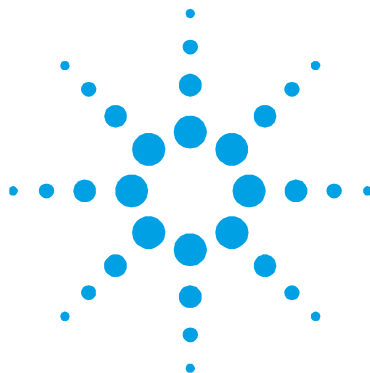




FTIR Agilent 4100 ExoScan

Manual de operação



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2009, 2011, 2013, 2017

Nenhuma parte deste manual pode ser reproduzida de qualquer forma ou por qualquer meio (incluindo armazenamento eletrônico e recuperação ou tradução para um outro idioma) sem o consentimento prévio, por escrito, da Agilent Technologies, Inc. como regido pelas leis de direitos autorais dos EUA e de outros países.

Código do manual

0023-401

Edição

Sexta edição, outubro de 2017

Impresso na Malásia

Agilent Technologies Australia [M]
Pty. Ltd.

679 Springvale Road

Mulgrave, Victoria, Australia 3170

www.agilent.com

Garantia

O material deste documento é fornecido “como está” e está sujeito a alterações sem aviso prévio em edições futuras.

Além disso, até onde permitido pelas leis vigentes, a Agilent se isenta de qualquer garantia, seja expressa ou implícita, relacionada a este manual e às informações aqui contidas, incluindo as garantias implícitas de comercialização e adequação a um propósito em particular, mas não se limitando a estas. A Agilent não deve ser responsabilizada por erros ou por danos incidentais ou consequentes relacionados ao suprimento, uso ou desempenho deste documento ou das informações aqui contidas. Caso a Agilent e o usuário tenham um outro acordo por escrito com termos de garantia que cubram o material deste documento e sejam conflitantes com estes termos, devem prevalecer os termos de garantia do acordo em separado.

Licenças de tecnologia

O hardware e/ou o software descritos neste documento são fornecidos com uma licença e podem ser usados ou copiados apenas em conformidade com os termos de tal licença.

Legenda sobre direitos restritos

Se o software for usado no cumprimento de um contrato ou subcontrato com o governo dos EUA, ele será fornecido e licenciado como “software para computador comercial”, conforme definido na DFAR 252.227-7014 (junho de 1995); como um “item comercial”, conforme definido na FAR 2.101 (a); ou como “software de computador restrito”, conforme definido na FAR 52.227-19

(junho de 1987) ou em qualquer regulamentação de órgão equivalente ou cláusula contratual. O uso, a duplicação ou a divulgação do software estão sujeitos aos termos-padrão da licença comercial da Agilent Technologies; os Departamentos e os Órgãos do governo dos EUA que não os de Defesa não receberão direitos restritos além dos definidos na FAR 52.227-19 (c)(1-2) (junho de 1987). Usuários do governo dos EUA não receberão direitos limitados além dos definidos na FAR 52.227-14 (junho de 1987) ou na DFAR 252.227-7015 (b)(2) (novembro de 1995), conforme aplicável em qualquer dado técnico.

Avisos de segurança

CUIDADO

CUIDADO indica perigo. Ele chama a atenção para um procedimento, prática ou algo semelhante que, se não forem corretamente realizados ou cumpridos, podem resultar em avarias no produto ou perda de dados importantes. Não prossiga após um aviso de **CUIDADO** até que as condições indicadas sejam completamente compreendidas e atendidas.

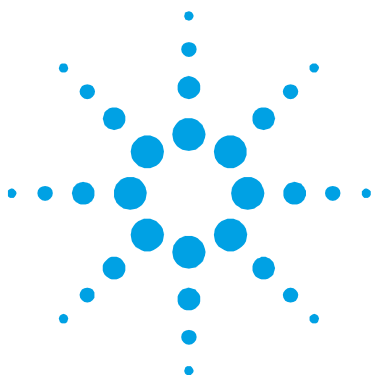
AVISO

AVISO indica perigo. Ele chama a atenção para um procedimento, prática ou algo semelhante que, se não forem corretamente realizados ou cumpridos, podem resultar em ferimentos pessoais ou morte. Não prossiga após um **AVISO** até que as condições indicadas sejam completamente compreendidas e atendidas.

Índice

1. Introdução	5
2. Noções básicas	9
Desembalar	9
Lista de embalagem	10
Opções	11
Componentes	11
Conectar a alimentação	12
Bateria	13
Alimentação CA	15
Ligar o instrumento	19
Status de LED do botão Liga/Desliga	19
Inicializar o software	20
Carregar o PC portátil	21
Fazer logon no MicroLab Mobile pela primeira vez	21
Verificação de desempenho	23
Valores de diagnóstico	24
Validação de desempenho	26
3. Analisar amostras	29
Refletância externa	29
Limpar a ponta de prova de amostra	31
Coletar um espectro de fundo	31
Coletar um espectro de amostra	32
Refletância interna (ATR)	34

Limpar a ponta de prova de amostra	35
Coletar um espectro de fundo	35
Coletar um espectro de amostra	36
Usar o acessório de prensagem ATR para amostras sólidas	38
Acessórios de amostragem intercambiáveis	42
4. Manutenção	45
5. Peças sobressalentes	47
6. Especificações	49
Técnicas	49
Informações de segurança	50
Condições ambientais	50
Estação de dados do PC portátil	50
Compatibilidade eletromagnética	51
EN55011/CISPR11	51
ICES/NMB-001	52



1. Introdução

O instrumento FTIR Agilent 4100 ExoScan é um analisador portátil operado por bateria e desenvolvido para medir diversas amostras sólidas e líquidas em locais onde a análise de laboratório é difícil ou impossível. Ele pode ser usado para análise quantitativa ou qualitativa de materiais. O sistema é pequeno (17,1 x 11,9 x 22,4 cm; 6,75 pol. x 4,68 pol. x 8,81 pol.), leve (3,2 kg; 7 lb.), protegido por um invólucro resistente à água e apropriado para uso externo. Inclui, como padrão, uma bateria com energia para operação de até 4 horas ou então pode ser operado com energia CA 110/220 volt para uso prolongado.

O FTIR 4100 ExoScan pode ser usado de forma segura em temperaturas operacionais que variam de 0 a 50 graus Celsius (32 a 122 graus Fahrenheit) e em ambientes com umidade de até 95% para períodos prolongados.

AVISO**Perigo de fogo**

Os sistemas FTIR 4100 ExoScan NÃO são intrinsecamente seguros. Utilize o sistema apenas em atmosferas que foram testadas para materiais inflamáveis. Se o equipamento for usado de uma forma não especificada neste manual, a proteção por ele fornecida poderá ficar comprometida.

CUIDADO

Embora o sistema FTIR 4100 ExoScan tenha sido projetado para suportar choques e vibrações significativos encontrados em um ambiente de campo, tenha cuidado ao manuseá-lo e evite derrubá-lo quando estiver fora da caixa de transporte. Derrubar o sistema pode resultar em falha do equipamento.

O FTIR 4100 ExoScan utiliza uma tecnologia conhecida como espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), uma técnica de ponta para identificação e quantificação de composto molecular. O FTIR usa uma fonte de luz de infravermelho (IR) para atravessar a amostra até um detector, o que mede precisamente a quantidade de luz absorvida pela amostra. Esta absorção cria uma impressão espectral, a qual é utilizada para identificar a estrutura molecular da amostra e determinar a quantidade exata de um determinado composto em uma mistura. Além da capacidade de medir amostras no local, as quais antigamente eram medidas normalmente em laboratório, esse sistema é uma ferramenta não destrutiva (NDT) que permite que análises sejam realizadas sem danificar a amostra.

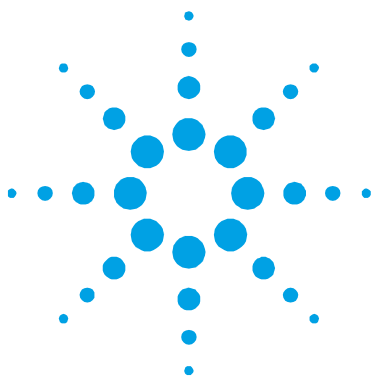
O núcleo do sistema de espectrômetro FTIR Agilent é um interferômetro de Michelson patenteado, o qual está montado em mecanismos amortecedores que protegem os componentes contra choques e vibrações no campo. Este design patenteado é a chave para transformar de forma bem-sucedida a tecnologia FTIR em algo compacto, leve, robusto e que pode ser usado em campo.

O sistema FTIR 4100 ExoScan está disponível com várias configuração diferentes de amostragem, de modo a acomodar a análise de uma série de líquidos, sólidos, pós, pastas e géis. As várias pontas de prova de amostragem podem ser fornecidas em uma configuração dedicada ou com a capacidade de serem intercambiáveis. Se configuradas para intercambiamento, as pontas de prova de amostra do 4100 ExoScan podem ser facilmente trocadas no campo pelo usuário. Informações sobre o uso ideal das diferentes configurações de amostragem do sistema 4100 ExoScan estão listadas nas categorias abaixo.

- **Sistema de refletância externo do FTIR Agilent 4100 ExoScan:**
Para a análise química de amostras de superfícies sólidas ou duras, principalmente medições de espessura de revestimentos e películas finas em superfícies refletivas. As aplicações típicas incluem medição de espessura, degradação química de compostos e análise de anodização de metais. O Sistema de Refletância Externo usa uma ponta de prova de refletância especular de 45 graus ou uma ponta de prova de refletância especular de ângulo rasante. A ponta de prova de 45 graus é ideal para análise de películas finas com mais de 1 micrômetro de espessura. A ponta de prova com ângulo rasante é ideal para análise de películas ultrafinas com menos de 1 micrômetro de espessura. A refletância especular é o método ideal para análise de contaminação de superfície. A ponta de prova com ângulo rasante deve ser usada quando contaminações de níveis muito baixos precisam ser analisadas (níveis de nanômetros de espessura). Embora inicialmente destinado a servir de ferramenta de refletância especular, o Sistema de Refletância Externa pode também ser usado em algumas medições de refletância difusa, um método excelente para análise de pós, por exemplo.
- **Sistema de refletância interno do FTIR Agilent 4100 ExoScan:**
Para a análise química de líquidos, pós, pastas e géis. O Sistema de Refletância interno usa uma ponta de prova de amostragem óptica que incorpora a técnica de refletância total atenuada (ATR). Esse método é ideal na identificação de diversas amostras e possui a vantagem de não precisar de preparação de amostra para obter os níveis adequados de absorbância de IV. A ponta de prova de ATR de diamante do FTIR 4100 ExoScan é uma ATR de reflexão simples. A técnica de amostragem de ATR de reflexão simples é ideal para identificação de amostras densas e altamente absorvíveis, que requerem pequenos caminhos óticos de IV (normalmente penetração de 2 micrômetros de profundidade).

Para informações sobre como atualizar um sistema FTIR 4100 ExoScan dedicado para capacidade de intercambiamento, entre em contato com seu representante de vendas Agilent ou com a Agilent diretamente.

O FTIR 4100 ExoScan, por padrão, vem equipado com um PC portátil (conector de PDA) e pode ser conectado ao laptop opcional por meio de interface para desenvolvimento de novos métodos, além de manipulação e visualização detalhada de espectros. A interface de usuário do software 4100 ExoScan é intuitiva, simples de usar e não requer nenhum treinamento técnico especializado. A exibição espectral é representada por barras de status e formatos de relatórios fáceis de ler, aumentando sua facilidade de uso nas exibições de PCs portáteis menores. Com o toque de um botão, o sistema fornece informações valiosas sobre a identidade e a quantidade de substâncias químicas presentes em um material.



2. Noções básicas

Desembalar	9
Componentes	11
Conectar a alimentação	12
Ligar o instrumento	19
Inicializar o software	20
Verificação de desempenho	23

Desembalar

Para desembalar o sistema de espectrômetro:

- 1 Após receber o FTIR Agilent 4100 ExoScan, não abra imediatamente o pacote entregue. Em vez disso, coloque-o em um local com temperatura ambiente e deixe que se passem várias horas até que o conteúdo do pacote atinja também a temperatura ambiente. Isto é feito para se evitar condensação desnecessária nos componentes antes dos processos iniciais de configuração e instalação.

O FTIR 4100 ExoScan foi embalado de forma que fosse entregue pronto para utilização em seu local. A espuma personalizada protege o instrumento de danos durante o transporte. Sempre que um instrumento é enviado por correio comum, ele precisa ser reembalado na caixa de transporte. Usando essa caixa, o 4100 ExoScan pode ser removido e reembalado em questão de segundos, mantendo a segurança do instrumento.

- 2 O invólucro de transporte deve conter os itens-padrão listados abaixo, bem como quaisquer itens opcionais encomendados. Verifique cuidadosamente o pacote de forma a se certificar que todos os itens foram removidos. Certifique-se também de que todos os itens na lista do pacote abaixo foram entregues sem quaisquer danos e em boas condições de funcionamento. Entre em contato imediatamente com a Agilent caso quaisquer itens na entrega estejam danificados ou faltando.

NOTA

Guarde todo o material original para armazenar, enviar e transportar o sistema no futuro.

-
- 3 Remova o sistema FTIR 4100 ExoScan da caixa de transporte e o coloque-o sobre sua lateral em uma superfície plana e estável. O instrumento deve ser mantido à distância de superfícies quentes e quaisquer fontes de interferência eletromagnética. Se a estação de acoplamento opcional foi encomendada, coloque o 4100 ExoScan nela.

Lista de embalagem

- Um sistema de espectrômetro FTIR Agilent 4100 ExoScan
- Um manual de operação do FTIR Agilent 4100 ExoScan
- Um sistema de PC portátil com conector (PDA)
- Um cabo de alimentação CA para o FTIR Agilent 4100 ExoScan
- Uma fonte de alimentação externa para o FTIR Agilent 4100 ExoScan
- Um cabo USB para o FTIR Agilent 4100 ExoScan
- Um cabo de alimentação/USB em "Y" para o FTIR Agilent 4100 ExoScan
- Um cabo de alimentação CA para o PC portátil
- Um cabo USB para o PC portátil com conector de alimentação
- Uma correia para o FTIR Agilent 4100 ExoScan
- Um CD do Software MicroLab da Agilent
- Uma caixa de transporte

Opções

Embora os sistemas FTIR 4100 ExoScan venham de forma padrão, como mostrado acima, existem diversas opções disponíveis, que incluem:

- Laptop
- Cabo USB sobressalente
- Adaptador de alimentação extra
- Ponta de prova de ATR de diamante
- Ponta de prova de refletância externa de 45°
- Ponta de prova de refletância externa de ângulo rasante
- Padrão de referência de ouro difuso
- Padrão de referência de espelho de ouro
- Estação de acoplamento para o FTIR Agilent 4100 ExoScan
- Estação de acoplamento para o PC portátil

Componentes

O FTIR 4100 ExoScan foi projetado para medir amostras em uma configuração portátil. A medição das amostras pode ser iniciada usando-se o disparador em alça ou a tela de toque do PC portátil. O botão manual pode ser usado para navegar pelas opções de menu no software.

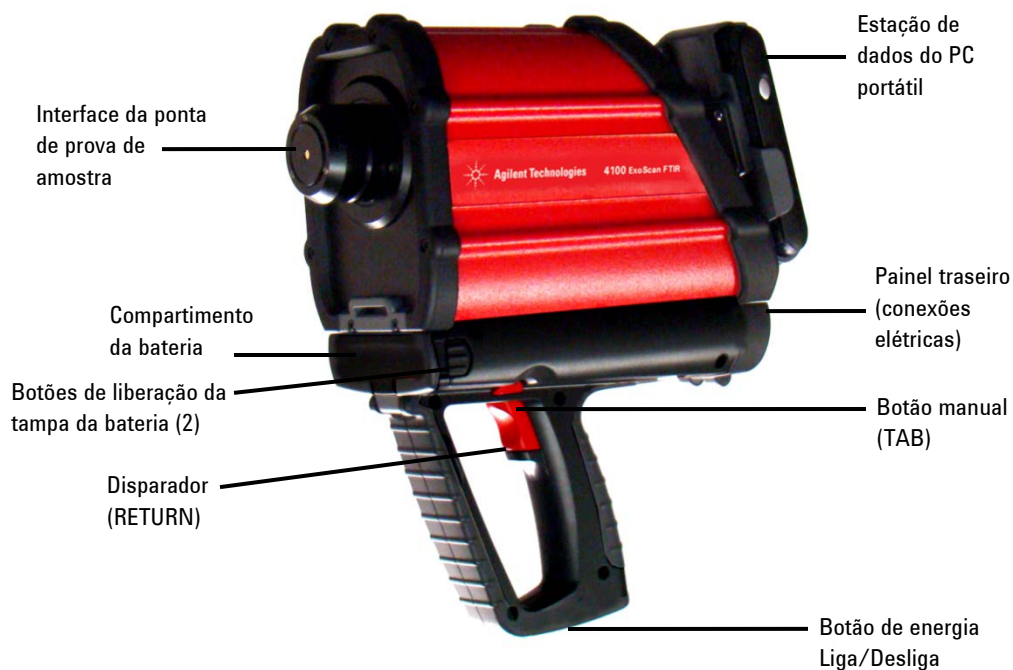


Figura 1. FTIR Agilent 4100 ExoScan

Conectar a alimentação

O FTIR 4100 ExoScan pode ser operado remotamente por até 4 horas usando-se a bateria de íon-lítio de 10,8 volts ou usando-se indefinidamente o cabo de alimentação CA quando houver energia CA disponível. O 4100 ExoScan usa um conector estilo acoplamento único para potência de linha e comunicação USB com um computador externo. Um cabo em "Y" está incluído para conectar alimentação e USB.

Bateria

O FTIR 4100 ExoScan conta com uma tampa na parte frontal da alça. A tampa frontal fornece acesso à bateria do sistema. A tampa deve permanecer fechada e travada enquanto o sistema está em uso. O 4100 ExoScan deve chegar com uma bateria na caixa de transporte. Baterias sobressalentes adicionais estão disponíveis individualmente ou em combinação com a estação de acoplamento do PC portátil. Todas as baterias devem estar totalmente carregadas de fábrica e prontas para uso. Há uma tela LCD à frente da bateria indicando o nível de carga. Cinco (5) barras indicam carga completa.

Para instalar a bateria:

- 1 Pressione simultaneamente o botão em ambos os lados da tampa do compartimento da bateria (veja a Figura 2).

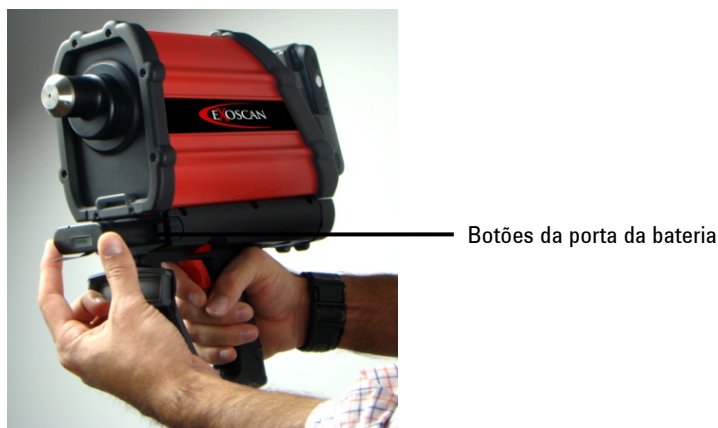


Figura 2. Botões de liberação da tampa da bateria

- 2 Deslize a bateria para dentro do compartimento com a aba da bateria virada para baixo e em direção à parte frontal do FTIR 4100 ExoScan.
- 3 Deslize a bateria em direção ao fundo do compartimento até sentir que a bateria foi encaixada. Haverá uma leve resistência quando a bateria começar a encaixar.

- 4 Continue deslizando mais 3 mm até que ela esteja completamente encaixada. Se a bateria não estiver totalmente encaixada, o sistema não operará corretamente.
- 5 Feche a tampa do compartimento de bateria.

Dependendo da temperatura e do tempo da bateria, o sistema geralmente opera por um período de, no máximo, quatro horas com a energia da bateria. Para continuar usando seu sistema enquanto troca a bateria, conecte o cabo de alimentação CA do FTIR 4100 ExoScan à fonte de alimentação CA.

Para remover a bateria do compartimento, pressione simultaneamente o botão em ambos os lados da tampa do compartimento de bateria e gire a tampa para abri-la. Então, puxe a guia de plástico preta para deslizar a bateria para fora da caixa do FTIR 4100 ExoScan.

É altamente recomendável que a bateria não seja armazenada no FTIR 4100 ExoScan, exceto se conectada à fonte de alimentação principal para carregar. Da mesma forma que a bateria de um laptop, a bateria do 4100 ExoScan se descarregará lentamente quando for deixada conectada ao sistema.

AVISO



Perigo de choque elétrico

Evite o perigo de choque. Nunca permita que entre líquido no compartimento de bateria do FTIR 4100 ExoScan.

Alimentação CA

O FTIR 4100 ExoScan é fornecido com um cabo de alimentação CA e um conversor CC de 15 volts de fonte de alimentação externa. Eles podem ser usados para operar o 4100 ExoScan por períodos de tempo prolongados ou para carregar a bateria 4100 ExoScan. O 4100 ExoScan usa um conector estilo acoplamento único para potência de linha e comunicação USB com um computador externo. Um cabo em "Y" está incluído por esse motivo. Incluindo o cabo USB do 4100 ExoScan, há um total de quatro cabos para fazer essas conexões. Além disso, é fornecido um cabo para conectar o PC portátil para comunicação USB, que possui conector com ramificação em "Y" para anexar o cabo de alimentação CA. Essa energia CA é necessária para carregar a bateria do PC portátil.

Para conectar a alimentação CA ao FTIR Agilent 4100 ExoScan:

- 1 Antes de conectar o cabo de alimentação CA à fonte de alimentação, insira o conector em "Y" estilo acoplamento fornecido com o FTIR 4100 ExoScan no conector localizado no painel traseiro inferior do sistema de espectrômetro 4100 ExoScan (veja a Figura 3). Em seguida, insira o cabo da fonte de alimentação com o conector fêmea azul ao conector macho azul do cabo em "Y". Rosqueie a tampa azul no conector em "Y" girando-a no sentido horário até apertá-la com os dedos. Para evitar danos ao conector plástico, tome cuidado para não apertá-lo em excesso. Os cabos adequados da fonte de alimentação serão fornecido com o sistema.

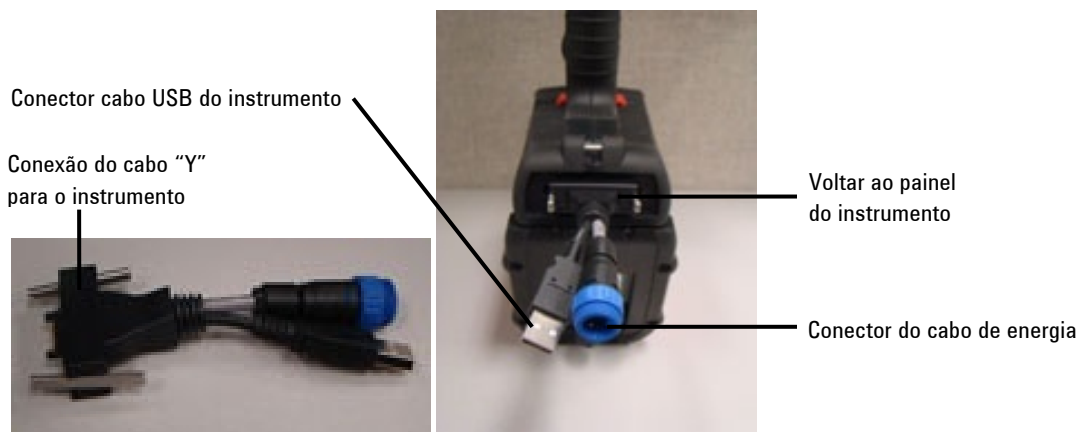


Figura 3. Conexões de alimentação

CUIDADO

Use somente a fonte de alimentação fornecida com o FTIR 4100 ExoScan. O uso de outras fontes de alimentação pode danificar o sistema 4100 ExoScan.

CUIDADO

A conexão USB na conexão do cabo em "Y" foi projetada para uso com o FTIR 4100 Exoscan somente em repouso.

- 2 Localize o cabo de alimentação CA e conecte-o à caixa conversora CC de 15 volts. Depois, conecte a outra extremidade do cabo de alimentação à fonte de alimentação. A fonte de alimentação adequada para a sua região será fornecido com o sistema. Quando o sistema não está sendo usado em campo, mantenha-o plugado na alimentação CA local para garantir um conjunto de bateria completamente carregado.

CUIDADO

Para evitar que haja danos ou problemas com o início da alimentação de energia, primeiro conecte o cabo de alimentação no espectrômetro e depois na tomada.

CUIDADO

Para evitar danos ao sistema causados por picos de energia ou falhas na alimentação, use sempre estabilizadores de tensão (régua) aprovados pela UL (ou órgão local competente) entre a tomada e o cabo de alimentação do sistema.

CUIDADO

Todos os cabos devem ser mantidos à distância de áreas de alto tráfego. O sistema poderia suportar danos ao dispositivo ou adaptadores caso ocorresse tensão excessiva nas conexões do cabo de alimentação.

Assim que a energia CA for conectada, aparecerá no botão de energia localizado na parte inferior da alça do FTIR 4100 ExoScan uma cor vermelha sólida (veja a Figura 4). Isto significa que a bateria está sendo carregada e o instrumento desligado.



Figura 4. Botão Liga/Desliga

NOTA

O FTIR 4100 ExoScan contém um conjunto de bateria de íon-lítio recarregável. A Agilent carregou completamente o sistema 4100 ExoScan antes do envio, mas deve-se conectá-lo também em uma tomada quando não estiver em uso. A duração da bateria do 4100 ExoScan em uso contínuo é de aproximadamente 4 horas. Recomenda-se que a bateria seja recarregada na configuração inicial antes que o instrumento seja ligado.

Seleção do cabo de alimentação

Os seguintes cabos de alimentação podem ser utilizados:

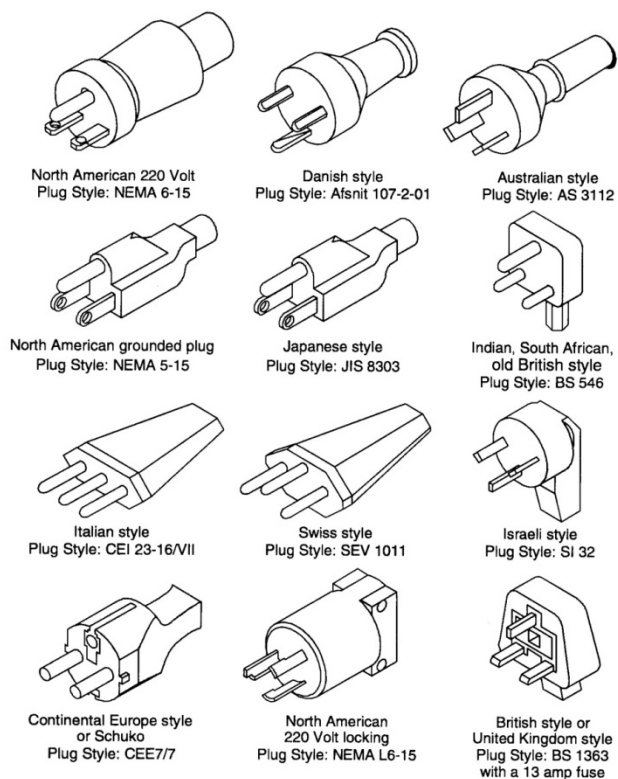


Figure 5. Cabos de alimentação compatíveis

Ligar o instrumento

Para ligar o instrumento:

- 1 Pressione o botão Liga/Desliga do sistema 4100 ExoScan e segure-o por 2 (dois) segundos. Inicialmente, a luz piscará entre vermelho e verde enquanto o firmware estiver sendo carregado. Este processo deve levar menos de 15 segundos. Quando a luz LED estiver em verde sólido, o instrumento estará pronto para o uso.
- 2 O espectrômetro deve passar por um período de aquecimento de 5 minutos antes de se iniciar uma análise confiável.

Quando terminar de utilizar o instrumento, pressione o botão Liga/Desliga verde novamente para desligar o sistema. A luz LED então ficará vermelha.

Status de LED do botão Liga/Desliga

O botão Liga/Desliga contém um LED de duas cores. A cor exibida no LED indica o status do sistema. A tabela abaixo traz uma lista das cores de LED e o status do instrumento.

Tabela 1. Status de LED do botão Liga/Desliga

Status	Cor do LED	Ação (% - ciclo de serviço)
Sistema DESLIGADO	Sem iluminação de LED	Não disponível
Sistema DESLIGADO	Vermelho	100%
Inicialização do sistema	Vermelho/verde	Verde 0,5 s ligado / vermelho 0,5 s ligado
Sistema LIGADO	Verde	100%
Bateria fraca	Verde	50% (0,5 s ligado / 0,5 s desligado)
Bateria muito baixa	Vermelho	50% (0,5 s ligado / 0,5 s desligado)
Sem bateria	Sem iluminação de LED	Não disponível
Atualização de firmware	Vermelho/verde	Luz verde pisca duas vezes rapidamente e então a luz vermelha pisca duas vezes rapidamente

CUIDADO

O botão Liga/Desliga é um comutador momentâneo para evitar desligamento acidental. Para ligar ou desligar o sistema, pressione e segure o botão por 2 (dois) segundos.

Inicializar o software

Os sistemas FTIR 4100 ExoScan são fornecidos com o software Agilent MicroLab Mobile, o qual já foi instalado em seu computador portátil.

Para iniciar o software assim que o FTIR 4100 ExoScan é inicializado:

- 1 Ligue a estação de dados do PC portátil pressionando o botão Liga/Desliga no canto superior direito da estação de dados (consulte a Figura 5).



Figura 5. Estação de dados e local do botão Liga/Desliga

- 2 O sistema possui um atalho para o software Microlab Mobile localizado no menu Start. Na inicialização do PC portátil, procure **Start** na janela de exibição do computador e toque nessa opção. Clique então no ícone **MicroLab Mobile**. Isto executará o aplicativo do software MicroLab Mobile.

NOTA

Caso esta mensagem apareça após o carregamento do software:

Falha ao inicializar o instrumento. O instrumento enviou o código de erro: -2. O aplicativo será fechado; desligue e religue o instrumento e reinicie o aplicativo.

o espectrômetro não está conectado ao computador. Quando estiver usando o PC portátil com o MicroLab Mobile, verifique se o instrumento exibe uma luz verde no botão de energia e se as comunicações por "Bluetooth" estão ativadas no PC portátil. O instrumento deve estar conectado via Bluetooth para que o software MicroLab Mobile seja executado.

Carregar o PC portátil

Para conectar o PC portátil a uma fonte de alimentação CA para carregar a bateria:

- 1** Conecte o cabo USB ao PC portátil.
- 2** Conecte o cabo de alimentação CA do PC ao conector em "Y" do cabo USB.
- 3** Conecte o cabo de alimentação do PC portátil à fonte de alimentação CA.

Como alternativa, se adquirido, é possível colocar o PC no suporte de carregamento portátil opcional. Para mais informações sobre a operação do PC portátil, consulte o manual do usuário que acompanha o equipamento.

Fazer login no MicroLab Mobile pela primeira vez

Como mencionado acima, os sistemas 4100 ExoScan são fornecidos com o software Agilent Microlab Mobile já instalados.

Além disso, há no computador portátil um atalho para o software Microlab Mobile já instalado no menu Start.

Para iniciar o software:

- 1 Toque em **Start** e depois no ícone **MicroLab Mobile**.

Quando o sistema é inicializado pela primeira vez, o software MicroLab Mobile automaticamente é carregado e uma splash screen aparece brevemente, mostrando informações sobre versão, direitos autorais e marca registrada.

O software abrirá e exibirá uma tela de login.

NOTA

Se o instrumento FTIR 4100 ExoScan não for ligado primeiro, será exibida a mensagem de aviso "Falha na inicialização do instrumento" no PC portátil. Se isto acontecer, clique em OK, desligue e ligue o instrumento 4100 ExoScan e reinicie o aplicativo MicroLab Mobile.

-
- 2 Para instruções detalhadas sobre o login de software inicial e gerenciamento de usuário, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

Para mais informações sobre como adicionar um usuário ao sistema, além de outros procedimentos de configuração de software inicial, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

CUIDADO

Se um telefone sem fio de 2,4 GHz ou um celular for usado próximo ao FTIR 4100 ExoScan, pode haver problemas com a comunicação sem fio e o desempenho espectroscópico. Tente desligar o telefone ou se afastar dele. Tente novamente usar o aplicativo.

Verificação de desempenho

Os sistemas de espectrômetro FTIR 4100 ExoScan foram exaustivamente testados em fábrica, de forma que não é necessário realizar etapas de alinhamento. Contudo, recomenda-se executar inicialmente o teste de desempenho para se certificar de que o instrumento está funcionando adequadamente. Para executar e interpretar o teste de desempenho, consulte o Manual de operação do software MicroLab. O teste de desempenho mede o nível de energia do instrumento (com base na altura ou tensão do interferograma). Um círculo verde na parte de cima da tela do software indicará que o teste foi bem sucedido. O aparelho está pronto para analisar uma amostra. Um círculo amarelo ou vermelho indica que o instrumento está operando fora dos parâmetros de fábrica. Estes parâmetros estão listados abaixo e na página Advanced Features do software.

NOTA

Se o círculo na parte de cima da tela do software estiver amarelo ou vermelho, entre em contato com o suporte técnico da Agilent para obter assistência.

Como qualquer dispositivo de medição, é importante se certificar de que o instrumento FTIR 4100 ExoScan esteja funcionando adequadamente antes de utilizar o sistema para realizar medições importantes. O 4100 ExoScan fornece valores de diagnóstico e testes de validação de desempenho a fim de demonstrar o funcionamento do sistema. Os valores de diagnóstico oferecem uma avaliação rápida e de fácil entendimento sobre o funcionamento do instrumento. Caso o instrumento não esteja funcionando adequadamente, um dos valores de diagnóstico estará fora da especificação. Normalmente, o instrumento não permitirá a coleta de dados caso os valores de diagnóstico estejam fora da especificação. Os testes de validação de desempenho são mais extensos e envolvidos com a mensuração da qualidade do funcionamento do instrumento. Os testes listados como "Validação de desempenho" verificam a sensibilidade do instrumento (desempenho), estabilidade e precisão de frequência (calibração do laser).

Cada setor possui diferentes exigências para a verificação de instrumento. Em geral, os valores de diagnóstico deveriam ser verificados diária ou semanalmente. O instrumento não coletará dados se os valores de diagnóstico estiverem excessivamente fora de especificação, mas isso é recomendável para se assegurar de que o instrumento está funcionando adequadamente. A validação de desempenho deve ser executada de duas a quatro vezes por ano. Setores com alto número de regulamentos podem exigir que esta validação seja feita mensalmente, dependendo da utilização do instrumento. A validação de desempenho verifica os aspectos-chave da capacidade do instrumento em medir bem os dados. Se os testes da validação de desempenho estiverem dentro da especificação, os instrumentos fornecerão dados que funcionam bem com os métodos desenvolvidos para o 4100 ExoScan. No entanto, como em qualquer outro instrumento, os resultados podem sempre ser verificados por meio da execução de uma amostra conhecida com o método específico da amostra.

Valores de diagnóstico

Os valores a seguir podem também ser encontrados na página Diagnostics nos software MicroLab Mobile ou MicroLab PC. Estes valores podem ser utilizados para determinar se o instrumento está funcionando adequadamente. Podem ser utilizados diariamente a fim de determinar que o instrumento está funcionando como esperado. Em cada caso, o valor Optimal (ideal) indica que o sistema está operando em seu nível de desempenho esperado. Já o valor Marginal (marginal) indica que o instrumento ainda está operando, mas em um nível mais baixo de desempenho. Por fim, o valor Critical (crítico) indica que o sistema não está funcionando corretamente. Entre em contato com o suporte técnico da Agilent para obter assistência caso haja algum problema com seu instrumento.

NOTA

Ao utilizar a interface de amostra de refletância externa ou de ângulo rasante, a tampa de refletância apropriada deve estar no local correto para que as medições sejam realizadas. A tampa de referência de ouro difuso deve ser utilizada com a ponta de prova de refletância de 45° ao se medir fuligem ou outras amostras de baixa refletância. A tampa de referência de espelho de ouro deve ser usada com a ponta de prova de refletância de 45° ao se medir películas finas ou amostras de alta refletância. A tampa de referência de espelho de ouro deve sempre ser usada com a ponta de prova de amostra de ângulo rasante.

Tabela 2. Valores de diagnóstico

Valor	Optimal (verde)	Marginal (amarelo)	Critical (vermelho)	Comentário
Energia (sinal de pico)	26.000–21.000	>30.000 ou <15.000	>31.000 ou <10.000	Indica o alinhamento geral e o ajuste de ganho adequado do sistema.
Vida útil da bateria	CA ou >30 min	30–5 min	<5 min	
Fonte	1,9 A	>2,2 ou <1,6	>2,5 ou <1,0	Indica um problema com a tensão de controle da fonte ou então que a fonte queimou. Tanto a tensão quanto a amperagem são exibidas; contudo, a amperagem já fornece um diagnóstico suficiente.
Sinal de laser	15.000–3.000	>15.000 ou <3.000	>17.000 ou <2.000	Pode verificar erros brutos de alinhamento mesmo se a tampa de refletância não estiver colocada.
Temperatura do detector	35–44	<35 ou >44	<30 ou >48	Indica um problema com o circuito de refrigeração ou uma temperatura ambiente acima do limite especificado.
Temperatura da CPU	10–75	>75	>80	Indica a temperatura ambiente acima do limite especificado.

Validação de desempenho

O software MicroLab PC e MicroLab Mobile possui três testes apropriados para validação de desempenho do FTIR 4100 ExoScan. Estes testes podem ser acessados na página Advanced Features, System Check dos softwares MicroLab PC e MicroLab Mobile. O sistema 4100 ExoScan deve ser aquecido por, no mínimo, 30 minutos antes de se conduzir quaisquer um destes testes. Tais testes podem ser executados por trimestre, semestre ou anualmente a fim de determinar que o instrumento está operando dentro de suas especificações.

Teste de desempenho (sinal a sinal)

Este teste mede o nível de sinal a ruído em duas regiões do espectro de IV: 2500 cm^{-1} e 1000 cm^{-1} . O sinal a ruído é definido como a recíproca do ruído da média quadrática (RMS) na região definida para uma amostra em branco medida com um fundo preto. Tanto o fundo quanto a amostra são medidos a uma resolução 4 cm^{-1} com um tempo de coleta de um minuto. Cada teste dura 2 minutos. O usuário pode especificar o número de testes a serem conduzidos. Para medições de refletância de ângulo rasante e refletância externa de 45 graus, a tampa de referência refletiva apropriada deve estar no local durante todo o teste. Não é necessária tampa de referência ao usar a interface de amostra de ATR. São necessários no mínimo 10 testes coletados para que se obtenha uma demonstração precisa do desempenho.

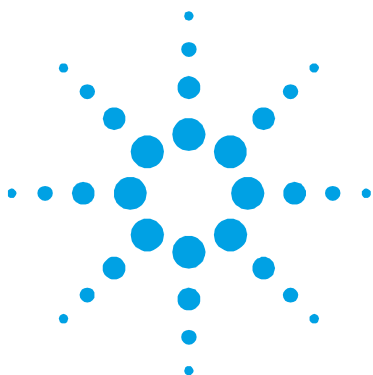
Teste de estabilidade

Este teste mede a estabilidade a curto prazo em duas regiões do espectro: 3000 cm^{-1} e 1000 cm^{-1} . A estabilidade é uma mensuração das diferenças de linha de base observadas em um período de tempo selecionado. O teste mede um fundo no começo e então uma amostra a cada minuto ao longo da duração do teste, conforme especificado no campo "Number of minutes" no software. Para medições de refletância de ângulo rasante e refletância externa de 45 graus, a tampa de referência de refletância apropriada deve estar posicionada durante todo o teste. Não é necessária tampa de referência ao usar a interface de amostra de ATR. Os resultados do teste são mostrados como Transmitância - % (diferença versus 100%) do desvio máximo durante o teste de estabilidade.

Teste de calibração da frequência do laser

O teste de calibração da frequência do laser mede a precisão de frequência (eixo X). O teste é feito por meio da medição de um espectro de uma película de poliestireno. As frequências de absorção deste espectro são então comparados com as frequências definidas pela película de poliestireno NIST SRM 1921. O software permite que usuários de nível administrativo utilizem os resultados do teste para configurar a calibração do laser. As calibrações do laser devem ser configuradas apenas depois de uma consulta com um engenheiro de suporte técnico da Agilent. Para este teste, primeiramente um fundo é medido. Para interfaces de amostra de refletância de ângulo rasante e refletância externa de 45 graus, a tampa de referência refletiva é requerida nas medições de fundo. Depois da coleta do fundo, um espectro de película de poliestireno é medido conforme instruído pelo software. Ao utilizar as interfaces de refletância de ângulo rasante e de refletância externa de 45 graus, a amostra de poliestireno deve ser colocada entre a tampa de referência e a interface de amostra. Para a interface de amostra de ATR, a tampa de referência não é requerida para um fundo, porém a amostra do teste de poliestireno deve ser pressionada firmemente contra a interface de amostra de diamante durante a coleta da amostra.

Esta página foi deixada em branco intencionalmente.



3. Analisar amostras

Refletância externa	29
Refletância interna (ATR)	34
Acessórios de amostragem intercambiáveis	42

O instrumento FTIR Agilent 4100 ExoScan é fornecido com, no mínimo, uma interface de ponta de prova de amostra, como especificado em seu pedido. Dependendo do pedido, essa ponta de prova de amostra pode ser anexada de forma permanente ou intercambiável com outros dispositivos de amostragem. Esta seção fornece instruções sobre como analisar uma amostra com todas as pontas de prova de amostragem oferecidas no 4100 ExoScan, além de como elas podem ser intercambiadas, caso essa opção tenha sido solicitada.

Refletância externa

O instrumento FTIR 4100 ExoScan pode ser fornecido com uma interface de ponta de prova de amostragem dedicada, chamada de ponta de prova de refletância externa. A ponta de prova de refletância externa é oferecida em duas versões: a ponta de prova de refletância de 45 graus, capaz de realizar medições de refletância difusa e especular; e a ponta de prova de refletância especular de ângulo rasante. Quando entra em contato com uma amostra, a luz infravermelha (IV) atravessa a superfície superior da amostra antes de ser refletida de volta para fora da amostra e para dentro do detector do sistema 4100 ExoScan. Este pequeno e consistente caminho ótico tem a vantagem de que não é necessária a preparação da amostra para a obtenção de bons resultados de medição em uma variedade de amostras. A chave para se obter bons resultados com a refletância externa é se certificar de que a ponta de prova faça um contato estável com a superfície da amostra e que ela não se mova durante o processo de medição. A técnica de refletância pode ser usada em medições de espessura, degradação química de compostos e análise de anodização de metais.

A ponta de prova de 45 graus é ideal para análise de películas finas com mais de 1 micrômetro de espessura. A ponta de prova com ângulo rasante é ideal para análise de películas ultrafinas com menos de 1 micrômetro de espessura. A refletância especular é o método ideal para análise de contaminação de superfície. A ponta de prova com ângulo rasante deve ser usada quando contaminações de níveis muito baixos precisam ser analisadas (níveis de nanômetros de espessura). Embora inicialmente destinado a servir de ferramenta de refletância especular, o sistema de refletância externa pode também ser usado em algumas medições de refletância difusa, um método excelente para análise de pós, por exemplo.

A medição de refletância externa requer o uso de uma amostra de referência para tomar a medição de fundo antes de analisar a amostra. A amostra de referência é incorporada ao FTIR 4100 ExoScan por meio de um disco de ouro montado em uma tampa que é encaixada na ponta de prova de refletância. O sistema 4100 ExoScan oferece duas tampas de referência projetadas para esse propósito: uma tampa de referência de ouro difuso com um acabamento de superfície áspera, e uma tampa de referência de espelho em aço inoxidável polido, com um acabamento de superfície bastante macio.

A tampa de referência de ouro difuso deve ser utilizada com a ponta de prova de refletância de 45 graus ao se medir fuligem ou outras amostras de baixa refletância. A tampa de referência de espelho de ouro deve ser usada com a ponta de prova de refletância de 45 graus ao se medir películas finas ou amostras de refletância muito alta. A tampa de referência de espelho em aço inoxidável polido deve sempre ser usada com a sonda de amostra de ângulo rasante.

CUIDADO

Certifique-se de que a amostra esteja fazendo contato sólido com toda a área de superfície da ponta de prova de refletância externa e que não seja mantida em ângulo contrário à amostra. Além disso, nenhum movimento por ocorrer entre a amostra e a ponta de prova durante a medição.

As etapas envolvidas na realização de uma análise de refletância externa são:

- 1** Limpar a ponta de prova de refletância.
- 2** Coletar um espectro de fundo usando a tampa de refletância.
- 3** Coletar um espectro de amostra.

Limpar a ponta de prova de amostra

Antes de usar o sistema de refletância externa do FTIR 4100 ExoScan em uma nova amostra, é importante como primeira etapa garantir que a superfície de amostragem da ponta de prova esteja limpa. Lenços como Kimwipes ou então um material substituto adequado (tais como hastes de algodão) devem ser usados para limpar o sensor e a área de amostragem. Limpe a interface de amostra com um pano umedecido em um solvente adequado, como acetona, metanol, etanol ou álcool isopropílico. Não coloque ou pulverize o solvente diretamente na ponta de prova, pois poderá vazar nos componentes ópticos no interior da estrutura da ponta de prova. Não toque os componentes ópticos internos. A ponta de prova possui anéis de vedação instalados para amortecer o contato com a amostra. Os anéis de vedação podem ser removidos para limpeza, se necessário. Inspeccione visualmente a ponta de prova para garantir que esteja limpa, evitando possível contaminação da superfície de amostra.

CUIDADO

Não rompa o lacre do espectrômetro na tentativa de limpar superfícies interiores. A quebra do lacre inviabilizará a garantia.

Coletar um espectro de fundo

A fim de garantir a precisão da medição, recomenda-se que o sistema seja configurado no software para coletar um espectro de fundo antes da análise de cada amostra. Isso oferece um perfil de linha de base das condições de sistema usando a tampa de referência de ouro. A coleta automática de um fundo antes de cada medição de amostra pode evitar efeitos negativos causados por mudanças no ambiente.

Para coletar um espectro de fundo:

- 1 No software, escolha um método e toque em **Start** para iniciar a medição.
- 2 O software coletará um fundo automaticamente se o método selecionado tiver sido configurado como recomendado no parágrafo acima. O software poderá solicitar a instalação da tampa de referência. Instale a tampa de referência de refletância de ouro apropriada de maneira firme contra a ponta de prova da amostra. A tampa de referência possui uma correia de nylon preta com Velcro que pode ser usada para sua conveniência e segurança. Para instalar, deslize a correia de nylon na abertura localizada na parte frontal do FTIR 4100 ExoScan, próxima à alça. Passe a correia ao redor da alça e fixe-a utilizando o Velcro em sua extremidade.
- 3 Após a conclusão da coleta do fundo, o software instruirá a colocar a ponta de prova de amostra em contato com a amostra. Novamente, a chave para obter bons resultados com a refletância externa é se certificar de que a ponta de prova esteja fazendo um contato estável com a superfície da amostra e que ela não se mova durante o processo de medição.

Para instruções de software detalhadas para a coleta de um fundo, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

Coletar um espectro de amostra

Para coletar um espectro de amostra usando a ponta de prova de refletância externa:

- 1 No software, escolha um método e toque em **Start** para iniciar a medição.
- 2 Após a conclusão da coleta do fundo, o software instruirá a colocar a ponta de prova em contato com a amostra.

NOTA

É recomendável usar a correia fornecida para manter o FTIR 4100 ExoScan seguro para o usuário, evitando danos por queda do sistema. Para instalar a correia, prenda ambas as extremidades (2 braçadeiras) da correia à haste no painel traseiro inferior do 4100 ExoScan (logo acima da alça). Coloque a correia no ombro ou ao redor do pescoço.

-
- 3 O software exibirá um gráfico mostrando a intensidade (absorbância) da medição de amostra. Essa tela é usada para assegurar que a amostra foi corretamente posicionada na interface de amostragem. Para os aplicativos do FTIR 4100 ExoScan que usam refletância, o valor deve estar entre 0,1 e 2 AU. Use o visualizador de dados em tempo real no software para garantir um bom contato entre a amostra e a ponta de prova, e depois optar por coletar os dados usando o software 4100 ExoScan.

NOTA

A superfície da amostra deve ser limpa com um pano macio e um solvente apropriado, como metanol, etanol ou acetona.

-
- 4 Toque no botão **Next** na tela do software para prosseguir com a análise. Tocar no botão Home fará com que a medição seja interrompida e que você retorne para a tela inicial.
 - 5 Para obter instruções de software detalhadas sobre medição de amostras, consulte o Manual de operação do software MicroLab.
 - 6 Após completar a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório seguindo as instruções fornecidas abaixo.
 - 7 Para instruções detalhadas de software sobre a revisão de resultados e o tratamento dos dados de amostra, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

Refletância interna (ATR)

O instrumento FTIR 4100 ExoScan pode ser fornecido com uma interface de ponta de prova de amostragem dedicada, chamada de ponta de prova de refletância total atenuada (ATR). O ATR obtém vantagem das propriedades físicas da luz ao encontrar dois materiais com diferenças nos índices de refração. Ao entrar em contato com uma amostra com um índice diferente de refração, a luz infravermelha (IV) cria uma onda passageira, fornecendo uma profundidade de penetração bem pequena e específica na amostra, antes de ser refletida de volta no detector do sistema 4100 ExoScan. Este pequeno e consistente caminho ótico tem a vantagem de que não é necessária a preparação da amostra para a obtenção de bons resultados de medição em uma variedade de amostras. A chave para se obter bons resultados com um ATR é fazer um bom contato entre a amostra e o cristal ATR do dispositivo de amostragem. A técnica ATR pode ser utilizada para a análise de líquidos, pastas, pós e até mesmo de algumas amostras sólidas.

O ATR Agilent usa um cristal de diamante de tipo Ila como a interface entre a amostra e a energia IV. O diamante tem a vantagem de ser extremamente rígido e ter resistividade química. O diamante aceita amostras com intervalos de pH entre 1 e 14, isto é, amostras rígidas ou abrasivas e até mesmo ácidos fortes podem ser analisados de maneira segura. A ponta de prova de amostragem do FTIR ATR 4100 ExoScan é um sistema de reflexão simples. O diamante é a substância com mais durabilidade em todo o mundo, e o substrato monolítico de ZnSe é utilizado como uma lente de foco para se obter máximo sinal de IV.

O ATR de reflexão simples é mais indicado para amostras com alta absorção, tais como borracha, polímeros, tintas e fibras. Amostras sólidas e em pó são também mais bem medidas no ATR de reflexão simples por causa do dispositivo de prensagem de amostra opcional que consegue aplicar alta pressão em tais amostras a fim de garantir um contato satisfatório com a superfície de amostragem de diamante. O ATR de reflexão simples é também uma boa opção quando há uma quantidade limitada de amostra disponível. O diamante de reflexão simples tem um diâmetro de 2 mm e uma área ativa de 200 μm , e fornece uma profundidade de penetração de aproximadamente 2 micrômetros para a energia IV a 1700 cm^{-1} . O elemento ATR de reflexão simples fica ligeiramente saliente acima da placa de montagem de metal da ponta de prova.

CUIDADO

Embora o diamante seja um material bastante rígido, a janela ATR é relativamente fina e pode rachar quando em condições de pressão extrema. Certifique-se de que a amostra tenha contato com toda a área de superfície do diamante, em vez de apenas em um ponto. Evite utilizar a prensagem de amostra em materiais que podem ser cortantes ou pontiagudos.

As etapas envolvidas na realização de uma análise ATR são:

- 1** Limpar a janela de montagem de amostra ATR.
- 2** Coletar um espectro de fundo.
- 3** Coletar um espectro de amostra.

Limpar a ponta de prova de amostra

Antes de utilizar o sistema FTIR ATR 4100 ExoScan em uma nova amostra, é importante, como primeira etapa, se certificar de que a superfície de amostragem esteja limpa. Lenços como Kimwipes ou então um material substituto adequado (tais como hastes de algodão) devem ser usados para limpar o sensor e a área de amostragem. Limpe a interface de amostra com um solvente adequado, como acetona, metanol, etanol ou álcool isopropílico. Inspeccione visualmente a extremidade da ponta de prova após a limpeza para se certificar de que não haja película, mancha ou outro resíduo.

CUIDADO

Não rompa o lacre do espectrômetro na tentativa de limpar superfícies interiores. A quebra do lacre inviabilizará a garantia.

Coletar um espectro de fundo

A fim de garantir a precisão da medição, recomenda-se que o sistema seja configurado no software para coletar um espectro de fundo antes da análise de cada amostra. Isto cria um perfil de base de linha das condições do sistema sem que haja uma amostra carregada no instrumento. A coleta automática de um fundo antes de cada medição de amostra pode evitar efeitos negativos causados por mudanças no ambiente.

Para coletar um espectro de fundo:

- 1 No software, escolha um método e toque em **Start** para iniciar a medição.

O software coletará um fundo automaticamente se o método selecionado tiver sido configurado como recomendado no parágrafo acima.

O diamante não deve entrar em contato com a amostra ou qualquer outra substância que não o ar atmosférico durante a medição de fundo.

- 2 Assim que o fundo tiver sido coletado, o software solicitará que você coloque o diamante em contato com a amostra.

Para instruções de software detalhadas para a coleta de um fundo, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

CUIDADO

Para garantir que um espectro de fundo preciso seja coletado, realize uma inspeção visual da superfície de montagem de amostra de diamante ATR para verificar se há quaisquer manchas ou películas presentes no diamante provenientes de amostras anteriores. Caso haja película, repita o procedimento de limpeza mostrado acima até que a superfície do diamante esteja livre de qualquer resíduo.

Coletar um espectro de amostra

Para coletar um espectro de amostra utilizando a ponta de prova de ATR:

- 1 No software, escolha um método e toque em **Start** para iniciar a medição.
- 2 Assim que o fundo tiver sido coletado, o software solicitará que você coloque o diamante em contato com a amostra.

Coloque uma pequena quantidade de material a ser medido no cristal de diamante ATR. O cristal é o material claro em forma de círculo retido pelo disco de metal ao seu redor, na extremidade da ponta de prova.

Para amostras de líquidos, basta imergir a ponta da interface de amostra na amostra. Amostras pequenas podem ser medidas colocando-se uma gota de amostra no centro da interface de diamante.

Amostras de sólidos requerem um bom contato entre a interface de amostragem de diamante e a amostra. Pressione firmemente o diamante na amostra. Incline o instrumento para assegurar que a superfície do diamante esteja plana em relação à amostra.

No caso de uma amostra volátil, é possível aplicar grandes quantidades de amostra sem a preocupação de vazamento ou danos ao instrumento. Contudo, usar a menor quantidade possível de amostra facilitará o processo de limpeza.

Em todos os casos, certifique-se de que a amostra cubra toda a área de superfície do cristal de diamante.

Se a amostra for de um material sólido ou em pó, será preciso que o acessório de prensagem opcional tenha um bom contato com ela. Para obter instruções detalhadas sobre como usar o acessório de prensagem opcional, consulte a página 38.

- 3 Utilize o visualizador de dados em tempo real no software para garantir um bom contato entre a amostra e o diamante. Opte por coletar os dados utilizando o software FTIR 4100 ExoScan.
- 4 Toque no botão **NEXT** na tela do software para prosseguir com a análise.
- 5 Para obter instruções de software detalhadas sobre medição de amostras, consulte o Manual de operação do software MicroLab.
- 6 Após completar a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório seguindo as instruções fornecidas abaixo. É importante se certificar de que a janela de montagem de amostra esteja livre de resíduos deixados pela amostra anterior.
- 7 Para instruções de software detalhadas sobre a revisão de resultados e o tratamento dos dados de amostra, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

CUIDADO

As janelas de montagem de amostra e de acessório são feitas de diamante sintético tipo IIa, um material com altíssima resistência química. Apesar disso, ainda é possível que a placa de montagem de metal ou diamante sofra danos com amostras extremas. Faça apenas a medição de amostras com um pH entre 1 e 14. Não deixe que amostras extremamente ácidas permaneçam na placa de montagem de metal por longos períodos.

CUIDADO

Embora o diamante seja um material bastante rígido, a janela ATR é relativamente fina e pode rachar quando em condições de pressão extrema. Certifique-se de que a amostra tenha contato com toda a área de superfície do diamante, em vez de apenas em um ponto. Evite utilizar a prensagem de amostra em materiais que possam ser cortantes ou pontiagudos.

Usar o acessório de prensagem ATR para amostras sólidas

O sistema FTIR ATR 4100 ExoScan é oferecido com um acessório de prensagem de amostra opcional, o qual pode ser removido quando não for necessário. Esse acessório de prensagem permite uma medição melhor de amostras sólidas ou em pó. O acessório de prensagem garante que a amostra faça um bom contato com a interface de amostra de diamante ATR, o que garante os melhores resultados possíveis para estes tipos de amostra. O dispositivo de prensagem foi projetado para exercer uma força de 15 libras na amostra ou cerca de 2500 libras por polegada quadrada de pressão. Ele não é feito para utilização com líquidos, géis ou pastas, já que o acessório pode entrar em contato direto com a energia IV e alterar os resultados. Estes tipos de amostra fazem um bom contato sem a utilização de um acessório de prensagem.

NOTA

O acessório de prensagem de amostra requer a utilização da base com a ATR.

Instalação

Para instalação inicial do acessório de prensagem de amostra ATR:

- 1 Limpe quaisquer resíduos remanescentes de amostras anteriores da interface de amostra de diamante e do tubo de amostragem de aço inoxidável.
- 2 Segure o FTIR 4100 ExoScan com a interface da amostra de diamante apontando para cima.
- 3 Abra o braço do acessório de prensagem, como mostrado na Figura 6.
- 4 Deslize o anel do acessório de prensagem no tubo de amostragem de aço inoxidável.
- 5 Gire o acessório de prensagem em sentido horário ao mesmo tempo que o pressiona para baixo, até que o anel encaixe em sua posição. O braço do acessório de prensagem estará localizado em 12:00, 4:00 ou 8:00. Será possível perceber um clique audível quando o anel travar.

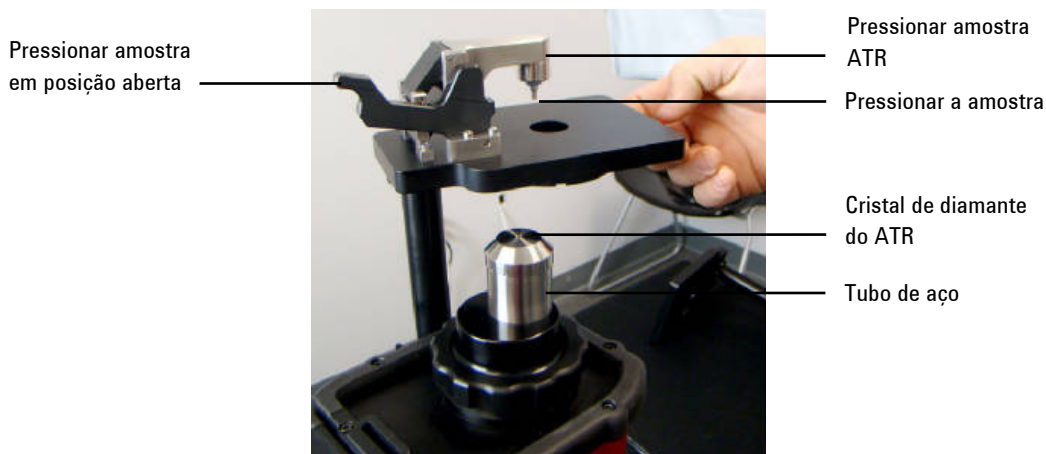


Figura 6. Acessório de prensagem de ATR

CUIDADO

A instalação do acessório de prensagem de amostra sólida com seu braço virado para baixo pode danificar a interface de amostra de diamante. Sempre instale o acessório de prensagem na posição aberta.

Remover

Para remover o acessório de prensagem de amostra ATR:

- 1 Segure o FTIR 4100 ExoScan com a interface da amostra de diamante apontando para cima.
- 2 Abra o braço do acessório de forma que sua ponta não fique em contato com a superfície de amostra de diamante.
- 3 Gire o anel do acessório de prensagem em sentido anti-horário, aproximadamente um quarto de uma rotação completa (giro de $\frac{1}{4}$).
- 4 Deslize o acessório de prensagem para fora do tubo de amostragem de aço inoxidável.

Medir uma amostra

Para coletar um espectro de amostra utilizando um acessório de prensagem de ATR:

- 1 No software, escolha um método e toque em **Start** para iniciar a medição.
- 2 Assim que o fundo tiver sido coletado, o software solicitará que você coloque o diamante em contato com a amostra.

Coloque uma pequena quantidade de material a ser medido no cristal de diamante ATR. O cristal é o material claro em forma de círculo retido pelo disco de metal ao seu redor, na extremidade da ponta de prova.

Para amostras de líquidos, simplesmente coloque a ponta da interface na amostra. Pequenas amostras podem ser medidas ao se colocar uma gota da amostra no centro da interface de diamante.

Amostras sólidas precisam estabelecer um contato bom entre a interface de amostragem de diamante e a amostra. Pressione

firmemente o diamante na amostra. Incline o instrumento para se certificar de que a superfície de diamante está plana em relação à amostra.

No caso de uma amostra volátil, é possível aplicar grandes quantidades de amostra sem a preocupação de vazamento ou dano ao instrumento. Contudo, usar a menor quantidade possível de amostra facilitará o processo de limpeza.

Em todos os casos, certifique-se de que a amostra cubra toda a área de superfície do cristal de diamante.

Se a amostra for sólida ou em pó, a utilização do acessório de prensagem opcional pode ser necessário para garantir um bom contato com a amostra. Para obter instruções detalhadas sobre como usar o acessório de prensagem opcional, consulte a página 38.

- 3** Utilize o visualizador de dados em tempo real no software para garantir um bom contato entre a amostra e o diamante. Opte por coletar os dados utilizando o software FTIR 4100 ExoScan.
- 4** Toque no botão **NEXT** na tela do software para prosseguir com a análise.
- 5** Para obter instruções de software detalhadas sobre medição de amostras, consulte o Manual de operação do software MicroLab.
- 6** Após completar a medição da amostra, limpe imediatamente a amostra do acessório seguindo as instruções fornecidas abaixo. É importante se certificar de que a janela de montagem de amostra esteja livre de resíduos deixados pela amostra anterior.
- 7** Para instruções de software detalhadas sobre a revisão de resultados e o tratamento dos dados de amostra, consulte o Manual de operação do software MicroLab.

Acessórios de amostragem intercambiáveis

O sistema FTIR 4100 ExoScan está disponível com várias configurações diferentes de amostragem, de modo a acomodar a análise de uma série de amostras. As várias pontas de prova de amostragem podem ser fornecidas em uma configuração dedicada ou com a capacidade de serem intercambiáveis, em que no caso as pontas de prova das amostras do 4100 ExoScan podem ser facilmente intercambiadas no campo pelo usuário. Se configurado para intercambiamento, esta seção pode ser consultada para se obter instruções sobre como alternar entre diferentes pontas de prova de amostragem.

Para alternar entre diferentes pontas de prova de amostragem:

- 1 Antes de tentar intercambiar uma ponta de prova de amostragem, desligue a alimentação do sistema FTIR 4100 ExoScan e coloque-o sobre uma superfície sólida, com a ponta de prova de amostragem apontando para cima.
- 2 Para remover uma ponta de prova de amostragem instalada, gire o anel rosqueado de 3 polegadas no sentido anti-horário, até que ele desencaixe da estrutura do FTIR 4100 ExoScan.
- 3 Enquanto segura o tubo de amostragem, puxe com cuidado a ponta de prova de amostragem para cima em linha reta da estrutura do FTIR 4100 ExoScan, até que a ponta de prova solte os dois pinos de ajuste de alinhamento.
- 4 Assim que for removida, armazene a ponta de prova de amostragem em uma área limpa e protegida, como em um saco plástico no interior da caixa de transporte com revestimento de espuma do FTIR 4100 ExoScan.

CUIDADO

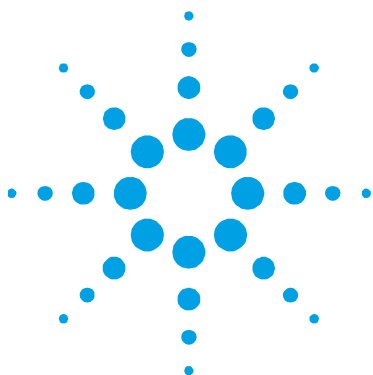
Quando removida, a abertura na superfície de montagem da ponta de prova de amostragem é exposta ao ambiente e contém componentes ópticos delicados em seu interior. Tome cuidado no manuseamento para garantir que a ponta de prova permaneça limpa e que nada entre em contato com os componentes ópticos.

- 5 Para instalar uma ponta de prova de amostragem, mantenha a alimentação do sistema FTIR 4100 ExoScan desligada e coloque-o sobre uma superfície sólida, com o 4100 ExoScan apontando para cima.
- 6 Observe os dois pinos de ajuste de aço inoxidável salientes na estrutura do FTIR 4100 ExoScan. Os pinos de ajuste têm diâmetro diferente, que atuam como uma chave para garantir a montagem e o alinhamento correto da ponta de prova no sistema 4100 ExoScan.

Enquanto segura a ponta de prova de amostragem pela estrutura do tubo, alinhe com cuidado os orifícios dos pinos de ajuste na ponta de prova com os pinos de ajuste na estrutura do FTIR 4100 ExoScan, deslizando a ponta de prova completamente para encaixá-la dentro dos pinos.

- 7 Aperte o anel rosqueado de 3 polegadas de diâmetro da ponta de prova manualmente, girando-o no sentido horário até ficar ajustado. Tome cuidado para não apertá-lo em excesso. Certifique-se de que a cabeça da ponta de prova se ajusta aos pinos antes de apertá-la.
- 8 Ligue a alimentação do sistema. O FTIR 4100 ExoScan agora está pronto para ser usado.
- 9 Se estiver usando pontas de prova de refletância externa, prenda a tampa de referência apropriada na ponta de prova (a ponta de prova de ATR não usa tampa de referência).

Esta página foi deixada em branco intencionalmente.



4. Manutenção

Quando a parte externa do sistema FTIR Agilent 4100 ExoScan precisar de limpeza, desconecte o cabo de alimentação e quaisquer outras conexões, e verifique se o compartimento da bateria está fechado. Use um pano macio úmido e detergente neutro para limpar a parte exterior da unidade. Não imerja o FTIR 4100 ExoScan totalmente na água. Embora a estrutura óptica principal seja vedada, a água pode penetrar a alça e os componentes de disparo quando está totalmente imersa.

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. Execute somente os procedimentos descritos neste manual. Para todos os outros problemas técnicos, entre em contato com seu representante autorizado Agilent.

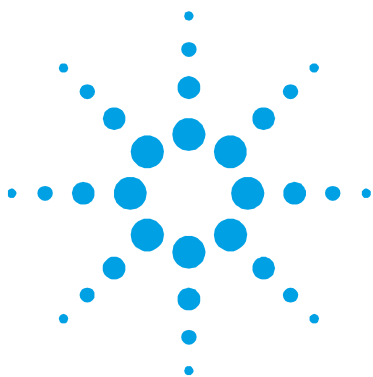
AVISO



Perigo

O FTIR 4100 ExoScan foi projetado para operar em locais remotos. Contudo, a análise de determinados materiais e alguns procedimentos de manutenção podem ser perigosos se as diretrizes a seguir não forem praticadas.

Esta página foi deixada em branco intencionalmente.

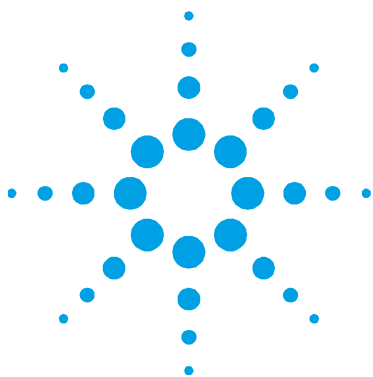


5. Peças sobressalentes

Número de peça	Descrição
0023 - 001	Sistema FTIR Agilent 4100 ExoScan com ponta de prova de amostragem de refletância externa de 45°
0023 - 002	Sistema FTIR Agilent 4100 ExoScan com ponta de prova de amostragem de refletância interna de ATR de diamante
0023 - 051	Sistema FTIR Agilent 4100 ExoScan com pontas de prova de refletância interna de ATR de diamante e externa de 45°
0023 - 005	Sistema FTIR Agilent 4100 ExoScan com ponta de prova de refletância externa de ângulo rasante
0023 - 201	FTIR Agilent 4100 ExoScan com ponta de prova de amostragem de refletância externa de 45°
0023 - 210	FTIR Agilent 4100 ExoScan com ponta de prova de amostragem de refletância interna de ATR de diamante
0023 - 212	FTIR Agilent 4100 ExoScan com ponta de prova de refletância externa de ângulo rasante
0023 - 150	Estação de acoplamento do FTIR Agilent 4100 ExoScan (com bateria e suporte de carregamento para PC portátil)
800 - 2002	PC portátil (PDA)
800 - 2003	Estação de acoplamento do PC portátil (inclui cabos de energia e USB)
800 - 2004	Bateria de reposição do PC portátil
800 - 2005	Bateria de reposição de íon-lítio do ExoScan
430 - 0001	Fonte de alimentação do FTIR Agilent 4100 ExoScan
430 - 0018	Cabo USB do FTIR Agilent 4100 ExoScan

Para obter acessórios de amostragem, atualizações, contratos de serviço, além de serviços de reparo e restauração, entre em contato com a Agilent.

Esta página foi deixada em branco intencionalmente.



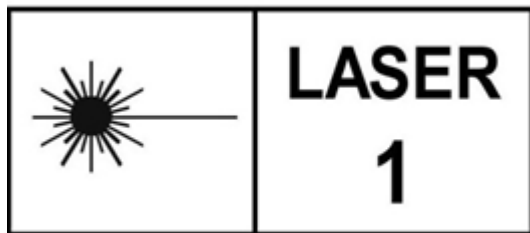
6. Especificações

Técnicas	49
Informações de segurança	50
Condições ambientais	50
Estação de dados do PC portátil	50
Compatibilidade eletromagnética	51

Técnicas

- **Geometria do interferômetro:** Interferômetro Michelson de alto rendimento com espelhos planos fixos e móveis
- **Separador de feixe padrão:** Seleneto de zinco
- **Resolução espectral máxima:** 4 cm^{-1}
- **Laser:** Estado sólido de baixa potência
- **Fonte:** Elemento helicoidal
- **Faixa espectral:** $4000 \text{ a } 650 \text{ cm}^{-1}$
- **Interface de amostra:** ATR de diamante de movimento único
- **Detector:** dTGS de 1,3 mm de diâmetro, com refrigeração termoelétrica
- **Comprimento:** 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 lb.)
- **Fonte de alimentação:** 100 a 240 V CA, 3 A, 50 a 60 Hz

Informações de segurança



Os sistemas Agilent FTIR 4100 ExoScan possuem 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.

Produto de laser Classe 1

Produto em conformidade com as normas 21 CFR 1040.10 e 1040.11, exceto por desvios segundo o aviso sobre lasers número 50, datado em 24 de junho de 2007 da CDRH, número de acesso 0321242 IEC 60825-1:2014.

Condições ambientais

- **Temperatura operacional:** 0 a 50 °C; -32 a 122 °F (durante o uso)
- **Temperatura de armazenamento:** -30 a 60 °C; -22 a 140 °F (armazenamento)
- **Umidade:** Até 95%, sem condensação
- **Altitude:** Até 2000 m

Estação de dados do PC portátil

- **Processador:** Intel® PXA270 520 MHz
- **Memória:** RAM 64 MB de baixa potência
- **Disco rígido:** flash NAND 128 MB

Compatibilidade eletromagnética

EN55011/CISPR11

Equipamento ISM - Grupo 1: o Grupo 1 contém todos os equipamentos ISM nos quais há energia de radiofrequência acoplada e utilizada de forma condutora ou intencionalmente gerada, a qual é necessária para o funcionamento interno do próprio equipamento.

Os equipamentos de Classe A são indicados para utilização em todos os ambientes não domésticos e aqueles diretamente conectados a uma rede de alimentação de energia de baixa tensão que alimenta prédios utilizados para fins domésticos.

Este dispositivo está de acordo com as normas CISPR11, Grupo 1, Classe A, como um equipamento profissional de radiação. Portanto, pode haver dificuldades potenciais para garantir a compatibilidade eletromagnética em outros ambientes por causa de distúrbios conduzidos e irradiados.

A operação está sujeita às duas condições exibidas abaixo:

- 1 Esse dispositivo não pode causar interferência prejudicial.
- 2 Esse dispositivo deve aceitar as interferências recebidas, inclusive interferência que possa causar operação indesejada.

Se esse equipamento causar interferência prejudicial na recepção de sinais de rádio e televisão, o que pode ser observado ao se ligar e desligar o equipamento, recomendamos que o usuário tome uma ou mais das seguintes medidas:

- 1 Mude de lugar o rádio ou a antena.
- 2 Afaste o dispositivo do rádio ou da televisão.
- 3 Ligue o dispositivo em outra tomada elétrica, para que o dispositivo fique em um circuito elétrico diferente de onde está o rádio ou a televisão.
- 4 Confira se todos os dispositivos periféricos também obedecem a certificações.
- 5 Verifique se estão sendo usados cabos adequados para conectar o dispositivo ao equipamento periférico.

- 6** Consulte o revendedor do equipamento, a Agilent Technologies, ou um técnico experiente para obter assistência.

Modificações que não tenham sido expressamente aprovadas pela Agilent Technologies podem anular a autoridade do usuário para operar o equipamento.

ICES/NMB-001

Esse dispositivo de ISM está em conformidade com a norma canadense ICES-001.

Cet appareil ISM est conforme à la norme NMB-001 du Canada.

Neste guia

O guia descreve o seguinte:

- Introdução
- Instruções iniciais
- Análise de amostras
- Manutenção
- Peças sobressalentes
- Especificações

© Agilent Technologies 2009, 2011-
2013, 2017

Impresso na Malásia

10/17



0023-401

Edição 6



Agilent Technologies