

Závěrečné oponentní řízení 7.2.2007

Projekt FRVŠ č: 389/2007

Název: **Laboratoř infračervené spektrometrie**
Řešitel: Doc. Ing. Milan Honner, Ph.D.
Spoluřešitelé: Ing. Petra Vacíková,
Ing. Jiří Martan, Ph.D.
Pracoviště: ZČU FAV KFY
TO: A a

Obsah

1. Cíle řešení
2. Postup a způsob řešení
3. Změny řešení proti projektu
4. Výsledky a výstupy
5. Prezentace a využití výsledků
6. Čerpání finančních prostředků

1. Cíle řešení

Cílem projektu bylo vybudovat pracoviště schopné zajistit praktickou výuku a samostatnou experimentální činnost studentů v oblasti měření optických vlastností v infračerveném oboru spektra.

Konkrétně se jedná o **laboratorní metody využívající pořízeného infračerveného spektrometru** pro měření:

- (i) emisivity povrchů materiálů v závislosti na vlnové délce, teplotě a úhlu,
- (ii) spektrální závislosti propustnosti tenkovrstvých materiálů, plyných či kapalných prostředí a optických komponent (filtry, čočky, optická vlákna, apod.),
- (iii) spektrálních závislostí detektivity infračervených detektorů,
- (iv) pohltivosti materiálů na vlnových délkách používaných infračervených laserů,
- (v) a spektrálních závislostí intenzity vyzařování zdrojů infračerveného záření.

Vybudované výukové pracoviště má umožnit:

- **názorně ukázat jevy spojené s šířením infračerveného záření,**
- **představit metody založené na měření spektrálních závislostí v IČ oboru spektra,**
- **samostatnou experimentální činnost studentů v rámci laboratorní výuky.**

2. Postup a způsob řešení

(i) Zajištění nákupu vhodného spektrometru.

Bylo provedeno interní výběrové řízení, přičemž všechny společnosti, jejichž nabídky byly uvažovány při přípravě projektu, byly požádány o zaslání aktuálních cenových a technických nabídek. Vítězem výběrového řízení se stal FTIR spektrometr Nicolet 6700, výrobce Thermo Electron Corporation, USA - dodavatel Nicolet CZ s.r.o., Praha. ... (podrobnosti část 3.)

(ii) Seznámení se s ovládáním spektrometru, jeho možnostmi i omezeními členy řešitelského týmu.

(iii) Návrh, realizace a ověření jednotlivých laboratorních úloh a následné vypracování výukových textů.

Bylo vytvořeno pět samostatných laboratorních úloh představující různé možnosti využití pořízeného spektrometru v odlišném experimentálním uspořádání. Ke každé z úloh byl následně vypracován text obsahující popis experimentálního uspořádání včetně návodu k obsluze a postup laboratorního měření a vyhodnocení včetně příkladu výsledků. Pro úvodní seznámení posluchačů s infračervenou spektrometrií byla sestavena výuková prezentace nazvaná "Úvod do infračervené spektrometrie". ... (podrobnosti část 4. a 5.)

3. Změny řešení proti projektu

Změna se týkala pořízení jiného typu infračerveného spektrometru od jiného dodavatele, který za základě interního výběrového řízení lépe vyhovoval účelům projektu.

- vybrán: FTIR spektrometr Nicolet 6700,
výrobce Thermo Electron Corporation, dodavatel Nicolet CZ s.r.o., Praha
- namísto: disperzního spektrografu TII MS 3540i,
výrobce SOLAR, dodavatel R M I, s.r.o., Lázně Bohdaneč.

Nabídka prvně jmenovaného přístroje se v aktuální nabídce, narozdíl od nabídky platné v době přípravy projektu, jevila výhodnější z pohledu:

- modernosti technického řešení (přesnost spektrálního měření, rychlost sběru dat, reprodukovatelnost výsledků měření, snadnost údržby a ovládání),
- servisní, výzkumné a výukové podpory pracoviště dodavatele a výrobce (bezplatný servis, možnosti zapůjčení dalšího příslušenství, poskytnutí výukových materiálů o IR spektrometrii),
- využití ve výuce (znalosti studentů naleznou širší uplatnění v praxi)
a to při stejné nabízené ceně přístroje včetně příslušenství (do 1.6 mil. Kč vč. DPH).

Žádost o provedení změny v projektu byla odeslána 27. 3. 2007.
Vyjádřením Výboru FRVŠ byla schválena 18.5.2007.

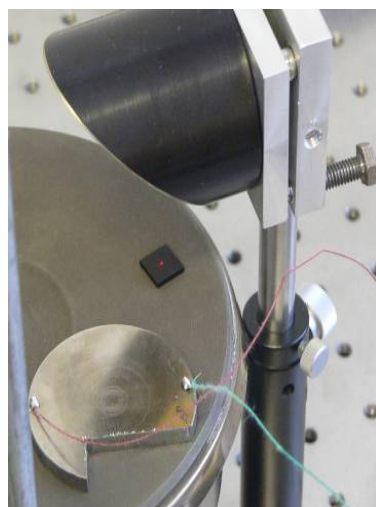
4. Výsledky a výstupy

(i) FTIR spektrometr NICOLET 6700 s příslušenstvím

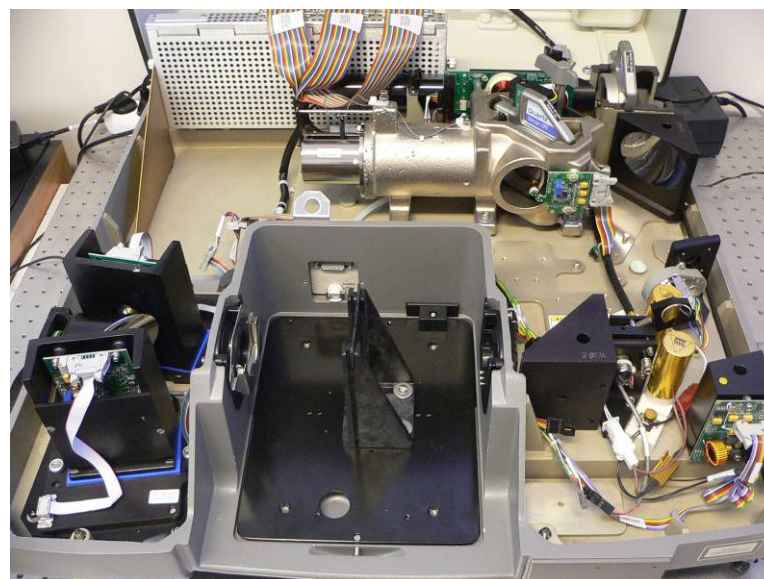
- detektory DLaTGS/KBr ($12,500\text{--}350\text{ cm}^{-1}$) a Si/Quartz ($27,000\text{--}8,600\text{ cm}^{-1}$),
- děliče svazku Ge/KBr ($7,800\text{--}350\text{ cm}^{-1}$) a Quartz ($27,000\text{--}2,800\text{ cm}^{-1}$),
- zdroje záření EverGlo ($9,600\text{--}20\text{ cm}^{-1}$) a halogen-wolfram ($28,000\text{--}2,000\text{ cm}^{-1}$).



celkové uspořádání přístroje



příslušenství pro měření
emisivity



vnitřní uspořádání spektrometru

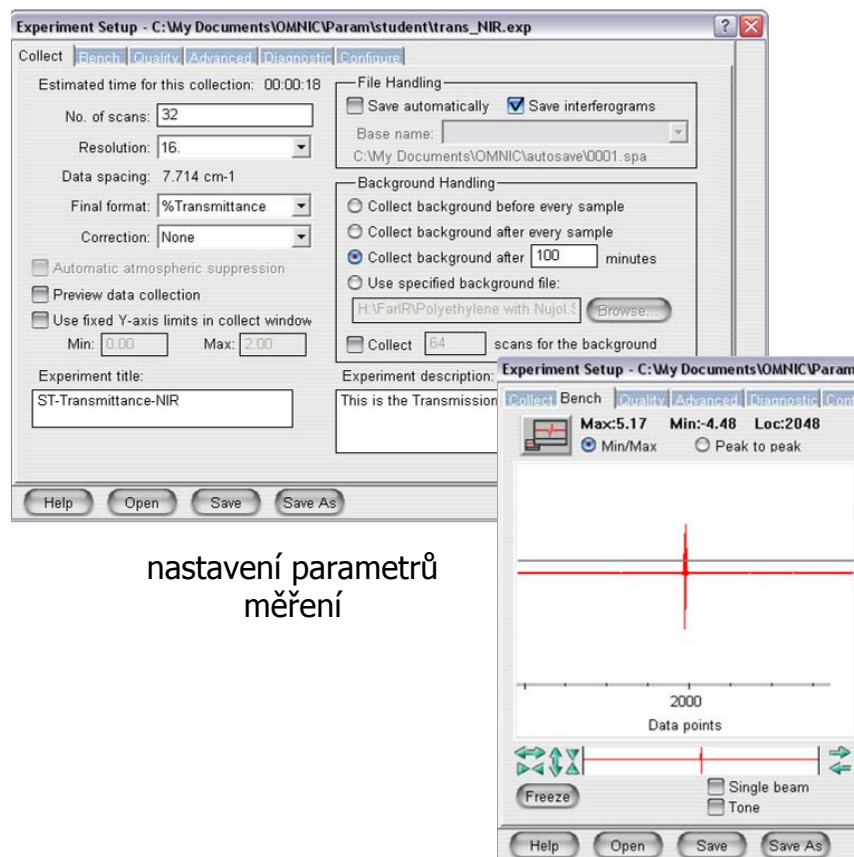


příslušenství pro měření
difúzního odrazu

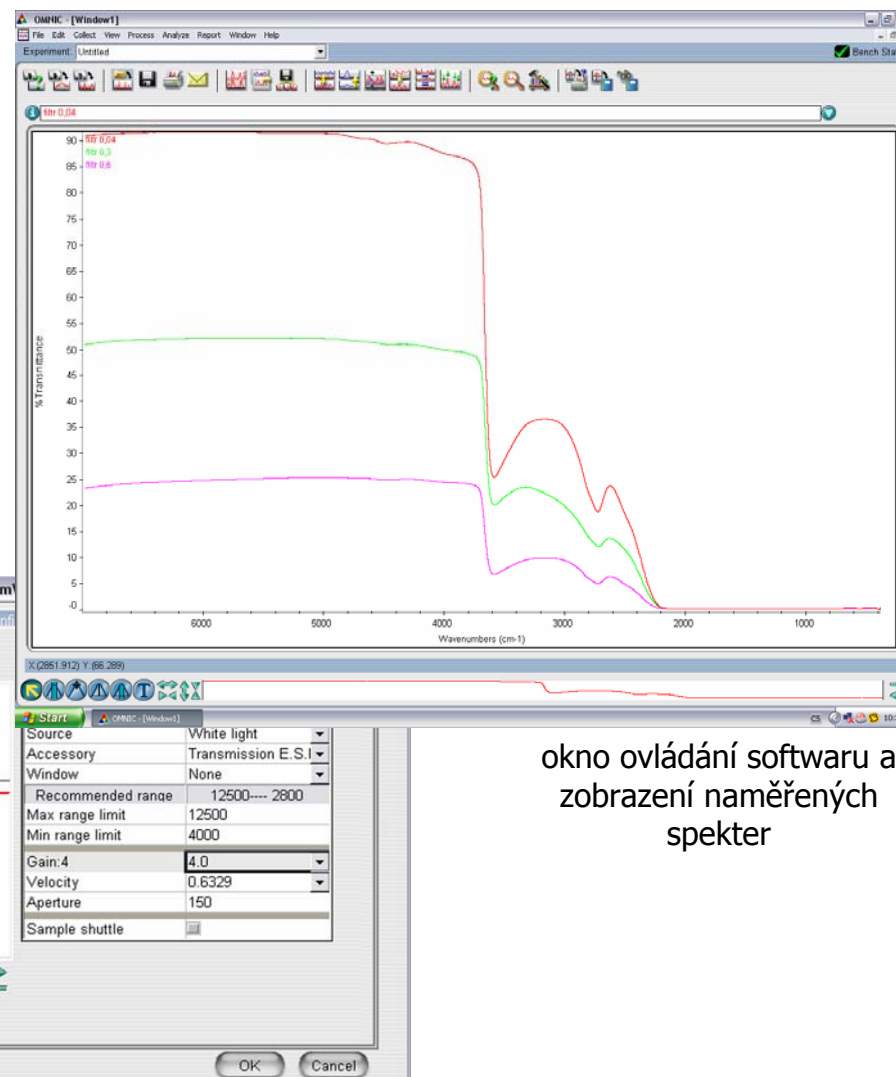
4. Výsledky a výstupy

(ii) software OMNIC 7

- nastavení parametrů a řízení vlastního měření,
- úprava a analýzy naměřených spekter.



nastavení parametrů
měření



okno ovládání softwaru a
zobrazení naměřených
spekter

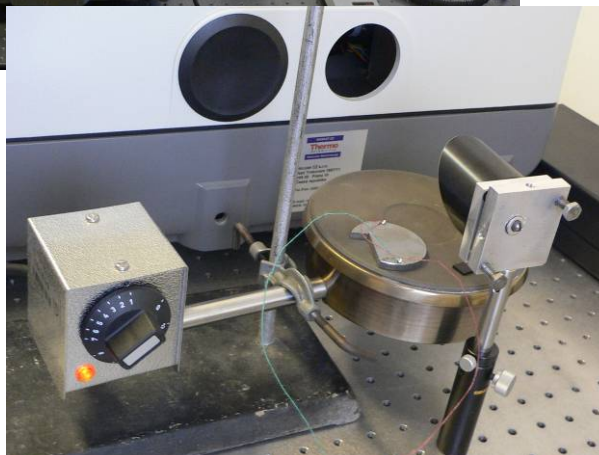
4. Výsledky a výstupy

(iii) laboratorní úloha 1:

Měření emisivity povrchů v závislosti na vlnové délce, teplotě a úhlu



uspořádání s
příslušenstvím pro
měření emisivity
vzorků



Postup laboratorního cvičení:

(1) Příprava experimentu

- seznámit se technikou měření emisivity pomocí emisní spektrometrie
- ze spektrometru vyjmout vnitřní zrcadlo odrážející záření vydávané zdrojem k interferometru a otevřít externí port
- do přístroje umístit vhodný beamsplitter
- umístit nástavec na měření propustnosti do vzorkového prostoru a vzorkový prostor uzavřít
- vnější spektroskopické zrcadlo nastavit do správné pozice pro měření
- umístit měřené materiály do měřicí polohy

(2) Vlastní měření

- ohřát měřené materiály na požadovanou teplotu
- nastavit vhodné parametry pro měření
- provést justaci přístroje
- změřit pozadí – jednopaprskové spektrum imitace černého tělesa
- změřit spektrální závislost emisivity (transmittance) vzorku

(3) Ukončení experimentu

- vypnout ohřev vzorků
- naměřená data uložit ve formátu .csv
- uzavřít externí port
- zakrýt vnější spektroskopické zrcadlo
- vyjmout nástavec na měření propustnosti ze vzorkového prostoru
- uzavřít vzorkový prostor

(4) Zpracování naměřených dat

- pro provedená měření vykreslit průběhy spektrální závislosti emisivity
- v daném spektrálním rozsahu stanovit průměrnou hodnotu emisivity obou měřených materiálů

4. Výsledky a výstupy

(iv) laboratorní úloha 2:

Měření spektrální závislosti propustnosti optických komponent, pevných, kapalných a plyných vzorků i tenkovrstvých materiálů



uspořádání s
nástavcem na měření
propustnosti vzorků



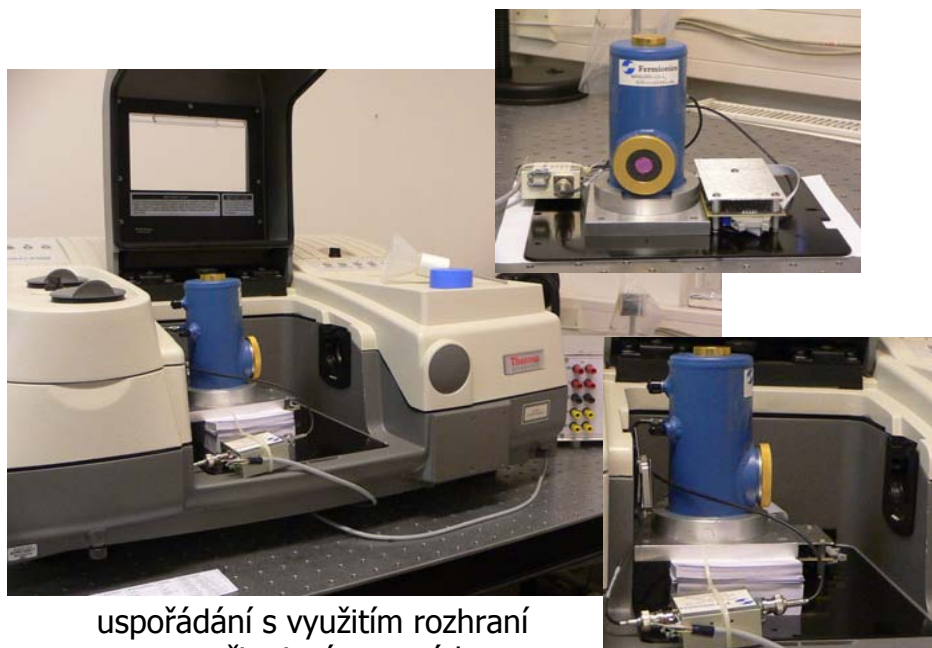
Postup laboratorního cvičení:

- (1) Příprava experimentu
 - seznámit se s měřícím přístrojem a jeho ovládáním
 - vybrat vhodné vzorky pro měření
 - do přístroje umístit vhodný beamsplitter
 - umístit nástavec na měření propustnosti do vzorkového prostoru
 - nastavit vhodné parametry pro měření
 - provést justaci přístroje
- (2) Měření propustnosti optických komponent
 - změřit pozadí – prázdný držák vzorků
 - do vzorkového držáku umístit filtr
 - změřit spektrální závislost absorbance a transmittance filtru
- (3) Měření propustnosti tenkovrstvých materiálů
 - změřit prázdný vzorkový prostor – pozadí výsledného spektra
 - do vzorkového držáku umístit daný vzorek
 - změřit spektrální závislost transmittance vzorku
- (4) Měření propustnosti kapalných prostředí
 - změřit pozadí – za pozadí je vzata prázdná polyethylenová fólie
 - změřit spektrální závislost transmittance kapaliny
- (5) Konec měření
 - všechna naměřená data uložit ve formátu .csv
 - vyjmout nástavec na měření propustnosti ze vzorkového prostoru
 - vzorkový prostor uzavřít
- (6) Vyhodnocení naměřených dat
 - vykreslit průběhy propustnosti v obou měřených spektrálních pásmech (12500 až 4000 cm^{-1} a 7000 až 375 cm^{-1}) včetně pozadí
 - využitím knihovny spekter určit chemickou podstatu fólie

4. Výsledky a výstupy

(v) laboratorní úloha 3:

Měření spektrálních závislostí detektivity infračervených detektorů



uspořádání s využitím rozhraní
pro připojení externích
detektorů

Postup laboratorního cvičení:

- (1) Příprava experimentu
 - seznámit se s detektorovým příslušenstvím a metodou měření detektorů pomocí tohoto příslušenství
 - vybrat správné detektory pro měření
 - MCT-PV detektor připravit pro měření (vychladit kapalným dusíkem a připojit předzesilovač)
 - do přístroje umístit vhodný beamsplitter a požadované clonky
- (2) Měření výstupního signálu DTGS detektoru
 - nastavit vhodné parametry pro měření
 - provést justaci přístroje
 - změřit výstupní signál DTGS detektoru
- (3) Měření výstupního signálu MCT-PV detektoru
 - umístit detektorový interface do vzorkového prostoru
 - připojit externí detektor k detektorovému interface a umístit ho do správné měřicí pozice
 - nastavit vhodné parametry pro měření
 - provést justaci přístroje
 - změřit výstupní signál MCT-PV detektoru
- (4) Ukončení experimentu
 - naměřená data uložit ve formátu .csv
 - vypnout externí detektor a vyjmout ho z měřicí pozice
 - vyjmout detektorový interface ze vzorkového prostoru
 - uzavřít vzorkový prostor
- (5) Zpracování naměřených dat
 - vykreslit průběhy výstupních signálů měřených detektorů
 - podle vykreslených průběhů definovat spektrální závislost detektivity detektorů

4. Výsledky a výstupy

(vi) laboratorní úloha 4:

Měření pohltivosti materiálů na vlnových délkách používaných infračervených laserů



uspořádání s nástavcem
na měření difúzní
odrazivosti vzorků

Postup laboratorního cvičení:

(1) Příprava experimentu

- seznámit se s metodou stanovení pohltivosti materiálů pomocí difúzní odrazivosti
- vybrat vhodné vzorky pro měření
- do přístroje umístit vhodný beamsplitter a požadované filtry či clonky
- umístit nástavec na měření difúzní odrazivosti do vzorkového prostoru

(2) Vlastní měření

- nastavit vhodné parametry pro měření pozadí
- provést justaci přístroje
- změřit pozadí – jednopaprskové spektrum hliníkového zrcadla
- nastavit vhodné parametry pro měření vzorku
- změřit spektrální závislost reflektance (odrazivosti) vzorku

(3) Ukončení experimentu

- naměřená data uložit ve formátu .csv
- vyjmout nástavec na měření difúzní odrazivosti ze vzorkového prostoru
- vzorkový prostor uzavřít

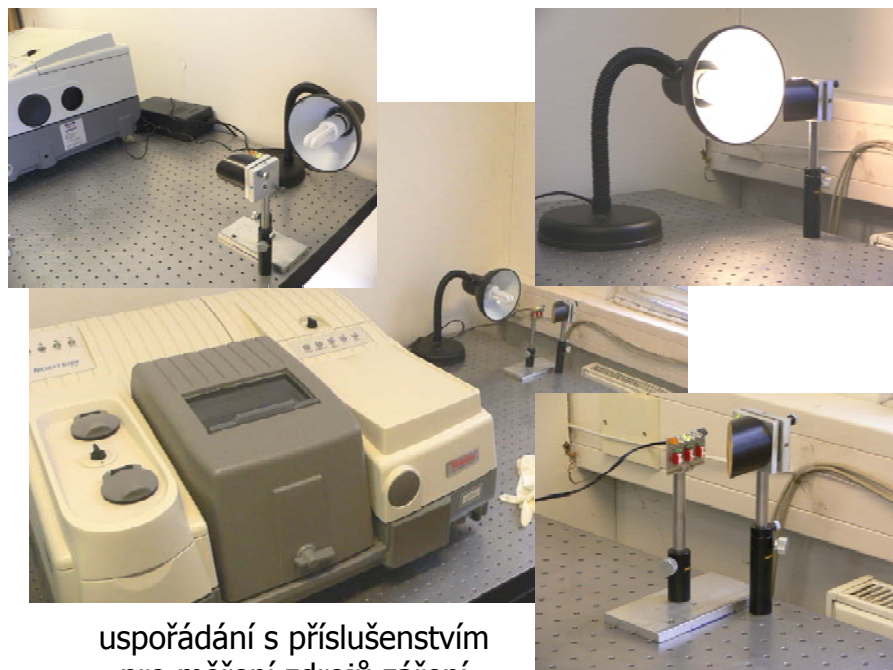
(4) Zpracování naměřených dat

- pro provedená měření vykreslit průběhy spektrální závislosti odrazivosti všech měřených rozsahů včetně pozadí
- pomocí softwaru Omnic 7 vypočítat spektrální pohltivost všech měřených vzorků
- ze získaných výsledků odečíst pohltivost materiálů na vlnových délkách vybraných laserů
- v daném spektrálním rozsahu měřené materiály porovnat a definovat jejich nejvhodnější použití

4. Výsledky a výstupy

(vii) laboratorní úloha 5:

Měření spektrální závislosti intenzity vyzařování zdrojů infračerveného záření



uspořádání s příslušenstvím
pro měření zdrojů záření

Postup laboratorního cvičení:

(1) Příprava experimentu

- seznámit se s metodou měření spektrální závislosti intenzity vyzařování zdrojů záření
- vybrat vhodné externí zdroje pro měření
- ze spektrometru vyjmout vnitřní zrcadlo odrážející záření vydávané zdrojem k interferometru a otevřít externí port
- do přístroje umístit vhodný beamsplitter a požadované filtry či clonky
- umístit nástavec na měření propustnosti do vzorkového prostoru a vzorkový prostor uzavřít
- vnější spektroskopické zrcadlo nastavit do správné pozice pro měření
- umístit externí zdroj záření do měřicí polohy

(2) Vlastní měření

- zapnout externí zdroj záření
- nastavit vhodné parametry pro měření
- provést justaci přístroje
- změřit spektrální závislost intenzity vyzařování externího zdroje

(3) Ukončení experimentu

- vypnout externí zdroj záření
- naměřená data uložit ve formátu .csv
- uzavřít externí port
- umístit vnitřní spektroskopické zrcadlo do spektrometru
- zakrýt vnější spektroskopické zrcadlo
- vyjmout nástavec na měření propustnosti ze vzorkového prostoru
- uzavřít vzorkový prostor

(4) Zpracování naměřených dat

- vykreslit jednotlivé průběhy spektrální závislosti intenzity vyzařování externích zdrojů záření
- provést jejich vzájemné porovnání

5. Prezentace a využití výsledků

(i) učební texty a návody k laboratorním úlohám

ve formě nové kapitoly do skript:

M. Honner - Měření ve fyzikálních technologiích: Texty k laboratorním cvičením

3. INFRAČERVENÁ SPEKTROMETRIE

Seznámení se s infračervenou spektrometrií a funkcí FTIR spektrometru. Měření základních optických vlastností materiálů – propustnost, odrazivost, pohltivost. Identifikace měřených materiálů. Analýza spekter. Metoda stanovení emisivity v závislosti na vlnové délce a teplotě. Spektrální závislosti intenzity vyzařování externích zdrojů záření v infračervené a viditelné oblasti spektra. Detektivita infračervených detektorů.

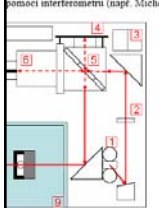
... a měření vybraných optických vlastností spektra. Provést měření spektrální závislosti optických délek používaných infračervených ... sávkou pomocí infračervené spektrometrie. ... ve délce a teplotě. Intenzitu vyzařování zdrojů viditelného a ... ní závislosti zdrojů záření. Infračervenými detektory a učít jejich ...

... a nejznámějších technik zabývajících se ... na různých vlnových délkách viditelného a ... vlnu vlastnostmi je především propustnost, ... ho záření, měřenými materiály mohou být ... saliny i plyny. ... nachází spektrometrie širokou oblast ... je a analýza organických a anorganických ... si o vlnu a smáknutí molekul. V souso ... používaná v lékařství k identifikaci léků, ... čistoty monomerních materiálů či ... zítů, v soudní analýze např. k určení cizích ...

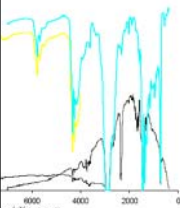
... spektrometrie jsou fyzikální experimenty, ... y materiálů v závislosti na vlnové délce a ... stí používaných detektorů.

... typy měřicích zařízení – FTIR spektrometr (spektrometr) a disperzní spektrometr. Jejich ... ktrun, tj. závislost intenzity (absorbance ... na vlnové délce. ... vlnové délky snímáky postupně, což je ... technického nevhodné. FTIR spektrometr ... oblasti audiofrekvence (kHz), kde

... ověření vlnovou délkou i její intenzitu. Z tohoto ... ukazující disperzní přístroje. ... spočívá ve vyzařování infračerveného záření ... modulaci a uvnitřního tohoto záření ... osleho vzorkem detektorem. Nejdůležitějším ... pomocí interferometru (např. Michelsonova).



... 6700 1 – zdroj záření, 2 – automatická ... nepoužitelné beam splitter, 4 – scanovací ... vysokovýkonný interferometr, 7 – otočné ... tor, 9 – vzorkový prostor



... 6000 4000 2000 0
vlnová délka (cm⁻¹)

... propustnost kapalných prostředí ... infračervené oblasti.

... jeho ovládním

... ater ... osní do vzorkového prostoru ...

	MIR
12	12
16	16
Transmittance/Absorbance	
DTGS	
KBr	
PC	
7000 – 375 cm ⁻¹	

... ANI PÍSEMNÉHO REFERÁTU A

... si popsat jednotlivé experimenty měření ... materiálů, metoda stanovení pohltivosti ... si, emisní experiment, měření intenzity ... ty detektorů – celkové uspořádání, měřené ... měření a vyhodnocení.

... nosti všech měřených materiálů a spektrální ... onent rozdělený do grafů podle spektrálních ... dnouti vypočtené transmittance a tyto hodnoty ... identifikovat materiál měřené fólie. ... ace pohltivosti měřených materiálů pro celý ... hodnoty pohltivosti materiálů na vlnových ... materiálů a jejich nevhodnější použití, ... vity při teplotě vzorků 200 °C, příměrnou ... kralním rozsahem. ... vyzařování zdrojů záření rozdělený do grafů ... e zdroje vzájemně porovnat.

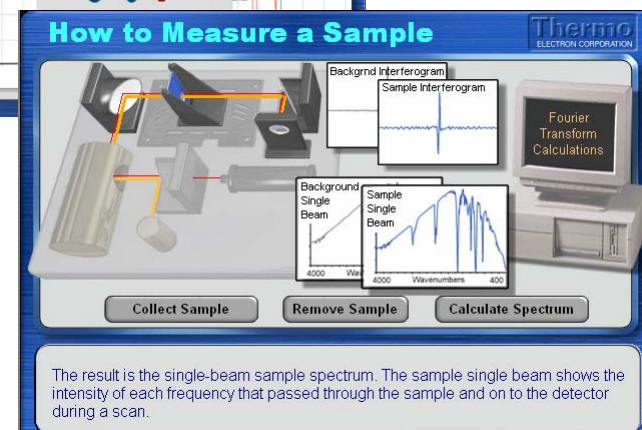
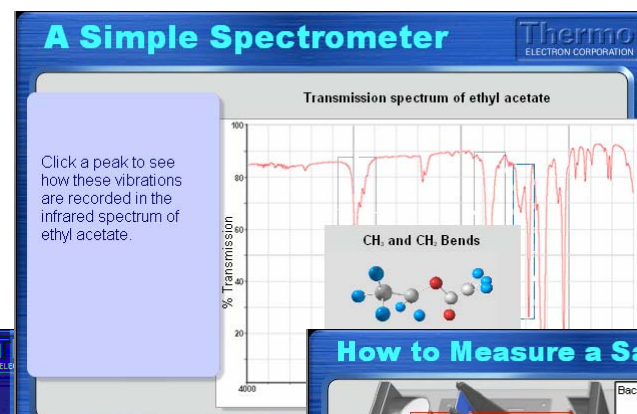
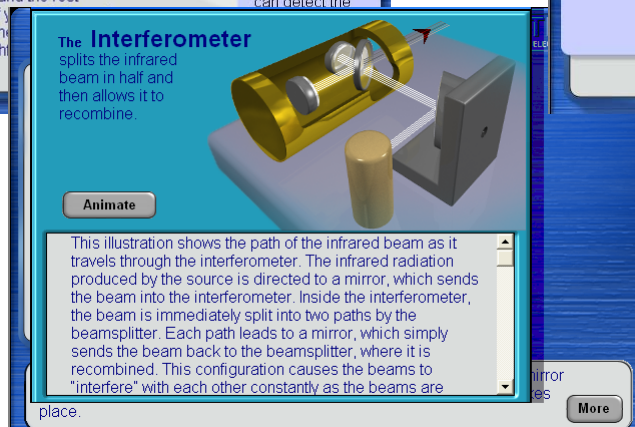
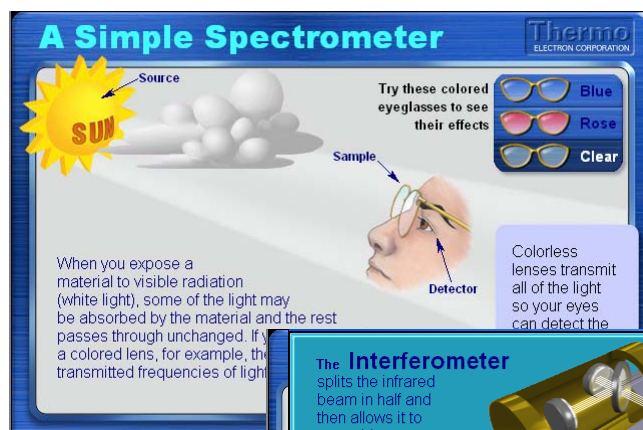
...

... rometr a na jakém principu pracuje? ... obem se měří? ... e materiálů a v čem spočívá její princip? ... jejího stanovení? ... tu vyzařování externích zdrojů? ... torů a na čem především je závislá?

...

5. Prezentace a využití výsledků

(ii) multimediální prezentace pro výuku infračervených spektrometrických metod
"Úvod do infračervené spektrometrie" obsahuje následující části: Elektromagnetické záření, Jednoduchý spektrometr, Infračervené spektrometry, Jak měřit vzorek, Typické spektrum a Charakteristiky FT-IR spektrometrů. Základem jsou výukové materiály dodané výrobcem spektrometru.



5. Prezentace a využití výsledků

(iii) internetové stránky s popisem metod pro jiná akademická, výzkumná či průmyslová pracoviště



<http://ttp.zcu.cz/cz/vyuka/projekt-frvs-389-2007>

Výsledky budou po skončení projektu dlouhodobě využívány v praktické výuce i samostatné experimentální činnosti studentů zejména v rámci magisterského a bakalářského studia garantovaného Katedrou fyziky na Fakultě aplikovaných věd ZČU.

6. Čerpání finančních prostředků

Výkaz hospodaření s přidělenými prostředky pro projekt 389/2007

Název projektu [Laboratoř infračervené spektrometrie](#)

Řešitel [Doc. Ing. Milan Honner, Ph.D.](#) - akad. pracovník

Pracoviště Západočeská univerzita v Plzni, Fakulta aplikovaných věd

TO / spec. A / a

Dotace z FRVŠ 1600 tis. Kč

Stav financovaný

Příspěvek školy 0 tis. Kč

Náklady na řešení (zaokrouhлено na celé tis. Kč)	Dotace z FRVŠ		Příspěvek VŠ	
	poskytnuto	použito	přislíbeno	skutečnost
Kapitálové výdaje:				
Celkem	1600	1600	0	0
Běžné náklady:				
Odměny za řešení projektu	0	0	0	0
Stipendia	0	0	0	0
Ostatní osobní náklady	0	0	0	0
Služby	0	0	0	0
Cestovné zahraniční	0	0	0	0
Ostatní	0	0	0	0
Celkem	0	0	0	0
Celkem	1600	1600	0	0

Žádosti o změny

	Typ změny	Autor	Odesláno	Rozhodnuto	Stav
1.	SCHVÁLENÍ ZMĚNY DODAVATELE A TYPU POŘIZOVANÉHO PŘÍSTROJE	Honner			schváleno