



紅外光譜實驗站 使用者手冊

(User Manual of BL14A1, Infrared
Microspectroscopy)

顯微鏡
(μ Scope)



主機
(main)

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

1. 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。
3. 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。
4. 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，請關閉電燈開關節省能源，當實驗完成時請將source 依序關閉 (**External→ IR→ OFF**)及電腦(主機及螢幕)關閉，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存取數據及使用該電腦上網！

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

光束線發言人 **李耀昌** 博士 分機：7333 手機：0921250566

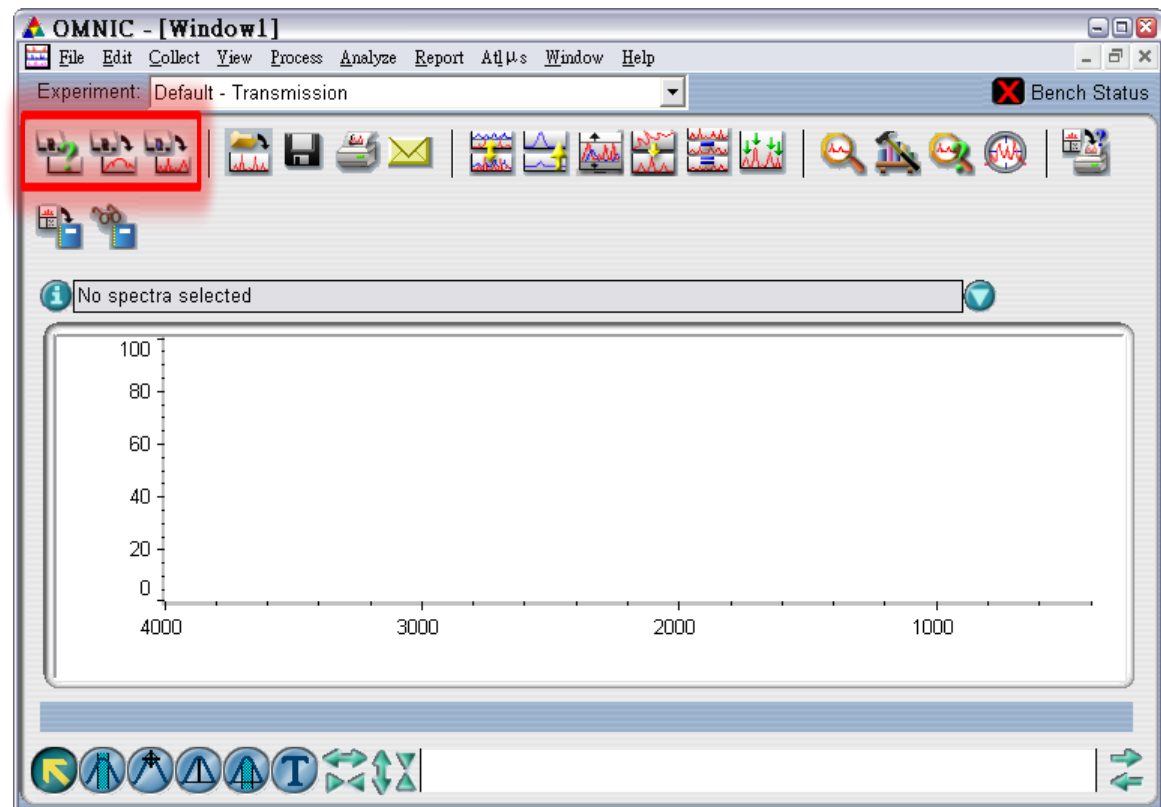
光束線經理人 **黃佩瑜** 小姐 分機：7329 手機：0911326696

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。其中傅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(77 K)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 $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ 、 $5.0 \times 10^{10} \text{ cm Hz}^{1/2} \text{ W}$ 及 $4000-650 \text{ cm}^{-1}$ 。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, N.A = 0.65)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 $13 \times 10 \mu\text{m}^2$ 。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 $H \times V$ (mrad ²)	Energy (cm ⁻¹)	Beam Size FWHM $H \times V$ (micron ²)	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



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)→ I_0
-  掃樣本光譜(collect sample)→ I

快捷鍵

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)

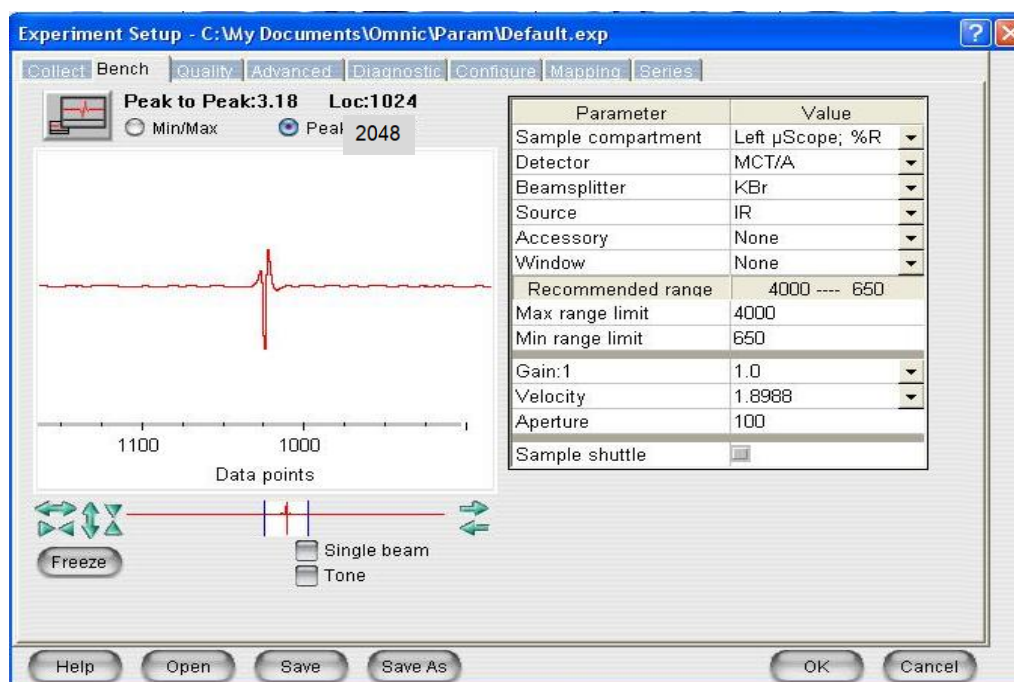
程式啟動後，按  進入「實驗設定」畫面

先選擇『Bench』頁面，依實驗需求逐一設定適當參數：

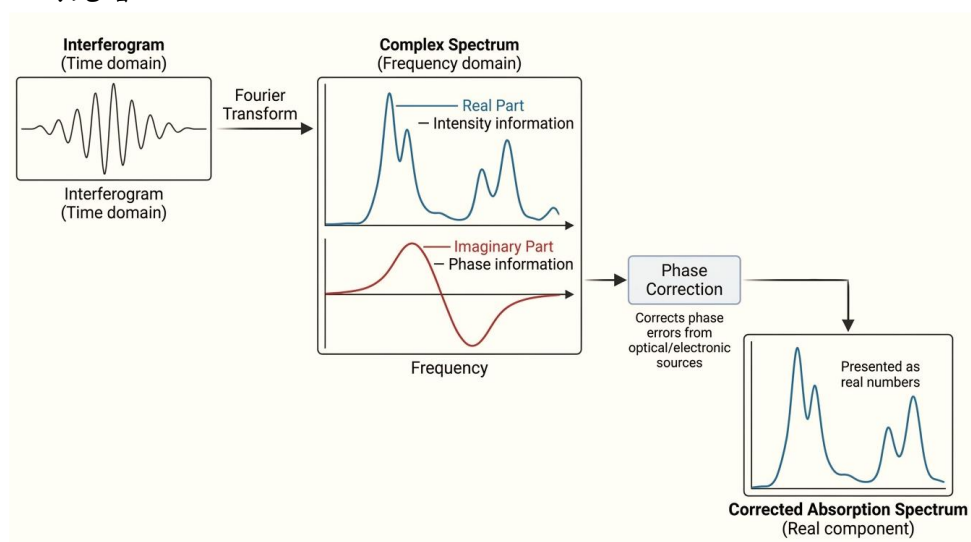
- Sample compartment: 選擇一個量測系統
 - FTIR機台主體(main)
 - 顯微鏡(**μScope%R** / μScope%T，選擇反射或穿透量測)
- Source: 選擇光源
 - IR (Globar source) Beam size: 50 x 30 μm^2
 - External (SR source) Beam size: 13 x 10 μm^2
- Recommended range: 設定量測波數範圍
 - 4000~650 cm^{-1} (MCT/A: 4000~650 cm^{-1} ; DTGS: 4000~400 cm^{-1})
- 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 μm^2 ; MCT/B=250*250 μm^2
- 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調光源，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。)



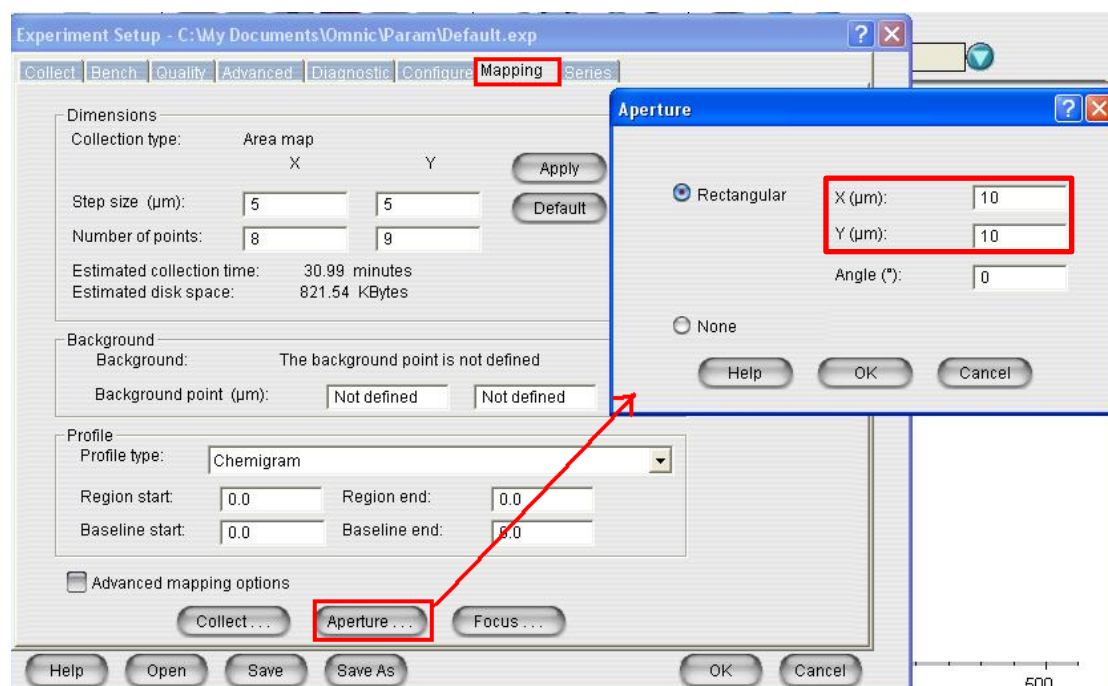
- 1) 點選  →放大視窗
- 2) 點選  選此→變更位置與訊號大小
- 3) 點選  Single beam→將干涉圖時域圖譜，經 FFT 轉換成頻域的光譜



根據實驗需求與樣本，選擇一適當aperture值以進行實驗

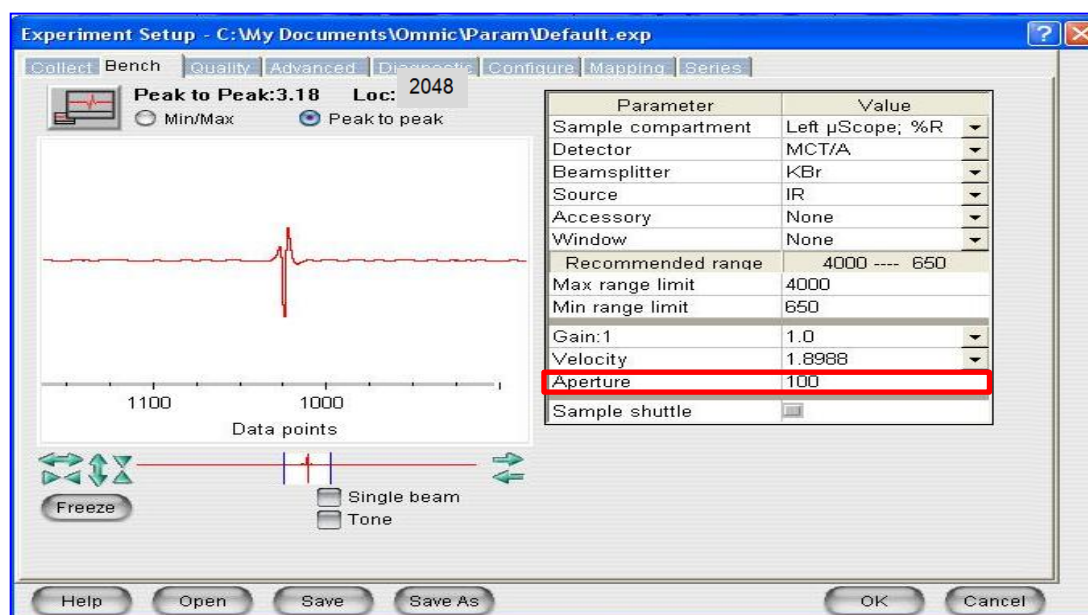
a)當使用機台為顯微鏡 (μScope%R or μScope%T)

請在『mapping』頁面設定aperture數值



b)當使用機台為FTIR機台主體 (main)

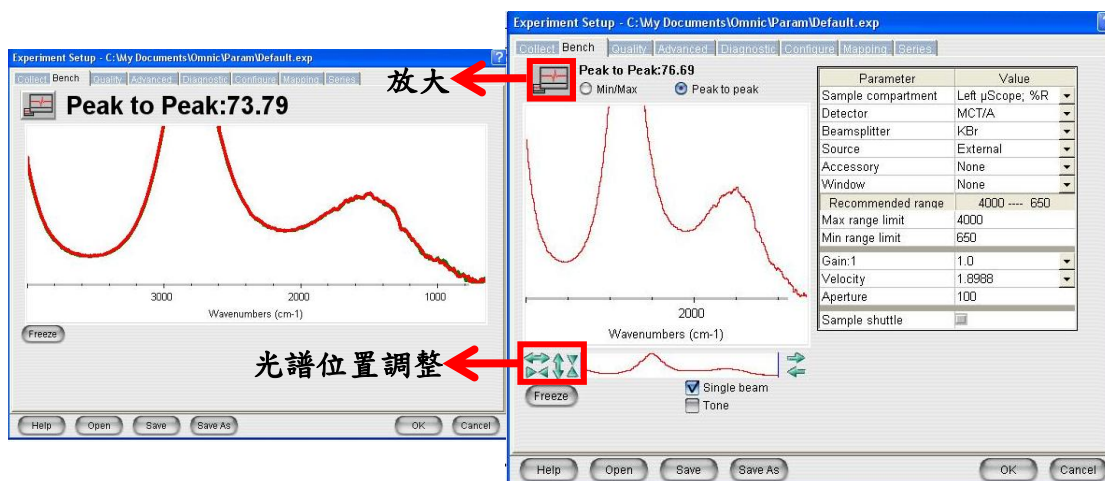
請在『Bench』頁面設定aperture數值



訊號調整、對焦 與 干涉儀位置校正

在『Bench』頁面裡，勾選『Peak to peak』、『Single Beam』，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



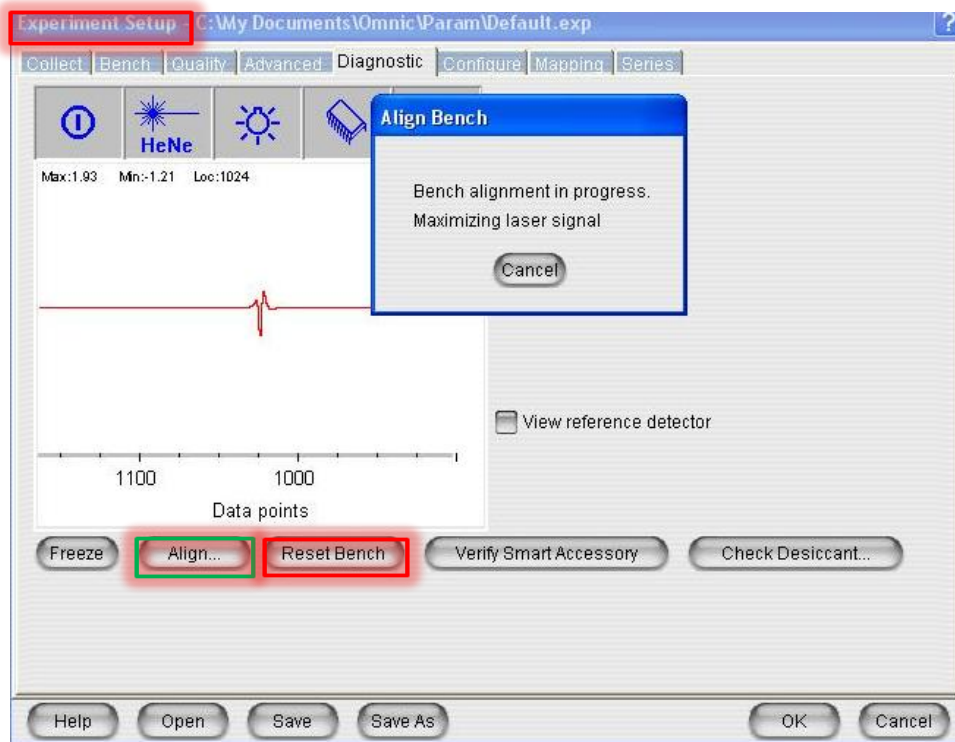
此時按下 **Freeze**，會以綠色光譜固定顯示目前焦距下之光譜訊號，作為光譜訊號調整之依據。正常情況下，在焦點上即有明顯訊號出現，調整焦距至訊號最大位置即可。若已在焦點上(顯微鏡下可清楚觀察到玻片或樣本表面)卻無訊號，先確認下列事項後，再進行干涉儀位置校正動作：

- 確認液態氮有填充(每8-10小時填充一次)
- 使用SR光源時，請確認儲存環正常運作 (1.5 GeV, 360 mA)
- 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 (所有的波長在此位置的光程差皆為零 ZPD=0)，若無則需進行Align校正。



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 2^n 為主)
- Resolution: 4 光譜解析度(設定範圍0.125~32)
- Final format:

取背景設定為Single beam

取樣品設定為Log(1/R)

$$T\% = I/I_0 * 100$$

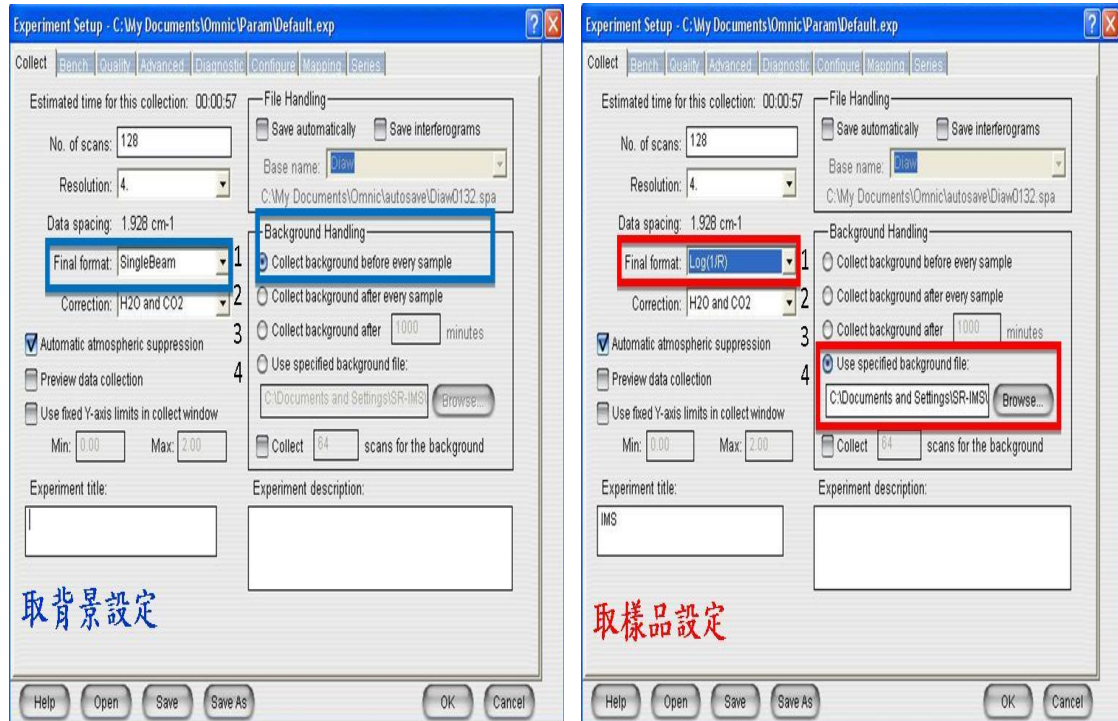
$$\text{Abs.} = \log(1/T) = -\log(I/I_0) = -\log T$$

- 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)



PS. 快捷方式為點選3方法，並將 Final format 選定為 Log(1/R), Abs., KM 等即可，不須預存其背景，會自動存取上一個擷取的背景作為該樣品的背景。

背景光譜取樣(collect background)

Collect Bench Quality Advanced Diagnostic Collect

Estimated time for this collection: 00:00:19

No. of scans: 32

Resolution: 4.

Data spacing: 1.928 cm⁻¹

Final format: SingleBeam

Correction: None

☒ Automatic atmospheric suppression

☒ Preview data collection

☐ Use transmittance data during preview

☐ Use fixed Y-axis limits in collect window

Min: 0.00 Max: 2.00

Experiment title: Default

Help Open Save Save As

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。 Res.

Set.

32

4.

0.125

0.25

0.5

1.

2.

4

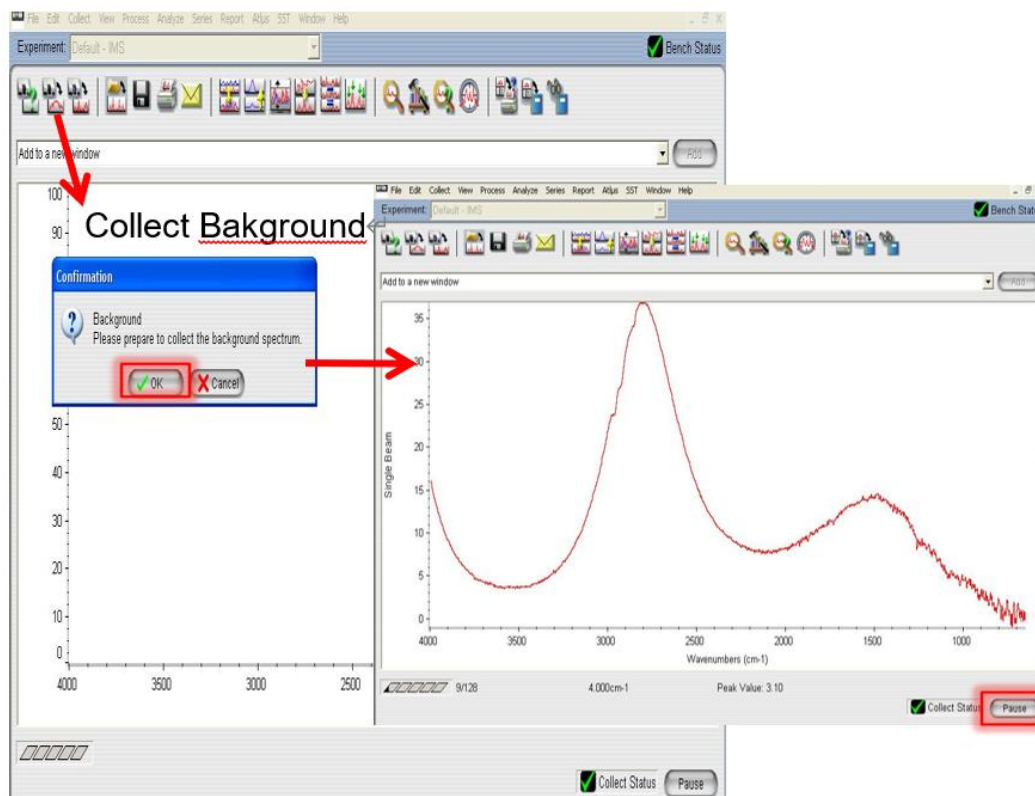
8

16.

32.

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 58 秒擷取數據，暫停 2 秒等待注射雜訊穩定。



樣本光譜取樣 (collect sample)

依上述步驟設定好參數後→載入背景光譜→final format 選 $\log(1/R)$ ，

點選主畫面中的  開始進行背景光譜的掃描，完成後請存檔。

final format 選擇的依據

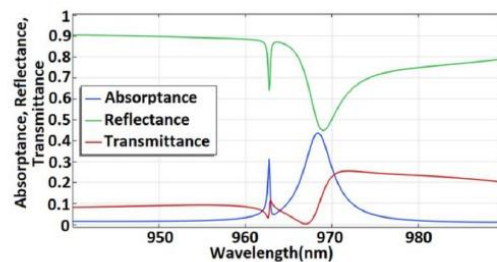
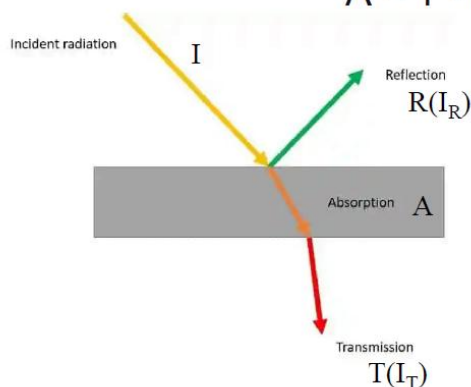
Absorbance (A), Reflectance (R), and Transmittance (T)

$$T = \frac{I_T}{I_0}$$

$$R = \frac{I_R}{I_0}$$

$$A = -\log\left(\frac{I_T}{I_0}\right) = \log\left(\frac{1}{T}\right) \quad A = -\log\left(\frac{I_R}{I_0}\right) = -\log(R) = \log\left(\frac{1}{R}\right)$$

$$A = 1 - R - T$$



Optical Density (OD) or absorbance (A)

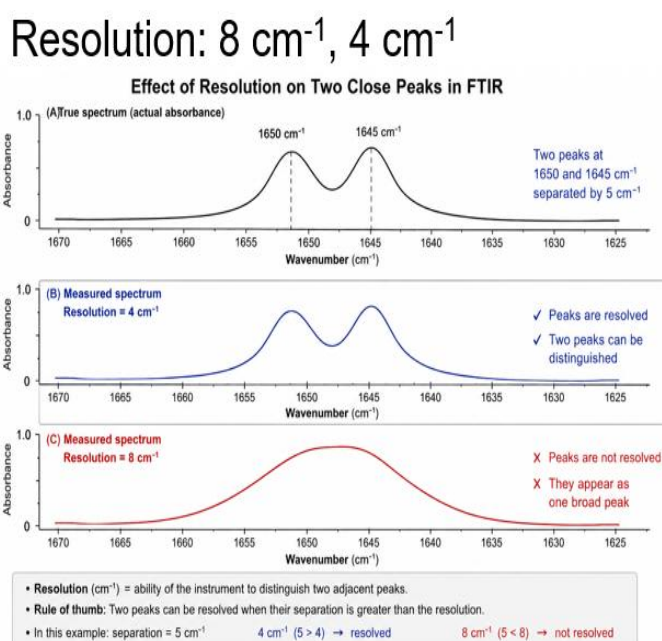
Absorbance (A) emphasizes absorption, while OD may include other losses.

Resolution: 能夠分辨兩個相鄰吸收峰的最小波數差。在 FTIR 中，

解析度與最大光程差 (Maximum OPD) 成反比： $\Delta\tilde{\nu} \approx \frac{1}{\delta_{\max}}$

因此 OPD 越大， $\Delta\tilde{\nu}$ 越小，表示光譜解析能力越高，能夠分辨更接近的吸收峰。

光程差（optical path difference, OPD）越長，干涉圖需量測更大的光程差範圍，因此可獲得更高的光譜解析度（較小的 $\Delta\nu$ ）。然而在遠離 ZPD 的區域，干涉訊號振幅逐漸降低，因此需要更高的訊號穩定度與更長的量測時間來維持良好的訊噪比。實際 S/N 受到光源亮度、偵測器靈敏度、掃描次數與儀器穩定性等因素共同影響，而非僅由 OPD 決定。



No of scans (掃描次數)

當解析度（Resolution）提高時，由於需要量測更長 OPD 範圍，單位波數區間內的訊號能量被分散，光譜中的雜訊影響會變得較明顯。因此常透過增加掃描次數（Number of Scans）來改善訊噪比（S/N）。

每次掃描時：真實訊號（Signal）具有固定相位與固定強度，因此會

線性累加 $Signal_N = N \times Signal_1$

隨機雜訊（Random Noise）每次大小與正負皆不同，因此只會以統

計方式累積 $Noise_N = \sqrt{N} \times Noise_1$

因此： $S/N = \frac{Signal_N}{Noise_N} = \frac{N}{\sqrt{N}} = \sqrt{N}$

即： $S/N \propto \sqrt{N}$

其中 N 為掃描次數。

掃描次數 N	S/N 提升倍數
1	1
4	2
16	4
64	8
256	16

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



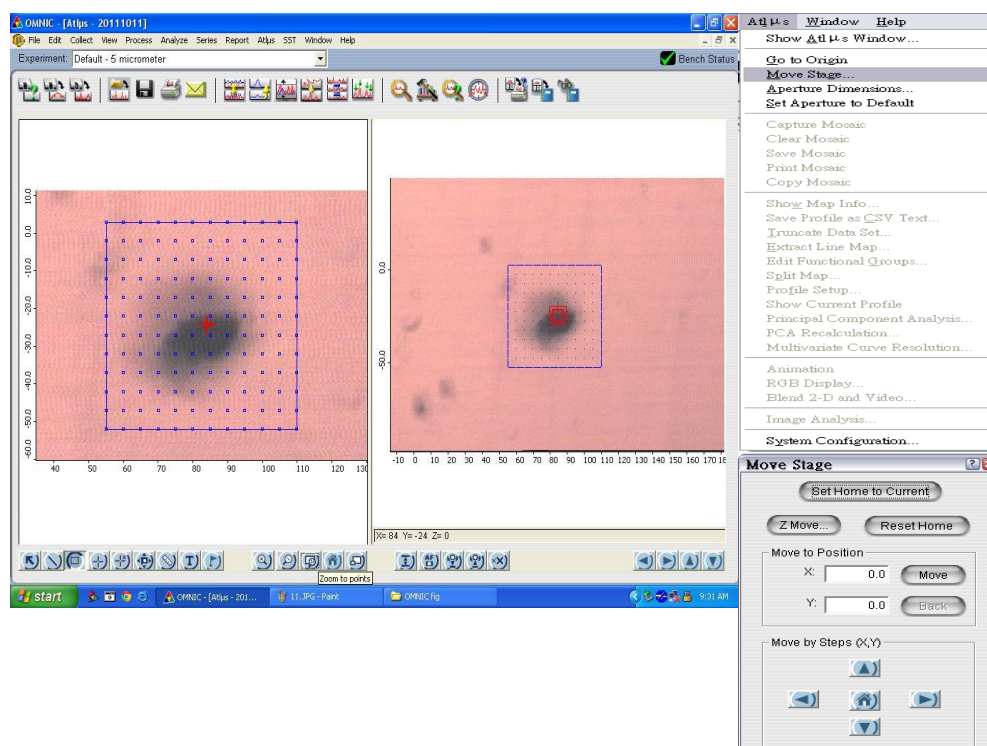
: Arrow too→移動游標

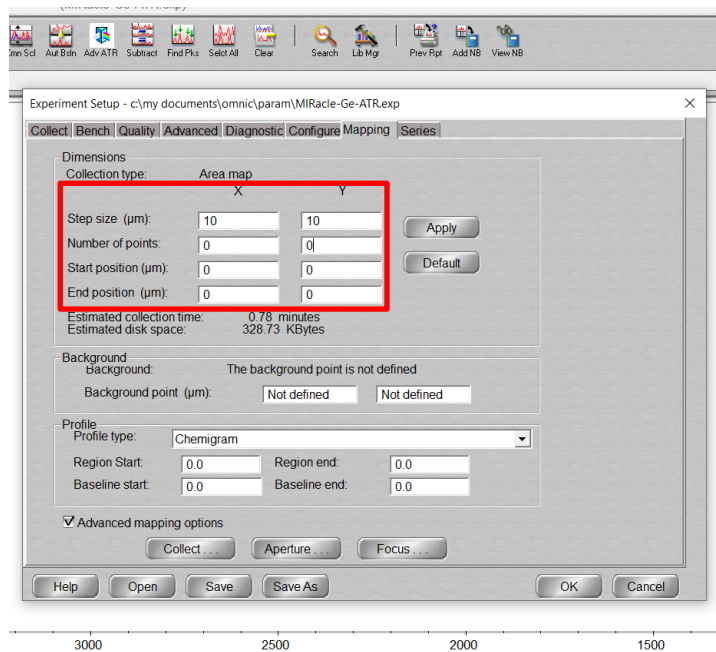


: Stage movement tool→移動樣品位置

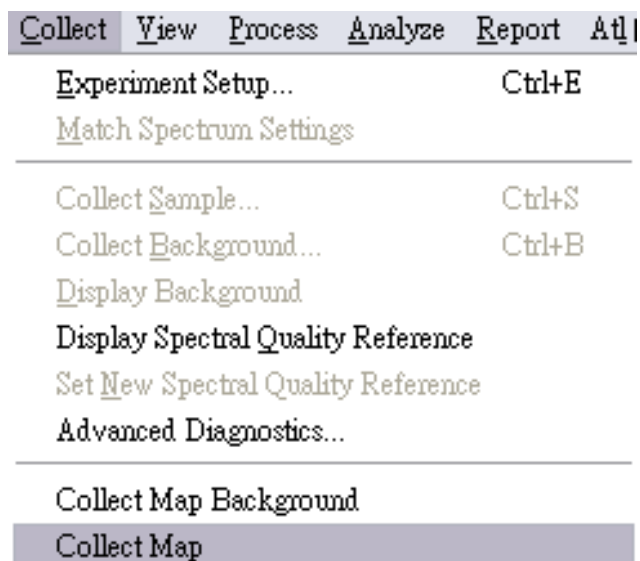


: Zoom to point→框選的掃描區域放大





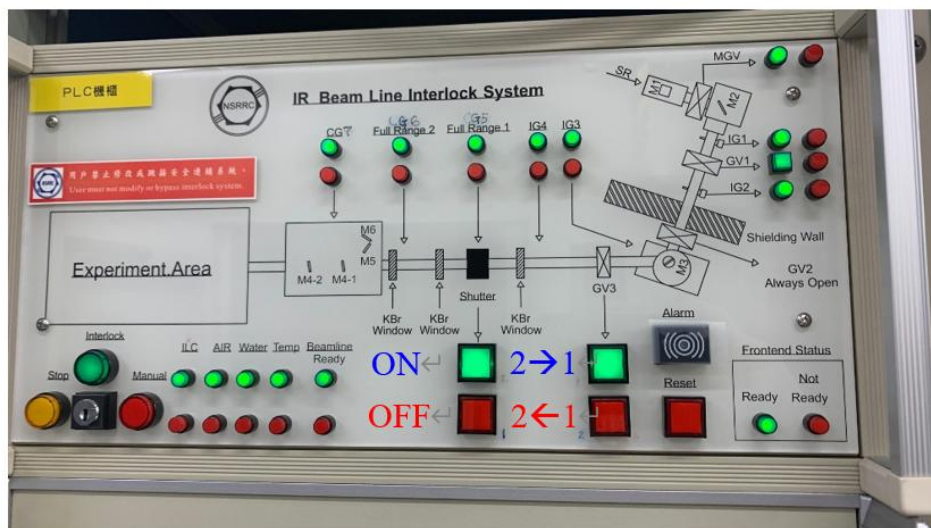
完成參數設定（如：scan, step size, Area...）及樣品位置，在 Collect 視窗下，選擇 collect map，命名完成後即開始掃描樣品。
 (進行 Mapping 影像時，最高掃描次數誤超過 128 次，請移除 BNC 訊號線，滑鼠不需要放置於 Pause，改由電子 shutter 控制 (會擷取 58 秒數據，暫停的 2 秒不擷取，直到完成設定的掃描次數才會繼續收集下一個數據點))



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。

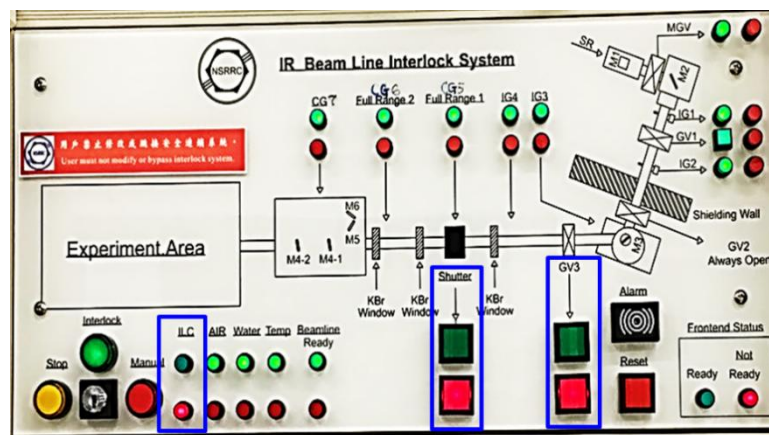
SR 重新出光後，請按下綠色方形按鈕開啟 shutter 後 (On: $2 \rightarrow 1$)，確認 IR 訊號 OK，以及 reset shutter，即可開始實驗。



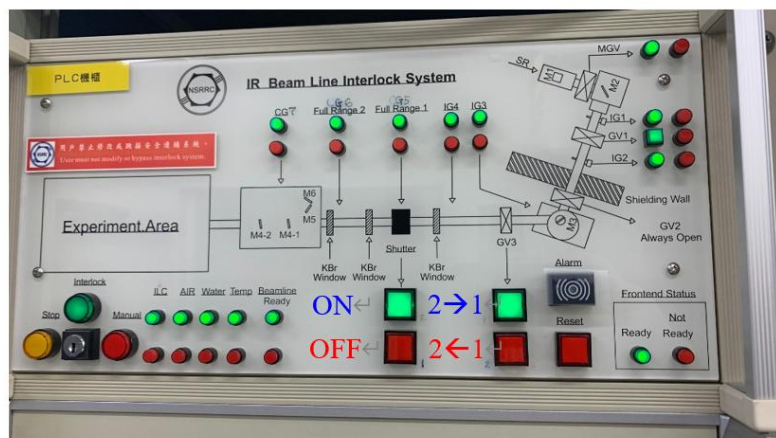
七、IR Beam Line Interlock System

- 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。

停機



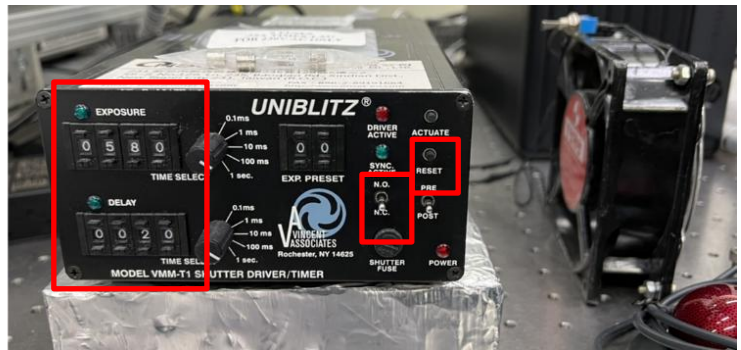
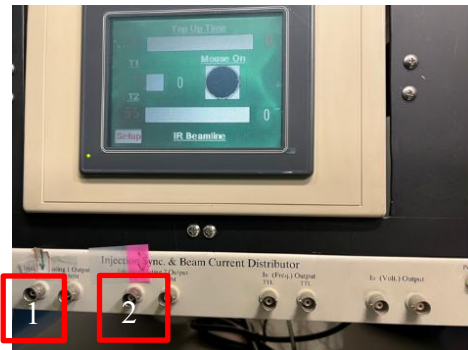
開光



- 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 (TTL1: Long-Gating 或 TTL2: Short-Gating)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(Exposure time:58 s; Delay time: 2 s)。



液態氮添加注意事項:

MCT (汞鎘碲, Mercury Cadmium Telluride) 偵測器，才需要添加液態氮(LN2)進行降溫。MCT 偵測器必須在超低溫(77 K 或 -196度)下運作，以抑制熱雜訊並確保高靈敏度。在添加液態氮時，必須遵守以下安全與儀器保護注意事項:



1. 檢查偵測器注入口周圍，確認無明顯積水或嚴重結冰。
2. 分次緩慢灌注（系統預冷），待沸騰稍微平息後，以緩慢且連續的流量繼續灌入液態氮。
3. 必須靜置 15~30 分鐘，待偵測器內部達到熱平衡、溫度完全穩定後，方可開啟軟體開始實驗。

Kubelka-Munk mode

Kramers-Kronig 修正是一種利用因果律（causality）所建立的數學轉換方法，用來將鏡面反射光譜（Reflectance Spectrum）轉換成接近吸收光譜的形式，進而求得材料的複數折射率（Complex Refractive Index）或吸收係數（Absorption Coefficient）。

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 ($k = 4\pi K/\lambda$); 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.

Kubelka-Munk量測的設定

選擇『Collect』頁面後設定各項參數

Scan: 掃描次數(以 2^n 為主)

Resolution: 光譜解析度(設定範圍0.125~32)

Final format:

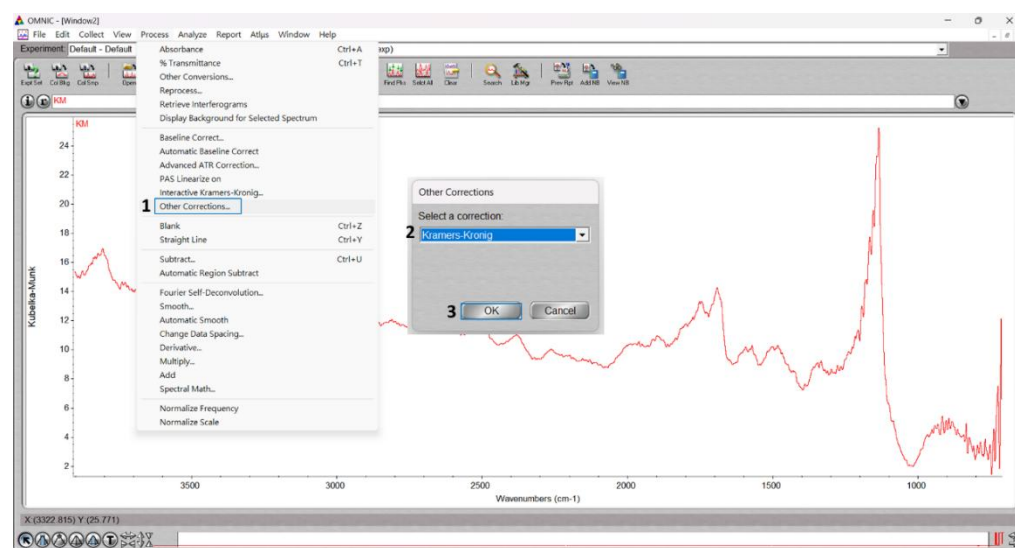
取背景設定為 **Kubelka-Munk**

取樣品設定為 **Kubelka -Munk**

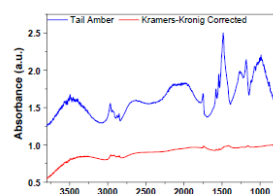
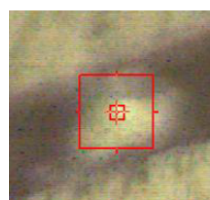
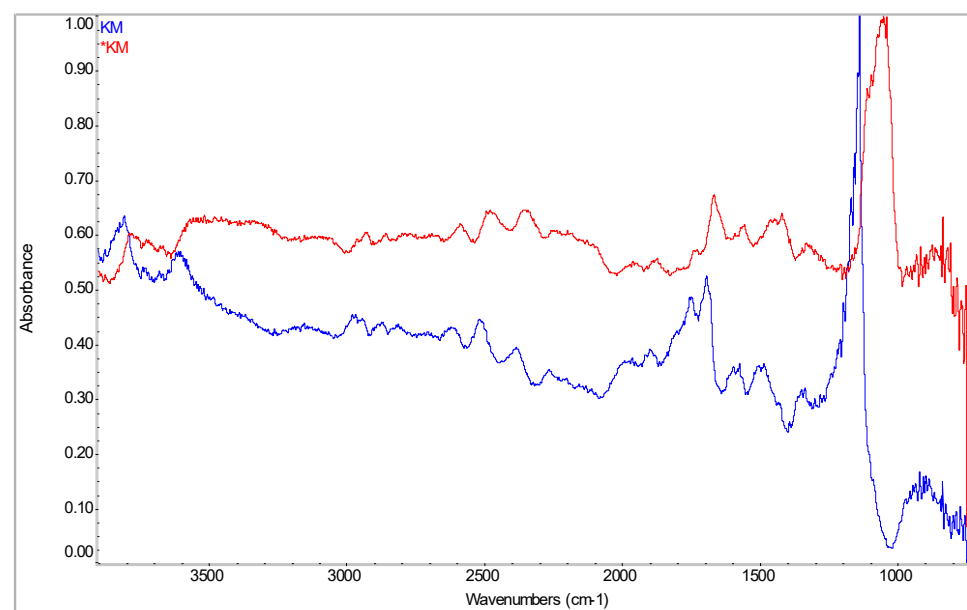
取完光譜後進行光譜修正

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

KM 修正流程(Log(1/R)→KK Correction→Absorption-like)



KM 修正後光譜(紅色線)



分段進行
Kramers-Kronig
Corrected

