

紅外光譜實驗站

使用者手册

(User Manual of BL14A1, Infrared

Microspectrocopy)



主機 (main)

顯微鏡 (μScope)

Synchrotron-based FT-IR system

目錄

- 一、 實驗站安全須知與注意事項
- 二、 同步輻射紅外顯微光譜儀原理
- 三、 OMNIC 9.0 程式主畫面
- 四、 實驗參數設定
- 五、 訊號調整與對焦
- 六、 光譜掃描與參數設定
- 七、 IR Beam Line Interlock System

一、 實驗站安全須知與注意事項

- 參與實驗之用戶需為通過NSRRC安全訓練之合法用戶,並確實遵 守NSRRC之各項實驗規定。
- 2. 攜帶之樣本需符合NSRRC之安全規範並確實填寫於實驗安全表中。
- 欲攜帶特殊樣本者,請於實驗開始二週前與光束線發言人或經理 討論安全性與可實驗性,切勿自行攜帶危險樣本實驗。
- 使用液態氮時請注意自身安全,且勿填充過滿以免溢出之液態氮 損毀儀器。(每8小時添加一次,等待15-20分鐘的熱平衡)
- 5. 保持實驗站環境清潔與舒適,使用後之物品請歸放回原處。
- 6. 此實驗站因使用液態氮故有潛在缺氧之危險,當架設之含氧偵測 器警報時,請打開門並離開實驗站至警報器自行停止時再行實驗, 對當時情況未明者請與實驗站負責人聯絡並先行終止實驗,請以 研究人員自身之安全為最先考量因素。
- 7. 離開實驗室時請關閉電燈以節省能源,當實驗完成時請將IR source 關閉(OFF)及電腦(主機及螢幕)開閉即可,切記請勿關閉顯微鏡及 光譜儀之電源開關。

8. 請勿自行以USB存取數據!

國家同步輻射研究中心 紅外光譜實驗站 (BL14A1) 電話:(03)578-0281 分機:1141,1142 光東線發言人 李耀昌 博士 分機:7333 手機:0921250566 光東線經理人 黃佩瑜 小姐 分機:7329 手機:0911326696

二、 同步輻射紅外顯微光譜儀原理

本實驗在國家同步輻射中心的紅外顯微光譜實驗站BL14A1進行,實 驗站係將同步輻射光源、傅立葉轉換紅外光譜儀-Nicolet 6700 (Thermo-Nicolet Instruments, Madison, WI, USA)及共軛焦紅外顯微鏡 Continuum (Spectra Tech, Oak Ridge, TN, USA) 結合而成。其中傳立 葉轉換紅外光譜儀之分光鏡為溴化鉀 (KBr)材質,紅外光的信號檢測 則是液氮冷卻(77K)的汞鎘碲化物(Mercury Cadmium Telluride, MCT) 偵測器進行擷取,其感測面積、偵測靈敏度(Detectivity, D*)及光譜 量測範圍分別為50×50 μm²、5.0×10¹⁰ cm Hz^{1/2} W及4000-650 cm⁻ 1。同步輻射光源的部分則由紅外光束線引至實驗站,經由傅立葉轉換 紅外光譜儀調制後引入共軛焦紅外顯微鏡並以光學放大倍率為32倍 之反射式顯微物鏡 (Cassegrain objective)於樣品表面聚焦並進行光譜 量測,其聚焦光點的半高寬大小約為 13×10 µm²。此外,實驗中所 取得的干涉圖譜 (Interferogram)均利用Happ-Genzel削足方程式 (Apodization function)將理論無限空間之快速傅立葉轉換所引起的誤 差進行修正。

Source	Acceptance Angle H × V (mrad ²)	Energy (cm ⁻¹)	Beam Size FWHM H × V (micron²)	Interferometer Resolution (cm ⁻¹)	Flux (photons/ sec)
BM	70 × 30	4000-650	13 × 10	0.125	2 × 10 ¹²

三、 OMNIC程式主畫面

	- [Window:	1] Durana dar	ulura Danast	6 4] 11 - 127 in J	11-1-			
Experiment:	Default - Tra	nsmission	laiyze <u>k</u> epon	Υπώτας <u>Μ</u> υπιολ	▲			Bench Status
) H (3 🖂	iii 🖂 🖄		@, ĵs	9 0	1
(No spec	tra selected						\bigcirc	
100								
80								
60) -							
40	1							
20) -							
0	·i							
4	1000		3000		2000		1000	
<u> </u>								
	<u>*</u> YAA		I					4

常用的主要功能選項如下所列 (Main Function)

- 實驗參數設定(experiment setup)

 掃背景(collect background)
 - ₩ 掃樣本光譜(collect sample)

<mark>快捷鍵</mark>

Ctrl+D→設定光譜區間上下限

Ctrl+F→ Fit Window顯示

Ctrl+H→隱藏光譜 (Hint)

四、 實驗參數設定(experiment setup)

程式啟動後,按 進入「實驗設定」畫面 先選擇『Bench』頁面,依實驗需求逐一設定適當參數:

● Sample compartment: 選擇一個量測系統

→FTIR機台主體(main)

→顯微鏡(µScope%R / µScope%T,選擇反射或穿透量測)

● Source: 選擇光源

\rightarrow IR (Globar source)	Beam size: $50 \times 30 \ \mu m^2$
→External (SR source)	Beam size: $13 \times 10 \ \mu m^2$

● Recommended range: 設定量測波數範圍

→4000~650 cm⁻¹(此機台範圍在4000~650 cm⁻¹之間)

- Velocity: 設定移動鏡移動速度(若光譜解析度設定為4 cm⁻¹時(表示干涉儀解析一個波,需移動鏡需移動0.125 cm),MCT移動速度為1.8988 cm/s;DTGS移動速度為0.4747 cm/s)
- Detector 偵測 面積: MCT/A=50*50 μm²; MCT/B=250*250 μm²
- Aperture: FTIR主機內光圈aperture直徑

(此aperture設置於紅外光源的焦點上,當aperture改變直徑時紅外光源 的光束亦將隨之改變。當光譜解析度設定提高時,干涉儀之移動鏡的 移動距離將增加,但由於FTIR內的紅外光源為非同调光源,紅外光束 將隨著光徑的長度愈長而光束的光徑而變大,因此在移動鏡移動距離 增加時紅外光束之直徑大小將會大過移動鏡之鏡面,且源照射在移動 鏡之鏡面中心與鏡面邊緣的紅外光之間將有較大的相位差,此將造成 光譜解析度的下降,因此,當系統調高光譜解析度時系統將會自動計 算一個建議aperture的孔徑值,提供操作者選擇。)

Peak to Peak:3.18 Loc: 2048	Parameter	Value	Ĩ
🚽 💟 Min/Max 🛛 😇 Peak to peak	Sample compartment	Left µScope; %R	-
	Detector	MCT/A	-
	Beamsplitter	KBr	-
	Source	IR	•
	Accessory	None	-
	Window	None	-
	 Recommended range Max range limit 	4000 650	
	Min range limit	650	
	Gain:1	1.0	-
	Velocity	1.8988	-
	Aperture	100	
1100 1000 Data points	Sample shuttle		
Single beam	2		

根據實驗需求與樣本,選擇一適當aperture值以進行實驗 a)當你使用為機台為顯微鏡 (μScope%R or μScope%T)

請在『mapping』頁面設定aperture數值

Dimensions				Aperture		1
Collection type:	Area map X	Y	Apply			
Step size (µm):	5	5	Default	💿 Rectangular	X (µm):	10
Number of points:	8	9			Y (µm):	10
Estimated collection Estimated disk spac	time: 30.99 e: 821.5) minutes 4 KBytes			Angle ("):	0
Background Background: Background point	The bac (µm):	kground point is Not defined	not defined	O None	ОК	Cancel
Profile Profile type:	hemigram		/			
Region start:	0.0	Region end:	0.0			
Baseline start:	0.0	Baseline end:	9.0			
Advanced mappin	g options		/			

b)當你使用為機台為FTIR機台主體(main)

請在『Bench』頁面設定aperture數值

Peak to Peak:3.18 Loc: 2040	Deservetes	Malua	
Min/Max 💿 Peak to peak	Parameter	Value	
	Sample compartment	Len µScope; %R	-
	Detector	MC1/A	-
	Beamsplitter	KBr	-
	Source	IR	-
	Accessory	None	-
Å	Window	None	-
	Recommended range	4000 650	
	Max range limit	4000	
1	Min range limit	650	
	Gain:1	1.0	-
	Velocity	1.8988	-
	Aperture	100	
1100 1000 Data noints	Sample shuttle		-
Single beam	₽ =		

訊號調整、對焦 與 干涉儀位置校正

在『Bench』頁面裡,勾選『Peak to peak』、『SingleBeam』,將干涉 儀訊號轉成光譜,再點選 將光譜視窗放大到一獨立視窗以方便 調整,如下圖所示



此時按下 Freeze, 會以綠色光譜固定顯示目前焦距下之光譜訊號, 作 為光譜訊號調整之依據。正常情況下, 在焦點上即有明顯訊號出現, 調整焦距至訊號最大位置即可。若已在焦點上(顯微鏡下可清楚觀察 到玻片或樣本表面)卻無訊號, 先確認下列事項後, 再進行干涉儀位置 校正動作:

- a) 確認液態氮有填充(每8-10小時填充一次)
- b) 使用SR光源時, 請確認儲存環正常運作 (1.5 GeV, 360 mA)
- c) 關機時,請將Source由External (SR)→IR→OFF正確關閉光源。

FTIR主體干涉儀位置校正

1. Experiment setup→ Diagnostic→Reset Bench

觀察Loc位置是否位於2048,若無則需進行Align校正

Experiment Setup C:\My Documents\Om	nic/Param/Default.exp ? Ostic Configure Mapping Series
0 💥 🔆 💊	lign Bench
Max:1.93 Min:-1.21 Loc:1024	Bench alignment in progress. Maximizing laser signal Cancel
- · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	View reference detector
Freeze Align Reset Bench	Verify Smart Accessory Check Desiccant

- 2. Align校正 Experiment setup→ Diagnostic→Align
- a) 只能在光源為IR時校正。如果此時使用SR光源,請先將光源設定成IR光源後再進行Align校正,並在系統自動完成後調校完成後, 在重新設定回同步輻射光源External (SR source)。

五、光譜掃描與參數設定

選擇『Collect』頁面後設定各項參數

- Scan: 16 掃描次數(以2ⁿ為主)
- Resolution: 4 光譜解析度(設定範圍0.125~32)
- Final format:

取背景設定為<u>Single beam</u>

取樣品設定為Log(1/R)

 $T\% = I/I_0 * 100$ Abs.=log(1/T)=-log(I/I_0)=-logT

• Background Handling

取背景時點選1 (collect background before every sample)

取樣品時點選4並載入預先取好的背景光譜

(loading background file)

Experiment Setup - C:Wy Documents/Omnic/Param/Default.exp	Experiment Setup - C: Wy Documents (Omnic Param)Default.exp
Collect Bench Quality Advanced Diagnostic Configure Mapping Series	Collect Bench (Duality Advanced Diagnostic Configure Mapping Benes
Estimated time for this collection: 00:00:57 No. of scans: 128 Resolution: 4. Data spacing: 1.928 cm-1 Final format: SingleBeam Correction: H20 and CO2 Automatic atmospheric suppression Collect background after every sample Collect background after Collect background file: Use freed Y-axis limits in collect window Wax: 200	Estimated time for this collection: 00:00:57 No. of scans: 128 Resolution: 4. Data spacing: 1.928 cm-1 Final format: 109(1/R) Correction: H20 and CO2 2 Automatic atmospheric suppression Preview data collection Preview data collection Win: 000 Max: 200 File Handling Save automatically Save interferograms Base name: Som C.My Documents/Omniclautosave/Diav0132.spa Background Handling Collect background after every sample Collect background after 1000 minutes Cibocuments and Settings/SR-IMS Browse. Collect background
Experiment title: Experiment description:	Experiment title: Experiment description:
取背景設定 Help Open Save Save As OK Cancel	取樣品設定 Help Open Save Save AS OK Cancel

背景光譜取樣(collect background)

依上述步驟設定好參數後,點選主畫面中的 開始進行背景光譜的掃描,完成後請存在此次實驗之資料夾中。

註:若進行 SR 取光譜請將滑鼠位置放置於 Pause, 配合 SR 注射時間(每一分鐘可用 55 秒)。



樣本光譜取樣 (collect sample)

依上述步驟設定好參數後→<u>載入背景光譜</u>→final format 選 log(1/R), 點選主畫面中的 開始進行背景光譜的掃描,完成後請存在此次 實驗之資料夾中。

六、FTIR Mapping 步驟與參數設定

在 Altus 視窗下選擇需掃描的區域範圍

起始點歸零:點選 Move stage→set current to home

- 💽 : Arrow too→移動游標
- 1

Stage movement tool→移動樣品位置

☑: Zoom to point→框選的掃描區域放大



完成參數設定(如:scan, step size...)及樣品位置,

在 Collect 視窗下,選擇 collect map,命名完成後即開始掃描樣

<u>C</u> ollect	<u>V</u> iew	Process	<u>A</u> nalyze	<u>R</u> eport	Atl∣
<u>E</u> xpe:	riment S	Ctrl+E			
<u>M</u> atel	h Spectr	um Settin	gs		
Colle	ct <u>S</u> amp	le		Ctrl+S	5
Colle	ct <u>B</u> ack	Ctrl+B			
Displ	ay Back				
Displ	ay Spec	tral Qualit	y Referenc	e	
Set <u>N</u>	ew Spec	rtal Quali	ty Referen	ce	
Adva	nced Di	agnostics.			
Colle	ct Map	Backgrou	nd		
Colle	ct Map				

進行 Mapping 時,注意事項如下:

●掃完一次大範圍的 Mapping 時,初始化一次 aperture,以確保中心點位於正中心。

●停光時,請把光源暫時切回 IR 光源,以避免干涉儀不斷掃描,找不到零遲滯的點(ZPD=0),使干涉儀位置不正確。

●SR 重新出光後,請按下綠色方形按鈕開啟 shutter 後(On: 2→1),確認 IR 訊號 OK,即可開始實驗。



Kubelka-Munk mode

The Kubelka-Munk (K-M) model has a particularly simple solution in the case of semi-infinite samples. All the geometric peculiarities of the inhomogeneous sample are condensed into a single parameter, the scattering coefficient s. The diffuse reflectance R_{∞} is given as:

$$R_{\infty} = 1 + \frac{k}{s} - \sqrt{\frac{k}{s} \left(2 + \frac{k}{s}\right)}$$

where k is the absorption coefficient of the sample $(k = 4\pi \kappa/\lambda)$; where λ is the wavelength).

This relatively simple form is easily solved for k/s yielding the familiar K-M transform:

$$\frac{k}{s} = \frac{(1 - R_{\infty})^2}{2R_{\infty}}$$

The K-M transform of the measured spectroscopic observable is approximately proportional to the absorption coefficient and hence is approximately proportional to the concentration.

選擇『Collect』頁面後設定各項參數

Scan:掃描次數(以2ⁿ為主)

Resolution: 光譜解析度(設定範圍0.125~32)

Final format:

取背景設定為 Kubelka-Munk

取樣品設定為 Kubelka -Munk

取完光譜後進行光譜修正

- 1. Process→Other Correction
- 2. Select a correction→Kramers-Kronig
- 3. OK

KM 修正流程



KM 修正後光譜(紅色線)



七、IR Beam Line Interlock System

- 當您提交實驗安全核可表並接到核可通知後,在同步輻射光源
 使用期間,控制室值班人員將會開啟 ILC 提供用戶使用同步輻射光源。
- 當電子儲存環發生異常狀況並造成停光時,ILC 會由綠燈轉換成紅燈,請用戶將面板依序關閉 shutter→GV3 氣閥 (按壓紅色按鈕),直到控制室值班人員廣播通知同步輻射光正常出光,此時再將依序開啟 GV3→ shutter (按綠色按鈕),調整訊號後即可開始使用實驗站。



出光(使用 Source 為 External 模式)前,請先確認控制面板各元件的狀態燈號(除控制室 ILC、真空閥 GV3 與出光閘 Shutter 訊號外)均為綠燈,表示光束線狀態正常,此時可準備(READY)出光。若有其他元件燈號顯示紅色,則為該元件狀態異常,光束

線無法出光,請通知光束線經理-黃佩瑜 小姐 (分機#7329)。

 電子儲存環以 360 mA 恆定電流運轉開放給用戶使用時,採每 分鐘注射方式補充儲存環損失的電子,這稱為恆定電流運轉模 式(Top-up mode operation)。使用紅外光譜顯微術實驗站時必須 將同軸電纜訊號線((BNC, RG59/U)連接線插入 Injection Output (TTL)觸發(Trigger)控制滑鼠訊號的擷取與否。



將電子 SHUTTER 切換為 N.C (normal close) 進行 RESET,使
 其時間點與 PLC Trigger 時間相同。

