

岛津傅立叶红外分光光度计

IRAffinity-1 IRprestige-21基本操作



目录

第一章 傅立叶红外光谱仪基本原理.....	1
第二章 傅立叶红外光谱仪基本操作.....	2
2.1 开启傅里叶变换红外光谱仪.....	2
2.2 启动IRsolution 软件.....	2
2.3 图谱扫描.....	2
2.4 显示图谱.....	4
2.5 图谱处理.....	7
2.6 图谱检索.....	9
2.7 图谱保存.....	10
2.8 图谱打印.....	10
2.9 退出系统.....	12
第三章 日常维护及注意事项.....	13

第一章 傅立叶红外光谱仪基本原理

1.1 基本工作原理:

用一定频率的红外线聚焦照射被分析的试样，如果分子中某个基团的振动频率与照射红外线相同就会产生共振，这个基团就吸收一定频率的红外线，把分子吸收的红外线的情况用仪器记录下来，便能得到全面反映试样成份特征的光谱，从而推测化合物的类型和结构。IR 光谱主要是定性技术，但是随着比例记录电子装置的出现，也能迅速而准确地进行定量分析。

1.2 特点和主要用途:

一般的红外光谱是指 2.5-50 微米（对应波数 4000--200 厘米⁻¹）之间的中红外光谱，这是研究研究有机化合物最常用的光谱区域。红外光谱法的特点是：快速、样品量少（几微克-几毫克），特征性强（各种物质有其特定的红外光谱图）、能分析各种状态（气、液、固）的试样以及不破坏样品。红外光谱仪是化学、物理、地质、生物、医学、纺织、环保及材料科学等的重要研究工具和测试手段，而远红外光谱更是研究金属配位化合物的重要手段。

1.3 傅立叶变换红外光谱仪的构成:

图中光源发出的光被分束器分为两束，一束经反射到达动镜，另一束经透射到达定镜。两束光分别经定镜和动镜反射再回到分束器。动镜以一恒定速度 v_m 作直线运动，因而经分束器分束后的两束光形成光程差 δ ，产生干涉。干涉光在分束器会合后通过样品池，然后被检测。

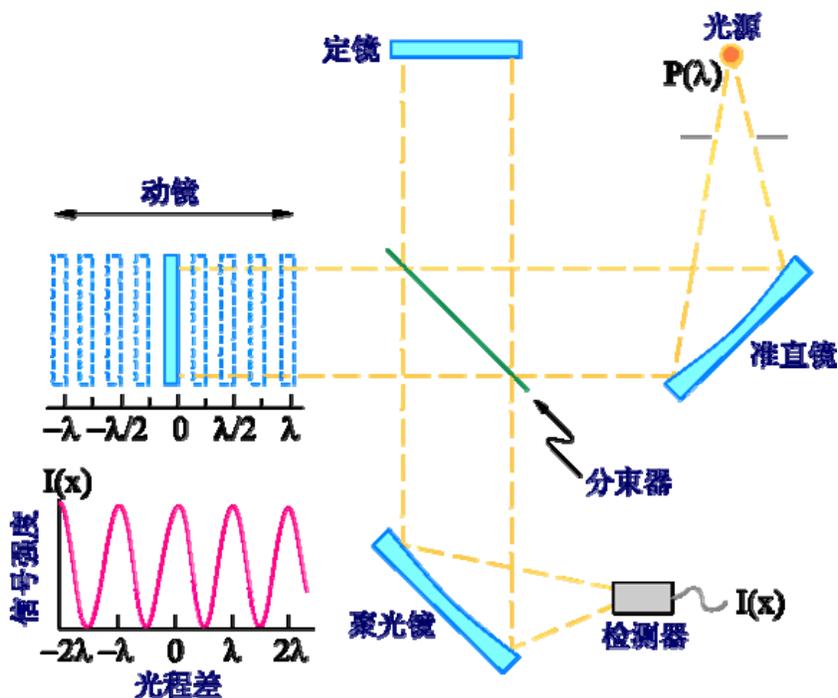


图 1 傅立叶红外光谱仪的原理图

第二章 傅立叶红外光谱仪基本操作

2.1 开启傅里叶变换红外光谱仪

1. 开启傅立叶红外光谱仪的电源。
2. 开启计算机,进入WINDOWS操作系统。

2.2 启动IRsolution 软件

1. 点击Start 按钮。
2. 选择菜单中的程序选项。
3. 选择Shimadzu 中的IRsolution 项, 启动IRsolution 软件。
4. 选择测量模式, 然后选择测量菜单(measurement)中的初始化菜单(Initilize)。只有在测量模式下初始化菜单才是可以使用的。
5. 计算机开始和傅里叶变换红外光谱仪进行联机。 如果选择[环境]菜单中的“傅里叶变换红外光谱仪初始化开始(Environment -instrument prefernences--FTIR ---initialize FTIR ON STARUP)”, 那么当IRsolution 运行时, 计算机自动对傅里叶变换红外光谱仪初始化。

注:或者可以找到桌面的图标



双击也可以启动IRsolution 软件。

2.3 图谱扫描（以聚苯乙烯膜为例说明）

2.3.1 参数设置

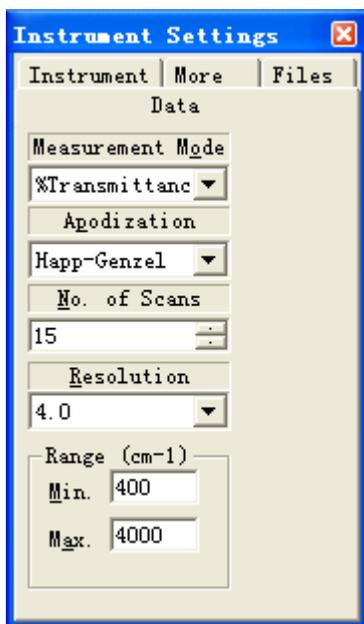


图 2 数据栏

可以设置扫描参数的扫描参数窗口包括5 个栏,“数据(date)”,“仪器(instrument)”,“更多(more)”,“文件(file)”和“高级”(FTIR-8400S 仪器没有高级栏)。点击每一个栏就可以显示相应的栏目。

1. **数据栏(date):** 设置测量模式(Measurement Mode)为透射(%Transmittance), 设置去积卷(Apodization, 1.2 版翻译为变迹法)为Happ-Genzel, 设置扫描次数(No. of scans)为1-400次, 一般设置10次, 设置分辨率(Resolution)为4, 设置记录范围(Range)为400-4000。如图2。

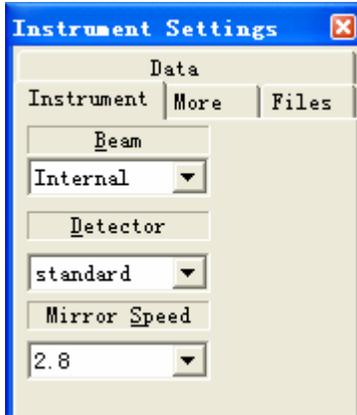


图 3 仪器栏

2. 仪器栏(instrument): 设置各参数如图3所示。

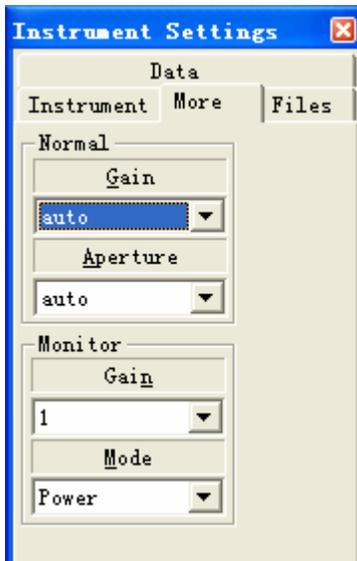


图 4 更多栏

3. 更多栏(more): 设置各参数如图4所示。



图 5 文件栏

4. 文件栏(file): 用文件栏保存在扫描参数栏的参数设置或者装载保存的参数。要保存参数, 点击另存为按钮, 然后选择或者输入保存路径和文件名(扩展名: *.ftir)。要装载保存的参数。点击右下角按钮, 然后选择要用的参数文件。图5。标记Locked选项, 那么参数项目都会变成灰色, 不能修改。

2.3.2 扫描

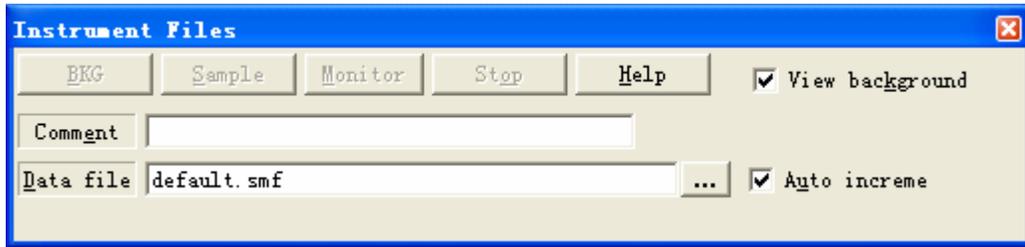


图6 测量文件区域

注：文件名可以根据自己的需要修改，备注可以填写需要的信息。

1. 背景扫描：点击BKG按钮进行背景扫描，扫描时样品架不能放有样品，当然有时需要放置空白样品进行背景扫描，如果做压片，则需要用纯溴化钾压片做背景。
2. 样品扫描：首先把样品放入样品室，点击Sample进行样品测试，测试完成后可以获得样品的图谱。图7。点击Stop按钮可以停止扫描。

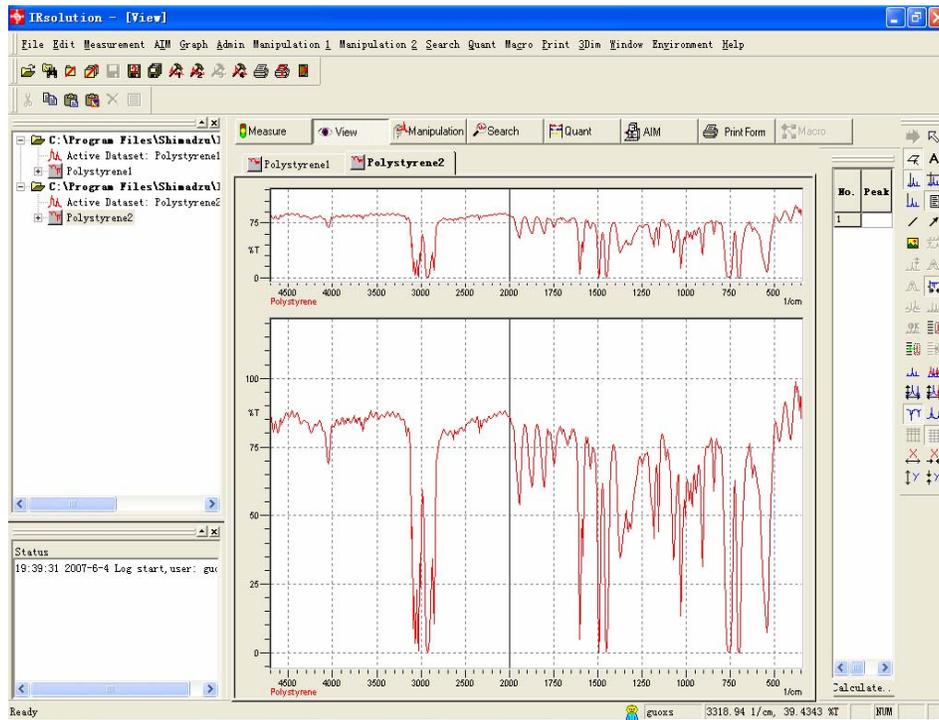


图7 样品的图谱

2.4 显示图谱

1. 在测量模式下，用鼠标右键点击图谱，会显示下拉菜单，其中有[全屏]模式
2. 点击View按钮可以查看样品测试的图谱，选择File中的Open可以查看以前保存过的图谱。图8。

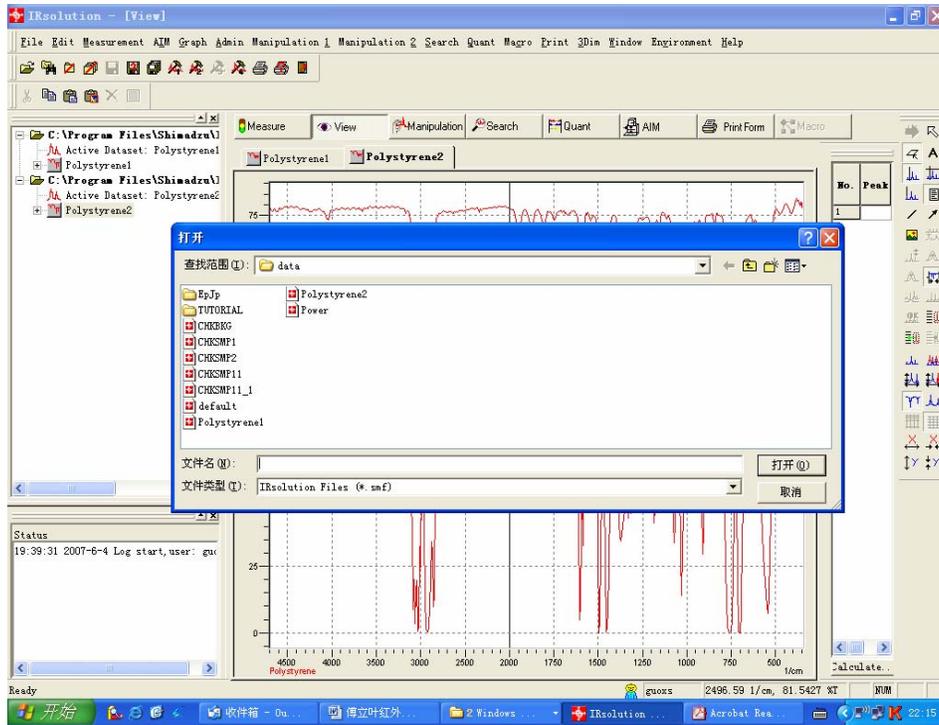


图8 打开图谱

3. 用鼠标拖曳可以放大图谱的任意地方,也可以用鼠标菜单进行其他操作。在上面的图谱是全图,下面的图谱是经过选择的图谱,并且在上面的图谱中会有阴影部分标明下面的图谱在全图中的位置。如图9。

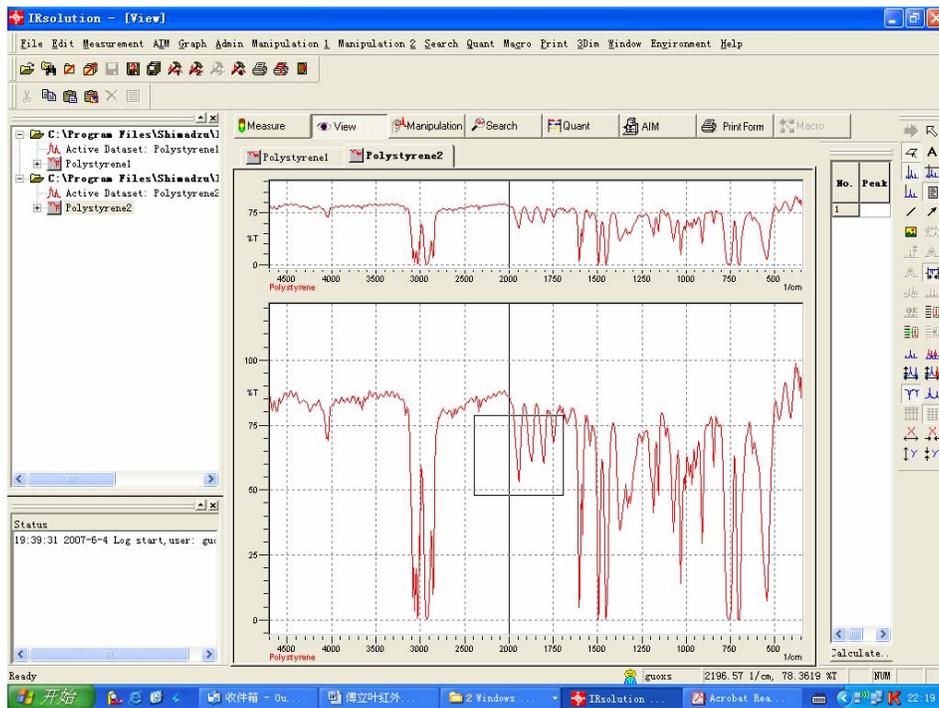


图9 鼠标放大图谱

4. **重叠图谱(图10)**在放大窗口的任意光谱(没有隐藏)都可以以重叠状态显示在同一窗口中。我们在“pure2”光谱窗口重叠“pure1”光谱。点击[pure1]栏将其激活，按下[Shift]按钮，拖曳[pure2]栏(在光标的左边出现[+]标记)。然后光谱“pure1”光谱移动到[pure2]窗口，这时[pure1]栏消失。剩下[pure1]窗口时，在[pure2]窗口用[Ctrl]按钮取代[Shift]按钮重叠两个光谱(“pure1”和“pure2”)。重复这个操作可以重叠三个或者更多的光谱。在菜单栏点击[WINDOWS]命令的下拉式菜单中的[SPLIT]命令把每一个光谱都放回原来的窗口中。

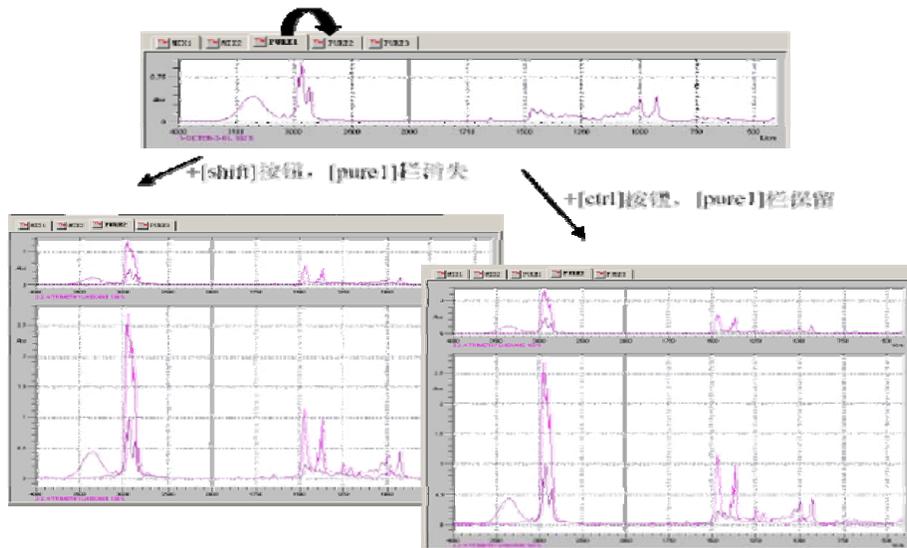


图10 重叠图谱

5. **透过和吸收图谱的转换:**可以用鼠标右键菜单进行转换。图11。

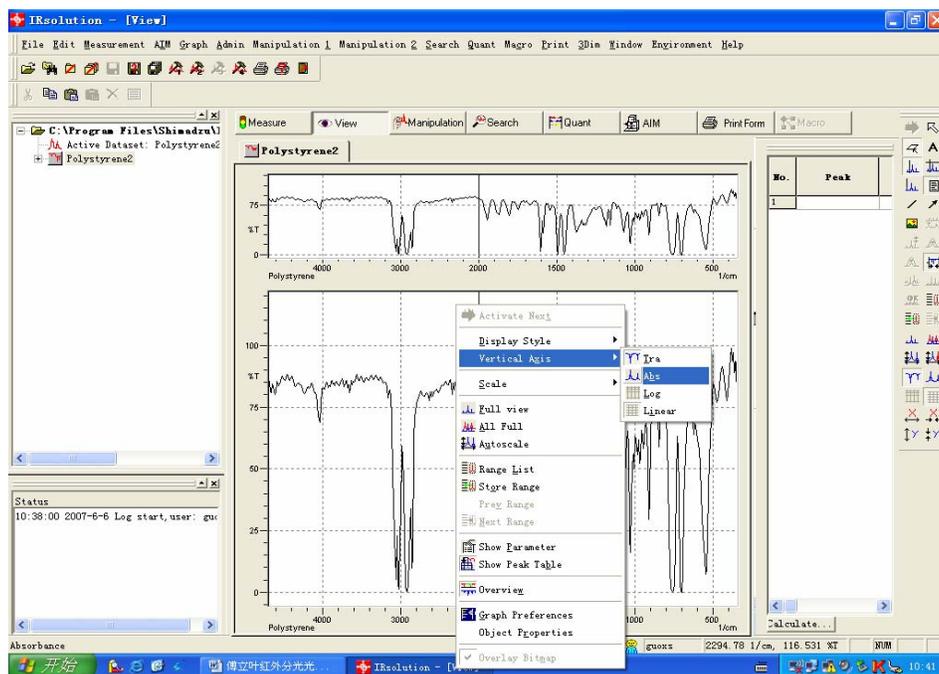


图11 透过和吸收图谱转换

2.5 图谱处理

从菜单栏Manipulation1和Manipulation2的下拉菜单中可以选择各种处理功能。

1. 峰值表

当有多个光谱显示时，点击一个光谱栏标记峰并激活光谱。然后点击[Manipulation1]的下拉式菜单的[Peaktable]选项自动转换到[处理]栏显示峰检测屏。图12。

要检测峰可以用“噪音 (Noise)”，“阈值 (Threshold)”和“最小面积 (Min Area)”设置给每一个参数输入一个数值点击**计算 (Calc)**按钮显示吸收峰检测结果。要增加或者减少检测吸收峰数目，则改变各个参数的输入数值点击**计算 (Calc)**按钮。图13。

如果有些峰值没有被自动标出，可点击**Add Peak**键添加，按**Add Peak**键后光标会自动在图谱中，移动光标到所需的位置，CLICK后，此处的波数会被记录在峰列表中。要删除指定的峰，在MANUAL PEAK PICK的下拉列表中选择该峰后，点击[DELETE PEAK]后，会删除该峰。

最后按OK键可以得到峰值表。要撤消计算可以按**Calculate**键。图14。

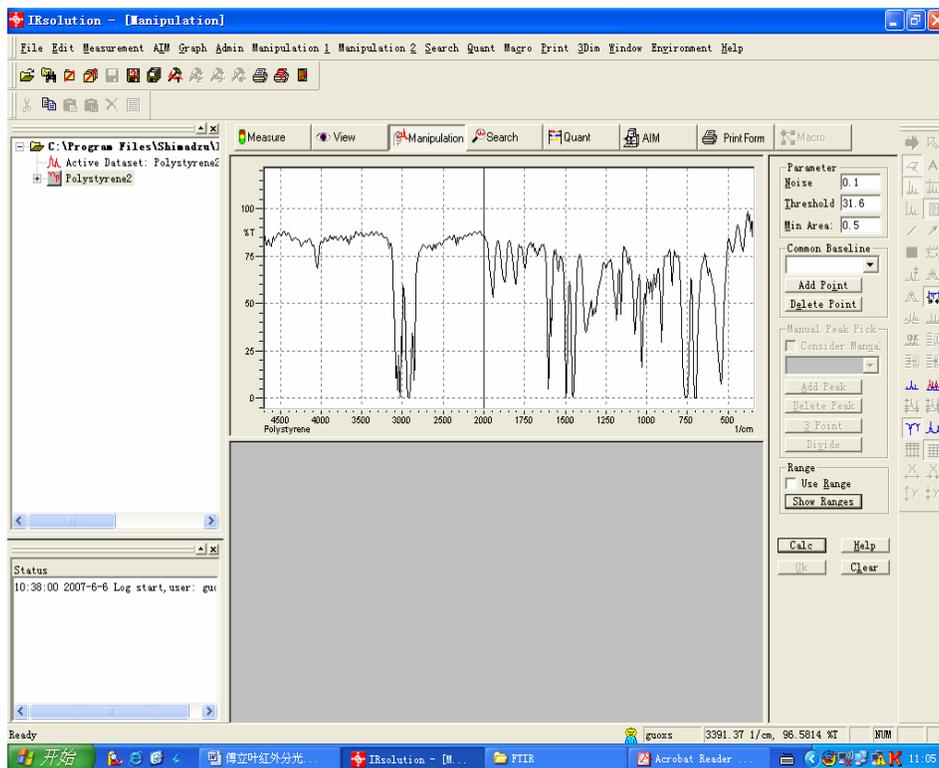


图12 峰检测初始屏幕

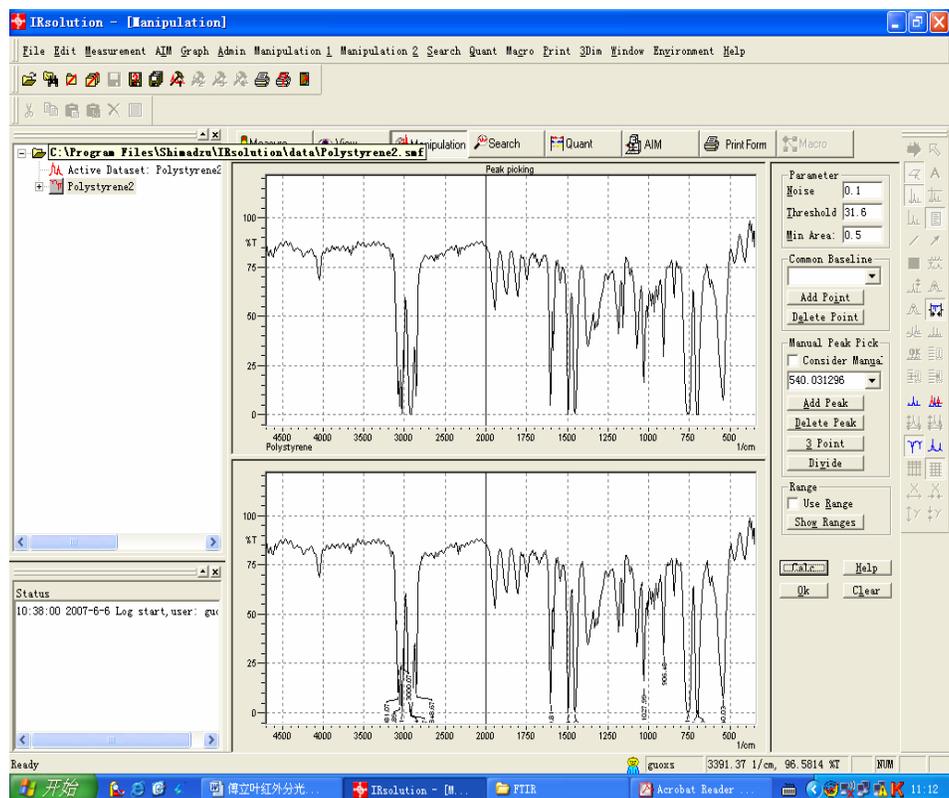


图13 峰检测屏幕

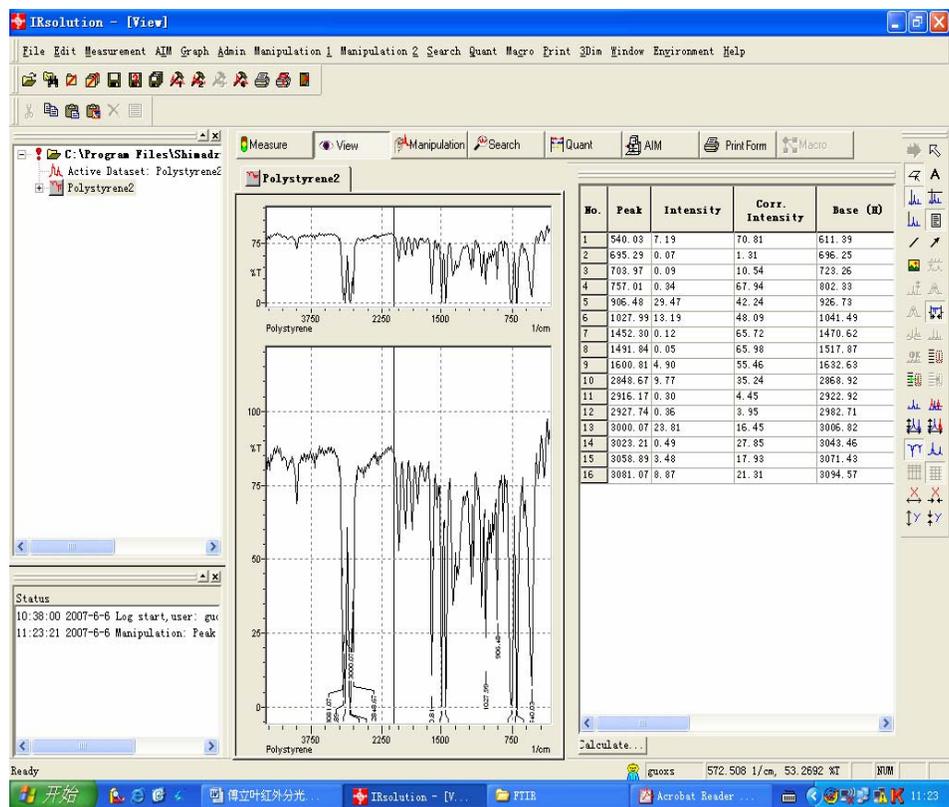


图14 峰值表

2.其他处理功能

- (1) 平滑 (Smoothing): 可以用该功能滤除噪音。
- (2) 连接 (Connect): 可以用该功能去除已知的干扰峰, 两点之间用直线联结替代。
- (3) 剪贴 (Cut): 可以用该功能图谱的任意部分进行分析。

2.6 图谱检索

点击**检索 (Search)**按钮显示检索界面。

1. 确定图谱库

在参数窗口的图谱库 (Librarise) 栏标记将要被检索的图谱库, 如果没有图谱库, 可点击**添加 (Add)**按钮找到要添加的图谱库进行添加。可以同时选择多个谱库, 如图18。

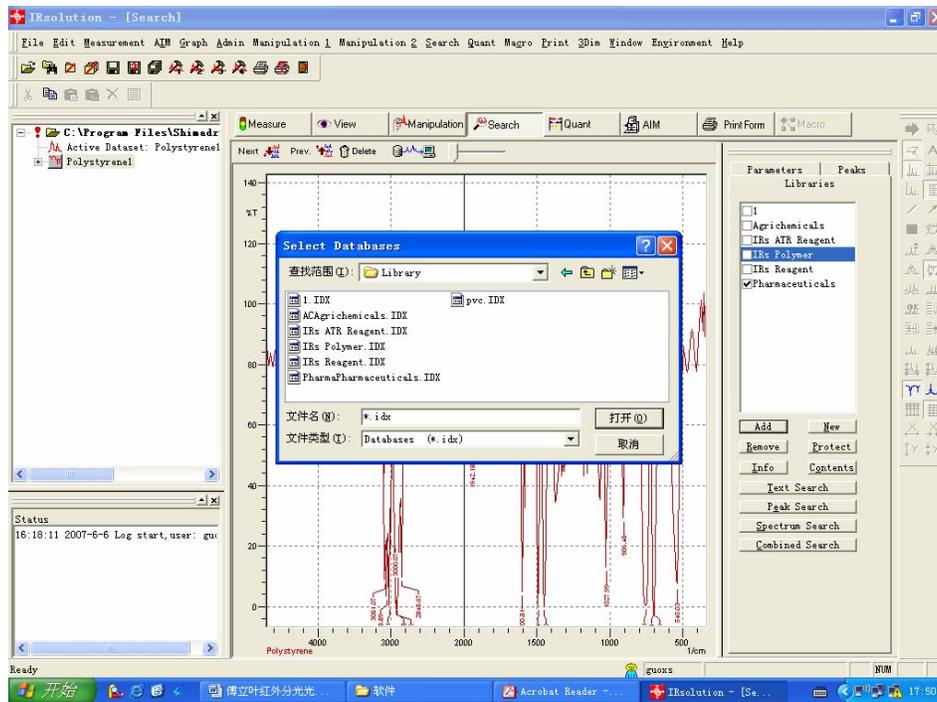


图18 添加图谱库

2. 显示检索结果

确定好图谱库后, 点击图**谱检索 (Spectrum Search)**按钮进行检索, 结果显示如图19. 根据结果评价的分数可以找到最接近的图谱, 评分最高是1000分, 并且按照得分顺序排列检索结果, 与谱库顺序无关。

3. 建立自己的谱库

- A、选择[检索]---[新建谱库], 写入谱库信息, 然后LIGHT新建的谱库。
- B、在左边的树状结构图中选择要添加的文件, 用右键点击谱图文件名, 在弹出的下拉菜单中有[增加到谱库], 选择后即把谱图加入到谱库中。

2.7 图谱保存

扫描完成后,图谱会自动保存到默认的文件夹,可根据树形目录查看。图19。

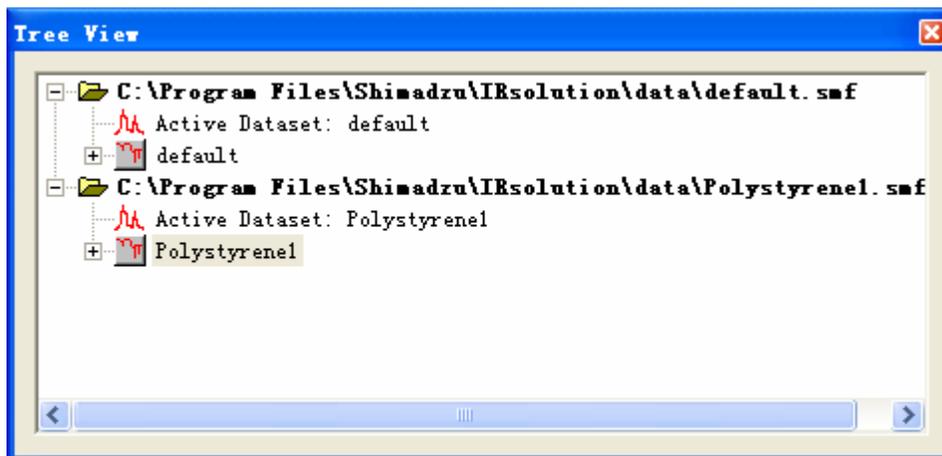


图19 图谱文件保存路径

2.8 图谱打印

1. 激活要打印的图谱: 在查看 (View) 界面, 点击要打印的图谱。
2. 在File的下拉菜单中选择Print Previw命令。
3. 选择一个合适的模板。图20。

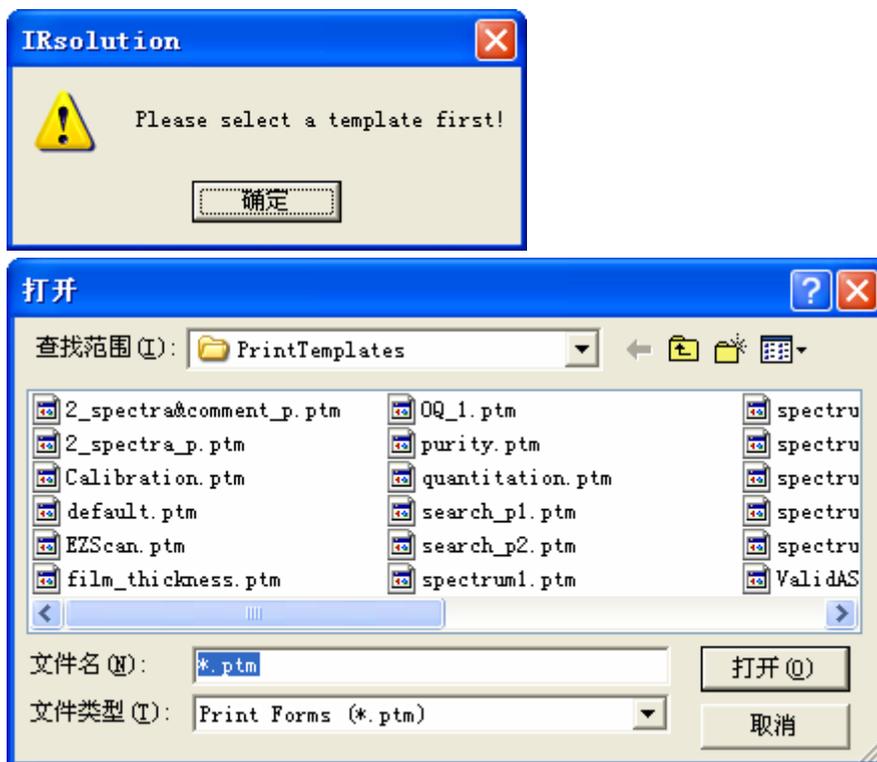


图 20 选择合适的模板

4. 进行预览，如果不符合要求可以返回再选择其他模板。图21。

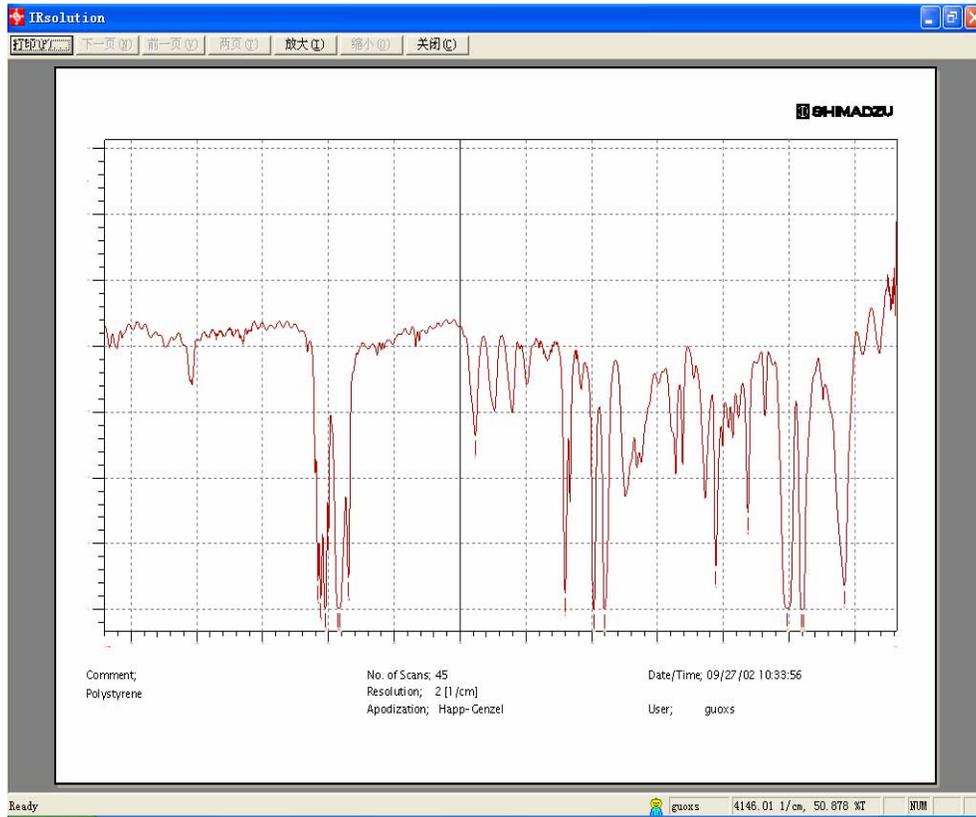


图21 预览图谱

5. 打印图谱。

6. 建立自己的打印模版

A、新建模版

B、拖拽右边的项目（如图22）到打印模版中

C、如果需要写入汉字，先选择一个项目，然后进入编辑模式，输入汉字即可

D、模版存盘

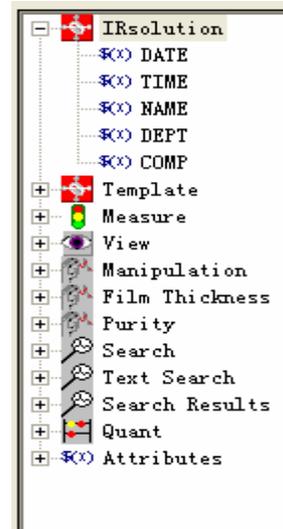


图22 项目

退出系统

1. IRPrestige-21

关闭IRPrestige-21 系统，进行以下操作。

- 1). 确保所有必要的IRsolution 数据已经保存。
- 2). 执行[文件(File)]-[退出(Exit)]命令退出IRsolution 软件。
- 3). 退出Windows。
- 4). 检查计算机前面控制面板的存取指示，确保没有运行磁盘，然后关闭计算机。
- 5). 关闭IRPrestige-21 主机右前方的开关，绿灯灭。
- 6). 保持电源和IRPrestige-21 系统相接，以便系统内部干燥。橘黄色等亮。

2 . FTIR-8400S

关闭FTIR-8400S 系统，进行以下操作。

- 1). 确保所有必要的IRsolution 数据已经保存。
- 2). 执行[文件]-[退出]命令退出IRsolution 软件。
- 3). 退出Windows。
- 4). 检查计算机前面控制面板的存取指示，确保没有运行磁盘，然后关闭计算机。
- 5). 关闭干涉仪。

第一章 日常维护及注意事项

3.1 日常维护

- 1.每星期检查干燥剂二次。
- 2.干燥剂中指示硅胶变色(蓝色变为浅蓝色), 需要更换干燥剂, 每次六包。
- 3.每星期保证开机预热两小时以上.

3.2 注意事项

- 1.保证房间湿度控制在50%-70%之间。
- 2.仪器尽量远离振动源。
- 3.仪器尽量远离腐蚀性气体。
- 4.测试期间尽量减少房间空气流动。



ISO 9001:2008 U006611Q0476R1M

分析仪器的售后技术服务管理体系

通过了ISO9001:2008标准认证

岛津企业管理(中国)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

北京分公司

北京市朝阳区朝外大街16号中国人寿大厦14F
电话: (010)8525-2324/2373/2374

上海分公司

上海市淮海西路570号红坊E楼
电话: (021)2201-3601/3602/3603

沈阳分公司

沈阳市和平区南京北街161号嘉润·东方香榭里大厦C座14层
电话: (024)2383-2209

四川分公司

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞·创意成都写字楼B座12层
电话: (028)8619-8421/8422/8423

武汉分公司

武汉市汉口建设大道568号新世界国贸大厦I座41层4116室
电话: (027)8555-7910

重庆分公司

重庆市渝中区青年路38号重庆国贸中心1702室
电话: (023)6380-6057

深圳分公司

深圳市福田区福华一路98号卓越大厦15楼1号
电话: (0755)8330-5967

广州分公司

广州市流花路109号之9达宝广场703-706室
电话: (020)8710-8631

西安分公司

西安市南二环西段88号老三届世纪星大厦24层G座
电话: (029)8838-6127

乌鲁木齐分公司

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14层H座
电话: (0991)230-6272

昆明分公司

昆明市青年路432号天恒大酒店908室
电话: (0871)315-2987

南京分公司

南京市中山南路49号商茂世纪广场23层A1座
电话: (025)8689-2490

河南分公司

郑州市中原路220号裕达国际贸易中心A座20层2011室
电话: (0371)8663-2981/2983

用户服务热线电话: 800-810-0439

400-650-0439 (手机用户)