



سلول‌های نمونه و نمونه‌برداری

چون از دستگاه طیف‌سنج زیرقرمز برای تجزیه نمونه‌های جامد، مایع و گاز استفاده می‌شود، باید برای انتقال هر یک از آن‌ها روش مناسبی وجود داشته باشد. موضوع مشترکی که در همه روش‌های مورد تجزیه با طیف‌سنجی زیرقرمز باید در نظر داشت، شفاف بودن نمونه نسبت به نور IR است، یعنی ظرفی که نمونه در آن قرار داده شده و موادی که آنالیت با آن مخلوط شده است، تابش زیرقرمز را جذب نمی‌کند. تعدادی از ترکیبات یونی مانند NaCl و KCl این ویژگی را دارند و لذا رایج‌ترین مواد برای جنس سلول‌ها در این طیف‌سنجی هستند. با توجه به دامنه طول موج مورد استفاده در طیف‌سنجی زیرقرمز، از مواد دیگری نیز به عنوان سلول استفاده می‌شود (جدول ۱).

جدول ۱. برخی از سلول‌ها و محدوده کاربرد آن‌ها در زیر قرمز.

جنس سلول	محدوده عدد موج، cm^{-1}	توضیحات
AgCl	۲۵۰۰۰ – ۴۲۵	مفید برای محلول‌های آبی
CaF _۲	۶۷۰۰ – ۱۱۰۰	مفید برای محلول‌های آبی
NaCl	۴۰۰۰ – ۶۰۰	رطوبت‌گیر، ماده معمول در ساخت پنجره
KBr	۴۰۰۰ – ۴۰۰	رطوبت‌گیر، ماده معمول در ساخت پنجره
CsI	۱۰۰۰۰ – ۲۰۰	مفید در زیر قرمز دور، اندکی محلول در آب
پلی‌اتیلن	۶۰۰ – ۳۳	مفید در زیر قرمز دور

نمونه‌برداری از جامدات

به طور کلی برای نمونه‌برداری از مواد جامد و رسم طیف زیرقرمز آن‌ها چهار روش به شرح زیر وجود دارد.

(۱) **محلول کردن:** در این روش نمونه جامد در حلال مناسبی حل می‌شود. سپس حلال خالص در سلول مایع مرجع و محلول نمونه در سلول نمونه ریخته شده و طیف زیرقرمز آن رسم می‌شود. این روش برای همه نمونه‌های جامد قابل استفاده نیست، زیرا تعداد حلال‌های مناسب برای این عمل محدود است و یک حلال مناسب برای همه محدوده طیف زیرقرمز وجود ندارد.

(۲) **تشکیل فیلم نازک:** اگر نمونه جامد بی‌شکل باشد، مقداری از آن در یک حلال با نقطه جوش کم حل شده و سپس مقداری از محلول روی قرص‌های NaCl یا KBr ریخته می‌شود. سپس تبخیر حلال باعث تشکیل لایه نازکی از ماده بر روی قرص می‌شود. مواد پلیمری را می‌توان با قرار دادن مقدار کمی از نمونه در بین دو سطح شیشه‌ای یا فلزی صیقلی و گرم کردن ملایم آن‌ها به شکل فیلم نازک تبدیل کرد. سپس این فیلم نازک از بین سطوح جدا شده و طیف آن رسم می‌شود.



(۳) روش مل: در این روش پودر کاملاً ریز شده نمونه با یک روغن معدنی (به نام نوجل) مخلوط و یکنواخت می‌شود. سپس مقدار کمی از این خمیر شفاف در بین دو پنجره NaCl یا KBr قرار داده شده و طیف نمونه رسم می‌شود. اگرچه نوجل در تمام ناحیه زیرقرمز شفاف است، ولی به دلیل داشتن جذب‌هایی در اعداد موج ۲۸۱۵، ۱۴۶۲، ۱۳۶۷ و 719cm^{-1} معایبی نیز دارد.

(۴) روش تهیه قرص فشرده: در این روش مقدار بسیار کمی از نمونه کاملاً پودر شده با مقدار حدود ۱۰۰ برابر از KBr بسیار خالص در یک هاون عقیق پودر و یکنواخت می‌شود. سپس مقداری از آن در بین دو قطعه فلزی صیقلی که اجزایی از یک قالب مخصوص هستند، ریخته شده و تحت فشار زیاد (حداقل ۲۵psi) به شکل قرص نازکی تبدیل می‌شود.

این روش نسبت به روش استفاده از نوجل مزایایی دارد که عبارتند از: (الف) قرص‌های KBr را می‌توان برای مدت زیادی نگهداری کرد. (ب) غلظت آنالیت را می‌توان در اندازه مشخصی در قرص تنظیم و لذا از این روش در تجزیه کمی استفاده کرد. (ج) قدرت تفکیک پیک‌ها در قرص KBr نسبت به روش نوجل خیلی بهتر است. برای انجام مطالعات در فرکانس‌های کم می‌توان از هالیدهای قلیایی دیگر مانند CsI و CsBr استفاده کرد.

روش تهیه قرص KBr معایبی نیز دارد. (۱) به علت جذب رطوبت توسط KBr همیشه پیک مربوط به OH در عدد موج 3450cm^{-1} مشاهده می‌شود، که دقت لازم برای بررسی هرگونه پیکی را در این ناحیه می‌طلبد. (۲) فشار زیاد ممکن است با تغییراتی در ساختار بلوری و ماهیت آنالیت همراه باشد و این موضوع به ویژه در مورد تجزیه کمپلکس‌های معدنی از اهمیت بیشتری برخوردار است. برای مثال، هنگام تجزیه یک نمونه کمپلکس با روش زیرقرمز امکان دارد که یک یا چند لیگاند موجود در آن در اثر فشاری که توسط هاون ایجاد می‌شود، با یون برمید موجود در KBr جایگزین شود. زیرا برمید لیگاندی قوی است و می‌تواند با لیگاند موجود در کمپلکس رقابت کند. (۳) این روش برای تجزیه مواد پلیمری مناسب نیست.