

Espectrômetro FTIR Cary 630 da Agilent

Guia do Usuário



Avisos

Número do Manual

G8043-99001

Edição 7, junho de 2024

Direitos autorais

© Agilent Technologies, Inc. 2024

Nenhuma parte deste material pode ser reproduzida de qualquer forma ou por qualquer meio (incluindo armazenamento e recuperação eletrônica ou a tradução para outro idioma) sem autorização prévia por escrito da Agilent Technologies, Inc. de acordo com as leis de direitos autorais americanas e internacionais.

Agilent Technologies, Australia (M) Pty Ltd
679 Springvale Road
Mulgrave, Victoria, 3170
Austrália
www.agilent.com

Garantia

O material contido neste documento é fornecido "no estado em que se encontra" e está sujeito a alterações, sem aviso prévio em edições futuras. Além disso, com o máximo rigor permitido pelas leis aplicáveis, a Agilent isenta-se de responsabilidade em relação a garantias, expressas ou implícitas, em relação a este manual e a qualquer informação contida nele, incluindo mas não limitado as garantias implícitas de adequação comercial e adequação a um propósito específico. A Agilent não será responsável por erros ou por danos incidentais ou consequenciais relacionados ao fornecimento, ao uso ou ao desempenho deste documento ou de qualquer informação nele contida. Se a Agilent e o usuário possuírem um acordo por escrito em separado com os termos de garantia cobrindo o material neste documento que entrem em conflito com esses termos, os termos de garantia do documento em separado prevalecerão.

Licenças de Tecnologia

O hardware e/ou software descrito(s) neste documento é/são fornecido(s) sob licença, podendo ser usado(s) ou copiado(s) somente de acordo com os termos dessa licença.

Nota acerca dos Direitos Restritos

Direitos restritos ao governo dos EUA. Os direitos de software e dados técnicos concedidos ao governo federal incluem apenas os direitos normalmente concedidos aos clientes usuários finais. A Agilent fornece esta licença comercial habitual relativamente a software e dados técnicos de acordo com a FAR 12.211 (Dados técnicos) e 12.212 (Software de computador) e, para o Departamento de Defesa, segundo a DFARS 252.227-7015 (Dados técnicos – Itens comerciais) e DFARS 227.7202-3 (Direitos relativos a software de computador comercial ou documentação de software de computador).

Avisos de segurança

CUIDADO

Um aviso de **CUIDADO** representa um perigo. Ele chama a atenção para uma prática, um procedimento operacional ou similares que, se não forem seguidos corretamente poderão resultar em danos ao produto ou em perda de dados importantes. Não prossiga após uma indicação de **CUIDADO** até que as condições indicadas sejam completamente compreendidas e atendidas.

AVISO

Um **AVISO** representa um perigo. Ele chama a atenção para uma prática, um procedimento operacional ou similares que, se não forem seguidos corretamente poderão resultar em lesões pessoais ou fatais. Não prossiga após uma indicação de **AVISO** até que as condições indicadas tenham sido totalmente compreendidas e atendidas.

Índice

1	Introdução	7
	Símbolos de informações	9
2	Instruções iniciais	11
	Desembalar	11
	Conteúdo da embalagem	12
	Opções	12
	Instalação	13
	Componentes	13
	Conectar a alimentação	14
	Seleção do cabo elétrico	15
	Ambiente	16
	Software MicroLab PC	16
	Ligar o instrumento	16
	Status do LED de energia	17
	Desligar	17
	Verificar o desempenho	18
	Valores de diagnóstico	19
	Validação	20
3	Análise de amostras	23
	Acessórios de amostragem intercambiáveis	24
	Acessório de amostragem de ATR de diamante	25
	Limpeza	27
	Coleta do espectro da base	27

Índice

Coleta de espectro da amostra	27
Acessório de amostragem de ATR de ZnSe	29
Limpeza	30
Coleta do espectro da base	31
Coleta de espectro da amostra	31
Acessório de amostragem de ATR de germânio	33
Limpeza	34
Coleta do espectro da base	35
Coleta de espectro da amostra	35
Acessório de amostragem de ATR de seleneto de zinco de 5 reflexões	36
Limpeza	37
Coleta do espectro da base	37
Coleta de espectro da amostra	38
Acessório de amostragem de transmissão	39
Limpeza	40
Coleta do espectro da base	40
Coleta de espectro da amostra	41
Acessórios de amostragem de refletância especular de 10 e 45 graus	41
Limpeza	43
Coleta do espectro da base	43
Coleta de espectro da amostra	44
Acessório de amostragem Tumbler	44
Limpeza	45
Coleta do espectro da base	46
Coleta de espectro da amostra	46
Acessório de amostragem DialPath	47
Limpeza	49

Índice

Coleta do espectro da base	50
Coleta de espectro da amostra	50
Acessório de amostragem de Refletância Difusa	52
Limpeza	53
Coleta do espectro da base	53
Coleta do espectro da base	54
4 Manutenção	55
Limpeza	55
Substituição do dessecante	55
Substituição de janelas	57
Substituição da fonte	59
5 Peças de reposição e consumíveis	63
6 Especificações	65
Técnicas	65
Informações de segurança	66
Condições ambientais	66

Índice

Página intencionalmente deixada em branco.

O FTIR Cary 630 Agilent é um espectrômetro pequeno, com infravermelho médio, projetado para oferecer a capacidade de espectrômetros FTIR tradicionais, muito maiores, mas sem a complexidade e as exigências ou o custo de manutenção. As dimensões da unidade óptica principal são de apenas 16 x 22 x 13 cm (6,3 x 8,7 x 5,1 pol.) e seu peso é de apenas 2,9 kg (6,3 lb). O FTIR Cary 630 oferece versatilidade para uso em um laboratório tradicional de química analítica. O sistema é destinado ao uso em ambientes internos e não foi projetado para resistência à água nem para outras condições exteriores extremas.

AVISO**Perigo de incêndio**

Os sistemas FTIR Cary 630 NÃO são intrinsecamente seguros. Use o sistema somente em atmosferas que foram testadas com materiais inflamáveis. Se o equipamento for utilizado de maneira não especificada neste guia, a proteção fornecida para o equipamento pode ser comprometida.

O equipamento FTIR Cary 630 utiliza uma tecnologia conhecida como espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), que é a técnica mais atual para identificação e quantificação de um composto molecular. O FTIR usa uma fonte de luz infravermelha para passar pela amostra e em um detector, que mede de forma precisa a quantidade de luz absorvida pela amostra. Essa absorbância cria uma impressão espectral única que é usada para identificar a estrutura molecular da amostra e determinar a quantidade exata de um composto específico em uma mistura. No centro do espectrômetro FTIR Cary 630 há um exclusivo interferômetro de Michelson. Esse design de propriedade exclusiva é o segredo para tornar a tecnologia de FTIR compacta, leve e resistente.

O FTIR Cary 630 está disponível em duas configurações, dependendo da faixa de frequência necessária para sua aplicação. Consulte as especificações do FTIR Cary 630 para obter detalhes.

Introdução

Ademais, diversos acessórios de amostragem diferentes estão disponíveis para atender diferentes tipos de amostra e sensibilidades. Os acessórios adaptam a análise de diversos tipos de líquidos, pós, gases, pastas e géis. Eles incluem:

- **ATR de diamante:** Para a análise química de líquidos, pós, pastas e géis. O sistema de refletância total atenuada (ATR) está disponível como ATR de reflexão única (o mais comum).
- **ATR de ZnSe:** Na análise química de líquidos, géis e sólidos suaves com faixa de pH entre 5-9. O sistema de refletância total atenuada (ATR) está disponível como ATR de reflexão única (o mais comum) e ATR com múltiplas reflexões (somente líquidos)
- **Transmissão:** Uma interface de amostragem infravermelha clássica, que permite medir sólidos, líquidos e gases. Uma célula de gás de 50 mm com montagem por deslize também é disponibilizada pela Agilent.
- **TurnbILIR:** Transmissão de caminho ótico único para rápida análise química de líquidos sob condições ambientes.
- **DialPath:** Para rápida análise química de líquidos sob condições ambientes, com três conjuntos de caminhos óticos que permitem escolher a sensibilidade necessária para sua análise.
- **Refletância difusa:** Para medição quantitativa e qualitativa de amostras em pó e sólidas. Fornece uma análise quantitativa mais sensível do que o ATR, além disso, é fácil de usar.
- **ATR de germânio:** Para medição de amostras com absorção muito alta para ATRs de diamante ou para amostras com altas quantidades de carbono preto.
- **Refletância especular de 10 graus:** Para medição de refletância especular de amostras sólidas quase normais.
- **Refletância especular de 45 graus:** Para medição de refletância especular de amostras sólidas em ângulo. Esse acessório é colocado no compartimento de transmissão.

O FTIR Cary 630 é controlado por computador e utiliza o software MicroLab PC da Agilent. MicroLab PC é intuitivo, simples de usar e não exige treinamento técnico especializado. Com um clique do mouse, o sistema fornece informações valiosas sobre a identidade e quantidade de substâncias químicas presentes no material.

Símbolos de informações

Consulte a seguir uma lista de símbolos que aparecem juntamente com as advertências no espectrômetro. Além disso, é mostrado o perigo que eles descrevem.

Um símbolo triangular indica uma advertência. O significado dos símbolos que podem aparecer juntamente com as advertências na documentação ou no próprio instrumento são os seguintes:



Risco de incêndio

O símbolo a seguir pode ser usado em rótulos de advertência afixados ao instrumento. Ao ver este símbolo, consulte o manual de operação ou de serviço em questão para saber qual é o procedimento correto indicado por essa etiqueta de advertência.



Os símbolos a seguir aparecem no instrumento para fornecer informações.

I	Alimentação elétrica ligada
0	Alimentação elétrica desligada
— — —	Corrente contínua

Introdução

Página intencionalmente deixada em branco.

2

Instruções iniciais

Desembalar	11
Instalação	13
Componentes	13
Conectar a alimentação	14
Seleção do cabo elétrico	15
Ambiente	16
Software MicroLab PC	16
Ligar o instrumento	16
Desligar	17
Verificar o desempenho	18

Desembalar

Para desembalar seu sistema espectrômetro:

- 1 Após a entrega do FTIR Cary 630 Agilent, não abra imediatamente o contêiner de transporte. Em vez disso, coloque a caixa em um local em temperatura ambiente e deixe descansar por algumas horas para que o contêiner atinja a temperatura ambiente. Isso visa evitar condensação desnecessária nos componentes antes do processo inicial de configuração e instalação.

Seu FTIR Cary 630 foi embalado para garantir que esteja pronto para funcionar ao ser entregue. Espuma em alguns locais protege o equipamento de danos durante o transporte. Sempre que o equipamento é transportado por transportadora comum, ele deve ser reembalado no contêiner de transporte original. Utilizando o contêiner de transporte original, o Cary 630 pode ser removido e reembalado em seu contêiner em pouco segundos, fornecendo segurança ao equipamento. O transporte do FTIR Cary 630 em embalagem além do contêiner de transporte original anulará a garantia.

Instruções iniciais

- 2 O contêiner de transporte deve conter os itens padrão listados a seguir, além de itens opcionais que forem solicitados. Inspeccione o invólucro atentamente para garantir que todos os itens foram removidos da embalagem de transporte. Também verifique se todos os itens da lista de embalagem a seguir estão presentes sem danos e em boas condições de trabalho. Entre em contato com a Agilent imediatamente caso seja constatado que algum item não chegou, ou chegou danificado.

OBS.

Guarde todo o material original de embalagem para armazenar, enviar e transportar o sistema futuramente.

OBS.

O transporte do FTIR Cary 630 em embalagem além do contêiner de transporte original anulará a garantia.

- 3 Remova o sistema FTIR Cary 630 de sua caixa de transporte e coloque de lado sobre uma superfície plana e estável. O equipamento deve ser mantido longe de superfícies quentes e de quaisquer fontes de interferência eletromagnética.

Conteúdo da embalagem

- Um sistema espectrômetro FTIR Cary 630 Agilent
- Um Guia do Usuário do espectrômetro FTIR Cary 630 Agilent
- Uma unidade flash USB (UFD) do Software Agilent MicroLab
- Um cabo de alimentação AC do FTIR Cary 630 Agilent
- Uma fonte de alimentação externa do FTIR Cary 630 Agilent
- Um cabo USB do FTIR Cary 630 Agilent
- Um contêiner de transporte

Opções

Embora o sistema FTIR Cary 630 seja enviado de forma padrão conforme listado acima, há diversas opções disponíveis, incluindo:

- Computador laptop/de mesa
- Acessórios intercambiáveis, conforme solicitado
- Cabo USB extra
- Cabo/fonte de alimentação extra

Instalação

O FTIR Cary 630 foi desenhado para ser totalmente instalado pelo usuário. Instale o Cary 630 de acordo com as diretrizes abaixo. Para obter um guia de referência rápida, consulte o cartão de instalação.

Componentes

É necessário fixar o acessório ou a interface de amostragem para garantir o funcionamento adequado do FTIR Cary 630. Para instalar qualquer acessório:

- 1** Pressione a alavanca de liberação para fora.
- 2** O acessório deve deslizar até a área rebaixada ou articulada. Isso é feito alinhando a articulação com a placa frontal e deslizando-a para baixo (veja a Figura 1).
- 3** O acessório estará no lugar quando a alavanca de liberação estalar e voltar ao lugar inicial.

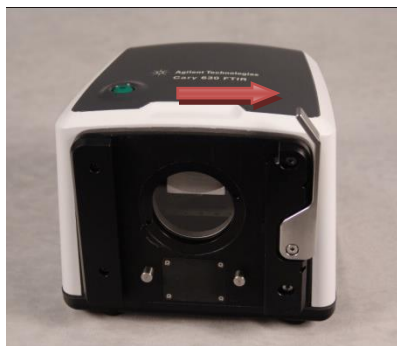


Figura 1. Pressione a alavanca de liberação do mecanismo Cary 630 antes de deslizar o acessório e colocá-lo em seu lugar.

Conectar a alimentação

Para conectar a força ao sistema espectrômetro:

- 1 Insira a conexão de força fornecida da fonte de alimentação no conector de força localizado na lateral esquerda inferior, na parte de trás do sistema espectrômetro FTIR Cary 630 Agilent (veja a Figura 2).



Figura 2. Conexão do cabo elétrico.

- 2 Rosqueie a tampa azul no conector de força girando-o em sentido horário. Para evitar dano ao conector plástico, cuidado para não apertar demais.
- 3 O cabeamento de força adequado é fornecido junto com o sistema. Conecte a extremidade oposta do cabo de alimentação à saída de força AC.
- 4 Conecte o cabo de comunicação Mini USB ao conector USB na parte traseira do equipamento.

Rosqueie a tampa azul no conector do USB girando-a no sentido horário e apertando-a manualmente. Para evitar dano ao conector plástico, cuidado para não apertar demais.

CUIDADO

Para evitar qualquer dano ou problema de inicialização de energia, conecte o cabo elétrico ao sistema espectrômetro primeiro, e depois à saída de energia.

CUIDADO

Para evitar danos ao sistema devido a sobretensões ou fonte de alimentação com defeito, sempre use um aparelho de proteção UL de sobretensão entre a fonte de energia e o cabo elétrico do sistema.

Instruções iniciais

CUIDADO

Todos os cabos devem ser mantidos afastados de áreas transitáveis. O sistema pode causar danos ao equipamento ou adaptadores se ocorrer tensão excessiva aos cabos elétricos.

Posicione o equipamento de modo que seja fácil acessar o interruptor de desconexão.

Seleção do cabo elétrico

Todas as fontes de alimentação para produtos e acessórios Agilent devem ser AC monofásicas e estar em conformidade com o padrão IEEE 519-2022. Sistemas de 3 fios (ativo, neutro, terra; ou dois ativos e um terra).

CUIDADO

Se for necessário, troque o cabo elétrico somente por outro equivalente ao especificado abaixo.

Os cabos elétricos a seguir podem ser usados:

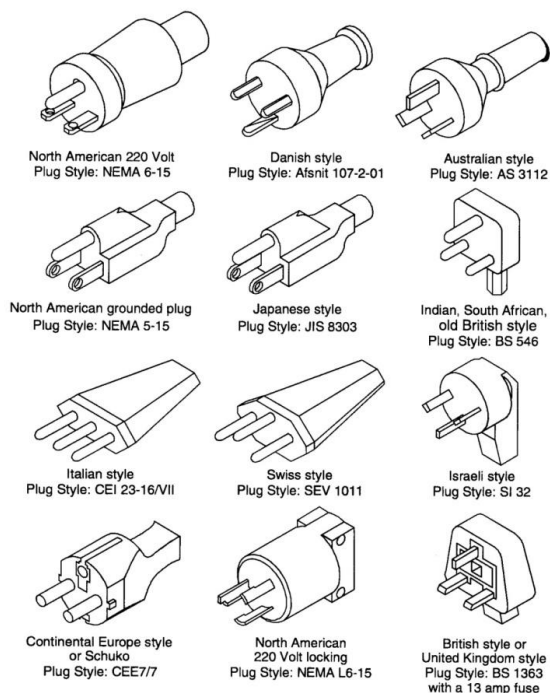


Figura 3. Cabos elétricos compatíveis.

Ambiente

CUIDADO

Seu FTIR Cary 630 deve ser mantido afastado de superfícies quentes e fontes de interferência eletromagnética.

Software MicroLab PC

Seu FTIR Cary 630 é fornecido com o software MicroLab PC da Agilent. Para instruções sobre como instalar o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent. O manual do software está no CD de instalação do software. Ele contém informações detalhadas sobre como fazer login, gerenciar usuários, quais os métodos de edição e análise de dados.

Ligar o instrumento

Para ligar o equipamento:

- 1 Pressione e segure o botão Liga/Desliga do sistema espectrômetro FTIR Cary 630 por dois (2) segundos. Inicialmente, a luz irá piscar entre vermelho e verde enquanto o firmware está sendo carregado. O processo pode demorar até 15 segundos. Quando o LED exibir uma luz verde (sem piscar), o equipamento está pronto para uso.
- 2 O espectrômetro deve passar por um período de aquecimento de 5 minutos antes que uma análise confiável possa ser realizada.

Ao terminar de utilizar o equipamento, pressione o botão verde novamente para desligar o sistema. O LED ficará vermelho.

Status do LED de energia

O botão de energia contém um LED com duas cores. A cor exibida no LED pode indicar o estado do sistema. A tabela a seguir lista as cores do LED e o status do equipamento.

Tabela 1 Status do LED de energia

Status	Cor do LED	Ação (% do ciclo de trabalho)
Sistema OFF (desligado)	Sem iluminação do LED	N/A
Sistema OFF (desligado)	Vermelho	100 %
Inicialização do sistema	Vermelho/ verde	Verde 0,5 s ligado/ vermelho 0,5 s ligado
Sistema ON (ligado)	Verde	100%
Atualização do firmware	Vermelho/ verde	O verde pisca rapidamente duas vezes e, em seguida, o vermelho pisca rapidamente duas vezes

Desligar

Ao terminar de utilizar o espectrômetro, pressione o botão verde novamente para desligar o sistema. O LED ficará vermelho.

OBS.

Para ajudar a manter o FTIR Cary 630 Agilent sem umidade, recomenda-se deixar o espectrômetro ligado, mesmo quando não estiver sendo utilizado.

CUIDADO

O botão de energia é uma chave momentânea, para evitar o desligamento acidental. Para ligar ou desligar o sistema, pressione o botão e segure-o por dois (2) segundos.

Verificar o desempenho

Seu FTIR Cary 630 foi exaustivamente testado na fábrica, por isso, nenhuma etapa de alinhamento é exigida. Contudo, recomenda-se executar o teste de desempenho primeiramente, para garantir que o espectrômetro está funcionando adequadamente. Para realizar e interpretar o teste de desempenho, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent. O teste de desempenho mede o nível de energia do espectrômetro (com base na tensão ou altura do interferograma). Um teste bem sucedido será indicado por um círculo verde no topo da tela do software. Então, é possível analisar uma amostra. Um círculo amarelo ou vermelho indica que o espectrômetro está funcionando fora dos parâmetros definidos pela fábrica. Esses parâmetros estão listados na Tabela 1, assim como na página do software Recursos Avançados.

OBS.

Se o círculo no topo da tela do software for amarelo ou vermelho, entre em contato com o suporte técnico da Agilent para obter assistência.

Como qualquer dispositivo de medição, é importante verificar se o FTIR Cary 630 está funcionando adequadamente antes de usar o sistema para realizar medições essenciais. O Cary 630 fornece valores diagnósticos e testes de validação de desempenho para demonstrar o desempenho do sistema.

Os valores de diagnóstico fornecer uma avaliação rápida, de compreensão fácil, da função do espectrômetro. Se o espectrômetro não estiver funcionando adequadamente, um dos valores diagnósticos estará fora da especificação.

Os testes de validação de desempenho não testes mais longos e mais complexos, que medem o nível de funcionabilidade do espectrômetro. Os testes de validação verificam a sensibilidade do espectrômetro (desempenho), estabilidade e precisão da frequência (calibragem do laser).

Cada indústria possui exigências diferentes para verificação do equipamento. Em geral, os valores de diagnóstico devem ser verificados diária ou semanalmente. Tipicamente, o espectrômetro não coletará dados se os valores de diagnóstico estiverem grosseiramente fora de especificação, mas é uma boa prática verificar se o espectrômetro está funcionando adequadamente.

Deve ser realizada validação de desempenho a cada semestre, ano ou dois anos. Indústrias altamente reguladas podem exigir que a validação de desempenho seja executada mensalmente, dependendo do uso do equipamento.

Valores de diagnóstico

Os valores a seguir podem ser visualizados na página de Diagnóstico no software MicroLab PC. Em todo caso, o valor Ideal indica que o sistema FTIR Cary 630 está sendo executado no nível de desempenho pretendido. O valor Marginal indica que o espectrômetro está funcionando, mas em um nível de desempenho inferior. O valor Crítico indica que o sistema não está funcionando corretamente, caso em que deve-se entrar em contato com o suporte técnico da Agilent para obter assistência.

OBS.

Ao utilizar o acessório de amostragem de Refletância Difusa, o disco de refletância adequado deve estar no local para fazer essas medições. O disco de referência difusa de ouro deve ser utilizado com o acessório de amostragem de Refletância Difusa. Esse disco é montado permanentemente na Posição 1 na bandeja de amostragem.

Tabela 2 Valores de diagnóstico

Valor	Ideal (verde)	Marginal (amarelo)	Crítico (vermelho)	Comentário
Energia (ruptura do centro)	28.000-15.000	>28.000 ou <10.000	>30.000 ou <3000	Indica o alinhamento geral e o ajuste de ganho adequado para o sistema.
Fonte	1,9 A	>2,2 A ou <1,6 A	>2,4 A ou <1,4 A	Indica um problema com a tensão de controle da fonte de infravermelho, ou que a fonte tenha queimado. A tensão e a amperagem são exibidas. Entretanto, a amperagem fornece um diagnóstico suficiente.
Sinal do laser	15.000-3.000	>15.000 ou <3.000	>17.000 ou <2.000	Pode verificar erros de alinhamento grosseiros, mesmo se a tampa de refletância não estiver no lugar.
Temperatura do detector	38-42	<38 ou >42	<36 ou >44	Indica um problema com o circuito de resfriamento ou temperatura ambiente sobre a faixa especificada.
Temperatura da CPU	10-75	>75	>80	Indica a temperatura ambiente sobre a faixa especificada.

Validação

O software MicroLab PC possui três testes adequados para validação do desempenho de FTIR Cary 630. A validação de desempenho verifica aspectos fundamentais da capacidade do equipamento de boas medições de dados. Se os testes de validação de desempenho estiverem dentro da especificação, o espectrômetro deve fornecer dados que trabalham bem com os métodos desenvolvidos para o Cary 630. Como com qualquer instrumento, entretanto, os resultados podem sempre ser verificados executando uma amostra conhecido com um método específico da amostra.

Os testes de validação são acessados a partir de Recursos Avançados, página de Verificação do Sistema do software MicroLab PC. O sistema FTIR Cary 630 deve ser aquecido por no mínimo 120 minutos antes de realizar quaisquer desses testes.

Teste de desempenho (sinal a ruído)

Este teste mede o nível de sinal a ruído em duas regiões do espectro no infravermelho: 2.500 cm^{-1} e 1.000 cm^{-1} . Tanto a base quanto a amostra são medidos a uma resolução de 4 cm^{-1} com um tempo de coleta de um minuto. Esse teste demora dois minutos por avaliação. É possível especificar o número de testes a serem conduzidos. Para medições de refletância difusa, a posição adequada da amostra deve ser o local com o espelho de ouro difuso. Não é necessária amostra ao utilizar o acessório de amostragem de ATR de diamante. No mínimo 10 testes devem ser coletados para se obter um quadro preciso do desempenho.

Teste de estabilidade

Este teste mede a estabilidade em curto prazo em duas regiões do espectro: 3.000 cm^{-1} e 1.000 cm^{-1} . A estabilidade é uma medição das diferenças de base observadas ao longo do período de tempo selecionado. O teste mede uma base no início, seguida por uma amostra a cada minuto pela duração do teste conforme especificado no campo 'Quantidade de minutos' no software. Para medições de refletância difusa, a posição adequada da amostra deve ser o local com o espelho de ouro difuso. Não é necessária amostra ao utilizar o acessório de amostragem de ATR de diamante. Os resultados do teste são expressos como % de Transmitância (diferença versus 100%) do desvio máximo durante o teste de Estabilidade.

Teste da calibragem de frequência do laser

O teste de Calibragem de Frequência do Laser mede a precisão da frequência (eixo X). O teste é conduzido medindo-se um espectro de um filme de poliestireno. As frequências de absorbância deste espectro são comparadas às frequências definidos pelo NIST SRM 1921 para filme de poliestireno. O software permite que usuários administradores usem os resultados do teste para definir a calibragem do laser. As calibrações do laser devem ser definidos somente após consulta com um engenheiro de suporte técnico da Agilent. Para este teste, a base é medida primeiro. Após a coleta da base, um espectro do filme de poliestireno é medido, conforme orientado pelo software. Para o acessório de amostragem de ATR de diamante, não é exigida amostra para medição de base, mas a amostra de testes de poliestireno deve ser pressionada firmemente contra a interface da amostragem de diamante durante a coleta da amostra usando-se a prensa de amostra. Não se deve usar o ATR com múltiplas reflexões nem as medições do acessório de refletância difusa no teste de calibração da frequência do laser.

Instruções iniciais

Página intencionalmente deixada em branco.

3 **Análise de amostras**

Acessórios de amostragem intercambiáveis	24
Acessório de amostragem de ATR de diamante	25
Acessório de amostragem de ATR de ZnSe	29
Acessório de amostragem de ATR de germânio	33
Acessório de amostragem de ATR de seleneto de zinco de 5 reflexões	36
Acessório de amostragem de transmissão	39
Acessórios de amostragem de refletância especular de 10 e 45 graus	41
Acessório de amostragem TumbIIR	44
Acessório de amostragem DialPath	47
Acessório de amostragem de Refletância Difusa	52

O espectrômetro FTIR Cary 630 Agilent exige um acessório de amostragem a fim de apresentar a amostra ao feixe infravermelho. Deve-se selecionar um ou mais acessórios de amostragem ao solicitar seu FTIR Cary 630. Acessórios de amostragem adicionais podem ser adquiridos posteriormente caso sua amostragem precise de alterações.

As etapas básicas para analisar uma amostra com todos os acessórios de amostragem são:

- 1 Limpe a interface da amostra.
- 2 Colete um espectro da base.
- 3 Colete um espectro da amostra.

OBS.

Para garantir precisão da medida, recomenda-se que o sistema seja configurado no software para coletar o espectro da base antes que cada amostra seja analisada. Isso fornece um perfil inicial das condições do sistema sem carregar amostras no equipamento. Ao coletar uma base automaticamente antes de medir cada amostra, pode-se evitar efeitos negativos de alterações no ambiente.

Esta seção lida com instruções específicas sobre como analisar uma amostra com cada acessório de amostragem, além de como alternar acessórios.

Acessórios de amostragem intercambiáveis

Para alternar diferentes acessórios de amostragem:

- 1 Antes de tentar alternar um acessório de amostragem, certifique-se que o sistema FTIR Cary 630 está sobre uma superfície sólida, com o acessório voltado para você.
- 2 Para remover um acessório de amostragem instalado, empurre para o lado a alavanca de retenção localizada no lado direito do equipamento. Ao empurrar a alavanca para o lado, deslize o acessório para cima a fim de removê-lo da unidade principal FTIR 630 Cary.



Figura 4. Acessórios de amostra intercambiáveis.

CUIDADO

Quando removido, a abertura na superfície de montagem do acessório de amostragem fica exposta ao ambiente, além dos componentes ópticos delicados nele contidos. Tenha cuidado ao lidar com os acessórios, para garantir que eles permaneçam limpos e nada entre em contato com os componentes óticos.

- 3 Deslize o novo acessório de amostragem na área rebaixada da unidade principal. A alavanca fará um clique de volta no lugar quando o acessório estiver colocado adequadamente.

Observe os dois pinos passadores de aço inoxidável salientes na unidade de FTIR Cary 630. Isso garante a alocação e alinhamento adequados dos acessórios.

- 4 Armazene o acessório de amostragem removido em uma área limpa e protegida, como um saco plástico dentro do contêiner de transporte revestido de espuma.

- 5 O software MicroLab PC reconhecerá o novo acessório de amostragem e exibirá uma imagem do acessório adequado no software.
 - O reconhecimento do acessório dura alguns minutos, para que o leitor de RFID reconheça o acessório e altere os valores de diagnóstico para representar o dispositivo de amostragem adequado e o nível de rendimento. Aguarde para que o software volte à tela principal, quando a imagem mudar para o novo acessório.
 - Uma vez que a imagem mude, observe o indicador de status no software para determinar quando o equipamento estará pronto para uso.
 - O usuário também deve alterar o método para um adequado para o novo acessório. O software solicitará uma ação.
- 6 Para garantir que tudo esteja funcionando corretamente, revise a seção Valores de diagnóstico na Página 19.

Acessório de amostragem de ATR de diamante

O acessório de amostragem de refletância total atenuada (ATR) de diamante aproveita as vantagens das propriedades físicas da luz ao encontrar dois materiais com diferentes índices de refração. Ao entrar em contato com uma amostra com diferente índice de refração, a luz infravermelha cria uma onda evanescente, que proporciona uma profundidade muito pequena e específica de penetração na amostra antes de refletir de volta no detector do espectrômetro. Esse caminho óptico pequeno e consistente significa que não é necessário preparar uma amostra para obter bons resultados de medição a partir de diversas amostras. O segredo para se obter bons resultados com o acessório de ATR de diamante é haver bom contato entre a amostra e o cristal de ATR. A técnica de ATR pode ser utilizada para análise de líquidos, pastas, pós e até mesmo algumas amostras sólidas.

O acessório de ATR de diamante utiliza um cristal de diamante tipo IIa como interface entre a amostra e a energia do infravermelho. As vantagens de um cristal de diamante são dureza extrema e resistividade química, além de aceitar amostras com faixa de pH de 1 a 14. Assim, amostras duras ou abrasivas e até mesmo ácidos fortes podem ser analisados com segurança. O diamante no acessório de ATR da Agilent é a substância mais durável do mundo e foi projetado para um sinal infravermelho máximo.

Análise de amostras

O ATR de diamante é um ATR de reflexão única. É mais adequado para maior absorção de amostras como borracha, polímeros, tintas e fibras. Amostras em pó e sólidas também são medidas em seu máximo com o ATR de reflexão única, mas utilizando-se o dispositivo de prensa de amostra, que aplica alta pressão a amostras em pó e sólidas para garantir bom contato com o cristal de diamante. O ATR de reflexão única também é uma boa escolha quando a quantidade de amostra disponível é limitada. O diamante de reflexão única tem uma superfície de amostragem com diâmetro de 1 mm, com uma área ativa de 200 μm e fornece aproximadamente 2 μm de profundidade de penetração para energia infravermelha a 1.700 cm^{-1} . O ATR de reflexão única projeta-se ligeiramente acima da placa metálica de montagem.

No modo de limpeza e de carga de amostra, a prensa de amostra deve estar na posição mais alta para que a ponta da prensa de amostra fique bem acima da janela de amostragem de diamante (veja a Figura 5). É nesta posição que a área de montagem da amostra pode ser facilmente acessada para carregamento da amostra e para limpeza das superfícies de amostragem antes da análise da amostra seguinte.

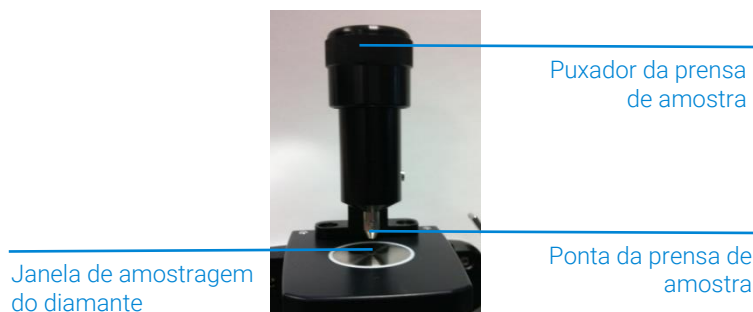


Figura 5. Prensa de amostra do acessório de ATR de diamante na posição mais alta.

No modo de análise da amostra, a prensa de amostra é baixada de modo que a ponta entre em contato com uma amostra sólida. Nesta posição, o contato é feito entre a amostra e a energia do infravermelho emitida a partir da janela do diamante.

OBS.

Se a amostra for líquida ou pasta, a prensa de amostra não deve ser usada.

CUIDADO

Ao usar o mecanismo de prensa giratória, certifique-se de que a prensa e a ponta estejam na posição mais alta possível antes de girar a prensa para colocá-la ou retirá-la da sua posição.

Análise de amostras

Quando no modo de análise de amostra, o caminho ótico da amostra do ATR é fixado com base no número de reflexões no ATR. O alinhamento do acessório também é pré-definido na fábrica, não sendo necessário fazer ajustes óticos ou mecânicos.

Limpeza

Para limpar o acessório de ATR de diamante no preparo para análise:

- 1 Abra a prensa de amostra girando o botão superior no sentido anti-horário até que a parte superior do deslocamento da prensa seja alcançada (veja a Figura 5).
- 2 Limpe a ponta da prensa de amostra usando lenços que não soltem fiapos e que não sejam abrasivos ou um solvente adequado, como acetona, metanol, etanol ou álcool isopropílico.
- 3 Limpe a janela de amostragem do diamante.

CUIDADO

Não rompa o selo do espectrômetro e tente limpar as superfícies interiores. A quebra do selo anulará a garantia.

Coleta do espectro da base

Para instruções sobre como coletar uma base usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

CUIDADO

Para garantir que um espectro de base preciso seja coletado, faça uma inspeção visual da janela de amostragem do diamante, à procura de qualquer parte embaçada ou filme presente por conta da medição de amostra anterior. Se um filme for observado, repita o procedimento de limpeza na Página 27 até que a janela de amostragem esteja livre de qualquer resíduo.

Coleta de espectro da amostra

Para carregar uma amostra e coletar um espectro usando o acessório de ATR de diamante:

- 1 Gire o botão da prensa de amostra no sentido anti-horário para abrir a prensa de amostra, de modo que a ponta seja levemente elevada da janela de amostragem de diamante (veja a Figura 5).

Análise de amostras

- 2 Coloque uma pequena quantidade do material a ser medido no cristal de diamante. O cristal é o material cristalino e em formato circular mantido no lugar pelo disco metálico ao redor.
- 3 Certifique-se que a amostra cubra toda a área de superfície do cristal de diamante.

No caso de uma amostra volátil, grandes quantidades de amostra podem ser aplicadas sem preocupação com vazamento ou dano ao equipamento. Entretanto, usar a menor quantidade de amostra possível facilitará o processo de limpeza.

CUIDADO

As janelas do acessório de ATR de diamante são feitas de diamante sintético tipo IIa, com resistência química extrema. Entretanto, ainda é possível que o cristal de diamante ou a placa de montagem sofram danos por conta de amostras extremas. Apenas meça amostras com pH entre 1 e 14. Não deixe amostras extremamente ácidas sobre a placa de montagem por um período de tempo extenso.

CUIDADO

Embora o diamante seja um material muito duro, a janela do ATR é relativamente fina (0,5 mm ou menos) e pode acabar com rachaduras sob condições de pressão extremas. Certifique-se que a amostra esteja em contato com toda a superfície do diamante e não somente um ponto no diamante. Evite usar a prensa em amostras que sejam afiadas ou pontiagudas.

Se a amostra for líquida ou pasta, a prensa de amostra não deve ser usada. Neste caso, o equipamento está pronto para proceder com a análise.

Se a amostra for em pó ou sólida, a prensa de amostra deve estar em contato com a amostra. Para fazer contato, gire o puxador da prensa em sentido horário até que atinja uma posição de gatilho (click-in). O braço da prensa de amostra usa um mecanismo de embreagem deslizante, cuja pressão máxima aplicada não pode ser ultrapassada — uma vez que a pressão máxima for atingida, o mecanismo de embreagem deslizante fará som de clique e não permitirá que qualquer pressão extra seja exercida sobre a amostra.

- 4 Para instruções sobre como coletar um espectro de amostra usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.
- 5 Após concluir a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório usando as instruções fornecidas na Página 27. É importante certificar que a janela de amostragem do diamante e a ponta da prensa de amostra estejam livres de qualquer resíduo da amostra anterior.

Para instruções sobre como analisar os resultados e manusear os dados das amostras, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Acessório de amostragem de ATR de ZnSe

O acessório de amostragem de refletância total atenuada (ATR) de ZnSe aproveita as vantagens das propriedades físicas da luz ao combinar dois materiais com diferentes índices de refração. Ao entrar em contato com uma amostra com diferente índice de refração, a luz infravermelha cria uma onda evanescente, que proporciona uma profundidade muito pequena e específica de penetração na amostra antes de refletir de volta no detector do espectrômetro. Esse caminho ótico pequeno e consistente significa que não é necessário preparar uma amostra para obter bons resultados de medição a partir de diversas amostras. O segredo para se obter bons resultados com o acessório de ATR de ZnSe é o bom contato entre a amostra e o cristal de ATR. A técnica do ATR de ZnSe deve ser usada principalmente para analisar líquidos, géis e alguns sólidos suaves.

O acessório de ATR de ZnSe utiliza um cristal de seleneto de zinco como interface entre a amostra e a energia do infravermelho. As vantagens do cristal de ZnSe são seu alto rendimento sem a interferência de banda do diamante, vista no DATR. Ele aceita amostras com faixa de pH entre 5 a 9. Amostras rígidas ou abrasivas, bem como ácidos fortes, não devem ser analisadas com o ATR de ZnSe.

O ATR de ZnSe é um ATR de reflexão única. Geralmente, ele é usada como um ATR de uso geral para medir líquidos, pós, géis e sólidos suaves. Amostras em pó e sólidas são mais bem medidas com o ATR de reflexão única, porém utilizando-se o dispositivo de prensa de amostra, que aplica pressão relativamente baixa em amostras em pó e sólidas para garantir bom contato com o cristal de ZnSe. O ATR de reflexão única também é uma boa escolha quando a quantidade de amostra disponível é limitada. O ATR de ZnSe de reflexão única, semelhante ao ATR de diamante, tem uma superfície de amostragem com diâmetro de 1 mm, com uma área ativa de 200 μm e fornece aproximadamente 2 μm de profundidade de penetração para energia infravermelha a 1.700 cm^{-1} . O ATR de reflexão única fica ligeiramente acima da placa de montagem de metal para garantir bom contato e permitir que o usuário limpe o cristal com eficiência.

No modo de limpeza e de carga de amostra, a prensa de amostra deve estar na posição mais alta para que a ponta da prensa de amostra fique bem acima da janela de amostragem de ZnSe (veja a Figura 6). É nesta posição que a área de montagem da amostra pode ser facilmente acessada para carregamento da amostra e para limpeza das superfícies de amostragem antes da análise da amostra seguinte.

Análise de amostras



Figura 6. Prensa de amostra do acessório de ATR de ZnSe na posição mais alta.

No modo de análise da amostra, a prensa de amostra é baixada de modo que a ponta entre em contato com uma amostra sólida. Nessa posição, o contato é feito entre a amostra e a energia do infravermelho emitida da janela do ZnSe.

OBS.

Se a amostra for líquida ou pasta, a prensa de amostra não deve ser usada.

CUIDADO

Ao usar o mecanismo de prensa giratória, certifique-se de que a prensa e a ponta estejam na posição mais alta possível antes de girar a prensa para colocá-la ou retirá-la da sua posição.

Quando no modo de análise de amostra, o caminho ótico da amostra do ATR é fixado com base no número de reflexões no ATR. O alinhamento do acessório também é pré-definido na fábrica, não sendo necessário fazer ajustes óticos ou mecânicos.

Limpeza

Para limpar o acessório de ATR de ZnSe no preparo para análise:

- 1** Abra a prensa de amostra girando o botão superior no sentido anti-horário até que a parte superior do deslocamento da prensa seja alcançada (veja a Figura 6).
- 2** Limpe a ponta da prensa de amostra usando lenços que não soltem fiapos e que não sejam abrasivos ou um solvente adequado, como acetona, metanol, etanol ou álcool isopropílico.
- 3** Limpe a janela de amostra.

CUIDADO

Não rompa o selo do espectrômetro e tente limpar as superfícies interiores. A quebra do selo anulará a garantia.

Coleta do espectro da base

Para instruções sobre como coletar uma base usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

CUIDADO

Para garantir que um espectro de base preciso seja coletado, faça uma inspeção visual da janela de amostragem, à procura de qualquer parte embaçada ou filme presente por conta da medição da amostra anterior. Se um filme for observado, repita o procedimento de limpeza na Página 27 até que a janela de amostragem esteja livre de qualquer resíduo.

Coleta de espectro da amostra

Para carregar uma amostra e coletar um espectro usando o acessório de ATR de ZnSe:

- 1 Gire o botão da prensa de amostra no sentido anti-horário para abrir a prensa de amostra, de modo que a ponta seja levemente elevada da janela de amostragem de ZnSe (veja a Figura 6).
- 2 Coloque uma pequena quantidade do material a ser medido no cristal. O cristal é o material cristalino e em formato circular mantido no lugar pelo disco metálico ao redor.
- 3 Certifique-se que a amostra cubra toda a área da superfície do cristal de ZnSe.

No caso de uma amostra volátil, grandes quantidades de amostra podem ser aplicadas sem preocupação com vazamento ou dano ao equipamento. Entretanto, usar a menor quantidade de amostra possível facilitará o processo de limpeza.

CUIDADO

Embora o ZnSe seja razoavelmente resistente à maioria das substâncias químicas, ainda é possível que o cristal de ZnSe ou a placa de montagem sofram danos por conta de amostras extremas. Apenas meça amostras com pH entre 5 e 9. Não deixe amostras extremamente ácidas sobre a placa de montagem por um período de tempo extenso.

CUIDADO

Materiais rígidos ou abrasivos podem riscar ou quebrar o cristal de ZnSe e causar deterioração no desempenho dos ATRs de ZnSe.

CUIDADO

O cristal de ZnSe é um material naturalmente rígido e frágil. A janela do ATR é relativamente fina (0,5 mm ou menor) e pode rachar quando em condições de pressão extrema. Certifique-se de que a amostra tenha contato com toda a área de superfície do ZnSe e não apenas em um ponto do ZnSe. Evite usar a prensa em amostras que sejam afiadas ou pontiagudas.

Se a amostra for líquida ou pasta, a prensa de amostra não deve ser usada. Neste caso, o equipamento está pronto para proceder com a análise.

Se a amostra for em pó ou sólida, a prensa de amostra deve estar em contato com a amostra. Para fazer contato, gire o puxador da prensa em sentido horário até que atinja uma posição de gatilho (click-in). O braço da prensa de amostra usa um mecanismo de embreagem deslizante, cuja pressão máxima aplicada não pode ser ultrapassada — uma vez que a pressão máxima for atingida, o mecanismo de embreagem deslizante fará som de clique e não permitirá que qualquer pressão extra seja exercida sobre a amostra.

- 4 Para instruções sobre como coletar um espectro de amostra usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.
- 5 Após concluir a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório usando as instruções fornecidas na Página 27. É importante se certificar de que a janela de amostragem do ZnSe e a ponta da prensa de amostra estejam livres de qualquer resíduo da amostra anterior.

Para instruções sobre como analisar os resultados e manusear os dados das amostras, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Acessório de amostragem de ATR de germânio

O acessório de amostragem de refletância total atenuada de germânio (ATR de Ge) do FTIR Cary 630 aproveita as vantagens das propriedades físicas da luz ao combinar dois materiais com diferentes índices de refração. Ao entrar em contato com uma amostra com diferente índice de refração, a luz infravermelha cria uma onda evanescente, que proporciona uma profundidade muito pequena e específica de penetração na amostra antes de refletir de volta no detector do espectrômetro. Esse caminho ótico pequeno e consistente significa que não é necessário preparar uma amostra para obter bons resultados de medição a partir de diversas amostras. O ATR de Ge, embora seja similar ao acessório da ATR de diamante da Agilent, em relação ao design, oferece características diferentes em razão do uso de um cristal de Ge. A profundidade menos pronunciada da penetração é obtida com um cristal de Ge, resultando em um caminho ótico mais curto. Isso é importante ao medir amostras que contêm carbono preto, como pneus, borrachas e o-rings, pois a caracterização e a identificação dessas amostras altamente absorventes são simplificadas com caminhos óticos mais curtos. O segredo para se obter bons resultados com o acessório de ATR de Ge é o bom contato entre a amostra e o cristal de ATR. A técnica de ATR pode ser utilizada para análise de amostras líquidos, pastas, pós e sólidas.

O acessório de ATR de Ge utiliza um cristal de reflexão única de 45° como interface entre a amostra e a energia do infravermelho. Trata-se de um ATR de reflexão única. Ele é mais adequado para amostras de alta absorção, como pneus, borrachas e o-rings, ou para quaisquer amostras que contenham carbono preto. Amostras em pó e sólidas também são mais bem medidas com o ATR de reflexão única, mas utilizando-se o dispositivo de prensa de amostra, que aplica alta pressão a amostras em pó e sólidas para garantir bom contato com o cristal de Ge. O ATR de reflexão única também é uma boa escolha quando a quantidade de amostra disponível é limitada. O Ge de reflexão única possui superfície de amostra de 1 mm de diâmetro e oferece os seguintes caminhos óticos eficientes:

- 0,15 μm a 4.000 cm^{-1}
- 0,36 μm a 1.700 cm^{-1}
- 1,02 μm a 600 cm^{-1}

No modo de limpeza e de carga de amostra, a prensa de amostra deve estar na posição mais alta para que a ponta da prensa de amostra fique bem acima da janela de amostragem de Ge (veja a Figura 7). É nesta posição que a área de montagem da amostra pode ser facilmente acessada para carregamento da amostra e para limpeza das superfícies de amostragem antes da análise da amostra seguinte.



Figura 7. Prensa de amostra do acessório de ATR de Ge.

No modo de análise da amostra, a prensa de amostra é baixada de modo que a ponta entre em contato com uma amostra sólida. Nessa posição, o contato é feito entre a amostra e a energia do infravermelho emitida da janela de Ge.

OBS.

Se a amostra for líquida ou pasta, a prensa de amostra não deve ser usada.

CUIDADO

Ao usar o mecanismo de prensa giratória, certifique-se de que a prensa e a ponta estejam na posição mais alta possível antes de girar a prensa para colocá-la ou retirá-la da sua posição.

Quando em modo de análise de amostra, o caminho ótico de amostra do ATR é fixado com base no número de reflexões do ATR. O alinhamento do acessório também vem com a configuração de fábrica, de forma que ajustes ópticos ou mecânicos não sejam necessários.

Limpeza

Para limpar o acessório de ATR de Ge no preparo para a análise:

- 1 Abra a prensa de amostra girando o botão superior no sentido anti-horário até que a parte superior do deslocamento da prensa seja alcançada (veja a Figura 7).
- 2 Limpe a ponta da prensa de amostra usando lenços que não soltem fiapos e que não sejam abrasivos ou um solvente adequado, como acetona, metanol, etanol ou álcool isopropílico.
- 3 Limpe a janela de amostra de Ge.

CUIDADO

Não rompa o selo do espectrômetro e tente limpar as superfícies interiores. A quebra do selo anulará a garantia.

Coleta do espectro da base

Para instruções sobre como coletar uma base usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

CUIDADO

Para garantir que um espectro de base preciso seja coletado, faça uma inspeção visual da janela de amostragem de Ge, à procura de qualquer parte embaçada ou filme presente por conta da medição da amostra anterior. Se for observada a presença de filme, repita o procedimento de limpeza até que a janela de amostragem esteja livre de qualquer resíduo.

Coleta de espectro da amostra

Para carregar uma amostra e coletar um espectro usando o acessório da ATR de Ge:

- 1 Gire o botão da prensa de amostra no sentido anti-horário para abrir a prensa de amostra, de modo que a ponta seja levemente elevada da janela de amostragem de Ge (veja a Figura 7).
- 2 Coloque uma pequena quantidade do material a ser medido no cristal de Ge. O cristal é o material cristalino e em formato circular mantido no lugar pelo disco metálico ao redor.
- 3 Certifique-se de que a amostra cubra toda a área de superfície do cristal de Ge.

No caso de uma amostra volátil, grandes quantidades de amostra podem ser aplicadas sem preocupação com vazamento ou dano ao equipamento. Entretanto, usar a menor quantidade de amostra possível facilitará o processo de limpeza.

CUIDADO

É possível que as janelas ou a placa de montagem de metal do acessório de ATR de Ge sofra danos com amostras extremas. Apenas meça amostras com pH entre 1 e 14. Não deixe amostras extremamente ácidas ou básicas sobre a placa de montagem de metal por um período de tempo extenso.

CUIDADO

Embora o Ge seja um material rígido, a janela do ATR pode rachar quando em condições de pressão extrema. Certifique-se de que a amostra tenha contato com toda a área de superfície do cristal e não apenas em um ponto dele. Evite usar a prensa em amostras que sejam afiadas ou pontiagudas.

Se a amostra for líquida ou pasta, a prensa de amostra não deve ser usada. Neste caso, o equipamento está pronto para proceder com a análise.

Se a amostra for em pó ou sólida, a prensa de amostra deve estar em contato com a amostra. Para fazer contato, gire o puxador da prensa em sentido horário até que o braço de pressão não baixe mais. Um mecanismo de mola mantém a pressão na amostra; tome cuidado para não apertar a braçadeira em excesso. Assim que o braço de pressão parar de se mover, gire o puxador da amostra em $\frac{1}{4}$ no máximo.

- 4** Para instruções sobre como coletar um espectro de amostra usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.
- 5** Após concluir a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório usando as instruções fornecidas na Página 34. É importante se certificar de que a janela de amostragem do Ge e a ponta da prensa de amostra estejam livres de qualquer resíduo da amostra anterior.

Para instruções sobre como analisar os resultados e manusear os dados das amostras, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Acessório de amostragem de ATR de seleneto de zinco de 5 reflexões

O acessório de amostragem de refletância total atenuada de seleneto de zinco de 5 reflexões (ATR de ZnSe de 5 reflexões) aproveita as vantagens das propriedades físicas da luz ao combinar dois materiais com diferentes índices de refração. Ao entrar em contato com uma amostra com diferente índice de refração, a luz infravermelha cria uma onda evanescente, que proporciona uma profundidade muito pequena e específica de penetração na amostra antes de refletir de volta no detector do espectrômetro. A luz é refletida nas diversas vezes em que o caminho ótico é estendido eficientemente, proporcionando níveis de detecção inferiores ao ATR de reflexão única.

Análise de amostras

Embora seja fácil de usar, o ATR de reflexão única possui a limitação da sensibilidade baixa, quando comparada a outras técnicas de FTIR. Muitos métodos agora exigem ATRs com múltiplas reflexões, pois proporcionam maior sensibilidade. O ATR de ZnSe de 5 reflexões melhora os níveis de detecção enquanto oferece a facilidade de uso de um ATR de reflexão única. Além disso, o acessório está em conformidade com o método para biodiesel ASTM D-7371, tornando-o ideal para essa aplicação.

Quando no modo de análise de amostra, o caminho ótico da amostra do ATR é fixado com base no número de reflexões no ATR. O alinhamento do acessório também é pré-definido na fábrica, não sendo necessário fazer ajustes óticos ou mecânicos.

Limpeza

Limpe a área da janela de amostragem do ZnSe de 5 reflexões usando lenços que não soltam fiapos e que não sejam abrasivos, ou uma haste de algodão e um solvente adequado, como acetona, metanol, etanol ou álcool isopropílico.



Figura 8. Limpeza da janela de amostragem do ATR de ZnSe de 5 reflexões.

CUIDADO

Não rompa o selo do espectrômetro e tente limpar as superfícies interiores. A quebra do selo anulará a garantia.

Coleta do espectro da base

Para instruções sobre como coletar uma base usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

CUIDADO

Para garantir que um espectro de base preciso seja coletado, faça uma inspeção visual da janela de amostragem do ZnSe de 5 reflexões, à procura de qualquer parte embaçada ou filme presente por conta da medição da amostra anterior. Se um filme for observado, repita o procedimento de limpeza na Página 37 até que a janela de amostragem esteja livre de qualquer resíduo.

Coleta de espectro da amostra

Para carregar uma amostra e coletar um espectro usando o acessório de ATR de ZnSe de 5 reflexões:

- 1 Coloque uma pequena quantidade do líquido a ser medido no cristal de ZnSe. O cristal é o material cristalino e em formato circular mantido no lugar pelo disco metálico ao redor.
- 2 Certifique-se que a amostra cubra toda a área da superfície do cristal de ZnSe.

No caso de uma amostra volátil, grandes quantidades de amostra podem ser aplicadas sem preocupação com vazamento ou dano ao equipamento. Entretanto, usar a menor quantidade de amostra possível facilitará o processo de limpeza.

CUIDADO

As janelas do acessório de ATR de ZnSe de 5 reflexões são feitas de ZnSe, que é quimicamente resistente. Contudo, ainda é possível que o cristal ou a placa de montagem de metal sofram danos com amostras extremas. Apenas meça amostras com pH entre 4 e 9. Não meça amostras ou use produtos de limpeza que excedam essa faixa de pH.

- 3 Para instruções sobre como coletar um espectro de amostra usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.
- 4 Após concluir a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório usando as instruções fornecidas na Página 37. É importante se certificar de que a janela de montagem do ZnSe de 5 reflexões esteja livre de resíduos deixados pela amostra anterior.

Para instruções sobre como analisar os resultados e manusear os dados das amostras, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Acessório de amostragem de transmissão

O acessório de amostragem de transmissão padrão (veja a Figura 9) possui um suporte de montagem do tipo de deslizamento de cartão, o qual é compatível com os suportes de tamanho padrão da indústria. Tais suportes incluem aqueles para pérolas de KBr, células líquidas e placas de sal.

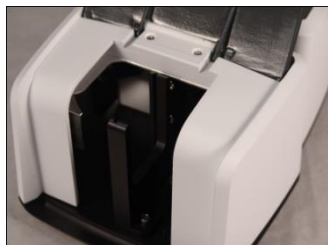


Figura 9. Acessório de transmissão mostrando o compartimento de amostra.

Uma área rebaixada no painel frontal permite acesso à tubulação para células líquidas.

A análise de transmissão é tipicamente usada para identificação de materiais desconhecidos. Placas de sal são mais comumente usadas como suporte da amostra para materiais líquidos desconhecidos, enquanto pérolas de KBr são usadas para diluir e suportar materiais sólidos no feixe de infravermelho.

A análise de transmissão também pode ser usada para análise quantitativa usando células vedadas ou células desmontáveis com caminho ótico constante.

O acessório de transmissão para o FTIR Cary 630 foi especificamente projetado para aceitar células com tamanho padrão da indústria. Eles podem ser obtidos diretamente com a Agilent ou com seu representante de acessórios.

O software MicroLab PC da Agilent permite realizar cálculos simples e lineares ou da lei de Beer com base em alturas de pico, áreas ou proporções. Modelagem via programas PLS também está disponível e pode ser facilmente integrada no software. Para informações sobre como fazer isso, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Limpeza

Para limpar o acessório de Transmissão no preparo para análise:

- 1 Certifique-se que o compartimento está livre de qualquer resíduo ou outra matéria que pode causar interferência em sua amostragem.
- 2 Siga as recomendações do fabricante para limpeza de qualquer acessório de transmissão que for usada para medições, como células líquidas, suporte de pérolas de KBr e placas de sal.

OBS.

Agilent não é responsável pelo cuidado inadequado de acessórios usados com o acessório de Transmissão.

CUIDADO

Não tente limpar os espelhos dentro do compartimento do acessório de Transmissão. Solventes e/ou ar comprimido podem causar interferências espectrais irreversíveis, assim como danos aos espelhos de superfície frontal. Isso pode ter um efeito negativo sobre o rendimento e o desempenho do sistema. Isso irá invalidar a garantia.

Coleta do espectro da base

Para coletar um espectro de base usando o acessório de Transmissão:

- 1 Coloque o material usado para medições de base no compartimento de amostra do acessório de Transmissão. Pode ser um compartimento de amostra vazio ou uma célula vazia, dependendo de seu procedimento operacional padrão.
- 2 Colete um espectro da base. Para instruções sobre como coletar uma base usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Coleta de espectro da amostra

Para coletar um espectro de amostra usando o acessório de Transmissão:

- 1 Coloque a amostra no suporte para amostra

CUIDADO

Certifique-se que a amostra seja colocada corretamente no suporte que esteja alinhada adequadamente para o feixe de infravermelho para passar pela amostra. Use o pino de posicionamento na parte inferior do suporte para estabelecer a distância correta do fundo do compartimento de amostra.

- 2 Colete um espectro da amostra. Para instruções sobre como coletar um espectro de amostra usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Para instruções sobre como analisar os resultados e manusear os dados das amostras, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Acessórios de amostragem de refletância especular de 10 e 45 graus

Os acessórios de refletância especular (SRA) de 10 e 45 graus da Agilent do FTIR Cary 630 permitem medições de refletância especular quase normal (<10 graus) ou em ângulo (>10 graus). As medições de refletância especular são realizadas em amostras que, em geral, foram projetadas para refletir a luz de uma superfície plana. Os exemplos são: espelhos, vidro, janelas e revestimentos de película, colocados em substratos altamente reflexivos. O uso final pretendido do produto geralmente dita se determinada amostra é medida em quase normal e/ou em ângulo. Use o SRA de 10 graus em medições de refletância especular quase normal e o SRA de 45 graus para medir refletância especular em ângulo e em medições de películas relativamente finas em substratos reflexivos.



Figura 10. SRAs de 10 graus (à esquerda) e de 45 graus (à direita).

Análise de amostras

O SRA de 10 graus desliza para dentro e para fora do FTIR Cary 630 em questão de segundos, sem a necessidade de alinhamento. Consulte a Página 24 para obter instruções de instalação.

O SRA de 45 graus desliza facilmente para dentro do acessório de transmissão.

Para instalar o SRA de 45 graus no FTIR Cary 630:

- 1** Desaperte os dois parafusos que fixam o suporte de transmissão padrão e substitua o suporte por aquele fornecido juntamente com o SRA de 45 graus. Aperte os dois parafusos para fixá-los ao acessório de transmissão. Esse suporte modificado possui um braço de suporte mais curto na parte frontal para permitir acesso mais fácil ao topo do acessório, para amostras maiores.
- 2** Deslize o acessório de transmissão para dentro do FTIR Cary 630.
- 3** Deslize o SRA de 45 graus para dentro do acessório de transmissão.

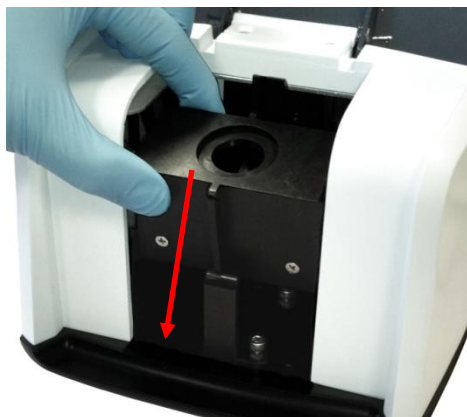


Figura 11. Instalação do SRA de 45 graus no acessório de transmissão do espectrômetro FTIR Cary 630 Agilent.

O software MicroLab PC da Agilent permite realizar cálculos simples e lineares ou da lei de Beer com base em alturas de pico, áreas ou proporções. Modelagem via programas PLS também está disponível e pode ser facilmente integrada no software. Para informações sobre como fazer isso, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Limpeza

Para limpar o SRA de 10 ou 45 graus na preparação para análise:

- No caso do SRA de 10 graus, certifique-se de que a janela de amostragem está livre de qualquer resíduo ou outra matéria que possa causar interferência em sua amostra. Não meça amostras em pó ou amostras com revestimentos que possam cair no acessórios e contaminar os espelhos no interior do acessório.
- No caso do SRA de 45 graus, certifique-se de que o acessório de transmissão e a janela de amostragem estejam livres de qualquer resíduo ou outra matéria que possa causar interferência em sua amostragem.

CUIDADO

Não tente limpar os espelhos dentro do compartimento do acessório de Transmissão. Solventes e/ou ar comprimido podem causar interferências espectrais irreversíveis, assim como danos aos espelhos de superfície frontal. Isso pode ter um efeito negativo sobre o rendimento e o desempenho do sistema. Isso irá invalidar a garantia

Coleta do espectro da base

Para coletar um espectro de base usando o acessório de Transmissão:

- 1 Coloque o material usado nas medições de base na janela de amostragem do acessório SRA de 10 graus ou 45 graus. Geralmente, um espelho revestido em ouro fornecido com o acessório.
- 2 Colete um espectro da base. Para instruções sobre como coletar uma base usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Coleta de espectro da amostra

Para coletar um espectro de amostra usando o acessório de Refletância Especular:

- 1 Coloque sua amostra na janela de amostragem do SRA de 10 graus ou 45 graus.



Figura 12. Introdução da amostra no acessório de SRA de 10 graus e de 45 graus.

- 2 Colete um espectro da amostra. Para instruções sobre como coletar um espectro de amostra usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.
- 3 Para instruções sobre como analisar os resultados e manusear os dados das amostras, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Acessório de amostragem TumbIIR

O acessório de amostragem dedicado TumbIIR é um acessório de amostragem de propriedade líquido de transmissão projetado e fabricado exclusivamente pela Agilent para otimizar a análise de amostras líquidas, em pasta e gel. Em comparação com as tradicionais células de líquido para laboratórios analíticos gerais, o TumbIIR torna muito mais fácil preparar, carregar, analisar e limpar a amostra.

O TumbIIR opera em dois modos: carregamento/limpeza de amostras e análise de amostras.

No modo de carregamento e limpeza de amostra, o TumbIIR deve ser girado para que a janela de amostragem fique virada para cima. Nessa posição, a área de montagem da amostra pode ser acessada com facilidade para carregar a amostra e para limpeza das superfícies de amostragem antes que a amostra seguinte seja analisada.

Análise de amostras

No modo de análise de amostra, o TumbIIR deve ser girado para que a janela ótica do acessório esteja virada para baixo em direção à área de montagem de amostra. Nessa posição, a energia do infravermelho atravessa a amostra, tornando a medição possível. Certifique-se de girar o braço do TumbIIR completamente até que atinja o gatilho e faça um som de clique. Esse gatilho mantém o acessório fixo durante a análise da amostra.

Quando no modo de análise da amostra, o caminho ótico do TumbIIR é de 100 microns, caminho ideal para análise de infravermelho médio de muitas amostras em líquido, pasta e gel. O alinhamento do acessório é pré-definido na fábrica, não sendo necessário fazer ajustes.

Limpeza

Para limpar a janela de amostragem do TumbIIR no preparo para análise:

- 1 Gire o braço do TumbIIR para que o sensor ótico aponte para cima.
- 2 Limpe a janela superior usando um pano de algodão macio, mergulhado em acetona.
- 3 Limpe a janela inferior.

OBS.

Use somente panos de algodão macios, como cotonetes ou um substituto adequado para limpar o sensor ótico e a área de amostragem.

CUIDADO

As janelas são produzidas com material transmissor de infravermelho, ZnSe. O ZnSe é um material relativamente durável, mas pode facilmente ser riscado ou danificado caso seja aplicada muita pressão durante a limpeza ou se um material abrasivo for usado. Materiais como cotonetes mergulhados em acetona são recomendados para limpeza.

CUIDADO

O ZnSe é relativamente resistente a materiais químicos com uma faixa de pH entre 4 e 9, mas há alguns materiais, como ácidos fortes ou materiais muito básicos, que podem danificar o ZnSe. Evite colocar materiais em contato com a janela de ZnSe que estejam fora dessa faixa de pH recomendada.

CUIDADO

Não rompa o selo do espectrômetro e tente limpar as superfícies interiores. A quebra do selo anulará a garantia.

Coleta do espectro da base

Para instruções sobre como coletar uma base usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

CUIDADO

Para garantir que um espectro de base preciso seja coletado, faça uma inspeção visual da superfície da janela de ZnSe, à procura de qualquer parte embaçada ou filme presente por conta da medição de amostra anterior. Se um filme for observado, repita o procedimento de limpeza na Página 45 até que as superfícies da janela estejam livres de qualquer resíduo.

Coleta de espectro da amostra

Para carregar uma amostra líquida e coletar um espectro usando o acessório TumbllR:

- 1 Abra o TumbllR girando o braço em sentido anti-horário.
- 2 Coloque uma pequena quantidade de material na janela inferior localizada na placa de base de TumbllR. A janela de amostra é de 2 mm de diâmetro de material amarelo mantida no lugar pelo disco de metal ao redor.
- 3 Certifique-se que a amostra cubra toda a área de superfície da janela inferior.

No caso de uma amostra volátil, como análise de combustíveis, quantidades grandes de amostra podem ser aplicadas sem a preocupação de vazamento ou danos ao instrumento. No entanto, usar a menor quantidade de amostra possível facilitará o processo de limpeza.

Embora seja seguro executar diversas amostras líquidas, inclusive soluções aquosas ou até mesmo pastas grossas, tais como graxa, o TumbllR não deve ser usado com qualquer amostra sólida ou em pó, como comprimidos. Usar o TumbllR com amostras sólidas irá danificar as janelas de ZnSe ou modificar o caminho ótico de transmissão pré-definido.

CUIDADO

As janelas superior e inferior são feitas de ZnSe. O ZnSe pode ser danificado por amostras com pH inferior a 4 e acima de 9. Apenas meça amostras com pH entre 4 e 9.

CUIDADO

Janelas de ZnSe podem ser facilmente riscadas por amostras duras ou abrasivas. Evite usar amostras que possam arranhar a superfície das janelas.

Análise de amostras

O caminho ótico de transmissão ideal é uma consideração importante ao utilizar o TumbIIR para diversos tipos de amostras de líquido. Uma vez que o caminho ótico do TumbIIR é pré-alinhado e fixado em 100 microns, alguns tipos de amostra podem não apresentar resultados ideais, como materiais absorventes de infravermelho alto.

- 4** Feche o TumbIIR girando o braço em sentido horário até que se ouça um clique.
- 5** Para instruções sobre como coletar um espectro de amostra usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.
- 6** Após concluir a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório usando as instruções fornecidas na Página 45. É importante certificar que as janelas superior e inferior estejam livres de qualquer resíduo da amostra anterior.

Para instruções sobre como analisar os resultados e manusear os dados das amostras, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Acessório de amostragem DialPath

O acessório de amostragem DialPath tem por base a mesma tecnologia do acessório de amostragem TumbIIR. O acessório de amostragem DialPath utiliza o acessório de amostragem de transmissão TumbIIR projetado e fabricado exclusivamente pela Agilent para otimizar a análise de amostras líquidas, em pasta e gel. Em comparação com células líquidas tradicionais para laboratórios analíticos gerais, o DialPath torna muito mais fácil preparar, carregar, analisar e limpar a amostra, fornecendo a flexibilidade de escolher entre três caminhos óticos definidos pela fábrica.

O DialPath opera em dois modos: carregamento/limpeza de amostras e análise de amostras.

No modo de limpeza e de carga de amostra, o DialPath é girado de modo que a janela óptica fique virada para cima (veja a Figura 13). Nessa posição, a área de montagem da amostra pode ser acessada com facilidade para carregar a amostra e para limpeza das superfícies de amostragem antes que a amostra seguinte seja analisada.

Análise de amostras

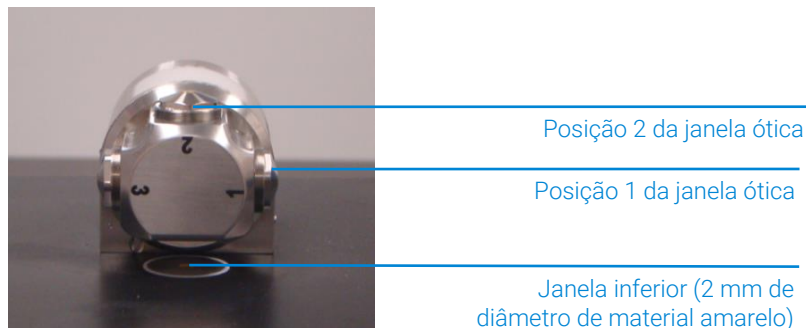


Figura 13. DialPath com a janela ótica virada para cima.

No modo de análise de amostra, o DialPath deve ser girado para que a janela ótica esteja virada para baixo em direção à área de montagem de amostra. Nessa posição, a energia do infravermelho atravessa a amostra, tornando a medição possível. Certifique-se de girar o braço do DialPath completamente até que atinja o gatilho e faça um som de clique. Esse gatilho mantém o acessório fixo durante a análise da amostra.

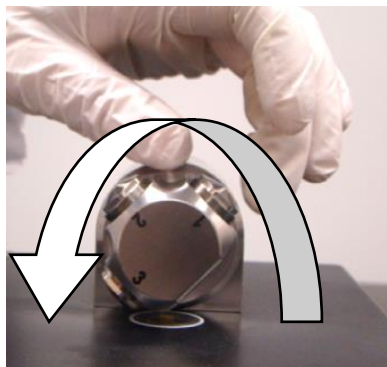


Figura 14. Girando o DialPath.

Quando no modo de análise da amostra, o caminho ótico do DialPath é definido por um valor de fábrica pré-determinado em microns. O alinhamento do acessório também é pré-definido na fábrica, não sendo necessário fazer ajustes.

Limpeza

Para limpar a janela de amostragem do DialPath no preparo para análise:

- 1 Gire o DialPath de modo que a Posição 2 da janela ótica fique apontando para cima (veja a Figura 13).
- 2 Limpe a janela da última posição usada para análise usando uma haste flexível com algodão nas pontas embebida em acetona (veja a Figura 15, a qual mostra a Posição 3 para limpeza).
- 3 Limpe a área inferior de montagem da amostra (veja a Figura 15).
- 4 Ao usar a Posição 2, limpe a Posição 3 ou 1, dependendo da direção em que o DialPath foi girado.

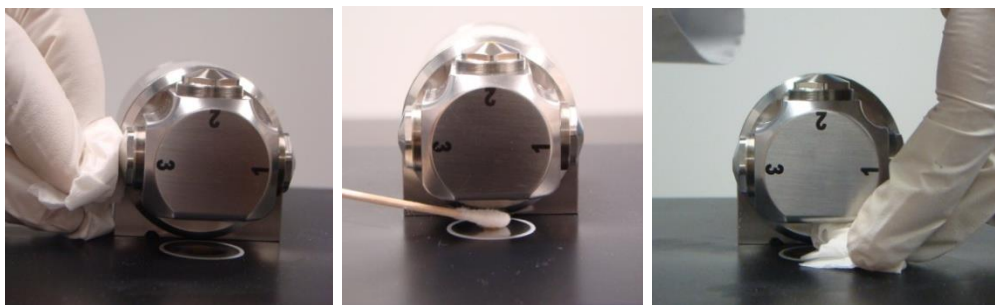


Figura 15. Limpeza da janela na Posição 3 do DialPath (à esquerda) e limpeza da área de montagem da amostra.

OBS.

Use somente panos de algodão macios, como cotonetes ou um substituto adequado para limpar as janelas óticas e a área de amostragem.

CUIDADO

As janelas são produzidas com material transmissor de infravermelho, ZnSe. O ZnSe é um material relativamente durável, mas pode facilmente ser riscado ou danificado caso seja aplicada muita pressão durante a limpeza ou se um material abrasivo for usado. Materiais como cotonetes mergulhados em acetona são recomendados para limpeza.

CUIDADO

O ZnSe é relativamente resistente a materiais químicos com uma faixa de pH entre 4 e 9, mas há alguns materiais, como ácidos fortes ou materiais muito básicos, que podem danificar o ZnSe. Evite colocar materiais em contato com a janela de ZnSe que estejam fora dessa faixa de pH recomendada.

CUIDADO

Não rompa o selo do espectrômetro e tente limpar as superfícies interiores. A quebra do selo anulará a garantia.

Coleta do espectro da base

Para instruções sobre como coletar dados de base usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

OBS.

A medição de base deve ser feita no mesmo caminho ótico da amostra que será medida.

CUIDADO

Para garantir que um espectro de base preciso seja coletado, faça uma inspeção visual da superfície da janela de ZnSe, à procura de qualquer parte embaçada ou filme presente por conta da medição de amostra anterior. Se um filme for observado, repita o procedimento de limpeza na Página 49 até que as superfícies da janela estejam livres de qualquer resíduo.

Coleta de espectro da amostra

Para carregar uma amostra líquida e coletar um espectro usando o acessório DialPath:

- 1 Abra o DialPath girando o braço (veja a Figura 14).
- 2 Coloque uma pequena quantidade de material da amostra na janela inferior de montagem da amostra (veja a Figura 16). A janela montagem de amostra é de 2 mm de diâmetro de material amarelo mantida no lugar pelo disco de metal ao redor.



Figura 16. Posicionamento da amostra na janela de montagem da amostra do acessório DialPath.

Análise de amostras

- 3 Certifique-se que a amostra cubra toda a área de superfície da janela de montagem de amostra.

No caso de uma amostra volátil, como análise de combustíveis, quantidades grandes de amostra podem ser aplicadas sem a preocupação de vazamento ou danos ao instrumento. No entanto, usar a menor quantidade de amostra possível facilitará o processo de limpeza.

Embora seja seguro executar diversas amostras líquidas, inclusive soluções aquosas ou até mesmo pastas grossas, tais como graxa, o DialPath não deve ser usado com qualquer amostra sólida ou em pó, como comprimidos. Usar o DialPath com amostras sólidas irá danificar as janelas de ZnSe ou modificar o caminho ótico de transmissão pré-definido.

CUIDADO

As janelas superior e inferior são feitas de ZnSe. O ZnSe pode ser danificado por amostras com pH inferior a 4 e acima de 9. Apenas meça amostras com pH entre 4 e 9.

-
- 4 Feche o DialPath girando o braço em sentido horário até que se ouça um clique.
 - 5 Para instruções sobre como coletar um espectro de amostra usando o software, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.
 - 6 Após concluir a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do DialPath usando as instruções fornecidas anteriormente. É importante certificar que as janelas superior e inferior estejam livres de qualquer resíduo da amostra anterior.

Para instruções sobre como analisar os resultados e manusear os dados das amostras, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

Acessório de amostragem de Refletância Difusa

O acessório de amostragem de refletância difusa oferece análise qualitativa e quantitativa de amostras sólidas ou em pó. Essa técnica fornece uma análise quantitativa mais sensível do que a ATR, ainda sendo fácil de usar.

Amostras em pó são comumente misturadas em KBr em pó a um nível de aproximadamente 3 a 5 %. Entretanto, o carregamento da amostra em KBr pode ser ajustado para se obter a sensibilidade exigida. O acessório de Refletância Difusa é otimizado para uso com o sistema ótico FTIR Cary 630 e oferece a maior sensibilidade disponível para medições rápidas e precisas.

O acessório de refletância difusa usa um suporte para amostra de quatro posições (veja a Figura 17), o qual desliza para dentro de uma entrada no lado direito do acessório. A primeira posição do suporte contém um espelho de refletância difusa de ouro, que é usado para coleta de base. As outras três posições são usadas para preenchimento com misturas de KBr/amostra. Gatilhos no suporte permitem avaliar qual posição está sendo medida.



Figura 17. Suporte para amostra de refletância difusa.



Figura 18. Acessório de Refletância Difusa fixado no FTIR Cary 630. O suporte de amostra é empurrado na entrada na parte direita inferior do acessório.

Análise de amostras

Limpeza

Para limpar o suporte de amostra do acessório de Refletância Difusa no preparo para análise:

- 1 Remova o suporte de amostra do acessório e elimine a mistura KBr/amostra de forma apropriada.
- 2 Remova todo o pó residual com um cotonete ou dispositivo apropriado.

CUIDADO

Não arranhe o espelho de refletância difusa de ouro.

CUIDADO

Não contamine o espelho de ouro com água, uma vez que isso manterá a umidade e isso será evidente na sua resposta espectral.

CUIDADO

Não rompa o selo do espectrômetro e tente limpar as superfícies interiores. A quebra do selo anulará a garantia.

Coleta do espectro da base

Para coletar um espectro de base usando o acessório de Refletância Difusa:

OBS.

Uma vez que o suporte de amostra contém três posições de amostra, pode ser conveniente colocar misturas de amostra e KBr nas Posições 2 a 4 e medir a base, imediatamente seguida por cada amostra.

- 1 Insira o suporte de amostra no acessório de Refletância Difusa.
- 2 Colete um espectro de base usando o espelho difuso de ouro. Para instruções sobre como coletar uma base, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

OBS.

Na ocasião, pode ser necessário usar o KBr na forma pura como material de base. Isso vale especialmente se KBr contiver qualquer umidade.

CUIDADO

Para garantir que um espectro de base preciso seja coletado, faça uma inspeção visual da superfície do espelho difuso de ouro, à procura de qualquer parte embaçada, filme presente ou arranhões no espelho por conta de uso ou limpeza. Se quaisquer desses forem observados, pode ser necessário um novo espelho de referência.

Coleta do espectro da base

Para medir um material sólido usando o acessório de Refletância Difusa:

- 1** O preparo da amostra é fundamental para atingir espectros de refletância difusa aceitáveis. Misture a amostra com KBr a um nível de concentração de 3 a 5 %. Isto é feito tipicamente com um almofariz e um pilão para conseguir uma amostra homogênea.
- 2** Transfira as amostras para uma posição de suporte adequado. Não contamine outras posições.
- 3** Preencha por completo a posição e, em seguida, use uma espátula ou ferramenta com face plana para criar uma superfície plana e remova qualquer parte transbordando.
- 4** Deslize o suporte no acessório de Refletância Difusa e mova o suporte para a posição de amostra desejada.
- 5** Colete um espectro de amostra usando um método apropriado. Para instruções sobre como coletar um espectro de amostra, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.
- 6** Após concluir a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do suporte usando as instruções na Página 53. É importante garantir que todas as posições de amostra estejam livres de qualquer resíduo da amostra anterior.

Para instruções sobre como analisar os resultados e manusear os dados das amostras, consulte o Guia de Usuário do Software MicroLab PC da Agilent.

4

Manutenção

Limpeza	55
Substituição do dessecante	55
Substituição de janelas	57
Substituição da fonte	59

Limpeza

Quando a parte externa do sistema FTIR Cary 630 Agilent precisar de limpeza, desconecte o cabo elétrico e qualquer outra conexão.

Toda limpeza deve ser feita com um pano macio. Se necessário, esse pano pode ser umedecido com água, etanol ou um detergente suave. Não use agentes de limpeza abrasivos. Evite o uso de solventes agressivos ou clorados.

Todo derramamento deve ser limpo imediatamente.

Não submerja o espectrômetro FTIR Cary 630 Agilent em água.

Substituição do dessecante

O dessecante no espectrômetro FTIR Cary 630 Agilent é um cartucho descartável (veja a Figura 19), o qual pode ser substituído pelo usuário quando necessário.



Figura 19. Cartucho dessecante antigo (à esquerda) e cartucho dessecante novo (à direita).

Manutenção

Há dois indicadores de umidade, um na parte de trás do espectrômetro (veja a Figura 20), e o outro na parte inferior, onde o cartucho dessecante é acessado (veja a Figura 21). Há três níveis no indicador de umidade da parte de trás: 10, 20 e 30 %. O nível é determinado visualizando-se o indicador e determinando-se qual seção é de cor 'lavanda' (em vez de rosa ou azul). Os novos instrumentos virão com um cartucho dessecante atualizado (veja a Figura 22), o qual possui apenas o indicador de cores em vez de indicador de cores e de porcentagem (%). É recomendável trocar o dessecante quando o nível de umidade alcançar 30 % ou o indicador de cores ficar rosa.

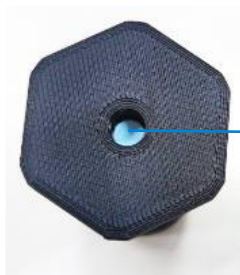


Figura 20. Indicador de umidade na parte de trás do espectrômetro FTIR Cary 630 Agilent (à esquerda) e uma imagem aproximada do indicador (à direita).



Localização do cartucho
dessecante

Figura 21. Localização do cartucho dessecante na parte inferior do espectrômetro FTIR Cary 630 Agilent.



Indicador do
dessecante

Figura 22. Design do novo cartucho dessecante.

Manutenção

Para substituir o dessecante:

- 1 Remova o dessecante do saco selado.
- 2 Desligue o espectrômetro.
- 3 Vire o espectrômetro para o lado.
- 4 Use uma chave para remover o cartucho dessecante gasto.
- 5 Substitua o cartucho dessecante com um novo. Aperte firmemente com a mão, mas não aperte demais.
- 6 Descarte o cartucho antigo de forma adequada.

OBS.

Depois que a unidade principal foi exposta e aberta no ambiente, deixe o sistema aquecer-se suficientemente e equilibrar-se antes de usá-lo. Isso dependerá de quanto tempo o sistema esteve aberto e pode demorar de 30 minutos a 2 horas.

Substituição de janelas

Cada espectrômetro FTIR Cary 630 e acessório de amostragem possui uma janela que sela o sistema (exceto para o acessório de amostragem de Transmissão). A janela de saída da unidade principal depende da versão do sistema (KBr ou ZnSe), bem como o tipo de acessório de amostragem de ATR. Todos os acessórios de amostragem utilizam a janela de ZnSe, devido aos componentes óticos dos acessórios. As janelas nos acessórios de amostragem e unidade principal são do mesmo tamanho e formato.



Figura 23. Janelas óticas.

Pode ser necessário substituir a janela em algum momento na vida útil do FTIR Cary 630. Isso pode ocorrer por diversos motivos.

Manutenção

Para substituir a janela:

- 1 Remova o acessório de amostragem conforme descrito na Página 24.
- 3 A janela é mantida no lugar por um dispositivo de trava anelar. Posicione a ferramenta de extração de trava anelar fornecido com a janela substitutiva para que os pinos estejam nas áreas rebaixadas correspondentes. Gire a ferramenta em sentido anti-horário para remover o anel de trava.
- 3 Remova a janela.

CUIDADO

Manuseie as janelas somente pela extremidade. A melhor prática é usar luvas descartáveis ao instalar as janelas, para evitar marcas de impressão digital por descuido na superfície da janela.

- 4 Certifique-se que o o-ring ainda está intacto e remova qualquer detrito da área de colocação da janela.
- 5 Posicione a nova janela. O anel de trava possui ângulo de um grau em relação a ele. Assim, uma vez que o anel estiver no lugar, vire-o em sentido anti-horário em um quarto e então comece a apertar, girando no sentido horário. O anel está no lugar certo quando é ligeiramente rebaixado em relação à placa frontal. Isso garante que os acessórios serão deslizados suavemente até o lugar. Não aperte demais.

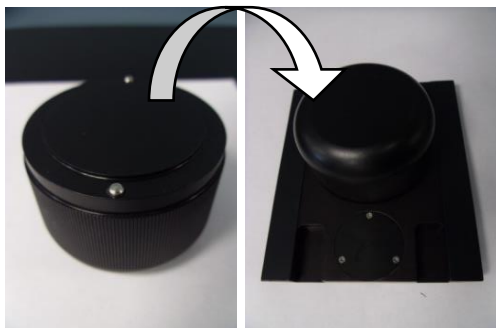


Figura 24. Ferramenta de substituição da janela e anel de trava de substituição.

Substituição da fonte

O tempo de vida útil típico da fonte infravermelha é de três anos. Assim, pode ser necessário substituí-la na ocasião. Você deve contatar o seu representante local de serviços caso não tenha certeza se a fonte deve ser substituída.

OBS.

Para realizar esse procedimento, você precisará de:

- Chave ball driver 3/32
- Chave de fenda Phillips

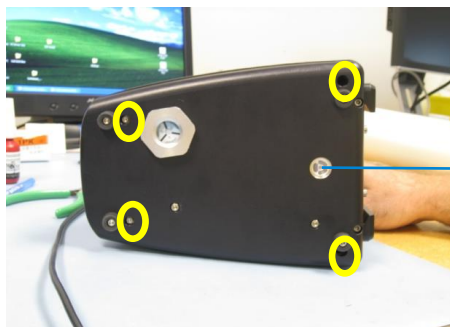
Antes de iniciar esse procedimento, desligue o FTIR Cary 630. Desligue o sistema da fonte principal de energia e da conexão USB com o computador. Além disso, remova qualquer acessório de amostragem do FTIR Cary 630, ficando apenas com a unidade principal.

CUIDADO

Remover o acessório de amostragem deixará as janelas óticas de ZnSe ou KBr expostas. Evite tocar ou colocar qualquer objeto próximo às janelas óticas.

Para substituir a fonte:

- 1 Incline o espectrômetro para o lado para expor a placa inferior (veja a Figura 25). Há dois parafusos visíveis e dois de profundidade, parafusos rebaixados que dão segurança ao instrumento. Usando uma chave ball driver 3/32, remova os quatro parafusos.



Cartucho dessecante

Figura 25. Parte inferior do espectrômetro FTIR Cary 630 Agilent mostrando os parafusos a serem removidos (circulados).

OBS.

Os quatro parafusos são presos e não completamente desengatados. Tenha cuidado para não confundir os parafusos que prendem as colocações da base como parafusos corretos para remover a placa de base.

- 2 Coloque o equipamento em sua posição vertical e retire a tampa.
- 3 Desengate os cabos de alimentação do equipamento. O cabo de alimentação é identificável pelo seu conector de 4 pinos e pelos seus fios azul, preto e vermelho (veja a Figura 26).

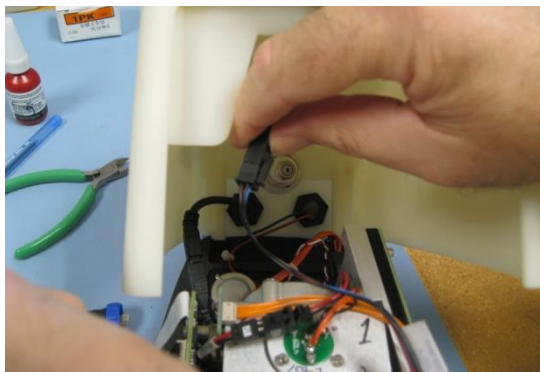


Figura 26. Desacoplamento do cabo de alimentação.

- 4 Desconecte o cabo USB. O conector do USB é o conector preto (veja a Figura 27).

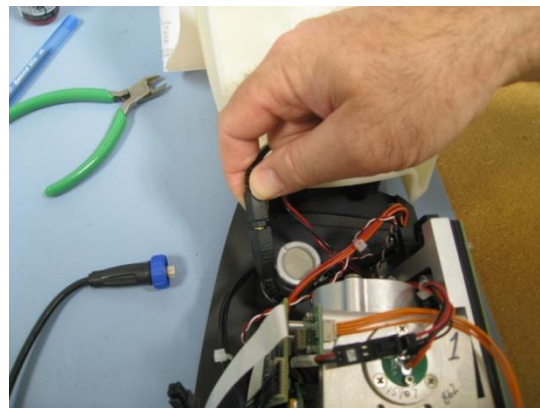


Figura 27. Desconexão do cabo USB.

Manutenção

- 5 Desconecte os cabos de laser/fonte do painel de energia. O cabo da fonte/do laser é identificável pelo seu conector de 6 pinos e pela combinação de fios laranja, preto e vermelho (veja a Figura 28).

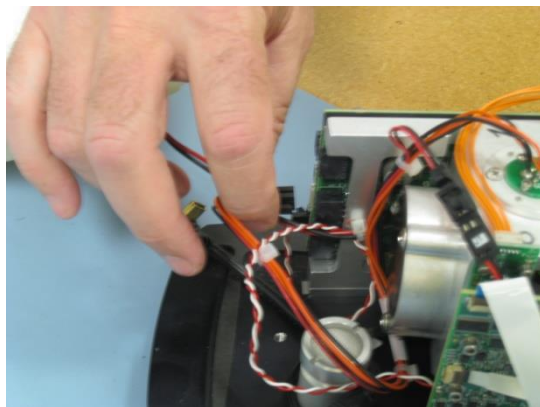


Figura 28. Desconexão do cabo de alimentação da fonte/do laser.

- 6 Identifique o conjunto da fonte. A fonte se localiza na parte superior do quadro do interferômetro. Ela é presa por três parafusos Philips (veja a Figura 29). Usando uma chave de fenda Philips adequada, remova os três parafusos.

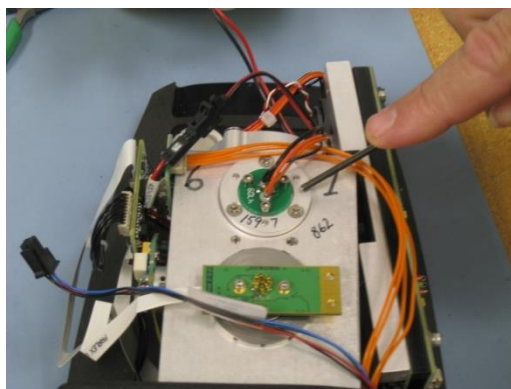


Figura 29. Conjunto da fonte no quadro do interferômetro.

- 7 Remova o conjunto da fonte do quadro (veja a Figura 30). Deixe a fonte de lado e substitua-a com a nova fonte.

OBS.

Para fins de alinhamento, a abertura do conjunto de fonte está localizada na parte frontal do instrumento (onde o acessório de amostragem normalmente está localizado).

Manutenção

- 8 Fixe os três parafusos do tipo Philips que foram removidos anteriormente.

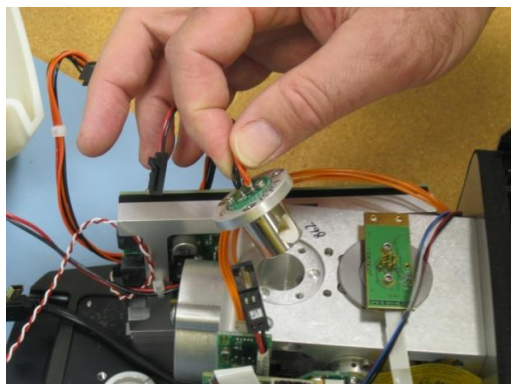


Figura 30. Remoção do conjunto da fonte.

OBS.

O padrão de posicionamento dos orifícios foi projetado para impedir a colocação indevida da fonte.

- 9 Reconecte o cabo do laser/fonte de energia no conector adequado conforme delineado no processo de remoção. Em seguida, conecte o cabo USB e o cabo de energia (também delineado anteriormente). Uma vez que todos os cabos forem reconectados, coloque a tampa em sua posição original. Coloque o instrumento de lado e aperte os quatro parafusos da placa de base. Lembre-se que eles não foram totalmente desenroscados e devem estar sempre no lugar certo.
- 10 Substitua o acessório de amostragem. Reconecte os cabos de energia e USB externos e proceda normalmente. Deve-se checar os valores de energia na tela de Diagnóstico de modo que o valor esteja correto. Pode ser necessário ajustar o ganho a fim de alcançar a quantidade de sinal adequada através do instrumento (consulte a seção Valores de diagnóstico na Página 19 para obter os valores de energia adequados).

AVISO



Perigo

O reparo de peças e componentes realizado pelo usuário, que esteja além dos procedimentos abordados neste manual, pode comprometer a sua segurança, danificar o instrumento e invalidar a garantia dele. Realize somente os procedimentos descritos neste manual. Para todos os demais problemas técnicos, entre em contato com seu representante autorizado da Agilent.

5

Peças de reposição e consumíveis

Tabela 3 Peças de reposição

Part number	Descrição
G8043-67483	Ponteira reta de reposição para ATR
G8043-67484	Ponteira de particulados de reposição para ATR
G8043-67405	Filme de poliestireno para acessório de amostragem de ATR/transmissão
G8043-67406	Filme de poliestireno para o acessório de amostragem Tumbler/DialPath
PIKE-162-5450	Poliestireno rastreável para NIST da PIKE, aproximadamente 38 µm (para IQOQ)
925-0128	Poliestireno rastreável para NIST da ICL, aproximadamente 35 µm (para IQOQ)
G8043-67400	Fonte de infravermelho com ajuste de purga
G8043-67401	Dessecante com ajuste de purga
G8043-67402	Janela de KBr com ferramenta de remoção
G8043-67403	Janela de ZnSe com ferramenta de remoção
G8043-67003	Prensa de ATR de diamante giratória do FTIR Cary
G8043-67004	Prensa de Ge-ZnSe giratória do FTIR Cary
G8043-67012	Kit de purga para mecanismo e acessório de amostragem de transmissão
430-0135	Fonte de alimentação de 15 VCC 2,66 A
430-0018	Cabo USB para FTIR

Para contratos de serviço, serviços de reparo e recondição, entre em contato com a Agilent.

Peças de reposição e consumíveis

Página intencionalmente deixada em branco.

6

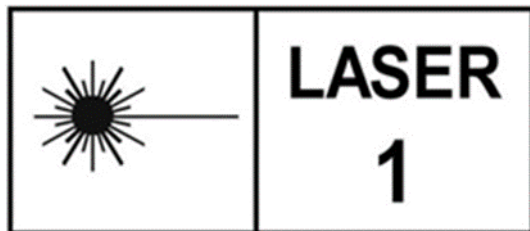
Especificações

Técnicas	65
Informações de segurança	66
Condições ambientais	66

Técnicas

- **Geometria do interferômetro:** Interferômetro de Michelson de alto rendimento com espelhos planos fixos e móveis
- **Separador de feixe padrão:** KBr ou ZnSe
- **Resolução espectral máxima:** 2 cm^{-1}
- **Laser:** Estado sólido de baixa potência
- **Fonte do infravermelho:** Elemento bobinado
- **Acessórios de amostragem:** ATR de diamante, Transmissão, Tumbler, DialPath, Refletância Difusa, ATR de Ge, ATR de ZnSe, Refletância Especular de 10 graus e 45 graus
- **Detector:** 1,3 mm de diâmetro, com refrigeração termoeletrônica dTGS
- **Largura:** 21 cm (8,25 pol.)
- **Profundidade:** 10,2 cm (4,00 pol.)
- **Altura:** 17,1 cm (6,75 pol.)
- **Peso:** 2,9 kg (6,5 lib.)
- **Entrada da fonte de alimentação:** 100–240 V CA, 0,93 A, 50–60 Hz
- Saída da fonte de alimentação: 15 VCC, 2,66 A
- O Cary 630 requer uma fonte de alimentação de 15 VCC, 17 W

Informações de segurança



O sistema espectrômetro FTIR Cary 630 Agilent contém um laser de estado sólido de baixa potência necessário para a operação, mas em nenhum modo de manutenção ou operação o operador será exposto a níveis de radiação que ultrapassem aqueles definidos para um produto de laser Classe 1.

Laser Classe 1

Em conformidade com a 21 CFR 1040.10 e 1040.11, exceto para conformidade com a IEC 60825-1 Ed. 3., conforme descrito no Aviso de Laser N° 56, datado de 8 de maio de 2019.

Condições ambientais

- Temperatura (durante o uso): 0 a 40 °C; -32 a 104 °F
- Temperatura (para armazenamento): -30 a 60 °C; -22 a 140 °F
- Umidade sem condensação (durante o uso): ZnSe: até 80%, KBr: 20 a 50%
- Umidade sem condensação (para armazenamento): ZnSe: até 40%, KBr: até 40%
- Altitude: Até 2.000 m
- Grau de poluição 2
- Sobretenção Categoria II

Neste guia

O guia descreve o seguinte:

- Introdução
- Instruções iniciais
- Análise de amostras
- Manutenção
- Peças de reposição e consumíveis
- Especificações



G8043-99001

Edição 06/24
Edição 7

© Agilent Technologies, Inc. 2024

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

