

显微拉曼光谱仪操作规程

一、仪器名称

LabRAM XploRA 显微拉曼光谱仪，日本 HORIBA 公司

二、仪器功能

本仪器是对物质分子层面的研究，从测定的拉曼光谱中，可以得到分子的结构信息，包括化学组成、结构、构象、形态和洁净度；还可以得到准确的应力大小和浓度分布。

三、操作指南

1. 操作仪器前，需详细阅读使用说明书，并经过专业培训。若实验过程中出现异常情况，及时联系本仪器管理人员。
2. 制样：固体样品，无论哪种形状，都可直接用双面胶固定在载玻片上。有毒、易挥发的液体样品需封装在毛细管或比色皿中；其他液体可滴到金属表面或放置于石英比色皿、96 孔板、液体样品池。气体样品应压缩后封装在密闭的样品池中。
3. 开机：打开仪器和电脑，待激光器冷却；打开电脑桌面的 LabSptc6 软件，选择 Viewing 模式；打开白光开关和激光开关。
4. 校准：先将硅片放置于样品台上，先选用 10 倍的物镜粗略对焦，再切换到 50 倍场焦并进行对焦至图像清晰，在软件右上方点击红色的 Stop 按钮，切换到 Raman 测试模式。在软件右侧的选项卡中选择 Acquisition 选项卡，设定采集波长 Spectro 为 520.7，实时采集时间 RTD time(s) 为 1 秒，功率衰减 Filter 为 25%，激光器 Laser 选用 532 nm，共焦针孔 Hole 选择 100 μm ，狭缝 Slit 选择 100 μm 。光栅 Grating 一共有 4 个，600 gr/mm，1200 gr/mm，1800 gr/mm 和 2400 gr/mm，每一个都要进行校准，先选定 600 gr/mm。全部参数设定好之后，点击软件上方的三角形按钮，即为实时采集。将单线光标移动到 520.7，在软件右侧选项卡中选择 Maintenance，调节左右按钮移动峰的位置，使得单线位置在峰的中间即完成了该光栅的校准。点击 Stop 按钮停止实时采集，切换到下一个光栅 1200 gr/mm，其他参数按照之前设定的不需改变，在点击实时采集，同样的方式校准光栅；再依次校准光栅 1800 gr/mm 和 2400 gr/mm 即可。
5. 样品测试：将制备好的样品固定在样品台上，先选用 10 倍的物镜粗略对焦，再切换到 50 倍场焦并进行对焦至图像清晰，在软件右上方点击红色的 Stop 按钮，切换到 Raman 测试模式。样品的测试模式选择单次测试，在 Acq.time(s) 文本框中输入采集时间，在 Accumulation 文本框中输入采集次数，在 Range 文本框中输入所需测

定的谱段的起始和终止位置。根据样品实际需要选择激光器、光栅、共焦针孔和狭缝后进行测试。对于未知样品可在测试中不断改变各个参数，以达到良好的测试效果。

6. 数据处理：测试完成的样品需进行扣背底处理，打开一条测试谱图，点击软件右侧 **Processing** 选项卡，选择基线校准 **Baseline correction**，设定相应的参数，背底线类型 **Type** 包括 **Line**（线性，适合背底较平的谱图）和 **Poly**（多项式，适合背底是曲线的谱图），多项式较为常用；阶次 **Degree** 和拟合最大点数 **Max points**，可以直接在文本框中输入，也可以拖动滑条改变；噪声点数 **Noise points**，当谱线噪音较大时选用较多的噪声点数，运用此项时必须先激活 **Correct noise**，点击该选项前的正方形图标，显示绿色即已激活。点击 **Fit** 进行拟合，点击 **Sub** 扣除背底，获得基线平整的谱图。

7. 数据保存：点击软件上方的保存按钮，有两种保存方式。一种是 **Save to group file**，即将所有测试的图谱都打包保存到一个文件中；另一种是单个图谱保存，在右侧选中一个图谱点击保存即可。保存的格式选择 **.txt** 格式。

8. 测试完成将测试记录全部删除，并关闭白光和激光器。

9. 做好大型精密仪器设备的使用情况记录、实验器具归位，盖上仪器防尘罩。

10. 离开实验室前，做好清洁卫生工作，关好门窗，关闭电源。

四、注意事项

测试结束后不需要关闭软件、电脑和仪器，必须将白光电源和激光器电源关闭。每天首次测试前必须校准 4 个光栅，之后的测试不需要再重复校准。