


Основы Молекулярная спектроскопия: Hardware

ДЕЛАЕМ
НАУКУ ЛУЧШЕ

ВМЕСТЕ С ВАМИ





Компания Agilent Technologies поддерживает тесную связь с образовательным сектором и с удовольствием делится собственными информационными материалами.

Данная презентация была создана компанией Agilent исключительно в учебных целях. Прежде чем использовать изображения, хроматограммы или графики в каких-либо других целях, свяжитесь с компанией Agilent.



Содержание

Введение

- [Классификация](#)

Молекулярная спектроскопия

- [Общие положения](#)
- [Оптическая спектроскопия в УФ- и видимой области](#)
 - [Принцип работы](#)
 - [Источник излучения](#)
 - [Дисперсионные устройства](#)
 - [Детекторы](#)
 - [Система](#)
 - [Качественный и количественный анализ](#)
 - [Варианты применения](#)
 - [Примеры](#)
 - [Возможности](#)

- [Инфракрасная спектроскопия](#)
 - [Принцип работы](#)
 - [Источник излучения](#)
 - [Система](#)
 - [Варианты применения](#)
 - [Примеры](#)
 - [Возможности](#)
- [Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием](#)
 - [Принцип работы](#)
 - [Интерферограмма](#)
 - [Качественный и количественный анализ](#)
 - [Система](#)
 - [Варианты применения](#)
 - [Примеры](#)
 - [Возможности](#)
- [Дополнительная информация](#)



Введение

Классификации

Спектроскопия представляет собой широкую область с многочисленными направлениями исследований, классифицируемыми по типам исследуемых объектов. Данная презентация посвящена **молекулярной спектроскопии**.

АТОМЫ

Атомная спектроскопия

- Атомно-абсорбционная спектроскопия (ААС)
- Атомно-эмиссионная спектроскопия с микроволновой плазмой (МП-АЭС)
- Оптико-эмиссионная спектроскопия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-ОЭС)
- Масс-спектрометрия с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС)

МОЛЕКУЛЫ

Молекулярная спектроскопия

- Спектроскопия в УФ- и видимой области
- Спектроскопия в УФ-, видимой и ближней ИК-области
- ИК-спектроскопия с Фурье-преобразованием
- Флуоресцентная спектроскопия

КРИСТАЛЛЫ

- Рентгеновская кристаллография

ЯДРА

- Ядерный магнитный резонанс



Молекулярная спектроскопия

Общие положения

Объединение атомов в молекулы создает уникальные энергетические состояния и, как следствие, уникальные спектры переходов между состояниями.

Молекулярные спектры могут быть связаны с различными:

- Спиновыми состояниями электронов
- Вращательными состояниями молекул
- Колебательными состояниями молекул
- Электронными состояниями

Молекулярная спектроскопия

	Применение
Спектроскопия в УФ- и видимой области	Изучает взаимодействия между веществом и энергией электромагнитного излучения в ультрафиолетовом, видимом и ближнем ИК-диапазоне
ИК-спектроскопия с Фурье-преобразованием	Изучает взаимодействия между веществом и энергией электромагнитного излучения в инфракрасном диапазоне
Флуоресцентная спектроскопия	Изучает излучение электромагнитной энергии после взаимодействия между веществом и энергией электромагнитного излучения, как правило, в ультрафиолетовом и видимом диапазоне



Введение

Хронология ранних этапов развития



Содержание



Спектроскопия в УФ- и видимой области

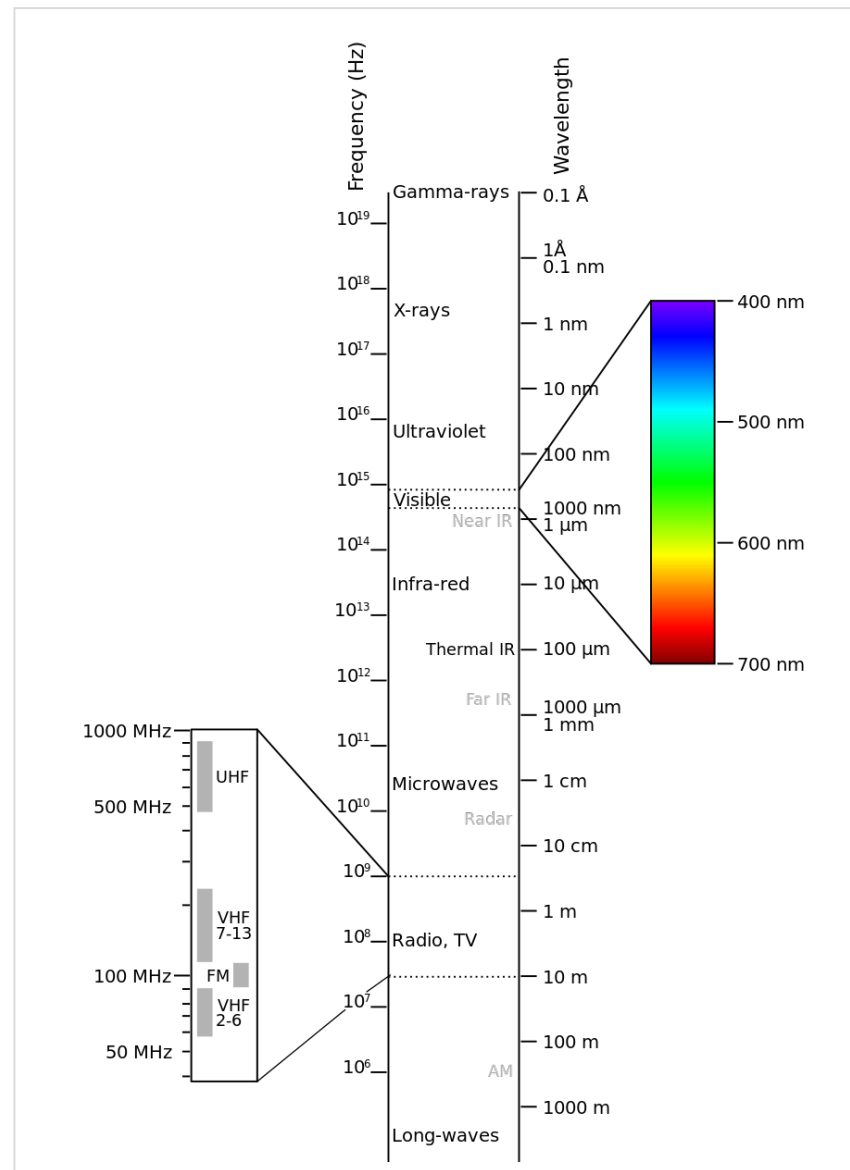
Общие положения

Электромагнитный спектр включает широкий диапазон порядков величин частоты и длины волны.

Видимый свет занимает только очень небольшую часть электромагнитного спектра.

- Ультрафиолетовая область: от 190 до 400 нм
- Видимая область: от 400 до 800 нм
- Инфракрасная область: от 800 до 100 000 нм

*"Электромагнитный спектр",
автор Виктор Блэйкус*



Источник: [Wikipedia](https://en.wikipedia.org/wiki/Electromagnetic_spectrum)

Спектроскопия в УФ- и видимой области

Общие положения

Спектрофотометр измеряет поток излучения, пропущенный через пробу или отраженный от нее.

Все спектрофотометры, применяемые в научно-исследовательских целях, способны измерить долю пропущенного или отраженного излучения при любых длинах волн от примерно 190 нм (средняя УФ-область) до по меньшей мере 900 нм (ближняя ИК-область) с разрешением не хуже 2 нм.

При работе с растворами, доля пропущенного излучения выражается в виде оптической плотности, которая прямо пропорциональна концентрации.



Спектроскопия в УФ- и видимой области

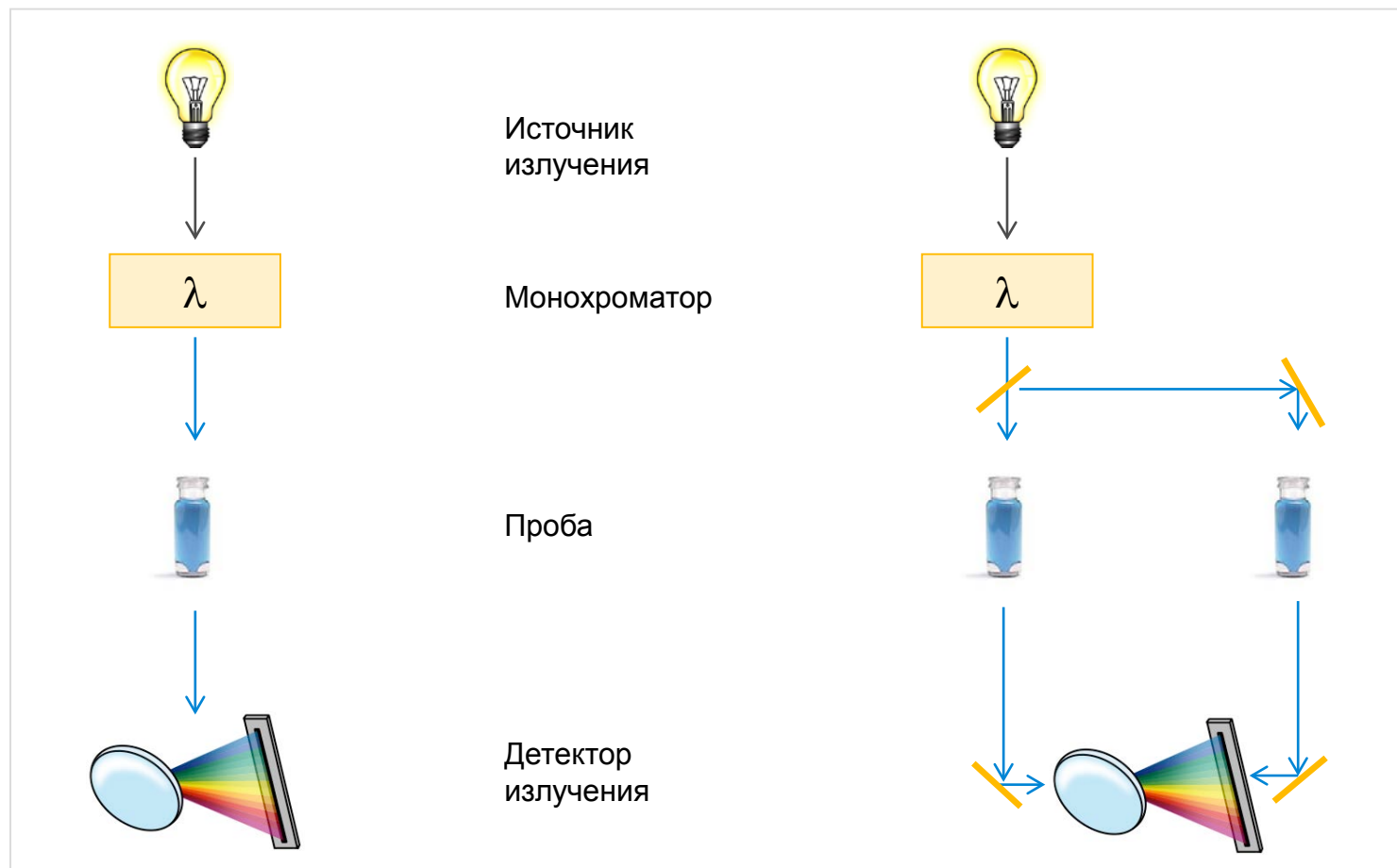
Принцип работы



- Лампа (источник) излучает свет в рабочем диапазоне длин волн
- Монохроматор (дисперсионное устройство) служит для выбора длины волны
- Аналит (область пробы) поглощает излучение
- Пропущенное излучение измеряют с помощью детектора
- Концентрацию определяют посредством сравнения со стандартными пробами

Спектроскопия в УФ- и видимой области

Принцип работы: Однолучевой и двухлучевой спектрометры



Двухлучевой подход позволяет вносить поправку на изменения в интенсивности излучения.

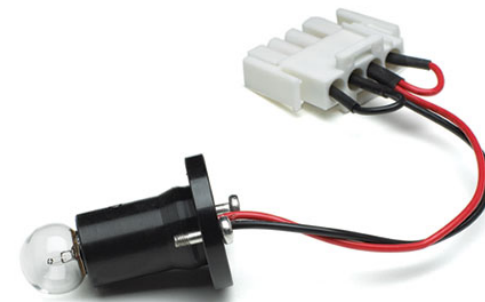
Спектроскопия в УФ- и видимой области

Источник излучения

Идеальный источник излучения обеспечивает постоянную интенсивность излучения во всем диапазоне длин волн с низким уровнем шума и долговременной стабильностью.

В спектрофотометрах для УФ- и видимой области обычно используются следующие источники:

- **Дейтериевая дуговая лампа** → — хорошая рабочая интенсивность в ультрафиолетовой области
- **Вольфрам-галогенная лампа** → — хорошая интенсивность в части ультрафиолетового и во всем видимом диапазоне
- **Ксеноновая лампа** → — хороший непрерывный спектр во всем УФ- и видимом диапазоне



Дейтериевый источник (вверху) и вольфрам-галогенная лампа (внизу), используемые с ультрафиолетовыми системами

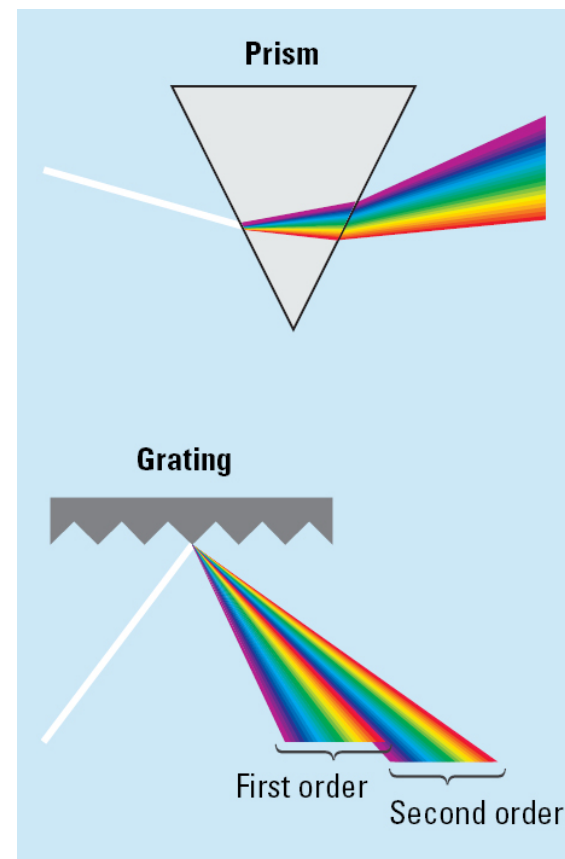
Спектроскопия в УФ- и видимой области

Дисперсионные устройства

Дисперсионные устройства рассеивают излучение с различными длинами волн под различными углами. В сочетании с соответствующей выходной щелью эти приборы могут использоваться для выбора определенной длины волны (или, точнее, узкой спектральной полосы) излучения от источника с непрерывным спектром.

Существуют два вида устройств:

- **Призмы**
Они разлагают белый свет в радугу; их недостатком является то, что преломляющий угол чувствителен к изменению температуры
- **Голографические дифракционные решетки**
Они чувствительны к изменению температуры; свет, падающий на решетку, отражается под различными углами в зависимости от длины волны.



Схематическое изображение дисперсионных устройств. В большинстве современных спектрометров используется дисперсия излучения с помощью дифракционных решеток.

Источник: [Fundamentals of UV-visible spectroscopy \(Принципы оптической спектроскопии в УФ- и видимой области\)](#)

Спектроскопия в УФ- и видимой области

Детекторы

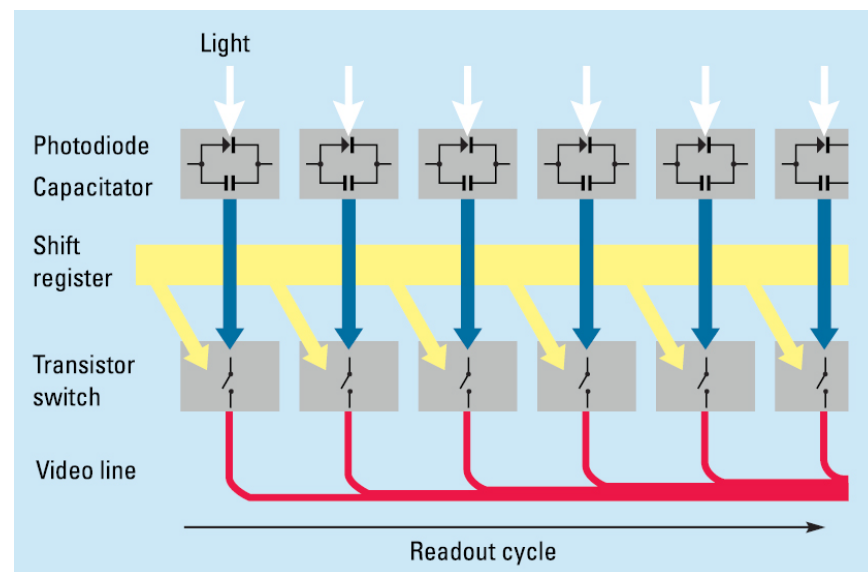
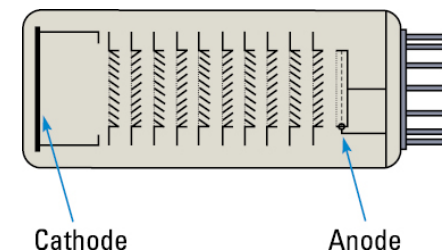
Детектор преобразует световой сигнал в электрический сигнал. В идеальном варианте он должен давать линейный отклик в широком диапазоне длин волн при низком уровне шума и высокой чувствительности.

Детектор с фотоумножителем

Сочетает преобразование сигнала с несколькими ступенями усиления внутри одной лампы; выполняется сканирование вдоль всего диапазона длин волн.

Фотодиодный детектор

Свет, падающий на полупроводниковый материал, возбуждает электроны, позволяя им двигаться в полупроводнике, в результате чего стекающий заряд частично разряжает конденсатор, подсоединенный к разным сторонам полупроводника. Заряд, необходимый для перезарядки конденсатора, пропорционален интенсивности излучения; сигнал во всем диапазоне длин волн может быть измерен за один цикл считывания.



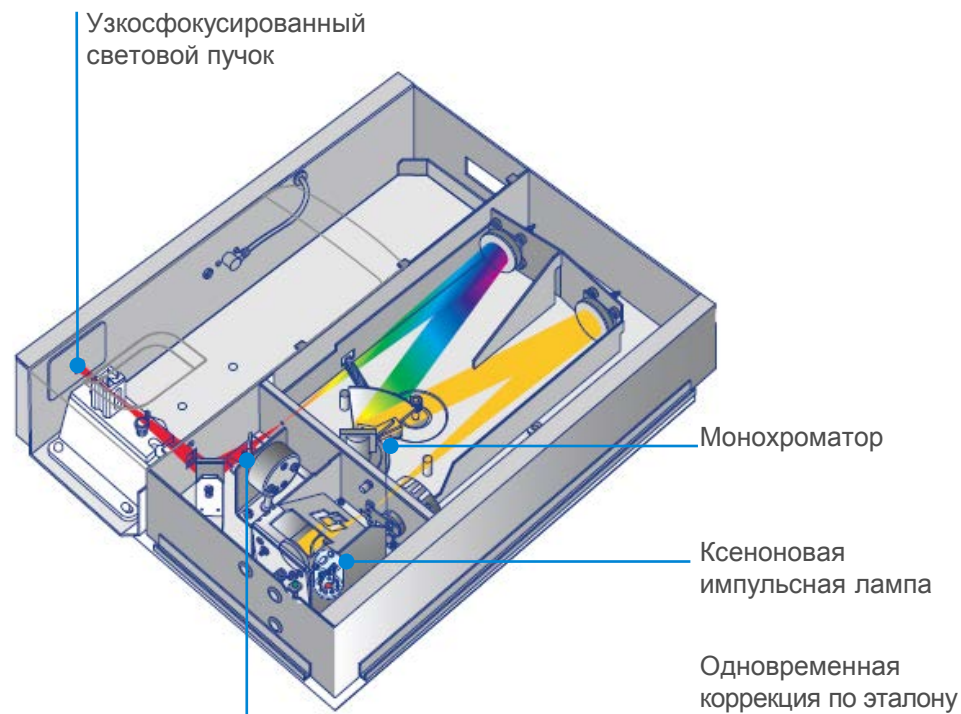
Схематическое изображение детектора с фотоумножителем (вверху) и диодно-матричного детектора (внизу).

Спектроскопия в УФ- и видимой области

Система

Ключевые области применения

- Кинетические исследования
- Характеристика неизвестных или вновь синтезированных соединений
- Определение чистоты ДНК
- Количественный анализ ДНК и белков
- Анализ питательных веществ в водных пищевых продуктах и сельскохозяйственной продукции



Спектроскопия в УФ- и видимой области

Качественный и количественный анализ

В оптическом спектре в УФ- и видимой области обычно присутствуют только несколько широких полос поглощения. По большей части поглощение органическими соединениями связано с присутствием *p*-связей, т. е. ненасыщенных связей.

Хромофор — это молекулярная группа, обычно содержащая *p*-связь. При введении его в

насыщенный углеводород, не поглощающий в УФ- и видимой области, образуется соединение, которое поглощает в области между 185 и 1000 нм.

Некоторые хромофоры и их максимумы оптической плотности

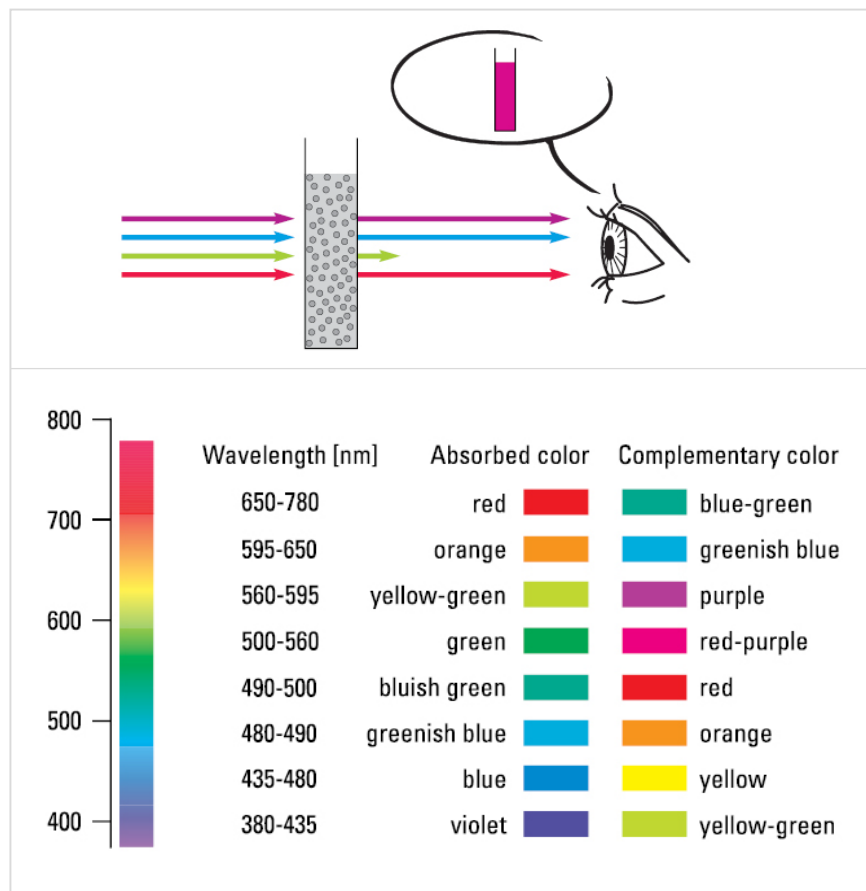
Хромофор	Формула	Пример	λ_{\max} (нм)
Карбонильная группа (кетон)	$RR'C=O$	Ацетон	271
Карбонильная группа (альдегид)	$RHC=O$	Ацетальдегид	293
Карбоксильная группа	$RCOOH$	Уксусная кислота	204
Амиды	$RCONH_2$	Ацетамид	208
Нитрогруппа	RNO_2	Нитрометан	271



Спектроскопия в УФ- и видимой области

Качественный и количественный анализ

Цвет является важным свойством вещества. Цвет вещества связан с его поглощающими или отражающими свойствами. Человеческий глаз видит цвет, дополнительный к поглощенному.



Светопропускание и цвет
(вверху)

Поглощение и дополнительные
цвета (внизу)

Источник: [Fundamentals of UV-visible spectroscopy \(Принципы оптической спектроскопии в УФ- и видимой области\)](#)

Спектроскопия в УФ- и видимой области

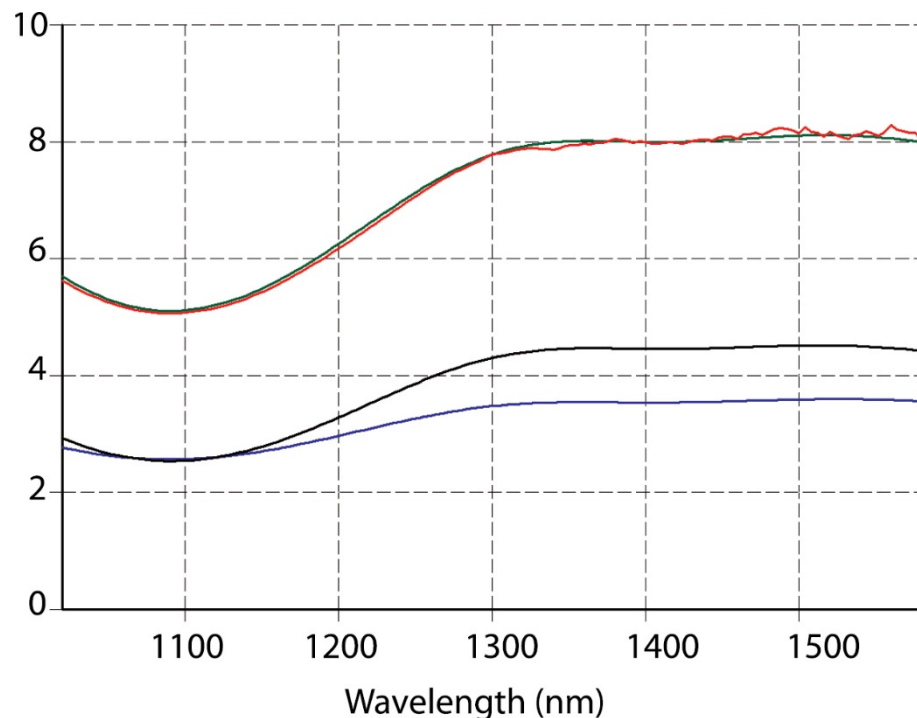
Варианты применения

РЫНОК	ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ
Индустрия материалов	<ul style="list-style-type: none"> Исходные материалы для следующих областей Оптические компоненты: фильтры, линзы, зеркала, делители пучка, поляризаторы, стекло Тонкие пленки, оптические и противоотражающие покрытия, нанокompозитные материалы, краски, фотоэлементы Защитные очки Целлюлозная масса и бумага Маскировочные материалы Солнцезащитные очки Ткани/текстиль
Химическая индустрия	<ul style="list-style-type: none"> Контроль качества сырья и готовых продуктов на производстве Идентификация химических веществ или исследования химических процессов: лабораторный химический синтез, фотохимические исследования, характеристика наночастиц, исследования поверхностных явлений Аналитическая химия Колориметрия: краски и текстиль (цветовое согласование, контроль качества тканей, измерения солнцезащитного фактора)
Биотехнология и фармацевтика	<ul style="list-style-type: none"> Анализ связывания лекарственных веществ Ферментативные реакции Анализ непрозрачных биологических проб, тканей, клеточных гомогенатов Измерение концентраций внутриклеточных ионов Определение нуклеиновых кислот (РНК/ДНК) и белков Измерения денатурации/ренатурации ДНК и белков



Спектроскопия в УФ- и видимой области

Измерение поглощения стеклянного фильтра Шотта



Спектры фильтра 1 UG11 (синий) и фильтра 2 UG11 (черный), а также спектр фильтров 1 UG11 и 2 UG11, взятых вместе (красный). Зеленый спектр представляет спрогнозированный результат, полученный сложением синего и черного спектров.

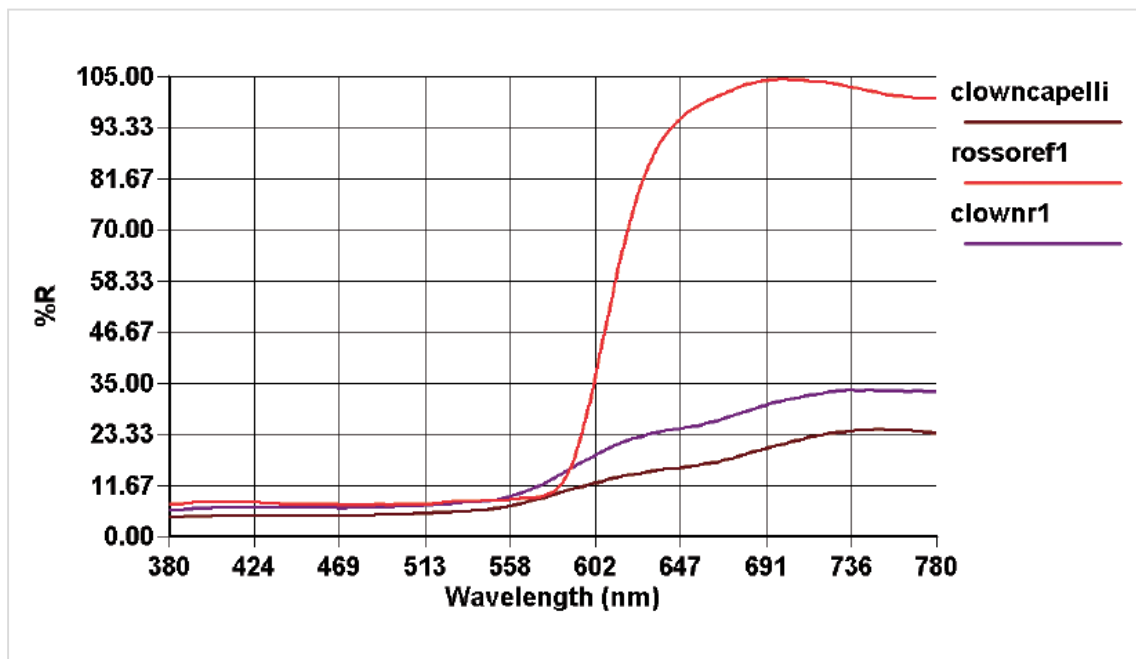
Измерения для двух фильтров выполнялись по отдельности с последующим численным сложением (спрогнозированный результат). Этот результат оказался идентичен измерению обоих фильтров вместе.

Спектроскопия в УФ- и видимой области

Определение цвета краски на холсте



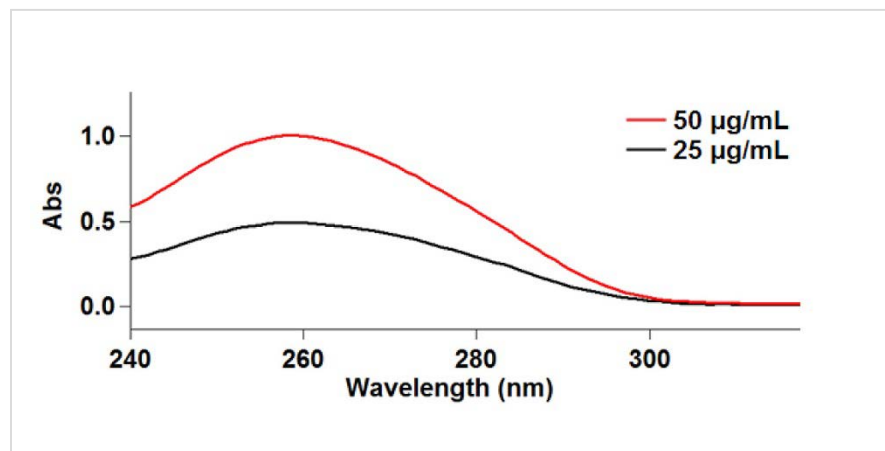
Спектры, показывающие, что пробы clownnr1 и clowncapelli изготовлены из аналогичных материалов.



Источник: [Measuring the color of a paint on canvas directly with external diffuse reflectance using the Agilent Cary 60 UV-Vis spectrophotometer \(Непосредственное измерение цвета краски на холсте с использованием внешнего диффузного отражения с помощью спектрофотометра УФ- и видимой области Agilent Cary 60\)](#)

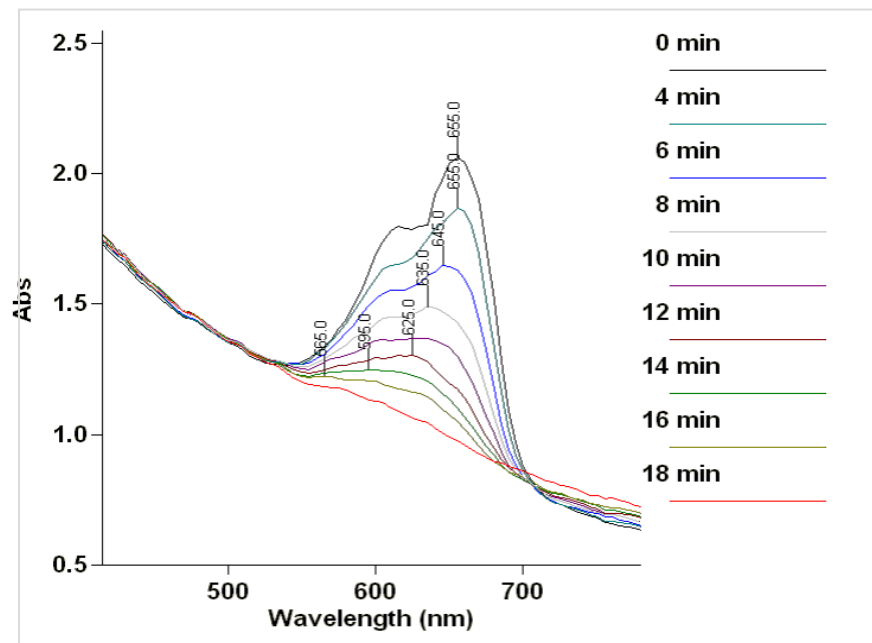
УФ–Вид спектроскопия

Анализ чистоты и кинетическое исследование



Сканирование проб ДНК по 150 мкл при 4 °С при двух концентрациях дает характеристический пик поглощения при 260 нм. Следует обратить внимание, что сравнение 1,0 единиц оптической плотности для ДНК с концентрацией 50 мкг/мл и 0,5 единиц оптической плотности для ДНК с концентрацией 25 мкг/мл говорит о подчинении закону Ламберта–Бера.

Источник: [Measuring the purity of low volumes of DNA at 4 °C using the Agilent Cary 60 UV-Vis spectrophotometer with fiber optics microprobe](#) (Исследование чистоты малых объемов ДНК при температуре 4 °С с помощью спектрофотометра УФ- и видимой области Agilent Cary 60 с оптоволоконным микрозондом)



Кинетические измерения для метиленового синего, выполненные *in situ* с применением волоконной оптики в условиях воздействия излучения УФ-лампы высокой интенсивности (ртутно-ксеноновая лампа Oriell 500 Вт) в течение 20 минут в диапазоне от 400 до 800 нм. Метки показывают длины волн с максимальной оптической плотностью.

Источник: [Simple, automated measurements of the photocatalytic properties of colorimetric species using the Agilent Cary 60 UV-Vis spectrophotometer with fiber optics](#). (Простые автоматизированные измерения фотокаталитических свойств соединений для колориметрии с помощью спектрофотометра УФ- и видимой области Agilent Cary 60 с оптоволоконной оптикой)

Спектроскопия в УФ- и видимой области

Возможности

Простая линейная зависимость между оптической плотностью и концентрацией и относительная простота измерения излучения в УФ- и видимой области позволяют создавать тысячи количественных аналитических методик на основе спектроскопии в УФ- и видимой области.

Спектроскопия в УФ- и видимой области

Преимущества

- Широкое применение в качественном и количественном анализе
- Может применяться для многих видов органических и неорганических молекул и ионов
- Простота в эксплуатации
- Экспрессность
- Сниженная потребность в техобслуживании
- Неразрушающее измерение

Недостатки

- Более высокие (худшие) пределы обнаружения по сравнению с флуоресценцией
- Перекрывание полос поглощения может затруднять анализ
- Могут возникать сложности при работе со светочувствительными соединениями при использовании дейтериевых и галогеновых источников (но не в случае ксенонового источника)



Флуоресцентная спектроскопия

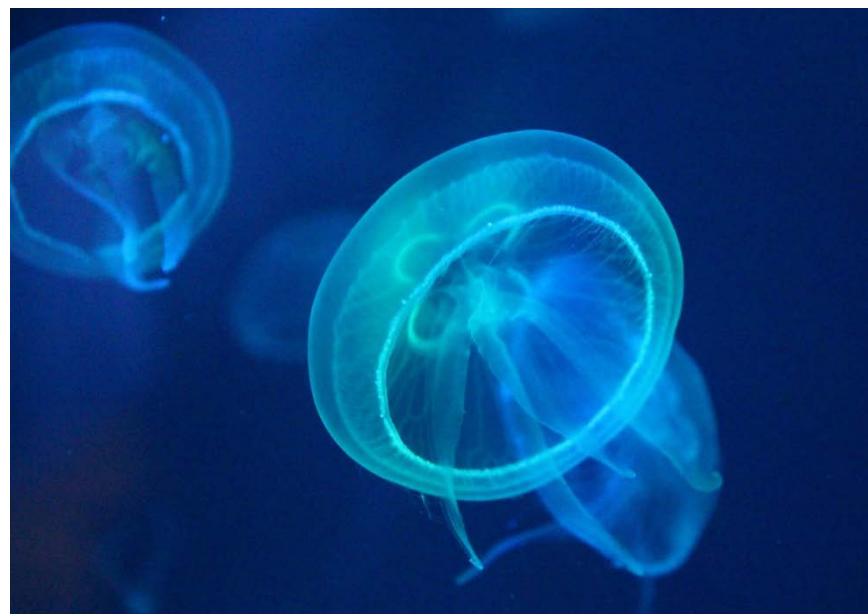
Общие положения

Флуоресценция представляет собой испускание фотонов, происходящее после возбуждения фотонами с более высокой энергией.

Флуоресцентные спектрометры обеспечивают более высокую чувствительность (на уровне пикомолей), так как они детектируют сигнал по отношению к темному фону, в отличие от спектрофотометров.

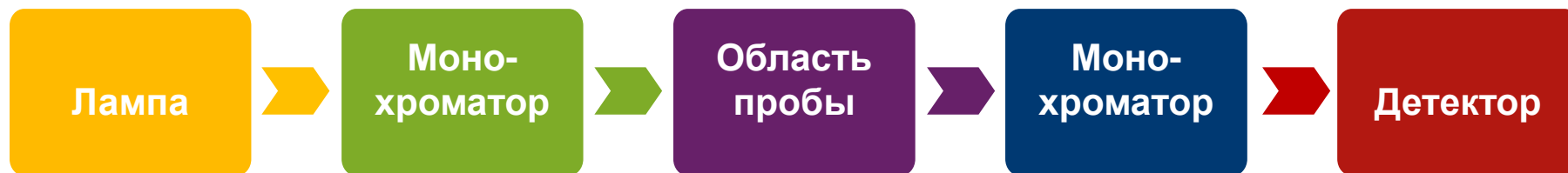
В приборах исследовательского класса используются сканирующие монохроматоры как для возбуждающего, так и для испускаемого излучения.

Многие флуоресцентные системы могут также измерять фосфоресценцию и люминесценцию.



Флуоресцентная спектроскопия

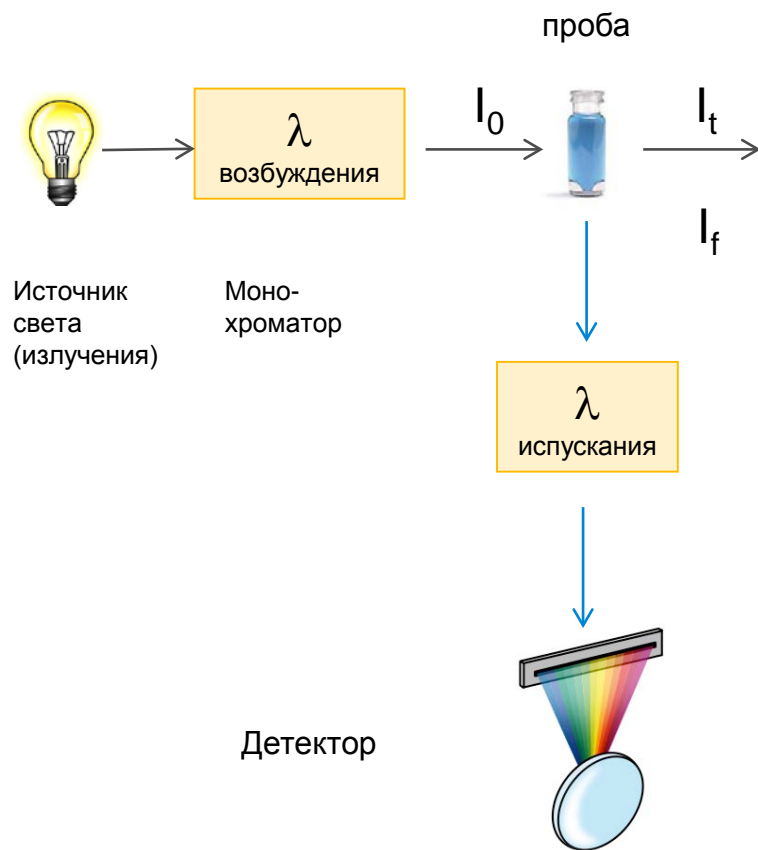
Принцип работы



- Лампа (источник) излучает свет в рабочем диапазоне длин волн
- Монохроматор используется для выбора длины волны возбуждающего излучения
- В области пробы располагается проба; аналит поглощает излучение
- Испускаемое излучение имеет большую длину волны
- Второй монохроматор служит для выбора длины волны испускаемого излучения
- Интенсивность испускаемого излучения измеряют с помощью детектора

Флуоресцентная спектроскопия

Принцип работы



Примечание. Детектор находится не на одной прямой с источником света, чтобы исключить ситуацию, когда пропущенное или отраженное возбуждающее излучение достигает детектора.

Флуоресцентная спектроскопия

Источник излучения

В флуоресцентных спектрофотометрах используются различные источники излучения:

- **Ксеноновая лампа:** непрерывный эмиссионный спектр с почти постоянной интенсивностью от 300 до 800 нм
- **Ртутная лампа:** лампа с линейчатым спектром испускания, то есть состоящим из сравнительно узких пиков при определенных длинах волн
- **Лазеры:** имеют ограничения в выборе длины волны; замена крайне тяжела

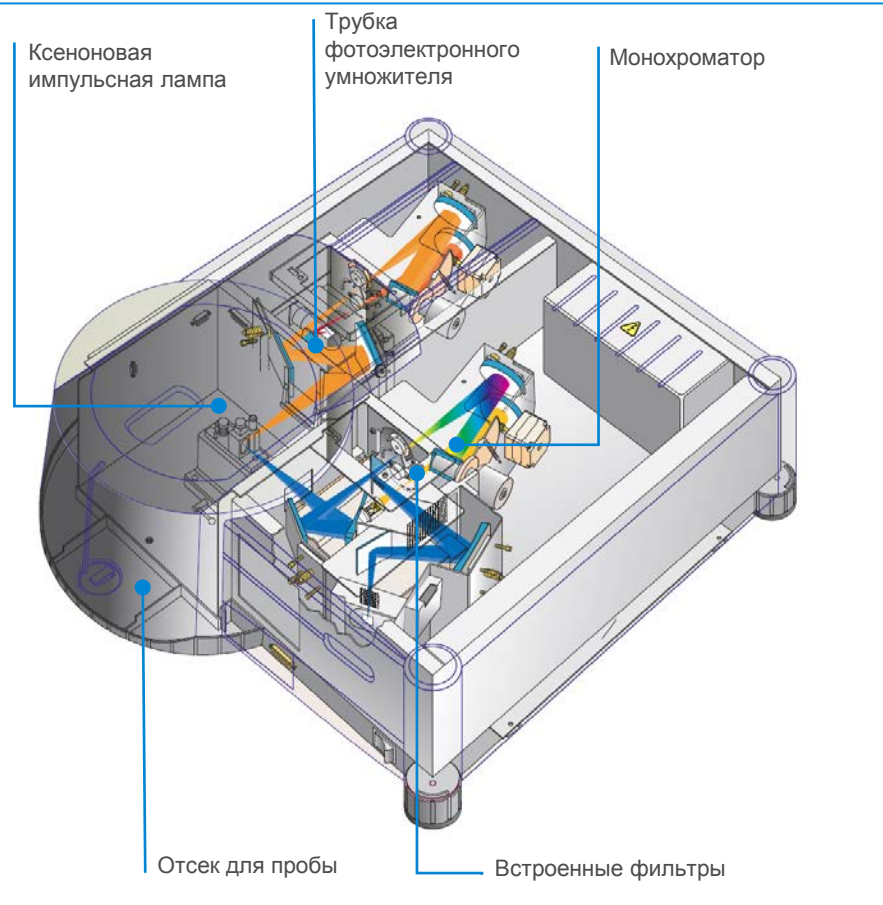


Флуоресцентная спектроскопия

Система

Ключевые области применения

- Определение термической стабильности биокатализаторов
- Характеристика биометок для задач пространственной визуализации живых клеток
- Смеси углеводов в нефтепродуктах
- Характеристика олигомеризации связанных с G-белком рецепторов (GPCR)



Флуоресцентная спектроскопия

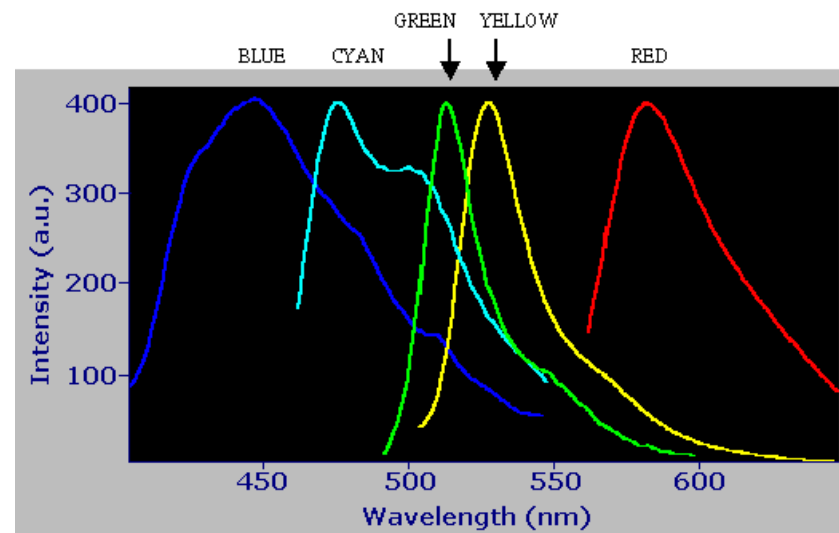
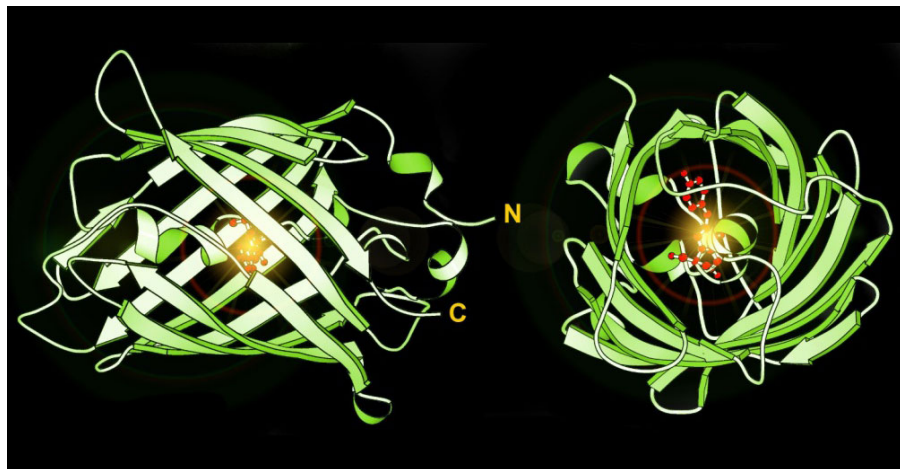
Варианты применения

РЫНОК	ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ
Химическая индустрия	<ul style="list-style-type: none">• Фотохимические исследования• Характеристика наночастиц• Химия поверхностных явлений• Аналитическая химия
Фармацевтическая и биотехнологическая промышленность	<ul style="list-style-type: none">• Биохимические и биофизические исследования• Количественное определение белка и структурные исследования: Взаимодействия между белками, исследования клеточных мембран• Энзимология: исследования ферментативной кинетики с применением флуоресцентного субстрата• Молекулярная биология: количественный анализ ДНК и РНК



Флуоресцентная спектроскопия

Цитозольная экспрессия зеленого флуоресцентного белка

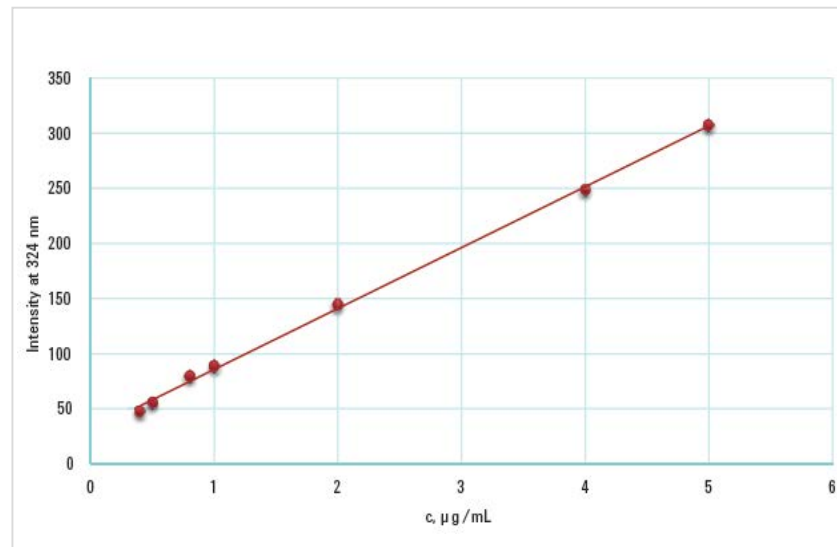
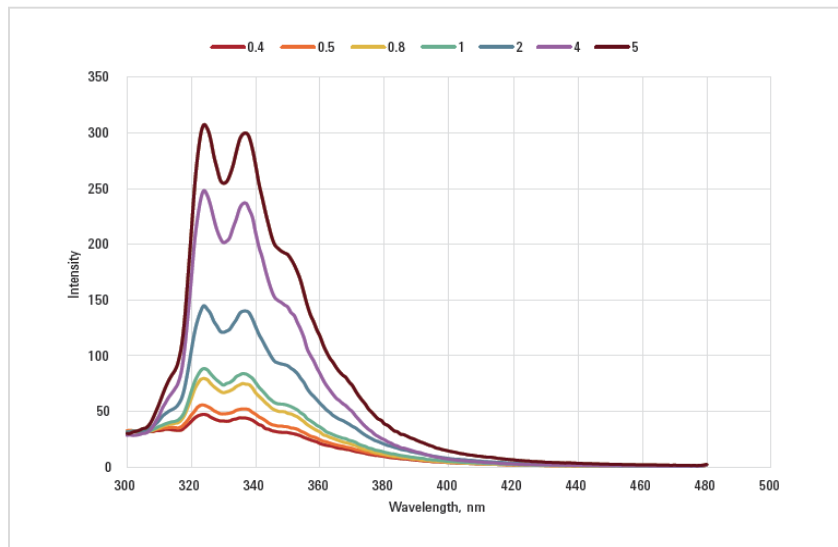


Схематическое представление зеленого флуоресцентного белка. Слева: Трипептидный флуорофор обозначен красным. Справа: Спектры испускания для полного спектра флуоресцентных белков.

Источник: [Cytosolic expression of Green Fluorescent Protein \(GFP\) and its derivatives in the yeast *Saccharomyces cerevisiae*: Detection in vivo using the Agilent Cary Eclipse](#) (Цитозольная экспрессия зеленого флуоресцентного белка и его производных в дрожжевой культуре *Saccharomyces cerevisiae*: обнаружение in vivo с помощью спектрофлуориметра Agilent Cary Eclipse)

Флуоресцентная спектроскопия

Количественный анализ полициклических ароматических углеводородов или нефтепродуктов



Спектр флуоресценции нафталины, длина волны возбуждения 250 нм, спектральная ширина щели возбуждения 10 нм, спектральная ширина щели испускания 5 нм (слева); градуировочная кривая (точки одинаковой концентрации усреднены) для флуориметрического определения нафталины при длине волны 324 нм, длина волны возбуждения 250 нм, спектральная ширина щели возбуждения 10 нм, спектральная ширина щели испускания 5 нм.

Источник: [Quantification of complex polycyclic aromatic hydrocarbons or petroleum oils in water with Cary eclipse fluorescence spectrophotometer According to astm d 5412-93 \(2000\)](#)
(Количественное определение сложных полициклических ароматических углеводородов или нефтепродуктов в воде с помощью спектрофлуориметра Cary Eclipse согласно методике Американского общества испытания материалов ASTM D 5412-93 (2000))

Флуоресцентная спектроскопия

Возможности

При низких концентрациях интенсивность флуоресценции, как правило, пропорциональна концентрации флуорофора.

На результат могут повлиять эффекты тушения. Тушение представляет собой снижение интенсивности флуоресценции данного вещества и может быть результатом различных процессов, например, реакций в возбужденном состоянии или столкновительного тушения.

Флуоресцентная спектроскопия

Преимущества

- Очень высокая чувствительность при определении ароматических и ненасыщенных соединений
- Может применяться к другим соединениям при работе с соответствующими их производными или введении в них соответствующих флуоресцентных меток
- Простота в использовании
- Сниженная потребность в техобслуживании

Недостатки

- Только для определенных видов соединений
- Может потребоваться очистка смесей
- Возможность тушения флуоресценции



Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

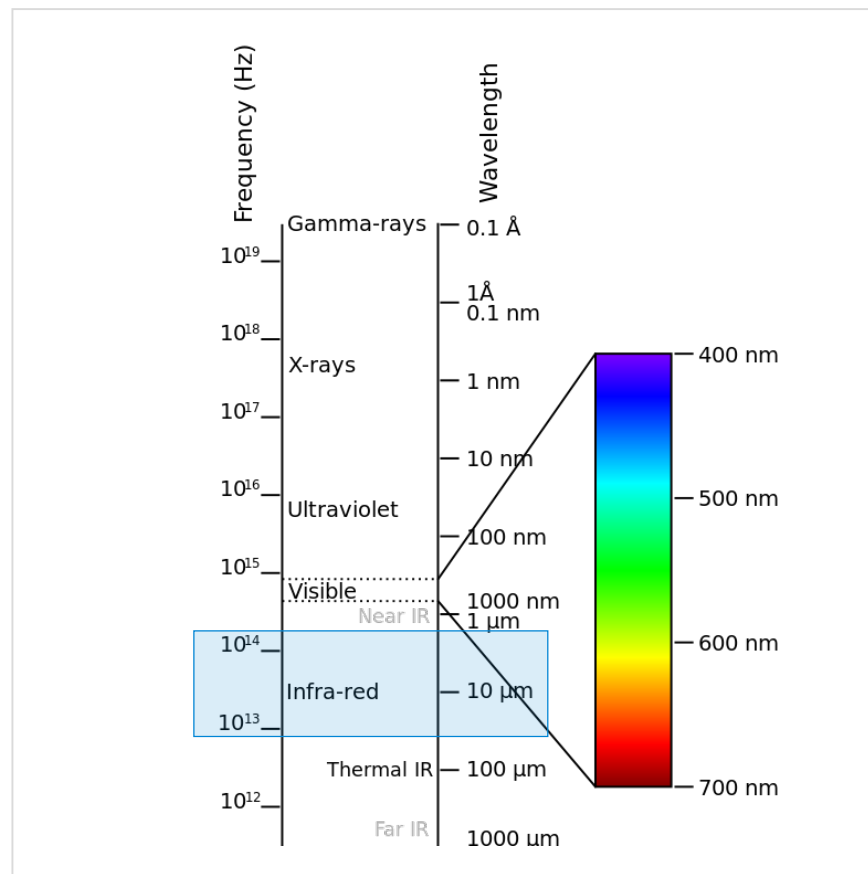
Общие положения

ИК свет имеет большую длину волны и меньшую частоту, чем видимый свет.

Инфракрасный спектр подразделяется на ближнюю, среднюю и дальнюю ИК-области. Средняя ИК-область используется наиболее часто (частота: от 400 до 4000 см^{-1}).

Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием представляет собой метод получения инфракрасного спектра поглощения, испускания, фотопроводимости или комбинационного рассеяния для твердых веществ, жидкостей или газов.

ИК-Фурье спектрометр собирает данные с высоким спектральным разрешением одновременно в широком спектральном диапазоне.



"Электромагнитный спектр", автор Виктор Блэйкус

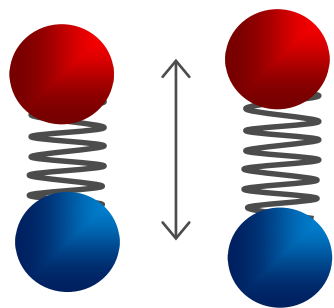
Источник: [Wikipedia](https://en.wikipedia.org/wiki/Electromagnetic_spectrum)

Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

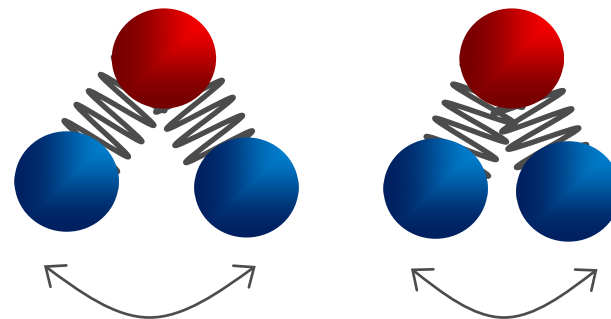
Общие положения

Поглощенное инфракрасное излучение может вызывать молекулярные колебания.

Инфракрасная спектроскопия измеряет изменение амплитуды.



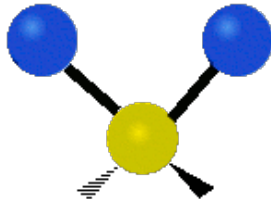
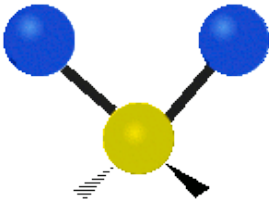
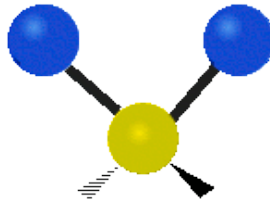
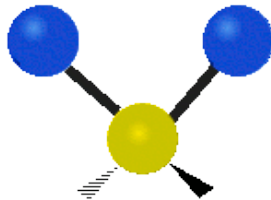
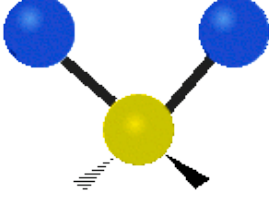
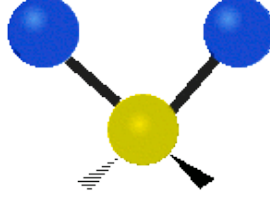
$$\tilde{\nu} = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$$



$$\mu = \frac{m_1 \cdot m_2}{m_1 + m_2}$$

Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

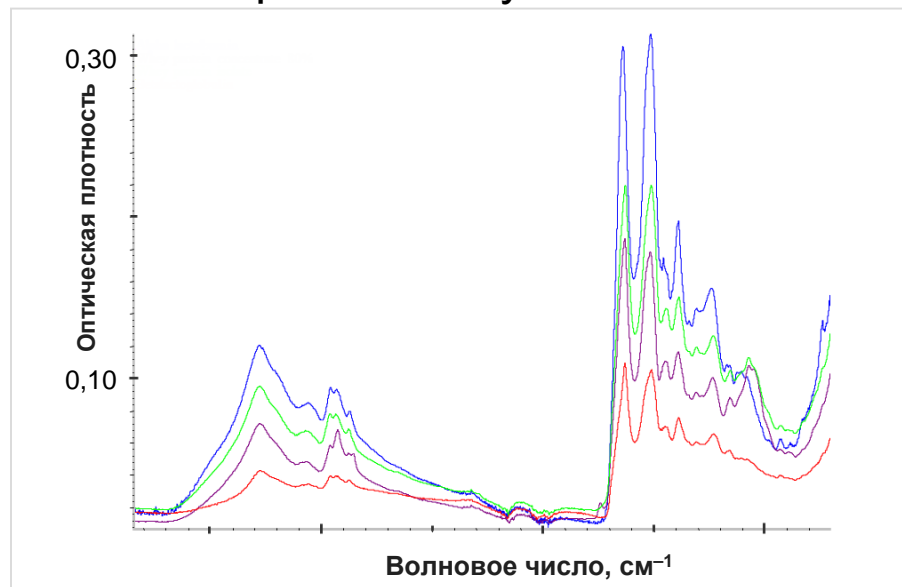
Общие положения

Симметричное валентное колебание	Антисимметричное валентное колебание	Ножничное колебание
		
Маятниковое колебание	Веерное колебание	Крутильное колебание
		

Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

Общие положения

- Пики отвечают колебаниям активных в ИК-спектре связей.
- Эти связи колеблются с определенными частотами
- Небольшие изменения в положении пика и его интенсивности позволяют различать соединения, к которым относятся пики
- ИК спектр может служить в качестве «отпечатка пальца» соединения



IR

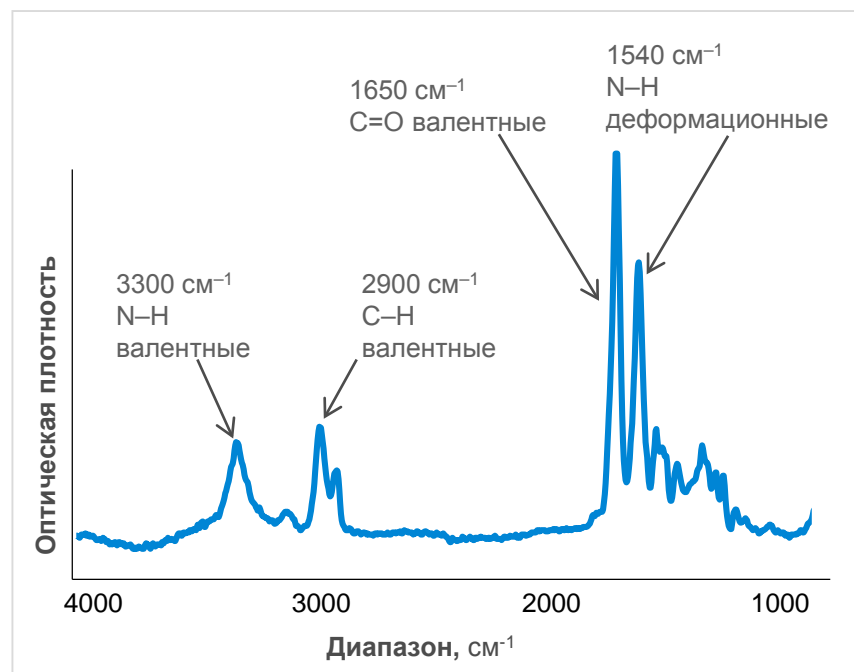
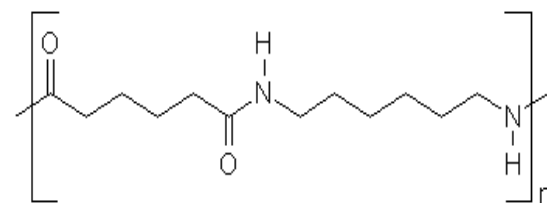


Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

Общие положения

Волновое число, при котором поглощают различные связи (связи одного типа обычно объединяют понятием «функциональная группа»), характеризует силу связи. Более сильные связи поглощают при более высоких волновых числах.

Каждая функциональная группа поглощает на ее собственной характеристической частоте, давая возможность уточнить химическое строение материала, исходя из его инфракрасного спектра.



Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

Общие положения

Молекулярные связи и длина волны

Связь	Тип колебания	Диапазон волновых чисел, см ⁻¹
C-H	Алканы (валентные)	3000–2850
	–CH ₃ (деформационные)	1450 и 1375
	–CH ₂ (деформационные)	1465
	Алкены Валентные	3100–3000
	(внеплоскостные деформационные)	1000–650
	Ароматические соединения (валентные)	3150–3050
C=C	(деформационные)	900–600
	Алкены (валентные)	~3300
	Ароматические соединения (деформационные)	2900–2700
C≡C	Алкины	2250–2100
C=O	Альдегиды	1740–1720
	Кетоны	1725–1705
	Карбоновые кислоты	1725–1700
	Сложные эфиры	1750–1730
	Амиды	1680–1630
	Ангидриды	1810–1760

Связь	Тип колебания	Диапазон волновых чисел, см ⁻¹
C-O	Спирты, простые и сложные эфиры, карбоновые кислоты, ангидриды	1300–1000
O-H	Спирты, фенолы в свободной форме с водородными связями Карбоновые кислоты	3650–3600 3400–3200 3400–2400
N-H	Первичные и вторичные амины и амиды (валентные) (деформационные)	3500–3100 1640–1550
C-N C=N	Амины Имины и оксимы	1350–1000 1690–1640

Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

Принцип работы



- Источник ИК-излучения генерирует пучок ИК-излучения (широкополосный источник излучения)
- Интерферометр (система зеркал) создает интерференционную картину
- В области пробы находится проба; пучок ИК-излучения проходит через пробу
- Детектор генерирует интерферограмму
- Компьютер преобразует интерферограмму в спектр

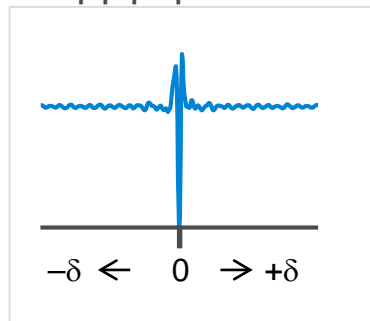
Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

Интерферограмма

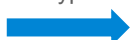
Интерферограмма представляет собой график зависимости интенсивности ИК-излучения от положения подвижного зеркала.

Алгоритм преобразования Фурье переводит интерферограмму в спектр, разделяя данные по поглощению для каждой отдельной частоты и создавая график зависимости интенсивности от волнового числа.

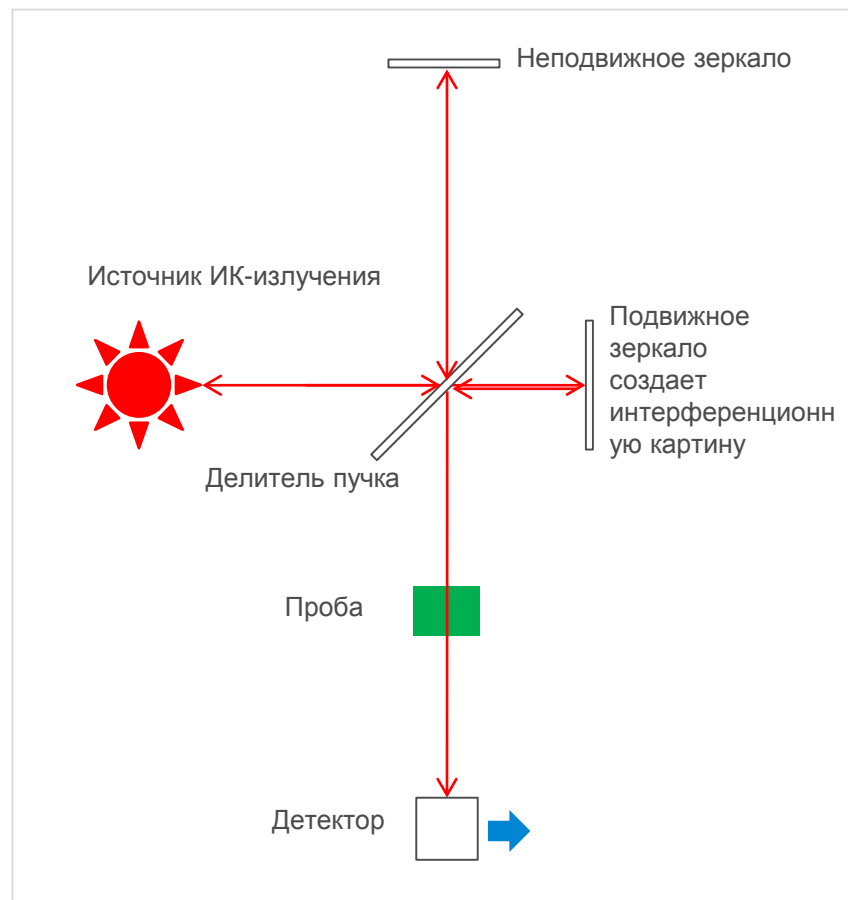
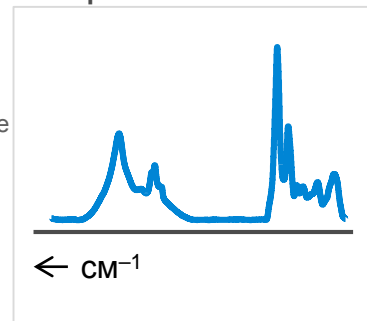
Интерферограмма



Преобразование
Фурье



Спектр

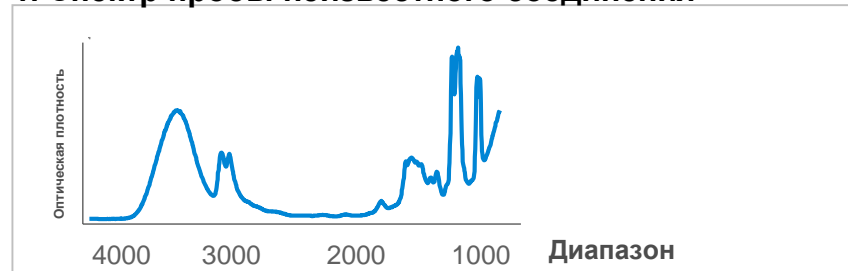


Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

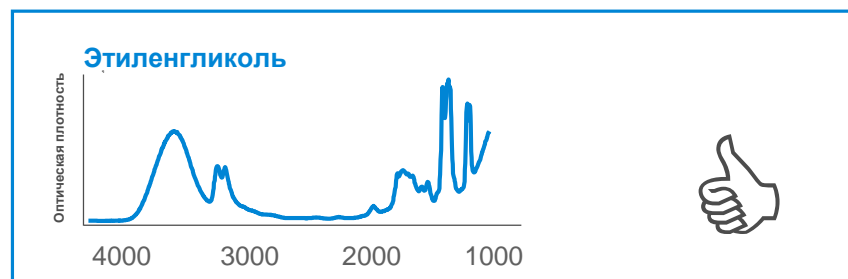
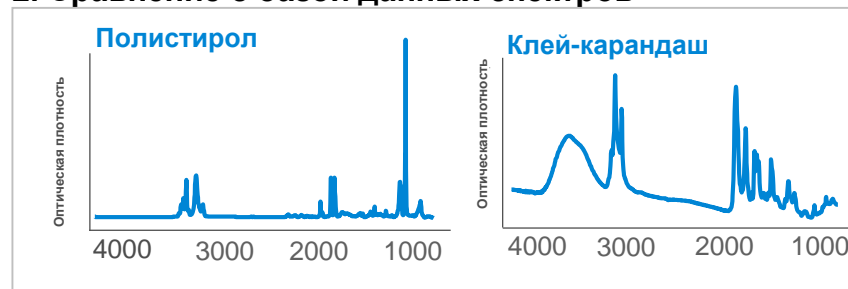
Качественный анализ

- Соединения можно идентифицировать по их уникальному инфракрасному спектру
- ИК-спектр дает представление о молекулярной структуре (например, указывает на присутствие цианогруппы)
- Для идентификации соединения компьютеры могут выполнить поиск по базам данных ИК-спектров

1. Спектр пробы неизвестного соединения



2. Сравнение с базой данных спектров

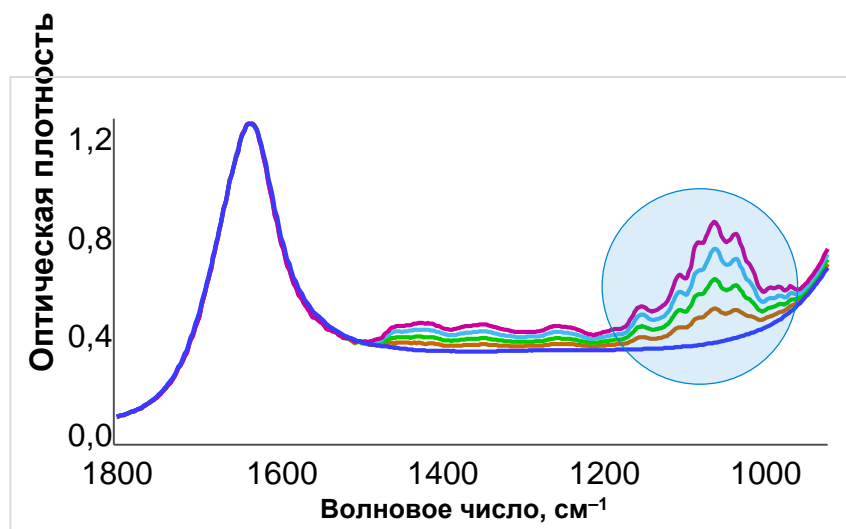


Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

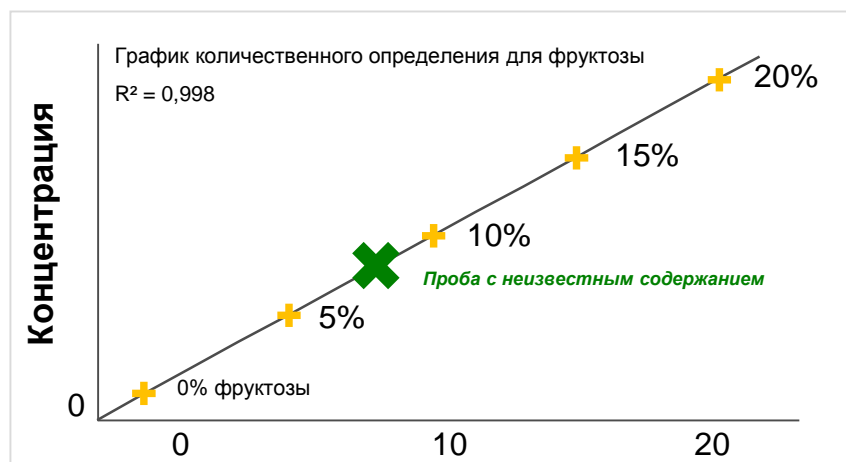
Количественный анализ

Количественный анализ

- Закон Ламберта–Бера может применяться в ИК-спектроскопии с Фурье преобразованием
- Сигнал пробы сравнивается с калибровочной кривой оптической плотности в зависимости от концентрации стандартов
- Применение к смесям — одновременный количественный анализ



Калибровочная
кривая фруктозы в
диапазоне 0–20%

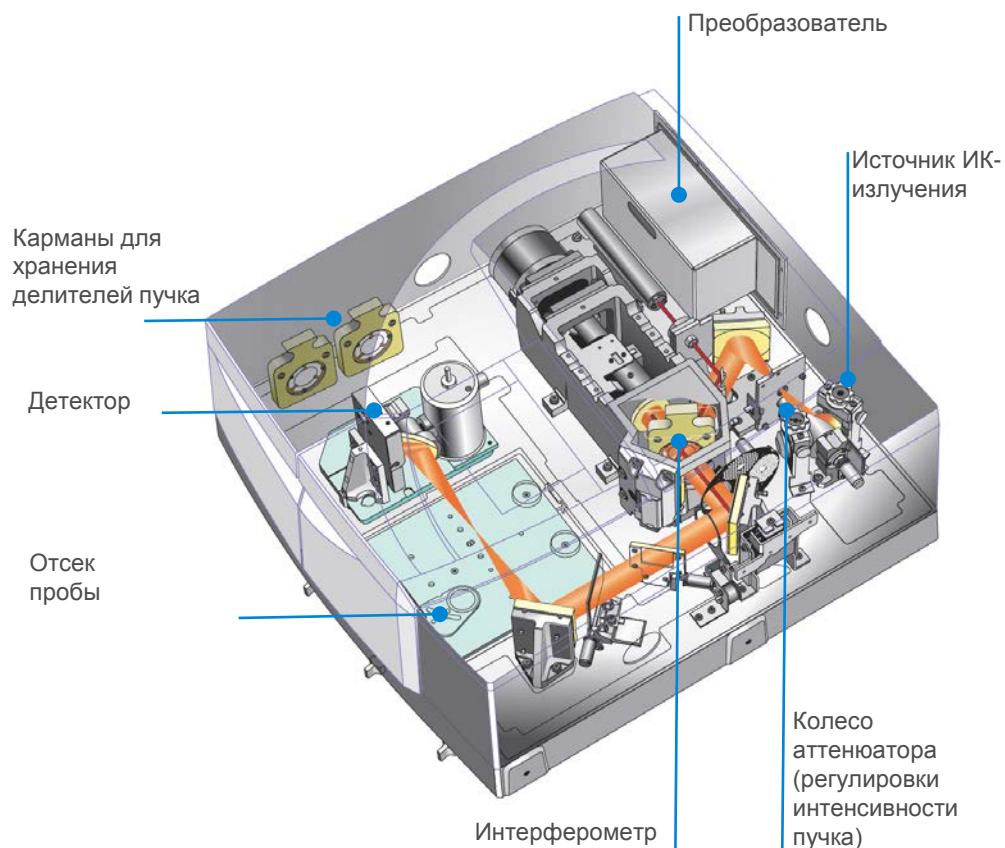


Источник: Внутренние обучающие материалы Agilent

Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием Система

Ключевые области применения

- Биомедицинская визуализация (ткани)
- Визуализация пространственного распределения химических компонентов
- Мониторинг технологических процессов (биодизельное топливо)
- Разработка и контроль производства полимеров и материалов
- Применение в криминалистике (содержание алкоголя в крови)



Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

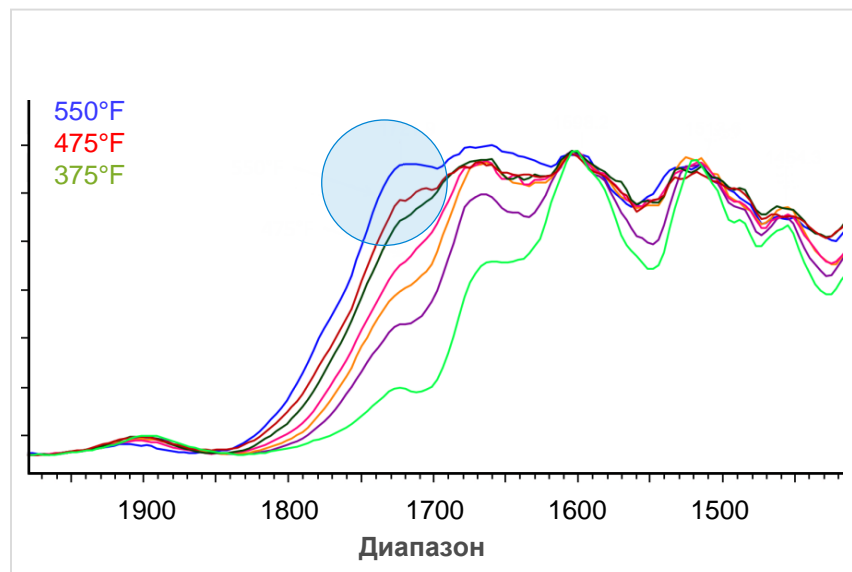
Варианты применения

РЫНОК	ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ
Индустрия материалов	<ul style="list-style-type: none">• Мониторинг тепловых и УФ-повреждений композитных материалов, отверждение композитов• Идентификация поверхностных покрытий, чистота поверхности и ее подготовка, степень износа поверхности и климатические воздействия• Контроль и обеспечение качества, сохранение объектов культурного наследия, исследование материалов
Энергетика и химическая промышленность	<ul style="list-style-type: none">• Контроль и обеспечение качества поступающего жидкого сырья и готовых продуктов, включая органические химикаты, поверхностно-активные вещества, смазки и пищевые масла
Пищевая промышленность	<ul style="list-style-type: none">• Контроль и обеспечение качества поступающего сырья и готовых продуктов

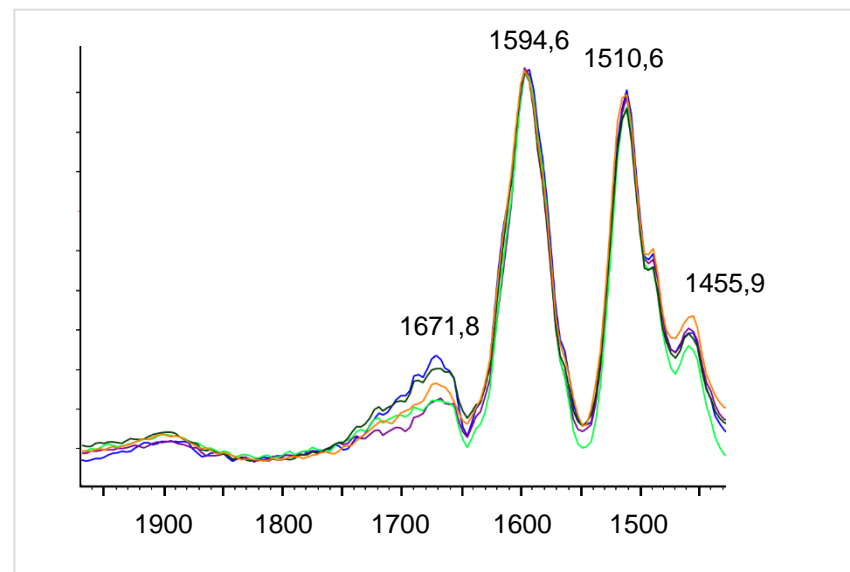


Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

Определение степени повреждения композитов



Пленка с незащищенной поверхностью композитного материала Epoxy 1, подвергшегося тепловому повреждению. Опытные образцы композита подвергаются воздействию температур в некотором диапазоне в течение 1 часа. Полоса поглощения при 1722 см^{-1} (в голубом кружке) связана с валентными колебаниями карбонильных групп, возникающих при окислении смолы, и означает чрезмерное термическое воздействие.



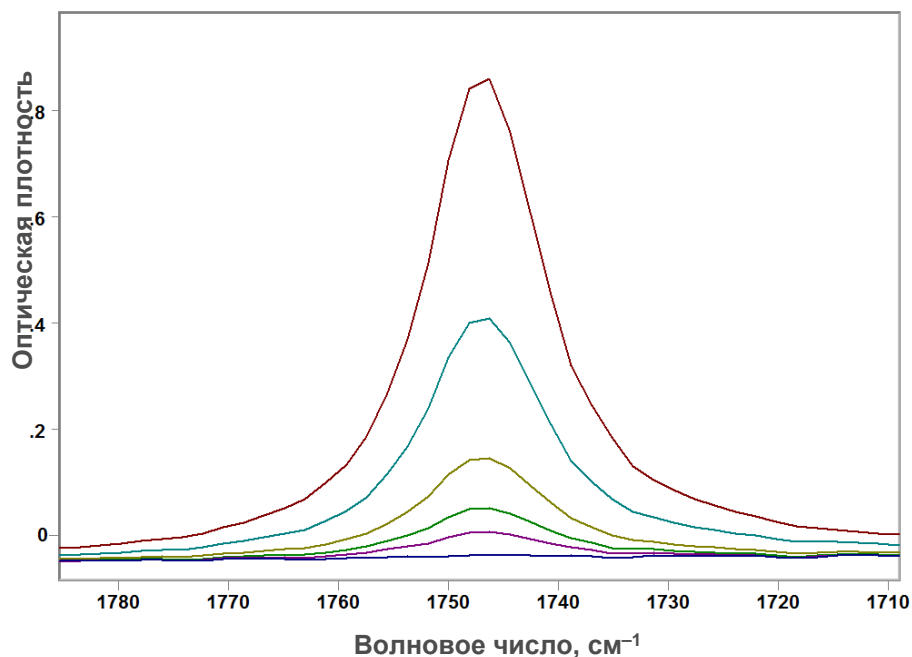
Пленка с защищенной поверхностью композитного материала Epoxy 1, подвергшегося тепловому повреждению. Опытные образцы композита подвергаются воздействию температур в некотором диапазоне в течение 1 часа. Колебания при 1722 см^{-1} не возникают в анаэробной среде.

Снижение поглощения при 1672 см^{-1} демонстрирует явную отрицательную корреляцию с интенсивностью воздействия температур.

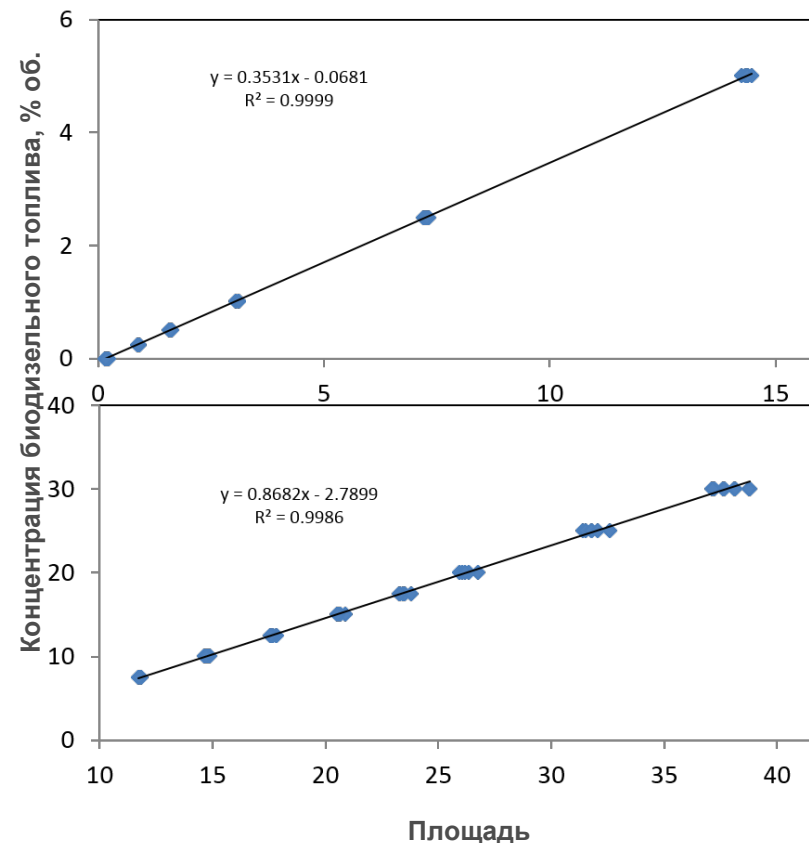
Источник: [Non-Destructive Evaluation of Composite Thermal Damage with Agilent's New Handheld 4300 FTIR](#)

Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

Измерение концентрации биодизельного топлива в дизельном топливе с высоким цетановым числом



Наложенные ИК-спектры дизельных топлив и калибровка для разных содержаний биодизельного топлива в дизельном топливе с высоким цетановым числом. Для калибровки в диапазоне концентраций от 0 до 6% использовали интервал поглощения от 1713 до 1784 см⁻¹.



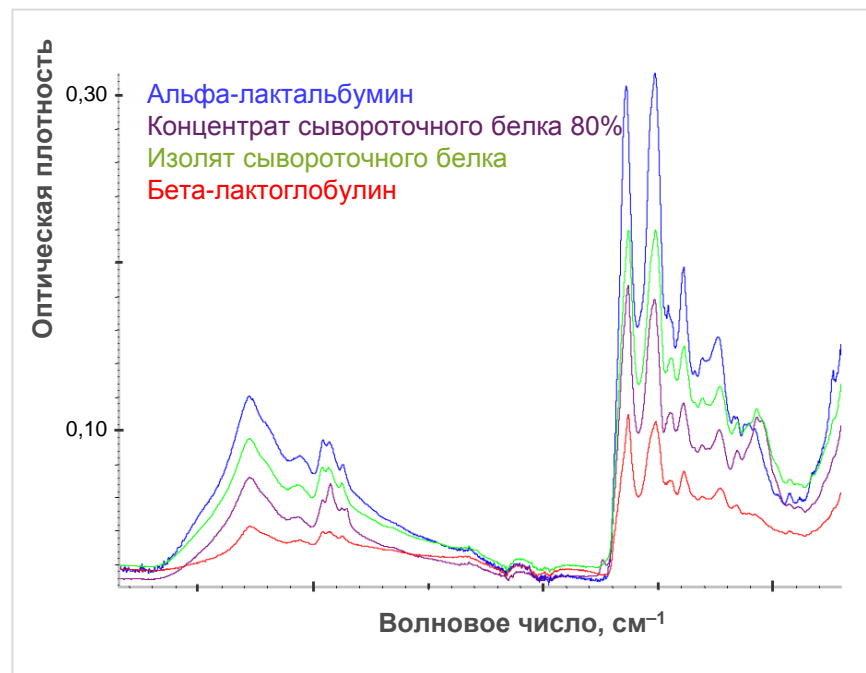
Источник: [Методика ASTM D7806-12 для определения содержания биодизельного топлива в дизельном топливе на основе нефтепродуктов](#)

Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

Контроль качества порошкообразных молочных продуктов

Сбор спектральных данных выполнялся следующим образом:

- Небольшое количество белкового порошка помещали на поверхность приставки НПВО с алмазным кристаллом.
- Пробы прижимали к алмазному кристаллу с помощью прилагающегося прижимного устройства. (Фрикционная муфта на устройстве предупреждает чрезмерное затягивание.)
- Были зарегистрированы и сложены 64 спектра (время записи спектра при разрешении 4 см^{-1} составляло $\sim 30\text{ с}$) в диапазоне от 4000 до 650 см^{-1} .



ИК-спектр отдельных порошкообразных молочных продуктов, измеренный с помощью ИК-Фурье спектрометра Cary 630 с приставкой НПВО

Источник: [QA/QC of dairy powders using the Agilent Cary 630 ATR-FTIR analyzer](#) (Контроль и обеспечение качества порошкообразных молочных продуктов с использованием ИК-Фурье спектрометра Cary 630 с приставкой НПВО)

Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

Измерение содержания акриламида в картофельных чипсах

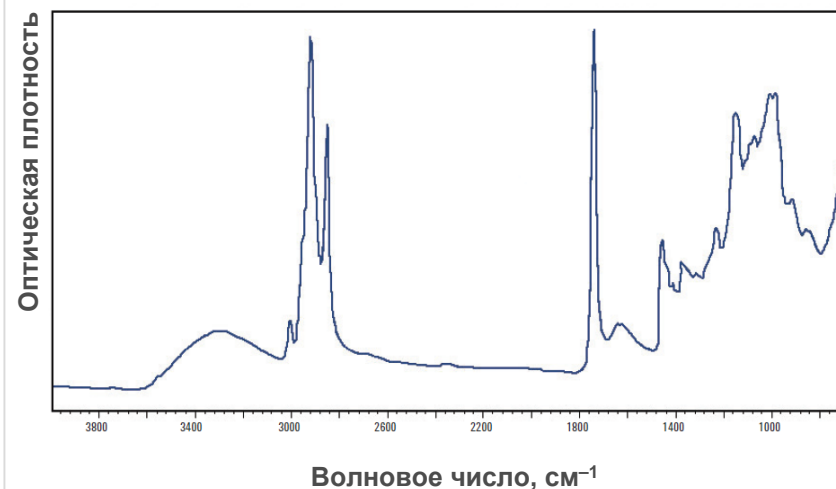
Sensor	Potato Chip Type		Factors	SE (µg/L)	r
Portable Cary 630 MIR	ªRegular	Calibration	7	65	0.95
		Cross Val.	7	74	0.93
		Prediction*	7	75	0.90
	ªSeasoned	Calibration	7	59	0.96
		Cross Val.	7	75	0.92
	ªSweet	Calibration	7	74	0.99
		Cross Val.	7	98	0.98

^a "Regular" refers to potato chips containing only potatoes, vegetable oils and salt.

^b "Seasoned" refers to potato chips containing additional ingredients.

^c "Sweet" refers to sweet-potato chips.

* independent variable predictions made on regular potato chips only



Результаты и спектр пирога с обычными картофельными чипсами при измерении с помощью портативного ИК-Фурье анализатора, оснащенного приставкой однократного НПВО с алмазным кристаллом.

Источник: [Molecular Spectroscopy Compendium - Ensure food quality, production, and safety](#) (Справочник по молекулярной спектроскопии – Обеспечение качества, производства и безопасности пищевых продуктов)

Инфракрасная спектроскопия с Фурье-преобразованием

Возможности

Инфракрасная спектроскопия является высокоэффективной универсальной методикой, которая может использоваться для анализа газов, жидкостей и твердых веществ.

Она часто применяется для идентификации химического строения веществ, поскольку наличие функциональных групп определяет появление характеристических полос с характерными как интенсивностью, так и положением (частотой).

Это простая, надежная методика, широко используемая в промышленности.

Инфракрасная спектроскопия

Преимущества

- Простота в использовании
- Точный и быстрый анализ
- Может применяться для проб различных видов и размеров
- Используется как для качественного, так и для количественного анализа
- Часто требует лишь незначительной пробоподготовки или может применяться без пробоподготовки
- Неразрушающее воздействие

Недостатки

- Молекула должна реагировать на инфракрасное излучение
- Минимальная информация в отношении элементного состава



Сокращения

Сокращение	Определение
A	оптическая плотность
b	длина оптического пути (см)
c	скорость света (3×10^8 м/с ⁻¹)
e	коэффициент экстинкции или молярный коэффициент поглощения (л моль ⁻¹ см ⁻¹)
E	переменное электрическое поле
<i>E</i>	энергия
FTIR	ИК-спектроскопия с Фурье-преобразованием
h	постоянная Планка ($6,62 \times 10^{-34}$ Дж·с)
I	пропущенное излучение
<i>I</i> ₀	падающее излучение
λ	длина волны
T	пропускание
УФ-вид	УФ— и видимая область
ν	частота (с ⁻¹)



Дополнительная информация

Более подробную информацию о продукции Agilent см. на сайте www.agilent.com или www.agilent.com/chem/academia. Появились вопросы или предложения, касающиеся презентации?

Пишите по адресу: academia.team@agilent.com

Early history	"The Early History of Spectroscopy" by Nicholas C. Thomas, <i>J Chem Edu</i> , Vol 68, 6, August 1991	
Primer	Fundamentals of UV-visible spectroscopy	5980-1397EN
Application	Measuring optical densities over 10 Abs on the Agilent Cary 7000 Universal Measurement Spectrophotometer (UMS)	5991-2528EN
Application	Measuring the color of a paint on canvas directly with external diffuse reflectance using the Agilent Cary 60 UV-Vis spectrophotometer	5991-3783EN
Application	Simple, automated measurements of the photocatalytic properties of colorimetric species using the Agilent Cary 60 UV-Vis spectrophotometer with fiber optics	5990-7864EN
Application	Cytosolic expression of Green Fluorescent Protein (GFP) and its derivatives in the yeast <i>Saccharomyces cerevisiae</i>: Detection in vivo using the Agilent Cary Eclipse	SI-A-1831
Application	Quantification of complex polycyclic aromatic hydrocarbons or petroleum oils in water with Cary eclipse fluorescence spectrophotometer according to astm d 5412-93 (2000)	5991-3166EN
Application	Non-Destructive Evaluation of Composite Thermal Damage with Agilent's New Handheld 4300 FTIR	5991-4037EN
Application	ASTM D7806-12 for Biodiesel in Petroleum-based Diesel Fuel Oil	5991-5591EN
Application	QA/QC of dairy powders using the Agilent Cary 630 ATR-FTIR analyzer	5991-0784EN
Application	Molecular Spectroscopy Compendium - Ensure food quality, production, and safety	5991-3818EN
Web	CHROMacademy – free access for students and university staff to online courses	
Videos & Images	www.agilent.com/chem/teachingresources	

Содержание



Спасибо за внимание

◀ Содержание

Номер публикации: 5991-6592RU

Предназначено исключительно для учебных целей

March 7, 2016

50



Agilent Technologies

ACADEMIC
& INSTITUTIONAL
RESEARCH