
现代固体力学实验技术

共聚焦拉曼光谱实验报告

学院：航空航天学院

班级：工程力学（强基）2101

姓名：黄于翀

学号：3210105423

2024年5月5日

实验报告正文

一、实验目的与任务

- 1、熟悉拉曼光谱显微镜的基本构造。
- 2、掌握拉伸石墨烯柔性样品的制样。
- 3、初步了解拉曼光谱操作过程，拍摄石墨烯形貌，测试石墨烯拉曼光谱。
- 4、测试随单轴应变增加石墨烯拉曼光谱变化。
- 5、数据分析：分析实验结果，作谱线图，计算石墨烯的真实应变。
- 6、拓展：峰位拟合，测量拉伸过程中石墨烯应变的分布情况。

二、透射电镜结构与原理

实验仪器：Horiba HR Evolution 拉曼光谱显微镜

激光波长 532 nm（绿光），激光功率 0.5-50 mW，配置长焦 50 与 100 倍物镜显微镜头，光栅 1800 g/mm，100 倍物镜镜头下激光尺寸约 1 μm 。激光偏振方向与单轴应变方向垂直，拉曼光谱分辨率小于 $< 0.5 \text{ cm}^{-1}$ ，光谱分析软件为 Horiba 公司 LabSpec6。

拉伸样品载物台为实验室基于 MAX313D 多轴加载台自制，本实验名义应变测量步长为 $0.0175\% \cdot \text{s}^{-1}$ 。

仪器原理：拉曼光谱是一种无损的分析技术，它是基于光和材料的相互作用而产生的。拉曼光谱可以提供样品

化学结构、相和形态、结晶度及分子相互作用的详细信息。当激光光源的高强度入射光被分子散射时，大多数散射光与入射激光具有相同的波长(颜色)，这种散射称为瑞利散射。然而，还有极小一部分(大约 1/109)散射光的波长(颜色)

与入射光不同，其波长的改变由测试样品(所谓散射物质)的化学结构所决定，这部分散射光称为拉曼散射。拉曼光谱即通过检测拉曼散射来获得物质内部信息。由于拉曼效应本身比较弱，因此必须对拉曼光谱仪的光学组件进行良好匹配与优化。

仪器设备：

仪器整体：观察、拍照、记录；

光学组件部分：观察、记录；

显微镜部分：观察、拍照、记录；

操作界面部分：截屏、识别功能、记录；

注意事项：

由于拉曼光谱仪使用准直率极高的激光，虽然功率仅有数十毫瓦，但是可产生数百度高温，因此对仪器和光学组件的观察不能在开启激光时进行。

三、实验步骤

- 1、石墨烯样品制备（已完成）；
- 2、石墨烯样品转移至 PDMS/方华基底（已完成）；
- 3、柔性拉伸样品装载至拉伸载物台；
- 4、将载物台装载至拉曼光谱仪器；
- 5、进行显微镜观察，测量拉曼光谱；
- 6、旋转螺旋测微仪加载变形，重复步骤 5。

常用面板按键说明请见《拉曼光谱仪操作说明》，操作流程请见视频学习资料，实验时进行示范。

（以上资料均以上传“学在浙大”网站）

4、观察记录（实验数据请重点关注！同一组内数据共享）

(1) 现场实验照片，包括：制样过程、拉曼表征过程；

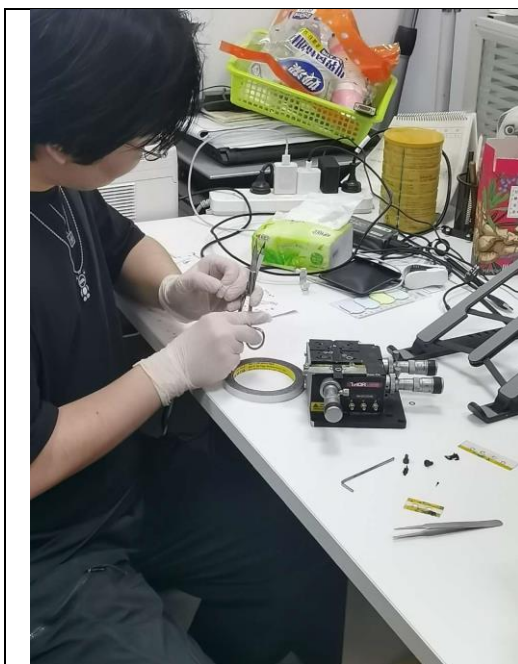


图 3.1 制备样品 1



图 3.2 制备样品 2

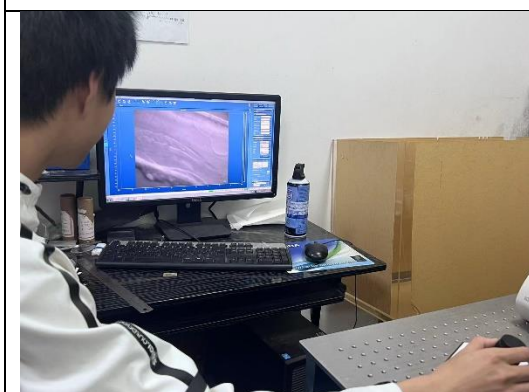


图 3.3 光学显微镜下观察

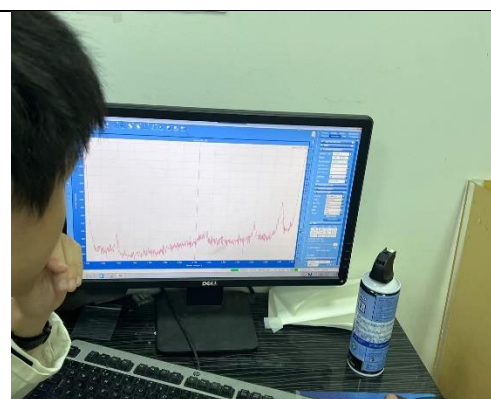


图 3.4 拉曼表征

(2) 拉曼设备照片，并标注仪器各部分名称；

(3) 石墨烯装载至载物台照片；

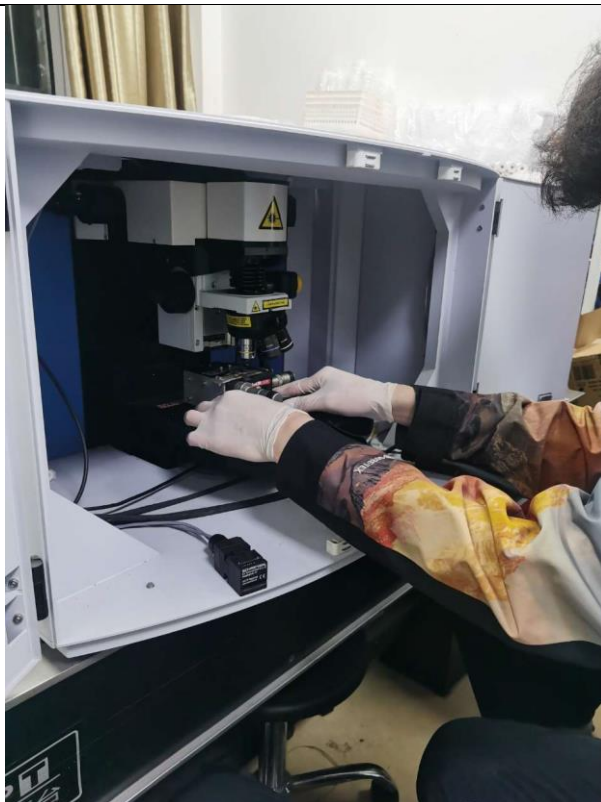


图 3.5 样品装载到载物台

- (4) 石墨烯在不同应变下的光学显微镜照片；
- (5) 石墨烯在不同应变下的拉曼光谱；
- (6) （拓展）拉曼峰的拟合分析技术；
- (7) （拓展）石墨烯在不同应变下的光谱与应变分布。

四、实验结果与分析（100 分）

（正式报告请删除此处文本。报告文本格式要求：

中文字体：正体 楷体；

英文字体：正体 Times New Roman

字号大小：12 pt

行间距：1.5 倍

段后：8 磅)

1、相关仪器设备；

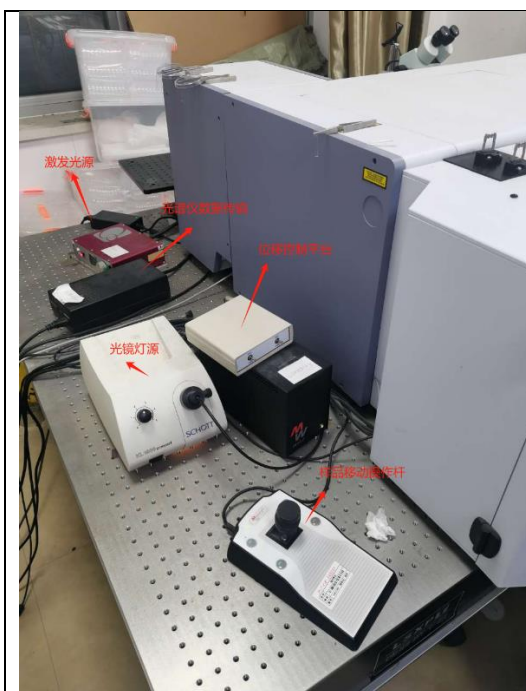


图 4.1 仪器左侧

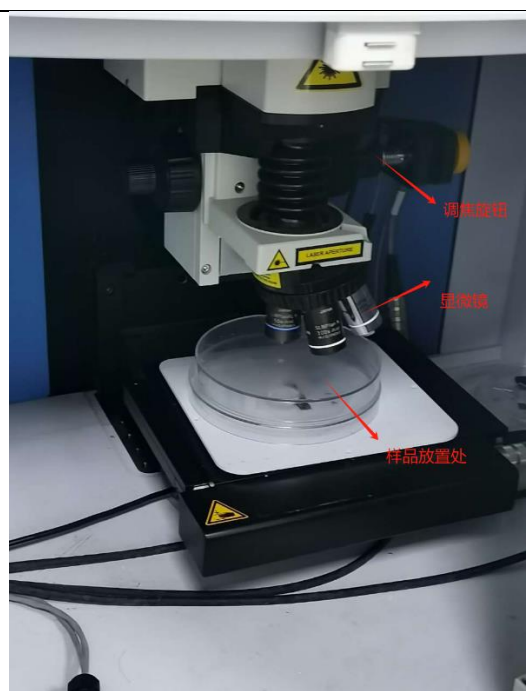


图 4.2 仪器正面

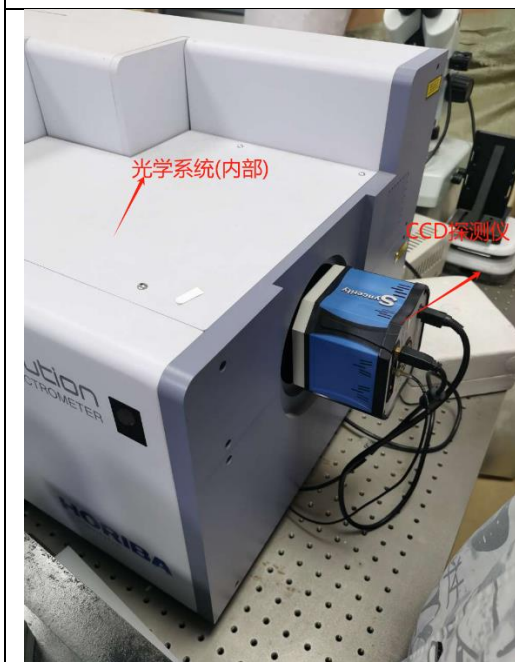


图 4.3 仪器右侧

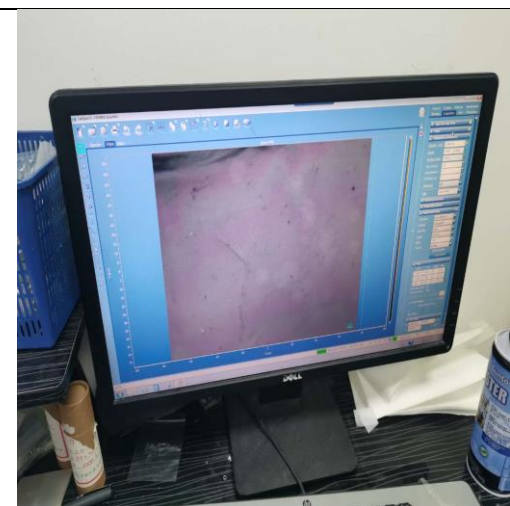
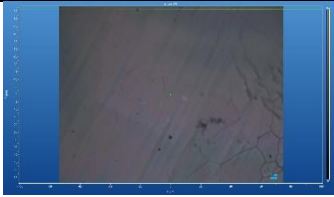
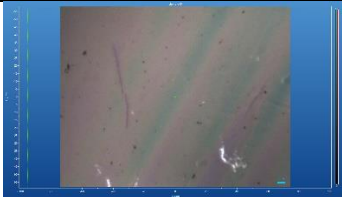

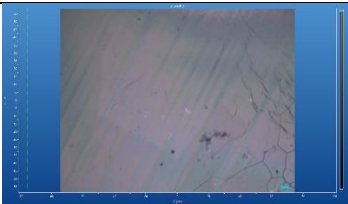

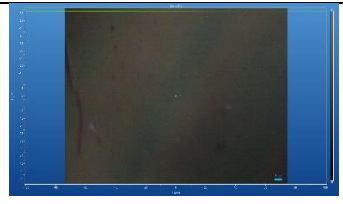


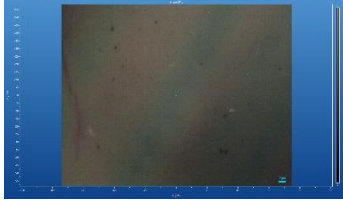
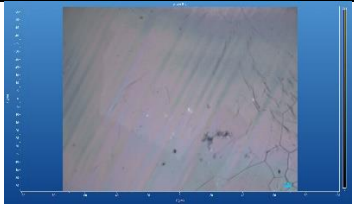

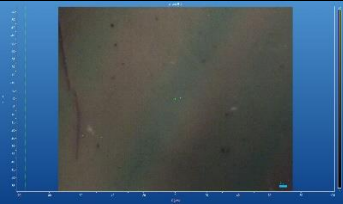
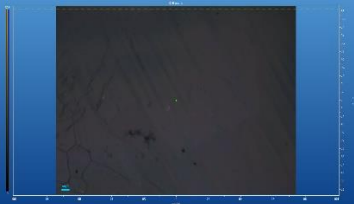





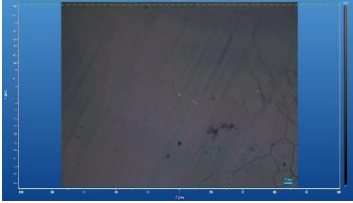

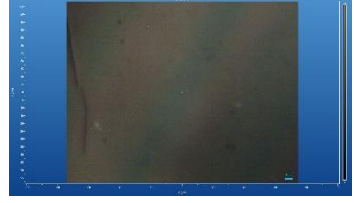



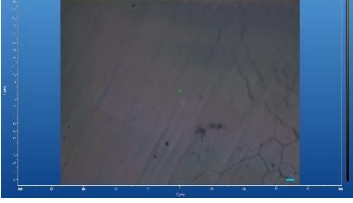
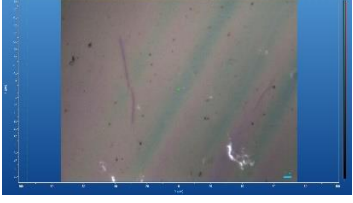
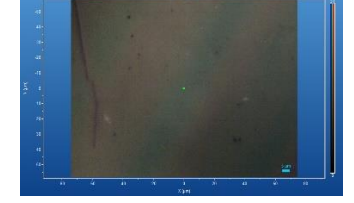

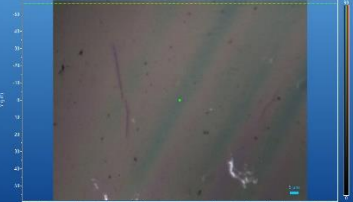
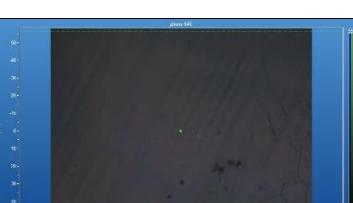
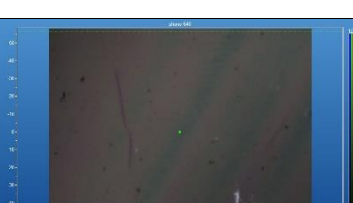
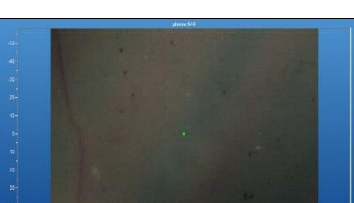


图 4.4 操作界面

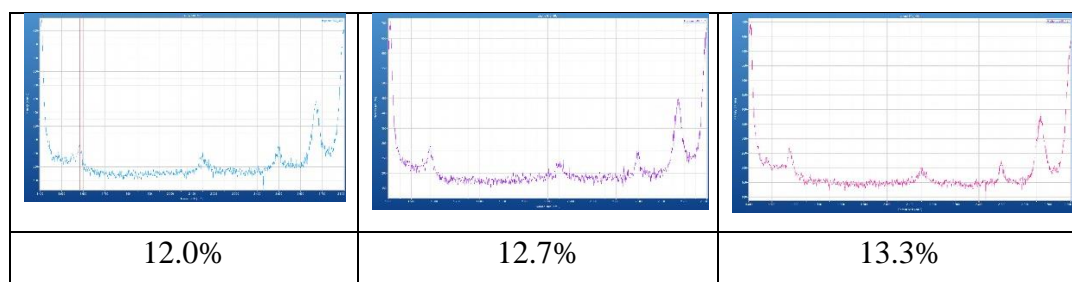
2、石墨烯的形貌：在应变 0%至 1.5%范围内，以固定应变增加步长对固

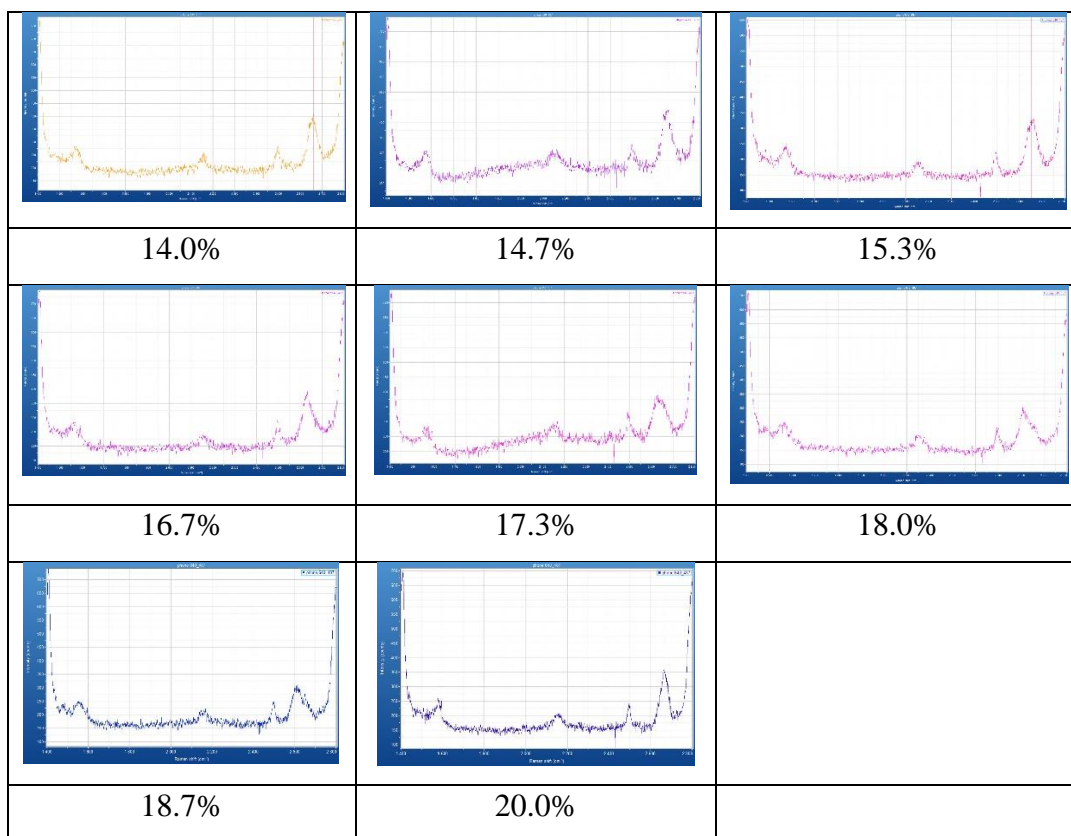
定区域拍摄光学显微镜照片，其中至少 6 个不同应变数值，光学显微镜照片包括 100、500、1000 倍；

放大倍数 名义应变	100 倍	500 倍	1000 倍
12.0%			
12.7%			
13.3%			
14.0%			
14.7%			
15.3%			

16.7%			
17.3%			
18.0%			
18.7%			缺失
20.0%			

3、石墨烯的拉曼光谱：在与光学显微镜相同的应变数值下测量石墨烯拉曼光谱中 G 峰与 2D 峰的变化，并重新对原始数据作图；





4、数据分析：

(1) 根据拉曼光谱随应变变化情况，获得光谱-应变斜率，计算石墨烯中的真实应变。

采用 G 峰的数据来求真实应变，选取名义应变 14.0%~18.7% 的数据。

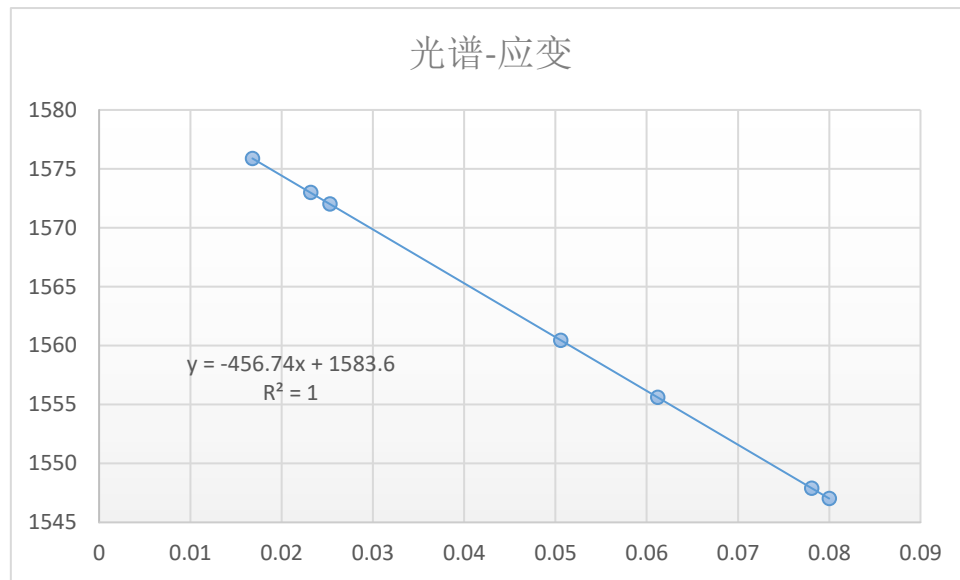
计算的公式如下所示。

$$\varepsilon = \frac{\Delta G_+ + \Delta G_-}{-4\gamma G_0} + \frac{\Delta G_+ - \Delta G_-}{2\beta G_0}$$

其中 $\gamma = 1.99$, $\beta = 0.99$ 。这里我们全部将 G 峰看成单峰进行计算，也即 $G_+ = G_-$ 。计算结果如下表格所示。

名义应变(%)	14.0	14.7	15.3	16.7	17.3	18.0	18.7
G 的频移	1575.87	1572.98	1572.01	1560.44	1555.61	1547.89	1547.02
真实应变(%)	0.0168	0.0232	0.0253	0.0506	0.0612	0.0781	0.0800

得到光谱-应变图像



线性程度非常好，但是斜率-456.74明显偏大。

(2) 对比光学显微镜上特征点所得应变结果、柔性基底名义应变与真实应变结果。

从表格数据可以明显看出，柔性基底名义应变远大于石墨烯的真实应变。

(3) 对（2）的对比结果进行原因分析。

由于石墨烯极薄，当期压缩应变高于阈值时，很容易形成屈曲。该阈值比石墨烯断裂的临界拉伸应变小四个数量级，并且随着石墨烯远离衬底的屈曲，界面处的共形接触被破坏。这种非共形接触导致了柔性基底名义应变和石墨烯真实应变有着巨大的差异。

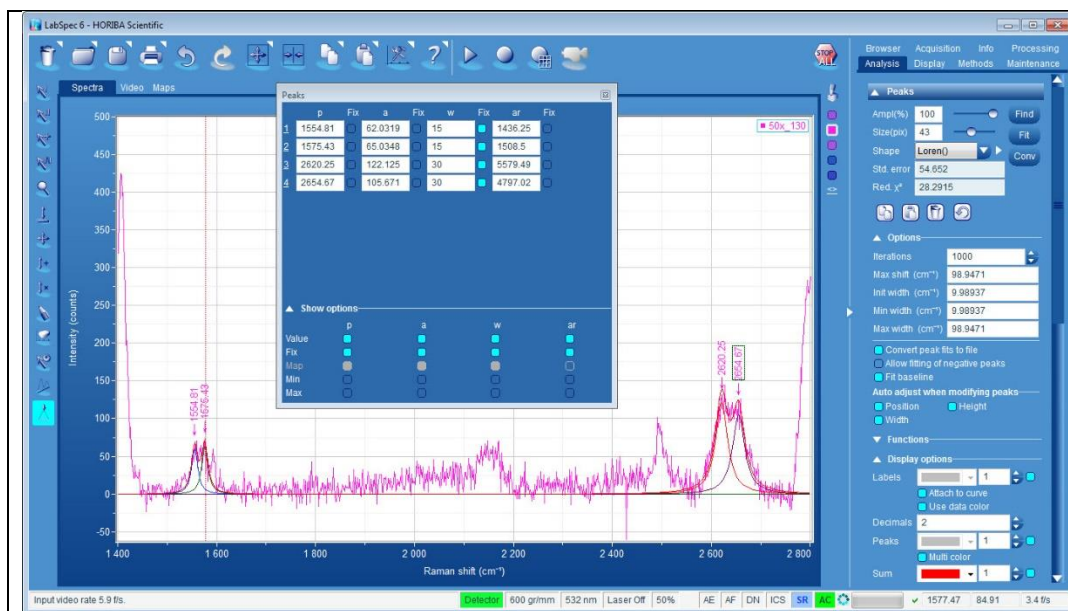
五、拓展问题（20分）

1、在对拉曼峰的分析过程中使用洛伦兹或高斯峰形对其进行正确的峰位拟

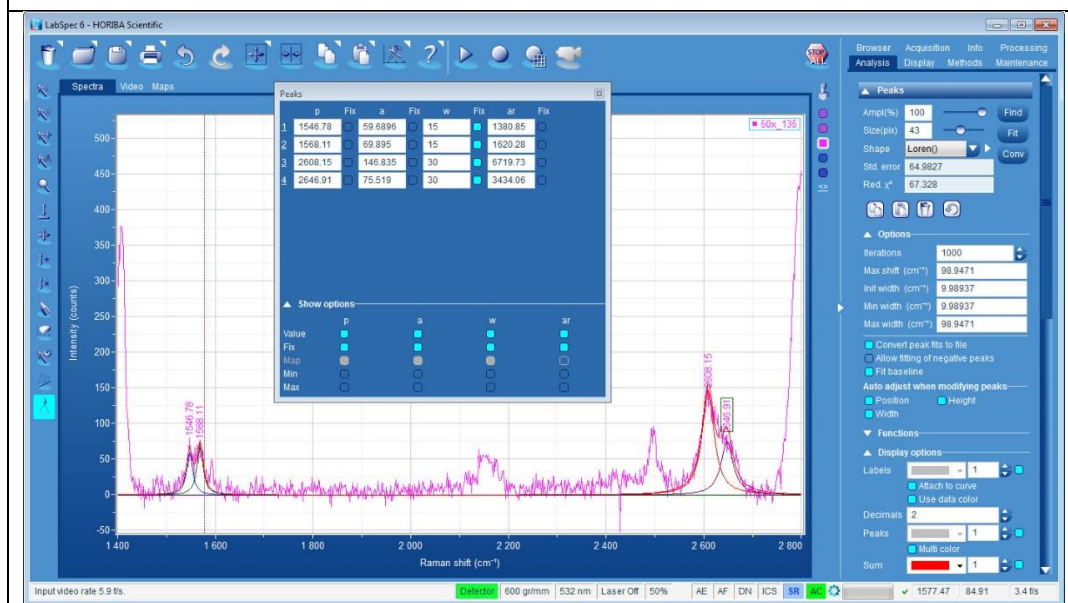
合，并写明所有拟合参数（10分）

对于名义应变为 17.3%、18.0%、18.7%的，我们进行了峰位拟合。

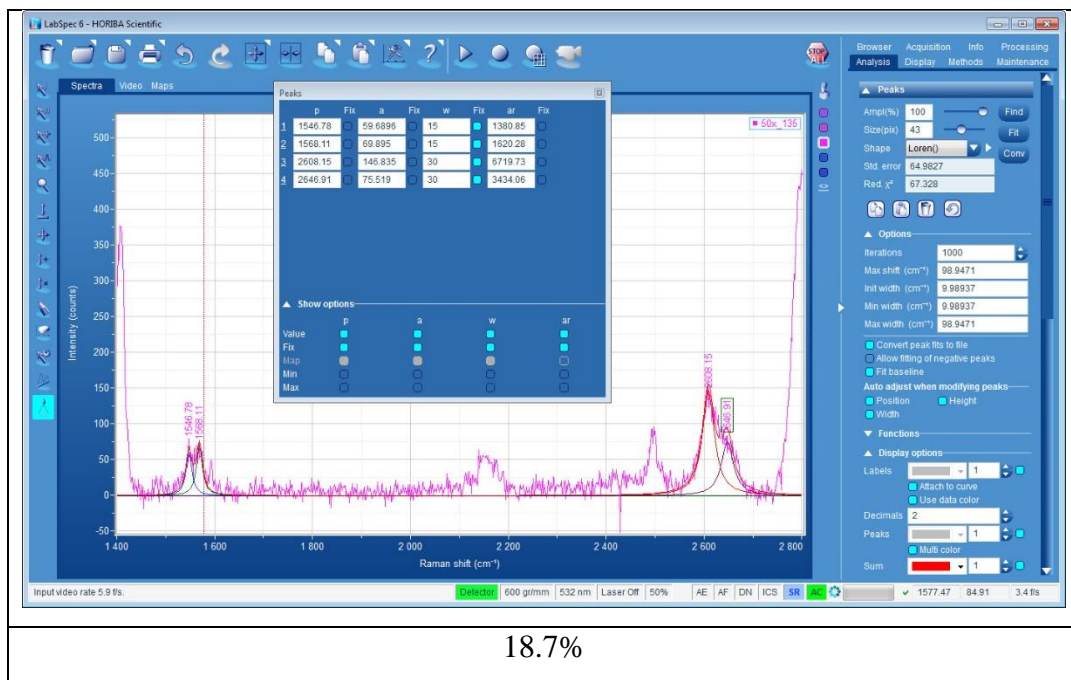
在图上表格内可以看到频移的数值。



17.3%



18.0%



2、对不同应变下的石墨烯进行拉曼光谱线扫描或面扫描，获得光谱和应变在石墨烯不同区域的分布，并给出可能的影响因素（10分）

时间原因，本次实验没有进行线扫描和面扫描，此处给出可能的影响因素。

(1) 数据处理方法必然带来一定误差。如峰拟合等步骤，会对数据的准确性和可靠性产生影响；

(2) 试样的正确放置与否会直接影响应变的测量，比如放置试样时形成拱起或凹陷；

(3) 激光功率和波长可能也会影响实验结果。