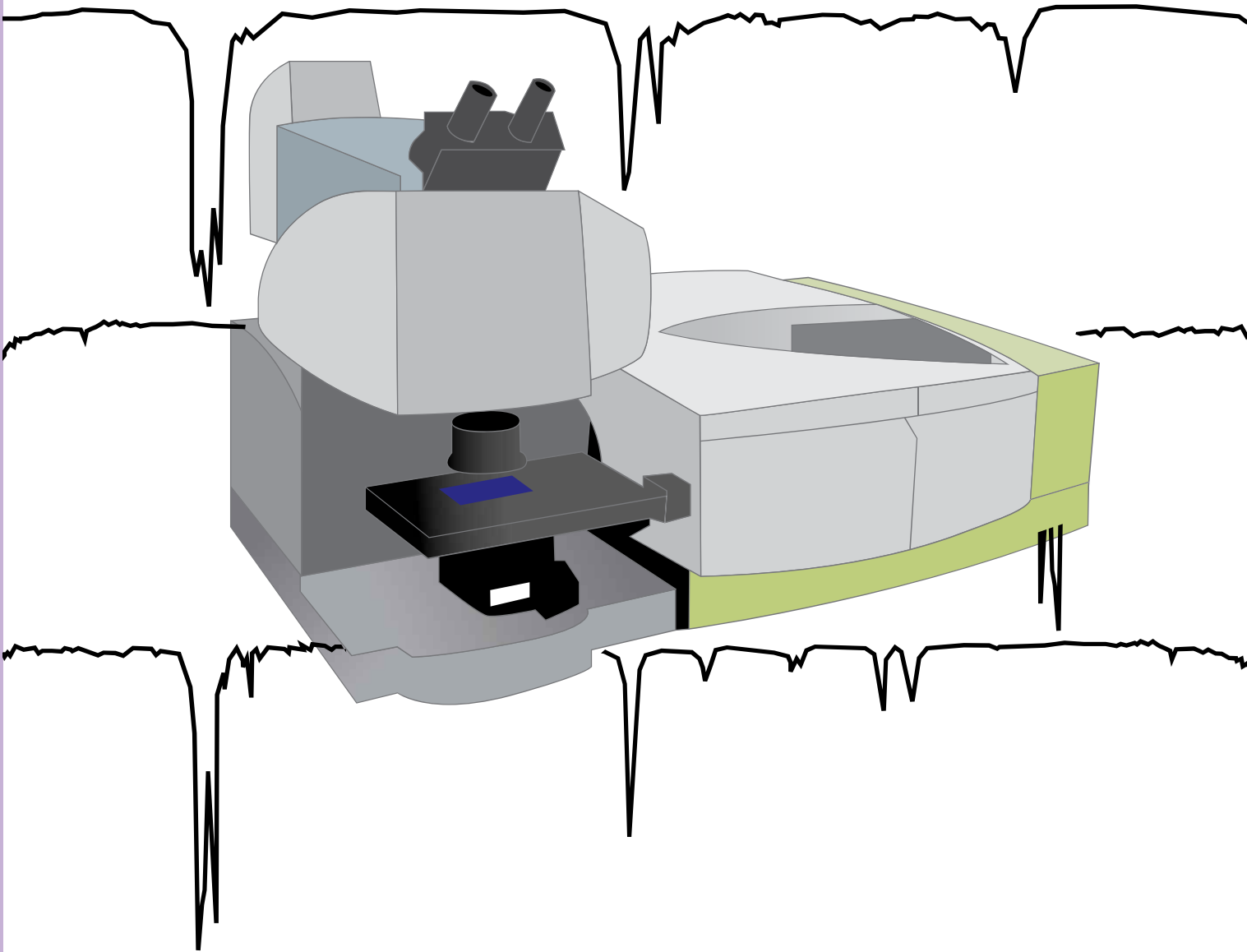


PRISM

M A N U A L 2012. 8. 20 제12호

푸리에변환적외선분광기(FT-IR)의 이해





Strong S&T Infrafrontier

과학기술인프라를 선도하는 대한민국 대표길잡이

국가연구시설장비진흥센터
National Research Facilities & Equipment Center

PRISM

M A N U A L 2012. 8. 20 제12호

푸리에변환적외선분광기(FT-IR)의 이해

CONTENTS

I. 장비 개요	5	III. 장비 관리	22
1. 기본원리	5	1. 장비 점검 요령	22
2. 구성 및 기능	9	2. 장비 유지보수 요령	22
II. 장비 운영	12	IV. 장비 활용 분야	23
1. 사용 방법	12		
2. 시료 준비	13		
3. 데이터 해석	16		
4. 장비 관리 및 작동 시 주의사항	21		

PRISM

M A N U A L

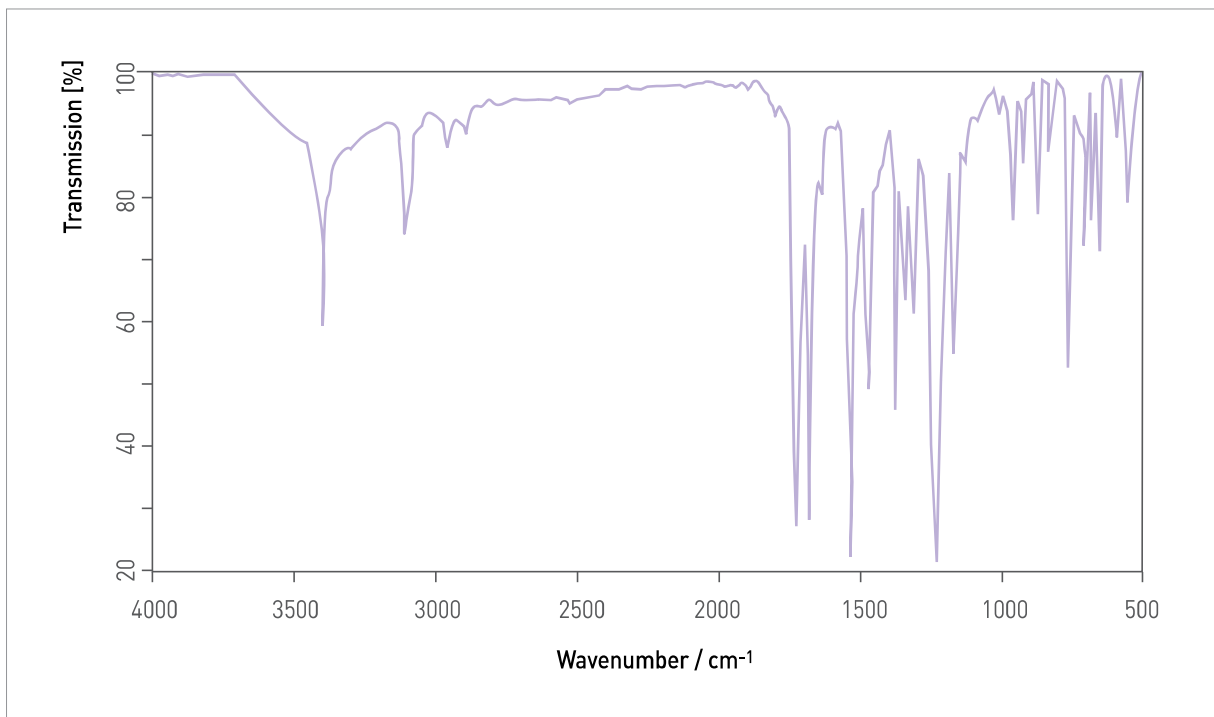
본 NFEC MANUAL의 전문은 국가연구시설장비진흥센터 홈페이지(www.nfec.go.kr)와
스마트폰(m.nfec.go.kr)을 통해서도 보실 수 있습니다.

I. 장비개요

1. 기본원리

■ 푸리에변환적외선분광기(Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR)란

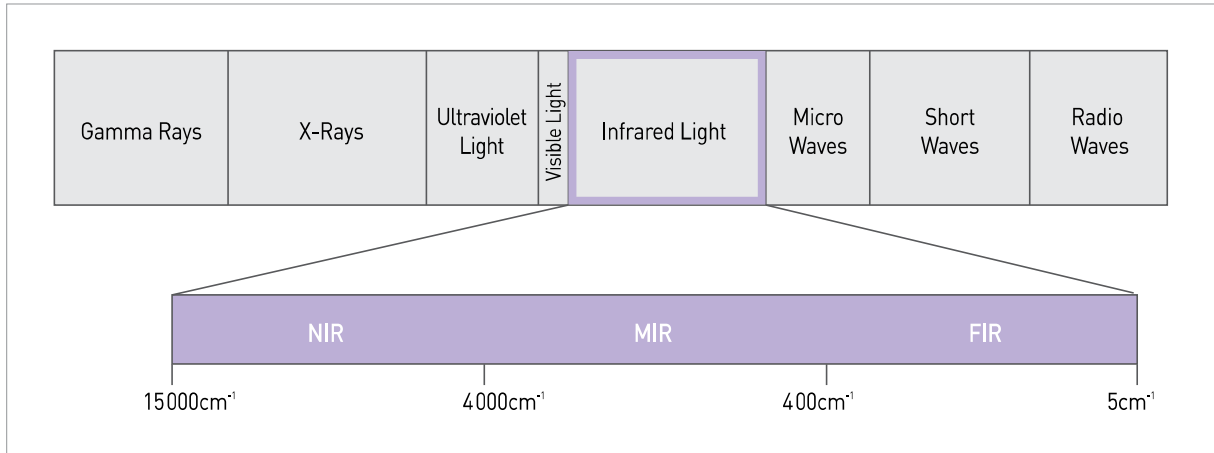
- 시료에 적외선을 비추면 극성을 갖는 분자들 간에 진동과 회전 들뜸에 상응하는 에너지의 흡수가 일어난다. 이때 흡수(또는 투과) 정도를 파수에 따라 측정함으로써 특정 분자의 작용기 여부나 분자 운동에 관한 정보를 얻을 수 있는데, 이런 현상을 이용한 것이 푸리에변환적외선분광기이다.



〈푸리에변환적외선분광기의 투과스펙트럼 분석결과 예시〉

■ 푸리에적외선분광기의 기본 원리

- 적외선은 자외선, 가시광선 및 X-선처럼 전자 전이를 일으킬 정도로 충분히 큰 에너지를 갖지 못한다. 적외선의 흡수는 여러 가지 진동과 회전상태 사이에 작은 에너지 차가 존재하는 분자 화학종에만 한정하여 일어난다. 적외선을 흡수하기 위하여 분자는 진동이나 회전운동의 결과로 쌍극자모멘트의 알짜변화를 일으켜야 한다.



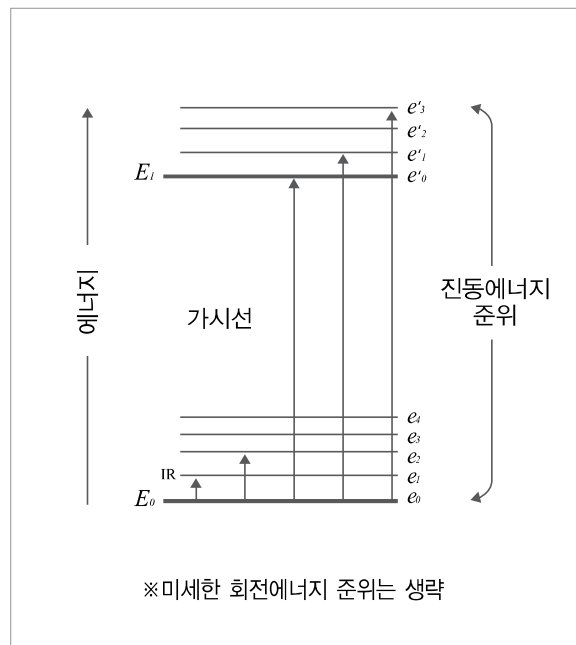
〈적외선 영역〉

〈적외선 영역 대별 파장〉

영역	파장(λ)범위, μm	파수(1/λ)범위, cm ⁻¹	주파수(ν)범위, Hz
근 적외선	0.78 ~ 2.5	12800 ~ 4000	$3.8 \times 10^{14} \sim 1.2 \times 10^{14}$
중간 적외선	2.5 ~ 50	4000 ~ 200	$1.2 \times 10^{14} \sim 6.0 \times 10^{14}$
원 적외선	50 ~ 100	200 ~ 10	$6.0 \times 10^{14} \sim 3.0 \times 10^{14}$

● 분자 운동의 진동 방식(Vibration mode)

- 분자의 운동 = 진동 + 회전 + 병진
- 적외선 분광법은 분자의 진동과 회전 운동에 기인한다.
- 오른쪽 그림은 진동에너지 준위의 일부를 나타내었으며, 가시선 전이에 비하여 상당히 적은 에너지가 소요됨을 알 수 있다.



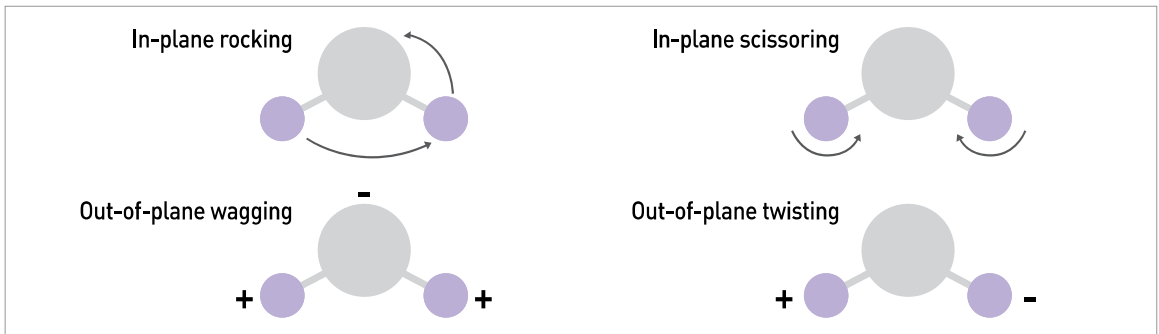
〈진동에너지 준위의 일부〉

● 적외선 에너지 흡수에 동반되는 진동 운동 유형

- 신축 진동(Stretching Vibration) : 원자들 사이의 결합 길이 변화



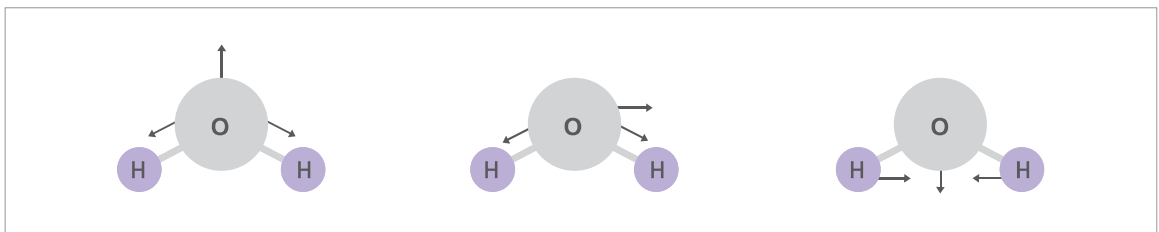
- 굽힘 진동(Bending Vibration) : 원자들 사이의 결합각 변화



● 다원자 분자들의 진동 방식(N개의 원자를 갖는 비선형 분자의 운동에 대한 자유도 : 3N)

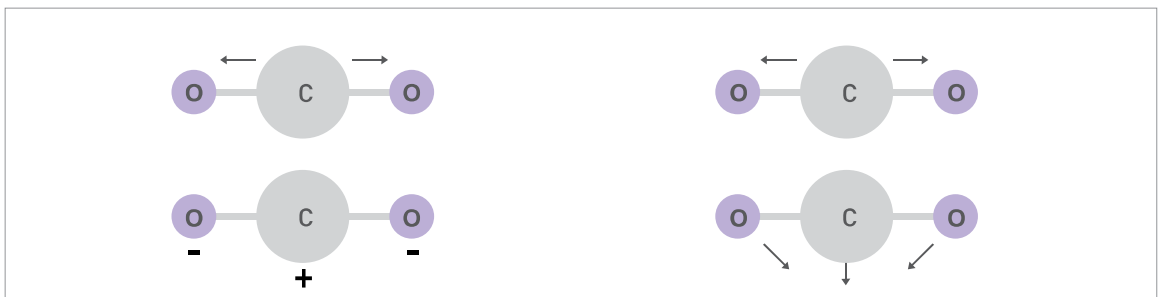
- N개의 원자를 갖는 비선형(Non-Linear) 분자 : $(3N - 6)$ 개

〈예〉 물(H_2O)의 기준진동 방식의 수 : $(3 \times 3) - 6 = 3$ (개) O-H 대칭신축 진동, O-H 비대칭신축 진동, H-O-H 굽힘 진동



- N개의 원자를 갖는 선형(linear) 분자 : $(3N - 5)$ 개

〈예〉 CO_2 의 기준진동 방식의 수 : $(3 \times 3) - 5 = 4$ (개) O-C-O의 대칭 진동, O-C-O의 비대칭 진동



※ 쌍극자모멘트가 0인 다원자의 경우, 적외선 흡수가 일어나지 않음(O_2 , Cl_2 등)

• 기준 진동만을 고려한 진동에너지 흡수 파수 계산

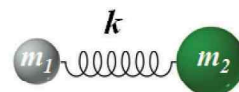
- 적외선분광기에서 얻어지는 작용기별 파수에 대한 흡수도(투과율)에 대한 이해는 Hookes 법칙을 기본으로 한다.

※ Hooke's 법칙 : 물체에 가해진 하중과 그로 인해 발생하는 변형량과의 관계를 나타낸 법칙으로 어떤 임의의 물체에 하중이 가해지면 어느 한계에 이르기까지는 변형량이 하중에 선형적으로 비례한다는 법칙

- 질량 m_1 과 m_2 을 갖는 원자 간의 스프링 시스템에서 두 질량 간의 힘의 상수(결합세기 상수)와 진동수는 아래와 같은 관계를 갖는다.

$$\nu = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$$

여기서, $\mu = \frac{m_1 m_2}{m_1 + m_2}$



k : 결합세기 상수, μ : 환산질량 m : 원자질량

- 진동에너지 흡수에 필요한 에너지는 아래와 같다.

$$\Delta E_{vib} \propto h\nu = \frac{h}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{\mu}} \quad \bar{\nu} = \frac{\nu}{c} \quad \bar{\nu} = \frac{1}{2\pi c} \sqrt{\frac{k}{\mu}} = 5.3 \times 10^{-12} \sqrt{\frac{k}{\mu}}$$

ν : 진동수 c : 빛의 속도 $\bar{\nu}$: 파수 h : Planck 상수

결론적으로 파수는 결합의 세기(k) 및 환산질량(μ)에만 의존함을 알 수 있다.

<예> 카르보닐기 C=O의 신축운동에 해당하는 기본 흡수봉우리의 대략적인 파수와 파장을 계산하라.

a) 탄소와 산소원자의 질량을 kg 단위로 환산
 $m_1(\text{C}) = (12 \times 10^{-3} \text{kg/mole}) / (6.0 \times 10^{23} \text{atom/mole}) \times 1 \text{atom} = 2.0 \times 10^{-26} \text{kg}$
 $m_2(\text{O}) = (16 \times 10^{-3} \text{kg/mole}) / (6.0 \times 10^{23} \text{atom/mole}) \times 1 \text{atom} = 2.7 \times 10^{-26} \text{kg}$

b) 환산질량
 $\mu = (m_1 m_2) / (m_1 + m_2) = (2.0 \times 10^{-26} \text{kg} \times 2.7 \times 10^{-26} \text{kg}) / \{(2.0 + 2.7) \times 10^{-26}\} = 1.1 \times 10^{-26} \text{kg}$

c) 이중결합 힘상수($1.0 \times 10^3 \text{N/m}$)와 환산질량(μ)을 식에 대입,
 $\nu = (1/2 \times 3.14 \times 3.0 \times 10^{10} \text{cm/s}) \{ (1 \times 10^3 \text{N/m}) / (1.1 \times 10^{-26} \text{kg}) \}^{1/2} = 1.6 \times 10^3 \text{cm}^{-1}$

C=O의 신축진동 흡수띠의 실험값, $1600 \sim 1800 \text{cm}^{-1}$ ($6.3 \sim 5.6 \mu\text{m}$)

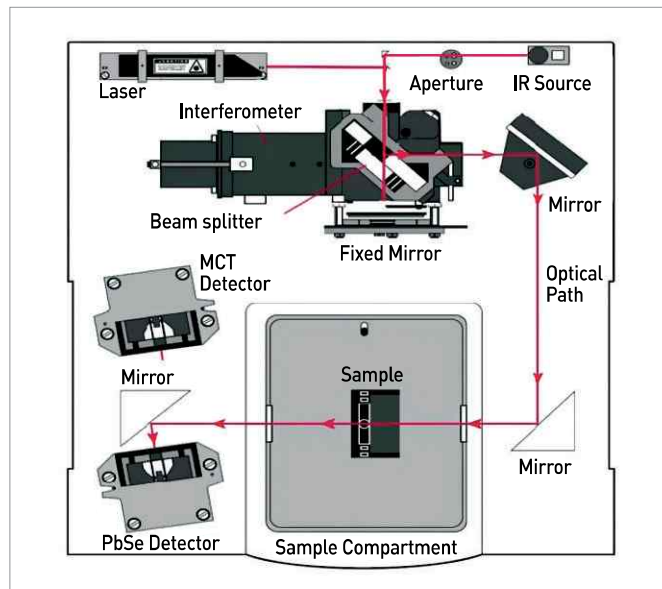
2. 구성 및 기능

- 푸리에적외선분광기는 미약한 빛의 신호를 향상시키고 신속히 분석하기 위하여 Michelson 간섭계가 내장되어 있다. 광원에서 나온 적외선 빛은 간섭계에 있는 빔살 분할기(Beam Splitter)에 도착하게 된다. 절반의 빛은 빔살 분할기를 통과하여 고정거울(Fixed Mirror)로 진행하고, 나머지 절반의 빛은 이동거울(Moving Mirror)로 진행한다. 고정거울은 빛은 그대로 반사시키고, 이동상 거울은 거울의 이동경로(광로길이) 차에 따른 주기적으로 변화된 빛을 빔살 분할기로 보내게 되어 간섭무늬(인터페로그램)가 형성이 된다. 간섭무늬 빛살은 시료를 통과하게 하여 검출기에 다다르고 적외선 영역 대별(일반적으로 파수, cm^{-1})로 흡수 또는 투과된 빛의 세기를 X-Y 축에 도시하게 되어, 흡광도 또는 투과율로 나타난다. 구성품 중 레이저는 기준빔살 역할을 한다.

※ Lambert-Beer 법칙 : 흡광도는 몰흡광계수, 몰농도, 빛을 흡수하는 그 cell의 길이에 비례한다.

$A = \epsilon bc$	$A = -\log_{10} T$	$T = \frac{I_1}{I_0}$	A : 흡광도, ϵ : 몰 흡광계수, b : 길이(cell 길이), c : 농도(mole/L), I ₁ : 투과 전 빛의 세기, I ₀ : 투과 후 빛의 세기, T : 시료를 통과한 빛의 양
-------------------	--------------------	-----------------------	--

- 광원 : 적외선 광원은 1500K와 2200K 사이의 온도까지 전기적으로 가열되는 불활성 고체로 구성되어 있고, 흑체의 복사선과 비슷한 연속 복사선이 방출된다. 긴 파장으로 갈수록 세기는 점차 감소하여 670cm^{-1} (2 or $1.7\mu\text{m}$) 사이에서 얻어진다.



〈장비 내부 구성도〉

- Nernst 백열등(가장 많이 사용되는 적외선 광원)
 - 희토류 산화물을 함유한 실린더로 직경이 약 2mm, 길이가 약 20mm이며, 작동 온도는 1800K 정도이다. 처음에는 저항에 대해 음의 온도계수를 가지므로 충분한 전류를 흘려 필요한 온도에 도달할 때까지 광원을 외부에서 가열할 필요가 있다.
- Globar 광원
 - 직경이 약 5mm, 길이가 약 50mm인 탄화규소 막대이며, 공기 산화를 방지하기 위하여 Nernst 백열등보다 더 낮은 온도(약 1600K)에서 작동한다. 1500cm⁻¹보다 낮은 영역에서는 Nernst 백열등보다 출력이 더 세다.

■ 레이저 : He-Ne, 기준 빛살 역할을 한다.

■ Aperture : Open, 직경 2cm⁻¹, 1cm⁻¹, 0.5cm⁻¹

■ 간섭계(Interferometer)

- 빛살 분할기(Beam Splitter)
 - 빛을 50%는 투과시키고 50%는 반사시키는 역할을 한다. 적외선 영역대별로 종류가 다르며, 기관 위에 특정 물질을 도핑하여 제작한다.
 - 중간(Mid) : Ge or Si / CeI 또는 CeBr, NaCl
 - 근(Near) : Fe(III)Oxide / CaF₂
 - 원(Far) : Mylar Film

• 고정거울(Fixed Mirror)

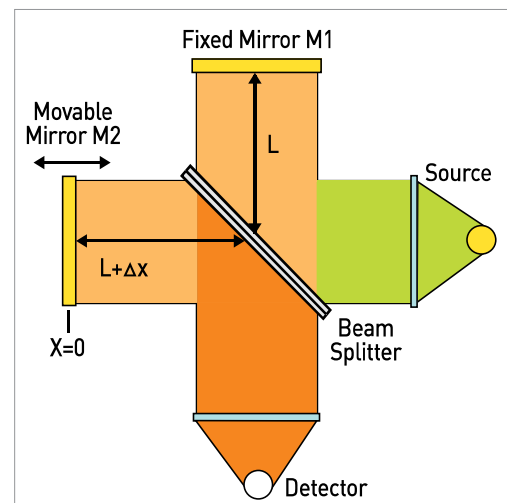
• 이동거울(Moving Mirror)

- 빛 경로는 Δx 만큼의 파장 차이가 나게 움직인다.

- 광원으로부터 나온 빛은 빛살 분할기에 의해 두개의 빛으로 나뉜다. 나뉜 빛은 각각 고정거울과 이동거울에 의해 반사되어 다시 빛살 분할기에 의해서 만나 시료에 입사된다. 반사된 두 빛살은 간섭 현상을 일으키는데 이동거울의 위치에 대하여 두 빛의 경로차(Phase Shift)가 달라진다. 검출기를 통해 이동거울의 위치에 대한 간섭된 빛의 세기를 얻는다.

• 간섭도(Interferogram)

- 두 빛의 경로차에 대한 간섭도를 Fourier 변화를 하면 주파수에 관한 세기의 함수를 얻을 수 있다.



〈Michelson 간섭계〉

■ 검출기

- 중간(Mid) 적외선 영역용 : DTGS(Deuterated Triglycine Sulfate)
- 근(Near) 적외선 : PbSe(Lead Selenide)
- 원(Far) ~ 중간(Mid) 적외선 영역용 : MCT(Mercury Cadmium Telluride)
 - 검출감도와 적외선 투과 영역이 넓어 많이 사용하지만, 액체질소를 사용하는 불편함이 따른다.

〈대표적인 적외선 검출기〉

	검출기	영역(cm ⁻¹)	운용 온도
MidMCT	DTGS w/KBr Window	12000 ~ 250	상온
	DTGS w/CsI Window	12000 ~ 180	상온
	MCT	12000 ~ 420	액체질소 냉각
Near	InSb	12800 ~ 1850	액체질소 냉각
	PbSe	6700 ~ 2080	상온
	InGaAs Diode	12800 ~ 5800	상온
	Ge Diode	12800 ~ 5300	상온
Far	DTGS w/PE Window	700 ~ 10	상온

■ Window

- 내부 구성품이 공기 중의 수분과 접촉되는 것을 차단하고 적외선을 잘 투과시키는 물질이 이상적이다.

〈대표적인 Window 물질의 투과 영역 및 굴절률〉

물질	영역(cm ⁻¹)	굴절률(at 2μm)	성질
CaF2	77000 ~ 1110	1.42MCT	물에 용해되지 않고 대부분의 산알칼리에 저항이 있음. 암모늄염에 용해됨. 물리적인 힘이 강하기 때문에 높은 압력작업에 부분적으로 사용됨
CsI	40000 ~ 200	1.74	물과 알코올에 용해됨. 전도 범위가 넓음. 충격에 상당히 강함. 부드러우며 습기를 흡수함. 약간 독성이 있음
Diamond	25000 ~ 33	2.37	단단한 결정체인. 고압 및 부식 실험에 적합함. ATR 작업에 이상적임
Ge	5500 ~ 600	4.00	물에 용해되지 않음. ATR 작업에는 적합하나 고압력과 접촉하는 실험에는 부적절함. 낮은 전도 레벨에 의한 반사 손실 고려해야 함
KBr	40000 ~ 400	1.53	물과 알코올에 용해됨. 에테르(ether)에 약간 용해됨. 열과 물리적 충격에 저항이 상당히 강함. 습기를 흡수함
KRS-5	20000 ~ 250	2.37	부드러운 결정체임. 압력에 깨짐. 염기에는 녹으나 산에는 안 녹음. 독성이 있음
NaCl	40000 ~ 625	1.52	물과 글리세린에 용해되고 알코올에 약간 용해됨. 열과 물리적 충격에 저항이 강함
ZnSe	17000 ~ 720	2.2	물에 용해되지 않음. 산에 약간 용해됨. 화학 침투에 저항이 강함. 적외선 범위에서의 낮은 흡수율 때문에 ATR 작업에 이상적임

II. 장비 운영

- 미지 시료의 적외선 스펙트럼 얻는 전반적인 흐름
 - 분광기를 align 하고 calibrate 하기
 - background 스펙트럼 얻기
 - 시료 데이터 스펙트럼 얻기

1. 사용 방법

■ 컴퓨터 전원 On

■ IR 스펙트로미터 전원 On

※ 특정 모델의 경우, 장비 On 후 레이저 안정화 시간대기

- 검출기가 MCT로 장착된 IR의 경우, 반드시 액체 질소를 채운다. 액체 질소 약 500ml를 채우고 평형에 도달할 때까지 약 20분 대기한다. 평형에 도달하면 약 200ml를 추가로 부어 준다.

※ MCT 검출기는 열적 잡음에 민감하므로 반드시 액체 질소를 충전하여 실험한다.

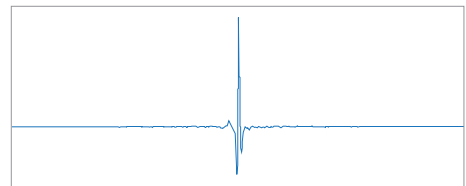
- DTGS, PbSe 등 다른 검출기는 액체 질소가 필요없다.

■ Align & Calibrate

- 장시간 기기를 이용하지 않았거나(12시간이상), 광원이나 빛살 분할기, 검출기 등을 교체했을 때는 반드시 Align이나 Calibration을 시행한다.

- 일반적인 장비의 경우, Set up 버튼을 누른 후 Align 버튼을 클릭하면 Alignment 인터페로그램의 중심부가 나타난다. Peak의 대칭성 및 Y축 신호세기 등 안정화를 확인한다.(너무 미약한 신호세기는 미량 분석에 부적합하다.)

- Calibration 버튼을 눌러 스펙트로미터의 Gain Range 증폭 시스템을 보정한다.



〈Align이 양호한 예시〉

■ Collect a Background(Background 스펙트럼 얻기)

- Background 스펙트럼은 매일 또는 실험 주위 환경이 바뀔 때는 반드시 측정 후 저장하여 해당 실험에 이용한다.

- 측정 전 IR 빛살이 통과하는 시료 장착부가 비었는지 확인한다.
- Rapid Scan 메뉴에서 Background 버튼을 누른다.(일반적인 스캔 횟수는 2ⁿ으로 설정하여 측정한다.)
- Background 스펙트럼이 얻어지면, 저장할 폴더를 지정하여 저장한다.

※ 날짜별로 저장하면, 장기간 지난 후 장비의 감도 및 각 구성품의 노후 정도를 확인할 수 있다.

■ Collect data(시료 스펙트럼 얻기)

- 샘플을 시료부 홀더에 넣는다.
- Rapid-Scan 메뉴에서 Scan 버튼을 누른다.
- 시료 스펙트럼이 나오면, Name에 시료명을 입력 후 Background가 저장되었던 폴더 위치에 저장한다.

※ Scan 방식에 따라 두 종류의 측정 방식이 있다.

- Rapid(or Normal) Scan: 측정 과정 중 변화가 없는 시료 측정 시
- Kinetics Scan: 시간에 따라 변하는 시료 측정 시

■ Data 처리

- 스펙트럼의 Base Line을 평평하게 조절한다.
- 부가적으로 제공된 Search 프로그램을 이용하여 작용기 및 성분 정보를 확인한다.

■ 장비 끄기

- 장시간 기기를 사용하지 않을 경우에는 기기를 Off 한다.
 - File 메뉴에서 Exit 버튼을 누른다.
 - 스펙트로미터 전원을 Off 한다.
 - PC 전원을 Off 한다.

2. 시료 준비

■ 고체 시료

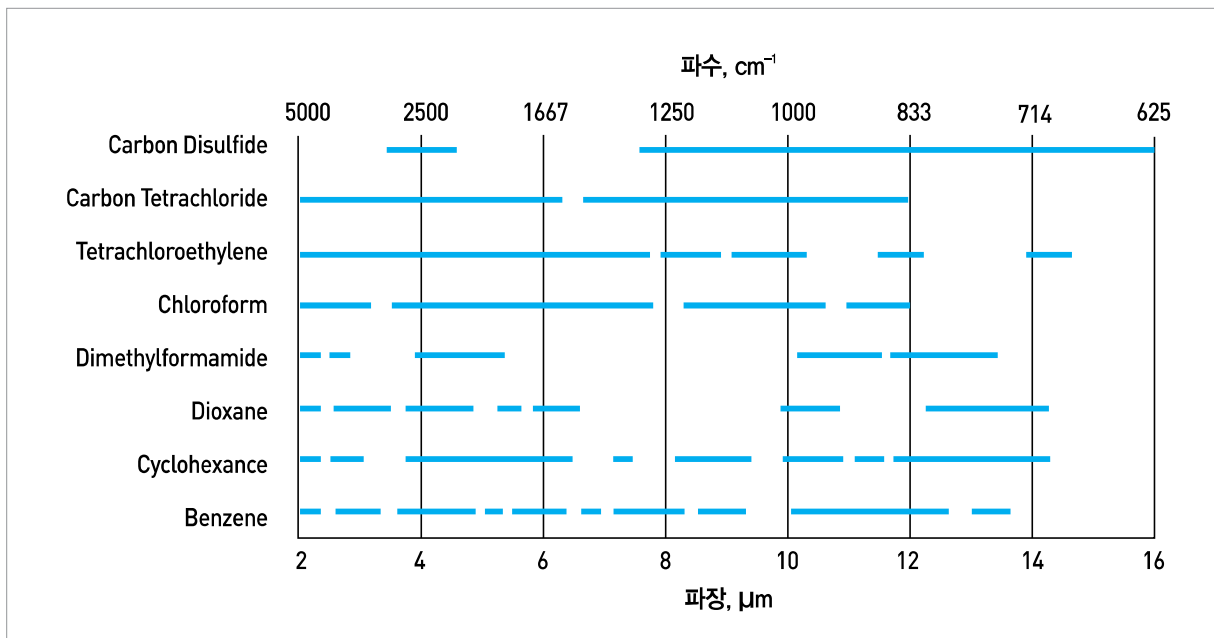
- Pellet법 : KBr 분말 속에 고체 시료를 분산시킨 다음 높은 압력으로 압축하여 Pellet을 만드는 방법으로 제작된 Pellet은 투명하여야 한다.
 - 1) 막자사발에 KBr과 시료를 넣고 혼합한다. (KBr : 시료 = 100 : 1)
 - 시료를 균질하게 곱게 분산하여 가는 것이 중요하다.
 - 2) 혼합물을 압축 틀에서 압축하여 투명한 디스크 모양으로 만든다.
 - 시료 중에 내포되는 공기를 제거하기 위하여 진공 상태에서 디스크를 만들면 더 좋다.
 - 3) 마그네틱 홀더를 이용하여 디스크 Pellet을 기기 광로에 놓는다.

- Mull법 : 고체 시료 준비의 가장 일반적인 방법으로서, Nujol(탄화수소오일)과 같은 광물유에 시료의 미세분말을 분산시키는 방법이다. 모든 고체법에서 생기는 주요 문제는 빛의 산란이 일어난다는 것이지만 시료를 미세분말로 분쇄하여 굴절률이 같은 액체에 분산시키면 산란되는 양을 줄일 수 있다. 다만, 흡수 시료 두께 조절이 잘 안되므로 주의가 요구된다.

- 1) 시료는 막자사발에서 Mull시약과 혼합한다. (Nujol : 시료 = 10 : 1)
- 2) 혼합물을 고온 반죽상태가 될 때까지 갈아준다.
- 3) 반죽상태의 시료 몇 방울을 조립식 흡수판의 중앙 위에 놓고 다른 판으로 덮는다.
- 4) 시료의 두께는 판을 돌리거나 압착하는 정도에 따라 다르다.
 - 고체의 적당한 농도와 흡수 시료의 두께는 시료의 투명도에 의해 결정된다.

■ 액체 시료

- NaCl이나 KBr 등의 Window(적외선을 투과하는 물질) 사이에 스페이서(Spacer) 등을 넣어서 0.01 ~ 0.1mm 정도의 사이 공간을 두어 측정하는 것이 편리하다. 여러 가지 두께의 액체 용기가 시판되어 있다. 창 재질로써 NaCl판은 650cm⁻¹부근까지 KBr판은 400cm⁻¹부근까지 쓸 수 있다. 액체나 고체 시료는 적당한 용매에 녹여서 순수한 액체와 같이 액체 용기로 측정할 수 있다. 용매로는 되도록 적외선 영역에 투과가 좋고 또한 시료를 잘 녹일 수 있는 것이 좋다. 보통 잘 쓰이는 용매에 대하여 사용할 수 있는 범위를 그림에 표시하였다. 수평으로 파랗게 칠한 부분이 적외선 투과가 잘 이루어지는 영역이다.

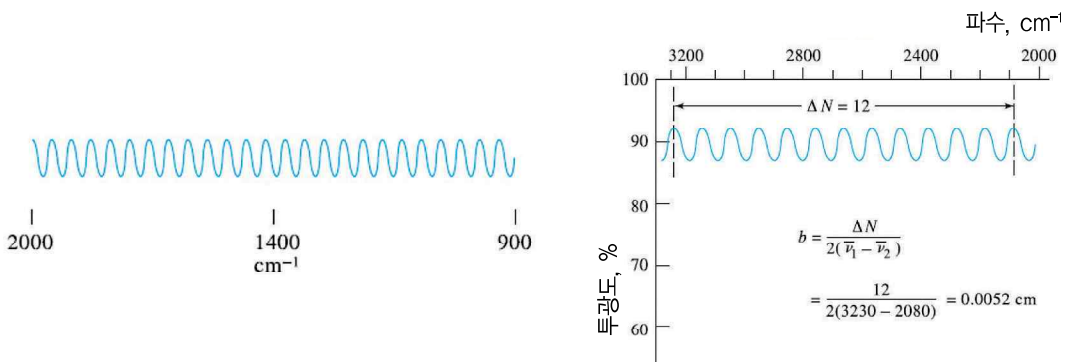
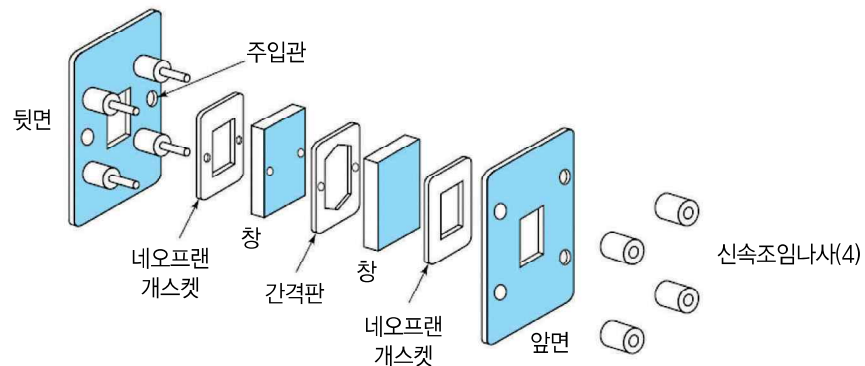


〈용매별 적외선 투과 영역〉

- 물(H₂O) 용매는 적외선 영역에서 폭넓고 강한 흡수가 있는데다가 Window 물질을 녹이기 때문에 특별한 경우 이외에는 쓸 수 없다. 수용액 시료의 흡수스펙트럼은 라만분광법으로 측정하는 것이 편리하다. 용액법에서 대조시료는 순수한 용매를 사용하면 용매의 작은 흡수가 외견상으로 상쇄되므로 편리하다. 또한 용액으로 하면 용질 분자간의 상호작용이 감소되어 흡수 폭이 순수한 액체에서 측정하는 것보다 좁아지므로 근접한 흡수 띠가 쉽게 분리되는 이점이 있다. 그러나 용매의 흡수에 대한 방해나 용매효과 때문에 흡수 피크가 어긋나거나, 흡수세기의 변화로 인한 귀속의 어려움이 있으므로 주의가 필요하다.
- 액상 셀을 이용시, 광로상 길이의 정확한 수치를 알아야 분석 오차를 줄일 수 있다. 빈 용기 Cell을 시료부 홀더에 넣고 스캔한다. 얻어진 스펙트럼의 특정 파장간의 거리를 측정하고 몇 개의 파장이 포함되어 있는지 센 후, 다음의 식에 파수로 대입한다.

$$b = \frac{\Delta N}{2(\bar{\nu}_1 - \bar{\nu}_2)}$$

$\Delta N : \nu_1 \sim \nu_2$ 사이의 간섭무늬 수



〈출처 : Perkin-Elmer Corp., Noewalk, USA〉

〈액체 시료용 IR 셀 및 간섭무늬로부터 광로 상 길이 측정〉

[참고] 액체 시료 실험 시 주의 사항

- 흡수 용기 창면에 손을 대지 말아야 한다. Mull 준비에서와 같이 창을 사용할 때는 끝만 만지거나 장갑을 끼고 취급한다.
- 흡수 용기 창에 대고 숨을 내뿜지 않는다.
- 항온실에서 용기를 꺼내 놓지 말아야 한다.
- 흡습성 액체와 용매를 피해야 한다.
- 흡습성 물질을 사용할 필요가 있는 경우에는 특별히 고안된 용기를 사용한다.
- 수분이 있는 물질은 사용하지 않는다.
- 사용하는 용매의 수분 함량이 최소화된 시약을 선택한다.

3. 데이터 해석

■ 구조분석에 접근은 다음 절차에 따라서 진행하는 것이 도움이 된다.

1) C=O 그룹이 존재 하는가?

- C=O 그룹은 $1820 \sim 1660\text{cm}^{-1}$ 영역에서 강한 흡수를 나타내며, 대부분 중간 폭의 Peak는 스펙트럼에서 가장 강하다.

2) C=O 그룹이 존재한다면? (없다면 3)번으로)

① Acids : O-H 가 존재하는가?

- 넓은 흡수가 $3400 \sim 2400\text{cm}^{-1}$ 부근에서 나타나고 대개 C-H와 겹쳐서 나타난다.

② Amides : N-H 가 존재 하는가?

- 중간 흡수가 3400cm^{-1} 부근에서 나타난다.

③ Esters($\text{R}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{O}-\text{R}$) : C-O가 역시 존재하는가?

- 강한 강도의 흡수가 $1300 \sim 1000\text{cm}^{-1}$ 에서 나타난다.

④ Anhydrides

- 두 개의 C=O 흡수가 $1810, 1760\text{cm}^{-1}$ 에서 나타난다.

⑤ Aldehydes($\text{R}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{H}$) : Aldehyde C-H가 존재 하는가?

- 두 개의 약한 흡수가 Aliphatic 오른쪽 $2850, 2750\text{cm}^{-1}$ 부근에서 나타난다.

⑥ Ketones($\text{R}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{R}$)

- 앞에서 설명한 것이 없으면 Ketone 이라고 생각한다.

3) C=O그룹이 없다면?

- ① Alcohols, Phenols : O-H 에 대한 것을 체크한다.
 - 넓은 흡수가 3400 ~ 3300cm⁻¹ 부근에서 나타난다.
- ② Amines : N-H에 대한 것을 체크한다.
 - 중간 흡수가 3400cm⁻¹ 부근에서 나타난다.
- ③ Ethers(R-O-R) : 1300 ~ 1000cm⁻¹부근에서 흡수가 나타나는지를 체크한다.
 - 이때, 3400cm⁻¹ 부근에서의 흡수는 없다.

4) Double Bond and Aromatic Rings

- C=C는 약한 흡수가 1650cm⁻¹부근에서 나타난다.
- ※ Aromatic Rings은 중간 혹은 강한 흡수가 1600 ~ 1450cm⁻¹ 부근에서 나타난다.

5) Triple Bonds

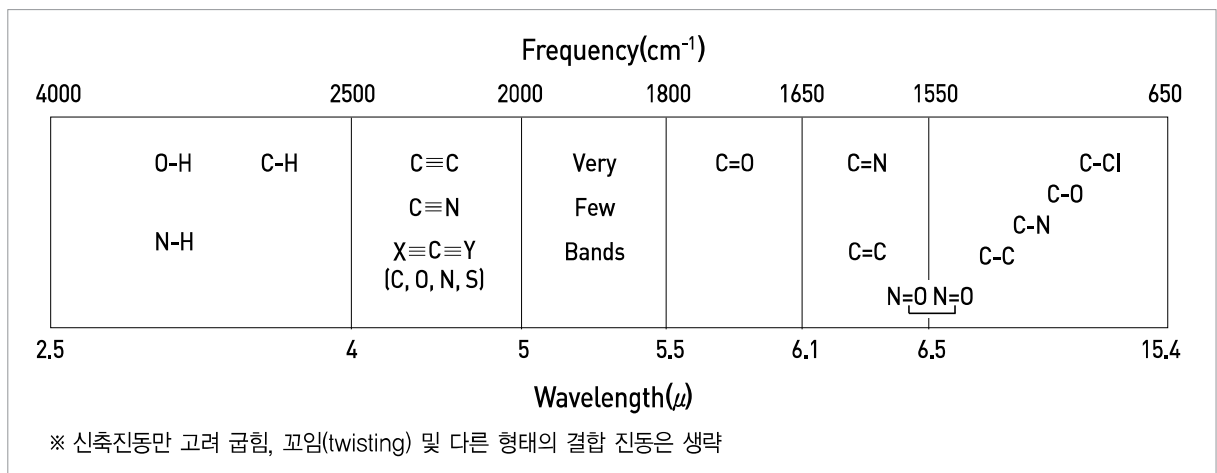
- C≡N은 중간 정도의 날카로운 흡수가 2250cm⁻¹ 부근에서 나타난다.
- C≡C은 약한 정도의 날카로운 흡수가 2150cm⁻¹ 부근에서 나타난다.

6) Nitro Groups

- 두 개의 강한 흡수가 1600 ~ 1530cm⁻¹, 1390 ~ 1300cm⁻¹ 부근에서 나타난다.

7) Hydrocarbons

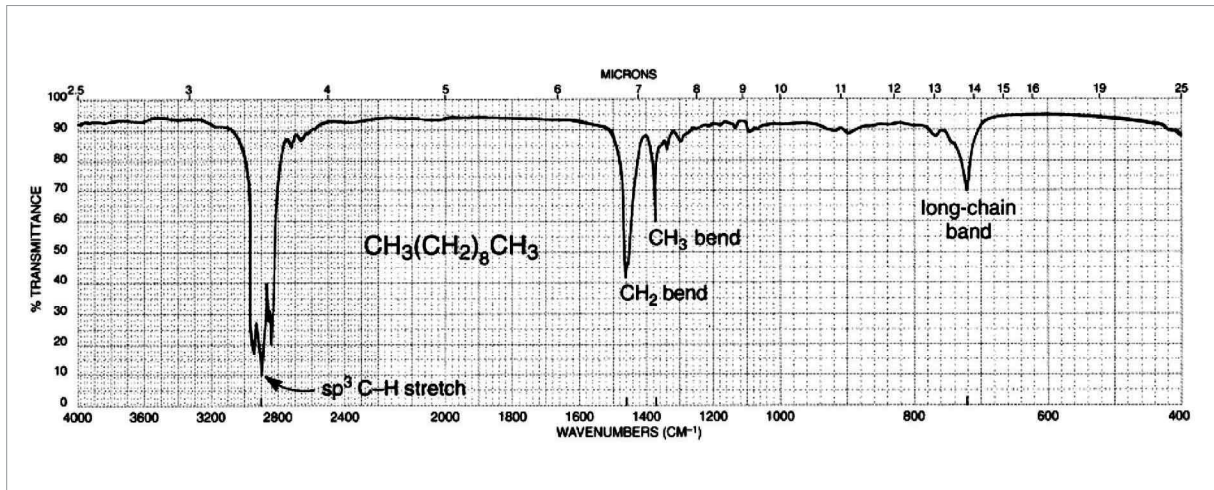
- 앞의 것이 나타나지 않으면 Hydrocarbons이라고 생각한다. C-H의 주된 흡수는 3000cm⁻¹ 부근에서 나타난다. 가장 간단한 흡수는 1460과 1375cm⁻¹ 부근에서 나타나는 유일한 다른 흡수를 가질 경우이다.



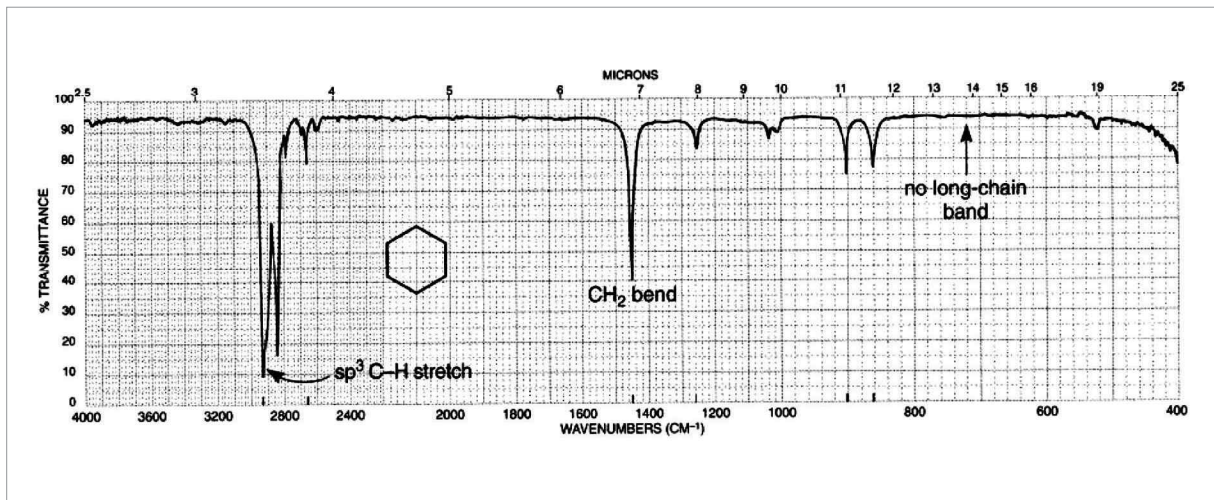
〈일반적인 여러 가지 형태의 결합이 흡수하는 대략적인 영역〉

〈탄화수소 : Alkane 계열 데이터 해석 예시(스펙트럼이 일반적으로 단순)〉

C-H	<ul style="list-style-type: none"> • 신축이 3000cm⁻¹ 주위에서 일어남 • Alkane에서(스트레인이 있는 고리 화합물들 제외), SP³ C-H 흡수는 언제나 3000cm⁻¹ 이하의 진동수에서 일어남 • 화합물에 Vinyl계, 방향족, Acetylene계, Cyclopropyl 수소가 있으면, C-H 흡수는 3000cm⁻¹ 보다 더 큼
CH ₂	<ul style="list-style-type: none"> • Methylene기는 대략 1465cm⁻¹ 근처에서 특징적인 굽힘 흡수를 나타냄
CH ₃	<ul style="list-style-type: none"> • Methyl기는 대략 1375cm⁻¹ 근처에서 특징적인 흡수띠를 나타냄
CH ₂	<ul style="list-style-type: none"> • 열린 사슬에서 네 개 또는 그 이상의 CH₂기와 연관된 굽힘(Bending, 또는 좌우흔들 : Rocking) • 운동은 약 720cm⁻¹에서 일어남(긴 사슬 따라고 함 : Long-Chain Band)



〈Decane의 적외선 스펙트럼〉



〈Cyclohexane의 적외선 스펙트럼〉

〈여러 작용기의 적외선 흡수 스펙트럼 영역〉

	Functional Group	Type of Vibration	Wavenumber[cm ⁻¹]	Intensity
C-H	alkanes	(stretch)	3000 ~ 2850	s
	-CH ₃	(bend)	1450 and 1375	m
	-CH ₂ -	(bend)	1465	m
	alkenes	(stretch)	3100 ~ 3000	m
		(out-of-plane bend)	1000 ~ 650	s
	aromatics	(stretch)	3150 ~ 3050	s
		(out-of-plane bend)	900 ~ 690	s
	alkyne	(stretch)	ca.3300	s
aldehyde		2900 ~ 2800	w	
		2800 ~ 2700	w	
C-C	alkane		Not interpretatively useful	
C=C	alkene		1680 ~ 1600	m-w
	aromatic		1600 and 1475	m-w
C≡C	alkyne		2250 ~ 2100	m-w
C=O	aldehyde		1740 ~ 1720	s
	ketone		1725 ~ 1705	s
	carboxylic acid		1725 ~ 1700	s
	ester		1750 ~ 1730	s
	amide		1680 ~ 1630	s
	anhydride		1810 and 1760	s
	acid chloride		1800	s
C-O	alcohols, ethers, esters, carboxylic acids, anhydrides		1300 ~ 1000	s
O-H	alcohols, phenols			
	free		3650 ~ 3600	m
	H-bonded		3400 ~ 3200	m
	carboxylic acids		3400 ~ 2400	m
N-H	primary, secondary amines amides	(stretch)	3500 ~ 3100	m
		(bend)	1640 ~ 1550	m-s

〈여러 작용기의 적외선 흡수 스펙트럼 영역〉

Functional Group		Type of Vibration	Wavenumber(cm ⁻¹)	Intensity
C-N	amines		1350 ~ 1000	m-s
C=N	imines and oximes		1690 ~ 1640	w-s
C≡N	nitriles		2260 ~ 2240	m
X=C=Y	allenes, ketenes, isocyanates, isothiocyanates		227 ~ 1940	m-s
N=O	nitro (r-no2)		1550 and 1350	s
S-H	mercaptans		2550	w
S=O	sulfoxides		1050	s
	sulfones, sulfonyl chlorides, sulfates		1375 ~ 1300 and	s
	sulfonamides		1350 ~ 1140	
C-X	fluoride		1400 ~ 1000	s
	chloride		785 ~ 540	s
	bromide, iodide		< 667	s+

[참고] 측정항목

- 용액, Pellet, Mull 등 시료의 물리적 상태에 따라 스펙트럼이 변화하므로 데이터 해석 시 주의하여야 한다.
- 시료와 용매의 흡수띠 겹침이 있으며 겹치지 않는 용매를 찾는데 어려움이 있을 수 있다.
- 유기용매나 복잡한 유기물을 분석할 때 C-H 흡수띠 영역이 매우 커져 비슷한 흡수 파수를 가지는 물질 분석이 어려움이 있을 수 있다.
- H₂, Cl₂와 같은 대칭 결합 분자는 적외선을 흡수하지 않으므로 라만분광법(Raman Spectroscopy) 등 다른 분석법이 필요하다.
- 정량분석 시 Beer 법칙에 대한 기기적 편차가 존재한다.

4. 장비 관리 및 작동 시 주의사항

■ 장비 관리 시 주의사항

- 장비 내 Purging
 - 장비내의 주요 구성품이 수분에 약하기 때문에 건조 에어 또는 질소 가스를 상시 흘려주어야 한다.
 - ※ 빛살 분할기는 Si 기판 위에 특정물질(Ge 등)을 도핑해 놓았기 때문에 수분 등에 민감하여 산화될 수 있다.
- 레이저는 On/Off 대기 시간을 지키고, 수명이 있으므로 장시간 미사용시에는 Off 한다.
- KBr, Window 재료 등은 수분에 민감하므로 반드시 데시케이터에 보관하며, 실험용 장갑을 착용하고 취급한다.

■ 작동 시 주의사항

- Warning
 - 교육 내용을 준수하여 사용한다.
 - 문제 발생 시 1차적으로 장비안전관리 요령에 따라 위험요인들을 제거하고, 관리책임자에게 보고 후 지시를 따른다.
- Caution
 - 흡수 용기 창의 면에 손을 대지 말아야 한다.
 - 흡수성 액체와 용매를 피해야 한다.
 - 사용자는 반드시 사용일지 작성 및 기기 이상 유 / 무를 표시한다.
 - 다음 사용자를 위하여 사용 후 정리, 정돈을 한다.

Ⅲ. 장비 관리

1. 장비 점검 요령

■ Signal 점검

- Check Signal은 적외선 Source가 빔스플리터를 지나서 검출기가 검출되는 신호를 말하는데, 이 값은 Interferogram과 Amplitude값으로 확인할 수 있다. 이 신호가 일정값 이상 나오면 장비가 정상적으로 작동되고 샘플측정이 가능한 상태를 말한다. 이 신호가 정상적으로 나타나지 않으면, 적외선 광원의 작동 유무, HeNe Laser의 수명, 빔스플리터의 손상, 검출기의 상태를 확인해야한다. 이 항목들이 문제가 없을 시 장비업체 엔지니어의 방문을 통해 장비의 Alignment나 기타 고장 원인을 찾아서 점검해야 한다.

※ 가장 흔한 문제는 장비와 컴퓨터의 호환문제일 경우가 많은데, 이러한 경우 장비와 컴퓨터를 리셋하면 대체로 해결되는 경우가 많다.

2. 장비 유지보수 요령

■ 수분관리

- 적외선 분광기의 구성품은 주로 반사거울들과 Windows, KBr B/S, Detector로 구성되어 있는데, 장비 내 습기 때문에 손상을 입을 수 있다. 이를 예방하기 위해서 Dry Air나 N₂ Gas를 이용해서 Purge를 시켜주거나, 장비 내 방습제를 주기적으로 교체해 주어야 한다.

■ Source, HeNe Laser and Windows

- 기기의 Source와 HeNe Laser는 수명이 있어서 일정시간이 되면 교체해 주어야 한다. 일반적으로 10,000 시간정도 사용하는데 장비마다 다르기 때문에 미리 구매해서 여분으로 보유하는 것이 좋다.

IV. 장비 활용 분야

■ 분석가능 분야

- 유기 및 무기화합물의 분자구조를 규명한다.
- 미지 화합물의 구조를 분석한다.
- 작용기 검사를 통한 미지시료를 추정한다.
- 반응 속도를 연구한다.

■ 측정 가능 시료

- 유기물, 농약, 의약품, 합성수지, 공업제품, 석유화합물, 천연물, 고분자 화합물 등을 분석한다.
- 고체, 액체, 기체 상태의 유기 및 무기 물질 대부분의 시료를 분석한다.
- 방향족 탄화수소의 혼합물을 분석한다.
- 폴리머 및 플라스틱의 Resin을 확인한다.
- 윤활유의 첨가제를 확인한다.
- 플라스틱 및 페인트의 표면에 있는 불순물을 분석한다.
- HDPE 등 Resin의 산화도를 측정한다.
- Film의 수지 종류 및 성분을 확인한다.
- 용매추출 후 접착제 주제와 경화제를 분석한다.

〈참고문헌〉

박기채 외 6인, “기기분석의 이해 6판”, 2008

문석식 외 2인, “분광학의 이해 3판”, 2007

〈참고사이트〉

Michigan State Univ. Department of Chemistry, <<http://www2.chemistry.msu.edu/faculty/reusch/VirtTxtJml/Spectrpy/InfraRed/infrared.htm>>

위키백과, <http://en.wikipedia.org/wiki/Infrared_detector>

위키백과, <<http://infrared.als.lbl.gov/content/web-links/58-irwindows>>

NFEC PRISM 발간 리스트

■ 본 PRISM의 전문은 NFEC 홈페이지(www.nfec.go.kr)에서 보실 수 있습니다.

순번	구분	제목	발간일
1	POLISSUE 제1호	뇌연구와 영상장비	2008-12-30
2	POLISSUE 제2호	거대과학과 연구시설	2009-10-30
3	POLISSUE 제3호	분석과학과 노벨상	2010-08-30
4	POLISSUE 제4호	대형연구시설의 중요성 및 이슈	2011-11-15
5	POLISSUE 제5호	과학기술인프라의 개념 이해와 정의 및 범위	2012-03-05
6	RESEARCH 제1호	막스플랑크연구협회	2009-09-25
7	RESEARCH 제2호	연구시설구축계획(미국 DOE)	2009-10-12
8	RESEARCH 제3호	2008 연구시설계획(미국 NSF)	2009-10-26
9	RESEARCH 제4호	대형연구시설로드맵 2008(영국 RCUK)	2009-11-16
10	RESEARCH 제5호	연구시설인프라로드맵(유럽 ESFRI)	2009-11-30
11	RESEARCH 제6호	기초과학대형연구시설로드맵(독일 BMBF)	2009-12-14
12	RESEARCH 제7호	인프라가이드북(스웨덴 RC and VINNOVA Sweden)	2009-12-28
13	RESEARCH 제8호	대형연구시설인프라(그리스 GSRT)	2009-12-28
14	RESEARCH 제9호	첨단분석과학 국제비교 2009(일본 JST)	2010-09-10
15	RESEARCH 제10호	주요 선진국의 연구시설·장비 정책동향	2011-03-25
16	INFORMATION 제1호	세계 주요 가속기의 구축 현황	2009-09-25
17	INFORMATION 제2호	세계 3대 연구소의 가속기	2009-10-26
18	INFORMATION 제3호	생명연구자원시설의 현황	2010-07-15
19	INFORMATION 제4호	국내의 주요 연구장비직접시설(국립대학 공동실험실습관)	2010-07-30
20	INFORMATION 제5호	국내의 주요 연구장비직접시설(테크노파크)	2010-10-15
21	INFORMATION 제6호	국내의 주요 연구장비직접시설(지역혁신센터)	2010-10-30
22	INFORMATION 제7호	대형국제연구시설 구축의 이슈와 대안(OECD)	2011-04-26
23	INFORMATION 제8호	대형연구시설 매뉴얼	2011-05-17
24	STATISTICS 제1호	25대 핵심연구장비	2010-06-30
25	STATISTICS 제2호	핵자기공명분광기의 구축 현황	2011-08-01
26	STATISTICS 제3호	국가연구시설장비의 투자 현황(2005~2010)	2011-11-30
27	STATISTICS 제4호	2010년도 부처별 연구시설·장비의 투자 현황	2011-11-30
28	STATISTICS 제5호	2010년도 연구과제 수행주체별 연구시설·장비의 투자 현황	2011-11-30
29	STATISTICS 제6호	국가연구시설장비의 활용 현황(2005~2010)	2011-11-30
30	STATISTICS 제7호	2010년도 부처별 연구시설·장비의 활용 현황	2011-11-30

순번	구분	제목	발간일
31	STATISTICS 제8호	2010년도 연구과제 수행주체별 연구시설·장비의 활용 현황	2011-11-30
32	STATISTICS 제9호	교과부와 지경부의 연구시설·장비 투자 현황 비교·분석	2012-05-30
33	STATISTICS 제10호	최근 3년간 BT분야 연구시설·장비의 투자 현황 분석	2012-06-29
34	STATISTICS 제11호	최근 3년간 NT분야 연구시설·장비의 투자 현황 분석	2012-06-29
35	STATISTICS 제12호	최근 3년간 ET분야 연구시설·장비의 투자 현황 분석	2012-07-31
36	MANUAL 제1호	연구시설·장비의 정의 및 범위(개정판)	2010-12-27
37	MANUAL 제2호	연구시설·장비의 표준분류체계	2010-12-27
38	MANUAL 제3호	「국가연구시설장비 관리 표준지침」이행권고(부처 및 연구관리 전문기관용)	2011-06-10
39	MANUAL 제4호	「국가연구시설장비 관리 표준지침」이행권고(연구기관용)	2011-06-21
40	MANUAL 제5호	연구장비도입 심사평가단 표준양식	2011-07-01
41	MANUAL 제6호	자기장 사용 안전 매뉴얼	2011-07-01
42	MANUAL 제7호	연구장비 관세감면 제도	2011-09-20
43	MANUAL 제8호	투과전자현미경(TEM)의 이해	2012-07-26
44	MANUAL 제9호	주사전자현미경(SEM)의 이해	2012-07-26
45	MANUAL 제10호	가스크로마토그래피(GC)의 이해	2012-08-10
46	MANUAL 제11호	원자흡광분광기(AAS)의 이해	2012-08-10

NFEC PRISM은 연구시설·장비 관련 다양한 정보를 제공하기 위하여 국가연구시설장비진흥센터(NFEC)가 발행하는 5종의 발간보고서입니다.

POLISSUE

정책이슈보고서

RESEARCH

조사연구보고서

INFORMATION

동향정보보고서

STATISTICS

통계분석보고서

MANUAL

표준지침보고서



PRISM

M A N U A L



www.nfec.go.kr