

Espectrómetro Agilent Cary 630 FTIR

Guía del usuario



Avisos

Número de pieza del manual

G8043-95001

7.ª edición, junio de 2024

Copyright

© Agilent Technologies, Inc. 2024

Se prohíbe la reproducción de todas las partes de este manual en cualquier forma o por cualquier medio (incluidos el almacenamiento y la recuperación electrónicos o la traducción a un idioma extranjero) sin el acuerdo previo y el consentimiento escrito de Agilent Technologies, Inc. según lo establecido por las leyes de propiedad intelectual internacionales y de los Estados Unidos.

Agilent Technologies, Australia (M) Pty Ltd
679 Springvale Road
Mulgrave, Victoria, 3170
Australia

www.agilent.com

Garantía

El material contenido en este documento se proporciona tal cual es y está sujeto a modificaciones, sin aviso, en ediciones futuras. Además, hasta el grado máximo que permita la ley aplicable, Agilent niega todas las garantías, explícitas o implícitas, con respecto a este manual y toda la información contenida en el presente, incluidas, entre otras, las garantías implícitas de comerciabilidad y aptitud para un fin determinado. Agilent no se responsabilizará por errores ni daños imprevistos o indirectos en relación con el suministro, el uso o el rendimiento de este documento ni de cualquier información contenida en el presente. Si Agilent y el usuario celebran un acuerdo escrito independiente con términos de garantía que cubren el material de este documento y dichos términos entran en conflicto con los términos expresados aquí, regirán los términos de garantía del acuerdo independiente.

Licencias de tecnología

El hardware o software descritos en este documento se suministran bajo una licencia y se pueden utilizar o copiar únicamente de acuerdo con los términos de dicha licencia.

Leyenda de derechos reservados

Derechos restringidos del Gobierno de los Estados Unidos. Los derechos sobre el software y los datos técnicos otorgados al gobierno federal incluyen sólo los derechos que habitualmente se otorgan a los clientes usuarios finales. Agilent proporciona esta licencia comercial habitual en software y datos técnicos de conformidad con la FAR 12.211 (Datos técnicos) y 12.212 (Software informático) y, para el Departamento de Defensa, DFARS 252.227-7015 (Datos técnicos - Artículos comerciales) y DFARS 227.7202-3 (Derechos sobre software informático comercial o documentación de software informático).

Avisos de seguridad

PRECAUCIÓN

Un aviso de **PRECAUCIÓN** indica un peligro. Recomienda que se preste atención a un procedimiento o una práctica operativos, o una instancia similar, que, si no se realiza correctamente o en cumplimiento con ciertas normas, podría provocar daños en el producto o la pérdida de datos importantes. No avance más allá de un aviso de **PRECAUCIÓN** hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

ADVERTENCIA

Un aviso de **ADVERTENCIA** indica un peligro. Recomienda que se preste atención a un procedimiento o una práctica operativos, o una instancia similar, que, si no se realiza correctamente o en cumplimiento con ciertas normas, podría provocar lesiones personales o la muerte. No avance más allá de un aviso de **ADVERTENCIA** hasta que se entiendan y se cumplan completamente las condiciones indicadas.

Contenido

1	Introducción	7
	Símbolos de información	9
2	Cómo comenzar	11
	Desembalaje	11
	Lista de embalaje	12
	Opciones	12
	Instalación	13
	Componentes	13
	Conexión de la alimentación	14
	Selección del cable de alimentación	15
	Entorno	16
	Software MicroLab PC	16
	Encendido del instrumento	16
	Estado del LED del interruptor de potencia	17
	Apagado	17
	Verificación del rendimiento	18
	Valores de diagnóstico	19
	Validación	20
3	Análisis de muestras	23
	Intercambio de accesorios de muestreo	24
	Accesorio de muestreo de ATR de cristal de diamante	25
	Limpieza	27
	Recopilación de un espectro de fondo	27

Contenido

Recopilación de un espectro de muestra	28
Accesorio de muestreo de ATR de ZnSe	29
Limpieza	31
Recopilación de un espectro de fondo	31
Recopilación de un espectro de muestra	32
Accesorio de muestreo de ATR de germanio	33
Limpieza	35
Recopilación de un espectro de fondo	35
Recopilación de un espectro de muestra	36
Accesorio de muestreo de ATR de seleniuro de zinc de 5 rebotes	37
Limpieza	37
Recopilación de un espectro de fondo	38
Recopilación de un espectro de muestra	38
Accesorios de muestreo de transmisión	39
Limpieza	40
Recopilación de un espectro de fondo	41
Recopilación de un espectro de muestra	41
Accesorio de muestreo de reflectancia especular de 10 y 45 grados	42
Limpieza	43
Recopilación de un espectro de fondo	44
Recopilación de un espectro de muestra	44
Accesorio de muestreo TumbIIR	45
Limpieza	45
Recopilación de un espectro de fondo	46
Recopilación de un espectro de muestra	47
Accesorio de muestreo DialPath	48
Limpieza	49

Contenido

Recopilación de un espectro de fondo	51
Recopilación de un espectro de muestra	51
Accesorio de muestreo de reflectancia difusa	53
Limpieza	54
Recopilación de un espectro de fondo	54
Recopilación de un espectro de fondo	55
4 Mantenimiento	57
Limpieza	57
Reemplazo del desecante	57
Reemplazo de los visores	59
Reemplazo de la fuente	60
5 Piezas de repuesto y consumibles	65
6 Especificaciones	67
Técnica	67
Información de seguridad	68
Condiciones ambientales	68

Contenido

Esta página se dejó en blanco intencionalmente.

El Agilent Cary 630 FTIR es un espectrómetro pequeño de infrarrojos intermedios diseñado para brindar las capacidades de espectrómetros FTIR tradicionales mucho más grandes, pero sin la complejidad, los requisitos de mantenimiento o el costo de estos. Las dimensiones de la unidad óptica principal son solo 16 × 22 × 13 centímetros (6.3 × 8.7 × 5.1 pulg.) y solo pesa 2.9 kilogramos (6.3 lb). El Cary 630 FTIR brinda versatilidad para usarse en un laboratorio químico analítico tradicional. El sistema está destinado a uso interior y no está diseñado para ofrecer impermeabilidad u otras condiciones exteriores extremas.

ADVERTENCIA**Peligro de incendio**

Los sistemas Cary 630 FTIR NO son intrínsecamente seguros. Use el sistema solo en atmósferas donde se hayan realizado pruebas para materiales inflamables. Si el equipo se utiliza de una forma que no se especifica en esta guía, esto podría afectar la protección proporcionada por el equipo.

El Cary 630 FTIR utiliza tecnología conocida como espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier (FTIR), la cual es la técnica de vanguardia actual para la identificación y la cuantificación de compuestos moleculares. FTIR utiliza una fuente de luz infrarroja para atravesar la muestra y llegar a un detector, el cual mide con precisión la cantidad de luz absorbida por la muestra. Esta absorbencia crea una huella espectral única que se utiliza para identificar la estructura molecular de la muestra y determinar la cantidad exacta de un compuesto determinado en una mezcla. En el corazón del espectrómetro Cary 630 FTIR se encuentra un interferómetro de Michelson único. Este diseño patentado es la clave para crear una tecnología de FTIR compacta, liviana y resistente.

El Cary 630 FTIR está disponible en dos configuraciones según el rango de frecuencia necesario para su aplicación. Para ver detalles, consulte las especificaciones del Cary 630 FTIR.

Introducción

Además, un número de distintos accesorios de muestreo está disponible para adaptarse a los diversos tipos de muestra y sensibilidades. Los accesorios se adaptan al análisis de un rango de líquidos, polvos, gases, pastas y geles, e incluyen lo siguiente:

- **Reflectancia total atenuada (ATR) de cristal de diamante:** Para el análisis químico de líquidos, polvos, pastas y geles. El sistema de reflectancia total atenuada (ATR) está disponible como una ATR de reflexión única (más común).
- **ATR de ZnSe:** Para el análisis químico de líquidos, geles y sólidos suaves dentro de un rango de pH de 5-9. El sistema de reflectancia total atenuada (ATR) está disponible como una ATR de reflexión única (más común) y una ATR de varios rebotes (líquidos únicamente).
- **Transmisión:** Una interfaz de muestreo de infrarrojos clásica que permite la medición de sólidos, líquidos y gases. Agilent también pone a disposición una celda de gas con montaje tipo diapositiva de 50 mm.
- **TurnbllIR:** Transmisión de longitud de trayectoria única para el análisis químico rápido de líquidos en condiciones ambientales.
- **DialPath:** Para el análisis químico rápido de líquidos en condiciones ambientales, con tres longitudes de trayectoria configuradas que le permiten elegir la sensibilidad necesaria para su análisis.
- **Reflectancia difusa:** Para la medición cuantitativa y cualitativa de muestras en polvo y sólidas. Proporciona un análisis cuantitativo más sensible que ATR, y su uso continúa siendo fácil.
- **ATR de germanio:** Para medir muestras demasiado absorbentes para ATR de cristal de diamante o para muestras con grandes cantidades de negro de carbón.
- **Reflectancia especular de 10 grados:** Para medir la reflectancia especular de muestras sólidas de forma casi normal.
- **Reflectancia especular de 45 grados:** Para medir la reflectancia especular de muestras sólidas en diagonal. Este accesorio se coloca en el compartimento de transmisión.

El Cary 630 FTIR está controlado por computadora y utiliza el software MicroLab PC de Agilent. MicroLab PC es intuitivo, fácil de usar y no requiere de una capacitación técnica especializada. Con solo un clic con el ratón, el sistema proporciona información valiosa sobre la identidad y la cantidad de sustancias químicas presentes en un material.

Símbolos de información

A continuación se incluye una lista de los símbolos que aparecen junto a los mensajes de advertencia en el espectrómetro. Al lado de cada símbolo se describe el peligro al cual hace referencia.

Las advertencias se marcan con un símbolo triangular. Los significados de los símbolos que pueden aparecer junto a las advertencias en la documentación o en el mismo instrumento son los siguientes:



Peligro de incendio

El siguiente símbolo puede aparecer en las etiquetas de advertencia adheridas al instrumento. Cuando vea este símbolo, consulte el manual de funcionamiento o de mantenimiento pertinente para saber cuál es el procedimiento correcto que debe seguirse en relación con esa etiqueta de advertencia.



En el instrumento aparecen los siguientes símbolos para brindarle información.

I	Alimentación de red encendida
0	Alimentación de red apagada
— — —	Corriente continua

Introducción

Esta página se dejó en blanco intencionalmente.

2

Cómo comenzar

Desembalaje	11
Instalación	13
Componentes	13
Conexión de la alimentación	14
Selección del cable de alimentación	15
Entorno	16
Software MicroLab PC	16
Encendido del instrumento	16
Apagado	17
Verificación del rendimiento	18

Desembalaje

Para desempacar su sistema de espectrómetro:

- 1 Después de recibir la entrega de Agilent Cary 630 FTIR, no abra inmediatamente el envase. En lugar de eso, colóquelo en un lugar a temperatura ambiente y déjelo reposar varias horas para que los contenidos del envase alcancen la temperatura ambiente. El objetivo de esto es evitar la condensación innecesaria de los componentes antes del proceso inicial de configuración e instalación.

Su Cary 630 FTIR cuenta con un embalaje que garantiza que usted lo recibirá listo para ponerlo a funcionar. Los insertos de goma espuma a medida protegen al instrumento de los daños que pueda sufrir durante el transporte. Si una empresa de transporte común transportará su instrumento, este se debe volver a embalar en el envase original. Al usar el envase original, su Cary 630 se podrá extraer y volver a embalar en su contenedor en solo segundos y, al mismo tiempo, se mantendrá la seguridad del instrumento. El transporte de Cary 630 FTIR en un embalaje que no sea el envase original anulará la garantía.

Cómo comenzar

- 2 El envase debe contener los elementos estándar que se enumeran más abajo y todos los elementos opcionales solicitados. Inspeccione la caja detenidamente para asegurarse de que se extrajeron todos los elementos del embalaje. Además, controle que todos los elementos de la lista de embalaje que aparece más abajo no estén dañados y estén aptos para el funcionamiento. Si hay elementos faltantes o dañados en el envío, comuníquese con Agilent inmediatamente.

NOTA

Conserve todo el material original de embalaje para almacenar, enviar y transportar el sistema en el futuro.

NOTA

El transporte de Cary 630 FTIR en un embalaje que no sea el envase original anulará la garantía.

- 3 Extraiga el sistema Cary 630 FTIR de su caja de envío y colóquelo a un costado sobre una superficie estable y plana. El instrumento debe mantenerse lejos de superficies calientes y de cualquier fuente de interferencia electromagnética.

Lista de embalaje

- Un sistema de espectrómetro Agilent Cary 630 FTIR
- Una guía de usuario del espectrómetro Agilent Cary 630 FTIR
- Una unidad flash USB (UFD) para el software Agilent MicroLab
- Un cable de alimentación de CA para Agilent Cary 630 FTIR
- Una fuente de alimentación externa para Agilent Cary 630 FTIR
- Un cable USB para Agilent Cary 630 FTIR
- Un envase

Opciones

Aunque el sistema Cary 630 FTIR venga en una versión estándar como se muestra más arriba, existe un número de opciones disponibles, entre las que se incluyen las siguientes:

- Computadora portátil/de escritorio
- Accesorios intercambiables a solicitud
- Cable USB de repuesto
- Cable/fuente de alimentación de repuesto

Instalación

El Cary 630 FTIR está diseñado de manera tal que el cliente pueda realizar toda la instalación. Instale el Cary 630 de acuerdo con las siguientes directrices. Para obtener una guía de referencia rápida, consulte la tarjeta de instalación.

Componentes

A fin de garantizar el orden de funcionamiento correcto del Cary 630 FTIR, se debe acoplar la interfaz o el accesorio de muestreo. Para instalar cualquiera de sus accesorios:

- 1 Presione la palanca de liberación hacia afuera.
- 2 El accesorio debe deslizarse en el área empotrada o ensamblada en cola de milano. Esto se logra al hacer coincidir la cola de milano con la placa frontal y al deslizar de forma descendente (consulte la Figura 1).
- 3 El accesorio está en su lugar cuando la palanca de desenganche encaja justo en su lugar.

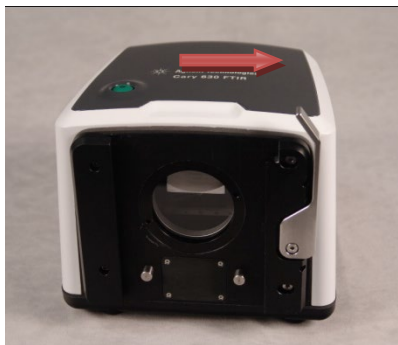


Figura 1 Presione la palanca de desenganche del motor del Cary 630 hacia fuera antes de deslizar el accesorio a su posición.

Conexión de la alimentación

Para conectar el sistema de espectrómetro a una fuente de alimentación:

- 1 Inserte la conexión de alimentación proporcionada de la fuente de alimentación en el conector de alimentación ubicado en el lado inferior izquierdo en la parte trasera del sistema FTIR Cary 630 (consulte la Figura 2).



Figura 2 Conexión del cable de alimentación.

- 2 Rosque la tapa azul en el conector de potencia; para ello, gire la tapa en sentido de las agujas del reloj hasta lograr ajustarla bien con la mano. Para evitar el daño al conector plástico, tenga cuidado de no ajustar de más.
- 3 El cableado de la fuente de alimentación correspondiente se proporcionará con el sistema. Conecte el extremo opuesto del cable de alimentación en la toma de corriente de CA.
- 4 Conecte el minicable de comunicación USB en el conector USB en la parte derecha trasera del instrumento.

Rosque la tapa azul en el conector USB; para ello, gírela hacia la derecha hasta lograr ajustarla bien con la mano. Para evitar el daño al conector plástico, tenga cuidado de no ajustar de más.

PRECAUCIÓN

Para prevenir daños o problemas de arranque, primero conecte el cable de alimentación en el sistema de espectrómetro y luego en el toma de corriente.

PRECAUCIÓN

Para evitar daños en el sistema debido a las subidas de tensión o a una fuente de alimentación defectuosa, siempre utilice la tira de protección de subida de tensión aprobada por UL.

PRECAUCIÓN

Todos los cables se deben mantener alejados de las áreas de mucho tránsito. El sistema podría ocasionar un daño al aparato o los adaptadores si se produce una presión excesiva en las conexiones del cable de alimentación.

Posicione el equipo de manera que se acceda fácilmente al interruptor de desconexión.

Selección del cable de alimentación

Todas las fuentes de alimentación para el Agilent (accesorios del producto) deben ser de CA monofásica conforme a la norma IEEE 519-2022. Sistema de 3 cables (activo, neutro, tierra o dos activos y tierra).

PRECAUCIÓN

De ser necesario, reemplace el cable de alimentación solo con un cable equivalente al especificado a continuación.

Se puede utilizar los siguientes cables de alimentación:

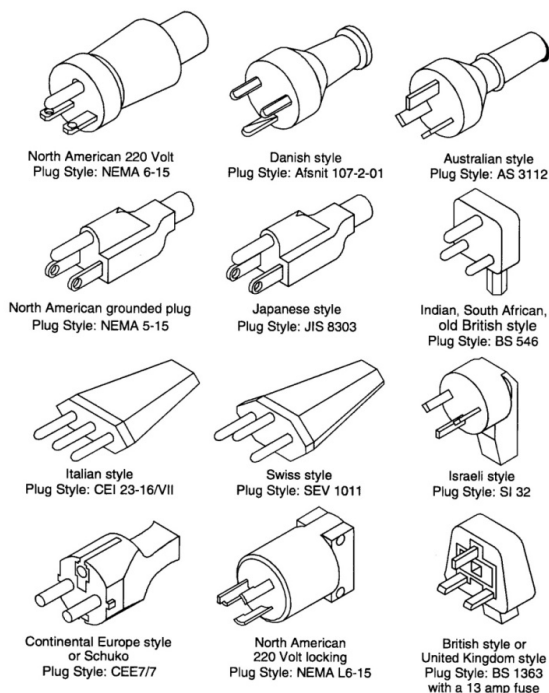


Figura 3 Cables de alimentación adecuados.

Entorno

PRECAUCIÓN

Su Cary 630 FTIR se debe mantener alejado de superficies calientes y fuentes de interferencia electromagnética.

Software MicroLab PC

Su Cary 630 FTIR se suministra con el software MicroLab PC de Agilent. Para obtener instrucciones sobre cómo instalar el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent. El manual de software se incluye en el CD de instalación del software. Allí encontrará más información detallada sobre cómo iniciar sesión, administrar usuarios, editar métodos y revisar datos.

Encendido del instrumento

Para encender el instrumento:

- 1 Presione el botón de encendido del sistema FTIR Cary 630 y manténgalo presionado durante dos (2) segundos. Al principio, la luz parpadeará entre rojo y verde mientras se carga el firmware. Este proceso debe tardar menos de 15 segundos. Cuando la luz LED esté iluminada de verde sólido, el instrumento está listo para utilizarse.
- 2 El espectrómetro debe tener un período de calentamiento de 5 minutos antes de que pueda comenzar el análisis confiable.

Cuando termine de utilizar el instrumento, presione el botón de potencia verde nuevamente para apagar el sistema. La luz LED se encenderá en color rojo.

Estado del LED del interruptor de potencia

El botón de potencia contiene una LED de dos colores. El color que aparece en la LED puede indicar el estado del sistema. La siguiente tabla enumera los colores del LED y el estado del instrumento.

Tabla 1 Estado del LED del interruptor principal

Estado	Color del LED	Acción (% del ciclo de trabajo)
Sistema APAGADO	Sin iluminación del LED	N/D
Sistema APAGADO	Rojo	100 %
Arranque del sistema	Rojo/verde	Verde 0.5 segundos encendido/rojo 0.5 segundos encendido
Sistema ENCENDIDO	Verde	100 %
Actualización del firmware	Rojo/verde	El LED verde parpadea rápidamente dos veces y luego el LED rojo parpadea rápidamente dos veces

Apagado

Cuando termine de utilizar el espectrómetro, presione el botón de potencia verde nuevamente para apagar el sistema. La luz LED se encenderá en color rojo.

NOTA

Para mantener la humedad fuera del FTIR Cary 630, se recomienda dejar el espectrómetro encendido, incluso cuando no está en uso.

PRECAUCIÓN

El botón de potencia es un interruptor momentáneo para evitar el apagado accidental. Para encender o apagar el sistema, mantenga sostenido el botón durante dos (2) segundos.

Verificación del rendimiento

Su Cary 630 FTIR ha sido probado exhaustivamente en fábrica; por lo tanto, no se requieren pasos de alineación. Sin embargo, se recomienda ejecutar la prueba de rendimiento al principio para asegurarse de que el espectrómetro funcione correctamente. Para ejecutar e interpretar la prueba de rendimiento, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent. La prueba de rendimiento mide el nivel de energía del espectrómetro (según la altura o el voltaje de del interferograma). Un círculo verde en la parte superior de la pantalla de software indicará una prueba exitosa. Después de esto, podrá analizar una muestra. Un círculo amarillo o rojo indica que el espectrómetro está funcionando fuera de los parámetros definidos en fábrica. Estos parámetros se enumeran en la Tabla 1 y en la página del software Características avanzadas.

NOTA

Si el círculo en la parte superior de la pantalla de software es amarillo o rojo, comuníquese con el soporte técnico de Agilent para recibir ayuda.

Al igual que cualquier otro dispositivo de medición, es importante verificar que el Cary 630 FTIR funcione correctamente antes de utilizar el sistema para tomar mediciones críticas. El Cary 630 proporciona valores de diagnóstico y pruebas de validación de rendimiento para demostrar el rendimiento del sistema.

Los valores de diagnóstico ofrecen una evaluación rápida y fácil de comprender de la función del espectrómetro. Si el espectrómetro no funciona correctamente, uno de los valores de diagnóstico estará fuera de la especificación.

Las pruebas de validación de rendimiento son pruebas más largas y más complicadas que miden cómo es el rendimiento del espectrómetro. Las pruebas de validación comprueban la sensibilidad (rendimiento), estabilidad y precisión de frecuencia (calibración del láser) del espectrómetro.

Todas las industrias tienen requisitos diferentes para la verificación del instrumento. En general, los valores de diagnóstico se deben controlar diaria o semanalmente. Normalmente, el espectrómetro no recopilará datos si los valores de diagnóstico están extremadamente fuera de la especificación, pero es recomendable verificar que el espectrómetro funcione correctamente.

La validación de rendimiento se debe realizar trimestral, semestral o anualmente. Las industrias altamente reglamentadas pueden requerir que la validación de rendimiento se realice mensualmente, dependiendo del uso del instrumento.

Valores de diagnóstico

Los siguientes valores se pueden ver en la página Diagnóstico en el software MicroLab PC. En cada caso, el valor óptimo indica que el sistema Cary 630 FTIR funciona según su nivel de rendimiento pretendido. El valor marginal indica que el espectrómetro funciona, pero a un nivel de rendimiento inferior. El valor crítico indica que el sistema no funciona correctamente, en cuyo caso deberá comunicarse con el soporte técnico de Agilent para obtener ayuda.

NOTA

Cuando utilice el accesorio de muestreo de reflectancia difusa, el disco de reflectancia adecuado debe estar en su lugar para poder tomar estas mediciones. El disco de referencia dorado difuso se debe utilizar con el accesorio de muestreo de reflectancia difusa. Este disco está permanentemente montado en la Posición 1 de la bandeja de muestreo.

Tabla 2 Valores de diagnóstico

Valor	Óptimo (verde)	Marginal (amarillo)	Crítico (rojo)	Comentario
Energía (ráfaga central)	28,000-15,000	>28,000 o <10000	> 30,000 o < 3000	Indica la alineación total y el ajuste de ganancia correcto para el sistema.
Fuente	1.9 A	>2.2 A o <1.6 A	>2.4 A o <1.4 A	Indica un problema con el voltaje de control de fuente infrarroja o que la fuente está quemada. Se muestran el voltaje y el amperaje; sin embargo, el amperaje proporciona un diagnóstico suficiente.
Señal del láser	15,000-3,000	>15,000 o <3,000	>17,000 o < 2,000	Puede verificar errores de alineación graves aunque la tapa de reflectancia no esté en su lugar.
Temperatura del detector	38-42	<38 o >42	<36 o >44	Indica un problema con el circuito de refrigeración o una temperatura ambiente superior al rango especificado.
Temperatura de la CPU	10-75	>75	>80	Indica la temperatura ambiente en un rango determinado.

Validación

El software MicroLab PC tiene tres pruebas adecuadas para la validación de rendimiento del Cary 630 FTIR. La validación del rendimiento comprueba los aspectos clave de la capacidad del instrumento para medir los datos importantes. Si las pruebas de validación de rendimiento se encuentran dentro de la especificación, el espectrómetro debe proporcionar datos que funcionen bien con los métodos desarrollados para el Cary 630. Sin embargo, como ocurre con cualquier instrumento, los resultados siempre se pueden verificar al ejecutar una muestra conocida con el método específico para la muestra.

Para acceder a las pruebas de validación, ingrese en la página Control del sistema, Características avanzadas del software MicroLab PC. El sistema Cary 630 FTIR se debe calentar durante 120 minutos, como mínimo, antes de realizar cualquiera de estas pruebas.

Prueba de rendimiento (señal-ruido)

Esta prueba mide el nivel señal-ruido en dos regiones del espectro infrarrojo: $2,500\text{ cm}^{-1}$ y $1,000\text{ cm}^{-1}$. El fondo y la muestra se miden en una resolución de 4 cm^{-1} con un tiempo de recopilación de un minuto. Esta prueba se demora dos minutos con cada evaluación. Puede especificar un número de pruebas que se realizarán. Para mediciones de reflectancia difusa, la posición adecuada de la muestra debe estar en su lugar con el espejo dorado difuso. No se necesita ninguna muestra cuando se utiliza el accesorio de muestreo de ATR de cristal de diamante. Se deben recolectar 10 pruebas, como mínimo, para obtener una imagen precisa del rendimiento.

Prueba de estabilidad

Esta prueba mide la estabilidad a corto plazo en dos regiones del espectro: $3,000\text{ cm}^{-1}$ y $1,000\text{ cm}^{-1}$. La estabilidad es una medición de las diferencias de la línea base observadas en el período de tiempo seleccionado. La prueba mide un fondo al principio, luego una muestra cada minuto durante toda la prueba como se especifica en el campo 'Número de minutos' en el software. Para mediciones de reflectancia difusa, la posición adecuada de la muestra debe estar en su lugar con el espejo dorado difuso. No se necesita ninguna muestra cuando se utiliza el accesorio de muestreo de ATR de cristal de diamante. Los resultados de la prueba se expresan como el % de transmitancia (diferencia en comparación con el 100%) de la desviación máxima durante la prueba de estabilidad.

Prueba de calibración de frecuencia del láser

La prueba de calibración de frecuencia del láser mide la precisión de la frecuencia (eje X). La prueba se lleva a cabo a través de la medición de un espectro de una película de poliestireno. Las frecuencias de absorbencia de este espectro se comparan con las frecuencias establecidas por la película de poliestireno SRM 1921 del Instituto Nacional de Normas y Tecnología (NIST). El software permite a los usuarios de nivel administrativo utilizar los resultados de la prueba para configurar la calibración del láser. Las calibraciones del láser solo se deben configurar después de consultar a un ingeniero del soporte técnico de Agilent. Para esta prueba, primero se mide un fondo. Después de la recopilación del fondo, se mide un espectro de la película de poliestireno, como se indica en el software. Para el accesorio de muestreo de ATR de cristal de diamante, no se requiere ninguna muestra para una medición de fondo, pero la muestra de prueba de poliestireno se debe presionar firmemente contra la interfaz de muestra de cristal de diamante durante la recopilación de muestras usando el dispositivo de sujeción de la muestra. Para la prueba de calibración de frecuencia del láser, no deben usarse las mediciones de ATR de varios rebotes ni las del accesorio de reflectancia difusa.

Cómo comenzar

Esta página se dejó en blanco intencionalmente.

3 **Análisis de muestras**

Intercambio de accesorios de muestreo	24
Accesorio de muestreo de ATR de cristal de diamante	25
Accesorio de muestreo de ATR de ZnSe	29
Accesorio de muestreo de ATR de germanio	33
Accesorio de muestreo de ATR de seleniuro de zinc de 5 rebotes	37
Accesorios de muestreo de transmisión	39
Accesorio de muestreo de reflectancia especular de 10 y 45 grados	42
Accesorio de muestreo Tumbler	45
Accesorio de muestreo DialPath	48
Accesorio de muestreo de reflectancia difusa	53

El espectrómetro Agilent Cary 630 FTIR requiere un accesorio de muestreo a fin de presentar la muestra al haz infrarrojo. Cuando solicitó su Cary 630 FTIR, tiene que haber seleccionado uno o más accesorios de muestreo. Los accesorios de muestreo adicionales se pueden comprar posteriormente si es necesario que cambie su muestreo.

Los pasos básicos para analizar una muestra con todos los accesorios de muestreo son estos:

- 1 Limpie la interfaz de la muestra.
- 2 Recopile un espectro de fondo.
- 3 Recopile un espectro de muestra.

NOTA

Para garantizar la precisión de la medición, se recomienda configurar el sistema en el software para recopilar un espectro de fondo antes de analizar todas las muestras. Esto proporciona un perfil de línea base de las condiciones del sistema sin ninguna muestra cargada en el instrumento. Al recopilar un fondo automáticamente antes de la medición de cada muestra, se pueden evitar los efectos negativos de los cambios en el entorno.

En esta sección, se cubren instrucciones específicas sobre cómo analizar una muestra con cada accesorio de muestreo y cómo intercambiar accesorios.

Intercambio de accesorios de muestreo

Para cambiar entre diferentes accesorios de muestreo:

- 1 Antes de intentar cambiar el accesorio de muestreo, asegúrese de que el sistema Cary 630 FTIR esté apoyado sobre una superficie sólida con el accesorio apuntando hacia usted.
- 2 Para extraer un accesorio de muestreo instalado, empuje hacia el costado la palanca de retención ubicada en el lado derecho del instrumento. Mientras empuja la palanca hacia el costado, deslice el accesorio hacia arriba para extraerlo de la unidad principal del Cary 630 FTIR.



Figura 4 Intercambio de accesorios de muestreo.

PRECAUCIÓN

Cuando se haya extraído el accesorio de muestreo, la abertura en la superficie de montaje de dicho accesorio queda expuesta al entorno ambiental, y dentro de ella hay componentes ópticos delicados. Tenga cuidado cuando manipule el accesorio para asegurarse de que este se mantenga limpio y que nada entre en contacto con los componentes ópticos.

- 3 Deslice el nuevo accesorio de muestreo en las áreas empotradas de la unidad principal. La palanca se ajustará en su lugar cuando el accesorio esté correctamente instalado.

Observe las dos clavijas de acero inoxidable que sobresalen de la unidad del Cary 630 FTIR. Esto tiene el objetivo de garantizar la ubicación y la alineación correctas de los accesorios.

- 4 Almacene el accesorio de muestreo extraído en un área limpia y protegida, por ejemplo, en una bolsa de plástico dentro de un envase forrado con goma espuma.

- 5 El software MicroLab PC reconocerá el nuevo accesorio de muestreo y mostrará la imagen del accesorio correspondiente en el software.
 - El reconocimiento del accesorio toma unos minutos, porque el lector de RFID debe reconocer el accesorio y cambiar los valores de diagnóstico para representar el dispositivo de muestreo adecuado y el nivel de rendimiento. Espere a que el software vuelva a llevarlo a la pantalla principal donde la imagen cambiará por la imagen del accesorio nuevo.
 - Una vez que esta imagen cambie, observe el indicador del estado en el software para determinar cuándo el instrumento está listo para usarse.
 - El usuario también debe cambiar por un método adecuado para el accesorio nuevo y el software indicará la acción que se debe realizar.
- 6 Para asegurarse de que todo funcione correctamente, revise la sección Valores de diagnóstico en la página 19.

Accesorio de muestreo de ATR de cristal de diamante

El accesorio de muestreo de la reflectancia total atenuada (ATR) de cristal de diamantes aprovecha las propiedades físicas de la luz cuando se encuentra con dos materiales con diferencias en el índice de refracción. Cuando se entra en contacto con una muestra que tiene un índice de refracción diferente, la luz infrarroja crea una onda evanescente, la cual proporciona una profundidad de penetración muy pequeña y específica en la muestra antes de volver a reflejar en el detector del espectrómetro. Esta longitud de trayectoria pequeña y consistente significa que no se requiere la preparación de la muestra para obtener buenos resultados de medición de una variedad de muestras. La clave para obtener buenos resultados con el accesorio de ATR de cristal de diamante es generar un contacto adecuado entre la muestra y el cristal de ATR. La técnica de ATR se puede utilizar para analizar muestras de líquidos, pastas, polvos e incluso algunas muestras de sólidos.

El accesorio de ATR de cristal de diamante utiliza un cristal de diamante tipo IIa como la interfaz entre la muestra y la energía infrarroja. Las ventajas de un cristal de diamante son dureza extrema y resistividad química, además de que puede aceptar muestras con un rango de pH desde 1 hasta 14. Por lo tanto, se pueden analizar de forma segura las muestras duras o abrasivas, e incluso los ácidos fuertes. El diamante en el accesorio de ATR de Agilent es la sustancia más duradera del mundo y se ha diseñado para ofrecer una señal infrarroja máxima.

Análisis de muestras

La ATR de cristal de diamante es una ATR de reflexión única. Es más adecuada para las muestras de mayor absorción, como el caucho, los polímeros, las pinturas y las fibras. Las muestras de polvos y sólidos también se miden mejor con la ATR de reflexión única, ya que se utiliza un dispositivo de sujeción de muestra, el cual aplica una presión fuerte a las muestras de polvos y sólidos para garantizar el contacto óptimo con el cristal de diamante. La ATR de reflexión única también es una buena opción cuando la cantidad de muestras disponibles es limitada. El diamante de reflexión única tiene una superficie de muestreo de 1 mm de diámetro con un área activa de 200 μm y proporciona aproximadamente una profundidad de penetración de 2 μm , para la energía infrarroja a $1,700\text{ cm}^{-1}$. La ATR de reflexión única sobresale levemente por encima de la placa de montaje de metal.

En el modo de carga de muestra y limpieza, la prensa de la muestra debe estar en la posición más alta, para que la punta de la prensa de la muestra se encuentre por encima del visor de muestreo de diamante (consulte la Figura 5). En esta posición se puede acceder fácilmente al área de montaje de la muestra para cargar la muestra en su lugar y para limpiar las superficies de muestreo antes de que se analice la próxima muestra.

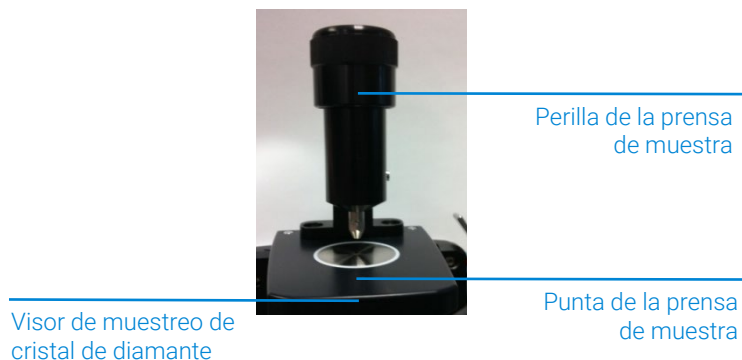


Figura 5 Prensa de la muestra del accesorio ATR de diamante en la posición más alta.

En el modo de análisis de muestra, la prensa de la muestra se baja de forma que la punta entre en contacto con una muestra de sólidos. En esta posición, se genera el contacto entre la muestra y la energía infrarroja que se emite desde el visor de cristal de diamante.

NOTA

Si la muestra es un líquido o una pasta, no es necesario en absoluto utilizar la prensa de la muestra.

PRECAUCIÓN Cuando utilice el mecanismo de prensa giratoria, asegúrese de que la prensa y la punta estén en la posición más elevada antes de girar la prensa fuera o dentro de su posición.

Cuando se activa el modo de análisis de la muestra, la longitud de trayectoria de la muestra de ATR es fija según el número de reflexiones en la ATR. La alineación del accesorio también está configurada previamente en fábrica y, por lo tanto, no se requiere un ajuste óptico o mecánico.

Limpieza

Para limpiar el accesorio de ATR de cristal de diamante para prepararse para el análisis:

- 1 Para abrir la prensa de la muestra, gire la perilla superior hacia la izquierda hasta alcanzar el tope del recorrido de la prensa (consulte la Figura 5).
- 2 Limpie la punta de la prensa de la muestra usando un paño sin pelusa no abrasivo y un solvente adecuado, como acetona, metanol, etanol o alcohol isopropílico.
- 3 Limpie el visor de muestreo de cristal de diamante.

PRECAUCIÓN No rompa el sello del espectrómetro ni intente limpiar las superficies interiores. Si rompe el sello, se anulará la garantía.

Recopilación de un espectro de fondo

Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un fondo usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

PRECAUCIÓN Para asegurarse de que se recopile un espectro de fondo preciso, inspeccione visualmente el visor de muestreo de cristal de diamante y fíjese si hay opacidad o alguna película provenientes de la medición de la muestra anterior. Si se observa una película, repita el procedimiento de limpieza de la página 27 hasta que el visor de muestreo esté libre de residuos.

Recopilación de un espectro de muestra

Para cargar una muestra y recopilar un espectro usando el accesorio de ATR de cristal de diamante:

- 1 Gire la perilla de la prensa de la muestra hacia la izquierda para abrir la prensa de la muestra, de modo que la punta se eleve ligeramente en el visor de muestreo de diamante (consulte la Figura 5).
- 2 Coloque una pequeña cantidad del material que se medirá en el cristal de diamante. El cristal es el material claro de forma circular que el disco de metal circundante mantiene en su lugar.
- 3 Asegúrese de que la muestra cubra toda el área de superficie del cristal de diamante.

En el caso de una muestra volátil, se pueden aplicar cantidades mayores de muestra sin riesgo de que haya pérdidas ni de que el instrumento se dañe. Sin embargo, si se utiliza la cantidad más pequeña posible de muestra, se facilitará el proceso de limpieza.

PRECAUCIÓN Los visores del accesorio de ATR de cristal de diamante están hechos de diamante sintético tipo IIa, el cual es extremadamente resistente a sustancias químicas. No obstante, todavía es posible que el cristal de diamante o la placa de montaje de metal se puedan dañar por muestras extremas. Solo mida las muestras con un pH entre 1 y 14. No deje muestras extremadamente ácidas en la placa de montaje de metal durante un período de tiempo prolongado.

PRECAUCIÓN Aunque el diamante es un material muy duro, el visor de ATR es relativamente delgado (0.5 mm o menos) y puede agrietarse en condiciones de presión extrema. Asegúrese de que la muestra entre en contacto con toda el área de superficie del cristal de diamante y no con solo un punto dentro de este. Evite el uso de la prensa de la muestra en muestras que puedan ser filosas o puntiagudas.

Si la muestra es un líquido o una pasta, no es necesario en absoluto utilizar la prensa de la muestra. En ese caso, ahora está listo para continuar con el análisis.

Análisis de muestras

Si la muestra es un polvo o sólido, la prensa de la muestra debe entrar en contacto con la muestra. Para establecer el contacto, gire la perilla de la prensa de la muestra en sentido de las agujas del reloj hasta llegar a la posición de bloqueo (clic). El brazo de la prensa de la muestra utiliza un mecanismo de embrague deslizante, mediante el cual no se puede superar la máxima presión aplicada; una vez que se alcanzó la máxima presión, el mecanismo de embrague deslizante hará un clic y no permitirá que se ejerza ninguna presión extra en la muestra.

- 4** Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un espectro de muestra usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.
- 5** Tras realizar la medición de la muestra, limpie de inmediato la muestra del accesorio de acuerdo con las instrucciones que se proporcionan en la página 27. Es importante asegurarse de que el visor de muestreo de cristal de diamante y la punta de la prensa de muestra estén libres de residuos de la muestra anterior.

Para obtener instrucciones sobre cómo revisar los resultados y manipular los datos de la muestra, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Accesorio de muestreo de ATR de ZnSe

El accesorio de muestreo de la reflectancia total atenuada (ATR) de ZnSe aprovecha las propiedades físicas de la luz cuando se encuentra con dos materiales con diferencias en el índice de refracción. Cuando se entra en contacto con una muestra que tiene un índice de refracción diferente, la luz infrarroja crea una onda evanescente, la cual proporciona una profundidad de penetración muy pequeña y específica en la muestra antes de volver a reflejar en el detector del espectrómetro. Esta longitud de trayectoria pequeña y consistente significa que no se requiere la preparación de la muestra para obtener buenos resultados de medición de una variedad de muestras. La clave para obtener buenos resultados con el accesorio de ATR de ZnSe es generar un contacto adecuado entre la muestra y el cristal de ATR. La técnica de ATR de ZnSe se debe utilizar principalmente para analizar líquidos, geles y algunos sólidos suaves.

El accesorio de ATR de ZnSe utiliza un cristal de seleniuro de zinc como la interfaz entre la muestra y la energía infrarroja. Una de las ventajas del cristal de ZnSe es su gran rendimiento sin la interferencia de banda de diamante que se ve con la DATR. Puede aceptar muestras con un pH de entre 5 y 9. Las muestras duras o abrasivas y los ácidos fuertes no deben analizarse mediante la ATR de ZnSe.

Análisis de muestras

La ATR de ZnSe es una ATR de reflexión única. Se suele usar como ATR multiuso para medir líquidos, polvos, geles y sólidos suaves. Las muestras de polvos y sólidos se miden mejor con la ATR de reflexión única, ya que se utiliza un dispositivo de sujeción de muestra, el cual aplica una presión relativamente baja a las muestras de polvos y sólidos para garantizar el contacto óptimo con el cristal de ZnSe. La ATR de reflexión única también es una buena opción cuando la cantidad de muestras disponibles es limitada. La ATR de ZnSe de reflexión única, al igual que la ATR de diamante, tiene una superficie de muestreo de 1 mm de diámetro con un área activa de 200 μm y proporciona aproximadamente una profundidad de penetración de 2 μm , para la energía infrarroja a 1,700 cm^{-1} . La ATR de reflexión única sobresale levemente sobre la placa de montaje de metal para garantizar el buen contacto y permitir que el usuario limpie el cristal correctamente.

En el modo de carga de muestra y limpieza, la prensa de la muestra debe estar en la posición más alta, para que la punta de la prensa de la muestra se encuentre por encima del visor de muestreo de ZnSe (consulte la Figura 6). En esta posición se puede acceder fácilmente al área de montaje de la muestra para cargar la muestra en su lugar y para limpiar las superficies de muestreo antes de que se analice la próxima muestra.

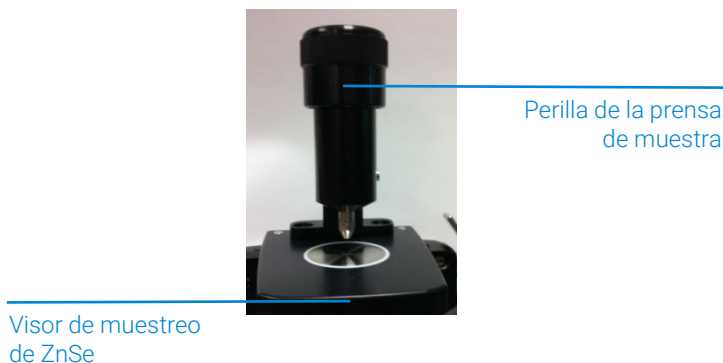


Figura 6 Prensa de la muestra del accesorio ATR de ZnSe en la posición más alta.

En el modo de análisis de muestra, la prensa de la muestra se baja de forma que la punta entre en contacto con una muestra de sólidos. En esta posición, se genera el contacto entre la muestra y la energía infrarroja que se emite desde el visor de ZnSe.

NOTA

Si la muestra es un líquido o una pasta, no es necesario en absoluto utilizar la prensa de la muestra.

PRECAUCIÓN Cuando utilice el mecanismo de prensa giratoria, asegúrese de que la prensa y la punta estén en la posición más elevada antes de girar la prensa fuera o dentro de su posición.

Cuando se activa el modo de análisis de la muestra, la longitud de trayectoria de la muestra de ATR es fija según el número de reflexiones en la ATR. La alineación del accesorio también está configurada previamente en fábrica y, por lo tanto, no se requiere un ajuste óptico o mecánico.

Limpieza

Para limpiar el accesorio de ATR de ZnSe para prepararse para el análisis:

- 1 Para abrir la prensa de la muestra, gire la perilla superior hacia la izquierda hasta alcanzar el tope del recorrido de la prensa (consulte la Figura 6).
- 2 Limpie la punta de la prensa de la muestra usando un paño sin pelusa no abrasivo y un solvente adecuado, como acetona, metanol, etanol o alcohol isopropílico.
- 3 Limpie el visor de muestreo.

PRECAUCIÓN No rompa el sello del espectrómetro ni intente limpiar las superficies interiores. Si rompe el sello, se anulará la garantía.

Recopilación de un espectro de fondo

Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un fondo usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

PRECAUCIÓN Para asegurarse de que se recopile un espectro de fondo preciso, inspeccione visualmente el visor de muestreo y fíjese si hay opacidad o alguna película provenientes de la medición de la muestra anterior. Si se observa una película, repita el procedimiento de limpieza de la página 27 hasta que el visor de muestreo esté libre de residuos.

Recopilación de un espectro de muestra

Para cargar una muestra y recopilar un espectro usando el accesorio de ATR de ZnSe:

- 1 Gire la perilla de la prensa de la muestra hacia la izquierda para abrir la prensa de la muestra, de modo que la punta se eleve levemente en el visor de muestreo de ZnSe (consulte la Figura 6).
- 2 Coloque una pequeña cantidad del material que se medirá en el cristal. El cristal es el material claro de forma circular que el disco de metal circundante mantiene en su lugar.
- 3 Asegúrese de que la muestra cubra toda el área de superficie del cristal de ZnSe.

En el caso de una muestra volátil, se pueden aplicar cantidades mayores de muestra sin riesgo de que haya pérdidas ni de que el instrumento se dañe. Sin embargo, si se utiliza la cantidad más pequeña posible de muestra, se facilitará el proceso de limpieza.

PRECAUCIÓN

Si bien el ZnSe es bastante resistente a la mayoría de los químicos, todavía es posible que el cristal de ZnSe o la placa de montaje de metal se dañen por muestras extremas. Solo mida las muestras con un pH entre 5 y 9. No deje muestras extremadamente ácidas en la placa de montaje de metal durante un período de tiempo prolongado.

PRECAUCIÓN

Material duro o abrasivo puede rayar o agrietar el cristal de ZnSe y deteriorar el rendimiento de las ATR de ZnSe.

PRECAUCIÓN

El cristal de ZnSe es naturalmente un material duro y frágil. El visor de ATR es relativamente delgado (0.5 mm o menos) y puede agrietarse en condiciones de presión excesiva. Asegúrese de que la muestra entre en contacto con toda el área de superficie del ZnSe y no con solo un punto dentro del ZnSe. Evite el uso de la prensa de la muestra en muestras que puedan ser filosas o puntiagudas.

Si la muestra es un líquido o una pasta, no es necesario en absoluto utilizar la prensa de la muestra. En ese caso, ahora está listo para continuar con el análisis.

Análisis de muestras

Si la muestra es un polvo o sólido, la prensa de la muestra debe entrar en contacto con la muestra. Para establecer el contacto, gire la perilla de la prensa de la muestra en sentido de las agujas del reloj hasta llegar a la posición de bloqueo (clic). El brazo de la prensa de la muestra utiliza un mecanismo de embrague deslizante, mediante el cual no se puede superar la máxima presión aplicada; una vez que se alcanzó la máxima presión, el mecanismo de embrague deslizante hará un clic y no permitirá que se ejerza ninguna presión extra en la muestra.

- 4** Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un espectro de muestra usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.
- 5** Tras realizar la medición de la muestra, limpie de inmediato la muestra del accesorio de acuerdo con las instrucciones que se proporcionan en la página 27. Es importante asegurarse de que el visor de muestreo de ZnSe y la punta de la prensa de muestra estén libres de residuos de la muestra anterior.

Para obtener instrucciones sobre cómo revisar los resultados y manipular los datos de la muestra, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Accesorio de muestreo de ATR de germanio

El accesorio de muestreo de la reflectancia total atenuada de germanio de Agilent (ATR de Ge) para el Cary 630 FTIR aprovecha las propiedades físicas de la luz cuando se encuentra con dos materiales con diferencias en el índice de refracción. Cuando se entra en contacto con una muestra que tiene un índice de refracción diferente, la luz infrarroja crea una onda evanescente, la cual proporciona una profundidad de penetración muy pequeña y específica en la muestra antes de volver a reflejar en el detector del espectrómetro. Esta longitud de trayectoria pequeña y consistente significa que no se requiere la preparación de la muestra para obtener buenos resultados de medición de una variedad de muestras. El ATR de Ge, si bien tiene un diseño similar al del accesorio de ATR de cristal de diamante de Agilent, ofrece características diferentes debido al uso de un cristal de Ge. Con un cristal de Ge se consigue una profundidad de penetración menor, lo cual resulta en una menor longitud de trayectoria. Es importante al medir muestras que contienen negro de carbón, como neumáticos, cauchos y juntas tóricas, ya que la caracterización y la identificación de estas muestras muy absorbentes se simplifican con longitudes de trayectoria menores. La clave para obtener buenos resultados con el accesorio de ATR de Ge es generar un contacto adecuado entre la muestra y el cristal de ATR. La técnica de ATR se puede utilizar para analizar muestras de líquidos, pastas, polvos y sólidos.

Análisis de muestras

El accesorio de ATR de Ge utiliza un cristal de 45° de un rebote como la interfaz entre la muestra y la energía infrarroja y es una ATR de reflexión única. Es más adecuado para muestras de gran absorción, como neumáticos, cauchos y juntas tóricas, o cualquier muestra que contenga negro de carbón. Las muestras de polvos y sólidos también se miden mejor con la ATR de reflexión única, ya que se utiliza un dispositivo de sujeción de muestra, el cual aplica una presión fuerte a las muestras de polvos y sólidos para garantizar el contacto óptimo con el cristal de Ge. La ATR de reflexión única también es una buena opción cuando la cantidad de muestras disponibles es limitada. El Ge de reflexión única tiene una superficie de muestreo de 1 mm de diámetro y ofrece las siguientes longitudes de trayectoria efectivas:

- 0.15 μm en 4000 cm^{-1}
- 0.36 μm en 1700 cm^{-1}
- 1.02 μm en 600 cm^{-1}

En el modo de carga de muestra y limpieza, la prensa de la muestra debe estar en la posición más alta, para que la punta de la prensa de la muestra se encuentre por encima del visor de muestreo de Ge (consulte la Figura 7). En esta posición se puede acceder fácilmente al área de montaje de la muestra para cargar la muestra en su lugar y para limpiar las superficies de muestreo antes de que se analice la próxima muestra.



Figura 7 Prensa de la muestra del accesorio ATR de Ge.

En el modo de análisis de muestra, la prensa de la muestra se baja de forma que la punta entre en contacto con una muestra de sólidos. En esta posición, se genera el contacto entre la muestra y la energía infrarroja que se emite desde el visor de Ge.

NOTA

Si la muestra es un líquido o una pasta, no es necesario en absoluto utilizar la prensa de la muestra.

PRECAUCIÓN

Cuando utilice el mecanismo de prensa giratoria, asegúrese de que la prensa y la punta estén en la posición más elevada antes de girar la prensa fuera o dentro de su posición.

Cuando se activa el modo de análisis de la muestra, la longitud de trayectoria de la muestra de ATR es fija según el número de reflexiones en la ATR. La alineación del accesorio también está configurada previamente en fábrica, por lo cual no se requiere un ajuste óptico o mecánico.

Limpieza

Para limpiar el accesorio ATR de Ge en la preparación para el análisis:

- 1 Para abrir la prensa de la muestra, gire la perilla superior hacia la izquierda hasta alcanzar el tope del recorrido de la prensa (consulte la Figura 7).
- 2 Limpie la punta de la prensa de la muestra usando un paño sin pelusa no abrasivo y un solvente adecuado, como acetona, metanol, etanol o alcohol isopropílico.
- 3 Limpie el visor de muestreo de Ge.

PRECAUCIÓN

No rompa el sello del espectrómetro ni intente limpiar las superficies interiores. Si rompe el sello, se anulará la garantía.

Recopilación de un espectro de fondo

Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un fondo usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

PRECAUCIÓN

Para asegurarse de que se recopile un espectro de fondo preciso, inspeccione visualmente el visor de muestreo de Ge y fíjese si hay opacidad o alguna película provenientes de la medición de la muestra anterior. Si se observa una película, repita el procedimiento de limpieza hasta que el visor de muestreo esté libre de residuos.

Recopilación de un espectro de muestra

Para cargar una muestra y recopilar un espectro usando el accesorio de ATR de Ge:

- 1 Gire la perilla de la prensa de la muestra hacia la izquierda para abrir la prensa de la muestra, de modo que la punta se eleve levemente en el visor de muestreo de Ge (consulte la Figura 7).
- 2 Coloque una pequeña cantidad del material que se medirá en el cristal de Ge. El cristal es el material claro de forma circular que el disco de metal circundante mantiene en su lugar.
- 3 Asegúrese de que la muestra cubra toda el área de superficie del cristal de Ge.

En el caso de una muestra volátil, se pueden aplicar cantidades mayores de muestra sin riesgo de que haya pérdidas ni de que el instrumento se dañe. Sin embargo, si se utiliza la cantidad más pequeña posible de muestra, se facilitará el proceso de limpieza.

PRECAUCIÓN

Los visores de accesorios de ATR de Ge o la placa de montaje de metal se puedan dañar por muestras extremas. Solo mida las muestras con un pH entre 1 y 14. No deje muestras básicas ni extremadamente acídicas en la placa de montaje de metal durante un período de tiempo prolongado.

PRECAUCIÓN

Aunque el Ge es un material duro, el visor de ATR puede agrietarse en condiciones de presión extrema. Asegúrese de que la muestra entre en contacto con toda el área de superficie del cristal y no con solo un punto dentro del cristal. Evite el uso de la prensa de la muestra en muestras que puedan ser filosas o puntiagudas.

Si la muestra es un líquido o una pasta, no es necesario en absoluto utilizar la prensa de la muestra. En ese caso, ahora está listo para continuar con el análisis.

Si la muestra es un polvo o sólido, la prensa de la muestra debe entrar en contacto con la muestra. Para establecer el contacto, gire la perilla de la prensa de la muestra en sentido de las agujas del reloj hasta que el brazo de presión no baje más. Un mecanismo de resorte mantiene la presión sobre la muestra; tenga cuidado de no ajustar demasiado la abrazadera. Cuando el brazo de presión no se mueva más, no supere $\frac{1}{4}$ de giro con la perilla de la muestra.

- 4 Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un espectro de muestra usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

- 5 Tras realizar la medición de la muestra, limpie de inmediato la muestra del accesorio de acuerdo con las instrucciones que se proporcionan en la página 35. Es importante asegurarse de que el visor de muestreo de Ge y la punta de la prensa de muestra estén libres de residuos de la muestra anterior.

Para obtener instrucciones sobre cómo revisar los resultados y manipular los datos de la muestra, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Accesorio de muestreo de ATR de seleniuro de zinc de 5 rebotes

El accesorio de muestreo de la reflectancia total atenuada de seleniuro de zinc de 5 rebotes (ATR de ZnSe de 5 rebotes) aprovecha las propiedades físicas de la luz cuando se encuentra con dos materiales con diferencias en el índice de refracción. Cuando se entra en contacto con una muestra que tiene un índice de refracción diferente, la luz infrarroja crea una onda evanescente, la cual proporciona una profundidad de penetración muy pequeña y específica en la muestra antes de volver a reflejar en el detector del espectrómetro. La luz se refleja varias veces para ampliar la longitud de trayectoria efectiva y así ofrece niveles de detección inferiores a los de la ATR de un rebote.

Si bien es fácil de usar, la ATR de un rebote tiene la limitación de la baja sensibilidad en comparación con otras técnicas de FTIR. Muchos métodos ahora exigen ATR de varios rebotes por la mayor sensibilidad que brindan. La ATR de ZnSe de 5 rebotes mejora los niveles de detección y aún brinda la sencillez de uso de la ATR de un rebote. Además, el accesorio respeta el método de Biodiésel ASTM D-7371, lo cual lo hace ideal para esta aplicación.

Cuando se activa el modo de análisis de la muestra, la longitud de trayectoria de la muestra de ATR es fija según el número de reflexiones en la ATR. La alineación del accesorio también está configurada previamente en fábrica y, por lo tanto, no se requiere un ajuste óptico o mecánico.

Limpieza

Limpie el área del visor de muestreo de ZnSe de 5 rebotes usando un hisopo de algodón o un paño sin pelusa no abrasivo y un solvente adecuado, como acetona, metanol, etanol o alcohol isopropílico.

Análisis de muestras



Figura 8 Limpieza del visor de muestreo de ATR de ZnSe de 5 rebotes.

PRECAUCIÓN

No rompa el sello del espectrómetro ni intente limpiar las superficies interiores. Si rompe el sello, se anulará la garantía.

Recopilación de un espectro de fondo

Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un fondo usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

PRECAUCIÓN

Para asegurarse de que se recopile un espectro de fondo preciso, inspeccione visualmente el visor de muestreo de ZnSe de 5 rebotes y fíjese si hay opacidad o alguna película provenientes de la medición de la muestra anterior. Si se observa una película, repita el procedimiento de limpieza de la página 37 hasta que el visor de muestreo esté libre de residuos.

Recopilación de un espectro de muestra

Para cargar una muestra y recopilar un espectro usando el accesorio de ATR de ZnSe de 5 rebotes:

- 1 Coloque una pequeña cantidad del líquido que se medirá en el cristal de ZnSe. El cristal es el material claro de forma circular que el disco de metal circundante mantiene en su lugar.
- 2 Asegúrese de que la muestra cubra toda el área de superficie del cristal de ZnSe.

En el caso de una muestra volátil, se pueden aplicar cantidades mayores de muestra sin riesgo de que haya pérdidas ni de que el instrumento se dañe. Sin embargo, si se utiliza la cantidad más pequeña posible de muestra, se facilitará el proceso de limpieza.

PRECAUCIÓN

Los visores del accesorio de ATR de ZnSe de 5 rebotes están hechos de ZnSe, que es resistente a sustancias químicas. No obstante, todavía es posible que el cristal o la placa de montaje de metal se dañen por muestras extremas. Solo mida las muestras con un pH entre 4 y 9. No mida muestras ni use limpiadores que salgan de este rango de pH.

- 3 Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un espectro de muestra usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.
- 4 Tras realizar la medición de la muestra, limpie de inmediato la muestra del accesorio de acuerdo con las instrucciones que se proporcionan en la página 37. Es importante asegurarse de que la ventana de muestreo de ZnSe de 5 rebotes no contenga residuos de la muestra anterior.

Para obtener instrucciones sobre cómo revisar los resultados y manipular los datos de la muestra, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Accesorios de muestreo de transmisión

El accesorio de muestreo de transmisión estándar (consulte la Figura 9) tiene un soporte de montaje deslizante para tarjetas, que es compatible con los soportes de tamaño estándar del sector. Dichos soportes incluyen aquellos soportes para pastillas de KBr, celdas de líquidos y placas de sal.

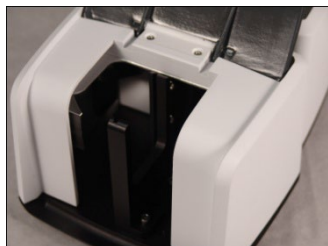


Figura 9 Accesorio de transmisión que muestra el compartimento de la muestra.

Un área empotrada en el panel delantero permite que los tubos accedan a las celdas de líquidos.

Análisis de muestras

El análisis de transmisión generalmente se utiliza para la identificación de los materiales desconocidos. Las placas de sal se usan más comúnmente como el soporte de la muestra para materiales líquidos desconocidos, mientras que las pastillas de KBr se utilizan para diluir y soportar materiales sólidos en el haz infrarrojo.

El análisis de transmisión también se puede usar para el análisis cuantitativo mediante el uso de celdas selladas o celdas desmontables con longitudes de trayectoria constantes. El accesorio de transmisión para el Cary 630 FTIR está específicamente diseñado para aceptar las celdas de tamaño estándar de la industria. Estas se pueden obtener directamente de Agilent o de su proveedor de accesorios preferido.

El software MicroLab PC de Agilent le permite realizar cálculos de la ley de Beer o cálculos simples lineales basados en alturas pico, áreas o relaciones. Los modelos a través de los programas PLS también están disponibles y se pueden integrar fácilmente en el software. Para obtener información sobre cómo hacer esto, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Limpieza

Para limpiar el accesorio de transmisión para prepararse para el análisis:

- 1 Asegúrese de que el compartimento esté libre de residuos u otro material que pueda causar interferencia con su muestreo.
- 2 Siga las recomendaciones del fabricante para la limpieza de cualquier accesorio de transmisión que se utiliza para mediciones, como celdas de líquidos, soportes de pastillas de KBr y placas de sal.

NOTA

Agilent no es responsable del cuidado inadecuado de los accesorios utilizados con el accesorio de transmisión.

PRECAUCIÓN

No intente limpiar los espejos dentro del compartimento del accesorio de transmisión. Los solventes o el aire enlatado pueden provocar interferencias espectrales irreversibles y daño en los espejos de la superficie delantera. Esto puede tener un efecto perjudicial en el procesamiento y rendimiento del sistema. Si hace eso, se anulará la garantía.

Recopilación de un espectro de fondo

Para recopilar un espectro de fondo usando un accesorio de transmisión:

- 1 Coloque el material utilizado para mediciones de fondo en el compartimento de muestra del accesorio de transmisión. Este compartimento puede ser un compartimento de muestra vacío o una celda vacía, según su procedimiento de operación estándar.
- 2 Recopile un espectro de fondo. Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un fondo usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Recopilación de un espectro de muestra

Para recopilar un espectro de muestra usando un accesorio de transmisión:

- 1 Coloque la muestra en el soporte de muestras

PRECAUCIÓN

Asegúrese de que la muestra esté colocada en el soporte y alineada correctamente para que el haz infrarrojo pase a través de la muestra. Utilice la clavija de posicionamiento en la parte inferior del soporte para establecer la distancia correcta desde la parte inferior del compartimento de la muestra.

-
- 2 Recopile un espectro de muestra. Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un espectro de muestra usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Para obtener instrucciones sobre cómo revisar los resultados y manipular los datos de la muestra, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Accesorio de muestreo de reflectancia especular de 10 y 45 grados

Los accesorios de reflectancia especular (SRA) de 10 y 45 grados de Agilent para el Cary 630 FTIR permiten mediciones de reflectancia especular casi normales (<10 grados) o en diagonal (>10 grados). Las mediciones de reflectancia especular se hacen en muestras que, en general, están diseñadas para reflejar luz desde una superficie plana. Algunos ejemplos son espejos, vidrios, ventanas y revestimientos de película delgada colocados sobre sustratos muy reflectantes. El uso final buscado para el producto suele dictar si la muestra se mide de forma casi normal o en diagonal. Use el SRA de 10 grados para mediciones de reflectancia especular de forma casi normal y use el SRA de 45 grados para medir la reflectancia especular en diagonal y para medir películas relativamente delgadas sobre sustratos reflectantes.



Figura 10 SRA de 10 grados (izquierda) y de 45 grados (derecha).

El SRA de 10 grados se desliza dentro y fuera del Cary 630 FTIR en segundos, sin necesidad de alinear nada. Consulte en la página 24 las instrucciones de instalación.

El SRA de 45 grados se desliza fácilmente dentro del accesorio de transmisión.

Para instalar el SRA de 45 grados dentro del Cary 630 FTIR:

- 1 Retire los dos tornillos que sujetan el soporte de transmisión estándar y reemplace el soporte con el suministrado junto con el SRA de 45 grados. Ajuste los dos tornillos para fijarlo al accesorio de transmisión. Este soporte modificado tiene un brazo más corto al frente para brindar mejor acceso a la parte superior del accesorio para muestras más grandes.
- 2 Deslice el accesorio de transmisión sobre el Cary 630 FTIR.
- 3 Deslice el SRA de 45 grados dentro del accesorio de transmisión.

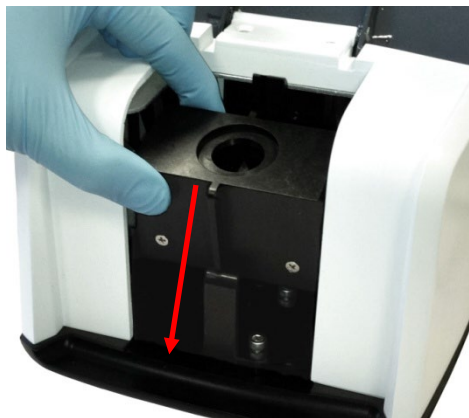


Figura 11 Instalación del SRA de 45 grados en el accesorio de transmisión del FTIR Cary 630.

El software MicroLab PC de Agilent le permite realizar cálculos de la ley de Beer o cálculos simples lineales basados en alturas pico, áreas o relaciones. Los modelos a través de los programas PLS también están disponibles y se pueden integrar fácilmente en el software. Para obtener información sobre cómo hacer esto, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Limpieza

Para limpiar el SRA de 10 o 45 grados antes del análisis:

- Para el SRA de 10 grados, asegúrese de que el visor de muestreo esté libre de residuos u otro material que pueda causar interferencia con su muestra. No mida muestras en polvo ni muestras con revestimientos que puedan caer dentro del accesorio y contaminar los espejos del interior.
- Para el SRA de 45 grados, asegúrese de que el accesorio de transmisión y el visor de muestreo estén libres de residuos u otro material que pueda causar interferencia con su muestreo.

PRECAUCIÓN

No intente limpiar los espejos dentro del compartimento del accesorio de transmisión. Los solventes o el aire enlatado pueden provocar interferencias espectrales irreversibles y daño en los espejos de la superficie delantera. Esto puede tener un efecto perjudicial en el procesamiento y rendimiento del sistema. Si hace eso, se anulará la garantía

Recopilación de un espectro de fondo

Para recopilar un espectro de fondo usando un accesorio de transmisión:

- 1 Coloque el material utilizado para mediciones de fondo sobre el visor de muestreo del accesorio SRA de 10 o 45 grados. Generalmente es el espejo recubierto en dorado suministrado con el accesorio.
- 2 Recopile un espectro de fondo. Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un fondo usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Recopilación de un espectro de muestra

Para recopilar un espectro de muestra usando el accesorio de reflectancia especular:

- 1 Coloque la muestra sobre el visor de muestreo del SRA de 10 o 45 grados.



Figura 12 Introducción de la muestra para el accesorio de SRA de 10 grados y 45 grados.

- 2 Recopile un espectro de muestra. Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un espectro de muestra usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.
- 3 Para obtener instrucciones sobre cómo revisar los resultados y manipular los datos de la muestra, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Accesorio de muestreo TumbllR

El accesorio de muestreo TumbllR dedicado es un accesorio de muestreo de transmisión de líquidos patentado diseñado y fabricado exclusivamente por Agilent para optimizar el análisis de muchas muestras de líquidos, pastas y geles. En comparación con celdas de líquidos tradicionales para laboratorios analíticos generales, el TumbllR facilita mucho la preparación, la carga, el análisis y la limpieza de la muestra.

El TumbllR opera en dos modos: carga/limpieza de muestra y análisis de muestra.

En el modo limpieza y carga de la muestra, el TumbllR se gira de forma tal que el visor de muestreo apunte hacia arriba. Es en esta posición, se puede acceder fácilmente al área de montaje de la muestra para cargarla en su lugar y limpiar las superficies de muestreo antes del análisis de la siguiente muestra.

En el modo análisis de muestra, el TumbllR se gira de forma tal que el visor óptico del accesorio apunte hacia abajo hacia el área de montaje de la muestra. En esta posición, la energía infrarroja pasa a través de la muestra y posibilita la medición. Asegúrese de girar el brazo del TumbllR completamente alrededor hasta que llegue a la posición de bloqueo y quede enganchado en esa posición. Esta posición de bloqueo mantiene al accesorio fijo durante el análisis de la muestra.

Cuando el modo análisis de la muestra está activado, la longitud de trayectoria de TumbllR es 100 micrones, una longitud de trayectoria óptima para el análisis de infrarrojos intermedios de muchas muestras de líquidos, pastas y geles. La alineación del accesorio también está configurada previamente en fábrica y, por lo tanto, no se requiere ningún ajuste.

Limpieza

Para limpiar los visores de muestreo de TumbllR para prepararse para el análisis:

- 1** Gire el brazo del TumbllR de forma que el sensor óptico apunte hacia arriba.
- 2** Limpie el visor superior con un paño de algodón suave humedecido en acetona.
- 3** Limpie el visor inferior.

NOTA

Para limpiar el sensor óptico y el área de muestreo, utilice únicamente un paño de algodón suave, como hisopos de algodón o un sustituto adecuado.

PRECAUCIÓN

Los visores están hechos de un material de transmisión de infrarrojos, el seleniuro de zinc (ZnSe). El ZnSe es un material relativamente duradero, pero se puede rayar o dañar fácilmente si se aplica demasiada presión durante la limpieza, o si se utiliza un material abrasivo. Para la limpieza, se recomiendan materiales como los hisopos de algodón humedecidos en acetona.

PRECAUCIÓN

El ZnSe es relativamente resistente químicamente hablando a materiales con un rango de pH de entre 4 y 9, pero hay algunos materiales, como los ácidos fuertes o materiales excesivamente básicos, que pueden perjudicar al ZnSe. Evite que materiales fuera de este rango de pH recomendado entren en contacto con el visor de ZnSe.

PRECAUCIÓN

No rompa el sello del espectrómetro ni intente limpiar las superficies interiores. Si rompe el sello, se anulará la garantía.

Recopilación de un espectro de fondo

Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un fondo usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

PRECAUCIÓN

Para asegurarse de que se recopile un espectro de fondo preciso, inspeccione visualmente las superficies del visor de ZnSe y fíjese si hay opacidad o películas en los visores que hayan quedado de la medición de la muestra anterior. Si se observa una película, repita el procedimiento de limpieza de la página 45 hasta que las superficies del visor estén libres de residuos.

Recopilación de un espectro de muestra

Para cargar una muestra de líquidos y recopilar un espectro usando el accesorio TumbllR:

- 1 Abra el TumbllR; para ello, haga girar el brazo en sentido contrario a las agujas del reloj.
- 2 Coloque una pequeña cantidad de material en el visor inferior ubicado en la placa base de TumbllR. El visor de la muestra es el material de color amarillo y 2 mm de diámetro, el cual es sostenido por un disco de metal circundante.
- 3 Asegúrese de que la muestra cubra toda el área de superficie del visor inferior.

En el caso de una muestra volátil, como los análisis de combustible, se pueden aplicar cantidades mayores de muestra sin riesgo de que haya pérdidas ni de que el instrumento se dañe; sin embargo, si se utiliza la cantidad más pequeña posible de muestra, se facilitará el proceso de limpieza.

Aunque es seguro ejecutar una variedad de muestras de líquidos, incluidas soluciones acuosas o pastas espesas, como grasa, el TumbllR no se debe utilizar con ninguna muestra de sólidos o polvos, por ejemplo, comprimidos. El uso del TumbllR con muestras de sólidos dañará los visores de ZnSe o modificará la longitud de trayectoria de transmisión configurada previamente.

PRECAUCIÓN Los visores superiores e inferiores están hechos de ZnSe. Las muestras con un pH inferior a 4 y superior a 9 pueden dañar el ZnSe. Solo mida las muestras con un pH entre 4 y 9.

PRECAUCIÓN Las muestras duras o abrasivas pueden rayar fácilmente los visores de ZnSe. Evite el uso de muestras que puedan rayar la superficie de los visores.

La longitud de trayectoria de transmisión óptica es una consideración importante cuando se utiliza el TumbllR para un rango de tipos de muestras de líquidos. Dado que la longitud de trayectoria de TumbllR está alineada previamente y fijada a 100 micrones, es posible que algunos tipos de muestras, como los materiales de alta absorción de infrarrojos, no brinden resultados óptimos.

- 4 Cierre el TumbllR; para ello, gire el brazo en sentido de las agujas del reloj hasta que este encaje en su lugar.

Análisis de muestras

- 5 Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un espectro de muestra usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.
- 6 Tras realizar la medición de la muestra, limpie de inmediato la muestra del accesorio de acuerdo con las instrucciones que se proporcionan en la página 45. Es importante asegurarse de que los visores superiores e inferiores estén libres de residuos de la muestra anterior.

Para obtener instrucciones sobre cómo revisar los resultados y manipular los datos de la muestra, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Accesorio de muestreo DialPath

El accesorio de muestreo DialPath se basa en la misma tecnología que el accesorio de muestreo TumbIIR. El DialPath utiliza el accesorio de muestreo de transmisión única de líquidos de TumbIIR diseñado y fabricado exclusivamente por Agilent para optimizar el análisis de muchas muestras de líquidos, pastas y geles. En comparación con las celdas de líquidos tradicionales para los laboratorios analíticos generales, el DialPath facilita mucho más la preparación, la carga, el análisis y la limpieza de las muestras, mientras proporciona la flexibilidad de elegir de entre tres longitudes de trayectoria establecidas por la fábrica.

El DialPath opera en dos modos: carga/limpieza de muestra y análisis de muestra.

En el modo de carga de muestras y el modo de limpieza, el DialPath se gira para que el visor óptico quede hacia arriba (consulte la Figura 13). Es en esta posición, se puede acceder fácilmente al área de montaje de la muestra para cargarla en su lugar y limpiar las superficies de muestreo antes del análisis de la siguiente muestra.

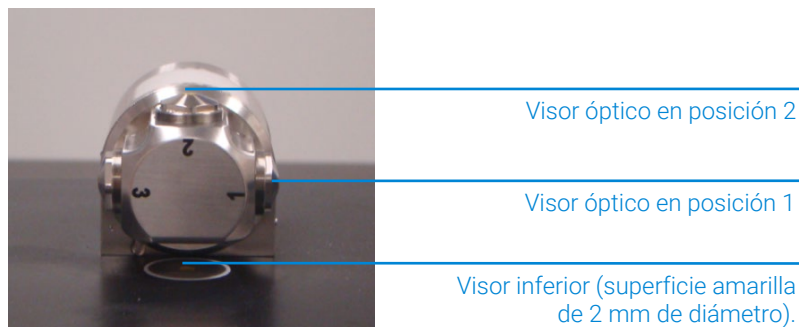


Figura 13 DialPath con visor óptico hacia arriba.

Análisis de muestras

En el modo análisis de muestra, el DialPath se gira de forma tal que el visor óptico apunte hacia abajo hacia el área de montaje de la muestra. En esta posición, la energía infrarroja pasa a través de la muestra y posibilita la medición. El brazo del DialPath se debe rotar completamente hasta que llegue a la posición de bloqueo y quede enganchado en esa posición. Esta posición de bloqueo mantiene al accesorio fijo durante la medición de la muestra.

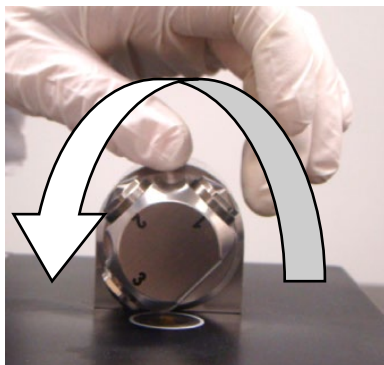


Figura 14 Giro del DialPath.

Cuando se active el modo análisis de la muestra, la longitud de trayectoria del DialPath se configura a un valor predeterminado establecido en fábrica, que se expresa en micrones. La alineación del accesorio también está configurada previamente en fábrica y, por lo tanto, no se requiere ningún ajuste.

Limpieza

Para limpiar los visores de muestreo de DialPath para prepararse para el análisis:

- 1** Gire el DialPath para que la Posición 2 del visor óptico apunte hacia arriba (consulte la Figura 13).
- 2** Limpie el visor de la última posición utilizada para el análisis, con un bastoncillo de algodón humedecido en acetona (consulte la Figura 15, que muestra la Posición de limpieza 3).
- 3** Limpie el área de montaje de la muestra inferior (consulte la Figura 15).
- 4** Si se utiliza la posición 2, limpie la posición 3 o 1, dependiendo de la dirección en que se giró el DialPath.

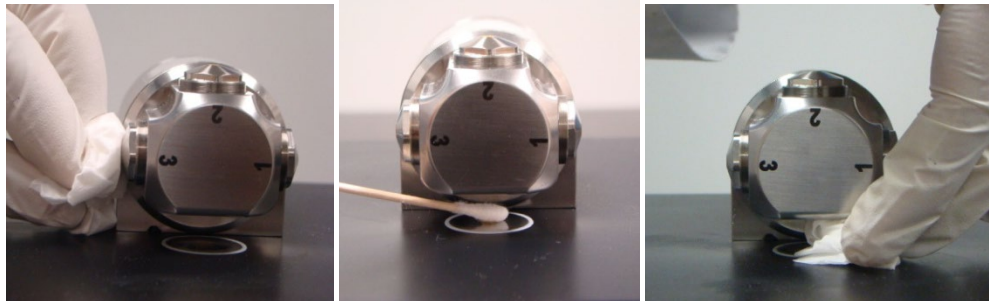


Figura 15 Limpieza del visor de la Posición 3 de DialPath (izquierda) y limpieza del área de montaje de la muestra.

NOTA

Para limpiar los visores ópticos y el área de montaje de la muestra, utilice únicamente un paño de algodón suave, como hisopos de algodón o un sustituto adecuado.

PRECAUCIÓN

Los visores están hechos de un material de transmisión de infrarrojos, el seleniuro de zinc (ZnSe). El ZnSe es un material relativamente duradero, pero se puede rayar o dañar fácilmente si se aplica demasiada presión durante la limpieza, o si se utiliza un material abrasivo. Para la limpieza, se recomiendan materiales como los hisopos de algodón humedecidos en acetona.

PRECAUCIÓN

El ZnSe es relativamente resistente químicamente hablando a materiales con un rango de pH de entre 4 y 9, pero hay algunos materiales, como los ácidos fuertes o materiales excesivamente básicos, que pueden perjudicar al ZnSe. Evite que materiales fuera de este rango de pH recomendado entren en contacto con el visor de ZnSe.

PRECAUCIÓN

No rompa el sello del espectrómetro ni intente limpiar las superficies interiores. Si rompe el sello, se anulará la garantía.

Recopilación de un espectro de fondo

Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un fondo usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC.

NOTA

La medición de fondo se debe tomar en la misma longitud de trayectoria en la que se medirá la muestra.

PRECAUCIÓN

Para asegurarse de que se recopile un espectro de fondo preciso, inspeccione visualmente las superficies del visor de ZnSe y fíjese si hay opacidad o películas presentes en los visores que hayan quedado de la medición de la muestra anterior. Si se observa una película, repita el procedimiento de limpieza de la página 49 hasta que las superficies del visor estén libres de residuos.

Recopilación de un espectro de muestra

Para cargar una muestra de líquidos y recopilar un espectro usando el accesorio DialPath:

- 1 Gire el brazo para abrir el DialPath (consulte la Figura 14).
- 2 Coloque una pequeña cantidad del material de la muestra sobre el visor de montaje de la muestra inferior (consulte la Figura 16). El visor de montaje de la muestra es el material de color amarillo y 2 mm de diámetro que el disco de metal circundante mantiene en su lugar.

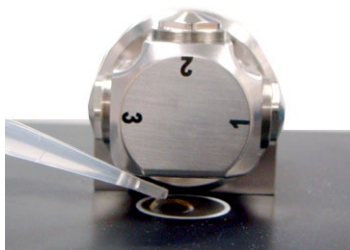


Figura 16 Colocación de la muestra en el visor de montaje de la muestra del accesorio DialPath.

Análisis de muestras

- 3 Asegúrese de que la muestra cubra toda el área de superficie del visor de montaje de muestra.

En el caso de una muestra volátil, como los análisis de combustible, se pueden aplicar cantidades mayores de muestra sin riesgo de que haya pérdidas ni de que el instrumento se dañe; sin embargo, si se utiliza la cantidad más pequeña posible de muestra, se facilitará el proceso de limpieza.

Aunque es seguro ejecutar una variedad de muestras de líquidos, incluidas soluciones acuosas o pastas espesas, como grasa, el DialPath no se debe utilizar con ninguna muestra de sólidos o polvos, por ejemplo, comprimidos. El uso del DialPath con muestras de sólidos dañará los visores de ZnSe o modificará la longitud de trayectoria de transmisión configurada previamente.

PRECAUCIÓN

Los visores superiores e inferiores están hechos de ZnSe. Las muestras con un pH inferior a 4 y superior a 9 pueden dañar el ZnSe. Solo mida las muestras con un pH entre 4 y 9.

-
- 4 Cierre el DialPath al girar el brazo en sentido de las agujas del reloj hasta que este encaje en su lugar.
 - 5 Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un espectro de muestra usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.
 - 6 Después de completar la medición de la muestra, limpie inmediatamente la muestra del DialPath siguiendo las instrucciones que se proporcionan previamente. Es importante asegurarse de que los visores superiores e inferiores estén libres de residuos de la muestra anterior.

Para obtener instrucciones sobre cómo revisar los resultados y manipular los datos de la muestra, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Accesorio de muestreo de reflectancia difusa

El accesorio de muestreo de reflectancia difusa proporciona un análisis cuantitativo y cualitativo de las muestras en polvo o sólidas. Esta técnica proporciona un análisis cuantitativo más sensible que ATR, y su uso continúa siendo fácil.

Las muestras de polvos comúnmente se mezclan con el polvo de KBr a un nivel de aproximadamente entre 3 y 5 %. Sin embargo, la carga de la muestra en KBr se puede ajustar a fin de obtener la sensibilidad requerida. El accesorio de reflectancia difusa está mejorado para el uso con el sistema óptico Cary 630 FTIR y proporciona la sensibilidad máxima disponible para mediciones rápidas y precisas.

El accesorio de reflectancia difusa utiliza un soporte de muestras de cuatro posiciones (consulte la Figura 17), que se desliza en una ranura situada en el lado derecho del accesorio. La primera posición del soporte contiene un espejo dorado de reflectancia difusa, el cual se utiliza para la recopilación de fondo. Las otras tres posiciones se utilizan para llenarse con las mezclas de muestras/KBr. Los bloqueos en el soporte le permiten evaluar cuál posición se medirá.



Figura 17 Soporte de muestras de reflectancia difusa.



Figura 18 Accesorio de reflectancia difusa sujetado al Cary 630 FTIR. El soporte de la muestra se empuja en la ranura en la parte derecha inferior del accesorio.

Limpieza

Para limpiar el soporte de la muestra del accesorio de reflectancia difusa para prepararse para el análisis:

- 1 Extraiga el soporte de la muestra del accesorio y deseche la mezcla de la muestra/KBr según corresponda.
- 2 Elimine todo el polvo residual con un hisopo u otro dispositivo adecuado.

PRECAUCIÓN No raye el espejo de reflectancia dorado difuso.

PRECAUCIÓN No contamine el espejo dorado con agua; de lo contrario, este retendrá humedad y esto se evidenciará en su respuesta espectral.

PRECAUCIÓN No rompa el sello del espectrómetro ni intente limpiar las superficies interiores. Si rompe el sello, se anulará la garantía.

Recopilación de un espectro de fondo

Para recopilar un espectro de fondo usando un accesorio de reflectancia difusa:

NOTA

Dado que el soporte de la muestra contiene tres posiciones de muestra, puede ser conveniente colocar las mezclas de la muestra de KBr en las posiciones 2 a 4, y medir el fondo inmediatamente después de cada muestra.

- 1 Coloque el soporte de la muestra en el accesorio de reflectancia difusa.
- 2 Recopile un espectro de fondo con el espejo dorado difuso. Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un fondo usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC.

NOTA

En algunas ocasiones, puede ser necesario utilizar el KBr en forma pura como material de fondo. Esto es especialmente cierto si el KBr contiene cierta humedad.

PRECAUCIÓN

Para garantizar que se recopile un espectro de fondo preciso, inspeccione visualmente la superficie del espejo dorado difuso y fíjese si hay opacidad, películas o rayones importantes en el espejo que hayan sido causados por el uso o la limpieza. Si observa alguno de estos problemas, es posible que se necesite un nuevo espejo de referencia.

Recopilación de un espectro de fondo

Para medir un material sólido usando un accesorio de reflectancia difusa:

- 1 La preparación de la muestra es clave para lograr los espectros de reflectancia difusa aceptables. Mezcle la muestra con KBr a un nivel de concentración de entre 3 y 5 %. Esto normalmente se realiza con un mortero para lograr una muestra homogénea.
- 2 Transfiera las muestras en la posición adecuada del soporte. No contamine otras posiciones.
- 3 Llene la posición completamente y luego utilice una espátula o una herramienta con un lado plano para crear una superficie plana; posteriormente extraiga el relleno sobrante.
- 4 Deslice el soporte en el accesorio de reflectancia difusa y mueva el soporte hasta la posición deseada de la muestra.
- 5 Recopile el espectro de una muestra utilizando un método adecuado. Para obtener instrucciones sobre cómo recopilar un espectro de muestra usando el software, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.
- 6 Tras realizar la medición de la muestra, limpie de inmediato la muestra del soporte de acuerdo con las instrucciones de la página 54. Es importante asegurarse de que todas las posiciones de la muestra no contengan residuos de la muestra anterior.

Para obtener instrucciones sobre cómo revisar los resultados y manipular los datos de la muestra, consulte la Guía del usuario del software MicroLab PC de Agilent.

Esta página se dejó en blanco intencionalmente.

4

Mantenimiento

Limpieza	57
Reemplazo del desecante	57
Reemplazo de los visores	59
Reemplazo de la fuente	60

Limpieza

Cuando deba limpiar la parte exterior de su sistema Cary 630 FTIR de Agilent, desconecte el cable de alimentación y cualquier otra conexión.

Toda la limpieza se debe realizar con un paño suave. Si es necesario, el paño se puede humedecer con agua, etanol o un detergente suave. No use agentes de limpieza abrasivos. Evite el uso de disolventes clorados o agresivos.

Todos los derrames deben limpiarse de inmediato.

No sumerja el FTIR Cary 630 en agua.

Reemplazo del desecante

El desecante en el FTIR Cary 630 es un cartucho desechable (consulte la Figura 19), que el usuario puede sustituir cuando sea necesario.



Figura 19 Cartucho de desecante antiguo (izquierda) y cartucho de desecante nuevo (derecho).

Mantenimiento

Hay dos indicadores de humedad: uno en la parte posterior del espectrómetro (consulte la Figura 20) y uno en la parte inferior desde donde se accede al cartucho de desecante (consulte la Figura 21). Hay tres niveles en el indicador de humedad trasero: 10, 20 y 30 %. El nivel se determina al observar el indicador y determinar cuál sección tiene un color lavanda (en lugar de rosado o azul). Los instrumentos nuevos incluirán un cartucho de desecante actualizado (consulte la Figura 22), que tiene solamente el indicador de color en lugar del indicador de % y color. Se recomienda cambiar el desecante una vez que el nivel de humedad haya alcanzado el 30 % o que el indicador de color sea rosa.

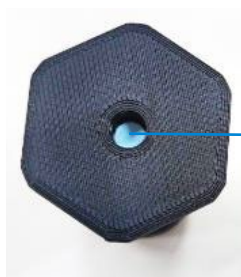


Figura 20 Indicador de humedad en la parte trasera del FTIR Cary 630 (izquierda) y primer plano (derecha).



Ubicación del cartucho
de desecante

Figura 21 Ubicación del cartucho de desecante en la parte inferior del FTIR Cary 630.



Indicador de
desecante

Figura 22 Nuevo diseño del cartucho de desecante.

Para reemplazar el desecante, siga estos pasos:

- 1 Extraiga el desecante de la bolsa sellada.
- 2 Apague el espectrómetro.
- 3 Coloque el espectrómetro de costado.
- 4 Utilice una llave para extraer el cartucho de desecante gastado.

Mantenimiento

- 5 Reemplace el cartucho de desecante por uno nuevo. Ajuste el cartucho nuevo firmemente con la mano, pero no lo ajuste de más.
- 6 Deseche el cartucho viejo como corresponda.

NOTA

Después de que la unidad principal se ha expuesto y abierto al entorno, permita que el sistema se caliente y equilibre lo suficiente antes de usarlo. Esto dependerá de cuánto tiempo estuvo abierto el sistema, y puede tardar entre 30 minutos y 2 horas.

Reemplazo de los visores

Cada espectrómetro Cary 630 FTIR y accesorio de muestra tienen un visor que sella la compuerta del sistema (excepto el accesorio de muestreo de transmisión). El visor de salida de la unidad principal depende de la versión del sistema (KBr o ZnSe) y del tipo de accesorio de muestreo de ATR. El resto de los accesorios de muestreo utilizan el visor de ZnSe, debido a los componentes ópticos de los accesorios. Los visores en los accesorios de muestreo y la unidad principal tienen la misma forma y el mismo tamaño.



Figura 23 Visores ópticos.

En algún momento durante la vida útil de su Cary 630 FTIR, es posible que sea necesario cambiar el visor. Esto podría suceder por una variedad de motivos.

Para reemplazar el visor, siga estos pasos:

- 1 Extraiga el accesorio de muestreo, tal como se indica en la página 24.
- 3 Un dispositivo de anillo de retención mantiene el visor en su lugar. Coloque la herramienta de extracción del anillo de retención suministrada junto con el visor de reemplazo para que las clavijas estén en las áreas empotradas correspondientes. Gire la herramienta en sentido contrario a las agujas del reloj para extraer el anillo de retención.

Mantenimiento

- 3 Extraiga el visor.

PRECAUCIÓN

Agarre los visores solo de los bordes. Cuando se instalan los visores, lo más recomendable es usar guantes desechables a fin de impedir que queden huellas dactilares involuntarias en la superficie del visor.

- 4 Asegúrese de que la junta tórica todavía esté intacta y elimine los residuos del área de colocación del visor.
- 5 Coloque el visor nuevo. El anillo de retención tiene un ángulo de un grado. Por lo tanto, una vez que el anillo esté en su lugar, rótelos un cuarto de giro en sentido contrario a las agujas del reloj y luego comience a ajustar girando en sentido de las agujas del reloj. El anillo está en su lugar cuando está levemente empotrado desde la placa delantera. Esto garantiza que los accesorios se deslizarán suavemente hasta llegar a su lugar. No ajuste en exceso.

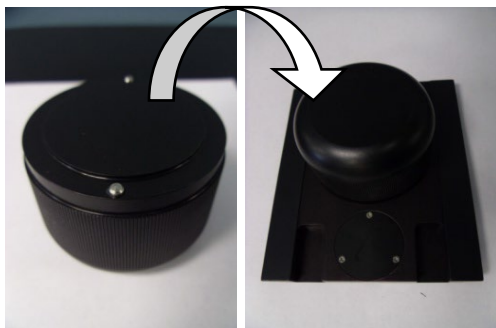


Figura 24 Herramienta de sustitución del visor y reemplazo del anillo de retención.

Reemplazo de la fuente

La vida útil típica de la fuente infrarroja es tres años. Por lo tanto, es posible que en ciertas ocasiones se la deba reemplazar. Debe comunicarse con su representante del servicio local si no está seguro de si la fuente se debe reemplazar o no.

NOTA

Para realizar este procedimiento, deberá hacer lo siguiente:

- Destornillador esférico 3/32
- Destornillador Phillips

Mantenimiento

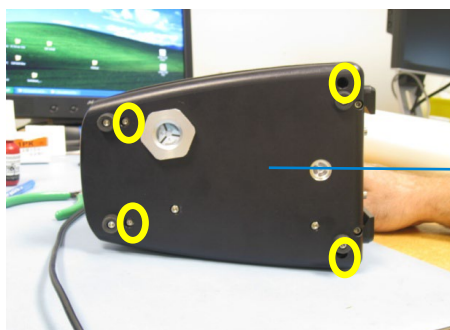
Antes de comenzar este procedimiento, apague su Cary 630 FTIR. Desenchufe el sistema de la fuente de alimentación principal y de la conexión USB que va a la computadora. Además, extraiga cualquier accesorio de muestreo del Cary 630 FTIR de forma que solo se quede con la unidad principal.

PRECAUCIÓN

Si extrae el accesorio de muestreo, expone los visores ópticos de ZnSe o KBr. Evite tocar los visores ópticos y colocar cualquier objeto cerca de estos.

Para reemplazar la fuente, siga estos pasos:

- 1 Inclíne el espectrómetro sobre su lado para exponer la placa inferior (consulte la Figura 25). Hay dos tornillos visibles; y dos tornillos profundos y empotrados que aseguran el instrumento. Con un destornillador esférico 3/32, extraiga los cuatro tornillos.



Cartucho de desecante

Figura 25 Parte inferior del FTIR Cary 630, que muestra los tornillos que se van a extraer (encerrados en un círculo).

NOTA

Los cuatro tornillos son cautivos y no se desengancharán completamente. Tenga cuidado de no confundir los tornillos que sostienen las ubicaciones de la base con los tornillos correctos para extraer la placa base.

- 2 Vuelva a colocar el instrumento en su posición vertical y extraiga la cubierta.

Mantenimiento

- 3 Desenganche el cableado de potencia del instrumento. El cableado de potencia se identifica por su conector de 4 clavijas y los cables azul, negro y rojo (consulte la Figura 26).

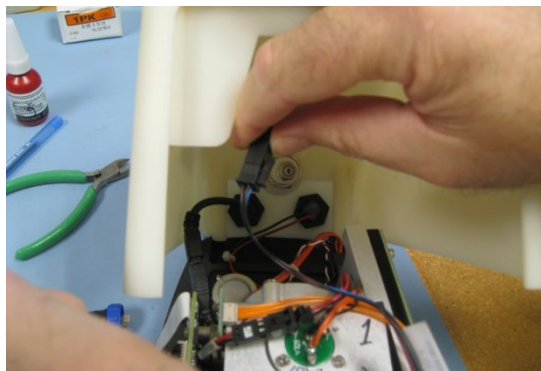


Figura 26 Desenganche del cableado de potencia.

- 4 Desconecte el cable USB. El conector USB es el conector negro (consulte la Figura 27).

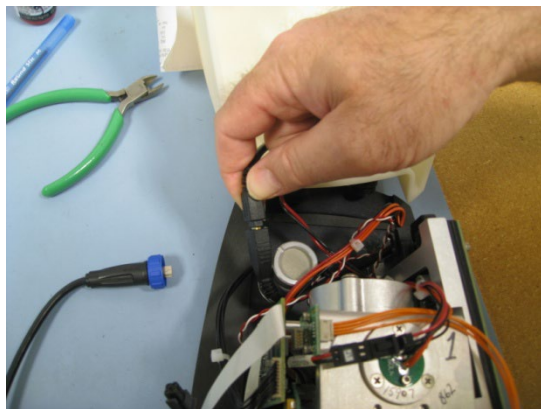


Figura 27 Desconexión del cable USB.

Mantenimiento

- 5 Desconecte el cableado de la fuente/láser de la placa de potencia. El cableado de la fuente/láser se identifica por su conector de 6 clavijas y la combinación de cables naranja, negro y rojo (consulte la Figura 28).

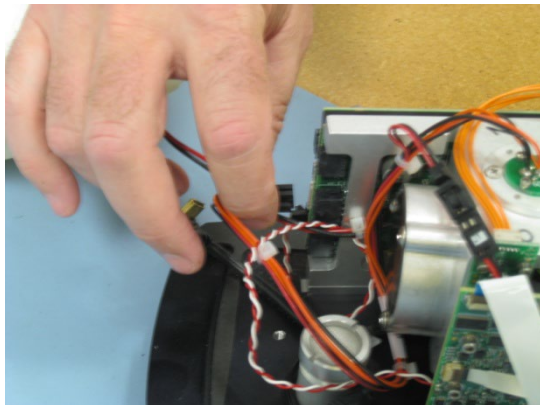


Figura 28 Desconexión del cableado de potencia de la fuente/láser.

- 6 Identifique el montaje de la fuente. La fuente está ubicada en la parte superior del marco del interferómetro. Está asegurada por tres tornillos de cabeza Philips (consulte la Figura 29). Con el destornillador Philips adecuado, extraiga los tres tornillos.

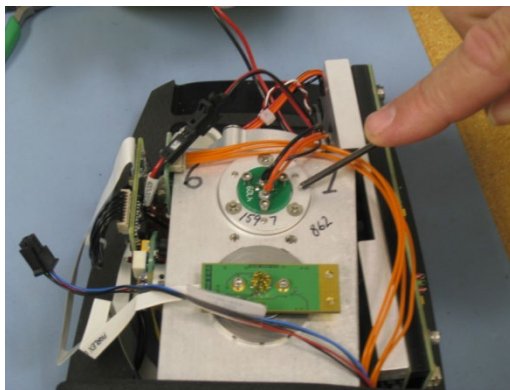


Figura 29 Montaje de la fuente en el marco del interferómetro.

- 7 Extraiga el montaje de la fuente del marco (consulte la Figura 30). Separe la fuente y reemplácela con el nuevo montaje de la fuente.

NOTA

A los fines de alineación, la abertura del montaje de la fuente apunta hacia la parte delantera del instrumento (donde se ubica normalmente el accesorio de muestreo).

- 8 Sujete con tres tornillos de cabeza Philips que se extrajeron previamente.

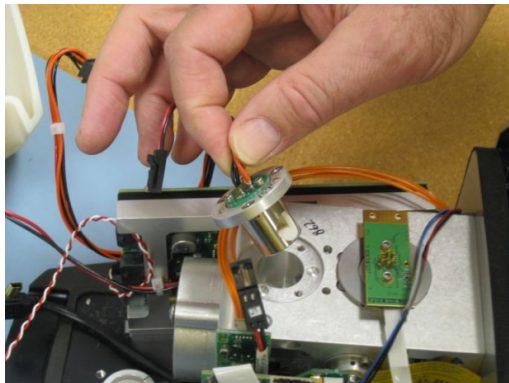


Figura 30 Extracción del montaje de la fuente.

NOTA

La disposición de los orificios se ha diseñado para evitar la colocación incorrecta de la fuente.

- 9 Vuelva a conectar el cableado de potencia de la fuente/láser al conector adecuado, como se indica en el proceso de extracción. Luego, conecte el cable USB y el cableado de potencia (lo cual también se indica previamente). Una vez que todos los cables estén conectados nuevamente, coloque la cubierta en su posición original. Coloque el instrumento de costado y ajuste los cuatro tornillos de retención de la placa base. Recuerde que estos no se desenganchan completamente y que ya deben estar en su lugar.
- 10 Reemplace su accesorio de muestreo. Vuelva a conectar los cables externos de alimentación y USB, y continúe con normalidad. Se recomienda que controle los valores de energía en la pantalla Diagnóstico para asegurarse de que el valor sea correcto. Es posible que necesite ajustar la ganancia para alcanzar la cantidad de señal adecuada a través del instrumento (consulte la sección Valores de diagnóstico en la página 19 para obtener los valores de energía adecuados).

ADVERTENCIA



Peligro

El mantenimiento del usuario de las piezas y los componentes más allá de los procedimientos descritos en este manual podría implicar un riesgo de seguridad para usted, dañar su instrumento e invalidar su garantía. Lleve a cabo solo esos procedimientos descritos en este manual. Con respecto al resto de los problemas técnicos, comuníquese con su representante autorizado de Agilent.

5

Piezas de repuesto y consumibles

Tabla 3 Piezas de repuesto

Número de referencia	Descripción
G8043-67483	Punta plana de repuesto para ATR
G8043-67484	Punta de sedimento repuesto para ATR
G8043-67405	Película de poliestireno para el accesorio de ATR/muestreo de transmisión
G8043-67406	Película de poliestireno para el accesorio de muestreo de TumbIIR/DialPath
PIKE-162-5450	Poliestireno trazable a NIST de PIKE de aproximadamente 38 µm (para IQOQ)
925-0128	Poliestireno trazable a NIST de ICL de aproximadamente 35 µm (para IQOQ)
G8043-67400	Fuente infrarroja con conector de purga
G8043-67401	Desecante con conector de purga
G8043-67402	Visor de KBr con herramienta de extracción
G8043-67403	Visor de ZnSe con herramienta de extracción
G8043-67003	Prensa de ATR de cristal de diamante de giro de Cary FTIR
G8043-67004	Prensa de Ge-ZnSe de giro de Cary FTIR
G8043-67012	Kit de purga para el motor y el accesorio de muestreo de transmisión
430-0135	Fuente de alimentación de 15 V de CC; 2,66 A
430-0018	Cable USB para el FTIR

Por contratos de servicio, reparaciones y servicios de reparación, póngase en contacto con Agilent.

Piezas de repuesto y consumibles

Esta página se dejó en blanco intencionalmente.

6

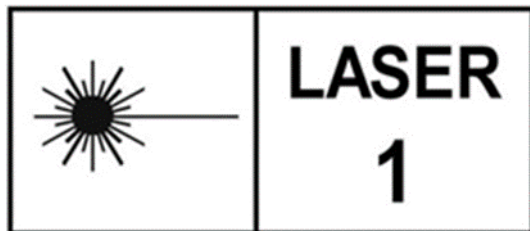
Especificaciones

Técnica	67
Información de seguridad	68
Condiciones ambientales	68

Técnica

- **Geometría del interferómetro:** Interferómetro de Michelson de alto rendimiento con espejos planos móviles y fijos
- **Divisor del haz estándar:** KBr o ZnSe
- **Resolución espectral máxima:** 2 cm^{-1}
- **Láser:** Estado sólido de baja potencia
- **Fuente infrarroja:** Elemento de hilo bobinado
- **Accesorios de muestreo:** ATR de cristal de diamante, Transmisión, Tumbler, DialPath, Reflectancia difusa, ATR de Ge, ATR de ZnSe, Reflectancia especular de 10 y 45 grados
- **Detector:** Diámetro de 1.3 mm, dTGS enfriados termoeléctricamente
- **Ancho:** 21 cm (8.25 pulg.)
- **Profundidad:** 10.2 cm (4.00 pulg.)
- **Altura:** 17.1 cm (6.75 pulg.)
- **Peso:** 2.9 kg (6.5 lb)
- **Entrada de la fuente de alimentación:** 100–240 V de CA, 0.93 A, 50–60 Hz
- Salida de la fuente de alimentación: 15 V de CC, 2.66 A
- Cary 630 requiere una fuente de alimentación de 15 V de CC, 17 W

Información de seguridad



El sistema FTIR Cary 630 contiene un láser en estado sólido de baja potencia necesario para su funcionamiento; sin embargo, en ningún modo de funcionamiento o mantenimiento el usuario estará expuesto a niveles de radiación que superen aquellos que definen un producto láser Clase 1.

Láser clase 1

Cumple con 21 CFR 1040.10 y 1040.11 excepto la conformidad con IEC 60825-1 Ed. 3., tal como se describe en el Aviso láser nº 56, con fecha 8 de mayo de 2019.

Condiciones ambientales

- Temperatura (durante el uso): 0-40 °C; -32-104 °F
- Temperatura (de almacenamiento): -30-60 °C; -22-140 °F
- Humedad sin condensación (durante el uso): ZnSe: Hasta el 80 %, KBr: 20-50 %
- Humedad sin condensación (para almacenamiento): ZnSe: Hasta el 40 %, KBr: Hasta el 40 %
- Altitud: Hasta 2000 m
- Contaminación Grado 2
- Sobrevoltaje Categoría II

En esta guía

En la guía se describe lo siguiente:

- Introducción
- Cómo comenzar
- Análisis de muestras
- Mantenimiento
- Piezas de repuesto y consumibles
- Especificaciones



G8043-95001

Edición 06/24
7.ª edición

© Agilent Technologies, Inc. 2024

Agilent Technologies Australia [M] Pty Ltd
679 Springvale Road
Mulgrave, VIC 3170, Australia

