

# IR Mikrospektroskoopia

Spektrid väikestest proovidest, pinna väikestest osadest, IR “imaging”

11.10.2018

1

## IR Mikrospektroskoopia

- Mis see on?
  - spektrite registreerimine väikestest proovidest
  - spektrite registreerimine proovide väikestest osadest
  - pildi saamine pinnast, sedasi, et kontrast tekib mõne IR spektraalomaduse põhjal
- Tehnilised lahendused:
  - läbiv valgus
  - peegeldus
  - ATR
- Seega – pole olemas ühtainsat IR mikrospektroskoopiat/mikroskoopiat, on palju erinevaid tehnikaid

11.10.2018

2

## Läbiv valgus

- Proovid peavad olema lapikud ja õhukesed või sellisteks muudetavad
  - Enamasti näeb see ette proovi ettevalmistust
  - Vahel on võimalus pressida proov objektiivi ja kondenseri vahele
    - Need on sel juhul kuju poolest tüvikoonused

11.10.2018

3

## Tagasipeegelduv valgus

- Proov ei pea olema lapik
- Proovi töötlemist vähe vaja
- Objektiiv nii kiirgab kui ka kogub kiirgust
- Peegeldumisnähtuse füüsika on keerukas
  - esineb *specular* ja *diffuse* reflectance
  - nende vahekord sõltub pinna topograafiast
  - tekivad moonutused
  - neid moonutusi saab tarkvaraliselt korrigeerida
- Energia kaod on rängad

11.10.2018

4

## ATR

- ATR objektiiv surutakse füüsiliselt vastu proovi
- Proov ei pea olema lapik
- Proovi ettevalmistust eriti vaja pole
- Samas kontakt peab olema hea
  - tuleb tugevalt vastu suruda
  - see toob kaasa proovi mõningase deformeerumise
  - samuti on võimalik, et proovi pinna ühed osad saastavad teisi
- Energia kaod küllalt suured

11.10.2018

5

## Energiakaod

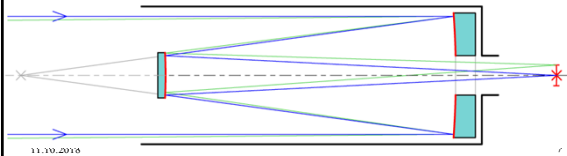
- Energia kaod on üldiselt kõigi kolme lähenemise juures küllalt suured
- Signaal-müra suhe on probleemiks
  - vajalik **intensiivseim võimalik allikas**
    - Eriakendustes kasutatakse isegi sünkrotroni
  - **tundlikum võimalik detektor**
    - Üldiselt MCT

11.10.2018

6

## Optika

- Optika on nn *Cassegrain* tüüpi
- Baseerub vaid peegeldustel – **elimineerib sfäärilise aberratsiooni**
- Suur osa tänapäevaseid teleskoope töötab Cassegrain'i optika baasil
- Cassegrain'i objektiiiv:



## Mikro-ATR

- “Lihtsa inimese” FT-IR Mikro-spektromeetri lisaseade
- Pinna läbimõõt, millelt toimub analüüs: mõnisada  $\mu\text{m}$
- Kristalliks on teemant
- Positioneerimiseks on 50x mikroskoop
- Saab uurida: purukesi, kiudusid, värvikihte



© Thermo Scientific  
11.10.2018

8

## Universaalne FT-IR mikroskoop

- Kasutab IR spektromeetri kiirgusallikat ja interferomeetrit
- Kiirgus juhitakse mikroskoopi, seal asub ka detektor
- Läbiv, peegelduv ja ATR
- Visuaalne pilt
- IR-pilt
- Apertuur kuni  $5 \times 5 \mu\text{m}$
- MCT detektor



© Thermo Scientific  
11.10.2018

9

## Universaalne FT-IR mikroskoop

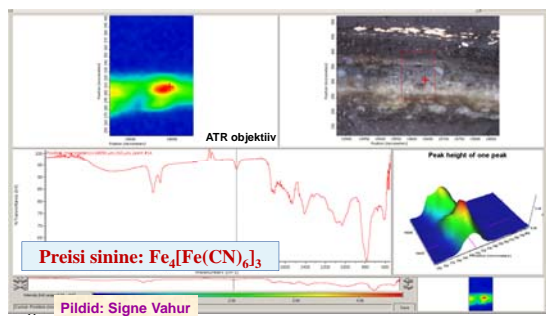
- Kogu süsteem on ühes tükis
- Läbiv, peegelduv, ATR visuaalne pilt, *IR mapping*
- Apertuur kuni  $5 \times 5 \mu\text{m}$
- MCT detektor



Pilt: Signe Vahur

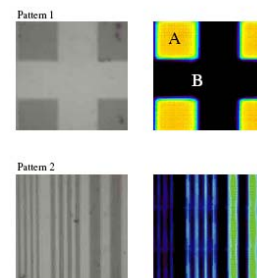
10

- Saab pinnast pildi, kus kontrast tekib mõne spektrijoone baasil: ***IR mapping***
- Kontrasti tekitamise aluseks on  $\text{C}\equiv\text{N}$  valentsvõnkumise neeldumine lainearvul  $2083 \text{ cm}^{-1}$



## Näide: Pooljuhi pinna analüüs

- Optiline pilt ja  $1100 \text{ cm}^{-1}$  neeldumise järgi "mapitud" pilt:

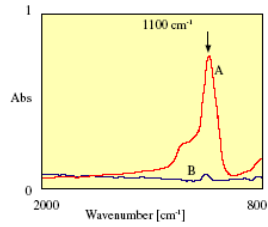


© Jasco Inc.  
11.10.2018

12

## Näide: Pooljuhi pinna analüüs

- Spektrid:



© Jasco Inc.  
11.10.2018

13

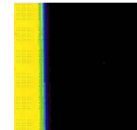
## Näide: Pooljuhi pinna analüüs

- Lubamatu lisand:

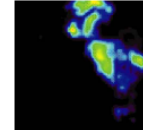


Sample image (600 x 600 μm)

Measurement area : 600 x 600 μm  
Number of measurement points : 48 x 48  
Spatial resolution : 12.5 x 12.5 μm  
Resolution : 16 cm<sup>-1</sup>  
Accumulation : 16  
Collection time : Approx. 4 minutes



Peak intensity at 1100 cm<sup>-1</sup>



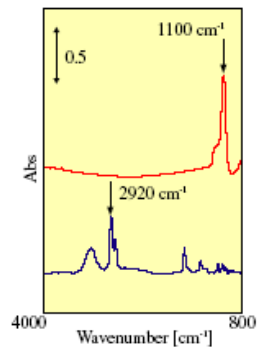
Peak intensity at 2920 cm<sup>-1</sup>

© Jasco Inc.  
11.10.2018

14

## Näide: Pooljuhi pinna analüüs

- Lubamatu lisand spekter:
- Lisand on ilmselt rasv



© Jasco Inc.  
11.10.2018

15