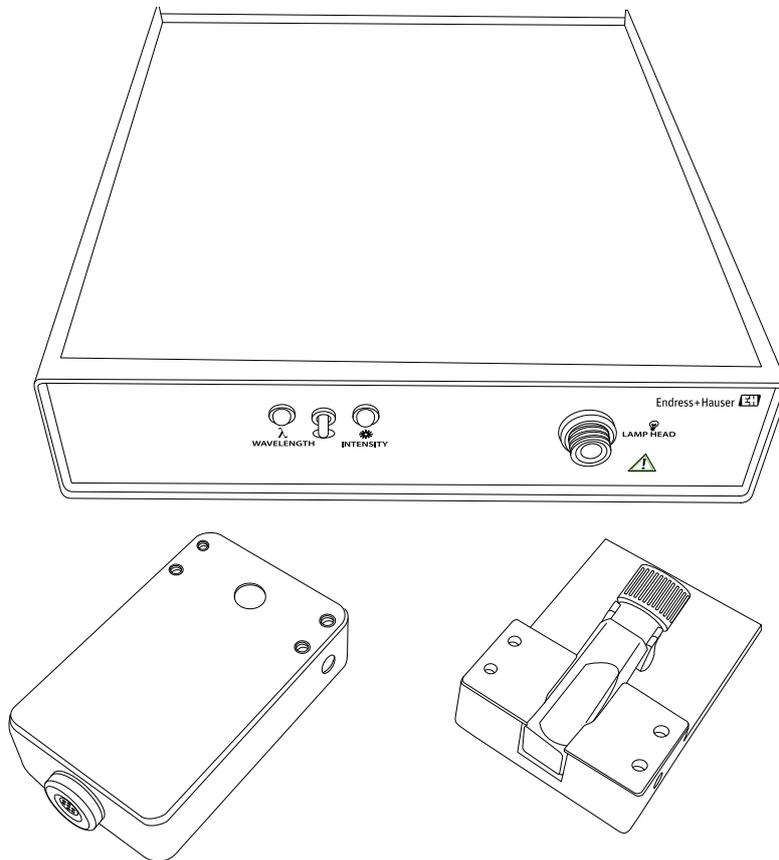


操作手册

拉曼标定附件



目录

1 文档信息	4	4.1 到货验收	10
1.1 安全图标	4	4.2 供货清单	10
1.2 设备上的图标	4	5 操作	11
1.3 美国出口管制合规	4	5.1 标定数据文件	11
1.4 术语表	5	5.2 拉曼位移标液	11
2 基本安全指南	6	5.3 拉曼标定协议	12
2.1 指定用途	6	6 维护	13
2.2 电气安全性	6	6.1 灯头和转接头	13
2.3 操作安全	6	7 维修	15
2.4 产品安全	6	7.1 设备和备件维修	15
2.5 重要防护措施	6	8 技术参数	16
2.6 健康和 safety 考量因素	6	8.1 规格参数	16
3 产品描述	7	9 配套文档资料	17
3.1 控制和连接	8	10 索引	18
4 产品到货验收和产品标识	10		

1 文档信息

1.1 安全图标

信息结构	含义
 警告 原因 (/后果) 不遵守安全指南的后果 ▶ 补救措施	危险状况警示图标。若未能避免这种危险状况，可能导致人员死亡或严重伤害。
 小心 原因 (/后果) 不遵守安全指南的后果 ▶ 补救措施	危险状况警示图标。若未能避免这种危险状况，可能导致人员轻微或中等伤害。
注意 原因/状况 不遵守安全指南的后果 ▶ 补救措施/说明	可能导致财产受损的状况警示图标。

1.2 设备上的图标

图标	说明
	激光辐射图标，提醒用户在使用系统时，应注意暴露于有害可见激光辐射下的风险。
	高压电图标，提醒人员附近有高压电，存在导致人员受伤或财产损失的风险。对于某些行业，高压电指超出设定阈值的电压等级。使用高压电设备和线路时必须遵循特殊安全要求和规程。
	WEEE（废弃电气和电子设备）标志，表示产品不得作为未分类城市垃圾处置，必须送往单独的回收机构进行废弃处理。
	CE 标志，表示产品符合欧洲经济区（EEA）内销售产品的相关健康、安全和环保要求。

1.3 美国出口管制合规

Endress+Hauser 的政策严格遵守美国出口管制法律，详细信息请访问美国商务部[工业与安全局](#)网站。

1.4 术语表

术语	说明
CCD	电荷耦合器件
cm	厘米
DC	直流电
FC	金属套接头
EEA	欧洲经济区
HCA	拉曼标定附件
HPLC	高性能液相色谱
Hz	赫兹
IEC	国际电工委员会
kg	千克
IO	浸没式光学器件
lbs	磅
LED	发光二极管
mm	毫米
NCO	非接触式光学器件
NIST	国家标准与技术研究院
nm	纳米
NMR	核磁共振
SMA	微型组件
USB	通用串行总线
W	瓦
WEEE	废弃电气和电子设备

2 基本安全指南

注意

- ▶ 本章节中的安全信息针对拉曼标定附件。有关使用激光的分析仪相关安全信息，参见 *Raman Rxn2 (BA02151C)*、*Raman Rxn4 (BA02178C)* 和 *Raman Rxn5 (BA02179C)* 《操作手册》。

2.1 指定用途

标定附件用于实现拉曼分析仪的标准化，在强度方面提供准确的光谱。

禁止将标定附件用于非指定用途，否则会危及人员和整个测量系统的安全。

2.2 电气安全性

用户有责任且必须遵守下列安全标准的要求：

- 安装指南
- 当地电磁兼容性标准和法规

2.3 操作安全

在进行整个测量点调试之前：

1. 检查并确认所有连接均正确。
2. 确保电缆和光纤连接无损坏。
3. 禁止使用已损坏的产品，并采取保护措施避免误操作。
4. 将产品标识为故障产品。

注意

- ▶ 操作过程中，如果无法修复故障，必须停用产品，并采取保护措施避免误操作。

2.4 产品安全

拉曼标定附件符合安全要求，通过出厂测试，可以安全使用。产品符合相关法规和国际标准的要求。与 Rxn 拉曼分析仪相连的设备必须符合适用安全标准。

2.5 重要防护措施

- 禁止将拉曼标定附件用于非指定用途。
- 禁止将电源线搭在工作台或高温表面上。
- 禁止打开拉曼标定附件的外壳。
- 禁止直视激光束。
- 禁止盯着漫射或反射激光。
- 禁止使用激光照射镜面。
- 安装后未使用的探头必须安装防护盖或堵头。
- 避开光亮表面，并且必须使用光挡。

2.6 健康和安全考量因素

用户必须理解并遵守所有适用的安全法规。安全法规各不相同，与仪表的安装位置有关。用户应自行（而非由 Endress+Hauser）遵照相关评定流程确定设备的安全使用方法。

3 产品描述

拉曼标定附件用于在辐射强度方面实现拉曼分析仪的标准化。遵照本手册建议的标定要求使用拉曼标定附件时，可实现不同仪表的标准化，使它们在测量给定样品时生成相似光谱。拉曼标定附件用于与拉曼仪表和 Endress+Hauser 分析仪配套使用。

拉曼标定附件含一个安装在紧凑型灯头中的强度参考灯。灯头通过 1.8 m (6 ft) 电缆连接至控制单元，具有正极锁止功能，两端均设有快速连接头。灯头上的漫射光窗口产生准朗伯光源，位置正确时，会填充探头镜头、显微镜物镜或光纤的数值孔径。

为了实现强度标准化，长寿命低压卤钨灯可提供出厂状态特征的光谱输出。认证流程中使用的主要参考资源是国家标准与技术研究院 (NIST) 可追溯资源。在恒定电流工作条件下，卤钨灯在整个使用寿命期间均能保持近乎恒定的色温。控制单元中的精密电流调节电源可确保在数小时运行中保持一致的光谱输出。

注意

- Rxn2 拉曼光谱分析仪和 Rxn4 拉曼光谱分析仪集成波长轴和激光波长标定功能。拉曼标定附件不得用于 Rxn2 拉曼光谱分析仪和 Rxn4 拉曼光谱分析仪的标定作业。

分析仪	强度轴	校验
Rxn2 拉曼光谱分析仪	✓	✓
Rxn4 拉曼光谱分析仪	✓	✓

表 1. 拉曼标定附件和拉曼分析仪兼容性

通过物理介质提供 GRAMS 数据文件 (.spc 格式)，描述灯头光谱输出（强度模式）的特征。此文件被称为源光谱文件 (SSF)。因此使用此附件仅修正测量光谱的归一化形状，而非绝对幅度。分析仪随附软件配置为在仪表标准化过程中参考附件的 SSF。

仪表强度标准化功能可修正仪表之间的响应差异：

- 各个电荷耦合设备 (CCD) 检测器响应中的像素偏差导致的固定模式噪声
- 棱镜和透镜传输引起信号强度的光谱变化
- CCD 摄像头量子效率的光谱变化

标准化是指使用放射性方法对单个分析仪进行标准化处理，以将光谱模型以及化学模型传输至多个分析仪的过程。

灯头和拉曼位移标液西林瓶均可通过拉曼 Rxn 系统系列仪表的显微镜载玻片插板连接。可选适配器允许将灯头和拉曼位移标液西林瓶支座机械连接至 Endress+Hauser 常规探头光学器件。

为了最大程度延长附件的使用寿命，卤钨灯在不间断照明 45 分钟后自动关闭。您可以随时手动关灯。控制单元记录标定后卤钨灯的累积燃烧时间。即将完成和完成 500 小时建议更换和重新标定周期后，您都会收到警告，详细信息参见卤素灯开/关 → 

标准化过程完成后，Raman RunTime 可使用三种拉曼位移标液中的一种自动进行系统校验。客户还可以选择自己对其它样品进行线下校验。然而，分析仪软件需要使用三种批准的拉曼位移标液之一进行有效的拉曼运行时间校验，才能操作和收集数据。

新标定和二次标定的每个装置都附有证书和光谱文件。

注意

- Endress+Hauser 建议在 500 小时或 12 个月重新认证（以先到者为准）。

3.1 控制和连接

下图显示了拉曼标定附件（含控制单元和灯头）的正视图。控制单元的前侧包含光源控制开关、开关左侧的波长（氦）指示灯发光二极管（LED）、开关右侧的强度（卤素灯）指示 LED 和灯头插座。灯头具有类似的连接头但公母相反。

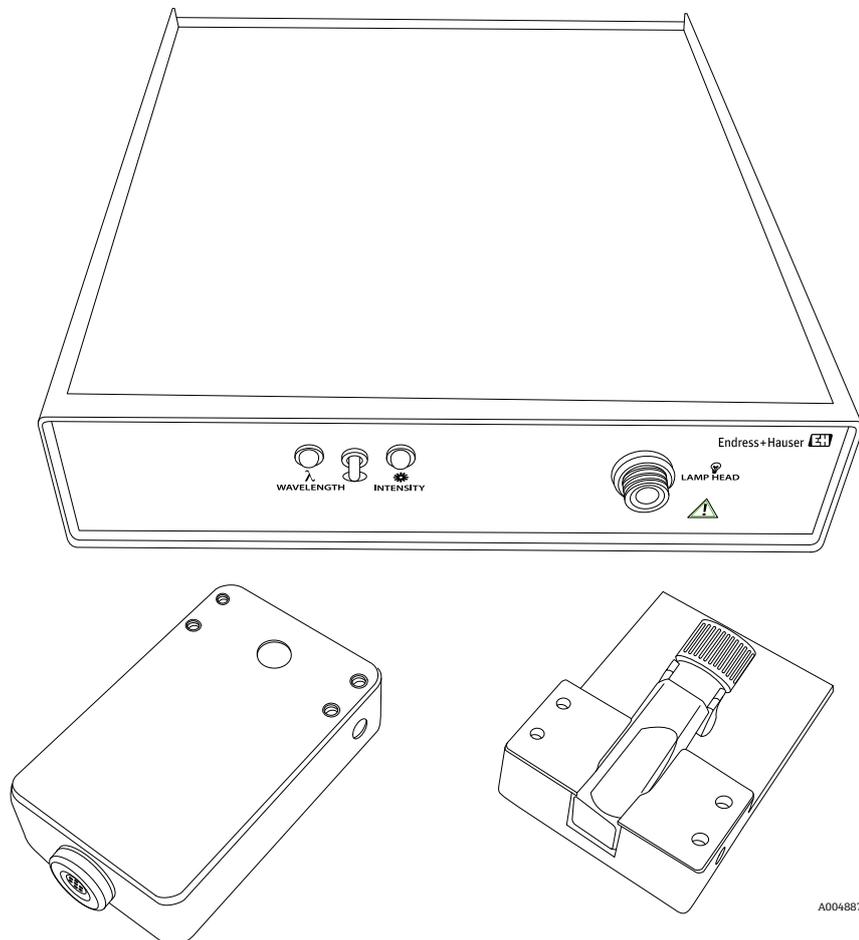


图 1: 带灯头的控制单元的正视图

下图为控制单元的后视图，显示了电源连接、装置电源开关、保险丝盒和通用串行总线（USB）通信接口。

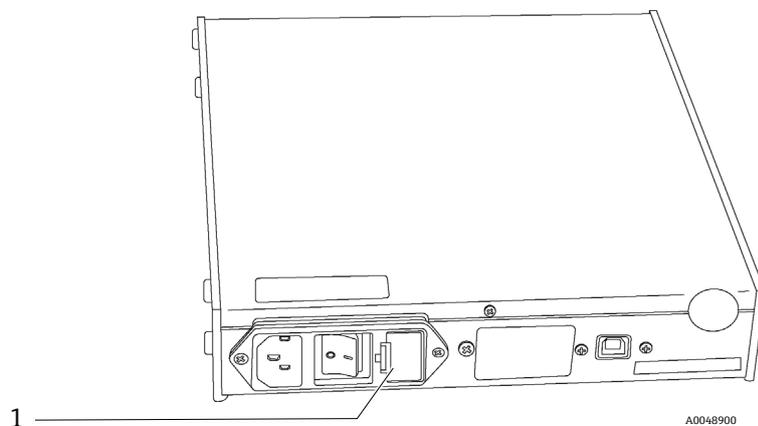


图 2: 带保险丝盒的控制单元后视图 (1)

注意

请勿尝试通信。可能造成损坏。

- ▶ USB 端口仅供工厂使用。通讯协议为专有协议。

3.1.1 设备电源开关

控制单元背面电源输入模块上的开关可接通设备电源。

3.1.2 灯头电缆/连接头

连接至灯头和控制单元的 1.8 m (6 ft) 电缆两端有相对的连接头。电缆插头上的红点必须与插座上的红点对齐。完成后，连接锁止。直接拉动压簧连接器本体，即可松开连接。



灯头处存在危险电压。

- ▶ 灯头中无用户可维护部件。在拔下控制单元的灯头后，禁止操作此设备。

3.1.3 卤素灯开/关

将前面板开关向右拨动可打开卤素强度灯并点亮右侧绿色 LED。灯将在 45 分钟后自动关闭。主仪表可记录灯的“开启”时间（最接近 0.1 分钟）。灯使用超过 450 小时时，LED 指示灯亮起黄色。灯使用超过 500 小时时，LED 指示灯亮起红色。LED 灯亮起黄色或红色，将设备返还至 Endress+Hauser 进行二次标定。

使用之前，应让卤素灯预热 12.5 分钟，使灯泡色温保持稳定。卤素灯 LED 指示灯作为灯泡预热时间的可视指示灯，灯泡完成预热后，指示灯常亮。

将前面板开关再次向右拨动关闭卤素灯。将开关拨到左边开启氖灯。

3.1.4 电源

拉曼标定附件使用通用输入开关电源，可在 100...240 VAC，50...60 Hz 的线路输入范围内工作。通过配备通用 IEC320 连接头的标准电源线进行主（线路）电源连接。最大功耗：30 W。

3.1.5 保险丝

可通过控制单元背面电源开关旁边的保险丝盒更换保险丝。每次更换两个两个 250 VAC 公制（5x20 mm）保险丝。在 100...120 VAC 或 220...230 VAC 下运行时，请使用 2A 时滞保险丝。



存在电击风险。

- ▶ 只有在将交流电源线从单元上拆下后，才能对保险丝进行维护。

4 产品到货验收和产品标识

4.1 到货验收

1. 检查并确认外包装完好无损。如存在外包装破损，请立即告知供应商。问题尚未解决之前，务必妥善保管外包装。
2. 检查并确认包装内的物品完好无损。如物品已被损坏，请立即告知供应商。问题尚未解决之前，务必妥善保管物品。
3. 检查订单的完整性，确保与供货清单完全一致。比对供货清单和订单。
4. 使用抗冲击和防潮包装存放和运输产品。原包装具有最佳防护效果。符合允许的环境条件。

如有任何疑问，敬请联系供应商或当地销售中心。

4.1.1 产品标识

下列位置处标识有产品订货号和序列号：

- 见铭牌
- 参见发货清单

4.1.2 制造商地址

Endress+Hauser
371 Parkland Plaza
Ann Arbor, MI 48103
USA
www.endress.com

4.2 供货清单

供货清单如下：

- 标定附件，订购配置
- *拉曼标定附件《操作手册》*
- 拉曼标定附件性能证书
- 当地符合性声明（可选）
- 防爆认证证书（可选）
- 标定附件可选附件（可选）

如有任何疑问，请联系供应商或当地销售中心。

5 操作

5.1 标定数据文件

每个拉曼标定附件都随附存储在记忆棒上的源光谱文件。此文件描述了在漫射光窗口外测得的附件卤素灯的相对光谱输出。卤素灯的标称色温为 2840 K。但灯头使用漫射器可修改简单黑体的光谱输出。因此，在使用该附件时，不建议进行简单的黑体校正。当与选配适配器附件搭配使用时，源光谱文件可以更准确地描述附件提供的光谱输出形状。必须区分光谱输出形状（色温）标定和绝对光谱输出级（ $W/cm^2/sr/nm$ ）。标定附件和使用标定附件的分析仪软件仅修正测量光谱的形状。

所得光谱强度单位（在源光谱文件中提供）是以纳米为单位的波长函数的每波数的相对光子通量。虽然在形状上与传统灯具的 W/nm 单位不同（相差 3 倍），但它们是拉曼光谱学家的首选单位。拉曼仪表使用的 CCD 摄像头以“计数”的形式记录输出信号电平，此电平与探测器处的光子通量和相应波长处的量子效率成正比。拉曼光谱以计数与拉曼位移的关系表示，其中拉曼位移以波数表示（ cm^{-1} ）。因此，根据每个波数的光子来测量灯头标定。

用于操作分析仪的软件经过配置，可直接读取仪器标准化过程中附件 SSF。文件中的数据专用于分析仪，不用于常规辐射测量目的。

5.2 拉曼位移标液

拉曼位移标液与拉曼标定附件配套使用。根据应用，Endress+Hauser 建议使用三种拉曼位移标液中的一种。其中一种标液是环己烷，与光学级西林瓶搭配使用。Endress+Hauser 建议使用环己烷并提供密封式光学级西林瓶。

用户必须提供用于 HPLC 的环己烷，CHROMASOLV, $\geq 99.7\%$ (Sigma-Aldrich p/n 34855)，并将其装入提供的西林瓶中。西林瓶安装在与灯头具有相似安装特征的支座中。使用相同的探头适配器。

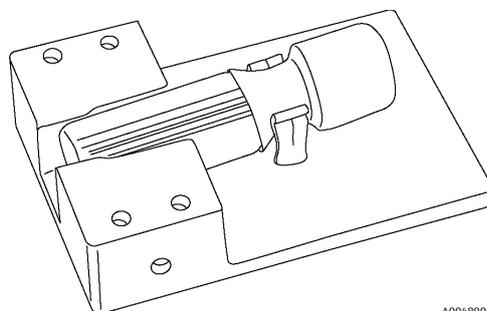


图 3: 拉曼位移标液: 环己烷

注意

- ▶ 有关探头、光学器件和采样系统的相关问题，联系当地销售中心。

已知激光波长后，就可以将已标定波长轴精确转换为已标定拉曼位移轴，并对未知样品进行精确的拉曼测量。

使用卤钨源进行强度标准化后，拉曼偏移标液将在仪表工作范围内进行最终的系统校验。当测得的环己烷峰值和振幅值达到规定公差范围并显示在校验报告中时，则说明分析仪校验成功。

5.3 拉曼标定协议

拉曼标定附件的使用协议因应用软件包而异。有关使用波长和强度源的使用说明，参见相关分析仪的《操作手册》。

建议的标定和认证顺序如下：

1. 使用氩标准标定波长。
2. 使用卤钨标准标定或标准化强度。
3. 使用拉曼位移标液标定激光波长。
4. 使用拉曼位移标液认证标定过程。

详细信息，参见分析仪《操作手册》中的相关章节。

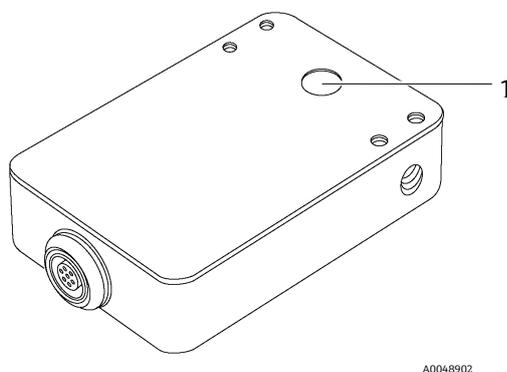
小心

- ▶ 在执行强度标准化前，至少应等待 12.5 分钟，使灯预热并稳定。
- ▶ 在开启 45 分钟后，灯自动关闭。如果卤素灯已亮起超过 45 分钟，必须设置一个持续 10 分钟以上的强度序列，则应先关闭卤素灯，然后再打开，重置 45 分钟的计时器，然后再开始该过程。
- ▶ 对于关键应用，位置和焦点至关重要。每次执行标定时，探头应尽可能精确地定位。为获得最佳测量结果，还应旋转 HCA 转接头。

6 维护

6.1 灯头和转接头

氖气灯和卤素灯都是从灯头上表面的漫射光窗口发出的。灯头侧面设有 $\frac{1}{4}$ -20 和 8-32 螺孔，便于后续安装操作（如需）。漫射光窗口周围设有 4-40 螺孔，用于连接可选接口转接头。



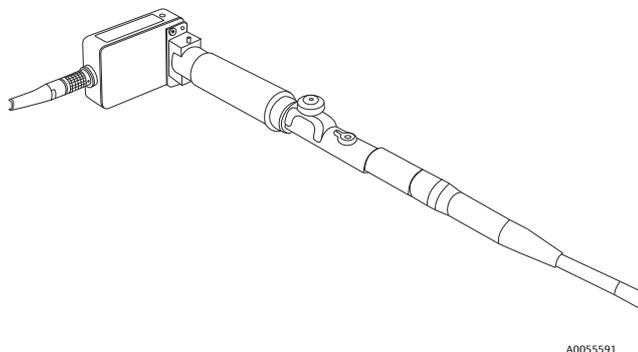
A0048902

图 4: 灯头 - 漫射光窗口 (1)

下表列出了可用的接口转接头。

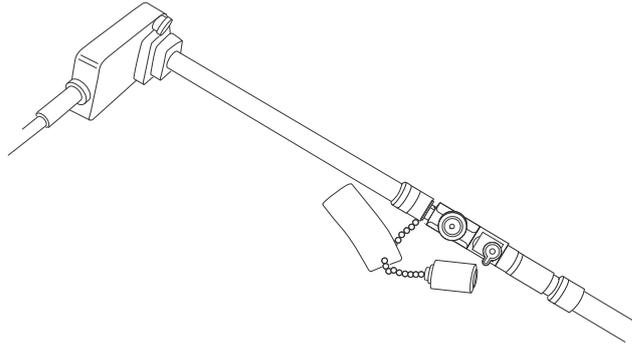
说明	零件号
FC 光纤适配器	70187579
非接触式物镜适配器 (NCO-0.4 和 NCO-0.5 光学器件)	70188144
1.25 cm (0.5 in) 浸没式光学器件 (IO) 接头 (也适用 Rxn-40 和 Rxn-41 探头)	70187580
6 mm 光学器件	70193240 KOR20-AAAD
Rxn-20 探头转接头	70187749
0.635 cm (0.25 in) IO 适配器	70187716
bIO 浸没式适配器	70187785

安装在 Endress+Hauser NCO-0.4 光学器件上的灯头配备标准 NCO-0.4/NCO-0.5 光学适配器。浸没式光学器件与标准 1.25 cm (0.5 in) IO、Rxn-40 探头和 Rxn-41 探头搭配使用。



A0055591

图 5: 10 倍显微镜物镜上的灯头



A0048617

图 6: 1.25 cm (0.5 in) 浸没式光学器件上的灯头

7 维修

7.1 设备和备件维修

拉曼标定附件为无用户可维护附件，无需例行维护。Endress+Hauser 应执行拉曼标定附件的维修和二次标定。

注意

- ▶ 建议每年或卤素灯开启 500 小时后进行强度功能的二次标定（以先到者为准）。

设备二次标定包含卤素灯更换（如需），卤素灯电流调节（如需）和光谱亮度输出表征。二次标定装置随附新 SSF。必须在拉曼分析仪软件中正确参考 SSF，以便正确实施二次标定。

注意

- ▶ 不按手册规定执行程序（包括维修）、使用控制器或调整仪器将导致保修失效。

8 技术参数

8.1 规格参数

图号	说明
光谱强度基准	卤钨灯
给定 HCA 型号的数据文件光谱范围	HCA-532: 534.5...694.0 nm HCA-785: 790.7...1074.5 nm HCA-1000: 1012.6...1304.6 nm
光谱强度输出重复性 (认证时)	< ±0.65 %
光谱强度输出重复性 (光谱大于 4000 cm ⁻¹ , 超过 500 小时)	±2.65 %
光谱长期不确定性 (任意波长)	HCA-532: ±2.85 % HCA-785: ±6.05 % HCA-1000: ±10 %
NIST 可追溯主要标准不确定性	应要求提供
电源	100...240 VAC 50 Hz...60 Hz
功率消耗	最大 30 W
控制单元外形尺寸	212 x 270 x 43 mm (8.3 x 10.6 x 1.7 in)
控制单元质量 (重量)	1.60 kg (3.5 lb)
灯头外形尺寸	50 x 80 x 19 mm (2.0 x 3.1 x 0.7 in)
灯头质量 (重量)	0.10 kg (0.2 lb)
CE 认证	是

9 配套文档资料

配套文档资料的查询方式:

- 随箱存储介质 (仅限部分设备型号)
- 通过 Endress+Hauser 移动应用程序: www.endress.com/supporting-tools
- 登陆 Endress+Hauser 公司网站的“资料下载”区: www.endress.com/downloads

本文档为全套文档资料的组成部分, 其中包括:

文档资料代号	文档资料类型	文档资料名称
TI01637C	技术资料	拉曼标定附件技术资料

10 索引

- 安全, 6
- 保险丝, 9
- 备件, 15
- 出口管制合规, 4
- 灯
 - 卤素灯, 9
 - 头, 8, 13
- 电源, 9
- 光谱强度, 16
- 规格参数, 16
- 健康, 6
- 控制单元, 8
- 卤素灯, 9
- 漫射光窗口, 13
- 美国出口管制合规, 4
- 术语表, 5
- 数据文件, 11
- 通信协议, 12
- 图标, 4
- 外形尺寸, 16
- 维修, 15
- 位移标液, 11
- 眼部防护措施, 6
- 重量, 16
- 转接头, 13

www.addresses.endress.com
