

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

Mobilní Ramanův spektrometr Ahura First Defender

Příručka

Ing. Daniel Dobiáš, Ph.D.

Doc. Ing. Tomáš Klečka, CSc.



Praha 2009

Anotace

Příručka obsahuje základní technické informace k mobilnímu Ramanovu spektrometru First Defender od firmy Ahura Scientific (USA).

Příručka je určena studentům, doktorandům a budoucím uživatelům tohoto přístroje. Obsahuje popis principu měření a základní technické údaje daného zařízení.

1. Úvod

V rámci projektu FRVŠ 1846/2009 byl v roce 2009 zakoupen mobilní Ramanův spektrometr Ahura First Defender od firmy Ahura Scientific z USA. Dodavatelem byla česká firma RMI s.r.o.

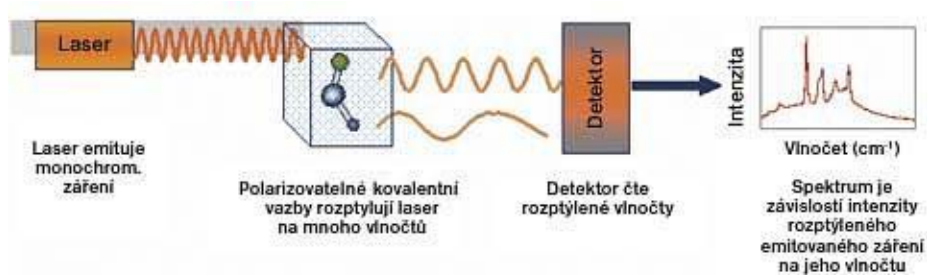
Tato příručka obsahuje popis principu měření a základní technické údaje daného zařízení. Příručka je určena studentům, doktorandům a budoucím uživatelům tohoto přístroje.

2. Ramanova spektrometrie

Ramanova spektrometrie je metodou vibrační molekulové spektroskopie, která byla pojmenována po indickém fyzikovi Čandrašékharu Venkatau Ramanovi (Nobelova cena 1930). Profesor Raman společně s K. S. Krišnanem popsali v roce 1928 jev neelastického optického rozptylu, který je základem metody. Jedná se o metodu vhodnou pro identifikaci látek, při určování jejich složení a struktury. Používá se při analýze pevných látek (krystalické i amorfni materiály, kovy, polovodiče, polymery atp.), kapalin (čisté látky, roztoky vodné i nevodné), plynů, dále též při analýze povrchů (např. sorbenty, elektrody, senzory) či při analýze biologických systémů (od biomolekul až po organismy). Svě uplatnění Ramanova spektroskopie nachází od mineralogie a geochemie, přes chemický a farmaceutický průmysl až po biologii a lékařství [1].

Když světelný paprsek (energie) interaguje se vzorkem dochází k tomu, že část záření prochází vzorkem, část záření je odraženo beze změny vlnové délky a část je rozptýlena s jinou vlnovou délkou - spektra Ramanova rozptylu než byla vlnová délka zdroje záření.

Ramanova spektra vznikají excitací sloučeniny ozářením monochromatickým laserovým paprskem a sledováním frekvence vzorkem emitovaného rozptýleného záření (ve směru kolmém na původní směr paprsku). Rozptýlené záření je výsledkem jak elastických srážek fotonů s molekulami vzorku a jejich vibrujících kovalentních chemických vazeb, tak nepružných srážek, které mají za následek pokles frekvence rozptýleného záření vzniklého těmito srážkami. Nepružné srážky přenášejí energii z dopadajícího světla na vibrace molekul. Ramanovo spektrum je závislostí intenzity rozptýleného záření na rozdílu energie mezi laserovým paprskem a rozptýleným zářením. Intenzita Ramanových čar je určována změnami polarizovatelnosti molekuly. Změřená Ramanova spektra neznámých vzorků jsou srovnávána s referenční knihovnou spekter, čímž se metodou otisku prstu identifikují neznámé molekuly.



Obr. 1: Schéma vzniku Ramanova spektra [2]

3. Vlastnosti Ramanova spektrometru Ahura First Defender

Spektrometr je konstruován jako bezúdržbový přístroj s velmi jednoduchou obsluhou a velkou robustností, primárně je konstruován pro použití v terénu, je ho ale možné použít také jako standardní laboratorní přístroj.



Obr. 2 Mobilní Ramanův spektrometr Ahura First Defender – pohled z vrchu a ze spodu

Spektrometr měří emisní rozptylová spektra v blízké infračervené oblasti a v části viditelné oblasti (spektra Ramanova rozptylu) – tato rozptylová spektra mají bohatou strukturu, která odpovídá charakteristickým vibracím molekul a vazeb v molekulách.

Spektrometr automaticky porovnává získané emisní spektrum se spektry uloženými v databázi přístroje a automaticky identifikuje nalezenou látku. Oproti běžně používaným algoritmům v IČ spektrometrii tento systém ale umí také detekovat směsi látek (až do pěti komponent).

Spektrometr umožňuje analýzu odebraných vzorků (kapaliny, prášky, pevné vzorky) ve vialkách (má prostor pro vkládání vialek) nebo i přímou bezdotykovou analýzu volně

rozlitých, vysypaných vzorků, případně i analýzu přes některé druhy obalů (sklo, plasty transparentní pro záření, atd.).

Doba analýzy se pohybuje od 1 minuty (měření látek s dostatečnou emisí po jejich odběru, analýza jednotlivých látek) až po několik minut (analýza směsí látek – při 7800 látkách v databázi představuje sestavení směšného spektra identifikované směsi o 5 položkách několik trilionů kombinací, analýza přes obaly, atd.).

Databázi je možno doplňovat o spektra námi naměřených látek a rozšiřovat tak identifikační schopnosti spektrometru pro naše materiály. Spektra měřených látek mohou být ukládána na paměťovou kartu a mohou být snadno přenesena do PC a zde zpracována jakýmkoliv standardním software pro zpracování spektrálních dat.

4. Technická specifikace spektrometru

Hmotnost přístroje: 1,85 kg v provozuschopném stavu včetně LiOn baterie,
4,5 kg včetně transportního kufru a příslušenství.

Rozměry detektoru: včetně transportního kufru: 37x28x18 cm

Provozní teploty: -20°C až + 40°C

Napájení: LiOn akumulátor

Doba provozu na jedno nabití: 240 minut na jeden akumulátor

Doba nabíjení akumulátoru: 120 minut

Příslušenství: kalibrační – verifikační standard pro snadnou verifikaci správné funkce spektrometru.

4.1 Podrobný popis hardware spektrometru

- disperzní mobilní Ramanův spektrometr
- spektrální rozsah měření Ramanova posunu: minimálně 250 – 2875 cm^{-1}
- spektrální rozlišení: 7 až 10,5 cm^{-1} v celém spektrálním rozsahu
- laser: spektrometr je osazen teplotně stabilizovaným laserem s následujícími parametry:
 - vlnová délka 785 nm
 - přesnost vlnové délky +/- 0,5 nm
 - pološířka čáry 2 cm^{-1}
- maximální výkon laseru: 300 mW
- spektrometr je vybaven bezpečnostní pojistkou pro inicializaci laseru – pro inicializaci musí být vložen bezpečnostní kód
- při měření s otevřeným laserovým svazkem je měřicí sonda osazena ochranným krytem, který znemožňuje nežádoucí odrazení laserového paprsku při měření reflexních povrchů do zorného pole obsluhy spektrometru
- spektrometr umožňuje měření kapalných i pevných vzorků v následujících režimech:
 - v uzavřených vialkách (objem vialky 4 ml, max. objem vzorku 2 ml)
 - s externím paprskem v kontaktním i bezkontaktním módu
 - možnost měření skrz skleněné a tenké plastové obaly, které jsou transparentní pro záření Ramanova rozptylu
 - možnost rozšíření o sondu spojenou s přístrojem flexibilním optickým kabelem

- spektrometr je robustní a je konstruován pro použití v terénu:
 - je vodotěsný (schopnost práce v hloubce 120 cm vodního sloupce po dobu minimálně 1 hodiny)
 - rozsah pracovních teplot od -20°C do 50°C
 - rozsah skladovací teploty od -30°C do 60°C
 - odolnost proti nárazům
- integrovaný výkonný výpočetní systém, snadné ovládání, barevný grafický display
- rychlost náběhu – přípravy k analýze – 30 vteřin od zapnutí

4.2 Software spektrometru

- plně automatizované měření, včetně identifikace chemické látky, identifikace směsí látek (max. pětisložková směs)
- automatická optimalizace doby expozice
- vizuální zobrazení intenzity Ramanova spektra před spuštěním analýzy (bar graf)
- možnost manuálního nastavení energie laseru ve třech úrovních (50, 150, 300 mV)
- integrovaná databáze Ramanových spekter nebezpečných látek a látek pro identifikaci záměny obsahuje 7800 látek v následujících skupinách látek
 - látky na seznamu ITF – 40 (596 látek),
 - seznam EPA látek s velkoobjemovou produkcí (771 látek),
 - látky ze seznamu NIOSH (274 látek)
 - bojové chemické látky (81 látek),
 - výbušniny (49 látek),
 - průmyslové chemikálie (2254 látek),
 - laboratorní reagenty (639 látek),
 - narkotika (51 látek),
 - farmaceutické produkty (527 látek),
 - pesticidy (110 produktů),
 - plastické hmoty (39 typů),
 - bílé prášky (233 typů),
- interní databáze látek obsahuje následující doplňující informace (pokud jsou k dané látce k dispozici): CAS kódy, popis fyzikálních parametrů, základní chemické vzorce (pokud se jedná o jednu chemickou identitu), informace z databáze NIOSH, informace o hořlavosti látky a o první pomoci při zasažení látkou,
- software umožňuje vytváření vlastních uživatelských knihoven
- software umožňuje distribuci spektrálních knihoven mezi spektrometry a jejich nahrávání
- software (patent firmy Ahura Scientific), umožňuje zcela automatickou identifikaci směsí látek. V případě, že spektrometr pozná, že se nejedná o žádnou z čistých látek nebo produktů uložených v databázi, automaticky pokračuje analýzou směsí. Spektrometr je schopen identifikovat směsi látek uložených v databázi až do 5 složek ve směsi a to bez nutnosti intervence obsluhy spektrometru (v případě analýzy směsí je nutné počítat s nižší úspěšností a s tím, že látky s velmi intenzivním Ramanovým spektrem mohou maskovat přítomnost látek se slabým Ramanovým spektrem).
- automatické ukládání výsledků na paměťové karty typu CF
- software umožňuje zobrazení spekter a export výsledků do externího PC

Literatura

- [1] Matějka, P. Ramanova spektrometrie. Praha: VŠCHT, [on-line].
- [2] Čapoun, T., Matějka, J. Ramanův spektrometr. In 112 [online]. Praha : MVČR, 2007.
- [3] Materiály firmy RMI, s.r.o.