吸收光譜儀使用手冊

2006/11/13 By 陳郁潔

一· 簡述: 使用氙燈及 ocean optics USB2000 光譜儀做吸收光譜的步驟說明。

二·操作程序:

前置:

把氙燈打開熱機 15~20 分鐘,並紀錄氙燈已使用的小時數以及電流值。 選用適當波長範圍的光譜儀,並配合適當光纖。此處我們用 USB2000 UV-VIS;波長 200~900nm 的光譜儀, triax320 光纖(PCU400-2-SS)。

安裝光譜儀程序:

用 USB 線將光譜儀接上電腦,在『我的電腦』按滑鼠右鍵->內容->硬體->裝置管理員->ocean optics device->啓用。



(反之,卸下光譜儀時把"啓用"改成"停用") 打開 OOIBase32 程式,此時會出現一"要求指定預設的光譜儀設定檔"(default spectrometer configuration)視窗,選擇"取消"因爲設定檔已經燒在光譜儀的晶片裡。 Select spectrometer:取消

指定光譜儀設定檔:

spectrometer -> spectrometer configuration ->
A/O interface Spectrometer type : S2000/PC2000/USB2000/HR2000
A/D converter type : USB2000

USB serial number: USB2G1722 (此為該台光譜儀之獨特序號,不同光譜儀序號不同)

Spectrometer Configu	ation	\mathbf{X}
Wavelength Calibration	A/D Interface	Reference Monitoring Stray Light Correction Detector Linearity
2	Spectrometer Type	\$2000/PC2000/USB2000/HR2000
Α/	D Converter Type	USB2000
U:	SB Serial Number	USB2G1722

設定完成後,確認 Spectrometer serial number: spectrometer — > spectrometer configuration — > wavelength calibration — > spectrometer serial number: USB2G1722

Spectrometer Co	onfigu	ation						×
Wavelength Cali	bration	A/D Interface	Reference M	onitoring Str	ay Light C	Correction	Detector	Linearity
Spectrometer Channel								
	۲	Master	C Slave 1	🔿 Slave	2	C Slave 3		
	0	Slave 4	C Slave 5	C Slave	ave 6 🛛 🔿 Slave 7			
Spect Serial	rometer Number			🔽 Channel	<u>E</u> nabled			
USB2	6							
,	Second Coefficient -1.41432e-005							
	Third Coefficient							
			Inte	rcept 177.67	342			
			確	Ê]	取消	套用(#	0	

如果以上程序都正確的話 USB serial number 和 Spectrometer serial number 是一樣的。 使用光譜儀之前要先確認當沒有入射光時光譜的計數值是否在 0 的位置, 若不是,請檢查" correct for elect dark"是否打勾。

00 OOIBase32 - [Spectru	m1]						PX
<u>File E</u> dit <u>V</u> iew <u>O</u> verlay	Spectrometer Spectrum	[ime Acquisition Script <u>W</u> i	ndow <u>H</u> elp				
	№						
	A L KS U	Strobe Frequencies	2 Stople/Lamp				
Time 100 🗄 🖲 msec	Average 1 🕂 Box	car 0 🚊 (msec) 0	Enable	Elect. Dark	>		
LED On LED	E Get C C Temp. F	Vis. 0	🔽 Lamp On 🔽 Vis Lea	n p On 📔 Shutter Open	Save		
Intensity (counts)						Nv	laster
4000							
_							
3000							
-							
2000							
-							
1000							
-							
200	300	400	500	;; 600	700	800	
200			Wavelength	(nm)			
				(unity)			

接下來開始設定光譜參數,常用的是:

integral time(ms) 積分多少時間取一個光譜。

average 螢幕上所顯示的光譜是多少光譜的平均。

Boxcar 當 boxcar 設為 n 時,即把前 n 個跟和後 n 個點作平均。

實驗:

使用 Xe 燈作吸收光譜光路圖:



- (1) 穿透式吸收光譜:樣品必須和光路垂直,並且在樣品上必須找一個均勻乾淨的區域,讓光從此區域穿透。 做穿透式吸收光譜 reference 時,不放任何樣品取一光譜。
- (2) 反射式吸收光譜:除了樣品的乾淨均匀,最重要的是要找一個散射光較小的地方

,使光打在這個地方,並調整樣品的角度使反射光能通過兩個 pinhole。 做反射式吸收光譜 reference 時,需放一參考樣品取一光譜。

存檔:

file->save->processed->檔名.Master.scope(後面的.Master.scope 是程式自動加上 去的,Master 表示此光譜是由 Master channel 取得, .scope 是 OOIBase32 預設的副 檔名)

00 OOIBase32 - [Spectrum	m1]						×
<u>File E</u> dit <u>V</u> iew <u>O</u> verlay	Spectrometer <u>Spectrum</u> <u>T</u> ir	ne Acquisition	S <u>c</u> ript <u>W</u> indow <u>H</u> e	lp			
🗅 <u>N</u> ew Spectrum Window	Ctrl+N 🗃 🔚 🚔	N?					
<u>N</u> ew			🕀 🔆 📗 – 🛛 🗌	SATIF	& C 🚺		
Open Class	ED On Modulat	e 🗖 Get	22	Vis. D	🔽 Lamn On	🔽 Vis Lamn On 🔲	Shut
Save	Dark	Temp.	vbe Freq	Intensity *	Correct for	,	
d arte in comment Eilen and	Sample Dar <u>k</u>		(msec) 0 🗄	Enable	Elect. Dark		
	<u>R</u> eference						
Drint	Ctrl+P Sample					Master	r
A Print Preview	Processed						
Print Setup	Experiment						
Exit							
3000							• •
2000							• •
-							
1000							
1000							
+							
400	500	600	700	800	90	0 1000	
		V	Vavelength (nm)				
			gan (mn)				
Saves processed spectra						NUM	
🛃 開始 🔵 📀 🥭	🞯 🚺 001 OOIBase32 - [Spec	tru				🇞 🕼 🄗 😵 上午 113	28

存檔時要選擇 processed 形式,等下才能匯入實驗數據分析軟體 origin 做處理。沒有 更改過軟體設定的話,光譜的 integral time(ms)、average、boxcar...等參數會自動儲存 在標頭。

◎ 06120605.Master - 記事本	
檔案 (E) 編輯 (E) 格式 (2) 檢視 (Y) 說明 (E)	
DOIBase32 Version 2.0.5.5 Data File	^
***************************************	_
Date: 06-12-2006, 16:44:33	
User: Valued Ocean Optics Customer	
Spectrometer Serial Number: USB2G1722	
Spectrometer Channel: Master	
Integration Time (msec): 40	
Spectra Averaged: 10	
Boxcar Smoothing: 0	
Correct for Electrical Dark: Enabled	
Time Normalized: Disabled	
Dual-Deam Reference: Disabled	
Reference Unannel: Master	
Temperature: Not acquired	
Spectrometer lype: 52000	
HUG ISPE USB2000	
NUMBER OF FIXEIS IN FILE. 2040 Crabb Title:	
Graph Ille:	
//////////////////////////////////////	
178 hh -3 h62	
178 82 - 3 GLO	
179-59 -6.346	
179.97 1.438	
180.36 0.360	
180.74 2.338	~
	2

資料處理:

本實驗室使用 origin 做數據分析和處理,以下說明以雲母薄膜的穿透式吸收光譜為 例。

先將實驗數據(reference 和 Mica) import 進來: file->import->Multiple ASCII。



將分析需要用到的數據整理到一張工作表 (worksheet) 上,建議將每一行適當命名並做簡單說明,以免出錯。此處命名做 D05 那行是參考光譜, D06 則是放入雲母薄膜樣品後取得的光譜, Abs 則是運算而得的 Absorbance。我們可利用 origin 的行運算功能計算出 Absorbance。Absorbance 的定義如下:

$$Absorbance \equiv -\log \frac{T_{sample}}{T_{reference}}$$

在行(Abs)上按滑鼠右鍵,並在"set column value"處打上運算公式:

$$col(Abs) = -\log(col(D06)/col(D05))$$
 ,

origin 會自動計算好 Absorbance,如下圖。

🛃 Mie	器 Microcal Origin - C.\Documents and Settings\ujaychen\桌面\曹存桌面\klicaAbsSpecNew - [MicaFilmAbs2]											
File	File Edit View Plot Column Analysis Tools Format Window Help											
R												
	AIXI	D05(Y)	D06(Y)	Abs(Y)				•				
		Ref	Mica Film									
							53024					
1	177.67	0	0	_	Set	Column Yalu	88					
2	178.06	0	0	_				For row	1	6 120AQ	_	
3	178.44	-3.462	-4.287	-0.09283	1			101 10	J1 .	12043		
4	178.82	-3.04	-3.905	-0.10875	1	Abs(x) : Lbcolate velue		abs()	•	<u>A</u> dd F	unction	
5	179.21	-1.462	-1.287	0.05537	ŕ	ansolate Agrie				4.23.0		
6	179.59	-0.34	0.395	-				Col(A)	<u> </u>	Add	Folown	
1	1/9.9/	1.438	0./13	0.30467		Col(Abs)= 🚺	(col(D06)/c	1(D05))			1	
0	100.30	0.30	-0.105	0 39935								
10	181 12	2.550	0.695	0.35114							100	
11	181.51	2,738	3.413	-0.0957		t					2	
12	181.89	2.26	2.695	-0.07645		1			4			
13	182.27	1.538	3.213	-0.31995				Un	do OK	Ca	ncel	
14	182.65	2.46	3.495	-0.15251								
15	183.04	1.638	3.013	-0.26469								
16	183 42	1 16	2 295	-0.29632								
1.	· / 🛢 🛍	1 😵 🖴 🧖	• I© 🔬 🗤	X 2 L								
×	MicaAbsSpecNe	w Nar	ae	Туре	View	Size	Modified	1	Created		Dependents	Label
E A	3 061206	PTT]]	dicaBulkAbs	Worksheet	Normal	87KB	2006/6/13	13:39	2006/6/12 1	6:39	1	E:WLCHOU\2005PHD\061206\06

再來就是畫圖,以下圖例是雲母薄膜的穿透式吸收光譜,用 origin 軟體做資料處理後 所畫的圖:

(1)圖一:參考光譜



(2)圖二:放入雲母薄膜樣品後的穿透光譜



圖三:雲母薄膜之 Absorbance = - log (T_{Mica} / T_{Reference})

