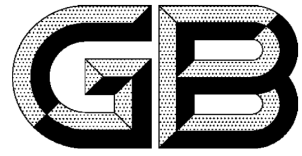


ICS 71.040.10
N 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 40219—2021

拉曼光谱仪通用规范

General specification for Raman spectrometers

2021-05-21 发布

2021-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国工业过程测量控制和自动化标准化技术委员会(SAC/TC 124)归口。

本标准起草单位:福建省计量科学研究院、厦门大学、厦门市普识纳米科技有限公司、福建师范大学、同方威视技术股份有限公司、北京卓立汉光仪器有限公司、北京华泰诺安探测技术有限公司、北京市计量检测科学研究院、中国科学院物理研究所、奥谱天成(厦门)光电有限公司、北京雪迪龙科技股份有限公司、北京北分瑞利分析仪器(集团)有限责任公司、上海如海光电科技有限公司、天美仪拓实验室设备(上海)有限公司、上海仪电分析仪器有限公司、上海市计量测试技术研究院、福州云石科技有限公司、北京华夏科创仪器股份有限公司、浙江同创海诚科技有限公司、屹谱仪器制造(上海)有限公司、励强科技(上海)有限公司、济宁市计量测试所、浙江谱创仪器有限公司、北京鉴知技术有限公司。

本标准主要起草人:罗峰、黄伟、刘国坤、曾勇明、陈荣、王红球、张恒、熊胜军、吴红、刘玉龙、刘鸿飞、任斌、韩汐、高学军、于永爱、张海蓉、卓晓丹、李征、蒋磊、罗荷洲、张新民、黄正义、杜继东、李晓云、孙文、阳杰、陈曦、耿莹莹、郑金。

拉曼光谱仪通用规范

1 范围

本标准规定了拉曼光谱仪的术语和定义、分类、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本标准适用于采用激光为激发光源的拉曼光谱仪(以下简称仪器),其他光源的仪器可参考执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 191—2008 包装储运图示标志
- GB/T 2829—2002 周期检验计数抽样程序及表(适用于对过程稳定性的检验)
- GB 4793.1—2007 测量、控制和实验室用电气设备的安全要求 第1部分:通用要求
- GB 7247.1—2012 激光产品的安全 第1部分:设备分类、要求
- GB/T 11606—2007 分析仪器环境试验方法
- GB/T 13384—2008 机电产品包装通用技术条件
- GB/T 13966—2013 分析仪器术语
- GB/T 17626.2—2018 电磁兼容 试验和测量技术 静电放电抗扰度试验
- GB/T 17626.3—2016 电磁兼容 试验和测量技术 射频电磁场辐射抗扰度试验
- GB/T 17626.4—2018 电磁兼容 试验和测量技术 电快速瞬变脉冲群抗扰度试验
- GB/T 17626.5—2019 电磁兼容 试验和测量技术 浪涌(冲击)抗扰度试验
- GB/T 18268.1—2010 测量、控制和实验室用的电设备 电磁兼容性要求 第1部分:通用要求
- GB/T 34065—2017 分析仪器的安全要求

3 术语和定义

GB/T 13966—2013 界定的及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

拉曼散射 Raman scattering

单色入射光与介质相互作用后产生不同于原入射光频率的散射光,并且相对频移对称分布于入射光频率两侧的现象。

3.2

拉曼位移 Raman shift

入射光绝对波数与散射光绝对波数的差值。

注:单位为 cm^{-1} 。

3.3

拉曼光谱 Raman spectrum

拉曼散射强度对于拉曼位移的分布。

3.4

拉曼光谱仪 Raman spectrometer

用于收集试样的拉曼光谱,并进行检测和分析的仪器。

3.5

拉曼谱峰强度 peak intensity of Raman scattering

拉曼光谱仪测量得到的某个拉曼谱峰的信号强度,为该峰最高点到该点对应的背景基线的计数差值。

3.6

半高宽 full width at half maximum; FWHM

以谱峰强度的一半作平行于基线的直线,该直线与谱峰两侧所形成交点之间的波数差值。

见图 1。

注:单位为 cm^{-1} 。

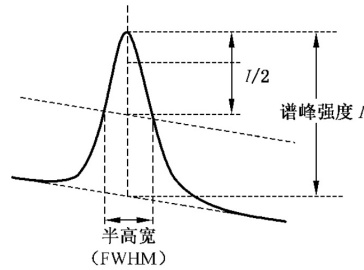


图 1

3.7

光谱分辨率 spectral resolution

拉曼光谱仪分辨两相邻谱峰的能力,以所测得的元素灯谱线的半高宽表示。

注:单位为 cm^{-1} 。

4 分类

仪器按使用环境分为:

- a) 实验室拉曼光谱仪;
- b) 便携式拉曼光谱仪。



5 要求

5.1 仪器正常工作条件

5.1.1 实验室拉曼光谱仪

实验室拉曼光谱仪在下列条件下应能正常工作:

- a) 环境温度: $5\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 35\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- b) 相对湿度: $20\% \sim 80\%$;
- c) 交流供电电源:电压 $220\text{ V} \pm 22\text{ V}$, 频率 $50\text{ Hz} \pm 1\text{ Hz}$;
- d) 室内清洁无尘,避光,排风良好,能平稳地放在工作台上,周围无强烈机械振动和电磁干扰源,无强气流影响;

e) 接地良好。

5.1.2 便携式拉曼光谱仪

便携式拉曼光谱仪在下列条件下应能正常工作：

- 环境温度： $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- 相对湿度： $20\%\sim 85\%$ ；
- 供电电源：交流电源电压 $220\text{ V}\pm 22\text{ V}$ ，频率 $50\text{ Hz}\pm 1\text{ Hz}$ ，直流电源电压变化在 $\pm 20\%$ 以内；
- 使用环境无强光直射。

5.2 功能

仪器至少应具有下列功能：

- 激发光开启和关闭功能；
- 准确显示所采集拉曼光谱图、读取拉曼位移坐标及强度示值等功能；
- 原始光谱数据导出功能，至少包含以下数据导出格式之一：`*.txt`、`*.Excel` 或 `*.csv`。

5.3 性能指标

仪器性能指标要求见表 1。

表 1 性能指标

项目	I 级	II 级	III 级	IV 级
光谱分辨率	$\leq 1\text{ cm}^{-1}$	$\leq 4\text{ cm}^{-1}$	$\leq 8\text{ cm}^{-1}$	$\leq 15\text{ cm}^{-1}$
位移准确度	$\pm 1.0\text{ cm}^{-1}$	$\pm 1.5\text{ cm}^{-1}$	$\pm 3.0\text{ cm}^{-1}$	$\pm 6.0\text{ cm}^{-1}$
位移重复性	$\leq 0.5\text{ cm}^{-1}$	$\leq 0.5\text{ cm}^{-1}$	$\leq 1.0\text{ cm}^{-1}$	$\leq 2.0\text{ cm}^{-1}$
强度重复性	$\leq 1\%$	$\leq 3\%$	$\leq 5\%$	$\leq 5\%$
信噪比	$\geq (10:1)$ (单晶硅三阶峰)	$\geq (5:1)$ (单晶硅三阶峰)	$\geq (100:1)$ (单晶硅二阶峰)	$\geq (10:1)$ (单晶硅二阶峰)

仪器应标明所用激发光波长、线宽和功率(或功率范围)等参数；试验的全过程仪器的相关设置条件应保持一致，并注明谱图采集的积分时间。特殊领域的专用仪器技术性能，可参照本标准进行评价。

5.4 安全要求

5.4.1 防电击要求

应符合 GB/T 34065—2017 中第 6 章要求。

5.4.2 激光安全

制造商提供的说明书、警示措施、防护措施应符合 GB 7247.1—2012 的要求。

5.5 外观

仪器外观应满足下列要求：

- 仪器所有表面不应有脱皮现象；
- 表面应色泽均匀，不应有明显擦伤、露底、裂纹、气泡现象；
- 外露零部件结合处应整齐，无粗糙不平现象；

d) 面板上的文字、符号、标志应端正清晰耐久。

5.6 环境适应性

按 GB/T 11606—2007 中 2.7 环境条件分组,实验室仪器按照 II 组,便携式仪器按照 III 组的条件,分别对仪器进行温度上限、温度下限的试验后,其光谱分辨率和位移准确度应满足 5.3 的要求。

便携式仪器耐振动试验后应满足 5.3 的要求。

便携式仪器的静电放电抗扰度、射频电磁场辐射抗扰度、电快速瞬变脉冲群抗扰度、浪涌(冲击)抗扰度应符合 GB/T 18268.1—2010 中表 1 的要求。

5.7 运输、运输贮存

仪器在运输包装状态下,应根据 GB/T 11606—2007 中表 1 环境条件分组的要求选取运输、运输贮存的试验条件,并按 6.12 试验后,包装不应有较大变形和损伤,仪器不应有变形松脱、涂覆层剥落等机械损伤,其光谱分辨率和位移准确度应满足 5.3 的要求。

6 试验方法

6.1 试验前准备

根据仪器说明书的要求设置仪器参数,如激光波长和功率,物镜,狭缝宽度和光栅刻线等相关条件,激光功率为标称功率或仪器说明书的推荐值。仪器测试时,应注明环境温度、仪器声明的波数测量范围、激发光波长和功率、狭缝大小、分光系统的光栅刻线数和焦距、采样积分时间等仪器设置条件。对于共焦显微拉曼光谱仪,还应注明显微物镜、针孔大小等与共焦性能密切相关的仪器参数。

如无特别说明,以下 6.2~6.8 的测试方法要求在上述同等设置条件下进行。

6.2 试验条件

仪器经试验前准备工作后,在下列试验条件下开始性能检验:

- a) 除非另有规定,试验均应在 5.1 所规定的条件下进行,温度波动不应超过 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- b) 仪器在试验前应按照仪器说明书要求进行预热;
- c) 试验用品:元素灯:氖灯、氩灯、汞灯及其他波段的元素灯等;
- d) 试验样品:单晶硅(111);单质硫(分析纯)、萘(分析纯)、聚苯乙烯片。

6.3 功能检查

按照 5.2 规定,逐条目测和手感检查。

6.4 光谱分辨率

关闭激光器。在仪器可测量光谱范围内,分别在下限、上限和中间附近选取适当的元素灯特征谱线(参见附录 A 示例);将元素灯输出的光经强度衰减后,引入光谱仪的测量光路;近等分选择三条强信号的特征谱线进行测量。测量并记录元素灯各谱峰的半高宽,重复测量 6 次,取平均值作为在相应激发波长下各波段的分辨率,取其最大值作为仪器的光谱分辨率。

6.5 位移准确度

开启激光器。按照 6.2 中的测试条件,将标准样品置于仪器信号采集探头的聚焦处,根据仪器声明的波数测量范围,测量参考样品的拉曼光谱。在 $50\text{ cm}^{-1}\sim 200\text{ cm}^{-1}$ 范围,测量单质硫位于 153.8 cm^{-1}

的拉曼谱峰；在 $200\text{ cm}^{-1} \sim 2\,000\text{ cm}^{-1}$ 范围，测量聚苯乙烯位于 $1\,001.4\text{ cm}^{-1}$ 的拉曼谱峰；在 $2\,000\text{ cm}^{-1} \sim 4\,000\text{ cm}^{-1}$ 范围，测量萘位于 $3\,056.4\text{ cm}^{-1}$ 的拉曼谱峰。记录所选取的特征峰的位移值，重复测量3次，按公式(1)分别计算相应特征峰的位移测量值与标准位移值(参见附录 B)之差，取绝对值最大的差值作为仪器的位移准确度。

$$\Delta S_i = S_{im} - S_i \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ΔS_i ——第 i 个位移测量值与标准位移值之差，单位为 cm^{-1} ；

S_{im} ——第 i 个位移测量值，单位为 cm^{-1} ；

S_i ——第 i 个标准位移值，单位为 cm^{-1} 。

6.6 位移重复性

按 6.5 中的测试条件，间隔 5 min 测量一次，并记录谱峰的位移值，重复测量 3 次，按公式(2)分别计算各个谱峰的位移重复性，取最大的差值作为仪器的位移重复性。

$$\Delta S = S_{\max} - S_{\min} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ΔS ——位移重复性，单位为 cm^{-1} ；

S_{\max} ——3 次测得的位移最大值，单位为 cm^{-1} ；

S_{\min} ——3 次测得的位移最小值，单位为 cm^{-1} 。

6.7 强度重复性

按 6.5 中的测试条件，间隔 5 min 测量一次，并记录特征谱峰强度，重复测量 7 次，按公式(3)分别计算各个谱峰的强度重复性，取最大值作为仪器的拉曼谱峰强度 30 min 内的重复性。

$$\delta_1 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (I_i - \bar{I})^2}{n-1}} \times \frac{1}{\bar{I}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

δ_1 ——30 min 内的谱峰强度重复性；

I_i ——第 i 次谱峰强度测量值；

n ——测量次数；

\bar{I} ——7 次谱峰强度测量的平均值。

6.8 信噪比

按 6.5 中的测试条件，将单晶硅(111)置于仪器的样品架上，将激光准确聚焦于硅片上并采集其拉曼光谱；测得的单晶硅(111)二阶(940 cm^{-1} 附近)拉曼峰强度与 $1\,200\text{ cm}^{-1} \sim 1\,250\text{ cm}^{-1}$ 范围内基线噪声的最大相邻峰-峰值之比为该次测量的二阶拉曼峰信噪比；测得的单晶硅(111)三阶($1\,440\text{ cm}^{-1}$ 附近)拉曼峰强度与 $1\,570\text{ cm}^{-1} \sim 1\,620\text{ cm}^{-1}$ 范围内基线噪声的最大相邻峰-峰值之比为该次测量三阶拉曼峰信噪比。间隔 5 min，重复上述步骤 3 次，按表 1 的分类要求，取 3 次信噪比的最小值作为仪器的信噪比。

6.9 安全试验

6.9.1 防电击试验

按照 GB/T 34065—2017 中第 6 章有关试验方法。

6.9.2 激光安全

按照 GB 7247.1—2012 的有关试验方法。

6.10 外观检查

按照 5.5 规定,逐条目测和手感检查。

6.11 环境适应性试验

6.11.1 温湿度试验

按照 GB/T 11606—2007 中第 4 章、第 5 章和第 7 章进行试验。

6.11.2 振动试验

按照 GB/T 11606—2007 中第 9 章进行试验。

6.11.3 电磁兼容性

6.11.3.1 静电放电抗扰度

按照 GB/T 17626.2—2018 规定的接触放电试验程序试验。

6.11.3.2 射频电磁场辐射抗扰度

按照 GB/T 17626.3—2016 规定的程序试验。

6.11.3.3 电快速瞬变脉冲群抗扰度

按照 GB/T 17626.4—2018 规定的程序试验。

6.11.3.4 浪涌(冲击)抗扰度

按照 GB/T 17626.5—2019 规定的程序试验。

6.12 运输、运输贮存试验

仪器在包装状态下,按 GB/T 11606—2007 中第 8 章、第 15 章、第 16 章、第 17 章和 18 章的方法进行试验。

7 检验规则

7.1 检验分类

仪器检验分出厂检验和型式检验。

7.2 出厂检验

7.2.1 出厂检验的项目类别见表 2。

7.2.2 每台仪器应经检验合格,出厂检验不合格或有不合格项目应返工然后复验。复验全部项目合格后,方可出厂。

7.3 型式检验

7.3.1 检验时机

在下列情况之一时进行型式检验：

- a) 设计定型或生产定型时；
- b) 仪器转厂或转移生产地时；
- c) 正式生产后，如结构、材料、工艺有较大改变，可能影响仪器性能时；
- d) 长期停产，恢复生产时；
- e) 正常生产时，定期或积累一定产量后，应周期进行一次检验，一般为3年；
- f) 国家各级质量监督机构提出进行型式检验要求时；
- g) 出厂检验结果较上次型式检验有较大差异时。

7.3.2 型式检验项目

按表2进行，型式检验的样品应从出厂检验合格批中随机抽取。

7.3.3 抽样与判定规则

7.3.3.1 型式检验的抽样应符合 GB/T 2829—2002 中 5.9 的规定。采用的不合格质量水平、判别水平、样本和判定数组等要求应在产品标准中规定。

7.3.3.2 若型式检验不合格，应分析原因，找出问题并采取措施，重新进行型式检验。若再次型式检验不合格，则应停产整顿，停止出厂。待问题解决，型式检验合格后方可恢复出厂检验。

7.3.3.3 若型式检验合格，经出厂检验合格的批，作为合格品可出厂或入库。若入库超过12个月再出产，则应重新进行出厂检验。

表2 检验项目与检验分类

序号	检验项目及章条			检验分类	
	项目	要求章条号	试验方法章条号	出厂检验	型式检验
1	功能要求	5.2	6.3	●	●
2	光谱分辨率	5.3	6.4	●	●
3	位移准确度		6.5	●	●
5	位移重复性		6.6	●	●
6	强度重复性		6.7	●	●
7	信噪比		6.8	●	●
8	安全要求	5.4	6.9	●	●
9	外观	5.5	6.10	●	●
10	环境适应性	5.6	6.11	—	●
11	运输、运输贮存	5.7	6.12	—	●

注：“●”为必检项目，“—”为不检项目。

8 标志、包装、运输及贮存

8.1 标志

8.1.1 仪器标志

仪器标志应包括：

- a) 制造厂名称及地址；
- b) 仪器名称；
- c) 仪器型号；
- d) 商标；
- e) 制造日期、出厂编号；
- f) 其他重要标志。

8.1.2 包装标志

仪器包装标志应包括：

- a) 制造厂名称及地址；
- b) 仪器名称；
- c) 型号规格；
- d) 商标；
- e) 仪器质量(单位:kg)；体积(长×宽×高,单位:mm)；
- f) 符合 GB/T 191—2008 规定的“易碎物品”“向上”“怕雨”等包装储运图示标志；
- g) 发货、收货单位名称及地址。

8.2 包装

8.2.1 仪器包装

应符合 GB/T 13384—2008 中防潮、防振包装规定。

8.2.2 随机文件

仪器的随机文件应包括：

- a) 装箱单。
- b) 产品合格证。
- c) 使用说明书(仪器文件中有关安全描述应符合 GB 4793.1—2007 中第 5 章及 GB 7247.1—2012 中的有关规定)。说明书至少应包含激光波长、激光线宽、激光功率稳定性、拉曼光谱测量范围等基本信息。
- d) 备件清单。

8.3 运输

在运输过程中应防止受到剧烈冲击、雨淋、曝晒及辐射。

8.4 贮存

仪器在包装状态下,应贮存在环境温度为 0℃~40℃、相对湿度不大于 85%、空气中不应含有腐蚀性气体的室内。

附 录 A
(资料性附录)
低压放电灯谱线示例

低压放电灯波长与对应谱线关系参见表 A.1。

表 A.1 可用汞灯、氙灯或氦灯谱线

激发波长/ nm	灯谱线					
	0 cm ⁻¹ ~1 000 cm ⁻¹		1 000 cm ⁻¹ ~2 000 cm ⁻¹		2 000 cm ⁻¹ ~4 000 cm ⁻¹	
	λ_e /nm	S/cm ⁻¹	λ_e /nm	S/cm ⁻¹	λ_e /nm	S/cm ⁻¹
532	546.075	484.5	585.249	1 710.2	614.306	2 518.5
			594.483	1 975.7	626.650	2 839.1
					640.225	3 177.5
					650.653	3 427.8
					667.828	3 823.1
632.8	640.225 650.653 667.828	183.3 433.6 828.9	692.947 703.241	1 371.7 1 582.9	724.517	2 000.5
					763.511	2 705.4
					772.376	2 855.7
					794.818	3 221.3
					811.531	3 480.4
					826.452	3 702.9
785	811.531 826.452 837.761 849.536	416.5 638.9 802.3 967.7	865.438 878.375 885.387 912.297 922.450	1 184.0 1 354.2 1 444.4 1 777.5 1 898.2	965.779	2 384.5

注：波长-对应拉曼位移值的换算公式：

$$S = \left| \frac{10^7}{\lambda_e} - \frac{10^7}{\lambda_0} \right|$$

式中：

S —— 对应拉曼位移值，单位为 cm⁻¹；

λ_e —— 元素灯谱线波长，单位为纳米(nm)；

λ_0 —— 仪器激发光波长，单位为纳米(nm)。

附 录 B
(资料性附录)
拉曼光谱参考位移值

本标准中单质硫、聚苯乙烯、萘的位移参考值引用自 ASTM E1840-96(2014)。单质硫拉曼光谱位移参考值参见表 B.1,聚苯乙烯拉曼光谱位移参考值参见表 B.2,萘拉曼光谱位移参考值参见表 B.3。

表 B.1 单质硫拉曼光谱位移参考值

序号	波数标准值/cm ⁻¹
1	153.8±0.5
2	219.1±0.57
3	473.2±0.49

表 B.2 聚苯乙烯拉曼光谱位移参考值

序号	波数标准值/cm ⁻¹
1	620.9±0.69
2	795.8±0.78
3	1 001.4±0.54
4	1 031.8±0.43
5	1 155.3±0.56
6	1 450.5±0.56
7	1 583.1±0.86
8	1 602.3±0.73
9	2 852.4±0.89

表 B.3 萘拉曼光谱位移参考值

序号	波数标准值/cm ⁻¹
1	513.8±0.31
2	763.8±0.31
3	1 021.6±0.49
4	1 147.2±0.34
5	1 382.2±0.31
6	1 464.5±0.29
7	1 576.6±0.29
8	3 056.4±0.41

参 考 文 献

- [1] ASTM E1840-96(2014) Standard Guide for Raman Shift Standards for Spectrometer Calibration (拉曼光谱仪校准用拉曼位移标准指南)
-

