

Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪

用户指南



声明

手册部件号

G8043-97001

第 7 版，2024 年 6 月

版权所有

© Agilent Technologies, Inc. 2024

按照美国和国际版权法的规定，未经 Agilent Technologies, Inc. 事先同意和书面许可，不得以任何形式或采取任何手段（包括电子存储和检索或翻译成其他语言）复制本手册中的任何内容。

Agilent Technologies, Australia (M) Pty

Ltd

679 Springvale Road
Mulgrave, Victoria, 3170
Australia

www.agilent.com

担保说明

本文档中包含的材料“按原样”提供，在将来的版本中，如有更改，恕不另行通知。而且，在适用法律允许的最大范围内，Agilent 不对本手册及其所包含的信息做出任何明示或暗示的担保，其中包括但不限于对适销性和对具体用途适用性的暗示的担保。Agilent 不对因提供、使用或执行本文档或其中所包含的信息而造成的任何错误或任何意外或附带的损失承担责任。如果 Agilent 与用户签有单独的书面协议，且协议中涉及本文档所含材料的担保条款与上述条款发生冲突，则该书面协议中的担保条款具有优先法律效力。

技术许可

本文档中所述的硬件和/或软件是依据许可提供的，且只能根据此类许可的条款进行使用或复制。

受限权利说明

美国政府受限权利。授予联邦政府的软件和技术数据权利仅包括通常提供给最终用户的那些权利。Agilent 根据 FAR 12.211（技术数据）和 12.212（计算机软件）和（对于国防部）DFARS 252.227-7015（技术数据 - 商品）以及 DFARS 227.7202-3（商业计算机软件或计算机软件文档中的权利）来提供软件和技术数据方面的此常规商业许可。

安全声明

小心

小心声明表示存在危险。提醒您注意某个操作步骤、某项操作或类似问题，如果执行不当或未遵照提示操作，可能会损坏产品或丢失重要数据。不要忽视小心提示，直到完全理解和符合所指出的条件。

警告

“警告”声明表示存在危险。提醒您注意某个操作步骤、某项操作或类似问题，如果执行不当或未遵照提示操作，可能会导致人身伤害或死亡。除非已完全理解并符合所指出的条件，否则请不要忽视“警告”声明而继续进行操作。

目录

1	简介	7
	信息符号	9
2	入门指南	11
	开箱	11
	装箱单	12
	选件	12
	安装	13
	组件	13
	连接电源	14
	电源线选择	15
	环境	16
	MicroLab PC 软件	16
	打开仪器	16
	电源开关 LED 指示灯状态	17
	关闭	17
	性能验证	18
	诊断值	19
	验证	19
3	分析样品	21
	可更换采样附件	22

目录

钻石 ATR 采样附件	23
清洁	24
采集背景光谱	24
采集样品光谱	25
硒化锌 ATR 采样附件	26
清洁	27
采集背景光谱	27
采集样品光谱	27
锗 ATR 采样附件	29
清洁	30
采集背景光谱	30
采集样品光谱	31
五次反射硒化锌 ATR 附件	32
清洁	32
采集背景光谱	32
采集样品光谱	33
透射采样附件	33
清洁	34
采集背景光谱	34
采集样品光谱	35
10 度和 45 度镜面反射采样附件	36
清洁	37
采集背景光谱	38
采集样品光谱	38
TumblIR 采样附件	39

目录

清洁	39
采集背景光谱	40
采集样品光谱	41
DialPath 采样附件	42
清洁	43
采集背景光谱	44
采集样品光谱	45
漫反射采样附件	46
清洁	46
采集背景光谱	48
采集背景光谱	48
4 维护	49
清洁	49
更换干燥剂	49
更换窗口	51
更换光源	52
5 备件和耗材	57
6 规格	59
技术信息	59
安全信息	60
环境条件	60

目录

该页有意留白。

Agilent Cary 630 FTIR 是小型中红外光谱仪，旨在提供大型传统 FTIR 光谱仪的功能，并且降低了复杂性、维护要求或成本。主光学装置的尺寸仅为 16 x 22 x 13 厘米（6.3 x 8.7 x 5.1 英寸），重量仅为 2.9 千克（6.3 磅）。Cary 630 FTIR 具有多种功能，可用于传统的分析化学实验室。该系统供室内使用，并非为防水或其他极端室外条件而设计。

警告**火灾危险**

本质上讲，Cary 630 FTIR 系统并非完全安全。请仅在已经过易燃材料测试的环境中使用本系统。使用本设备时，如果不遵守本指南提供的操作规范，可能会降低设备的防护功能。

Cary 630 FTIR 使用称为傅里叶变换红外 (FTIR) 光谱的技术，该技术是当前用于分子化合物鉴定和量化的最先进技术。FTIR 利用红外光源透过样品照射在检测器上，这会精确地测量样品吸收的光量。这种吸收可形成特有的光谱指纹，使用这种光谱指纹可以确定样品的分子结构和混合物中特定化合物的精确含量。Cary 630 FTIR 光谱仪的核心是功能独特的迈克尔逊干涉仪。这一专利设计是使 FTIR 结构紧凑、重量轻、坚固耐用的关键所在。

根据您的应用所需的频率范围，Cary 630 FTIR 有两种配置。有关详细信息，请参见 Cary 630 FTIR 规格。

简介

另外，有多种不同的采样附件可以满足不同的样品类型和灵敏度需求。这些附件可用于一系列液体、粉末、气体、膏剂和凝胶的分析。它们包括：

- **钻石 ATR：**用于液体、粉末、膏剂和凝胶的化学分析。衰减全反射 (ATR) 系统可用作单反射（最常用）ATR。
- **硒化锌 ATR：**用于 pH 值在 5-9 范围内的液体、凝胶和软状固体的化学分析。衰减全反射 (ATR) 系统可用作单反射 ATR（最常用）和多次反射 ATR（仅限液体）。
- **透射：**经典的红外采样接口，可用于测量固体、液体和气体。Agilent 还提供 50 mm 装有滑块的气室。
- **TumblIR：**在常温条件下对液体进行快速化学分析的单光程透射。
- **DialPath：**用于在常温条件下对液体进行快速化学分析，具有三种已设定的光程，可让您选择分析所需的灵敏度。
- **漫反射附件：**用于粉末样品和固体样品的定量和定性测量。提供比 ATR 更为灵敏的定量分析，而且同样易于使用。
- **锗 ATR：**用于测量在钻石 ATR 下吸收率很高的样品或者炭黑含量高的样品。
- **10 度镜面反射附件：**用于测量固体样品在接近法线角度的镜面反射。
- **45 度镜面反射附件：**用于测量固体样品在特定角度的镜面反射。该附件安装在透射仓内。

Cary 630 FTIR 是使用 Agilent MicroLab PC 软件由计算机控制的系统。MicroLab PC 很直观、简单易用，无需专门的技术培训。单击一下鼠标，系统即可提供关于物质中所含化学物特征和数量的有用信息。

简介

信息符号

下面列出了与光谱仪上的警告一同出现的符号。还显示了这些符号描述的危险情况。

三角形符号表示警告。下面是文档中或仪器自身上的警告旁边可能出现的符号的含义：



以下符号可能会用在仪器附带的警告标签上。看到此符号时，请参考相关操作或服务手册，了解该警告符号指代的正确操作过程。



仪器上带有以下符号，可用作参考。

I	电源打开
0	电源关闭
— — —	直流电

简介

该页有意留白。

2

入门指南

开箱	11
安装	13
组件	13
连接电源	14
电源线选择	15
环境	16
MicroLab PC 软件	16
打开仪器	16
关闭	17
性能验证	18

开箱

打开光谱仪系统的包装：

- 1 收到交付的 Agilent Cary 630 FTIR 后，不要立即打开装运箱。而是将装运箱放在室温环境中，在经过几小时后使装运箱内的物品达到室内环境温度。这是为了避免在初始设置和安装过程之前组件上出现不必要的冷凝现象。

Cary 630 FTIR 所采用的包装方式可以确保它在到达工作场所时就处于工作就绪状态。定制的贴体泡沫插块可保护仪器在运输期间免受损坏。每次通过普通运输工具运送仪器时，需要将其重新装箱到原始的装运箱中。使用原始的装运箱，可以在保证仪器安全的同时在几秒钟内拆卸并重新包装您的 Cary 630。通过原始装运箱以外的包装运输 Cary 630 FTIR 将会使保修权利失效。

- 2 装运箱中应包含下面所列的标准物品，以及订购的可选物品。请仔细检查包装，以确保已从装运包装中取出所有物品。另外，确保以下装箱单中的所有物品送达时均完好无损，并处于良好的工作状态。如果发现任何物品在运输途中丢失或者损坏，请立即联系 Agilent。

注意

保留所有的原始包装材料，以供将来存放、运送和运输本系统使用。

注意

通过原始装运箱以外的包装运输 Cary 630 FTIR 将会使保修权利失效。

- 3 从装运箱中取出 Cary 630 FTIR 系统，并将其侧放于平坦、稳定的表面。必须使仪器远离热表面以及任何电磁干扰源。

装箱单

- 一个 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪系统
- 一份 Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪用户指南
- 一个 Agilent MicroLab 软件 USB 闪存盘 (UFD)
- 一根 Agilent Cary 630 FTIR AC 电源线
- 一个 Agilent Cary 630 FTIR 外部电源
- 一根 Agilent Cary 630 FTIR USB 电缆
- 一个装运箱

选件

虽然 Cary 630 FTIR 系统的标配如上所示，但有许多可用的选件，其中包括：

- 笔记本/台式计算机
- 订购的可更换配件
- 备用 USB 电缆
- 备用电源线/电源

安装

Cary 630 FTIR 设计为完全由客户自主安装。按照以下指南安装 Cary 630。要获得快速参考指南，请参考安装卡。

组件

要确保 Cary 630 FTIR 正常工作，必须连接采样附件或接口。安装附件：

- 1 向外按下释放杆。
- 2 将附件滑入凹进或燕尾槽区域。方法是将燕尾槽与前面板对齐，然后向下滑动（见图 1）。
- 3 释放杆扣回原位时，该附件即放置到位。

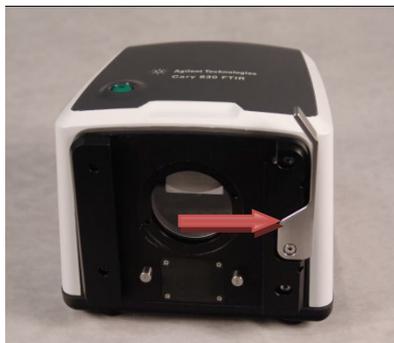


图 1. 在将附件滑入到位之前，向外按下 Cary 630 Engine 的释放杆。

连接电源

连接光谱仪系统的电源：

- 1 将随附电源线插入 Cary 630 FTIR 系统后部左下方的电源接口（见图 2）。



图 2. 连接电源线。

- 2 将蓝色护盖拧在电源连接器上，方法是顺时针旋转蓝色护盖，直到用手拧紧为止。小心不要过度拧紧，以免塑料连接器受损。
- 3 系统附有相应的电源线。将电源线的另一端连接到 AC 电源插座。
- 4 将 Mini USB 通信电缆连接到仪器右后方的 USB 连接器。

将蓝色护盖顺时针旋转拧在 USB 连接器上，直到用手拧紧为止。小心不要过度拧紧，以免塑料连接器受损。

小心

为避免出现任何电源启动损坏或问题，请先将电源线连接到光谱仪系统，然后再连接到电源插座。

小心

为避免出现因电涌或电源故障导致的系统损坏，请始终在电源插座和系统电源之间使用 UL 认证的电涌保护器。

小心

所有电线必须避开人流密集的区域。如果电源线连接承受的拉力过大，可能会对系统设备或适配器造成损坏。

将设备放在易于操作断电开关的位置。

电源线选择

Agilent 的所有电源（产品、附件）均应符合 IEEE 519-2022 标准单相交流电。三线系统（火线、零线、地线；或两条火线和一条地线）。

小心

如有必要，更换电源线时只使用与下列电源线相当的电源线。

可以使用以下电源线：

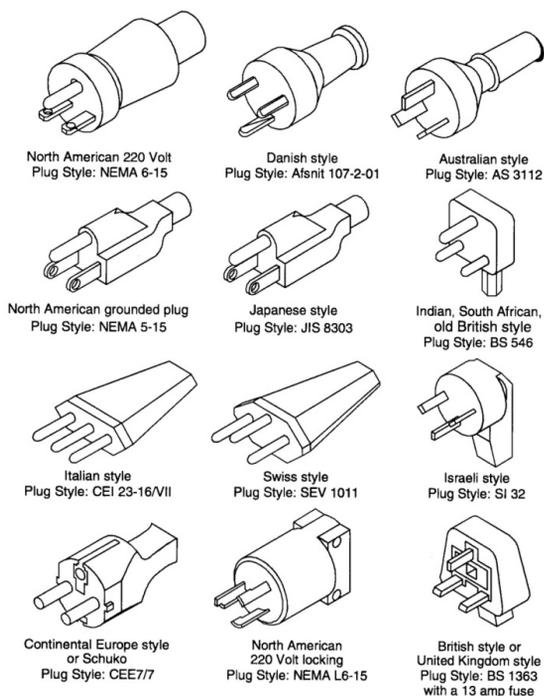


图 3. 合适的电源线。

环境

小心

必须使 Cary 630 FTIR 远离热表面以及电磁干扰源。

MicroLab PC 软件

Cary 630 FTIR 附带 Agilent MicroLab PC 软件。有关安装软件的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。该软件手册位于此软件的安装光盘上。它提供了有关登录、管理用户、编辑方法和查看数据的详细信息。

打开仪器

打开仪器：

- 1 按下 Cary 630 FTIR 系统的电源按钮并保持两 (2) 秒钟。最初，在加载固件时，指示灯会闪烁红色和绿色。此过程应持续不到 15 秒。LED 灯显示稳定绿色时，表明仪器此时已准备就绪。
- 2 在可以开始可靠的分析之前，光谱仪必须先进行 5 分钟的预热。

使用仪器完毕时，再次按绿色的电源按钮以关闭系统。LED 指示灯将变为红色。

电源开关 LED 指示灯状态

电源按钮包含双色的 LED 指示灯。LED 指示灯上显示的颜色可以指示系统的状态。下表列出了 LED 指示灯的颜色和仪器的状态。

表 1 电源开关 LED 状态

状态	LED 颜色	动作 (% 占空比)
系统关闭	无 LED 指示灯点亮	不适用
系统关闭	红色	100%
系统启动	红色/绿色	绿色亮起 0.5 秒/红色亮起 0.5 秒
系统打开	绿色	100%
固件更新	红色/绿色	绿色快速闪烁两次，然后红色快速闪烁两次

关闭

使用完光谱仪时，按绿色的电源按钮以关闭系统。LED 指示灯将变为红色。

注意

如要让 Cary 630 FTIR 没有水分，建议一直打开光谱仪，即便在不使用时也要打开。

小心

电源按钮是瞬时开关，以避免意外的电源关闭。要打开或关闭系统，请按住此按钮两 (2) 秒钟。

性能验证

Cary 630 FTIR 已经在工厂经过全面测试，所以不需要进行校准步骤。但是，建议首先执行性能测试，以确保光谱正常运行。要执行和了解性能测试，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。性能测试可测量光谱仪的能量水平（基于干涉电压或高度）。测试成功时，软件屏幕顶部会出现绿色圆圈。然后即可开始分析样品。黄色或红色的圆圈表示光谱仪当前的运行已超出工厂定义的范围。表 1 和 Advanced Features（高级功能）软件页面中列出了这些参数。

注意

如果软件屏幕顶部的圆圈是黄色或红色的，请联系 Agilent 技术支持以求协助。

与任何测量设备一样，在使用系统进行关键测量之前，验证 Cary 630 FTIR 是否正常工作是非常重要的。Cary 630 会提供诊断值和性能验证测试，以显示系统的性能。

通过诊断值可以方便地了解、快速评估光谱仪的功能。如果光谱仪未正常工作，则其中的一个诊断值将超出允许规范。

性能验证测试需要的时间更长，涉及更多测量光谱仪工作情况的测试。验证测试会检查光谱仪的敏感度（性能）、稳定性和频率精度（激光校准）。

每个行业都具有不同的仪器验证要求。一般来讲，应每天或每周检查诊断值。通常，诊断值严重超出规范时光谱仪将不会采集数据，但验证光谱仪是否工作正常仍是一个好的做法。

应每个季度、每年两次或每年一次进行性能验证。监管严格的行业可能要求每个月都进行性能验证，具体视仪器的使用情况而定。

诊断值

可以在 MicroLab PC 软件的 Diagnostics（诊断）页面上查看以下值。在每种情况下，最佳值表示 Cary 630 FTIR 系统正以其设计的性能水平工作。边缘值表示光谱仪正在工作，但性能水平较低。临界值表示系统未正确工作，在这种情况下您应 Agilent 联系技术支持以求协助。

注意

使用“漫反射”采样附件时，相应的反射盘必须就位才能进行这些测量。漫射镀金校对盘应与“漫反射”采样附件配合使用。该校对盘永久安装在采样托盘的位置 1 中。

表 2 诊断值

值	最佳（绿色）	边缘（黄色）	临界（红色）	评注
能量（中心猝发）	28,000-15,000	>28,000 或 <10000	> 30,000 或 < 3000	表示系统的整体校准和正确的增益调整。
光源	1.9 A	>2.2 A 或 <1.6 A	>2.4 A 或 <1.4 A	表示红外光源控制电压有问题，或光源已烧坏。显示电压和电流强度；但电流强度即足以诊断。
激光信号	15,000-3,000	>15,000 或 <3,000	>17,000 或 < 2,000	即使没有反射盖，也可验证严重的校准误差。
检测器温度	38-42	<38 或 >42	<36 或 >44	表示冷却电路出现问题，或环境温度超出指定范围。
CPU 温度	10-75	>75	>80	表示环境温度超出指定范围。

验证

MicroLab PC 软件有三个适用于 Cary 630 FTIR 性能验证的测试。性能验证会验证仪器测量良好数据能力的关键方面。如果性能验证测试符合规范，则光谱仪应提供与针对 Cary 630 开发的方法配合良好的数据。但是，与任何仪器一样，始终可以通过特定于样品的方法运行已知样品来验证结果。

通过 MicroLab PC 软件的 Advanced Features（高级功能）、System Check（系统检查）页面可访问验证测试。在执行这些测试之前，Cary 630 FTIR 系统应至少预热 120 分钟。

入门指南

性能（信噪比）测试

该测试在红外光谱的两个区域测量信噪比水平：2500 cm^{-1} 和 1000 cm^{-1} 。背景和样品均以 4 cm^{-1} 的分辨率进行测量，采集时间为一分钟。此测试每次需两分钟时间。您可以指定执行多次测试。对于漫反射测量，相应的样品位置必须放置漫射镀金镜。使用钻石 ATR 采样附件时，不需要样品。为掌握精确的性能情况，至少应采集 10 次测试。

稳定性测试

此测试在光谱的两个区域测量短期稳定性：3000 cm^{-1} 和 1000 cm^{-1} 。稳定性是对所选时间段内观测到的基线差异进行的测量。测试最初测量背景，然后在软件的“Number of minutes（分钟数）”字段中指定的测试持续时间内每分钟测量一个样品。对于漫反射测量，相应的样品位置必须放置漫射镀金镜。使用钻石 ATR 采样附件时，不需要样品。测试结果表示为稳定性测试期间最大差异的 % 透射光谱（与 100% 的差）。

激光频率校准测试

激光频率校准测试会测量频率（X 轴）准确性。通过测量聚苯乙烯薄膜的光谱来执行此测试。将此光谱的吸收频率与由 NIST SRM 1921 聚苯乙烯薄膜设置的频率进行比较。本软件允许管理级别的用户使用测试结果设置激光校准。只有在咨询 Agilent 技术支持工程师后才应设置激光校准。对于此测试，首先测量背景。在背景采集后，按软件的说明操作，测量聚苯乙烯薄膜的光谱。对于钻石 ATR 采样附件，背景测量不需要样品，但是在样品采集期间必须使用样品压板附加装置，对准钻石样品接口用力按压聚苯乙烯测试样品。多次反射 ATR 和漫反射附件测量不宜用于激光频率校准测试。

3

分析样品

可更换采样附件	22
钻石 ATR 采样附件	23
硒化锌 ATR 采样附件	26
锗 ATR 采样附件	29
五次反射硒化锌 ATR 附件	32
透射采样附件	33
10 度和 45 度镜面反射采样附件	36
TumblIR 采样附件	39
DialPath 采样附件	42
漫反射采样附件	46

Agilent Cary 630 FTIR 光谱仪需要使用采样附件，以将样品置于红外光束下。订购 Cary 630 FTIR 时，您应已选择了一个或多个采样附件。如果您的采样需求有变化，则可以在以后再购买其他采样附件。

使用所有采样附件分析样品的基本步骤如下：

- 1 清洁样品接口。
- 2 采集背景光谱。
- 3 采集样品光谱。

注意

要确保测量的精确度，建议在分析每个样品之前，通过软件配置系统以采集背景光谱。这可以在仪器上不加载样品的情况下提供系统状态的基本概况。通过在每个样品测量之前自动采集背景，可以避免因环境变化造成的负面影响。

本节包括如何使用每个采样附件分析样品，以及如何更换附件的具体说明。

可更换采样附件

在不同的采样附件之间切换：

- 1 在尝试更换采样附件之前，确保 Cary 630 FTIR 系统处于稳固的表面，附件朝向您。
- 2 要拆卸已安装的采样附件，请将位于仪器右侧的护杆推至一侧。在将护杆推至一侧的同时，向上滑动附件，以从 Cary 630 FTIR 主装置中将其拆下。

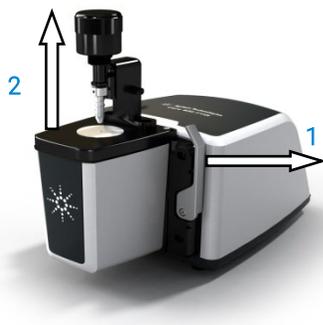


图 4. 可更换采样附件。

小心

拆卸时，采样附件安装表面的开口会暴露在周围环境中，精密易碎的光学元件包含在此开口中。取放时要多加小心，以确保附件保持清洁，并且任何物品都未接触光学元件。

- 3 将新的采样附件滑入主装置的凹陷区。该附件安放到位时，护杆将重新扣回到位。请注意，有两个不锈钢定位销伸出 Cary 630 FTIR 装置。这是要确保附件的正确放置和对准。
- 4 将拆下的采样附件存放在干净的保护区域内，例如，放入内衬泡沫的装运箱内的塑料袋中。
- 5 MicroLab PC 软件将识别新的采样附件，并在软件中显示相应的附件图片。
 - 附件的识别需花几分钟的时间，以便 RFID 读取器识别该附件和更改诊断值，以表示相应的采样设备和处理能力水平。等待软件返回主屏幕，主屏幕中的图像将更改为新附件。
 - 此图像更改后，注意软件中的状态指示器，以确定仪器何时准备好可以使用。
 - 用户还应为新附件更改相应方法，并且软件将向用户提示操作方法。
- 6 为确保一切工作正常，请查看第 19 页上的诊断值部分。

钻石 ATR 采样附件

钻石衰减全反射 (ATR) 采样附件利用了光在遇到两种折射率不同的物质时的物理性质。当接触折射率不同的样品时，红外光会产生消逝波，它将在反射回光谱仪的检测器之前以极小的特定深度射入样品。这一很小而一致的光程意味着不需要制备样品即可从各种样品获得良好的测量结果。使用钻石 ATR 附件获得良好结果的关键是使样品和 ATR 晶体之间接触良好。ATR 技术可用于分析液体、膏剂、粉末乃至某些固体样品。

钻石 ATR 附件采用 IIa 型钻石晶体作为样品与红外能量之间的接口。钻石晶体的优点是硬度极高且耐化学品，并且可以接受 pH 值在 1 至 14 范围内的样品。因此，可以安全地分析坚硬、粗糙乃至强酸性样品。Agilent ATR 附件所采用的钻石是世界上最坚硬的物质，专门针对最强的红外信号而设计。

钻石 ATR 是单反射 ATR。它最适合吸收率高的样品，如橡胶、聚合物、涂料和光纤。通过使用样品压制设备对粉末和固体样品施加高压，确保与钻石晶体良好接触，单反射 ATR 也可以对粉末和固体样品进行最佳测量。当可用样品量有限时，单反射 ATR 也是一个不错的选择。单次反射钻石的采样面直径为 1 mm，其中有效面积为 200 μm^2 ，在 1700 cm^{-1} 时红外能量的穿透深度约为 2 μm 。单反射 ATR 略突出于金属固定台。

在样品装载和清洁模式下，样品压板应处于最高位置，以使样品压板的顶端远高于钻石采样窗口（见图 5）。在此位置可以方便地接触样品装载区域，以便将样品装入到位并在分析下一样品之前清洁采样面。

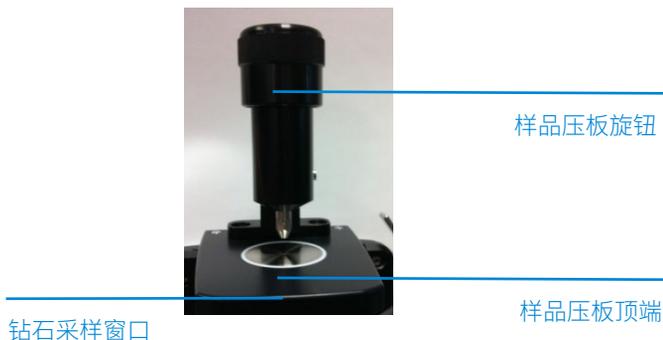


图 5. 钻石 ATR 附件样品压板处于最高位置。

在样品分析模式中，降低样品压板，以使顶端与固体样品接触。在此位置，样品会与钻石窗口中发射出的红外能量发生接触。

注意

如果样品是液体或膏剂，则完全不必使用样品压板。

分析样品

小心

使用旋转压板装置时，在将压板转出或转入相应位置之前，请确保压板和顶端处于最高位置。

当处于样品分析模式中时，ATR 样品光程已根据 ATR 中的反射次数确定。附件校准也已在出厂时预设，因此不需要进行光学或机械调整。

清洁

清洁钻石 ATR 附件以准备进行分析：

- 1 逆时针旋转顶部旋钮打开样品压板，直到到达压板行程的顶部（见图 5）。
- 2 使用棉绒极少且质地细腻的擦布和适当溶剂（如丙酮、甲醇、乙醇或异丙醇）清洁样品压板顶端。
- 3 清洁钻石采样窗口。

小心

请勿拆开光谱仪密封圈并试图清洁内表面。拆开密封圈将使保修权利失效。

采集背景光谱

有关使用此软件采集背景的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

小心

为确保采集准确的背景光谱，请对钻石采样窗口进行目视检查，同时查看先前的样品测量是否残留有任何斑点或薄膜。如果观察到薄膜，请重复第 24 页上的清洁过程，直到采样窗口没有任何残留物。

分析样品

采集样品光谱

使用钻石 ATR 附件装载样品并采集光谱：

- 1 逆时针旋转样品压板旋钮，打开样品压板，使顶端从钻石采样窗口稍稍抬起（见图 5）。
- 2 将要测量的少量物质放在钻石晶体上。此晶体是一种透明圆形物质，通过四周的金属圆盘固定。
- 3 确保样品覆盖钻石晶体的整个表面。

如果是挥发性样品，可以放置较大量的样品，而不必担心泄漏或损坏仪器。不过，尽可能使用最少量样品，以便于清洁。

小心

钻石 ATR 附件窗口由 IIa 型人造钻石制成，这种钻石具有极高的耐化学性。但是，钻石晶体或金属固定台仍可能被极端样品损坏。仅测量 pH 值介于 1 和 14 之间的样品。请不要长时间将酸性极强的样品留在金属固定台上。

小心

尽管钻石是一种非常坚硬的物质，但是 ATR 窗口相对较薄（0.5 mm 或更薄），可能会在极大压力条件下破裂。确保样品与钻石的整个表面接触，而不仅仅只是接触钻石的某一点。避免在可能很锋利或有尖角的样品上使用样品压板。

如果样品是液体或膏剂，则完全不必使用样品压板。在这种情况下，您此时即可继续进行分析。

如果样品是粉末或固体样品，样品压板必须与样品接触。要使其接触，沿顺时针方向旋转样品压板旋钮，直到它达到锁销位置（卡入到位）。样品压板臂采用滑动搭接装置，因此不能超过最大作用压力——一旦达到最大压力，滑动搭接装置将发出嗒声，不允许对样品施加任何额外的压力。

- 4 有关使用此软件采集样品光谱的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。
- 5 完成样品测量后，立即按照第 24 页提供的说明从附件中清理样品。务必确保钻石采样窗口和样品压板顶端没有任何来自先前样品的残留物。

有关检查结果和处理样品数据的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

硒化锌 ATR 采样附件

硒化锌衰减全反射 (ATR) 采样附件利用了光在遇到两种折射率不同的物质时的物理性质。当接触折射率不同的样品时，红外光会产生消逝波，它将在反射回光谱仪的检测器之前以极小的特定深度射入样品。这一很小而一致的光程意味着不需要制备样品即可从各种样品获得良好的测量结果。使用硒化锌 ATR 附件获得良好结果的关键是使样品和 ATR 晶体之间接触良好。硒化锌 ATR 技术主要用于分析液体、凝胶和某些软状固体。

硒化锌 ATR 附件采用硒化锌晶体作为样品与红外能量之间的接口。硒化锌晶体具有处理量高的优势，并且不会出现使用钻石 ATR 时会看到的钻石谱带干扰。它可以接受 pH 值为 5 至 9 范围内的样品。坚硬、粗糙以及强酸性样品不宜使用硒化锌 ATR 进行分析。

硒化锌 ATR 是单反射 ATR。它通常用作通用型 ATR，可测量液体、粉末、凝胶和软状固体。通过使用样品压制设备对粉末和固体样品施加相对较低的压力，确保与硒化锌晶体良好接触，单反射 ATR 可以对粉末和固体样品进行最佳测量。当可用样品量有限时，单反射 ATR 也是一个不错的选择。与钻石 ATR 相似，单反射硒化锌 ATR 有一个直径为 1 mm 的采样面，有效面积为 200 μm^2 ，在 1700 cm^{-1} 处可提供约 2 μm 的红外能量穿透深度。单反射 ATR 略突出于金属固定台，可以确保良好的接触，并使用户能够有效清洁晶体。

在样品装载和清洁模式下，样品压板应处于最高位置，以使样品压板的顶端远高于硒化锌采样窗口（见图 6）。在此位置可以方便地接触样品装载区域，以便将样品装入到位并在分析下一样品之前清洁采样面。

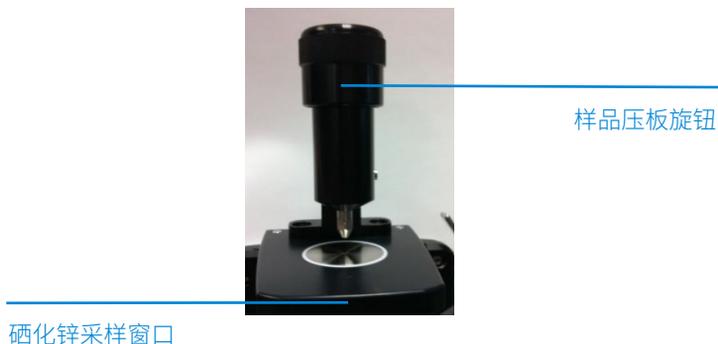


图 6. ZnSe ATR 附件样品压板在最高位置。

在样品分析模式中，降低样品压板，以使顶端与固体样品接触。在此位置，样品会与硒化锌窗口中发射出的红外能量发生接触。

注意

如果样品是液体或膏剂，则完全不必使用样品压板。

分析样品

小心

使用旋转压板装置时，在将压板转出或转入相应位置之前，请确保压板和顶端处于最高位置。

当处于样品分析模式中时，ATR 样品光程已根据 ATR 中的反射次数确定。附件校准也已在出厂时预设，因此不需要进行光学或机械调整。

清洁

清洁硒化锌 ATR 附件以准备进行分析：

- 1 逆时针旋转顶部旋钮打开样品压板，直到到达压板行程的顶部（见图 图 6）。
- 2 使用棉绒极少且质地细腻的擦布和适当溶剂（如丙酮、甲醇、乙醇或异丙醇）清洁样品压板顶端。
- 3 清洁采样窗口。

小心

请勿拆开光谱仪密封圈并试图清洁内表面。拆开密封圈将使保修权利失效。

采集背景光谱

有关使用此软件采集背景的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

小心

为确保采集准确的背景光谱，请对采样窗口进行目视检查，同时查看先前的样品测量是否残留有任何斑点或薄膜。如果观察到薄膜，请重复第 24 页上的清洁过程，直到采样窗口没有任何残留物。

采集样品光谱

使用硒化锌 ATR 附件装载样品并采集光谱：

- 1 逆时针旋转样品压板旋钮，打开样品压板，使顶端从硒化锌采样窗口稍稍抬起（见图 6）。
- 2 将要测量的少量物质放在晶体上。此晶体是一种透明圆形物质，通过四周的金属圆盘固定。

分析样品

- 3 确保样品覆盖硒化锌晶体的整个表面。

如果是挥发性样品，可以放置较大量的样品，而不必担心泄漏或损坏仪器。

不过，尽可能使用最少量样品，以便于清洁。

小心

尽管硒化锌可以较好地耐受大多数化学物质的腐蚀，但硒化锌晶体或金属固定台仍可能被极端样品损坏。仅测量 pH 值介于 5 和 9 之间的样品。请不要长时间将酸性极强的样品留在金属固定台上。

小心

坚硬或粗糙物质会刮破硒化锌晶体或使它破裂，导致硒化锌 ATR 的性能下降。

小心

硒化锌晶体在性质上是一种硬脆物质。ATR 窗口相对较薄（0.5 mm 或更薄），可能会在极大压力条件下破裂。确保样品与硒化锌的整个表面接触，而不仅仅只是接触硒化锌的某一点。避免在可能很锋利或有尖角的样品上使用样品压板。

如果样品是液体或膏剂，则完全不必使用样品压板。在这种情况下，您此时即可继续进行分析。

如果样品是粉末或固体样品，样品压板必须与样品接触。要使其接触，沿顺时针方向旋转样品压板旋钮，直到它达到锁销位置（卡入到位）。样品压板臂采用滑动搭接装置，因此不能超过最大作用压力——一旦达到最大压力，滑动搭接装置将发出咔嗒声，不允许对样品施加任何额外的压力。

- 4 有关使用此软件采集样品光谱的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。
- 5 完成样品测量后，立即按照第 24 页提供的说明从附件中清理样品。务必确保硒化锌采样窗口和样品压板顶端没有任何来自先前样品的残留物。

有关检查结果和处理样品数据的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

锗 ATR 采样附件

Cary 630 FTIR 的 Agilent 锗衰减全反射（锗 ATR）采样附件利用了光在遇到两种折射率不同的物质时的物理性质。当接触折射率不同的样品时，红外光会产生衰减波，它将在反射回光谱仪的检测器之前以极小的特定深度射入样品。这一很小而一致的光程意味着不需要制备样品即可从各种样品获得良好的测量结果。锗 ATR 在设计上与 Agilent 钻石 ATR 附件相似，但由于使用了锗晶体，因此具有不同的特征。使用锗晶体可以实现更浅的穿透深度，从而使光程也更短。这在测量含炭黑样品（例如轮胎、橡胶和 O 形环）时尤为重要，因为光程越短，越容易对这些高吸收率样品进行特征和鉴定分析。使用锗 ATR 附件获得良好结果的关键是使样品和 ATR 晶体之间接触良好。ATR 技术可用于分析液体、膏剂、粉末和固体样品。

锗 ATR 附件采用单反射 45° 晶体作为样品与红外能量之间的接口，因此属于单反射 ATR。它最适合用于高吸收率样品（例如轮胎、橡胶和 O 形环），乃至任何含炭黑样品。通过使用样品压制设备对粉末和固体样品施加高压，确保与锗晶体良好接触，单反射 ATR 也可以对粉末和固体样品进行最佳测量。当可用样品量有限时，单反射 ATR 也是一个不错的选择。单反射锗有一个直径为 1 mm 的采样表面，可以提供如下有效光程：

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

在样品装载和清洁模式下，样品压板应处于最高位置，以使样品压板的顶端远高于锗采样窗口（见图 7）。在此位置可以方便地接触样品装载区域，以便将样品装入到位并在分析下一样品之前清洁采样面。



图 7. 锗 ATR 附件样品压板。

在样品分析模式中，降低样品压板，以使顶端与固体样品接触。在此位置，样品会与锗窗口中发射出的红外能量发生接触。

分析样品

注意

如果样品是液体或膏剂，则完全不必使用样品压板。

小心

使用旋转压板装置时，在将压板转出或转入相应位置之前，请确保压板和顶端处于最高位置。

当处于样品分析模式中时，ATR 样品光程已根据 ATR 中的反射次数确定。附件校准也已在出厂时预设，因此不需要进行光学或机械调整。

清洁

清除锗 ATR 附件，为分析做准备：

- 1 逆时针旋转顶部旋钮打开样品压板，直到到达压板行程的顶部（见图 图 7）。
- 2 使用棉绒极少且质地细腻的擦布和适当溶剂（如丙酮、甲醇、乙醇或异丙醇）清洁样品压板顶端。
- 3 清洁锗采样窗口。

小心

请勿拆开光谱仪密封圈并试图清洁内表面。拆开密封圈将使保修权利失效。

采集背景光谱

有关使用此软件采集背景的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

小心

为确保采集准确的背景光谱，请对锗采样窗口进行目视检查，同时查看先前的样品测量是否残留有任何斑点或薄膜。如果观察到薄膜，请重复清洁过程，直到采样窗口没有任何残留物。

分析样品

采集样品光谱

使用锗 ATR 附件装载样品并采集光谱：

- 1 逆时针旋转样品压板旋钮，打开样品压板，使顶端从锗采样窗口稍稍抬起（见图 7）。
- 2 将要测量的少量物质放在锗晶体上。此晶体是一种透明圆形物质，通过四周的金属圆盘固定。
- 3 确保样品覆盖锗晶体的整个表面。

如果是挥发性样品，可以放置较大量的样品，而不必担心泄漏或损坏仪器。不过，尽可能使用最少量样品，以便于清洁。

小心

锗 ATR 附件窗口或金属固定台会被极端样品损坏。仅测量 pH 值介于 1 和 14 之间的样品。请不要长时间将酸性极强的样品或基础样品留在金属固定台上。

小心

尽管锗是一种非常坚硬的物质，但是 ATR 窗口可能会在极大压力条件下破裂。确保样品与晶体的整个表面接触，而不仅仅只是接触晶体的某一点。避免在可能很锋利或有尖角的样品上使用样品压板。

如果样品是液体或膏剂，则完全不必使用样品压板。在这种情况下，您此时即可继续进行分析。

如果样品是粉末或固体样品，样品压板必须与样品接触。要使其接触，沿顺时针方向旋转样品压板旋钮，直到压臂不再下降。此时弹簧机构对样品施加压力；不要过于绷紧夹具。压臂停止移动后，不得将样品旋钮旋转超过 1/4 圈。

- 4 有关使用此软件采集样品光谱的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。
- 5 完成样品测量后，立即按照第 30 页提供的说明从附件中清理样品。务必确保锗采样窗口和样品压板顶端没有任何来自先前样品的残留物。

有关检查结果和处理样品数据的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

五次反射硒化锌 ATR 附件

五次反射硒化锌衰减全反射（五次反射硒化锌 ATR）采样附件利用了光在遇到两种折射率不同的物质时的物理性质。当接触折射率不同的样品时，红外光会产生衰减波，它将在反射回光谱仪的检测器之前以极小的特定深度射入样品。对光进行多次反射可以延长有效光程，从而实现比单次反射 ATR 更低的检出水平。

尽管单次反射 ATR 简单易用，但与其他 FTIR 技术相比，其灵敏度较低。现在，许多方法都要求采用多次反射 ATR，因为多次反射 ATR 灵敏度更高。五次反射硒化锌 ATR 可以改善检出水平，而且易用性与单次反射 ATR 相当。此外，该附件符合 ASTM D-7371 生物柴油分析方法的要求，是此应用的理想选择。

当处于样品分析模式中时，ATR 样品光程已根据 ATR 中的反射次数确定。附件校准也已在出厂时预设，因此不需要进行光学或机械调整。

清洁

使用棉绒极少且质地细腻的擦布或棉签及适当溶剂（如丙酮、甲醇、乙醇或异丙醇）清洁五次反射硒化锌采样窗口。



图 8. 清洁五次反射硒化锌 ATR 采样窗口。

小心

请勿拆开光谱仪密封圈并试图清洁内表面。拆开密封圈将使保修权利失效。

采集背景光谱

有关使用此软件采集背景的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

小心

为确保采集准确的背景光谱，请对五次反射硒化锌采样窗口进行目视检查，同时查看先前的样品测量是否残留有任何斑点或薄膜。如果观察到薄膜，请重复第 32 页上的清洁过程，直到采样窗口没有任何残留物。

分析样品

采集样品光谱

使用五次反射硒化锌 ATR 附件装载样品并采集光谱：

- 1 将要测量的少量液体放在硒化锌晶体上。此晶体是一种透明圆形物质，通过四周的金属圆盘固定。
- 2 确保样品覆盖硒化锌晶体的整个表面。

如果是挥发性样品，可以放置较大量的样品，而不必担心泄漏或损坏仪器。不过，尽可能使用最少量样品，以便于清洁。

小心

五次反射硒化锌 ATR 附件窗口由硒化锌制成，具有耐化学品特性。但是，晶体或金属固定台仍可能被极端样品损坏。仅测量 pH 值介于 4 和 9 之间的样品。不要测量 pH 值不在此范围内的样品，也不要使用 pH 值不在此范围内的清洁剂。

- 3 有关使用此软件采集样品光谱的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。
- 4 完成样品测量后，立即按照第 32 页提供的说明从附件中清理样品。务必确保五次反射硒化锌采样窗口没有先前样品的残留物。

有关检查结果和处理样品数据的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

透射采样附件

标准透射采样附件（见图 9）有一个卡槽滑块支架，与行业标准尺寸的支架兼容。这种安装架用于包括溴化钾压片、液体池和盐板安装架。

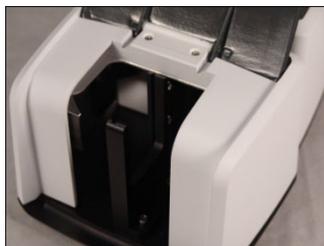


图 9. 透射附件显示样品室。

分析样品

前面板的凹陷区可布设通向液体池的管道。

透射分析通常用于确定未知物质。盐板最常用作未知液体物质的样品支架，而溴化钾压片用于将固体物质稀释和固定在红外光束中。

透射分析还可用于使用具有固定光程的密封池或可拆卸池进行定量分析。Cary 630 FTIR 的透射附件专为容纳行业标准尺寸的池而设计。这些池可以直接从 Agilent 或您首选的附件供应商获得。

通过 Agilent MicroLab PC 软件，您可以根据峰高度、面积或比例执行简单的线性或比尔定律计算。还可以通过 PLS 程序建模，并可以很容易地将此功能集成到此软件中。有关如何执行此操作的信息，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

清洁

清洁透射附件以准备进行分析：

- 1 确保仓内没有任何残余物或可能会对采样产生干扰的其他物质。
- 2 按照制造商的建议清洁所有用于测量的透射附件，例如液体池、溴化钾压片架和盐板。

注意

对于因不当维护透射附件所用附件导致的任何问题，Agilent 概不负责。

小心

请勿试图清洁透射附件仓内的镜面。溶剂和/或罐装空气可能会导致不可逆的光谱干扰，以及损坏前表面镜面。这可能会对系统的处理能力和性能产生有害影响。这样做将使保修权利失效。

采集背景光谱

使用透射附件采集背景光谱：

- 1 将用于背景测量的物质放在透射附件样品仓内。这可能是一个空样品仓，也可能是一个空池，具体取决于您的标准操作过程。
- 2 采集背景光谱。有关使用此软件采集背景的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

分析样品

采集样品光谱

使用透射附件采集样品光谱：

- 1 将样品放入样品架

小心

确保样品正确放入样品架内并对齐，以使红外光束穿过样品。使用样品架底部的定位销确定与样品仓底部的正确距离。

- 2 采集样品光谱。有关使用此软件采集样品光谱的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

有关检查结果和处理样品数据的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

10 度和 45 度镜面反射采样附件

Cary 630 FTIR 的 Agilent 10 度和 45 度镜面反射附件 (SRA) 可以在接近法线的角度 (小于 10 度) 或特定角度 (大于 10 度) 测量镜面反射。镜面反射测量适用于通常能使光线从平整表面反射出去的样品。此类样品包括镜子、玻璃、窗户以及高反射率基底上的薄膜涂层。预期的产品最终用途通常决定了样品是否需要在接近法线的角度和/或特定角度下进行测量。10 度 SRA 附件用于在接近法线的角度测量镜面反射, 45 度 SRA 附件用于在特定角度测量镜面反射以及测量反射性基底上相对较薄的薄膜。



图 10. 10 度 (左) 和 45 度 (右) SRA。

10 度 SRA 可在数秒内滑入和滑出 Cary 630 FTIR, 不需要任何校准。安装说明见第 22 页。

45 度 SRA 附件可轻松滑入透射附件中。

将 45 度 SRA 附件装入 Cary 630 FTIR:

- 1 卸下固定标准透射样品架的两个螺丝, 然后将此样品架取下, 安装一个配备了 45 度 SRA 附件的样品架。将两个螺丝拧入并将它们固定在透射附件上。改装样品架前面的支臂较短, 在处理大型样品时, 可以更好地靠近附件顶部。
- 2 将透射附件滑入 Cary 630 FTIR。
- 3 将 45 度 SRA 附件滑入透射附件。

分析样品

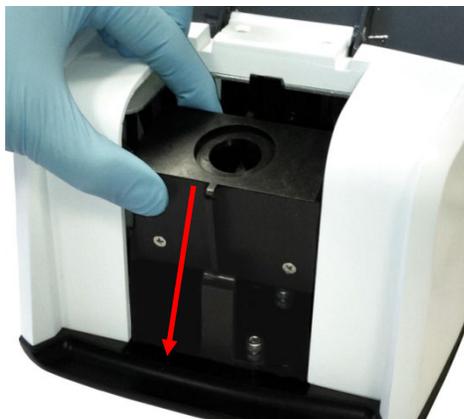


图 11. 将 45 度 SRA 安装到 Cary 630 FTIR 透射附件中。

通过 Agilent MicroLab PC 软件，您可以根据峰高度、面积或比例执行简单的线性或比尔定律计算。还可以通过 PLS 程序建模，并可以很容易地将此功能集成到此软件中。有关如何执行此操作的信息，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

清洁

清洁 10 度或 45 度 SRA 附件以准备进行分析：

- 对于 10 度 SRA 附件，确保采样窗口上没有任何残余物或可能会对样品产生干扰的其他物质。请勿测量粉状样品或者含有可能会落入附件污染内部镜面的涂层的样品。
- 对于 45 度 SRA 附件，确保透射附件和采样窗口上没有任何残余物或可能会对采样产生干扰的其他物质。

小心

请勿试图清洁透射附件仓内的镜面。溶剂和/或罐装空气可能会导致不可逆的光谱干扰，以及损坏前表面镜面。这可能会对系统的处理能力和性能产生有害影响。这样做将使保修权利失效

分析样品

采集背景光谱

使用透射附件采集背景光谱：

- 1 将用于背景测量的物质放在 10 度或 45 度 SRA 附件采样窗口上。这通常是随附件提供的镀金镜。
- 2 采集背景光谱。有关使用此软件采集背景的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

采集样品光谱

使用镜面反射附件采集样品光谱：

- 1 将样品放在 10 度或 45 度 SRA 附件采样窗口上。



图 12. 10 度和 45 度 SRA 附件的样品引入。

- 2 采集样品光谱。有关使用此软件采集样品光谱的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。
- 3 有关检查结果和处理样品数据的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

TumblIR 采样附件

专用 TumblIR 采样附件是 Agilent 专门为优化多种液体、膏剂和胶体样品的分析而设计和生产的专用液体透射采样附件。与用于常规分析实验室的传统液体池相比，使用 TumblIR 准备、装载、分析及清洁样品更简单。

TumblIR 有两种操作模式：样品装载/清洁和样品分析。

在样品装载和清洁模式中，旋转 TumblIR 以使采样窗口朝上。在此位置可以方便地接触样品装载区域，以便将样品装入到位并在分析下一样品之前清洁采样面。

在样品分析模式中，旋转 TumblIR 以使附件光学窗口朝下面对样品安装区域。在此位置上，红外能量穿过样品，使测量得以进行。务必完全旋转 TumblIR 臂，直到它到达锁销并卡入到位。该锁销会在样品分析期间将附件固定。

当在样品分析模式中时，TumblIR 光程为 100 微米，这是对多种液体、膏剂和胶体样品进行中红外分析的最佳光程。附件校准已在出厂时预设，因此不需要进行调整。

清洁

清洁 TumblIR 采样窗口以准备进行分析：

- 1 旋转 TumblIR 臂以使光学传感器朝上。
- 2 使用蘸有丙酮的软棉布清洁顶部窗口。
- 3 清洁底部窗口。

注意

仅使用软棉布（如棉签）或适当的替代品清洁光学传感器和采样区。

小心

窗口由透红外线物质（硒化锌）制成。硒化锌是一种比较经久耐用的材料，但是在清洁期间施力过大或者使用粗糙物质，硒化锌可能很容易被刮破或损坏。建议使用蘸有丙酮的棉签等物质进行清洁。

小心

硒化锌对 pH 值在 4 到 9 范围内的物质具有一定的耐化学性，但是有一些物质（如强酸性或强碱性物质）可能会损坏硒化锌。避免让硒化锌窗口接触超出所建议 pH 值范围的物质。

分析样品

小心

请勿拆开光谱仪密封圈并试图清洁内表面。拆开密封圈将使保修权利失效。

采集背景光谱

有关使用此软件采集背景的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

小心

为确保采集准确的背景光谱，请对硒化锌窗口表面执行目视检查，同时查看先前的样品测量是否在窗口残留有任何斑点或薄膜。如果观察到薄膜，请重复第 39 页上的清洁过程，直到窗口表面没有任何残留物。

分析样品

采集样品光谱

使用 TumbIIR 附件装载液体样品并采集光谱：

- 1 逆时针旋转 TumbIIR 臂以打开 TumbIIR。
- 2 将少量物质放在位于 TumbIIR 底盘上的底部窗口上。样品窗口是直径为 2 mm 的黄色物质，通过四周的金属圆盘固定。
- 3 确保样品覆盖底部窗口的整个表面。

如果是挥发性样品（如燃料分析），可以放置较大量的样品，而不必担心泄漏或损坏仪器；不过，尽可能使用最少量样品，以便于清洁。

尽管可以安全地分析各种液体样品（包括水溶液乃至润滑脂等粘稠的膏剂），但不要将 TumbIIR 用于任何固体或粉状样品，如药片。将 TumbIIR 用于固体样品将损坏硒化锌窗口或更改预设的透射光程。

小心

顶部和底部窗口由硒化锌制成。硒化锌可能会被 pH 值低于 4 和高于 9 的样品损坏。仅测量 pH 值介于 4 和 9 之间的样品。

小心

硒化锌窗口很容易被坚硬或粗糙的样品刮破。避免使用可能会刮破窗口表面的样品。

使用 TumbIIR 测量某一范围的液体样品类型时，一个重要的考虑事项是最佳的透射光程。由于 TumbIIR 光程已经预先校准，并固定为 100 微米，因此一些样品类型（如高红外吸收材料）可能不会得出最佳的结果。

- 4 通过顺时针旋转 TumbIIR 臂直到其卡入到位来关闭 TumbIIR。
- 5 有关使用此软件采集样品光谱的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。
- 6 完成样品测量后，立即按照第 39 页提供的说明从附件中清理样品。务必要确保顶部和底部窗口没有任何来自先前样品的残留物。

有关检查结果和处理样品数据的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

DialPath 采样附件

DialPath 采样附件与 TumbIIR 采样附件采用相同的技术。DialPath 采用 Agilent 专门为优化多种液体、膏剂和胶体样品的分析而设计和生产的 TumbIIR 专用液体透射采样附件。与用于常规分析实验室的传统液体池相比，使用 DialPath 准备、装载、分析及清洁样品更简单，同时可以灵活地从三种出厂设置的光程中进行选择。

DialPath 有两种操作模式：样品装载/清洁和样品分析。

在样品装载和清洁模式下，旋转 DialPath 使光学窗口朝上（见图 13）。在此位置可以方便地接触样品装载区域，以便将样品装入到位并在分析下一样品之前清洁采样面。

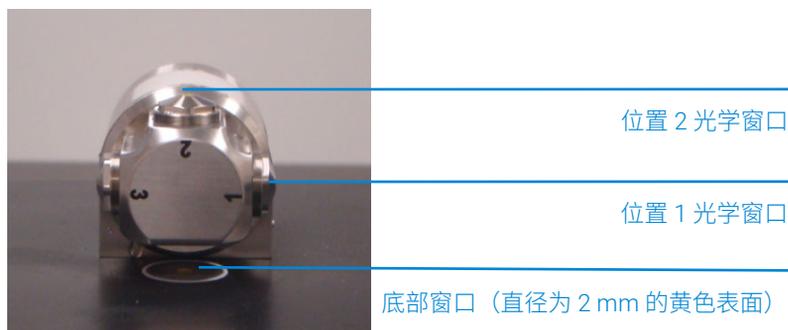


图 13. 光学窗口朝上的 DialPath。

在样品分析模式中，旋转 DialPath 以使光学窗口朝下面对样品安装区域。在此位置上，红外能量穿过样品，使测量得以进行。务必完全旋转 DialPath 臂，直到它到达锁销并卡入到位。该锁销会在样品测量期间固定附件。

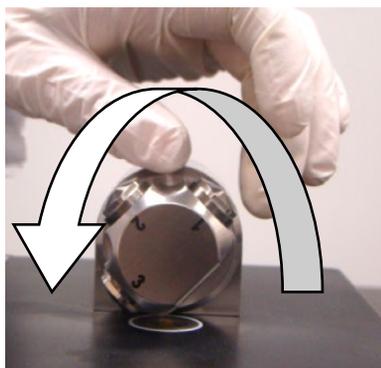


图 14. 旋转 DialPath。

分析样品

当在样品分析模式中时，DialPath 光程设置为预先确定的出厂设置值（单位为微米）。附件校准也已在出厂时预设，因此不需要调整。

清洁

清洁 DialPath 采样窗口以准备进行分析：

- 1 旋转 DialPath，使光学窗口位置 2 朝上（参见图 13）。
- 2 使用蘸有丙酮的棉签清洁上次用于分析的位置窗口（见图 15，显示清洁位置 3）。
- 3 清洁底部样品装载区域（见图 15）。
- 4 如果使用位置 2，请清洁位置 3 或 1，具体视 DialPath 的旋转方向而定。

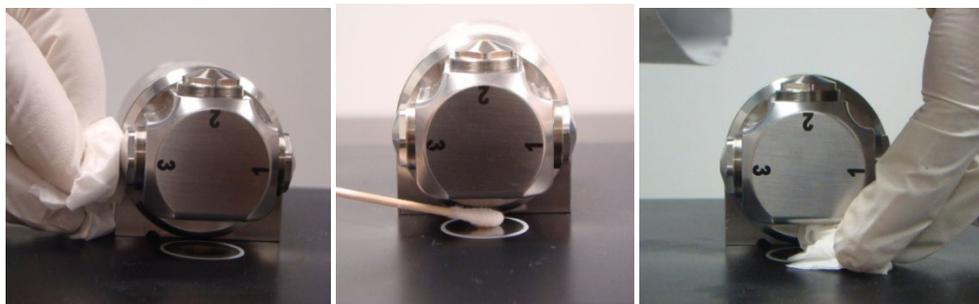


图 15. 清洁 DialPath 位置 3 窗口（左侧）并清洁样品装载区域。

注意

仅使用软棉布（如棉签）或适当的替代品清洁光学窗口和样品安装区域。

小心

窗口由透红外线物质（硒化锌）制成。硒化锌是一种比较经久耐用的材料，但是如果在清洁期间施力过大或者使用粗糙物质，硒化锌可能很容易被刮破或损坏。建议使用蘸有丙酮的棉签等物质进行清洁。

小心

硒化锌对 pH 值在 4 到 9 范围内的物质具有一定的耐化学性，但是有一些物质（如强酸性或强碱性物质）可能会损坏硒化锌。避免让硒化锌窗口接触超出所建议 pH 值范围的物质。

小心

请勿拆开光谱仪密封圈并试图清洁内表面。拆开密封圈将使保修权利失效。

分析样品

采集背景光谱

有关使用此软件采集背景的说明，请参阅“MicroLab PC 软件用户指南”。

注意

应在测量样品时所采用的光程处进行背景测量。

小心

为确保采集准确的背景光谱，请对硒化锌窗口表面执行目视检查，同时查看先前的样品测量是否在窗口残留有任何斑点或薄膜。如果观察到薄膜，请重复第 43 页上的清洁过程，直到窗口表面没有任何残留物。

分析样品

采集样品光谱

使用 DialPath 附件装载液体样品并采集光谱：

- 1 旋转支臂打开 DialPath（见图 14）。
- 2 将少量样品材料放在底部样品安装窗口上（见图 16）。样品安装窗口是直径为 2 mm 的黄色物质，通过四周的金属圆盘固定。



图 16. 在 DialPath 附件样品安装窗口上放置样品。

- 3 确保样品覆盖样品安装窗口的整个表面。

如果是挥发性样品（如燃料分析），可以放置较大量的样品，而不必担心泄漏或损坏仪器；不过，尽可能使用最少量样品，以便于清洁。

尽管可以安全地分析各种液体样品（包括水溶液乃至润滑脂等粘稠的膏剂），但不要将 DialPath 用于任何固体或粉状样品，如药片。将 DialPath 用于固体样品将损坏硒化锌窗口或更改预设的透射光程。

小心

顶部和底部窗口由硒化锌制成。硒化锌可能会被 pH 值低于 4 和高于 9 的样品损坏。仅测量 pH 值介于 4 和 9 之间的样品。

- 4 通过顺时针旋转 DialPath 臂直到其卡入到位来关闭 DialPath。
- 5 有关使用此软件采集样品光谱的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。
- 6 在完成样品测量之后，请立即根据先前提出的说明清洁 DialPath 中的样品。务必确保顶部和底部窗口没有任何来自先前样品的残留物。

有关检查结果和处理样品数据的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

漫反射采样附件

漫反射采样附件可对粉状或固体样品进行定量和定性分析。与 ATR 相比，该技术在定量分析方面提供了更高的灵敏度，而且同样易于使用。

粉状样品常混合 3% 到 5% 的溴化钾粉末。但是，可以根据所需的灵敏度调整装入的样品（含溴化钾）量。漫反射附件针对 Cary 630 FTIR 光学系统进行了优化，同时为快速、准确的测量提供了极佳的灵敏度。

漫反射附件使用一个四位样品支架（见图 17），可滑入附件右侧的槽中。样品架的第一个位置包括一个漫射镀金镜，用于背景采集。其他三个位置用于填充溴化钾/样品混合物。可以通过样品架中的锁销判断正在测量的位置。



图 17. 漫反射样品架。



图 18. 连到 Cary 630 FTIR 的漫反射附件。样品架推入附件右下方的插槽中。

清洁

清洁漫反射附件样品架以准备进行分析：

- 1 从附件取下样品架，并对溴化钾/样品混合物作相应处理。
- 2 用棉签或适当的装置处理掉所有残留粉尘。

小心

不要刮破漫反射镀金镜。

分析样品

小心

不要让镀金镜被水污染，因为其上会留有水气并非常明显地体现在您的光谱响应中。

小心

请勿拆开光谱仪密封圈并试图清洁内表面。拆开密封圈将使保修权利失效。

分析样品

采集背景光谱

使用漫反射附件采集背景光谱：

注意

由于样品架有三个样品位置，所以可以方便地将溴化钾样品混合物放入位置 2 到 4，并在测量每个样品之后立即测量背景。

- 1 将样品架插入漫反射附件。
- 2 使用漫反射镀金镜采集背景光谱。有关采集背景的软件说明，请参阅“MicroLab PC 软件用户指南”。

注意

有时，可能需要使用纯溴化钾作为背景材料。如果溴化钾含有水分，尤为如此。

小心

为确保采集准确的背景光谱，请对漫反射镀金镜面执行目视检查，同时查看使用或清洁时是否在镜面上产生斑点、薄膜或较大的划痕。如果发现任何一项，可能需要一个新的参考镜面。

采集背景光谱

使用漫反射附件测量固体物质：

- 1 样品制备是获得符合要求的漫反射光谱的关键。将样品与溴化钾以 3% 到 5% 浓度水平混合。这通常用研钵和研杵来完成，以获得同质样品。
- 2 将样品转移到适当的样品架位置。不要污染其他位置。
- 3 填满此位置，然后使用刮刀或直边工具形成一个平面，并清理掉所有溢出部分。
- 4 将样品架滑入漫反射附件中，并将样品架移至所需的样品位置。
- 5 使用适当的方法采集样品光谱。有关采集样品光谱的软件说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。
- 6 完成样品测量后，立即按照第 46 页的说明将样品从支架上清理下来。务必确保所有样品位置都没有先前样品的残留物。

有关检查结果和处理样品数据的说明，请参阅“Agilent MicroLab PC 软件用户指南”。

4

维护

清洁	49
更换干燥剂	49
更换窗口	51
更换光源	52

清洁

当需要清洁 Agilent Cary 630 FTIR 系统外部时，应断开电源线及任何其他连接。

所有清洁工作都应使用软布进行。如有必要，可以用水、乙醇或温和的清洁剂蘸湿软布。请勿使用磨蚀性清洁剂。避免使用氯化物和/或腐蚀性溶剂。

应及时将任何溢出物擦拭干净。

不要将 Cary 630 FTIR 浸入水中。

更换干燥剂

Cary 630 FTIR 中的干燥剂是一次性干燥剂管（见图 19），用户可根据需要进行更换。



图 19. 旧干燥剂管（左）和新干燥剂管（右）。

维护

有两个湿度指示器—一个在光谱仪背面（见图 20），另一个在接触干燥剂管的底部（见图 21）。背面的湿度指示器有三个级别：10、20 和 30%。可通过查看指示器并确定哪部分呈“淡紫色”（而不是粉色或蓝色）来确定级别。新仪器将随附一个新的干燥剂管（见图 22），该干燥剂管只有颜色指示器，而不是 % 和颜色指示器。建议在湿度达到 30% 或颜色指示器呈粉红色时更换干燥剂。



图 20. Cary 630 FTIR 背面的湿度指示器（左）和特写（右）。



图 21. Cary 630 FTIR 底部的干燥剂管位置。

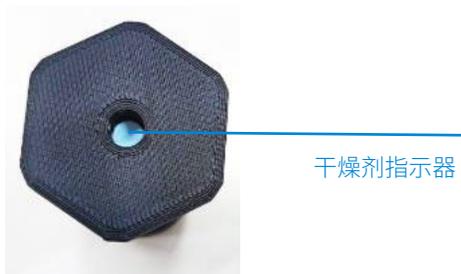


图 22.新的干燥剂管设计。

更换干燥剂：

- 1 从密封袋里取出干燥剂。
- 2 关闭光谱仪。
- 3 翻转光谱仪，使其侧面朝下。
- 4 用扳手取出用过的干燥剂管。
- 5 更换一个新的干燥剂管。用手紧固，但不要过紧。
- 6 对旧干燥剂管作相应处理。

注意

在将主装置暴露在环境中后，在使用之前让系统进行充分的预热和热平衡。这取决于系统打开的时间长度，可能需要 30 分钟到 2 个小时的时间。

更换窗口

每个 Cary 630 FTIR 光谱仪和采样附件都有一个窗口，用于密封系统（透射采样附件除外）。主装置的退出窗口取决于系统的版本（溴化钾或硒化锌），以及 ATR 采样附件的类型。所有其他采样附件均因附件的光学元件而采用硒化锌窗口。采样附件和主装置上的窗口具有相同的形状和大小。



图 23. 光学窗口。

有时，可能需要在 Cary 630 FTIR 的预计寿命内更换窗口。可能发生这种情况的原因有多种。

更换窗口：

- 1 如第 22 页所述，拆下采样附件。
- 3 此窗口通过一个扣环装置固定。放置替换窗口附带的扣环提取工具，使定位销处于对应的凹陷处。逆时针转动此工具，取下扣环。
- 3 取出窗口。

小心

仅抓住窗口边缘取放窗口。最好在安装窗口时佩戴一次性手套，以防无意中在窗口表面留下指印。

- 4 确保 O 型环仍然完好无损，并清理掉窗口放置区域中的残留物。

维护

- 5 放置新的窗口。扣环与窗口成一定度角。所以，将扣环放置到位后，先逆时针将其转动四分之一圈，然后顺时针转动开始拧紧。扣环略微凹进前面板时便固定到位。这可确保附件轻缓地滑入到位。切勿拧得过紧。

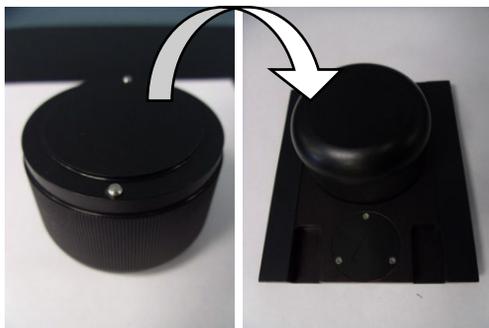


图 24. 窗口更换工具和更换扣环。

更换光源

红外光源的一般使用寿命是三年。因此，有时可能需要更换光源。如果您无法确定是否应该更换光源，应与您的当地服务代表联系。

注意

要执行此过程，您需要使用以下工具：

- 3/32 球头螺丝刀
- 十字螺丝刀

维护

在开始此过程之前，先关闭 Cary 630 FTIR。断开系统主电源连接和计算机的 USB 连接。此外，取下 Cary 630 FTIR 上的所有采样附件，仅留下主装置。

小心

取下采样附件后，硒化锌或溴化钾光学窗口将暴露出来。避免触摸光学窗口或在其附近放置任何物体。

更换光源：

- 1 将光谱仪侧翻，露出底板（见图 25）。有两个可见螺丝以及两个用于固定仪器的凹陷很深的螺丝。使用 3/32 球头螺丝刀拧下全部四个螺丝。

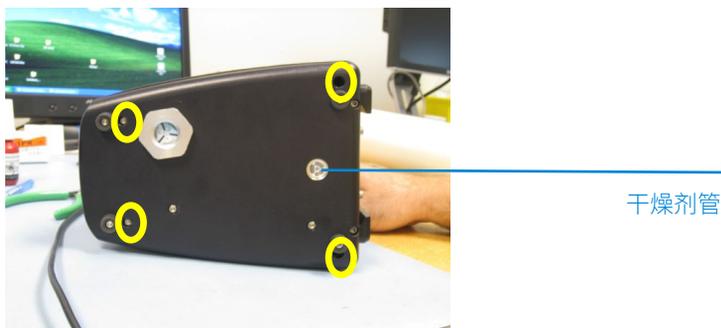


图 25. Cary 630 FTIR 底部，看到需要拆卸的螺丝（圈出）。

注意

所有四个螺丝均为松不脱螺丝，不会完全脱离。小心，不要将固定底脚的螺丝误认为是取下底盘的正确螺丝。

- 2 将仪器恢复直立放置，并取下顶盖。

维护

- 3 将电源线束与仪器分离。电源线束可以通过其 4 针连接器和蓝色、黑色和红色导线进行识别（见图 26）。

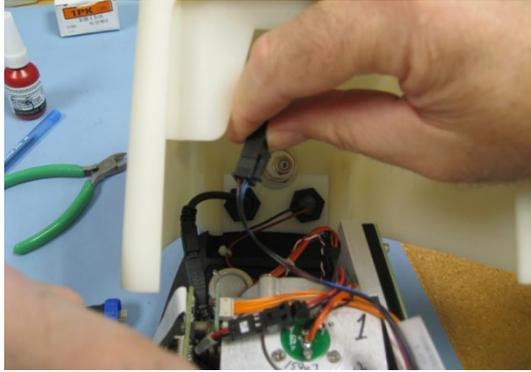


图 26. 松开电源线束。

- 4 断开 USB 电缆连接。USB 接口是黑色接口（见图 27）。

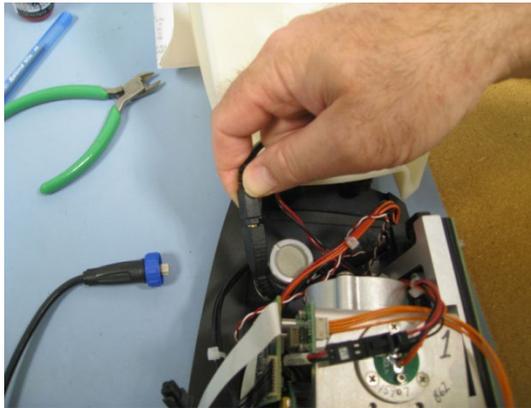


图 27. 拔下 USB 电缆。

维护

- 5 断开激光/光源线束与配电板的连接。激光/光源线束可通过其 6 针连接器和橙色、黑色和红色导线组合进行识别（见图 28）。

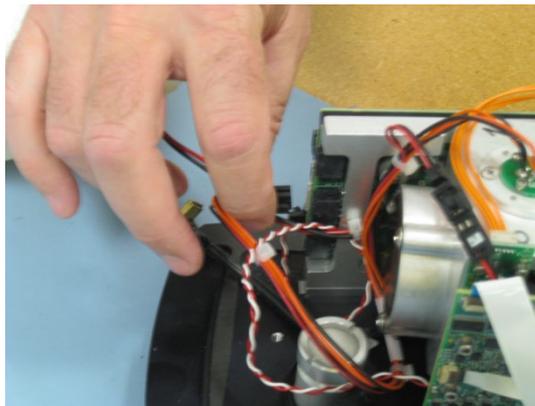


图 28. 断开激光/光源电源线束。

- 6 识别光源组件。光源位于干涉仪架的顶部。它由三颗十字螺丝固定（见图 29）。使用适当的十字螺丝刀拧下所有三个螺丝。

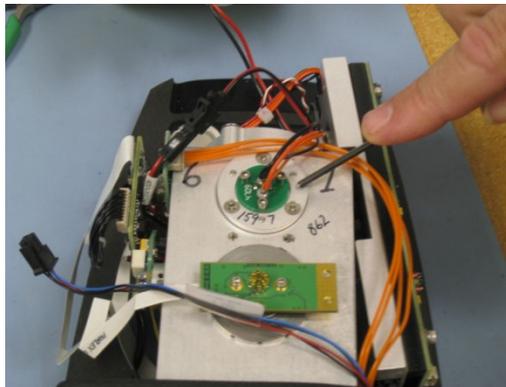


图 29. 干涉仪框架中的光源组件。

- 7 将光源组件从框架中取出（见图 30）。将此光源放在一旁，并用新的光源组件进行更换。

注意

为便于校准，光源组件上的开口应面向仪器的正面（即采样附件通常所在的位置）。

- 8 装上之前取下的三个十字螺丝。

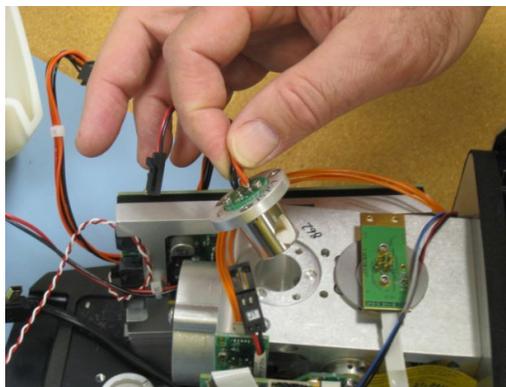


图 30. 拆除光源组件。

注意

孔的分布设计可以防止光源放置不当。

- 9 将激光/光源电源线束重新连接到正确的连接器（如拆卸过程所述）。然后，连接 USB 电缆和电源线束（也如之前所述）。重新连接完所有电缆后，将顶盖放回原位。将仪器放在侧面朝下的位置，并拧紧四个底盘固定螺丝。请记住，这些螺丝并没有完全脱离，应该已在所属位置。
- 10 更换您的采样附件。重新连接电源和 USB 外部电线，并继续正常操作。您需要在 Diagnostics（诊断）屏幕中检查能量值，以确保该值正确。您可能需要调整增益，以便通过仪器获得适当的信号量（请参阅第 19 页上的诊断值部分，了解适当的能量值）。

警告



危险

如果用户不按本手册所述的操作过程对部件和元件进行用户维修，可能会导致安全风险、损坏仪器并使仪器保修权利失效。请仅执行本手册所述的操作过程。对于所有其他技术问题，请与您的授权 Agilent 代表联系。

5

备件和耗材

表 3 备件

部件编号	描述
G8043-67483	ATR 的平头更换件
G8043-67484	ATR 的球头更换件
G8043-67405	ATR/透射采样附件的聚苯乙烯薄膜
G8043-67406	TumblIR/DialPath 采样附件的聚苯乙烯薄膜
PIKE-162-5450	来自 PIKE 的 NIST 可追溯聚苯乙烯, 约 38 μm (用于 IQOQ)
925-0128	来自 ICL 的 NIST 可追溯聚苯乙烯, 约 35 μm (用于 IQOQ)
G8043-67400	带吹扫接头的红外光源
G8043-67401	带吹扫接头的干燥剂
G8043-67402	带拆卸工具的溴化钾窗口
G8043-67403	带拆卸工具的硒化锌窗口
G8043-67003	Cary FTIR 旋转式钻石 ATR 压板
G8043-67004	Cary FTIR 旋转式锗-硒化锌压板
G8043-67012	用于发动机和透射采样附件的吹扫套件
430-0135	15VDC 2.66A 电源
430-0018	FTIR USB 电缆

有关服务合同、维修和翻新服务, 请联系 Agilent。

备件和耗材

该页有意留白。

6

规格

技术信息	59
安全信息	60
环境条件	60

技术信息

- **干涉仪几何条件:**带有固定和移动式平面镜的高处理量迈克尔逊干涉仪
- **标准分光镜:**溴化钾或硒化锌
- **最大光谱分辨率:** 2 cm^{-1}
- **激光:**低功率固态
- **红外光源:**线绕元件
- **采样附件:**钻石 ATR、透射、TumbllR、DialPath、漫反射、锗 ATR、硒化锌 ATR、10 度和 45 度镜面反射
- **检测器:**直径为 1.3 mm，热电制冷 dTGS
- **宽度:** 21 cm (8.25 英寸)
- **深度:** 10.2 cm (4.00 英寸)
- **高度:** 17.1 cm (6.75 英寸)
- **重量:** 2.9 kg (6.5 磅)
- **电源输入:** 100–240 V AC, 0.93 A, 50–60 Hz
- **电源输出:** 15 V DC, 2.66 A
- Cary 630 需要 15 V DC、17 W 的电源

规格

安全信息



Cary 630 FTIR 系统包含运行所需的低功耗固态激光器，但是在非运行或维护模式下，操作人员会暴露于超出 1 类激光产品的辐射水平。

1 类激光

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

环境条件

- 温度（使用期间）：0–40 °C； -32–104 °F
- 温度（存储）：-30–60 °C； -22–140 °F
- 非冷凝湿度（使用期间）：硒化锌：最高 80%，溴化钾：20-50%
- 非冷凝温度（存储）：硒化锌：最高 40%，溴化钾：最高 40%
- 高度：最大 2000 m
- 污染等级 2
- 过压类别 II

本指南概述

本指南说明了以下内容：

- 简介
- 入门指南
- 分析样品
- 维护
- 备件和耗材
- 规格



G8043-97001

版本 06/24
第 7 期

© Agilent Technologies, Inc. 2024

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

