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

修订日期	版本号	修订说明	修订	审核	批准
2020.8.18	V1.0	发布试行	陈中		

修订页

N

1.	目的	4
2.	范围	4
3.	职责	4
4.	内容	4
Ĺ	4.1. 仪器连接	1
Z	4.2.软件操作-仪器配置	5
Z	4.3.软件操作-标样测试	3
Z	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	С
6.	记录10	С

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的仪器的硬件连接。【REMOTE INDICATOR】和【REMOTE INTERLOCK】插上接口,插上钥匙控制激光的开关。

内部文件,请勿随意转发、打印、复印



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10min。
- 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 ℃。
- 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

🥑 Spectra Set: Spectra Set 1							
FILE HOME VIEW							
Info	New						
New	*	Quick Start	Instrument:	ReactRama	an0261 ~		
Open	Quick	Create an experiment with default settings		Ir	nstrument SN:	1000026	1
Save	Start	Class Function and			aser Power:	300 mW	
Save As	*	Use settings from a		P	Probe Type: Probe SN:	Fiber Ball 0200766	lProbe®, dia : 9.5 mm
Report	Clone Experiment	previous experiment				02007.00	
Export	*	From Template Use settings from a					
Close	From Template	pre-defined template					
Licensing		Spectra Set		*	Multivariate	e Model	
Instrument	Other	Create a new S Spectra	pectra	Multivariat	Create a new Multivariate P	PLS	
Options	Documents	Set		PLS Mode	Model	4	
Help		Trend Set Create a new T Set	rend	₩ fx Univariate	Univariate M Create a new Univariate Mo	odel	
		Set		IVIODEI			

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。

Collect Reference Spe	ctrum		×
Adjust Exposure	Collect Reference	Done	
-)	Adjust exposure t	time to obtain the desired level of saturation	
Adjust Settings			
Exposure Time:	0.22 seconds	Stop Next	
		Collecting data	
Live Spectra			
	L	Saturation Level: 74.6% Exposure time: 0.22 s	
75 7		- + ·u, u, u,	
0 Saturation (%) (%) (%) (%) (%) (%) (%) (%) (%) (%)	~	Lelle	
		1000 2000 3000 Raman Shift (cm-1)	

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】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。在选择的某一特征峰上双 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

🥑 Exp 2	020-08-13 15	-13												
FILE	HOME	SPECTRA	ANALYZE	VIEW	LIVE									
A	<u>~</u>	<u>M-M</u>		0	Mi		A	Å	$\sim \sim $	\rightarrow	۲ ۲	cm '	5	4
Add Spectra	Create From Selected	Create From Difference	Remove Spectrum	View Source	Scatter Correction •	Solvent Subtraction •	Baseline Correction •	Normalize	Apply Math Function •	Smoothing	Label Peaks	Clear Labels	Export Spectra •	Extract
10000	Ref	erence Spectr	a				Spectra Trea	atments			Peak	Labels	Export	Extract

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【2nd 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。

【Smothing】:可以使用此按钮对图谱和趋势图进行平滑处理。勾选【Apply Smothing】, 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】按扭,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 内部文件,请勿随意转发、打印、复印 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)

仪器设备使用记录本										
					测试方式		仪器状态		机时	
仪器名称	日期	测试人	导师(PI)	测试内容	送样	自主 操作	使用前	使用后	(起止时间)	联系电话

请注意:使用前先检查仪器状况,正常方可操作,一旦测试使用,默认为测试前仪器状况为正常,测试后记得取走样品再关机。紧急联系电话:*********