

ČVUT v Praze, Kloknerův ústav, Šolínova 7, Praha 6

Mobilní Ramanův spektrometr Ahura First Defender

Návody na cvičení

Ing. Daniel Dobiáš, Ph.D.

Doc. Ing. Tomáš Klečka, CSc.



Praha 2009

Anotace

Návody na cvičení obsahují metodické pokyny pro praktická cvičení studentů s přenosným Ramanovým spektrometrem First Defender. Tyto cvičení mají za úkol jednak seznámit studenty s moderním automatickým zařízením a jednak s možností posouzení stavebních materiálů z chemického hlediska.

Mobilní Ramanův spektrometr Ahura First Defender od firmy Ahura Scientific z USA byl zakoupen v rámci projektu FRVŠ 1846/2009 v roce 2009.

Návody na cvičení
Mobilní Ramanův spektrometr Ahura First Defender

OBSAH

Anotace.....	2
1. Praktická cvičení — zadání.....	4
2. Bezpečnostní pokyny	5
3. Popis přístroje.....	6
3.1 First Defender – pohled zepředu.....	6
3.2 First Defender – pohled zezadu a zesponu	6
3.3. Nasazení kónické snímací hlavy.....	7
3.4 Pozice snímací hlavy při správném snímání	7
3.5 Příklady snímání různých typů vzorků	8
4. Před zahájením snímání	9
5. Provádění snímání	10
6. Interpretace výsledků snímání.....	12
7. Knihovna	13
7.1 Volba všech kategorií knihovny	13
7.2 Zjištění informací o vzorku pomocí knihovny.....	13
8. Přenos výsledků snímání.....	14
Tabulka 1	15

1. Praktická cvičení – kvalitativní analýza kapalin a pevných vzorků Ramanovou spektrometrií – zadání

Kvalitativní analýzu kapalin a pevných vzorků budete provádět pomocí Ramanova spektrometru First Defender. Základní přípravu přístroje a výběr vhodného výchozího nastavení parametrů přenecháte vyučujícímu, který vás seznámí s obsluhou spektrometru a softwaru.

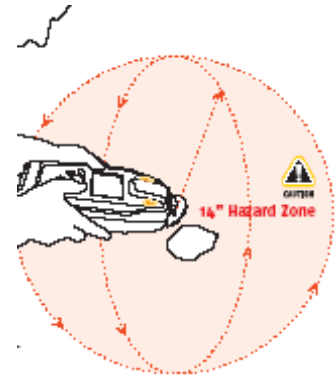
Úkoly

- 1) Seznamte se s bezpečnostními pokyny k tomuto přístroji (viz str. 3)
- 2) Proměřte určený vzorek v práškové či kapalně formě ve skleněné vialce a identifikujte tento vzorek
- 3) Pomocí knihovny spekter přístroje popište daný vzorek – chemický vzorec, popis fyzikálních parametrů

2. Bezpečnostní pokyny

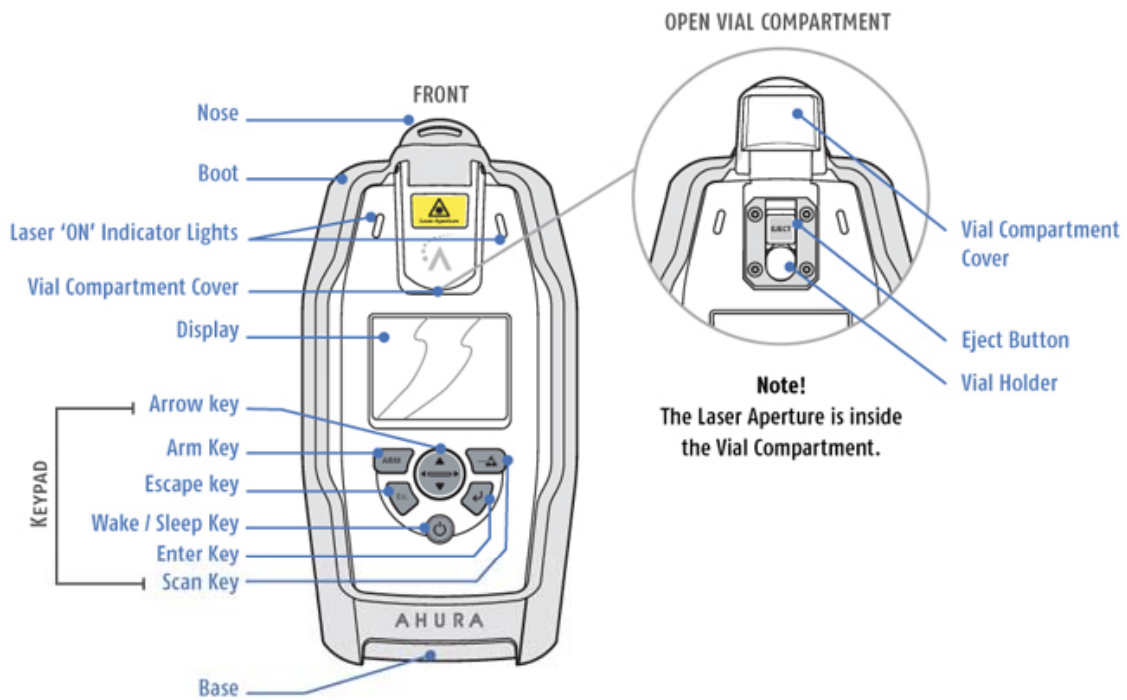
Před zahájením snímání si pečlivě přečtete následující bezpečnostní upozornění!

- Pečlivě prostudujte podrobný návod k použití.
- First Defender je klasifikován jako laserový výrobek spadající do skupiny CLASS IIB.
- Vyhněte se expozici laserového paprsku i expozici paprskům odraženým např. od zrcadla. Expozice laserovými paprsky produkovanými výrobky spadajícími do skupiny IIB může být nebezpečná.
- Nikdy paprskem na nikoho neměřte.
- Vzdálenost přístroje při použití by měla být minimálně 35 cm od očí.
- Neotevírejte ochranný uzávěr. Otvírat lze pouze dvířka prostoru pro baterie při jejich výměně.
- Jakákoliv jiná manipulace s přístrojem než ta, která je popsána v manuálu může vést k poškození zdraví vlivem expozice laseru.
- Při manipulaci s neznámými látkami dodržujte vnitřní bezpečnostní předpisy.
- Používejte nejmenší možné množství vzorku a nejnižší možné nastavení laseru, aby bylo riziko minimalizováno.
- Nepoužívejte přístroj k měření teplotně senzitivních látek. Některé látky mohou absorbovat laserovou energii a ohřívat se. Hrozí nebezpečí vzplanutí. Obzvláště náchylné jsou tmavě zbarvené tuhé látky (např. černé prášky, azid stříbrný, hlavičky zápalek, černé plasty, latexové barvy, lepenky).
- Při vyjímání vialek se vzorkem z držáku vialek si počínejte opatrně, aby nedošlo k rozbití vialky.



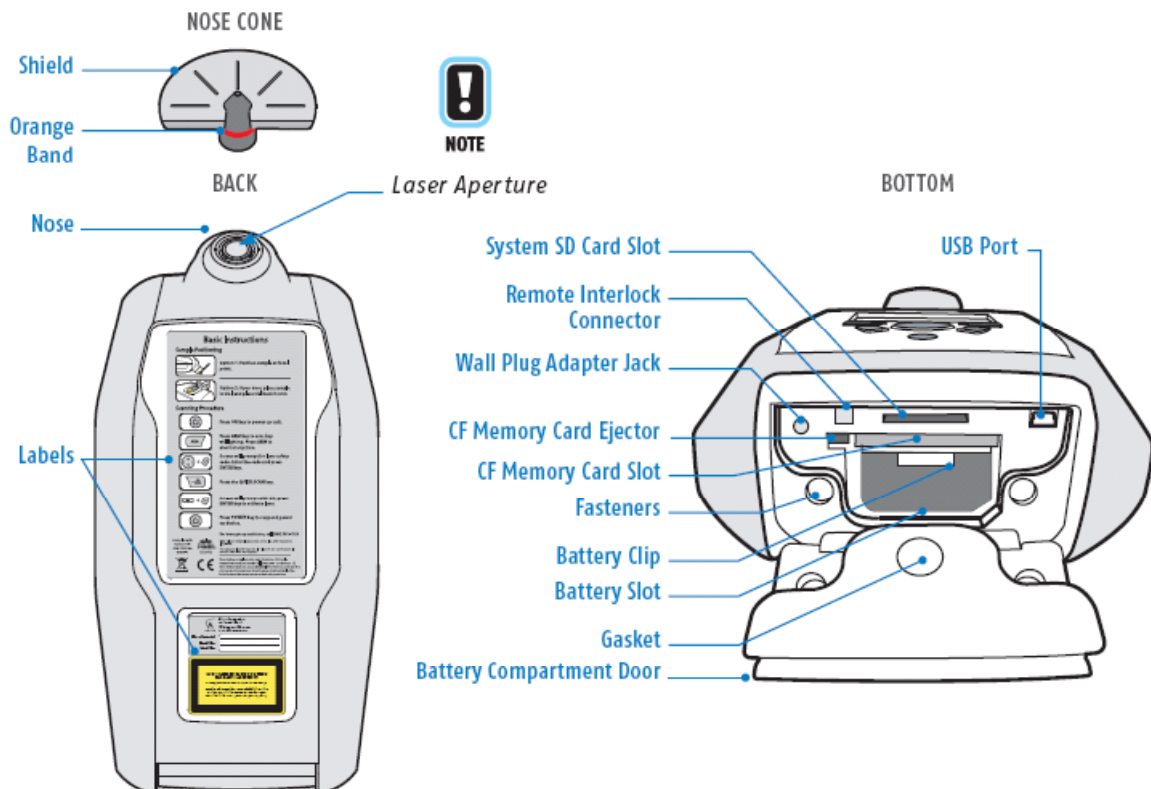
3. Popis přístroje

3.1 First Defender –pohled zředu



Druhý laserový průzor je umístěn uvnitř prostoru pro vkládání vialky se vzorkem.

3.2 First Defender – pohled zezadu a zespodu

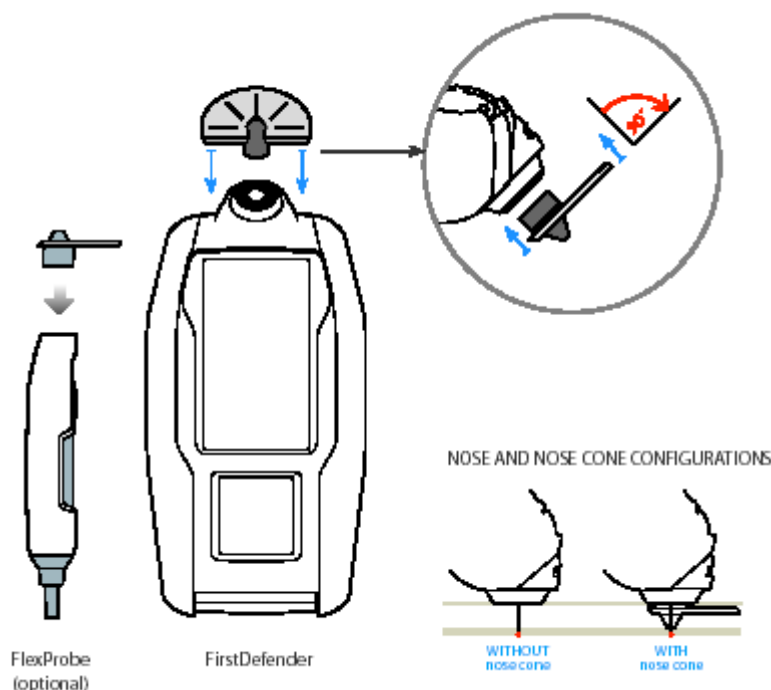


Spektrometr First Defender je napájen buď prostřednictvím baterie nebo je ke zdroji napájení připojen pomocí síťového adaptéru. Jestliže je displej podsvětlen, je přístroj připraven k použití. Pomocí klávesy wake/sleep je možné šetřit baterii. Baterie je schopna napájet přístroj po dobu 5 hod provozu při pokojové teplotě. Při plném nabití baterie se na ikoně signalizující nabití baterie objeví 7 dílků.

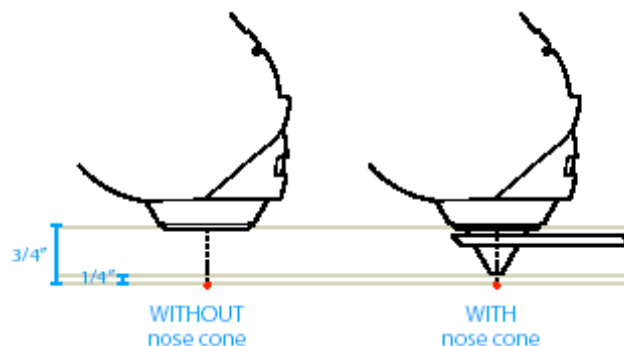
Při použití nabíječky baterií připojte napájecí zdroj nabíječky a připojte nabíječku do sítě. Do nabíječky vložte baterii tak, aby pozlacené kontakty směřovaly dolů.

Přístroj automaticky přejde po 5 min nečinnosti do stand-by módu. Pro aktivaci displeje pak stiskněte klávesu **wake/slep**.

3.3. Nasazení kónické snímací hlavy



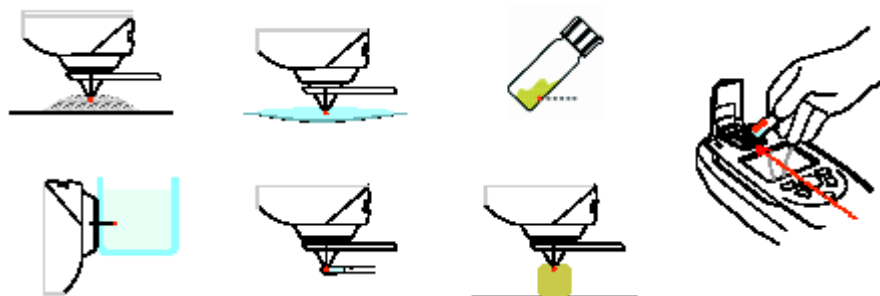
3.4 Pozice snímací hlavy při správném snímání



Klíčem ke správnému snímání je správná pozice ohniska laseru k neznámé měřené látce. Ohnisko laseru je bod laseru, který je nejintenzivnější a produkuje největší molekulový signál. Oblasti laseru před a za tímto bodem jsou méně intenzivní a mohou poskytovat pouze signál, který není pro identifikaci dostatečný. Pro správné zaměření je potřeba si uvědomit, že

ohnisko je umístěno cca 18 mm od otvoru kónické snímací hlavy. Snímací hlava nemění pozici ohniska laseru, přispívá pouze ke správnému umístění přístroje tak, aby ohnisko laseru dopadalo správně na testovaný vzorek.

3.5 Příklady snímání různých typů vzorků



V tabulce 1 na str. 15 na konci těchto návodů jsou uvedeny nejlepší postupy při snímání různých typů vzorků.

Výsledky jsou obvykle zobrazovány cca za 30 s. V případě, že se na displeji objeví hlášení, že odhadovaný čas pro snímání bude několik minut, je doporučeno vzorek umístit do vialky a provést měření znovu. Tato situace může nastat v následujících případech:

- Ohnisko laseru není správně umístěno v důsledku použití špatné techniky snímání.
- Vzorek, který snímáte, nemá žádný nebo jen velmi slabý molekulární signál nebo příliš fluoreskuje (např. stolní sůl, čpavek, kyselina chlorovodíková).

4. Před zahájením snímání

Krok 1

Nejprve zvolte nejlepší způsob snímání – viz. tabulka 1 (str. 15 na konci těchto návodů).

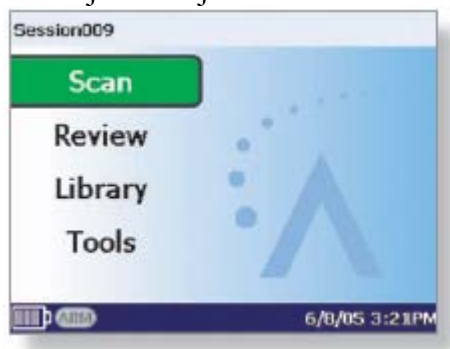
Krok 2

Při provádění rychlého snímání:

- Nasad'te snímací hlavu.
- Otevřete prostor pro vkládání vialky a stiskněte klávesu Vial Eject, čímž se ujistíte, že clona laseru je otevřena. V případě, že v držáku zůstala zapomenuta vialka se vzorkem z předchozího měření, vyjměte ji.

Krok 3

Přístroj zaktivujte stisknutím klávesy Wake/Slep. Objeví se hlavní menu.



Krok 4

Ujistěte se, že baterie je dostatečně nabitá. Na ikoně signalizující nabití baterie musí být zobrazeny alespoň 2 dílky. V opačném případě je potřeba baterii nabít.

Krok 5

Ujistěte se, že jsou zvoleny všechny kategorie knihovny. V případě, že tomu tak není, přístroj nemusí být schopen identifikovat snímání vzorek (viz Volba všech kategorií knihovny).

5. Provádění snímání

Krok 1

Viz. kapitola: Před zahájením snímání.

Krok 2

Stiskněte klávesu *Arm*, pak zadejte kód pro laser (kód vám sdělí vyučující). Ikona *Arm* se zbarví oranžově.

Krok 3

V hlavním menu zvolte položku *Scan* a stiskněte klávesu *Enter*. Objeví se následující displej:



Krok 4

Ujistěte se, že mód je nastaven na *Auto* (tak jak je ukázáno na obrázku).

Krok 5 (volitelně)

Vytvořte relaci do níž budete ukládat jednotlivá snímání. Do jedné relace lze ukládat několik snímání.

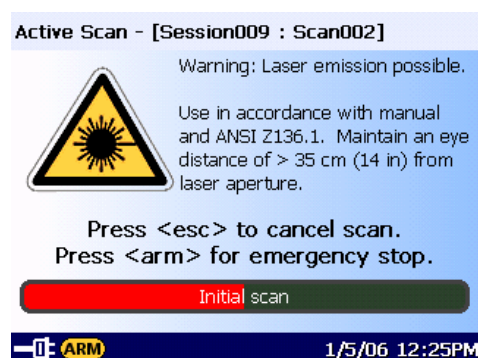
- Zvolte *New Session* a stiskněte klávesu *Enter*.
Objeví se displej s názvem relace.
- Zadejte název relace. Použijte klávesy se šipkami pro zadávání písmen a pro výběr písmene stiskněte *Enter*. Po dokončení zvolte *Done* a stiskněte *Enter*. Název relace se objeví v horní části displeje v hlavním menu.

Krok 6

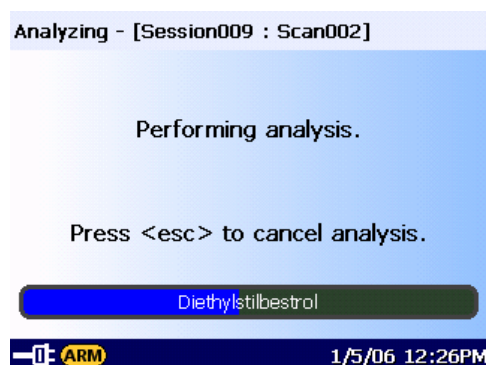
Připravte přístroj pro daný typ snímání (viz. tabulka 1).

Krok 7

Pro zahájení snímání zvolte *Go* a stiskněte *Enter*. Objeví se displej *Active Scan* a přístroj začne sbírat molekulové údaje. Jakmile se rozsvítí kontrolka laseru, je laser aktivní.



Jakmile je snímání ukončeno, přístroj začne získaná data analyzovat a porovnávat je s položkami knihovny.



Po ukončení porovnávání se na displeji objeví výsledek.

V případě, že se výsledek neobjeví ani po několika minutách, přeneste skenovaný vzorek do vialky a umístěte ji do držáku vialek ve vzorkovacím prostoru a snímání zopakujte.

6. Interpretace výsledků snímání

Přístroj zobrazuje jeden z pěti možných displejů s výsledky.

	<h3>Jeden pozitivní protějšek</h3> <p>Výsledek snímání odpovídá pouze jedné položce z knihovny.</p> <p><i>Jestliže se vedle látky zobrazí žlutý trojúhelník, můžete zvolit možnost zobrazení specifických informací (popis látky, informace NIOSH, první pomoc, ...).</i></p>
	<h3>Několik pozitivních protějšků</h3> <p>Výsledek snímání odpovídá dvěma či více položkám z knihovny, tzn. snímaná látka může odpovídat jedné z nich. Procenta naznačují, jaká je pravděpodobnost toho, že se jedná o danou látku.</p> <p><i>Pozor, nejedná s o koncentraci vyjádřenou v procentech, ale o vyjádření pravděpodobnosti v %.</i></p>
	<h3>Směs</h3> <p>V tomto případě nelze nalézt pouze jednu odpovídající položku z knihovny. Výsledku snímání odpovídá směs jednotlivých položek z knihovny. Procenta značí podíl jednotlivých látek ve směsi. Na uvedeném příkladě je na základě porovnání s daty uvedenými v knihovně směs složena z 59% 2-propanolu a z 38% methanolu. Některé údaje nebylo možné s položkami v knihovně porovnat, proto součet nedává 100%. Identifikace směsi je poměrně náročná a ne vždy přesná.</p> <p><i>Pozor, procenta neudávají koncentraci, ale podíl z celku.</i></p>
	<h3>Nebyl nalezen odpovídající protějšek</h3> <p>Výsledek snímání neodpovídá žádné položce z knihovny. Na displeji však může být zobrazena látka, podobná položce z knihovny. Buďte opatrní při interpretaci takových výsledků měření! Rozhodně se nemusí jednat o navrženou látku!</p> <p>Jestliže přístroj neobjevil ve své knihovně žádný odpovídající protějšek k výsledku snímání, může to mít následující důvody:</p> <ul style="list-style-type: none">• Nebyla použita správná technika snímání.• Daná látka není uvedena v knihovně.• Snímaná látka nemá žádný nebo jen slabý molekulární signál (např. voda nebo NaCl) nebo fluoreskuje. <p><i>Jestliže je to možné, proveďte snímání jinou technikou.</i></p>

7. Knihovna

7.1 Volba všech kategorií knihovny

Po ukončení snímání vyberte položku *all categories*, pro případ, že další osoba, která bude přístroj používat se zapomene ujistit o tom, zda jsou zvoleny ty správné kategorie.

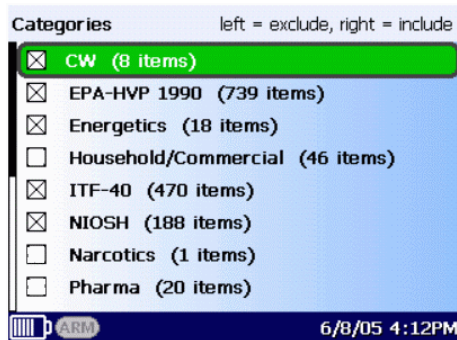
Krok 1

V hlavním menu zvolte *Library* a stiskněte Enter a poté ještě jednou stiskněte Enter.

Krok 2

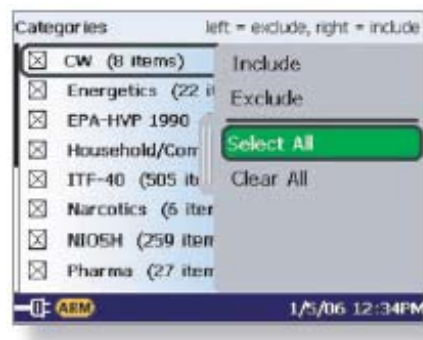
Zvolte *Settings*. Zobrazí se displej *Categories*.

Jestliže je daná kategorie zvolena, je odpovídající políčko označeno křížkem.



Krok 3

Stiskněte klávesu Enter. Zobrazí se následující menu, v něm zvolte *Select All* a stiskněte Enter. Zaškrtnuta jsou všechny políčka.



Krok 4

Pro opuštění tohoto displeje stiskněte klávesu Escape.

7.2 Zjištění informací o vzorku pomocí knihovny

Krok 1

V hlavním menu zvolte *Library* a stiskněte Enter.

Krok 2

Vyhledejte podle názvu váš vzorek (knihovna je řazena podle abecedy) a stiskněte Enter.

Zobrazí se informace o dané látce, pomocí směrových šipek můžete zjišťovat údaje o dané látce.

8. Přenos výsledků snímání

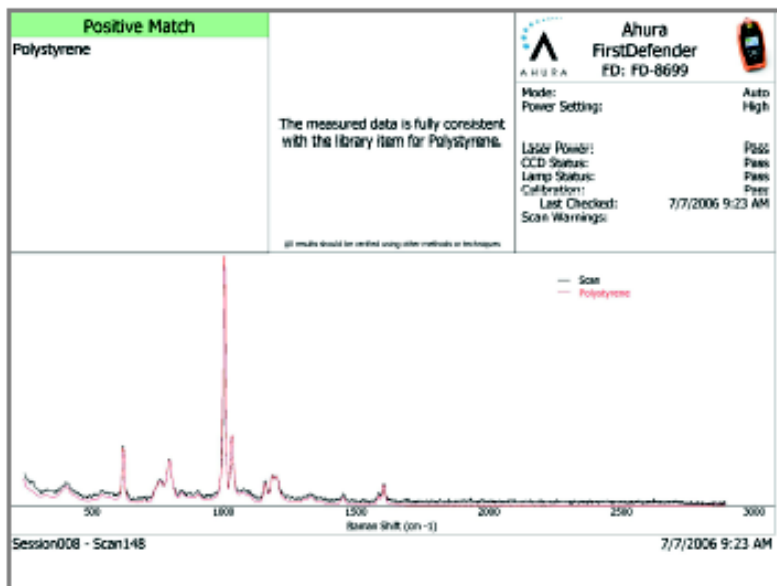
Výsledky snímání lze přenášet do PC pomocí CF karty následujícím způsobem:

Krok 1

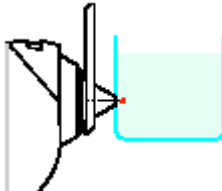
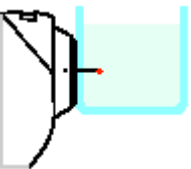
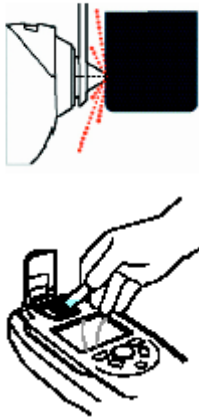

Při zobrazení výsledku snímání stiskněte klávesu Enter.



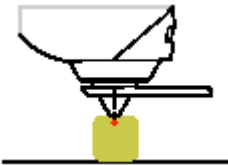


Krok 2

V menu zvolte položku *Print Report* a stiskněte klávesu Enter. Výsledný protokol je pak uložen na CF kartu ve formátu jpg.








Tabulka 1: Nejlepší postupy pro snímání

Pro tuto situaci	Udělejte toto	Z tohoto důvodu
Snímání přes nádobu		
<p>Slabostěnná nádoba (3 mm a slabší) Vyrobená z transparentního plastu nebo čírého skla.</p> <p>Příklady: PET lahve, skleněné lahve, číré plastové sáčky.</p>	<p>1. Nainstalujte snímací hlavu. 2. Přiložte hrot snímací hlavy k povrchu nádoby.</p> 	<p>Stěna nádoby je dostatečně slabá na to, aby ohnisko laseru bylo umístěno uvnitř nádoby. Pokud je obsah nádoby kapalný, laser jím může procházet.</p> <p>Pevným obsahem nádoby nemůže záření procházet, takže v takovém případě ohnisko laseru musí být umístěno na rozhraní mezi nádobou a její obsah.</p>
<p>Silnostěnná nádoba (silnější než 3 mm) Vyrobená z transparentního plastu nebo čírého skla.</p> <p>Příklady: pivní lahve, vinné lahve, silnostěnné sklo.</p>	<p>1. Sejměte snímací hlavu. 2. Přiložte snímač k povrchu nádoby.</p> 	<p>Jestliže snímací hlava není nasazena, ohnisko je ve vzdálenosti cca 18 mm před snímačem.</p>
<p>Neprůhledná nádoba</p> <p>Příklady: silnostěnné plastové nádoby, kanystry, polystyrenové šálky.</p>	<p>Snímání přes stěny těchto nádob není možné. Umístěte vzorek do vialky.</p> 	<p>☞ Laser nemůže projít stěnami tohoto typu nádob.</p>
Snímání volných kapalin		
<p>Kaluž kapaliny Hloubka minimálně 5 mm.</p>	<p>1. Nainstalujte snímací hlavu. 2. Ponořte hrot snímací hlavy pod hladinu kaluže.</p>  <p><i>Snažte se hrotem snímací hlavy nedotýkat dna kaluže. Může se stát, že budete snímat dno kaluže, nikoli vlastní kapalinu.</i></p>	<p>Jestliže kaluž má odpovídající hloubku, je ohnisko laseru pod její hladinou.</p>

<p>Tenký film kapaliny nebo kapičky Povrch pod kapalinou je viditelný.</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Pomocí vatové tyčinky odsajte kapalinu z povrchu. Vatová tyčinka musí být kapalinou nasáklá, nikoli jen navlhčená. 2. Nainstalujte snímací hlavu. 3. Přiložte hrot snímací hlavy k povrchu vatové tyčinky. 	<p>Ohnisko laseru je umístěno na vzorku.</p>
<p>Snímání rozsypaného práškového materiálu</p>		
<p>Rozsypaný práškový materiál, která zcela zakrývá povrch</p> <p><i>Jestliže je práškový vzorek rozptýlen na ploše, vytvořte z něj hromádku, která zcela zakrývá povrch.</i></p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Nainstalujte snímací hlavu. 2. Přiložte hrot snímací hlavy k povrchu materiálu.  <p><i>Dbejte na to, aby se hrot snímací hlavy nedotýkal povrchu pod hromádkou. Může se stát, že budete snímat povrch pod hromádkou a nikoli vlastní práškový vzorek. V případě, že vzorek obsahuje různě velké částice o různých barvách, umístěte vzorek do vialky a v průběhu měření vialkou otáčejte, aby laser sejmul všechny typy částic a barev.</i></p>	<p>Laser nemůže práškovým vzorkem procházet, takže ohnisko laseru musí být umístěno na povrchu prášku. Silnější vrstva prášku zajistí, aby nedocházelo ke snímání povrchu pod hromádkou vzorku.</p>
<p>Snímání pevných látek</p>		
<p>Větší částice pevného povrchu</p>	<ol style="list-style-type: none"> 1. Nainstalujte snímací hlavu. 2. Přiložte hrot snímací hlavy na povrch materiálu.  <p><i>Dbejte na to, aby se hrot snímací hlavy nedotýkal povrchu pod vzorkem. Může se stát, že budete snímat povrch pod vzorkem a nikoli vlastní vzorek.</i></p>	<p>Laser neprochází matnými povrchy a jen z části průsvitnými, takže ohnisko laseru musí být umístěno na povrchu takového vzorku.</p>
<p>Tenký film pastovitého vzorku na povrchu</p>	<p>Pastovitý vzorek seškrábněte z povrchu a změřte ve vialce.</p>  	<p>U tenkého filmu prstovitých vzorků je složité správně umístit hrot snímací hlavy tak, aby nedocházelo ke snímání povrchu pod vlastním vzorkem.</p>

Snímání vzorku ve vialce

<p>Kapalné vzorky</p>	 <p>1. Naplňte vialku dostatečným množstvím vzorku – viz. obrázek, tj. aby zaujímal vystínovaný objem vialky, jestliže ji držíte pod úhlem 45° – cca 300 μl. 2. Vialku se vzorkem umístěte do vzorkovacího prostoru v přístroji a proveďte měření. Jestliže je vialka opatřena štítkem, ujistěte se, že štítek je umístěn tak, aby neblokoval laser.</p>  <p><i>Při manipulaci dbejte zvýšené opatrnosti, aby nedošlo k vylití nebo rozsypaní vzorku do vzorkovacího prostoru.</i></p>	<p>Daný objem vzorku ve vialce zajišťuje, že ohnisko laseru bude ve vzorku správně umístěno.</p> <p>Tato orientace zajišťuje, že štítek na vialce nebude blokovat laser.</p> 
<p>Práškové vzorky</p>	<p>Naplňte vialku dostatečným množstvím vzorku.</p>  <p><i>V případě, že vzorek obsahuje různě velké částice nebo částice o různých barvách, umístěte vzorek do vialky a v průběhu měření vialkou otáčejte, aby laser sejmul všechny typy částic a barev.</i></p>	<p>Tento objem vzorku zajišťuje, že ohnisko laseru je správně umístěno, když je vialka zasunuta ve vzorkovacím prostoru.</p>
<p>Pevné vzorky</p>	<p>Vzorek musí být v kontaktu se stěnou vialky. Vzorek není ve vialce potřeba utěšňovat. V případě, že je vzorek v kontaktu se stěnou vialky, nevadí, že je ve vialce přítomen vzduch.</p> 	<p>Laser prochází skrz stěnu vialky a snímá přímo vzorek.</p>