

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ**

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Уральский государственный университет им. А.М. Горького»

ИОНЦ «Экология и природопользование»

химический факультет

кафедра аналитической химии

**МЕТОДИЧЕСКОЕ РУКОВОДСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ ОБСЛУЖИВАНИЮ И ЭКСПЛУАТАЦИИ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ЦЕНТРА НА БАЗЕ ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОМЕТРА NICOLET 6700**

---

Екатеринбург  
2008

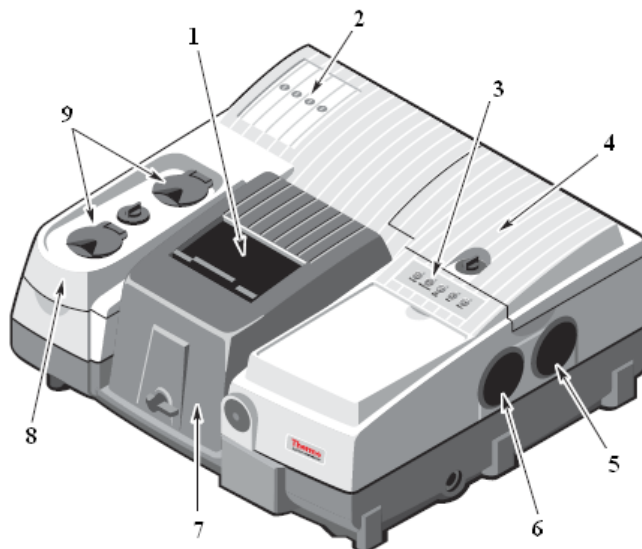
Составитель: Н.В. Лакиза

© Уральский государственный университет, 2008

© Н. В. Лакиза, составление, 2008

## ОСНОВНЫЕ СВЕДЕНИЯ О СПЕКТРОМЕТРЕ

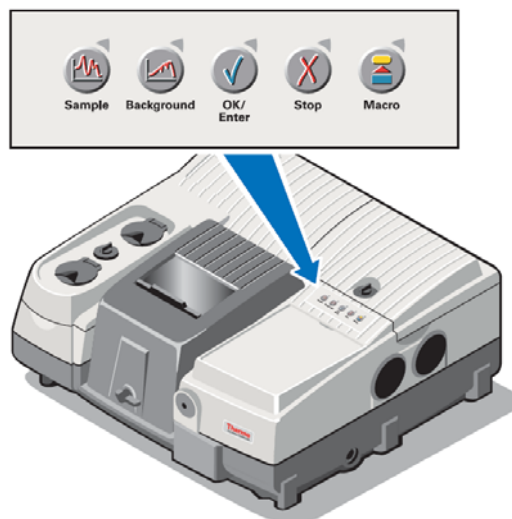
ИК-Фурье спектрометр Nicolet 6700 позволяет снимать спектры в средней, дальней и ближней ИК-областях. Внешний вид спектрометра Nicolet 6700 приведен на рис. 1.



**Рис. 1. Внешний вид ИК-Фурье спектрометра Nicolet 6700:**

1 – сдвижная дверца, 2 – индикаторы состояния, 3 – кнопки для сбора данных, 4 – отсек для светодиода и дессиканта; 5 – эмиссионный порт для внешнего источника; 6 – отверстие для внешнего луча; 7 – кюветное отделение; 8 – отсек детектора; 9 – отверстия для заполнения детектора.

Расположенные на верхней панели спектрометра кнопки для сбора данных (рис. 1, п. 3, рис. 2) позволяют быстро провести основные операции без использования клавиатуры или мыши. При этом программное обеспечение OMNIC должно быть запущено.



**Рис. 2. Клавиши управления на верхней панели спектрометра.**

**Клавиша Sample.** Нажатие этой клавиши позволяет запустить процедуру снятия спектра образца. Данная клавиша действует аналогично опции «Спектр пробы» в меню «ИЗМЕРЕНИЕ».

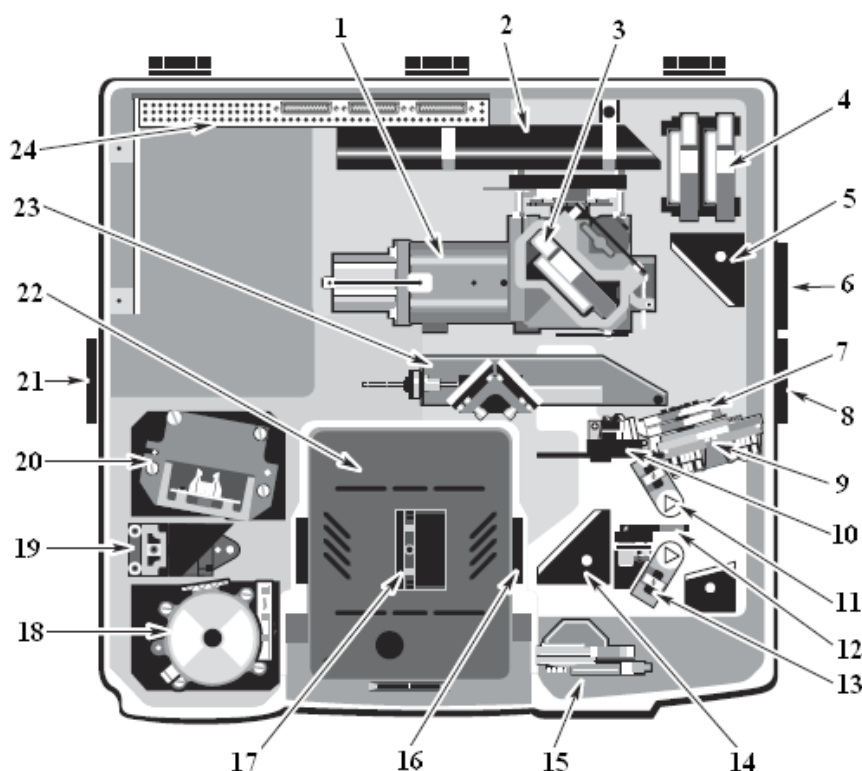
**Клавиша Background.** Нажатие этой клавиши позволяет запустить процедуру снятия спектра фона (спектра сравнения). Данная клавиша действует аналогично опции «Спектр сравнения» в меню «ИЗМЕРЕНИЕ».

**Клавиша OK/Enter.** Нажатие этой клавиши дает подтверждающий ответ (например, на вопрос подсказки) в процессе сбора данных. Данная клавиша действует аналогично опции ОК (или другим подтверждающим опциям вроде «Да») программного обеспечения.

**Клавиша Stop.** Нажатие этой клавиши дает ответ «Cancel» («Отмена») или «No» («Нет») на подсказку в процессе сбора данных. Данная клавиша действует аналогично опции «Cancel» или «No» в окне подсказки.

**Клавиша Macro.** Нажатие этой клавиши осуществляет запуск макрокоманду, выбранную в поле «Назначение макроса» под закладкой «Фурье» в окне «Параметры эксперимента».

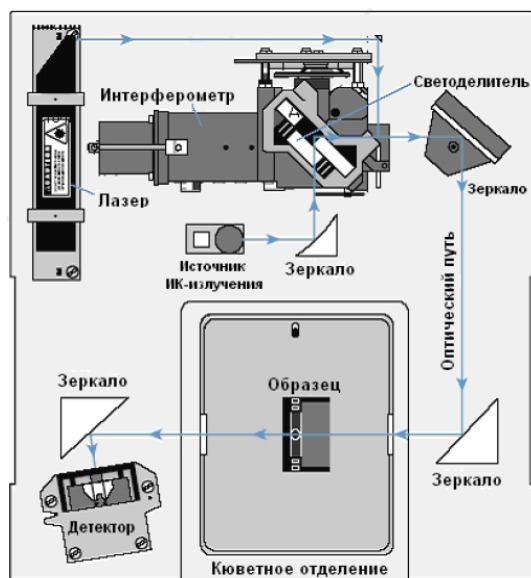
Внутренняя схема спектрометра приведена на рис. 3.



**Рис. 3. Внутренняя схема спектрометра Nicolet 6700:**

1– интерферометр; 2 – лазер; 3 – светоделитель; 4 – место хранения светоделителя; 5 – фиксированное зеркало или дополнительная эмиссионная оптика; 6 – внешний эмиссионный порт; 7 – колесо фильтра (дополнительно); 8 – порт внешнего луча; 9 – диафрагма (дополнительно); 10 – колесо с энергетическими экранами; 11 – источник ИК излучения; 12 – оптика для выбора источника (дополнительно); 13 – источник ближнего ИК излучения (дополнительно); 14 – фиксированное зеркало; 15 – порт StabIR; 16 – поляризатор (дополнительно); 17 – держатель образца; 18 – передний детектор; 19 – зеркало детектора; 20 – задний детектор; 21 – порт внешнего луча; 22 – кюветное отделение; 23 – оптика (дополнительно); 24 – электроника.

Оптическая система спектрометра Nicolet 6700 приведена на рис. 4.



**Рис. 4. Оптическая схема спектрометра Nicolet 6700**

Для получения более надежных результатов необходимо чтобы система была стабильной, поэтому *спектрометр рекомендуется держать включенным постоянно*. Выключать его следует только в случае неисправности электросети или в случае необходимости ремонта. Если прибор был выключен, то для его включения необходимо нажать на сетевой выключатель блока питания (I/O) и установить его на I, предварительно подключив внешний источник питания и приставки, которые планируется использовать. После включения прибора (в процессе проведения диагностических процедур) в различном порядке загораются индикаторы состояния (рис. 1, п. 2) Power, Scan, Laser и Source. После завершения диагностики индикаторы Power, Laser и Source продолжают гореть. Индикатор Scan загорается при каждом включении интерферометра. После включения спектрометру необходимо стабилизироваться в течение 15 минут (лучше в течение 1 часа). После этого можно перейти к непосредственному сбору спектров.

### **Источники света**

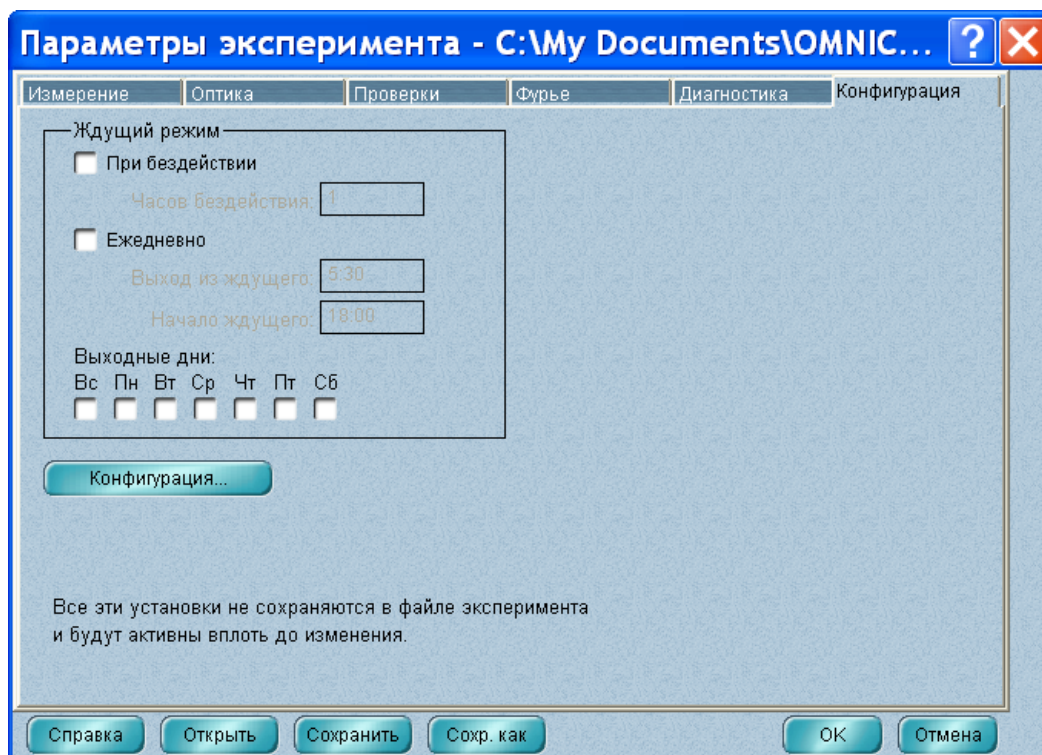
Спектрометр Nicolet 6700 может быть оборудован единственным источником ИК-излучения или дополнительными парными источниками.

Инфракрасный источник ЕТС может работать в трех различных режимах: Normal, Turbo, Rest.

**Нормальный режим (Normal).** В данном режиме температура источника поддерживается на оптимальном уровне для сбора нормальных спектральных данных. Это повышает качество спектральных данных, обеспечивая постоянство уровня ИК энергии. Источник работает в нормальном режиме в том случае, если он не был принудительно переведен в режим Турбо или ждущий режим, или спектрометр не перешел в спящий режим.

**Режим Турбо (Turbo).** Данный режим необходимо использовать для анализа образцов, представляющих собой тонкие пленки, при котором требуется более высокая ИК энергия. Режим обеспечивает увеличение выхода источника (особенно в частотном диапазоне около 2500 волновых чисел). Для перевода прибора в режим ИК – Турбо предназначен параметр «*Источник*» под закладкой «*Оптика*» в диалоговом окне «**Параметры эксперимента**» (доступ осуществляется через опцию «**Параметры эксперимента**» в окне «**ИЗМЕРЕНИЕ**»). Источник будет работать в режиме Турбо до тех пор, пока не будет выведен из этого режима принудительно. В случае перехода спектрометра в режим ожидания источник возвращается в нормальный режим. Если спектрометр переходит в спящий режим, источник переключается на ждущий режим. Такая система обеспечивает увеличение срока службы источника.

**Ждущий режим (Rest).** В данном режиме происходит снижение температуры источника, которое продлевает срок его службы. Источник переходит в режим Rest автоматически, когда спектрометр переходит в спящий режим. Можно сконфигурировать источник таким образом, чтобы он переходил в режим Rest в указанное время (рис. 5).



**Рис. 5. Конфигурация ждущего режима.**

В случае возобновления активности, связанной со сбором данных, источник автоматически переходит в нормальный режим.

Переключение между различными встроенными источниками осуществляется путем изменения установки «*Источник*» под закладкой «*Оптика*» в диалоговом окне «**Параметры эксперимента**». Данная опция позволяет получить спектры для средней и дальней ИК области или для ближней ИК и видимой области. Спектральный диапазон определяется возможностями источника, светоделиителя и детектора.

Если спектрометр оборудован эмиссионной приставкой, то он может использовать внешний источник. Луч от внешнего источника проходит через эмиссионный порт на правой панели спектрометра.

### **Светоделиители и детекторы**

Со спектрометрами Nicolet 6700 можно использовать различные детекторы и светоделиители. Тип детектора можно легко изменить, но тип светоделиителя можно изменить только при наличии дополнительного оборудования. Неко-



торые светодетекторы могут оказаться несовместимыми друг с другом. Некоторые детекторы могут улавливать только часть энергии источника, поэтому возникает необходимость изменения размера апертуры (если установлена) или установки энергетического фильтра.

При выборе комбинации светодетектор – детектор необходимо обратить внимание на совместимость и спектральный диапазон. Комбинации считаются совместимыми, если сигнала детектора хватает для юстировки светодетектора. Это не значит, что определенная комбинация обеспечит максимальную чувствительность каждого компонента.

В табл. 1 представлены наилучшие комбинации светодетектор – детектор.

**Таблица 1. Наилучшие комбинации светодетектор – детектор**

Детектор	Светодетектор					
	Ближняя ИК-область			Средняя ИК-область*		Дальняя ИК-область
	Кварц	CaF <sub>2</sub>	ХТ-КBr	KBr	CsI	Solid Substrate <sup>TM</sup>
DTGS (KBr window)**	–	СК	ОК	ОК	СК	–
DTGS (CsI window)	–	–	СК	СК	ОК	–
DTGS (PE window)	–	–	–	–	СК	ОК
MCT-A	СК	СК	ОК	ОК	СК	–
MCT-B	СК	СК	ОК	ОК	СК	–
InSb	СК	ОК	СК	–	–	–
PbSe	СК	ОК	СК	–	–	–
Si	ОК	СК	–	–	–	–
PbS	СК	ОК	–	–	–	–
InGaAs	СК	ОК	СК	–	–	–

«–» – несовместимая комбинация; СК – совместимая комбинация; ОК – оптимальная комбинация; \* – в условиях чрезмерной влажности светодетектор ZnSe можно использовать в качестве светодетектора для средней ИК области; \*\* – подходит для комнатной температуры и версий с термоэлектрическим охлаждением.

В табл. 2 перечислены спектральные диапазоны совместимых комбинаций светодетектор – детектор.

Таблица 2. Спектральные диапазоны совместимых комбинаций светоделитель – детектор

Область	Свето-делитель	Детектор	Спектральный диапазон, см <sup>-1</sup>	Источник
1	2	3	4	5
Видимая	Кварц	PbSe	13000–2800*	ЕТС, бел.света
		Si <sup>1</sup>	25000–8600	Бел.света
	CaF2	PbSe	13000–2000*	ЕТС, бел.света
		Si <sup>1</sup>	14500–8600	Бел.света
Ближняя ИК	Кварц	MCT-A <sup>2</sup>	11700–2800*	ЕТС, бел.света
		MCT-B <sup>2</sup>	11700–2800*	ЕТС, бел.света
		InSb <sup>2,3</sup>	11500–2800*	ЕТС, бел.света
		PbSe	13000–2800*	ЕТС, бел.света
		PbS TEC (с SabIR™)	10000–4200*	ЕТС, бел.света
		InGaAs	12000–3800	ЕТС, бел.света
	CaF2	MCT-A <sup>2</sup>	11700–1200*	ЕТС, бел.света
		MCT-B <sup>2</sup>	11700–1200*	ЕТС, бел.света
		InSb <sup>2,3</sup>	11500–1850*	ЕТС, бел.света
		PbSe	13000–2000*	ЕТС, бел.света
		PbS TEC (с SabIR)	10000–4200*	ЕТС, бел.света
		InGaAs	12000–3800	ЕТС, бел.света
	ХТ-KBr	MCT-A <sup>2</sup>	11000–600*	ЕТС, бел.света
		MCT-B <sup>2</sup>	11000–400*	ЕТС, бел.света
		InSb <sup>2,3</sup>	11000–1850*	ЕТС, бел.света
		PbSe	11000–2000*	ЕТС, бел.света
		DTGS-KBr	11000–375*	ЕТС, бел.света
		DTGS TEC	11000–375*	ЕТС, бел.света
		InGaAs	12000–3800	ЕТС, бел.света
Средняя ИК	KBr	DTGS-KBr	7400–350	ЕТС
		MCT-A <sup>2</sup>	7400–600	ЕТС
		MCT-B <sup>2</sup>	7400–400	ЕТС
		DTGS TEC	7100–350	ЕТС
		DTGS-CsI	6400–350	ЕТС
Средняя ИК	CsI <sup>4</sup>	DTGS-CsI	6400–225	ЕТС
		MCT-A <sup>2</sup>	6400–600	ЕТС
		MCT-B <sup>‡</sup>	6400–400	ЕТС
	ZnSe	DTGS-KBr	4000–650	ЕТС
		MCT-A <sup>‡</sup>	4000–650	ЕТС
		MCT-B <sup>‡</sup>	4000–650	ЕТС
		DTGS TEC	4000–650	ЕТС
		DTGS-CsI	4000–650	ЕТС

1	2	3	4	5
Дальняя ИК	Solid-Substrate™	DTGS-PE	700–50	ETC
		Si bolometer	700–20	ETC

\*Указанный спектральный диапазон представляет собой комбинацию диапазонов ETC и источников белого света и учитывает пределы комбинации светоделитель – детектор. Фактический диапазон, полученный при использовании одного из источников, будет гораздо уже.

<sup>1</sup>Детекторы Si можно использовать только с источниками белого света (галогеновыми).

<sup>2</sup>Перед использованием такие детекторы необходимо охладить жидким азотом.

<sup>3</sup>Детекторы InSb не дают сигнал под воздействием интенсивного света. При установке и юстировке необходимо начать с минимальной апертуры.

<sup>4</sup>Светоделители CsI очень гигроскопичны (чувствительны к влаге).

### Приставки

Спектрометр Nicolet 6700 позволяет использовать помимо традиционных приставок целый набор Smart-приставок. ИК-фурье спектрометры Nicolet FT-IR идентифицируют Smart-приставку сразу после ее установки и устанавливают параметры программного обеспечения соответствующим образом. Кроме того, для проверки работы приставки осуществляется тестирование качества спектральной информации.

Подробная информация об установке, управлении и поддержании каждой Smart-приставки содержится в интерактивных учебных пособиях. Запуск учебного пособия Smart Accessory осуществляется нажатием по названию приставки в опции Sampling Techniques в меню Help.

#### *Smart-приставки*

**Smart Diffuse Reflectance.** Диффузное отражение позволяет анализировать сильно рассеивающие свет твердые вещества, которые трудно анализировать трансмиссионными методами. Приставка также подходит для анализа образцов, которые не предполагается модифицировать (например, порошков). Приставка позволяет анализировать различные типы образцов с использованием встроенных пробоотборных чашек.

**Smart Orbit™.** Эта горизонтальная ATR-приставка содержит долговечный алмаз и шарнирную башню для создания одинакового давления на все об-

разцы. Приставка может быть использована для анализа во всех областях ИК-диапазона.

### *Пробоотборные приставки*

**Приставка Transmission E.S.P.<sup>™</sup>** Трансмиссионный метод – это наиболее эффективный метод отбора проб для ИК-Фурье спектроскопии. Он подходит для анализа жидкостей, газов и твердых веществ. Для трансмиссионного анализа используются различные кюветы и держатели для образцов, устанавливаемые в кюветное отделение. Технология Thermo Electron's E.S.P. (Enhanced Synchronization Protocol) обеспечивает непрерывное общение приставки с программным обеспечением OMNIC.

## СНЯТИЕ СПЕКТРОВ

### Предварительная подготовка к снятию спектров

Перед началом сбора спектров необходимо проверить следующее:

#### 1. Проверка системы продувки.

Для продувки ИК-Фурье спектрометра используют сухой воздух или азот, не содержащие пары воды, масла, углекислый газ и прочие реактивные или поглощающие ИК излучение материалы. Инертные газы, например аргон, нельзя использовать для продувки, поскольку могут повредить спектрометр. Для продувки спектрометра не рекомендуется использовать легко воспламеняющиеся газы.

Систему продувки рекомендуется держать включенной постоянно. Это способствует своевременному очищению спектрометра от нежелательных газов, защищает оптику и улучшает термическую стабильность системы. Если спектрометр не оснащен приставкой Smart Purge, регулятор давления должен быть установлен на 20–40 фунтов на квадратный дюйм (psi), а показания расхода составлять около 30 стандартных кубических футов в час (scfh).

#### 2. Проверка десиканта.

Десикант предназначен для защиты светодетектора и прочих оптических компонентов, снижая количество накапливающихся внутри спектрометра паров воды. Пакет с десикантом должен находиться под крышкой отсека светодетектора. В процессе эксплуатации прибора необходимо ежемесячно (во влажном климате – чаще) проверять уровень влажности внутри спектрометра. Для этого используют кнопку «*Осушитель*» под закладкой «*Диагностика*» в диалоговом окне «**Параметры эксперимента**». Если влажность превышает установленное пороговое значение, на экране должно появиться предупреждение, в этом случае для обеспечения защиты оптики нужно заменить десикант.

#### 3. Включение компонентов системы.

Выше было отмечено, что спектрометр рекомендуется держать включенным постоянно. В том случае, если прибор выключен, то необходимо провести

его включение так, как описано в разделе «Основные сведения о спектрометре». После этого включают компьютер.

Выключение компонентов системы производится в обратной последовательности: компьютер – спектрометр – приставки.

#### 4. Охлаждение детектора.

Охлаждение жидким азотом требуется лишь некоторым детекторам (например, MCT или InSb). Для этого нужно заполнить дьюар детектора жидким азотом (дьюар вмещает около 750 мл), дать детектору остыть в течение 20 минут. После этого можно приступить к сбору спектров.

При работе с жидким азотом необходимо соблюдать осторожность, следуя правилам техники безопасности.

#### 5. Запуск программного обеспечения OMNIC.

Запуск программного обеспечения можно осуществить следующими способами:

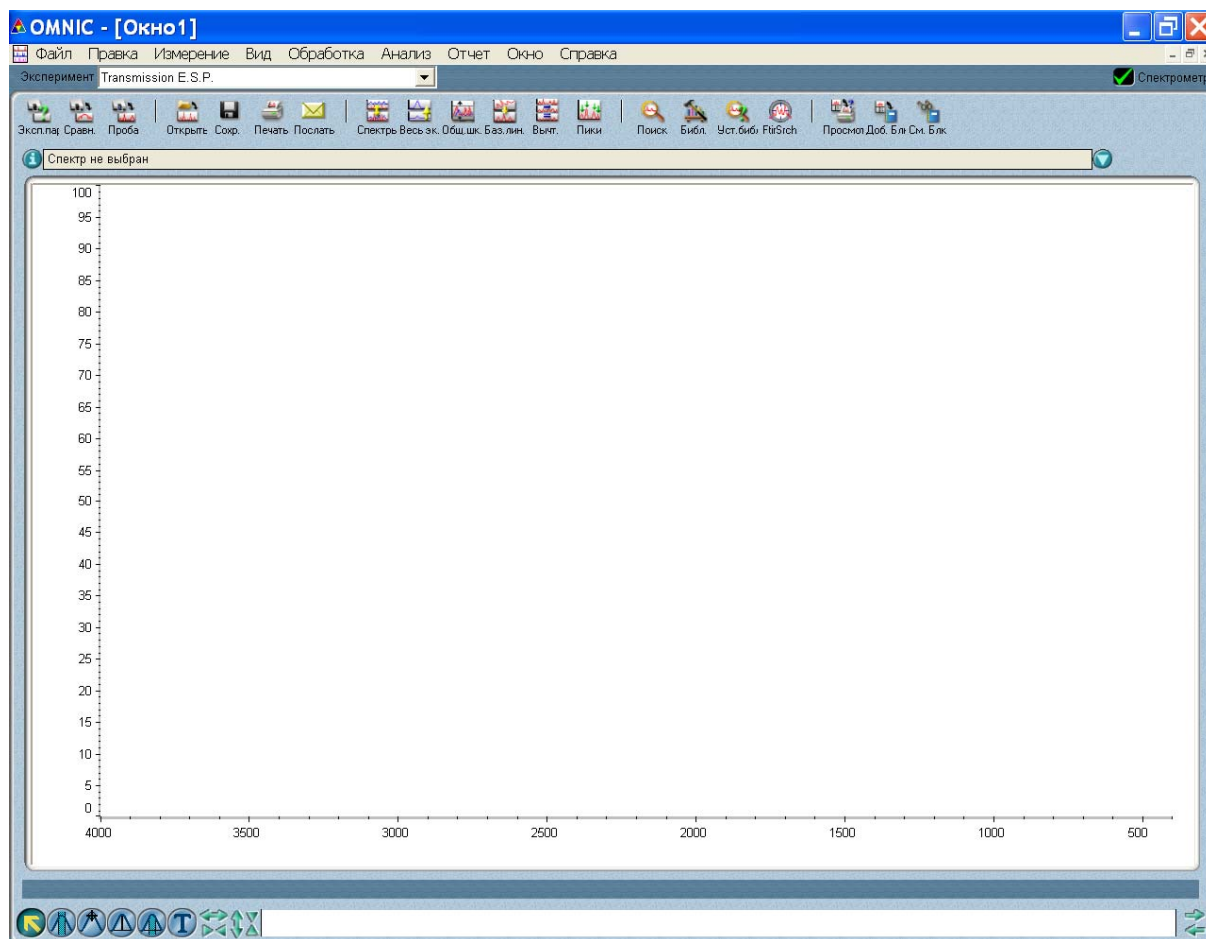
- двойным щелчком по левой клавише мыши по ссылке OMNIC на рабочем столе Windows;

- нажать на кнопку **ПУСК** в панели задач Windows, установить курсор на «**ВСЕ ПРОГРАММЫ**», выбрать папку Thermo Nicolet, а затем нажать на программу OMNIC.

На экране монитора появляется окно OMNIC, описание которого приведено в следующем разделе.

### Окно OMNIC

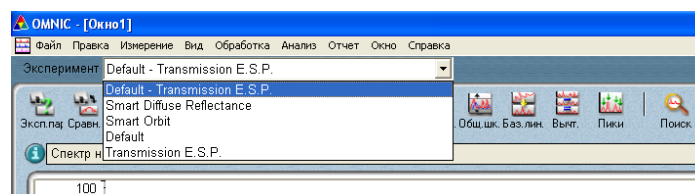
Окно OMNIC (рис. 6) появляется на экране при запуске программного обеспечения OMNIC.



**Рис. 6. Окно OMNIC.**

Внутри окна OMNIC находится окно спектра, предназначенное для представления спектра. Если спектр находится в этом окне, то с ним можно проводить различные операции, используя команды OMNIC. Например, можно изменить формат спектра или произвести поиск в спектральной библиотеке для идентификации соединения.

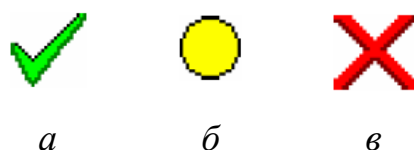
Под строкой заголовка находится строка меню (рис. 7), которая содержит названия всех меню OMNIC.



**Рис. 7. Строка меню и поле эксперимент.**

Под строкой меню находится поле «ЭКСПЕРИМЕНТ» с разворачивающимся списком. Список содержит названия всех открытых файлов экспериментов, а также название файла эксперимента по умолчанию и файла эксперимента для любого установленного модуля Smart Accessory.

Справа от поля «ЭКСПЕРИМЕНТ» находится индикатор «СПЕКТРОМЕТР». Если индикатор представляет собой зеленую галочку, это свидетельствует о том, что спектрометр успешно прошел через все диагностические тесты (рис. 8, *а*). О перегреве детектора свидетельствует желтый кружок индикатора (рис. 3, *б*). При этом на экране должно появиться соответствующее сообщение, позволяющее скорректировать ситуацию. Если индикатор представляет собой красный значок (рис. 3, *в*), это значит, что спектрометр не прошел диагностический тест. На экране должно появиться соответствующее сообщение, позволяющее получить доступ к инструкциям по исправлению сложившейся ситуации.



**Рис. 8. Возможные показания индикатора**

В верхней части окна OMNIC под строкой «ЭКСПЕРИМЕНТ» находится панель инструментов, каждая кнопка которой представляет определенную команду или функцию. Чтобы увидеть название команды, нужно подвести курсор к кнопке и немного подождать; для инициирования команды или функцию, нужно щелкнуть по кнопке левой кнопкой мыши.

В нижней части окна OMNIC находится палитра инструментов (рис. 9), содержащая шесть инструментов для выбора спектра (рис. 9, *а*) или спектральной области (рис. 9, *б*), изменения режима представления спектра в спектральном окне, определения высоты (рис. 9, *с*) и площади пика (рис. 9, *д*), а также для мечения пиков (рис. 9, *е*). О функциях отдельных инструментов свидетельствуют их названия и внешний вид.





**Рис. 9. Палитра инструментов:**

*a* – выделение; *b* – выбор области; *v* – спектральный курсор; *z* – определение высоты пика; *d* – определение площади пика; *e* – создание комментариев.

Одновременно можно использовать только один инструмент. Чтобы воспользоваться инструментом, необходимо выделить его с помощью левой клавиши мыши. Инструмент останется выделенным до тех пор, пока не будет выбран другой инструмент.

В процессе использования инструмента над палитрой может появиться информация о работе инструмента (например, координаты курсора или границ выбранной спектральной области по осям *X* и *Y*). На рис. 10 показан пример значений по осям *X* и *Y* для инструмента выделения (курсор находится в пределах спектра).

X:(1318,206) Y:(2,797)

**Рис. 10. Координаты курсора.**

### **Выбор эксперимента**

Программное обеспечение OMNIS содержит целый набор различных экспериментов. Выбор эксперимента осуществляется с помощью опции «**ЭКСПЕРИМЕНТ**», находящейся под строкой меню OMNIS (рис. 7) и позволяющей быстро установить параметры программного обеспечения для выбранного типа эксперимента. Также выбор эксперимента можно осуществить, выбрав опцию «*Открыть*» в диалоговом окне «**Параметры эксперимента**». Доступ к «**Параметрам эксперимента**» осуществляется через панель инструментов или меню «**ИЗМЕРЕНИЕ**».

Опцию «**Параметры эксперимента**» можно использовать для установки и сохранения собственных параметров экспериментов, а также для проверки и редактирования параметров выбранного эксперимента.

Если установлена приставка Smart Accessory<sup>TM</sup>, выбор требуемого эксперимента осуществляется автоматически (также возможно представление списка возможных экспериментов).

Описанное в настоящем методическом руководстве учебное пособие использует эксперимент Default – Transmission (или Transmission E.S.P.). Такой эксперимент можно использовать в большинстве случаев.

### **Выбор конфигурации**

Прежде чем приступить к получению спектра, необходимо открыть конфигурационный файл для установки набора программных опций. Для этого в меню «**ФАЙЛ**» выбирают опцию «**Открыть конфигурацию**», на экране появляется диалоговое окно «**Открыть конфигурацию**» со списком возможных конфигурационных файлов. Открытие одного из этих файлов позволяет быстро установить целый набор опций.

Из предложенного списка конфигурационных файлов необходимо выбрать файл **DEFAULT.CON**, позволяющий установить опции для выбранной процедуры, и затем нажать ОК.

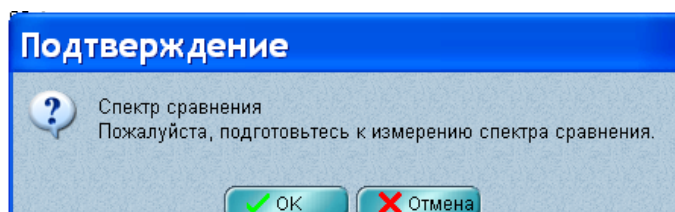
### **Получение спектра образца**

Запуск сбора данных, т.е. снятие ИК-спектра образца, можно осуществить одним из следующих способов:

1. Нажать на клавишу Sample в верхней части спектрометра (рис. 2).
2. Нажать левой клавишей мыши по кнопке «**Проба**» на панели инструментов.
3. Выбрать опцию «**Спектр пробы**» в меню «**ИЗМЕРЕНИЕ**».
4. Нажать одновременно клавиши Ctrl+S на клавиатуре.

Определение спектра образца обычно производится по отношению к спектру фона (спектру сравнения) – ответ спектрометра в отсутствие образца. Деление спектра образца на фон позволяет устранить влияние, оказываемое прибором и атмосферными условиями, и получить итоговый спектр, все пики которого принадлежат только образцу.

Используемый эксперимент Transmission E.S.P. предполагает получение спектра фона перед каждым образцом, на экране должна появиться подсказка подготовиться к получению спектра фона (рис. 7).



**Рис. 11. Окно подтверждения снятия спектра сравнения**

Посмотрев сквозь сдвижную дверцу и убедившись, что в используемой приставке отсутствует исследуемый образец, для запуска сбора данных нажимают ОК правой клавишей мыши или клавишу ОК/Enter на верхней панели спектрометра (рис. 2), дающей подтверждающий ответ, например, на вопрос подсказки, в процессе сбора данных.

Если в держателе приставки присутствует образец, то перед нажатием клавиши ОК/Enter его необходимо извлечь:

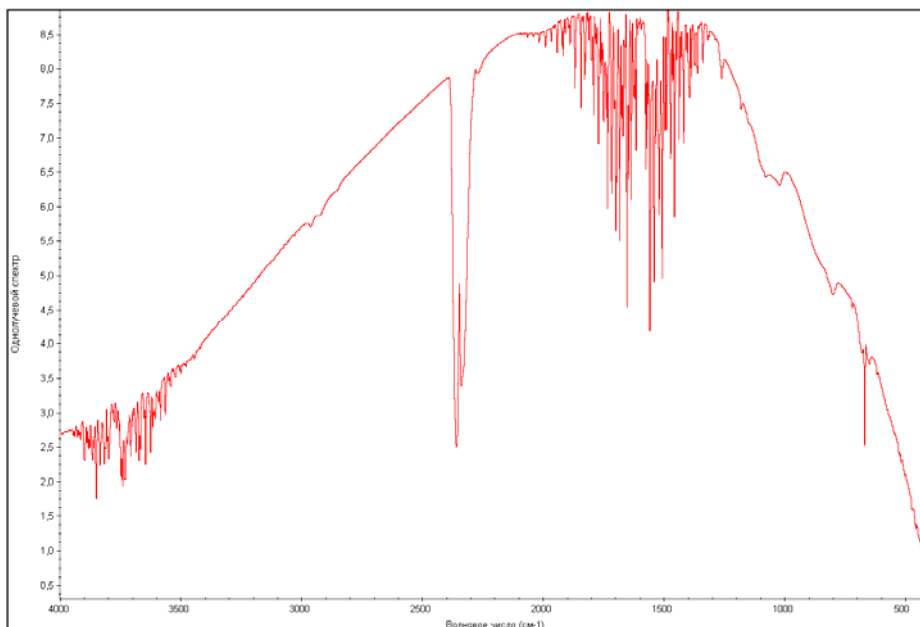
- если спектрометр снабжен системой продувки, но не имеет приставки *Smart Purge*, то открывают сдвижную дверцу, удаляют образец, закрывают дверцу, ждут одну минуту и нажимают ОК;

- если спектрометр оборудован приставкой *Smart Purge*, то открывают сдвижную дверцу, удаляют образец, а затем задвигают дверцу так, чтобы она осталась открытой примерно на 1 см до возвращения скорости потока продувочного газа к нормальной, закрывают дверцу полностью и нажимают ОК;

- если спектрометр герметично закрыт и прошел десикацию, то открывают сдвижную дверцу, удаляют образец, закрывают дверцу и нажимают ОК.

Спектр сравнения (спектр фона) появляется в окне OMNIC – [Проба]. В процессе сбора данных происходит обновление спектра.

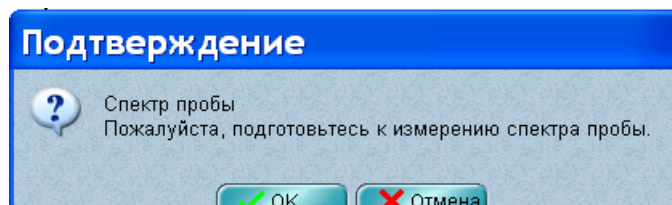
На рис. 12 представлен типичный спектр фона для средней ИК области.



**Рис. 12. Спектр фона для средней ИК области.**

В большинстве случаев, если не были изменены параметры эксперимента, получать новый спектр фона для каждого спектра образца не обязательно. Однако для получения хороших результатов снятие спектра фона должно производиться регулярно (каждые четыре часа). Получение нового спектра фона для каждого образца обычно бывает необходимо только при проведении количественных экспериментов.

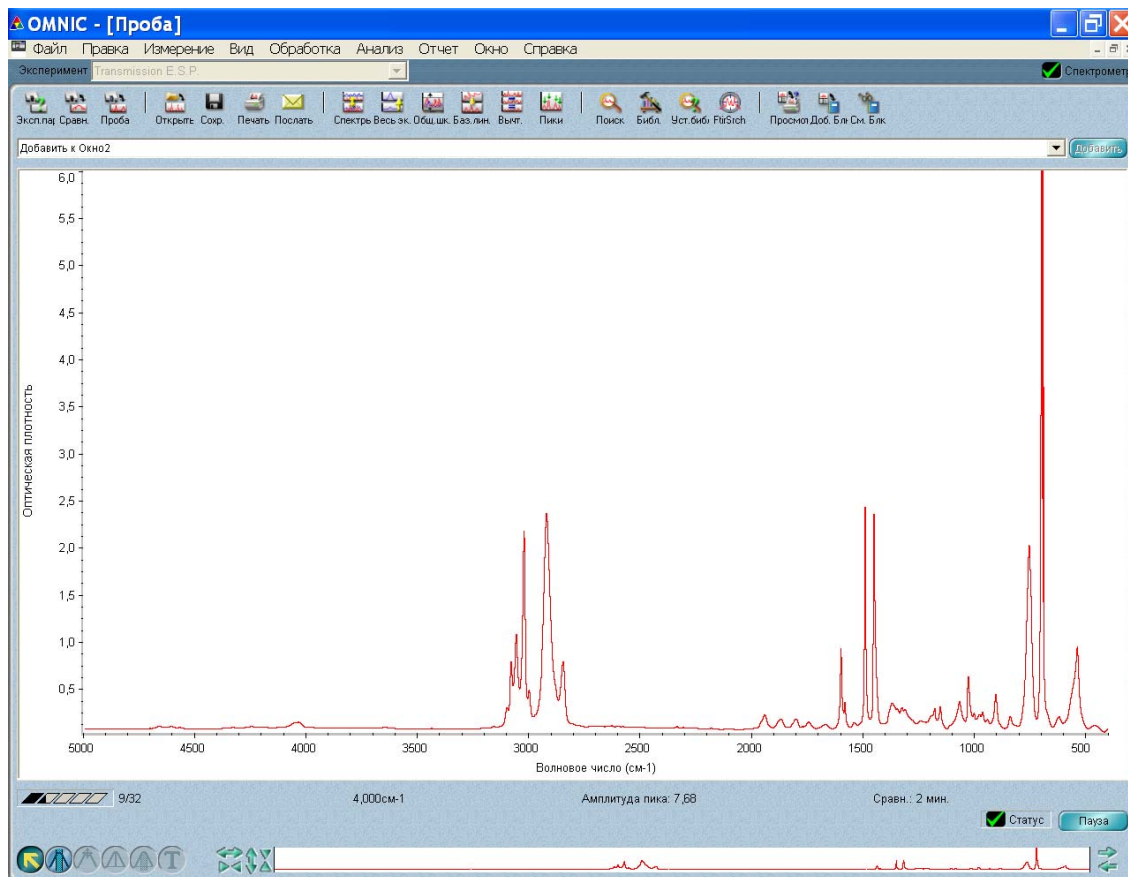
По окончании сбора данных на экране появляется подсказка подготовиться к получению спектра образца (рис. 13).



**Рис. 13. Окно подтверждения снятия спектра пробы**

Прежде, чем нажать клавишу ОК/Enter, в держатель приставки устанавливают исследуемый образец через сдвижную дверцу. В случае *если спектро-*

метр оборудован приставкой *Smart Purge* поступают так же, как и при удалении образца (см. выше) и нажимают клавишу OK/Enter. После этого происходит сбор данных, в процессе чего осуществляется обновление спектра образца в окне OMNIC – [Проба] (рис. 14).



**Рис. 14. Окно сбора данных спектра образца.**

Ход сбора данных отражает шкала, расположенная под спектром (рис. 15). Справа от шкалы через дробь приведено количество сканов, завершенных к текущему моменту, и общее количество сканов.

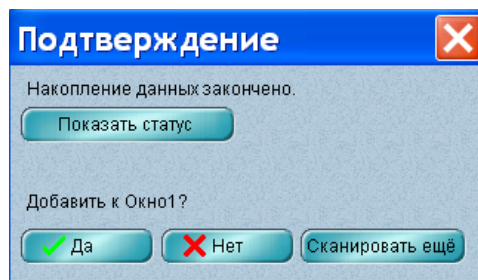


**Рис. 15. Шкала сбора данных.**

Статус процедуры сбора данных демонстрирует индикатор «СТАТУС», расположенный в нижней части окна OMNIC – [Проба] (рис. 14). Если индикатор представляет собой зеленую галочку (рис. 8, а), это значит, что спектр ус-

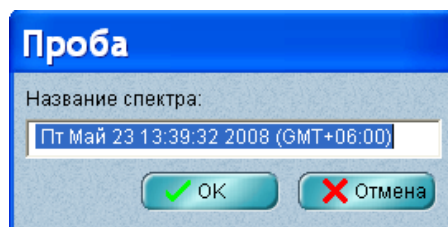
пешно прошел проверку качества. Спектр можно добавить в спектральное окно (если добавление не производится автоматически) в том случае, когда сбор данных завершен и индикатор представляет собой зеленую галочку. В случае возникновения проблем в процессе сбора данных вид индикатора «СТАТУС» изменяется. Если индикатор представляет собой желтый кружок (рис. 8, б), это значит, что спектр не прошел проверку качества (измеренное значение находится вне допустимого диапазона), но остановка сбора данных не требуется. О наличии серьезных проблем с качеством спектра свидетельствует красный значок индикатора (рис. 8, в). В этом случае необходимо устранить проблему и запустить процедуру получения спектра повторно.

Чтобы просмотреть информацию о процедуре сбора данных вместе со списком возникших проблем, необходимо щелкнуть по индикатору «СТАТУС», а также воспользоваться клавишей «Показать статус» из окна сообщения, появившегося на экране после завершения процедуры (рис. 16). Для каждой из перечисленных в списке проблем существует клавиша «Пояснение», обеспечивающая доступ к описанию проблемы и инструкциям по ее устранению.



**Рис. 16. Окно подтверждения.**

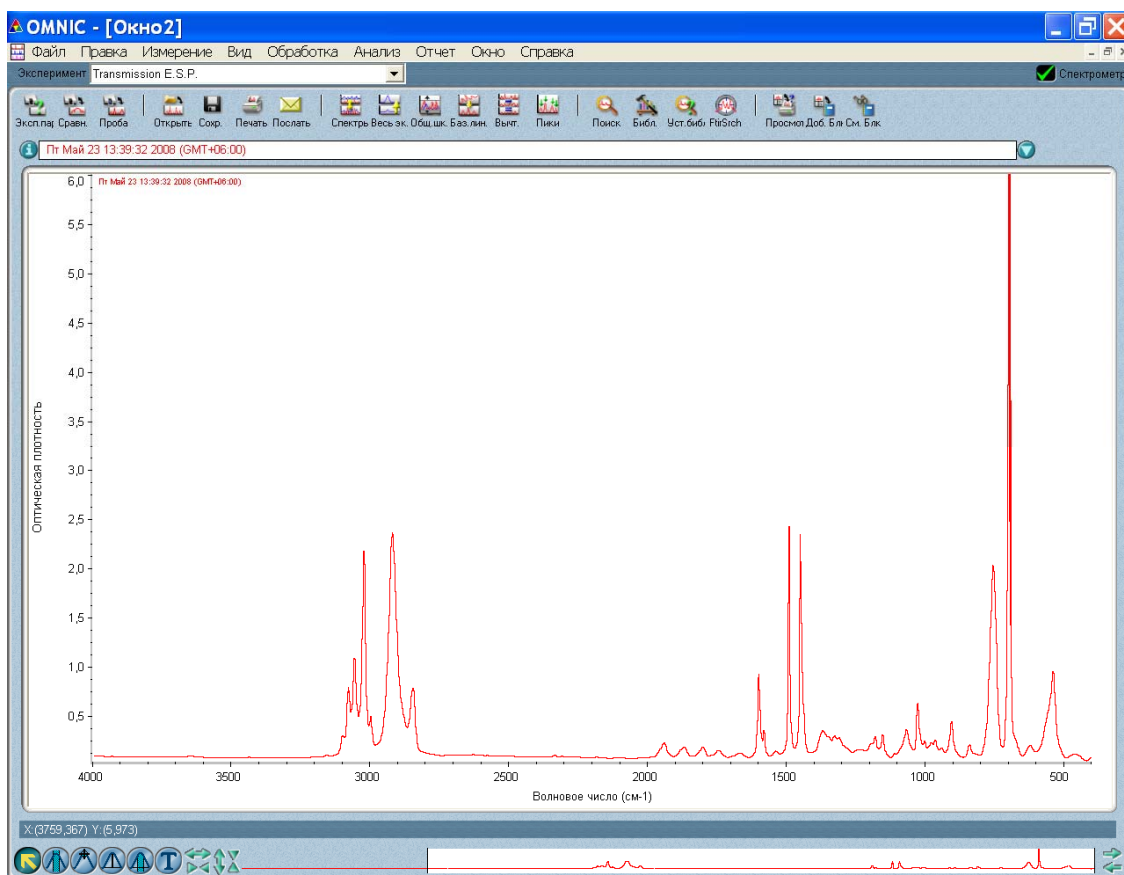
После завершения сбора данных на экране появляется диалоговое окно с названием спектра образца по умолчанию (рис. 17), которое можно изменить. После нажатия ОК может появиться сообщение (рис. 16), позволяющее добавить спектр в спектральное окно.



**Рис. 17. Окно названия спектра образца.**

Если выбрана опция «*Помещать спектр в новое окно*» (группа «*Измерение*»), доступ к которой осуществляется через опцию «**Настройка**» в меню «**ПРАВКА**»), такое сообщение на экране не появится. В этом случае программа автоматически помещает спектр в новое спектральное окно.

Спектр образца добавляется в спектральное окно (рис. 18) нажатием клавиши «Да» (рис. 16). Если нажать «Нет», то процедура будет завершена без сохранения спектра. Выбор «Сканировать еще» позволит провести дополнительное сканирование с помощью кнопки «Еще», при этом произойдет возврат к окну OMNIC – [Проба].



**Рис. 18. Спектральное окно.**

## **Повышение качества спектральных данных**

### ***Повышение линейности и фотометрической точности***

Некоторые детекторы (в том числе PbSe, Si, MCT-A и InSb) очень чувствительны. Насыщение или появление возмущений (нелинейности и фотометрической неточности) может иметь место в том случае, если перед попаданием на детекторный элемент энергия света не снижается или если детектор дает слишком большое усиление.

Если детектор ненасыщен, то однолучевой спектр на участке  $600\text{--}375\text{ см}^{-1}$  представляет собой прямую линию, приближающуюся к нулевой интенсивности. Расстояние от 0 до базовой линии должно быть меньше 1% от максимальной интенсивности спектра. Если детектор насыщен, то на стороне нижней длины волны будет наблюдаться ложная энергия. Базовая линия может быть расположена далеко от нуля. Когда расстояние между базовой линией и нулем превышает 20% от максимальной интенсивности спектра, это может свидетельствовать о перегрузке электроники детектора. В этом случае необходимо обратиться за помощью в службу поддержки пользователя.

Наличие возмущений сигнала может стать причиной проблем с фотометрической точностью. Для того, чтобы получить хорошие количественные результаты, интерферограммы образца и фона должны быть примерно одинакового размера. Рассеивающие образцы и образцы с повышенной плотностью дают очень слабые сигналы, которые при сравнении с более интенсивными фоновыми сигналами могут вызвать возмущение количественных данных.

Если интерферограммы фона и образца сильно отличаются по размеру, это может свидетельствовать о наличии проблем с фотометрической точностью.

Решить указанные проблемы можно следующими способами: 1) установить ограничивающий полосу пропускания фильтр; 2) установить энергетический экран; 3) отрегулировать дополнительную диафрагму (если установлена).

Следует отметить, что выбор экрана или фильтра зависит от анализируемых образцов и условий анализа.



Ограничивающие полосу пропускания **фильтры** используют для повышения соотношения сигнал – шум и предупреждения насыщения детектора. Фильтр обеспечивает попадание на детектор только требуемой энергии. Колесо с фильтрами позволяет автоматически установить фильтр в луч перед сбором данных.

Металлические энергетические **экраны** препятствуют насыщению детектора и возникновению возмущений, блокируя часть энергии на всех частотах инфракрасного луча. В зависимости от используемого типа детекторов система может содержать комплект из четырех энергетических экранов.

Если проводимые эксперименты предполагают использование широкого диапазона частот, энергетический экран может оказаться наиболее эффективным средством для улучшения качества спектра.

В табл. 3 приведены энергетические экраны и указан процент инфракрасной энергии, пропускаемый каждым из экранов. В табл. 3 также указаны детекторы, обычно используемые с каждым из экранов. Эту таблицу можно использовать как отправную точку для коррекции проблем с линейностью.

Таблица 3. Характеристики энергетических экранов

Экран	% пропускания*	Детектор
Нет	100	DTGS
A	30	MCT-A
B	10	
C	3	
D	1	

\* Номинальные значения, которые могут варьировать по причине дифракции и мелких различий детекторов.

Для коррекции фотометрической точности может потребоваться экран, который пропускает меньшее количество ИК энергии. При использовании коррекции фотометрической точности может наблюдаться некоторое снижение отношения сигнал – шум, однако коррекция позволит получить более достоверные количественные данные. Это значит, что уменьшение отношения сигнал – шум меньше спада интенсивности сигнала.

Дополнительное колесо с энергетическими экранами позволяет автоматически установить экран в луч перед началом сбора данных.

Дополнительная *диафрагма* имеет отверстие с изменяемым диаметром, которое позволяет контролировать угловой размер ИК луча и количество попадающего на образец излучения. Дополнительная диафрагма имеет следующие преимущества:

- позволяет использовать более чувствительные детекторы;
- предупреждает насыщение инфракрасной энергией, поэтому ответ детектора становится более линейным;
- повышает точность волновых чисел и разрешения, т.к. выполняет функцию направленного (точечного) источника ИК излучения.

В общем, чем больше диафрагма, тем выше отношение сигнал-шум полученных данных. Чем меньше диафрагма, тем выше стабильность и точность. Диафрагмы малых размеров используются для проведения экспериментов с высоким разрешением.

Детекторы DTGS могут принять большую часть энергии источника. Это значит, что с такими детекторами можно использовать диафрагму больших размеров. Детекторы с азотным охлаждением очень чувствительные, поэтому они требуют использования небольшой апертуры или энергетического экрана.

Если установлена приставка с переменной апертурой, установка опции «*Диафрагма*» определяет площадь ее отверстия. Удвоение установки параметра обеспечивает удвоение площади отверстия. Энергия света пропорциональна площади диафрагмы. Установка 100 обеспечивает номинальный диаметр диафрагмы (8 мм) и площадь отверстия около  $0.50 \text{ см}^2$ .

### ***Улучшение отношения сигнал – шум***

Оптимизация отношения сигнал-шум требуется при анализе качественных данных. Это может быть особенно важно в том случае, если исследуются рассеивающие образцы или образцы, поглощающие много инфракрасной энер-

гии. Такие образцы дают слабый сигнал, который может легко «потеряться» из-за шума.

Улучшить отношение сигнал – шум можно несколькими способами. Наиболее часто используемый способ предполагает увеличение количества сканов, в результате которого снижается уровень шума. Повысить отношение сигнал-шум можно также, снизив разрешение (должна быть более высокой установка параметра «*Разрешение*», доступ к которому осуществляется через диалоговое окно «**Параметры эксперимента**» под закладкой «*Измерение*»).

Другой способ предполагает использование энергетического экрана, пропускающего больше света (или удаление энергетического экрана). В этом случае результирующий спектр может потерять в точности и стабильности. Проверка однолучевой базовой линии в районе нижнего предела позволяет получить полное представление о количестве возмущений. Если расстояние от 0 до базовой линии составляет более 15% от максимальной интенсивности спектра, вряд ли можно будет воспроизвести полученные результаты.

### ***Улучшение разрешения***

Для получения более высокого разрешения, можно уменьшить размер диафрагмы (если установлена соответствующая опция), а также удалить или установить энергетический экран, который пропускает больше света. Программное обеспечение для управления спектрометром автоматически изменит установки диафрагмы, если требуется луч меньшего размера. Следует иметь в виду, что уменьшение размера луча влечет за собой уменьшение отношения сигнал – шум.

## МАНИПУЛЯЦИИ СО СПЕКРАМИ

### Сохранение спектра

Сохранить полученный спектр на жестком диске можно следующим образом.

1. Выделить спектр образца, щелкнув по нему правой клавишей мыши.
2. Выбрать опцию «**Сохранить как**» в меню «**ФАЙЛ**». На экране появляется диалоговое окно «**Сохранить как**».
3. Ввести имя файла в поле «*Имя файла*». Например, C:\My Documents\OMNIC\Spectra\POLY.SPA. Текст имени файла может быть набран заглавными или строчными буквами. Директория для сохранения файла по умолчанию определяется установками под закладкой «*Файл*» в диалоговом окне «**Параметры**» (доступ осуществляется через опцию «**Настройка**» в меню «**ПРАВКА**»). При введении имени также можно воспользоваться клавишей «*Имя файла по названию*».
4. Нажать ОК.

Если введено имя уже существующего в данной директории файла, на экране появится сообщение с предложением заменить существующий файл. Нажатие No, позволит сохранить спектр под другим именем.

Спектр можно сохранить с использованием текущего имени файла и с помощью команды «**Сохранить**» в меню «**ФАЙЛ**».

Для сохранения нескольких спектров в одном файле в виде группы следует выделить интересующие спектры правой клавишей мыши при нажатой клавише Ctrl на клавиатуре или воспользоваться опцией «**Выделить все**» в меню «**ПРАВКА**». После этого нужно выбрать опцию «**Сохранить группу**» в меню «**ФАЙЛ**». Группы спектров сохраняются в файлах с расширением .SPG.

В том случае, если в дальнейшем потребуется поместить в архив или восстановить оригинальные данные, то вместе со спектрами необходимо сохранить и интерферограмму.

## Открытие и удаление сохраненных спектров

Для открытия сохраненного спектра выбирают опцию «Открыть» в меню «ФАЙЛ», находят интересующий спектр или группу спектров, выделяют имена соответствующих файлов и нажимают «Открыть». Можно выбрать несколько файлов, держа нажатой клавишу Ctrl.

Для удаления сохраненного спектра выбирают опцию «Удалить файлы» в меню «ФАЙЛ», чтобы вывести на экран диалоговое окно «Удалить файлы», находят и выделяют требуемые файлы спектров (расширение .SPA или .SPG), после этого нажимают «Удалить».

## Перевод спектра в другие единицы

Наиболее часто используемыми единицами являются % пропускания и единицы поглощения. Если целью исследования является визуальное сравнение полученного спектра с опубликованными спектрами сравнения, то необходимо использовать % пропускания; для проведения количественного анализа используют единицы поглощения.

Меню «ОБРАБОТКА» позволяет перевести спектр в различные другие единицы, которые подробно рассмотрены в интерактивной справочной системе OMNIC Help:

1. единицы Кубелка-Мунка, использующиеся для поиска спектров диффузного отражения в библиотеках спектров поглощения;
2. фотоакустические единицы, использующиеся для спектров, полученных с использованием фотоакустической приставки;
3. единицы % отражения, эквивалентные единицам % пропускания, однако % отражения лучше использовать для спектров, полученных методом отражения;
4. единицы  $\log(1/R)$ , использующиеся для полученных методом отражения спектров, предназначенных для количественного сравнения. Концентрация компонента часто находится в линейной зависимости от значения  $\log(1/R)$ .

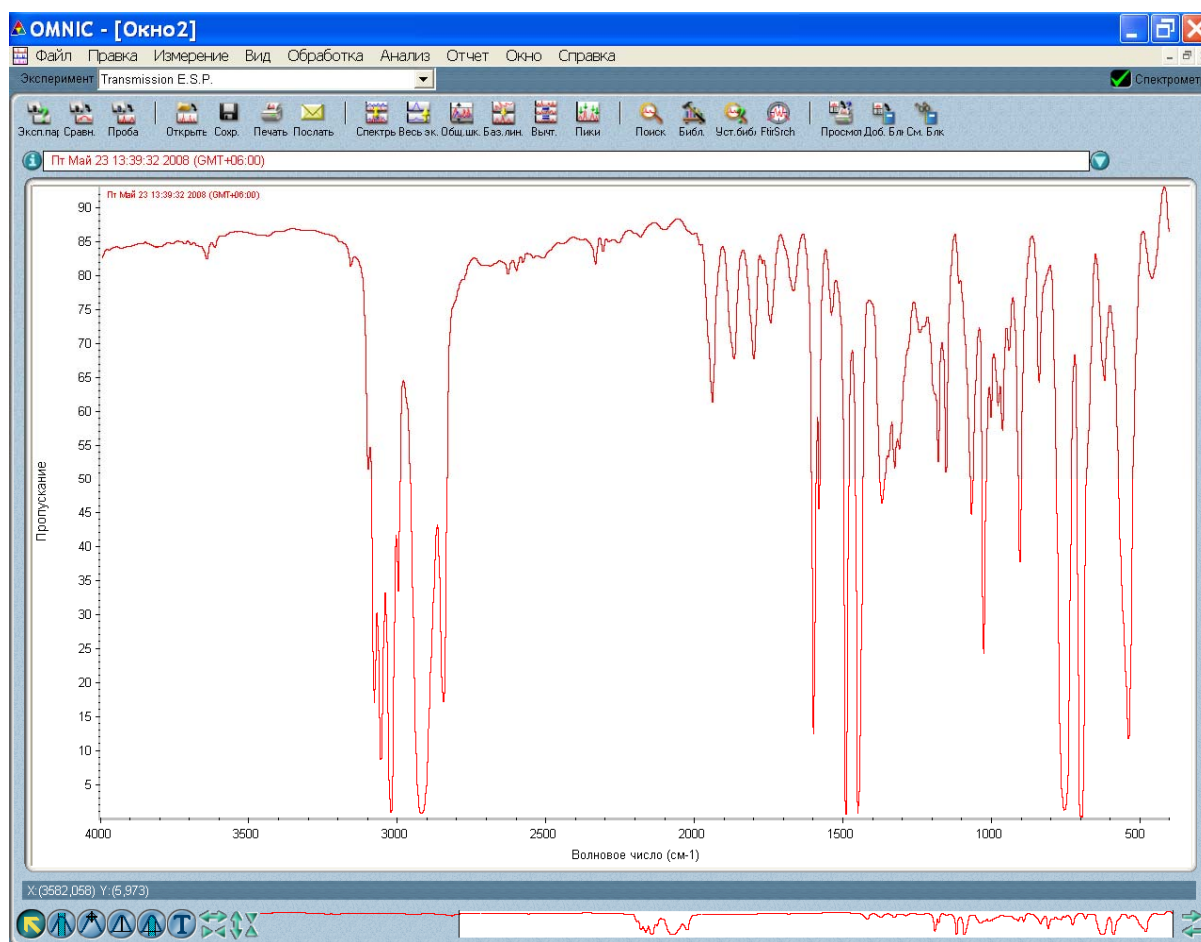
Многие команды OMNIC лучше работают со спектрами, полученными в

единицах поглощения, спектр переводят в указанные единицы с помощью команды «**Оптическая плотность**» в меню «**ОБРАБОТКА**». Приведенный ниже пример предполагает перевод спектра, представленного на рис. 18, в спектр пропускания (%), а затем снова в единицы поглощения.

Для перевода спектра образца (рис. 18), полученного в единицах поглощения, в спектр пропускания (%) необходимо:

1. Выделить спектр, щелкнув по нему левой клавишей мыши.
2. Выбрать опцию «**Пропускание**» в меню «**ОБРАБОТКА**».

На рис. 19 приведен спектр пропускания.



**Рис. 19. Спектр пропускания.**

Преобразовать спектр обратно в единицы поглощения можно, воспользовавшись опцией «**Оптическая плотность**» из меню «**ОБРАБОТКА**».

## Мечение пиков

### 1. Мечение пиков с помощью команды «Поиск пиков».

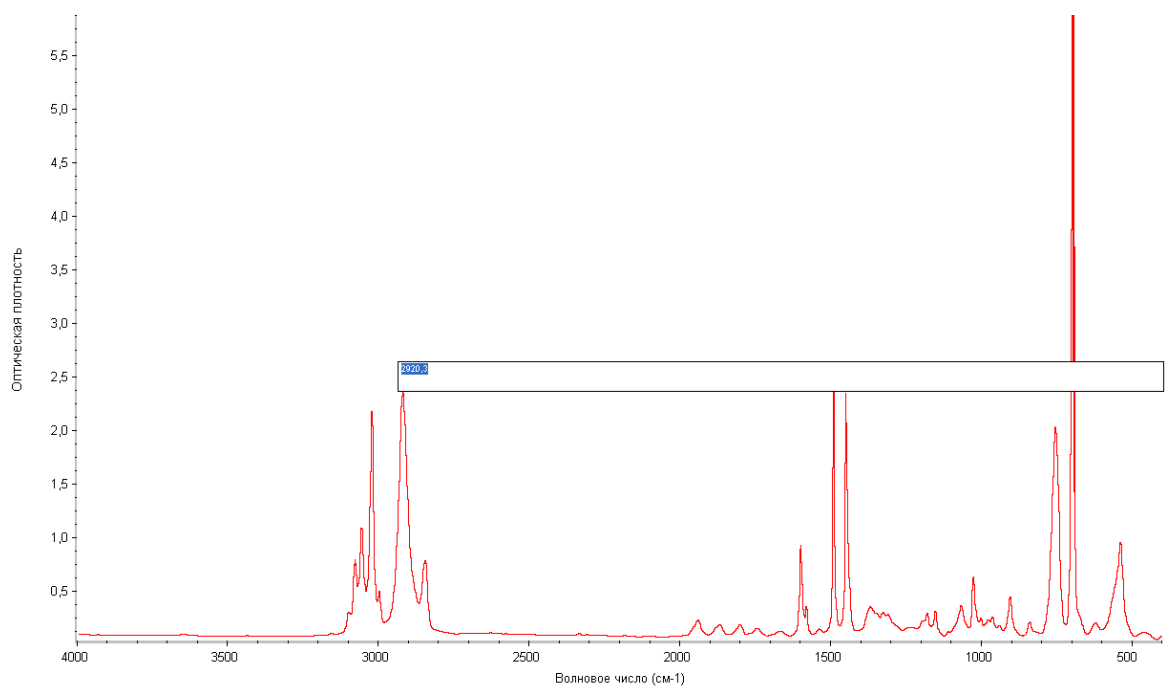
Найти и пометить пики, которые выше установленного порога, можно, воспользовавшись командой **«Поиск пиков»** в меню **«АНАЛИЗ»**.

### 2. Мечение пиков с помощью инструмента для создания комментариев.

Чтобы воспользоваться инструментом для создания комментариев необходимо выделить его с помощью левой клавиши мыши на палитре инструментов (рис. 9). Данный инструмент позволяет пометить пики, используя частоту их встречаемости (значения  $X$ ) или другую информацию.

Пометить пик можно щелкнув над ним с помощью указанного инструмента. При этом над пиком появятся выделенный текст ярлыка, который можно отредактировать, и линия, связывающая ярлык с пиком (рис. 19). Ввод окончательного варианта ярлыка подтверждается нажатием клавиши Enter на клавиатуре. Нажатие левой клавиши мыши рядом с пиком при нажатой клавише Shift позволяет более точно определить вершину пика. На спектре также появляется ярлык, ввод текста которого можно подтвердить нажатием на клавиатуре клавиши Enter.

Инструмент для создания комментариев позволяет производить и другие операции с ярлыком. Чтобы изменить существующий ярлык нужно щелкнуть по нему мышью, набрать новый текст и нажать Enter. Удалить существующий ярлык можно, щелкнув по нему мышью и нажав клавишу Delete.



**Рис. 19. Мечение пика с помощью инструмента для создания комментариев.**

### **Определение координат точки ( $X$ ; $Y$ ) на спектре**

Для определения координат точки на спектре по оси  $X$  или  $Y$  нужно воспользоваться специальным курсором, выделив его с помощью левой клавиши мыши на палитре инструментов (рис. 9, в). Координаты точки появятся над палитрой инструментов (рис. 10) после того, как будет выделена интересующая точка курсором.

### **Определение высоты пика**

Для определения высоты пика нужно воспользоваться инструментом для определения высоты, выделив его с помощью левой клавиши мыши на палитре инструментов (рис. 9, г). После того, как будет отрегулирована базовая линия, над палитрой появятся скорректированное и нескорректированное значения высоты пика.

### **Определение площади пика**

Для определения площади пика нужно воспользоваться инструментом



для определения площади пика, выделив его с помощью левой клавиши мыши на палитре инструментов (рис. 9, д). После того, как будет отрегулирована базовая линия, над палитрой появятся скорректированное и нескорректированное значения площади пика.

### **Представление спектров**

Чтобы проще было рассматривать или сравнивать спектры можно воспользоваться командами в меню «**ВИД**».

Опция «**На весь экран**» изменяет спектры таким образом, чтобы они точно соответствовали вертикальной шкале своей панели.

Опция «**Автоматически на всю шкалу**» проводит указанную операцию автоматически после применения видоискателя или инструмента выделения. Выводимая на экран ось ординат соответствует выбранному спектру.

Опция «**Общая шкала**» изменяет спектры таким образом, чтобы они не были срезаны в верхней или нижней части. Это позволяет сравнивать интенсивности полос различных спектров.

Опция «**Установить соответствие шкалы**» меняет ось ординат спектра таким образом, чтобы она совпала с осью ординат выбранного спектра, при этом шкала выбранного спектра не меняется. Это позволяет сравнивать интенсивности полос различных спектров.

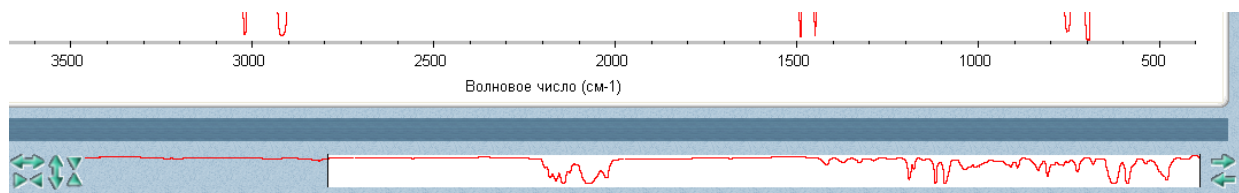
Опция «**Смещение шкалы**» сдвигает спектры по вертикали таким образом, чтобы уменьшить их перекрывание.

При использовании указанных команд необходимо помнить, что текущая ось ординат подходит для выбранного спектра, но может не подойти для других представленных в окне спектров.

### **Масштабирование фрагмента спектра**

Масштабирование фрагмента спектра осуществляется одним из перечисленных ниже способом.

1. С помощью инструмента для выделения (рис. 9, а) нарисовать рамку вокруг фрагмента, затем щелкнуть левой клавишей мыши внутри выделенного фрагмента.
2. Воспользоваться клавишами Expand/Contract в левой части видоискателя, расположенного в нижней части окна OMNIC (рис. 20), или перетащить маркеры внутри видоискателя, чтобы выделить меньшую область.



**Рис. 20. Видоискатель.**

3. Растянуть или сжать спектр по горизонтали можно, воспользовавшись расположенными на левом конце клавишами видоискателя Horizontal Expand/Contract (рис. 20). Для того чтобы растянуть или сжать спектр по вертикали, можно воспользоваться расположенными на правом конце клавишами видоискателя Vertical Expand/Contract (рис. 20).

## **Перемещение спектра**

### ***Перемещение спектра внутри панели спектра***

Переместить спектр внутри панели спектра вверх или вниз можно, воспользовавшись инструментом для выделения (рис. 9, а). Для перемещения спектра также можно использовать опцию «**Окно управления**» в меню «**ВИД**».

### ***Перемещение спектра в другое спектральное окно***

Перед перемещением спектра в другое спектральное окно необходимо выделить его с помощью инструмента для выделения (рис. 9, а). После этого перетащить спектр из одного окна в другое, при этом копия спектра появится во втором окне, а оригинал спектра останется в первом окне.

Для перемещения спектра можно также воспользоваться опциями «**Копировать**» или «**Вырезать**» в меню «**ВИД**» и вставить спектр в другое спектральное окно с помощью команды «**Вставить**».

## **Математические операции со спектрами**

### ***Вычитание спектров***

Вычитание спектров может быть использовано для

1. удаления пиков растворителя из спектра образца;
2. выделения компонентов из образца, представляющего собой смесь двух или более компонентов;
3. идентификации неизвестной примеси путем вычитания из спектра известного спектрального материала;
4. обеспечения качества путем вычитания спектра исходного образца из спектра следующего образца.

Для того, чтобы вычесть один спектр из другого, необходимо выбрать спектр – спектр образца, из которого требуется удалить спектральные элементы. Затем нажать на клавишу клавиатуры «Ctrl» и выбрать спектр – спектр сравнения, который нужно вычесть из спектра образца. После этого воспользуйтесь опцией «**Вычитание**» в меню «**ОБРАБОТКА**», при этом программное обеспечение вычисляет разность между двумя спектрами в каждой точке.

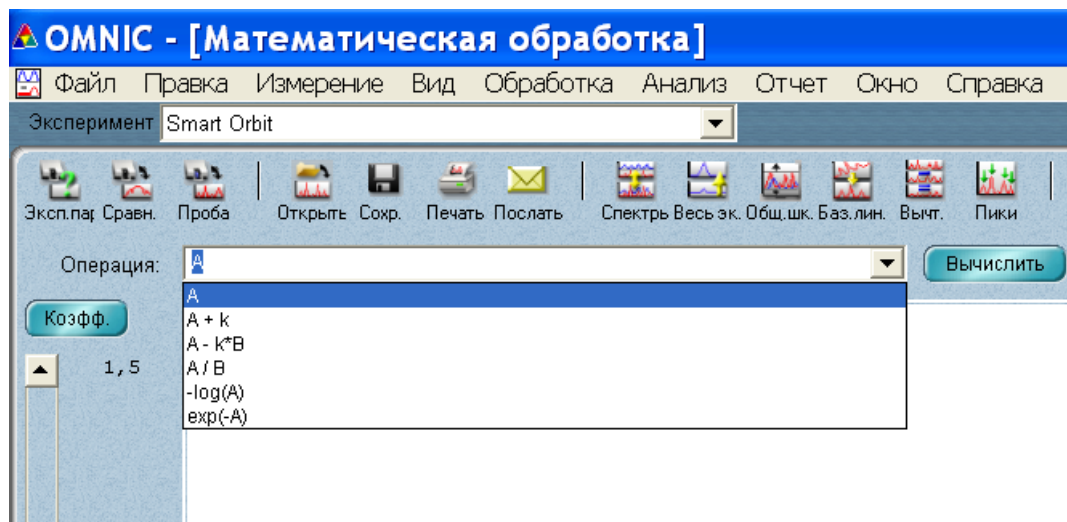
Вычитание возможно только в том случае, если выбрано два спектра.

Спектр разности будет представлен на нижней панели. Этот спектр представляет собой результат вычитания спектра сравнения из спектра образца с использованием представленного слева от спектра коэффициента. Если результат вычитания не устраивает, то можно изменить этот коэффициент.

### ***Другие математические операции***

Для манипуляции спектрами можно использовать любые математические действия с помощью опции «**Математическая обработка**» в меню «**ОБРАБОТКА**». При выборе команды на экране появится окно OMNIC – «Математи-

ческая обработка», позволяющее ввести требуемые операции в текстовое окно «*Операция*». Также можно выбрать один из примеров, представленных в разворачивающемся списке «*Операция*» (рис. 21). Программное обеспечение применит эти операции к значениям точек данных по оси  $Y$  и выведет на экран результирующий спектр.



**Рис. 21. Окно OMNIS – «Математическая обработка»**

## УСТАНОВЛЕНИЕ СОСТАВА ОБРАЗЦА

Установить состав исследуемого образца пробы можно, воспользовавшись функцией автоматического сравнения полученного спектра со спектрами из поисковых библиотек. Программное обеспечение сравнивает спектр образца со спектрами сравнения из соответствующего раздела библиотеки, после чего сообщает пользователю, совпадает ли спектр образца с библиотечным спектром и выводит на экран список библиотечных спектров, наиболее похожих на неизвестный спектр.

Чтобы провести сравнение спектра образца со спектрами сравнения из библиотеки, нужно сделать следующее:

1. Выделить спектр, щелкнув по нему правой клавишей мыши.

Для получения наилучших результатов к спектру можно применить одну из описанных ниже коррекций.

- Коррекция базовой линии проводится с помощью опции **«Коррекция базовой линии»** из меню **«ОБРАБОТКА»** в том случае, если эта линия наклонная, искривленная или сдвинутая по вертикали.
- Коррекция спектров, содержащих полосы полного поглощения. Устранение этих полос осуществляется с помощью опции **«Маскирование»** из меню **«ОБРАБОТКА»**. При этом следует не затрагивать области, содержащие важную спектральную информацию. Выбрать область спектра, не содержащую полос полного поглощения, можно, воспользовавшись специальным инструментом (рис. 9), что позволит избежать потери важной спектральной информации.
- Коррекция Крамера–Кронига используется для корректирования дисперсионных эффектов спектров, полученных с использованием зеркального или диффузного отражения. Доступ к данной коррекции осуществляется через опцию **«Другая коррекция»** в меню **«ОБРАБОТКА»**.
- Коррекция ATR используется для корректирования глубины проникновения и осуществления поиска в библиотеке трансмиссионных

спектров в спектрах, полученных с использованием приставки ATR (attenuated total reflection – нарушенное полное отражение). Доступ осуществляется через опцию «**Другая коррекция**» в меню «**ОБРАБОТКА**».

- Спектр, содержащий пики воды или оксида углерода (IV), корректируют, удаляя пики этих веществ, с помощью опции «**Другая коррекция**» в меню «**ОБРАБОТКА**».

При поиске будут использованы только те фрагменты спектров, которые находятся внутри выбранной области (выбор осуществляется с помощью закладки «*Диапазон*» в диалоговом окне «**Параметры библиотек**»). Выбранная область должна совпадать с диапазоном библиотечных спектров. В том случае, когда диапазон спектра шире диапазона любого из библиотечных спектров, необходимо выбрать область с помощью специального инструмента, а затем запустить поиск. Для вывода на экран требуемой области также можно использовать видоискатель. Команда «*Поиск*» применяется к выбранной области или к фрагменту, который в текущий момент находится на экране, если область не была выбрана.

## 2. Выбрать опцию «**Параметры поиска**» в меню «**АНАЛИЗ**».

На экране появляется диалоговое окно «**Параметры библиотек**» с закладкой «*Поисковые библиотеки*» (рис. 22).

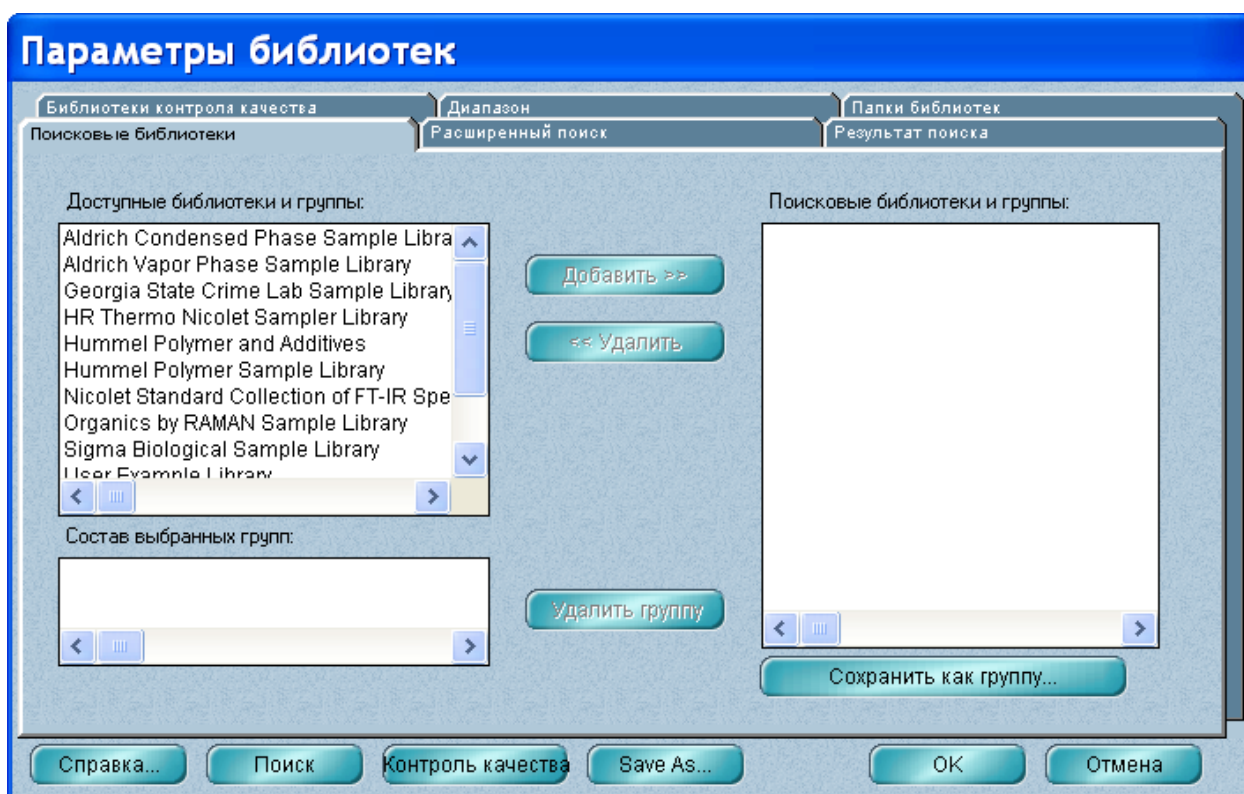


Рис. 22. Диалоговое окно «Параметры библиотек».

3. Добавить нужную библиотеку к списку сравнения.

Для этого нужно щелкнуть по соответствующему названию библиотеки в поле «Доступные библиотеки и группы», а затем нажать клавишу «Добавить». Библиотеки, перечисленные в поле «Поисковые библиотеки и группы» (рис. 20), будут использоваться для сравнения спектра интересующего образца.

4. Выбрать «Поиск» в диалоговом окне «Параметры библиотек», чтобы запустить процедуру сравнения.

Запустить сравнение можно в любое время с помощью опции «Поиск» в меню «АНАЛИЗ».

После запуска процедуры поиска на экране должно появиться окно OM-NIC – [Поиск]. В нижней части окна находится шкала, отражающая ход процедуры сравнения.

После завершения процедуры сравнения на отдельных панелях в верхней части окна появятся спектр образца и наиболее похожие на него библиотечные спектры (рис. 23). Комментарии находится в нижней части экрана.

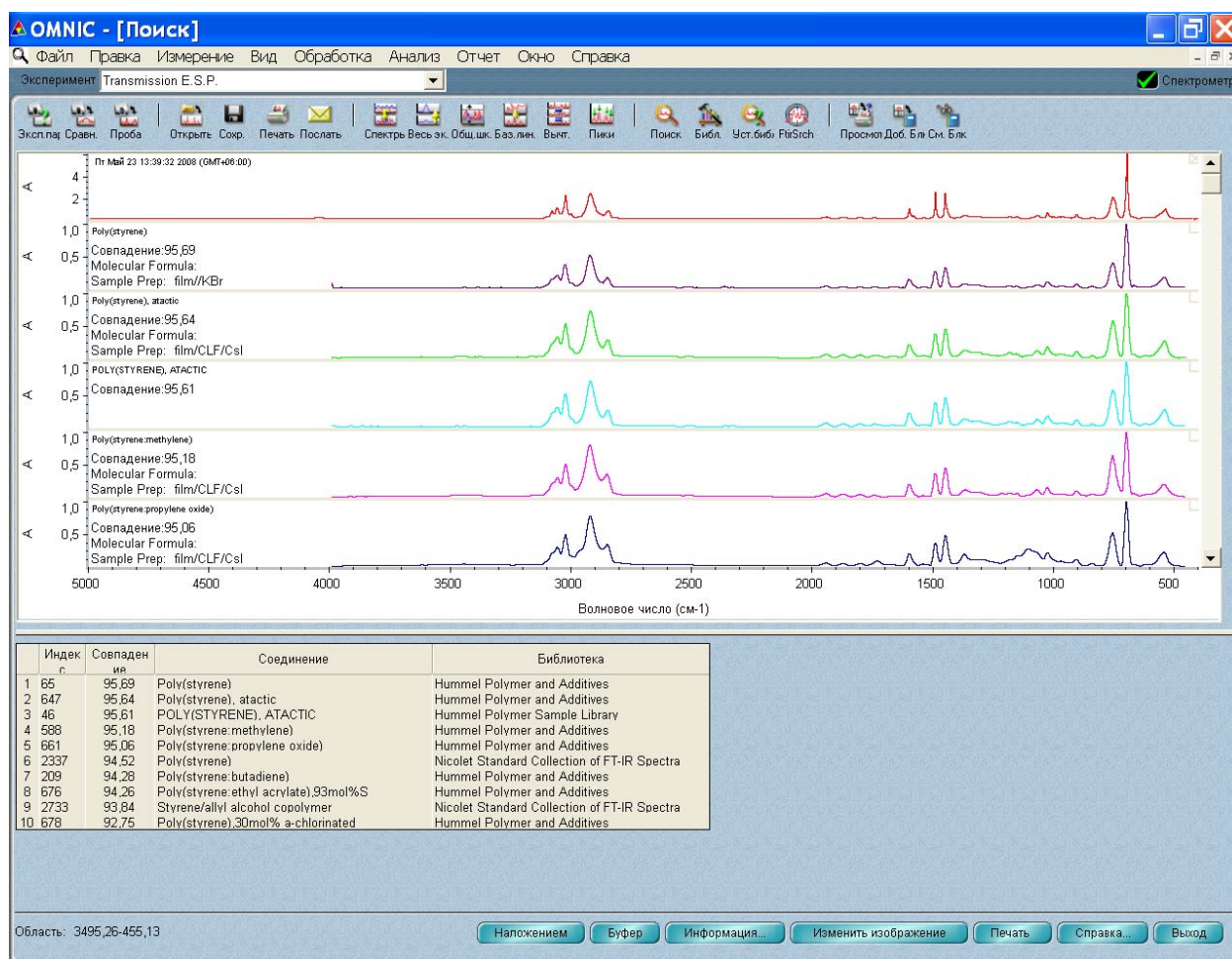


Рис. 23. Окно OMNIC – [Поиск], отражающее результаты поиска.

5. Закрывать окно OMNIC – [Поиск], выбрав функцию «Выход» в нижнем правом углу окна (рис. 23).



## СОЗДАНИЕ ПОЛЬЗОВАТЕЛЬСКОЙ БИБЛИОТЕКИ

Для создания пользовательской спектральной библиотеки при использовании программного обеспечения OMNIC, необходимо запустить мастер «Мастер создания библиотек», выбрав опцию **«Работа с библиотеками»** в меню **«АНАЛИЗ»** и щелкнув по клавише *«Создание библиотеки»* под закладкой **«Названия библиотек»**.

Созданную библиотеку можно использовать вместе с готовыми библиотеками для идентификации неизвестных спектров, а также для проверки состава образца. Если библиотека имеет вид текстографического буферного файла, то можно найти спектр путем поиска текста.

После того, как библиотека будет создана, можно добавить к ней спектр одним из следующих способов:

1. Воспользовавшись опцией **«Внесение в библиотеку»** в меню **«АНАЛИЗ»** или перетащив спектр в соответствующую папку под закладкой **«Названия библиотек»** в окне **«Работа с библиотеками»**.
2. Воспользовавшись клавишей *«Измерение спектра»* под закладкой **«Названия библиотек»** в окне **«Работа с библиотеками»** (доступ осуществляется через меню **«АНАЛИЗ»**), можно получить спектр и добавить его к пользовательской библиотеке. Программное обеспечение автоматически установит параметры эксперимента (например, *«Разрешение»*) таким образом, чтобы спектр был совместим с параметрами выбранной библиотекой. Это позволяет получить и добавить совместимый спектр в один этап вместо трех (использование опции **«Параметры эксперимента»** для установки параметров, опции **«Спектр образца»** для получения спектра и опции **«Внесение в библиотеку»** для добавления спектра к библиотеке).

## СОЗДАНИЕ И ПЕЧАТЬ ОТЧЕТА

Программное обеспечение OMNISC позволяет легко создать и распечатать отчет, содержащий результаты проведенной работы. Для этого необходимо следовать приведенным ниже инструкциям.

1. Выбрать опцию **«Шаблон»** в меню **«ОТЧЕТ»**.

На экране появится диалоговое окно, позволяющее выбрать шаблон для составления отчета.

2. Выбрать файл шаблона под названием **QSSCOMP.RPT**.

Данный файл шаблона содержит секции для окна спектра, времени снятия спектра, заголовка, комментариев и результатов сравнения.

При выборе файла шаблона справа должно появиться изображение шаблона для предварительного просмотра. Данная возможность позволяет узнать, что представляют собой различные шаблоны, и выбрать наиболее подходящий вариант.

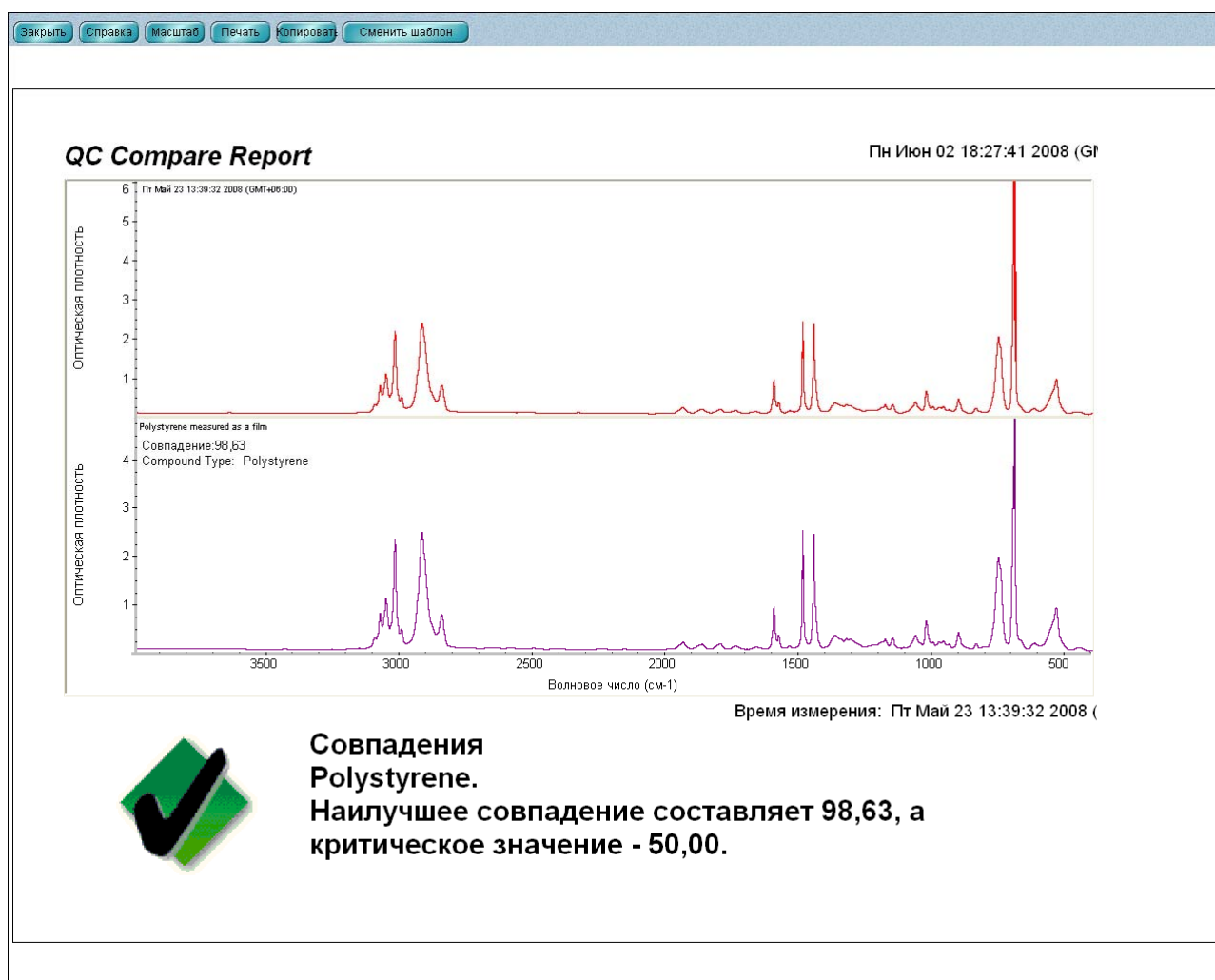
3. Выбрать опцию **«Выбрать»**, для того, чтобы сделать указанный шаблон текущим для распечатки отчетов.

В процессе создания отчета программа OMNISC автоматически заполнит поля шаблона соответствующей информацией и изображениями. Например, если элемент шаблона связан с активным спектральным окном, содержимое этого окна будет включено в отчет.

Можно модифицировать существующий отчет, сохранив измененный шаблон под новым именем.

4. Выбрать опцию **«Просмотр/Печать отчета»** в меню **«ОТЧЕТ»**.

На экране появится предварительное изображение отчета (рис. 24).



**Рис. 24. Предварительное изображение отчета.**

Вывести на экран увеличенное изображение отчета также можно, щелкнув по кнопке «**Масштаб**».

Предварительное изображение позволяет проверить содержимое отчета перед его распечаткой.

5. Выбрать опцию «**Печать**» (если к компьютеру подключен принтер) для распечатки отчета.

На экране появится диалоговое окно «Печать», позволяющее установить параметры печати.

6. Нажать «Печать».

Принтер начнет печатать отчет.

Инструкции по созданию отчетов, их распечатке и добавлению к регистрационным журналам приведены в учебном пособии «**Создание отчета**», дос-

туп к которому осуществляется через опцию «**Изучение программы OMNIS**» в меню «**СПРАВКА**».

## ОБСЛУЖИВАНИЕ

В настоящей главе приведено описание процедур по обслуживанию спектрометра, обеспечивающие эффективность работы прибора.

### Проведение диагностических тестов

Проверка работы компонентов спектрометра и определения источника проблемы в случае неправильного функционирования системы осуществляется через закладку *«Диагностика»* в диалоговом окне *«Параметры эксперимента»*.

Программное обеспечение OMNIC осуществляет непрерывный мониторинг работы компонентов спектрометра и демонстрирует их статус с помощью индикатора *«СПЕКТРОМЕТР»*, расположенного под строкой меню в окне OMNIC (рис. 6).

Для проведения диагностического тестирования необходимо проделать описанные ниже манипуляции.

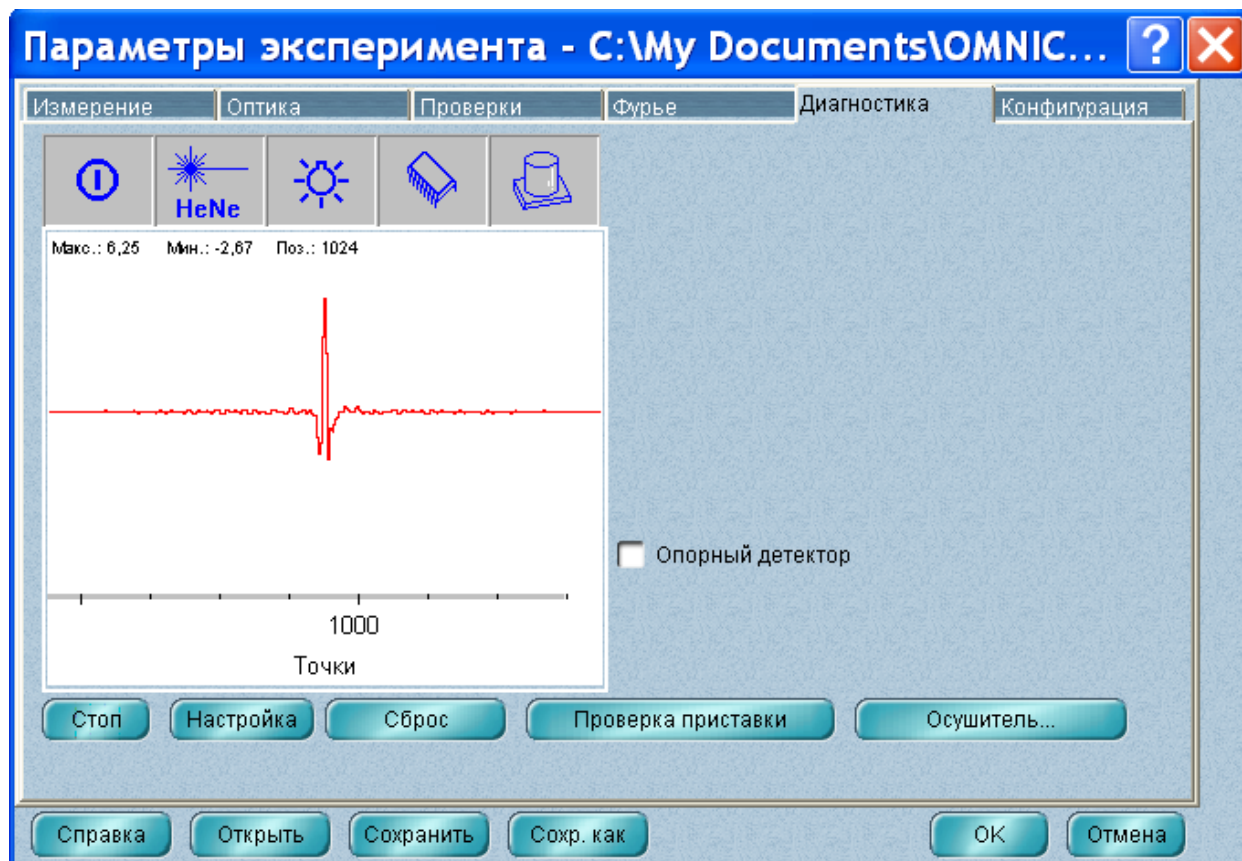
**1. Удалить образцы из кюветного отделения или пробоотборные приставки** (кроме трансмиссионного держателя образца).

**2. Выбрать команду «Параметры эксперимента»** в меню *«ИЗМЕРЕНИЕ»* или на панели инструментов. На экране появится диалоговое окно *«Параметры эксперимента»*.

**3. Нажать на закладку «Диагностика».** На экране появится закладка *«Диагностика»* со значками, соответствующими основным компонентам спектрометра и дисплеем для отображения сигнала детектора в режиме реального времени (рис. 25).

**4. Запустить тестирование компонента,** щелчком по значку индикатора этого компонента. На экране появится диалоговое окно, демонстрирующее статус компонента. Если рабочие величины находятся в пределах допустимого диапазона, в колонке *«Статус»* должна появиться галочка (рис. 8, а). Если величина выходит за пределы установленного диапазона, в этой колонке *«Статус»* должен появиться красный значок (рис. 8, в).

5. Нажать **ОК** по окончании просмотра информации.



**Рис. 25.** Диалоговое окно «Параметры эксперимента» – «Диагностика»

## Юстировка

В настоящем разделе описано использование программного обеспечения OMNIC для юстировки спектрометра и приставок.

### *Юстировка спектрометра*

Юстировку спектрометра с помощью программного обеспечения OMNIC проводят еженедельно для обеспечения оптимальной работы системы (высокая интенсивность сигнала, низкий уровень шума и хорошая чувствительность) по описанной ниже схеме.

**1. Удалить из кюветного отделения образцы и пробоотборные приставки** (кроме трансмиссионного держателя образца). Во время юстировки путь луча должен быть свободен.

**2. Выбрать опцию «Параметры эксперимента» в меню «ИЗМЕРЕ-**

НИЕ» или на панели инструментов. На экране появится диалоговое окно «Параметры эксперимента».

3. Установить параметр «Кюветное отделение» под закладкой «Оптика» на «Главное» (рис. 26).

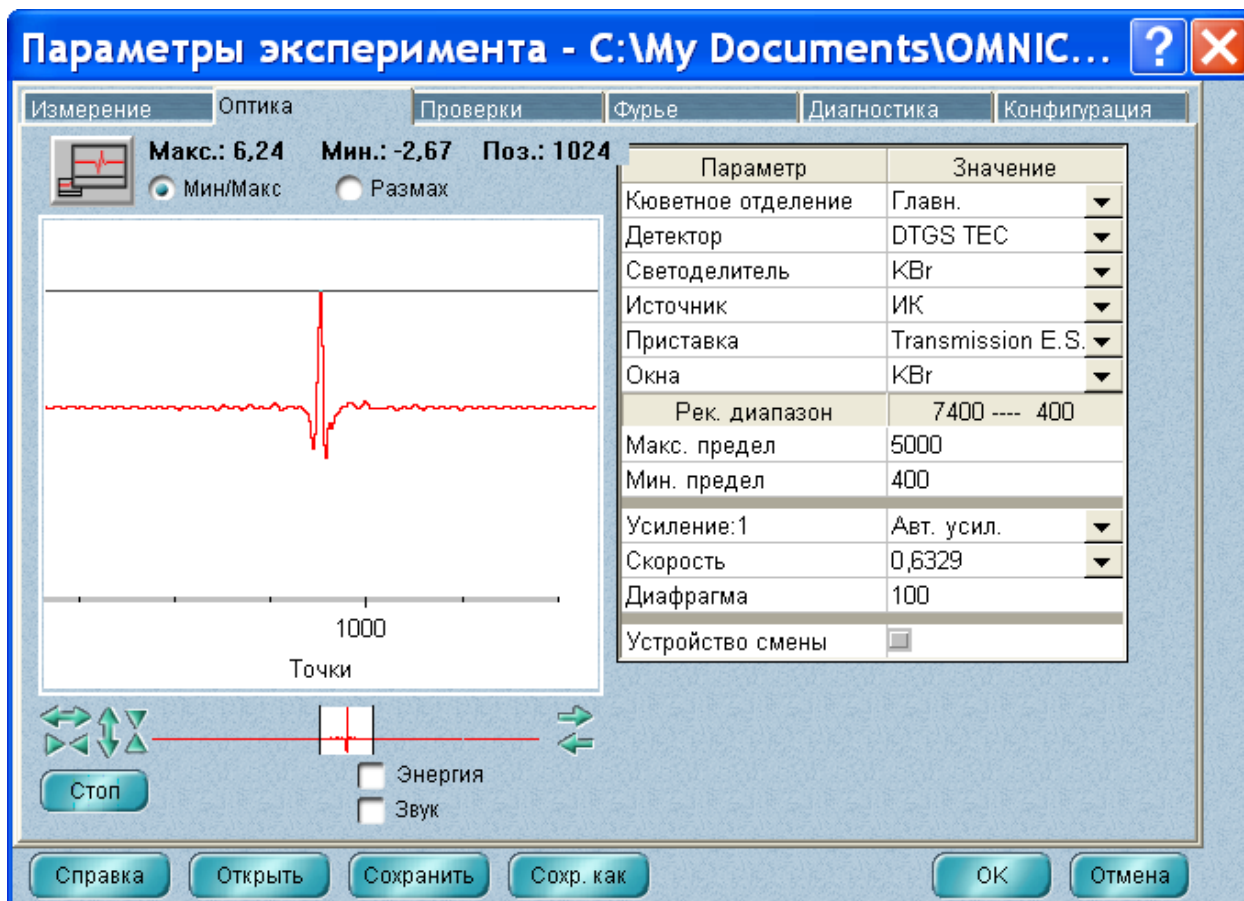


Рис. 26. Диалоговое окно «Параметры эксперимента» – «Оптика».

4. Установить параметр «Усиление» под закладкой «Оптика» на 1.

Опцию «Автоматическое усиление» использовать нельзя.

5. Нажать клавишу «Настройка» под закладкой «Диагностика» (рис. 25). При нажатии на клавишу «Настройка» система начнет процесс оптимизации сигнала детектора. Процедура юстировки должна занимать 2–4 минуты. Дисплей для представления сигнала детектора меняется с получением каждой новой интерферограммы. Интенсивности положительных и отрицательных пиков высвечиваются рядом с обозначениями «Макс.» и «Мин.» над дисплеем.

6. Закрыть диалоговое окно «Параметры эксперимента» после завершения юстировки.

В том случае, если спектрометр был только что включен в сеть или передвинут, прежде чем приступить к юстировке, необходимо подождать 15 минут (для достижения наилучшего результата – 1 час) для стабилизации спектрометра.

### ***Юстировка приставок***

Юстировка приставок, устанавливаемых в кюветное отделение спектрометра, осуществляется после проведения юстировки спектрометра без приставки. Затем устанавливают параметр «**Кюветное отделение**» под закладкой «**Оптика**» в диалоговом окне «**Параметры эксперимента**» в соответствии с используемой приставкой, параметр «Усиление» на значение, обеспечивающее достаточную интенсивность приставки. Приставки ATR (attenuated total reflection – нарушенное полное отражение) и приставки с диффузным отражением обычно используют усиление 2–4. В том случае, если юстировка не позволила добиться оптимальной интенсивности сигнала, можно провести юстировку каждой из приставок вручную. Подробные инструкции приведены в руководстве по эксплуатации приставки. При ручной юстировке приставки необходимо следить за максимальным положительным или отрицательным пиком интерферограммы под закладкой «**Оптика**» – чем больше этот пик, тем выше интенсивность сигнала.

Smart-приставки юстировки не требуют.

### ***Проверка работы спектрометра***

Проверку работы спектрометра следует проводить еженедельно, при этом следует регистрировать фактические значения результатов проверки. В процессе тестирования программное обеспечение измеряет ответ оптической системы спектрометра и атмосферную абсорбцию внутри спектрометра, затем получает спектр «образца» при отсутствии образца в кюветном отделении. Результатом тестирования является кривая 100%-го пропускания, представляющая собой шум (прямую линию на 100% пропускания).



Проверка работы спектрометра осуществляется следующим образом:

**1. Удалить из кюветного отделения образцы или пробоотборные приставки** (кроме трансмиссионного держателя образца).

**2. Заккрыть программное обеспечение OMNISC.** Таким образом обеспечивается нормальная работа программного обеспечения Bench Diagnostics.

**3. Запустить программное обеспечение Bench Diagnostics.**

Для этого нажать клавишу **ПУСК** на панели задач Windows, выбрать **Все программы**, нажать на Thermo Nicolet и выбрать Bench Diagnostics.

**4. Нажать клавишу Performance Tests** и следовать появляющимся на экране инструкциям.

Если уровень шума выше нормального или он существенно изменился, необходимо обратиться за помощью в службу поддержки пользователя Thermo Electron Technical Support или представительство компании.

## УСТРАНЕНИЕ НЕИСПРАВНОСТЕЙ

### Устранение неисправностей программного обеспечения

Программное обеспечение OMNIC осуществляет непрерывный автоматический мониторинг статуса системы. В случае возникновения проблемы на экран автоматически выводится сообщение, обеспечивающее доступ к более подробной информации. В настоящей главе перечислены основные действия, позволяющие устранить наиболее распространенные неполадки программного обеспечения OMNIC.

Проблема	Возможные причины	Решение
Требуемый эксперимент не появился в списке в поля «ЭКСПЕРИМЕНТ».	Эксперимент был установлен вместе с программным обеспечением, но не был открыт.	Если эксперимент предназначен для Smart-приставки, необходимо установить соответствующую приставку. Эксперимент будет открыт автоматически и помещен в список поля «ЭКСПЕРИМЕНТ». Если эксперимент не предназначен для Smart-приставки, он будет добавлен к списку после его открытия с помощью опции «Параметры эксперимента».
После завершения сбора данных на экране появилось сообщение о том, что спектры образца и фона имеют неверное разрешение.	Разрешение текущего спектра фона не совпадает с разрешением, выбранным для получения спектра образца.	Изменить параметр «Разрешение» под закладкой «Измерение» в диалоговом окне «Параметры эксперимента» и получите спектр еще раз.
Библиотеки, созданные с использованием предыдущей версии OMNIC, не появились в окне «Параметры библиотек».	Библиотеки не принадлежат ни к одной из перечисленных в диалоговом окне директорий (обычно папка Libs в директории OMNIC).	Добавить директорию, воспользовавшись клавишей «Добавить директорию» под закладкой «Папки библиотек».

Проблема	Возможные причины	Решение
Спектр не получается добавить в пользовательскую библиотеку.	Разрешение спектра выше разрешения библиотеки.	Получить новый спектр с тем же разрешением, что и в библиотеке, предварительно установив параметр «Разрешение» под закладкой «Измерение» в диалоговом окне «Параметры эксперимента»). После этого добавьте спектр к библиотеке.
	Спектр взят из готовой библиотеки.	К пользовательской библиотеке можно добавить только полученные впервые спектры. Изменять готовые библиотеки невозможно. Содержащиеся в них спектры нельзя скопировать в другие библиотеки.

### Устранение неисправностей оборудования

Программное обеспечение OMNIC осуществляет непрерывный мониторинг работы и статуса спектрометра и информирует пользователя об обнаруженных проблемах. Индикатор «СПЕКТРОМЕТР», расположенный под строкой меню, демонстрирует статус спектрометра. Если в процессе проверки OMNIC обнаружит проблему, этот индикатор примет вид желтого кружка (рис. 8, б) или красного значка (рис. 8, в). Рядом с индикатором появится соответствующее предупреждение.

В настоящей главе перечислены основные действия, позволяющие решить наиболее часто возникающие проблемы со спектрометром. Если предложенные инструкции не помогли устранить проблему, необходимо обратиться к специалисту Thermo Electron.

Проблема	Возможные причины	Решение
В процессе получения спектра данные не выводятся на экран.	Плохо подсоединен кабель, предназначенный для передачи данных от спектрометра на компьютер.	Отключить питание спектрометра и проверить соединения кабеля.

Проблема	Возможные причины	Решение
В процессе получения спектра данные не выводятся на экран.	Необходима юстировка спектрометра.	Провести юстировку спектрометра (см. раздел ОБСЛУЖИВАНИЕ).
	Лазер не функционирует.	Проверить индикатор лазера под закладкой « <i>Диагностика</i> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ». В случае необходимости заказать новый лазер в Thermo Electron.
	Спектрометр перегрелся. (Проверить температуру можно, щелкнув по индикатору электроники под закладкой « <i>Диагностика</i> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> »).	Убедиться, что вентиляционные отверстия на задней панели спектрометра не забиты. Температура внешней среды должна составлять 16–27°C.
Нестабильная базовая линия.	Слишком высокая скорость потока продувочного газа.	Уменьшить скорость потока.
	Необходима юстировка спектрометра.	Провести юстировку спектрометра (см. раздел ОБСЛУЖИВАНИЕ)
	Необходима юстировка лазерного детектора.	Проверить баланс лазерных уровней, воспользовавшись программным обеспечением Bench Diagnostics. В случае необходимости провести юстировку спектрометра (см. выше). Если это не поможет, обратиться к специалистам Thermo Electron.
	Недопустимые условия внешней среды.	Убедиться, что условия внешней среды соответствуют требованиям.
	Десикант больше не способен поглощать водяные пары.	Проверить индикатор влажности и в случае необходимости заменить десикант.
	Крышку спектрометра недавно открывали.	Обеспечить продувку спектрометра в течение 3–5 минут после закрытия крышки.

Проблема	Возможные причины	Решение
Статусные индикаторы на крышке спектрометра не загораются после его включения.	К задней панели плохо подсоединен сетевой кабель.	Отключить питание спектрометра и проверить соединения спектрометра и блока питания. Убедиться, что фиксирующее кольцо хорошо затянуто.
	Питание спектрометра не включено.	Убедиться, что сетевой кабель как следует подсоединен к блоку питания и работающей розетке.
	Сетевой кабель не подходит для местной электросети.	Убедиться, что сетевой кабель подходит для выбранного источника переменного тока.
	Отсутствует или поврежден заземляющий штырь сетевого шнура.	Заменить сетевой кабель.
	Дефектный кабель или блок питания.	Замените сетевой кабель. Если устранить проблему не удалось, заменить блок питания.
Система не сканирует.	Лазер мигает.	Нажать на индикатор лазера под закладкой « <i>Диагностика</i> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ». Обратиться за помощью в Thermo Electron.
Система нормально сканирует, но дает очень низкую интенсивность сигнала.	Необходима юстировка спектрометра.	Провести юстировку спектрометра (см. раздел ОБСЛУЖИВАНИЕ).
	Установлена слишком высокая скорость движения зеркала.	Установить параметр «Скорость» под закладкой « <i>Оптика</i> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> » на меньшее значение.
Система нормально сканирует, но дает очень низкую интенсивность сигнала.	Неправильно установлена диафрагма (если есть приставка с переменной апертурой).	Проверить параметр «Диафрагма» под закладкой « <i>Оптика</i> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ». Для детекторов MCT-A, MCT-B, InSb, PbSe, Si и InGaAs установить диафрагму на 32; для детектора DTGS – на 100.
	Ход луча заблокирован.	Удалить блокирующий объект.

Проблема	Возможные причины	Решение
Система нормально сканирует, но дает очень низкую интенсивность сигнала.	Отсутствует интерферограмма.	Если статусный индикатор Source отключен, щелкните по индикатору источника под закладкой « <b>Диагностика</b> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ». Проверить ток и напряжение источника. Если статусный индикатор Source включен, проверить интерферограмму под закладкой « <b>Оптика</b> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ». Если интерферограмма отсутствует, проверить ход луча и детектор.
	Спектрометр перегрелся. Проверить температуру можете, щелкнув по индикатору электроники под закладкой « <b>Диагностика</b> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ».	Убедиться, что вентиляционные отверстия на задней панели спектрометра не забиты. Температура внешней среды должна составлять 16–27°C.
	Пробоотборная приставка неправильно установлена или требует юстировки.	Убедиться, что приставка правильно установлена. В случае необходимости провести юстировку приставки.
	Детектор несовместим со светоделителем.	Убедиться, что детектор совместим со светоделителем. В случае необходимости заменить детектор или светоделитель.
Низкая интенсивность сигнала. (Кроме того, время от времени может загораться индикатор Scan, и может сбиться юстировка спектрометра.)	Неравномерное горение источника.	Проверить работу источника, в случае необходимости заказать новый.
	Ход луча заблокирован.	Удалить блокирующий объект.
	Помутнение окошек кюветного отделения.	Заменить окошки.

Проблема	Возможные причины	Решение
Низкая интенсивность сигнала. (Кроме того, время от времени может загораться индикатор Scan, и может сбиться юстировка спектрометра.)	Помутнение светодетектора.	Проверить сигналы лазера, щелкнув по лазерному индикатору под закладкой « <b>Диагностика</b> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ». Если прибор имеет сменный светодетектор, в случае необходимости светодетектор можно заменить. Во всех прочих случаях обращаться в службу поддержки пользователя.
	Необходима юстировка спектрометра.	Провести юстировку спектрометра (см. раздел ОБСЛУЖИВАНИЕ)
	Неправильно установлена пробоотборная приставка.	Убедиться, что приставка установлена в соответствии с предложенными инструкциями.
	Неправильно установлен детектор.	Убедиться, что отверстие и щель в плате детектора совпадают с винтами на плате – основании спектрометра.
Статусный индикатор источника отключен.	Источник сгорел.	Проверить индикатор источника под закладкой « <b>Диагностика</b> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ». Обратиться в Thermo Electron, чтобы заказать сменный источник.
Статусный индикатор Scan не загорается, система не сканирует. <b>Внимание!</b> Через 1 час после прекращения пользовательской активности интерферометр прекращает сканирование, а индикатор Scan продолжа-	Спектрометр выключен.	Включить питание спектрометра.
	Не было запущено программное обеспечение спектрометра.	Запустить OMNIC (или другое используемое программное обеспечение).
	Необходима юстировка спектрометра.	Провести юстировку спектрометра (см. раздел ОБСЛУЖИВАНИЕ).
	Необходима переустановка электронного модуля.	Отключить питание компьютера и спектрометра. Оставить систему на 15 секунд, после чего включить спектрометр и

Проблема	Возможные причины	Решение
<p>ет гореть. Это нормально. Возобновление активности заставит интерферометр возобновить сканирование.</p>		<p>подождать до завершения начальных диагностических процедур. Затем включить компьютер и запустите программное обеспечение OMNIC.</p>
	Лазер мигает.	<p>Нажать на индикатор лазера под закладкой «<b>Диагностика</b>» в диалоговом окне «<b>Параметры эксперимента</b>». Обратиться за помощью в Thermo Electron.</p>
	Лазер отключен.	<p>Отключить питание спектрометра, отсоединить сетевой шнур, убедиться, что кабель лазера нормально подсоединен. <b>Внимание:</b> никогда не открывать кожух спектрометра, не отключив питание прибора и не отсоединив сетевой шнур.</p>
	Поврежден лазер или электронный модуль.	<p>Нажать на индикатор лазера под закладкой «<b>Диагностика</b>» в диалоговом окне «<b>Параметры эксперимента</b>». Если индикатор перечеркнут красной линией, щелкнуть по нему, чтобы просмотреть информацию о лазере.</p> <p>Если частота лазера находится за пределами установленного диапазона, обратиться в Thermo Electron за новым электронным модулем.</p> <p>Если ток или напряжения лазера находится за пределами допустимого диапазона, заменить лазер.</p>
	Спектрометр перегрелся. Проверить температуру можно, щелкнув по индикатору электроники под закладкой	<p>Убедиться, что вентиляционные отверстия на задней панели спектрометра не забиты. Температура внешней среды должна составлять 16–27°C.</p>



Проблема	Возможные причины	Решение
	« <b>Диагностика</b> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ».	
	Неисправный компонент.	Обратиться в Thermo Electron.
	Неправильно установлен светодетектор.	Если прибор имеет сменный светодетектор, проверить и переустановить светодетектор. В остальных случаях обратиться в Thermo Electron.
Статусный индикатор лазера отключен.	Не полностью закрыта крышка отсека светодетектора.	Закрыть крышку отсека светодетектора.
	Лазер сгорел.	Проверить индикатор лазера под закладкой « <b>Диагностика</b> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ». Обратиться в Thermo Electron, чтобы заказать сменный лазер.
При попытке запустить сканирование на экране появляется сообщение об ошибке.	Не работает источник света.	Проверить индикатор источника под закладкой « <b>Диагностика</b> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ». В случае необходимости заменить источник.
	Детектор МСТ не охлаждается.	Проверить и обеспечить охлаждение детектора.
	Пик интерферограммы не расположен на точке $1024 \pm 16$ под закладкой « <b>Оптика</b> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ».	Провести юстировку спектрометра. Если интерферограмма расположена неправильно, обратиться в Thermo Electron.
	Ход луча заблокирован.	Удалить блокирующий объект.
	Плохо подсоединен кабель, соединяющий спектрометр и компьютер.	Отключить питание спектрометра и проверить соединения кабеля.
	Детектор несовместим со светодетектором.	Заменить детектор или светодетектор.

## ***Проведение сложных диагностических тестов***

В случае возникновения проблем со спектрометром следует проводить предложенные ниже тесты. Диагностика позволяет получить информацию о состоянии компонентов, устранении неисправностей, замене деталей и заказе запасных деталей.

Диагностическое программное обеспечение Bench Diagnostics используется в следующих целях:

- для тестирования работы спектрометра,
- для тестирования специфических компонентов спектрометра,
- для получения информации о запасных деталях,
- для проверки конфигурации системы,
- для получения инструкций по устранению неисправностей.

Для запуска диагностики необходимо:

**1. Удалить образцы и пробоотборные приставки из кюветного отделения** (кроме трансмиссионного держателя для образца).

**2. Запустить программное обеспечение Bench Diagnostics.**

Для этого выбрать опцию «**Advanced Diagnostics**» в меню «**ИЗМЕРЕНИЕ**». Также можно после закрытия программного обеспечения OMNIC нажать на клавишу **ПУСК** на панели задач Windows, выбрать **Все программы**, открыть папку Thermo Nicolet и выбрать Bench Diagnostics. Таким образом, осуществляется доступ к сложным функциям программного обеспечения, которые не могут быть запущены через OMNIC.

**3. Для проведения диагностических тестов придерживаться инструкциям, появляющимся на экране.**

Чтобы выйти из программы Bench Diagnostics, нажать на клавишу «Close» на правом конце строки заголовка.

## **Устранение неполадок в процессе сбора данных**

Программное обеспечение должно проводить автоматическую проверку статуса полученных интерферограмм, а также спектров фона и спектров образ-

ца, если включена функция проверки качества спектральной информации OMNIC. Когда OMNIC проводит тестирования и обнаруживает проблему, индикатор «СТАТУС» принимает вид желтого кружка или красного значка (рис. 8, б и в). Для просмотра перечня обнаруженных во время сбора данных проблем нужно щелкнуть по индикатору или по клавише «Показать статус» (рис. 16).

В настоящей главе рассмотрены способы решения проблем, наиболее часто возникающих в процессе сбора данных. Если действия не дают желаемого результата, необходимо обратиться в сервисную службу Thermo Electron.

Проблема	Возможные причины	Решение
Спектр содержит бахромчатые фрагменты или каналы.	Образец содержит параллельные сильно отражающие стороны, которые отражают инфракрасный луч при установке образца перпендикулярно лучу.	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Создать новую пленку, воспользовавшись матирующим прессом.</li> <li>– Попробовать слегка потереть поверхность пленки наждачной бумагой или другим абразивом.</li> <li>– Повернуть образец таким образом, чтобы луч проходил сквозь образец под углом Брюстера. (Этот способ нельзя использовать при проведении количественного анализа образца.).</li> </ul>
Спектр содержит пики полного поглощения.	Используемый в трансмиссионном эксперименте образец слишком толстый или слишком концентрированный.	Использовать в случае работы с жидкостями и тонкими пленками более тонкий образец; при работе с твердыми веществами в таблетке KBr повысить его содержание в смеси.
Спектр содержит пики диоксида углерода, которые интерферируют с пользовательскими данными.	Спектрометр недостаточно хорошо продут.	Убедиться, что прибор использует подходящий продувочный газ и адекватную скорость продувки. Обеспечить продувку системы в течение 3–5 минут.

Проблема	Возможные причины	Решение
	Спектр фона слишком старый.	Получить новый спектр фона.
	Спектрометр не продут.	Установить подходящий источник с продувочным газом и комплект для продувки.
	Спектрометр продут, но из него не удален углекислый газ.	Заменить осушитель воздуха осушителем, обеспечивающим удаление углекислого газа. Также можно использовать азот для продувки спектрометра.
Спектр содержит пики воды, которые интерферируют с пользовательскими данными.	Десикант больше не поглощает пары воды.	Проверить индикатор влажности и в случае необходимости заменить десикант.
	Спектрометр недостаточно хорошо продут.	Убедиться, что прибор использует подходящий продувочный газ и адекватную скорость продувки. Обеспечить продувку системы в течение 3–5 минут.
	Спектрометр не продут.	Установить подходящий источник с продувочным газом и комплект для продувки.
Спектр содержит пики странной формы.	Образец, используемый в эксперименте с диффузным отражением, содержит компонент с зеркальным отражением.	Скорректировать спектр с помощью опции «Другая коррекция» в меню «ОБРАБОТКА», выбрав коррекцию Крамера–Кронига.
	Инфракрасный луч был отражен плоским блестящим образцом, измерения которого проводились с использованием приставки зеркального отражения.	Попробовать использовать менее сильно отражающий образец.

Проблема	Возможные причины	Решение
Спектр не содержит пиков.	В луче отсутствует образец.	Проверить кюветное отделение или соответствующую приставку на предмет правильной установки образца в луч.
	Пробоотборная чашка в эксперименте с диффузным отражением стоит не на месте или наклонена.	Убедиться, что чашка правильно установлена в приставку с диффузным отражением.
	Пленчатый образец в эксперименте ATR неравномерно прижат к кристаллу ATR или недостаточно хорошо контактирует с кристаллом.	Убедиться, что образец распределен равномерно и что он хорошо контактирует с кристаллом.
	Установлено слишком низкое разрешение.	Установить параметр «Разрешение» под закладкой «Измерение» в диалоговом окне «Параметры эксперимента» на значение, позволяющее увидеть мелкие пики.
Базовая линия спектра недостаточно ровная.	Таблетка KBr была сделана из грубого порошка KBr или была недостаточно хорошо спрессована.	Проследить за тем, чтобы таблетка была как следует спрессована.
	Спектр фона для пленки был получен с пустым держателем образца в луче.	Уделить держатель и получить спектр фона еще раз.
	Необходима юстировка спектрометра.	Провести юстировку спектрометра (см. раздел ОБСЛУЖИВАНИЕ)
	Спектрометр не успел достичь температурного равновесия.	Для получения наилучших результатов дать спектрометру стабилизироваться в течение 1 ч после включения.

Проблема	Возможные причины	Решение
Базовая линия спектра недостаточно ровная.	Спектрометр недостаточно хорошо продут.	Убедиться, что для продувки используется правильный газ и правильная скорость потока.
Спектр имеет слишком высокий уровень шума.	Было сделано слишком мало сканов.	Увеличить количество сканов под закладкой « <b>Измерение</b> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ».
	Слишком высокое разрешение.	Уменьшить разрешение под закладкой « <b>Измерение</b> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> ».
	Слишком высокая скорость продувочного газа или давление.	Проверить регулятор давления. Он должен быть установлен на 0.7–1.4 бар (70–140 кПа, 10–20 psig). Проверьте расходомер. Он должен показывать 15 scfh (около 0.4 м <sup>3</sup> /ч). В случае необходимости отрегулировать скорость потока.
	Произошло насыщение детектора.	Установить ограничивающий полосу пропускания фильтр или энергетический экран.
	Установлена слишком высокая скорость движения зеркала.	Установите параметр « <b>Скорость</b> » под закладкой « <b>Оптика</b> » в диалоговом окне « <b>Параметры эксперимента</b> » на меньшее значение.
	Образец в эксперименте ATR недостаточно хорошо контактирует с кристаллом ATR.	Переустановить образец, чтобы обеспечить более плотный контакт между образцом и кристаллом ATR.

## СОДЕРЖАНИЕ

ОСНОВНЫЕ СВЕДЕНИЯ О СПЕКТРОМЕТРЕ .....	1
Источники света .....	6
Светоделители и детекторы .....	8
Приставки .....	11
СНЯТИЕ СПЕКТРОВ .....	13
Предварительная подготовка к снятию спектров .....	13
Окно OMNISC .....	14
Выбор эксперимента .....	17
Выбор конфигурации .....	18
Получение спектра образца .....	18
Повышение качества спектральных данных .....	24
<i>Повышение линейности и фотометрической точности</i> .....	24
<i>Улучшение отношения сигнал – шум</i> .....	26
<i>Улучшение разрешения</i> .....	27
МАНИПУЛЯЦИИ СО СПЕКТРАМИ .....	28
Сохранение спектра .....	28
Открытие и удаление сохраненных спектров .....	29
Перевод спектра в другие единицы .....	29
Мечение пиков .....	31
Определение координат точки ( $X$ ; $Y$ ) на спектре .....	32
Определение высоты пика .....	32
Определение площади пика .....	32
Представление спектров .....	33
Масштабирование фрагмента спектра .....	33
Перемещение спектра .....	34
<i>Перемещение спектра внутри панели спектра</i> .....	34
<i>Перемещение спектра в другое спектральное окно</i> .....	34
Математические операции со спектрами .....	35
<i>Вычитание спектров</i> .....	35

<i>Другие математические операции</i> .....	35
УСТАНОВЛЕНИЕ СОСТАВА ОБРАЗЦА .....	37
СОЗДАНИЕ ПОЛЬЗОВАТЕЛЬСКОЙ БИБЛИОТЕКИ .....	41
СОЗДАНИЕ И ПЕЧАТЬ ОТЧЕТА .....	42
ОБСЛУЖИВАНИЕ .....	45
Проведение диагностических тестов .....	45
Юстировка .....	46
<i>Юстировка спектрометра</i> .....	46
<i>Юстировка приставок</i> .....	48
<i>Проверка работы спектрометра</i> .....	48
УСТРАНЕНИЕ НЕИСПРАВНОСТЕЙ .....	50
Устранение неисправностей программного обеспечения .....	50
Устранение неисправностей оборудования .....	51
<i>Проведение сложных диагностических тестов</i> .....	58
Устранение неполадок в процессе сбора данных .....	58