

PerkinElmer LAS (Germany) GmbH Ferdinand-Porsche-Ring 17 63110 Rodgau



PerkinElmer Spotlight 400 System – ATR Imaging



In wenigen Schritten von der Probe zum Ergebnis

Version 1.0 Stand Oktober 2014

Claudia Ries, Applikation Materialcharakterisierung



ATR-Imaging – Datenaufnahme & Datenauswertung

Wichtig für die Aufnahme aussagekräftiger Spektren ist eine glatte und ebene Oberfläche der Proben, die einen optimalen Kontakt zwischen Probe und ATR-Imaging-Kristall zulässt. Die Probenhöhe ist auf 9mm limitiert.

Weitere Informationen und ausführlichere Darstellung sind in dem Dokument Leitfaden zu SpectrumIMAGE oder in der Onlinehilfe von Spectrum IMAGE zu finden.

Datenaufnahme

Die Parameter zur Aufnahme des Images müssen bereits vorher für die Untergrundaufnahme verwendet werden. Die Untergrundaufnahme erfolgt "in Luft", ohne Kontakt zwischen dem Kristall und dem Probenteller!



Probentischsteuerung: Scan – ATR-Untergrund aufnehmen

Fakten zur Datenaufnahme (Scanparameter: Auflösung 16cm⁻¹, Scan pr Pixel 2):

Pixelgröße 6.25μm, 400x400μm ergibt 4000 Spektren, Datenaufnahme etwa 2 Minuten Pixelgröße 1.56μm, 400x400μm ergibt 65000 Spektren, Datenaufnahme etwa 15 Minuten





Imageaufnahme einer Probe

Das Messprozedere mit ATR-Imaging wird über einen geführten Wizard in der Software Schritt für Schritt angeleitet.

Probentischsteuerung: Scan – ATR-Image aufnehmen

Der *Experimentname* ist der spätere Dateiname, der entsprechende Pfad zur Speicherung kann über *Ändern* ausgewählt werden.

| ATR Imaging Wizard | Assistent für die Datenaufnahme im ATR- Modus |
|---|---|
| Probeninformationen Automatische | Dieser Assistent hilft in bei der Aufnahme eines ATR-Images Ihrer Probe |
| Bearbeitung Geraf für die Probenaufbringung vorbereiten Probenaufbringung und -befestigung überprüfen Einstellungen für die Datenaufmanne | Bite geben Sie einige Informationen zu dem ATR-Image an: Experimentname: Default Dateiname: Andern Kommentar: |
| | l Bitte wählen Sie Weiter um fortzufahren. |

Für die Imageaufnahme können Parameter für eine automatische Spektrenbearbeitung ausgewählt werden

| ATR Imaging Wizard | Spektren nach Aufnahme sofort bearbeiten |
|--|---|
| Probeninformationen <u>Automatische Bearbeitung</u> Gerätlinf die Probenaufbringung und -befestigung Fokussierung überprüfen Einstellungen bir die Datenaufmingung | Möchlen Sie die aufgenommenen Daten automatisch bearbeiten lassen? C ATR-Kristal-Image subtrahieren Image-Date: None Auswählen Neues ATR-Kristal-Image aufnehmen C Grundlinienkorrektur C keine automatische Bearbeitung durchführen Assistent für die Probenaufbringung übergehen Um fortzufahren, wählen Sie bitte Weitter. |
| | < <u>Z</u> urück <u>W</u> eiter > Abbrechen |

• Kristall Image

Bild des sauberen Kristalls, Differenz zum Probenbild um Störbanden des Kristalls zu vermeiden (für jede Auflösung ist ein neues Image notwendig); ist für eine Messung nicht grundlegend notwendig

o Grundlinienkorrektur

Automatische Basislinienkorrektur, die auf alle Spektren des Images angewendet wird (kann alternativ auch nach der Datenaufnahme angewendet werden: *Prozesse – Grundlinienkorrektur*)





Weitere Schritte zur Probenplatzierung und Auswahl des Messpunktes werden Schritt für Schritt über einen Wizard in der Software vorgestellt.





Nach der Probenplatzierung wird auf die Kristallmarkierung fokussiert, um zu gewährleisten, dass sich die Probe optimal im Fokus des ATR-Kristalls befindet, wie im visuellen Bild definiert.





Im letzten Schritt werden die Messparameter sowie die Größe des Images ausgewählt.

| Assistent für die ATR-Image Aufn | ahme 💌 | | | |
|--|--|--|--|--|
| | Einstellungen für das ATR-Image | | | |
| ATR Imaging Wizard | Bitte wählen Sie geeignete Einstellungen 80% | | | |
| Probeninformationen | | | | |
| Automatische Bearbeitung | Auflösung: 16 💌 cm ⁻¹ | | | |
| Gerät für die | Scans pro Pixel: 2 | | | |
| Probenaufbringung vorbereiten | Spiegelgeschw.: 1.0 rm/s | | | |
| Probenaufbringung und | Scan von: 4000 cm ⁻¹ | | | |
| -befestigung Eckussierung | Scan bis: 690 cm ⁻¹ | | | |
| überprüfen | Pixelaröße: C 1.56um @ 6.25um | | | |
| Einstellungen für die Datenaufnehme | Probengröße: 100 💌 x 100 💌 µm | | | |
| | geschätzte Dateigröße: 0.5 MB | | | |
| | geschätzte Dauer: 0.4 min | | | |
| | Energie anzeigen | | | |
| Wählen Sie bitte Beenden, um den Probentisch zur Entwesierung auf die Probe enzuhehen und die | | | | |
| | Datenaufnahme zu beginnen. | | | |
| | < Zurück <u>F</u> ertigstellen Abbrechen | | | |

Auswertung

Anzeige von Spektren

An Einzelpunkt von Interesse mit rechter Maus "Spektrum zeigen" oder einen Bereich von Interesse markieren und "Mittelwertspektrum zeigen". Die Position wird durch eine Markierung gekennzeichnet, welche beliebig verschoben werden kann um Spektren an anderen Messpunkten anzuzeigen. Es können beliebig viele Spektren oder Mittelwertspektren aus einem Image extrahiert werden.









Alle extrahierten Spektren können über "drag & drop" nach Spectrum10 kopiert werden, um dort weitere Spektrenbearbeitung oder Auswertung durchzuführen. Die extrahierten Spektren können auch über *Datei – Speichern unter* als *.sp-File abgespeichert werden.



Prozesse zur Auswertung



Atmosphärenkorrektur

Vermindern der Wasserdampf- und CO₂-Absorption in allen aufgenommenen Spektren des Images (AVC läuft bei Imageaufnahme aufgrund der Datenmenge nicht automatisch ab)

Rauschen vermindern

Vermindern des Rauschens in allen aufgenommen Spektren

Struktur anzeigen

Automatische Auswertefunktion zur Analyse der chemischen Komponenten und ihrer Verteilung im Image (Hauptkomponentenanalyse); eine Spezies von IR-Spektren wird mit einer Farbe dargestellt, dadurch ist eine direkte Aussage über die Anwesenheit differenzierbarer Komponenten und die Verteilung der verschiedenen Komponenten möglich





In der Ebenenverwaltung (*Ansicht – Ebenenverwaltung*) können die Parameter für die graphische Darstellung der Strukturverteilung bearbeitet werden.

Ansicht überlagern zeigt die Verteilung aller ausgewählten Ebenen. Ebenen können über verbergen aktiviert oder deaktiviert(h in der Auflistung) werden. Die farbliche Darstellung kann individuell angepasst werden

| ĺ | Ebenverwaltung - Durchschn. Ext.(ATRImage) |
|--|---|
| Durchschn. Ext.(ATRImage) Datei Bearbeiten Ansicht Prozesse Gehe Zu Hilfe | Ansicht © einzeln © überlagern o auswählend Überlappungen: Average |
| | Ebenenliste h master Gewichtung1.imp Hoch Gewichtung2.imp E Gewichtung3.imp E h Gewichtung5.imp m Gewichtung5.imp |
| | Ebene Ordinatenskalierung (Z) Name: Gewichtung 1.imp Farbe: Red Gewichtungen für den Faktor 1 von 4000 |
| -150.0 -100 0 100 150.0 Mikrometer | Maske Helligkeit: Grenzwert: invertieren 0,0932 durchsichtig Min: Max: • keine Maske |
| | OK Abbrechen Hilfe |

Ansicht einzeln zeigt die Verteilung einzelner Ebenen und damit einzelner Strukturen.

| | Ebenverwaltung - Durchschn. Ext.(ATRImage) |
|---|--|
| Lurchschn. Ext. (ATRImage) Datei Bearbeiten Ansicht Prozesse Gehe Zu Hilf | Ansicht i einzeln i überlagern i auswählend Überlappungen: Average |
| | Ebenenliste h master Gewichtung Limp Hoch Einfügen |
| 100 _ | Gewichtung2.imp Gewichtung3.imp h Gewichtung4.imp b Cowichtung5 imp |
| | h Gewichtung5.imp h Gewichtung7.imp h Gewichtung7.imp h Gewichtung8.imp r verbergen |
| -50 _ | Ebene Ordinatenskalierung (Z) Name: Gewichtung 1.imp IV Autoskalierung |
| -100 _ | Farbe: Red Kontrast: Gewichtungen für den Faktor 1 von 4000 Image: Contrast in the second sec |
| -150,0 -100 0 100 150,0 Mikrometer | Maske Heliigkeit: |
| | 0,0932 durchsichtig Min: Max; ✓ ► keine Maske -0,0074 1,0000 |
| | OK Abbrechen Hilfe |



Ansicht – auswählend gibt zusätzlich eine Information über den Anteil einer Komponente.



Imagedateien können als *.fsm-File abgespeichert werden.

Alle Darstellungen der Rohdaten oder grafischen Auswertungen können über *Bearbeiten – kopieren* als Grafik zum in Beispiel MS Office Dokumenten eingefügt werden.