



Prof. Dr. Marcelo Girardi Schappo
Física Atômica e Molecular

Oficina

ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER



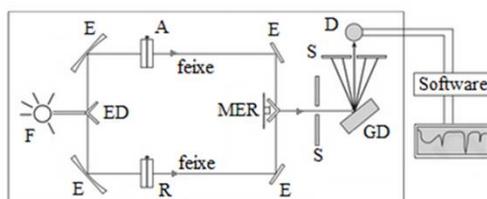
marcelo.schappo@ifsc.edu.br
www.professormarcelogs.com

Parte 2

FUNDAMENTOS DE OPERAÇÃO E MEDIDAS

LEMBRANDO...

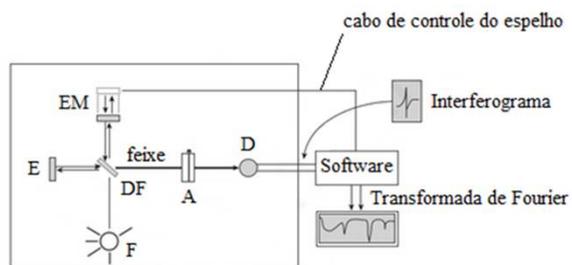
Espectrofotômetro IV Dispersivo



F - Fonte IV
 ED - Espelho dispersor
 E - Espelho
 A - Amostra
 R - Referência
 MER - Motor e espelho rotativo
 S - Fenda
 GD - Grade de Difração Monocromadora
 D - Detector

LEMBRANDO...

Espectrofotômetro IV por Transformada de Fourier (FTIR)



F - Fonte IV
 DF - Divisor de feixe
 E - Espelho
 EM - Espelho móvel
 A - Amostra
 D - Detector

TÉCNICAS DE MEDIDAS

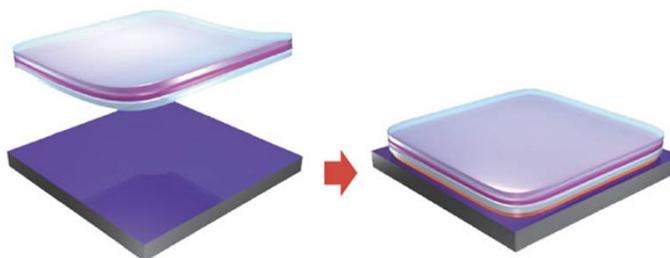
Sólidos Autossustentáveis



Mede direto no caminho do feixe, usando atmosfera como referência
Se for muito fino, não dá sinal... Se for muito grosso, bloqueia todo IV

TÉCNICAS DE MEDIDAS

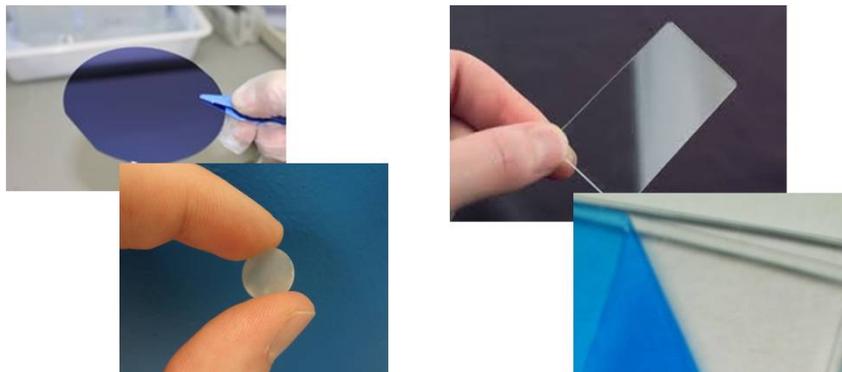
Sólido Depositado em Substrato



Mede direto no caminho do feixe, usando atmosfera como referência
É preciso medir o substrato antes para verificar seu efeito de absorção
Bons substratos não possuem muitos picos característicos de absorção

TÉCNICAS DE MEDIDAS

Sólido Depositado em Substrato



Bons substratos: silício, sal KBr, etc.

Maus substratos: vidro, plástico (polímero), etc.

TÉCNICAS DE MEDIDAS

Sólido em Pó Empastilhado em KBr



Elabora-se a pastilha com o sal KBr misturado com a amostra de interesse

Cuidar com a uniformidade da pastilha

Medir uma pastilha de mesma massa usada para verificar seu efeito

TÉCNICAS DE MEDIDAS

“Líquido Puro” – Discos de KBr



Prensa levemente uma gota e faz “sanduíche” com discos de KBr

Mede-se os discos sem líquido para verificar seu efeito

Cuidado com líquido que dissolve o KBr! (água, por exemplo)

TÉCNICAS DE MEDIDAS

Suspensão de Nujol (Óleo Mineral) e Dissolução em Solvente (CCl_4)



Faz-se a dissolução no solvente e mede com discos de KBr

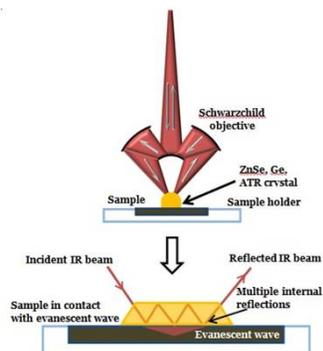
Moe o composto dentro de óleo mineral e mede entre discos de KBr

Mede-se os discos puros E o solvente/óleo sozinhos para verificar seus efeitos

Cuidado com líquidos que dissolvem o KBr! (água, por exemplo)

TÉCNICAS DE MEDIDAS

ATR (Atenuação de Reflexão Total)



Mede absorção do sinal por reflexão total numa ponteira de diamante
Ideal para medidas de pós e líquidos (menos refringentes que o cristal)
Regula-se a força que o braço ATR faz na amostra até o sinal ficar bom

TÉCNICAS DE MEDIDAS

Medidas de Gases



A medida de amostras gasosas é feita em câmaras especiais

TÉCNICAS DE MEDIDAS

Porta-Amostras Disponíveis no IFSC/SJ



TÉCNICAS DE MEDIDAS

Porta-Amostras Disponíveis no IFSC/SJ



TÉCNICAS DE MEDIDAS

Porta-Amostras Disponíveis no IFSC/SJ

Amostra de Qualquer Formato / Janela Poligonal



SOFTWARE DE MEDIDA



Escolha do intervalo de números de onda

Função background

Modo de medida (varredura ou medida temporal)

ELABORAÇÃO DE PASTILHAS DE KBr



Separar a massa de KBr necessária e colocar na secagem (entre 100mg e 300mg cada)

Moer o sal com almofariz e pistilo (misturar amostra se necessário)

Distribuir o KBr uniformemente dentro da forma

Colocar o cilindro sobre o KBr de forma suave

Prensar por 2 minutos (9,0 toneladas-força no máximo)

Desenformar com cuidado, apoiando com o peso apenas necessário

CUIDADOS EXPERIMENTAIS

Umidade



Desumidificar o ambiente algumas horas antes (ar condicionado e outros aparelhos)

Não respirar em cima de amostras para não umedecê-las

Secagem de KBr por algumas horas a 80°C antes de empastilhar

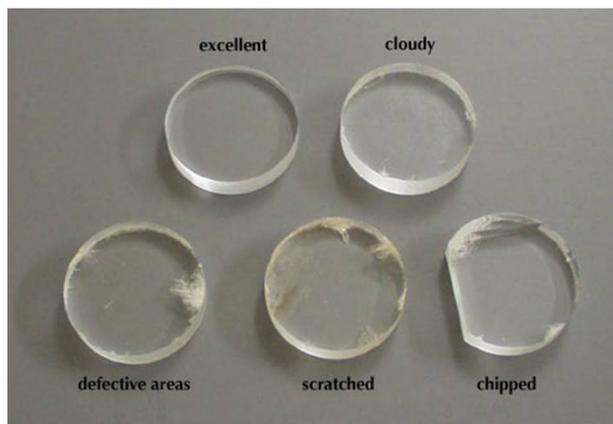
Não limpar discos de KBr com líquidos que o dissolvem

Procurar armazenar o KBr e os discos já usados em dessecador à vácuo

Usar luvas de látex ou vinil para não transferir umidade ao KBr ou amostra

CUIDADOS EXPERIMENTAIS

Verificar Condição de Transparência dos Discos de KBr

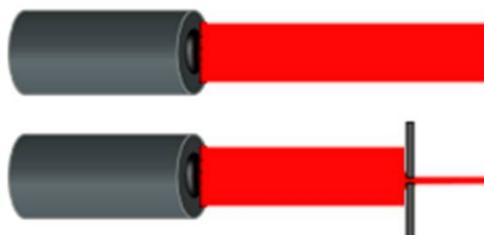


Manter os cuidados aumenta a vida útil do disco!

CUIDADOS EXPERIMENTAIS

Colimação

Limitação do diâmetro do feixe pode ser útil quando a área da amostra analisada é muito menor que o feixe original.



Amostras muito pequenas sem colimação não atenuam significativamente o feixe (em termos percentuais!).

CUIDADOS EXPERIMENTAIS

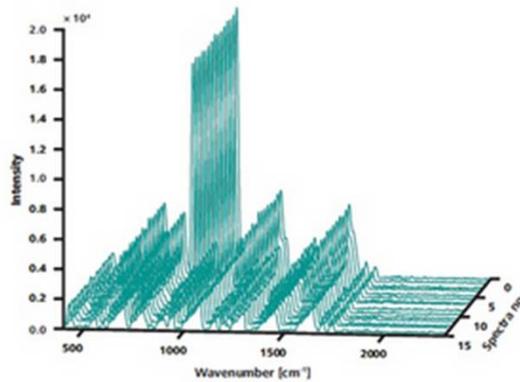
Colimação



Disponíveis no IFSC/SJ

CUIDADOS EXPERIMENTAIS

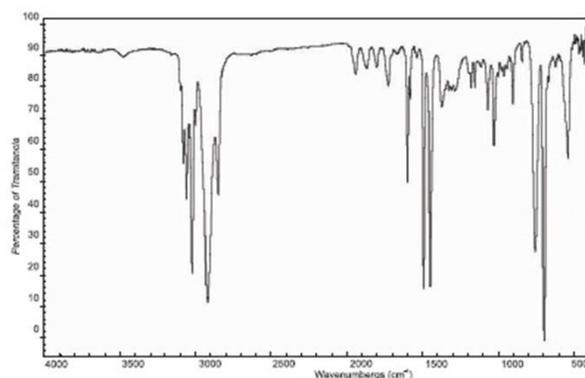
Reprodutibilidade



Nunca faça somente uma medida de cada amostra!

CUIDADOS EXPERIMENTAIS

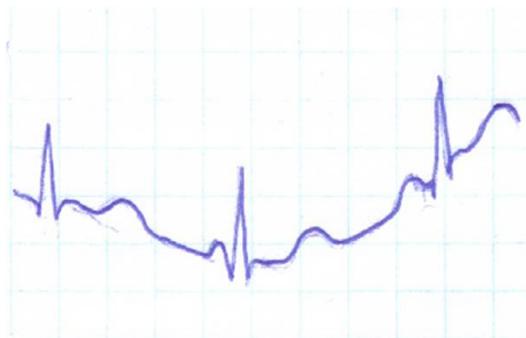
Amostra de Referência



Feita antes de iniciar as medidas do dia, uma boa maneira de detectar possíveis inconsistências no equipamento!

CUIDADOS EXPERIMENTAIS

Correção da Linha de Base



Espalhamentos do feixe e condições atmosféricas podem fazer a linha de base se inclinar (correção com o próprio software)

CUIDADOS EXPERIMENTAIS

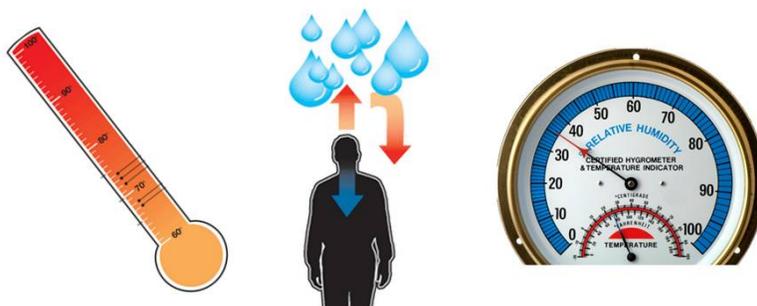
Transmitâncias Maiores que 100%



Reinicia o software e refaz a medida de background (referência)

CUIDADOS EXPERIMENTAIS

Medida de "Background" Frequente



É necessário medir "background" com frequência, devido a mudanças que ocorrem nas condições do ambiente (entrada de pessoas, mudança de umidade, etc)

Agora... MÃO NA MASSA!!