

文件编号: Q/WU FLHA19100040R019

版本号: V1.0

受控状态:

分发号:

# 分子科学公共实验平台

## 质量管理文件

---

### 原位拉曼光谱仪

### METTLER TOLEDO ReactRaman 785

### 标准操作规程

2020 年 9 月 1 日发布

年 月 日实施

---

分子科学公共实验平台 发布



## 目 录

1. 目的 .....	4
2. 范围 .....	4
3. 职责 .....	4
4. 内容 .....	4
4.1. 仪器连接 .....	4
4.2. 软件操作-仪器配置.....	5
4.3. 软件操作-标样测试.....	6
4.4. 软件操作-原位实验和数据处理.....	7
5. 相关/支撑性文件.....	10
6. 记录 .....	10

## 1. 目的

建立 ReactRaman 785 原位拉曼光谱仪的标准使用操作规程, 使其被正确、规范地使用。

## 2. 范围

本规程适用于所有使用 ReactRaman 785 原位拉曼光谱仪的用户。

## 3. 职责

3.1 用户: 严格按本程序操作, 发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2 实验室技术员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

## 4. 内容

### 4.1. 仪器连接

4.1.1 如图 4-1 所示, ReactRaman 785 原位拉曼光谱仪的主要部件由主机和探头组成。

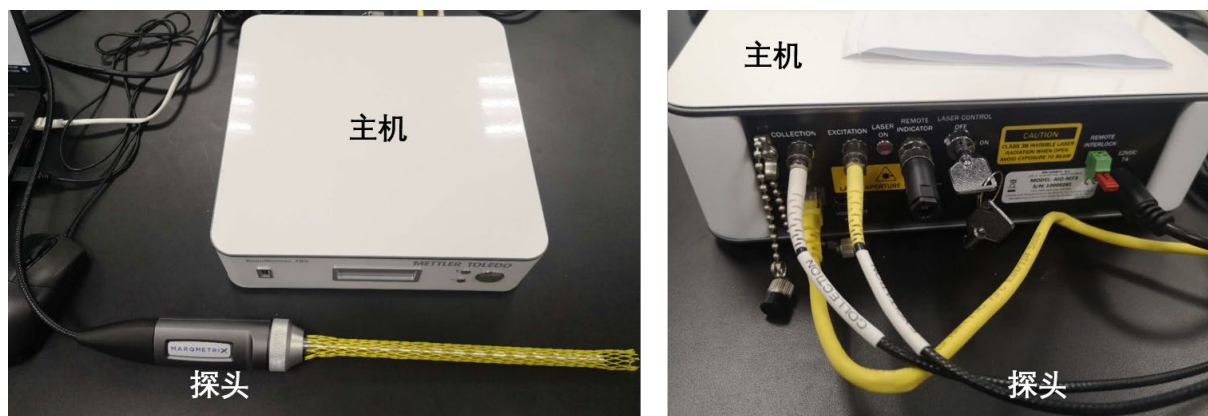


图 4-1 ReactRaman 785 原位拉曼光谱仪的主机和探头

4.1.2 原位拉曼探头是由光纤和采样探头组成的, 用户使用的时候需要特别小心, 保证光纤部分不能有任何小角度的弯折, 否则会直接破坏光纤, 从而影响数据的传输。原位拉曼的探头用于传输和接收激光信号、采集样品图谱, 所有探头的尾部会分叉成两部分 (白色线和黄色线), 将白色线 (信号接收光纤) 与主机背面的【Collection】连接, 黄色线 (信号激发光纤) 与主机的【Excitation】连接。其他的电源线连接到电源口, 网线连接到路由器上就完成了仪器的硬件连接。【REMOTE INDICATOR】和【REMOTE INTERLOCK】插上接口, 插上钥匙控制激光的开关。



图 4-2 路由器和主机的连接

4.1.3 原位拉曼光谱仪需要和操作电脑建立一个网络信号通讯，连接步骤：1. 电脑通过网线与路由器的 Lan 口连接；2. 主机通过网线与路由器的另一个 Lan 口连接；3. 先打开路由器的开关；4. 打开钥匙开关，使其处于【On】的状态，再打开主机开关。完成上述操作后，约 1 min 左右，主机已自动找到了 IP 地址，显示出相应的 IP 地址和【Ready】字符。此时，完成了原位拉曼光谱的硬件连接。

4.1.4 连接仪器注意事项：

- 1、按照指定的连接方式，将仪器主机正常连接。
- 2、打开激光开关钥匙。
- 3、开机，预热 10 min。
- 4、打开软件，将软件和主机连接。

4.1.5 使用注意事项：

- 1、保护光纤，不可过于弯折，曲率半径至少大于 20 cm，并且光纤不可受力。
- 2、探头不可用坚硬的物体刮擦，每次使用完毕后必须清洗干净，清洗试剂可以是：水、乙醇、丙酮或其他常规的有机试剂（对于探头附着的某些特殊物质，可以配置弱酸或弱碱性溶液清洗，不可长时间浸泡）。
- 3、主机周边不可以有其他散热仪器对其散热，以免影响主机检测器的温度；建议最佳使用环境温度范围：5 - 30 °C。
- 4、激光开启后，探头不可以照射眼睛和身体。
- 5、强酸、强碱、强腐蚀性体系，请提前和厂商工程师或者技术员联系再确定是否可以进行。
- 6、如非必要，光纤不要经常拆卸和安装。
- 7、需稳定的电压供应，不可超过 240 V，建议配置稳压电源。
- 8、探头温度和压力范围为：-100 至 300 °C；0 至 413 bar。

## 4.2. 软件操作-仪器配置

4.2.1 在桌面上双击【iC Raman 7.1】打开原位拉曼光谱仪的操作软件，在【File】目录下，点击【Instrument】，观察仪器的状态【Status】是否准备好【Ready】，是否有正确的 IP 地址，【Laser Power】一般选择 300 mW，在【Probe type】选择 9.5 mm 探头，其他参数不需要更改。

### 4.3. 软件操作-标样测试

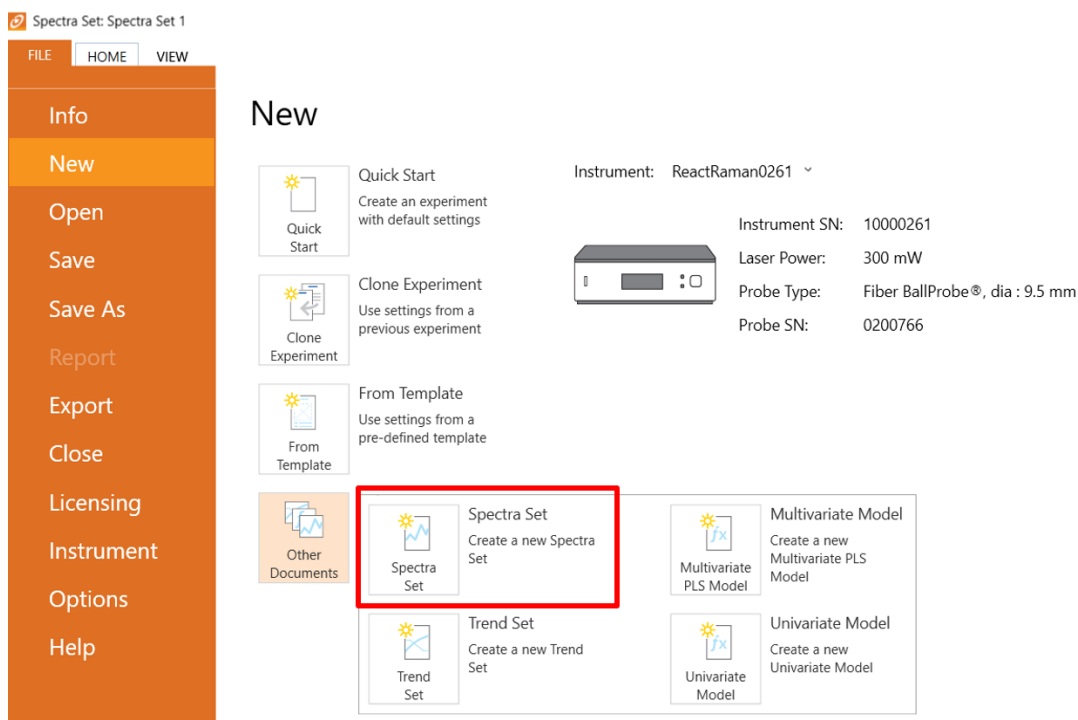


图 4-3 参考样品测试界面

4.3.1 正式实验之前，可以先对参比谱图或者产物纯谱进行采集：如图 4-3，【New】-【Other Documents】-【Spectra Set】，将探头插入液面以下或则直接接触固体，根据提示，点击【Collect Reference】，软件会提示先存档文件，选择好存档位置后，在弹出的窗口点击【Collect Spectrum】，在弹出的窗口出现【Saturation Level】的百分比，如图 4-4 所示，调节【Exposure time】使【Saturation Level】的值在 50-80%，点击【Next】，软件会提示先给样品命名，并且在【Type】的下拉菜单选择此样品的类型，再点击【Collect Spectrum】，待进度条完成后，点击【Next】。如果需要测试下一个样品的话，再次点击主页面的【Collect Reference】，再重复一次上述过程。

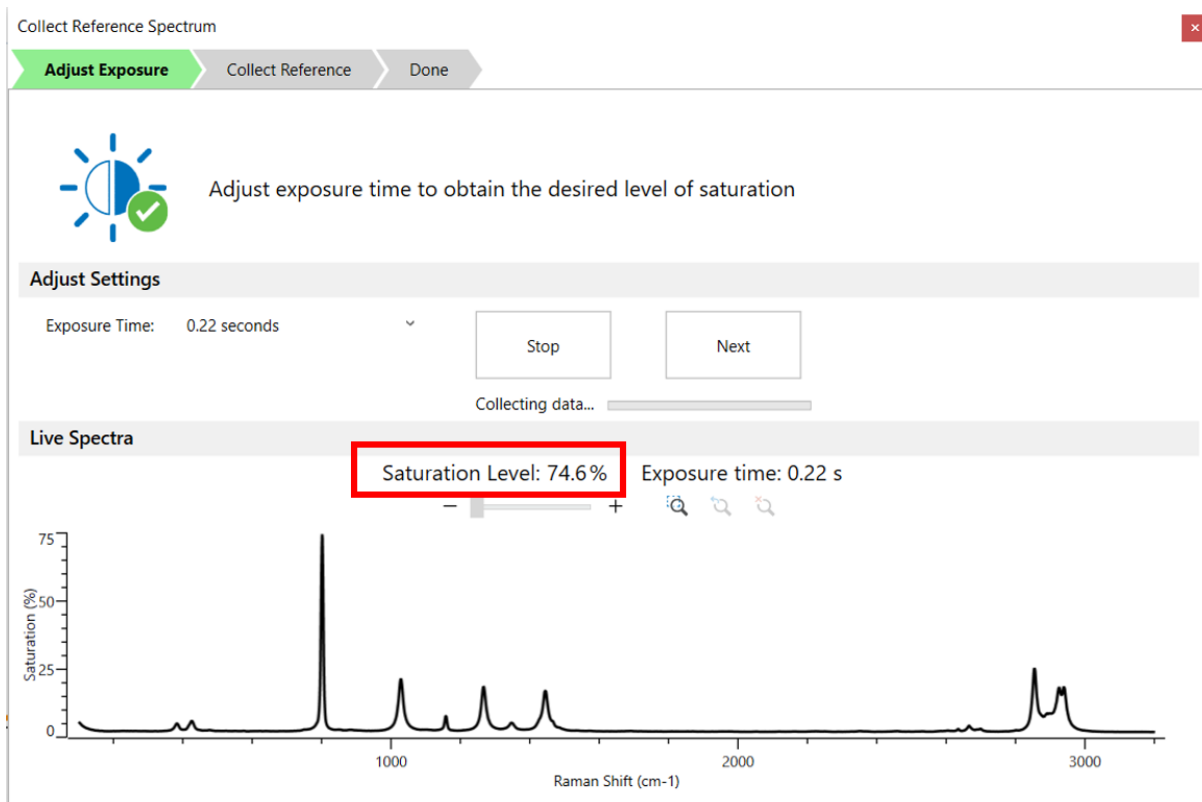


图 4-4 样品测试参数优化

#### 4.4. 软件操作-原位实验和数据处理

4.4.1 谱图参数优化: 点击【New】-【Quick Start】, 在弹出的窗口中填写文件名, 选择文件存档位置, 在【Duration】中选择实验的预估时间和每个光谱采样之间的间隔时间。点击【Create】创建一个测试界面, 此时菜单栏是黄色的, 表明测试未开始。在主菜单栏的【VIEW】选择 4 个窗口同时显示, 再次切换至主菜单栏的【LIVE】界面, 点击【Manual Adjust】, 在弹出的窗口点击【Collect Spectrum】, 在弹出的【Live Spectra】窗口再次出现【Saturation Level】的百分比, 调节【Exposure time】使【Saturation Level】的值在 50-80%, 点击【OK】, 完成检测条件的优化。

#### 4.4.2 谱图采集

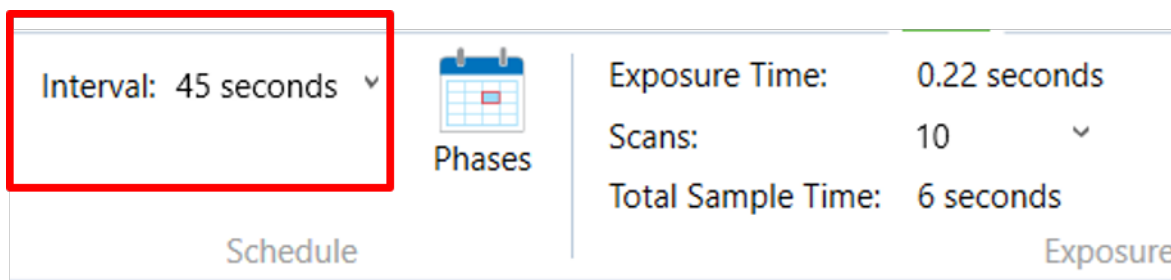


图 4-5 样品采集间隔时间设置

如图 4-5, 在主菜单的【Live】左上角的【Interval】设置要根据【Exposure time】和【Scans】的参数进行设置, 【Total Sample Time】的值 = 【Exposure Time】×【Scans】+ 4 秒。【Interval】的值要大于【Total Sample Time】, 在【Phases】可以随时更改总的测试时间和间隔时间的值。

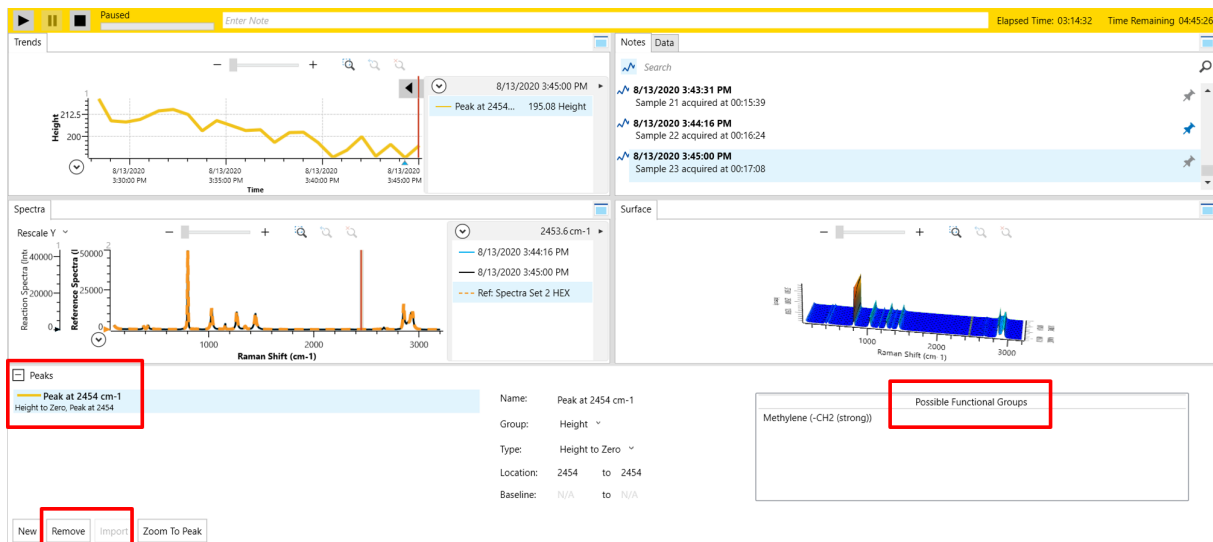


图 4-6 样品原位测试界面

点击黄色测试菜单栏的【▶】键, 整个菜单栏会变绿, 测试开始。测试菜单栏下面有四个主要窗口, 分别为【Trends】、【Notes/Data】、【Spectra】、【Surface】。【Trends】显示特征峰的变化趋势。左下角的【Spectra】是光谱图, 可以选择任意时间点的光谱和即时的光谱。右上角【Notes/Data】是每张光谱图的采集时间及还能记录和编辑实验过程中的每个【Notes】, 此外, 在本窗口中选择某一时间的光谱, 点击【Pin】, 此时这个光谱将被显示下左下角的【Spectra】中。右下角【Surface】是所测样品的光谱随着时间变化的三维图谱。对【Spectra】和【Surface】的三维图谱都可以点击放大, 进行目标区域的放大操作, 或者直接拖拉坐标轴改变目标区域的位置。在选择某一特征峰上双击, 在【Spectra】窗口下面将出现【Peaks】小窗口, 表明这一特征峰将生成一条【Trends】曲线, 可以通过峰高、峰面积等参数生成不同类型的【Trends】曲线, 同时还有此峰位可能的官能团; 选中某一特征峰后, 点击【Remove】将当前峰位和【Trends】曲线都同时进行移除。

#### 4.4.3 数据处理



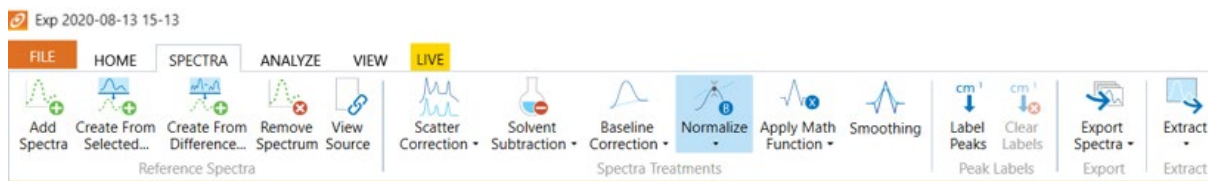


图 4-7 数据处理界面

**【Solvent Subtraction】**：有两种方法扣除溶剂谱图，第一种方法是点击**【Add spectra】**直接选择一张以前的溶剂谱图进行扣除。第二种方法在图 4-6 右上角的**【Notes】**窗口中，选中最开始未加其他反应物的某一时间点，点击**【Created From Selected】**创建一张溶剂图谱，最后再点击**【Solvent Subtraction】**可以对溶剂信号进行扣除。

**【Baseline Correction】**：在基线校正窗口中选择**【Baseline offset】**或其他校正方法，根据实际校正结果选择合适的校正方法即可，一般基线校正在中途加液氮或者升温过程中基线不稳定时需要校正。

**【Apply Math Function】**：当反应过程中，一些峰的位置靠得很近又相互重叠时，我们很难判断如何选峰是比较合理的，此时点击**【2<sup>nd</sup> Derivative】**进行二阶微分后，很容易将相邻的峰进行区分，便于我们进行峰的选择和跟踪。

**【Smoothing】**：可以使用此按钮对图谱和趋势图进行平滑处理。勾选**【Apply Smoothing】**，拖动进度条，可以对图谱和趋势图同时进行平滑处理。

**【Find Trends】**：在反应的过程中，有时我们对特征峰的判断并不那么敏感，此时，只需点击**【Find Trends】**功能，软件就自动寻找各特征峰的变化趋势，从软件自动选择的各个**【Components】**成份中的特征峰进行勾选后，点击**【Add Trends】**就实现了特征峰的选择。通过与测试之前采集的反应物和生成物纯谱进行对比，我们就能确定这些特征峰是否正是我们需要的特征峰。

#### 4.4.4 结束实验

在绿色状态栏中点击**【STOP】**按钮，将探头从反应体系中拿出，再次进行探头的清理，做完后将仪器的激光关闭。

#### 4.4.5 数据导出

在**【HOME】**主页面中选择**【COPY】** - **【Chart Image】**或**【Chart Legend】**可以将趋势图或者注释栏以图片的格式拷出，其余三个框也以同样的方式将数据以图片的方式导

出, 三维图谱通常是先放大至目标区域后再导出。除此之外, 选中某一特征波峰, 可以直接将数据复制至 Excel 中, 用于第三方软件作图。

在【Live】主页面中点击【Export Spectra】可以将光谱导出 SPC、SPA 或者 CSV 格式, 用于其他软件做图。

## 5. 相关/支撑性文件

### 5.1 Q/WU FLHR001 文件编写规范

## 6. 记录

《仪器设备使用记录本》（科研实施与公共仪器中心通用版）

