

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

---

## Závěrečná zpráva:

### 1. CÍLE ŘEŠENÍ:

Projekt vychází z dlouhodobé koncepce rozvoje Katedry fyziky na Fakultě aplikovaných věd, Západočeské univerzity v Plzni. Je zaměřen na zásadní rozvoj laboratoře kvantitativní termografie a infračervené spektrometrie a s ní spojené řešení úrovně přípravy studentů magisterského studia (obor Aplikovaná fyzika a fyzikální inženýrství) i studia bakalářského (obor Aplikovaná a inženýrská fyzika). Cílem projektu bylo vybudovat pracoviště pro experimentální výuku a samostatnou činnost studentů v oblastech měření emisivity, odrazivosti, propustnosti, pohltivosti látek a optických komponent v infračervené oblasti spektra.

Zakoupení nového měřicího zařízení (infračervený spektrometr) mělo odstranit vážný nedostatek v oblasti výuky progresivních bezkontaktních měřicích metod a současně plazmových i laserových technologií vytváření nových materiálů a modifikace povrchů, jímž byla nemožnost měření spektrálního rozložení optických vlastností povrchů materiálů, optických komponent, zdrojů záření či infračervených detektorů.

Cílem projektu bylo využitím pořízeného infračerveného spektrometru vytvořit výukové pracoviště umožňující, aby přednášející názorně ukázal jevy spojené s šířením infračerveného záření a metody založené na měření spektrálních závislostí v infračerveném oboru spektra, a zejména pracoviště určené pro samostatnou experimentální činnost studentů v rámci laboratorní výuky.

### 2. POSTUP A ZPŮSOB ŘEŠENÍ:

#### (i) První část řešení projektu spočívala v 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 a dodavatele Nicolet CZ s.r.o., Praha, a to namísto disperzního spektrografu TII MS 3540i společnosti SOLAR a dodavatele RMI, s.r.o., Lázně Bohdaneč, jenž byl uveden v žádosti projektu.

Nabídka prvně jmenovaného přístroje se v aktuální nabídce, narozdíl od nabídky platné v době přípravy projektu, jevila výhodnější z pohledu modernosti technického řešení, servisní, výzkumné a výukové podpory pracoviště dodavatele i výrobce i z pohledu využití ve výuce a to při stejné nabízené ceně přístroje včetně příslušenství. Byla vypracována žádost o změnu projektu (podrobnosti v části 3 Závěrečné zprávy), která byla následně schválena.

Dodání přístroje pak zkomplikovalo rozhodnutí vlády USA, učiněné v průběhu roku 2007, která vybraný typ přístroje zařadila do kategorie zbraní, tj. podléhajícím přísným pravidlům a zdoluhavým procedurám pro obchod se zbraněmi. Nepříjemným důsledkem toho bylo několikaměsíční zpoždění dodávky přístroje na pracoviště ZČU. Toto rozhodnutí je na druhou stranu potvrzením význačných schopností vybraného měřicího přístroje.

**(ii) Druhá část řešení spočívala v seznámení se s ovládáním spektrometru, jeho možnostmi i omezeními členy řešitelského týmu.**

**(iii) Třetí část řešení projektu spočívala v návrhu, realizaci a ověření jednotlivých laboratorních úloh a následně ve vypracování výukových textů.**

Bylo vytvořeno pět samostatných laboratorních úloh představující různé možnosti využití pořízeného spektrometru v odlišném experimentálním uspořádání. Jednalo se o laboratorní metody pro měření emisivity povrchů v závislosti na vlnové délce, teplotě a úhlu, pro měření spektrální propustnosti různých materiálů, pro měření spektrálních závislostí detektivit infračervených detektorů, pro měření pohltivosti materiálů na vlnových délkách používaných infračervených laserů a pro měření spektrálních závislostí intenzity vyzařování zdrojů infračerveného záření. Pro realizaci těchto metod bylo využito zakoupené příslušenství spektrometru i speciální příslušenství vytvořené řešitelským týmem. Podrobnosti k jednotlivým metodám jsou uvedeny v 4. části této závěrečné zprávy.

Ke každé z laboratorních metod byl následně vypracován návod 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 jsou uvedeny v 5. části této závěrečné zprávy.

### **3. ZMĚNY ŘEŠENÍ PROTI PROJEKTU**

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

V přihlášce projektu byl zdůvodněn výběr spektrografu Solar TII MS 3540i, dodavatel R M I, s.r.o., Lázně Bohdaneč. Tento IR spektrometr byl vybrán ze tří různých nabídek platných v době podávání projektu v roce 2006. Jako jediné z nabízených řešení splňoval technické a ekonomické požadavky.

Při řešení projektu během února a března roku 2007 před nákupem IR spektrometru bylo provedeno interní výběrové řízení na Západočeské univerzitě v Plzni. Všechny společnosti, jejichž nabídky byly uvažovány při přípravě projektu, byly požádány o zaslání aktuálních cenových a technických nabídek.

Z ekonomického pohledu stanovené požadavky, maximální cena 1.6 mil. Kč vč. DPH, splnily dvě nabídky:

- R M I, s.r.o., Lázně Bohdaneč – disperzní spektrograf TII MS 3540i (výrobce SOLAR),
- Nicolet CZ s.r.o., Praha - FTIR spektrometr Nicolet 6700 (výrobce Thermo Electron Corporation).

Původní cenová nabídka na FTIR spektrometr Nicolet 6700 platná v době přípravy projektu svojí výší překračovala částku, o kterou bylo možné v rámci programu FRVŠ A/a žádat. Zejména proto byl tento přístroj shledán jako nesplňující technicko-ekonomické požadavky a vybrán konkurenční disperzní spektrograf TII MS 3540i.

Z technického pohledu základní stanovené požadavky splňují rovněž obě výše uvedené nabídky. Jejich bližším rozborem se však ukazuje z řady pohledů výhodnější nabídka fy Nicolet CZ s.r.o.:

- FTIR spektrometr Nicolet 6700 je variabilní spektrometrický systém vědecké úrovně vhodný pro širokou škálu analytických aplikací. V konfiguraci uvedené v nabídce přístroj umožňuje měření v rozsahu vlnových délek 370 nm – 28,5  $\mu\text{m}$  s manuální výměnou děličů svazku a s automatickým nastavením přístroje po výměně děliče svazku. Přístroj obsahuje zdroje záření i detektory plně pokrývající uvedený spektrální rozsah a jejich přepínání je plně automatické. Příslušenství uvedené v nabídce umožňuje měření propustnosti a přímé i difuzní odrazivosti materiálů. Přístroj také obsahuje vstupní emisní port umožňující přímé měření emisivity různých materiálů a to i v závislosti na teplotě a úhlu. Spektrometr je řízen počítačem s dodaným softwarem a umožňuje měření s vysokým spektrálním rozlišením 0,1  $\text{cm}^{-1}$ , přičemž kvalitní měření v rozsahu jednoho děliče svazku je možné provést v čase řádově v sekundách a pro celý rozsah vlnových délek s výměnou děliče svazku je doba měření řádově několik minut.
- disperzní spektrograf TII MS 3540i – obsahuje kvalitní disperzní monochromátor pro vlnové délky 500 nm – 15  $\mu\text{m}$  dobře uzpůsobený pro přímé měření emisivity materiálů za vyšších teplot (srovnatelné s předchozí nabídkou). Pro měření ve střední oblasti IR je však nutno chladit detektor kapalným dusíkem. Pro měření emisivity za pokojové teploty pomocí měření difuzní odrazivosti však není přístroj plně sestaven a bylo by třeba dílensky připravit některá optická propojení a ověřit věrohodnost měření takového uspořádání před možností využití měřicího přístroje. Pro měření s vysokou přesností je nutno velmi zúžit vstupní a výstupní štěrby a měření provádět řádově v desítkách minut, kdy se již mohou uplatnit chyby způsobené změnou teploty v místnosti a nestabilitou IR zdrojů. Pro měření v celém rozsahu vlnových délek je nutno manuálně přepnout, ze kterého detektoru se má snímat (přístroj obsahuje tři detektory ale pouze dva měřící vstupy).

Nabídka fy Nicolet CZ se oproti nabídce fy RMI dále ukazuje jako výhodnější z dalších hledisek. Společností Nicolet CZ je nabízen bezplatný servis po dobu životnosti přístroje zajišťovaný přímo dodavatelem, možnost zapůjčení dalšího příslušenství z aplikační laboratoře dodavatele, poskytnutí multimediálních výukových materiálů o IR spektrometrii. Nabízený přístroj byl společností Nicolet CZ narozdíl od konkurence fyzicky představen ve funkčním stavu a to včetně úspěšného změření zkušebních vzorků.

Z pohledu obecného cíle projektu FRVŠ, jímž je vybudování pracoviště pro experimentální výuku a samostatnou činnost studentů a tím zprostředkovaně zvýšení kvality studia a připravenosti absolventů pro praxi, zde vystupuje další argument, který upřednostňuje nabídku fy Nicolet CZ s.r.o. FTIR spektrometry mají nad disperzními spektrometry obecně řadu výhod, například v přesnosti spektrálního měření, rychlosti sběru dat, reprodukovatelnosti výsledků měření, snadnosti údržby a ovládání. Díky těmto výhodám mají v současnosti FTIR spektrometry mnohem širší praktické použití v různých odvětvích průmyslu i ve vědě a výzkumu. Postupně vytlačují disperzní systémy ve většině případů použití. Znalosti studentů získané při experimentální práci na FTIR přístroji budou mít proto mnohem širší uplatnění než praktické znalosti získané na disperzním typu spektrometru.

Z pohledu naplnění cílů projektu se proto jako jednoznačně výhodnější jeví přístroj FTIR spektrometru Nicolet 6700 od výrobce Thermo Electron Corporation prostřednictvím dodavatele Nicolet CZ s.r.o., Praha.

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

#### 4. VÝSLEDKY A VÝSTUPY ŘEŠENÍ

Výsledkem řešení projektu je vybudování výukové laboratoře infračervené spektrometrie, jejíž základem je následující pořízené vybavení:

- **FTIR spektrometr NICOLET 6700** s příslušenstvím (detektory DLaTGS/KBr (12,500-350 cm<sup>-1</sup>) termoelektricky chlazený a Si/Quartz (27,000-8,600 cm<sup>-1</sup>), softwarem řízené přepínání detektorů, děliče svazku Ge/KBr (7,800-350 cm<sup>-1</sup>) a Quartz (27,000-2,800 cm<sup>-1</sup>), mechanismus výměny děličů a jejich automatická rekognoskace, vzduchem chlazený zdroj infračerveného záření EverGlo (9,600-20 cm<sup>-1</sup>) a halogen-wolframový zdroj (28,000-2,000 cm<sup>-1</sup>), softwarem řízené přepínání zdrojů, spojitě měnitelná apertura, automatické i ruční nastavování, spektrální rozlišení 0.1 cm<sup>-1</sup>, Smart držák transmisních kyvet, rychlost měření 1 scan/s při rozlišení 4 cm<sup>-1</sup>, automatická justáž spektrometru Autotune, dynamické nastavování optiky Dynamic Alignment, vlnočtová přesnost lepší než 0.01 cm<sup>-1</sup> bez matematických korekcí, ordinátová přesnost lepší než 0.1%T, certifikace ISO 9001:2000.

- **Kompletní ovládací software Standard OMNIC Professional v.7**, který umožňuje současné měření a zpracování spekter (multitasking), jejich editování, modifikaci zobrazení, analyzování, vytváření reportů včetně textových komentářů, výpočet statistického spektra a vytváření panelů pro zjednodušené ovládání. V oblasti měření, zobrazení a ukládání spekter se jedná o diagnostický program pro kontrolu zdroje IČ záření, laseru, napájení, detektoru a elektroniky, umožňuje zobrazování měřených spekter v reálném čase, jednoscanový náhled na spektrum (preview), umožňuje volbu všech parametrů měření v menu Setup s možností jejich ukládání do souborů, podporuje plný multitasking, provádění jiných operací v průběhu měření, X-View box, Roll a Zoom, umožňuje zobrazení více spekter v jednom okně a transformace dat z formátů Nicolet 205, DX a SX do formátů JCAMP DX, ASCII, CSV, WMF, aj., obsahuje multimediální nápovědu a výukový program Základy spektrometrie. V oblasti zpracování spekter umožňuje jednoduchý výběr parametrů pomocí grafických symbolů, menu nebo pomocí obvyklých Windows krátkých klíčů, dovoluje spektrální subtrakci, tvorbu uživatelských matematických operací, automatickou nebo interaktivní korekci základní linie, vyhlazování spekter, fourierovskou selfdekonvoluci FSD s volitelnými parametry, separaci pásů PeakSolve, nabízí různé korekce a konverze dat, spektrální matematiku, umožňuje kompletní práci s knihovnami spekter, tvorbu uživatelských knihoven, textové vyhledávání, podmíněné vyhledávání, 5 srovnávacích algoritmů, neomezenou volbu prohledávaných spektrálních regionů.

Využitím pořízeného spektrometru a jeho příslušenství, v některých případech rozšířeného o stávající vybavení laboratoře, bylo sestaveno následujících pět laboratorních úloh:

- **Laboratorní úloha 1: Měření emisivity povrchů v závislosti na vlnové délce, teplotě a úhlu.** Úloha využívá měření infračerveným spektrometrem pomocí jeho externího vstupního portu při vyjmutém vnitřním zrcadle, které normálně odráží záření zdroje spektrometru k interferometru. Měřený vzorek materiálu ohřátý na požadovanou teplotu a nakloněný v požadovaném úhlu nahrazuje vnitřní radiální zdroj záření a je umístěn vně vzorkový prostor spektrometru. Energie vydávaná vzorkem je pomocí externího zrcadla odražena a přes externí vstupní port dopravena na interferometr odkud prochází přes prázdný vzorkový prostor na detektor. Spektrální závislost emisivity je stanovena porovnáním detekované intenzity záření vzorku s detekovanou intenzitou vyzařování laboratorního černého tělesa.

• **Laboratorní úloha 2: Měření spektrální závislosti propustnosti optických komponent, pevných, kapalných a plynných vzorků i tenkovrstvých materiálů.** Úloha využívá nástavce na měření propustnosti vzorků, který je umístěn do vzorkového prostoru spektrometru. Vzorky optických komponent, tenkovrstvých materiálů a kapalin jsou pro měření propustnosti uzpůsobeny tak, aby je bylo možné vložit do tohoto nástavce. Spektrální závislost propustnosti je stanovena porovnáním detekované intenzity záření vnitřního zdroje spektrometru po průchodu prázdným vzorkovým prostorem s detekovanou intenzitou záření stejného zdroje po průchodu vzorkem.

• **Laboratorní úloha 3: Měření spektrálních závislostí detektivit infračervených detektorů.** Úloha využívá rozhraní pro připojení externích detektorů, pomocí něhož je k infračervenému spektrometru připojen měřený infračervený detektor. Spektrální závislost detektivit je stanovena porovnáním detekované intenzity záření vnitřního zdroje spektrometru měřené širokopásmovým vnitřním detektorem spektrometru po průchodu prázdným vzorkovým prostorem s detekovanou intenzitou záření stejného zdroje měřenou externím infračerveným detektorem umístěným do vzorkového prostoru spektrometru.

• **Laboratorní úloha 4: Měření pohltivosti materiálů na vlnových délkách používaných infračervených laserů.** Úloha využívá uspořádání s nástavcem pro měření difúzní odrazivosti vzorků, který je umístěn do vzorkového prostoru spektrometru. Do vzorkového prostoru přicházející infračervený svazek vydávaný vnitřním zdrojem spektrometru dopadá na dvojité zrcadlo umístěné uvnitř nástavce. Toto dvojité zrcadlo odráží svazek na hemisféru a od ní záření dopadá na povrch měřeného vzorku. Difúzně i zrcadlově odražené záření od vzorku je pak pomocí hemisféry a další optiky směřováno na vnitřní detektor spektrometru. Pohltivost vzorků materiálů na vlnových délkách používaných infračervených laserů je určena z celkové spektrální závislosti pohltivosti. Ta je vyhodnocena za předpokladu nepropustnosti měřených vzorků jako doplněk odrazivosti. Spektrální závislost odrazivosti je stanovena porovnáním detekované intenzity záření vnitřního zdroje spektrometru po odrazu od měřeného vzorku s detekovanou intenzitou záření stejného zdroje po odrazu od referenčního zrcadla.

• **Laboratorní úloha 5: Měření spektrální závislosti intenzity vyzařování zdrojů infračerveného záření.** Úloha využívá uspořádání pro měření externích zdrojů záření. Podobně jako u úlohy 1 je vnitřní radiační zdroj spektrometru nahrazen měřeným externím zdrojem infračerveného záření, jehož záření je externím zrcadlem směřováno skrz externím vstupní port spektrometru do interferometru. Spektrální závislost intenzity vyzařování je hodnocena porovnáním detekovaných intenzit záření různých měřených zdrojů ve všech případech procházejících prázdným vzorkovým prostorem spektrometru a měřených vnitřním detektorem spektrometru.

## 5. PREZENTACE A VYUŽITÍ VÝSLEDKŮ

(i) **Učební texty a návody k laboratorním úlohám.** Ke každé ze sestavených laboratorních metod byl následně vypracován návod obsahující popis experimentálního uspořádání včetně návodu k obsluze a postup laboratorního měření a vyhodnocení včetně příkladu výsledků. Souhrnně ke všem metodám byly specifikovány cíle laboratorních cvičení, vypracováno zjednodušené seznámení s FTIR spektrometrem a s měřicím a vyhodnocovacím softwarem. Texty byly koncipovány jako nová kapitola do dalšího vydání skript "Měření ve fyzikálních technologiích - texty k laboratorním cvičením". Zvolena byla proto forma rozsahem i členěním odpovídající dalším kapitolám těchto skript.

**(ii) Multimediální prezentace pro výuku infračervených spektrometrických metod.**

Pro úvodní seznámení posluchačů s infračervenou spektrometrií byla sestavena výuková prezentace nazvaná "Úvod do infračervené spektrometrie" obsahující 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, které svojí názorností (obsahují řadu animovaných videosekvencí) i odborností vyhovují požadavkům výuky bakalářského i magisterského studia. Zmíněné výukové materiály jsou v tištěné formě přiloženy k závěrečné zprávě projektu.

**(iii) Internetové stránky s popisem metod pro jiná akademická, výzkumná či průmyslová pracoviště.** Všechny vytvořené výukové materiály jsou spolu s informacemi o řešení projektu umístěny na internetových stránkách <http://ttp.zcu.cz/cz/vyuka>, kde jsou k dispozici pro jiná akademická, výzkumná či průmyslová pracoviště.

Všechny výše uvedené výsledky řešení projektu budou po jeho skončení 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**

Poskytnutá dotace ve výši 1.600 tis. Kč byla v plné výši použita na nákup výše uvedeného FTIR spektrometru s příslušenstvím.