastnosti vodivých materiálů

a) Měrný elektrický odpor (rezistivita)

Rezistivita je jedna z nejdůležitějších vlastností vodičů. Značí se ρ [$\Omega \cdot m$] a udává odpor vodiče dlouhého 1 m o průřezu 1 m^2 při teplotě 20 °C. Rezistivita se u vodičů pohybuje od 10^{-8} $\Omega \cdot m$ do 10^{-3} $\Omega \cdot m$. Vzhledem k tomu, že vodiče vedou elektrický proud, tak se spíše uvádí elektrická vodivost, což je obrácená hodnota rezistivity. Značí se G a základní jednotka je 1 siemens [S].[1]

b) Teplotní součinitel odporu

Teplotní součinitel odporu se značí α_R [K^{-1}]. Udává, o kolik se změní rezistivita vodiče při jeho oteplení o 1 °C. Platí, že u vodičů stoupá rezistivita spolu s teplotou. [1],[2]

c) Supravodivost

Supravodivost je jev, kdy rezistivita vodiče klesne téměř na nulu. Předpokládáme, že rezistivita vodiče ve stavu supravodivosti se pohybuje okolo 10^{-12} Ωm . Nastává většinou za

velmi nízkých teplot (blízkých absolutní nule) Mezi supravodivé materiály patří čisté kovy (Pb, Zn, Sn, Al, Cd, Hg, Nb, V), slitiny kovů (Pb-Bi, Nb-Sn, Nb-Zr) a intermetalické sloučeniny (Nb₃Al, Nb₃Sn) [2]

1.1.3 Druhy elektricky vodivých materiálů

Mezi vodivé materiály patří měď, hliník a jejich slitiny, zlato, stříbro, lehkotavitelné kovy (Sn, In, Ga), alkalické kovy (Li, Na, K, Rb, Cs), kovy platinové skupiny (Pt, Pd, Ir, Ru, Rh, Re, Os) kysličníky vzácných zemin a ostatní technicky důležité kovy (Co, Mn, Zr, Cr)[1]

1.2 Polovodiče

Polovodiče jsou velká skupina materiálů s velmi širokým uplatněním napříč elektrotechnikou. Vodivost polovodičů je závislá na vnějších podmínkách a na složení polovodiče.[1][2]

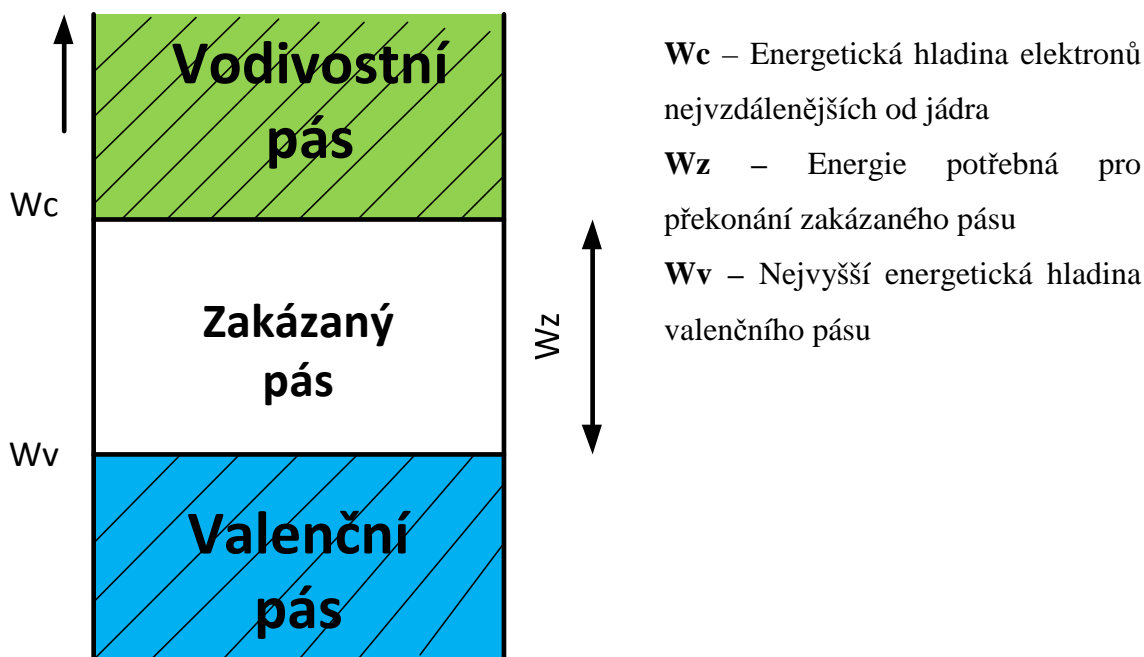
1.2.1 Fyzikální podstata vodivosti

1) Vlastní vodivost polovodičů

Vlastní polovodič je čistý prvek bez jakýchkoliv příměsí. Ve vlastním polovodiči je stejná koncentrace volných elektronů a děr, takže atom polovodiče je elektricky neutrální. Proto musíme pro uvolnění elektronu přivést energii z vnějšku (tepelnou, světelnou či elektrickou). Elektrony jsou totiž k jádru atomu vázány přitažlivými silami, kde platí: čím je elektron blíže jádru, tím větší je přitažlivá síla. Nejsnáze se od atomu mohou tedy oddělit elektrony ve valenční vrstvě. Energie potřebná pro oddělení se nazývá ionizační energie. a vyjadřuje se v elektronvoltech. Platí že $1\text{eV}=1,6\cdot 10^{-19}\text{ J}$.

Pásová teorie

Základem pásové teorie je princip nespojitého zvyšování energie elektronů. Elektrony nemohou zvyšovat svou energii spojitě, ale skokem na vyšší energetickou hladinu. V krystalické mřížce je mnoho elektronů (10^{28}m^{-3}) a čemuž musí být úměrný odpovídající počet energetických hladin. Energetické hladiny se projevují jako souvislé pásy, jejichž schéma je na obr.1. Z valenčního pásu do vodivostního přecházejí nejsnadněji elektrony s vyšší energií. Na jejich místě se vytvoří prázdné místo (díra), kam může přeskočit jiný elektron z nižší energetické hladiny. Tímto způsobem přecházejí elektrony do vyšších energetických hladin. Jelikož je ve vlastním polovodiči stejný počet děr a elektronů, nemají ani děrovou a ani elektronovou vodivost. Proto vlastní polovodiče nejsou v praxi příliš použitelné. [1] [3]

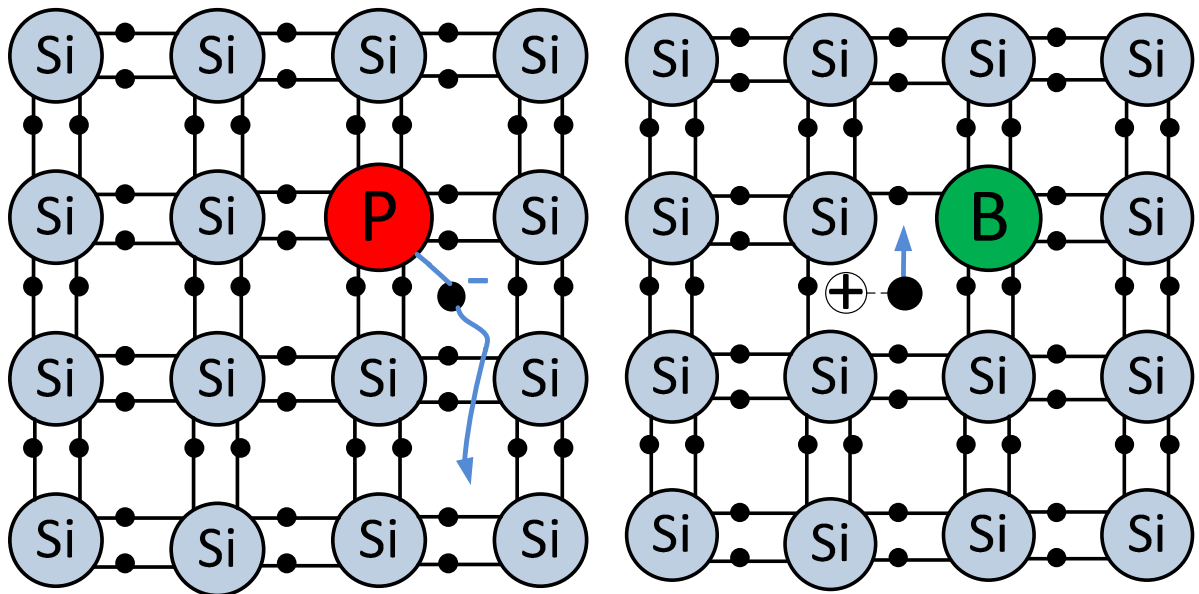


Obr.1 Pásový model vlastního polovodiče [1]

1) Nevlastní vodivost polovodičů

Nevlastní vodivost polovodiče může existovat pouze po přidání příměsi do čistého polovodičového materiálu. Pokud do krystalové mřížky polovodiče IV. skupiny (Si, Ge) přidáme prvek z V skupiny (např. P, As, Sb), který má 5 valenčních elektronů, v krystalové mřížce se objeví jeden elektron navíc. Tento elektron je vázán velmi slabě a stačí mu velmi malá aktivační energie (pro příměsi v Si 0,05 eV) k tomu, aby se dostal do vodivostního pásu, viz obr.2a). Příměsi přidávající elektrony do vodivostního pásu nazýváme donory. Tímto způsobem poté vzniká polovodič typu N.

Pokud do prvku IV. skupiny přidáme prvek z III skupiny (např. B, Ga, Al), naopak vznikne volná díra. Opět stačí malá aktivační energie k tomu, aby se jiný vazební elektron uvolnil a zaplnil toto volné místo. Na jeho místě vznikne díra, kterou zaplní zase jiný elektron. Tento jev je znázorněn na obr.2b). Prvky, které způsobují tuto vodivost, nazýváme akceptory (příjemci“ elektronů). Vzniklý polovodič je typu P.



a) polovodič typu N

b) polovodič typu P

Obr.2 Krystalové mřížky nevlastních polovodičů[3]

1.2.2 Druhy polovodičových materiálů

Nejpoužívanější polovodičové materiály jsou křemík, germanium a arsenid galia. Z těchto materiálů se vyrábí kolem 90 % polovodičových materiálů.[2]

1.3 Izolanty

Izolanty jsou skupina materiálů zahrnující látky plynné, kapalné i pevné. Jejich primární funkce je izolace vodivých částí, aby se předešlo škodám na zdraví či majetku. Mezi izolanty patří i dielektrika, tj. materiály, které se v elektrickém poli polarizují a tím akumulují elektrický náboj (kondenzátory). Hlavní účel izolantu je schopnost klást velký odpor elektrickému proudu, a proto jsou jejich hlavními parametry resistivita a elektrická pevnost. Hlavním parametrem dielektrik je relativní permitivita ϵ_r . Vzhledem k zaměření této práce se v této kapitole budu zabývat pouze izolanty, nikoli však dielektriky. [2][1]

1.3.1 Důležité vlastnosti izolantů

1) Elektrická pevnost

Elektrická pevnost vyjadřuje odolnost vodiče vůči elektrickému poli. Pokud při zvyšování napětí dosáhne hodnota intenzity elektrického pole určité hranice, může dojít

k průrazu nebo přeskoku. To znamená, že dojde k vytvoření vodivé cesty v izolantu. Pro přeskok či průraz je charakteristické snížení napětí a zvýšení proudu. V tuhých izolantech dochází k trvalému poškození a tím pádem k trvalému zhoršení elektroizolačních vlastností. U kapalin a plynů je toho poškození zpravidla jen dočasné. Intenzita elektrického pole, při které dojde k průrazu nebo přeskoku, se nazývá elektrická pevnost E_p . Hodnota E_p je velmi důležitý parametr při návrhu a výpočtu izolačních vrstev vodiče. [1][2]

Vztah pro E_p je:

$$E_p = \frac{U_p}{d} [\text{V} \cdot \text{m}^{-1}] \quad \text{Kde: } \begin{array}{l} U_p - \text{Průrazové napětí [V]} \\ d - \text{Tloušťka izolantu [m]} \end{array} \quad (1)$$

Překročení E_p má dvojitý charakter:

- **Tepelný průraz** – Při působení tepla na izolant začnou postupně růst volné nosiče náboje, až dojde k průrazu. Místo průrazu se silně zahřeje, materiál se může tavit, popraskat nebo zuhelnatět. Takovýto typ průrazu se objevuje v tuhých látkách a v kapalinách obsahujících alespoň malé množství nečistot. Průrazu lze zabránit vytvořením správných podmínek pro odvod tepla.[2]
- **Čistě elektrický průraz (přeskok)** – Vzniká nárazovou ionizací, která za silného elektrického pole vede k vytvoření lavinového výboje. Volné elektrony získávají od elektrického pole energii, kterou předají látce. Energie se nahromadí a dojde k průrazu. Elektrický přeskok vzniká především v plynech, kde se podle tlaku projevuje jako doutnavý výboj ($p = 10^0 - 10^2$) nebo jako obloukový výboj ($p \sim 0,1 \text{ MPa}$). V tuhých izolantech elektrický průraz trvá velmi krátce ($t = 10^{-7}$ až 10^{-8} s). V tuhých látkách vznikne čistý otvor o velmi malém průměru, řádově 0,01 mm. Stopy po popálení materiálu nejsou viditelné. Tento typ průrazu vzniká v tuhých látkách zejména při rázovém namáhání. [2]

2) Elektrická vodivost izolantů

Elektrická vodivost izolantů je způsobena především pohybem volných iontů z příměsí a nečistot. Pokud má izolant iontovou vazbu, na vedení proudu se mohou podílet i vlastní ionty izolantu. V elektrickém poli s malou intenzitou je vodivost způsobena především ionizací.

Elektronová vodivost se začne projevovat až při vyšších teplotách nebo v silném elektrickém poli. Fyzikální proces elektrické vodivosti v izolantech probíhá rozdílně, v závislosti na skupenství a na intenzitě elektrického pole. [1][6]

3) Teplotní odolnost izolantů

Vysoké teploty mají na izolant hned několik škodlivých vlivů. Snižují elektrickou a

mechanickou odolnost a zrychlují stárnutí materiálu. Pokud jsou izolanty příliš tepelně namáhány, snižuje bezpečnost a spolehlivost zařízení, ve kterém jsou nainstalovány. Podle teploty, kterou jsou izolanty schopné dlouhodobě snášet, se rozdělují do devíti tříd. Šest z nich je označeno písmeny a poslední 3 se označují podle teploty. Toto rozdělení platné podle ČSN EN 60085 je v tabulce 1 a.[1]

Tabulka 1: Rozdělení izolantů podle teplotní odolnosti[6]

Třída	Třída Y	Třída A	Třída E	Třída B	Třída F	Třída H	200	220	250
Teplota	90°C	105°C	120°C	130°C	155°C	180°C	200°C	220°C	250°C

4) Ztrátový činitel $\tan \delta$

Vlivem střídavého či stejnosměrného proudu se část energie v dielektriku přemění na neúčinné teplo. Tuto energii nazýváme dielektrické ztráty. Počítáme jí pomocí ztrátového činitele $\tan \delta$. Ten vyjadřuje poměr mezi odporovou a kapacitní složkou kondenzátoru. Je to bezrozměrná hodnota, která se u dielektrik se pohybuje od 10^{-5} do 10^{-1} . [1][7]

5) Permittivita ϵ

Permittivita charakterizuje vliv elektrického pole na elektrický stav izolantu. Velikost ϵ závisí na druhu polarizace, stavbě dielektrika a polarizovatelnosti atomů a molekul. Je stanovena poměrem elektrické indukce a intenzity elektrického pole. Absolutní permittivita izolantu se vypočítá podle vzorce (1). [1][7]

$$\epsilon = \epsilon_r \cdot \epsilon_0 \quad [-] \quad (2)$$

kde: ϵ_0 – permittivita vakua ($\epsilon_0 = 8,859 \cdot 10^{-12} \text{ F}\cdot\text{m}^{-1}$)

ϵ_r – relativní permittivita [-]

1.3.2 Druhy elektrických izolantů

1) Organické přírodní látky

Organické přírodní látky jsou na bázi uhlíku, vodíku a kyslíku s příměsí dalších látek. Vlastnosti těchto izolantů jsou velmi závislé na teplotě. Patří sem vosky, přírodní pryskyřice, materiály na bázi celulózy a pryž[6]

2) Organické syntetické látky

Organické syntetické látky jsou syntetické makromolekulární látky. Také se mohou získávat uměle z přírodních látek. Z hlediska zpracovatelských vlastností se dělí na elastomery, termoplasty a reaktoplasty.

Elastomery

Elastomery jsou látky velice podobné přírodní pryži. Proto se také někdy nazývají syntetické kaučuky. Jsou tvořeny sítí polymerních řetězců spojených do trojrozměrné prostorové struktury. V elektrotechnice se rozdělují podle výchozí suroviny (butadien, izopren, chloropren, polyuretan, silikon aj.) Oproti pryži má většina vyšší provozní teplotu, resistivitu elektrickou pevnost. Používají se při výrobě kabelů. [6]

Termoplasty

Pokud termoplast rozpustíme a poté schladíme, jeho vlastnosti zůstanou nezměněny. Toto je základná charakteristická vlastnost termoplastů. Důležité veličiny jsou tedy teplota tání a teplota tuhnutí. V elektrotechnice mají největší význam nepolární a slabě polární termoplasty pro výborné izolační a dielektrické vlastnosti. Termoplasty také mají vysokou elektrickou pevnost, malou navlhavost a snadno se zpracovávají. Základní druhy termoplastů s jejich vlastnostmi jsou tabulce 2.[1] [6]

Tabulka 2. Základní vlastnosti některých termoplastů [1]

Název	ϵ_r (20°C) [1MHz]	E_p [MVm ⁻¹]	ρ [Ωm]	Teplotní rozsah [°C]	Významná vlastnost
Polyvinylchlorid	3,4	50	10 ¹¹	-15 až 60	mechanická
Polyetylén	2,2 - 2,3	45-60	10 ¹⁵ - 10 ¹⁸	-40 až 80	Izolant, dielektrikum
Polystyren	2,5	50	10 ¹⁶	-30 až 80	dielektrikum
Polytetrafluoretylen	2	50	10 ¹⁶	-120 až 250	dielektrikum, teplotní odolnost
Polyfenyleoxid	2,6	20	10 ¹⁵	-60 až 120	mechanická pevnost
Polypropylen	2,3	80	10 ¹⁴	-15 až 100	dielektrikum
Poliimidy	3,5	22 - 160	10 ¹⁸	-100 až 155	mechanická pevnost
Polyamidy	4-10	10 - 50	10 ⁸ - 10 ¹³	-20 až 100	houževnatost
Polyuretany	3,3 - 3,6	20	10 ¹⁴	-70 až 110	akustická izolace

Reaktoplasty

Reaktoplasty jsou látky, které se teplem nebo chemickými přísadami vytvrzují a stávají se nerozpuštěnými a neroztavitelnými. Jsou to důležité konstrukční materiály pro elektrické točivé stroje, kde se používají relastik, relnex a lamplex (FE4). Mezi nejpoužívanější reaktoplasty patří fenolformaldehydové pryskyřice (bakelit), polyesterové pryskyřice, epoxidové pryskyřice, aminoplasty a silikony. [1][7]

3) Anorganické izolanty

Základem většiny anorganických izolantů jsou křemičitany. Jejich hlavní přednosti jsou velká tepelná odolnost, odolnost vůči stárnutí a vůči záření. Nejpoužívanější anorganické izolanty jsou sklo (velmi důležitý materiál pro izolační systémy), keramika křemičitá a keramika kysličnicková. [1][7]

4) Kapalné izolanty

Kapalné izolanty rovnoměrně zaplňují celý prostor a tím eliminují malé bublinky vzduchu, které mají jinou ϵ_r . Také dobře odvádějí teplo a pomáhají zhasit případný elektrický oblouk. Patří sem minerální oleje, syntetické kapaliny a laky.

[6][7]

5) Plynné izolanty

Plyny vedou velmi slabě elektrický proud, protože obsahují velmi málo volných iontů a elektronů. Bohužel vzhledem k malé hustotě jsou střední dráhy iontů a elektronů velké (částice mají větší kinetickou energii), takže stačí slabší elektrické pole k průrazu. Proto mají plyny menší elektrickou pevnost než ostatní izolanty. Mezi jejich klady patří rovnoměrné vyplnění prostoru, zanedbatelné ztráty a rychlé obnovení izolačních vlastností po průrazu. Nejpoužívanější plynné izolanty jsou vzduch, dusík, vodík, fluorid sírový (SF₆- freon).

2. Základní princip FTIR spektroskopie

Infračervená spektroskopie je obor, zabývající se interakcí infračerveného záření a hmoty. Pomocí infračervené spektroskopie zjišťujeme, jaké druhy molekul (kvalitativní analýza) jsou ve vzorku obsaženy a koncentrace těchto molekul (kvantitativní analýza). Tato technika je založena na měření vibrací atomů v molekulách, které absorbovaly energii z dopadajícího záření.[8][9]

2.1 Infračervené záření

Světlo (včetně infračerveného) je elektromagnetické záření. Jedinou vlnovou délku záření, které můžeme vidět je záření v oblasti viditelného spektra. Nejdůležitější parametry světelného záření jsou vlnová délka λ [m] (délka jedné periody), vlnčet W [cm^{-1}] (počet vln za určitý úsek) a frekvence f [Hz] (počet period jednotku času). Světelné záření se v infračervených spektrech nejčastěji rozděluje podle vlnočtu W .

$$\text{Kde platí: } W = \frac{1}{\lambda} [\text{cm}^{-1}] \quad (3)$$

Názorné rozdělení světla dle všech těchto parametrů je na obr.3. Z kvantové fyziky víme, že světlo je emitováno ze zdroje v jednotkách zvaných fotony. Ty dopadají na molekulu látky a předají jí energii. Vztahy pro energii a její přírůstky jsou uvedeny v rovnicích 4-6. [8][9]

$$\Delta E = h \cdot f \text{ [eV]} \quad \text{-energie potřebná pro přestup na vyšší energetickou hladinu} \quad (4)$$

$$E = h \cdot c \cdot W \text{ [eV]} \quad \text{-výpočet energie pomocí vlnočtu} \quad (5)$$

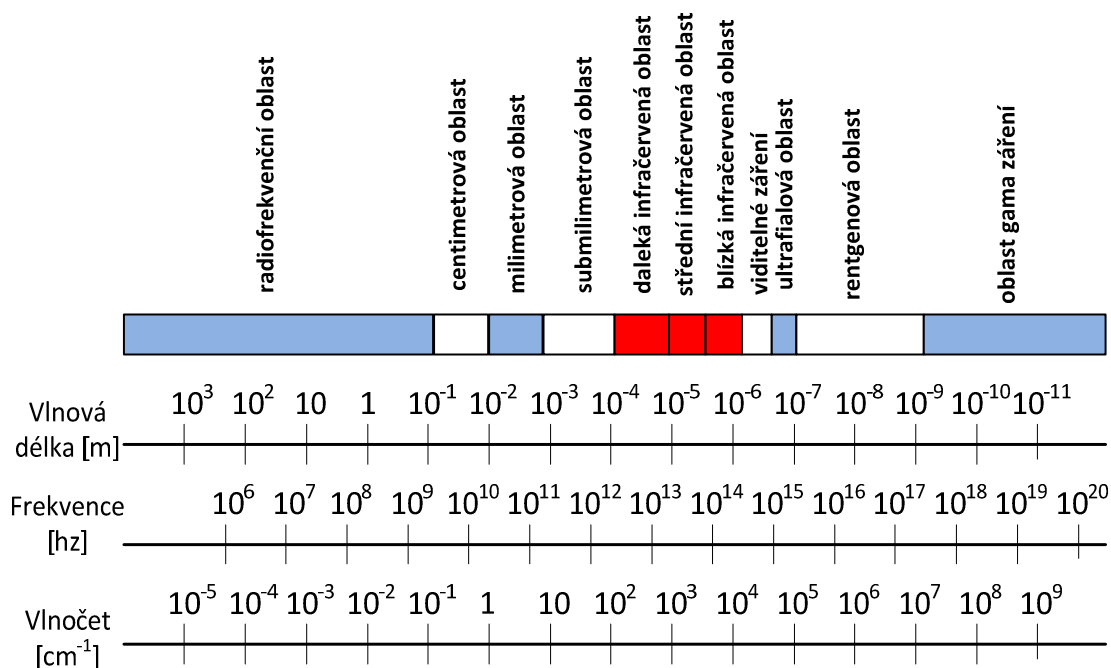
$$f = (E_1 - E_0) / h \text{ [Hz]} \quad \text{-frekvence absorpce pro přechod mezi energetickými hladinami} \quad (6)$$

Kde:

E – energie fotonu [eV]

h – Planckova konstanta ($h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s}$)

c – rychlost světla ($c = 299\,792\,458 \text{ m/s}$) [8]



Obr. 3 Elektromagnetické spektrum [11]

2.2 Infračervené spektrum

V oblasti infračerveného záření se absorbuje energii nejvíce látek. V IR spektrometrii se měří tyto absorpce a na jejich základě se provádí analýza materiálu.

2.2.1 Oblasti infračerveného spektra

Infračervené spektrum dělíme na blízkou, střední a dalekou oblast. Blízká část má vlnočet 14000 až 4000 cm⁻¹. Infračervené záření má největší energii v této oblasti infračerveného spektra. Bohužel spektrální informace se překrývají a jejich kvalita není vysoká. Blízká oblast se nejvíce používá při kvantitativních měření vzorků. Také se používá při měření ve složitých podmínkách jako např. při chemických reakcích nebo při měření tekoucí kapaliny v trubce.

Střední část infračerveného spektra má vlnočet 4000 až 400 cm⁻¹. Je to nejpoužívanější vlnočet při měření infračervenou spektrometrií, protože v tomto pásu vlnových délek absorbuje energii nejvíce látek.

Daleká část infračerveného spektra má vlnočet 400 až 20 cm⁻¹. V této oblasti nejvíce absorbují molekuly s těžkými atomy anorganických látek. Používá se k identifikaci skupin izomerů a dlouhých řetězců těžkých kyselin v pevném skupenství. Také je tato oblast užitečná

k identifikaci minerálů a barviv. [8][10]

2.2.2 Zobrazení infračerveného spektra

Infračervené spektrum se zobrazuje pomocí grafu. Na ose x obvykle bývá vlnočet, který začíná od největšího a postupně se zmenšuje. Tato osa také může znázorňovat vlnovou délku. Na ose y je intenzita absorpčních pásů, která se znázorňuje pomocí absorbance nebo %transmitance.[8]

Vztah pro absorbanci:

$$A=I_0/I \text{ [-]} \quad (7)$$

kde: A – absorbance [-]

I_0 – Intenzita pozadí

I – Intenzita absorbovaného světla

Absorbance může být vztažena na koncentraci molekul ve vzorku. Toto vyjadřuje Beerův zákon:

$$A=\varepsilon \cdot l \cdot c \text{ [-]} \quad (8)$$

Kde : A – absorbance[-]

ε –pohltivost[-]

l – délka světelné dráhy procházející vzorkem [cm]

c – koncentrace [-]

%Transmitance udává, kolik procent světla prošlo vzorkem.

Vztah pro transmitanci:

$$\%T=100 \cdot (I/ I_0) \text{ [-]} \quad (9)$$

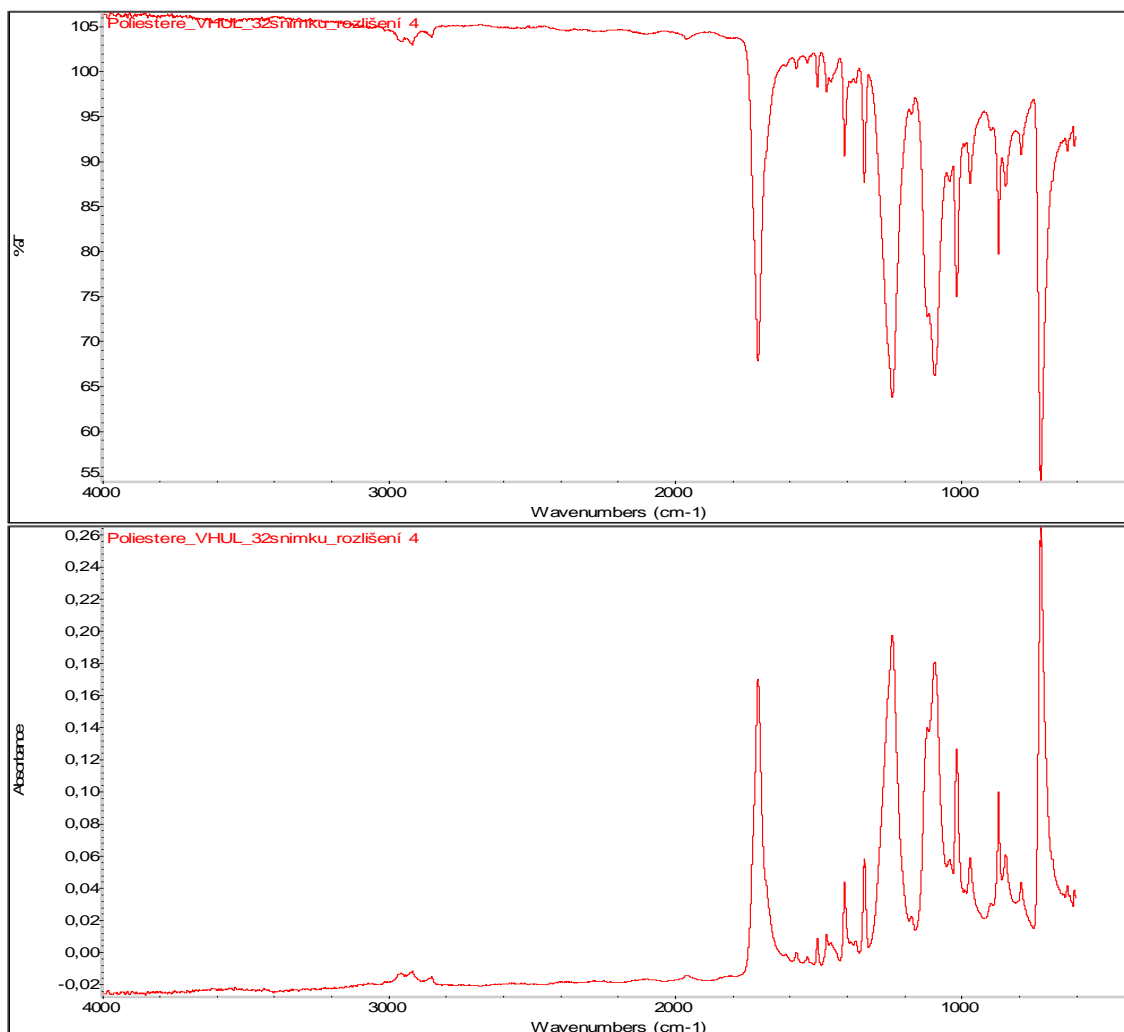
Kde :

%T – transmittance

I_0 – Intenzita pozadí

I – Intenzita absorbovaného světla

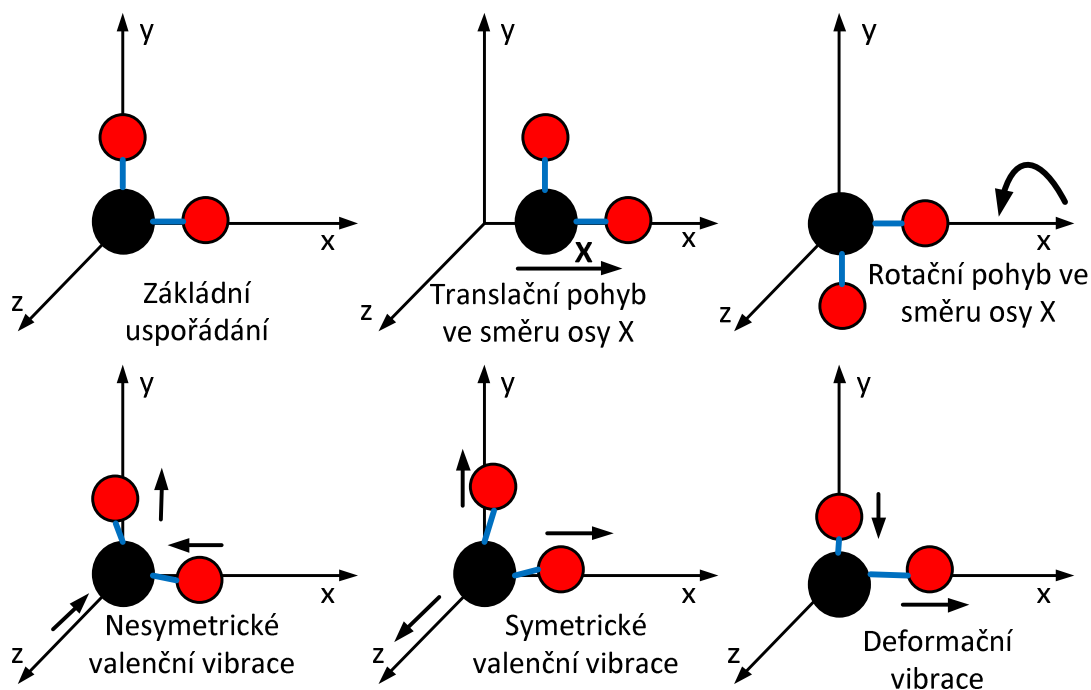
Mezi transmitancí a absorbancí je matematická spojitost. Pomocí FTIR softwaru je snadné převádět mezi nimi, jak je znázorněno na obr.4.[8]



Obr. 4 Srovnání %transmitance a absorbance polyesteru

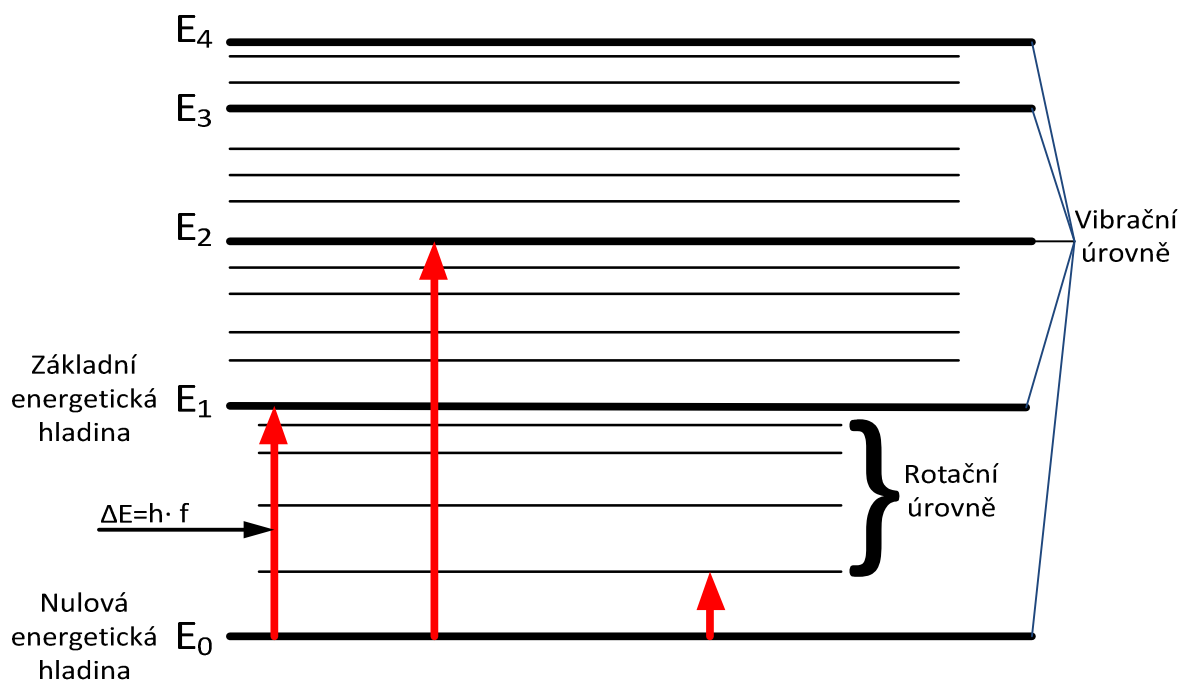
2.3 Absorbování energie molekulou

Pokud dodáme jedno či více atomové molekule dostatečnou energii ve formě elektromagnetického záření, může přejít na vyšší energetickou hladinu a začít konat pohyb. Ten může být rotační (otáčení atomu kolem své osy), translační (posuvný pohyb), vibrační (zde se pohybují jednotlivé atomy) a elektronový. Tyto pohyby v tříatomové molekule kromě elektronového jsou znázorněny na obr.5. Interakci IR záření s elektrony má velmi malý vliv, jelikož na to má IR záření malou energii. Absorpci energie při vibracích doprovází změny dipólového momentu. U symetrických molekul (O_2 , N_2 , Cl_2 , CO_2) však ke změně dipólového momentu nedochází. Např. lineární molekula CO_2 nemá dipólový moment. Zde se obě vazby $C=O$ navzájem kompenzují, neboť jejich momenty působí proti sobě. Proto jsou tyto molekuly neměřitelné pomocí infračervené spektroskopie. [10][12]



Obr. 5 Ukázka pohybu molekuly při absorpci záření [10]

Dopad IR záření na molekulu nejvíce ovlivňuje vibrační pohyb. Ten se dělí na deformační (mění se úhel mezi atomy) a valenční (mění se délka vazby). Translační a rotační jsou slabší, hůře měřitelné a velikostně jsou na výsledném spektru oproti vibračním pásům několikrát menší. Platí, jestli je dodaná energie rovna rozdílu energetických hladin, molekula přestoupí na vyšší energetickou hladinu. Frekvence absorbovaného záření se musí rovnat frekvenci vibrace molekuly. Ta se vypočte podle vztahu (5). Frekvence při absorpci záření zůstane stejná, zvětší se pouze amplituda. Postupy mezi energetickými hladinami rotačních a vibračních pohybů jsou znázorněny na obr.6.[10]



Obr.6 Energetické hladiny u vibrační a rotační pohyb[8]

2.3.1 Stupně volnosti

Během vibrace, se může atom z rovnovážné polohy pohybovat třemi směry podle kartézských souřadnic. To znamená pohyb ve směru osy x , y , z . Pro víceatomové molekuly platí, že každý atom v molekule se může pohybovat nezávisle na druhém. Podle tohoto může být nekonečný počet směrů vibrací atomů. To by ovšem znamenalo chaos v interpretaci modelu. Místo toho popisujeme atom pomocí minimálního množství vibrací, v tzv. normálním vibračním módu. Zde platí, pokud je N počet atomů v molekule, má molekula $3N$ stupňů volnosti (x_n , y_n , z_n). Tento počet stupňů volnosti je však přidělen translačnímu, rotačnímu a vibračnímu pohybu. Translační a vibrační pohyb má 3 stupně volnosti, rotační může mít 2 nebo 3 stupně volnosti. Dva stupně má lineární molekula (během rotace kolem osy procházející spojnicí atomů nedochází k přemístování molekuly v prostoru). Nelineární má opět 3 stupně. V tabulce 3 je znázorněn počet stupňů volnosti jednotlivých pohybů.[10][11][15]

Tabulka 3. Stupně volnosti [9]

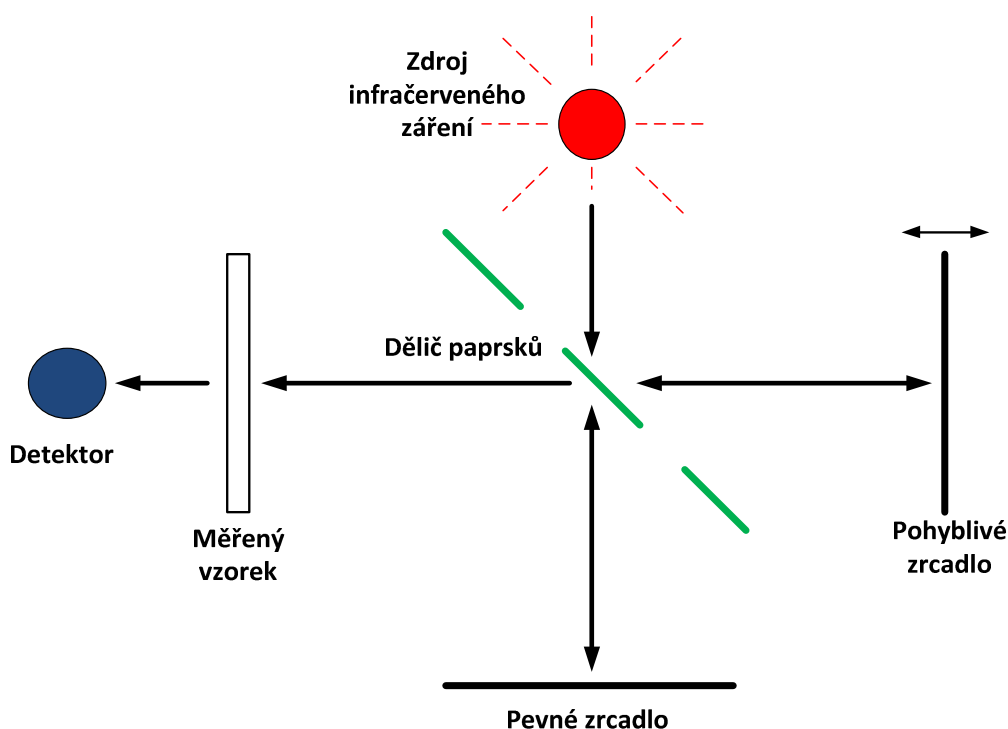
Druh stupňů volnosti	Lineární	Nelineární
Translační	3	3
Rotační	2	3
Vibrační	$3N-5$	$3N-6$
Celkem	$3N$	$3N$

2.4 FTIR spektrometrie

FTIR spektrometrie je dnes velmi používaný způsob měření infračervených spekter. V této části bude popsán princip funkce FTIR spektrometru a způsoby měření s ním.

2.4.1 Interferometr a interferogram

Interferometr je základní stavební prvek každého FTIR spektrometru. Základní interferometr používaný v IR spektroskopii je Michelsonův interferometr. Jeho schéma je na obr. 7.



Obr. 7 Schéma Michelsonova interferometru [8]

Zdroj IR záření, což je keramická tyčinka schopná emitovat spojité infračervené spektrum, vyšle světelný paprsek do děliče, kde se paprsek rozdělí na dva v poměru 50 % na 50 %. Dělič paprsků je složen z destičky bromidu draselného, na kterém je nanesena tenká vrstva germania. Paprsky z děliče míří do zrcadel, z nichž je jedno pohyblivé a druhé pevné. Od těchto zrcadel se paprsek odrazí zpět do děliče, kde se oba paprsky rekombinují zpět v jeden. Paprsky se mohou rekombinovat konstruktivně či destruktivně. Při konstruktivní rekombinaci dojde k tomu, že výsledný paprsek je součtem amplitud odražených paprsků. K

tomu může dojít, jen pokud je rozdíl drah obou paprsků celistvým násobkem vlnové délky. Pokud však intenzita paprsku po rekombinaci je menší, než intenzita jednoho či druhého paprsku vstupujících zpět do děliče, nastala destruktivní rekombinace.[9][10]

Platí že:

$$\delta = n \cdot \lambda \text{ [cm]} \quad (10)$$

Kde:

δ – optický dráhový rozdíl interferometru [cm]

n – 0,1,2,3...(celé číslo)

λ – vlnová délka [cm]

[8] [9][11]

Poté míří rekombinovaný paprsek dále do měřeného vzorku, kterým projde nebo se od něj odrazí (v závislosti na použité technice měření) a je změřen detektorem. Na detektory pro střední část infračerveného spektra se používá pyroelektrický přístroj z polysyntetického deuterium triglycin sulfátu (DTGS), který je umístěn v tepelně odolném skle. Citlivější detektory se vyrábějí z telluridu rtuti-kadmia (MCT). Ty se ale musí chladit. Z jednoho takového měření vznikne interferogram. V FTIR se měří více různých frekvencích najednou, takže vznikne více interferogramů, z nichž se pak pomocí softwaru využívající Fourierovu transformaci vytvoří infračervené spektrum.[9]

2.4.2 Fourierova transformace

Fourierova transformace je matematická metoda pojmenovaná po jejím objeviteli Jozefu Fourierovi. Ten ukázal, že funkce jako sinus nebo kosinus mohou být superponovány pomocí různých matematických funkcí (např. obyčejnými x,y nákresy) a naopak. Pomocí toho je možné průběhy jednotlivých interferogramů převést na spektrum či naopak. Převod mezi interferogramem na spektrum je znázorněno na obr. 8. Zde je vidět, že jeden interferogram se sinusovým průběhem o určité frekvenci vytvoří ve spektru čáru. Na ose x se změni základní jednotky z cm na cm^{-1} . Pokud se takových interferogramů o rozdílných frekvencích složí vedle sebe více, vznikne spojité spektrum. Zde jsou 2 základní rovnice popisující vztah mezi intenzitou dopadajícího záření, které je funkcí optického dráhového rozdílu interferometru a intenzitou, jež je funkcí vlnočtu a naopak. Těmto rovnicím se říká Fourierův transformační pár. [13]

$$I(\delta) = \int_0^{+\infty} B(w) \cos(2\pi w \delta) dw \quad (11)$$

kde:

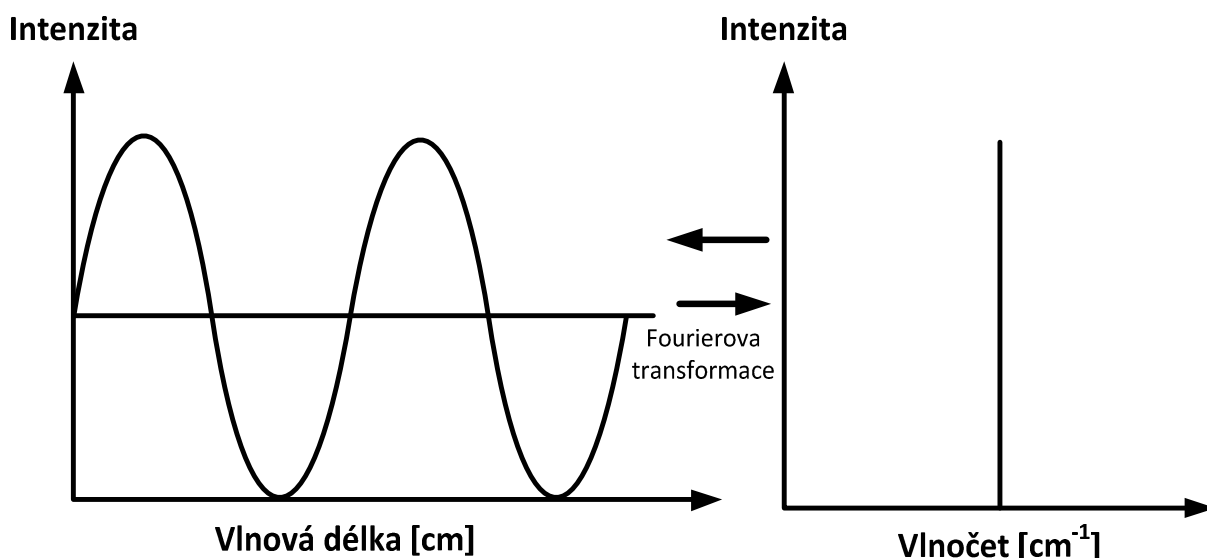
$I(\delta)$ – intenzita jako funkce δ

$B(w)$ – intenzita jako funkce w

δ – optický dráhový rozdíl interferometru[cm]

$$B(w) = \int_{-\infty}^{+\infty} I(\delta) \cos(2\pi w \delta) d\delta \quad (12)$$

[9]



Obr. 8 Ilustrace vztahu mezi spektrem a interferogramem[8]

V dnešních FTIR spektrometrech se používá rychlá fourierova transformace. V porovnání s klasickou Fourierovou transformací je počet matematických operací drasticky snížen, takže jsou výpočty o mnoho rychlejší. [13]

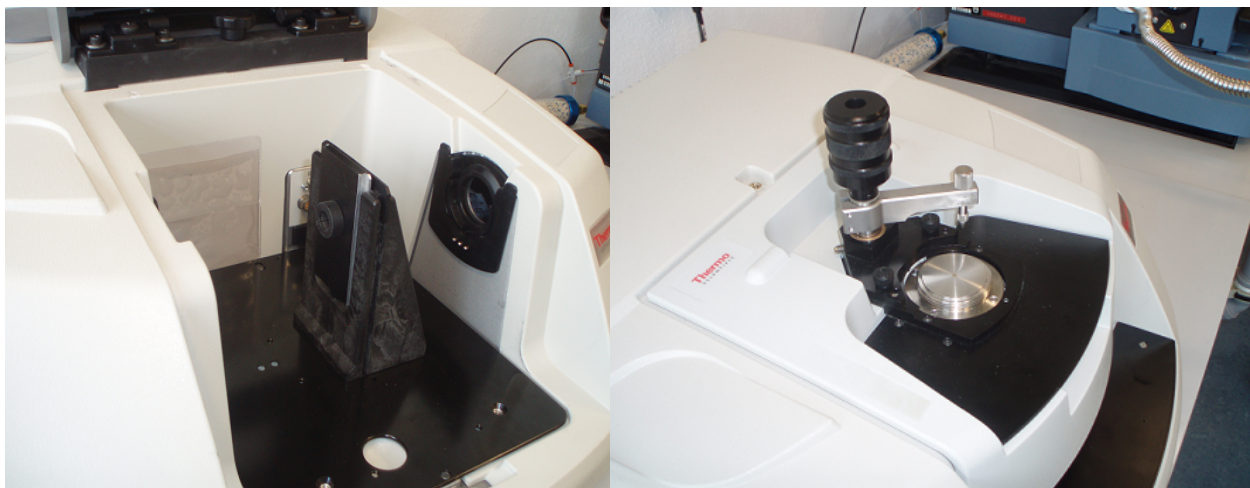
2.4.3 Měřicí metody používané v FTIR

Pro získání kvalitního spektra je velice důležitá volba správné měřicí metody. Může se stát, že zvolíme metodu, která je zbytečně složitá a zdoluhavá. V FTIR spektrometrii jsou 2 širší skupiny měřících metod – metody transmisní a odrazové. [8]

1) Transmisní metoda

Transmisní metoda je nejstarší používaná metoda v infračervené spektroskopii. Při měření transmisní metodou vyslaný infračervený paprsek prochází přímo přes vzorek na detektor. Pomocí transmisní metody lze měřit plynné, kapalně i pevné vzorky. Mezi výhody

patří nižší cena pomůcek potřebných k realizaci měření než je tomu u reflexních metod, dlouhá tradice měření touto metodou a s tím spojené zkušenosti (cca 50 let) a kvalita naměřených spekter. Mezi největší slabinu pro transmisní techniku patří problém neprůhlednosti materiálu. Pokud materiál absorbuje příliš mnoho záření, na detektor se již skoro žádné nedostane. Toto se řeší zužováním měřených vzorků. To ale může být velmi náročné, zvláště u pevných vzorků. Nástavec pro měření transmisní metodou umístěný ve spektrometru je na obr.9a). [9][10]



a) *Transmisní nástavec*

b) *ATR nástavec*

Obr.9 Transmisní a ATR nástavce

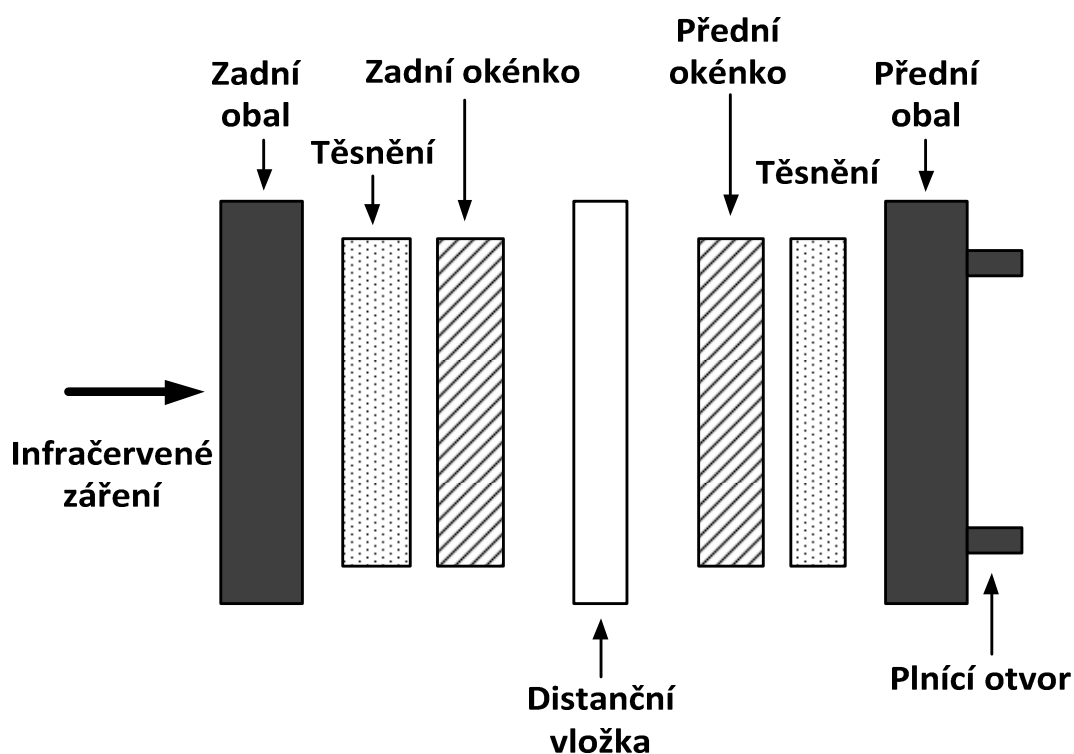
a) Měření plyných vzorků

Plyny mají nízkou hustotu, a proto musí být optická dráha procházející měřeným vzorkem delší než u jiných vzorků (alespoň 10 cm). Pro správné měření je také důležité mít plyn pod správným tlakem. Plyny se měří ve speciální kyvetě, která se skládá ze stěny tvořené sklem či kovem (mosazí) a IR propustným oknem. Přes něj do vzorku a následně ze vzorku prochází infračervené záření. Pro získání delší optické cesty materiálem se používají odrazové plynové kyvety. Ty mají na koncích zrcadla odrážející infračervené záření tam a zpět. Paprsek se dostane do detektoru až po několika odrazech. V komorách se 40 -100 odrazy může být optická dráha až 120 m. [9][10]

b) Měření kapalných vzorků

Kapaliny nepotřebují příliš velkou přípravu na měření. Pokud je kapalina stálá, její film lze nanést mezi 2 části IR propustného materiálu, který by měl být z nereaktivního materiálu (BaF₂ nebo diamant). Většina kapalin však hodně absorbuje, a proto se musí rozpustit v rozpouštědle. Voda se jako rozpouštědlo příliš nehodí, protože má intenzivní

absorpční pásy, jež se mohou překrývat s absorpčními pásy měřeného vzorku. Místo vody se může použít oxid těžkého uhlíku (D_2O). Jako další rozpouštědla používali látky na bázi uhlíku (CS_2 nebo CCl_4). Ty se dnes již moc nepoužívají kvůli jejich toxicitě. Kyvet pro měření je více druhů. Kyvety s pevnou délkou optické dráhy se hodí pro měření nestabilních kapalin, ale nedají se rozmontovat. To velice ztěžuje jejich čištění. Proto se spíše používají polopropustné kyvety, které se dají rozmontovat. Blokové schéma polopropustné kyvety je na obr. 10.



Obr. 10 Schéma polopropustné kyvety pro měření kapalin [9]

Distanční vložka kyvety je vyrobena z polytetrafluoroethylenu (teflon), a protože se vyrábí ve více tloušťkách, může být jedna kyveta použita pro měření s různými δ . Důležitá je také volba okének kvůli absorpční schopnosti. Musí být propustná pro části spektra, které budeme dále analyzovat. Nejlevnější používaný materiál na okénka je NaCl, používají se také KBr, CaF_2 , BaF_2 , KCl.[9] [10]

c) Měření pevných vzorků

Pevné vzorky se měří podle tří technik. Mohou se rozemlít na prášek, poté smíchat s vhodným IR propustným materiálem a slisovat do tablet. Můžeme je rozptýlit

ve vhodném suspendujícím materiálu (nujol atd.). Také se dají nanést jako tenký film. Příprava vzorku především závisí na vlastnostech konkrétního materiálu. Při výrobě tablet se materiál rovnoměrně smísí s vhodným materiálem (nejčastěji KBr) a slisuje se pod tlakem (cca 2 GPa). Pro tabletu stačí, když se smísí optimální množství měřeného materiálu (řádově miligramy) s 200 mg IR propustného materiálu. Při lisování tablet s KBr se musí postupovat rychle, jelikož absorbuje vodu z atmosféry a to nám může výsledné spektrum zkusit absorpčními pásy vody. Při používání tablet je také nebezpečí nehomogenity tablety či poškození krystalové mřížky při mletí.

Při rozptýlení vzorku v suspendujícím materiálu se nejdříve vytvoří suspenze a poté se tato suspenze přiloží mezi dvě okénka z IR propustného materiálu. Mezi vhodné kapaliny k vytvoření suspenze patří minerální olej (nujol) či fluorizovaný olej (fluorob). Jelikož mají tyto oleje své absorpční pásy, je vhodné rozdělit vzorek na dva a tyto poloviny suspendovat každou v jiném oleji. Poté spektra porovnat a vyloučit z nich absorpční pásy suspendujících olejů. Je opět důležité zvolit správný poměr suspendující látky a měřeného vzorku nebo může dojít k příliš malé či naopak příliš velké absorpci záření.

Některé polymery či vosky mohou být roztaveny a nanесeny jako tenký film na IR propustná okna. Některé vzorky jsou rozpuštěny ve vhodném rozpouštědle. Zde je ovšem důležité aby rozpouštědlo bylo schopno vytvořit tenký film. [9] [10]

2) Reflexní metody

Pevné vzorky, které lze jen obtížně změřit transmisní metodou, se mohou změřit pomocí reflexních metod. Jak je již z názvu patrné, na detektor bude dopadat odražený paprsek od povrchu měřeného materiálu. Tato část je zaměřená na 3 nejpoužívanější metody, metodu zrcadlového odrazu (spektrální reflexe), na metodu zeslabené totální reflexe (ATR–attenuated total reflectance) a na metodu difúzní reflexe (DRIFTS – diffuse refraction spectroscopy).

a) Metoda spektrální reflexe

Metoda spektrální reflexe je nedestruktivní metoda založená na odrazu záření od povrchu vzorku. Úhel odrazu záření by se měl rovnat úhlu dopadu. Intenzita odraženého světla závisí kromě úhlu dopadu i na indexu lomu, povrchu vzorku a absorpční schopnosti. Podle druhu vzorku se měří dvěma způsoby.

První způsob využívá přímého odrazu od povrchu vzorku. Většina materiálů odráží 5 - 10% dopadajícího světla. V oblastech se silnou absorpcí se však odráží světla více. Jelikož je výsledné spektrum odlišné, musí se na něj aplikovat Kramers – Kronigova transformace. Pomocí ní se spektrum převede na klasické způsoby zobrazení spekter s %Transmitancí či

absorbancí na ose y.

V druhém způsobu paprsek projde tenkým filmem z měřeného materiálu a odrazí se od neabsorbujícího podkladu. Pro prodloužení dráhy paprsku ve vzorku se měří pod úhlem 65°–85°. Tato technika je určena především pro kapalné vzorky. Materiály jako polymery či vlákna musí být roztaveny nebo stlačeny na odrazovou destičku a až poté měřeny.[9] [10]

b) Metoda zeslabeného úplného odrazu- ATR(Attenuated total reflectance)

ATR využívá jednoduchého nebo vícenásobného odrazu na rozhraní měřeného vzorku a měřícího krystalu. Přes měřící krystal s vysokým indexem lomu projde záření na vzorek pod úhlem odpovídajícímu podmínce totálního odrazu. Záření pronikne řádově několik mikrometrů do měřeného vzorku a může být vzorkem absorbováno, viz obr. 11. Hloubka průniku záření do materiálu se vypočte podle vztahu (12).

$$d_p = \frac{\lambda}{2\pi n_k \sqrt{\sin^2 \theta - (n_v / n_k)^2}} \quad (13)$$

Kde: d_p – hloubka průniku[μm]

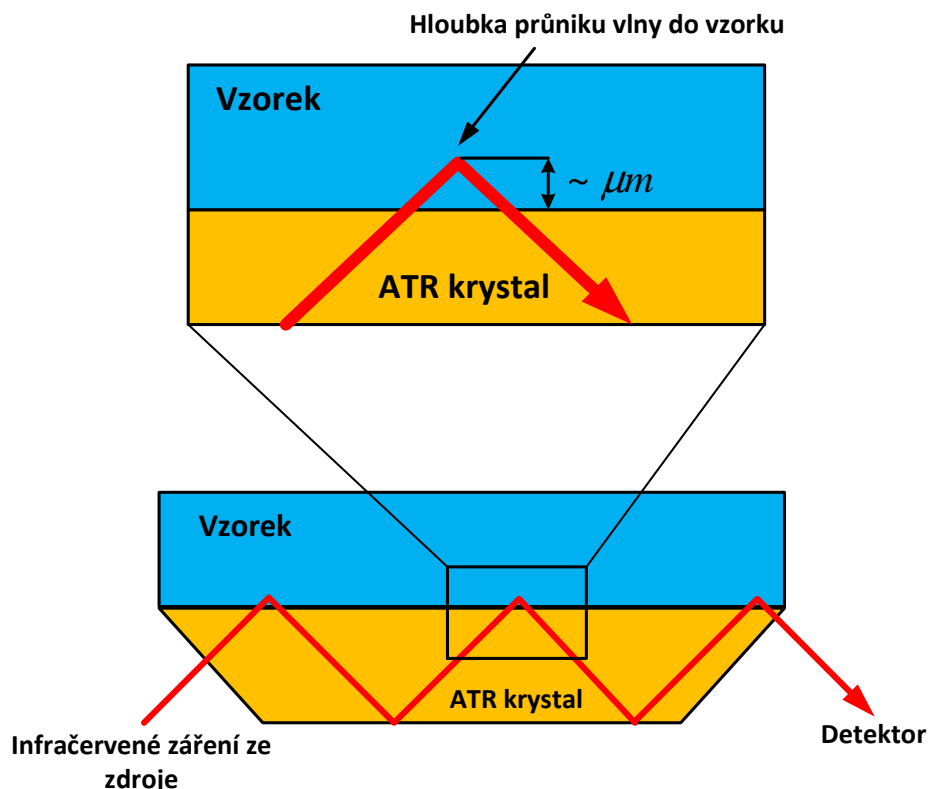
λ – vlnová délka [-]

n_v – index lomu vzorku [-]

n_k – index lomu krystalu [-]

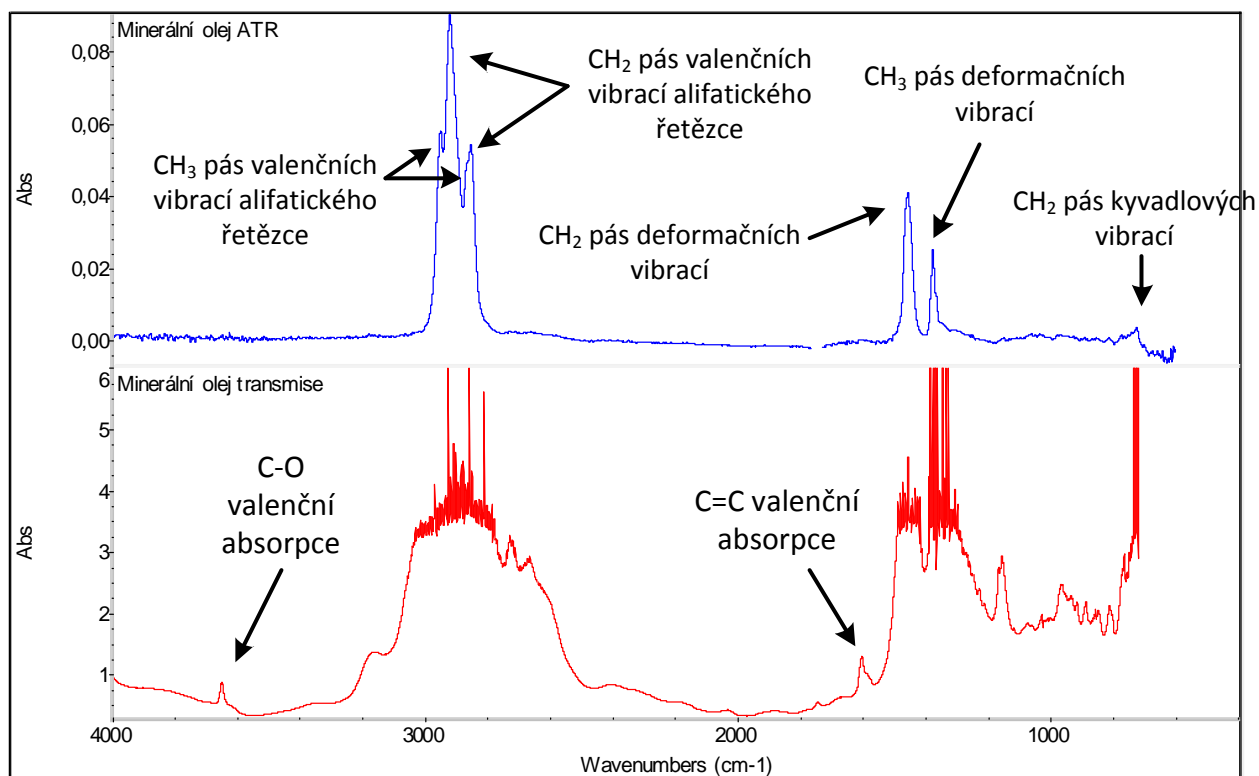
θ – úhel dopadu na fázovém rozhraní [°][14]

Ze vztahu (13) je patrné, že průnik je hlubší při větších vlnových délkách. Absorbovaná složka záření se po odrazu oslabí a můžeme ji následně vyčíst z naměřeného spektra. Jako materiál na měřící krystal se podle druhu měřeného vzorku používá germanium, silikon, bromidid (KRS-5), AgCl, ZnSe nebo diamant. Důležité je krystaly po měření očistit vodou, alkoholem nebo zředěnými kyselinami, protože některé měřené látky mohou na krystalu zanechat stopy a zkreslit měření. ATR měřící nástavec s ZnSe krystalem ve spektrometru je na obr.9b)



Obr. 11 Průnik světelné vlny do vzorku při měření s ATR [14]

Metodou ATR můžeme měřit širokou paletu vzorků. Je dobrá na měření nátěrů, lepidel, vláken, past, tkanin, plastů, filmů atd. ATR však měří pouze tenkou vrstvu povrchu materiálu, takže se nehodí pro měření směsí materiálů, kde je malá koncentrace jedné ze složek. Ve srovnání naměřených spekter minerálního oleje pomocí transmisní a ATR metody z obr. 12 vyplývá, že transmisní metoda (dole) je citlivější. Slabší absorpční pásy značící úroveň stárnutí nejsou při měření metodou ATR viditelné. Transmisní metoda je citlivější, protože dráha paprsku v měřeném materiálu delší. Nevýhoda této citlivosti je totální absorpce záření v místech se silnou absorpcí. Hodnoty absorbance dosahují na stupnici až na číslo 6 na rozdíl od hodnoty 0,1 při měření s ATR. Doporučená maximální hodnota na stupnici absorbance je 2, při větších hodnotách jsou spektra zkreslená. [14][10]



Obr. 12 Srovnání metody ATR(nahoře) a transmisní metody (dole) při měření spektra minerálního oleje

c) Metoda difuzní reflexe - DRIFTS (Diffuse reflectance infrared fourier transform spectroscopy)

Metoda DRIFTS využívá rozptýleného odrazu záření od povrchu vzorku do více stran. Vzorek se může analyzovat přímo nebo může být rozemlet a smíchan s IR propustným materiálem (nejčastěji KBr). Z této směsi se slisuje tableta, která by měla obsahovat 5-15% měřeného vzorku. Lisování však není nezbytné, směs KBr s měřeným materiálem stačí dát do malé misky, která se vloží do měřícího přístroje. Protože výsledné spektrum závisí na velikosti částic vzorku, je důležité vzorek pečlivě rozemlít.

Při samotném měření se vzorek připevní do měřícího zařízení a vyšle se na něj IR záření. To pronikne pod povrch vzorku, odkud se odrazí do více směrů tzv. difúzním odrazem a dopadne na zrcadlo ve tvaru elipsy, které záření soustředí do detektoru. Tento princip je ilustrován na obr. 13. Lesklé a hladké povrchy se musí zdrsňt pomocí brusných papírů, aby mohly rozptylovat záření do více stran. Oproti jiným metodám je při měření s DRIFTS intenzita některých pásů menší. Toto se eliminuje použitím Kubelka-Munkových jednotek místo absorbance či %transmittance. Kubelka – Munkův model

ukazuje vztah mezi intenzitou spektra a koncentrací vzorku. [9][8][10]

Platí že:

$$(1-R)^2 / 2R=c/k \tag{13}$$

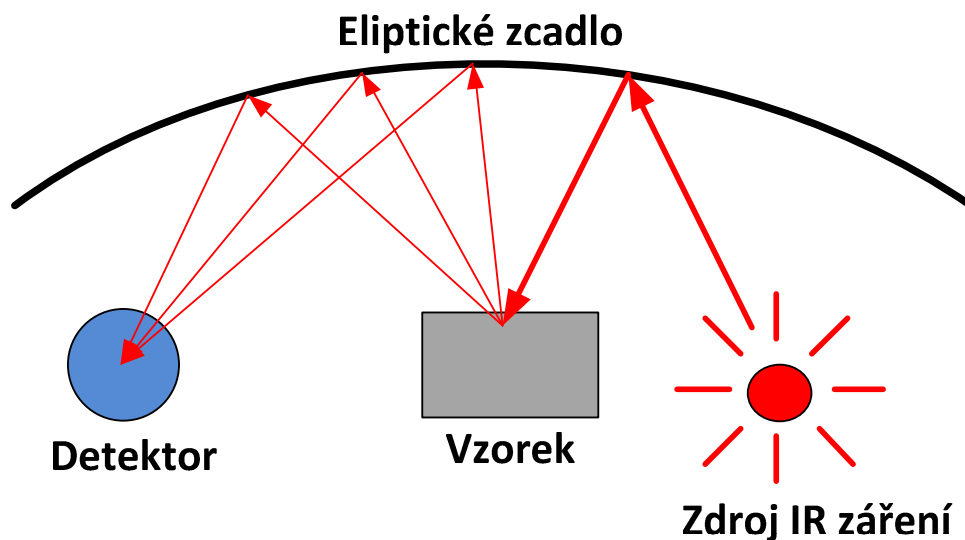
Kde:

R – absolutní reflektance[-]

c – koncentrace vzorku [-]

k – molární absorpční koeficient[cm²/mmol] [9]

Pomocí DRIFTS se měří tuhé, především práškové vzorky. Výhodou je, že pro měření stačí jen malé množství měřeného vzorku.



Obr.13 difuzní reflektance při měření s DRIFTS

3. Knihovna naměřených infračervených spekter

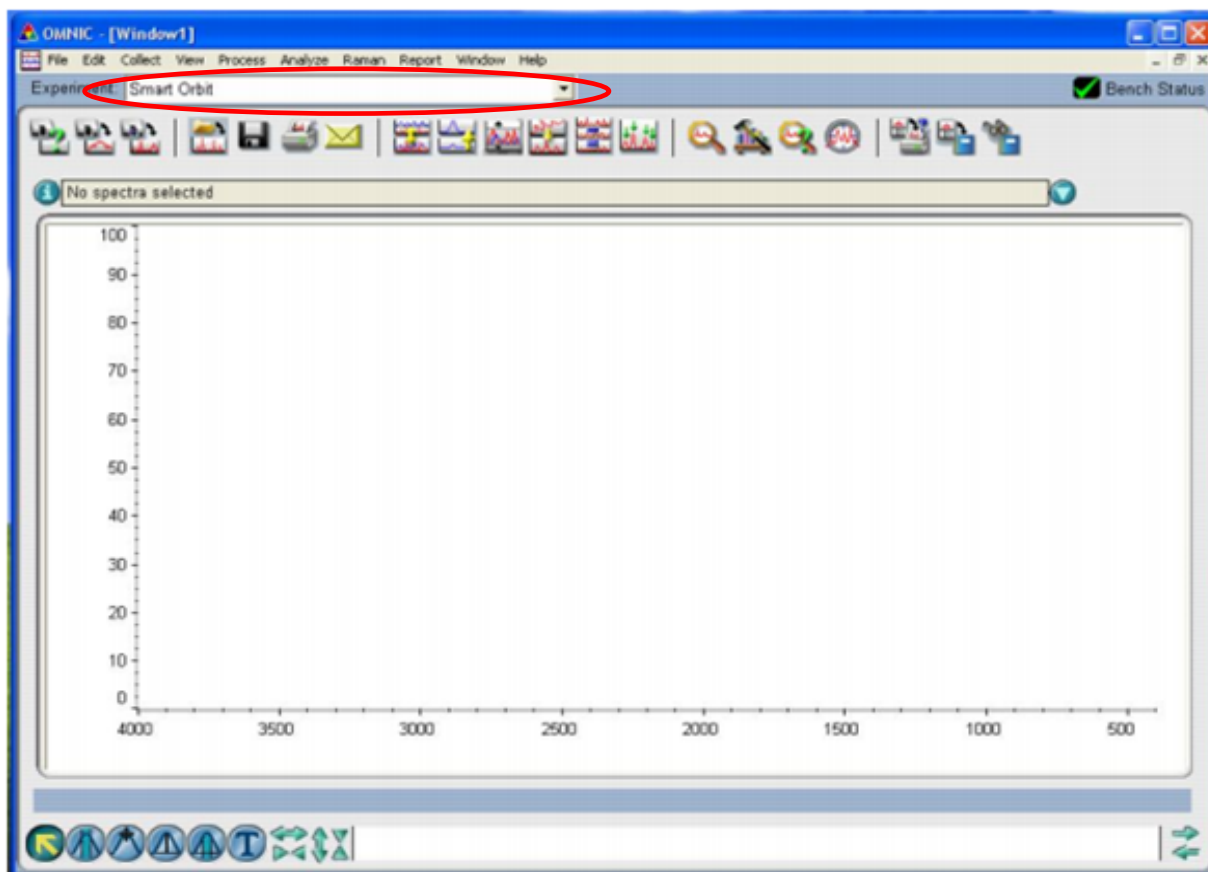
Knihovny infračervených materiálů slouží k indentifikaci neznámých infračervených spekter. Identifikace probíhá tak, že se naměřené spektrum pomocí měřicího softwaru srovná se známými spektry v knihovně

3.1 Postup měření vzorků infračervenou spektroskopií

V této práci byly měřené vzorky měřeny na spektrometru Nicolet 380 a naměřená data byla zpracována programem Omnic. Na začátku měření se umístí do kyvetového prostoru vhodný měřicí nástavec (ATR či transmisní nástavec) a do něj se vloží měřicí krystal nebo kyveta (při měření metodou ATR se používal ZnSe a diamant). Před a během samotného měření je důležité mít zapnuté profukování dusíkem kvůli minimalizaci vibračních pásů ze vzduchu (hlavně CO₂ a vodní pára).

3.1.1 Nastavení experimentu

Pokud je spektrometr připraven na měření, na ovládacím počítači pustíme program Omnic. Dialogové okno programu Omnic je na obr.14. Pro měření je nejdůležitější položka collect, kde jsou volby týkající se měření. Pro následnou analýzu spekter se volí položka analyze.

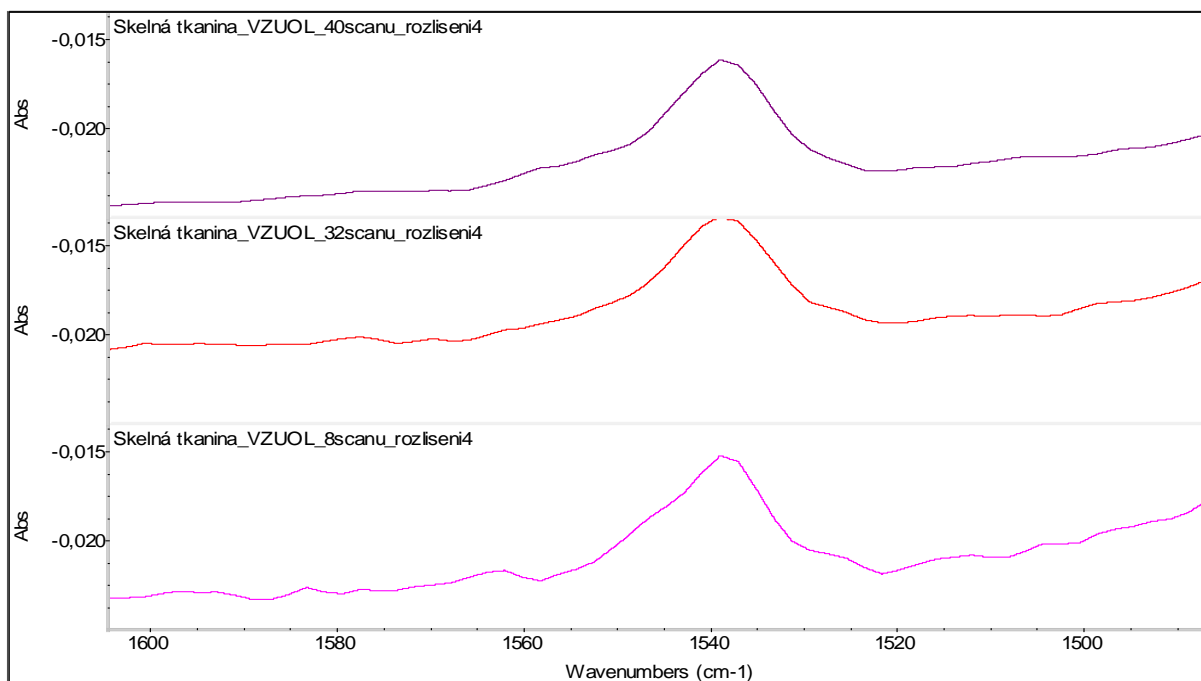


Obr. 14 okno programu omnic

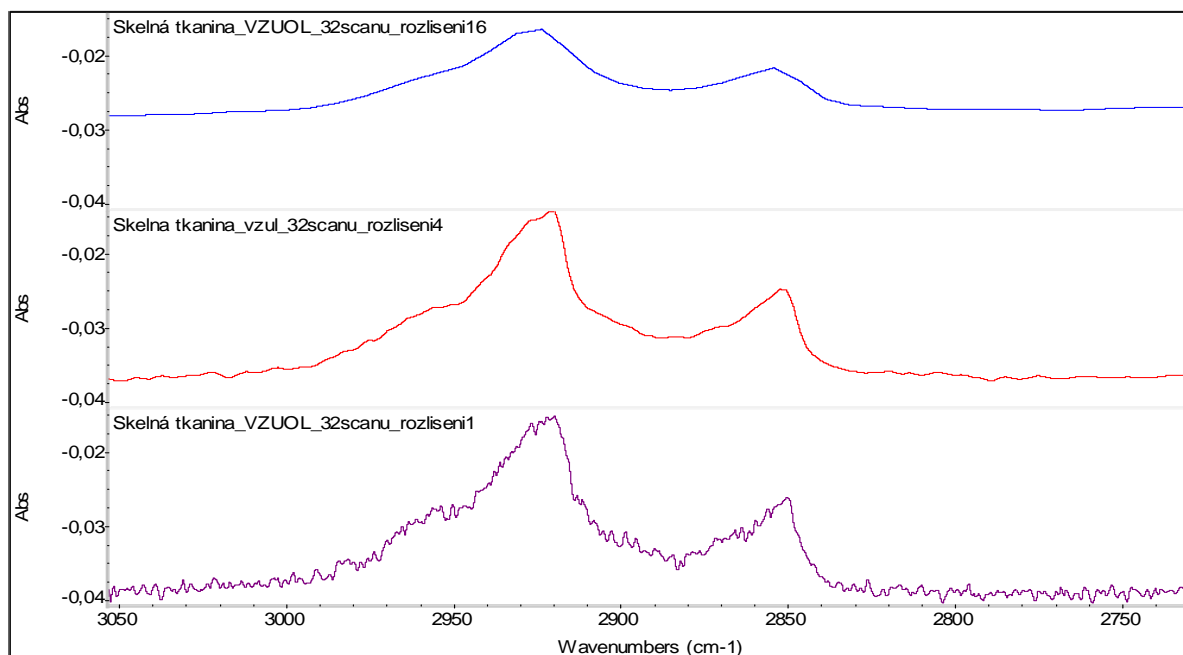
Před samotným měřením je důležité nastavit v programu Omnic druh měřicí metody a měřícího krystalu. Tyto možnosti se nastavují v červeně zakroužkovaném okénku na obr 14. Z hlediska optimalizace měření je důležité zvolit správné rozlišení a celkový počet snímků. Vliv rozdílného počtu snímků a rozlišení na naměřených spektrech skelné tkaniny je znázorněn na obr 15 a 16 (jako optimální hodnoty se ukázalo 32 snímků a rozlišení 4).

Počet snímku spektra určuje, z kolika po sobě jdoucích snímků se zprůměruje výsledné spektrum. Při srovnání 40 (nahore), 32 (uprostřed) a 8 (dole) snímků na obr 14 je vidět, že při větším počtu snímků je průběh hladší. Nevýhoda většího počtu snímků je delší doba měření.

Rozlišení spektra určuje schopnost spektrometru rozlišit blízko sebe ležící spektrální pásy. Na obr. 15 nahore je spektrum změřené s rozlišením 16, pod ním spektrum s rozlišením 4 a dole je spektrum změřené s rozlišením 1. Z obrázku vyplývá, že spektrum změřené pod vyšším rozlišením má hladší průběh, ale jeho absorpční pásy jsou slabší a některé menší jsou hůře rozeznatelné.



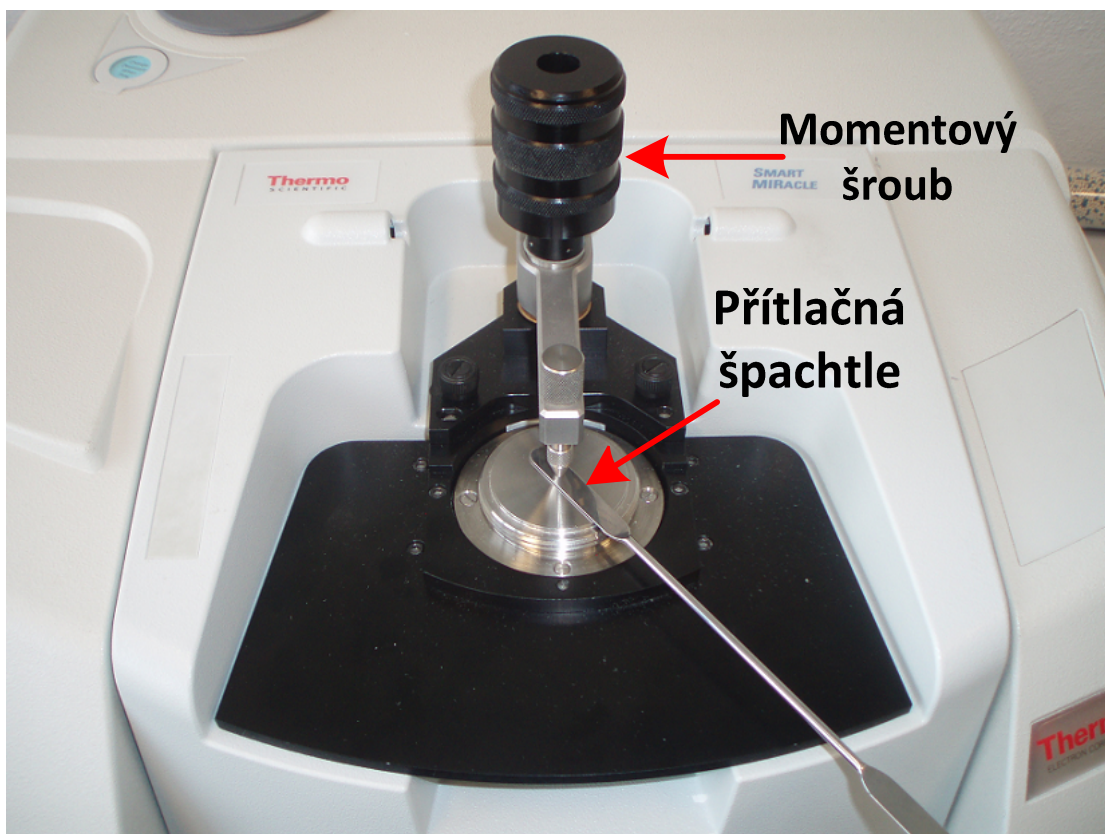
Obr. 15 Vliv počtu snímků na naměřené spektrum



Obr. 16 Vliv rozlišení na měřené spektrum

Vzorky na obrázcích 15 a 16 byly změřeny metodou ATR pomocí ZnSe krystalu. Měření s ATR bude popsáno v následující části textu, protože naměřená spektra v knihovně byla měřena právě touto metodou.

Na začátku měření se nejdříve změří spektrum pozadí a poté se přitlačí vzorek pomocí momentového šroubu k měřicímu krystalu, viz obr. 17. Je důležité opatrně tlačít na vzorek, protože se může poškodit krystal pod ním (především ZnSe krystal). Při měření materiálů ve formě prášku či měkkých úlomků se mezi šroub a vzorek vloží kovová špachtle (na obr17), která rozprostře tlak na větší plochu. Poté následuje samotné měření a analýza IR spekter. O spektrální analýze se dále pojednává v kapitole 5.



Obr. 17 Uchycení vzorku v ATR nástavci pomocí momentového šroubu a přítlačné špachtle

3.2 Druhy, vlastnosti a použití měřených materiálů

S ohledem na zadání práce bylo měření provedeno na vzorcích z elektroizolačních materiálů. Materiály jsou rozděleny podle teplotních tříd a podle toho umístěny do tabulek. Tyto tabulky jsou v příloze 1. Kromě názvu materiály obsahují tabulky také popis základních vlastností a příklady použití. Všechny zde uvedené materiály byly změřeny a jejich spektra jsou uložena v knihovně programu Omnic ve školní laboratoři.

4. Identifikace infračervených spekter

Identifikace funkčních skupin neznámého materiálu je jedním z hlavních přínosů FTIR spektrometrie. Existují dvě cesty k identifikaci materiálu. Naměřené spektrum se může porovnat se spektry uloženými v knihovně měřicího softwaru nebo se mohou analyzovat jednotlivé absorpční pásy.

4.1 Identifikace materiálu podle knihovny infračervených spekter

Pro přesnou identifikaci materiálu je důležité mít obsáhlou knihovnu IR spekter. Existuje pět způsobů, jakými Omnic srovnává neznámé spektrum s knihovnou. Při srovnání na základě korelace hledá program spektra, u kterých se shodují nejintenzivnější pásy. Volba korelace je doporučena pro nejvíce aplikací.

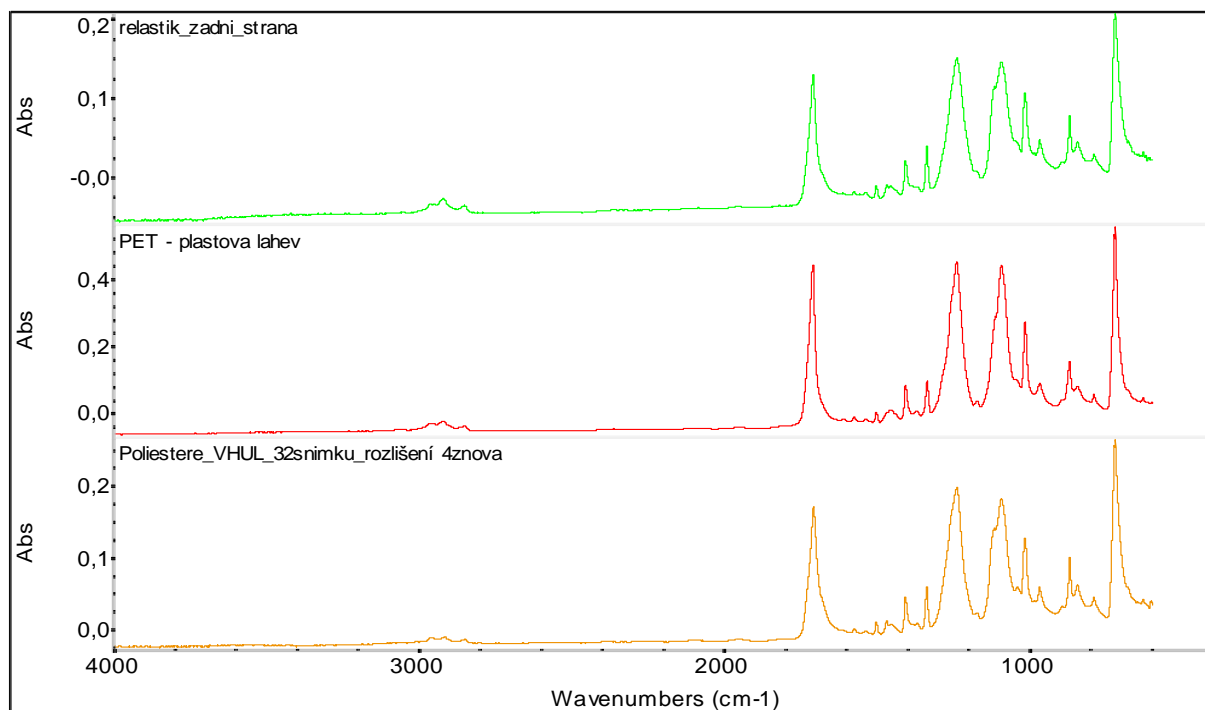
Pokud zvolíme absolute difference, budou mít malé změny ve spektru větší vliv. Protože zde mají tím pádem velký vliv i malé nečistoty obsažené v materiálu, tak se spektra zpravidla méně shodují než je tomu u jiných metod.

Další možnost srovnávání je square difference. Při ní jsou nejvíce zohledněny velké absorpční pásy. Tato metoda je vhodná pro analýzu spekter obsahujících hodně šumu.

Srovnání podle absolute derivative upřednostňuje pozici absorpčních pásů před jejich intenzitou. Je užitečná pro identifikaci spekter s šikmou základnou.

Poslední možnost vyhledávání je square derivative. Zde je upřednostněna šířka a tvar pásu. Tato možnost je nejlepší pro analýzu spekter nízké kvality.

Identifikace materiálu podle knihovny infračervených spekter je demonstrována na elastikové pásce. Každá její strana má jiný povrch, což naznačuje, že je složena z více materiálů. Nejdříve se s knihovnou srovná spektrum zadní strany pásky a poté spektrum přední strany pásky. Výsledky jsou na obr. 18

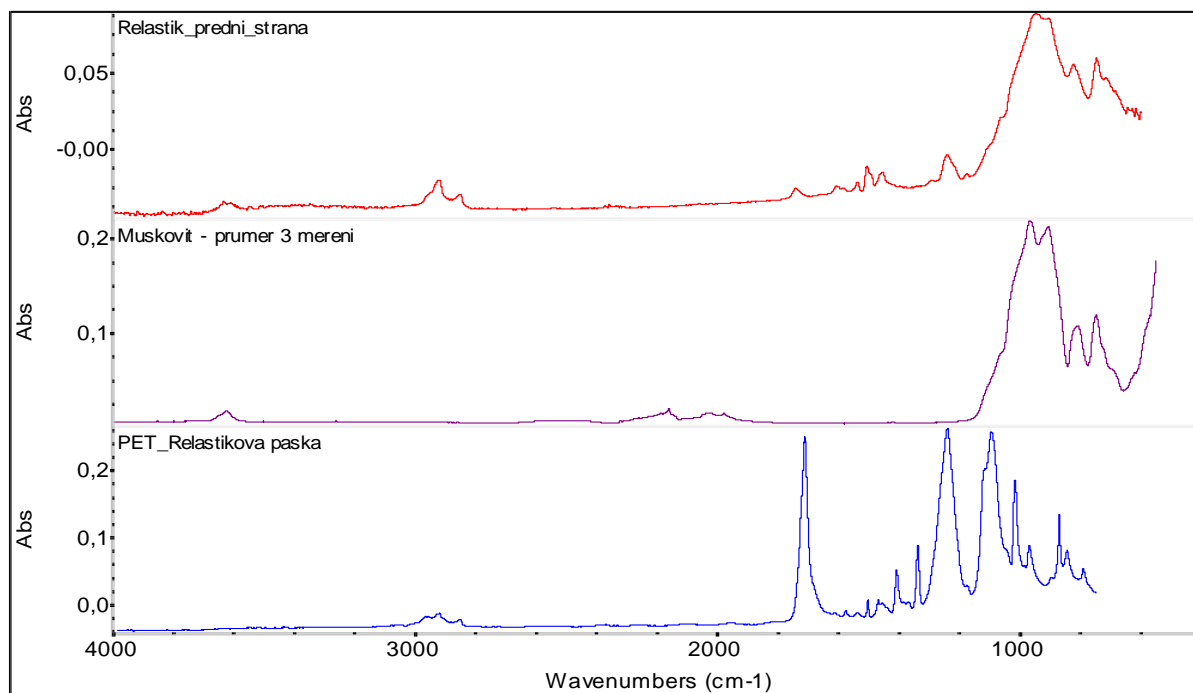


Obr. 18 Srovnávání zadní strany relastiku s knihovnou.

Na obr. 18 nahoře je infračervené spektrum zadní strany pásky. Pod ním jsou spektra, která se s naměřeným nejvíce shodují. Jsou to spektra PET lahve a polyesteru. Na základě velké shody můžeme usuzovat, že se jedná o PET pásku.

Infračervené spektrum přední strany pásky je na obr. 19 nahoře. Při srovnání s knihovnou byly hlavní absorpční pásy velmi podobné s muskovitem (spektrum uprostřed). Je zde viditelné mírné ovlivnění spektra nosnou PET páskou (spektrum dole), která ve spektru přední strany relastiku vytváří slabé absorpční pásy.

Při srovnávání s knihovnou může nastat situace, že naměřené spektrum se nebude shodovat s žádným spektrem uloženým v knihovně. V této situaci musíme identifikovat jednotlivé absorpční pásy.



Obr. 19 Srovnávání přední strany relastiku s knihovnou.

4.2 Identifikace materiálu podle absorpčních pásů

Jednotlivé funkční skupiny ve vzorcích absorbují jen v určitých oblastech (vlnočtech) spektra. Pokud je funkční skupina přítomna, musí být ve spektru všechny její absorpční pásy. Identifikace absorpčních pásů je však jen jedna část informací o látce. Používá se pouze pro určení funkčních skupin obsažených ve vzorku. Ke kompletní analýze neznámé látky je třeba použít i jiné analytické metody. Nicméně tvar a intenzita absorpčních pásů nám může napovědět o určitých vlastnostech látky. [17] [10]

Tvar absorpčního pásu

Tvar absorpčního pásu poskytuje informace o výskytu určitých funkčních skupinách a o čistotě materiálů. Čisté materiály mají absorpční pásy podobné Gaussově křivce. Odchylna v symetrii může znamenat existenci překrývajících se pásů, což naznačuje přítomnost dalších funkčních skupin. Také to může znamenat, že se jedná o sloučeninu. Široký absorpční pás může vypovídat o existenci vodíkové vazby nebo iontových funkčních skupin. Přítomnost krystalové mřížky mohou zase naznačovat zdvojené pásy. [10]

Intenzita absorpčního pásu

Intenzita absorpčního pásu vypovídá o koncentraci měřeného materiálu a o existenci určitých funkčních skupin ve vzorku. Např. skupiny, které velmi ovlivňují změnu dipólového

momentu, mají velice intenzivní absorpční pásy (karbonyl C=O) [10]

4.2.1 Struktura molekul

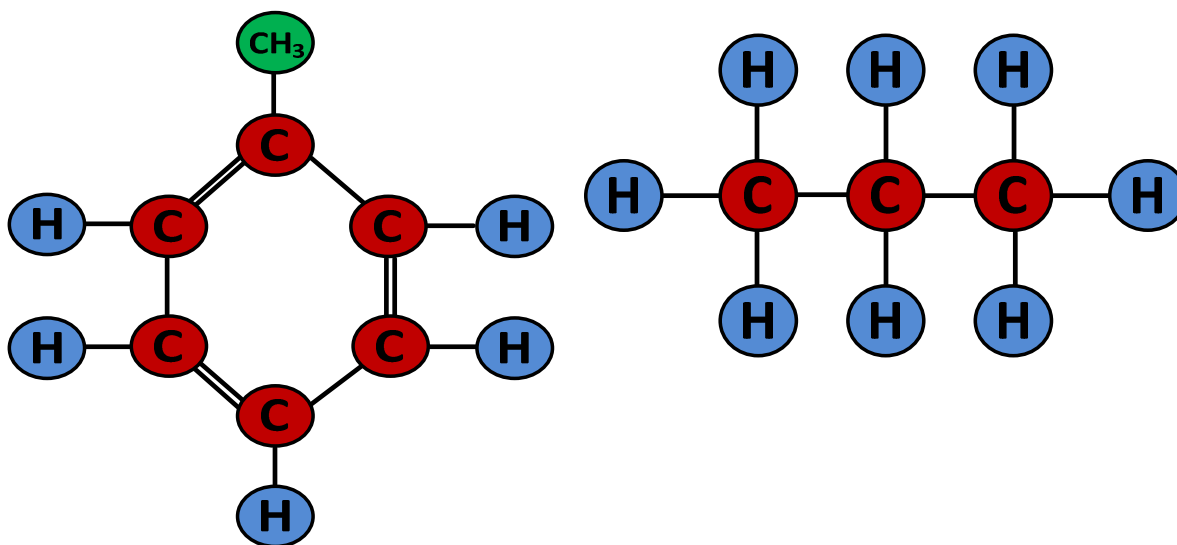
Intenzita a pozice absorpčních pásů závisí mimo jiné i na struktuře molekuly. V této části se objevují 2 základní typy struktury molekul.

Aromatická struktura

Aromatickou strukturu mají organické látky obsahující uhlíkové atomy seřazené do šestičlenného nenasyceného kruhu (benzenové jádro). Tento kruh je znázorněn na obr. 20 a), kde je aromatická struktura toluenu. Atomy uhlíku jsou střídavě spojeny jednoduchými a dvojnými vazbami. Tyto sloučeniny se začaly nazývat aromatické proto, že vydávají charakteristický zápach.

Alifatická struktura

V molekulách s alifatickou strukturou jsou atomy uhlíku spojeny do symetrických rozvětvených řetězců viz obr 20 b). Mohou být spojeny také do cyklických nearomatických řetězců (alicyklická struktura). Většina alifatických látek je hořlavá (metan, acetylen, propan atd.).



a) Aromatická struktura toluenu

b) Alifatická struktura propanu

Obr. 20 struktury molekul[15]

4.2.2 Hlavní absorpční regiony infračerveného spektra

Při analýze infračerveného spektra je vhodné rozdělit si spektrum do několika větších oblastí. Protože v oblastech vyšších vlnočtů se vyskytuje méně absorpčních pásů, je lepší začít

právě od nich. Celé spektrum je rozděleno do pěti základních regionů

1) OH-NH pás (hydroxylová skupina)

Hydroxylová skupina absorbuje v oblasti vlnočtů od 4000 do 2600 cm^{-1} . Produkuje široké absorpční pásy se středem kolem 3400 cm^{-1} . Vlastnosti vodíkové vazby může změnit tvar a pozici absorpčního pásu. O-H pás karboxylových kyselin je velmi široký se středem kolem 3400 cm^{-1} , zatímco voda v navlhle hlině má velice ostré pásy od 3700 do 3500 cm^{-1} . V regionu valenčních vibrací hydroxylové skupiny se také objevují N-H valenční vibrace se středem okolo 3350 cm^{-1} . N-H pásy jsou většinou strmější než O-H pásy. Absence absorpcí v tomto regionu ukazuje, že vzorek neobsahuje karbohydráty či proteiny. [10] [15]

2) C-H (uhlovodíková skupina a alkoholy) region valenčních vibrací

Uhlovodíky mají valenční absorpce v pásu 3150-3000 cm^{-1} . Jak je vidět na obr. 21, C-H valenční vibrace methylenové skupiny (CH_2) se vyskytují kolem 2925 cm^{-1} (nesymetrické vibrace) a 2850 cm^{-1} (symetrické vibrace). To koresponduje s methylovou (CH_3) skupinou, kde C-H valenční vibrace jsou blízko 2962 cm^{-1} (nesymetrické vibrace) a 2872 cm^{-1} (symetrické vibrace). Je tedy zřejmé, že asymetrické vibrace mají větší frekvenci než symetrické, proto se vyskytují ve větších vlnočtech. Rozdíly mezi vlnočty jsou také mezi nasycenými (C-H) a nenasycenými (C=C-H a aromatické prstence) uhlovodíky. Nasycené uhlovodíky mají valenční vibrace okolo 3000 cm^{-1} zatím co nenasycené uhlovodíky absorbují mezi 3150 a 3000 cm^{-1} . Silné uhlovodíkové absorpční pásy mají např. vosky, oleje a přírodní laky. [10] [15]

3) Oblast absorpce trojných vazeb

Oblast trojných vazeb spadá do rozmezí mezi 2500 cm^{-1} -1900 cm^{-1} . Protože se zde vyskytuje málo absorpčních pásů, jsou absorpce trojných vazeb většinou nezaměnitelné. V tomto regionu mají valenční vibrace nitrily ($\text{C}\equiv\text{N}$) ve vlnočtu 2240 cm^{-1} , alkyny ($\text{C}\equiv\text{C}$) v 2120 cm^{-1} a kolem 2265 cm^{-1} absorbují kyanáty ($\text{O}-\text{C}\equiv\text{N}$). Mezi látky obsahující trojné vazby patří kyanoželeznatan železitý a pruská modrá (typ barvy). [10] [15] [17]

4) Oblast absorpce uhlíkové dvojně vazby (karbonyl C=O)

Oblast absorpce karbolu je důležitá nejen z chemického hlediska ale i z hlediska interpretace spektra. C=O absorpce totiž tvoří velice intenzivní pásy mezi 1850 – 1540 cm^{-1} . Vlnočť absorpce karbonylu je velice závislý na obsažených substituentech. Např. v esterech karbonylové vazby absorbují kolem 1740 cm^{-1} , v ketonech kolem 1710 cm^{-1} a amid I absorbuje v 1650 cm^{-1} . Soli kyseliny karboxylové mají C=O nesymetrické valenční vibrace okolo 1650-1540. [17] [15] [10]

5) Oblast otisku prstu

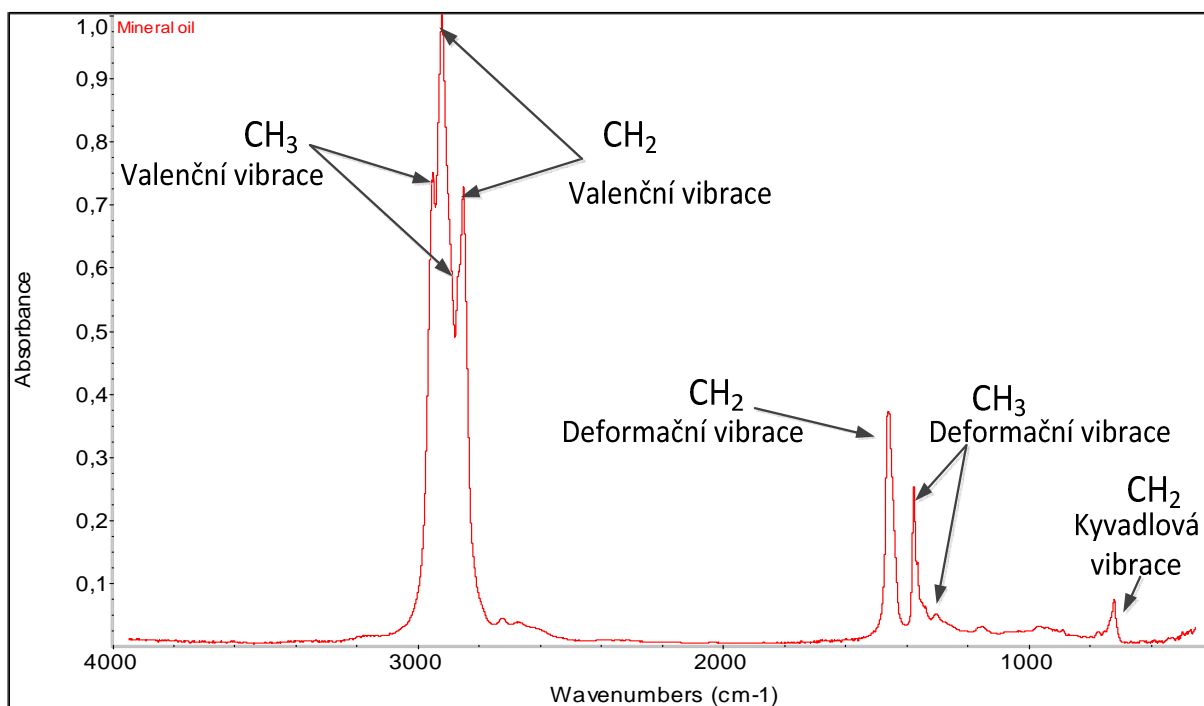
Oblasti otisku prstu obsahuje vlnočty od 1500 cm^{-1} do 500 cm^{-1} . Většina funkčních skupin v tomto regionu má absorpční pásy způsobené deformačními vibracemi. Oblast otisku prstu se velmi těžko interpretuje, protože je charakteristická pro molekulu jako celek. Pomocí srovnávání se spektrálními knihovny lze z této oblasti zjistit přítomnost konkrétní molekuly. Mimo deformačních vibrací se zde mohou vyskytovat i vibrace valenční např. vibrace C-O vazby u alkoholů a fenolů nebo ve sloučeninách uhlík plus halogen (C-F, C-Cl, C-Br, C-I). [17] [15] [10]

4.2.3 Základní funkční skupiny a jejich charakteristika

V této sekci jsou uvedeny charakteristiky a vlnočty základních funkčních skupin. Kompletní přehled funkčních skupin a jejich vlnočtů je uveden v příloze.

1) Nasycené Alifatické a Alicyklické uhlovodíkové sloučeniny

Nasycené uhlovodíky jsou běžně obsaženy v organických sloučeninách. Patří sem methyl (CH_3), methylen (CH_2) a methyn (CH). Jejich valenční vibrace se vyskytují v oblasti vlnočtů 3000 cm^{-1} až 2800 cm^{-1} . Ve spektru minerálního oleje z obr. 21 jsou vidět absorpční pásy methylu a methyleny. Methylová skupina zde produkuje 2 valenční vibrační pásy v 2963 cm^{-1} (asymetrické vibrace) a 2873 cm^{-1} (symetrické vibrace). Methylenová skupina produkuje intenzivnější pásy v 2926 cm^{-1} resp. 2850 cm^{-1} .



Obr. 21 Infračervené spektrum minerálního oleje

Deformační vibrace mohou velmi napovědět o základní struktuře látky. Např. silný absorpční pás methylen (1470 cm^{-1}) se slabším pásem methyly (1380 cm^{-1}) a pásem kyvadlové deformační vibrace methyleny (okolo 720 cm^{-1}) jsou znakem dlouhého lineárního alifatického řetězce. Pevné semikrystalické materiály jako např. parafin nebo včelí vosk mají ve spektrech ostřejší absorpční pásy, které se navíc rozdělují na dva. [15] [10]

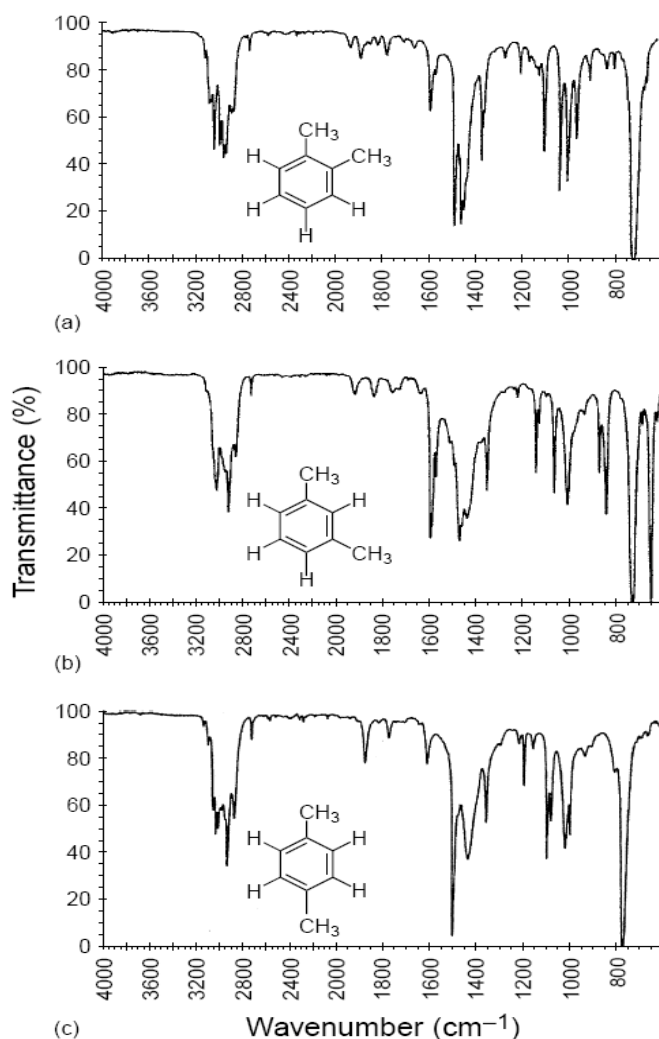
2) Nenasycené a aromatické uhlovodíky

Pokud se mezi vlnočty 3150 cm^{-1} a 3000 cm^{-1} vyskytují absorpce, je to téměř vždy znak přítomnosti nenasycené vazby C=C-H nebo aromaticity. Nenasycené uhlovodíky se poznají především podle absorpcí C-H vazeb. Vazba C=C vytváří o něco slabší absorpční pás. C-H deformační vibrace napovídají o pozici a prostorovém rozložení dvojné vazby.

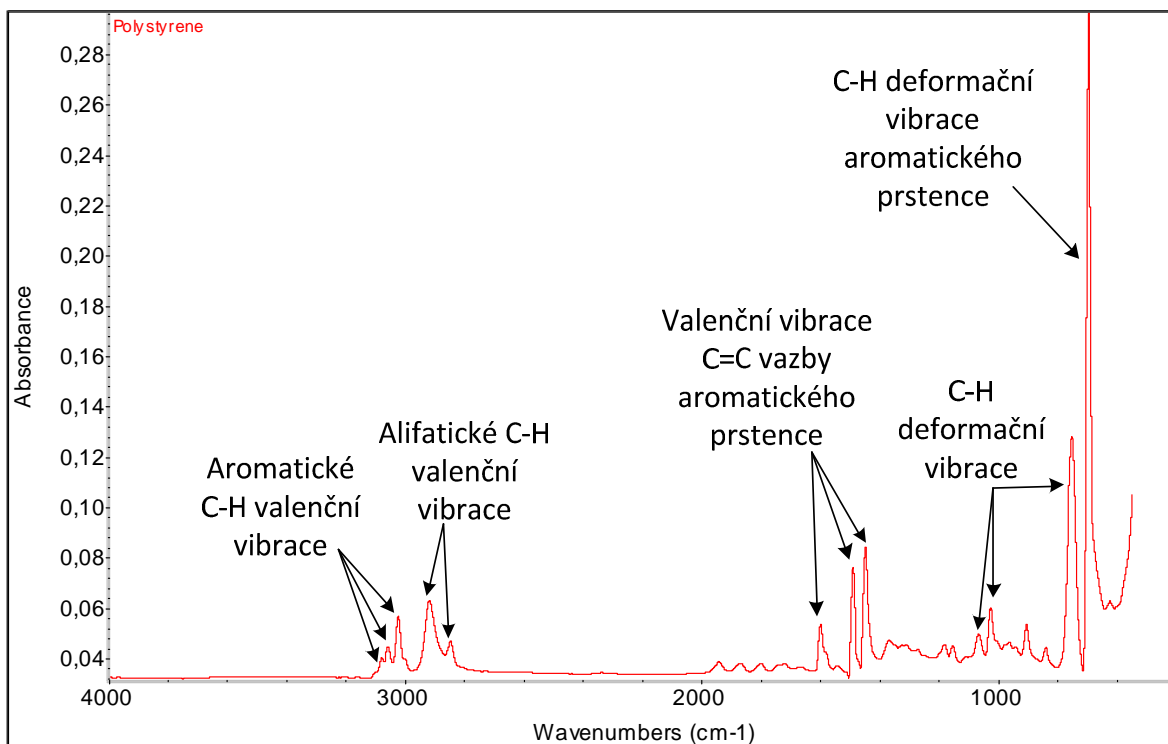
Aromatické C-H vibrace okolo 3000 cm^{-1} mají méně intenzivní absorpční pásy než vibrace alifatických řetězců (viz obr. 22). Struktura absorpčních pásů je dána počtem a pozicí C-H vazeb okolo aromatického řetězce a pozicí substituentů vázaných k molekule. O tom nejvíce vypovídá tvar pásu vibrací C=C vazeb aromatického řetězce vyskytující se mezi 1600 cm^{-1} a 1500 cm^{-1} .

Na obrázku 21 jsou srovnané 3 xylenové izomery. Nahoře je 1,2dimethylbenzen, uprostřed 1,3dimethylbenzen a dole 1,4dimethylbenzen. Na obrázcích je vidět, že při změně umístění methyly v benzenovém prstenci se zřetelně mění tvar absorpcí v již zmíněném pásmu 1600 cm^{-1} a 1500 cm^{-1} .

Na obr.23 je spektrum polystyrenu. Nejsilnější a někdy i



nejvíce informativní absorpce jsou *Obr. 22 a) 1,2dimethylbenzen, b) 1,3dimethylbenzen* v pásu mezi 1000 a 655 cm^{-1} . Zde se *c) 1,4dimethylbenzen* převzato z [10] vyskytují deformační vibrace aromatického C-H řetězce. Pokud se tyto pásy ve spektru nevyskytují, nejedná se o aromatickou molekulu. Vibrace způsobené interakcí C-C vazby se vyskytují okolo 1600 cm^{-1} a v mezi $1500\text{--}1400\text{ cm}^{-1}$. [15] [10]

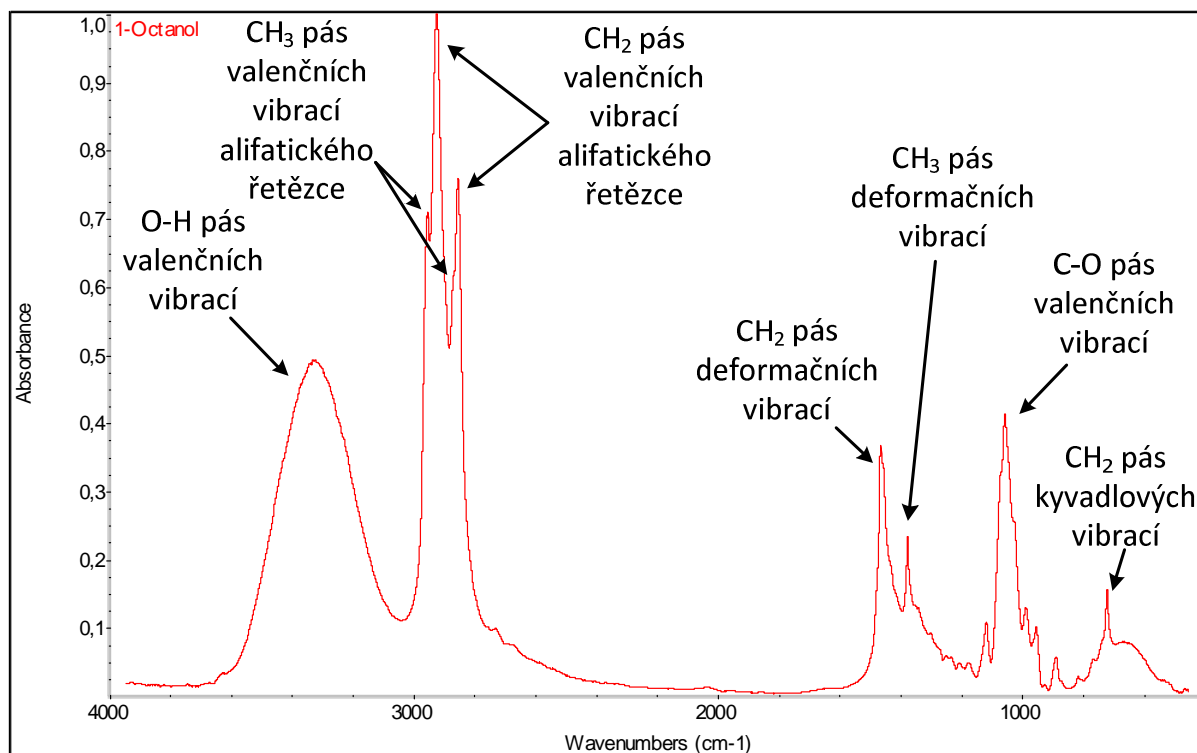


Obr.23 Infračervené spektrum polystyrenu

3) Alkoholy a hydroxyly

Hydroxyl (O-H) má jedny z nejdominantnějších absorpčních pásů. Ve většině prostředí se vodík nevyskytuje samostatně, ale je vázán na jiné atomy či molekuly obsahující hydroxylovou skupinu. Jako dopad tohoto vázání vodíku jsou širší absorpční pásy a nižší absorpční frekvence. Ve speciálních případech, kdy je atom vodíku izolovaný, jsou absorpční pásy užší a vyskytují se při větších frekvencích.

Alkoholy se vyskytují ve 3 třídách v závislosti na uhlíkovém substituentu. Když látka obsahuje jeden substituent, tak je to alkohol primární, dva substituenty sekundární a při třech terciální. Třidu alkoholu poznáme na spektru podle O-H a především podle C-O valenčních absorpcí. O-H valenční vibrace se v alkoholech vyskytují mezi 3600 a 3200 cm^{-1} a C-O absorpce nastává od 1260 do 1000 cm^{-1} . Slabší pás deformačních vibrací O-H je mezi 1420 až 1330 cm^{-1} . Infračervené spektrum primárního octanolu je na obr. 24. [15] [10]



Obr. 24 Infračervené spektrum 1-octanolu

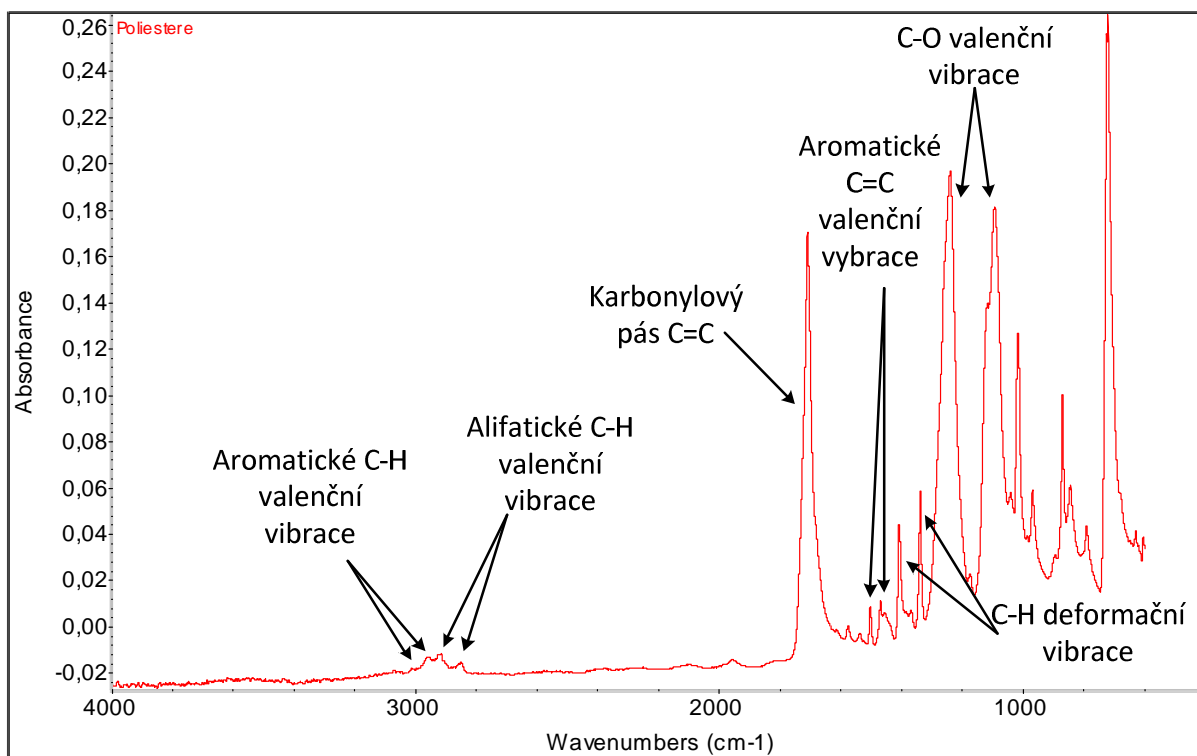
4) Amino sloučeniny

Stejně jako alkoholy se amino sloučeniny rozdělují na primární (NH_2), sekundární (NH) a terciální (N). Jako substituent se zde vyskytuje dusík. Infračervená spektra jsou velice užitečná při určování tříd amino sloučenin. Absorpce v primárních a sekundárních aminech se vyskytují v podobných vlnočtech. Sekundární aminy mají však v těchto vlnočtech navíc pásy heterocyklického N-H pásu a imino ($=\text{N-H}$) pásu. Celkově se N-H valenční absorpce primárních a sekundárních aminů pohybuje mezi 3500 a 3325 cm^{-1} , C-N valenční absorpce je mezi 1090 a 1020 cm^{-1} a N-H deformační absorpce od 1650 do 1550 cm^{-1} . Terciální aminy jsou velmi podobné éterům. K diagnostice slouží jen C-N absorpční pás mezi 1210 a 1150 cm^{-1} . [15] [10]

5) Karbonyl (C=O)

Absorpce C=O jsou velmi intenzivní. Je to tedy jeden z nejlépe identifikovatelných pásů v celém IR spektru, což je vidět na obr.25, kde je infračervené spektrum polyesteru. Valenční vibrace C=O se vyskytují v ketonech (1720 až 1690 cm^{-1}), esterech (1750 a 1730 cm^{-1}) a aldehydech (1740 a 1720 cm^{-1}). Sousední C-O valenční vibrace se v esterech a

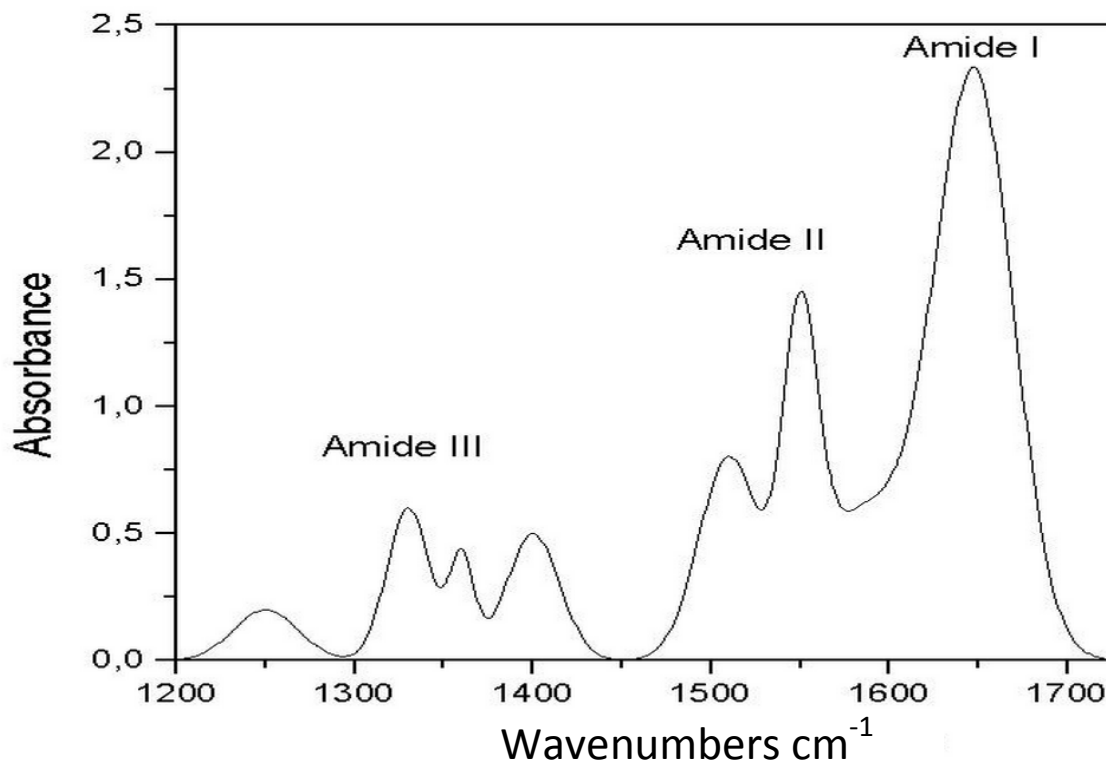
aldehydech se objevují od 1400 do 1000 cm^{-1} .



Obr. 25 Infračervené spektrum polyesteru

Další skupina látek obsahující karbonylové pásy jsou amidy. Amidy mají několik absorpčních pásů nazývaných se amid I, amid II a amid III. Infračervené spektrum amidu I obsahuje silný karbonylový absorpční pás okolo vlnočtu 1650 cm^{-1} . Pás amidu II se vyskytuje ve vlnočtu 1550 cm^{-1} . Ten je tvořen valenční absorpcí C-N a N-H skupiny. Amid III pás je způsoben C-H deformačními vibracemi vyskytujícími se blízko 1450 cm^{-1} . Amid I nejintenzivnější absorpční pás, zatímco amid III má nejméně intenzivní pás, viz obr 26.

V amidech se vyskytují také symetrické (3350 cm^{-1}) a asymetrické (3180 cm^{-1}) N-H vibrace. Díky přítomnosti vazeb vodíku s jinými prvky, je tento pás široký. Překrývají se tu pásy valenčních vibrací N-H, O-H a alifatického C-H řetězce. [15] [10]



Obr. 26 infračervené spektrum amidu, převzato z [17]

4.2.4 Vyhodnocení infračerveného spektra

Existuje několik základních kroků při vyhodnocování infračerveného spektra. V naměřeném spektru je lepší hledat určité vzory než analyzovat jednotlivé absorpční pásy. Funkční skupiny obsažené ve vzorku se totiž mohou překrývat (především v oblasti otisku prstu). Tvar a velikost absorpčních pásů nám však mohou napovědět. Vyhodnocení spektra by mělo proběhnout postupně podle následujících bodů

1) Prohlédnout si celkový vzhled spektra

Jak bylo řečeno na začátku kapitoly 4.2, tvar absorpčních pásů může o neznámém materiálu něco vypovědět. Již při prvním pohledu na IR spektrum lze přibližně odhadnout o jakou látku se jedná. Pokud je spektrum jednoduché a má jen několik absorpčních pásů, může jít o lehkou molekulární organickou nebo inorganickou sloučeninu jako např. jednoduché soli běžných molekul (karbonát, sulfát, nitrát, amonium atd.) nebo kovalentní částice (chloroform, dichlormetan, methanol, voda atd.). Velmi jednoduchá spektra mají i obyčejné polymery jako např. polyethylen a polytetrafluoroethylen.

Široké absorpční pásy naznačují, že se ve vzorku nachází vodíkové vazby. Tyto vazby mohou obsahovat molekuly vody, alkoholů, amoniové sloučeniny, amino sloučeniny a další.

Některé inorganické materiály kvůli obsahu vodíkových vazeb tvoří kombinaci širokých a úzkých pásů. Tyto pásy obvykle vypovídají o krystalické struktuře a symetrii molekuly. [15]

2) Určení přítomnosti uhlovodíků a organických materiálů

Absorpce v regionu mezi 3200 a 2700 cm^{-1} jsou charakteristické pro látky obsahující vodík a uhlík. Ty zde vytvářejí C-H valenční absorpční pásy. Jestliže jsou absorpce nad 3000 cm^{-1} , může se jednat o nenasycené uhlovodíky (obsahující C=C vazbu) nebo o aromatické látky. Absorpce pod 3000 cm^{-1} mohou vypovídat o tom, že látka má alifatickou strukturu. Pokud se zde navíc vyskytují absorpce v 1420 a 720 cm^{-1} , tak se pravděpodobně jedná o látku s dlouhými lineárními alifatickými řetězci. [15]

3) Určení přítomnosti hydroxy a amino skupin

Hydroxy a amino skupina dominují regionu od 3650 do 3250 cm^{-1} kde mají charakteristické absorpční pásy. Musíme si dát však pozor, v tomto pásu se také mohou vyskytovat valenční vibrace terminálních alkyňů, konkrétně skupiny C-H. Pokud se zde tyto alkyňy opravdu vyskytují, musí zde ještě existovat absorpce C \equiv C pásu v 2200 cm^{-1} . Výskyt dalších středně intenzivních pásů v rozmezích 1600-1300 cm^{-1} , 1200-1100 cm^{-1} a 800-600 cm^{-1} značí výskyt O-H absorpcí hydroxy skupiny (alkoholy). Tyto pásy mají velmi charakteristický tvar, takže se lehko rozeznávají. Relativně ostré absorpce nacházející se mezi 3670 a 3550 cm^{-1} většinou patří hydroxy skupině bez vodíkových vazeb. To značí přítomnost anorganických minerálů, kde se OH skupina nachází na povrchu nebo v krystalové mřížce látky a je připravena k interakcím s ionty nebo jinými skupinami. [15]

4) Zjištění, zda látka neobsahuje karbonylovou skupinu

Jestliže se ve spektru vyskytují absorpce mezi 1850-1650 cm^{-1} , značí to výskyt karbonylového (C=O) absorpčního pásu. Do tohoto pásu se mohou také vměšovat absorpce C=N (imino) a N=N (azo). Reaktivní karbonyly (anhydrát, kyselina halogenidová atd.) a organické karbonyly mají absorpční pásy od 1775 cm^{-1} výše. Jednoduché karbonylové sloučeniny (např. keton, ester, kyselina karboxylová) mají absorpce mezi 1750-1700 cm^{-1} . Absorpce pod 1700 cm^{-1} značí přítomnost amidů nebo karboxylů. Pokud se zde vyskytuje druhá silná absorpce mezi 1650 a 1600 cm^{-1} , pravděpodobně jde o aromatické absorpce. O tom více v bodu 6. [15]

5) Testování nenasycenosti

Středně slabé absorpční pásy uhlíkových dvojných vazeb (C=C) mezi 1670 a 1620 cm^{-1} mohou značit nenasycenost látky. Pro určení, zda je látka nenasycená je však třeba zohlednit i další absorpční pásy. Jeden nebo dva C-H pásy okolo 3000 cm^{-1} mohou také značit

nenasycenost, je ale třeba dát pozor a nezaměnit tyto pásy s absorpcemi aromatických látek. Pokud se ve spektru vyskytuje navíc ještě absorpční pás mezi 1000 a 880 cm^{-1} je látka téměř jistě nenasyčená. Tento pás však může být překryt C-H deformačními vibracemi. [15]

6) Testování aromaticity

Aromatické sloučeniny mají dva typické absorpční pásy okolo 1600 a 1500 cm^{-1} . Stejně jako u jiných druhů látek, je zde třeba hledat další charakteristické pásy. Výskyt C-H valenčních vibrací mezi 3150 a 3000 cm^{-1} většinou koresponduje s výskytem již zmíněných aromatických pásů v 1600 a 1500 cm^{-1} . C-H středně silné absorpční pásy deformačních vibrací mezi 850 a 670 cm^{-1} také mohou značit aromatickou strukturu. [15]

7) Zjištění výskytu vícenásobných vazeb

Sloučeniny obsahující vícenásobnou vazbu dusíku či jiného prvku, (např. nitrily, kyanáty, isokyanáty a thiokyanáty) mají charakteristické absorpce v regionu mezi 2300-1990 cm^{-1} . Jestliže jsou absorpční pásy hodně silné, jde pravděpodobně o látku obsahující trojnou vazbu (kyanát, isokyanát a thiokyanát). Uvnitř tohoto regionu také absorbují acetyleny a alkyny. Jejich absorpční pásy jsou slabé, až na terciální alkyn ($\text{C}\equiv\text{C}$ vazba), který zde má středně intenzivní absorpční pás. Terciální alkyn je navíc charakterizován C-H valenční absorpcí v 3310 cm^{-1} a C-H deformační absorpcí okolo 630 cm^{-1} .

Izolované středně slabé absorpční pásy v regionu mezi 2700 a 2400 cm^{-1} patří obvykle hydridům. Mezi ně patří silany (Si-H), thioly (S-H), fosfíny (P-H), arseny (As-H) atd. [15]

5. Závěr

Infračervená spektroskopie nezpochybnitelně přináší mnoho nových možností do kvalitativní a kvantitativní analýzy materiálů. V dnešní době nejvíce používaná FTIR spektroskopie, k tomu přidává kvalitu naměřených spekter a rychlost měření. Ve druhé kapitole bylo vyjmenováno několik metod měření s FTIR spektroskopií. Při srovnání naměřených spekter dvou nejpoužívanějších metod na obr. 12, metody transmisní a ATR, se jasně ukázaly výhody a nevýhody těchto metod. Ve spektru minerálního oleje změřeném pomocí ATR byly dobře viditelné hlavní absorpční pásy látky. Bohužel díky menší citlivosti zde nejsou vidět slabší oxidační a karbonylové pásy, které nám signalizují stárnutí oleje. Naopak na spektru změřeném transmisní metodou byly tyto malé absorpční pásy dobře rozeznatelné, avšak díky vysoké citlivosti, hlavní absorpční pásy byly sice viditelné, ale jednotlivé vrcholy absorpcí se nedaly rozeznat. Z toho vyplývá, že je důležité zvolit měřicí metodu na základě konkrétních požadavků na měření. Pokud chceme měřit stárnutí oleje, nebo i jiné jevy vyznačující se slabšími absorpcemi, vybereme si transmisní metodu. Pokud nás zajímají hlavní funkční skupiny objevující se v látce, vybereme si metodu ATR. Samozřejmě musíme uvažovat i další faktory, jako mechanické vlastnosti vzorku, propustnost vzorku atd.

Jeden z hlavních úkolů mé práce bylo vytvořit knihovnu infračervených materiálů používaných v elektrotechnice. Bylo naměřeno celkem 90 materiálů, které jsou uloženy v knihovně programu Omnic ve školní laboratoři. Měření bylo časově náročné, protože se měřicí krystal musel důkladně čistit a také díky vnějším vlivům se muselo často znova měřit spektrum pozadí. Navíc při měření spektra pozadí stačilo jen dýchnout směrem ke spektrometru a hned se na následném změřeném spektru vzorku objevily záporné pásy v místě absorpcí kysličníku uhličitého. Při většině měření jsem používal krystal ZnSe, na který se sice muselo dát pozor, aby se nepoškodil při uchycování vzorku, ale jeho vlastní absorpční pásy ve spektru nebyly většinou nijak rušivé. Dále jsem si vyzkoušel práci s diamantovým krystalem, který je mechanicky odolný, ale vytváří ve spektru své malé absorpce. Všechny mnou naměřené materiály nyní poslouží pro srovnávání neznámých naměřených spekter s knihovnou.

Poslední úkol této práce bylo analyzovat funkční skupiny neznámých vzorků. Analýza byla provedena na spektrech minerálního oleje, polystyrenu, 1-octanolu a polyesteru. Je však důležité si uvědomit, že určení funkčních skupin pouze napovídá o složení, struktuře a dalších vlastnostech vzorku. Nelze podle toho s jistotou určit, o jaký materiál se jedná. To se dá zjistit

podle srovnání s knihovnami infračervených spekter či jinými metodami. Ovšem výskyt určitých funkčních skupin napovídá o vlastnostech látky. Jak již bylo zmíněno, intenzity oxidačního a karbonylového pásu v minerálních olejích značí úroveň stárnutí nebo výskyt uhlovodíkových absorpčních pásů může znamenat, že jde o organickou látku. Výskyt širokých O-H absorpčních pásů naznačuje, že jde o alkohol. Důležité je, aby funkční skupina měla ve spektru všechny své charakteristické absorpční pásy. Pokud jeden pás chybí, daná funkční skupina není s velikou pravděpodobností ve vzorku obsažena.

FTIR spektroskopie se bude dále rozvíjet, především díky její rychlosti, přesnosti a faktu, že se jedná o nedestruktivní metodu měření materiálu. Dnešní FTIR spektroskopy používají výpočetní metodu rychlé Fourierovy transformace, což měření ještě o něco urychluje. Navíc podle dobře zásobené knihovny infračervených spekter lze určit spoustu neznámých materiálů, které by se jinak musely složitě analyzovat.

Použitá literatura

- [1] ŠAVEL, Josef. *Elektrotechnologie: materiály, technologie a výroba v elektronice a elektrotechnice*. 4., rozš. vyd. Praha: BEN - technická literatura, 2005, 314 s. ISBN 978-80-7300-190-2.
- [2] JIRÁK, CSC., Doc. Ing. Josef, AUTRATA, DRSC, Doc. Ing. Karel LIEDERMANN, CSC, Ing. Zdenka ROZSÍVALOVÁ a Doc. Ing. Marie SEDLAŘÍKOVÁ, CSC. FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A KOMUNIKAČNÍCH TECHNOLOGIÍ VUT V BRNĚ. *Materiály a technická dokumentace: Materiály v elektrotechnice*. [cit. 2012-11-18]. Dostupné z: http://www.umel.feec.vutbr.cz/VIT/images/pdf/studijni_materialy/bc/Materialy_a_techicka_dokumentace_S.pdf
- [3] Vlastní a nevlastní vodivost. *Fyzika polovodičů* [online]. 2000 [cit. 2013-02-12]. Dostupné z: <http://www.trunky.cz/bp/fypolo/3.htm>
- [4] Periodická tabulka. *Prvky.com* [online]. 2009 [cit. 2013-02-13]. Dostupné z: <http://www.prvky.com/periodicka-tabulka.html>
- [5] *HSE-ROHS* [online]. 2007 [cit. 2013-02-13]. Dostupné z: http://hse-rohs.oeko.info/fileadmin/user_upload/Subst_Arsenic/Arsenic_Gallium_Arsenide_in_Semiconductors_ESIA.pdf
- [6] KVÍTEK. CSC, Doc. Ing. Emil. *Materiály pro elektrotechniku*. Univerzita Pardubice, 2007, 64 s. Dostupné z: http://www.kvetakov.net/down.php?file=./UEIKMT/2/ls/IMPEE/Skripta_materialy.pdf&ei=qm0fUevOFcTjswbqn4DABA&usg=AFQjCNE5hSEBLYFDrHtuN3OBykwGt6jknw
- [7] DRÁPALA, Jaromír a Miroslav KURSA. *Elektrotechnické materiály*. Ostrava, 2012. Dostupné z: <http://www.person.vsb.cz/archivcd/FMMI/ETMAT/Elektrotechnicke%20materialy.pdf>
- [8] SMITH, Brian C. *Fundamentals of Fourier transform infrared spectroscopy*. 2nd ed. Boca Raton, FL: CRC Press. ISBN 978-142-0069-303.
- [9] STUART, Barbara. *Infrared spectroscopy: fundamentals and applications*. 2nd ed. Hoboken, NJ: J. Wiley, c2004, xv, 224 p. ISBN 04-708-5428-6.
- [10] DERRICK, Michele R, Dusan STULIK a James M LANDRY. *Infrared spectroscopy in conservation science*. Los Angeles: Getty Conservation Institute, c1999, x, 235 p. ISBN 08-923-6469-6.

- [11] *Infračervená spektrometrie*. 2005. Dostupné z: userweb.pedf.cuni.cz/wp/kch/files/2010/10/ICSpektroskopie.pdf
- [12] TRCHOVÁ CSC. *Jak vibrují atomy*. Ústav makromolekulární chemie akademie věd ČR. Dostupné z: <http://archiv.otevrena-veda.cz/users/Image/default/C1Kurzy/NH2006pdf/15.pdf>
- [13] GRIFFITHS, Peter R a James A DE HASETH. *Fourier transform infrared spectrometry*. 2nd ed. Hoboken: John Wiley, 2007, 529 s. ISBN 978-0-471-19404-0.
- [14] KANIA, Patrik. VŠCHT PRAHA. *Infračervená spektrometrie*. 41 s. Dostupné z: http://www.vscht.cz/anl/lach1/7_IC.pdf
- [15] COATES, John. *Interpretation of infrared spectra, a practical approach* [Encyclopedia of analytical chemistry]. 2000 [cit. 2.4.2013]. Dostupné z: http://infrared.als.lbl.gov/BLManual/IR_Interpretation.pdf
- [16] AGRAWAL, K. *Industrial power engineering and applications handbook*. Boston: Newnes, 2001, xvi, 973 s. ISBN 07-506-7351-6.
- [17] Radka NOVOTNÁ, Tomáš ŠILHA a Zdeněk TRÁVNÍČEK. UNIVERSITA PALACKÉHO. *Spektrální metody studia chemických látek*. Olomouc, 2011.
- [18] JABS, Andreas. *Determination of Secondary Structure in Proteins by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)*. 2000. Dostupné z: http://jenalib.fli-leibniz.de/ImgLibDoc/ftir/IMAGE_FTIR.html
- [19] KLUČÁKOVÁ PH.D, Doc.Ing.Matrina. *FTIR SPEKTROSKOPIE*. Dostupné z: www.fch.vutbr.cz/home/klucakova/navodIC.doc

Příloha 1: Infračervené materiály uložené v knihovně rozdělené podle teplotních tříd

Teplotní třída Y			
Název	Složení materiálu	Vlastnosti	Použití
FORSAN 548	Akril butadien styren(ABS)	vyšší teplotnost, lesk a odolnost proti nárazu	plastové trubky, ochranné ohrady při montážích na elektrických zařízeních
HIPS krasten 336	Houževnatý polystyren	vyšší teplotnost, možnost tvoření tenkých vrstev	Skříně radiových a televizních spotřebičů, vypínače, filmové cívky
Silamid 6	polyamid 6 (silon)	chemická stálost, dobře obrobitelný, odolnost vůči otěru	kluzná ložiska, rukojeti, dorazy, kluzné části strojů, válečky dopravníků, těsnění, izolátory
Silamid SV30	polyamid 6, skelná vlákna	vysoká pevnost, tuhost, odovnost vůči tahu	x
Bralen RA2-19	polyethylen-nízkohustotní	dlouhá životnost, snadné spojování, chemická odolnost	venkovní rozvody pitné vody, hydroponie
Liten MB62	polyethylen-vysokohustotní	vysoká chemická odolnost a odolnost proti rozpouštědlům.	rozvody pitné vody, tlakové kanalizace, plášťové ochrany
HOSTAFORM C 9021	polyformadehid	odolnost vůči rozpouštědlům, mechanická pevnost, odolnost vůči oxidaci	cd/dvd média, solární panely
Taboren PH41 K40	Polypropylene-Homopolymer, papír	velká pevnost vzhledem k váze, chemická odolnost	krabičky na jídlo, aplikace vyžadující odolnost vůči rozleptání
Krasten 127	polystyren	čirý, křehký, malá teplotní odolnost (do 70°C)	spektrofotometrické kyvety, skumavky,
Šelak	přírodní pryskyřice	odolnost vůči vodě, hořlavina 1. třídy	pojiva slídových izolantů, nátěry, impregnace
Luran 368R(SAN)	Akril butadien styren(ABS)	pevný, houževnatý, velká odolnost proti tlaku, dobře tlumí zvuk, nízká tepelná vodivost	zvukové izolace, LEGO stavebnice, světově nejpoužívanější plast

Teplotní třída A			
Název	Složení materiálu	Vlastnosti	Použití
Mosten 52-492	polypropylen	odolnost vůči olejům a rozpouštědlům, dobrá mechanická odolnost	izolace kabelů v málo větraných prostorech, lana,

Teplotní třída E			
Název	Složení materiálu	Vlastnosti	Použití
Macralon	polykarbonát	odolnost proti úderu, optická průsvitnost a značně snížená hořlavost	stropy, světlíky, střešní okna, obklady
Koplen 0207 F	lehčený polyester	měkký, malá teplotní odolnost	falešné stropy, slabé zdi, izolační desky

Teplotní třída B			
Název	Složení materiálu	Vlastnosti	Použití
PET film	polyester	odolnost vůči vlhkosti, chemická odolnost,	nosný materiál izolačních pásek (Remika)
Myoflex CPC	papír ze sulfátové buničiny, PET film, pojidlo	pružný materiál	nízkonapětové stroje
Myoflex 1LS	stlačený papír, PET film, pojidlo	pružný materiál	nízkonapětové stroje
Myoflex 2LS 20	stlačený papír, PET film, pojidlo	pružný materiál	nízkonapětové stroje, izolace vinutí cívek
Sklotextit FR4	skelná tkanina, epoxidová pryskiřice	dobré izolační a dielektrické vlastnosti	Tělesa transformátorů, tělesa přístrojů, rozvaděče

Teplotní třída F			
Název	Složení materiálu	Vlastnosti	Použití
Myoflex PV/1	polyesterová rohož, PET film, pojidlo	ohebný vícevrstvý materiál pro nízkonapětové stroje	nízkonapětové stroje
Myoflex PVS/1	polyesterová rohož nasycená pryskyřicí, PET film, pojidlo	ohebný vícevrstvý materiál pro nízkonapětové stroje, impregnovaný, tvrzený	nízkonapětové stroje
Myoflex PV	polyesterová rohož, PET film, pojidlo	ohebný vícevrstvý materiál, 2 vrstvy rohože	nízkonapětové stroje
Myoflex PVS	polyesterová rohož nasycená pryskyřicí PET film, pojidlo	ohebný vícevrstvý materiál, jako PV ale impregnovaný a vytvrzený	nízkonapětové stroje
Myoflex PF	nekalandrovaná polyesterová rohož, PET film, pojidlo	ohebný vícevrstvý materiál, 2 vrstvy rohože	nízkonapětové stroje
Myoflex 2N50	aramidový papír, PET páska, teplotně odolné pojivo	ohebný vícevrstvý materiál, 2 vrstvy papíru	nízkonapětové stroje
Myoflex 2N80	aramidový papír, PET páska, teplotně odolné pojivo	ohebný vícevrstvý materiál, 2 vrstvy papíru	nízkonapětové stroje
Myoflex 2N130NC	nekalandrovaný aramidový papír, PET páska, teplotně odolné pojivo	ohebný vícevrstvý materiál, 2 vrstvy papíru	nízkonapětové stroje
Myoflex 2N130	aramidový papír, PET páska, teplotně odolné pojivo	ohebný vícevrstvý materiál, 2 vrstvy papíru	nízkonapětové stroje
Curaver E150 FR5(sklotextit)	skelná tkanina, epoxid	dobré mechanické a elektroizolační vlastnosti	kostry těles přístrojů, transformátorů, rozvoden
Relanex	muskovit, skelná tkanina, pojivo epoxid	za pokojové teploty pružný, nemá rád změny teplot	izolační pásy, aplikace vysokého napětí (24kV)
Relastik	muskovit, PET film, pojivo epoxid	za pokojové teploty pružný, nemá rád změny teplot	izolační pásy, aplikace vysokého napětí (11kV)
Sklotextit ARV	skleněná tkanina, epoxykrezolová živice	vysoká klimatická odolnost, mechanická pevnost	kostry, tělesa přístrojů, rozvoden, transformátorů, rozvaděčů

Remika (flogopit)	hořečnatá slída, papír	horší elektrické a lepší mechanické vlastnosti než muskovit,	dielektrika kondenzátorů, nosné systémy elektrod v elektronkách, izolace topných článků
Remka (muskovit)	draselná slída, papír	dobré elektrické vlastnosti, vydrží vysoké teploty	dielektrika kondenzátorů, nosné systémy elektrod v elektronkách
UPM 70 B1L2	skelná tkanina, bezhalogenový polyester	odolnost vůči elektrickému oblouku, vysoká odolnost proti plazivým proudům, samozhášivost	konstrukční materiály, elektroizolace
UPM 71S	skelná tkanina, bezhalogenový polyester	výborná odolnost vůči el. oblouku a plazivým proudům	konstrukční materiály, elektroizolace
UPM 72	skelná tkanina, bezhalogenový polyester	pevnost v tlaku a plazivým proudům	konstrukční materiály, elektroizolace
UPM 204R	skelná tkanina, bezhalogenový polyester	pevnost v tlaku, odolnost vůči elektrickému oblouku, vysoká odolnost proti plazivým proudům, samozhášivost	konstrukční materiály, elektroizolace
UPM W	skleněná vlákna, epoxid	dobré mechanické a elektroizolační vlastnosti	konstrukční materiály, elektroizolace
Kodril NE	polyesterová rohož, polyesterová folie, polyesterové lepidlo	x	elektromotory
Kodril NEN	polyesterová rohož, polyesterová folie, polyesterové lepidlo	2 vrstvy polyesterové rohože	elektromotory
Kodril PE	papír (celuloza)	x	elektromotory
Kodril SKS	skelná tkanina, muskovit	x	

Teplotní třída H			
Název	Složení materiálu	Vlastnosti	Použití
Myoflex GPG/S	Skelné vlákno, pryskyřice, PET film, teplotně odolné pojivo	impregnovaný, vytvrzený, ohebný a pevný materiál	oddělení fází v elektromotorech
Myoflex NGN	aramidový papír, skelná vlákna, teplotně odolné pojivo	ohebnost, pevnost	nízkonapětové stroje
Myoflex GKG	polyimid, skelná tkanina, teplotně odolné pojivo	ohebnost, pevnost	nízkonapětové stroje
Myoflex 2NK8025	polyimid, aramidový papír, teplotně odolné pojivo	ohebnost, pevnost	H 220 systémy, elektromotory
Myoflex 2NC 130K25	aramidový papír, teplotně odolné pojivo	ohebnost, pevnost	nízkonapětové stroje
Myoflex 1N130K25	polyimid, aramidový papír, teplotně odolné pojivo	ohebnost, pevnost, teplotně odolný	nízkonapětové stroje
Armaterm 200 LT	bezhalogenové sklo, polyester	nizká tepelná vodivost, odolnost vůči teplotám kolem 200°C	desky pro tepelné izolace, aplikace vyžadující nízký přenos tepla
Nomax type 410	kalandrovaný aramidový papír	dobré dielektrikum, elasticnost, mechanická odolnost	x
Nomax type 411	aramidový papír	horší mechanické a elektrické vlastnosti, dobře impregnovatelný	izolační obaly
Nomax type 414	kalandrovaný aramidový papír	mechanická odolnost	obaly vedení, elektromotory, tam kde je potřeba mechanicky odolnější izolační materiál
Nomax type 418	aramidový papír, slídový papír	napěťová odolnost, dobré dielektrikum	aplikace vysokého napětí, motorové vodiče
Nomax type 424	aramidový papír	x	x
Nomax type 425	aramidový papír	x	x
Sklotextit SI	skelná vlákna, silikonová pryskyřice	dobré dielektrické vlastnosti, stálost mechanických a elektrických vlastností při zvýšené teplotě	konstrukční materiály, vysokofrekvenční technika
Skelná tkanina G11	tvrzená skelná tkanina	vynikající mechanické a elektroizolační vlastnosti, svoje mechanické vlastnosti si zachovává i při zvýšených teplotách	kostry, tělesa přístrojů, skříňových částí rozveden, transformátorů,

			rozvaděčů, elektrických strojů
UPM 72HT	skelná tkanina, bezhalogenový polyester	částečně tepelně a elektricky zátžitelná	konstrukční materiály, elektroizolace

Teplotní třída 250			
Název	Složení materiálu	Vlastnosti	Použití
Lístková slída	slída	velká tepelná odolnost izolace (pracovní teplota 600°C), horší mechanická pevnost	kondenzátory, vysoce tepelně odolné izolace, izolační desky, topné vodiče
Mletá slída	slída	velká tepelná odolnost izolace (pracovní teplota 600°C), horší mechanická pevnost	kondenzátory, vysoce tepelně odolné izolace izolační desky, topné vodiče
Skelná tkanina	skelná tkanina	velká teplotní odolnost (450°C), ohebnost	nosné prvky izolačních materiálů,
Sklotextil 7628	skleněná vlákna	velká teplotní odolnost (450°C), ohebnost	nosné prvky izolačních materiálů

Příloha 2: Druhy a oblasti výskytu absorpčních pásů jednotlivých funkčních skupin

Použité zkratky v následující tabulce:

Intenzita: s – silná, m – střední, w – slabá, v – proměnná, br – široký pás.

Popis vibračních kmitů: ν - valenční, δ - deformační, γ – mimorovinná, ω – kývavý (wagging), ρ – kolébavý (rocking), as – asymetrický, s – symetrický, d – degenerovaný, amid.p. I-III – označení amidických pásů I-III, vystihující silné spřažení vibrací v amidech, komb.p. – kombinací pásy. R – alkyl, Ar – aryl.

Vlnočet	Intenzita	Přiřazení	Funkční skupina	Další charakteristický pás
3760-3580	w-m	$\nu_{as}(H_2O)$	H ₂ O (v rozpouštědle)	3620-3520
3670-3580	v	$\nu(OH)$	-OH	1410-1260
3650-3500	v	$\nu(OH)$	C=N-OH	1690-1650
3620-3520	s	$\nu_{as}(H_2O)$	H ₂ O (v rozpouštědle)	1645-1615
⁺ 3600-3100	s,br	$\nu(OH)$	H ₂ O (krystalová voda)	1645-1615
3590-3400	v,br	$\nu(OH)$	-OH (intramolekulární H-vazba)	1410-1260
3550-3500	w-m	$\nu(OH)$	-COOH (monomer)	1800-1740
3550-3330	m-w	$\nu_{as}(NH_2)$	-NH ₂	3450-3250
3550-3230	m-s	$\nu(OH)$	-OH (dimerní a polymerní intermol. H-vazba)	1410-1260
3550-3200	w-m	2x $\nu(C=O)$	>C=O (1. svrchní tón)	1720
3540-3480	m-s	$\nu_{as}(NH_2)$	-CO-NH ₂	3420-3380
3500-3300	w	$\nu(NH)$	-NH-	1580-1490
3460-3420	m-s	$\nu(NH)$	-CO-NH- (trans)	1700-1665
3450-3250	w-m	$\nu_s(NH_2)$	-NH ₂	1650-1580
⁺ 3450-3250	w-m,br	$\nu_{as}(NH_2)$	-NH ₂	1650-1580

3440-3300	m	$\nu(\text{NH})$	$-\text{CO}-\text{NH}$ (cis)	1700-1665
3420-3380	m-s	$\nu_s(\text{NH}_2)$	$-\text{CO}-\text{NH}_2$	1690-1670
⁺ 3370-3270	m	$\nu(\text{NH})$	$-\text{CO}-\text{NH}-$ (trans)	3100-3070
⁺ 3360-3320	m-s	$\nu_{as}(\text{NH}_2)$	$-\text{CONH}_2$	3220-3180
3340-3300	m	$\nu(\text{CH})$	$\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$	2140-2100
⁺ 3300-2500	m,br	$\nu(\text{OH})+$ komb.p.	$-\text{COOH}$ (skupina pásů)	1725-1700
⁺ 3300-3130	v	$\nu(\text{OH})$	$\text{C}=\text{N}-\text{OH}$	1690-1650
⁺ 3220-3180	m-s	$\nu_s(\text{NH}_2)$	$-\text{CONH}_2$	1670-1650
3200-2500	v,br	$\nu(\text{OH})$	$-\text{OH}$ (intramolekulární chelatační H-vazba)	1410-1260
⁺ 3180-3140	m	$\nu(\text{NH})$	$-\text{CO}-\text{NH}-$ (cis)	3080
⁺ 3100-3070	w	svrchní tón amid.p.II	$-\text{CO}-\text{NH}-$ (trans)	1570-1515
3095-3075	m	$\nu_{as}(\text{CH}_2)$	$>\text{C}=\text{CH}_2$	1985-1780
3080-3010	m	$\nu(\text{CH})+$ komb.p.	Ar (několik pásů)	2000-1650
⁺ 3080	w	komb.p.	$-\text{CO}-\text{NH}-$ (cis)	1680-1630
3050-2995	m	$\nu(\text{CH})$	$=\text{CH}-$	1420-1290
2995-2950	s	$\nu_{as}(\text{CH}_3)^{(1)}$	$-\text{CH}_3, -\text{O}-\underline{\text{CH}_3}$	2895-2840
2955-2915	m	$\nu_{as}(\text{CH}_2)$	$-\text{CH}_2-, -\text{O}-\underline{\text{CH}_2}$	2880-2835
2895-2840	m-s	$\nu_s(\text{CH}_3)$	$-\text{CH}_3, -\text{O}-\underline{\text{CH}_3}$	1470-1385
2890-2880	w	$\nu(\text{CH})$	$\rightarrow\text{C}-\text{H}$	1340
2880-2835	m	$\nu_s(\text{CH}_2)$	$-\text{CH}_2-, -\underline{\text{CH}_2}-\text{O}-$	1480-1385
2830-2810	w-m	$\nu(\text{CH})$	$-\text{CHO}$	1740-1685
2745-2650	w	$\nu(\text{CH})$ svrchní tón	$-\text{CHO}$	1740-1685
[§] 2350	s	$\nu(\text{CO}_2)$	CO_2 (oxid uhličitý)	720
2285-2250	vs	$\nu_{as}(\text{N}=\text{C}=\text{O})$	$-\text{N}=\text{C}=\text{O}$ (isokyanát)	1460-1340
2270-2200	v	$\nu(\text{C}\equiv\text{N})$	$-\text{C}\equiv\text{N}$	-

2260-2190	w	$\nu(\text{C}\equiv\text{C})$	$-\text{C}\equiv\text{C}$ (pouze u nesymetrických molekul)	-
2140-2100	w-m	$\nu(\text{C}\equiv\text{C})$	$-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$	1375-1225
2000-1650	w	svrchní tón a komb. p.	Ar (skupina 2-6 pásů)	1625-1590
1985-1780	w	$2\nu\gamma(\text{CH})$	$\text{R}-\underline{\text{CH}}=\underline{\text{CH}}_2$, $\text{RR}-\underline{\dot{\text{C}}}=\underline{\text{CH}}_2$	1800-1710
1870-1780	vs	$\nu_{\text{as}}(\text{C}=\text{O})$	$-\text{CO}-\text{O}-\text{CO}-$	1800-1710
1840-1770	s	$\nu(\text{C}=\text{O})$	β , γ -laktony	1370-1160
1870-1710	s	$\nu_{\text{s}}(\text{C}=\text{O})$	$-\text{CO}-\text{O}-\text{CO}-$	-
1800-1750	vs	$\nu(\text{C}=\text{O})$	vinyl a fenylestery	1310-1250
1800-1740	s	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$-\text{COOH}$ (monomerní)	1380-1280
1750-1725	s	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$-\text{CO}-\text{O}-$ (ester)	1300-1150
1745-1715	s	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$\text{R}-\underline{\text{CO}}-\text{R}'$	1325-1215
1740-1685	vs	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$-\text{CHO}$	1440-1325
1730-1705	s	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$\underline{\text{Ar}}-\underline{\text{CO}}-\text{O}-\text{R}$	1440-1395
1725-1720	vs	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$\text{H}-\underline{\text{CO}}-\underline{\text{O}}-\text{R}$	1195-1180
1725-1700	vs	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$-\text{COOH}$ (dimerní forma)	1440-1395
1715-1680	vs	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$\text{Ar}-\underline{\text{COOH}}$ (dimerní forma)	1440-1395
1700-1665	s	$\nu(\text{C}=\text{O})$ amid.p.I	$-\text{CO}-\text{NH}-$	1550-1510
1700-1660	vs	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$\text{Ar}\underline{\text{CO}}-$ (α , β -nenasycené ketony)	1300
1690-1670	s	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$-\text{CO}-\text{NH}_2$	1620-1590
1690-1650	w	$\nu(\text{C}=\text{N})$	$\text{C}=\text{N}-\text{OH}$	1475-1315
⁺ 1680-1630	s	$\nu(\text{C}=\text{O})$ amid.p.I	$-\text{CO}-\text{NH}-$	1570-1515
1680-1620	w-m	$\nu(\text{C}=\text{C})$	$>\text{C}=\text{C}<$ $>\text{C}=\text{CH}_2$	1445-1385 a 1000-665
⁺ 1670-1650	s	$\nu(\text{C}=\text{O})$ amid.p.I	$-\text{CO}-\text{NH}_2$	1650-1620
⁺ 1670-1630	s	$\nu(\text{C}=\text{O})$	$-\text{CO}-\text{N}<$	-
⁺ 1650-1620	w-m	$\delta(\text{NH}_2)$	$-\text{CO}-\text{NH}_2$	1420-1400

		amid.p.II		
1650-1580	s-m	$\delta(\text{NH}_2)$	$-\text{NH}_2$	Ar:1360-1250 R:1090-1020
1640-1580	vs	$\nu(\text{C}=\text{O})$	enol forma β -diketonů	-
⁺ 1645-1615	v	$\nu(\text{H}_2\text{O})$	H_2O (krystalová nebo v rozpouštědle)	-
625-1590	v	$\nu(\text{C}=\text{C})$	Ar	1590-1575
1620-1590	w-m	$\delta(\text{NH}_2)$ amid.p.II	$-\text{CO}-\text{NH}_2$	1420-1400
⁺ 1610-1550	s	$\nu_{\text{as}}(\text{COO}^-)$	$-\text{COO}^-$	1420-1335
1600	m	$\nu(\text{C}=\text{C})$	$-\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{C}-$	-
1590-1575	v	$\nu(\text{C}=\text{C})^{(2)}$	Ar	1525-1470
1580-1490	w	$\delta(\text{NH})$	$-\text{NH}-$	1190-1170
⁺ 1570-1515	s	$\delta(\text{NH})$ amid.p.II	$-\text{CO}-\text{NH}-$ (trans)	1305-1200
1570-1485	vs	$\nu_{\text{as}}(\text{NO}_2)$	$-\text{NO}_2$	1385-1320
1550-1510	s	$\delta(\text{NH})$ amid.p.II	$-\text{CO}-\text{NH}-$ (trans)	1350-1200
1525-1470	v	$\nu(\text{C}=\text{C})$	Ar	1465-1430
1480-1440	m	$\delta(\text{CH}_2)$	$-\text{CH}_2, -\text{O}-\underline{\text{CH}_2}-$	785-720
1475-1315	m	$\delta(\text{OH})$	$\text{C}=\text{N}-\text{OH}$	960-930
1470-1440	m	$\delta_{\text{d}}(\text{CH}_3)$	$-\text{CH}_3, -\text{O}-\underline{\text{CH}_3}$ (etherická vazba)	1395-1340
1465-1430	v	$\nu(\text{C}=\text{C})$	Ar	900-670
1460-1340	w	$\nu_{\text{s}}(\text{NCO})$	$-\text{N}=\text{C}=\text{O}$	-
1450-1390	s	$\delta_{\text{d}}(\text{CH}_3)$	$\underline{\text{CH}_3}-\text{CO}-\text{O}-$ (acetát) $\underline{\text{CH}_3}-\text{CO}-$, $\underline{\text{CH}_3}-\text{N}<$	1385-1310
1445-1385	m-s	$\delta(\text{CH}_2)$	$-\text{CH}_2-\text{X}, \text{X}:\text{C}=\text{O}, \text{COOR}, \text{C}=\text{C},$ $\text{C}\equiv\text{C}, \text{Ar}, \text{CN}, \text{NO}_2, \text{Cl}, \text{Br}$	785-720
1440-1395	w	$\delta(\text{OH})$ $+\nu(\text{CO})$	$-\text{COOH}$ (dimerní forma)	1320-1210
1440-1325	m	$\delta(\text{CH})$	$-\text{CHO}$	975-780

1420-1410	m	$\delta(\text{CH})$	$-\text{HC}=\text{CH}_2$, $-\text{HC}=\text{CH}-$ (trans)	1300-1290
1420-1400	m	$\nu(\text{CN})$ amid.p.III	$-\text{CO}-\text{NH}_2$	1150
⁺ 1420-1335	m	$\nu_s(\text{COO}^-)$	$-\text{COO}^-$	-
1420-1400	w	$\delta(\text{CH})$	$-\text{CH}=\text{CH}-$ (cis)	1000-665
1410-1310	s	$\delta(\text{COH})$	terc.-OH, Ar- <u>OH</u>	1260-1125
1395-1365	m-s	$\delta_s(\text{CH}_3)$	CH_3- , $>\text{C}(\text{CH}_3)_2$ (obě složky stejně intenzivní) $-\text{C}(\text{CH}_3)_3$ (složka o nižším vlnočtu intenzivnější)	1255-1125 1255-1125
1385-1340	s	$\delta_s(\text{CH}_3)$	<u>$\text{CH}_3-\text{CO}-$</u> , <u>$\text{CH}_3-\text{CO}-\text{O}-$</u>	-
1385-1320	s	$\nu_s(\text{NO}_2)$	$-\text{NO}_2$	-
1380-1330	s	$\nu(\text{CN})$	Ar_3N	-
1380-1280	m-s	$\delta(\text{OH})$	$-\text{COOH}$ (monomerní forma)	1190-1075
1375-1225	w-m	$\delta(\text{CH})$	$-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$	695-575
1370-1310	m		<u>$\text{CH}_3-\text{N}<$</u>	
1370-1160	s	$\nu(\text{CO})$	β , γ -laktony	-
1360-1250	s	$\nu(\text{CN})$	ArNH_2 , Ar_2NH	1280-1180
1350-1340	m	$\delta(\text{CH})$	$>\text{C}=\text{CH}-$	850-790
1350-1310	w-m	$\nu(\text{CN})$ amid.p.III	$-\text{NH}-\text{CO}-$	800
1350-1260	s	$\delta(\text{COH})$	<u>ROH</u> , <u>R_2OH</u>	1260-1030
⁺ 1350-1180	w-m	$\delta(\text{CH})$	$-(\text{CH}_2)_n\text{CO}-$ (skupina pásů, jen pro vysoké n)	790-720
1340	w	$\delta(\text{CH})$	$-\text{C}-\text{H}$	-
1325-1290	w	$\delta(\text{CH})$	$-\text{CH}=\text{}$, $-\text{CH}=\text{CH}-$ (trans)	1000-665
1325-1215	s	$\nu(\text{CC})$	$\text{R}-\text{CO}-\text{R}'$	1100
1320-1310	m-s	$\nu(\text{CO})$	$-\text{COOH}$ (dimerní forma)	955-915
1310-1250	vs	$\nu_{\text{as}}(\text{COC})$	Ar- <u>$\text{CO}-\text{O}$</u> -R	1150-1080
1305-1200	w	amid.p.III	$-\text{CO}-\text{NH}-$ (trans)	770-620

1300	m	$\delta(\text{C}-\text{CO}-\text{C})$	Ar- <u>CO</u> -Ar	1225-1075
1300-1290	w	$\delta(\text{CH})$	-CH=CH ₂	995-900
1280-1180	s	$\nu(\text{C}_R\text{N})$	Ar- <u>NH</u> -R	-
1275-1230	vs	$\nu_{\text{as}}(\text{COC})$	=C-O-C	1120-1020
1275-1150	vs	$\nu_{\text{as}}(\text{COC})$	R- <u>CO-O</u> -R, Ar- <u>CO-O</u> -R	1160-1050
1260-1180	s	$\nu(\text{CO})$	Ar- <u>OH</u>	-
1255-1245	m	$\nu(\text{CC})$	-C(CH ₃) ₃	1225-1165
1230-1030	m	$\nu(\text{CN})$	R ₃ <u>N</u>	-
1225-1165	m	$\nu(\text{CC})$	-C(CH ₃) ₃	930-925
1225-1075	s	$\nu(\text{C}_{\text{Ar}}\text{C})$	Ar- <u>CO</u> -	-
1220-1190	w		>C(CH ₃) ₂	-
1205-1125	s	$\nu(\text{CO})$	R ₃ C- <u>OH</u>	-
1195-1180	vs	$\nu_{\text{as}}(\text{COC})$	HCOOR	1160-1050
1190-1170	m	$\nu(\text{CN})$	R ₂ <u>NH</u>	750-700
1190-1075	s	$\nu(\text{CO})$	-COOH (monomerní forma)	-
1175-1165	m	$\nu(\text{CC})$	-CH(CH ₃) ₂	1150-1130
1160-1050	s	$\nu_{\text{s}}(\text{COC})$	R- <u>CO-O</u> -R'	-
1150	w	$\rho(\text{NH}_2)$	-CO-NH ₂	750-600
1150-1130	w-m		-CH(CH ₃) ₂	840-790
1150-1060	s	$\nu_{\text{as}}(\text{COC})$	-O-	1140-900
1140-900	s	$\nu_{\text{s}}(\text{COC})$	-O-, =C-O-C	-
1125-1085	s	$\nu(\text{CO})$	R ₂ CH- <u>OH</u>	-
1100	m	$\nu(\text{CCC})$	R- <u>CO</u> -R' (několik pásů)	-
1090-1020	w-m	$\nu(\text{CN})$	RNH ₂	900-650
1085-1030	s	$\nu(\text{CO})$	R- <u>OH</u>	-
995-980	s	$\gamma(\text{CH})$	-CH=CH ₂	915-905
980-955	s	$\gamma(\text{CH})$	R- <u>CH=CH</u> -R (trans)	-
975-780	w	$\gamma(\text{CH})$	-CHO	-
960-930	m	$\nu(\text{NO})$	C=N-OH	-

955-915	m, br	$\gamma(\text{OH})$	$-\text{COOH}$ (dimerní forma)	-
930-925	m		$-\text{C}(\text{CH}_3)_3$	-
915-905	s	$\gamma(\text{CH})$	$\text{R}-\underline{\text{CH}=\text{CH}_2}$	-
900-830	m-s	$\gamma(\text{CH})$	Ar	-
900-650	s,br	$\gamma(\text{NH})$	$-\text{NH}_2$	-
895-885	s	$\gamma(\text{CH})$	$\text{RR}' \underline{\text{C}=\text{CH}_2}$	-
860-800	s	$\gamma(\text{CH})$	Ar- (2 sousední H-atomy: 1,4-, 1,2,3,4-)	-
850-790	s	$\gamma(\text{CH})$	$\text{RR}' \underline{\text{C}=\text{CHR}}''$	-
840-790	w		$-\text{CH}(\text{CH}_3)_2$	-
820-760	m	$\gamma(\text{CH})$	Ar- (3 sousední H-atomy: 1,3-, 1,2,3-)	730-680
800	m-s, br	$\gamma(\text{NH})$	$-\text{NH}-\text{CO}-$ (cis)	-
785-770	w-m	$\rho(\text{CH}_2)$	ethyl	-
770-735	s	$\gamma(\text{CH})$	Ar- (4 sousední H-atomy: 1,2-)	-
770-735	s	$\gamma(\text{CH})$	Ar- (5 soused. H-atomů: monosubstit.)	730-680
770-620	m, br	$\gamma(\text{NH})$	$-\text{NH}-\text{CO}-$ (trans)	-
750-700	s, br	$\omega(\text{NH})$	$-\text{NH}-$	-
750-600	m, br	$\gamma(\text{NH}_2)$	$-\text{CO}-\text{NH}_2$	-
745-735	m	$\rho(\text{CH}_2)$	propyl, $(\text{CH}_2)_n-\text{O}-$, $n>4$	-
730-665	m	$\gamma(\text{CH})$	$\text{R}-\underline{\text{CH}=\text{CH}}-\text{R}'$ (cis)	-
730-680	s	$\gamma(\text{CH})$	Ar	-
725-720	w-m	$\rho(\text{CH}_2)$	$-(\text{CH}_2)_n-$ ($n>3$)	-
^g 720	w	$\delta(\text{CO}_2)$	CO_2 (oxid uhličitý)	-
695-575	m-s	$\delta(\text{CH})$	$\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$	-
670	s	$\gamma(\text{CH})$	Ar- (6 sousedních H-atomů - benzen)	-

Převzato z [16]