

Handleiding PE Spectrum One/Spectrum100 FT-IR spectrometer

Opstarten

Als het goed is staan de IR-spectrometer en de computer al aan.

- Open het programma **Spectrum** op het bureaublad.

Er verschijnt een scherm getiteld **Perkin Elmer Login**.

- Log in met username: student en password: student, en klik op OK.

Er verschijnt een scherm getiteld **Spectrum Login**.

- Laat de opties ongewijzigd, en klik OK.

Het hoofdscherm verschijnt, getiteld **Spectrum - [Graph #1]**.

- Maak de topplate met het ATR-kristal schoon (het kleine donkere cirkeltje in het midden van de ronde metalen plaat bovenop het apparaat) door met een witte tissue, vochtig gemaakt met ethanol, voorzichtig er overheen te wrijven. Spuit **NOOIT** direct ethanol op de topplate!
- Als je een spectrum van een vaste stof gaat opnemen, maak je ook de losse bovenplaat (rond metalen plaatje met een gat in het midden) goed schoon. Let op: gebruik voor "Spectrum One" de bovenplaat met de kleine opening en voor "Spectrum100" de bovenplaat met de grote opening.
- Indien de platen niet goed schoon worden, kun je een tissue met water gebruiken in plaats van ethanol.
- Laat de platen goed drogen voor je aan stoffen gaat meten.

Spectrum meten

Achtergrondcorrectie

Alleen als het apparaat al een tijd niet gebruikt is (zeg: 4 uur), is het zinvol om een achtergrond-spectrum te meten. Het apparaat corrigeert dan voor de pieken die veroorzaakt worden door stoffen in de lucht, het ATR-kristal, vensters, et cetera.

- Klik in de pictogrammenbalk op **Scan**, waardoor een scherm getiteld **Scan and Instrument Setup** verschijnt.
- Klik op het pictogram van een rood driehoekje met een blauw boogje erboven, rechtsboven in het venster.

Er verschijnt een scherm getiteld **Scan Progress – Prepare for Background**.

- Klik op **Scan**.

Het achtergrondspectrum wordt nu gemeten, dit duurt ongeveer 25 seconden. Het scherm **Scan and Instrument Setup** komt vanzelf weer terug.

Spectrum

Je kunt nu het spectrum gaan meten. Open het scherm **Scan and Instrument Setup** door in de pictogrammenbalk op **Scan** te klikken (als je net een achtergrondcorrectie hebt gedaan, staat dit scherm al open).

- Op het tabblad **Sample** vul je achter **Name** de bestandsnaam in die je spectrum krijgt, in de vorm 'achternaam_stof_volgnummer'. Laat de overige velden leeg.
- Op het tabblad **Scan** kun je onder **Duration** het aantal scans veranderen. Gebruikelijk is om 10 scans te kiezen voor vaste stoffen en KBr-tabletten en 4 scans voor vloeistoffen.

Nu kun je de te analyseren stof op het kristal aanbrengen.

Voor vloeistoffen:

- Verwijder de losse bovenplaat, als deze aanwezig is.
- Druppel met een pasteurpipetje enkele druppels vloeistof op het kristal. Alleen het kristal hoeft bedekt te worden. Als de vloeistof erg vluchtig is, kan het helpen om het dekseltje van een klein potje over het kristal heen te zetten. Wacht niet te lang met het starten van je meting na het aanbrengen van je stof.

Voor vaste stoffen:

- Klik op het eerste pictogram in het venster **Scan and Instrument Setup** (lijkt op een wijzerplaat). Er verschijnt dan een venster met drie balkjes, waarvan de onderste langzaam groen opvult als je druk uitoefent op het kristal (**Force Gauge**).
- Leg de losse bovenplaat boven op de plaat met het ATR-kristal.
- Breng met een microspatel wat van je vaste stof aan op het kristal, zodat het hele kristal bedekt is.
- Breng de arm met de draaiknop boven het kristal en draai de knop zodat het staafje, met een goed dopje erop, naar beneden beweegt. Hou hierbij het groene **Force Gauge** balkje goed in de gaten. Draai door tot een waarde van ongeveer 60 %. Draai **NOOIT** verder dan 80 %, het kristal kan dan breken.
- Zorg er voor dat het staafje je monster niet van het kristal af drukt (gebruik bijvoorbeeld een microspatel). Het monster moet het hele kristal blijven bedekken.
- Klik op **Stop**.

Voor KBr-tabletten:

- Plaats het KBr-tablet met een pincet in de speciale houder, en zet die houder recht op tussen de metalen pennetjes in de lichtbundel. Hiervoor moet de speciale KBr-module in het apparaat geplaatst zijn. Als dit niet het geval is, vraag dan iemand van de practicumleiding om dit te doen. Verwissel de modules niet zelf!

Als je de te analyseren stof hebt aangebracht, kun je het spectrum op gaan nemen.

- Klik op **Start** en daarna op **Scan** (als de software waarschuwt **Duplicate Filename**, klik **OK**).

Er komt een scherm in beeld dat het spectrum dat gemeten wordt weergeeft. Onderin dat scherm staat een teller die bijhoudt hoeveel scans er al gemaakt zijn. Als het opgegeven aantal scans voltooid is, sluiten de schermen automatisch en wordt het 'ruwe' spectrum weergegeven, of er komt eerst de vraag of je een bestand wil overschrijven. In dat geval, klik **Accept**.

Het kan gebeuren dat het apparaat de melding geeft van **Weak Bands** en/of **High Noise** en vraagt of je het spectrum wilt accepteren of opnieuw wilt beginnen. Dit kan bijvoorbeeld komen doordat je vloeibare monster verdampt is tijdens het meten, of de arm heeft je vaste monster van het kristal af geduwd. Je zult zelf moeten beoordelen of je een nieuw spectrum wilt meten of dat je door wilt gaan met oude.

Verwerking

ATR-correctie

Als je een meting hebt gedaan met behulp van het ATR-kristal (dus niet bij KBr-tabletten), kun je ATR-correctie toepassen.

- Klik op **Process** → **ATR Correction**. Vul niets in, en klik OK. Pas geen ATR-correctie toe bij het meten aan KBr-tabletten!

Er verschijnen twee spectra, de oude in het zwart en de nieuwe in het blauw (gebeurt bij iedere bewerking van het spectrum, eventueel met andere kleuren).

- Verwijder de oude door op de zwarte bestandsnaam te klikken onderin het scherm en op de **delete**-toets te drukken. Selecteer daarna het nieuwe spectrum.

Ruisonderdrukking

Als je spectrum veel ruis bevat, kun je de lijn wat egaliseren.

- Selecteer **Process** → **Smooth** → **Automatic Smooth**.
- Verwijder wederom het oude spectrum door hem te selecteren en op de **delete**-toets te drukken. Selecteer weer het nieuwe spectrum.

Labels

Ten slotte kun je in het spectrum de golfgetallen van alle pieken weergeven.

- Klik bovenin het scherm op het icoon **Peaks** en daarna op het icoon **OptVw**.

Afsluiting

- Print het gemeten spectrum door op het printericoontje linksboven in het scherm te klikken.
- Sluit het programma niet af! Andere mensen kunnen gebruik maken van jouw achtergrond-spectrum als je het programma open laat staan.

Maak het kristal, de metalen plaatjes en het dopje van de arm schoon met een vochtige tissue (ethanol). Gooi deze tissues en pasteurpipetten weg in de blauwe bak voor vast chemisch afval. Laat de tafel schoon achter!