

全自动拉曼光谱仪（XploRA）操作规程

1.1 操作步骤

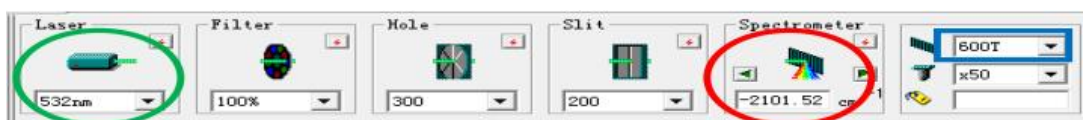
1.1.1 开机

1.1.1.1 打开仪器排插电源总开关，打开电脑，启动软件（启动软件时仪器会自动初始化，包括：平台 XY 初始化，光栅、小孔和狭缝马达的初始化和 CCD 初始化。初始化过程不要在平台和谱仪上加力，并注意平台和镜头的距离。

1.1.1.2 打开激光电源，白光电源。最后将 CCD 的温度设置为-70 °C。谱仪和激光器开启后要预热 30 min 才能进行校正和检测。

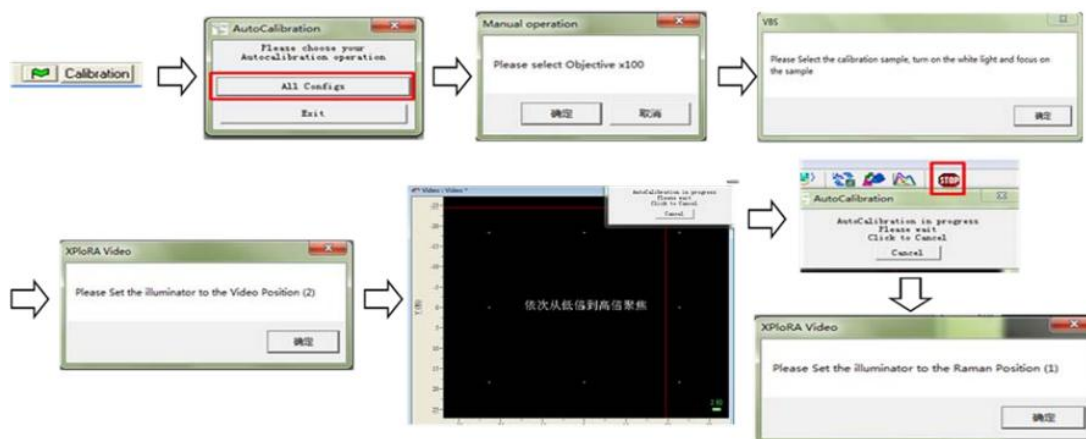
1.1.2 仪器谱峰校正

1.1.2.1 先选择 600 T 光栅，532 nm 激光，并将光栅归 0。



绿色区域选择激光波长，红色区域选择光栅中心，蓝色区域选择光栅。归零按红色区域的左箭头。

1.1.2.2 点击 Calibration 后按仪器提示操作，仪器校正时是对所有波长、所有光栅进行矫正，请按提示操作并耐心等待。



1.1.3 样品测试

1.1.3.1 选择激光波长、功率、光栅刻痕数、小孔和狭缝的大小（普通测试 hole 选择 300，slit 选择 100；共聚焦测试时 hole 选择 100，slit 选择 50）。

1.1.3.2 选择匹配的镜头，采谱时间和采谱次数（红色框设定定点采谱（RTD）的采谱时间，最短可设 0.1 s;绿色框设定单次采谱的时间，最短可设 0.005 s; 蓝色框设定单次采谱的采集次数）。

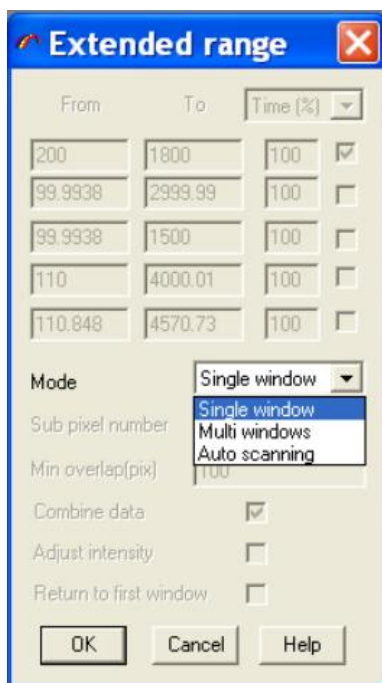


1.1.3.3 设定采谱范围：点击  设定采谱范围。

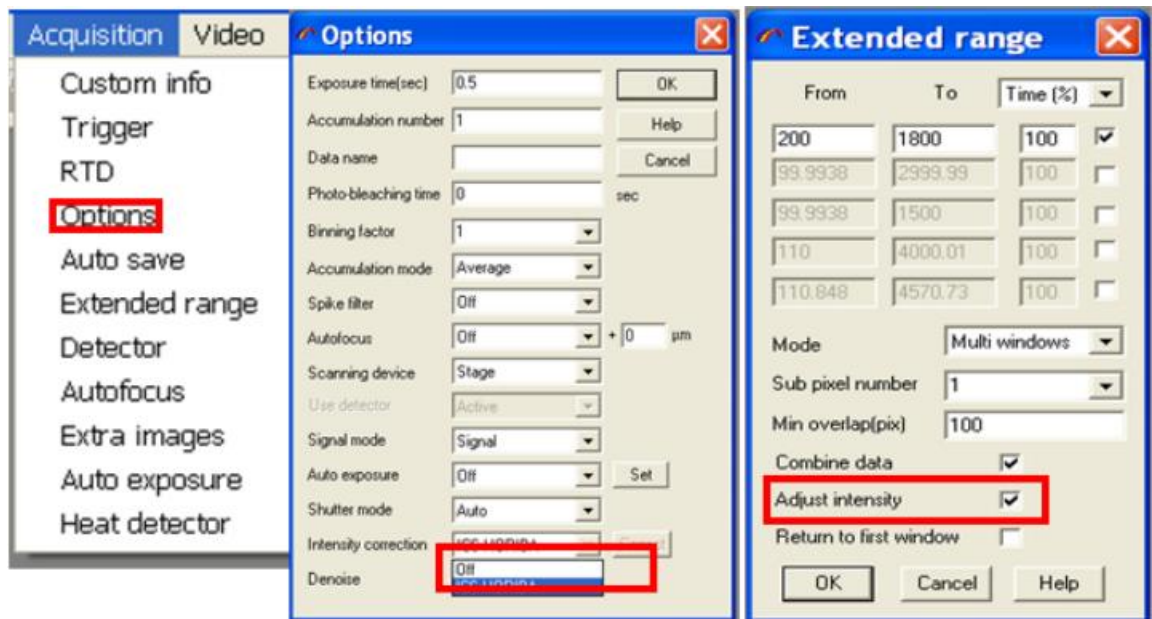
Single window 设置单段采谱的范围；选择此项后只需在光栅位置处，输入采谱的中心位置即可；

Multi window 设定连续采谱的范围，并可在 **min overlap** 处设置每段谱交叠的大小；

Auto scanning 是选择谱峰有交叠的连续采谱，但采谱次数要 ≥ 3 。



在连续采谱时可选择自动连接谱图，如果信号背景变化较大导致连接失真，可在 **Acquisition** 中设置 **Options**。将 **Intensity correct** 设为 **off**(左下图)。再将 **Adjust intensity** 打钩后可得到较好的自动接谱。常规使用时 **Intensity correct** 推荐使用 **ICS HORIBA** (右下图)。




1.1.4 Raman 成像（mapping）

1.1.4.1 白光下找到需要 Raman 成像的区域（白光像的标尺与软件选择的物镜相关，所以一定要软件选择的物镜和实际所用的物镜一致，才使得标尺有意义）。

1.1.4.2 平台准备，释放应力。

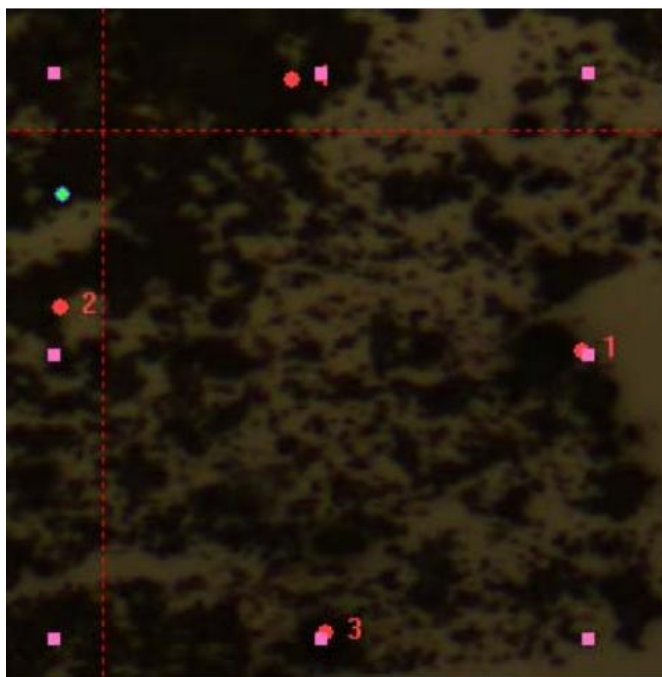
右图的图形工具，从上至下分别是点成像（多点），横线成像，方框成像，斜线成像，圆成像，竖线成像和不规则区域成像。

由于手动控制平台，平台存在应力会导致 mapping 时可能成像位置会产生偏差，平台通过自动运行后可消除这种偏差。方法是先选择点成像，在白光成像的图上设置采谱点（取 3-4 个点，采谱点的位置要特殊，以便自己记住这些点所在的位置，便于

确认平台移动位置是对的）。点  测试平台准确性。一般第一遍由于应力的存在都不准。白光像绿色的点为激光应该照射的位置。一般测试一次后可再设置点再测试一次看平台是否已经校正准确。校正准确的平台不能再进行手动的平移和聚焦，若有这些操作

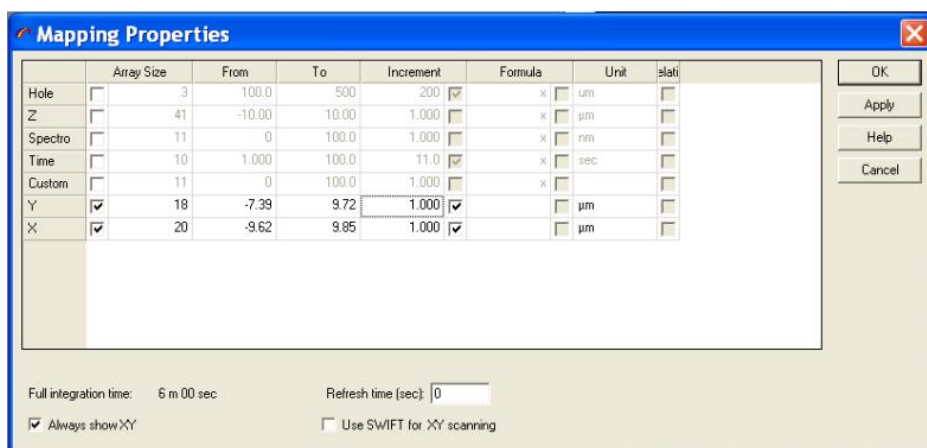
需要再次释放应力校正平台。





1.1.4.3 Raman 成像设置


点击  进行 Raman 成像设置



Array size 为成像的区域, From 和 To 为成像的边界, Increment 为采谱的步长。
Always show XY 打钩才可以更改 XY 移动的步长。

当测试的样品信号很强, 采谱时间小于 0.1 s 时或者步长很长时, 可用 SWIFT 模式扫描, 使得成像时间进一步加快。

1.1.4.4 采谱

然后根据需要选择成像图形, 选择 mapping 区域, 并按照普通 Raman 实验设置实验条件, 设置好后点击  进行 mapping 实验。

1.1.5 关机/登记

1.1.5.1 关机过程与开机过程相反, 一般情况下使用完仪器只需要关闭激光和白光电源并关闭电脑屏幕即可。

1.1.5.2 填写设备使用记录，整理桌面并带走个人物品。

1.2 注意事项

- 1.2.1 白光光源要把功率调制最低后再打开或关闭。调节功率时旋钮不要旋太快，以防灯丝烧坏。
- 1.2.2 仪器可通过软件来控制激光是否曝光。测试完前、后都要将激光挡住，以防激光破坏样品。
- 1.2.3 记录硅片强度的时候要注明实验条件（如激光的波长和强度，小孔和狭缝的大小，光栅和镜头的选择以及散焦的距离）。
- 1.2.4 液体样品测试可用 45° 转角镜引出激光测试，液体样品需放在石英皿中。做电化学 Raman 测试的需要保证电解池不漏液。
- 1.2.5 仪器谱仪部分不能承受力，以免光路发生偏移；装载和卸载物镜时不能用手碰到镜头镜片和后光孔；实验数据需用 CD 光盘拷出，禁止使用 U 盘。
- 1.2.6 如果对 Raman 测试的波数准确性有要求，可以连续校正两次再测定。
- 1.2.7 该仪器设备的 CCD 在没有强度校正的条件下，测试饱和强度为 64000。

1.3 维护保养

1.3.1 激光器的维护

- 1.3.1.1 拉曼光谱仪上使用的激光器有多种类型，应按操作说明书，正确操作和维护。
- 1.3.1.2 一般风冷激光器在正常停止激光输出后其散热风扇还会继续运转，应等到风扇自动停转后再关闭主电源开关。
- 1.3.1.3 遇突然停电，应等到激光器自然冷却后再开机工作，以免损坏激光器。

1.3.2 防尘、防潮要求

- 1.3.2.1 拉曼光谱仪是一种精密的光学仪器，在日常维护和使用中应重点做好防尘、防潮工作。
- 1.3.2.2 一般灰尘吸附在光学元件上后，会使谱仪的通光效率下降，应控制实验室空气中的灰尘含量。
- 1.3.2.3 导电灰尘吸附在各种电路板上后，会造成短路现象。在检测可能产生导电灰尘的试样，如检测石墨、碳纤维等试样时，应严格控制导电灰尘的散发。
- 1.3.2.4 水汽影响拉曼光谱仪中各种光学元件特别是带阻滤波器的使用寿命，应控制湿度，带阻滤波器要放在干燥器中保存，随用随装。