

拉曼光谱仪管理方法

一、拉曼光谱仪简介

激光共聚焦拉曼光谱仪 HORIBA, XploRA Plus, 具有常温和高温(最高温度可达 900℃)两种工作台。拉曼光谱是与红外互补的分子振动光谱, 从拉曼光谱的图谱中可得到四个参数: 频率、强度、偏振特性及峰形。通过拉曼光谱可检测有机物、无机物、高分子、生物分子、纳米材料等的基团, 以及材料的二级结构、改性特性等。

二、操作培训

为保证测试过程的顺利进行和设备的安全, 每年九月份, 院测试中心聘请仪器公司的工程师来学校对相关学生进行培训, 每名学生需交纳培训费(报名时每人预交培训费 300 元, 培训完毕以后, 根据实际费用均摊, 多退少补), 院测试中心人员对培训合格者备案, 只有培训合格者将来才可上机操作。希望各位老师派责任心强、动手能力强的学生来参加培训, 以保证将来测试结果的准确和设备的安全。

三、样品准备及要求

样品须按照《拉曼光谱测试规程》(见附件 1)提前准备好。如有不确定的细节, 须提前咨询测试中心老师, 待样品准备合格后, 方能预约进行测试。

样品准备需要的载玻片、比色皿等耗材需自行购买。

样品如果含有毒性、有挥发性等对环境产生危害的物质，必须密封测试以确保仪器和操作人员的安全。

四、样品预约及测试

测试方案由学生根据课题需要与导师商定，学生送样时需持经导师同意的预约登记表到逸夫楼 301 进行预约。

经管理人员同意后，由参加培训合格的学生在管理人员的指导下完成样品测试。学生仅限于样品的制作、装载、卸载及电脑软件操作，其他仪器相关的硬件设施禁止触碰。测试数据一律采用光盘刻录，不得采用优盘拷备。

由于仪器系统开启、关闭和工作台的更换、调整等耗时较长，为了提高工作效率，仪器管理人员将根据送样情况，集中安排测试时间。

五、样品测试收费标准

样品收费标准为 200 元/机时。不足半小时者，按半小时计；超过半小时，不足 1 小时者，按 1 小时计。测试样品所耗机时由送样及操作学生认可并签字，测试中心将凭此据和预约登记表跟指导教师结帐。

六、其它

因操作者操作不当，损坏仪器零部件及附件者，需照价赔偿。如果操作者没有认真学习操作规程，出现违规行为，管理仪器老师发现后有权终止其操作。待其认真学习相关操作规程后，重新预约。

附件 1: XploRA Plus 型拉曼光谱测试操作规程

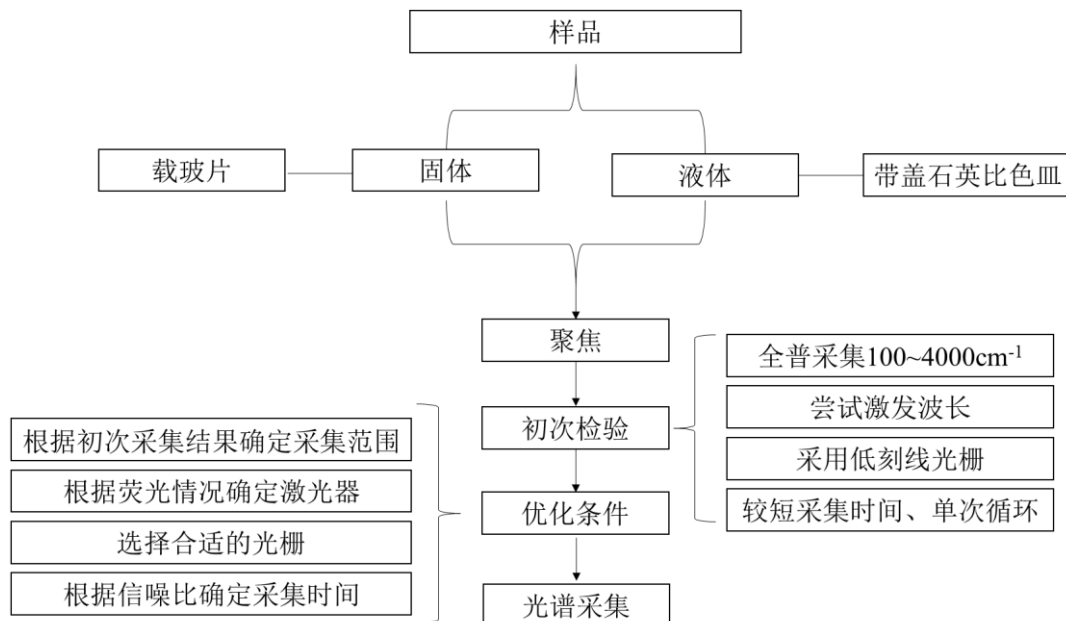
附件 2: 测试预约申请表

附件 1

拉曼光谱仪操作规程

HORIBA 拉曼光谱仪型号为：XPlORA Plus

操作人员在使用拉曼光谱仪测试时必须严格按照操作规程进行，禁止自己尝试规程外的功能，如有任何疑问，立即联系管理老师。测试流程如下：



1 开机

拉曼光谱仪由管理老师开机，操作人员无需自行开机，可直接使用，如发现机器未开或电脑黑屏等问题，直接联系管理老师，禁止触碰仪器。

2 样品的制备

根据不同的样品形态和性质，需要在测试前进行相应的处理，将样品装入可测试的容器内，如载玻片、可密封比色皿等。依据样品特性，各课题组须在测样前像管理老师购买对应的容器，保证容器不混用。具体制备方法如下所述。

2.1 颗粒样品

大颗粒样品 (>1mm) 在显微镜下极易识别，只需选取几粒样品，用双面胶粘在平面载玻片上即可。

2.2 粉末样品

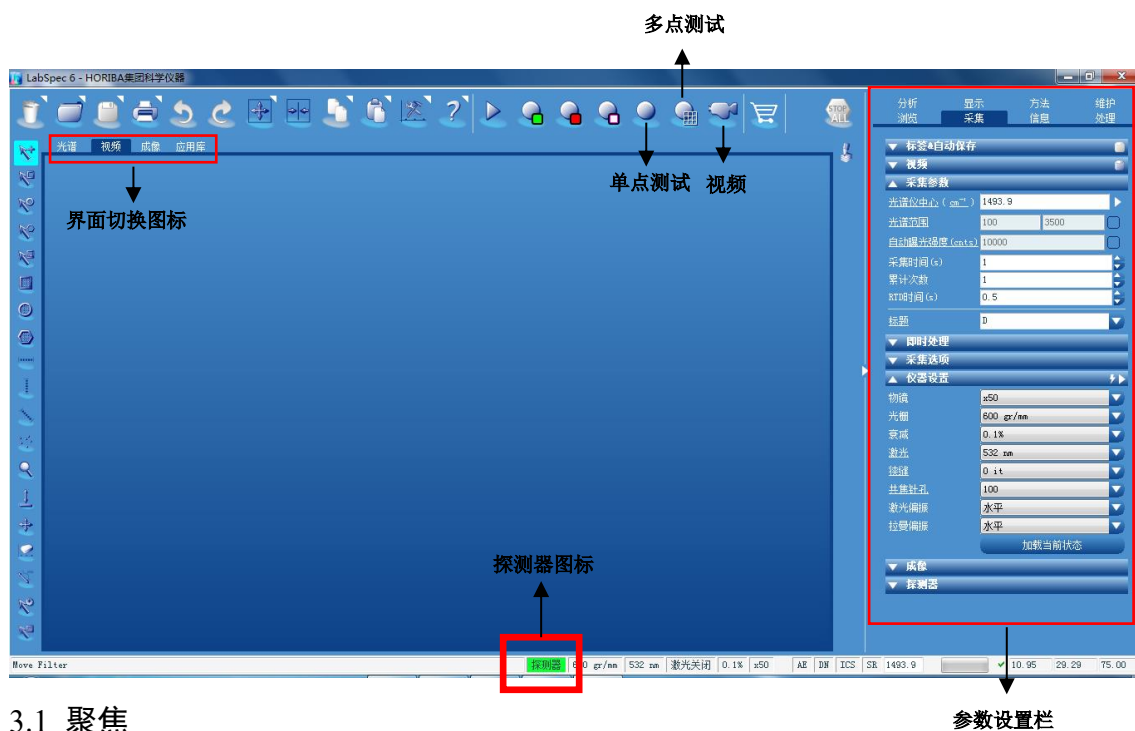
粉末样品（<1mm）粒度较小，容易污染显微镜镜头，用药匙取少量样品后，用双面胶粘在平面载玻片上，后用洗耳球将样品表面吹干净，避免有未粘牢的样品存在，污染镜头。

2.3 液体样品

液体样品较固体样品更加容易污染镜头，如果液体样品量足够，须将样品密封在带盖比色皿中，并用封口膜将瓶盖处密封；如果液体样品量很少，将样品滴入船型载玻片凹槽中，并盖上盖玻片。（建议使用带盖比色皿，以减少测试难度和时间）。

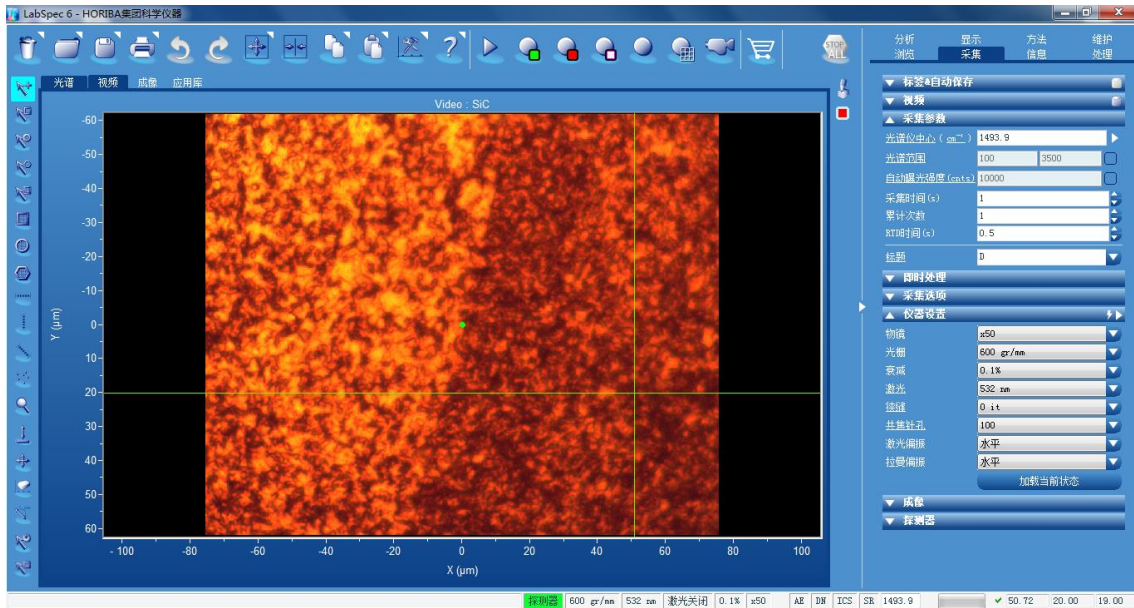
3 测试

测试软件界面如下，开始测试前确保“探测器”显示为绿色，若为其他颜色时禁止进行下一步操作，并联系管理老师。



3.1 聚焦

- (1) 将镜头转到空位处对准平台。
- (2) 将样品放在平台上，并用平台自带金属片卡住，确保样品不发生移动，保持机器人门为开着的状态。
- (3) 将 10 倍镜头转到对准平台的位置，点击软件中摄像按钮。
- (4) 点击“视频”按钮，此时屏幕中会显示出样品的形态，通过显微镜左下方旋钮调节平台高度进行聚焦，当画面由黑变亮并出现模糊样品形态后，关闭机器人门，改用控制台进行微调聚焦，直到画面清晰。
- (5) 将 50 倍镜头转到对准平台的位置用控制台进行微调聚焦，直到画面清晰。
- (6) 画面中有一个绿色原点和一条绿色十字线，激光会打在绿色圆点所在处，所以当聚焦清晰后，须通过控制台移动样品，将需要测试的位置置于绿色圆点处。



3.2 单点扫描

聚焦完成后，首先进行单点扫描。点击右侧参数设置栏中的“采集”，展开“采集参数”和“仪器设置”两项进行单点扫描参数设置。

(1) 当根据所阅读文献可以确定峰位时，将峰位置填入“光谱仪中心”，并点击光谱中心右侧三角，等待光栅转动完毕。

(2) 当出峰位置多于一处时，点击“光谱范围”右侧方框，来激活“光谱范围”，后将需测试的光谱范围填入。

(3) 采集时间根据样品不同进行设置，建议先设置为 0.5s，采集完成后若图谱足够清晰，出峰明显，该采集时间合理，若图谱未能按照预计出峰，则适当增加采集时间，如增加至 1~2s。

(4) 累计次数为 2 次。

(5) 采集参数设置完毕后，进行“仪器设置”。将“物镜”选择为实际对应的镜头倍数；“光栅”设置为 600，若图谱不清晰，改为 1200；“衰减”根据样品性质进行设置，碳材料不宜大于 10%，否则有灼烧的风险，其余材料建议从 0.1%开始尝试，只要图谱足够清晰即可，不必和文献中得到相同的强度；“激光”选择 532；“共焦针孔”选择 100，若图谱不清晰，调整至 300 再次测试。

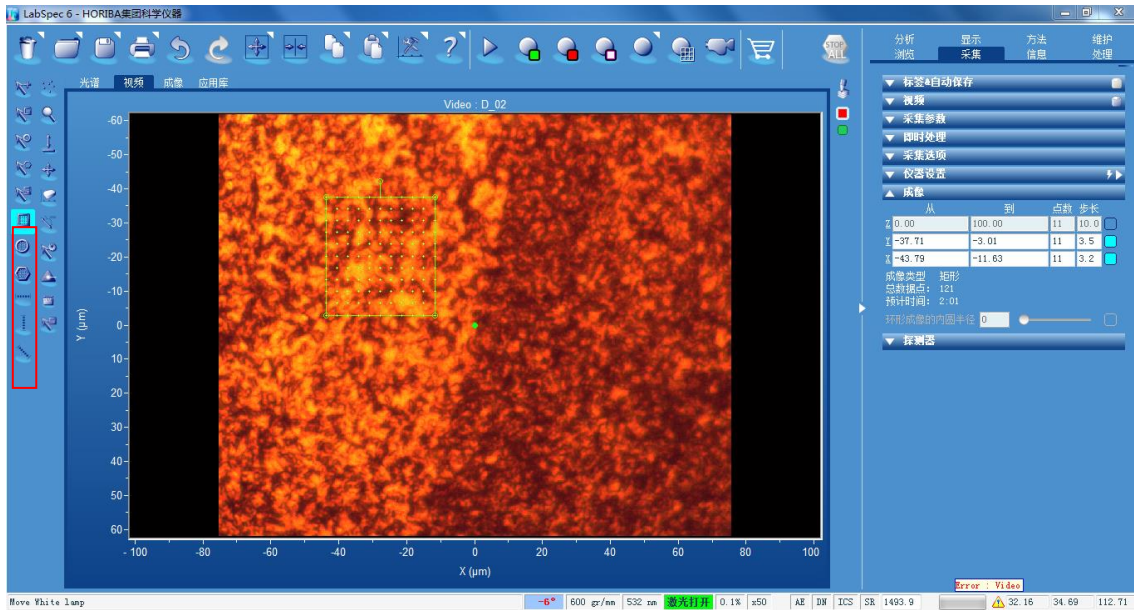
(6) 所有设置完成后，点击软件上方的单点采集图标进行测试。

3.3 多点扫描

当样品为大颗粒，且不均匀时，才具备多点扫描的意义，用于判断样品中的物质组成，如矿石中不同晶体的分布情况。具体方法如下：

(1) 首先根据 3.2 中单点扫描的方法进行单点测试，确定合适的测试参数。

(2) 在视频界面下，选择需要多点扫描的位置，可以通过软件右侧工具栏的图标进行框选。

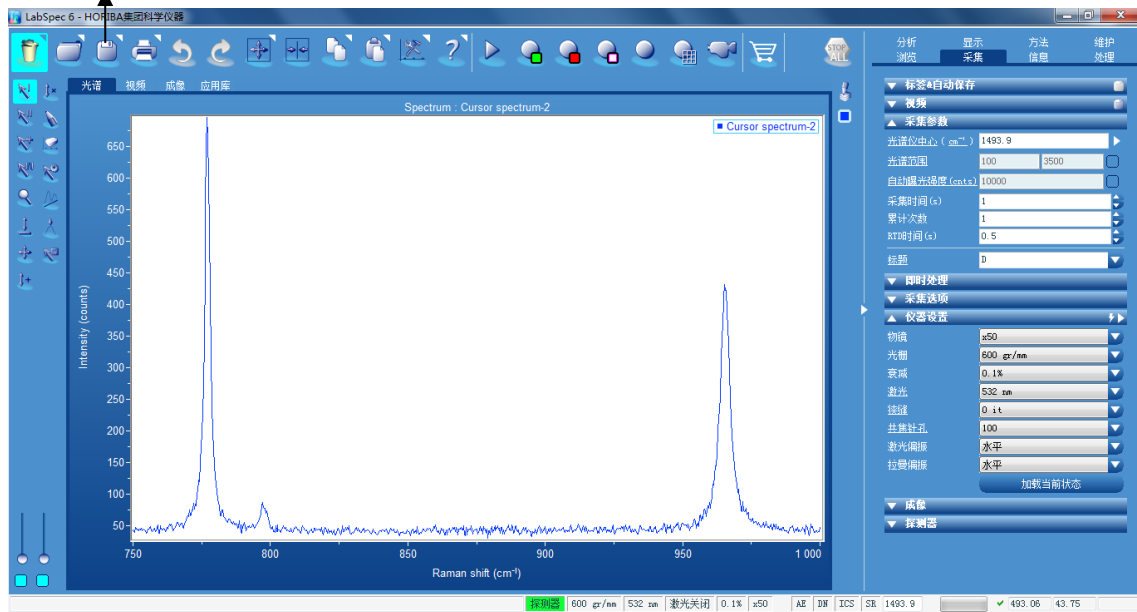


(3) 保证单点测试的参数设置不变，展开“成像”，根据想要测试的范围调整点数和步长，点数越多，测试时间越久，请酌情考虑（软件中显示的预计时间不准确，不可作为参考）。

(4) 所有设置完成后，点击软件上方的多点采集图标进行测试。

4 数据保存

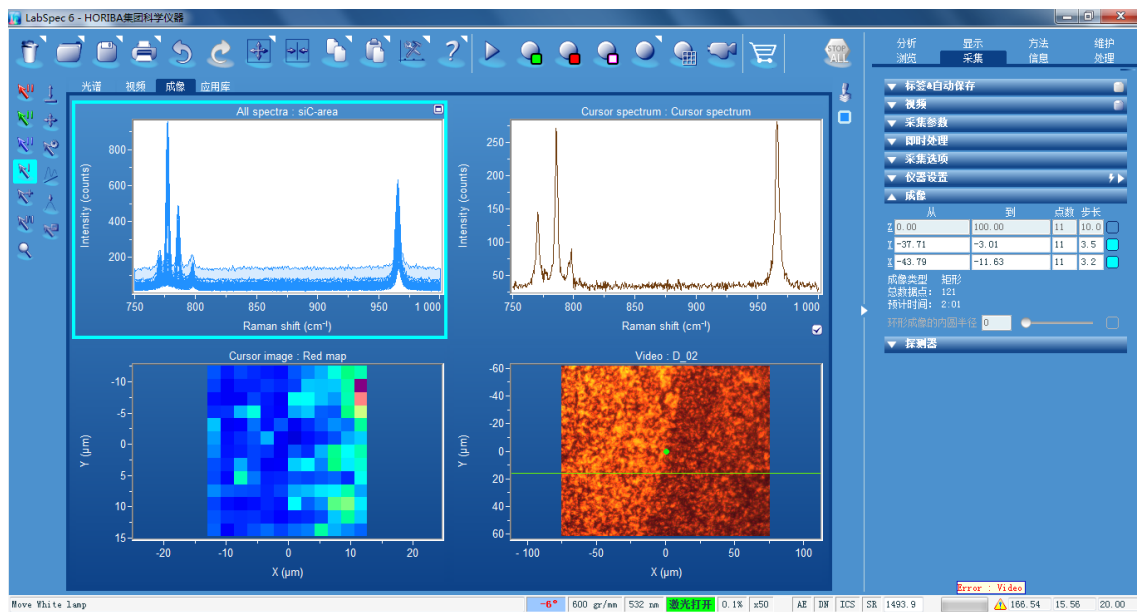
保存



4.1 单点数据保存

单点测试完成后，软件会自动切换至“光谱”界面，此时画面中央为此次测试的光谱，点击软件上方“保存”图标，弹出对话框后选择文件位置，文件格式后即可保存。建议文件格式选择 TXT 和 LabSpec5，以便用于后续处理。

4.2 多点数据保存



多点测试完成后，软件会自动切换至“成像”界面，点击右下方图片，可查看对应的光谱，选择需要的光谱进行保存，保存时选中右上方对应光谱，点击保存即可。

附件 2

化环学院分析测试中心测试申请表

申请人姓名（手签）：

申请人手机：

校内单位：

专业班级：

指导教师（手签）：

实验项目：

测试项目	个数	样品状态	测试条件	备注

审核情况：

审核人（手签）：

交费金额（元）：

交费情况：

实验须知

- 1、实验人员在仪器操作过程中必须严格遵守（实验室安全守则）、（实验室废弃物管理办法）和仪器操作规程，特殊实验室需遵守各实验室特殊要求。
- 2、测试期间，遵从实验老师要求，不接触测试项目无关的仪器设备，保证实验室财产、人身安全。
- 3、所测试设备发生临时故障，及任何异常情况需及时科学处理，并第一时间联系实验老师，因处理不当造成的损失需要进行赔偿。
- 4、爱护仪器设备，爱护室内公共卫生，每日实验完毕，需清理实验现场，物资归位。否则将限制该生再次借用。

本人已经仔细阅读实验须知，对实验房间的财产安全、人身安全（包括参与实验室其他学生）愿意承担责任，如造成损失自愿赔偿。

本人签字：