

傅立叶红外光谱仪（ATR 附件）操作规程

一、开机

1. 预热：接通电源，打开主机盖板，打开仪器开关（仪器后面），预热 30min。
2. 组装 ATR 附件：取出反应池内的硅胶，向其中放入 ATR 附件
（保证附件右侧 3 个接触点与反应池内部 3 个接触点恰好接触）
3. 进入软件：打开电脑，双击桌面“OMNIC”图标，进入软件。

二、设置实验参数



双击“**Expt Set**”图标,进入参数设置。

1. 点击“Collect”依次填写参数：

- No.of scans（样品扫描次数）：128
（据自己实验条件进行调节，一般为 16 的倍数）
- Final format: Absorbance（如需测“透射率”，需自行更改）
- Collect 128scans for the file（背景扫描次数）
（据自己条件调节，一般为 16 的倍数）

2. 点击“Bench”依次填写参数：（注意观察左方信号强度）

- Detector: DTGS KBr
- Beamsplitter: KBr
- Source: IR
- Accessory: ATR
- Window: KBr
- Gain: 4.0（可根据自己需要调节，使得信号强度适中）
- Optical Velocity: 0.4747
- Aperture: 100

三、截图

设置好仪器参数之后，对参数进行截图：点击屏幕左下角“”按钮，分别对“Collect”以及“Bench”下的参数进行截图，两张截图分别自行命名并保存至桌面的“AAAAA-仪器参数-shortcut”文件夹下”（注意截图时需要将右下角的具体时间截下来）

三、背景采集

1. 检测固体：

- ①：确定空白组分：空白组分为“空气”



- ②：点击“**Col Bkg**”图标,开始采集背景
- ③：采集完毕得到空气背景图，直接进入下一步

2. 检测固-液界面反应：

- ①：确定空白组分：

- 如待测样品不需镀膜,为单纯溶液,则空白组分为“除所加污染物外的溶剂”:则取空白组分滴加到 ATR 附件中心处,取样量约 20uL
- 如待测样品需要镀膜,则空白组分为“所镀薄膜+除所加污染物外的溶剂”:则首先需镀薄膜(取一定量固体加溶剂放入超声仪中进行超声,使其分散均匀),然后取悬浮液滴加到 ATR 附件中心处,取样量约 20uL,放至红外灯下烘干,使其成为薄膜,最后在上面滴加溶解污染物所用的溶剂(用量视实验条件而取)



②: 点击“Col Bkg”图标,开始采集背景

(正在进行的窗口左下角会显示采集次数,采集完毕后自动添加至窗口 1)

④: 采集完毕得到背景谱图,“薄膜+溶剂”无需擦拭,直接进入下一步

四、样品采集

1. 检测固体:



点击“Col Smp”图标,开始采集样品

2. 检测固-液界面反应

①: 在原来“溶剂”/“薄膜+溶剂”的基础上,用移液枪直接滴加污染物至 ATR 附件中心处;



②: 点击“Col Smp”图标,开始采集样品

③: 如滴加一次污染物出峰不明显,可在此基础上再次滴加污染物,并重复“1”和“2”步骤

五、保存数据

用鼠标选中需要保存的谱图,依次点击“File”、“Save as”,更改文件名,并将谱图分别保存为“SPA”(光谱)格式以及“CSV”(文本)格式。

六、关机

1. 测试完成后,擦净并取出 ATR 附件,加入装满硅胶的烧杯,关上主机盖板,关闭仪器开关。
2. 关闭电脑,总电源,盖好仪器防尘罩。