

Agilent 4500 系列 FTIR

操作手册



声明

© Agilent Technologies, Inc. 2008–2013, 2017, 2024

根据美国和国际版权法，未经 Agilent Technologies, Inc. 事先许可和书面同意，不得以任何形式或通过任何方法（包括电子存储和检索以及翻译成其他语言）复制本手册的任何部分。

手册部件号

0021-401

版本

2024 年 12 月，第 11 版

Agilent Technologies Australia [M]
Pty Ltd

679 Springvale Road

Mulgrave, VIC, 3170, Australia

www.agilent.com

保修

本档所含资料“按原样”提供，在以后的版本中若有更改，恕不另行通知。此外，在适用的法律所允许的最大范围内，Agilent 对与此手册相关的内容及其中所含的信息不作任何明示或默示的保证，包括但不限于为特定目的的适销性和适用性所作的默示保证。Agilent 对提供、使用或应用本文档及其包含的任何信息所引起的错误或偶发或必然损坏概不负责。如果 Agilent 与用户之间单独签定的书面协议中所含的保证条款与本文档中的条款冲突，则应以单独协议中的保证条款为准。

技术许可证

本档中描述的硬件或软件是根据许可证提供的，其使用或复制必须符合此类许可证的有关条款。

限制性权利的说明

如果软件在美国政府的项目主合同和转包合同中使用，则所交付并许可使用的软件是 DFAR 252.227-7014（1995 年 6 月）中定义的“商用计算机软件”，或 FAR 2.101(a) 中定义的“商用品”，或 FAR 52.227-19（1987 年 6 月）或任何同等机构法规或合同条款中定义的“限制性计算机软件”。本软件的使用、复制或公布受 Agilent Technologies 标准商用许可条款的限制，非国防部 (DOD) 机构和美国政府机构所受限制以 FAR 52.227-19(c)(1-2)（1987 年 6 月）中定义的“限制性权利”为准。美国政府用户所受限制以 FAR 52.227-14（1987 年 6 月）或 DFAR 252.227-7015 (b)(2)（1995 年 11 月）中定义的“限制性权利”为准，该条款适用于任何技术数据。

安全声明

小心

注意声明表示存在危险。它提醒用户注意某一操作过程、操作方法或类似情况。如果不能正确执行或遵守规则，则可能对产品造成损坏或丢失重要数据。在完全理解和满足所指出的注意声明条件之前，不要继续下一步。

警告

“警告”声明表示存在危险。它提醒用户注意某一操作过程、操作方法或类似情况。如果不能正确执行或遵守规则，则可能造成人身伤害或死亡。在完全理解和满足所指出的“警告”声明条件之前，不要继续下一步。

目录

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | 简介 | 5 |
| 2 | 使用入门 | 7 |
| | 打开包装箱 | 7 |
| | Agilent 4500t FTIR 包装清单 | 7 |
| | Agilent 4500a FTIR 包装清单 | 8 |
| | Agilent 4500 Dialpath 液体分析附件 FTIR 包装清单 | 8 |
| | 连接电源 | 9 |
| | 电源线选择 | 11 |
| | 打开仪器 | 12 |
| | 电源开关 LED 指示灯状态 | 12 |
| | 启动软件 | 12 |
| | 性能验证 | 13 |
| | 诊断值 | 13 |
| | 性能验证 | 14 |
| 3 | 分析样品 | 15 |
| | 通过 Agilent 4500t FTIR 分析润滑油样品 | 15 |
| | 清洁 TumbIIR 液体分析附件 | 16 |
| | 采集背景光谱 | 17 |
| | 测量样品 | 17 |
| | Agilent 4500t FTIR (带 TumbIIR 液体分析附件) | 18 |
| | 清洁附件 | 19 |
| | 采集背景光谱 | 19 |
| | 测量液状样品 | 20 |
| | Agilent 4500a FTIR (带 ATR) | 21 |
| | 清洁附件 | 23 |
| | 采集背景光谱 | 23 |
| | 采集样品光谱 | 24 |
| | Agilent 4500 Dialpath 液体分析附件 FTIR | 25 |

目录

| | | |
|----------|--------------------|-----------|
| | 清洁 Dialpath 液体分析附件 | 27 |
| | 采集背景光谱 | 28 |
| | 测量液状样品 | 28 |
| 4 | 备件 | 31 |
| 5 | 规格和安全信息 | 33 |
| | 规格 | 33 |
| | 安全信息 | 33 |
| | 环境条件 | 34 |

Agilent 4500 系列 FTIR 仪器是体积小巧的中红外区域光谱仪平台，专门为在实验室环境外进行便携现场化学分析设计的。该系统体积小巧（21.6 x 29.2 x 19.1 厘米；8.5 x 11.5 x 7.5 英寸），重量轻（6.8 千克；15 磅），装在抗风化的机箱中，适合室外使用。它们附带标准的内置电池电源，操作时间长达 4 小时，如果使用 110/220 伏交流电源，则操作时间更长。

警告**火灾危险**

4500 系列 FTIR 系统本身不是安全的。该系统只能在针对易燃材料进行了测试的环境中使用。如果不按本手册指定的方式使用设备，则会降低设备自身的保护功能。

4500 系列 FTIR 仪器使用著名的傅立叶变换红外 (FTIR) 光谱的技术，这是目前用于有机化合物定性和定量的最先进技术。FTIR 使用红外 (IR) 光源穿过样品，到达检测器，该检测器将精确测量被样品吸收的光量。这种光吸收可产生唯一的光谱指纹，可用于识别样品的分子结构，并确定混合物中某种特定化合物的数量。

Agilent FTIR 光谱仪系统的核心是获得专利的迈克尔逊干涉仪设计，它安装在消震机制上，以防止组件在野外受到撞击和震动而损坏。此专利设计是使 FTIR 技术具有体积小巧、重量轻、功能强大和现场便携等特点的关键。

4500 FTIR 系统提供各种不同的采样配置，以用于分析各种液体、粉末、糊状物和胶状物。4500 FTIR 系统各种配置的最佳应用包括：

- **Agilent 4500t FTIR TumbIR 液体分析附件系统：**用于在环境条件下对液体进行快速化学分析。Agilent 4500t FTIR 是一个基于 TumbIR 液体分析附件附件的仪器，专为进行现场油品分析而设计。此系统是进行柴油发电机、风力发电场、近海应用或海洋应用的油品分析的理想工具。
- **Agilent 4500a FTIR ATR 系统：**用于对液体、粉末、糊状物和胶状物进行化学分析。衰减全反射 (ATR) 系统有单次衰减全反射（最常用）或三次衰减全反射。
- **Agilent 4500 Dialpath 液体分析附件 FTIR** 用于在需要多个光程长度的环境条件下对液体进行快速化学分析。

所有系统都装有直观、易用的软件用户界面，不需要进行专门的技术培训即可使用。通过按下按钮，系统将提供有关某种材料中存在的化学物质的标识和数量的有用信息。

本页留为空白。

2

使用入门

| | |
|-------|----|
| 打开包装箱 | 7 |
| 连接电源 | 9 |
| 打开仪器 | 12 |
| 启动软件 | 12 |
| 性能验证 | 13 |

打开包装箱

打开光谱仪系统包装箱：

- 1 在收到 Agilent 4500 系列 FTIR 后，不要立即打开装运容器。而是将运达的货物放在室温环境下数小时，使容器内的物品达到室温。这是为了避免在初始设置和安装过程之前，组件发生不必要的凝结。
- 2 装运箱应包含下面列出的物品。仔细检查装运箱，确保所有物品都从装运包装箱中取出。还应确保下面列出的包装清单中的所有物品在运达时没有损坏，并且工作状态良好。如果装运箱中缺少任何物品或有物品损坏，请立即联系 Agilent。

注意

请保留所有原始的包装材料，以便以后用于存放、运送和运输此系统。

- 3 从装运箱中取出 4500 系列 FTIR 系统，将其放在平坦稳固的表面。仪器必须远离热表面和任何电磁干扰源。

PC 键盘和鼠标的放置应符合人体工程学原理，以确保舒适操作。

Agilent 4500t FTIR 包装清单

- 一个 Agilent 4500t FTIR 中红外光谱仪系统，包括TumbIIIR液体分析附件
- 一本 Agilent 4500 系列 FTIR 操作手册
- 一根电源线
- 一张安装盘
- 一个装运容器

使用入门

选件

虽然光谱仪系统附带上述标准物品，但可以使用一些选件，包括：

- 笔记本电脑
- 表面活性剂套件
- 额外的电线

Agilent 4500a FTIR 包装清单

- 一个 Agilent 4500a FTIR 中红外光谱仪系统，包括适用的采样附件
- 一本 Agilent 4500 系列 FTIR 操作手册
- 一根电源线
- 一张安装盘
- 一个装运容器

选件

虽然光谱仪系统附带上述标准物品，但可以使用一些选件，包括：

- 笔记本电脑
- 单次衰减全反射 ATR（包括样品压头）
- 多次反射 ATR
- 额外的电线

Agilent 4500 Dialpath 液体分析附件 FTIR 包装清单

- 一个 Agilent 4500t Dialpath 液体分析附件 FTIR 中红外光谱仪系统，包括 Dialpath 液体分析附件附件
- 一本 Agilent 4500 系列 FTIR 操作手册
- 一根电源线
- 一张安装盘
- 一个装运容器

选件

虽然光谱仪系统附带上述标准物品，但可以使用一些选件，包括：

- 笔记本电脑
- 额外的电线

连接电源

将电源连接到光谱仪系统：

- 1 在将电源线连接到电源之前，取下接头盖，然后将提供的电源线副接头插入光谱仪系统左侧的电源插口。
- 2 将电源线的另一端连接到电源。系统附带有适合您所在地区的电源。如果不在野外使用系统，则将其插入本地交流电源，以确保电池组充满电（请参见图1）。



图 1.连接电源线

小心

为了防止发生任何电源启动损坏或任何问题，请先将电源线连接到光谱仪系统，然后再连接到电源插座。

小心

为了避免由于电涌或电源发生故障而损坏系统，请始终在电源插座源和系统电源线之间使用 UL 认证的电涌保护带。

小心

所有电源线必须远离高交通区域。如果对电源线连接施加过度拉力，系统可能会对仪器或适配器造成损坏。

连接了交流电源后，4500 FTIR 左侧电源和 USB 接头旁边的电源按钮将显示稳定的红色。这表示电池组正在充电，但仪器是关闭的。

注意

4500t FTIR 包含 RRC 锂离子可充电电池组。Agilent 在 4500t 系统出厂前已对其充满了电，但在不使用系统时，还是要将其插入电源插座。4500t 电池寿命在连续使用条件下约为 3.5 小时。建议在打开仪器电源之前，在初始设置时对电池组重新充电。

使用入门

RRC 锂离子可充电电池组规格:

- 容量 (额定值) : 9220 毫安时
- 额定电压: 10.8 伏
- 能量: 99.60 瓦时
- 尺寸: 149 x 89 x 19.7 毫米
(5.8 x 3.5 x 0.78 英寸)
- 重量: 505 克 (1.1 磅)

电池操作规格:

- 操作电压: 8.55 至 12.55 伏
- 充电电压: 12.40 至 12.55 伏
- 截止电压: 8.55 至 12.55 伏
- 温度范围
 - 放电: -20 至 60°C (-4 至 140°F)
 - 充电: 0 至 45°C (32 至 113°F)
- 最大放电电流 (连续) : 10 安
- 最大充电电流: 6.2 安

电源线选择

可以使用下列电源插头：

如需更换电源线，请只使用与随机电源线等级相当的电源线。

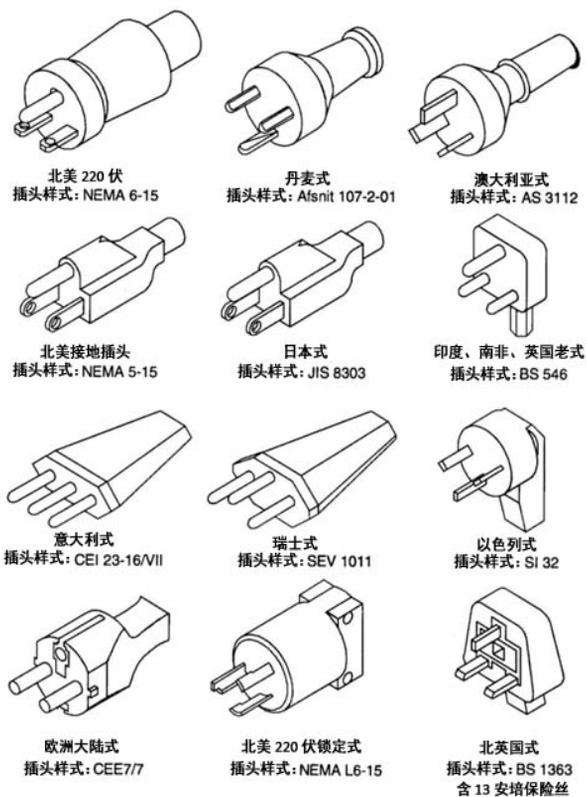


图 2.适用的电源线

打开仪器

打开仪器：

- 1 按下 4500 系列 FTIR 系统的电源按钮并保持两 (2) 秒。开始时，指示灯将在红色和绿色之间闪烁，这时正在加载固件。此过程不会超过 30 秒。当 LED 指示灯显示稳定的绿色时，表明可以使用仪器了。
- 2 光谱仪必须先预热 5 分钟，然后才能开始进行可靠的分析。

完成使用仪器后，再次按下绿色电源按钮以关闭系统。LED 指示灯将变为红色。

电源开关 LED 指示灯状态

电源按钮包含一个双色 LED 指示灯。LED 指示灯显示的颜色可指示系统的状态。下表列出 LED 指示灯的颜色以及仪器状态。

表 1. 电源开关 LED 指示灯状态

| 状态 | LED 指示灯颜色 | 操作 (百分比 %) |
|----------|------------|-----------------------|
| 系统关闭 | LED 指示灯未点亮 | 不适用 |
| 系统关闭 | 红色 | 100% |
| 系统启动 | 红色/绿色 | 绿色点亮 0.5 秒/红色点亮 0.5 秒 |
| 系统打开 | 绿色 | 100% |
| 电池电量低 | 绿色 | 50% (0.5 秒亮/0.5 秒灭) |
| 电池电量严重不足 | 红色 | 50% (0.5 秒亮/0.5 秒灭) |
| 电池电量耗尽 | LED 指示灯未点亮 | 不适用 |
| 固件更新 | 红色/绿色 | 绿色快速闪烁两次，然后红色快速闪烁两次 |

小心

电源按钮是一个瞬时开关，可避免电源意外关闭。要打开或关闭系统，应按住按钮两 (2) 秒钟。

启动软件

有关首次软件登录和用户管理的详细说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。

有关向系统添加用户以及其他首次软件设置过程的更多说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。

性能验证

4500 系列 FTIR 光谱仪系统已在出厂时进行了全面测试，因此不需要执行任何校准步骤。然而，建议在开始时进行性能测试，以确保仪器正常运行。要运行并解释性能测试，请参考《MicroLab 软件操作手册》。性能测试将测量仪器的能量级别（基于干涉电压或高度）。绿色圆圈表示性能测试为正常，可以分析样品。黄色或红色圆圈表示仪器超出了出厂时定义的操作范围。这些参数列在“Advanced Features”（高级功能）软件页面中。

注意

如果软件屏幕顶部的圆圈是黄色或红色，请联系 Agilent 技术支持以获得帮助。

与任何测量设备一样，在使用系统进行关键测量之前，必须验证 4500 系列 FTIR 仪器能够正常操作。仪器提供诊断值和性能验证测试以验证系统的性能。诊断值为仪器功能提供了易于理解的快速评估方法。如果仪器不能正常运行，则说明其中一个诊断值超出了规格。通常，如果诊断值超出规格，仪器不允许采集数据。性能验证测试将测量仪器的工作状态，是一系列较长、较复杂的测试。“Performance validation”（性能验证）下方列出的测试可检查仪器的灵敏度（性能）、稳定性和频率精度（激光校准）。

每个行业对仪器验证有不同的要求。一般情况下，应每日或每周检查一次诊断值。如果诊断值明显超出规格，仪器将不会进行数据采集，因此好的做法是，验证仪器是否能够正常工作。应每季度或每半年进行一次性能验证。规范度较高的行业可能要求每月进行一次性能验证，具体取决于仪器的使用情况。性能验证将验证仪器测量有效数据的能力的主要方面。如果性能验证测试在规格范围内成功完成，则仪器应该可提供能够较好地与为 4500 系列 FTIR 光谱仪开发的方法结合使用的数据。然而，对于任何仪器而言，通常可通过将已知样品与特定于该样品的方法结合运行来验证结果。

诊断值

下列值也可以在 MicroLab PC 软件的“Diagnostics”（诊断）页面查看。这些值可用于确定仪器是否工作正常。可以每天使用这些值来确定仪器是否按预期的方式运行。在每种情况下，“最佳”值表示系统以预期的性能级别运行。“边缘”值表示仪器仍可运行，但处于较低的性能级别。“临界”值表示系统工作不正常。如果仪器有问题，请联系 Agilent 技术支持以获得帮助。

表 2. 诊断值

| 值 | 最佳 (绿色) | 边缘 (黄色) | 临界 (红色) | 评注 |
|---------------|----------------|----------------------|----------------------|---|
| 能量 (中心爆发点) | 26,000-21,000 | >30,000 或 <15,000 | >31,000 或 <10,000 | 表示系统的整体校正和正确的增益调整。 |
| 电池寿命 | AC 或 >30 分钟 | 30-5 分钟 | <5 分钟 | |
| 电源 | 1.9 安 | >2.2 或 <1.6 | >2.5 或 <1.0 | 表示电源控制电压有问题或电源已烧断。显示电压和安培数；然而，安培数足以提供诊断了。 |

表 2. 诊断值

| 值 | 最佳 (绿色) | 边缘 (黄色) | 临界 (红色) | 评注 |
|-----------|--------------|---------------------|---------------------|-------------------------|
| 激光信号 | 15,000–3,000 | >15,000 或 <3,000 | >17,000 或 <2,000 | 可验证严重的校正误差，即使反射盖没有到位。 |
| 探测器 温度 | 35–44 | <35 或 >44 | <30 或 >48 | 表示冷却电路有问题，或环境温度超出指定的范围。 |
| CPU 温度 | 10–75 | >75 | >80 | 表示环境温度超出指定的范围。 |

性能验证

MicroLab PC 软件有三个测试，适用于验证仪器的性能。可以从 MicroLab PC 软件的“Advanced Features”（高级功能）、“System Check”（系统检查）页面访问所有这三个测试。在进行任何这些测试之前，必须让 4500 系列 FTIR 系统至少预热 30 分钟。可以每季度、每半年或每年运行一次测试，以确定仪器是否在其规格范围内工作。

信噪比测试

此测试测量红外光谱的两个区域中的信噪比值：2500 cm^{-1} 和 1000 cm^{-1} 。信噪比定义为在空白背景上测量的空白样品的指定区域中均方根 (RMS) 噪声的倒数。背景和样品都是在 4 cm^{-1} 的分辨率下，在一分钟的采集时间内测量的。在此测试中，背景和样品测量各需要 2 分钟。用户可以指定要进行的测试的数量。要获得准确的性能图，至少要采集 10 个测试结果。

稳定性测试

此测试将测量光谱的两个区域中的短期稳定性：3,000 cm^{-1} 和 1000 cm^{-1} 。稳定性是在选定的时间段内观察到的基线差异的程度。该测试在开始时将测量背景，然后在软件的“Number of minutes”（分钟数）字段中指定的测试持续时间内每分钟测量一个样品。测试结果表示为在稳定性测试过程中最大偏差的透光率百分比（差异与 100% 的比值）。

激光频率校准测试

激光频率校准测试测量频率（X 轴）精度。该测试是通过测量聚苯乙烯薄膜的光谱来进行的。将此光谱的吸收频率与 NIST SRM 1921 聚苯乙烯薄膜设置的频率进行比较。软件允许管理员级别的用户使用测试结果来设置激光校准。只有在咨询了 Agilent 技术支持工程师后才能设置激光校准。对于此测试，首先测量背景。采集背景后，将按照软件的指示测量聚苯乙烯薄膜的光谱。在样品采集过程中，必须将聚苯乙烯测试样品紧紧按在金刚石样品界面上。

3

分析样品

| | |
|---------------------------------------|----|
| 通过 Agilent 4500t FTIR 分析润滑油样品 | 15 |
| Agilent 4500t FTIR (带 TumbIIR 液体分析附件) | 18 |
| Agilent 4500a FTIR (带 ATR) | 21 |
| Agilent 4500 Dialpath液体分析附件 FTIR | 25 |

通过 Agilent 4500t FTIR 分析润滑油样品

Agilent 4500t FTIR 仪器附带有专用的油品和润滑油采样界面，称为 TumbIIR 液体分析附件。TumbIIR液体分析附件是一个专门由 Agilent 设计和制造的专用液体传输采样附件，可优化润滑油样品的分析。将TumbIIR液体分析附件与一般分析实验室的传统液体池相比较，TumbIIR液体分析附件能够更容易地准备、滴入、分析和清洁样品。

TumbIIR液体分析附件有两种操作模式：样品滴入/清洁和样品分析。

在样品滴入和清洁模式中，TumbIIR液体分析附件将旋转，使附件窗面朝上（请参见图3）。正是这个位置使得样品放置区域更易于接触，便于将样品滴入到位以及清洁采样表面，之后才会分析下一个样品。



图 3.附件窗面朝上时的 TumbIIR 液体分析附件

在样品分析模式中，TumbIIR液体分析附件将旋转，使附件光学窗面朝下，面向 4500t FTIR 样品放置区域。在此位置中，红外 (IR) 能量将穿过样品，以便进行测量。确保完全旋转TumbIIR液体分析附件臂，直到它到达止动器并卡入到位。这个止动器能够在样品测量期间使附件保持不动（请参见图4）。

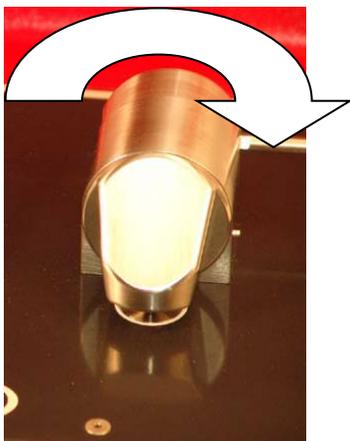


图 4.附件窗面朝下时的 TumbIIR 液体分析附件

处于此样品分析模式时，TumbIIR液体分析附件光程长度为 100 微米，这是对润滑油样品进行中红外分析的最佳光程长度。附件的校准已在工厂中进行了预设，因此不需要进行调整。

使用 4500t FTIR 分析润滑油样品的步骤如下：

- 1 清洁样品窗。
- 2 采集背景光谱。
- 3 采集样品光谱。

清洁 TumbIIR 液体分析附件

清洁TumbIIR液体分析附件：

- 1 旋转TumbIIR液体分析附件臂，使光学传感器面向上。
- 2 首先清洁顶部窗，然后清洁底部样品窗，如图3所示。

注意

只能使用软棉布（如棉签上的棉头或合适的替代品）来清洁光学传感器和采样区域。

小心

光学窗由称为硒化锌 (ZnSe) 的红外材料制成。ZnSe 是一种相对耐用的材料，但如果在清洁过程中施加的压力太大或使用研磨性材料（如 Kimwipes），则很容易留下刮痕或损坏。建议使用浸过丙酮的棉签之类的材料进行清洁。

小心

ZnSe 对 pH 范围在 4 到 9 之间的材料具有相应化学性，但某些材料，如强酸或强碱性材料，可能对 ZnSe 有害。应避免使超出此建议的 pH 范围的材料与 ZnSe 晶体接触。

小心

不要撕掉光谱仪的密封圈并尝试清洁内表面。撕掉密封圈将使质保协议失效。

采集背景光谱

为了确保测量的准确性，建议先在软件中将系统配置为采集背景光谱，然后再分析每个样品。当仪器中没有加载样品时，这将提供系统状况的基本状况。通过在测量每个样品之前自动采集背景，可以避免环境变化带来的误差。

有关采集背景的详细软件说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。

小心

为了确保准确地采集背景光谱，应对 ZnSe 晶体表面进行目视检查，查看晶体上面是否存在测量上一个样品时留下的任何痕迹或薄膜。如果看到有薄膜，请重复上述清洁过程，直到晶体表面没有任何残留物为止。

测量样品

将润滑油样品注入系统：

- 1 打开采样设备 (TumbIIR 液体分析附件)，方法是逆时针旋转臂（请参见图3）。
- 2 此时应能够看到底部窗。将少量材料放在 TumbIIR 液体分析附件底盘上的样品窗上。底部窗是一个直径为 2 毫米的黄色材料，周围由金属盘固定。
- 3 确保样品覆盖底部窗的整个表面区域（请参见图5）。



图 5.将样品放到 TumbIIR 液体分析附件的底部窗

如果是挥发性样品，如在进行燃料分析时，则可以应用更大量样品，无需担心仪器会发生泄漏或损坏；然而，使用少量的样品会使清洁过程更容易些。

虽然可以安全地使用各种润滑油样品，包括水溶液，甚至是粘稠的膏状物，如油脂，但 TumbIIR 液体分析附件不能和任何固态样品一起使用，如坚硬的石墨润滑剂。如果 TumbIIR 液体分析附件与固态样品一起使用，则会损坏 ZnSe 晶体。

小心

样品放置窗和附件窗都是由 ZnSe 制成的。ZnSe 会被 pH 值低于 4 和高于 9 的样品损坏。只能测量 pH 值在 4 到 9 之间的样品。

小心

ZnSe 晶体容易被坚硬的样品或研磨性样品刮伤。应避免使用会刮伤晶体表面的样品。

小心

不要打开系统并尝试清洁内表面。打开系统将使质保协议失效。

- 4 顺时针旋转臂可关闭设备，直到其“咔”一声卡入位（请参见图4）。
- 5 单击软件屏幕上的NEXT（下一步）按钮可继续进行分析，如下所示。
- 6 有关测量样品的详细软件说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。
- 7 完成样品测量后，立即按照上述说明清洁附件中的样品。必须确保样品放置窗和附件窗没有留下上一个样品的残留物，这很重要。
- 8 有关检查结果和处理样品数据的详细软件说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。

Agilent 4500t FTIR（带 TumbIIR 液体分析附件）

Agilent 4500t FTIR 仪器可附带有称为 TumbIIR 液体分析附件的专用采样界面。TumbIIR液体分析附件是一个专门由 Agilent 设计和制造的专用液体传输采样附件，可优化许多液状、膏状或胶状样品的分析。将TumbIIR液体分析附件与一般分析实验室的传统液体池相比较，TumbIIR液体分析附件能够更容易地准备、滴入、分析和清洁样品。

TumbIIR液体分析附件有两种操作模式：样品滴入/清洁和样品分析。

在样品滴入和清洁模式中，TumbIIR液体分析附件将旋转，使附件窗面朝上（请参见图3）。正是这个位置使得样品放置区域更易于接触，便于将样品滴入到位以及清洁采样表面，之后才会分析下一个样品。

在样品分析模式中，TumbIIR液体分析附件将旋转，使附件光学窗面朝下，面向4500t FTIR 样品放置区域。在此位置中，红外 (IR) 能量将穿过样品，以便进行测量。确保完全旋转TumbIIR液体分析附件臂，直到它到达止动器并卡入到位。这个止动器能够在样品测量期间使附件保持不动（请参见图4）。

处于此样品分析模式时，TumbIIR液体分析附件光程长度为 100 微米，这是对许多液状、膏状或胶状样品进行中红外分析的最佳光程长度。附件的校准已在工厂中进行了预设，因此不需要进行调整。

在带有TumblIR液体分析附件的 4500t FTIR 系统上分析样品的步骤如下：

- 1 清洁样品窗。
- 2 采集背景光谱。
- 3 采集样品光谱。

清洁附件

清洁TumblIR液体分析附件：

- 1 旋转TumblIR液体分析附件臂，使光学传感器面向上。
- 2 首先清洁顶部窗，然后清洁底部窗，如图3所示。

注意

只能使用软棉布（如棉签上的棉头或合适的替代品）来清洁光学传感器和采样区域。

小心

光学窗由称为硒化锌 (ZnSe) 的材料制成。ZnSe 是一种相对耐用的材料，但如果在清洁过程中施加的压力太大或使用研磨性材料（如 Kimwipes），则很容易留下刮痕或损坏。建议使用浸过丙酮的棉签之类的材料进行清洁。

小心

ZnSe 对 pH 范围在 4 到 9 之间的材料具有相对耐化学性，但某些材料，如强酸或强碱性材料，可能对 ZnSe 有害。应避免使超出此建议的 pH 范围的材料与 ZnSe 晶体接触。

小心

不要撕掉光谱仪的密封圈并尝试清洁内表面。撕掉密封圈将使质保协议失效。

采集背景光谱

为了确保测量的准确性，建议先在软件中将系统配置为采集背景光谱，然后再分析每个样品。当仪器中没有加载样品时，这将提供系统状况的基本状况。通过在测量每个样品之前自动采集背景，可以避免环境变化带来的误差。

有关采集背景的详细软件说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。

小心

为了确保准确地采集背景光谱，应对 ZnSe 晶体表面进行目视检查，查看晶体上面是否存在测量上一个样品时留下的任何痕迹或薄膜。如果看到有薄膜，请重复上述清洁过程，直到晶体表面没有任何残留物为止。

分析样品

测量液状样品

将液状样品注入系统：

- 1 打开采样设备 (Tumbler液体分析附件)，方法是逆时针旋转臂（请参见图3）。
- 2 此时应能够看到底部窗。将少量材料放在Tumbler液体分析附件底盘上的底部窗上。样品窗是一个直径为 2 毫米的黄色材料，周围由金属盘固定。
- 3 确保样品覆盖底部窗的整个表面区域（请参见图5）。

如果是挥发性样品，如在进行燃料分析时，则可以应用大量样品，无需担心仪器会发生泄漏或被损坏；然而，使用少量的样品会使清洁过程更容易些。

虽然可以安全地使用各种液态样品，包括水溶液，甚至是粘稠的膏状物，如油脂，但Tumbler液体分析附件不能和任何固态或粉末状样品一起使用，如药片。将Tumbler液体分析附件与固态样品一起使用会损坏 ZnSe 晶体，或改变预设的光程长度。

小心

顶部和底部窗是由 ZnSe 制成的。ZnSe 会被 pH 值低于 4 和高于 9 的样品损坏。只能测量 pH 值在 4 到 9 之间的样品。

小心

ZnSe 晶体容易被坚硬的样品或研磨性样品刮伤。应避免使用会刮伤晶体表面的样品。

小心

不要撕掉光谱仪的密封圈并尝试清洁内表面。撕掉密封圈将使质保协议失效。

在使用Tumbler液体分析附件分析各种液态样品类型时，最佳光程长度是一个要考虑的重要因素。由于Tumbler液体分析附件光程长度已预先校准，并固定在 100 微米，某些样品类型可能无法给出最佳结果，如红外光吸收率高的材料。

- 4 顺时针旋转臂可关闭设备，直到其咔嗒一声卡入位（请参见图4）。
- 5 单击软件屏幕上的NEXT（下一步）按钮可继续进行分析。
- 6 有关测量样品的详细软件说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。
- 7 完成样品测量后，立即按照上述说明清洁附件中的样品。必须确保顶部和底部窗没有留下上一个样品的残留物，这很重要。
- 8 有关检查结果和处理样品数据的详细软件说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。

Agilent 4500a FTIR (带 ATR)

Agilent 4500a FTIR 仪器可附带有称为衰减全反射 (ATR) 附件的专用采样界面。当 ATR 遇到反射率不同的两种材料时，它会利用光的物理特性。当接触到具有不同反射率的样品时，红外 (IR) 光将产生一种驻波，在驻波反射回 4500a FTIR 系统的检测器之前，它会穿透样品很小的一段深度。这一小段固定的光程长度所具有的优点是，无需进行样品制备就可以获得各种样品的较好的测量结果。通过 ATR 附件获得较好结果的关键是使样品和采样设备的 ATR 晶体表面之间有良好的接触。ATR 技术可用于分析液态、膏状、粉末状甚至某些固态样品。

所有 Agilent ATR 附件都使用类型为 IIa 的金刚石晶体作为样品和红外能量之间的界面。金刚石的优点是硬度和耐化学性非常高。金刚石可以承受 pH 范围从 1 到 14 的样品，这意味着可以安全地分析坚硬或研磨性样品，甚至是强酸。Agilent 提供二种 ATR 采样附件选择：单次衰减全反射或三次衰减全反射 DuraDisk 系统。金刚石是最耐久的物质，而 ZnSe 基底可用于最强红外信号。

单次衰减全反射 ATR 最适合用于吸光率较高的样品，如橡胶、聚合物、油漆和纤维。粉末状和固态样品也可以在单次衰减全反射 ATR 上获得最佳测量结果，因为样品压头设备可对粉末状和固态样品施加高压，以确保与金刚石采样表面进行良好的接触。当可用样品的数量有限时，单次衰减全反射 ATR 也是个不错的选择。单次衰减全反射金刚石具有直径为 1 毫米的采样表面，200 微米的有效区域，并以 1700 cm^{-1} 提供约 2 微米的红外能量穿透深度。单次衰减全反射 ATR 稍微伸出金属安装板上方一点。

三次衰减全反射 ATR 最适合用于红外吸收率较低的液态样品。三次衰减全反射 ATR 具有直径为 2 毫米的采样表面，200 微米的有效区域，并以 1700 cm^{-1} 提供约 6 微米的红外能量穿透深度。三次衰减全反射 ATR 的安装与金属安装板齐平，操作时不使用样品压头设备。

小心

虽然金刚石是非常坚硬的材料，但 ATR 窗片相对较薄，在极端压力条件下可能会破裂。确保样品与金刚石的整个表面区域完全接触，而不是仅仅接触到金刚石上的某一点。避免在样品上使用尖锐的样品压头。

如要打开样品压头:

- 1 拉动底部的弹簧负载锁定销，使其远离样品压头。
- 2 将样品压头尽可能向上拉。

分析样品

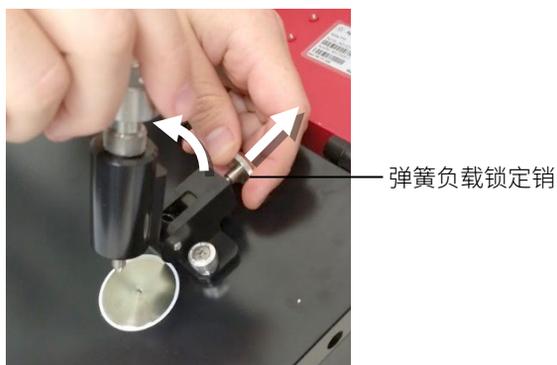


图 6. 定位样品压头

在样品滴入和清洁模式中，样品压头应处于最高位置，使样品压头尖正好在金刚石窗采样表面的上方（请参见图7）。正是这个位置使得样品放置区域更易于接触，便于将样品滴入到位以及清洁采样表面，之后才会分析下一个样品。

注意

只有单次衰减全反射 ATR 版本才有样品压头设备。



图 7. 样品压头在最高位置，以便进行样品滴入和清洁

在样品分析模式中，ATR 样品压头的位置较低，使样品压头尖可以接触到样品。在此位置中，样品能够接触到从金刚石 ATR 窗发出的红外能量（请参见图8）。

注意

如果样品是液体或膏状物，则根本不需要使用样品压头。在这种情况下，可以立即准备进行分析了。只有液态或膏状样品才与三次衰减全反射 ATR 附件一起使用。



图 8.样品压头降低以进行分析

在样品分析模式中，根据 ATR 中的反射次数，ATR 样品光程长度是固定的。附件的校准也在工厂中进行了预设，因此不需要进行光学或机械调整。

使用 4500a FTIR 和 ATR 分析样品的步骤如下：

- 1 清洁 ATR 样品放置窗。
- 2 采集背景光谱。
- 3 采集样品光谱。

清洁附件

清洁 ATR 附件：

- 1 将 ATR 样品压头臂向后提，直到样品压头尖到达其行程的顶部，可将压头臂打开。
- 2 首先清洁样品压头，然后清洁样品放置窗，如图6所示。

注意

使用 Kimwipes 低尘擦拭纸或合适的替代品（如棉签）清洁传感器和采样区域。使用合适的溶剂（如丙酮、甲醇、乙醇或异丙醇）清洁样品界面和压头。

小心

不要撕掉光谱仪的密封圈并尝试清洁内表面。撕掉密封圈将使质保协议失效。

采集背景光谱

为了确保测量的准确性，建议先在软件中将系统配置为采集背景光谱，然后再分析每个样品。当仪器中没有加载样品时，这将提供系统状况的基本状况。通过在测量每个样品之前自动采集背景，可以避免环境变化带来的误差。

有关采集背景的详细软件说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。

小心

为了确保准确地采集背景光谱，应对金刚石 ATR 样品放置表面进行目视检查，查看金刚石上面是否存在测量上一个样品时留下的任何痕迹或薄膜。如果看到有薄膜，请重复上述清洁过程，直到金刚石表面没有任何残留物为止。

采集样品光谱

将 ATR 样品装入系统：

- 1 通过转动滚花螺母来打开压头，使样品压头尖在金刚石 ATR 表面上方一点（请参见图9）。



图 9. 打开样品压头

- 2 此时应能够看到金刚石采样窗。将要测量的少量材料放在金刚石 ATR 晶体上。晶体是由周围的金属盘固定的透明的圆形材料。
- 3 确保样品覆盖金刚石晶体的整个表面区域。
如果是挥发性样品，则可以应用大量样品，无需担心仪器会发生泄漏或损坏。然而，使用少量的样品会使清洁过程更容易些。

小心

样品放置窗和附件窗是由类型为 IIa 的合成金刚石制成的，它的耐受化学性特别强。然而，一些极端样品仍可能会损坏金刚石或金属安装板。只能测量 pH 值在 1 到 14 之间的样品。不要将酸性极强的样品长时间地留在金属安装板上。

小心

虽然金刚石是非常坚硬的材料，但 ATR 窗相对较薄，在极端压力条件下可能会破裂。确保样品与金刚石的整个表面区域完全接触，而不是仅仅接触到金刚石上的某一点。避免在样品上使用尖锐的样品压头。

小心

不要打开系统并尝试清洁内表面。打开系统将使质保协议失效。

- 4 如果样品是液体或膏状物，则根本不需要使用样品压头。在这种情况下，可以立即准备进行分析了。

注意

只有液态或膏状样品才与三次衰减全反射 ATR 附件一起使用。

如果样品是粉末状或固态物质，样品压头必须与样品接触。要进行接触，可转动滚花螺母，直到它到达止动器（卡入）位置。装有弹簧的样品压头尖设置为，假设样品厚度为 0.03 英寸，则可以施加 15 磅的力。

- 5 单击软件屏幕上的NEXT（下一步）按钮可继续进行分。
- 6 有关测量样品的详细软件说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。
- 7 完成样品测量后，立即按照上述说明清洁附件中的样品。必须确保样品放置窗和样品压头尖（仅适用于单次衰减全反射）没有留下上一个样品的残留物，这很重要。
- 8 有关检查结果和处理样品数据的详细软件说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。

Agilent 4500 Dialpath 液体分析附件 FTIR

Agilent 4500 Dialpath液体分析附件 FTIR 仪器附带有专用的采样界面 (Dialpath 液体分析附件)，它基于与 Tumbler液体分析附件相同的技术。Dialpath液体分析附件使用Tumbler液体分析附件的获得专利的液体传输采样附件，这是专门由 Agilent 设计和制造的，可优化许多液状、膏状或胶状样品的分析。与一般分析实验室的传统液体池相比较，Dialpath液体分析附件能够更容易地准备、滴入、分析和清洁样品，同时使用户能够灵活选择三种出厂设置的光程长度。

Dialpath液体分析附件有两种操作模式：样品滴入/清洁和样品分析。

在样品滴入和清洁模式中，Dialpath液体分析附件将旋转，使附件窗面朝上（请参见图9）。正是这个位置使得样品放置区域更易于接触，便于将样品滴入到位以及清洁采样表面，之后才会分析下一个样品。

分析样品

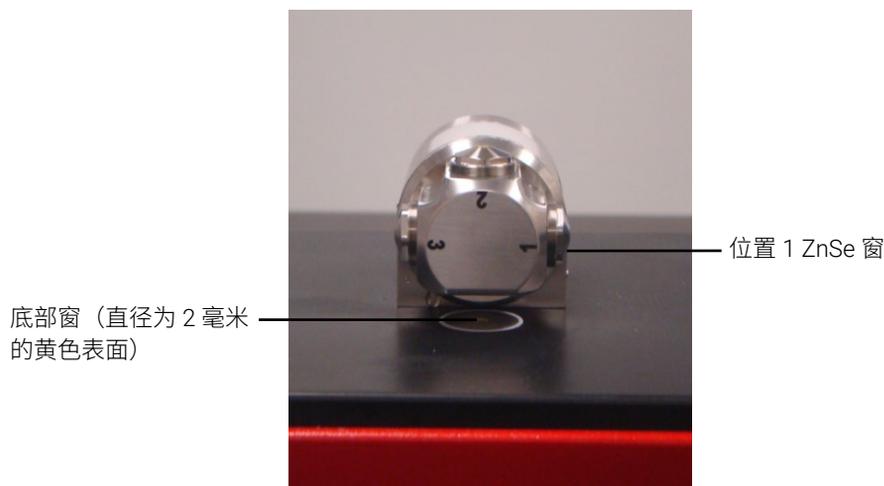


图 10.附件窗面朝上时的 Dialpath 液体分析附件

在样品分析模式中，Dialpath液体分析附件将旋转，使附件光学窗面朝下，面向 4500 Dialpath液体分析附件 FTIR 样品放置区域。在此位置中，红外 (IR) 能量将穿过样品，以便进行测量。确保完全旋转Dialpath液体分析附件臂，直到它到达止动器并卡入到位。这个止动器能够在样品测量期间使附件保持不动（请参见图10）。

注意

背景测量的光程长度必须与样品测量的光程长度相同。

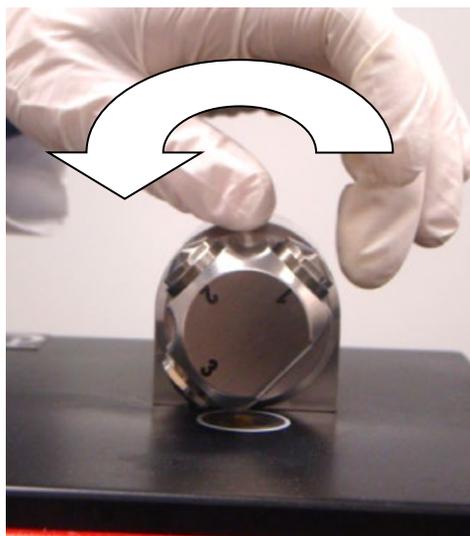


图 11.旋转 Dialpath 液体分析附件，使附件光学窗面朝下

在样品分析模式中时，Dialpath液体分析附件光程长度设置为预定义的出厂设置的值（以微米为单位）。附件的校准已在工厂中进行了预设，因此不需要进行调整。

使用 4500 Dialpath液体分析附件 FTIR 分析样品的步骤如下：

- 1 清洁样品窗。
- 2 采集背景光谱。
- 3 采集样品光谱。

清洁 Dialpath 液体分析附件

旋转Dialpath液体分析附件，使光学传感器 2 面朝上。首先清洁所使用的位置的窗，然后清洁底部窗，如图9所示。如果使用位置 2，则需要清洁位置 3 或 1，具体取决于 Dialpath 液体分析附件旋转到的方向。

注意

只能使用软棉布（如棉签上的棉头或合适的替代品）来清洁光学传感器和采样区域。

小心

光学窗由称为硒化锌 (ZnSe) 的材料制成。ZnSe 是一种相对耐用的材料，但如果在清洁过程中施加的压力太大或使用研磨性材料（如 Kimwipes），则很容易留下刮痕或损坏。建议使用浸过丙酮的棉签之类的材料进行清洁（请参见图 11）。

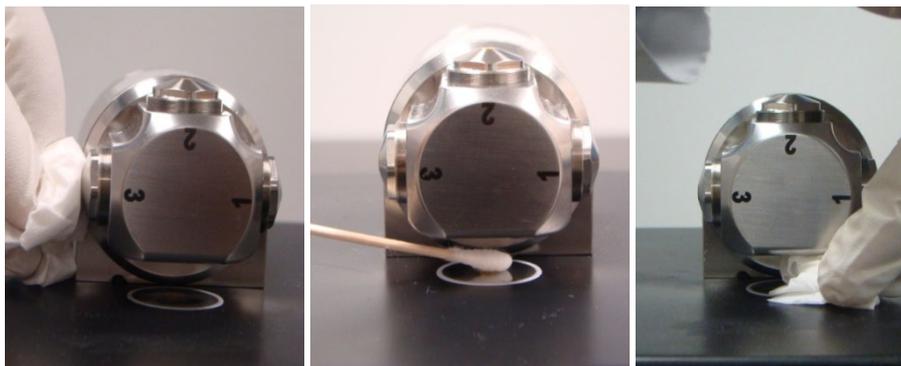


图 12. 清洁位置 3 晶体和样品底座晶体

小心

ZnSe 对 pH 范围在 4 到 9 之间的材料具有相对耐化学性，但某些材料，如强酸或强碱性材料，可能对 ZnSe 有害。应避免使超出此建议的 pH 范围的材料与 ZnSe 接触。

小心

不要撕掉光谱仪的密封圈并尝试清洁内表面。撕掉密封圈将使质保协议失效。

采集背景光谱

为了确保测量的准确性，建议先在软件中将系统配置为采集背景光谱，然后再分析每个样品。当仪器中没有加载样品时，这将提供系统状况的基本状况。通过在测量每个样品之前自动采集背景，可以避免环境变化带来的误差。

有关采集背景的详细软件说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。

小心

为了确保准确地采集背景光谱，应对 ZnSe 晶体表面进行目视检查，查看窗上面是否存在测量上一个样品时留下的任何痕迹或薄膜。如果看到有薄膜，请重复上述清洁过程，直到窗表面没有任何残留物为止。

测量液状样品

将液状样品注入系统：

- 1 打开采样设备 (Dialpath 液体分析附件)，方法是旋转臂（请参见图9）。
- 2 底部窗应该可见。将少量材料放在 Dialpath 液体分析附件底盘上的底部窗上。样品窗是一个直径为 2 毫米的黄色材料，周围由金属盘固定。
- 3 确保样品覆盖底部窗的整个表面区域（请参见图12）。

如果是挥发性样品，如在进行燃料分析时，则可以应用大量样品，无需担心仪器会发生泄漏或被损坏；然而，使用少量的样品会使清洁过程更容易些。



图 13.将样品放在 Dialpath 液体分析附件底部窗上

虽然可以安全地使用各种液态样品，包括水溶液，甚至是粘稠的膏状物，如油脂，但Dialpath液体分析附件不能和任何固态或粉末状样品一起使用，如药片。将Dialpath液体分析附件与固态样品一起使用会损坏 ZnSe 晶体，或改变预设的光程长度。

小心

顶部和底部窗片是由 ZnSe 制成的。ZnSe 会被 pH 值低于 4 和高于 9 的样品损坏。只能测量 pH 值在 4 到 9 之间的样品。

小心

ZnSe 晶体容易被坚硬的样品或研磨性样品刮伤。应避免使用会刮伤晶体表面的样品。

小心

不要撕掉光谱仪的密封圈并尝试清洁内表面。撕掉密封圈将使质保协议失效。

在使用Dialpath液体分析附件分析各种液态样品类型时，最佳光程长度是一个要考虑的重要因素。由于Dialpath液体分析附件光程长度已预先校准并固定，某些样品类型可能无法给出最佳结果，如红外光吸收率高的材料。

- 4 顺时针旋转臂可关闭设备，直到其咔嗒一声卡入位（请参见图10）。
 - 5 单击软件屏幕上的NEXT（下一步）按钮可继续进行分析。
 - 6 有关测量样品的详细软件说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。
 - 7 完成样品测量后，立即按照上述说明清洁附件中的样品。必须确保顶部和底部窗以及相邻的窗没有留下上一个样品的任何残留物，以尽量减少交叉污染问题，这很重要。
 - 8 有关检查结果和处理样品数据的详细软件说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。
- 有关使用 MicroLab PC 软件编辑方法和检查数据的其他说明，请参考《MicroLab 软件操作手册》。

分析样品

本页留为空白。

4

备件

| 部件号 | 描述 |
|------------|-----------------------------|
| 430 - 0001 | Agilent 4500 系列 FTIR 电源 |
| 430 - 0018 | Agilent 4500 系列 FTIR USB 电缆 |

有关采样附件、服务合同、维修及翻新服务，请联系 Agilent。

备件

本页留为空白。

5

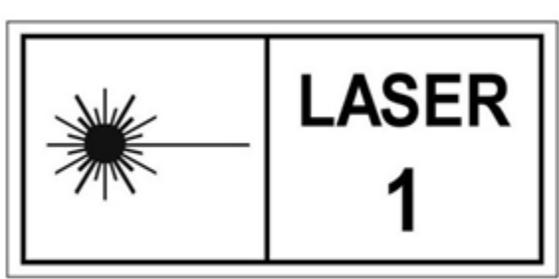
规格和安全信息

| | |
|------|----|
| 规格 | 33 |
| 安全信息 | 33 |
| 环境条件 | 34 |

规格

- **干涉仪几何结构：**高通量迈克尔逊干涉仪，具有固定式和移动式平面镜
- **标准分光镜：**硒化锌
- **最大光谱分辨率：**4 cm⁻¹
- **激光器：**低功耗固态
- **红外光源：**线绕元件
- **光谱范围：**4000 至 650 cm⁻¹
- **检测器：**1.3 毫米直径，热点冷却 dTGS
- **电源：**100 至 240 V AC, 3 A, 50 至 60 Hz

安全信息



Agilent 4500 系列 FTIR 系统包含运行所需的低功耗固态激光器，但是在非运行或维护模式下，操作人员会暴露于超出 1 类激光产品的辐射水平。

1 类激光产品

符合 21 CFR 1040.10 和 1040.11，但不符合 IEC 60825-1 Ed.3., 如“2019 年 5 月 8 日第 56 号激光声明”所述。

环境条件

- **操作温度：**0 至 50°C； -32 至 122°F（在使用时）
- **储存温度：**-30 至 60°C； -22 至 140°F（贮存）
- **湿度：**最高 95%，无冷凝
- **海拔高度：**最高 2000 m

内容提要

本指南介绍了以下内容：

- 简介
- 入门
- 分析样品
- 备件
- 规格和安全信息