

Tecnica analitica: **spettroscopia infrarossa in trasformata di Fourier (FTIR)**

Campionamento e tipo di analisi: adatta alla determinazione qualitativa e semiquantitativa di composti organici e inorganici in campioni liquidi o solidi. I campioni non richiedono particolari tipi di pretrattamento chimico; i solidi vanno macinati per rendere la loro granulometria fine e omogenea; i liquidi possono essere analizzati tal quali. Analisi microinvasiva e microdistruttiva. Questa tecnica non è adatta all'analisi di soluzioni acquose.

Principio di funzionamento: il campione viene depositato in film sottile su una superficie trasparente alla radiazione infrarossa (ad esempio la cella di diamante, o dischi di NaCl o KBr). La spettroscopia FTIR si basa sull'interazione tra una radiazione elettromagnetica e la materia. In una sostanza attraversata dalla radiazione infrarossa si verificano assorbimenti e quindi transizioni tra livelli energetici vibrazionali; si considerano quindi i moti vibrazionali delle molecole (vibrazioni di stiramento e di deformazione).

Procedura analitica adottata per i campioni di unguenti antichi: il campione viene prelevato con una punta in acciaio e depositato sulla superficie in diamante di una cella a compressione per analisi in trasmissione.

Strumentazione e condizioni sperimentali adottate: Spettrofotometro FTIR Thermo Nicolet 6700 con detector DTGS tra $4000-400\text{ cm}^{-1}$, accoppiato con un microscopio FTIR Thermo Nicolet Contin•m con detector MCT tra $4000-600\text{ cm}^{-1}$; Accessori: micro-ATR con cristallo in Ge e cella di compressione in diamante.

Condizioni di acquisizione degli spettri:

- per le analisi in trasmissione (pastiglia di KBr): 64 scansioni per il campione e 64 scansioni per il background
- per le analisi in trasmissione in cella di diamante (μ -FTIR): 128 scansioni per il campione e 128 scansioni per il background

Informazioni ottenibili: L'analisi FTIR permette di riconoscere i gruppi funzionali presenti all'interno delle molecole, sia organiche (ad esempio i gruppi CH_2 , $\text{C}=\text{O}$, ecc.), sia inorganiche (carbonati, solfati, ecc.). La caratterizzazione viene effettuata sia per confronto con gli spettri presenti nelle banche dati (digitali e/o cartacee), sia andando ad attribuire ciascun picco alla vibrazione di uno specifico gruppo funzionale.

Per quanto riguarda le analisi di sostanze organiche naturali (oli, gomme, cere, ecc.) la tecnica FTIR permette la distinzione delle diverse classi di composti, ma non la distinzione delle singole sostanze (es. non permette di distinguere i diversi oli tra loro).

Esempio di analisi: Spettro μ -FTIR di un campione dell'unguento etichettato come “*ung. colophonie*” da Museo Aboca (San Sepolcro, Arezzo) n. inventario 50017 (XVIII secolo), ottenuto in cella di diamante.

Lo spettro è quello caratteristico di un olio, con i segnali dello stretching dei CH_2 delle catene degli acidi grassi a $2918\text{-}2850\text{ cm}^{-1}$. Il picco del carbonile a è tipico di un olio invecchiato a lungo: si presenta infatti sdoppiato (1736 cm^{-1} e 1709 cm^{-1}), ad indicare che è presente sia un legame estereo sia un legame acido. La presenza di un doppio picco a $729\text{-}720\text{ cm}^{-1}$ è indice che il campione contiene anche cera d'api.

