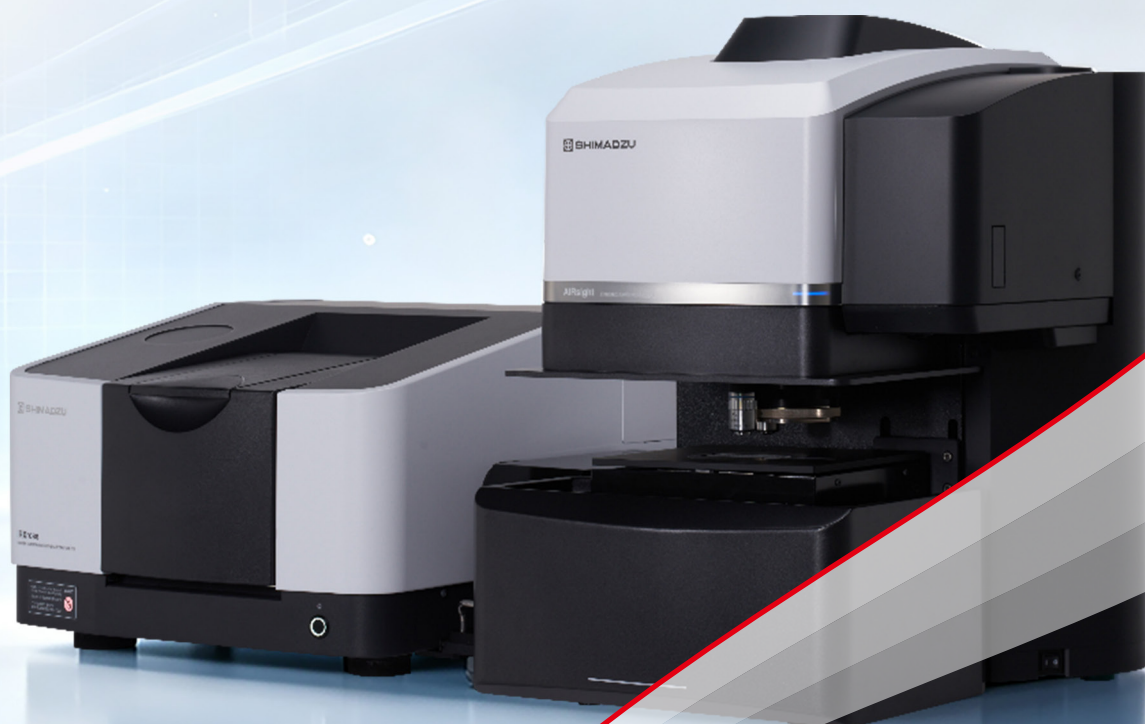


岛津红外拉曼显微镜AIRsight 应用文集



前言

在现代科研与产业发展进程中，微小样品的精准分析需求日益凸显，推动着分析仪器技术不断革新。岛津红外拉曼显微镜的研发，正是顺应这一时代趋势的产物。

从行业需求来看，传统光谱分析技术存在明显局限。如傅立叶变换红外光谱虽能提供宏观化学信息，但空间分辨率仅达数十微米，难以满足对亚微米级微观结构分析的要求。在生物医学领域，细胞代谢研究、毒理效应观测等前沿课题，需要对细胞内超小尺寸物质进行原位表征，传统仪器力有不逮。在半导体、高分子材料行业，芯片缺陷检测、高分子相态研究等工作，也迫切需要兼具高分辨率、多模态分析能力的仪器。

社会层面，新型污染物治理、药物研发等民生议题对分析技术提出更高要求。以微塑料污染为例，其对生态环境和人类健康的危害已引发广泛关注，这就需要能实现原位、多模态分析的仪器。同时，全球科研领域对微观世界探索的不断深入，也促使分析仪器向更高精度、更多功能方向发展。

岛津红外拉曼一体式显微镜的研发正是在这样的背景下应运而生，它能适配多领域的精准分析需求：

材料与工业领域：可鉴定多层膜、单根纤维成分，测试锂电池负极材料，还能对类金刚石（DLC）膜进行非破坏质量评价，可测试电化学沉积导电高分子薄膜的成分及分布，为材料研发与工业品控提供精准数据支撑。

环境领域：能开展微塑料种类鉴别，分析微塑料的大小、数量及化学成像分析，助力环境监测与珠宝鉴定。

生物医药领域：分析片剂药品异物，还能对大鼠股骨切面进行非染色分析和骨质评价，为药物研发与生物医学研究提供可靠依据。

岛津凭借近七十年红外光谱仪研发经验，推出 AIRsight 红外拉曼显微镜，整合显微红外与显微拉曼功能，实现宽尺寸范围、原位多模态的光谱表征，恰好填补了行业技术空白，满足了社会与科研领域的迫切需求。岛津红外拉曼显微镜的出现不仅推动了分析仪器技术的进步，更为各个领域的科研工作提供了强大的支持。在未来，随着科技的不断发展，相信岛津红外拉曼显微镜将在更多领域发挥重要作用，为人类探索微观世界的奥秘做出更大的贡献。为了满足客户需求和行业发展趋势，岛津推出了《岛津红外拉曼显微镜 AIRsight 应用文集》。

本文集仅供有关人员学习交流使用，不用于任何商业用途。

岛津企业管理（中国）有限公司
分析中心

目 录

第 1 章 岛津红外拉曼显微镜 AIRsight 产品介绍	1
第 2 章 红外拉曼显微镜在材料领域中的应用	6
岛津红外拉曼一体式显微镜鉴定多层膜成分	6
岛津红外拉曼一体式显微镜鉴定单根纤维成分	10
第 3 章 红外拉曼显微镜在工业领域中的应用	14
岛津红外拉曼一体式显微镜测试锂电池负极材料	14
类金刚石碳（DLC）膜的非破坏质量评价	17
使用红外拉曼一体显微镜 AIRsight 测试电化学沉积导电高分子薄膜的成分及分布	21
岛津红外拉曼一体式显微镜深度 Mapping 扫描鉴别翡翠种类	26
第 4 章 红外拉曼显微镜在环境领域中的应用	31
使用红外拉曼显微镜 AIRsight 评价微塑料	31
基于红外拉曼显微镜的微塑料化学成像分析	34
第 5 章 红外拉曼显微镜在生物医药领域中的应用	39
使用红外拉曼显微镜 AIRsight 分析片剂药品异物	39
使用红外拉曼显微镜 AIRsight 进行大鼠股骨切面的非染色分析和骨质评价	43

第 1 章 岛津红外拉曼显微镜 AIRsight 产品介绍

岛津 AIRsight 是一款集红外光谱与拉曼光谱技术于一体的高端显微镜，为微观尺度下的物质成分分析和结构表征而设计，广泛应用于材料科学、生物医药、环境监测、珠宝鉴定等领域。同一个显微镜，可实现红外和拉曼两种光谱技术从样品观察、定位标记、多模式测定到数据分析的全工作流程。能够在不移动样品的情况下，对同一样品的微小区域分别获得互补的红外和拉曼光谱信息，以实现多光谱维度的表征。



图 1 IRXross+AIRsight

其核心技术优势如下：

一、双光谱协同检测：

融合红外光谱的分子官能团识别能力与拉曼光谱的分子振动结构解析能力，可实现对同一微区的同步检测，无需重复制样，大幅提升检测效率与数据一致性。例如在高分子材料分析中，既能通过红外光谱确定官能团组成，又能借助拉曼光谱解析分子链的构象与结晶度。

二、高精度显微成像：

配备高倍物镜与共聚焦显微系统，可实现低至 1 微米的微区检测，结合深度 Mapping 扫描功能，能对样品进行三维成分成像，清晰呈现物质的微观分布与界面结构。在分析测试中，可精准定位异物区域并分析其成分。具有全自动物镜转台：可同时安装大视野相机、15 倍红外物镜，50 倍拉曼物镜、100 倍拉曼物镜、掠角反射物镜（GAO，选配）；物镜自动切换，样品位置共享和 XYZ 自动校正（视野中心位置锁定）。

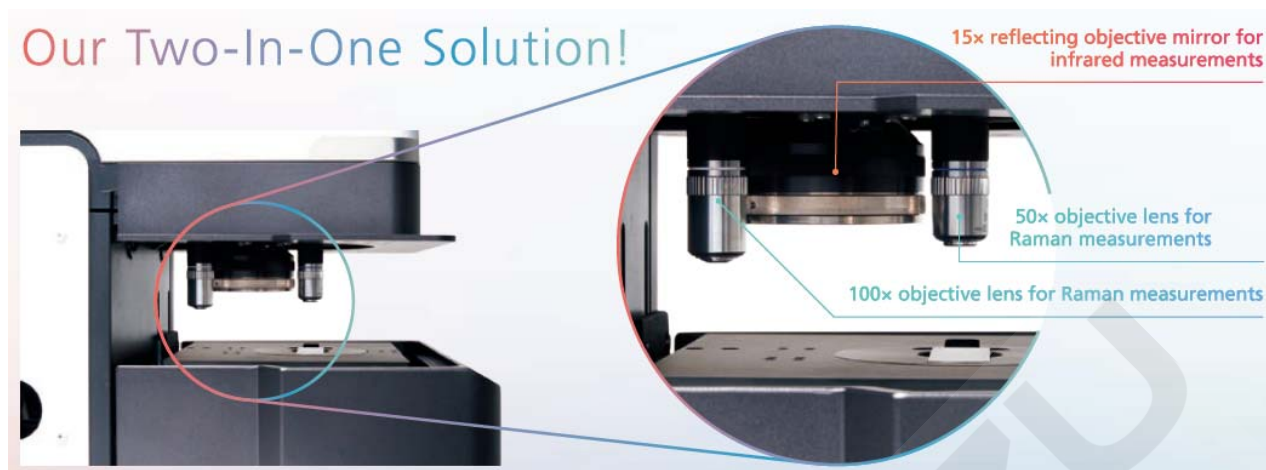


图 2 AIRsight 不同倍数的镜头

三、智能操作与数据处理：

搭载岛津自主研发的智能分析软件，支持一键式样品检测、光谱校正与数据解析，内置丰富的光谱数据库，可快速匹配未知成分。支持可视化分析，满足复杂样品的多维度研究需求。

AMSolutoin 软件可以实现红外光谱和拉曼光谱的测试和分析，也可将红外光谱和拉曼光谱在同一界面叠加显示。软件可一键切换红外模式和拉曼模式，大幅提升分析工作的便捷性与检测效率。

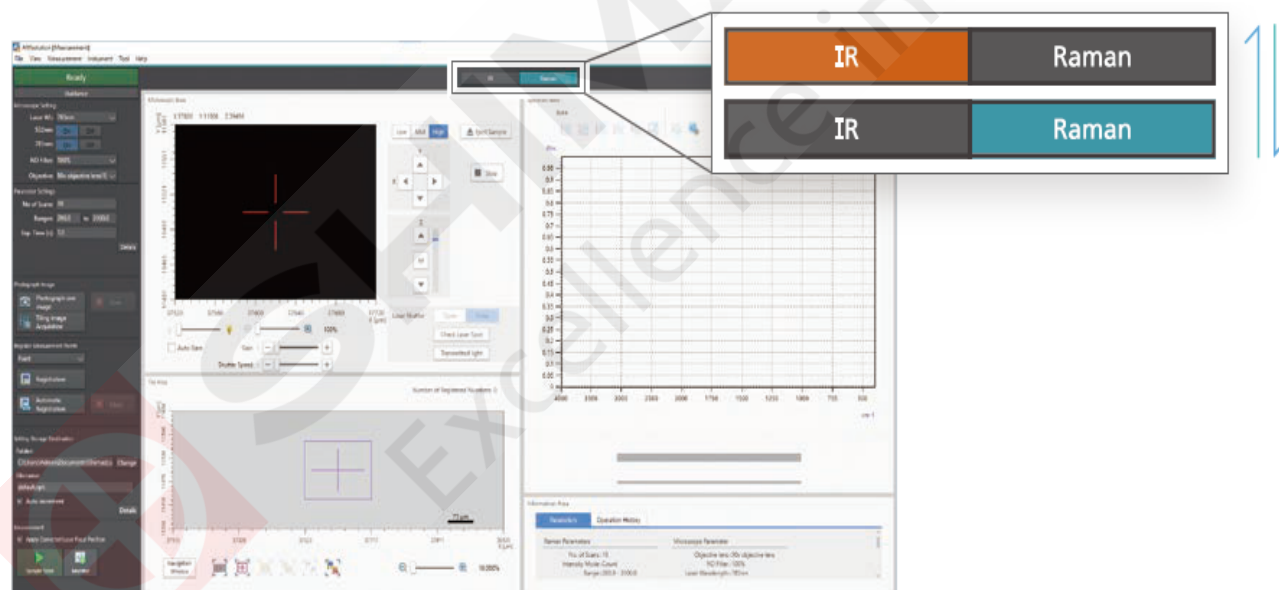


图 3 AMSolutoin 软件操作界面

智能化的软件，可以自动找到待测的候选位置。自动设定各待测点的光阑参数，显著缩短操作时间。



红外（标准模式）

红外（小样品模式）

拉曼

图 4 软件自动设置测量点

四、多种显微测样模式：

保留了红外光谱仪主机的所有功能，可以在微小样品之外，实现各种类型常规尺度样品（固、液、气）的多种形式红外光谱表征和原位分析。

显微红外模式：透射、反射、ATR 三项全能；液氮制冷 T2SL（II 类超晶格）检测器+TGS 检测器（选配）自动切换。

显微拉曼光谱：共聚焦光学设计；532 nm/785 nm 激光自动切换；电子制冷 CCD 检测器。

五、长度测定及深度扫描功能：

一键测长，对颗粒物分析/微塑料分析特别友好。可以对大视野图像、显微图像和多视野拼图中指定的对象进行自动长度测定，并可实现一键输出。拉曼模式下，如果样品有一定深度（厚度），可对单点或线进行深度扫描。通过无损检测方法，很多情况下可以得到样品内部的信息。

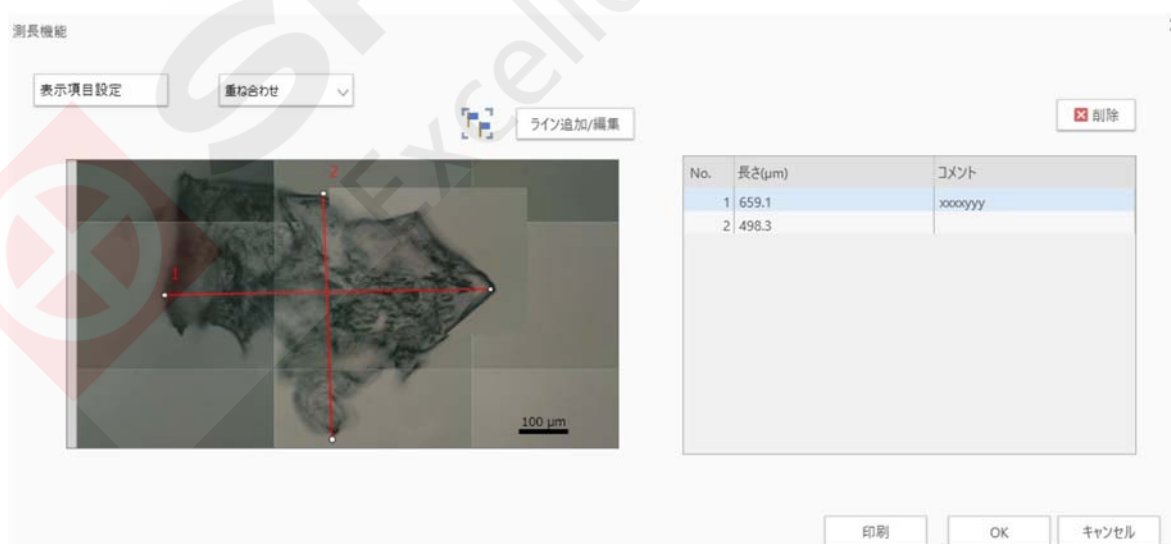


图 5 软件长度测量

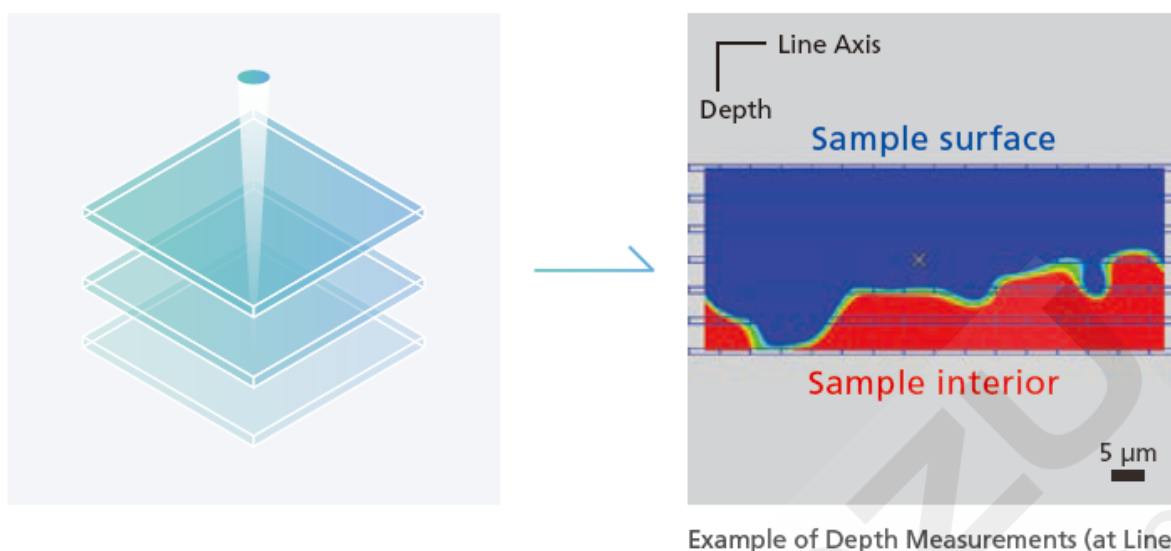


图 6 软件深度扫描

典型应用场景

红外拉曼显微镜作为融合振动光谱技术与显微成像的复合分析工具，依托红外光谱对极性官能团的灵敏探测、拉曼光谱对非极性结构的特异性识别的互补特性，已经成为材料研发与工业质量控制领域不可或缺的分析手段，推动着微观尺度材料表征与品质把控技术的升级。

1、在材料科学研究领域，红外拉曼显微镜解决了传统宏观分析无法获得微区组分分布的痛点。针对复合材料，它可以同步表征填料与基体界面的化学成分分布，清晰揭示界面相互作用对材料宏观性能的影响规律；对于高分子共混材料，通过特征峰成像可直观呈现不同聚合物的相区分布，帮助研究者优化共混工艺，调控材料力学与加工性能；在半导体材料领域，拉曼成像可精准检测晶体的晶格缺陷，为晶圆加工工艺优化提供关键数据。在新能源材料研究中，它还能实现电极材料微观区域的化学变化表征，帮助解析电池充放电过程中的衰减机制。

2、在工业生产领域，红外拉曼显微镜的价值体现在质量控制与异物分析环节。在制药工业中，它可以快速鉴别药物晶型，检测原料药微区的成分分布均匀性，保障药物疗效与稳定性；在高分子加工领域，可用于检测塑料添加剂的分散状态，识别制品内部的微小杂质，避免不合格产品流入市场；在环境工业领域，针对微塑料这种新型污染物，红外拉曼显微镜可实现从几十微米到几微米不同尺寸微塑料的原位化学成像，兼顾大尺寸样本的快速成像与小颗粒的精准识别，为环境污染物检测提供了高效手段；在宝石与文物保护领域，它可实现无损的微区成分鉴定，为宝石分级、古物修复提供科学依据。随着技术的不断进步，红外拉曼显微镜正朝着更高分辨率、更高自动化的方向发展，未来将在更多材料研发与工业应用场景中发挥关键作用，推动先进材料开发与工业生产精细化管理水平的持续提升。

3、在生物医药领域，红外拉曼显微镜凭借无标记、分子级识别的特性，给生物制药、活体生物成像甚至癌症病理诊断带来了全新方向。在生物制药领域，红外拉曼显微镜已经成为关键的研发与质控工具，在药物制剂领域，拉曼成像还可表征吸入剂粉末的分子界面性质，定量分析栓剂活性成分含量，为制剂研发提供精准数据支撑。新型短波红外拉曼成像技术突破了传

统拉曼对生物组织穿透深度不足、自发荧光干扰大的限制，给在体生物成像带来了新可能。这种无造影剂、无损伤的成像方式，为未来无创病理检测和术中导航开辟了新方向，也为临床转化研究提供了全新的技术路径。而红外拉曼显微镜可直接依托分子振动的“指纹特征”完成鉴别：癌变组织和正常组织的蛋白质、脂质、核酸分子特征峰存在显著差异，比如乳腺癌癌变区域会出现 860cm^{-1} 处峰位蓝移，拉曼峰强比值发生规律性变化，这些特征改变早于肉眼可见的形态学变化，可帮助医生识别隐形癌变，实现癌症超早期诊断。在手术过程中，它还可以通过快速拉曼扫描实时勾勒肿瘤边界，辅助医生精准完成肿瘤切除，提升手术治疗效果。目前已有大量研究将光谱病理和传统金标准病理诊断结果对比，一致性可达 95% 以上，正在逐步走向临床应用。

4、在新污染物检测分析领域，红外拉曼显微镜恰好解决了传统检测的诸多痛点，已经成为微塑料分析的核心工具之一。传统微塑料检测依赖目视分辨，误差率可达 30% 以上，难以准确统计环境中真实的微塑料含量。而红外拉曼显微镜依托两种振动光谱的互补优势：对于直径较大微塑料，红外光谱成像可快速完成单颗粒形态匹配，精准识别聚合物类型；对于 10 微米以下的小粒径微塑料，拉曼光谱凭借更高空间分辨率能清晰甄别单个颗粒，还可通过特征峰强度成像实现单颗粒化学成像。更重要的是，一体化设备可在不移动样品的前提下，对同一位点同时获取两种光谱信息互相印证，显著提升了微塑料聚合物定性的准确率，还能同步测量颗粒尺寸、统计粒径分布，为环境微塑料污染水平评估提供精准数据。

前沿拓展研究与应用

目前，新一代同步测量系统可以在同一位点同时获取红外和拉曼两种光谱信息，两种技术形成互补——红外识别极性官能团、拉曼识别非极性结构，既避免了单独测试的位置偏差，也大幅提升了复杂样品组分识别的准确率；而智能算法的引入，可以自动对光谱数据进行分群、识别，降低样本分析的人为误差，为大量数据分析提供了支撑。未来，随着进一步提高的空间分辨率及荧光干扰技术的提升及算法的优化，相信红外拉曼显微镜将会在新型污染物、代谢组学及临床有更多跨领域的前沿应用。

第 2 章 红外拉曼显微镜在材料领域中的应用

岛津红外拉曼一体式显微镜鉴定多层膜成分

摘要：岛津红外拉曼一体式显微镜是一款在红外显微镜内部加入拉曼组件的全新显微镜。可在不移动样品情况下，使用同一台设备获得同一位置的红外谱图和拉曼谱图，显著地提高了微区定性分析的准确度。多层膜是由多种材料层压制成的一种薄膜，每种材料层都具有特定的性能。本文使用红外拉曼一体式显微镜对多层膜的每一层材质同时进行红外和拉曼测试，对膜成分鉴定提供有力证据。

关键词：红外拉曼一体式显微镜 红外 拉曼 多层膜 定性

多层膜是由多种材料层压制成的一种薄膜，每种材料层都具有特定的性能，通过层层叠加可以实现多种性能的叠加，如：防潮、防氧化、防静电、阻隔物质等。多层复合膜常用于食品、医药、电子等行业。与传统的单层或双层膜相比，多层膜在耐用性、包装性能和保鲜效果等方面都更具优势。多层膜有多种类型，比如三层膜、五层膜、七层膜等。每层膜对材质都有一定的要求，比如三层共挤膜通常由聚乙烯、聚丙烯和尼龙等多种材料共同组成，这种结构可以为其带来更优异的物理性能。另外，还有多层膜还有铝塑膜，铝塑膜一般主要由三层结构组成，分别是塑料薄膜、铝膜和再生纸等材质，具有优异的保鲜、保护、美观等多种优点。本文使用红外拉曼一体式显微镜对多层膜的每一层材质同时进行红外和拉曼测试，对膜成分进行鉴别。

1 实验部分

1.1 测试仪器

红外拉曼一体式显微镜 AIRsight



图 1 红外拉曼一体式显微镜 AIRsight

1.2 测试条件

表 1 测试条件

红外测试条件		拉曼测试条件	
测试模式	吸收值	激光波长	785 nm
测试范围	700~4000 cm^{-1}	曝光时间	3 sec
分辨率	4 cm^{-1}	物镜	50 倍
扫描次数	50	扫描次数	50
检测器	T2SL	检测器	CCD

2 结果与讨论

2.1 样品前处理

将三层共挤膜用切片机切成 10 μm 厚度的薄片，将薄片转移至镀金镜上，使用红外拉曼一体式显微镜反射模式测定每层成分的红外和拉曼光谱。

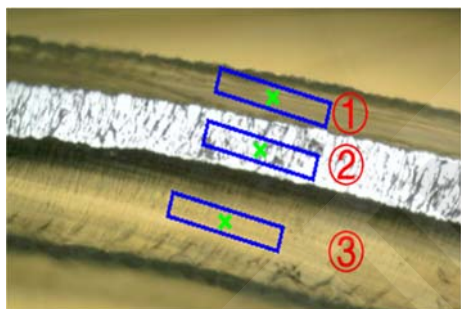


图 2 红外显微镜下照片

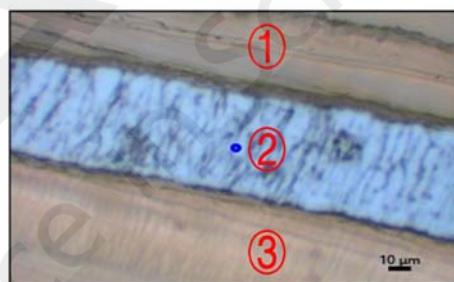


图 3 拉曼显微镜下照片

2.2 红外测试结果

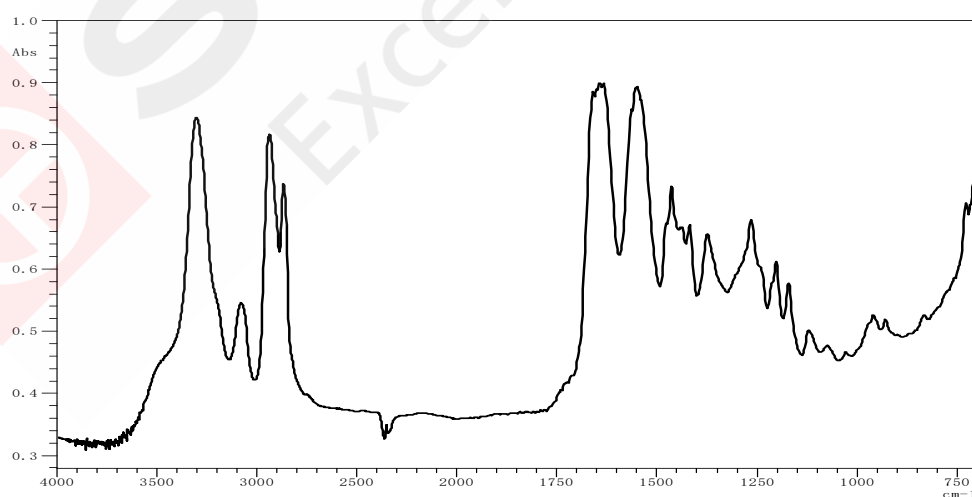


图 4 第一层膜的红外谱图

红外谱图表明，该层主要材质是尼龙。

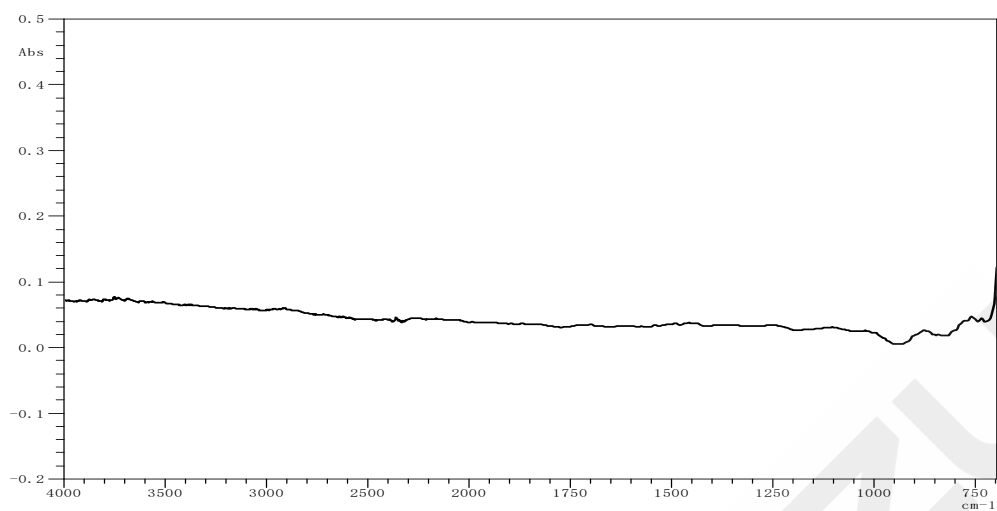


图5 第二层膜的红外谱图

红外谱图表明，该层无红外信号。

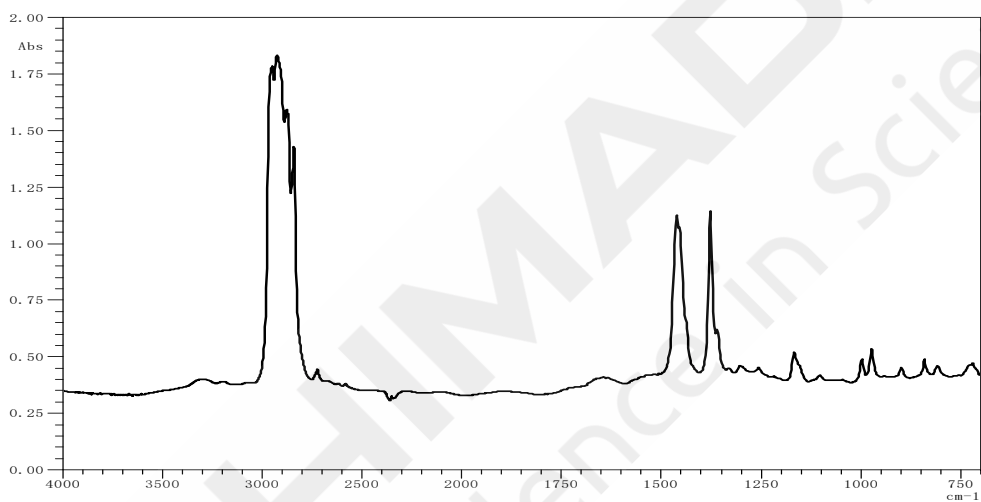


图6 第三层膜的红外谱图

红外谱图表明，该层主要材质是聚丙烯。

2.3 拉曼测试结果

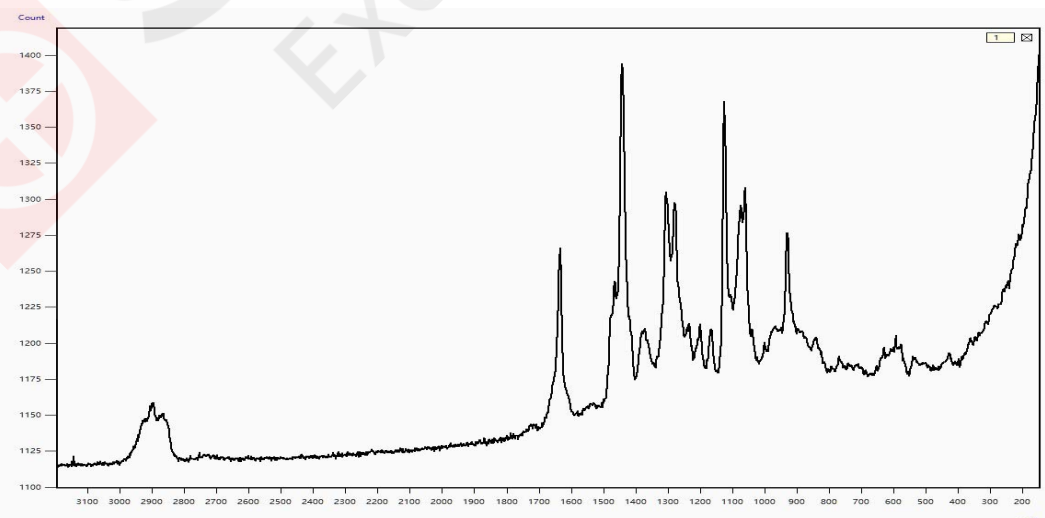


图7 第一层膜的拉曼谱图

拉曼谱图表明，该层主要材质是尼龙。

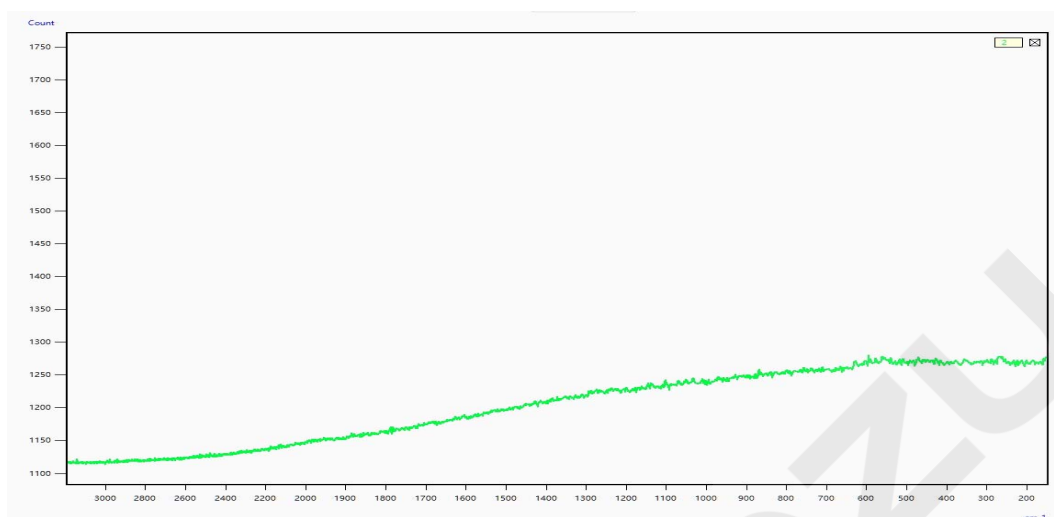


图 8 第二层膜的拉曼谱图

拉曼谱图表明，该层无拉曼信号。

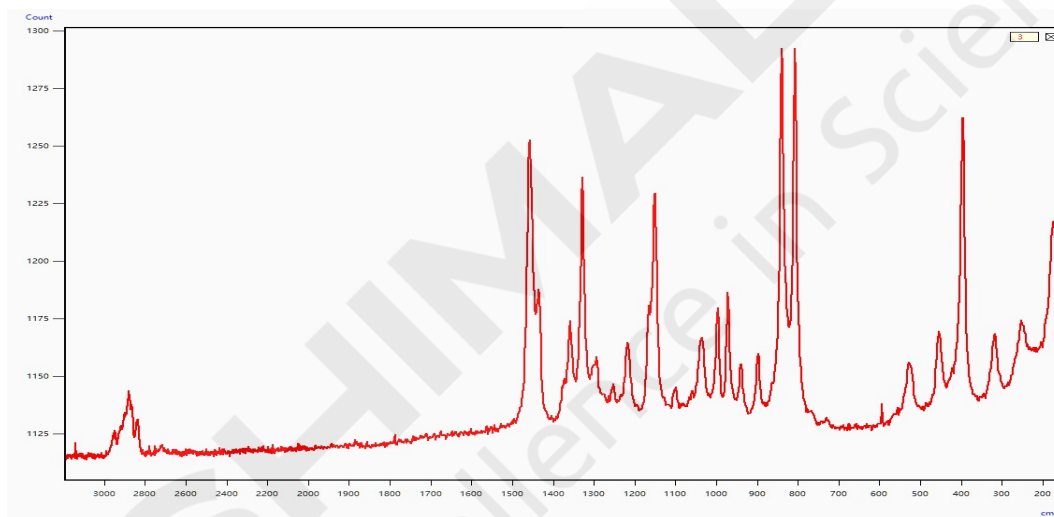


图 9 第三层膜的拉曼谱图

拉曼谱图表明，该层主要材质是聚丙烯。

3 结论

本文使用红外拉曼一体式显微镜对多层膜的每一层材质同时进行红外和拉曼测试，红外和拉曼测试结果均表明，第一层为尼龙，第三层为聚丙烯，第二层没有信号，结合显微镜下图片，推测是铝膜层，红外和拉曼结果互相验证，信息更全面、结果更准确，对膜成分鉴定提供有力证据。

岛津红外拉曼一体式显微镜鉴定单根纤维成分

摘要：岛津红外拉曼一体式显微镜是一款在红外显微镜内部加入拉曼组件的全新显微镜。可在不移动样品情况下，使用同一台设备获得同一位置的红外谱图和拉曼谱图，显著地提高了微区微量样品定性分析的准确度。本文使用红外拉曼一体式显微镜对两根单根纤维进行红外和拉曼测试，对单根纤维成分鉴定提供有力证据。

关键词：红外拉曼一体式显微镜 红外 拉曼 定性 单根纤维

纺织品与人类生活息息相关，由于其使用的广泛性，已经成为刑事案件、交通事故以及规范市场上以假乱真经济纠纷的重要物证。单根纤维是针织衣物最基本的单元，直径较小。常用的纤维检测，有热分析法、热裂解气相色谱法等，检测时会破坏样品，使用时需谨慎；生物显微镜观察法、双折射率法等可用于单根纤维的检测，对纤维无破坏性，但是测试对操作人员使用经验的要求较高，人员误差较大。傅立叶变换红外光谱法是检测纤维的重要手段，使用显微透射法，只需微克或微米级别的样品，而且红外光谱法有完善的标准谱库，可以快速准确的定性出纤维的种类。拉曼光谱也可以鉴别样品的不同材质，不同物质的分子具有不同的能级结构，因而具有不同的拉曼位移、拉曼峰数目和相对强度，在快速测试的同时对样品无接触、无损伤并且无需特殊制样，在纤维检测中，具有很高的应用价值。

本文使用红外拉曼一体式显微镜对两种单根纤维进行红外和拉曼测试，从不同层面了解分子结构信息，进而得知物质的化学成分信息，为鉴别单根纤维种类提供更全面的依据。

1 实验部分

1.1 测试仪器

红外拉曼一体式显微镜 AIRsight



图 1 红外拉曼一体式显微镜 AIRsight

1.2 测试条件

表 1 测试条件

红外测试条件		拉曼测试条件	
测试模式	吸收值	激光波长	785 nm
测试范围	4000~750 cm ⁻¹	曝光时间	3 sec
分辨率	4 cm ⁻¹	物镜	50 倍
扫描次数	50	扫描次数	50
检测器	T2SL	检测器	CCD

2 结果与讨论

2.1 样品前处理

分别挑取两根不同的纤维，无需制样，直接使用显微反射模式测定纤维的拉曼光谱；金刚石池压制后，使用显微透射模式测试纤维的红外光谱。



图 2 纤维 1 的显微拉曼镜下照片



图 3 纤维 1 显微红外镜下照片

2.2 红外测试结果

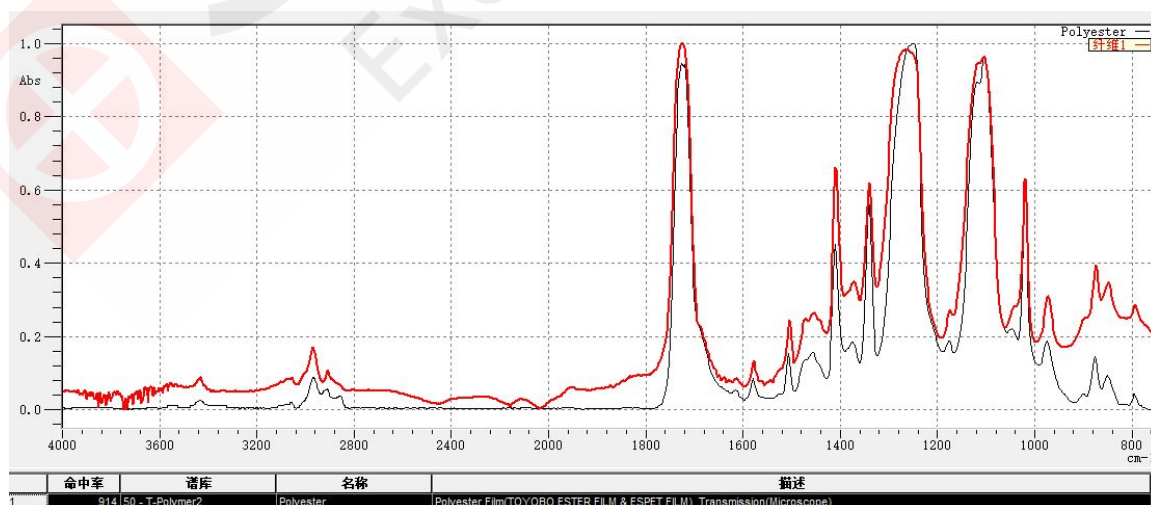


图 4 纤维 1 红外谱图及检索结果

图 4 中，红色谱图为纤维 1 的红外光谱，黑色谱图为 Polyester(聚酯，PET)的标准谱图，两图出峰位置及峰强度比值基本一致，说明纤维 1 的主成分为聚酯。

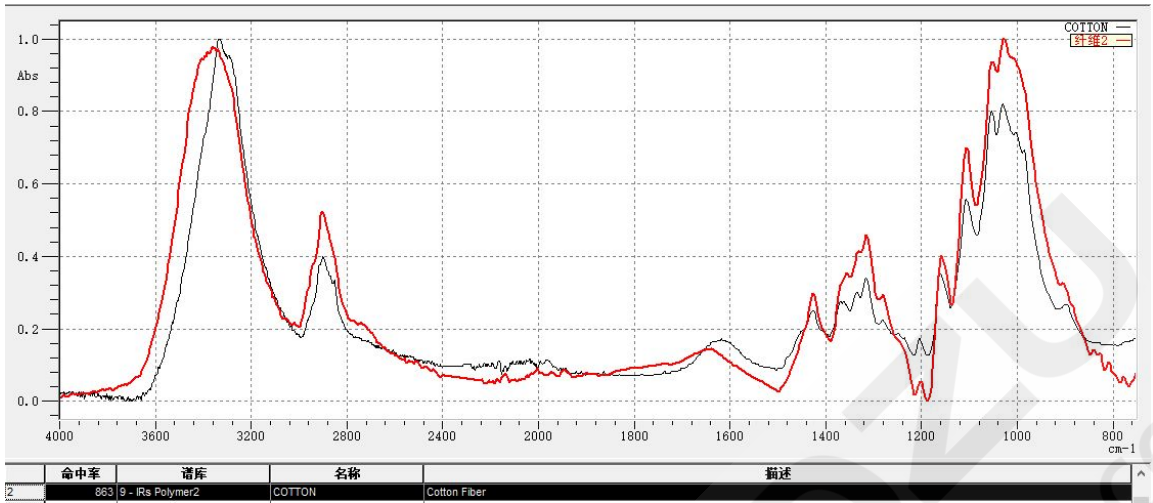


图 5 纤维 2 的红外谱图及检索结果

图 5 中，红色谱图为纤维 2 的红外光谱，黑色谱图为 COTTON(棉纤维)的标准谱图，两图出峰位置及峰强度比值基本一致，说明纤维 2 的主成分为棉纤维。

2.3 拉曼测试结果

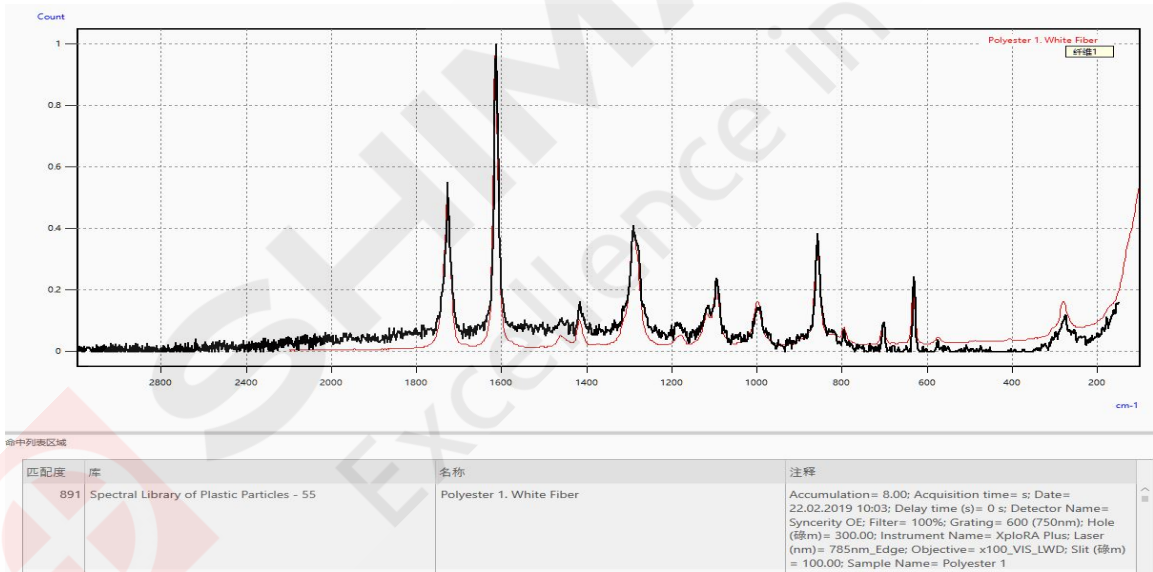


图 6 纤维 1 的拉曼谱图及检索结果

图 6 中，黑色谱图为纤维 1 的拉曼光谱，红色谱图为 Polyester(聚酯，PET)的标准谱图，两图出峰位置及峰强度比值基本一致，说明纤维 1 的主成分为聚酯。

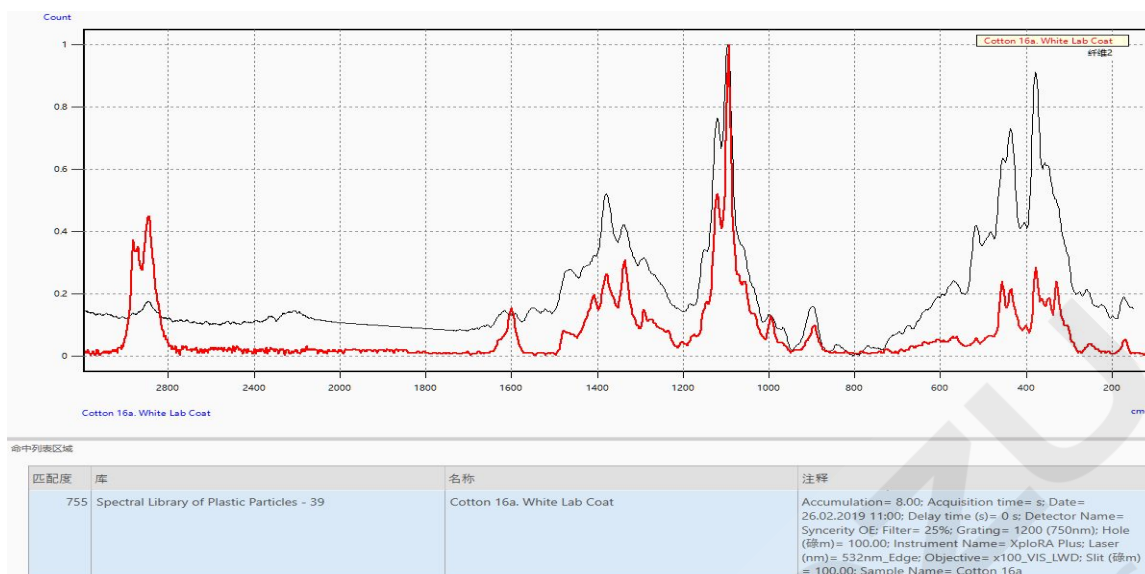


图 7 纤维 2 的拉曼谱图及检索结果

图 7 中，黑色谱图为纤维 2 的红外光谱，红色谱图为 Cotton(棉纤维)的标准谱图，两图主要出峰位置基本一致，说明纤维 2 的主成分为棉纤维。

3 结论

本文使用红外拉曼一体式显微镜对两种纤维材料进行红外和拉曼测试，红外和拉曼测试结果均表明，纤维 1 为聚酯 PET，纤维 2 为棉纤维，红外和拉曼结果互相验证，对单根纤维成分鉴定提供有力依据。

第 3 章 红外拉曼显微镜在工业领域中的应用

岛津红外拉曼一体式显微镜测试锂电池负极材料

摘要：锂电池负极材料作为新能源动力电池的核心材料之一，电池性能的提升依赖于负极材料技术的创新突破。锂电池负极按照材料组分可分为两大类：碳材料和非碳材料。其中碳材料负极进一步分类为天然石墨负极、人造石墨负极、碳纳米管、石墨烯、碳纤维等。其中，碳材料使用红外测试没有信号，拉曼可以得到比较好的信号。2016 年发布的国家标准 GB/T 32871-2016《单壁碳纳米管表征 拉曼光谱法》和 2020 年发布的团体标准 T/CSTM 00166.1-2020《石墨烯材料表征 第 1 部分：拉曼光谱法》分别为拉曼技术检测负极材料做了相应的规范和指导。本文参考以上标准，使用岛津红外拉曼一体式显微镜 AIRsight 对锂电池负极材料分别进行了红外和拉曼测试，获得满意的结果。

关键词：红外拉曼一体式显微镜 新能源 锂电池负极材料 石墨

锂电池负极材料是锂电池中的重要组成部分，它直接影响电池的性能、安全性和成本。目前，锂电池负极材料主要包括碳材料、合金类材料、化合物类材料和新型负极材料等。石墨由于具备电导率高、锂离子扩散系数大、层状结构在嵌锂前后体积变化小、嵌锂容量高（理论容量可达到 $372\text{mA}\cdot\text{h/g}$ ）、嵌锂电位低等优点，成为最早商业化锂电池负极材料。石墨负极材料有人造石墨负极材料、天然石墨负极材料、无定形碳、石墨烯等。拉曼光谱是基于拉曼效应的非弹性光散射分析技术，是激发光的光子与材料的品格振动相互作用所产生的非弹性散射光谱，可用来对材料进行指纹分析。石墨材料拉曼光谱具有数个特征峰，特征峰的某些参数，如峰型、强度或者峰位，常用于表征石墨材料。本文使用岛津红外拉曼一体式显微镜 AIRsight 对锂电池负极材料进行了红外和拉曼测试，得到满意的结果。

1 实验部分

1.1 仪器

IRXross 傅立叶变换红外光谱仪；AIRsight 红外拉曼一体式显微镜



图 1 岛津 AIRsight 红外拉曼一体式显微镜

1.2 测试条件

表 1 测试条件

拉曼测试条件		红外测试条件	
激光波长	532 nm	波长范围	4000~700 cm^{-1}
曝光时间	3 sec	测定方式	反射
扫描次数	15	扫描次数	45
检测器	CCD	检测器	T2SL

2 实验部分

2.1 测试样品

2 个锂电池负极材料

2.2 拉曼谱图

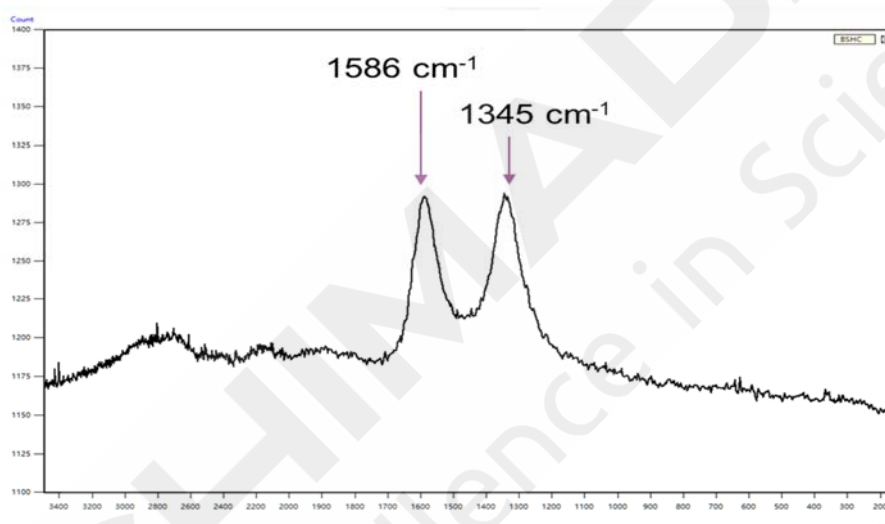


图 2 1#样品拉曼谱图

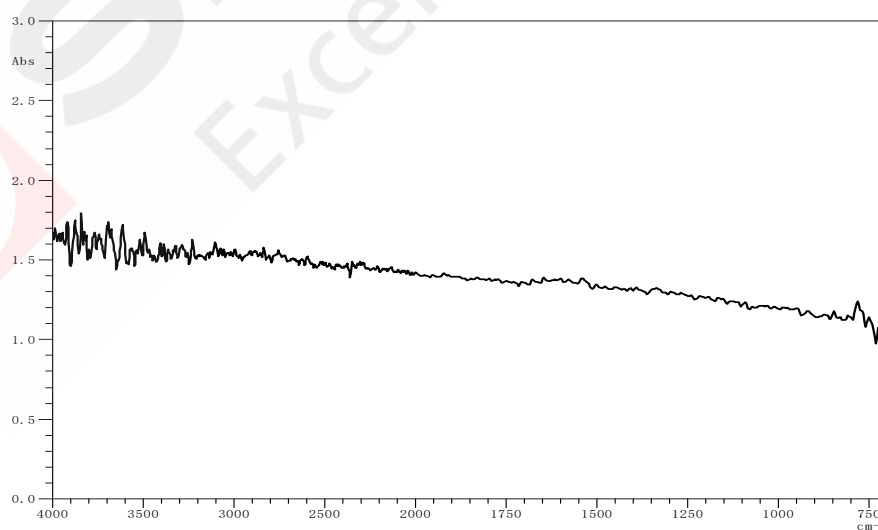


图 3 1#样品红外谱图

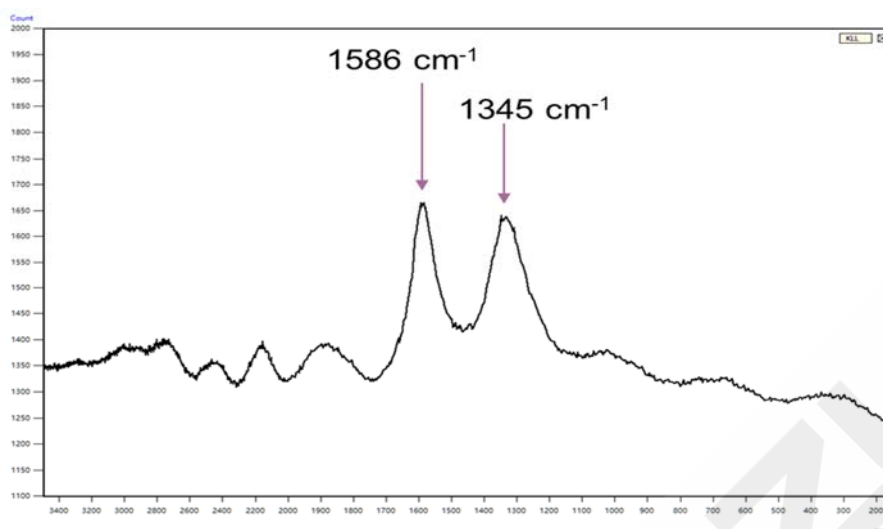


图 4 2#样品拉曼谱图

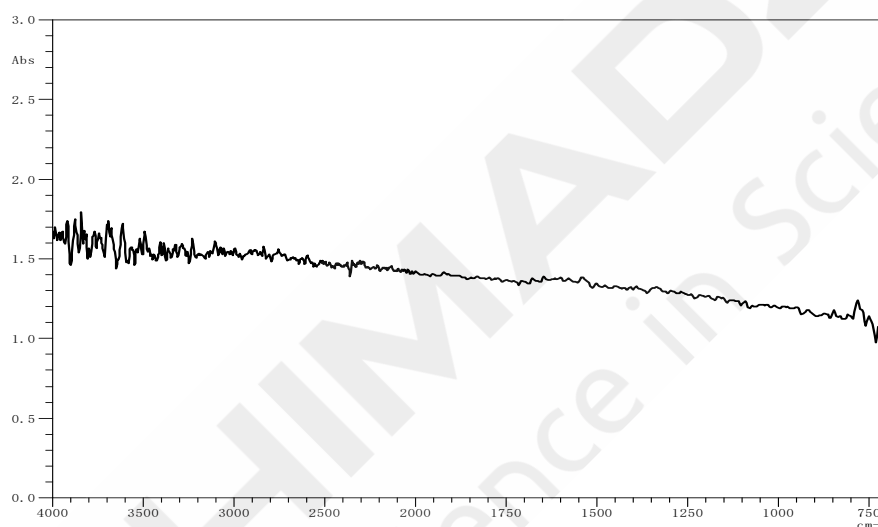


图 5 2#样品红外谱图

2.5 结果

碳材料红外无信号峰，但是碳材料中 G 峰和 D 峰是拉曼光谱中的两个重要的信号峰，可以反映出样品的结构、缺陷和晶格等。G 峰：在 1586 cm^{-1} 附近，归属于碳原子面内键的伸缩振动模，与石墨化程度有关，其峰宽与峰强也与缺陷有关，峰位与碳材料形态也有一定关系。D 峰：在 1345 cm^{-1} 附近，归属于无序诱发的六边形布里渊区的边界振动模。

3 结论

本文参考国家标准 GB/T 32871-2016《单壁碳纳米管表征 拉曼光谱法》和团体标准 T/CSTM 00166.1-2020《石墨烯材料表征 第 1 部分：拉曼光谱法》使用岛津红外拉曼一体式显微镜 AIRsight 对锂电池石墨负极材料进行了测试，可以得到明显的拉曼信号峰，弥补红外无法检测碳材料的缺陷，为锂电池负极材料检测提供依据。

类金刚石碳（DLC）膜的非破坏质量评价

摘要：本文介绍了使用显微拉曼光谱法无损测试类金刚石碳膜的拉曼光谱。结果显示，红外拉曼显微镜 AIRsight 可以对红外显微镜无法分析的碳材料进行分析，使用曲线拟合功能，定量计算了 DLC 膜的结晶度和氢浓度等，显微拉曼光谱提供了不同角度评价膜质量的方法。

关键词：红外拉曼一体式显微镜 DLC膜 质量评价

类金刚石碳（DLC）膜是由碳和碳氢化合物组成的非晶态硬质膜，是一种介于碳碳以 sp^2 键形式结合的石墨与碳碳以 sp^3 键结合的金刚石中间的材料。DLC膜具有多种优点，广泛应用于各种产品。例如，利用其优异的耐磨损性和低摩擦特性，常用于切割工具边缘和轴承表面。此外，因其具有优异气体阻隔性，还被用于易氧化饮料的容器内表面。DLC膜应用广泛，可根据用途调整碳的键合方式和膜中的氢浓度改变膜的质量。在生产和验收DLC产品时，测定和控制键合方式和氢浓度以防膜的质量发生改变。

拉曼光谱法能够以良好的灵敏度获得碳材料的键合方式和结构，因此被用作DLC膜质量控制的一种方法。与X射线光电子能谱法（X-ray Photoelectron Spectroscopy: XPS）等其他DLC膜分析方法相比，其具有测试简单和无损检测等优点，对样品损坏的风险最小。有关使用XPS分析DLC膜的示例，请参照Application News No. K78 [1]。

AIRsight 红外拉曼显微镜是红外显微镜和拉曼显微镜一体机，可分析各种零部件及材料。AIRsight 的外观如图 1 所示。AIRsight 不仅弥补了红外光谱法与拉曼光谱法各自的缺点，还可以使用两种分析法测定同一样品同一位置，实现高精度定性分析 [2]。此外，AIRsight 为显微系统，可以精确测定外部有缺陷的零部件微小区域和其他目标位置。本文使用 AIRsight 的显微拉曼功能分析沉积在硅晶片上 DLC 膜。

1 实验部分

1.1 DLC 膜的拉曼光谱评价项目

表 1 归纳总结了 DLC 膜评价项目及相关特性。评价项目谱图如图 2 所示。I 表示从校正基线到谱峰顶部的强度，N 表示从零强度到校正基线的强度，FWHM 表示半峰宽。

表 1 DLC 膜的拉曼光谱评价项目

项目	内容	特性	文献
I(D)/I(G)	D 峰（ $1350cm^{-1}$ 附近）和 G 峰（ $1550cm^{-1}$ 附近）的强度比	结晶度（ sp^3/sp^2 比）	【3】
FWHM(G)	G 峰的半峰宽	结晶性（ sp^2 结合）、杨氏模量、密度	【4】
$\log(N(G)/I(G))$	G 峰位置的基线与强度比	氢浓度	【5】



图 1 岛津 AIRSight™的外观

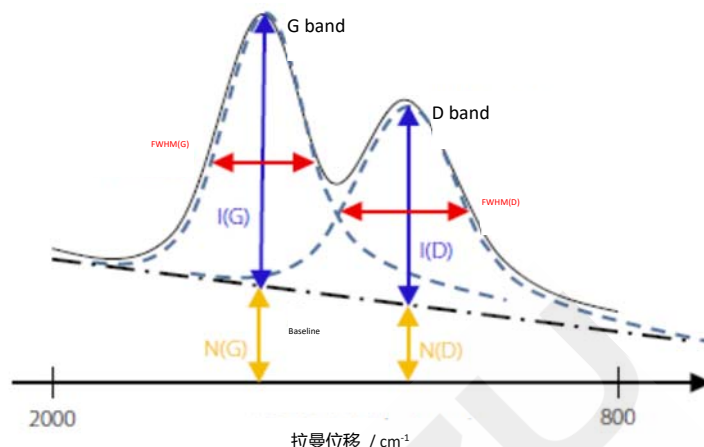


图 2 DLC 膜的拉曼光谱评价项目模式图

$I(D)/I(G)$ 是评估碳材料结晶质量的重要指标在碳材料（如石墨、石墨烯、碳纳米管、无定形碳等）的拉曼光谱分析中：D 峰（Defect peak）通常出现在约 1350 cm^{-1} 附近，对应于分子 sp^3 振动，由材料中的结构缺陷（如边缘、空位、晶界、掺杂等）引起，反映的是晶格无序程度。G 峰（Graphitic peak）位于约 1580 cm^{-1} 附近，对应于 sp^2 杂化碳原子面内的伸缩振动，与石墨化程度和有序结构相关，石墨化程度更高，结晶性更好。

$I(D)/I(G)$ 比值即为 D 峰与 G 峰的强度比，常用于量化材料的缺陷密度：比值越高，说明材料中缺陷或无序结构越多，结晶质量较差；比值越低，则代表材料结构更完整。对 DLC 膜的拉曼光谱进行分峰，计算得到的 G 峰与 D 峰强度比，可定量评价结晶结构无序性。

G 峰的半峰宽 ($\text{FWHM}(G)$) 表示 sp^2 键的结晶度指标，通常情况下非结晶程度越高， $\text{FWHM}(G)$ 越大。因此，可以通过确认半峰宽来评价 DLC 膜的结晶度。此外，据文献报道， $\text{FWHM}(G)$ 与密度、杨氏模量呈正相关，这是通过非接触方法评估膜的机械特性的有效指标。

$\log(N(G)/I(G))$ 是表示氢浓度。使用拉曼光谱法测定含有氢的 DLC 膜时，受荧光的影响， $N(G)$ 值的基线上升，见图 2。此外，除氢浓度之外，荧光强度还会受其它因素影响，例如激光强度。可以通过采用拉曼无序强度 $I(G)$ 与荧光成分 $N(G)$ 的强度之比消除这些影响来评估氢浓度。

1.2 仪器

AIRsight 红外拉曼一体式显微镜

1.3 样品和测试条件

本文准备了 2 种 DLC 成膜的硅晶片作为测定样品。2 种样品分别使用 CH_4 、 C_2H_2 作为原料气体，通过化学气相沉积法（CVD）进行了成膜。此外，为了确认膜的均匀性，分别测定了样品的中心附近（C）和外缘附近（P）2 处。测定条件如表 2 所示。

表 2 测试条件

拉曼测试条件			
扫描次数	100	激发波长	532nm
曝光时间	1.0sec	检测器	CCD
物镜	50 倍		

2 实验部分

2.1 使用曲线拟合功能分析数据

AMsolution 是控制 AIRsight 的软件,有曲线拟合功能,可在软件上分离红外光谱与拉曼光谱重叠的谱峰。本文使用的曲线拟合设置条件如表 3 所示。设置条件后软件即可进行自动计算,并在允许的在最大误差范围内得出最佳谱峰分离的分峰结果。此外,还可针对已计算分离出的谱峰,计算位置和强度、半高宽、谱峰面积,可以进行强度比较等分析。图 3 为使用曲线拟合功能分析得到的 DLC 膜拉曼光谱示例。这里的图 3 表示,使用 CH_4 气体沉积成膜的硅晶片中,测试样品中心附近的拉曼光谱后进行数据分析的结果。从图 3 可知,使用此功能可以轻松地分离 DLC 膜的 D 峰和 G 峰。

此外,由于篇幅限制,这里省略以同样方法测定在样品外缘附近的拉曼光谱、以及测定使用 C_2H_2 气体沉积成膜的硅晶片中心及外缘附近的拉曼光谱。

表 3 曲线拟合的设置条件

谱峰位置	1350、1551 cm^{-1}
半峰宽	100 cm^{-1}
参数固定	不固定
函数	Gaussian
曲线次数	1 次
波数范围	900~1800 cm^{-1}
最大误差	0.01

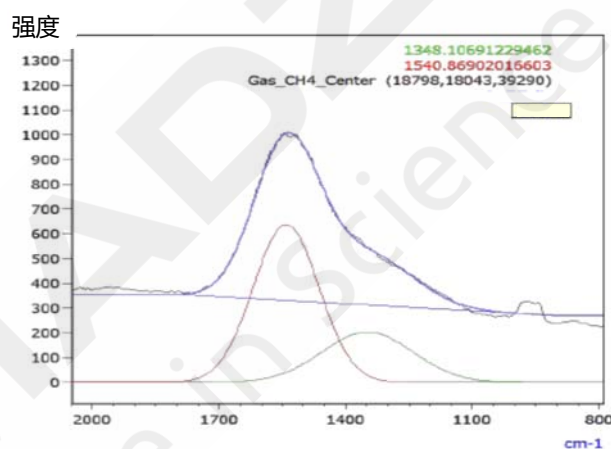


图 3 曲线拟合的结果

2.2 膜质量的评价结果

使用曲线拟合功能,从测定的拉曼光谱中分离拉曼谱峰,根据强度、半峰宽及其它数值评价 DLC 膜的膜质量,结果如表 4 所示。根据结果可知,本文测定的同一气体成膜样品的两个位置点评价指标均一致。可以认为形成了均质的膜,没有因位置不同而有差异。比较不同原料气体成膜样品结果可知,FWHM(G)与 $\log(\text{N(G)}/\text{I(G)})$ 存在较大差异;由此可推测,不同气体成膜质量有差异,使用 CH_4 气体成膜的硅晶片比 C_2H_2 气体成膜的硅晶片的结晶度更优,氢浓度更高。

表 4 膜质量评价的结果

	$\text{I(D)}/\text{I(G)}$	FWHM(G)	$\log(\text{N(G)}/\text{I(G)})$
CH_4 _中心	0.32	182.17	-0.29
CH_4 _外围	0.32	181.40	-0.28
C_2H_2 _中心	0.34	190.85	-0.44
C_2H_2 _外围	0.34	190.25	-0.44

3 结论

本文以拉曼光谱法擅长的碳材料评价为例，介绍了 DLC 膜的膜质量评价。DLC 膜的性质受结晶结构无序性和氢浓度影响，使用岛津红外拉曼显微镜 AIRsight 的显微拉曼功能，定量评价了 DLC 的膜质。与其他分析方法相比，显微拉曼法为无损检测，无需进行复杂的样品前处理，即可获得有关碳键合和氢浓度的信息。分析时，利用 AMsolution 的曲线拟合功能，轻松地分离了 DLC 膜重叠的 D 峰与 G 峰。

本文介绍了拉曼光谱法擅长的 DLC 膜分析示例，红外拉曼显微镜 AIRsight 仅需一台设备即可实现红外/拉曼光谱分析，可用于各种材料的质量评价。

<参考文献>

- 【1】 Application News No.K78: 使用 XPS 分析 DLC (Diamond Like Carbon)
- 【2】 Application News No.01-00394-JP: 使用红外拉曼显微镜分析医药品片剂上的杂质
- 【3】 G. ADAMOPOULOS, J. ROBERTSON, N. A. MORRISON & C.GODET : Hydrogen Content Estimation of Hydrogenated Amorphous Carbon by Visible Raman Spectroscopy, J. Appl. Phys., 96 (2004) 6348.
- 【4】 C. CASIRAGHI, A. C. FERRARI & J. ROBERTSON : Raman Spectroscopy of Hydrogenated Amorphous Carbon, Phys. Rev. B, 72 (2005) 085401.
- 【5】 三浦健一·中村守正: 使用拉曼光谱法分析 DLC 膜中氢浓度,表面技术, 59 (2008) 203.

使用红外拉曼一体显微镜 AIRsight 测试电化学沉积导电高分子薄膜的成分及分布

摘要：导电高分子（CPs）是具有导电性的一类聚合材料，在很多领域发挥其独特作用。CPs 的表征方法有很多，其中红外和拉曼光谱作为分子光谱，是了解材料成分、结构和官能团信息的重要手段。本文利用岛津红外拉曼一体显微镜 AIRsight，建立分析电沉积法制备的 CPs 薄膜成分和分布的方法，为材料性质研究提供有利证据。

关键词： 红外拉曼一体显微镜 导电高分子 成分分布 深度成像

导电高分子（CPs）是本身具有导电能力或掺杂其它材料后能导电的一种特殊聚合物。常用的聚合物基材有聚苯乙烯、聚丙烯、环氧树脂等高分子，通过填充、掺杂或键合具有导电能力的物质，如炭黑、石墨烯、金属或金属氧化物、离子型化合物等，就能获得具有导电能力的高分子材料。

相比于传统的导电材料，CPs具有结构多样，环境稳定性优良，可通过掺杂/去掺杂调控以获得各种不同性质的材料等优点，已被广泛应用在显示触摸屏、能源电池、生物医药等各个领域。CPs的制备方法有很多，包括化学氧化聚合、金属催化偶联、化学气相沉积、光聚合和电化学沉积等，其中电化学沉积法具有操作简单，重复性好，成本低且厚度、形态和成分可控等优点，引起越来越多的重视和关注。

为评价CPs薄膜的电沉积效果和性能，分子光谱是重要的表征手段之一。其中，使用显微拉曼技术，不仅可以获得薄膜的成分、结构和官能团等信息，还能进行表面和不同深度扫描成像，为全面了解薄膜性质提供有力信息。

本文使用岛津红外拉曼一体显微镜AIRsight对电化学沉积法制备的CPs薄膜进行表征测试，可为评价薄膜性能和优化合成工艺提供重要参考。

1. 仪器

红外拉曼一体显微镜 AIRsight。



图 1 红外拉曼一体显微镜 AIRsight

2 实验部分

2.1 测试样品：电化学聚合沉积法制备的 CPs 薄膜（玻璃基材），主成分为 PEDOT/PSS。
（PEDOT：聚（3，4-乙烯二氧噻吩），PSS：聚苯乙烯磺酸钠）



图 2 样品图片

2.2 测试条件

本次测试条件如下表 1 所示。

表 1 拉曼显微测试条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
测试范围	3500~290 cm^{-1}	激光波长	532/785 nm
扫描次数	20	曝光时间	1.0 s
光漂白时间	5.0 s	ND 过滤器	12%
物镜倍数	50	检测器	CCD

2.2.1 测试过程

(1) 样品表面显微观察

分别使用 AIRsight 的大视野相机和 50 倍物镜对 PEDOT/PSS 薄膜表面进行观察，见下图 3 所示。



(图 3a 大视野相机拍照图像)

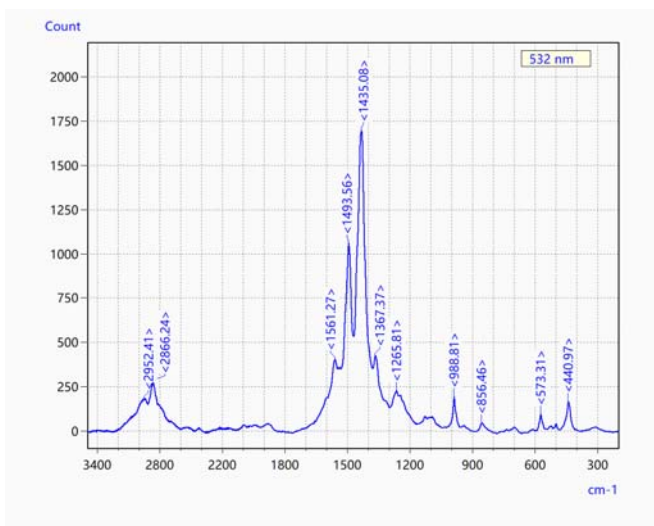


(图 3b 50 倍物镜显微观察图)

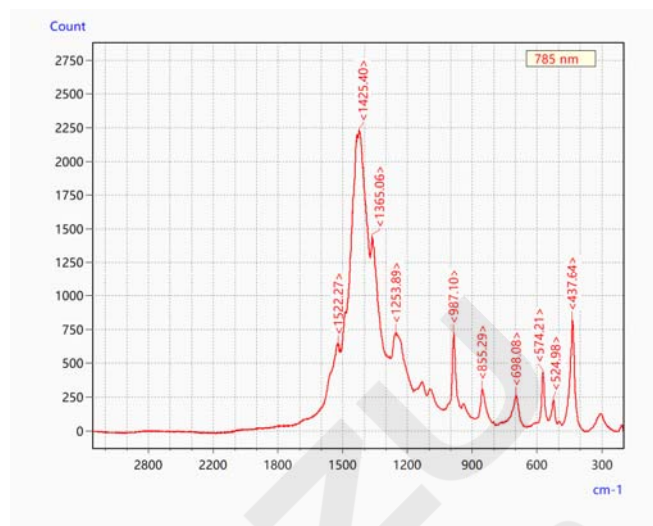
图 3 PEDOT/PSS 薄膜表面观察图

(2) 选点测试

分别使用 532 nm 和 785 nm 波长的激光对薄膜进行测试，其拉曼光谱见下图 4 所示。



(图 4a 激光波长：532 nm)



(图 4b 激光波长：785 nm)

图 4 PEDOT/PSS 薄膜的拉曼光谱图

经对比，使用 532 nm 和 785 nm 的激光波长获得拉曼散射光谱图相似，但使用 532 nm 激光波长获得的谱图在高波数区 (2866 cm^{-1} 、2952 cm^{-1}) 有拉曼峰，这是 532 nm 激光能量强，能引起分子结构中 C-H 键振动产生拉曼位移所致。

结合物质分子构成并使用第三方软件 KnowItAll 进行解析，各主要拉曼峰的归属见下表 2 所示。

表 2 主要拉曼峰归属

激光波长：532 nm		激光波长：785 nm	
拉曼位移/ cm^{-1}	峰归属	拉曼位移/ cm^{-1}	峰归属
2866、2952	-CH ₂ 对称和反对称伸缩	1425	苯环伸缩
1493、1435	苯环伸缩	1253	C-O 伸缩
1367	-CH-摇摆	987	苯环 CH 面内弯曲
988	苯环 CH 面内弯曲	855	C-O-C 伸缩
856	C-O-C 伸缩	698	CH ₂ 摇摆
573	苯环伸缩	574	苯环伸缩
440	C-O-C 变形	437	C-O-C 变形

(3) 面扫描 Mapping 成像

从 PEDOT/PSS 薄膜的拉曼散射光谱图可知，1500 cm^{-1} ~1400 cm^{-1} 处对应 PSS 中苯环的拉曼峰，430 cm^{-1} ~450 cm^{-1} 处对应为 PEDOT 中 C-O-C 的拉曼峰，对薄膜进行指定区域的面扫描，并以 PEDOT 中 C-O-C 与 PSS 中苯环的拉曼校正峰强度比值绘制 Mapping 成像图，可反映聚合物成分的分布信息，见下图 5 所示。

表面扫描 Mapping 成像图中，颜色越红表示该区域 PEDOT 成分含量越高，越蓝则表示 PSS 成分含量越高。

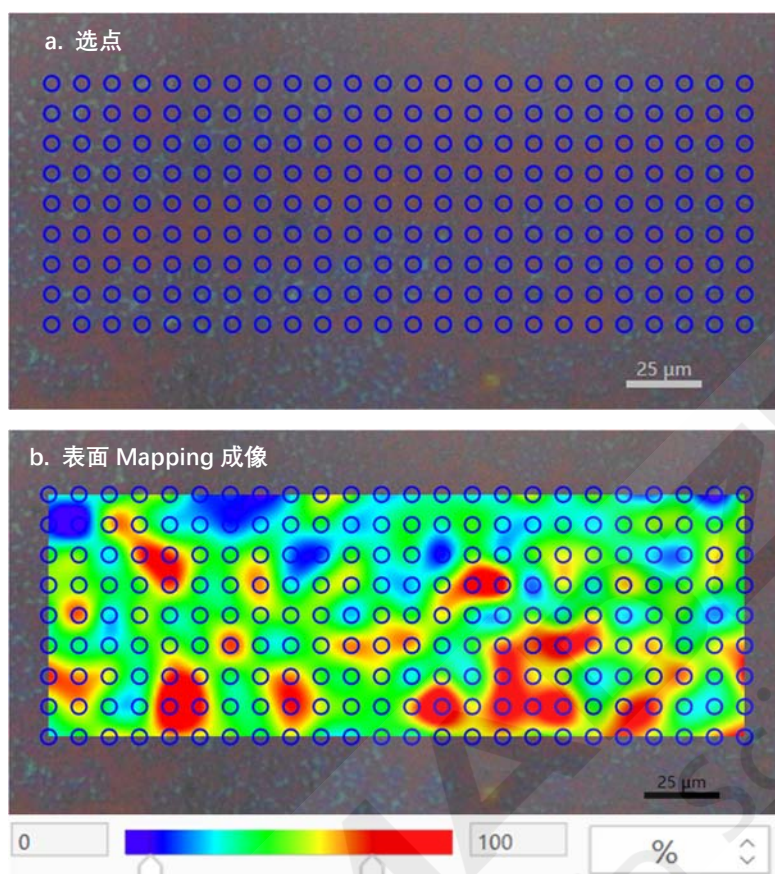


图 5 PEDOT/PSS 薄膜表面拉曼 Mapping 成像图（激光波长：785 nm）

(4) 不同深度扫描 Mapping 成像

拉曼可进行深度扫描，为了解样品纵向分布均匀性提供有力手段。本次对 PEDOT/PSS 薄膜指定区域进行深度扫描，扫描总深度为 80 μm ，步进 10 μm ，以 1500 cm^{-1} ~1400 cm^{-1} 处的拉曼校正峰高进行深度 Mapping 成像，可了解薄膜厚度和成分纵向分布情况，见下图 6 所示。

从深度扫描 Mapping 成像图可知，测试区域薄膜厚度约 40 μm ，其表面信号最强，同一深度成分分布均匀。

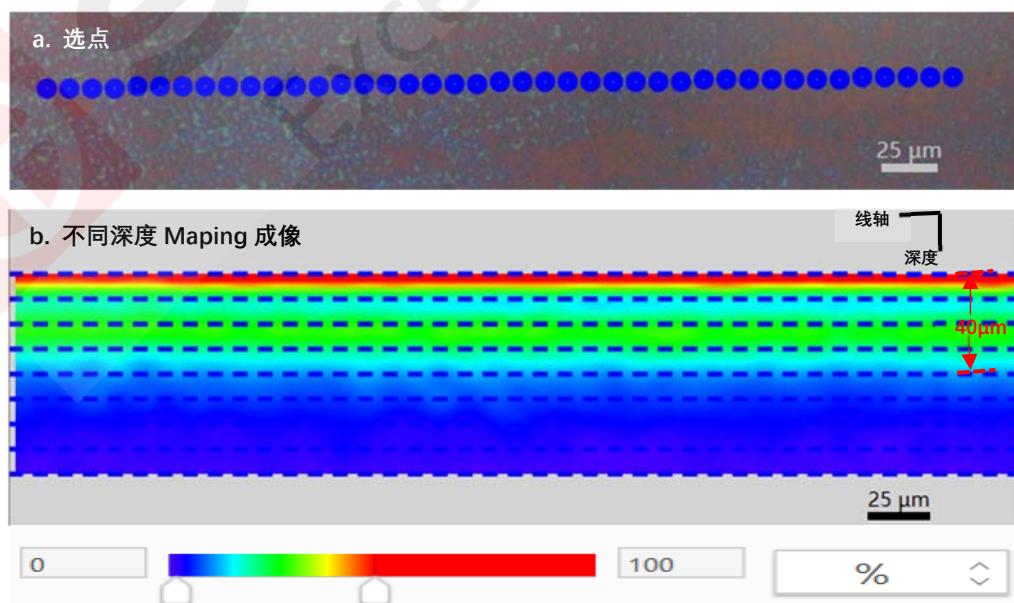


图 6 PEDOT/PSS 薄膜深度扫描 Mapping 成像图（激光波长：785 nm）

3 结论

使用红外拉曼一体显微镜 AIRsight 对导电薄膜进行测试，可灵活进行单点、表面区域和深度扫描，通过 Mapping 成像可了解薄膜表面和不同深度的成分分布信息，为评价薄膜性能和指导合成工艺提供帮助。



SHIMADZU
Excellence in Science

岛津红外拉曼一体式显微镜深度 Mapping 扫描鉴别翡翠种类

摘要：岛津红外拉曼一体式显微镜是一款在红外显微镜内部加入拉曼组件的全新显微镜。拉曼组件可以对样品进行横向平面扫描 Mapping 及沿着线轴方向进行深度方向扫描，得到样品深度方向的 Mapping 谱图，本文使用红外拉曼一体式显微镜对翡翠样品进行拉曼深度测试，得到深度 Mapping 谱图，对翡翠种类鉴别提供有力证据。

关键词：红外拉曼一体式显微镜 拉曼 线轴 深度 Mapping 翡翠

玉石珠宝作为大众喜爱的饰品，具有很高的经济价值，特别是被誉为“玉石之冠”的翡翠更是以其质地细腻、温润翠绿得到人们的青睐。但是人为优化的手段多样，如漂洗、覆膜、充填染色等均可以改善翡翠的颜色和质地，这些处理后的翡翠（B 货，C 货）冒充天然翡翠（A 货）出售，骗取消费者。

一般来说，不同化合物具有不同的拉曼光谱，拉曼位移的大小、强度及峰形可以确定物质的化学键和基团。经过人为处理的宝石，一般会混有有机物质，产生拉曼信号。拉曼光谱，在快速测试的同时对样品无接触、无损伤并且无需特殊制样，在宝石鉴别中，具有很高的应用价值。对翡翠进行原位拉曼光谱测试，可以从分子级别对翡翠样品进行鉴定。

本文使用红外拉曼一体式显微镜对翡翠样品进行拉曼线轴及深度方向测试，得到翡翠特征峰位的强度分布图，直观反应出翡翠进行优化处理的位置及分布，深度三维拉曼光谱可为鉴别不同类别翡翠提供更全面的依据。

1. 实验部分

1.1 测试仪器

红外拉曼一体式显微镜 AIRsight



图 1 红外拉曼一体式显微镜 AIRsight

1.2 测试条件

表 1 测试条件

拉曼测试条件			
测试范围	3500~200 cm^{-1}	激光波长	785 nm
扫描次数	20	曝光时间	1 sec
光漂白时间	10 sec	物镜	50 倍
ND 过滤器	12%	检测器	CCD
深度宽（线轴）	50 μm	深度间隔（深度）	25 μm

1.3 测试样品（普通市售样品）

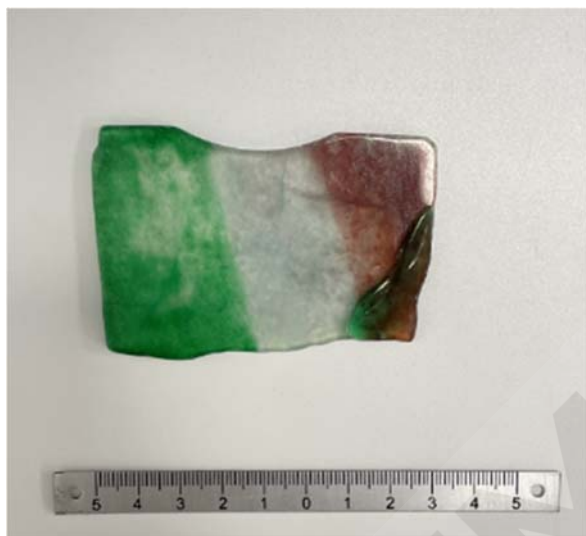


图 2 B+C 翡翠样品 1



图 3 B+C 翡翠样品 2

2. 结果与讨论

2.1 天然翡翠的拉曼光谱及激光波长的选择

2.1.1 天然翡翠的拉曼光谱

翡翠的主要成分是 $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ，属矿物硬玉，晶体结构属单斜晶系，拉曼前四强特征峰有： 1040 cm^{-1} ， 989 cm^{-1} 为 $[\text{Si}_2\text{O}_6]^{4-}$ 基团的 Si-O 对称振动， 699 cm^{-1} 为 Si-O-Si 的对称弯曲振动， 374 cm^{-1} 为 Si-O-Si 的不对称振动。可通过样品的拉曼光谱有无同时出现此 4 峰来判断材质是否为翡翠，通过 $1200\text{ cm}^{-1}\sim 3500\text{ cm}^{-1}$ 区域有无明显的峰值出现，来判断样品中是否有经过环氧树脂或有机染料等处理，若该波段无拉曼峰，属于天然宝石。

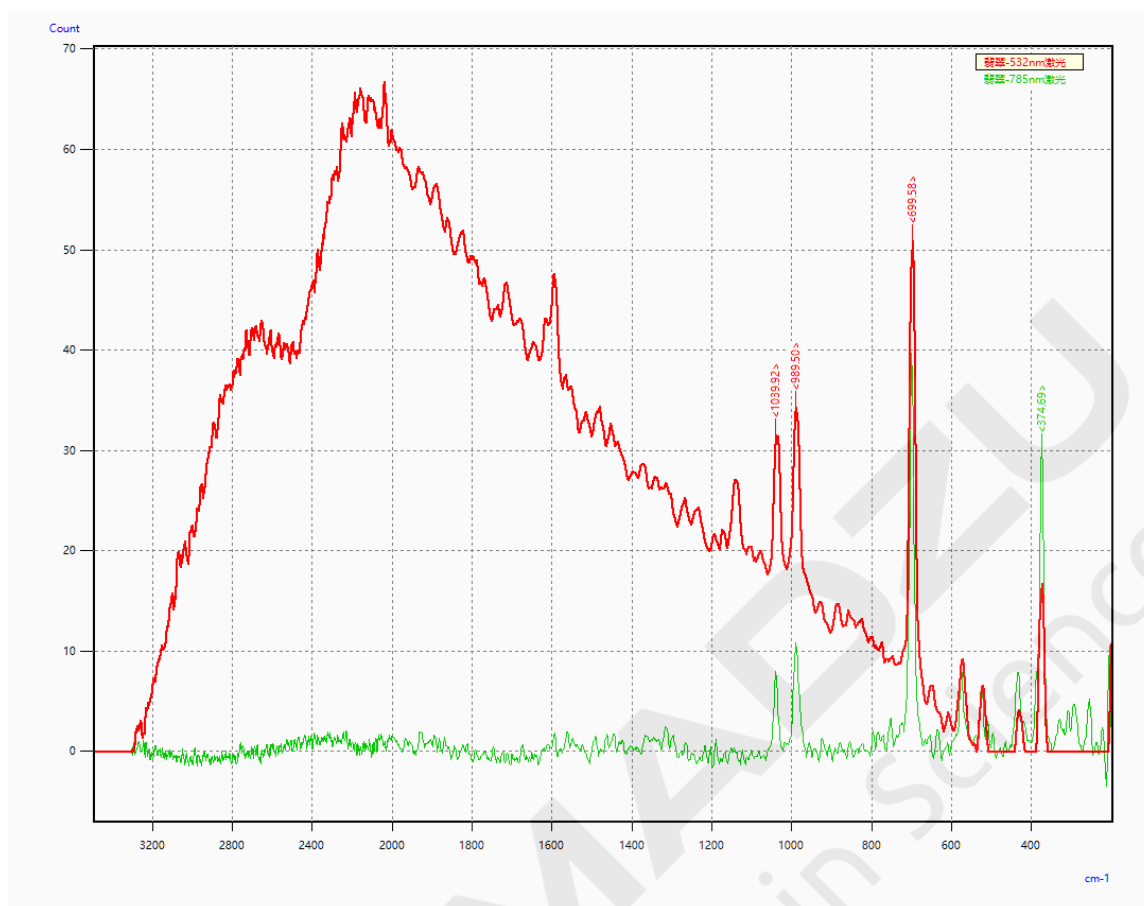


图 4 不同激发光源（红色 532nm、绿色 785nm）测试天然翡翠的拉曼光谱

拉曼峰位置与分子结构有关，不同的激光光源波长会引起拉曼信号强度及信噪比差异，甚至带来较大的荧光干扰，激光光源引起的荧光干扰一般有宽且强的谱峰，可能会掩盖样品的拉曼信号。图 2 中使用不同波长激光光源测试同一样品位置，532 nm 光源所得的谱图在高波数处有明显的荧光干扰，故后续实验中均使用 785 nm 激光波长。

2.2 B+C 翡翠线轴方向的拉曼光谱

2.2.1 优化处理的翡翠

翡翠优化包括：过蜡、漂白、注胶和染色。根据翡翠的处理程度和手段将翡翠区分为不同等级。A 货翡翠，指除了切割打磨抛光外，未经过任何人工改善处理的天然翡翠；B 货翡翠，指经过酸溶液浸泡除杂质和充填处理，以提高翡翠净度透明度和绿色艳度的翡翠，即颜色为真，透明度为假；C 货翡翠，指强酸清洗后染色的翡翠，即颜色为假。B+C 货翡翠，指用酸浸泡后，先染色再充填环氧树脂或在环氧树脂中加颜色后再充填的天然翡翠，是目前以假乱真较多的翡翠类型。

使用红外显微拉曼光谱仪测试了 B+C 翡翠样品 1 的线轴方向（同一平面）不同位置，拉曼光谱可以看到，在着色较绿的部分，翡翠样品的特征峰有明显的展宽，表明翡翠中 $\text{NaAlSi}_2\text{O}_6$ 晶体，结晶程度遭到一定的破坏；1200~3500 cm^{-1} 基线明显的抬高，是样品荧光所致，1600 cm^{-1} 处的拉曼峰，说明填充有机物。

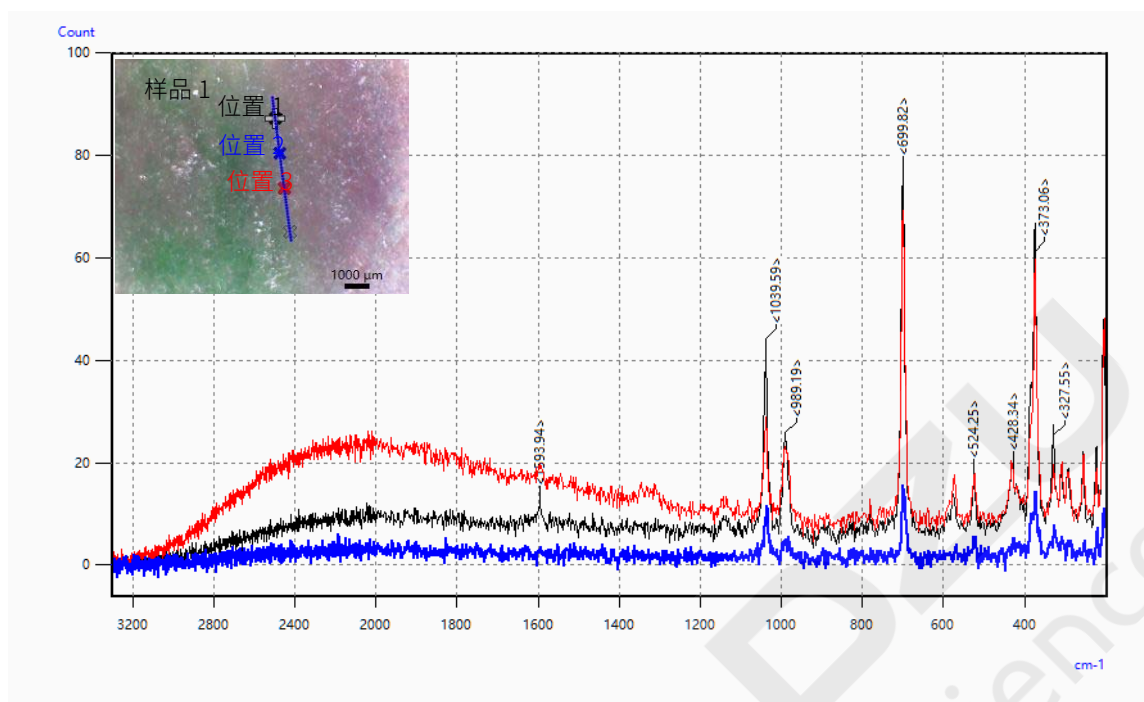


图 5 B+C 翡翠样品 1 线轴不同位置（表面）的拉曼光谱

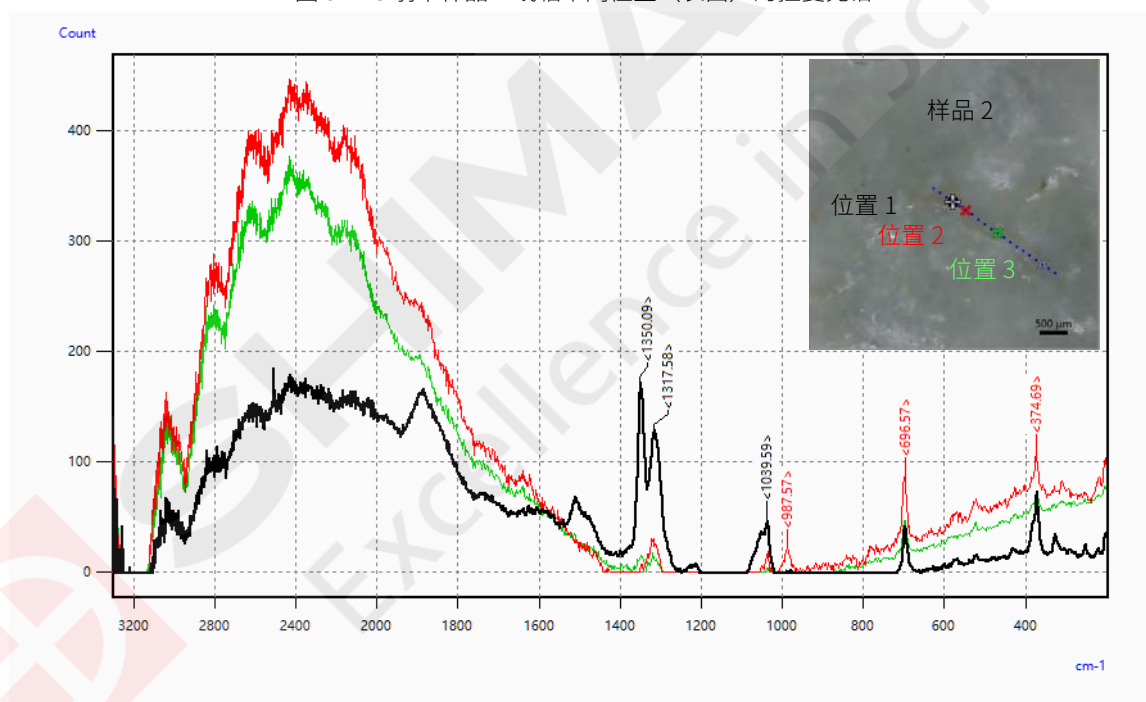


图 6 B+C 翡翠样品 2 线轴不同位置（表面）的拉曼光谱

2.3 B+C 翡翠拉曼深度 Mapping 光谱扫描

在深度方向及线轴方向以等间隔设置测定点，按照指定的路径依序进行测定，获得了样品强度分布的三维光谱数据。

使用 699 cm^{-1} 处对样品 1 做强度分布图，可以得到图 5 强度分布图。图 3 中黑色、蓝色、红色谱图对应于实际样品及分布图（图 5）中的相应颜色标记处的拉曼光谱。强度分布图中，蓝色表示峰强度弱，红色表示峰强度高。

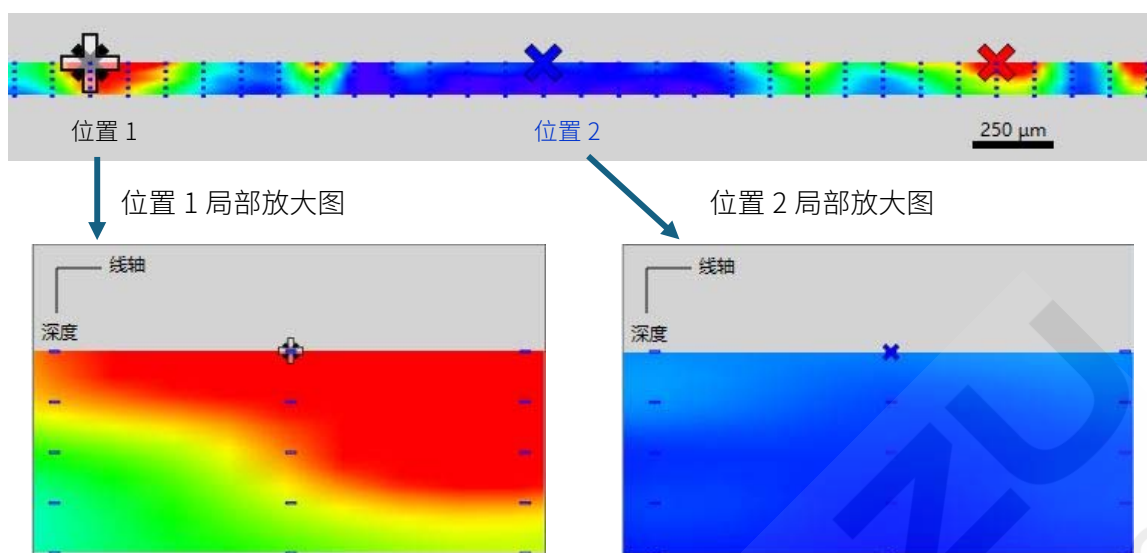


图 7 B+C 翡翠样品 1 拉曼光谱强度分布图 (699cm^{-1} 处)

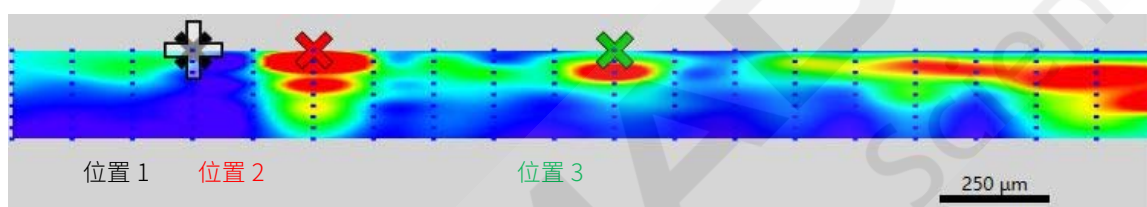


图 8 B+C 翡翠样品 2 拉曼光谱强度分布图 (699cm^{-1} 处)

图 7 及图 8 中均匀分布的蓝色点（数据点横向间隔 $50\text{ }\mu\text{m}$ ，纵向间隔 $25\text{ }\mu\text{m}$ ）即为不同的样品测试位置，水平方向为线轴方向，垂直方向为深度方向。图 7 为样品 1 的拉曼光谱强度分布图，其中间蓝色区域（位置 2 附近），不同深度信号强度基本一致，说明该区域未进行过优化处理，或此处无裂隙，无法填充处理，而左右两侧线轴方向及深度方向强度区别显著，说明样品裂隙处进行过优化处理，导致特征峰展宽，峰强度变大。

图 8 为样品 2 的拉曼光谱强度分布图，可见样品表层拉曼强度相对弱，强度最大处出现在内部，结合图 4 的拉曼光谱图，可以推断样品 2 在测试位置处经过较大程度的优化处理。

3. 结论

本文使用红外拉曼一体式显微镜对翡翠样品进行了拉曼测试，拉曼光谱的特征峰位、峰强度、宽度及荧光的位置和强弱，可以帮助快速识别天然翡翠及优化处理翡翠。显微拉曼在线轴方向上的深度测试功能，可以得到样品在深度方向的 Mapping 光谱图，明显看出不同位置及深度处的特征峰强度分布，直观反应翡翠优化处理的位置及程度，为翡翠鉴定提供重要参考。

第 4 章 红外拉曼显微镜在环境领域中的应用

使用红外拉曼显微镜 AIRsight 评价微塑料

摘要：本文介绍了使用显微拉曼光谱法测试环境中的微塑料。使用红外拉曼显微镜，可在不移动样品的情况下，于同一载物台上完成红外测定和拉曼测定。根据大视野相机和红外测定用及拉曼测定用物镜取得的图像，可以测量样品长度。可以方便地鉴别环境中微塑料的种类。

关键词：红外拉曼一体式显微镜 微塑料 鉴别

微塑料引发的河流和海洋污染在全球范围内不断扩大，对生物造成的影响令人担忧。近年来，对海洋进行了监控调查及研究，获取了世界很多国家的微塑料分布情况及其他科学问题。

排放至环境中的塑料暴露在紫外线、风、雨中，受到物理摩擦而变得脆弱，破碎之后变得更加细小，形成微塑料（上述微塑料称为次级微塑料）。

通常情况下，评价微塑料的项目包含观察外观、测量个数、尺寸以及鉴别材质等。在这些评价项目中，鉴别材质是确定产生微塑料来源的主要项目之一，由于微塑料尺寸逐年减小，需要选择适当的分析设备。不同尺寸的微塑料分析方法如图1所示。显微拉曼光谱法可测定比显微红外光谱法更小的尺寸，相比热分解气相色谱质谱分析法更简单。

岛津AIRsight红外拉曼显微镜是一款在红外显微镜内部加入拉曼组件的全新显微镜。红外拉曼显微镜可以在不移动样品的情况下，使用同一台仪器获得样品同一位置的红外光谱和拉曼光谱。本文使用AIRSight评价环境中的微塑料。

1 实验部分

1.1 微塑料的常用分析方法

微塑料根据尺寸大小不同，可以使用不同的分析方法，具体可见图 1。



图 1 不同尺寸微塑料的分析方法

1.2 仪器

AIRsight 红外拉曼一体式显微镜



图 2 IRXross™（左）和 AIRsight™（右）的外观

1.3 用于测定的微塑料样品

使用 PTFE（聚四氟乙烯）滤纸过滤水中的微塑料，收集在滤纸上（PTFE 仅在 1200 cm^{-1} 附近有红外吸收，微塑料可直接收集在滤纸上，利用透射法测定）。将收集在滤纸上的微塑料放置于红外拉曼显微镜 AIRsight 的载物台，进行了红外测定及拉曼测定。使用 AIRsight 物镜拍摄的滤纸上微塑料图像如图 3 所示。本文共测定了 3 个不同尺寸的微塑料(a)、(b)、(c)。

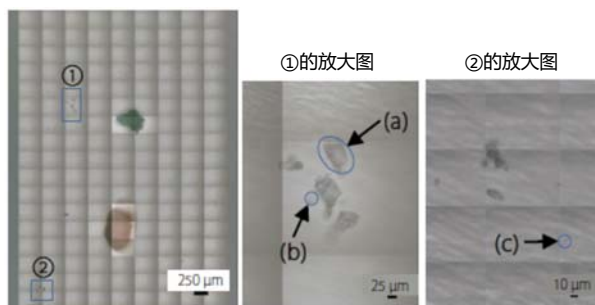


图 3 使用物镜拍摄的微塑料图像

2 实验部分

2.1 使用显微红外光谱法进行定性分析

利用红外显微透射法测定收集在滤纸上的微塑料(a)。测定条件如表 1 所示。此外，针对由此获得的红外光谱，使用岛津独有的紫外线劣化塑料数据库进行检索，结果如图 4 所示。

表 1 显微红外光谱测定条件	
红外光谱测定	
分辨率	8 cm^{-1}
扫描次数	30
切趾函数	Happ-Genzel
光圈大小	$25\text{ }\mu\text{m}$
检测器	T2SL

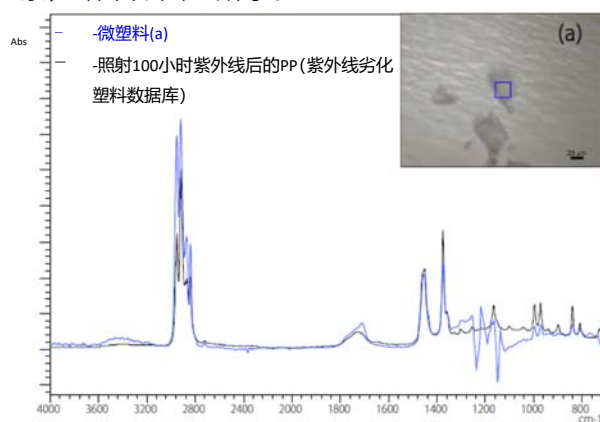


图 4 滤纸上微塑料(a)的红外光谱

微塑料(a)与紫外线照射 100 小时后的 PP（聚丙烯）具有类似的光谱。 1200 cm^{-1} 附近的噪声是滤纸材料 PTFE 的吸收产生的。

2.2 使用显微拉曼光谱法进行定性分析

拉曼显微镜可以测试红外显微镜无法测试的微小样品。使用物镜拍摄的微塑料(b)及(c)的图像如图 5 所示，测定条件如表 2 所示，测得到的拉曼光谱如图 6 所示。拉曼光谱法通常在 532 nm 激发波长下进行测定，此处拉曼散射很强，虽然可以获得足够的谱峰强度，但是测定可以产生荧光的样品时会受到荧光干扰，导致基线上升，难以获得良好的数据。已知许多受紫外线照射老化的微塑料会在 532 nm 激发波长下产生荧光¹⁾，因此本文在 785 nm 激发波长下进行了测定，与在 532 nm 激发波长进行测定时相比， 785 nm 测定具有更短的波数范围，受到荧光影响较小。

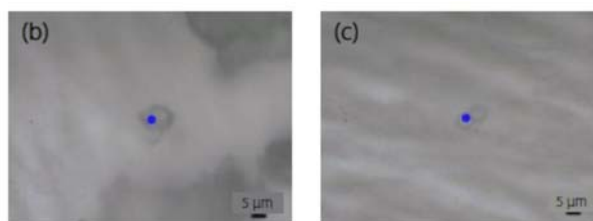


图 5 使用物镜取得的微塑料图像

表 2 拉曼测定条件

拉曼光谱测定	
扫描次数	40
曝光时间	5.0sec
物镜	100 倍
激发波长	785nm
检测器	CCD

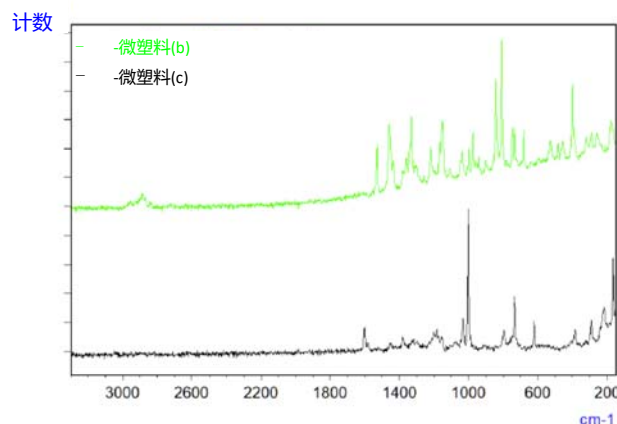


图 6 滤纸上微塑料(b)及(c)的拉曼光谱

此处未标注搜索检索结果，但根据得到的拉曼光谱，可知微塑料(b)为 PE（聚乙烯），微塑料(c)为 PS（聚苯乙烯）。

2.3 长度测量功能

使用软件 AMsolution 的新功能，长度测量功能。针对大视野相机和显微红外及拉曼测定用物镜得到的样品图像，可以设置起点和终点，测量长度。操作界面如图 7 所示。使用本功能，不仅可以获得微塑料的材质信息，还可以获得尺寸信息。本文测定的微塑料(a)、(b)、(c)的长径分别为 97 μm、10 μm、5 μm。

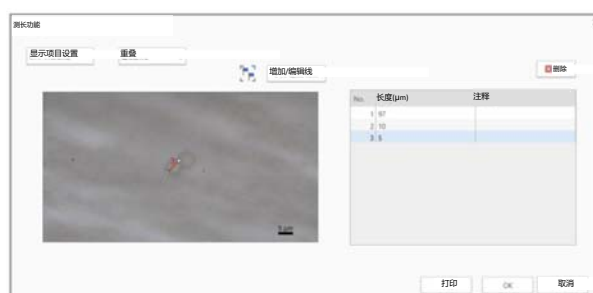


图 7 长度测量功能的操作界面

3 结论

本文使用红外拉曼显微镜 AIRsight，测定了不同尺寸的微塑料，确定了其材质。使用显微红外光谱法可以测定最小 10 μm 的微小微塑料，辅以显微拉曼光谱法，还可以测定显微红外光谱法难以测定的 10 μm 以下的微小样品。此外，针对这些测定结果，使用长度测量功能，不仅可以确定微塑料的材质，还可以获得尺寸信息。

<参考文献>

- 【1】大泽善次郎：“化学发光法的原理和在高分子老化中的应用”，材料生活, Vol.3, No.1, pp.32-39 (1991)

基于红外拉曼显微镜的微塑料化学成像分析

摘要： 本实验研究使用岛津特色的 AIRsight 红外拉曼显微镜对不同尺寸的微塑料标准品及天然湖泊水中的微塑料样本进行化学成像分析。通过使用该系统对不同尺寸微塑料进行标准品及实际体系的分析测试，实现了微塑料大尺寸跨度、原位、多模态的光谱表征与化学成像分析，为食品安全、生态环境等热点领域提供新的方法和手段。

关键词： 微塑料 红外拉曼显微镜 化学成像

微塑料是指直径小于5 mm的塑料碎片和颗粒。近年来，以微塑料为代表的新型污染物受到的国际社会关注度持续提升，《环境署2014年年鉴》和《评估塑料的价值》报告指出，塑料污染威胁到了海洋生物的生存以及旅游业、渔业和商业的发展^[1]，引起了人们对微塑料的广泛关注，已经有大量研究报道表明，微塑料对海洋生态以及生物和人类健康存在持久的、确定和不确定的危害。随着微塑料污染关注度的提升和其生态效应研究的深入，也对其研究手段也提出了更高的需求。

化学成像是将具有空间分辨能力的谱学信息与位置信息分析进行有机结合的表征技术，通过获取来自被测样品形貌、表面等信息进而表征其相关的物理和化学性质。化学成像主要包括光谱成像、质谱成像、核磁共振成像等，其中光谱成像是通过使用不同波长的入射光照射样品表面空间位点，收集所产生的反馈信号，构建反映样品表面化学和物理特性的图像，以用于样本的成分组成及浓度、晶型、空间排布、颗粒形态与尺寸大小等性质的分析等。本工作通过利用岛津极具特色的AIRsight红外拉曼显微镜（图2），实现了对不同尺寸微塑料样本的原位、多模态（红外与拉曼）化学成像分析，为微塑料检测和研究提供全新的方法和思路。

1. 实验

1.1 样品制备

分别选择两种尺寸（16 μm 和98 μm ）的聚苯乙烯-二乙烯基苯共聚聚合物（PS-DVB）微球（图1A）作为微塑料模型进行分析。将1wt%的两种微塑料溶液直接滴加至基板上，静置2小时直至样品干燥。另取天然湖泊水，加入16 μm 聚苯乙烯-二乙烯基苯共聚聚合物（PS-DVB）微塑料配置成0.1wt%混合溶液，滴加至基板上并静置2小时直至样品干燥。直接上机分析，分析条件如1.2中所示。

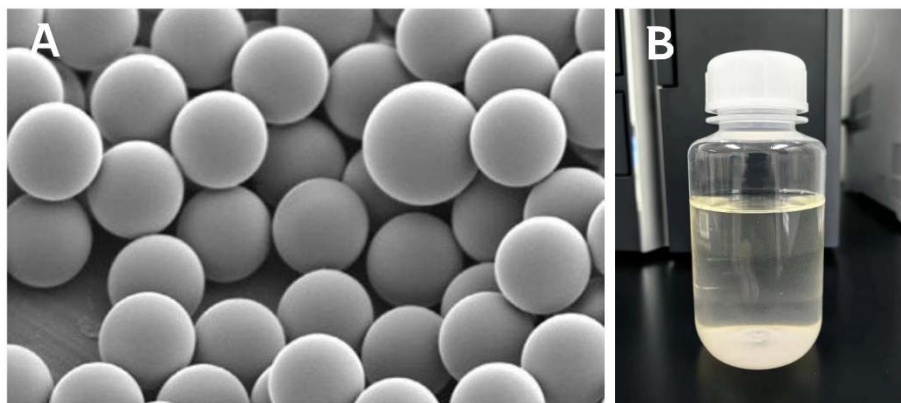


图1 A. PS-DVB微塑料；B. 天然湖泊水

1.2 仪器与分析条件



图2 红外拉曼显微镜——AIRsight

红外光谱成像分析条件

光学系统	反射
测定模式	吸光度
物镜倍数	15
光斑尺寸	10 μm
采集点数	41x30
扫描次数	10
波数范围	700-4000 cm^{-1}

拉曼光谱成像分析条件

激光波长	785 nm
物镜倍数	50
激光直径	5 μm
ND 过滤器	12%
采集点数	41x30
扫描次数	3
曝光时间	1s
波数范围	200-3500 cm^{-1}

2. 结果与讨论

2.1 PS-DVB微塑料红外光谱与拉曼光谱分析

使用AIRsight红外拉曼显微镜对PS-DVB微塑料样品分别进行红外和拉曼两种模式的单点光谱采集，谱图如图4所示。图3A是PS-DVB的红外光谱，由谱图可见多个强特征峰：3082 cm^{-1} 是苯环芳香C-H伸缩振动峰，1600 cm^{-1} 是苯环中C=C伸缩振动峰，1450 cm^{-1} 是苯环中C-H键弯曲振动，740 cm^{-1} 是苯环中C-H键摇摆振动。图3B是PS-DVB的拉曼光谱，由谱图可见多个强特征峰：1003 cm^{-1} 代表苯环呼吸振动，1450 cm^{-1} 代表CH原子非对称伸缩振动，1606 cm^{-1} 代表苯环内C原子间非对称伸缩振动。

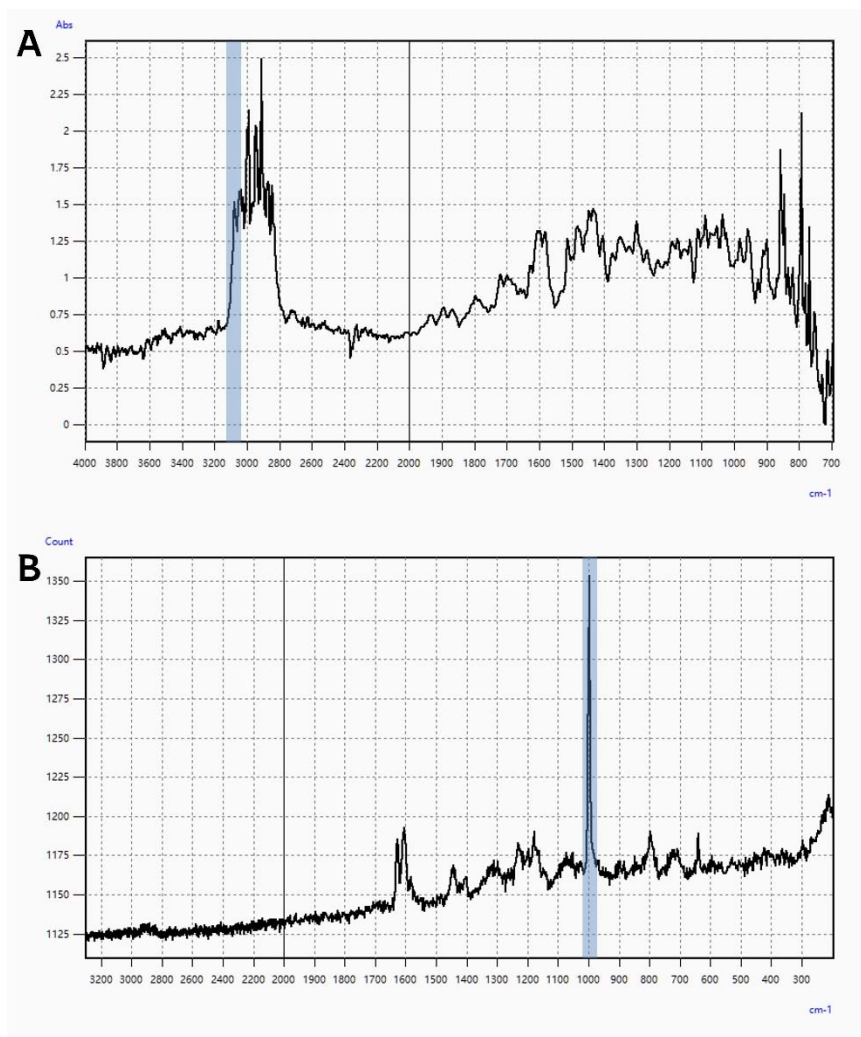


图 3 PS-DVB 微塑料红外光谱 (A) 与拉曼光谱 (B)

2.2 98 μm PS-DVB微塑料红外光谱成像与拉曼光谱成像分析对比

以 1003 cm^{-1} (苯环呼吸振动峰) 为PS-DVB微塑料的拉曼光谱特征峰提取化学成像 (图4D), 同时以 3082 cm^{-1} (苯环芳香C-H伸缩振动峰) 为PS-DVB微塑料的红外光谱特征峰提取化学成像 (图4C)。由图中可见, 对于 $98\text{ }\mu\text{m}$ 这样尺寸较大的微塑料样本, 通过红外光谱成像和拉曼光谱成像均可获得与光学照片匹配度较高的化学成像, 二者的空间分辨率可以满足对单个微塑料颗粒进行有效成像和甄别。但是由于红外光谱的光斑可以调节至更大, 而拉曼光谱光斑受限于激光光源无法调节, 所以红外光谱成像更适合于大尺寸微塑料样本的单颗粒形态成像分析。

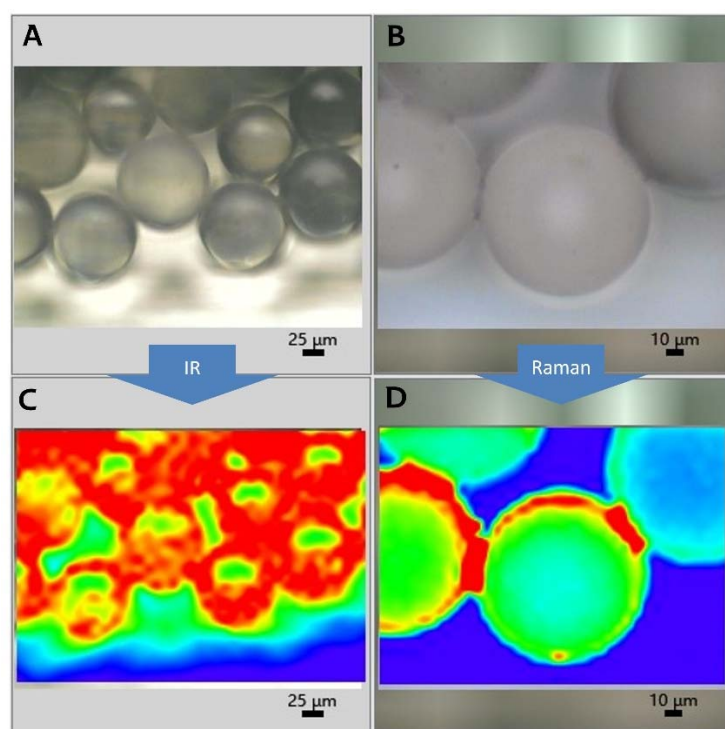


图4 98 μm PS-DVB微塑料红外与拉曼成像对比图

2.3 16 μm PS-DVB微塑料红外光谱成像与拉曼光谱成像分析对比

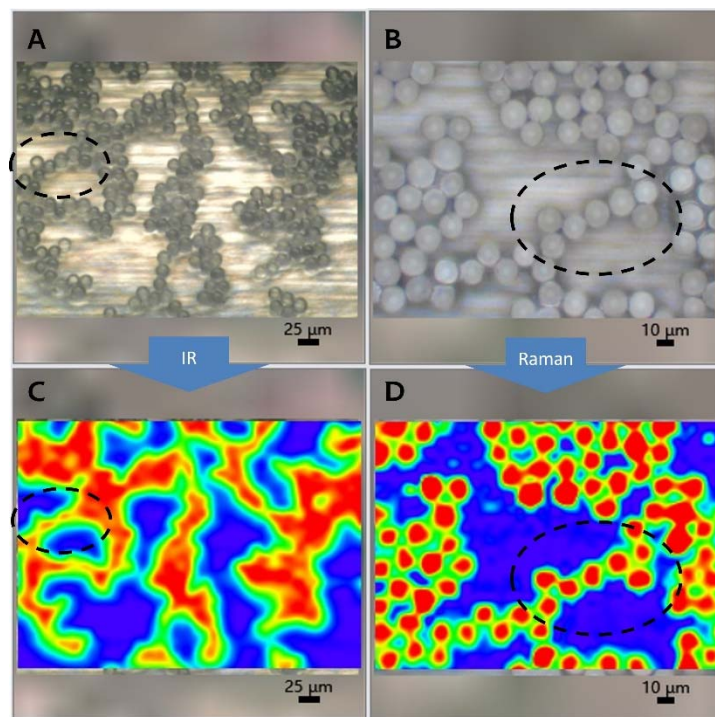


图5 16 μm PS-DVB微塑料红外与拉曼成像对比图

以 1003 cm^{-1} （苯环呼吸振动）为PS-DVB微塑料的拉曼光谱特征峰提取化学成像（图5D），同时以 3082 cm^{-1} （苯环芳香C-H伸缩振动）为PS-DVB微塑料的红外光谱特征峰提取化学成像（图5C）。由图中可见，对于 $16\text{ }\mu\text{m}$ 这样尺寸较小的微塑料样本，拉曼光谱成像可获得与光学照片匹配度较高的化学成像，其成像分辨率可以满足对单个微塑料颗粒进行有效成像和甄别；而红外光谱成像因受限于其空间分辨率较低，对微塑

料颗粒的成像几乎呈现为区域连片的趋势，无法实现对单个微塑料颗粒进行有效成像和甄别。

进而借助于AIRsight红外拉曼显微镜可实现对两种光谱原位采集的功能特点，可以实现对微小区域的微塑料进行红外光谱成像和拉曼光谱成像的原位采集和对比。如黑线圈中区域内有7个16 μm PS-DVB微塑料颗粒，在拉曼光谱成像中，可以清晰呈现出7个微塑料的单颗粒形态的化学成像，而在红外光谱成像中则无法有效呈现7个微塑料的单颗粒形态的化学成像，仅可获得整体分布走向趋势的化学成像。由此可见，相比较于红外光谱成像，拉曼光谱成像更适用于小尺寸的微塑料样本的单颗粒形态成像分析。

2.4 天然湖泊水中微塑料样本拉曼光谱成像分析

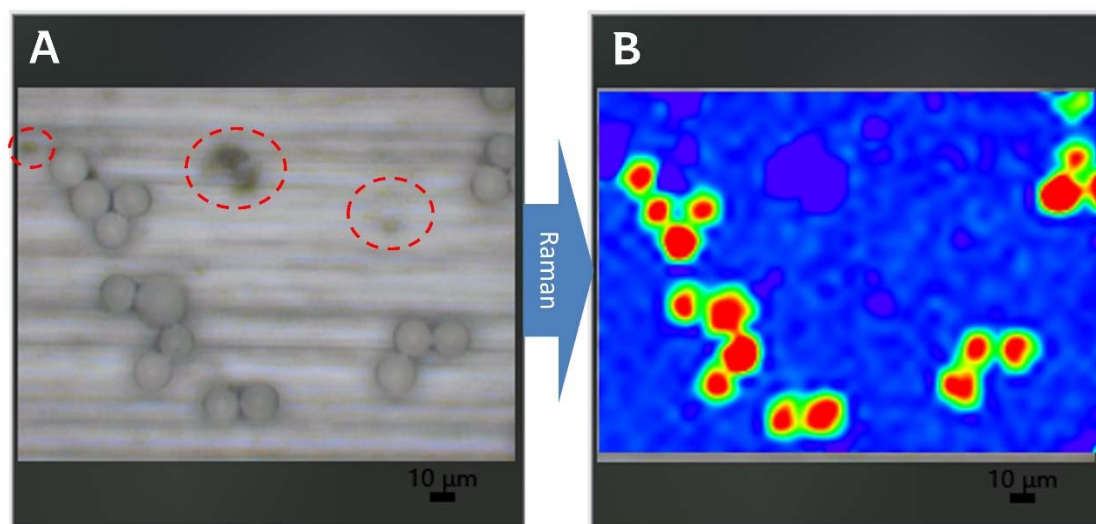


图6 天然湖泊水中微塑料拉曼成像

在天然湖泊水中，由于基质自身含有的大量浮游生物及其他杂质成分（图6A中圈出部分为天然藻类）会产生高荧光背景干扰正常化学成像，可采用1003 cm^{-1} （苯环呼吸振动特征峰峰端）和950 cm^{-1} （苯环呼吸振动特征峰峰底）的强度比率进行化学成像提取来克服基质产生的荧光背景干扰，如图6B可见，利用AIRsight的拉曼成像模式和软件自带的多类型图像提取功能，可以实现对实际湖泊水样本中的微塑料单颗粒进行高空间分辨率化学成像。

3. 结论

本工作使用AIRsight红外拉曼显微镜对不同尺寸的微塑料标准品及天然湖泊水中的微塑料样本进行化学成像分析。通过使用红外光谱成像和拉曼光谱成像进行原位采集分析对比可知，红外光谱成像更适用于大尺寸微塑料样本的单颗粒化学成像分析，而拉曼光谱成像则更适用于较小尺寸微塑料样本的单颗粒化学成像分析。由于微塑料的尺寸分布区间在5mm以下微米级以上，所以通过AIRsight的原位双光谱模式，可直接实现对全尺寸分布的微塑料样本高空间分辨率化学成像分析。同时，通过对实际湖泊水中的微塑料进行测试，AIRsight依然可以实现高空间分辨率的化学成像分析。AIRsight红外拉曼显微镜通过将带有成像功能的显微红外光谱和显微拉曼光谱进行有机结合，为微塑料样本研究提供了大尺寸跨度、原位、多模态的光谱表征与化学成像分析手段，有望成为食品安全、生态环境等大健康领域更为有力的研究方法和工具。

<参考文献>

- 【1】环境署 2014 年年鉴．联合国环境规划署．2014 年 6 月 23 日

第 5 章 红外拉曼显微镜在生物医药领域中的应用

使用红外拉曼显微镜 AIRsight 分析片剂药品异物

摘要：本文介绍了使用显微红外光谱法和显微拉曼光谱法分析片剂异物的示例。有些无机化合物很难使用红外光谱法进行定性，拉曼光谱法则可以有效鉴定。拉曼光谱很好地补充了红外光谱的不足。

关键词：红外拉曼一体式显微镜 药品 异物分析

近年来，消费者对于异物的关注度上升，随之而来的分析需求也在提高。尽管不时有新闻报道在部分药品或食品当中发现异物，但是很难彻底消除这个问题，因为异物可能会在各种程序当中出现，例如购买时混入的原材料污染，或生产线零部件劣化而混入产品以及消费者对产品造成的污染等。此外，异物的种类也有很多，除了人体毛发、塑料和橡胶等有机物之外，还有氧化物和金属等无机物。因此需要更高分析精度，以确定产生异物的原因。

红外拉曼显微镜AIRsight是一款在红外显微镜内部加入拉曼组件的全新显微镜，设备外观如图1所示。红外拉曼显微镜可在不移动样品情况下，使用同一台仪器获得同一位置的红外光谱和拉曼光谱，因而显著提高了微区定性分析的精度。此外，红外及拉曼测定全部通过一个AMsolution软件控制，操作简单。

本文介绍使用显微红外光谱法和显微拉曼光谱法测定附着在片剂药品（以下简称“片剂”）表面的异物的示例。

1. 实验部分

1.1 红外光谱法和拉曼光谱法原理

红外光谱法测定红外光照射于样品时，测量某个波长（波数）下吸收的光量。而拉曼光谱法则是测定特定波长的光照射样品时样品上散射的光，计算入射光和散射光之差（拉曼位移）。拉曼光谱与红外光谱同为基于分子振动的振动光谱。两种方法均可以通过对比已知光谱来鉴定物质，根据分子结构以及强度进行定性定量分析，但是红外和拉曼检测出的谱峰强度和形状则不相同。

1.2 仪器

IRXross 傅立叶变换红外光谱仪；AIRsight 红外拉曼一体式显微镜



图 1 岛津 AIRsight 红外拉曼一体式显微镜

1.3 测试条件

表 1 测试条件

拉曼测试条件		红外测试条件	
激光波长	785 nm	波长范围	4000~700 cm ⁻¹
曝光时间	1.0 sec	测定方式	显微 ATR
扫描次数	100	扫描次数	100
物镜	50 倍	切趾函数	SqrTriangle
检测器	CCD	检测器	T2SL

2. 实验部分

2.1 测试样品

附着在片剂表面的异物的外观如图 2 所示。异物为红褐色，散布于片剂表面上 100 μm 左右的范围内。对于传统仪器，最耗时的是将样品放置在显微镜的载物台，使测定的异物位置进入视野范围。而 AIRsight 标配的观察用大视野相机，可以在目视尺寸（10×13 mm）的视野内进行观察，因此可以轻松地使测定的异物位置进入视野。除此之外，还配备了最多放大 5 倍（2.0×2.6 mm）的变焦功能。测定用显微相机还配备了 10 倍变焦（0.03×0.04 mm）功能，因此微小的异物也能够顺利地观察到。位置信息由显微相机和大视野相机共享，因此不会因切换相机而出现视野偏差。

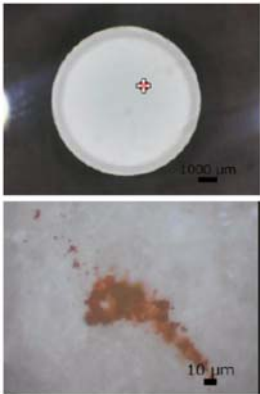


图 2 片剂表面异物的外观

上：使用大视野相机观察片剂整体的图像

下：使用显微相机观察片剂表面异物的图像

2.2 使用显微红外光谱法分析异物

使用显微 ATR 模式分别测试正常部位和附着异物部位，得到的红外光谱如图 3 所示。

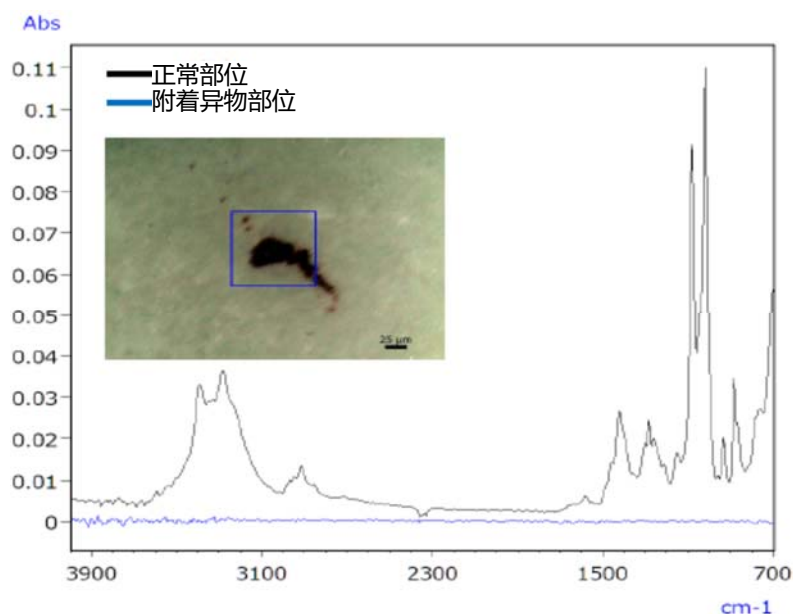


图3 正常部位和异物附着部位的红外光谱

正常部位的红外光谱为药品的主要组分（甘露糖醇）。而附着异物部位则未检测出谱峰，未能确定附着异物的成分。

2.3 使用显微拉曼光谱法分析异物

使用显微拉曼分别测定正常部位和附着异物部位。拉曼光谱的测定结果如图4所示，正常部位和附着异物部位光谱有明显的差异。

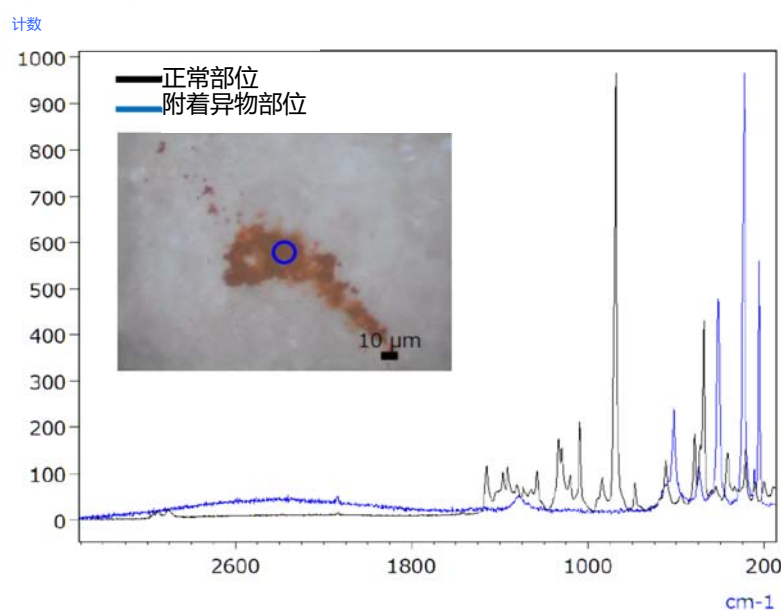


图4 正常部位和附着异物部位的拉曼光谱

该拉曼谱图可能是氧化铁的拉曼光谱，使用拉曼测试氧化铁，异物部位和氧化铁的拉曼光谱叠加图如图5所示。由于两个光谱基本一致，因此推测附着于片剂表面的异物是氧化铁。

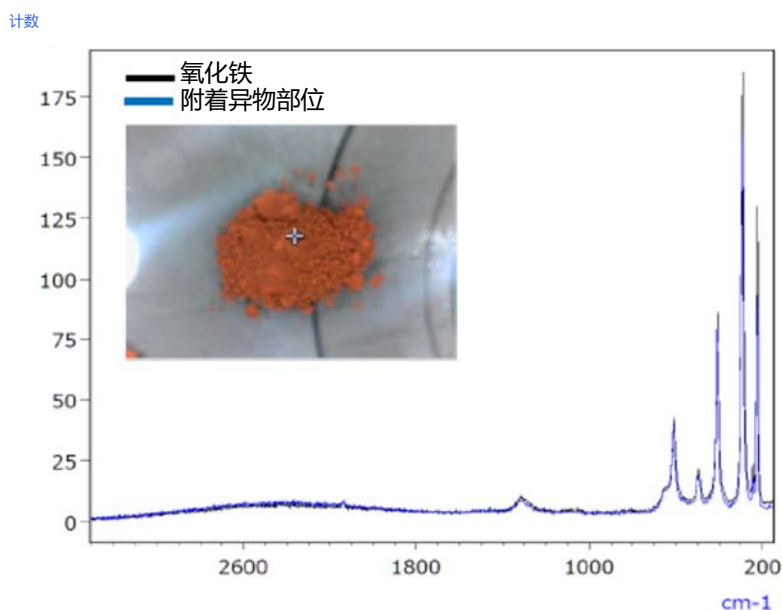


图 5 附着异物部位和氧化铁的拉曼光谱

2.4 氧化铁的红外光谱

如图 3 所示，利用显微红外光谱法未能测得异物部位的成分。图 6 为利用单次反射 ATR 方法，测得氧化铁的红外光谱。该谱图利用拉曼法也可以测得。在氧化铁的红外光谱中，由于特征谱峰位于 510 cm^{-1} 的低波数侧，因此无法使用显微红外光谱法检测出。拉曼光谱法则可以获得有用的信息，拉曼光谱法对无机化合物的定性能力强于红外光谱法。

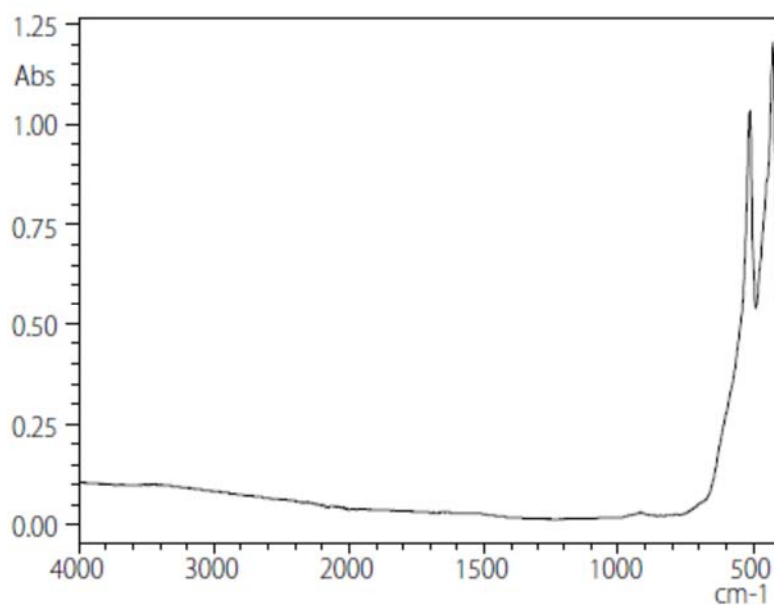


图 6 利用单次反射 ATR 法测定的氧化铁的红外光谱

3. 结论

红外拉曼显微镜 AIRsight 可以在不移动样品的情况下获得同一位置的红外光谱及拉曼光谱信息，因此非常适用于未知的样品定性。此外，还可以自动完成观察和测定位置的设置、测定以及分析等一系列操作。对异物样品、不合格产品等定性分析要求比较高时，红外拉曼显微镜能给出更确切的信息。

使用红外拉曼显微镜 AIRsight 进行大鼠股骨切面的非染色分析和骨质评价

摘要：本文介绍了使用显微拉曼光谱法测试了小鼠股骨切面。实验结果表明，显微拉曼光谱法可不进行骨骼染色确认羟基磷灰石和骨胶原蛋白的分布，通过详细分析红外和拉曼光谱，可以评估与骨质相关的成分比例及成分的成熟度。显微红外拉曼光谱，是选择高灵敏度检测分析目标成分的良好分析方法。

关键词：红外拉曼一体式显微镜 大鼠 股骨切面 骨质评价

通常情况下，除了表示单位体积骨量的骨密度之外，骨质量（骨质）对于预防骨质疏松症也很重要。骨骼主要由羟基磷灰石（无机物）和胶原蛋白（有机物）构成。骨质用无机/有机成分的比例和羟基磷灰石的结晶度等进行评价^[1]。红外显微光谱和拉曼显微光谱都可以在无需染色的情况下确定骨骼成分的化学分布，并通过详细的光谱分析，可以获得有关骨质的信息。虽然这两种光谱分析方法都是基于振动光谱，但其中包含了仅使用一种方法无法获得的信息，红外显微光谱和拉曼显微光谱具有互补性。

本文使用红外拉曼显微镜AIRsight对大鼠股骨切面进行了非染色分析。使用AIRsight，可以通过一台设备同时实现获取红外显微光谱和拉曼显微光谱，从而可以分析多种成分。此外，还可以通过选择最佳的分析方法，获得骨质信息。

1 实验部分

1.1 仪器

AIRsight 红外拉曼一体式显微镜



图 1 IRXross™（左）和 AIRsight™（右）的外观

2 实验部分

2.1 大鼠股骨的红外拉曼显微测定

对大鼠股骨切面进行红外显微反复测定和拉曼显微测定。使用徕卡公司生产的显微镜用切片机 Histo Core AUTOCUTR，沿垂直于长轴的方向，对摘除后的股骨进行冷冻切片。用夹具固定切片，放置在显微镜下直接测试，保持在测定面平行的状态下进行测定。如图 2 所示，另外，为了同时分析骨骼的无机成分和有机成分，未采用脱灰处理去除羟基磷灰石处理。



图 2 大鼠股骨的切面观察图

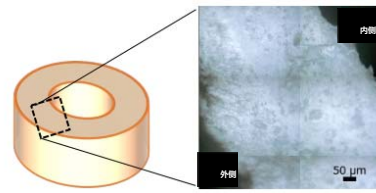


图 3 大鼠股骨切面的观察图像

切面的观察图像如图 3 所示。测定面和载台平行，因此，即使在宽大视野相机下中也能进行对整个视野的进行对焦聚焦。

表 1 仪器测试条件

显微红外测试条件		显微拉曼测试条件	
分辨率	8 cm ⁻¹	扫描次数	5
扫描次数	200	曝光时间	10.0 sec
切趾函数	SqrTriangle	物镜	50 倍
光阑尺寸	50 μm × 50 μm	激发波长	785 nm
步宽	50 μm	激光照射直径	5 μm
映射范围	650 μm × 300 μm	步宽	50 μm
检测器	T2SL	映射范围	650 μm × 300 μm
		检测器	CCD

2.2 基于红外、拉曼光谱的股骨属性

基于红外光谱法和拉曼光谱法的大鼠股骨光谱和主要属性归属如图 4 所示。

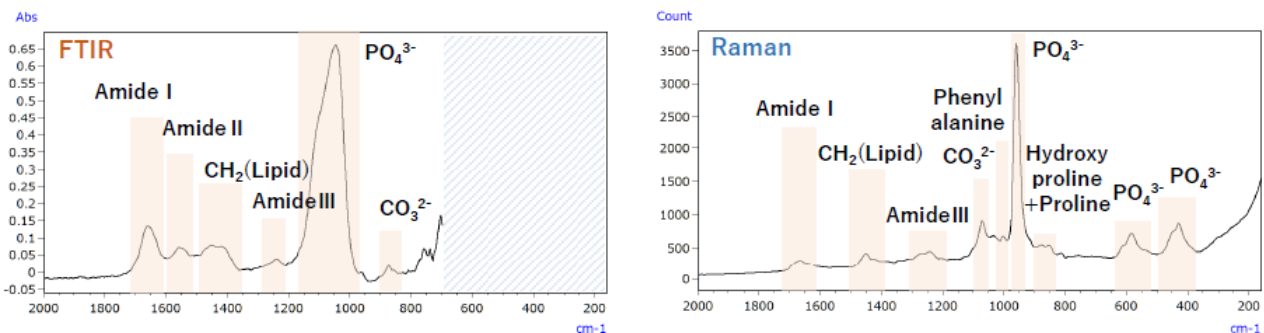


图 4 大鼠股骨的红外/拉曼光谱 1)

(Phenyl alanine: 苯丙氨酸, Hydroxy proline: 羟脯氨酸, Proline: 脯氨酸)

本次使用的是非脱灰样品，因此，同时检测到了来自胶原蛋白的峰（酰胺 I/II/III）和羟基磷灰石的峰（ PO_4^{3-} ）。此外，还分别确认了通过红外光谱或拉曼光谱识别的峰，即使是相同的基团，其强度和峰形也不尽相同。

2.3 基于多变量分析的组分分离和分布

Multivariate curve resolution (MCR) 法是一种可从包含多种组分的光谱中获得各组分的纯光谱和浓度信息的多变量分析方法。从多个混合物光谱中选取几个独立变化的纯光谱，并根据最小二乘法进行优化计算。

2.3.1 组分分布分析：胶原蛋白和羟基磷灰石

对股骨进行拉曼光谱 Mapping 成像测定，针对获取的光谱成像数据，使用 MCR 法分离胶原蛋白和羟基磷灰石，绘制了相对浓度分布的化学图像。各组分光谱的定性结果如图 5 所示，化学图像如图 6 所示。

蓝色表示浓度相对较低，红色表示浓度较高。

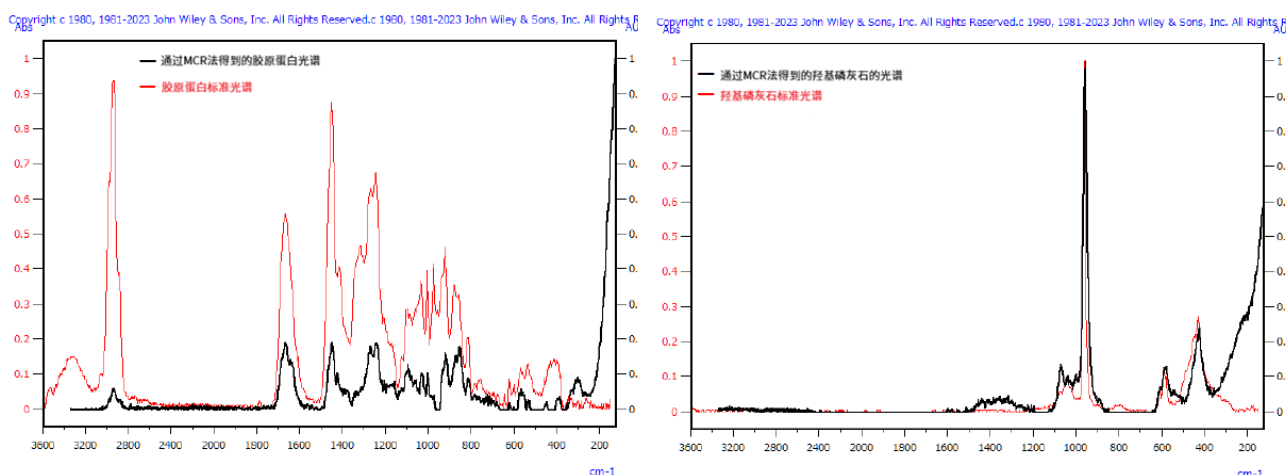


图 5 使用 MCR 法分离的组分光谱检索结果

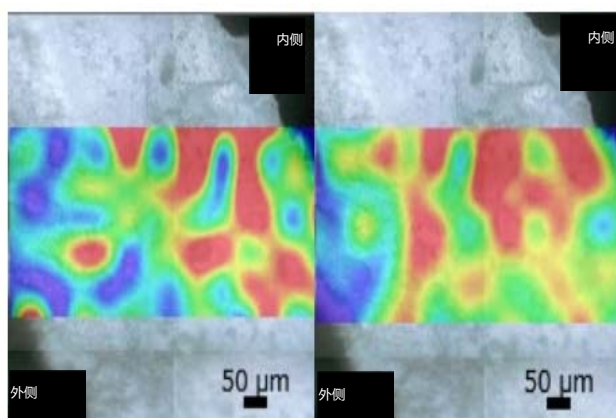


图 6 基于 MCR 法的化学图像
(左：胶原蛋白 右：羟基磷灰石)

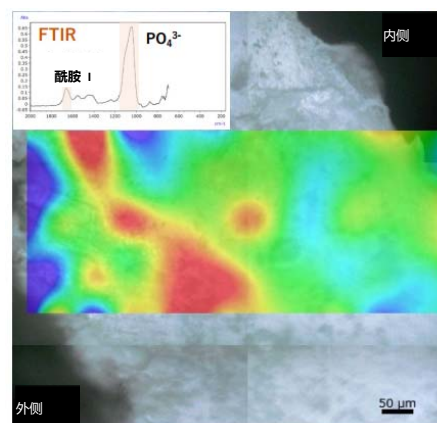


图 7 红外光谱的峰面积比 (PO_4^{3-} / 酰胺 I)

由图 5 可知，采用 MCR 法可以清晰地分离胶原蛋白和羟基磷灰石。另外，从图 6 所示的化学图像中可以看出，羟基磷灰石分布在整个骨切面，而胶原蛋白更多分布在骨骼的内侧。

2.4 源于各组分的峰分布确认和骨质评价

红外/拉曼光谱的整体强度都会因样品的表面状态而变化。本次使用源于各组分的峰比例，确认了相对组分分布。各组分分布均为蓝色表示浓度相对较低，红色表示浓度较高。

2.4.1 骨质评价① 矿物质与基质的比例

来自羟基磷灰石与胶原蛋白的组分比例的 PO_4^{3-} 和酰胺 I 比例称为基质比例，有报告称，该比例随着骨骼形成时间的推移而增加 [2]。红外光谱的 PO_4^{3-} 与酰胺 I 的峰面积比如图 7 所示。通过拉曼光谱也能得到同样的峰面积比，但采用了可以更加清晰地观察两个峰的红外光谱的数据。从图 7 可知，在骨外侧附着沿骨切面轮廓方向分布强，该部分的骨骼形成更快。

2.4.2 骨质评价② 碳酸盐与磷酸盐比率

有报告称，羟基磷灰石中的 CO_3^{2-} （碳酸盐、Carbonate）和 PO_4^{3-} （磷酸盐，Phosphate）的比例改变骨骼的溶解度，影响骨骼的新陈代谢（骨重塑）[3]。基于拉曼光谱的 CO_3^{2-} 与 PO_4^{3-} 的峰面积比如图 8 所示。 CO_3^{2-} 的峰可通过红外光谱法和拉曼光谱法测定，但采用了可以更加清晰观察的拉曼光谱的数据。在本次测

定中，主要分布在边缘，表明骨骼的新陈代谢在该区域表现活跃。

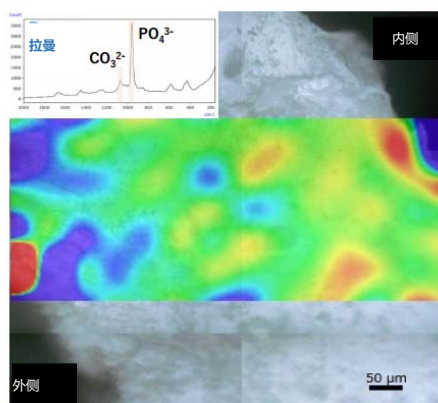


图 8 拉曼光谱的峰面积比 ($\text{CO}_3^{2-}/\text{PO}_4^{3-}$)

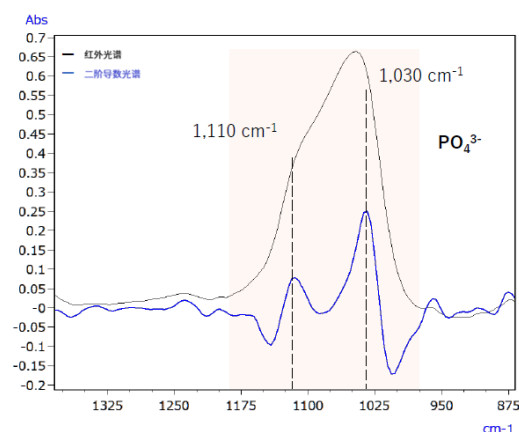


图 9 大鼠股骨的红外光谱和二阶导数光谱
(二阶导数光谱正负翻转)

2.4.3 骨质评价③ 矿物成熟度

矿物成熟度是一种表示羟基磷灰石结晶度的指标。矿物成熟度的评价方法有很多种，这里使用了股骨红外光谱中 1030 cm^{-1} 和 1110 cm^{-1} 峰的比值。红外光谱的 PO_4^{3-} 峰值波数取决于结晶状态， 1030 cm^{-1} 是源于晶体结构无缺损的羟基磷灰石的峰， 1110 cm^{-1} 是源于结晶度低的羟基磷灰石的峰。在红外光谱中，各峰形成了重叠的形状，而通过对红外光谱进行二阶导数处理，在保持定量性的同时，可以分离重叠的峰 (图 9)。图 10 表示红外光谱成像各测定点的二阶导数光谱的峰高比。矿物成熟度高的部位散布在骨切面上，但可以看到其分布在比骨骼轮廓线稍微靠近中心的带状区域。

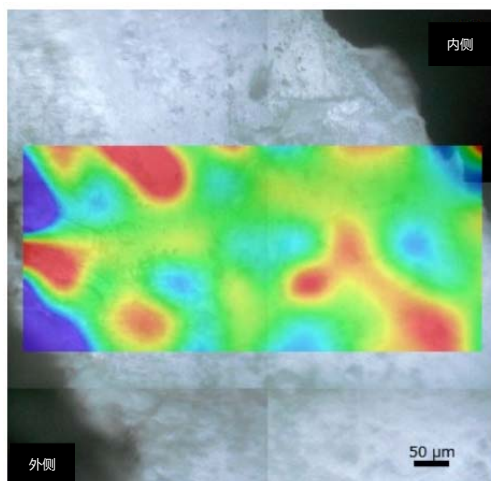


图 10 红外光谱的二阶导数光谱峰比
($1030\text{ cm}^{-1}/1110\text{ cm}^{-1}$)

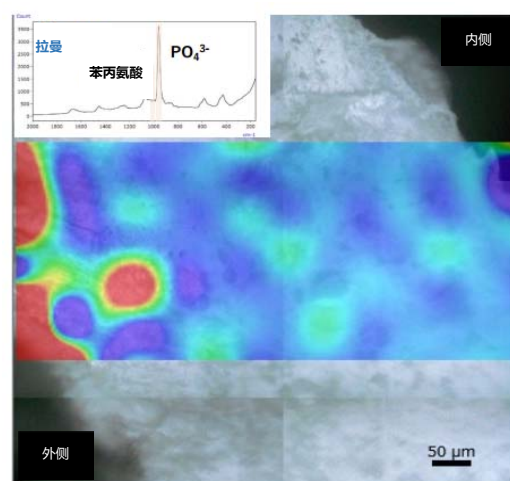


图 11 基于拉曼光谱的峰面积比
(苯丙氨酸/ PO_4^{3-})

2.4.4 骨质评价④ 苯丙氨酸与羟基磷灰石的组分比

在某些情况下，红外光谱无法识别其峰值的成分 (无红外活性) 可以通过拉曼光谱进行测定。例如，包括图 4 所示的氨基酸苯丙氨酸、羟脯氨酸、脯氨酸。这里使用股骨的拉曼光谱成像数据，评价了苯丙氨酸和羟基磷灰石的组分比。基于拉曼光谱的苯丙氨酸/ PO_4^{3-} 的相对比例化学图像如图 11 所示。如图所示在骨骼的外侧分布较多，推测这是受到了骨膜的影响。

3 结论

使用红外显微镜 AIRsight 进行了大鼠股骨切面的非染色分析和骨质相关指标的分布评价。AIRsight 可以用一台显微镜同时完成红外光谱法和拉曼光谱法的分析,因此将样品放到载物台上,可一次性分析更多的组分。另外,通过使用多变量分析方法,可以从混合物光谱中获得组分光谱及其浓度分布的化学图像。通过对重叠峰进行导数处理,还可以进行结晶度评价。本次的分析处理均可以用红外拉曼显微镜用软件 AMsolution 完成。

<致谢>

本应用的编写过程中,获得了名古屋大学大学院工学研究科松本健郎教授、前田英次郎教授提供的样品和大力协助。在此表示衷心地感谢。

<参考文献>

- 【1】 Erik A. Taylor, Eve Donnelly, “Raman and Fourier transform infrared imaging for characterization of bone material properties,” Bone. 139 (2020).
- 【2】 E.A. Taylor, A.A. Lloyd, C. Salazar-Lara, E.L. Donnelly, “Raman and FTIR mineral to matrix ratios correlate with physical chemical properties of model compounds and native bone tissue” , Appl. Spectrosc. 0 (2017).
- 【3】 A. Grunenwald, C. Keyser, A.M. Sautereau, E. Crubézy, B. Ludes, C. Drouet, Revisiting carbonate quantification in apatite (bio)minerals: a validated FTIR methodology, J. Archaeol. Sci. 49 (2014).

岛津企业管理(中国)有限公司

http://www.shimadzu.com.cn



客服热线电话: 800-810-0439 400-650-0439

本样本内容非商业广告，仅供专业人士参考。

注：样本中关于产品性能、功能等信息的表述及对比范围，仅限于岛津自产和岛津合作的产品。本产品资料所宣传的内容，以本版本为准，资料中的试验数据除注明外均为本公司的试验数据（另有说明的除外）。本资料所有信息仅供参考，如有变动恕不另行通知。

印刷日期：

北京
北京市朝阳区朝外大街16号中国人寿大厦14层
邮政编码：100020
电话：(010)8525-2310/2312 传真：(010)8525-2531

沈阳
沈阳市青年大街167号北方国际传媒中心11层
邮政编码：110016
电话：024-23255577 传真：(024)2325-5577

西安
西安市锦业一路56号研祥城市广场A座501
邮政编码：710065
电话：029-62737878 传真：(029) 6273-7879

乌鲁木齐
乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14H座
邮政编码：830002
电话：(0991)230-6271/6272 传真：(0991)230-6273

郑州
郑州市中原路220号裕达国际贸易中心A座20层2011室
邮政编码：450007
电话：(0371)8663-2981/2983 传真：(0371)8663-2982

上海
上海市徐汇区宜州路180号华鑫慧享城B2栋
邮政编码：200233
电话：(021)3419-3888 传真：(021)3419-3666

成都
成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞·创意成都写字楼B座12层
邮政编码：610063
电话：(028)8619-8421/8422 传真：(028)8619-8420

南京
南京市鼓楼区汉中路2号亚太商务楼27层B座
邮政编码：210005
电话：(025)8689-0258 传真：(025)8689-0237

重庆
重庆市渝中区长滨路2号来福士A座601
邮政编码：400011
电话：(023)6380-6057 传真：(023)6380-6551

武汉
武汉市武昌区临江大道96号武汉万达中心31层3112室
邮政编码：430060
电话：(027) 5908-0488 传真：(027) 5908-0470

广州
广州市天河区高唐路230号广电智慧大厦
邮政编码：510656
电话：(020) 3718-3888 传真：(020) 3718-3804

昆明
昆明市青年路432号天恒大酒店 908室
邮政编码：650021
电话：(0871)6315-2986/2987 传真：(0871)6315-2991

深圳
深圳市南山区粤海街道高新南七道18号高新技术产业园区R3-B座一楼
邮政编码：518057
电话：(0755)8340-2852 传真：(0755)8389-3100

长沙
湖南省长沙市芙蓉区解放西路188号国金中心T1大楼3115室
邮政编码：410005

香港
香港九龙尖沙咀海洋中心1028室
SUITE 1028,OCEAN CENTRE,HARBOUR CITY,
TSM SHA TSUI,KOWLOON,HONG KONG
电话：(00852)2375-4979 传真：(00852)2199-7438