ULSLab Raman 光譜系統操作程序【二】

2007/01/10 李忻毓

目的:建立使用 FHR640、CCD (or PMT)及 Syner JY 軟體量測 Raman

光譜的操作程序

一 添加液態氮

- (1) 在此實驗操作之前半小時,須先檢查冷卻 FHR640 之液態氮是否充足。
- (2) 檢查液態氮是否充足的方法為打開 FHR640 液態氮瓶蓋,若有明顯蒸氣冒出 才算有足夠液態氮。若無蒸氣冒出則須立刻添加。
- (2).FHR640之液態氮瓶容量為3公升,可使用實驗室專用塑膠量杯量取液態氮 至約2/3杯身高度(約1.5公升),分兩次倒入FHR640之液態氮瓶。

二 打開雷射、確認光路

- (1) 使用 Si(111) wafer 做為拉曼光譜校正樣品,校正光譜儀光柵位置。
- (2) 開啟 532nm 雷射電源,約 10 秒後,應可看見雷射光亮起。
- (3) 手動小心調整樣品 Z 軸聚焦位置,確認樣品反射可通過光路上設定的 pinhole。

三 開啟 PMT 量測所需儀器(*選擇步驟)

- (1) 開啟 SR830 (GPIB13)
- (2) 開啟 SR540 Chopper,並將截光器置入雷射光路中。
- (3) 開啟 PS325 高壓電源

四 啟動 SynerJY

- (1) 開啟桌面 SynerJY 軟體,等待軟體自動初始化畫面完成。
- (2) 進入軟體後點選右上方工具列之 Experiment Setup 選項,示意圖如下。

\sim
(0) 图 Experiment Ceture 然此 田 Celect Herdware Configuration 相子 坛 二

(3) 點選 Experiment Setup 後出現 Select Hardware Configuration 對話框。選 取 FHR640 預設選項並鍵入 OK。

🚀 Select Hardware Configuration		X
backup		_
FHR640		
		>
Save as default Loading in 5 seconds.		
Force Initialization		
<u>OK</u> <u>E</u> dit <u>D</u> elete	<u>N</u> ew	

(4) 鍵入確定後軟體開始與儀器進行連結,如下所示 Symphony 與 FHR640 皆 顯示連結完成,而 LockinSR830 未開機,所以顯示 Not Found。

		Specialists in
Optical S	pectroscopy Divisio	Spectroscopy
Optical S	pectroscopy Divisio	
Optical S Device Symphony	Status	Info CommType = IP, Target = Symphony, PortNum = 4321
Optical S Device Symphony FHR640 06/116	Status	Info CommType = IP, Target = Symphony, PortNum = 4321 CommType = GPIB, Target = Triax, Device Num = 1

(*5) 若有開啟 SR830 並正確連結則 Lock-in 一欄亦應出現 Initializes 訊息。

Optical S	pectroscopy Divis	ion Opeca Uscopy
Device	Status	Info
Symphony	> Initializing	CommType = IP, Target = Symphony, PortNum = 4321
FHR640 06/116	y Initialized	CommType = GPIB, Target = Triax, Device Num = 1
Lockin SR830	🖌 Initialized	CommType = GPIB, Target = Lockin, Device Num = 13

(6) 進入程式主要待測畫面如下示意圖:

a. 注意點選方框 1 處可產生下拉式選單,選擇本次實驗使用之預設參數, 如使用 CCD 請選擇 Raman.xml 檔案;使用 PMT 時則選取 Raman for SR830.xml 檔案。(參考圖一)

b. 方框2處可察看系統目前溫度,若綠燈亮表示已達目標低溫,可進行實驗;若欲察看目前溫度則可按選框中 Advance 鍵讀取。(參考圖二)

C. 其他圓圈處皆為實驗預設參數設定,實驗開始前須先一一確認各參數值。

🚀 Optical Spect	roscopy Division - Experiment Setup [Raman.xml]
General	General Experiment Info
Detectors Monos Accessories	Experiment File Raman xml Overwrite Always Number of Points: 1024 Dets Identifier MCD Fostion Scan Farameters Number of Points: 1024 Dets Identifier 1 Center Wavelength 520 Delts Waven Comment: 0 697.445 Delta Waven Accumulations Cycles Delay 1 Xverige Scans 1 Xverige Scans Delay
	Symphony Lockin SR830
Results System Info Triggers	Help Save Preview Run Cancel

(參考圖一)

Select a File					? 🛽
查詢(1):	🚞 Synerjy Data		-	← 🗈 💣 📰•	
我最近的文件 反正 身面 我的文件 我的電腦 一般的電腦 一般的電腦	 DefaultExp Raman Raman for SR DefaultExp Raman Raman Raman for SR 	.830 130 P	– CCD PMT		
	檔名(N): 檔案類型(T):	Raman xml Files (*.xml)		•	開啓(<u>O</u>) 取消

(參考圖二)

🚀 Multi Channel Detector Adv	anced Parameters	X
Hardware Info Device Id: V3.14 CCD_4000 Description: Jobin Yvon CCD Detector	Hardware Settings Gain Gain 2.0(x) ADC 20 kHz Chip Information X Size Y Size	Multiple Acquisition Settings Cleaning F Before 1 F Between 1 Delays First 0 s
Background Subtract	Units Display X axis Wavelength 💌	Between 0 s
Correction File	Y axis Pixel -	Before Each
Normalize to AUX Input Cosmic Removal Enabled % Difference	encent 10 %	Temperature Current 218.56 Target 140
	illerence	Cancel OK

四 量測 Raman 光譜

(1) 上述條件都確定後回到程式主要待測畫面選取右下方之 Preview 選項



(3) 此時應可看見兩個 peak,分別為日光燈之螢光光譜線(波長 350~750nm,峰值 580nm),與樣品 Raman 光譜(λ=521 cm⁻¹)。



五 微調樣品焦點位置

(1) 固定畫面縱軸,手動微調樣品位置直到 Raman 訊號最大處。注意微調速度 需與光譜儀 shutter 開闢頻率配合。

六 光譜儀光栅校正



(2) 依步驟按選下方圖圈1處選取 Monos 設定框格;在圖圈2處輸入峰值之X 軸座標;按圖圈3進行校正。



(3) 在 Calibrated Position 框處輸入 Si 的校正標準值:521

Calibration Dialog		×
Current Position:	521.01105940:	Delta Waveı
Calibrated Position:	521	
🔲 Update Ha	ırd.ware	_
OK	Cance	1

(4) 校正準確後,按 Cancel 即可離開此畫面,完成光譜儀光柵校正工作。



七 儲存檔案

(1) 按右下方工具列 Run 選項, SynerJY 將根據設定擷取 Si 的 Raman 光譜, 並會跳出儲存資料夾輸入畫面,輸入資料夾名稱後,即可進入 Origin 系統資 料分析畫面



(2) 本實驗檔案預設儲存格式如下:F:\FHR640 Data\日期(ex:010907)\ 檔名 (ex: 01090701 Si Wafer ctr at 521 cm-1 1 sec 1 scan)

*八 使用 PMT 量測系統

- (1) 首先在主要待測畫面選取 Raman for SR830 量測參數設定檔。
- (2) 選取後畫面出現如下,注意圓圈處 Lockin SR830 訊號燈為亮綠色,表示可以進行量測,方框處參數表示此次量測的起點和終點與步進數。

🚿 Optical Spect	roscopy Division - Experiment Setup [Raman for SR830.xml]			🗐 🗖 🔜
General	General Experiment Info			
	Experiment File Save mode Raman for SR830 xml Overwrite Always 💌	Type: Wavelength Wavelength Scan Parameters	•	Number of Points: 51
M	Data Identifier DefaultData Current Directory CAProgram FilesVlobin Yvon/SynerJY Data	Scanning: FHR640 06/116	Start End	500 DeltaWavenumber 550 DeltaWavenumber
Monos	Comment:		Increment	1 DeltaWavenumber
Accessories		Accumulations Cycles	1 None	Delay
	Symphony 🛖 Lockin SR830 🌰 📔			
	✓ Active			
	Integration Time s			
	High Voltage			
	Gain			
	<u>A</u> dvanced			
	Status			
Results System Info Triggers			Help	Save Preview Run Cancel

(3) 選進工具列 Monos 介面,此時可發現偵測鏡頭已由正向轉為偏向,顯示由 CCD 偵測轉向 PMT 偵測。

Ceneral General Detectors Monos Accessmes	oscopy Division - Experiment Setup [Raman for SR830,xml] General Experiment Info Experiment File Save mode [Raman for SR830 xml] Image: Save mode Data Identifier Overwrite Always DefaulData Start Cournent Directory CAProgram Files/Jobin Yvon/Syner/JY Data Comment Ipelia Wavenumber Increment Ipelia Wavenumber Accumulations Cycles Delay
AUCESULES	FHR640 06/116 Position: Grating:
Results System Info Triggers	Front = Front * 0 mm 0.2 mm Advanced

(4) 若上述參數都確認,可按選 Preview,設定 Position 到 521 cm⁻¹,並將 Shutter Mode 選擇 Open,即可透過 PMT 及 SR830 觀測 Si Raman peak 之光譜強度,進行訊號的 Optimization。

😿 Data Preview	[C:1Program FilestJobin Yvon\SynerJY Data\-Raman for SR830.xml]
Lockin SR	Spectra Data View Intensity
M.	
General Monos	100 - Channel 1
Detectors	50
Accessories	0- 0.000 1 10.000 20.000 30.000 40.000 50.000 60.000 70.000 80.000 1 100.000 Clear + Automate
	FHR640 06/116 Lockin SR830
	Slits Entrance 02 mm Integration time: 1 :
	Position + Delta We + Off
	Status Status Detailed Corrical Status Status Status Copen

- H 畒 \mathbf{o} М Help Save Preview Run Cancel Spectrum Display Dialog II | +∔ •� Q Q • ► P 🖻 🔒 🎒 Display 1 SIGNAL_1 0.0400 -0.0300 -Intensity (mV 0.0200 0.0100 -. 540.0 500.0 510.0 520.0 530.0 550.0 Relative cm-1 (DeltaWavenumbers) FHR640 06/116: Moving mono to position 533 Cycle: 1 Acc: 1 Abort
- (5) 離開 Preview 模式,在主畫面按選 Run,則系統開始偵測訊號如下圖。

- (6) PMT 訊號量測完成後,資料直接輸出至 Origin,可供立即分析。
- (7) 其他應注意事項皆與 CCD 量測模式相同。

九 注意事項

- (1) 為維持 Symphony 與 FHR640 光譜儀溫度穩定,電源皆為常開狀態。
- (2) 更換實驗樣品及相關實驗操作,可依據以上【步驟四~八】進行。
- (3) Advanced 光譜量測,建議參考實驗室 SynerJY 操作手册。