



**LAHDEN AMMATTIKORKEAKOULU**  
*Lahti University of Applied Sciences*

# INFRAPUNASPEKTROMETRIA

ATR tekstiili- ja vaatetustekniikassa

LAHDEN  
AMMATTIKORKEAKOULU  
Tekniikan ala  
Tekstiili- ja vaatetustekniikka  
Opinnäytetyö  
Kevät 2013  
Mikko Viljakainen

Lahden ammattikorkeakoulu  
Tekstiili- ja vaatetustekniikan koulutusohjelma

VILJAKAINEN, MIKKO:                      Infrapunaspektrometri  
ATR tekstiili- ja vaatetustekniikassa

Tekstiili- ja vaatetustekniikan opinnäytetyö, 31 sivua, 29 liitesivua

Kevät 2013

## TIIVISTELMÄ

---

Tämä opinnäytetyö käsittelee FT-IR-laitteistoa, johon on liitetty ATR-lisäosa. Työssä pohditaan laitteiston soveltuvuutta tekstiili- ja vaatetustekniikan alalle. Tutkimuksessa kasataan Materiaalitekniikan, tekstiili- ja vaatetustekniikan opiskelijoille referenssikirjasto, jolla voidaan helpottaa tulevien opiskelijatöiden tekemistä.

Työssä perehdytään spektroskoopin antamien tulosten tulkintaan. Tuloksia vertaamalla referenssikirjastoihin ja visuaalisesti tutkimalla ja vertaamalla funktionaalisten ryhmien värähdystaulukkoon manuaalisesti voidaan määrittää aineita ja niiden pitoisuuksia. Tutkimuksen aikana tutkittiin 10 jo ennalta tunnettua kuitunäytettä, joiden avulla referenssikirjasto luotiin.

Tutkimuksen aikana todettiin, että mikäli referenssikirjasto on luotu, niin näytteiden määrittäminen ja tutkiminen helpottuvat huomattavasti. Jos kuitenkin referenssikirjasto puuttuu, vaatii tulosten tutkiminen vahvaa kemian tuntemusta ja paljon aikaa.

Avainsanat: infrapunaspektrometri, FT-IR, ATR, tekstiilien tunnistus

Lahti University of Applied Sciences  
Degree Programme in Textile engineer

VILJAKAINEN, MIKKO:

Infrared spectroscopy  
ATR in textile industry

Bachelor's Thesis in Textile and clothing technology, 31 pages, 29 pages of appendices

Spring 2013

## ABSTRACT

---

This thesis deals with infrared spectroscopy an FT-IR working unit with an ATR accessory. The objective of this study was to create a reference spectrum library for textile engineering students and examine how well infrared spectroscopy will suit the textile industry.

In this study, results given by infrared spectroscopy were interpreted. The results were examined closely by comparing them to a reference spectrum and comparing the results by hand to the functional group table. By comparing the results the user should be able to identify the molecular constructions and to identify the material and its quantity. In this study there were ten already known samples from which the reference spectrum library was assembled.

During the study it became clear that if a reference library has not been created the spectrum search and study is slow and labored. If the spectrum library is missing, spectrum inspection needs time and a good knowledge of chemistry.

Key words: Infrared spectroscopy, FT-IR, ATR, textile identification

## SISÄLLYS

1	JOHDANTO	1
2	INFRAPUNASPEKTROMETRIA	2
3	FT-IR, INFRAPUNASPEKTROMETRI	4
4	ATR, VAIMENNETTU KOKONAISHEIJASTUS	6
5	LAITTEISTO JA TUTKIMUSMENETELMÄT	10
6	SPEKTRIEN TULKINTA	15
7	TEKSTIILIMATERIAALIT	18
7.1	Luonnonkuidut	18
7.1.1	Kasvikuidut	18
7.1.2	Eläinkuidut	20
7.1.3	Mineraalikuitu	20
7.2	Tekokuidut	21
7.2.1	Muuntokuidut	21
7.2.2	Synteettiset kuidut	22
7.2.3	Epäorgaaniset tekokuidut	23
7.3	Työssä käytetyt kuidut	23
8	SPEKTRIKIRJASTO	24
8.1	Kirjaston luonti	24
8.1.1	Informaatiolaatikon luominen	24
8.1.2	Kirjaston luonti	25
8.2	Kirjaston käyttö	26
9	SOVELTUVUUS	28
10	YHTEENVETO	29
	LÄHTEET	30
	LIITTEET	32

## TERMIT JA LYHENTEET

Aallonpituus	Kuvaa yhden aaltojakson kulkemaa matkaa
Aaltoluku	Kuvaa, kuinka monta aaltoa mahtuu yhden senttimetrin alueelle
Absorptio	Aine vastaanottaa energiaa
Amplitudi	Ilmaisee aaltoliikkeen laajuutta, kahden värähtelyn ääripisteiden etäisyys jaettuna kahdella
ATR	Attenuated total reflectance, kokonaisvaltainen heijastuminen
Dipolimomentin muutos	Sähkövarauksen aiheuttama muutos atomien välisessä etäisyydessä
Emissio	Aine luovuttaa energiaa
Fotoni	Valokvantti
Hila	Energian hajottaja, hajottaa energian eri aallonpituuksiksi
Homonukleaarinen	Samaytiminen
Intensiteetti	Ilmoittaa, kuinka paljon energiaa aikayksikössä siirtyy näytteen läpi pinta-alayksikköä kohti
Interferenssi	Aaltoliikkeiden yhteisvaikutus
Interferogrammi	Kahden tai useamman valosäteestä yhdistynyt säde
IR	Infrapuna
Kovalenttinen sidos	Atomit jakavat elektroneja keskenään tasaisesti
Kvantti	Energian määräsuuruinen annos; energian määrä on verrannollinen säteilyn taajuuteen

Poolinen sidos	Atomit jakavat epätasaisesti elektroneja; elektronit lähempänä elektronegatiivisempaa atomia
Ryhmävärähdys	Esiintyvät $1500\text{ cm}^{-1}$ :tä korkeammalla aaltoluvun arvolla, näistä värähdyksistä voidaan tutkia, mitä funktionaalisia ryhmiä näytteessä on läsnä
Sormenjälkivärähdys	Esiintyvät $1500\text{ cm}^{-1}$ :n alapuolella, näissä värähdyksissä esiintyy molekyyli rakenne kokonaisena
Spektri	Havaitun energian jakautuminen piikeiksi

# 1 JOHDANTO

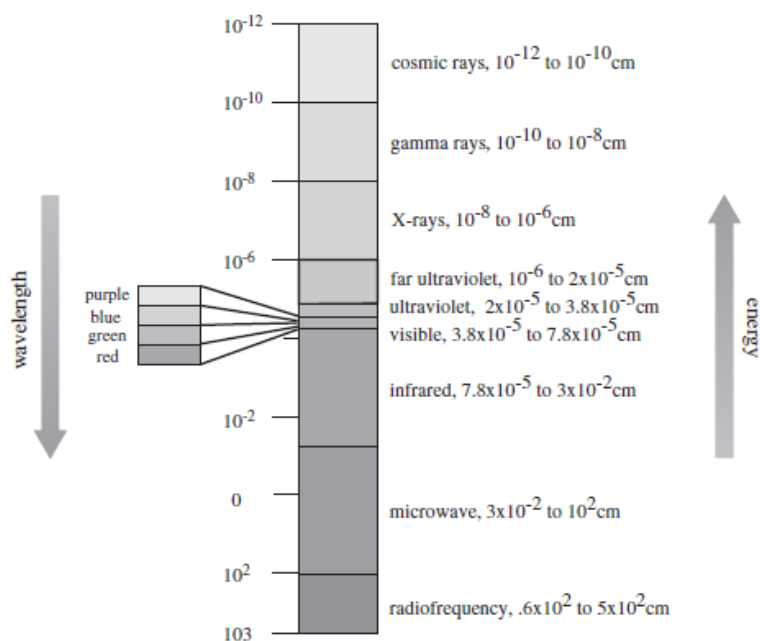
Mikroskooppi on pitkään pysynyt perinteisenä tutkimustyökaluna ja on edelleenkin yleisin käytössä oleva työväline. NykYTEknologia mahdollistaa näytteiden tutkimisen myös tietokoneavusteisesti, mutta sen antamat tulokset eivät kuitenkaan ole aina absoluuttinen totuus. IR spektroskopia tarjoaa vain yhden lisätyökalun näytteiden tutkimiseen ja niiden ymmärtämiseen. Sen helppous, yksinkertainen käytettävyys ja mahdollisuus tarjota vastauksia kemiallisesta rakenteesta, tekevät laitteistosta erittäin tehokkaan työkalun.

Tämän työn tarkoitus on antaa lukijalleen perusymmärrys FT-IR laitteen ja ATR - lisäosan toiminnasta ja niiden mahdollisuuksista. Tämän lisäksi tutkimuksen aikana kasataan tekstiilikuituspektrikirjasto, jonka tarkoituksena on avustaa ja helpottaa oppilastöiden tekemistä ja näin mahdollisesti tehostaa oppimista ja mahdollisten asiakastöiden tekemistä. Tässä työssä keskitytään pääasiassa laitteiden tarjoamaan tulokseen ja sen tulkitsemiseen, sekä mahdollisten vastausten käyttöä näytteen määrittämisessä.

## 2 INFRAPUNASPEKTROMETRIA

Spektrometriassa sähkömagneettisen säteilyn avulla saadaan näytteestä aikaiseksi absorptiospektri, joka ilmoittaa, millä aallonpituudella näyte absorboi säteilyn energiaa. Spektriä tulkitsemalla voidaan näytteestä tunnistaa funktionaalisia ryhmiä ja molekyylirakenteita. Tässä tutkimuksessa käytettiin säteilylähteenä infrapunasäteilyä osana kvalitatiivista tutkimusta.

Infrapunasäteily sijoittuu näkyvän valon ja mikroaaltojen välille kattaen  $12820\text{ cm}^{-1}$  -  $33\text{ cm}^{-1}$  välisen aaltolukualueen. Kuviossa 1 on esitetty infrapunan sijoittuminen säteilyalueella. Infrapunasäteily jaetaan kolmeen eri alaryhmään (KUVIO 2): lähi-, keski- ja kaukoinfrapunasäteily. IR-analytiikassa käytetään hieman keskimmäistä infrapunan säteilyaluetta suurempia arvoja,  $5000 - 200\text{ cm}^{-1}$ , mikä vastaa  $2 - 50$  mikrometrin ( $\mu\text{m}$ ) aallonpituusaluetta, koska on huomattu, että suurin osa orgaanisista yhdisteistä reagoi kyseisellä aaltolukualueella. (University of Colorado 2002, 155 - 156; Smith 2011, 1.)

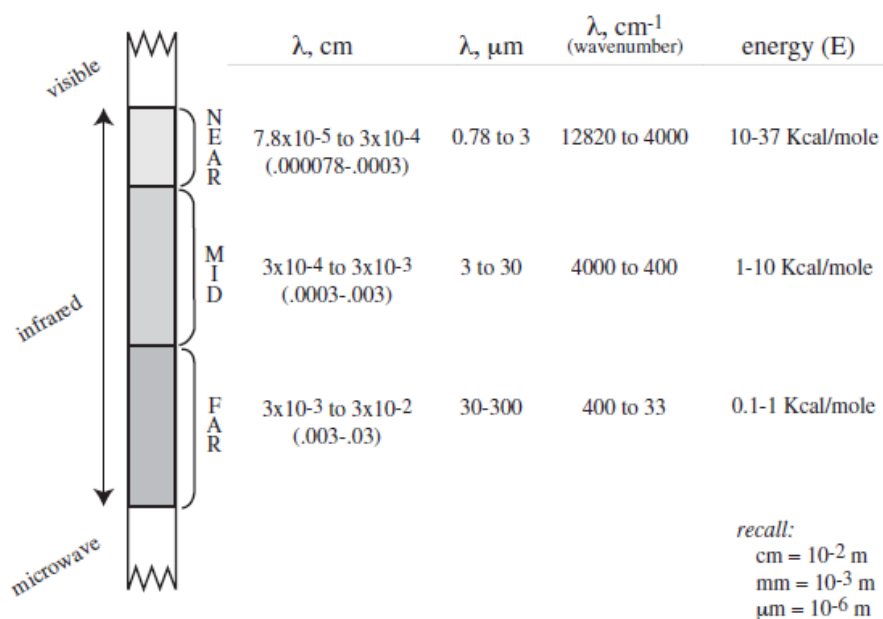


KUVIO 1. Infrapunasäteilyn sijoittuminen säteilyalueelle. (Michigan state University, department of chemistry 2011)



Aineen kemiallinen rakenne tai koostumus ei rajoita infrapunaspektrometrin käyttöä, mutta määrittelee sen, mitä tutkimusmenetelmää tulisi käyttää. Infrapunaspektrometrillä voidaan saada aikaiseksi spektri lähes mistä tahansa aineesta, edellyttäen, että molekyylissä tapahtuu muutos dipolimomentissa. Mikäli näytteessä ei tapahdu muutosta, on se ns. inaktiivinen, eli molekyylillä ei ole infrapunaspekttriä eikä sitä näin ollen voida tutkia infrapunaspektrometrillä. Inaktiivisia molekyylejä ovat homonukleaariset yksi- ja kaksiatomiset molekyylit, kuten happi (O<sub>2</sub>), typpi (N<sub>2</sub>) ja vety (H<sub>2</sub>). (Jaarinen & Niiranen 2005,97; Perez & Meyer 2009,1)

IR - spektrometriassa fotonin energia ei riitä elektronien siirtämiseen orbitaaleilla, mutta se voi saada aikaa värähdyksiä molekyylisidoksissa (muutos dipolimomentissa). Molekyylisidosten värähdykset esiintyvät absorptiopiikkeinä spektrissä, jonka tulokset ilmoitetaan aaltoluvun arvona. Aaltoluvun arvo kertoo sen energiamäärän, millä atomien väliset sidokset värähtelevät. Piikkejä tutkimalla voidaan määrittää orgaanisten yhdisteiden rakenteita, tunnistaa materiaaleja, sekä aineita ja niiden pitoisuuksia. (Coates 2000, 1; University of Colorado 2002, 155 – 156; Jaarinen & Niiranen 2005, 90)

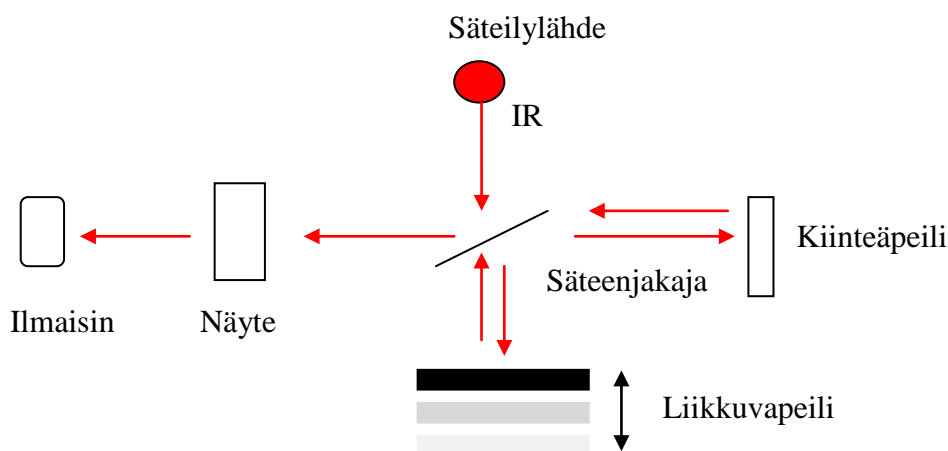


KUVIO 2. Infrapunasäteilyn jaottelu, kauko-, keski ja lähisäteilyyn. ( Michigan state University, department of chemistry. 2011)

### 3 FT-IR, INFRAPUNASPEKTROMETRI

FT-IR-spektrometri mittaa valon interferenssikuvion. Interferenssissä tutkitaan kahden tai useamman aallon yhdistymistä yhdeksi interferenssiaalloksi. Aalto tutkitaan interferometrillä, joka antaa tuloksensa interferenssikuviona. Interferenssikuvio voidaan muuntaa matemaattisen toimituksen, Fourier-muunnoksen, avulla spektriiksi. (Jaarinen & Niiranen 2005, 95; Teknillinen korkeakoulu 2011.)

Michelsonin interferometri on yleisin interferometrityyppi. Se koostuu kiinteästä ja liikkuvasta peilistä, säteenjakajasta ja ilmaisimesta (KUVIO 3). Säteily, tässä tapauksessa infrapunasäteily, syötetään interferometriin, jossa säteenjakaja jakaa säteet kahteen yhtä intensiiviseen osaan. Säteet heijastuvat kiinteästä ja liikkuvasta peilistä takaisin säteenjakajaan. Säteenjakajan jälkeen yhdistyneet säteet muodostuvat interferogrammiksi. Säteenjakajalta säde ohjataan näytteeseen, jossa tapahtuu absorptio. Tämän jälkeen ilmaisimen havaitsema signaali muutetaan nopealla Fourier-muunnoksella tietokoneessa spektriiksi. (Jaarinen & Niiranen 2005, 95)



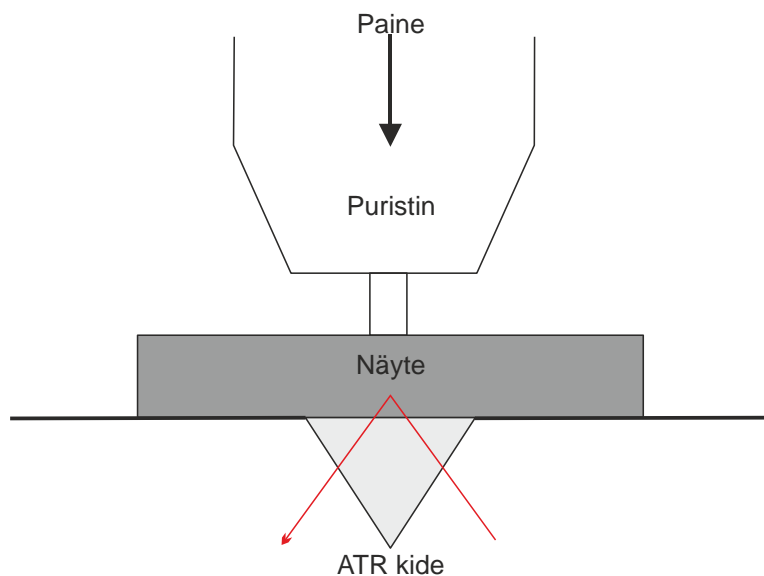
KUVIO 3. FT-IR -spektrometri

Tutkittaessa näytteitä FT-IR -spektrometrillä joudutaan näyte usein pilkkomaan pienempiin osiin eli fraktioimaan. Fraktiointi tapahtuu joko kemiallisesti tai fysikaalisesti. Näytettä käsiteltäessä tulee kuitenkin olla varovainen, että näyte ei muutu kemiallisesti tai fysikaalisesti, koska se vaikuttaa näytteen spektriin. Ennen näytteen fraktiointia tulee näytteestä aina ajaa kokonaisspektri. Kun näytteen spektriä ja kokonaisspektriä verrataan keskenään, nähdään, onko näyte muuttunut käsiteltäessä. Spektrejä vertailtaessa nähdään, puuttuuko tai onko näytteen spektrissä piikkejä, joita ei esiinny kokonaisspektrissä. Näytteestä voidaan ajaa kokonaisspektri esimerkiksi ATR -lisälaitteen avulla. (Jaarinen & Niiranen 2005, 98.)

#### 4 ATR, VAIMENNETTU KOKONAISHEIJASTUS

ATR:llä mitattaessa IR -säde johdetaan ATR -kiteen kautta näytteeseen (KUVIO 4). Säde ei läpäise näytettä, vaan kulkeutuu kiteen kautta näytteen pintakerrokseen ja heijastuu sieltä takaisin kiteeseen ja siitä ilmaisimelle. Näytteestä heijastuneesta säteilystä voidaan laskea näytteen pintakerroksen absorptio. ATR:llä voidaan saada IR -spektri aikaiseksi lähes mistä tahansa näytteestä, kunhan se on kosketuksissa kiteen kanssa ja näytteen taitekerroin on pienempi kuin kiteen. (Jaarinen & Niiranen 2005, 102; TKK; Smith 2011, 130.)

ATR:ää käytettäessä näytettä ei tarvitse esikäsitellä, vaan näyte asetetaan ATR-kiteen päälle ja puristetaan kidettä vasten. Näytteen täytyy olla kosketuksissa kiteen kanssa, jotta energia saadaan ohjattua kokonaan kiteestä näytteeseen. Näytettä käsitellessä tulee muistaa olla huolellinen, ettei se pääse kosketuksiin epäpuhtauksien kanssa, esimerkiksi sormenpäistä irtoavat rasvat voivat vaikuttaa spektrin tulokseen.



KUVIO 4. ATR:n toimintaperiaate

## Kiteet

Mitattaessa kuitunäytteitä, joista mahdollisesti tutkitaan materiaalin lisäksi epäpuhtauksia, on tärkeää ymmärtää, kuinka syvälle IR -säde heijastuu. Heijastussyvyudet riippuvat käytetystä kiteestä ja energian suuruudesta sekä sen tulokulmasta. Nämä asiat ovat käyttäjän helposti muunneltavissa. Kide vaikuttaa taitekertoimeen, eli siihen kuinka syvälle näytteeseen säde tunkeutuu. Samoin säteen tulokulma vaikuttaa siihen, kuinka syvälle näytteeseen säde tunkeutuu. Mitä pienempi tulokulma on, sitä suurempi syvyys. Kiteen tiheys vaikuttaa siihen, kuinka paljon kiteestä välittyy energiaa näytteeseen, sillä kiteillä on oma luonteenomainen IR -säteilyn läpäisevyysalue (TAULUKKO 1). Alueen ulkopuolella kide absorboi itsessään niin paljon energiaa, että se ei riitä näytteeseen tai siitä takaisin heijastumiseen. Timantti absorboi suurimman osan säteilystä 2500 - 1600cm<sup>-1</sup>:n välisellä alueella, jolloin tältä alueelta ei välttämättä saada aikaiseksi absorptiota. Useimmilla yhdisteillä ei kuitenkaan ole värähdyksiä tällä alueella (Tuomi 2010). Energian suuruutta voidaan säätää myös mittausvaiheessa muuttamalla halutun aaltolukualueen laajuutta, mutta tässä täytyy muistaa kiteen asettamat rajoitukset. Läpäisevyys syvyys voidaan laskea seuraavalla kaavalla. (Coates 2000,17 – 18;Smith 2011, 131.)

$$DB = 1 / \left[ 2\pi W n_c \left( \sin^2 \Theta - n_{sc}^2 \right)^{1/2} \right]$$

Missä:

DB = läpäisevyyden syvyys

W = aaltoluvun arvo

$n_c$  = ATR- kiteen taitekerroin

$\Theta$  = Säteen tulokulma

$n_{sc}$  = näytteen taitekerroin / kiteen taitekerroin.

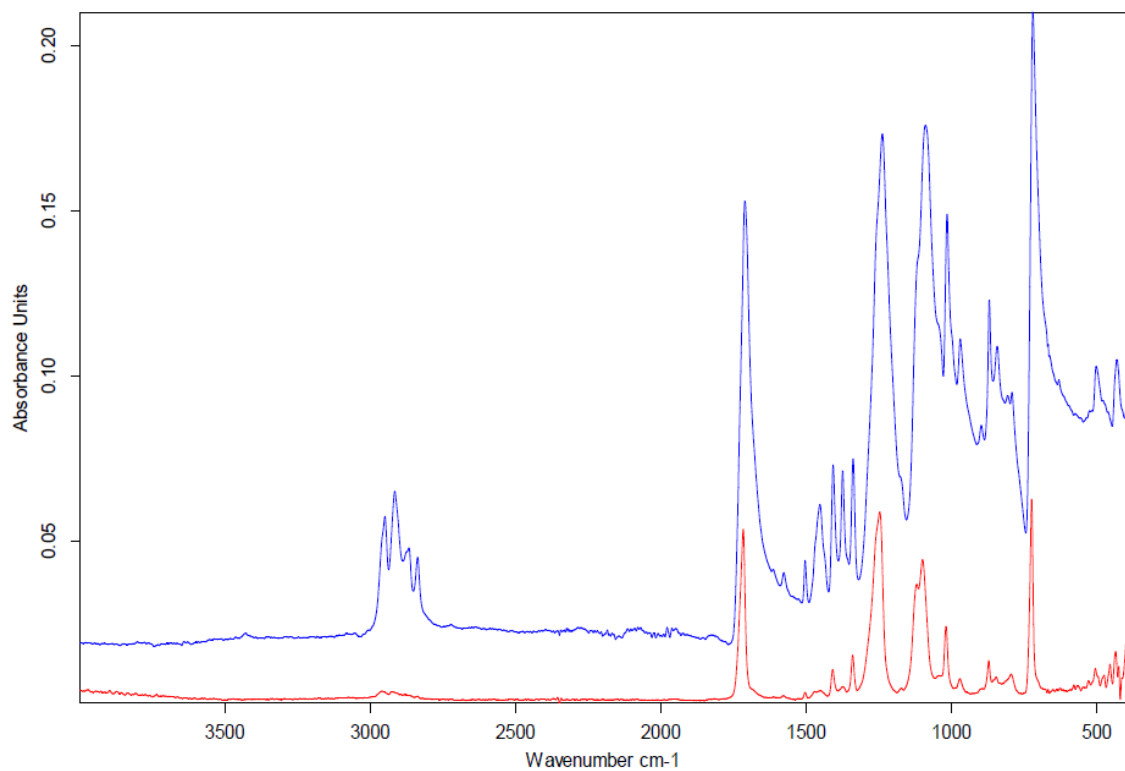
TAULUKKO 1. Kiteiden läpäisevyysalueet. (Tuomi 2010)

Material	Spectral range	Refraction index
ZnSe	20,000 - 500 $\text{cm}^{-1}$	$n = 2.4$
ZnS	50,000 - 770 $\text{cm}^{-1}$	$n = 2.3$
Ge	5,000 - 550 $\text{cm}^{-1}$	$n = 4.0$
Si	8,333 - 33 $\text{cm}^{-1}$	$n = 3.4$
Diamond	50,000 - 2,500 $\text{cm}^{-1}$	$n = 2.4$
	1,600 - 0 $\text{cm}^{-1}$	

Tutkittaessa näytteitä, joista mahdollisesti halutaan määrittää useammasta kerroksesta pitoisuuksia, voidaan näyte ajaa useamman kerran eri kiteillä, esimerkiksi timantilla ja germaniumilla. Timantin tunkeutuma näytteeseen on noin 2  $\mu\text{m}$  ja germaniumin tunkeutuma on noin 0,7  $\mu\text{m}$  aaltoluvun arvolla 1000  $\text{cm}^{-1}$ . Kiteiden aikaansaamien spektrien osamäärällä voidaan määrittää ”keskimmäinen” kerros näytteestä. Kerroksia tutkitaan, mikäli näyte on esimerkiksi sekoitekuitu tai näytteen pinnalla on epäpuhtauksia, joita mahdollisesti halutaan selvittää. Kiteiden taitekertoimet vaikuttavat aikaansaatuun tulokseen. Näytteiden intensiteetit ovat toisistaan eriävät, mutta spektrin tulisi olla sama. Kuviossa 5 on esitetty polyesterin spektrit ajettuna germanium- ja timanttikiteellä. Taulukossa 2 on esitelty eri esimerkkejä kiteiden tunkeutuvuussyvyyksistä, joita voidaan laskea edellä mainitulla kaavalla. Tässä tutkimuksessa näytteet ajettiin molemmilla kiteillä, jotta saatiin aikaiseksi havainnollistavaa materiaalia ja samalla rakennettua kirjastoja molempien kiteiden tuloksia varten.

TAULUKKO 2. Eri kiteiden tunkeutuvuussyvyyksiä. (Tuomi 2010)

Material	Refraction index at 1,000cm <sup>-1</sup>	Depth of penetration* at 45°	Depth of penetration* at 60°
Diamond	2.4	1.66	1.04
Ge	4.0	0.65	0.5
Si	3.4	0.81	0.61
ZnSe	2.4	1.66	1.04
AMTIR**	2.5	1.46	0.96



KUVIO 5. Polyesterin spektri, germanium punaisella, timantti sinisellä

## 5 LAITTEISTO JA TUTKIMUSMENETELMÄT

Tutkimuksessa käytettiin Bruker Opticsin FT-IR ALPHA -sarjan laitteita, joihin lisäosana oli ATR -lisäosa, sekä timantti ja germanium kidelaatat (KUVIO 6). Laitteen ohjelmistona toimi OPUS 6.5 (Optics-User Software). Laitteiston varsinaiseen käyttöön liittyvä ohje on liitteenä (LIITE 1). Laitteen välittömästä läheisyydestä löytyy myös laitteen varsinainen ohjekirja, jossa on yksityiskohtaisempaa opastusta laitteiston toimintaan ja sen käyttöön.



KUVIO 6: Bruker FTIR -laitteisto, ATR – lisäosalla (kytkettynä)

Näytteiden käsittelyssä tulee ottaa huomioon samat perusasiat kuin missä tahansa laboratoriotyöskentelyssä. Näytettä tulee aina käsitellä puhtailla työvälineillä ja mielellään kumihanskat kädessä. Näytteen spektrissä näkyvät myös sormenpäistä irtoavat rasvat, jotka saattava näin ollen vääristävät näytteen spektriä. Näyte aseteltiin ATR -kiteen päälle poikittain laitteeseen nähden ja pyrittiin siihen että koko kide peittyi. Vaikka koko kidettä ei saataisikaan peitettyä, niin tutkimukset osoittavat että luotettavia tuloksia on mahdollista saada kun kide on peitetty 25%:sesti. Asettelemalla kuitu poikittain varmistetaan, että näyte on varmasti kiteen päällä, varsinkin kun käsitellään yksittäisiä kuituja. Mikäli mitataan kuitunippuja, on ne hyvä kierittää toistensa ympärille, näin saadaan aikaiseksi tiheämpi näyte ja voi-



daan varmistua, että näyte on kiteen päällä. (Espinoza, E. Przybyla, J. & Cox, R. 2006)

Näytteinä pyrittiin käyttämään mahdollisimman käsittelemättömiä näytteitä. Näin pyrittiin varmistamaan, että kuitujen tai kankaiden valmistusvaiheessa ei ole tapahtunut minkäänlaista kemiallista tai fysikaalista muutosta kuidun rakenteessa.

Spektrejä ajettaessa tulee ottaa huomioon, että laite havaitsee pienetkin muutokset ympäristössä (mm. ilman kosteus ja hiilidioksidin määrä). Tästä syystä ennen kokonaisspektrin ajamista tulee laitteella ajaa taustaspektri. Taustaspektrin avulla laite laskee taustan spektrin ja näytespektrin osamäärän, minkä avulla laite pystyy erottamaan, mitkä värähdykset ovat näytteestä ja mitkä ympäröivästä tilasta. Näin käyttäjän ei tarvitse enää näytespektristä lähteä erottelemaan hiilidioksidista ja kosteudesta syntyviä piikkejä. Vaikka tausta ajetaan jokaisen näytteen välissä, on syytä tehdä laskennallinen vesihöyryn ja hiilidioksidin poisto (Atmospheric Compensation) ja tarkastaa, onko sillä vaikutusta spektriin. Vesihöyry esiintyy  $4000\text{ cm}^{-1}$ :n ja  $1500\text{ cm}^{-1}$ :n paikkeilla ja hiilidioksidi  $1500\text{ cm}^{-1}$ :n. (Tuomi 2012.)

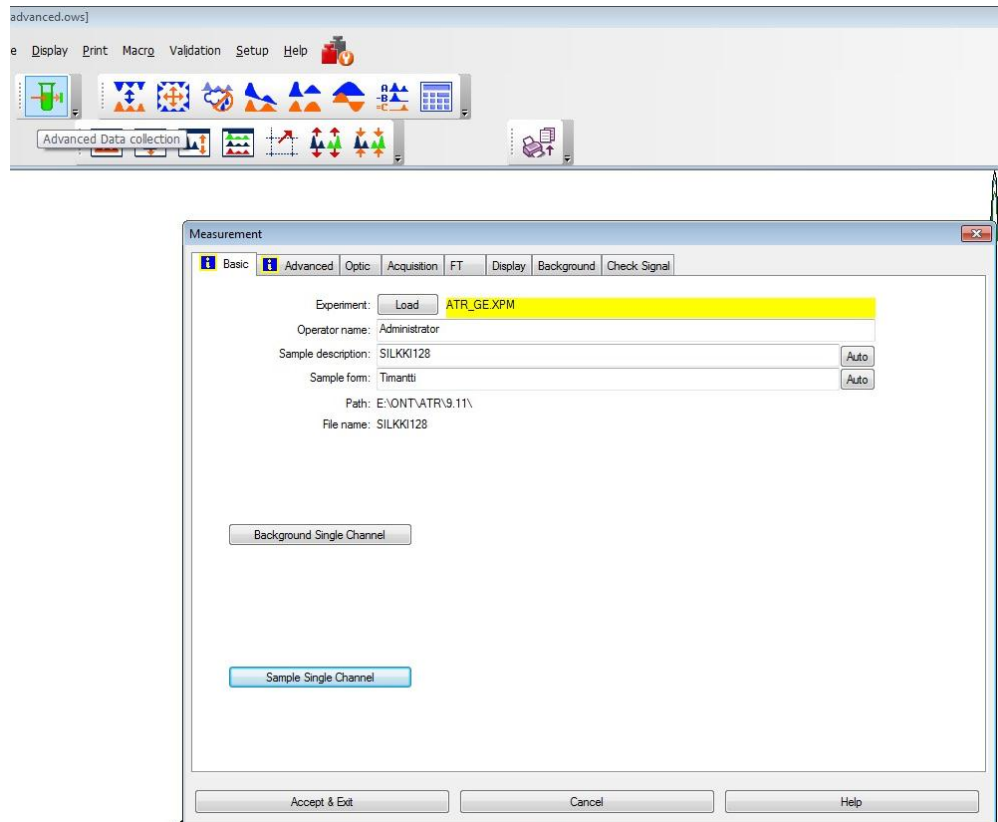
Pyyhkäisyjen määrä vaikuttaa signaali-kohinasuhteeseen (SNR – signal to noise ratio) valmiissa spektrissä. Mitä suurempi signaali-kohinasuhde on, sitä parempi spektri saadaan aikaiseksi. Tällöin kohina ei häiritse valmista spektriä ja sen tulkintaa. SNR -lukua saadaan suuremmaksi kasvattamalla pyyhkäisyjen määrää, mitä enemmän pyyhkäisyjä näytteestä ajetaan, sitä pienempi on kohinan vaikutus valmiiseen spektriin. SNR -luku on suoraan verrannollinen pyyhkäisyjen neliöjuureen. (Tuomi 2012.)

Pyyhkäisyjen määrä riippuu aina näytteestä ja tutkimusmenetelmästä. Pyyhkäisyjen määrää lisäämällä on mahdollista, että SNR -suhde paranee. Näytteestä on hyvä ajaa 32, 64, 128 ja 256 pyyhkäisyä, 4 ja 8 resoluutiolla ja verrata signaali kohinasudetta toisiinsa. Mikäli tulokset eivät huomattavasti parane pyyhkäisyjen määrää nostamalla, voidaan valita esimerkiksi 64 pyyhkäisyä näytteen tutkimiseen. Liitteessä 2 on esitelty, miten SNR -luvun saa määriteltä OPUS -ohjelmiston avulla. Tutkimuksessa tutkittiin joitakin näytteitä jokaisesta kuituryhmästä, synteettisistä, kasvi- ja eläinkuiduista. Näistä näytteistä tutkittiin millä pyyhkäisymäärällä tavoitettaisiin paras SNR -suhde. Valitut näytteet olivat puu-

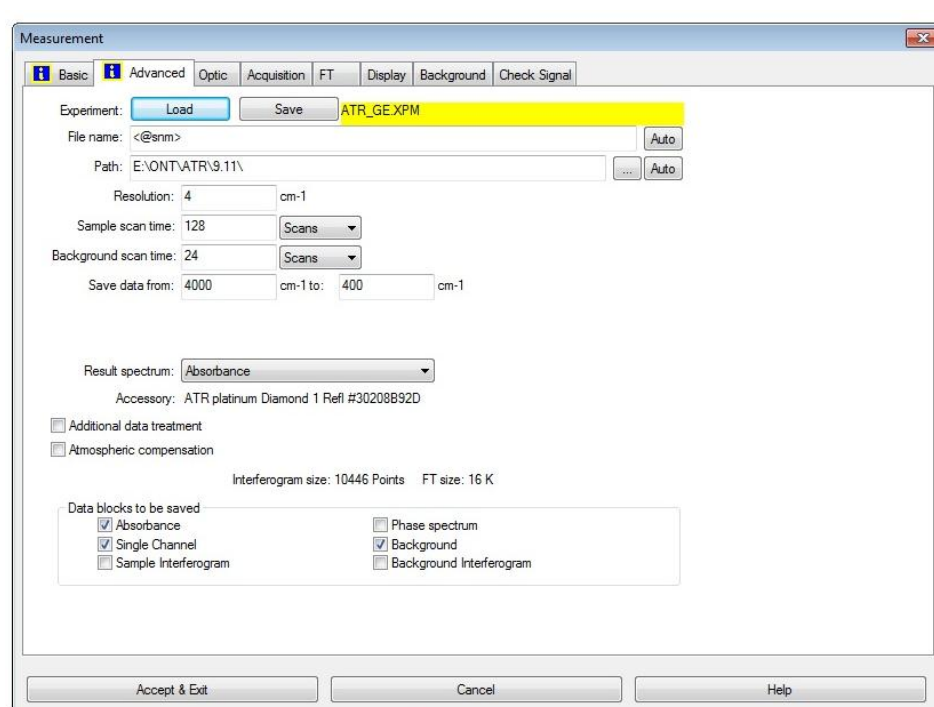
villa, silkki, polyesteri ja polypropeeni. Puuvillasta ajettiin ensin 32 ja 256 pyyhkäisyä. Kun kohinasuhteita verrattiin, ei niissä ollut huomattavaa muutosta. Näin ollen päädyttiin siihen, että kasvikuitujen riittävän laadulliseen tutkimukseen riittäisi 32 pyyhkäisyä. Synteettisissä kuiduissa, polyesteri ja polypropeeni, ajettiin myös ensin 32 ja 256 pyyhkäisyä. Kohinasuhteissa oli kuitenkin jokseenkin eroa, joten päätettiin tehdä myös 64 ja 128 pyyhkäisyä. Näiden kohinasuhteiden ero ei ollut huomattava, joten 128 pyyhkäisyä katsottiin olevan riittävä määrä synteettisten kuitujen laadulliseen tutkimukseen. Silkistä suoritettiin myös ensin 32 ja 256 pyyhkäisyä, kohinasuhteissa oli eroavaisuutta, joten näytteelle tehtiin myös 64 ja 128 pyyhkäisyä. 256 pyyhkäisyä katsottiin olevan riittävä määrä proteiinikuitujen laadulliseen tutkimuksen. Resoluutioksi valittiin 4, taustan pyyhkäisyä oli 24. Luvut valittiin, koska niiden katsottiin olevan riittävät näin yksinkertaisten molekyyliyhdisteiden tulkitsemiseen. Aaltolukuarvoalueeksi valittiin  $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$  välinen alue, sillä suurin osa näytteiden funktionaalisista ryhmistä reagoi tällä alueella.

## **Spektrin ajaminen**

Spektri ajetaan sijoittamalla näyte kiteen päälle ja puristamalla se puristimella tiukasti vasten kidettä. Mittaaminen aloitetaan avaamalla OPUS -ohjelmisto. Tämän jälkeen työkaluriviltä valitaan koeputken näköinen kuvake, ADVANCED DATA COLLECTION, jolloin ruutuun aukeaa uusi ikkuna. Basic-välilehdessä voidaan määrittää, kuka tutkimusta suorittaa (operator name), näytteen kuvaus (sample description) ja mistä näyte on (sample from). Tässä tutkimuksessa operaattorina oli ohjelmiston asettama oletus, administrator. Näytteen kuvaukseen kohtaan merkittiin näytteen nimi ja käytettyjen pyyhkäisyjen määrä. Mistä näyte on -kohtaan merkittiin, mitä kidettä käytettiin. Advanced-välilehdessä voidaan määrittää mm. resoluutio, pyyhkäisyjen määrä taustalle ja näytteelle sekä haluttu aaltolukualue. Samasta välilehdestä tulee myös valita, mihin näytteen tiedot tallennetaan. Koska kidelaattoihin ei ole merkitty, mikä kide laatassa on, voidaan se tarkistaa tältä välilehdeltä, kohdasta lisävarusteet (accessory). Kun advanced -välilehdestä on määritelty kaikki tarpeellinen, voidaan siirtyä takaisin basic -välilehdelle, josta suoritetaan tausta-ajo ja näytteen pyyhkäisyjen ajo. Kun pyyhkäisy on suoritettu, saadaan aikaiseksi lopullinen spektri. Pyyhkäisyllä tarkoitetaan säteiden määrää jotka kulkeutuvat näytteen läpi.



KUVIO 6. BASIC -välilehti

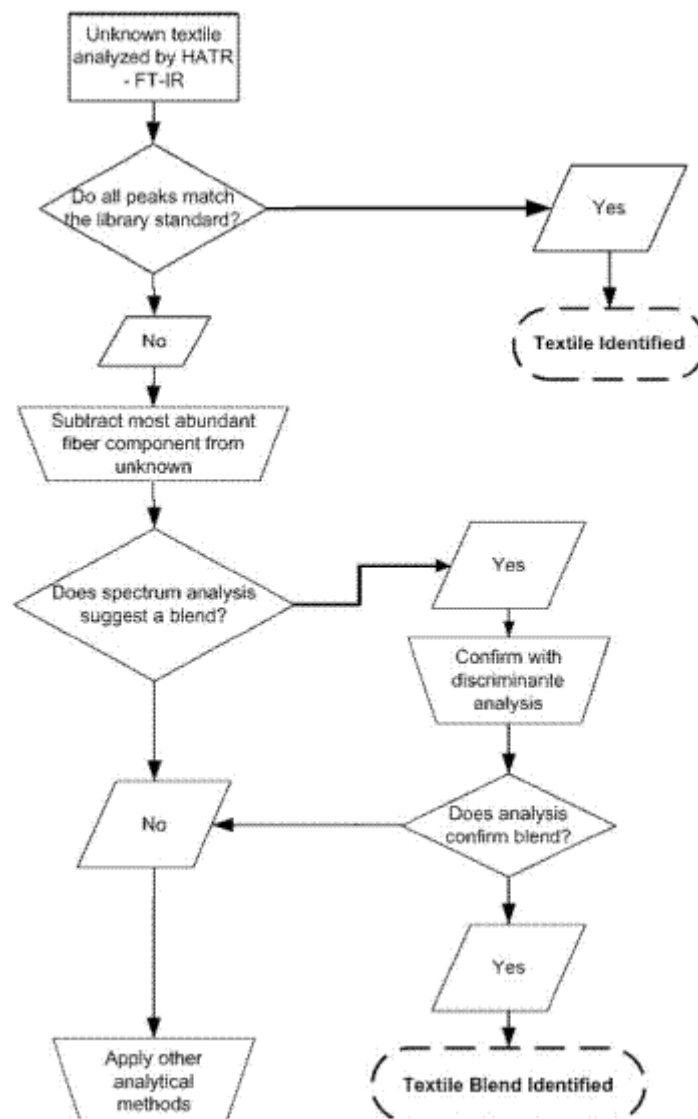


KUVIO 7. ADVANCED -välilehti

## 6 SPEKTRIEN TULKINTA

Spektrien tulkinta on erittäin suoraviivaista. Tutkittaessa tuntematonta näytettä, tulee sitä ensin verrata referenssispektreihin, eli tehdään vertailu spektrikirjaston kanssa. Mikäli tällä ei tavoiteta riittävän laadukasta vastausta tai tietokone tarjoaa sekoitetta vastaukseksi, jatketaan spektrin purkamista pienemmiksi kokonaisuuksiksi. Ensin spektristä erotellaan tunnetuin materiaali, näin saadaan jäljelle jäämään tuntematon materiaali. Jäljelle jäänyttä materiaalia verrataan referenssi spektreihin, näin saadaan tuntematon materiaali selville. Kun näytteestä on saatu selvitettyä materiaalit, voidaan siitä suorittaa erotteluanalyysi (discriminant analysis). Tämän analyysin avulla varmistetaan laitteen tarjoamat vastaukset. Saadut tulokset on hyvä vahvistaa myös jollakin toisella tutkimusmenetelmällä. Kaaviossa 1 on esitetty näytteen tutkimisjärjestystä. (Espinoza, E. Przybyla, J. & Cox, R. 2006)

Ennen spektrien tutkimista on kuitenkin luotava tarpeeksi kattava referenssikirjasto tai käytettävä jo valmiiksi luotuja kaupallisia kirjastoja, jotta saadaan luotettavia vastauksia. Kirjastoihin verrattaessa täytyy huomioida, että ne tarjoavat lähimmän vastaavuuden spektriin, eivätkä näin ollen tarkoita, että saatu tulos olisi juuri kyseisen näytteen spektri.



KAATIO 1. Kuitujen testaamisen eteneminen (Espinoza, E. Przybyla, J. & Cox, R. 2006)

Mikäli laitteisto ei aiemmin mainitulla tavalla tarjoa riittävän laadukkaita vastauksia, on saatuja tuloksia syytä tutkia myös manuaalisesti. Absorptiojuova voidaan jakaa karkeasti kahteen ryhmään: ryhmävärähdyksiin ja sormenjälkivärähdyksiin. Ryhmävärähdykset esiintyvät  $1500\text{ cm}^{-1}$ :ä korkeammalla aaltoluvun arvolla. Näistä värähdyksistä voidaan tutkia, mitä funktionaalisia ryhmiä näytteessä on läsnä. Sormenjälkivärähdykset esiintyvät  $1500\text{ cm}^{-1}$ :n alapuolella ja näissä värähdyksissä koko molekyyli värähtelee. Aluksi tulee kiinnittää huomiota ryhmävärähdys alueen hiiliyhdisteipiikkeihin (-CH-). Tämän jälkeen tutkitaan spektrin antamaa vastausta näytteen monimutkaisuudesta, eli sisältääkö se muita yksilöllisiä orgaanisia

yhdisteitä (-OH, -NH, C=O, jne), joilla on vahva absorptio piikki. Liitteessä 3 on esitelty funktionaalisten ryhmien värähdysten taulukko, joka auttaa tulkitsemaan näytteen värähdyksiä. (Jaarinen & Niiranen 2005, 105.)

Tässä tutkimuksessa pyrittiin testaamaan mahdollisimman käsittelemättömiä näytteitä, jotta saataisiin aikaan mahdollisimman ”puhdas” spektri. Spektrejä verrattiin valmiisiin OPUS -ohjelmaan ohjelmoituihin kirjastoihin (Natural fibers Natural Fibers Library recorded with the Helios-ATR accessory, Synthetic Fibers BRUKER Synthetic Fibers ATR -Library, BRUKER ATR Polymer Library, 234 spectra (of 117 polymers), recorded with diamond- and Germanium-ATR technique, Polymer BRUKER Polymer Library) sekä tutkittiin manuaalisesti tutustumalla ensin näytteen kemialliseen rakenteeseen ja tämän jälkeen tutkimalla ryhmä- ja sormenjälkivärähdyksiä. Tämän avulla pyrittiin rankentamaan Materiaalitekniikan, tekstiili- ja vaatetustekniikan opiskelijoille referenssikirjasto, johon tulevia oppilastöitä voidaan verrata. Näin voidaan tulevaisuudessa helpottaa näytteiden tutkimista sekä mahdollisten epäpuhtauksien tunnistamista. Valmiisiin kirjastoihin verrattaessa spektri ei välttämättä ole aivan samanlainen, sillä vallitsevat olosuhteet, näytteen olomuoto ja käsittely saattavat erota.

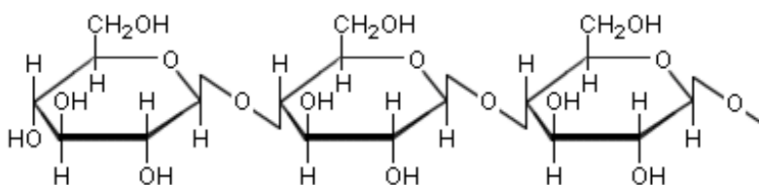
## 7 TEKSTIILIMATERIAALIT

Tekstiilimateriaalit voidaan jakaa kahteen eri ryhmään: luonnonkuituihin ja teko-  
kuituihin. Luonnonkuidut jaotellaan: kasvikuituihin, eläinkuituihin ja mineraali-  
kuituihin. Tekokuidut jaotellaan: muuntokuituihin, synteettisiin kuituihin ja epä-  
orgaanisiin tekokuituihin.

### 7.1 Luonnonkuidut

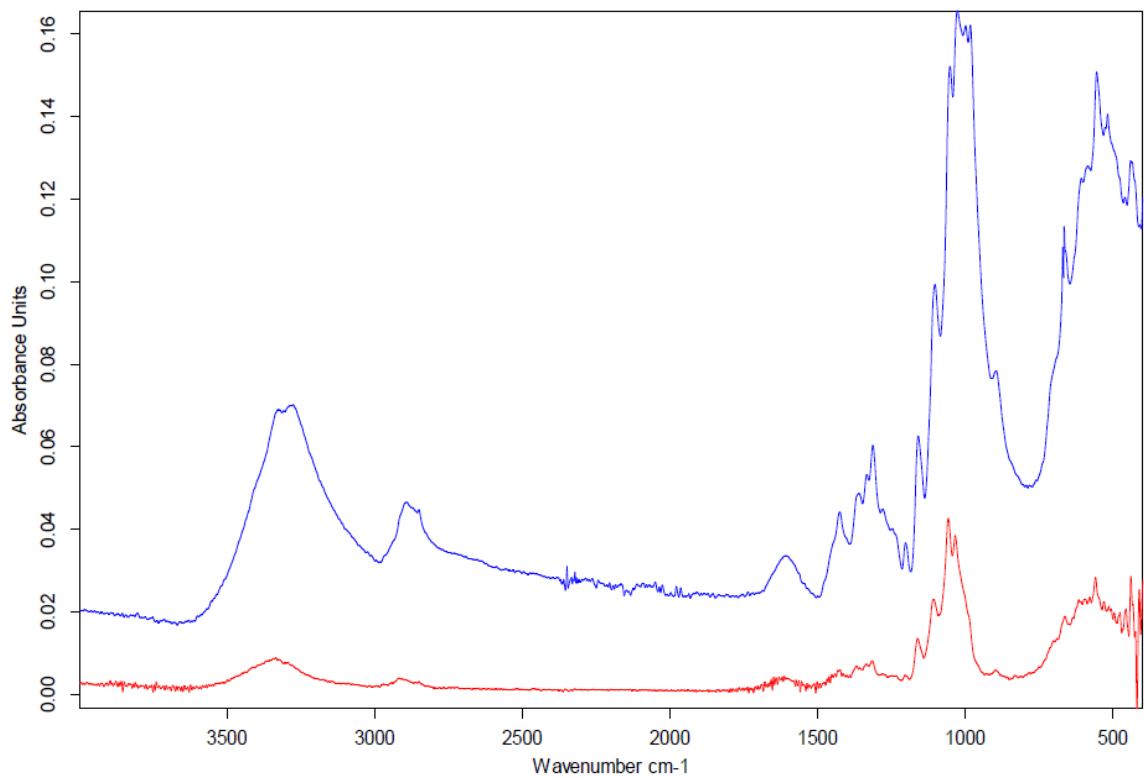
#### 7.1.1 Kasvikuidut

Kasvikuiduissa esiintyy erittäin vahvasti selluloosa päärakennusosana. Selluloosan kemiallinen rakenne on  $(C_6H_{10}O_5)_n$ . Molekyyli rakenne on esitetty kuviossa 9. Selluloosan ryhmävärähdyksissä esiintyvät hapen ja vedyn muodostama hydrok-  
syyliryhmä (-OH) joka on sitoutunut hiilivety-yhdisteeseen (CH). Yhdisteen ab-  
sorptiopiikit esiintyvät vahvoina  $3500 - 3100\text{ cm}^{-1}$ ,  $1100 - 1000\text{ cm}^{-1}$  ja heikkoina  
 $1470 - 1400\text{ cm}^{-1}$ :n välisillä alueilla. Kuviossa 10 on esitetty puuvillan absorptio-  
spektri, josta voidaan nähdä mainittujen alueiden värähdyksiä. Tämän lisäksi  
luonnonkuiduista esiintyy häviävän pieniä määriä muitakin yhdisteitä ja sidoksia.  
Esimerkiksi puuvillasta löytyy erilaisia rasvoja, jotka saattavat esiintyä erittäin  
pieninä määrinä, mutta voivat olla erotettavissa eri estereiden värähdysalueella,  
 $1750 - 1700\text{ cm}^{-1}$  ja  $1280 - 1200\text{ cm}^{-1}$ . Koska suurimmanosan kasvikuiduista ol-  
lessa rakenteeltaan selluloosaa, on niiden toisistaan erottaminen erittäin hankalaa,  
ainut ero on absorptiopiikkien intensiteetti, jota on erittäin haasteellinen tutkia  
visuaalisesti. Kuviossa 11 on rinnakkain aseteltu puuvilla, hamppu ja viskoosi.  
(Boncamper 2004,14,107)

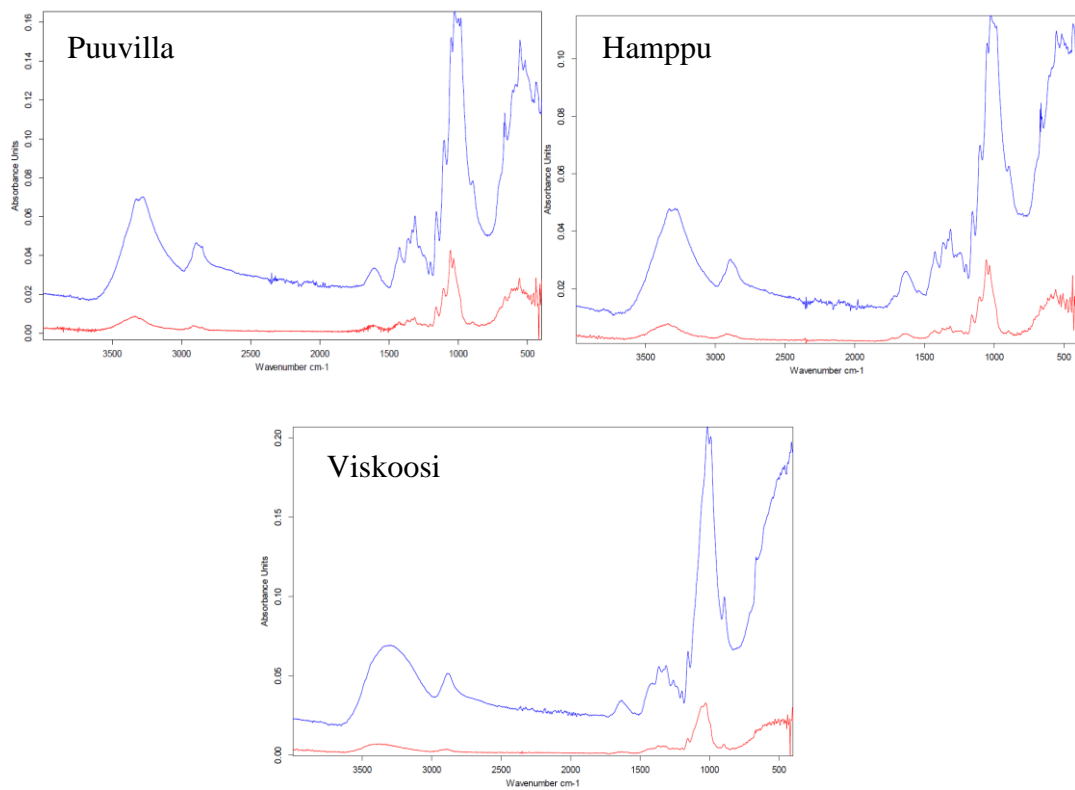


KUVIO 9. Selluloosan molekyyli rakenne (Karjalainen 2006)





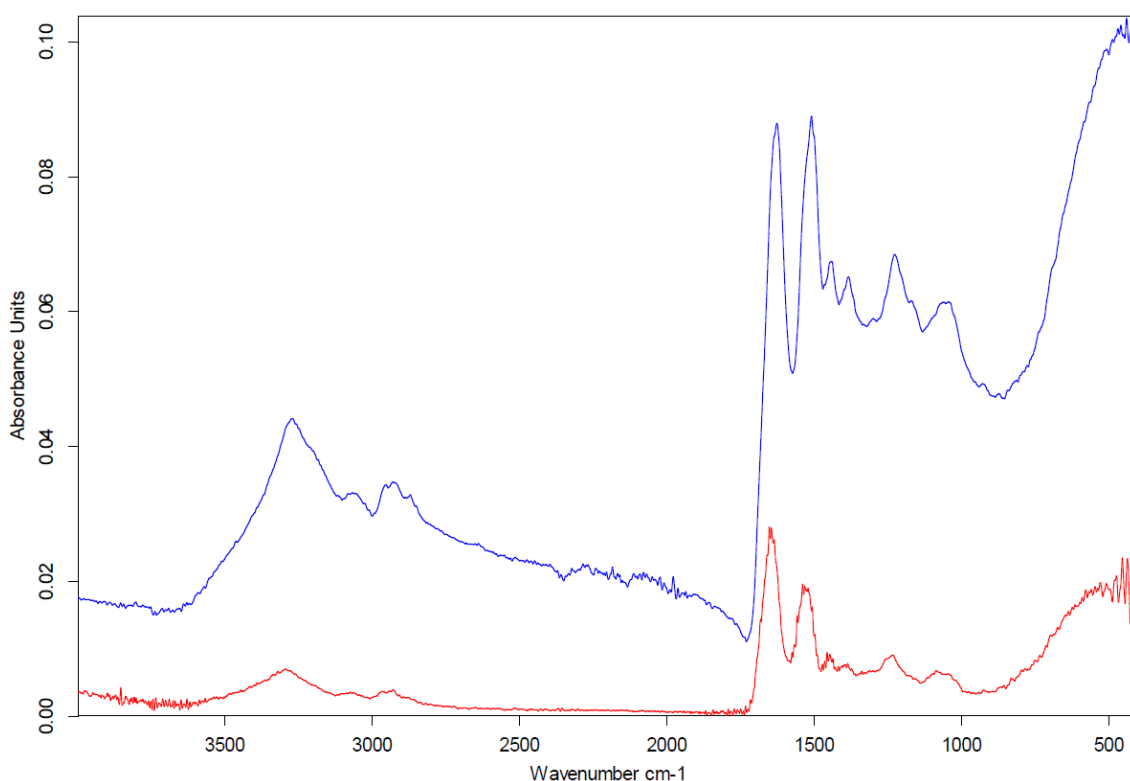
KUVIO 10. Puuvillan absorptiospektri, germanium punaisella, timantti sinisellä



KUVIO 11. Puuvilla, hamppu ja viskoosi

### 7.1.2 Eläinkuidut

Eläinkuitujen, eli luonnon proteiinikuitujen, päärakennusaineena toimii proteiini, mutta myös eläinkuiduista voidaan löytää rasvoja. Proteiini, valkuaisaine, muodostuu aminohapporyhmien ketjusta, mitkä ovat sitoutuneet toisiinsa rikkisilloin. Aminoryhmän ( $\text{-NH}_2$ ) värähdysalueet esiintyvät keskivahvoina  $3500 - 3100 \text{ cm}^{-1}$  ja  $1070 - 1010 \text{ cm}^{-1}$ :n sekä vahvoina  $1650 - 1550 \text{ cm}^{-1}$  ja  $900 - 650 \text{ cm}^{-1}$ :n välisillä alueilla. Kuviossa 12 on esitetty villan absorptiospektri. (Boncamper 2004, 165 - 166)



KUVIO 12. Villan absorptiospektrit, germanium punaisella, timantti sinisellä.

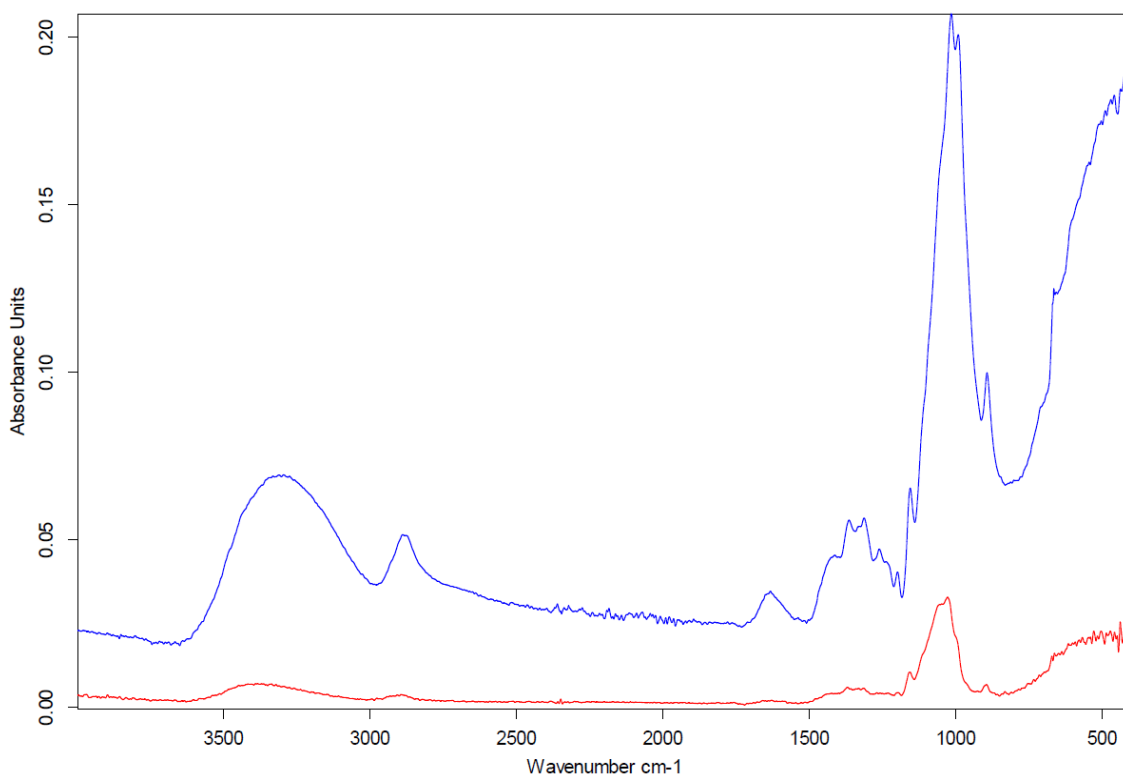
### 7.1.3 Mineraalikuitu

Mineraalikuitu saadaan mineraaleista louhimalla kiteisiä kuituja, joita voidaan kehrätä. Tunnetuin mineraalikuitu on asbesti. Mineraalikuituja ei käsitelty tässä tutkimuksessa. (Boncamper 2004, 328, 332.)

## 7.2 Tekokuidut

### 7.2.1 Muuntokuidut

Muuntokuidut ovat kuituja, jotka saavat molekyyliarakenteensa luonnosta, mutta eivät esiinny luonnossa kuitumuodossa, vaan ne tulee erikseen käsitellä kuitumuotoon. Ehkä tunnetuimpia muuntokuituja on viskoosi, jonka pääraaka-aineena toimii puuselluloosa. Viskoosi on erittäin vaikeasti eroteltavissa muista selluloosakuiduista, koska se on lähes puhdasta selluloosaa, joten sen kemiallinen rakenne on sama. Selluloosan absorptiopiikit esiintyvät vahvoina 3500 - 3100, 1100 - 1000  $\text{cm}^{-1}$  ja heikkoina 1470 - 1400  $\text{cm}^{-1}$  välisillä alueilla. Viskoosin absorptio spektri on esitetty kuviossa 13 (Boncamper 2004)



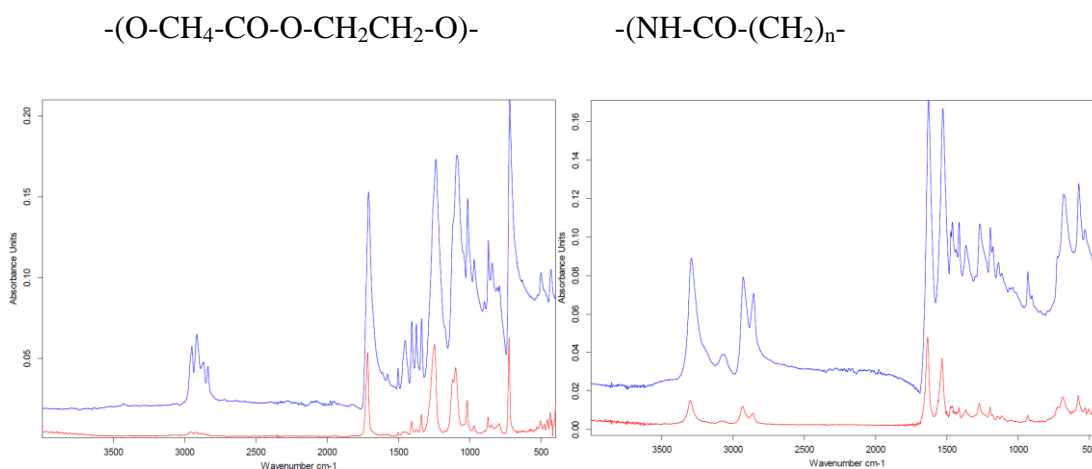
KUVIO 13. Viskoosin absorptiospektri

## 7.2.2 Synteettiset kuidut

Synteettiset kuidut ovat kuituja, jotka valmistetaan teollisesti. Tunnetuin ja käytetyin synteettinen tekstiilikuitu on polyesteri. Muita tunnettuja kuituja ovat polyamidi eli nailon ja polypropeeni. Kuitujen erottaminen toisistaan on suhteellisen helppoa, sillä jokaisen materiaalin kemiallinen kaava on toisistaan poikkeava ja näin ollen yksilölliset piikit ovat helpommin tunnistettavissa toisistaan. Esimerkiksi polyesterin (PES) ja polyamidin (PA) kemiallinen rakenne on esitetty kuviossa 14. Siitä nähdään että aineiden kemiallinen rakenne on toisistaan poikkeavat.

Polyamidin kemiallinen rakenne riippuu lähtöaineiden hiiliatomien lukumäärästä. Hiiliatomien määrä merkitään nimen perään numeroina, esimerkiksi polyamidi 6. Mikäli lähtöaineita on ollut kaksi, erotetaan hiiliatomien määrät pisteellä. (Boncamper 2004)

Polyesterin spektristä voidaan erottaa esteriryhmän ( $-\text{COOR}$ ) molekyylivärähdykset, jotka esiintyvät: vahvoina  $1750 - 1700 \text{ cm}^{-1}$  ja  $1200 - 1125 \text{ cm}^{-1}$  välisillä alueilla. Polyamidista on puolestaan erotettavissa amidiryhmän ( $-\text{CONH}_2$ ,  $-\text{CONHR}$ ,  $-\text{CONR}_2$ ) yksilölliset värähdykset, jotka esiintyvät keskivahvoina  $3400 - 3050 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1580 - 1420 \text{ cm}^{-1}$  ja vahvoina  $1700 - 1650 \text{ cm}^{-1}$ :n välisillä alueilla



KUVIO 14. Polyesterin (vas) ja polyamidin (oik) kemialliset rakennekaavat ja niiden spektrit. (Boncamper 2004)

### 7.2.3 Epäorgaaniset tekokuidut

Epäorgaanisia tekokuituja käytetään pääasiassa teknisiin käyttötarkoituksiin ja hieman vaatetusteollisuudessa. Epäorgaanisia tekokuituja ovat mm: lasikuitu, hiilikuitu, metallikuidut sekä keraamiset kuidut.

### 7.3 Työssä käytetyt kuidut

Työssä käytettiin kymmentä kuitunäytettä. Näytteet kerättiin opetusmateriaaleina käytetyistä näytteistä. Näytteet olivat puuvilla, hamppu, pellava, viskoosi, silkki, villa, polyesteri, polypropeeni, polyamidi ja akryyli. Liitteessä 4 on jokaisen näytteen spektrit.

## 8 SPEKTRIKIRJASTO

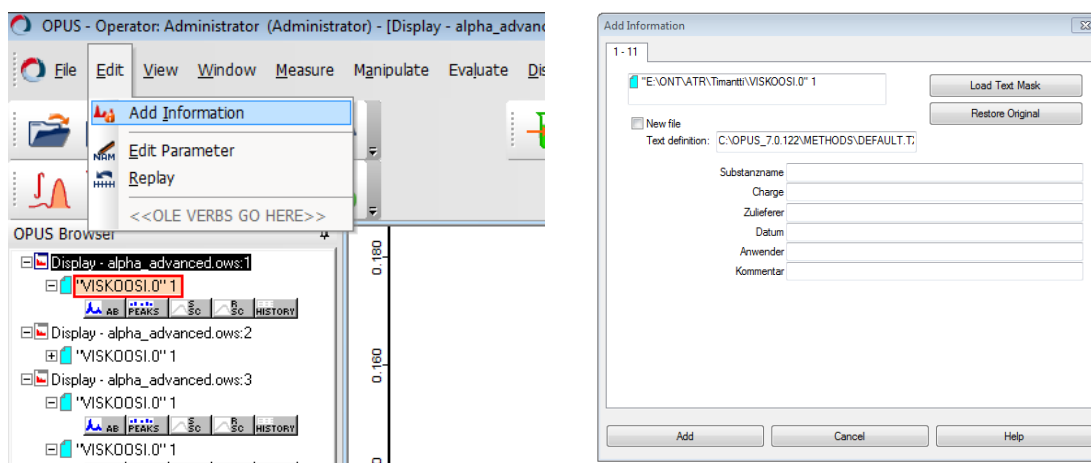
### 8.1 Kirjaston luonti

Tutkimuksen tarkoituksena oli luoda referenssikirjaston pohjamateriaali tekniikan, tekstiili- ja vaateustekniikan opiskelijoiden avuksi. Kirjastoa tulisi täydentää ja päivittää, mikäli siinä huomataan epäkohtia tai puutteita.

Ennen kuin spektrejä voidaan liittää kirjastoon, tulee niille täydentää niin sanottu informaatiotaulukko. Informaatiotaulukkoon voidaan koota näytteen tietoja, esim. näytteen nimi, molekyylin kemiallinen rakenne ja molekyylin massa. Tässä tutkimuksessa jokaisen näytteen tietoihin päivitettiin nimi ja kemiallinen kaava.

#### 8.1.1 Informaatiolaatikon luominen

Informaatiolaatikon luominen tapahtuu add infomation -komennolla. Komento löytyy valikon EDIT -palkin alta, kuviossa 15 oikealla. Informaatiolaatikko avautuu keskelle näyttöä. Mikäli informaatiota ei ole aikaisemmin lisätty, voidaan luoda uusi informaatiopohja merkitsemällä New file -kohtaan ruksi. Pohjaan voidaan määrittää haluttu informaatio näytteestä, tässä tapauksessa nimi ja käytetty mittausväline, sekä joihinkin näytteisiin lisättiin molekyylikaava. Mikäli tarvetta esiintyy, voidaan informaatiolaatikon sisältöä vielä tarpeen tullen muokata.



KUVIO 15. Informaatiolaatikon luominen

Informaatiolaatikon luonnin jälkeen voidaan spektri lisätä referenssikirjastoon.

#### 8.1.2 Kirjaston luonti

Kirjasto luodaan valitsemalla työkaluriviltä Evaluate -kohta, jonka alta valitaan Initialize Library -toiminto. Näytön keskelle avautuu uusi ikkuna, kuviossa 16. Ikkunassa on ruutu, Spectra to add to a new library, johon haluttu spektri voidaan raahata OPUS -ohjelman vasemmassa reunassa sijaitsevasta OPUS browser -valikosta. Kirjastolle annetaan nimi ja valitaan polku, mihin se tallennetaan, samalla kirjastolle voidaan antaa kuvaus.



KUVIO 16. Spektrikirjaston luomisikkuna

Tässä tutkimuksessa luotu kirjasto on sijoitettu laitteistoon kytketyssä tietokoneessa. Tiedoston löytyy

C:\OPUS\_7.0.122\Heidi\tekstiili\kirjastospektrit\Mikko Viljakainen -VAT polun takaa, josta se on kaikkien saatavilla, mikäli tarvitaan referenssispektrejä.

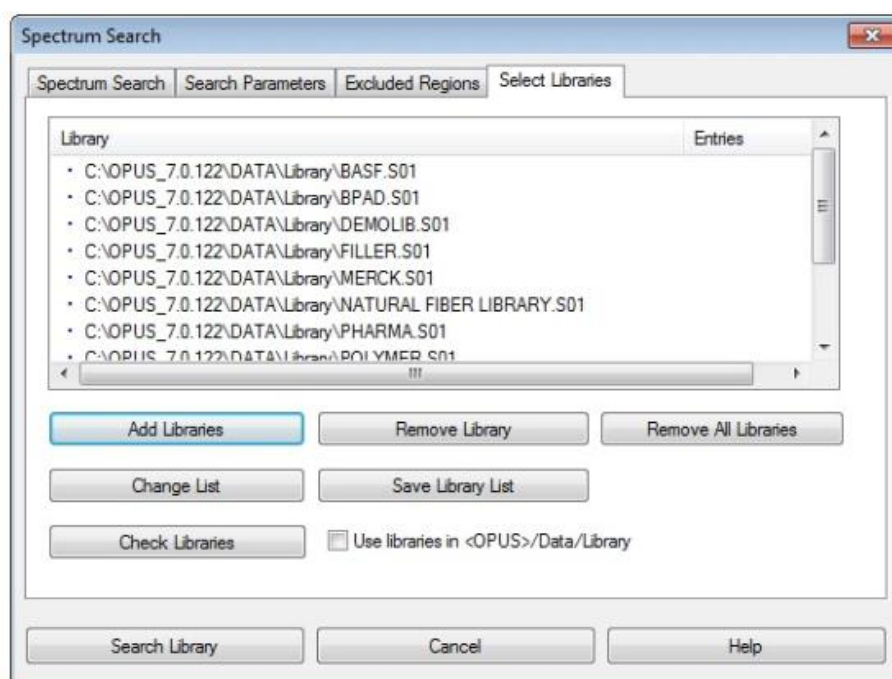
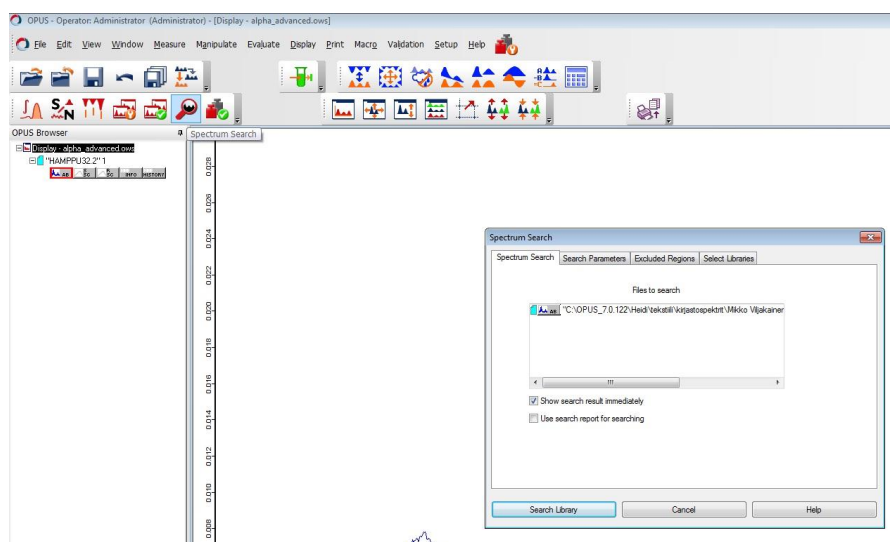
Tiedostot ovat kaikkien siirrettävissä ja ne tulisi sijoittaa johonkin mistä ne on kaikkien helposti saatavilla.

## 8.2 Kirjaston käyttö

Spektrejä tutkittaessa tulee spektristä ensin valita piikit PEAK PICKING -toiminnolla ja tarvittaessa lisätä valittuja piikkejä painamalla hiiren oikeaa painiketta ja valitsemalla PEAK PEAKING. Tämän jälkeen spektrejä voidaan verrata kirjastospektreihin. Kirjastospektreihin voidaan verrata SEARCH toiminolla, suurenuslasi, joka on näkyvillä työkalurivissä. Suurenuslasia, SPECTRUM



SEARCH, painamalla aukeaa uusi ikkuna, josta määritetään tutkittava spektri ja valitaan halutut kirjastot. Kirjastoja voidaan lisätä SELECT LIBRARIES -välilehdeltä. Kun tarvittava määrä ja tarvittavat kirjastot on valittu, voidaan suorittaa haku. Kirjastohaku tarjoaa lähimmän vastaavuuden näytteeseen, mikä ei välttämättä tarkoita sitä, että tarjottu tulos vastaa näytettä.



Kuvio 17. Kirjaston käyttö

## 9 SOVELTUVUUS

Vaikkakin saadut tulokset on hyvä vahvistaa myös muilla tutkimusmenetelmiä uskon, että ATR:n soveltuvuus tekstiili- ja vaatetusosalalle on mielestäni hyvä. Laitteisto ei välttämättä sovellu suoraan teollisuuden käyttöön, mutta pienimuotoiseen laboratorio työskentelyyn se on erinomainen. Suoraan opetuskäyttöön, opiskelijoiden opetuskäyttöön, laitteisto ei välttämättä sovellu, koska spektrien tulkinta edellyttää osaamista. Laitteisto on kuitenkin erittäin hyvä tuki opetukseen.

Suurin käyttökohde, johon laitetta voitaisiin käyttää, on materiaalien selvittäminen näytteestä. Laitteen yksinkertaisuus ja helppokäyttöisyys tarjoaa nopeaa lisätietoa tutkittavasta materiaalista. Tämän lisäksi laitteen kyky erotella molekyyli-rakenteet tehokkaammin kuin esimerkiksi massaspektrometri, tarjoaa se helpommin tulkitavissa olevaa tietoa materiaalista ja aineiden pitoisuuksista.

Helppouden ja nopeiden tulosten lisäksi ATR tarjoaa käyttäjilleen myös haasteita. Spektrien tulkinnassa auttaa hyvä tietämys tekstiilien kemiasta, erityisesti molekyyli-sidoksista. Tämä ei kuitenkaan ole edellytys, sillä ATR:n helppous perustuu juuri valmiisiin kirjastoihin, joihin spektrejä voidaan verrata. Haasteita tulee, jos vastausta ei saada spektrihauulla. Perusymmärrys materiaalista ja sen kemiallisesta rakenteesta helpottaa tutkijan työtä rajaamaan pois eri materiaalien värähdykset. Mikäli spektri on tarpeeksi yksinkertainen, voidaan jäljelle jäävien värähdysten avulla määrittää ”epäpuhtaudet” näytteestä. Värähdyksien tulkitseminen vaatii kuitenkin vahvaa kemian tietämystä, jotta voidaan rajata perusvärähdysarvoja ja näin tunnistaa molekyyli-sidoksia ja tätä kautta ainetta. Tämän lisäksi saadut tulokset tulisi vahvistaa esimerkiksi mikroskoopin avulla tutkimalla näytteitä.

ATR on erittäin kustannustehokas. Sen hankintakustannukset ovat erittäin matalat ja kun aikaa vievin osuus eli spektrikirjaston kasaaminen on saatu valmiiksi, näytteiden ajaminen ei vaadi paljon vaivaa tai aikaa. Spektrien tulkitseminen on kuitenkin haastavaa ja vaatii suurta paneutumista, mikäli rakenteet ovat monimutkaisia.

## 10 YHTEENVETO

Työn tarkoituksena oli tarjota lukijalle perusymmärrys FT-IR -laitteiston toiminnasta ja rakentaa Materiaalitekniikan opiskelijoille tekstiiliraaka-aineiden kirjasto, jota voitaisiin mahdollisesti käyttää opiskelijatöissä ja mahdollisissa asiakastöissä apuna. Teoriaosuudessa käsiteltiin hieman enemmän kemian osuutta, jonka tarkoitus oli kartuttaa lukijan ymmärrystä minkälaisia tuloksia laite antaa, ja ymmärrystä siitä, miten spektrejä on mahdollisuus tulkita ilman elektronista kirjastoa.

Tutkimuksen loppupuolella selvisi, että spektrien pyyhkäisyjen määrä ja spektrien laadukkuus eivät riittäisi laadukkaan referenssikirjaston luomiseen. Tästä syystä muutamia näytteitä päätettiin ajaa uudestaan, jotta saataisiin selville mikä on riittävä määrä pyyhkäisyä, jotta saataisiin aikaan riittävän laadukas tulos. Samalla päivitettiin teoriaosuutta ja näin saatiin rakennettua laadukas referenssikirjasto. Tutkimuksessa käytettiin vain 10 kuitunäytettä, yksi kutakin materiaalia. Tutkimukseen olisi syytä käyttää useampaa eri näytettä samasta materiaalista; näin voitaisiin varmistaa riittävän suuri skaala näytteissä ja tutkia, onko spektrien hajonta tarpeeksi pieni. Koska referenssikirjastoon kasattiin vain yleisimpiä kuitunäytteitä, uskon, että tutkimusta olisi syytä jatkaa ja kirjastoa kasvattaa ja kehittää. Näin pystyttäisiin varmistamaan parempien tulosten saaminen ja asiakas- ja opiskelijatöiden riittävän laadullinen tutkimus.

Tutkimuksen tekeminen venyi aikataulullisesti hieman liian pitkäksi. Osittain asiaan vaikutti se, että työn kirjoittaja työskenteli täysipäiväisesti, näin ollen tutkimuksen parissa työskentelyyn ei jäänyt niin paljon aikaa. Osittain työskentelyä hidasti työn teoreettisen osuuden haastavuus, asiasisältö oli kirjoittajalle uutta, joten koko teoria piti opetella erittäin kevyen osaamisen pohjalta. Opiskelua hidasti se, että suomenkielistä aineistoa ei meinannut löytyä, näin ollen käytettiin englanninkielisiä lähteitä.

Laitteeseen ja tutkimusmenetelmiin olisi syytä kouluttautua huomattavan paljon enemmän ennen kuin tutkimustulosten tulkitseminen ja näytteiden vastausten hallinta olisi riittävällä tasolla.

## LÄHTEET

Antila, A.-M., Karppinen, M., Leskelä, M., Mölsä, H. & Pohjakallio, M. 2005. Tekniikan kemia. 6. uudistettu painos. Helsinki: Edita.

Boncamper, I. 2004. Tekstiilioppi, kuituraaka-aineet. 2. painos. Hämeenlinna: Hämeen ammattikorkeakoulu.

Coates, J. 2000. Interpretation of infrared spectra, a practical approach. Encyclopedia of analytical chemistry [viitattu 27.10.2011]. Saatavissa Google-scholar-tietokannassa:

<http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/download?doi=10.1.1.158.6905&rep=rep1&type=pdf>

Espinoza, E., Przybyla, J. & Cox, R. 2006. Analysis of Fiber Blends Using Horizontal Attenuated Total Reflection Fourier Transform Infrared and Discriminant Analysis.

Jaarinen, S. & Niiranen, J. 2005. Laboratorion analyysitekniikka. 5. painos. Helsinki: Edita.

Jääskeläinen, A.-S. & Sundqvist, H. 2007. Puun rakenne ja kemia. Helsinki: Ota-tieto.

Karjalainen, M. & Karjalainen, A. 2007. Ylioppilaskokeen kemia syksy 1995 – syksy 2006 [viitattu 10.11.2012]. Saatavissa:

<http://www.kemi.fi/lukio/MirjaKarjalainen/yokemia/yo06k.html>

Laitalainen, T. & Simonen, T. 1991. Orgaaninen kvalitatiivinen analyysi, IR-analytiikka. Helsinki: VAPK -kustannus.

Lohi, T. 2008. Biojalostamo sellutehtaan näkökulmasta. Lappeenranta: Lappeenrannan teknillinen yliopisto, kemiantekniikan osasto [viitattu 27.10.2011]. Saatavissa Doria -tietokannasta:

<https://www.doria.fi/bitstream/handle/10024/36175/isbn9789522145406.pdf?sequence=1>

Michigan state University, department of chemistry. 2011. Infrared Spectroscopy: Theory [viitattu 27.10.2011]. Saatavissa <http://www2.chemistry.msu.edu/faculty/reusch/VirtTxtJml/Spectrpy/InfraRed/infrared.htm#ir3>

Napari, P. 2007. Orgaaninen Kemia. 7. korjattu painos. Helsinki: Edita.

Perez, J. P. & Meyer, R. T. 2009. FTIR Spectroscopy [viitattu 12.9.2012]. Saatavissa [http://www.irgas.com/technical\\_papers/ftir\\_spectroscopy.pdf](http://www.irgas.com/technical_papers/ftir_spectroscopy.pdf)

Pinoniemi, S. 2009. Polyamidien ja polyuretaanien valmistus. Lappeenranta: Lappeenrannan teknillinen yliopisto, Teknillinen tiedekunta. [Viitattu 27.10.2011] Kandidaatintyö. Saatavissa Doria -tietokannasta: <http://www.doria.fi/bitstream/handle/10024/46904/nbnfi-fe200909012071.pdf?sequence=3>

Smith, Brian C. 2011. Fundamentals of Fourier transform infrared spectroscopy 2<sup>nd</sup> edition. Lontoo: CRC Press.

Teknillinen korkeakoulu. 2011 [viitattu 27.10.2011]. Saatavissa: <http://tfy.tkk.fi/kurssit/Tfy-3.15xx/Teoria/tyo25.pdf>

Tuomi, T. 2012. Re:LAMK [sähköpostiviesti]. Vastaanottaja Viljakainen, M. Lähetetty 28.9.2012.

Tuomi, T. 2010. Johdatus FT-IR -spektroskopiaan. Luento Päijät-Hämeen Kemistit seminaarissa 10.2.2010

University of Colorado. 2002. Boulder, Chemistry and Biochemistry Department. The Handbook for Organic Chemistry Lab [viitattu 27.10.2011]. Saatavissa <http://orgchem.colorado.edu/hndbksupport/irtutor/IRtheory.pdf>

## LIITTEET

LIITE 1 – OPUS 6.5, Lyhyt käyttö opas

LIITE 2 – SNR – signaali kohinasuhteen määrittäminen

LIITE 3 – FUNKTIONAALISTEN RYHMIEN TAULUKKO

LIITE 4 – Näytteiden spektrit

## LIITE 1. OPUS 6.5, Lyhyt käyttö opas

Bruker Optics



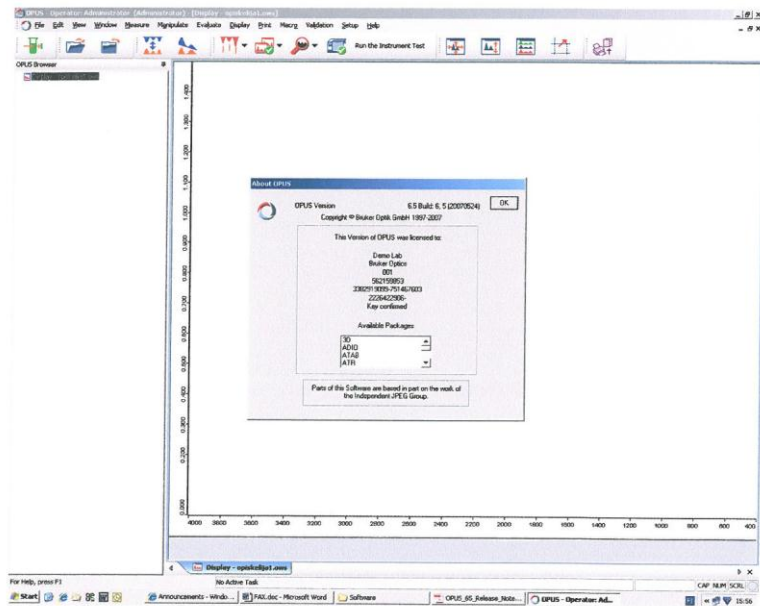
**OPUS 6.5**

**Lyhyt käytön opas**

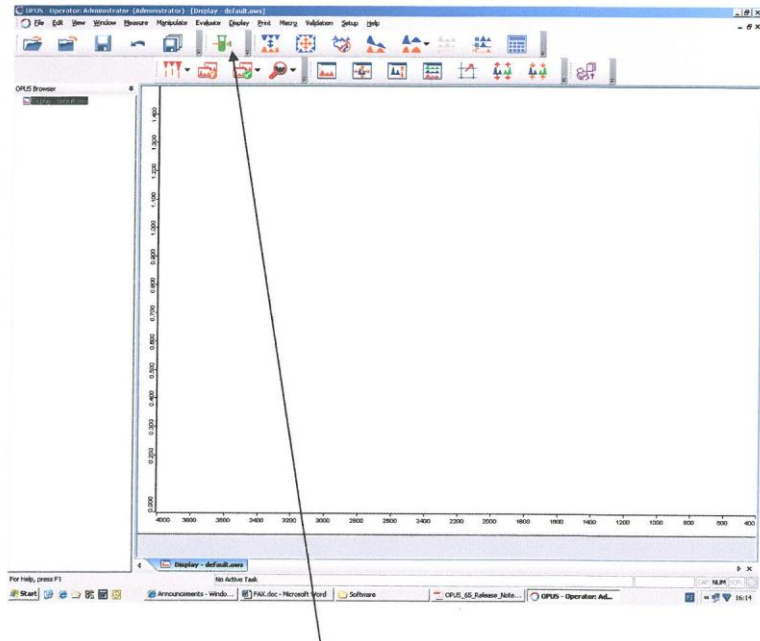




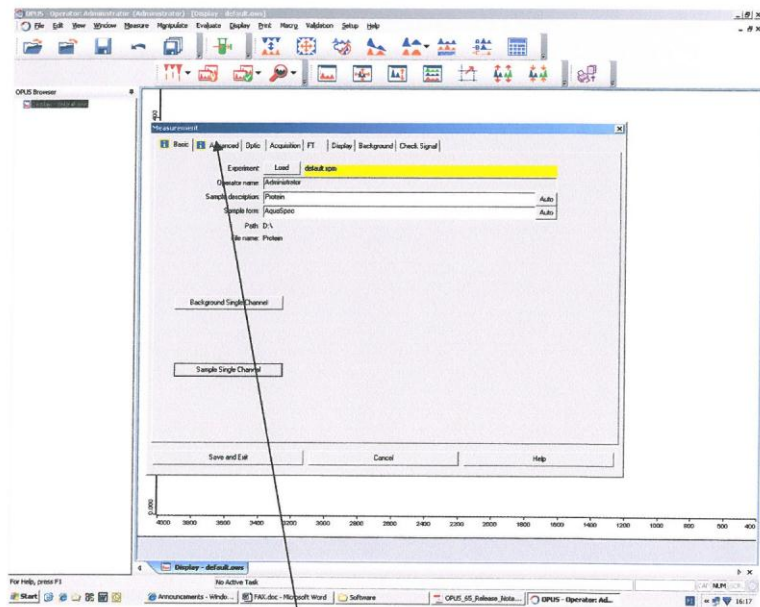
Tämän jälkeen avautuu ko.työpöytä ja keskellä on harmaa alue  
"About OPUS" joka kertoo ohjelmiston lisenssin ja mukana olevat  
ohjelmistot.  
Klikkaa OK.



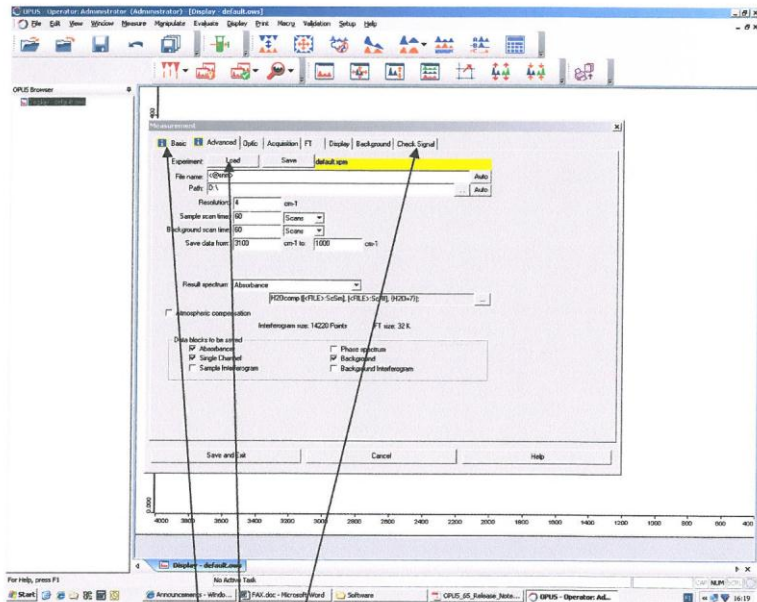
Varsinainen ”työpöytä ” saattaa näyttää esim tällaiselta, valikot ja ikonit ovat ja toimivat kuten windows-ympäristössä.



Kun aloitetaan mittaus, klikataan ”koeputkea” jolloin saadaan näkyville seuraava valikko:



Avataan kohta "Advanced"



seuraavaksi klikataan **"load"** ja valitaan sellainen **parametri-tiedosto** joka sisältää valmiit parametrit spektrin ajamiseen. Tiedosto on muotoa \*.xpm.

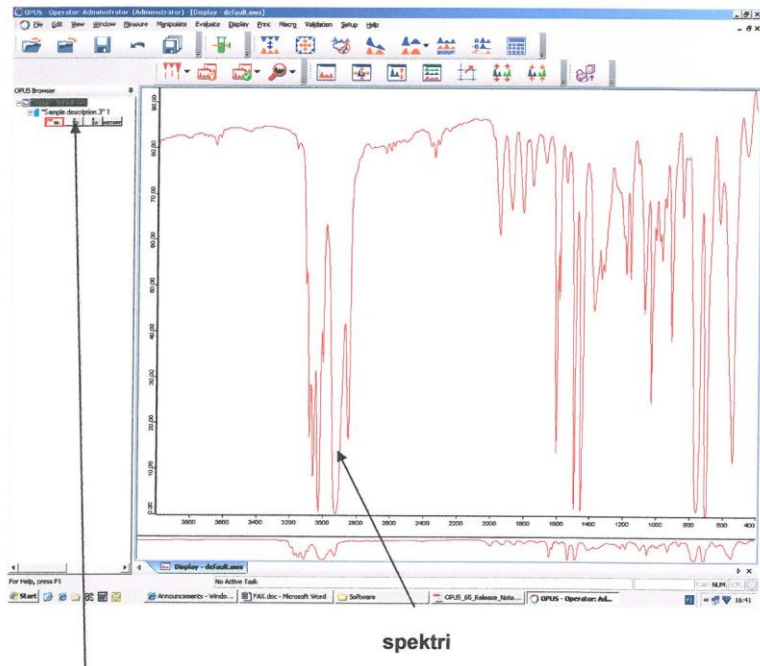
xpm-tiedosto sisältää valmiiksi kaikki spektrin ajoon tarvittavat asiat ja välttämättä ei mitään tarvitse muuttaa.

Tärkeätä on kuitenkin käydä katsomassa ns. interferogrammi, joka löytyy kohdasta **"check signal"**

Tällöin näkyy interferogrammi ja luku "counts" on n. 20000 – 22000, (etumerkillä ei ole väliä) timanttiATR:llä luku on 1700-4000, riippuen laitteesta

Siirrytään kohtaan **"basic"**





spektri

**tallentuvat "datablokit"**

TR= spektri transmissiomuodossa

SSC=tausta ja näyte

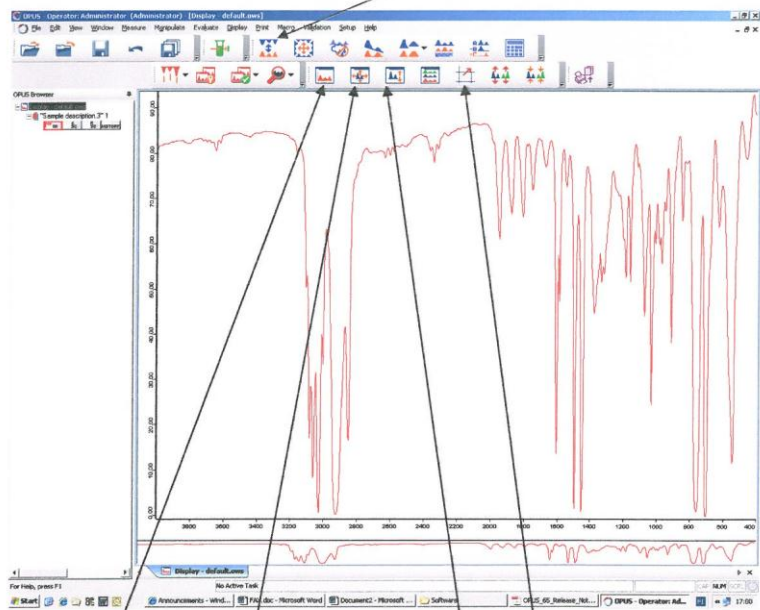
RSC=tausta

History= spektrin historia käsittelyineen

Spektrejä voidaan hakea tiedostoista valitsemalla "load" ja poistaa valitsemalla "unload"

Nyt ajettu spektri tallentuu automaattisesti edellä annetun tallennuspolun mukaisesti ja annetulla nimellä.

**IKONIT:** klikkaamalla ikonia saadaan aikaan haluttu toiminto,  
 esim klikkaamalla ikonia **AB<->TR**  
 suorittaa ohjelma automaattisen muunnoksen transmissio-muodosta  
 absorbanssimuotoon



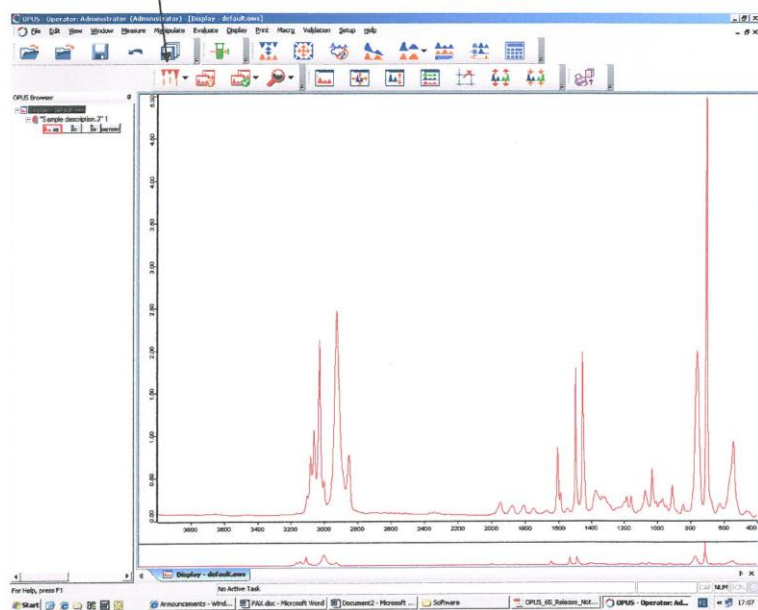
uusi ikkuna

skaalaus x-ja y-suunnassa

skaalaus vain y-suunnassa

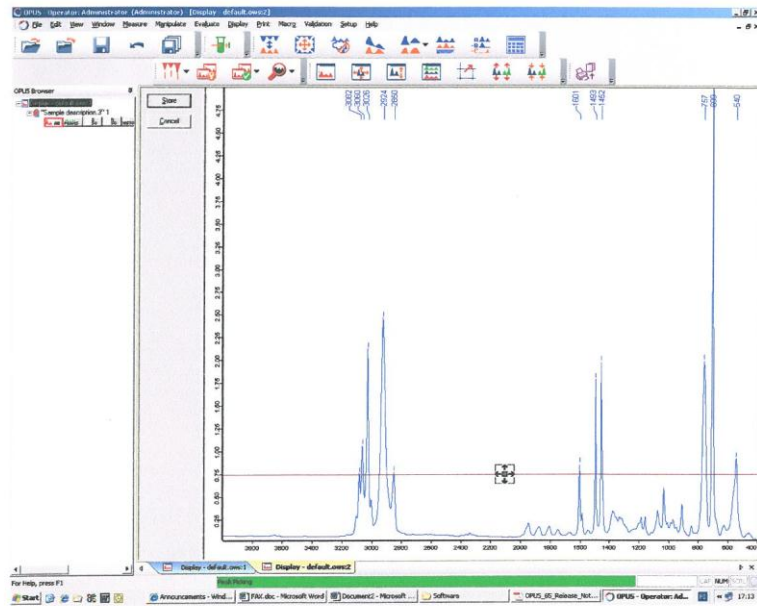
zoom

Piikkien haku (peak pick)

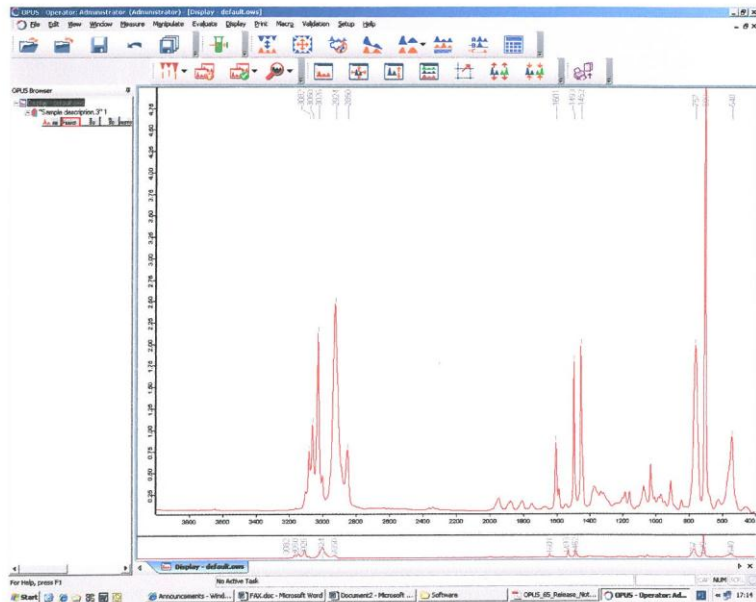




Klikaamalla "Peak pick" saadaan piikit joko automaattisesti tai interaktiivisesti ( liikuttamalla neliötä jossa on nuolet, haluttuun suuntaan)

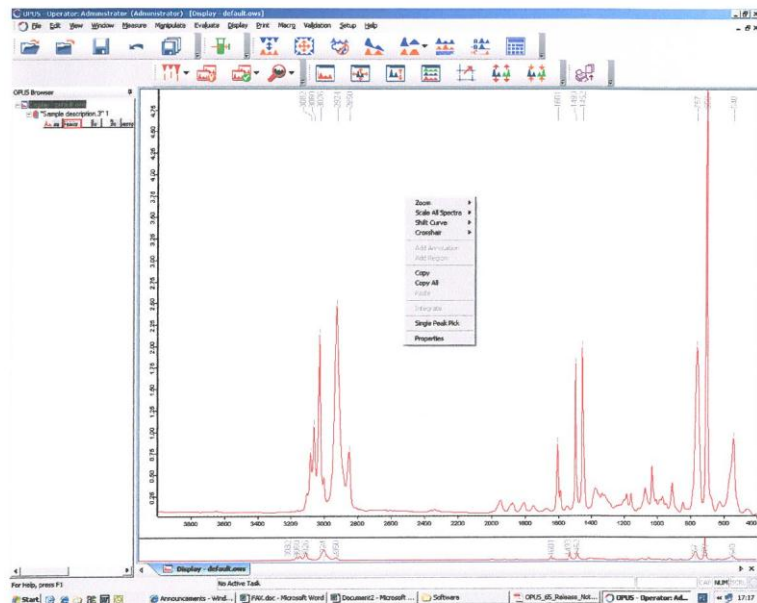


ja haluttu tulos tallennetaan (store) jolloin palataan normaaliin näkymään jossa on mukana piikien aaltolukuarvot.



Joidenkin ikonien kohdalla saadaan spektrikenttään valikko johon voidaan vetää haluttu "data blokki" (spektri) tai useampia spektrejä ja sitten suorittaa ko. toiminto .  
Myös on saatavilla "help" joka ohjaa ko. toiminnon manuaalin sivulle (englanniksi)

Kun viedään osoitinnuoli spektrikenttään ja klikataan hiiren oikealla painikkeella saadaan:

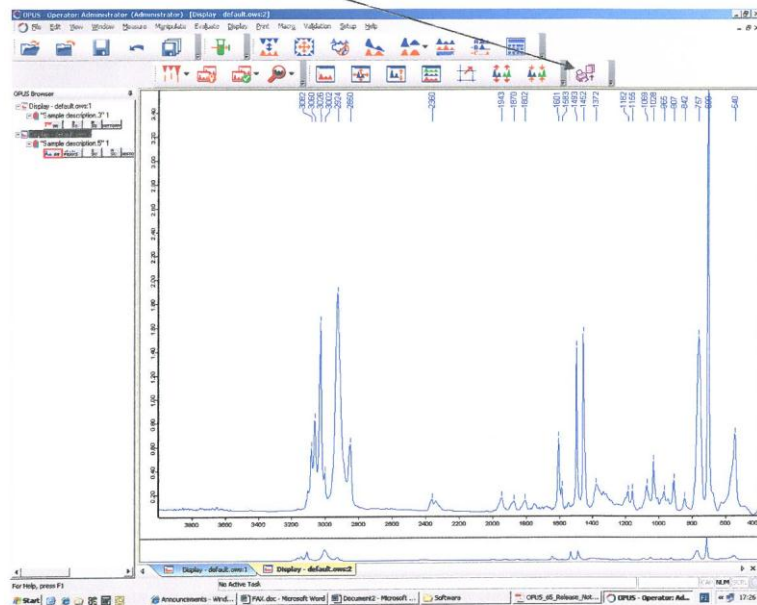


voidaan hakea yksittäisiä piikkejä klikkaamalla "single peak pick" ja viemällä ilmestynyt nuoli haluttuun kohtaan ja klikkaamalla vasemmalla painikkeella

Klikkaamalla "properties" voidaan muuttaa esim näkymän akseleitten arvoja ("display limits")

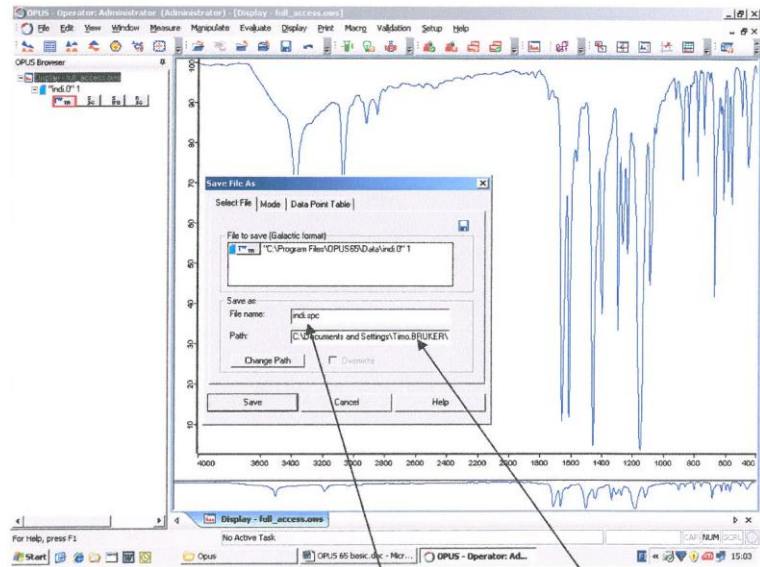
zoom vastaa ko. ikonia ja sitä klikkaamalla voidaan zoomata haluttu alue vetämällä katkoviivaneliö halutun suuruiseksi ja haluttuun ohtaa sekä sitten suorittamalla kaksoisklikkaus hiiren vasemmalla painikkeella.

Ikoni "QUICK PRINT" printtaa kaiken mikä on näkymässä (myös piikkien arvot)



Ohjelmisto sisältää useita erilaisia valmiita tulostuspohjia joita voidaan katsoa klikkaamalla valikosta "print" -> "print spectra" jolloin saadaan näkyville valikko jossa on haluttu "datablokki" ja klikkaamalla "change layout" voidaan valita esim. jokin valmiista pohjista. Valitsemalla esim frame1.PLE ja sitten valitsemalla "show preview" nähdään millaisessa muodossa printti saadaan.

Save as:



Komento löytyy File-valikosta;  
tällöin valittu file tallentuu halutulla nimellä ja haluttuun paikkaan

## Käyttöohje

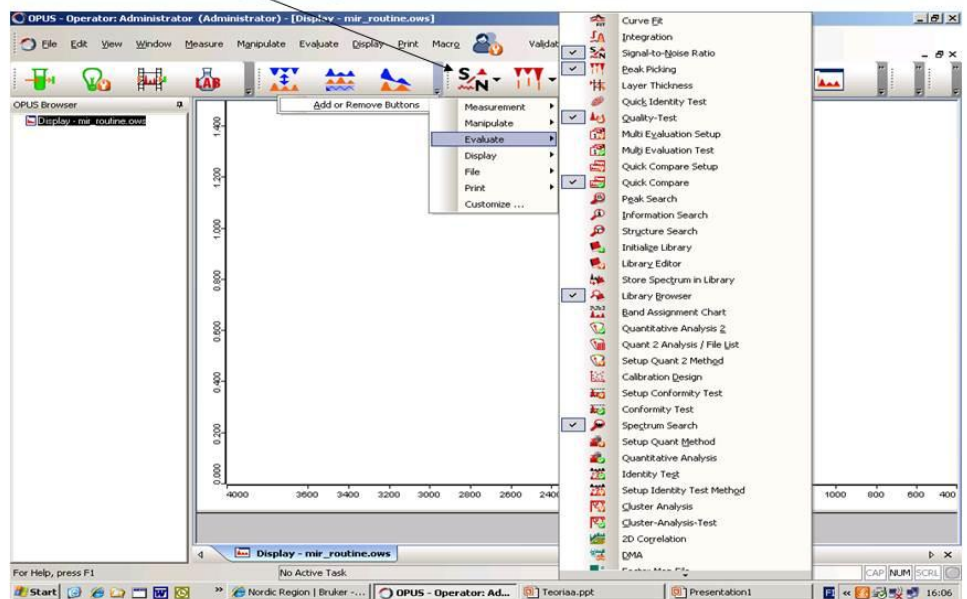
### LIITE 2 – SNR – signaali kohinasuhteen määrittäminen



Bruker Optics

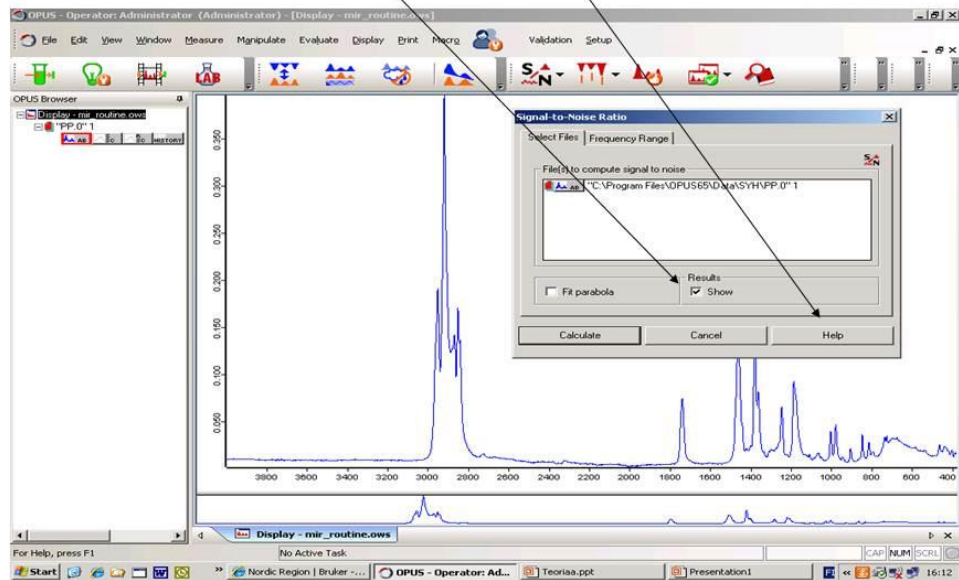


## S/N ikoni työpöydälle



Bruker Optics

## S/N määrittäminen, vaihe 1 klikkaa S/N ikonia HUOM! Lisätiedot "Help"



Bruker Optics

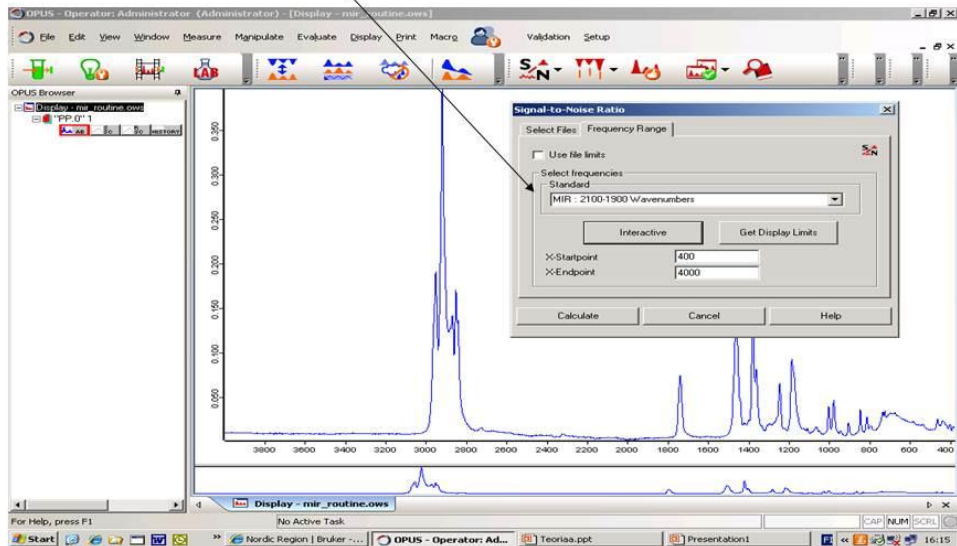
## HELP



Bruker Optics



## Vaihe 2: Valitse MIR: 2100-1900 wavenumbers

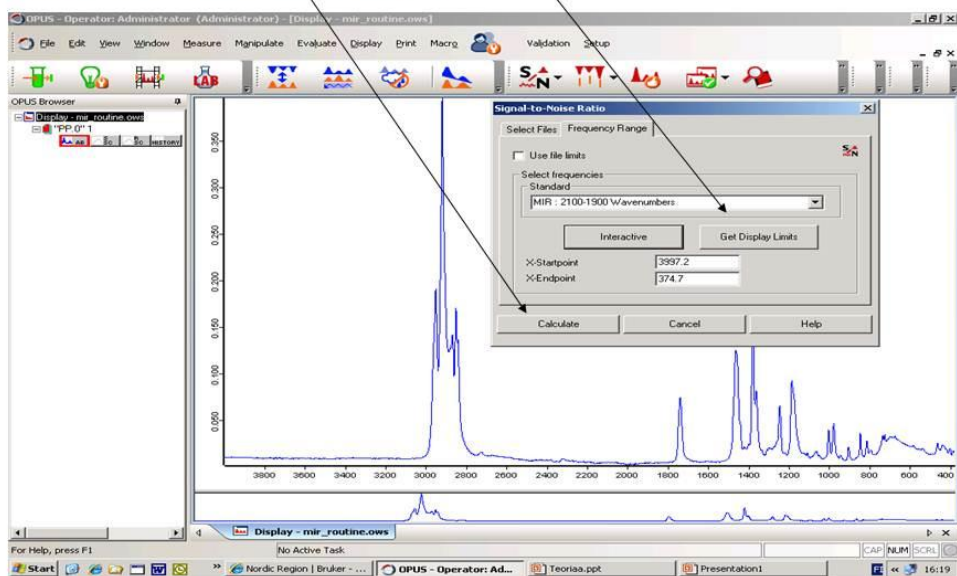


Bruker Optics

## Vaihe 3. klikkaa "Get Display Limits"



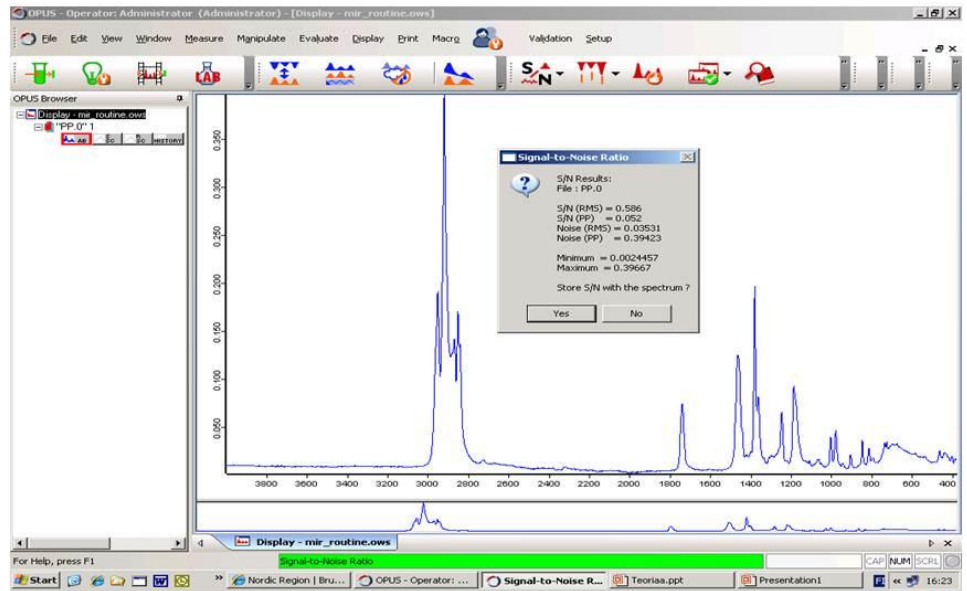
## Vaihe 4. klikkaa "Calculate",



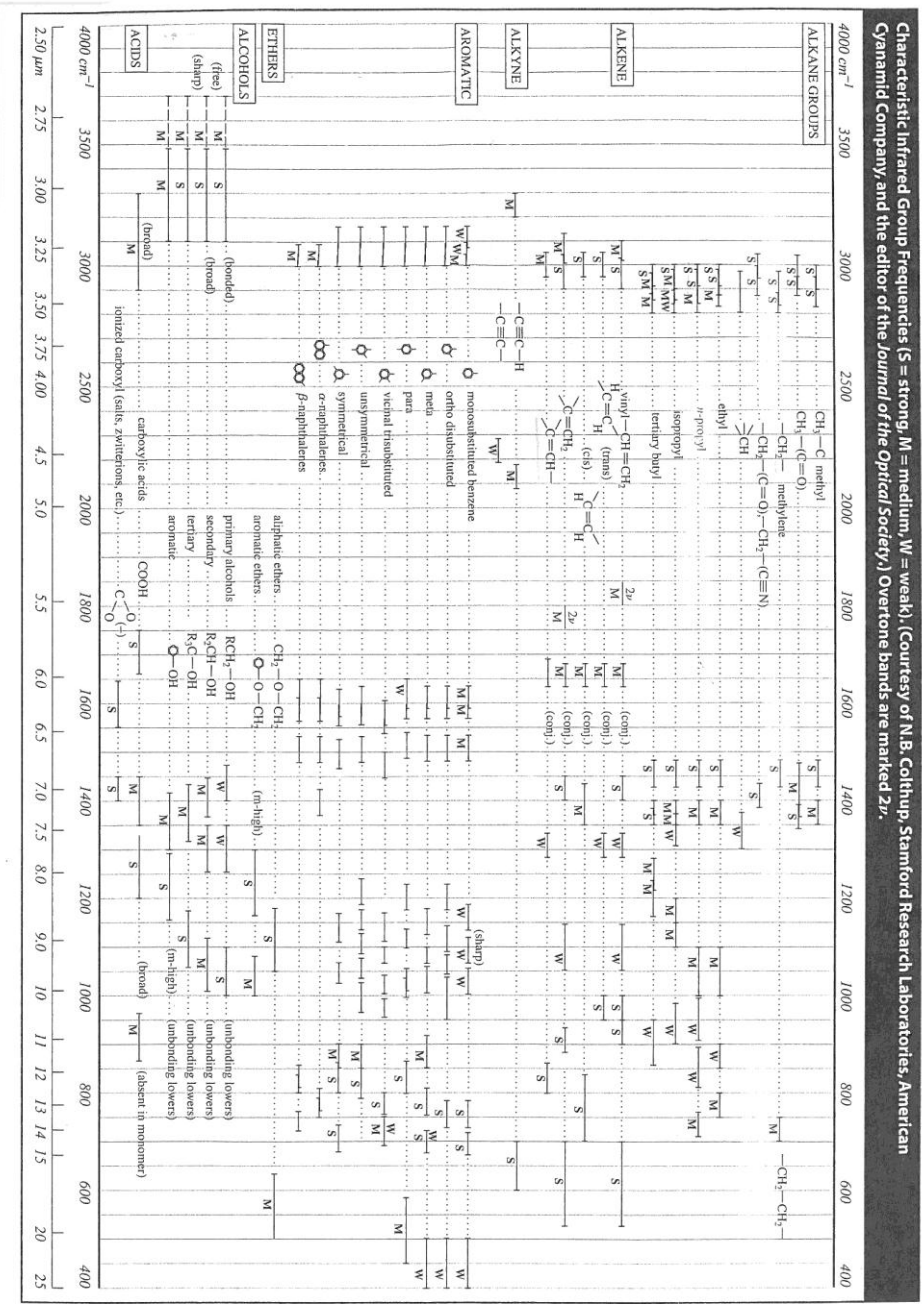
Bruker Optics



#### Vaihe 4. lue tulokset, esim Noise (PP) "Peak-to-Peak noise 0,39667"



LIITE 3 – FUNKTIONAALISTEN RYHMIEN TAULUKKO



**ESTERS**

formates  
acetates  
propionates  
butyric and up-  
acrylates  
fumarates  
maleates  
benzoates, phthalates

**ALDEHYDES**

aliph. aldehydes  
arom. aldehydes  
aliph. ketones  
arom. ketones

**KETONES**

normal anhydrides  
cyclic anhydrides

**ANHYDRIDES**

amides  
monosubst. amide  
disubst. amide

**AMIDES**

primary amines  
secondary amines  
tertiary amines

**AMINES**

nitriles  
isocyanides

**NITRILES**

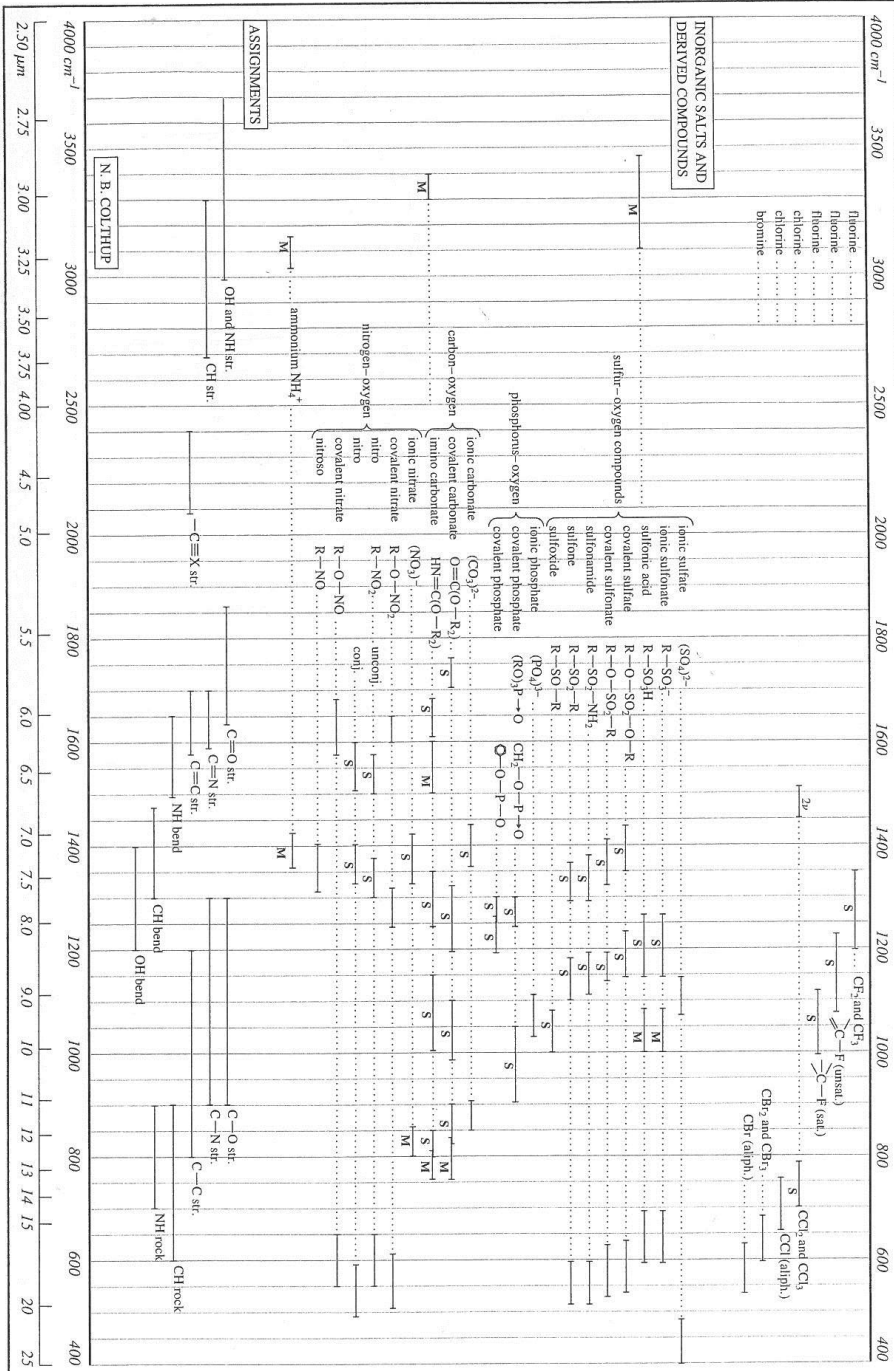
**MISCELLANEOUS**

hydrochloric  
sulfonate groups  
phosphorus  
silicon

4000  $\text{cm}^{-1}$  3500 3000 2500 2000 1800 1600 1400 1200 1000 800 600 400

2.50  $\mu\text{m}$  2.75 3.00 3.25 3.50 3.75 4.00 4.5 5.0 5.5 6.0 6.5 7.0 7.5 8.0 9.0 10 11 12 13 14 15 20 25

## A-13 APPENDIX III



#### LIITE 4 – Näytteiden spektrit

