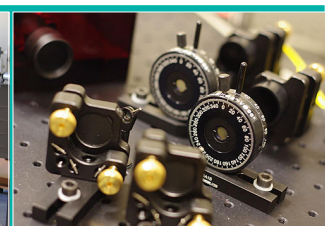
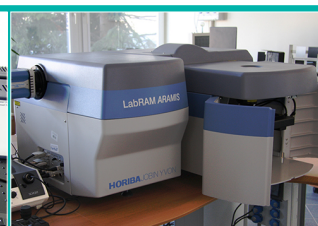


## Ćwiczenie 22

# Pomiar widm Ramana monokryształów krzemu (Si) i diamentu (C)

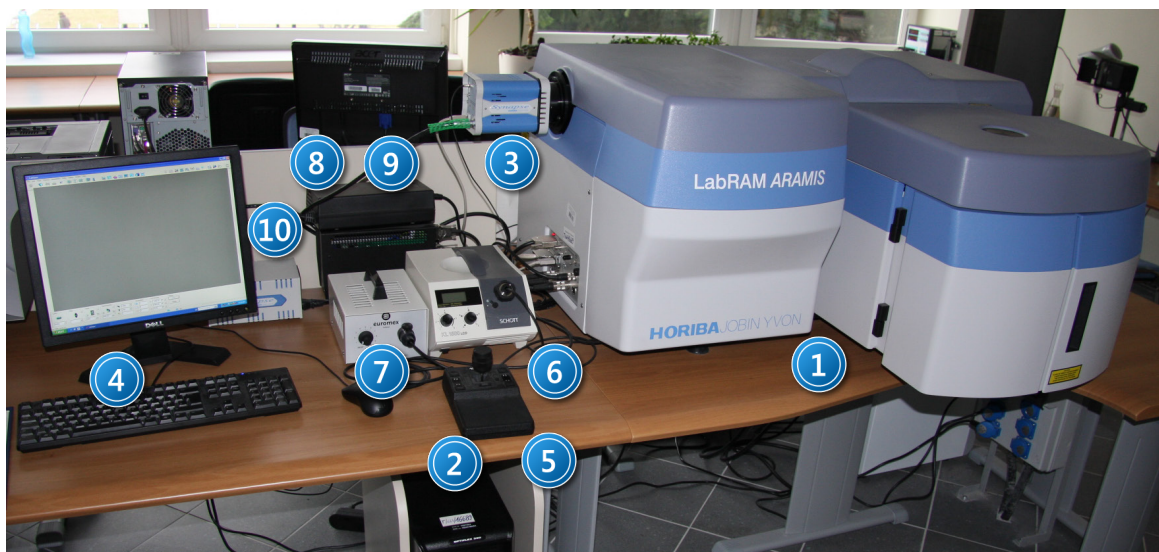


## I. Zagadnienia do opracowania.

1. Ruchy jąder w cząsteczkach dwu- i wieloatomowych:
  - a) model oscylatora harmonicznego;
  - b) model oscylatora anharmonicznego.
2. Drgania normalne cząsteczek wieloatomowych.
3. Widma oscylacyjne cząsteczek wieloatomowych.
4. Drgania sieci krystalicznej; fonony optyczne i akustyczne.
5. Struktura elektronowa cząsteczek:
  - a) stany elektronowe cząsteczek;
  - b) energie stanów elektronowych;
  - c) orbitale molekularne.
6. Pochodzenie pasm energetycznych w ciele stałym:
7. Struktura krystaliczna diamentu i krzemu:
  - a) wiązania kowalencyjne;
  - b) symetria kryształu.
8. Struktura krystaliczna grafitu i fulerenów.
9. Typy wiązań atomów węgla.
10. Elektronowe widma pasmowe cząsteczek:
  - a) absorpcja promieniowania;
  - b) zasada Francka-Conzona;
  - c) moment przejścia;
  - d) reguły wyboru dla przejść optycznych;
  - e) emisja promieniowania;
  - f) widmo absorpcji w podczerwieni.
11. Klasyczna teoria rozpraszania Ramana:
  - a) rozproszenie Rayleigha;
  - b) rezonansowe rozproszenie Ramana;
  - c) widmo rozproszenia ramanowskiego – widmo stokesowskie i antystokesowskie;
  - d) polaryzacja promieniowania rozproszonego.
12. Układy doświadczalne do badania widm Ramana:
  - a) monochromator – układ optyczny i zasada działania;
  - b) budowa i zasada działania laserów;
  - c) fotopowielacz – budowa i zastosowanie.

## II. Zadania doświadczalne.

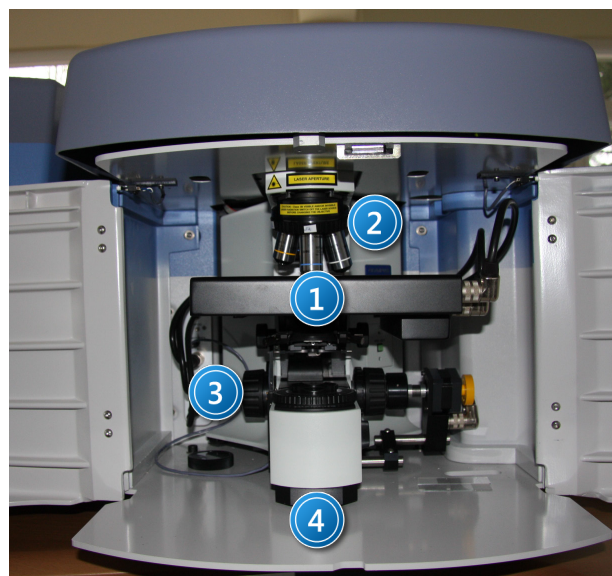
1. Zapoznać się z układem pomiarowym przedstawionym na Zdjęciach 1, 2 i 3.



Zdjęcie 1. Układ pomiarowy – widok z przodu : 1 – spektrometr Ramana ; 2 – komputer; 3 – kamera CCD; 4– monitor z klawiaturą; 5 – joystick sterujący stolikiem x,y,z mikroskopu; 6 – oświetlacz mikroskopu; 7 – oświetlacz mikroskopu dla próbek przezroczystych; 8 – transformator; 9 – zasilacz do stolika x, y, z mikroskopu; 10 – zasilacz do kamery CCD.



Zdjęcie 2. Układ pomiarowy – widok z boku: 1 – zasilacz lasera He-Ne; 2 – zasilacz lasera YAG:Nd; 3 – spektrometr Ramana.

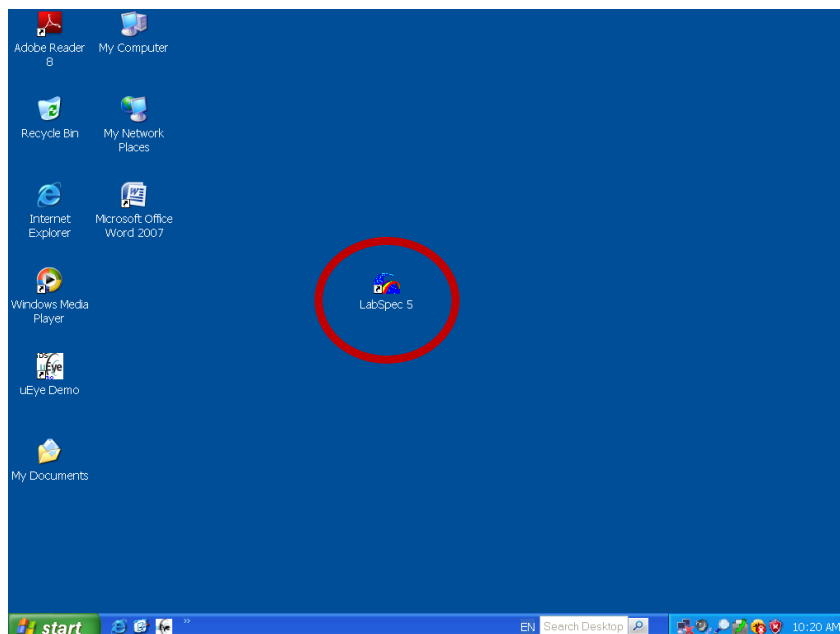


Zdjęcie 3. Komora spektrometru: 1 – stolik x, y, z mikroskopu; 2 – obiektywy mikroskopu; 3 – śruba przesuwu w kierunku z; 4 – kondensator z polaryzatorem.

2. Włączyć zasilanie spektrometru Ramana, kamery CCD i stolika xyz mikroskopu konfokalnego wyłącznikami na listwie zasilającej.

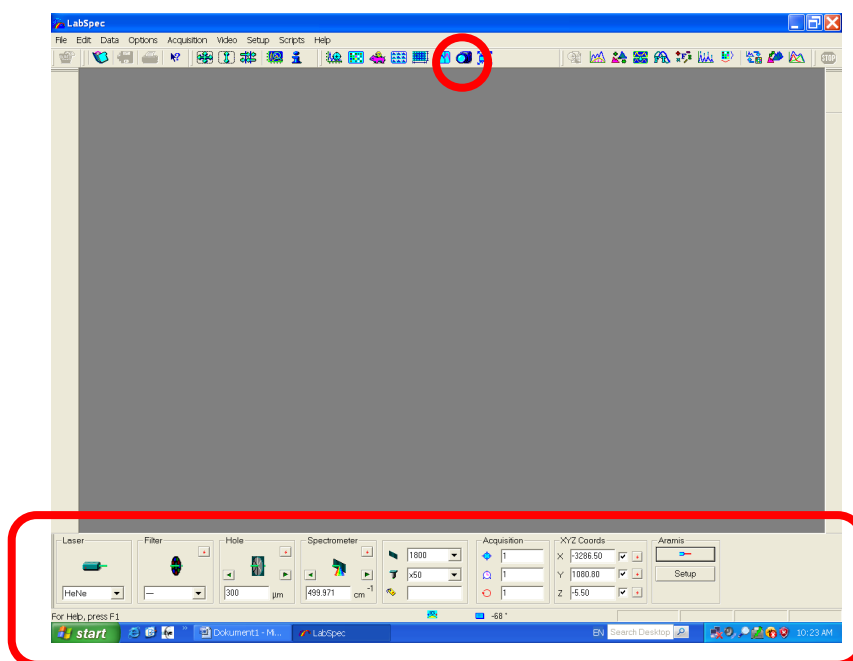


3. Włączyć laser He-Ne – przez przekręcenie kluczyka na obudowie zasilacza lasera (1 na Zdjęciu 2) (na obudowie zapali się zielona dioda).
4. Włączyć komputer. Na ekranie monitora pojawi się pulpit Windows XP. Uruchomić oprogramowanie „LabSpec 5” (zaznaczona ikona na Zdjęciu 4).



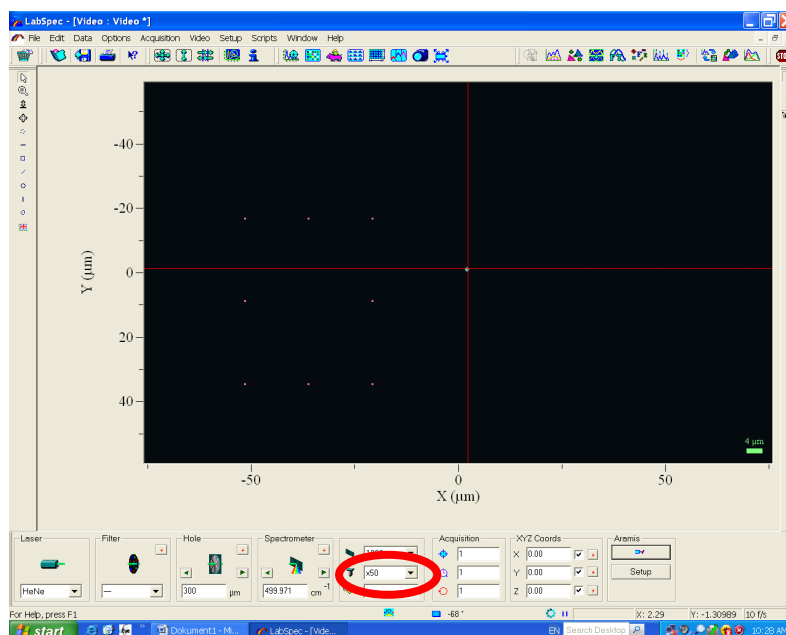
Zdjęcie 4. Widok ekranu monitora przed rozpoczęciem pomiarów. Zaznaczono program do mierzenia widm Ramana.

Na ekranie pojawi się okno jak na Zdjęciu 5.



Zdjęcie 5. Widok ekranu monitora z zaznaczonym trybem pracy Video. Zaznaczono ikonę trybu pracy video (u góry) oraz menu ustawienia parametrów pomiaru (na dole).

5. Włączyć kamerę – (ikona tryb pracy video zaznaczona na Zdjęciu 5).  
Na ekranie pojawi się tryb pracy video (Zdjęcie 6).



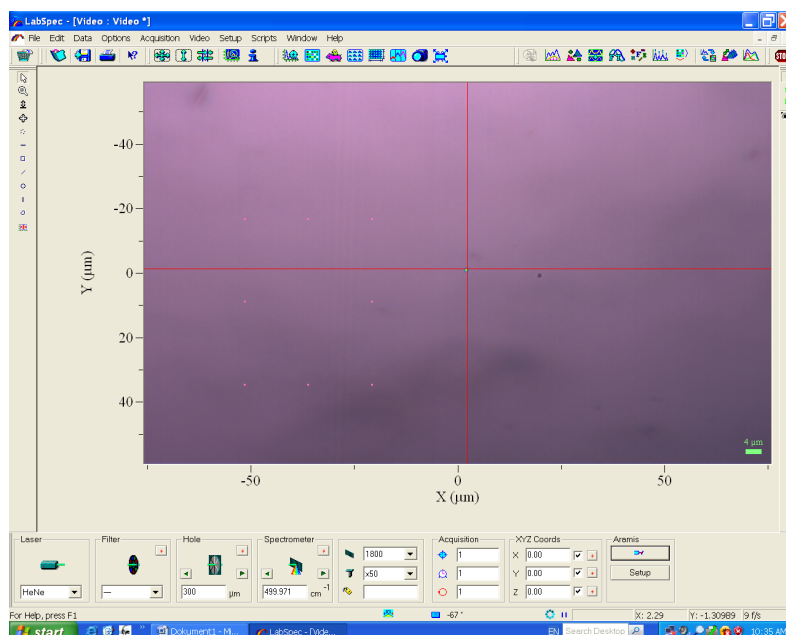
Zdjęcie 6. Ikona wyboru obiektywu mikroskopu konfokalnego. Dla Si i C wybrać obiektyw x50LWD.

6. W komorze spektrometru (Zdjęcie 3) wybrać obiektyw x 50 LWD dla pomiaru krzemu i diamentu. Ten sam obiektyw wybrać w oknie „menu ustawienia parametrów pomiaru” (Zdjęcie 6).
7. Włączyć oświetlacz górny KL 1500 (6 na Zdjęciu 1). Wyłącznik znajduje się w dolnej części panelu. Ustawić pokrętkę lewe w pozycji 4 natomiast pokrętkę prawe w pozycji C.
8. Umieścić próbkę krzemu lub diamentu na stoliku mikroskopu. Pokręcając pokrętkę „z” stolika mikroskopu (3 na Zdjęciu 3) zogniskować wiązkę światła na próbce aż do uzyskania obrazu powierzchni próbki na monitorze (Zdjęcie 7).
9. Uzyskać ostry obraz powierzchni badanej próbki poprzez delikatne pokręcanie pokrętką joysticka lewo-prawo. Właściwy obraz powierzchni próbki przedstawia Zdjęcie 8.  
Zatwierdzić aktualną pozycję stolika z próbką w oprogramowaniu spektrometru naciskając trzy czerwone przyciski w ikonie XYZ Coords. Współrzędne x, y, z stolika (XYZ Coords) przyjmą wtedy wartości zerowe.

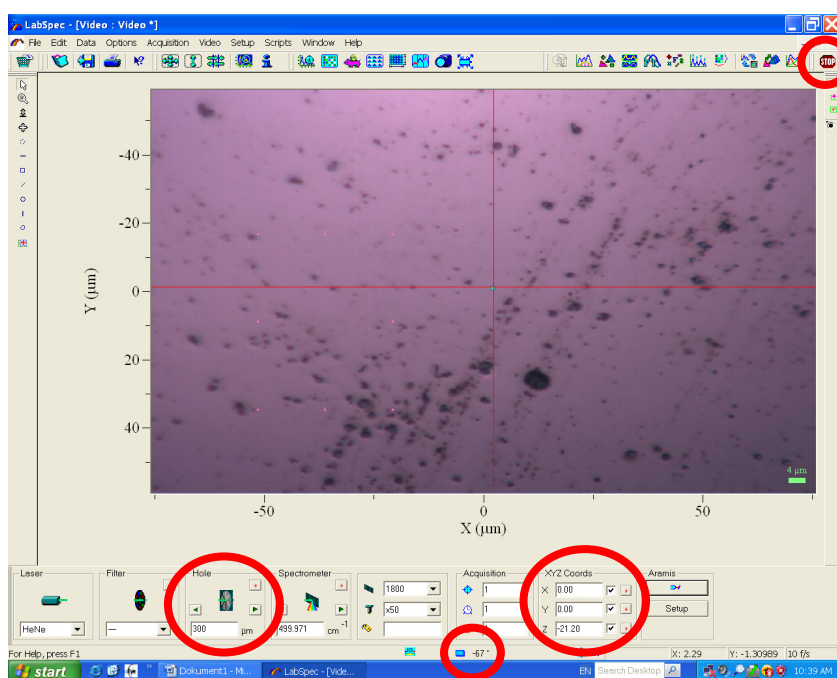


## Wskazówka

W przypadku pogorszenia ostrości obrazu można powrócić do poprzedniego obrazu wpisując zera w wartościach X, Y, Z w okienku XYZ Coords.



Zdjęcie 7. Nieostry obraz powierzchni badanej próbki na monitorze.



Zdjęcie 8. Wyraźny obraz powierzchni próbki. Zaznaczono: ikonę Stop (u góry); ikonę przesłony mikroskopu (Hole) oraz kontroli pozycji stolika mikroskopu (XYZ Coords), temperaturę detektora (na dole).

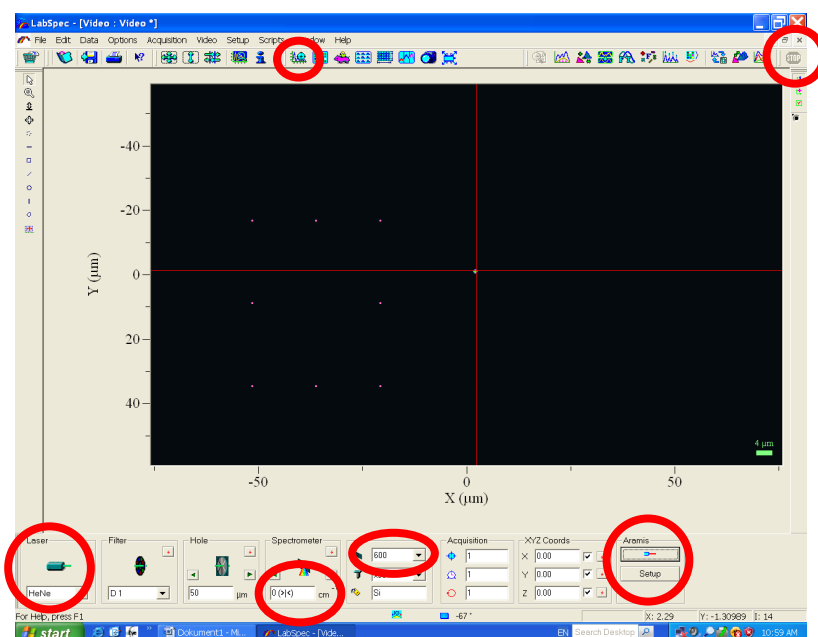
10. Sprawdzić temperaturę detektora - powinna być niższa niż - 60°C (Zdjęcie 8).
11. Wyłączyć oświetlacz górny (6 na Zdjęciu 1) wyłącznikiem w dolnej części panelu.  
Wyłączyć tryb video przez uaktywnienie ikony Stop (Zdjęcie 8). Odczekać około 10 sekund.



## UWAGA!

Należy bezwzględnie wyłączyć tryb pracy wideo podczas pomiaru widma. W przeciwnym razie może nastąpić uszkodzenie kamery video.

12. W celu rejestracji widma należy przejść do trybu pracy w czasie rzeczywistym (Real Time Domain - RTD). Przed przejściem do trybu RTD należy sprawdzić ustawienia w oknach dialogowych „menu ustawienia parametrów pomiaru” na dole ekranu (Zdjęcie 9):
  - Laser - wybrać laser He-Ne;
  - Filter – ustalić D1;
  - Hole – wpisać 50um i nacisnąć enter;
  - Siatka – wybrać 600l/mm;
  - Obiektyw – wybrać x50 LWD;
  - Acquisition – w kolejnych oknach wpisać parametry pomiaru widma: 1,1,1 lub 1,1,10;
  - Upewnić się, że dla XYZ Coords we wszystkich oknach wpisane są wartości 0, 0, 0;
  - Włączyć laser przez uaktywnienie okna Aramis;
  - Spectrometer – wpisać wartość 0 cm<sup>-1</sup>.



Zdjęcie 9. Wybór parametrów przy rejestracji widma w czasie rzeczywistym RTD. Zaznaczono: ikony trybu RTD i Stop (u góry) oraz ikony wybór lasera, zerowego rzędu widma, siatki, włączania – wyłączania lasera (na dole).

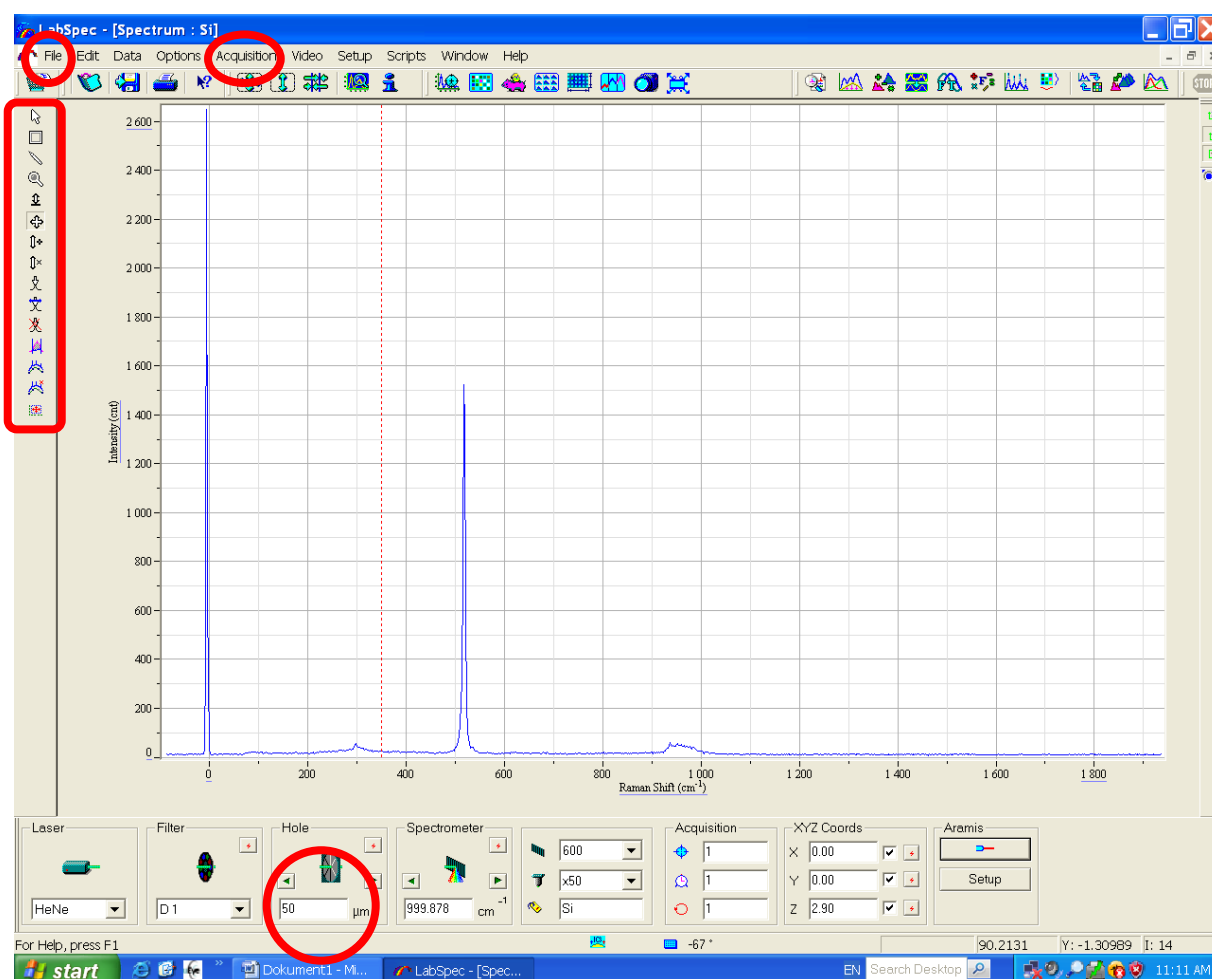
13. Włącz tryb RTD przez uaktywnienie ikony RTD na górze ekranu (Zdjęcie 9).

Jeśli przesunięcie linii na ekranie nie jest większe niż 1 nm przystąpić do dalszych pomiarów.

14. Wyłączyć pomiar przez wciśnięcie ikony Stop, ustalić w oknie Spectrometer wartość 1000, następnie powtórnie włączyć tryb RTD przez uaktywnienie ikony RTD na górze ekranu.

W celu uzyskania optymalnego sygnału skorzystać z menu ustawienia z lewej strony ekranu (Zdjęcie 10).

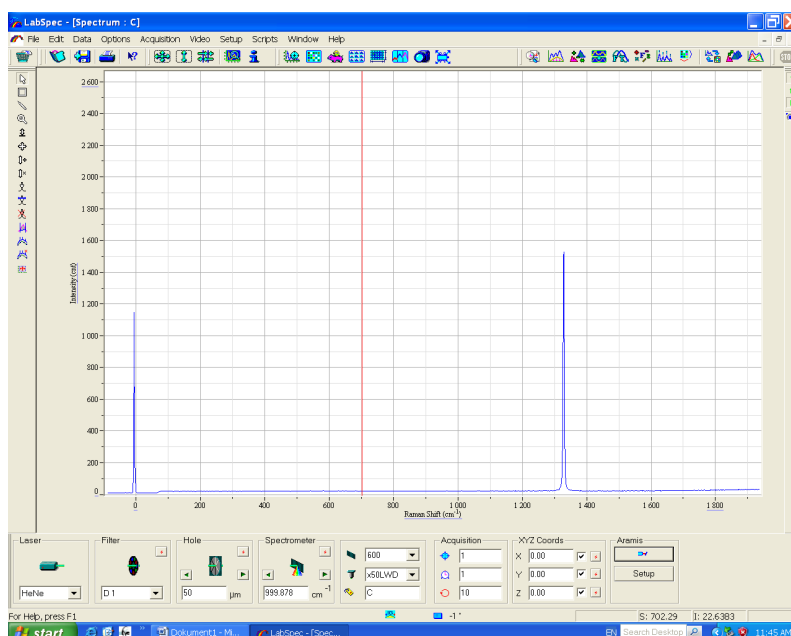
Uzyskane obrazy powinny wyglądać jak na Zdjęciach 10 (dla krzemu) i 11 (dla diamentu).



Zdjęcie 10. Widmo Ramana dla krzemu Si. Zaznaczono: zapis widma (File), Acquisition i Menu ustawiania obrazu (u góry) oraz ikonę przesyłny mikroskopu (na dole).



15. Zarejestrować widma. W tym celu zapisać widma przez uaktywnienie zakładki „File” w menu głównym a następnie poprzez wybór opcji „Save as”.  
Zapisać widmo w dwóch plikach: jedno w formacie \*.ngs; drugie w formacie \*.txt (format txt nadaje się do obróbki przy pomocy programów Microcal Origin i MS Excel).
16. Wyłączyć spektrometr. W tym celu zamknąć otwór przesłony mikroskopu okno „Hole” w menu pomiarowym. Z menu głównego w zakładce „Acquisition” uaktywnić opcję „Heat detector”. Odczekać aż temperatura detektora wzrośnie powyżej 0°C.
17. Wyłączyć komputer. Wyłączyć spektrometr (wyłącznikiem na listwie zasilającej).
18. Opracować wyniki pomiarowe:
  - a) Przedstawić widma Ramana dla Si i C na wspólnym wykresie;
  - b) Przedyskutować otrzymane energie głównych linii widmowych wykorzystując model opisujący fonony optyczne w kryształach.



Zdjęcie 11. Widmo Ramana dla diamentu.

### III. Zestaw przyrządów.

1. Spektrometr ramanowski LabRam Aramis firmy Horiba Yobin Yvon.
2. Kamera CCD Synapse firmy Horiba Yobin Yvon.
3. Joystick sterowania stolikiem XYZ mikroskopu.
4. Dwa oświetlacze mikroskopu dla próbek przezroczystych i nieprzezroczystych.
5. Transformator.
6. Zasilacz do stolika XYZ mikroskopu.
7. Zasilacz kamery CCD.
8. Zasilacze laserów: He-Ne i YAG:Nd.
9. Zestaw komputerowy.

#### IV. Literatura.

1. C. Kittel – „*Wstęp do fizyki ciała stałego*”, PWN, Warszawa 1999.
2. J.P. Simons – „*Fotochemia i spektroskopia*”, PWN, Warszawa 1976.
3. Z. Kęcki – „*Podstawy spektroskopii molekularnej*”, PWN, Warszawa 1992.
4. „*Fotochemia i spektroskopia optyczna, ćwiczenia laboratoryjne*”, pod redakcją J. Najbara, A. Turka, PWN, Warszawa 2009.
5. H. Haken, H. C. Wolf – „*Fizyka molekularna z elementami chemii kwantowej*”, PWN, Warszawa 2010.
6. P. Kowalczyk – „*Fizyka cząsteczek*”, PWN, Warszawa 2000.
7. E.U. Condon & G. H. Shortley – “*The Theory of Atomic Spectra*”, Athenaeum Press Limited, Newcastle upon Tyne, 1991.
8. J. R. Ferraro, K. Nakamoto, C. W. Brown – “*Introductory Raman Spectroscopy*”, Elsevier, 2003.
9. R. L. Mc Creery – “*Raman Spectroscopy for Chemical Analysis*” in Chemical Analysis v. 157, editor J. D. Winefordner.
10. Ch. Kittel – “*Introduction to Solid State Physics*”, Wiley, 2004.
11. H. Haken, H.Ch.Wolf – “*Molecular Physics and Elements of Quantum Chemistry*”, Springer 1995.
12. J.P. Simons – “*Photochemistry and Spectroscopy*”, Wiley, 1971.
13. F. Mayinger, O. Feldmann – “*Optical Measurements*”, Springer, 2001.