

拉曼(RAMAN)

操作手冊



放置地點：光電性質檢測實驗室

管理實驗老師：謝建國老師

管理實驗室：先進奈米碳材與再生能源實驗室

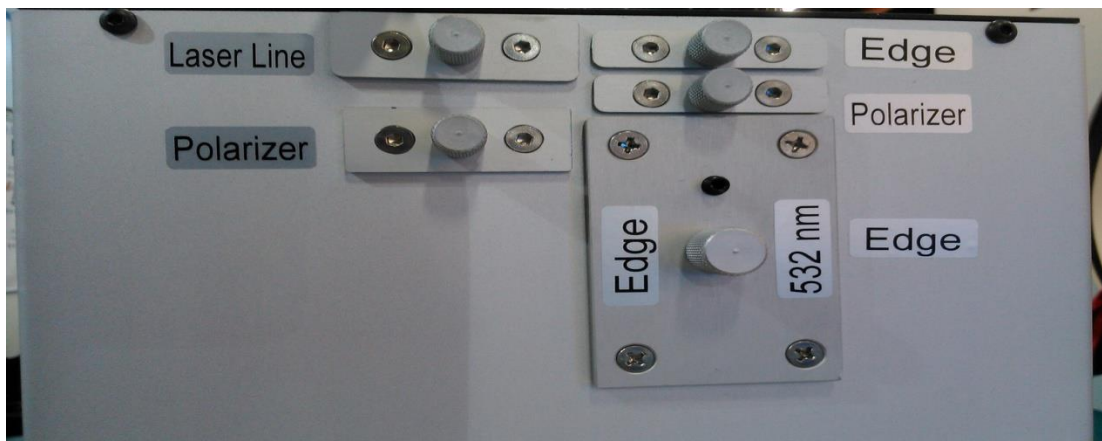
實驗室分機：6336

Labspec 5 SOP

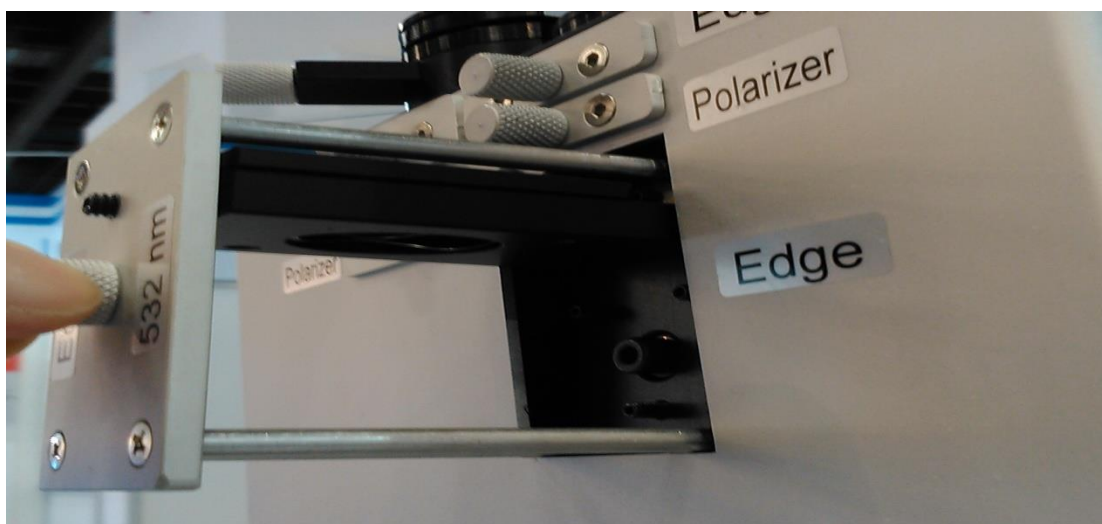
1. 先確認硬體 iHR550 及 CCD 電源是否開啟，iHR550 在儀器正後方，CCD 分為三種形式 A、LN2 CCD 由電源供應器開啟，B、Synapse 由電源供應器開啟，C、Syncerity 有兩個開關(一個由 CCD 本身電源插電另一個為 Shutter 控制器開關)，可由儀器本身就可看見 power 指示燈是否亮起綠色燈，兩者電源開關皆由延長線控制(iHR550 及 CCD 電源電源開關無須關閉)。
2. 雷射開關：在開啟雷射 A、633nm 雷射為固定 17mw 強度，只要直接轉動鑰匙至 ON，白色指示燈亮起約 30 分鐘暖機時間，關機只要關閉鑰匙，B、532nm 雷射先確認安培調整旋鈕是否歸零，再打開開關等 power 指示燈亮起(綠色)在轉動鑰匙雷射指示燈亮(綠色)，暖機 30 分鐘後，再調整旋鈕到所需要的雷射功率之電流，各功率所對照電流皆標示於上方，關機時需把安培調整旋鈕歸零後再關鑰匙在關開關。




- 更換 Filter(Edge、Laser line)與所使用的雷射對應，注意有些波段 Edge 會有兩片



Edge 插入方向請注意



- 進入 Labspec 5 光譜儀軟體時,選桌面上  圖示
- 分析軟體主畫面

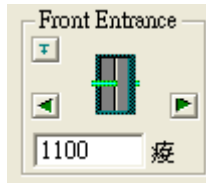
A. The control panel




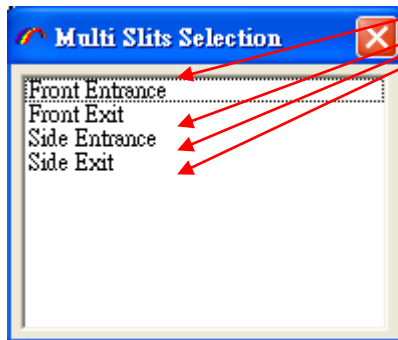
B-1 Laser 設定你目前運作的雷射，可由預設的 Laser line 中選擇要使用的波長。(532、633nm)。



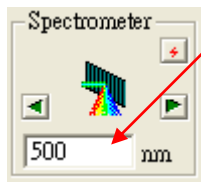
B-2 Front Entrance 設定 Slit 大小(設定完要按 enter 才有效用), 範圍可在 1~2000 μm (一般設定為 100 或 300 μm , 需要依照所需要的解析度或是強度值來決定)




點選 , 選擇不同出入口 slit 控制, 點選所要控制位置再調整大小 (以實際機台配件)



B-3 Spectrometer 設定光柵的中心位置. 請注意下方的單位(設定完要按 enter 才有效用)



點選 , 則是將 grating 作 initialize

B-4 Options



Grating: 選擇切換不同條紋數的光柵, 條紋越密解析度越高, 但分析範圍越窄

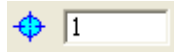




Objective: 選擇使用的接物鏡, 並不會實際改變接物鏡位置, 但會紀錄於資訊檔中, 在 mapping 使用一定要選擇與實際的物鏡相同

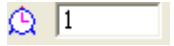




Data name：光譜檔案命名後,自動排列紀錄

B-5 Exposure Times



：Spectrum RTD 設定時間，(最大時間為 CCD 的強度 65535，例如一個 Peak 一秒鐘強度為 10000，那所設定的時間最多為 6 秒不可以超過 6 秒鐘)(只有點選   才會受影響)




：Spectrum Acquisition 設定時間，(最大時間為 CCD 的強度 65535，例如一個 Peak 一秒鐘強度為 10000，那所設定的時間最多為 6 秒不可以超過 6 秒鐘)(只有點選   才會受影響)








：循環次數，設定你在 spectrum 和 spectral image 模式要重覆曝光抓取幾次的光譜。

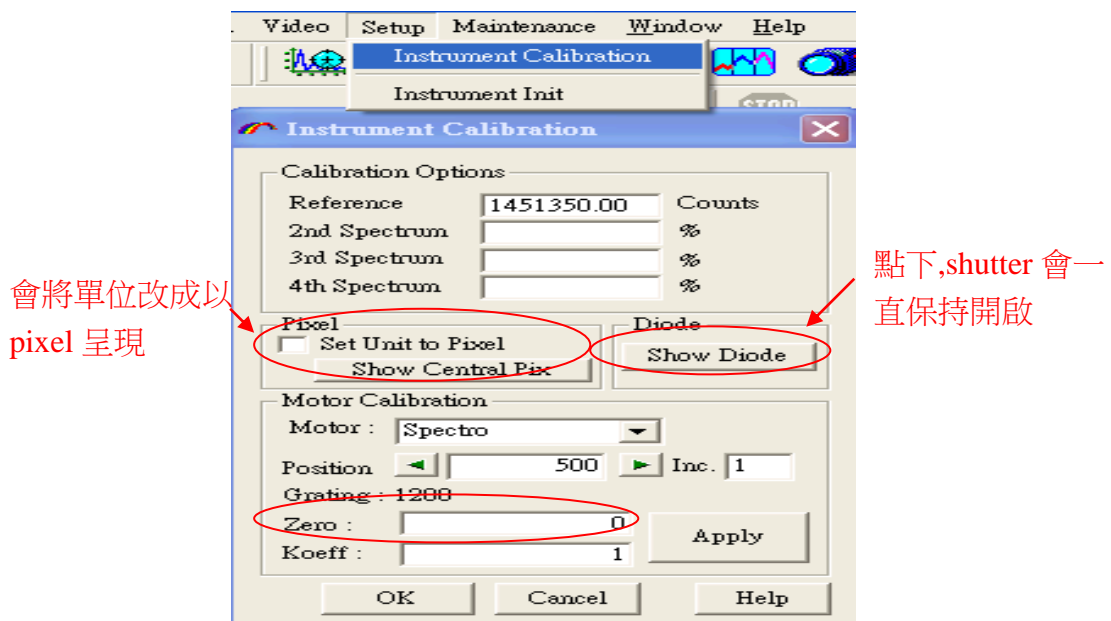
樣品分析及儀器校正

- 每日開始分析樣品前須進行儀器校正，以 Si 晶片校正，若是實驗室溫度不穩定時，也須增加校正次數，更換光柵及雷射波段也需要校正。
- 開起所要使用的雷射，開機後等 30 分鐘，將所要使用雷射之 filter 放入定位
- 將 Si 或其他標準品置於樣品台上，開白光(調整鈕調整強亮度)，以操控桿控制到 Video，按  打開 Video 視窗，以雷射或白光照射樣品，調整物鏡焦距，以雷射對焦時調整至最小點，以白光對焦時調到樣品表面清晰，按右上角 Stop 停止擷取影像，以操控桿控制到 Raman，白光關閉。






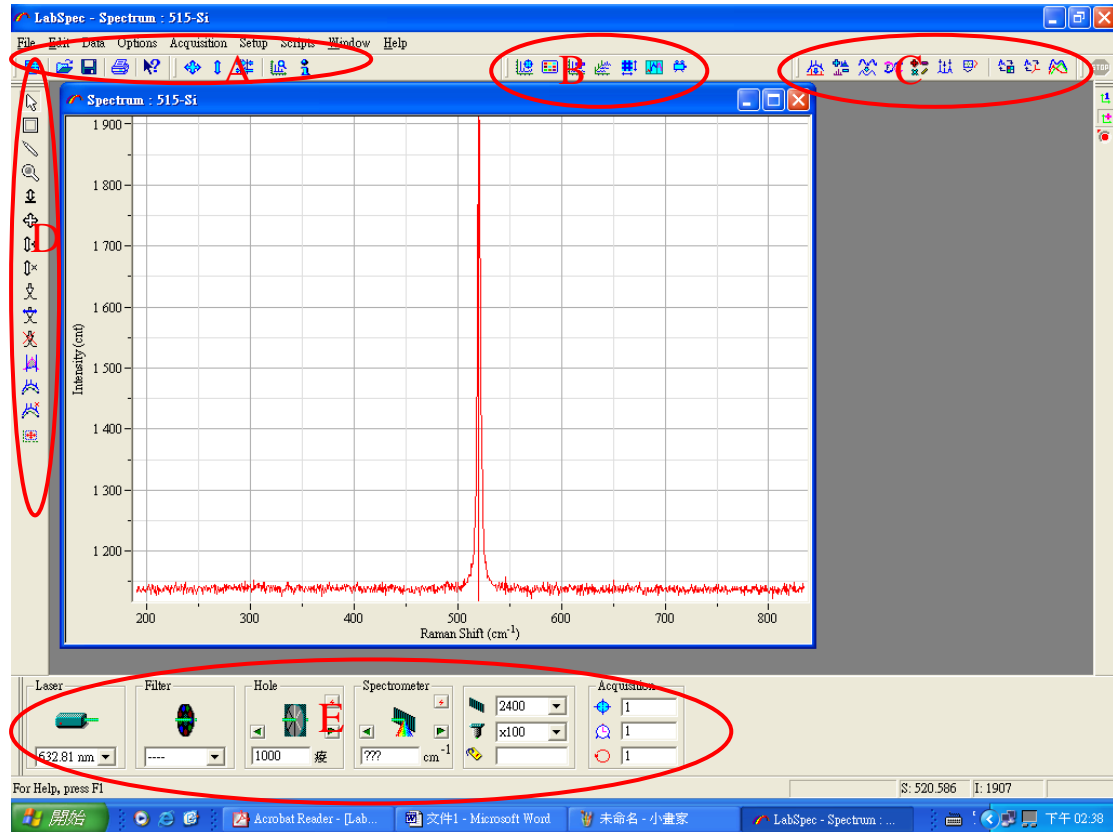
- D. RTD Exposition time 請設定 1 秒, Spectrometer 設定在 520.7 或其他 cm^{-1} 避開雷射(或其他標準品的波數位置)按  開始取訊號, 得到訊號後按 Stop.
- E. 選  放大訊號波形, 點  再點  使標線出現在畫面中央, 拉動標線到 520.7 (數值顯示在右下角), 或是使用  Peak searching and fitting 分析 PEAK 位置
- F. 若是 Peak 不在標線上, 選 Setup-->Instrument Calibration, 修改 Motor Calibration 內的 Zero 值按 Apply, 再取訊號, 若仍不在標線上, 重複此步驟直到 Peak 出現在標線上, 按 OK 結束 Instrument Calibration 畫面, 一般 ZERO 不會超過 ± 10
- G. 關機順序, 先關軟體在關雷射, 如是可調功率大小, 先關到最小在關雷射開關在關電源



Labspec 5 operation manual





1. 進入 Labspec 5 光譜儀軟體時,選桌面上  圖示.
2. 分析軟體主畫面




3. 功能介紹


Area A


 垃圾桶: 按此可將畫面上 active (左邊色圈實心顏色的圖)的光譜刪除.


 開啟舊檔: 按此鍵可選擇要開啟的檔案


 儲存檔案: 按此鍵可儲存畫面上左邊色圈實心顏色的光譜.


 列印: 按此鍵列印開啟的檔案


 線上說明: 當對某功能操作有問題時,可按此鍵開啟線上說明畫面.

 調整光譜大小: 按此鍵可將光譜座標範圍放到最大.


 調整光譜大小: 按此鍵可將光譜縱軸座標範圍放到最大.


 調整游標位置: 按此鍵可將游標置於畫面中心.


 設定畫面大小: 輸入畫面縱軸及橫軸顯示範圍.


 訊息欄: 按此可設定實驗參數,此參數可與光譜同時儲存


Area B


 即時顯示光譜: 按此鍵開始在目前的位置取光譜直到按右上角的 Stop 才停止.


 CCD 影像模式: 按此鍵開始在目前的位置以 CCD 影像模式(CCD 的每一個 Pixel 所取的強度獨立輸出)取光譜直到按右上角的 Stop 才停止.


 擷取並紀錄光譜: 按此鍵軟體會依 Multi window 內的設定(如果有設定的話), 按照設定的積分時間及次數取訊號,此光譜會被保留於畫面上.

 Mapping 掃描: 按此鍵會依 Multi window、Spectral image Properties、Exposition time 的設定執行掃描.

 設定 Mapping 參數: 如果有自動的樣品平台時,可設定掃描範圍.....


 掃描範圍: 設定分析範圍,當範圍超過一個 CCD 光譜畫面,軟體自動接圖,可設定接圖參數...


 開啟影像: 按此鍵可開啟觀測樣品的影像畫面.


 開啟大畫面: 點此鍵可觀測較大的畫面,此功能須搭配自動移動平台使用.


Area C


 按此鍵可設定背景扣除參數並扣除之.

 可對畫面上的任兩光譜作扣除或修正.


 可以讓光譜平整化.


 傅立葉轉換,此功能尚未開放.


 可對光譜作加減乘除等功能.

 光譜 peak 標定及 Fit.


 可在影像畫面(image mode)上看光譜.


 設定 Mapping 光譜三個積分區域的範圍.


 可將數個單一光譜結合成 Mapping 的光譜.


 在 Mapping 的光譜中設定一個為基準光譜,其他光譜可與此光譜作比較並可計算偏差值.

Area D


 當選擇光譜視窗後,按此鍵啟動游標功能,游標可選擇不同格式,選擇方式另列.


 點選此鍵後,可將此框移到宇宙射線的位置,按一下滑鼠右鍵可將其消除.


 按此鍵後可自行在光譜上描繪譜線

 按此鍵後可用滑鼠左鍵拉動要放大的範圍,放開滑鼠左鍵畫面自動放大


 按此鍵可改變縱軸刻度大小,在光譜上按住滑鼠左鍵在往上或往下移動.


 不改變座標刻度而移動光譜位置,在光譜上按住滑鼠左鍵再移動至想觀察的位置.


 將畫面右方實心點顏色的光譜強度加減所需的數值,在光譜上按住滑鼠左鍵在往上或往下移動.

 將畫面右方實心點顏色的光譜強度乘除所需的數值,在光譜上按住滑鼠左鍵在往上或往下移動.


 在光譜上波峰的位置點一下,軟體會自動標定 Peak 值,並畫出預估光譜曲線.


 搭配上一功能使用,調整預估曲線的寬度

 在光譜上波峰的位置點一下,軟體會取消標定的 Peak 值

 積分兩根游標所圍起的區域

 按此鍵增加背景扣除點

 按此鍵減少背景扣除點

 調整光譜顯示區的位置

Area E

Laser: 可由預設的 Laser line 中選擇要使用的波長.

Filter: 選擇雷射光路的衰減片.

Hole: 設定共軛交狹縫大小,範圍可在 0~1100 μm .

Spectrometer: 設定光柵的中心位置.請注意下方的單位.

Grating: 選擇切換不同條紋數的光柵,條紋越密解析度越高,但分析範圍越窄.

Objective: 選擇使用的接物鏡,並不會實際改變接物鏡位置,但會紀錄於資訊檔中.

Data name: 光譜檔案命名後,自動排列紀錄.







其他常用設定:

1. 修改光譜單位: 分析 Raman 時單位選 cm^{-1} ,分析 PL 或螢光時單位選 nm,切換時由 Option→Unit→可選 nm, 1/cm, or Ev.
2. 將光譜貼到其他軟體(Word, Power point, 小畫家....)時,先選 Edit→Format→選擇要複製的格式,再選擇 Edit→Copy,然後到其他軟體執行貼上的動作.
3. 光譜畫面可選擇座標自動調整或固定座標,在光譜畫面上按滑鼠右鍵→Format→在 Scale Hor 或 Ver 的 Auto 欄位選擇或取消.

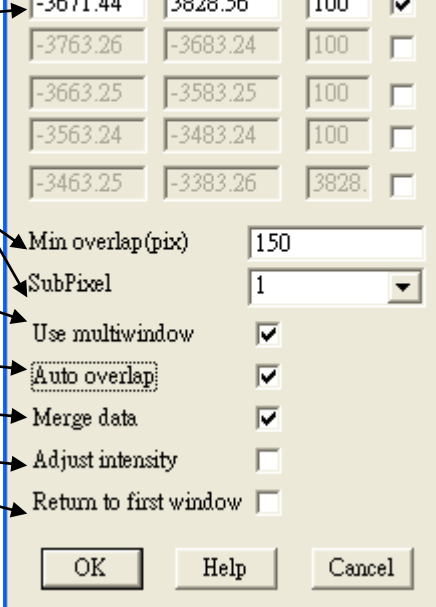
問題排除


1. 作實驗前須放置與雷射波長相同的濾片組(Plasma filter & Notch filter), Notch filter 放錯時會看到很強的 Rayleigh 散射光,Plasma filter 放錯時,會看到 Laser 的 Plasma line (氣體 Laser 如 Ar, He-Cd, He-Ne... 尤其明顯).
2. 找不到 Peak 時,請先開啟白光,觀測用拉桿放下,樣品對焦(與作實驗前用白光對焦方式相同),維持白光開啟拉桿放下的狀態取訊號,Check 光譜背景值是否提高,正常狀態下,若 Spectrometer 設定在 0 cm^{-1} ,應可看到白光倍 Notch Filter 濾掉的凹下來的部分.如果沒改變,請執行下列步驟.
3. 訊號位置錯誤或偏差很遠時,請先檢查 Instrument Calibration 內的 Zero 值是否與原使用值相差太多,請先將 Zero 值設定回原設定值附近,再以 Si 校正拉曼光譜儀.
4. 完全找不到 Peak 時,請先進入軟體,將 Grating 選擇第一片,再離開軟體,將控制器電源關閉 10 秒再打開,重新進入軟體,此時 Grating 顯示值與實際值即會相同.

樣品分析

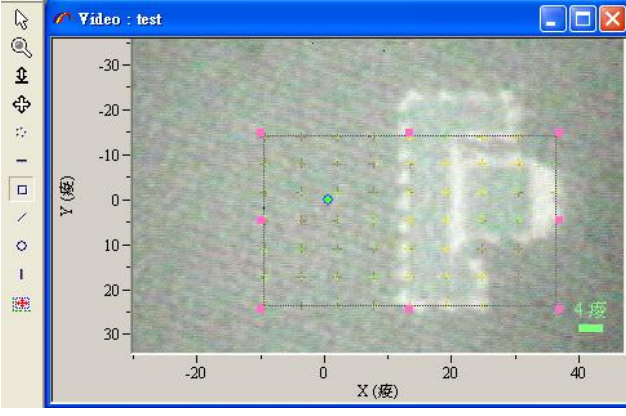
1. 每日開始分析樣品前須進行校正,若是實驗室溫度不穩定時,也須增加校正次數.
2. 將 Si 或其他標準品置於樣品台上,將觀測用拉桿放下,按  打開 Video 視窗,以雷射或白光照射樣品,調整物鏡焦距,以雷射對焦交時調整至最小點,以白光對焦時調到樣品表面清晰,按右上角 Stop 停止擷取影像,將拉桿拉起,白光關閉.
3. RDT Exposition time 請設定 1 秒,Spectrometer 設定在 520 cm^{-1} (或其他標準品的波數位置)按  開始取訊號,得到訊號後按 Stop.
4. 選  放大訊號波形,點  再點  使標線出現在畫面中央,拉動標線到 520.7(數值顯示在右下角).
5. 若是 Peak 不在標線上,選 Setup-->Instrument Calibration,修改 Motor Calibration 內的 Zero 值按 Apply,再取訊號,若仍不在標線上,重複此步驟直到 Peak 出現在標線上,按 OK 結束 Instrument Calibration 畫面.
6. 分析一般樣品對焦方式同上.
7. 按  打開 Multi Window 視窗,要使用大範圍接圖功能,在 Use multiwindow 打勾


- 設定掃描範圍
- 圖與圖最小重疊畫素
- 利用移動小於一個畫素寬度的距離,找到小於一個畫素寬度的訊號
- 使用接圖功能與否
- 使用大畫面時自動調整重疊畫素大小
- 合併小光譜成大光譜
- 調整接圖時的訊號強度
- 掃描結束後光柵位置回到起始點



8. 按  開始取訊號.
9. Mapping 方式:
 - a. 打開 Video 畫面,移動搖桿將要分析的區域移到鏡頭下再按 Stop.

- 任意選擇打點
- 設定橫線的掃描位置
- 設定矩型的掃描區域
- 設定斜線的掃描位置
- 設定矩型的掃描區域
- 設定直線的掃描位置
- 移動視窗位置



b. 按  設定 mapping 參數

	Size	From	To	Step	Formule	Unit			
Time	<input type="checkbox"/>	20	0	190	<input checked="" type="checkbox"/>	10	<input type="checkbox"/>	x	sec
Slit	<input type="checkbox"/>	10	50	500	<input type="checkbox"/>	1	<input type="checkbox"/>	x	
Hole	<input type="checkbox"/>	15	0	700	<input checked="" type="checkbox"/>	50	<input type="checkbox"/>	x	
Custom	<input type="checkbox"/>	11	0	100	<input type="checkbox"/>	1	<input type="checkbox"/>	x	
Z	<input type="checkbox"/>	61	-15	15	<input checked="" type="checkbox"/>	0.5	<input type="checkbox"/>	x	
Y	<input checked="" type="checkbox"/>	7	-13.8176	23.49	<input checked="" type="checkbox"/>	5	<input type="checkbox"/>		
X	<input checked="" type="checkbox"/>	9	-9.34287	36.2935	<input checked="" type="checkbox"/>	5	<input type="checkbox"/>		

Time: 可設定總時間及時間間隔針對時間做掃描

Slit: 若有配置狹縫,則可對狹縫由小到大作掃描

Hole: 若有配置共軛交狹縫,則可對共軛狹縫由小到大作掃描

Custom: 若有其他可與軟體搭配的硬體,也可控制改變其參數作掃描

Z: 對樣品縱深作掃描,設定點距.

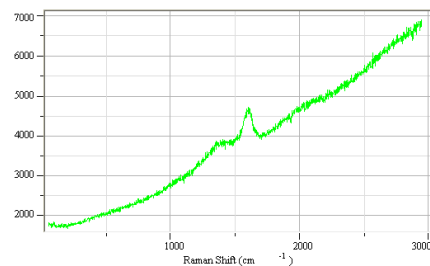
X: 對樣品 X 軸作掃描,設定點距.

Y: 對樣品 Y 軸作掃描,設定點距.

c. 按  開始 Mapping 量測

10. 光譜 Fitting:

- 如得到如右方的光譜,應是樣品中的螢光造成背景值上升,要 Fit 出其中 Raman 位置,須先扣除背景值.



- 選擇  進行背景扣除,

Baseline

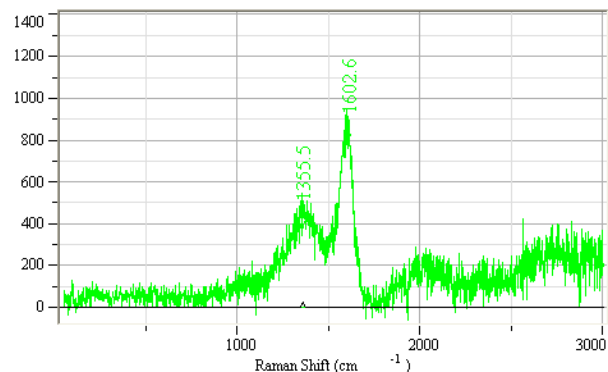
Options



Type:



Degree:

Attach:

Style:



Baseline 畫面選 Auto 即自動扣除,選擇 Fit 會先把基準點畫出,若認為電腦選點不好,可經由  或  兩鍵自行增加或減少.

- 利用  功能在光譜上有訊號的地方點一下滑鼠左鍵,再按  打開 Peaks.

Spectrum: 1-325-stock-30s *

Peaks

Options

Shape:

Search

Level(%)

Size(pnt)

Fitting


Iteration

Skip (pnt)

Error

Baseline

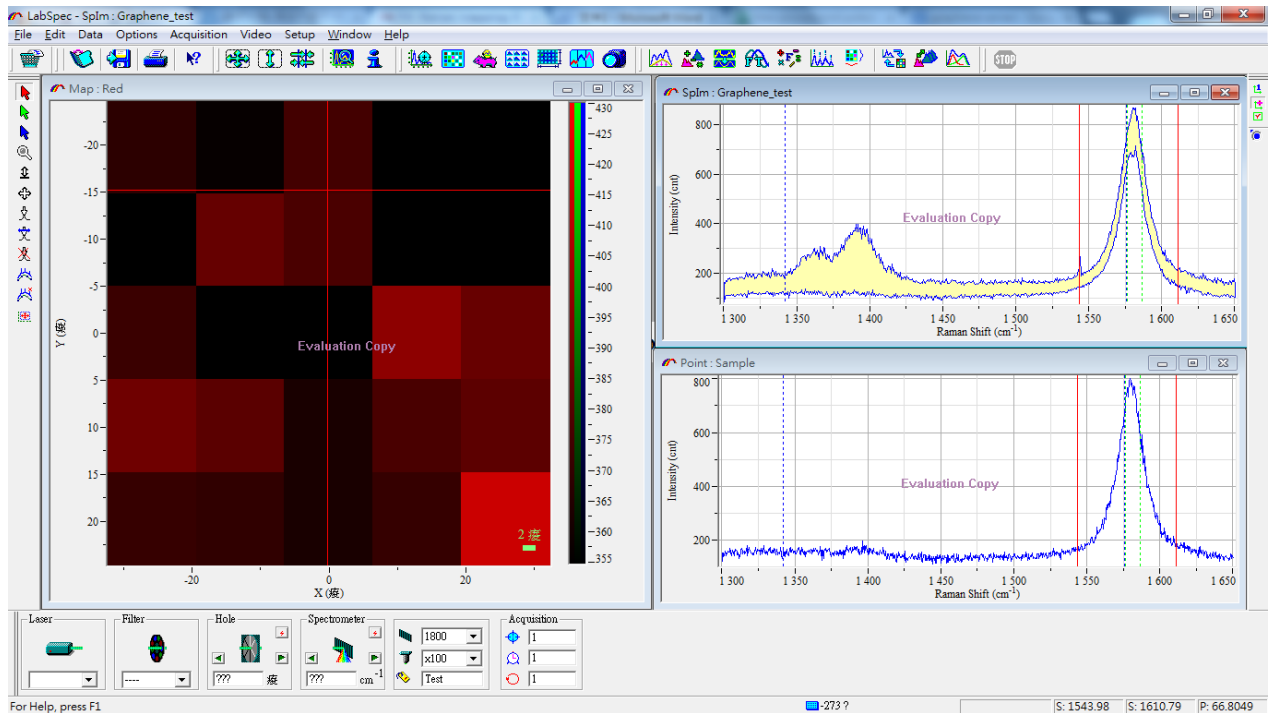
- 先在 Option→Shape 選擇曲線模式
- 按 Approx 使預估圖接近實際光譜
- 按 Fit 軟體開始計算.
- 按 Peaks 可以看到單一 Peak 的參數.

11. 儲存檔案時按  或 Files→Save as, 可指定存檔路徑, 選擇存檔類型.

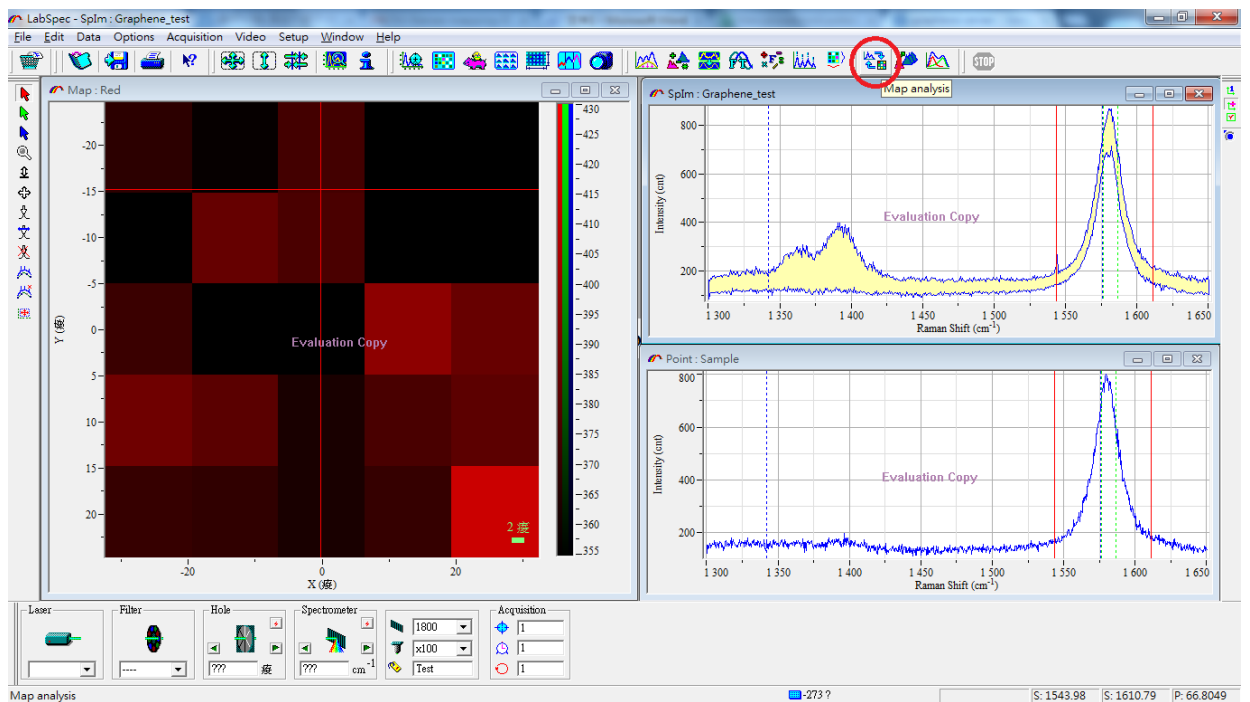
Map 分析設定

以 Graphene 為例。Labspec5 預設的 Map 為 Red Cursor 積分面積。

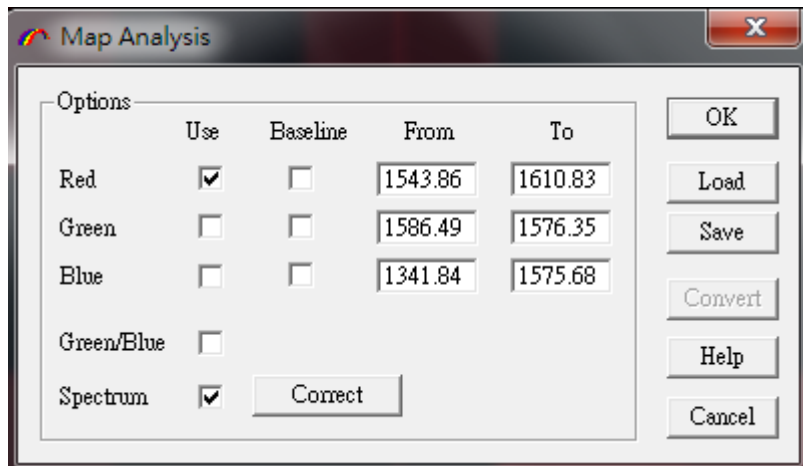
如下圖



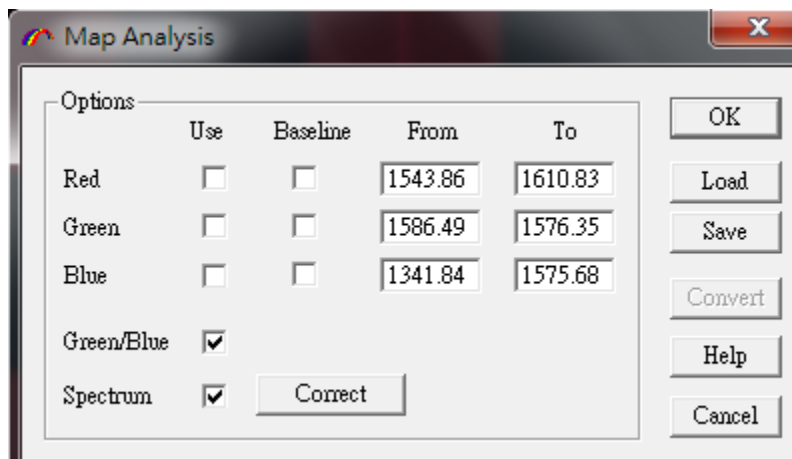
請先開啟 Map Analysis



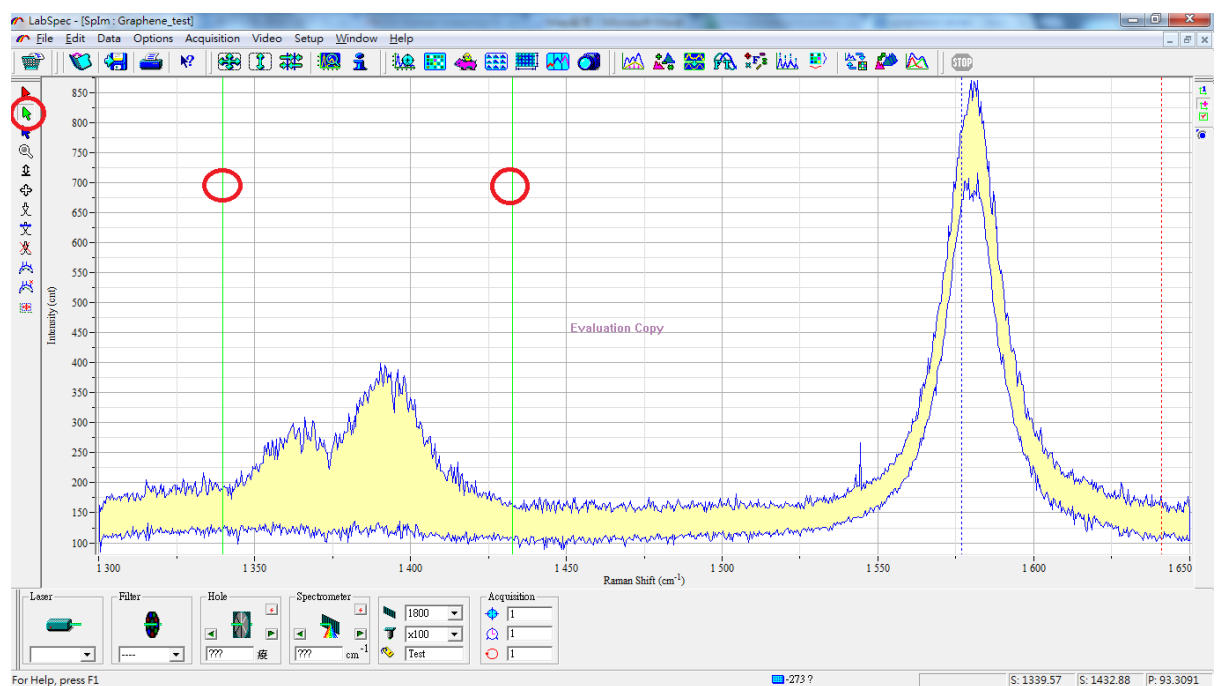
可以看到預設的 Map Analysis 只有將 Red 勾起，所以目前 Map 顯示為 Red 積分範圍。



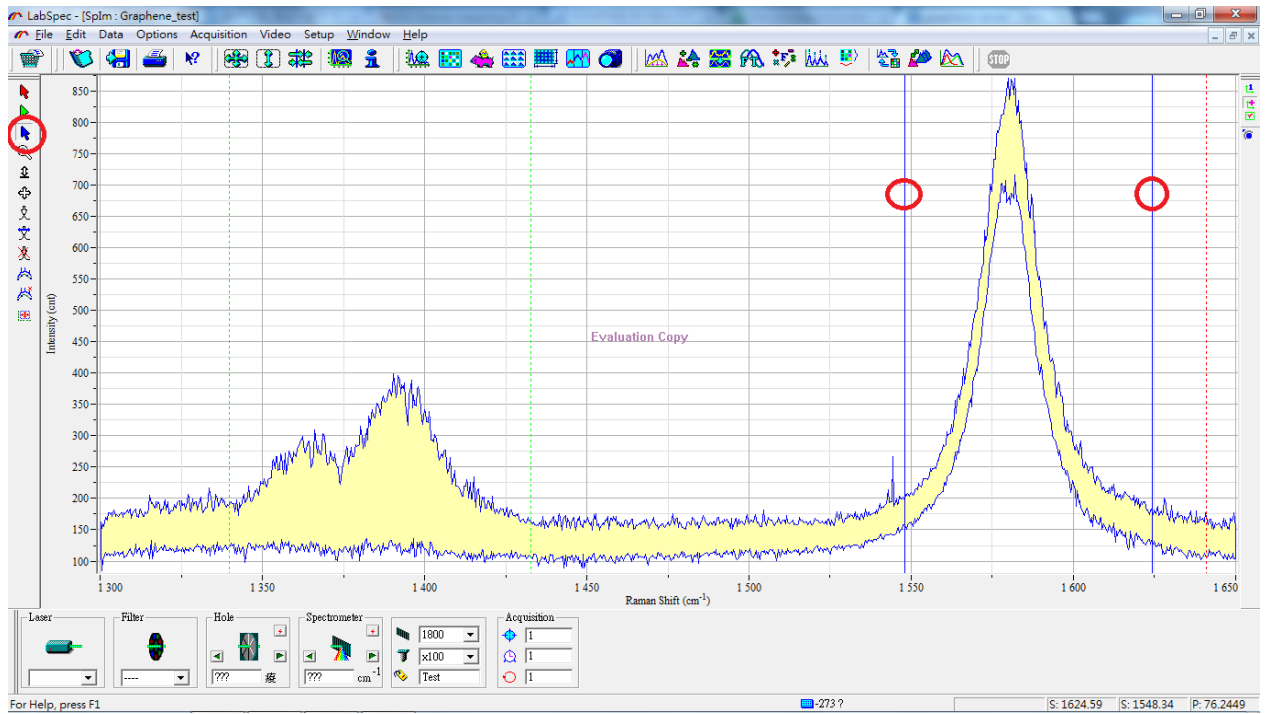
現在我們要將 Map 改成 I_D/I_G 。請改成如下圖，只保留 Green/Blue。



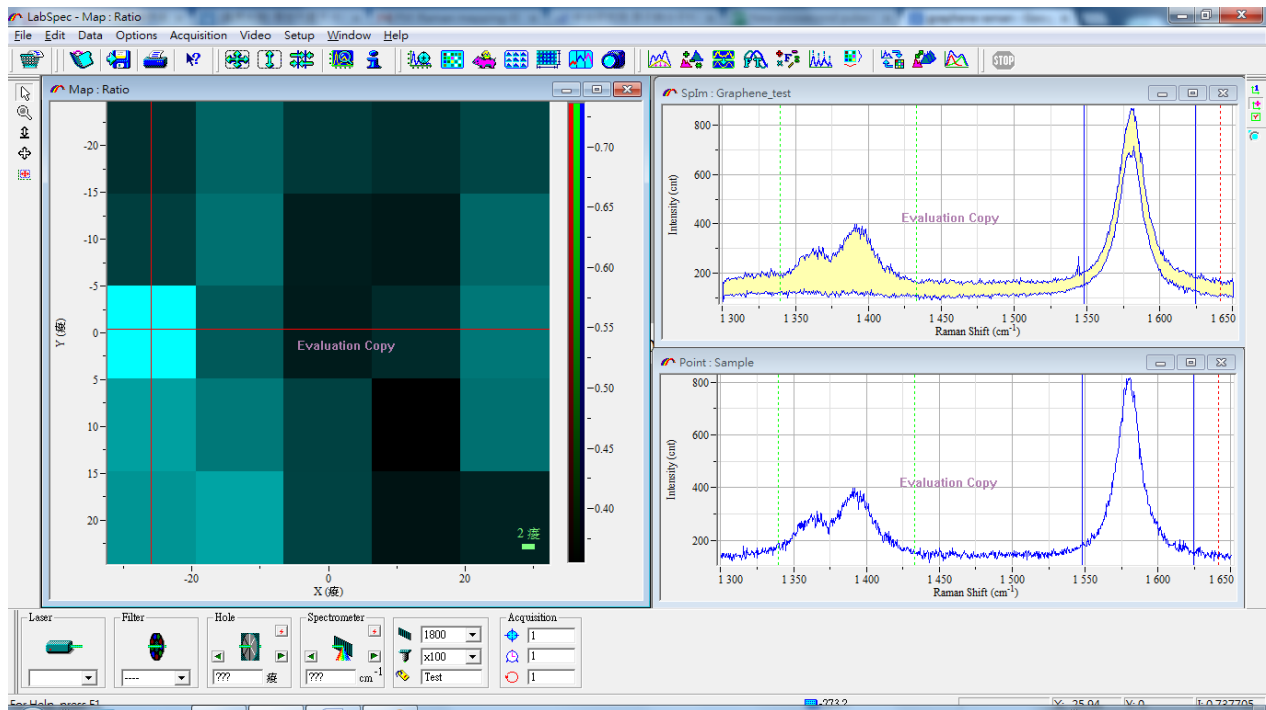
選擇 Green Cursor，標示 D band 積分範圍。



再選擇 Blue Cursor，標示 G band 積分範圍。



在回到 Map，你會看到此時 Map 顯示的即為 $I_{\text{Green}}/I_{\text{Blue}}$ 的值。也就是 $I_{\text{D}}/I_{\text{G}}$ 的值。



拉曼分析儀公告

1. 未填寫預約單即使用者，違規累積滿兩次即停權一個月；未確實填寫紀錄簿者，違者即停權一個月。
2. 使用者預約必須在使用前一天完成填寫預約表動作，避免造成重複開關機的動作。
3. 拉曼分析結束後請務必查看之後時段是否有使用者預約，而當天最後一位使用者進行關機動作，違者即停權一個月。
4. 若更改儀器設定，使用後請更改回預設值，若未更正違者即停權一個月。
5. 若分析樣品為粉末請務必使用最低倍率之物鏡，以免造成物鏡汙染；使用不當而撞鏡者，違者即停權一個月。



拉曼使用者群組

管理者：先進奈米碳材與再生能源實驗室

實驗室分機：6336

認證規範

1. 儀器基本知識
2. 儀器校正, 單點測量與 mapping 測量
3. 測量部分需測出管理者所預測之峰值
4. 需要了解如何存檔與輸出資料
5. 儀器復歸