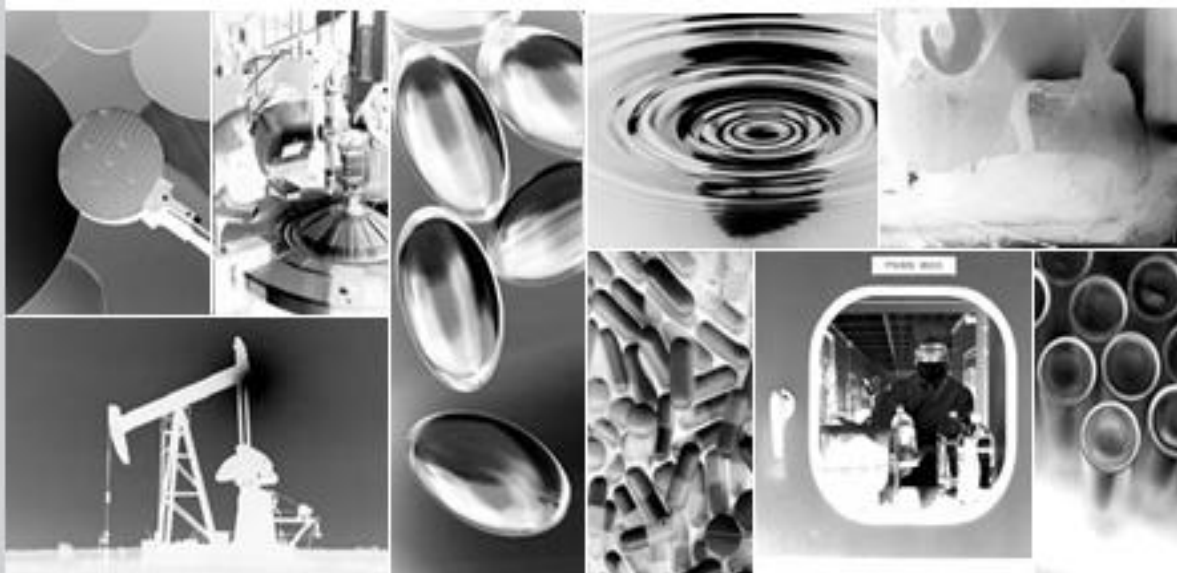


**ДИА•М**  
современная лаборатория

[www.dia-m.ru](http://www.dia-m.ru)  
заказ on-line



*Руководство по эксплуатации*  
**Приставка диффузного отражения**  
**DiffusIR**

**Оглавление**

Введение .....	3
Оптическая диаграмма .....	3
Распаковка приставки .....	4
Комплектация .....	4
Набор для пробоподготовки .....	5
Набор для шлифовки .....	6
Установка.....	7
Регулировка приставки.....	7
Проверка рабочих характеристик .....	8
Пробоподготовка.....	9
Контейнеры для образцов.....	9
Подготовка образцов .....	9
Установка образцов .....	10
Использование приставки DiffusIR.....	12
Теоретические сведения .....	12
Меры предосторожности.....	16
Запасные части и оборудование .....	17
Контактная информация	

## Введение

Приставка DiffusIR™ (Pike Technology) — это простая в использовании приставка диффузного отражения. Отличительной особенностью прибора является расположение зеркал над исследуемым образцом. Преимущества такой оптики — высокая степень пропускания и постоянное значение оптического пути. Такое решение защищает прибор от загрязнений и коррозии, которую может вызвать смесь исследуемого вещества с бромидом калия. Кроме того, это упрощает очистку прибора, так как случайные утечки со дна приставки могут быть легко устранены.

Оптическая система приставки закрыта и снабжена системой продувки, чтобы исключить вклад углекислого газа и воды в спектры среднего ИК диапазона. Оптика приставки сконструирована так, чтобы собрать максимальное количество рассеянного образцом излучения и уменьшить вклад зеркального отражения. Центром конструкции является большое монолитное эллиптическое зеркало.

В приставке используется выдвижной держатель образцов, положение которого регулируется с помощью микрометрического винта. Приставка DiffusIR оснащена всеми необходимыми инструментами для пробоподготовки, включая абразивный набор (набор для шлифовки).

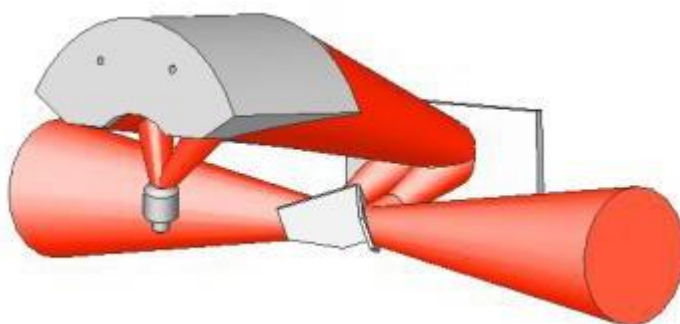
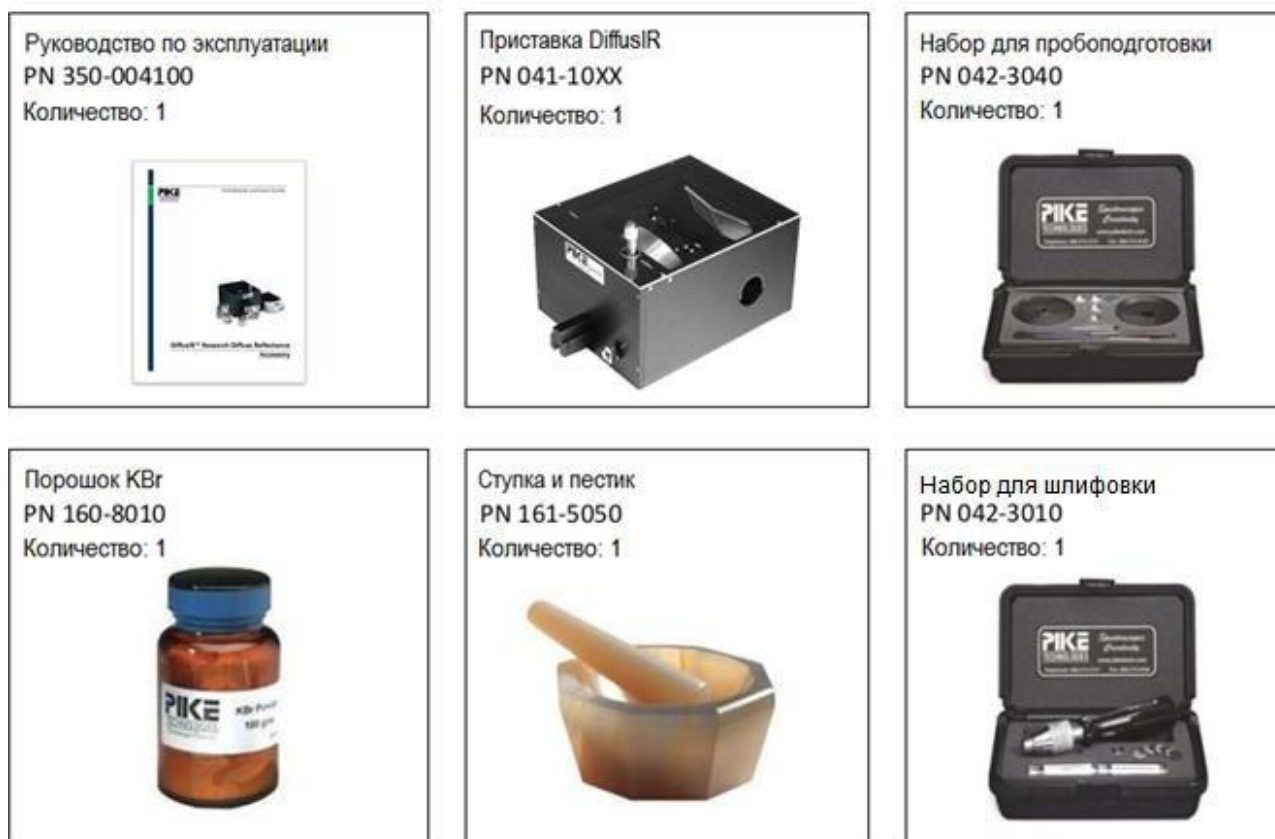


Рис. 1. Оптическая схема приставки DiffusIR

## Распаковка приставки

На рисунке показана комплектация приставки. Внимательно проверьте наличие всех позиций.

### Комплектация



### Комплектация Набора для пробоподготовки

Юстировочное зеркало  
PN 042-3080  
Количество: 1



Малый контейнер для образцов  
PN 042-2010  
Количество: 2



Большой контейнер для образцов  
PN 042-2020  
Количество: 2



Фиксатор контейнера и база  
PN 042-3030  
Количество: 1



Кисточка из верблюжьей шерсти  
PN 042-3070  
Количество: 1



Шпатель в форме ложечки  
PN 042-3035  
Количество: 1



Плоский шпатель  
PN 042-3050  
Количество: 1



Бритвенные лезвия  
Количество: 5



### Комплектация Набора для шлифовки образцов

Ручные тиски  
Количество: 1



Алмазные шлифовальные  
диски  
PN 042-3025  
Количество: 25



SiC шлифовальные диски  
PN 042-3020  
Количество: 75



Опора для дисков  
PN 042-3060  
Количество: 2



## Установка

Поместите приставку в кюветное отделение спектрометра и надёжно укрепите её с помощью имеющегося микрометрического винта.



Рис. 2. Монтаж DiffusIR

## Регулировка приставки

Оптическая система приставки отрегулирована и проверена в соответствии с требованиями спецификаций и не требует дальнейшей настройки. Для получения оптимальных характеристик сигнала может потребоваться незначительная регулировка.

Соблюдайте последовательность шагов:

1. Поместите юстировочное зеркало в одно из отделений выдвижного держателя для образцов и передвиньте держатель так, чтобы зеркало оказалось в оптическом фокусе.
2. Установив приставку в спектрометр, в режиме юстировки проверьте величину пропускания сигнала.
3. Отрегулируйте положение зеркала по вертикали с помощью микрометрического винта, расположенного в верхней части приставки.
4. Повторяйте Шаг 3 до тех пор, пока не перестанет наблюдаться дальнейшее увеличение ИКсигнала.

### Проверка рабочих характеристик

Отсоединив приставку от кюветного отделения спектрометра, снимите фоновый спектр (спектр сравнения), затем вновь присоедините приставку. Расположите юстировочное зеркало так, чтобы на него падало излучение. Теперь, когда приставка настроена в соответствии с предыдущей инструкцией, соберите спектр пропускания при тех же установленных параметрах, что и фоновый спектр.

Минимальное значение коэффициента пропускания в приставке DiffusIR должно равняться 40%. Если ваше устройство не отвечает этому требованию, свяжитесь с поставщиком. Сообщите серийный номер вашей приставки (указан на задней поверхности прибора).

Примерный спектр пропускания показан ниже:

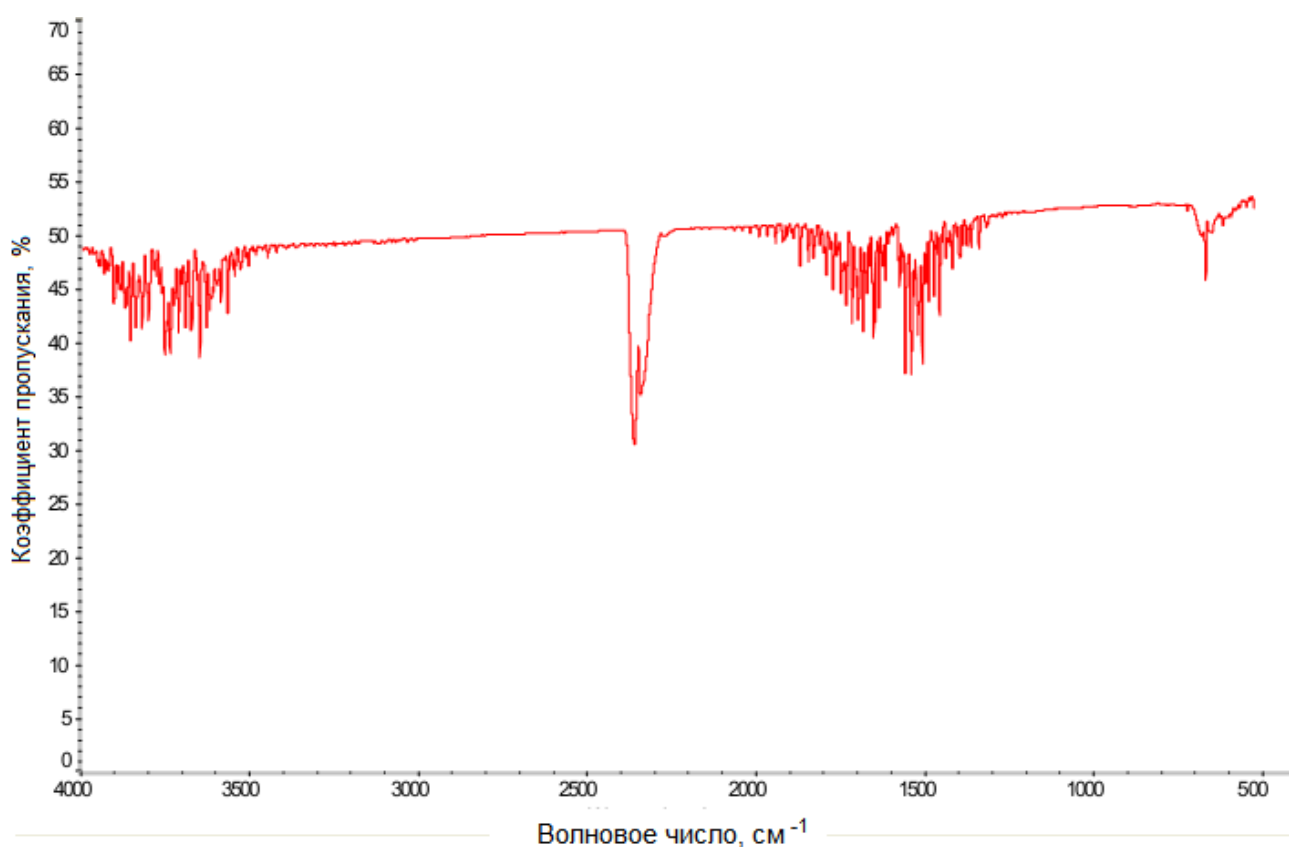


Рис. 3. Характерный спектр пропускания, полученный с помощью DiffusIR

Полосы CO<sub>2</sub> и паров воды могут присутствовать в спектре, но они не влияют на усреднённый спектр фона.



## Пробоподготовка

Набор для пробоподготовки приставки DiffusIR позволяет готовить образцы таким образом, чтобы получать точные и воспроизводимые результаты измерений. С его помощью удобно наполнять контейнеры без перерасхода образца.

## Контейнеры для образцов

В комплект входят два больших и два малых контейнера. Большой контейнер имеет диаметр 10 мм и углубление 2.3 мм, в которое помещается образец. Малый контейнер имеет диаметр 4.7 мм и глубину 1.6 мм.

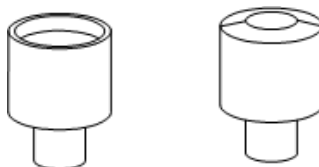


Рис. 4. Большой и малый контейнеры для образцов

## Подготовка образцов

При проведении измерений в среднем ИК диапазоне образец часто смешивают с непоглощающей матрицей. Поместите образец в ступку и тщательно разотрите при помощи пестика. Добавьте порошок KBr и перемешайте, чтобы частички образца равномерно смешались с бромидом калия (содержание образца от 1 до 5%). Оптимальная концентрация зависит от исследуемого образца, но следует учитывать, что коэффициент пропускания в наиболее интенсивной полосе спектра должен быть от 10 до 50%. По возможности начните с 5% содержания и, если получаемые полосы слишком интенсивны, разбавьте смесь. Для получения однородных смесей рекомендуется использовать измельчитель ShakIR (ShakIR Sample Grinder).

### **ВНИМАНИЕ!**

KBr (бромид калия) легко впитывает влагу. Чтобы исключить влияние влажности на образец, соблюдайте следующие рекомендации. Храните KBr в плотно закрытой ёмкости в сухом месте. Наполняйте эталонный контейнер (чистый KBr) и контейнер с образцом (смесь KBr с образцом) одновременно. В этом случае вклад паров воды в спектры образца и сравнения не повлияет на результирующий спектр.

## Установка образцов

Комплект состоит из двух частей – держателя и базы (см. рис. 5).

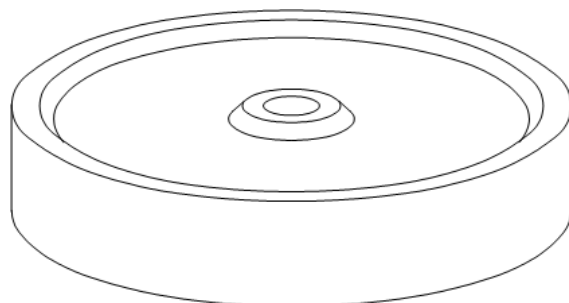


Рис. 5. База для подготовки образца

В базе имеется отверстие диаметром 0.25 дюйма с выпуклой кромкой.

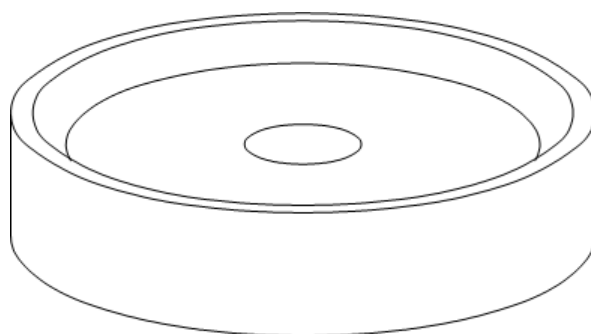


Рис. 6. Фиксатор образца

Фиксатор образца имеет в центре отверстие диаметром 0.5 дюйма. Поместите пустой контейнер для образцов в базу.

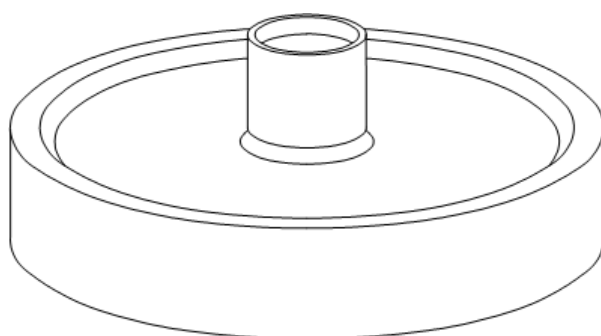


Рис. 7. Контейнер с образцом, установленный в базу

Установите фиксатор поверх контейнера. При этом контейнер будет немного выступать над поверхностью держателя. В верхней части контейнера имеется небольшой скос. Это позволяет наилучшим образом подготовить поверхность образца.

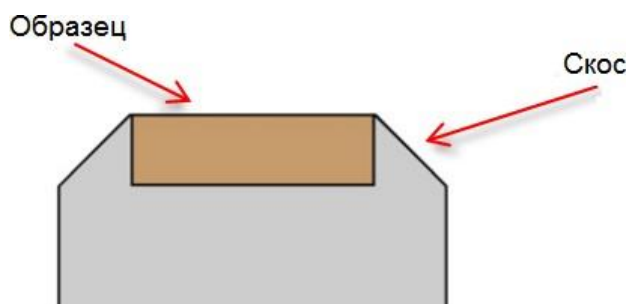


Рис. 8. Чаша с образцом

Пересыпьте образец из ступки в фиксатор. Разровняйте поверхность с помощью шпателя или бритвенного лезвия (в комплекте). Контейнер можно установить на поверхности держателя (см. рис. 9), чтобы предотвратить опрокидывание. Для повышения воспроизводимости процедура наполнения чашки должна быть одинаковой при каждом измерении.



Рис. 9. Контейнер с образцом установлен в базу и фиксатор

После того как контейнер наполнен, снимите базу и фиксатор и поместите контейнер с образцом в выдвижной держатель.



Рис. 10. Контейнер с образцом в выдвижном держателе

## Использование приставки DiffusIR

Заполнив оба контейнера и поставив их в выдвижной держатель, поместите держатель в приставку. Если держатель полностью задвинут, последняя ячейка находится в оптическом фокусе. Если держатель полностью выдвинут (до ограничителя), то в фокусе оказывается передняя ячейка.

### **ВНИМАНИЕ!**

Одновременно используйте контейнеры одинакового размера. Большой и малый контейнеры различаются по высоте, поэтому при использовании другого размера контейнера потребуется заново отрегулировать фокус.

Поместите выдвижной держатель в положение, когда под лучом находится чистый KBr. Поверните микрометрический винт так, чтобы интенсивность сигнала была максимальной. Обратите внимание, это положение будет не таким, как для юстировочного зеркала, так как в образец ИК излучение проникает на меньшую глубину. Как только максимальная интенсивность получена, снимите фоновый спектр KBr. Передвиньте держатель во второе положение и снимите спектр смеси образца с KBr. Частное этих спектров и будет спектром исследуемого вещества.

## Теоретические сведения

ИК-Фурье спектроскопия диффузного отражения — широко используемый аналитический метод, позволяющий проводить качественные и количественные исследования образцов различной структуры. Метод подходит для исследования порошков, а также образцов с шероховатой поверхностью и волокнистых материалов.

В спектроскопии диффузного отражения исследуемый образец смешивают с порошком материала, не поглощающего ИК излучение. Когда пучок достигает образца, происходит следующее:

1. Часть излучения отражается зеркально. Интенсивность зеркального отражения определяется уравнениями Френеля, из которых следует, что коэффициент отражения от образца не зависит от его показателя преломления. В полосе поглощения показатель преломления изменяется в широких пределах (эффект аномальной дисперсии), увеличивая интенсивность спектров зеркального отражения.
2. Часть излучения поглощается образцом и не учитывается.
3. Оставшаяся часть пучка проходит через образец. Регистрировать можно только ту часть, которая рассеивается на внутренней структуре образца и отражается от поверхности. Именно этот спектр диффузного отражения снимается с помощью приставки.

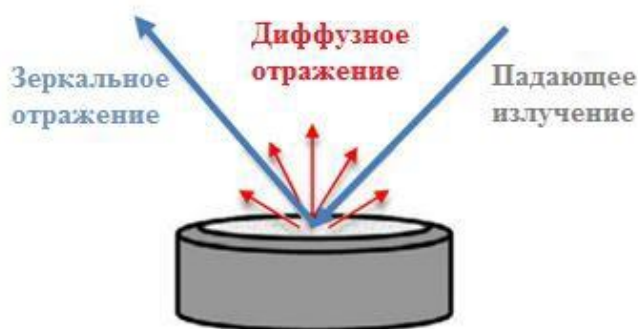


Рис. 11. Контейнер с образцом, установленный в базу

Оптическая система приставки диффузного отражения сконструирована так, чтобы:

1. Сфокусировать максимум энергии ИК излучения на образце.
2. Собрать с образца максимальное количество диффузно отражённого излучения.

Отражённое излучение рассеивается в полусфере, и оптическая система приставки полностью собирает его на детекторе. При использовании приставки диффузного отражения особенно важна пробоподготовка. В большинстве случаев исследуемый образец смешивают с порошком непоглощающей матрицы, например, KBr. Содержание в смеси исследуемого вещества должно быть от 1 до 5%. В этом случае ИК излучение, проходя через образец, даёт максимальный сигнал на детекторе. Глубина слоя исследуемого вещества определяется величиной рассеяния в нём. Минимальная глубина составляет около 1.5 мм и называется «бесконечной глубиной».

Чтобы получить спектр диффузного отражения, сначала следует собрать фоновый спектр (спектр сравнения). Для фона используется чистое вещество матрикса, т.е. KBr. Образец сравнения помещают в одно из отделений выдвижного держателя, а подготовленный образец исследуемого вещества — в другое отделение. Результирующий спектр получают делением спектра образца на спектр фона.

Иногда разбавление образцов не требуется. Если исследуется не порошок, то образец можно отшлифовать с помощью карбида кремния. Набор для шлифовки (Abrasive Sampling Kit, ASK) поставляется в комплекте. В этом случае фоновый спектр снимают с чистого карбида кремния SiC перед регистрацией спектра образца.

Спектры, полученные методом диффузного отражения, отличаются от обычных спектров пропускания. Пики на высоких волновых числах слабо выражены, а их форма скруглена. Чтобы скомпенсировать эти различия, можно выполнить преобразование Кубелки-Мунка.

Коэффициент отражения образца определяется уравнением Кубелки-Мунка:

$$f(R) = \frac{(1-R)^2}{2R} = \frac{k}{s},$$

где:

R – коэффициент абсолютного отражения слоя образца

k – молярный коэффициент поглощения

s – коэффициент рассеяния.

Коэффициент рассеяния зависит как от размера частиц образца, так и от степени уплотнения частиц в контейнере, что объясняет важность пробоподготовки для получения точных результатов. Чтобы произвести преобразование Кубелки-Мунка, выберите соответствующий пункт меню в программном обеспечении ИК-Фурье спектрометра (не требует ввода дополнительных параметров).

Уравнение Кубелки-Мунка устанавливает линейную зависимость между спектральной плотностью и концентрацией образца (в предположении, что образец неограниченно разбавлен не поглощающей матрицей, коэффициент рассеяния постоянен, а слой образца бесконечно толстый). Эти условия достигаются при малом размере частиц образца, его низкой концентрации (т.к. коэффициент рассеяния зависит от размера частиц и плотности упаковки) и толщине слоя образца 1.5 мм и выше. Если пробоподготовка выполнена правильно, спектроскопия диффузного отражения обеспечивает чувствительность на уровне ppm и высокую воспроизводимость результатов.

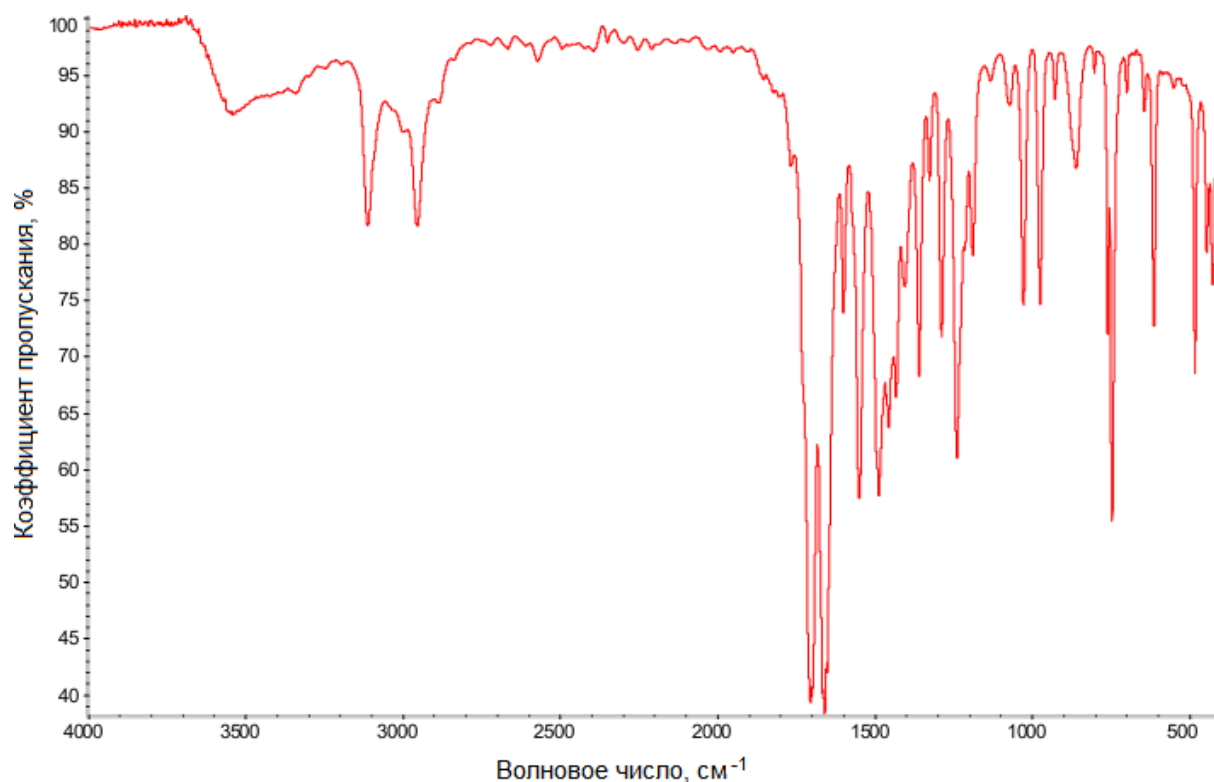


Рис. 12. Исходный спектр диффузного отражения для кофеина

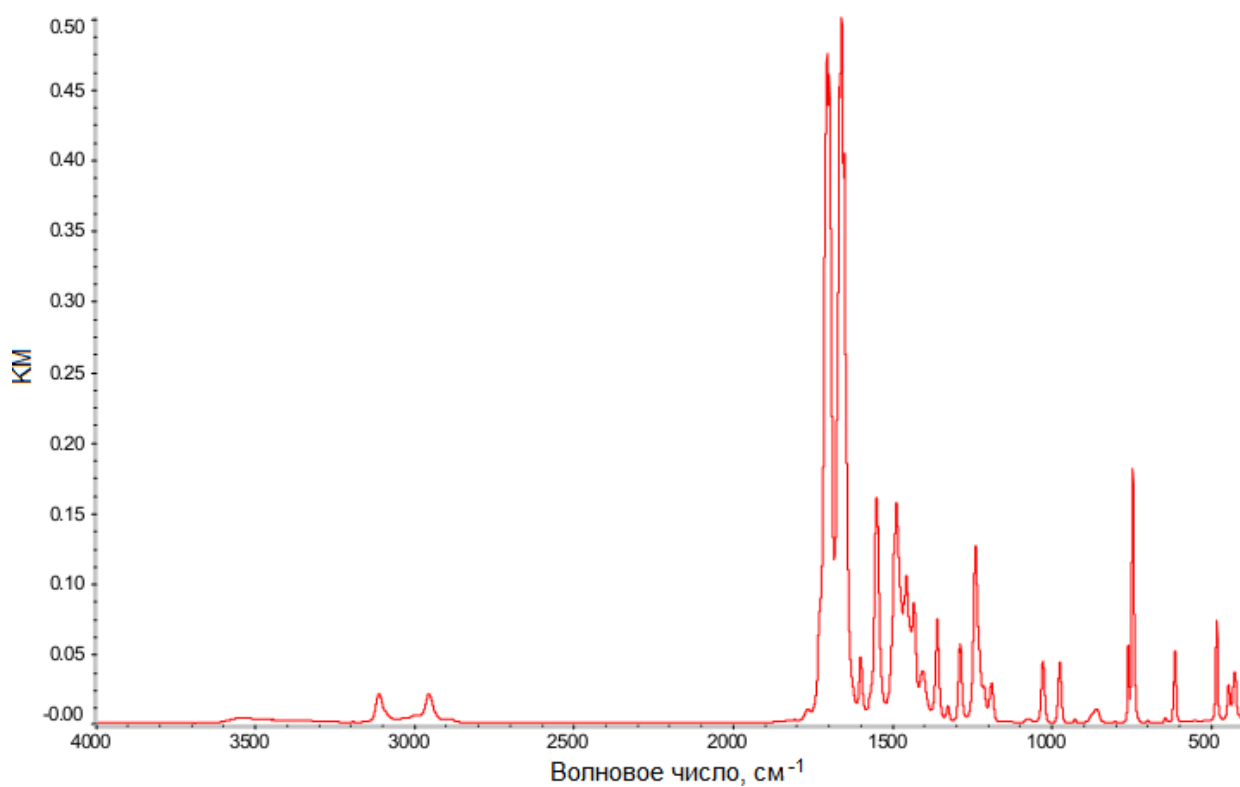


Рис. 13. Спектр кофеина после преобразование Кубелки-Мунка

### Меры предосторожности

Для того чтобы обеспечить максимальное пропускание в ИК диапазоне и уменьшить интерференцию спектров, зеркала приставки изготовлены из непокрытого алюминия на стеклянной подложке. Чувствительная поверхность требует специального ухода. При нормальных условиях эксплуатации приставки очистка зеркал не потребуется. Если чистка всё же потребуется, используйте безворсовую неабразивную ткань, например, для ухода за линзами, или кисточку из верблюжьей шерсти.

Ни в коем случае не используйте бумажные салфетки типа Kleenex, поскольку они могут поцарапать зеркальную поверхность.

Юстировочное зеркало в целях износостойкости покрыто монооксидом кремния. Это позволяет очищать зеркало в случае загрязнения бромидом калия. Для очистки подходит маленькая кисточка (поставляется в комплекте). Монооксид кремния в ИК спектре даёт полосу пропускания при волновых числах около 1200. Это не вносит существенного вклада в спектры, получаемые с помощью приставки.



## Запасные части и оборудование

Перечисленное ниже оборудование и запасные части подходят для приставки DiffusIR.

Номер	Описание
-------	----------

0 41 -10XX	Приставка DiffusIR
------------	--------------------

### Набор для пробоподготовки 042 -3040

042 -3035	Шпатель в форме ложечки
042 -3050	Плоский шпатель
042 -3080	Юстировочное зеркало
042 -2010	Малый контейнер для образцов (2)
042 -2020	Большой контейнер для образцов (2)
042 -3030	Фиксатор контейнера и база
042 -3070	Кисточка из верблюжьей шерсти

### Набор для шлифовки 042 -3010

042 -3025	Алмазные шлифовальные диски
042 -3020	SiC шлифовальные диски
042 -3060	Опора для дисков

### Другое оборудование

161 -1070	ShakIR, измельчитель сверхпрочных образцов
161 -1035	Ступка из нержавеющей стали
162 -41XX	Нагревательная камера
162 -4150	Нагревательная камера для DiffusIR (HTV), температура до 500°C
162 -4190	Нагревательная камера для DiffusIR (HTV), температура до 900°C
162 -4180	Адаптор высокого давления для нагревательной камеры (HTV)
162 -4140	Термостат DiffusIR (LTV), температура в диапазоне от -150 до 500°C
160 -8010	Порошок KBr, 100 г
161 -5035	Агатовая ступка и пестик, 35мм
161 -5050	Агатовая ступка и пестик, 50мм

## Контактная информация сервисных центров

### Сервисный центр Диаэм в Москве:

Адрес: 129345, г. Москва, ул. Магаданская, д.7, стр.3

Тел.: +7 (495) 745-05-08 (многоканальный)

E-mail: [service@dia-m.ru](mailto:service@dia-m.ru)

[www.dia-m.ru](http://www.dia-m.ru)

### Сервисный центр Диаэм в Новосибирске:

Адрес: 630090, Новосибирск, Академгородок, пр. Ак. Лаврентьева, б/1, офис 100А

Тел.: +7 (495) 745-05-08 (многоканальный), +7 (383) 328-00-48

E-mail: [service@dia-m.ru](mailto:service@dia-m.ru)

[www.dia-m.ru](http://www.dia-m.ru)

### Сервисный центр Диаэм в Казани:

Адрес: 420111, Казань, ул. Профсоюзная, д.40-42, пом. № 8

Тел.: +7 (495) 745-05-08 (многоканальный), +7 (843) 210-2080

E-mail: [service@dia-m.ru](mailto:service@dia-m.ru)

[www.dia-m.ru](http://www.dia-m.ru)

**000 «Диаэм»**

Москва

ул. Магаданская, д. 7, к. 3 ■ тел./факс: (495) 745-0508 ■ [sales@dia-m.ru](mailto:sales@dia-m.ru)

[www.dia-m.ru](http://www.dia-m.ru)

**С.-Петербург**  
+7 (812) 372-6040  
[spb@dia-m.ru](mailto:spb@dia-m.ru)

**Новосибирск**  
+7(383) 328-0048  
[nsk@dia-m.ru](mailto:nsk@dia-m.ru)

**Воронеж**  
+7 (473) 232-4412  
[vrn@dia-m.ru](mailto:vrn@dia-m.ru)

**Йошкар-Ола**  
+7 (927) 880-3676  
[nba@dia-m.ru](mailto:nba@dia-m.ru)

**Красноярск**  
+7(923) 303-0152  
[krsk@dia-m.ru](mailto:krsk@dia-m.ru)

**Казань**  
+7(843) 210-2080  
[kazan@dia-m.ru](mailto:kazan@dia-m.ru)

**Ростов-на-Дону**  
+7 (863) 303-5500  
[rnd@dia-m.ru](mailto:rnd@dia-m.ru)

**Екатеринбург**  
+7 (912) 658-7606  
[ekb@dia-m.ru](mailto:ekb@dia-m.ru)

**Кемерово**  
+7 (923) 158-6753  
[kemerovo@dia-m.ru](mailto:kemerovo@dia-m.ru)

**Армения**  
+7 (094) 01-0173  
[armenia@dia-m.ru](mailto:armenia@dia-m.ru)

