

文件编号: WU-ISCMS-QM 20212823

版本号: V 2.0

受控状态:

分发号:

分子科学公共实验平台

质量管理文件

圆偏振荧光光谱仪

Circularly Polarized Luminescence

JASCO CPL-300 Spectrometer

标准操作规程

2020 年 10 月 15 日发布

年 月 日实施

分子科学公共实验平台 发布

修订页

[illegible]

目 录

1. 目的	1
2. 范围	1
3. 职责	1
4. 光谱实验室人员职责和安全管理规范	2
5. 光谱实验室仪器设备管理规范	2
5.1 JASCO CPL-300 圆偏振荧光光谱仪使用制度	3
5.2 JASCO CPL-300 圆偏振荧光光谱仪预约制度	3
5.3 JASCO CPL-300 圆偏振荧光光谱仪培训考核制度	4
6. 内容	4
6.1 样品准备	5
6.2 仪器介绍	5
6.3 光谱测试	6
6.4 温控附件的安装和软件设置	13
7. 相关/支撑性文件	17
8. 记录	18

1. 目的

建立 JASCO CPL-300 圆偏振荧光光谱仪的标准使用操作规程, 使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用 JASCO CPL-300 圆偏振荧光光谱仪的用户。

3. 职责

3.1 用户: 严格按本程序操作, 发现异常情况及时汇报设备管理员。

3.2 设备管理员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

3.3 文章致谢格式

根据学校指导意见, 使用各校级平台仪器设备表征产生的科研成果必须致谢平台。如果您在文章成果中使用了光谱、色质谱、磁共振波谱以及其他属于分子科学平台的仪器设备, 请务必在文末致谢分子科学公共实验平台。

英文文章致谢:

①Acknowledgement: The author thanks (Dr. XXX from) Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences at Westlake University for (the assistance/discussion/supporting in) ... measurement/data interpretation.

②Coauthorship on the resulting publications would be appreciated if our staff make technical contributions (including but not limited to critical sample preparation, novel experiment designation and comprehensive data analyzation).

Affiliation address: "Key Laboratory of Precise Synthesis of Functional Molecules of Zhejiang Province, School of Science, Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences, Westlake University, 18 Shilongshan Road, Hangzhou 310024, Zhejiang Province, China."

中文文章致谢:

① 致谢: 感谢西湖大学分子科学公共实验室平台 XXX 博士(或者 XXX 老师)在.....表征或数据分析上提供的帮助。

② 共同作者: 如果分子科学平台老师在您课题组样品表征或文章发表上有重要技术贡献(包括但不限于关键样品制备、新型实验设计和深度数据分析), 我们感谢您将相关老师列为共同作者, 作者单位地址如下: 西湖大学, 分子科学公共实验平台, 功能分子与精准合成浙江省重点实验室, 杭州, 310030, 浙江。

4. 光谱实验室人员职责和安全管理规范

- 4.1. 相关人员进入实验室之前必须通过学校、中心和平台的安全考试或考核, 并严格遵守光谱实验室的各项安全注意警示标识。严禁无关人员进入实验室。
- 4.2. 平台设备须经培训考核后方可操作, 严格遵守仪器操作规程并做好实验记录, 未经考核者严禁触碰和使用仪器。
- 4.3. 请按制样要求进行测试或送样, 因样品不符合上机要求造成仪器损坏的, 无论独立上机或是委托测试, 都将由用户所在课题组承担责任。
- 4.4. 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通, 所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置, 并应掌握消防器材的正确操作。
- 4.5. 使用化学试剂或药品前, 必须了解其物理化学性质、毒性及防护方法, 使用时必须进行个人防范措施。
- 4.6. 使用液氮时应穿戴实验服、护目镜、防冻手套。
- 4.7. 使用烘箱请先联系技术员, 烘箱用完请及时取走样品, 烘箱不可过夜操作。
- 4.8. 使用实验室气瓶, 须经实验室技术员培训指导后方可操作。
- 4.9. 严禁戴手套接触门把手。禁止随意丢弃实验废弃物。禁止将锐器、玻璃、枪头丢弃在常规垃圾箱中。
- 4.10. 使用激光、射线设备及相关附件时, 应严格遵守设备操作规程, 在激光、射线设备附件未关闭之前, 禁止打开样品仓。使用射线设备时还需打开射线剂量报警器, 无关人员严禁进入控制区。
- 4.11. 不可擅自做变温实验, 如有需求请务必联系技术员; 进行高温实验时需技术员在场方可进行。
- 4.12. 实验室应保持整洁, 严禁摆放与实验无关的物品如食品和饮料。严禁在实验室进食与抽烟。严禁动物进入实验室。
- 4.13. 个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备不得与工作站电脑连接。
- 4.14. 实验过程中如发现仪器设备及基础设施发生异常状况, 须及时向该仪器负责人或实验室负责人反馈。严禁擅自处理、调整仪器主要部件, 凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。
- 4.15. 保持实验室空气干燥, 在潮湿的季节应进行除湿, 至少每周检查一次除湿机是否有无积水。

5. 光谱实验室仪器设备管理规范

5.1 JASCO CPL-300 圆偏振荧光光谱仪使用制度

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则，面向校内所有教学、科研单位开放使用；根据使用机时适当收取费用；并在保障校内用户使用的同时，面向社会开放。

委托测试：用户需通过“大型仪器管理系统”（以下简称大仪网）进行送样预约，并按照要求登记预约信息。送样预约要求如下：

- 1. 送样前与仪器负责老师沟通样品信息；
- 2. 测试结果请自行在大仪网送样记录中下载；
- 3. 样品如需回收，请在送样时告知老师并在测试后尽快取回；一周未取回的样品，平台将作化学废弃物处理。

5.2 JASCO CPL-300 圆偏振荧光光谱仪预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作，根据测试内容与时间的不同，光谱实验室制定了 7*24 小时预约制度，用户可根据预约制度可登陆大仪网即时预约机时，包括周末；寒暑假及国庆假期将另行通知。

请严格遵守预约时间使用仪器，以免浪费机时。如需调换时间段，在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者，请提前 30 分钟取消预约并通知技术员。恶意预约机时或有多次无故不遵预约时间的用户，实验室将进行批评教育、通报批评或取消上机资格等处罚。

预约时段		预约时间/每人	测试内容
周一至周日	自主测试 送样测试 维护/开发测试	无限制	1. 常规 CPL 2. 电致 CPL 3. 变温 CPL

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训，考核合格后方可上机使用；
- (2) 实验开始时务必在实验记录本上登记，结束时如实记录仪器状态；
- (3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障，使用者须及时通知技术员，以便尽快维修或报修，隐瞒不报者将被追究责任，加重处理；
- (4) 因人为原因造成仪器故障的（如硬件损坏），其导师课题组须承担维修费用；

- (5) 禁止在仪器工作站上删改原始数据, 不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。使用者应根据要求通过科研仪器网/数据服务器传送下载原始数据至本地电脑, 保存并做数据处理; 原始实验数据在本实验室电脑中保留两年。
- (6) 用户应保持实验区域的卫生清洁, 测试完毕请及时带走样品, 技术员不负责保管。使用者若违犯以上条例, 将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

5.3 JASCO CPL-300 圆偏振荧光光谱仪培训考核制度

校内教师、博士生均可提出预约申请, 由技术员安排时间进行培训, 培训内容包括仪器使用规章制度、送样须知及安全规范、基本硬件知识、标准操作规程 (自主测试) 及相应数据处理。

培训结束后, 两周内培训者需在管理人员监督下进行 3 次左右操作, 培训者根据自己的掌握程度, 联系技术员进行上机考核。初级考核合格后, 在管理人员监督下上机操作, 一周后复考;

实验室技术员认为培训者达到独立操作水平后, 给予培训者授权在所允许的范围内独立使用仪器。如果因为人为操作错误导致仪器故障者, 除按要求承担维修费用之外, 还将给予重考惩罚、培训费翻倍等处罚。

对接受培训人员的核心要求:

- (1) 了解圆偏振荧光光谱仪的基本原理及其应用的多学科背景知识;
- (2) 熟练掌握 Spectra Manager 软件系统, 严格按照标准操作规程操作, 防止因人为操作不当造成仪器故障, 认真做好仪器的使用及故障记录。

6. 内容

***基理系统登陆

接入大仪网的仪器操作电脑均需要登陆基理锁屏界面。

- (1) 如图 (a), 如界面显示“一卡通用户”, 请在 Account 输入预约者的一卡通账户, Password 栏输入相应账户密码, 点击 Submit;

注意: 如账号或密码输入错误, 请按键盘 Delete 键进行删除, 再重新输入; 禁止点击 Cancel, 否则仪器会自行关机。

- (2) 如图 (b), 如界面显示“LIMS User”, Account 显示 Administrator, 请与相关老师联系。



6.1 样品准备

- ① 粉末样品、薄膜样品、溶液样品均可测试。
- ② 薄膜样品与溶液样品可直接用样品架夹紧测试（见 6.3.2）；粉末样品采用压片法测试（见 6.3.3）。
- ③ 溶液样品的比色皿有 0.5 mm, 1.0 mm, 2.0 mm, 1.0 cm 光程。

重要提醒： 1) 送样人员必须对测试样品的合法性负责，未注明合法性和物理化学性质的样品不予测试。如测试过程中发现样品含毒品类非法样品，送样人将负法律责任。
2) 由于用户的样品问题导致仪器异常或配件更换，所有责任将由用户及所在课题组或单位承担。

6.2 仪器介绍

6.2.1 CPL-300 圆偏振荧光光谱仪主机图片



图 6-1 CPL-300 圆偏振荧光光谱仪

6.2.2 仪器相关附件

如图 6-2, CPL-300 圆偏振荧光光谱仪除主机外还额外配置有一系列的外置附件, 最大程度满足各类测试需求, 包括温控测试附件、固体样品测试附件、磁 CPL 测试附件和近红外检测器等, 后续会逐步介绍各个附件的安装和使用。

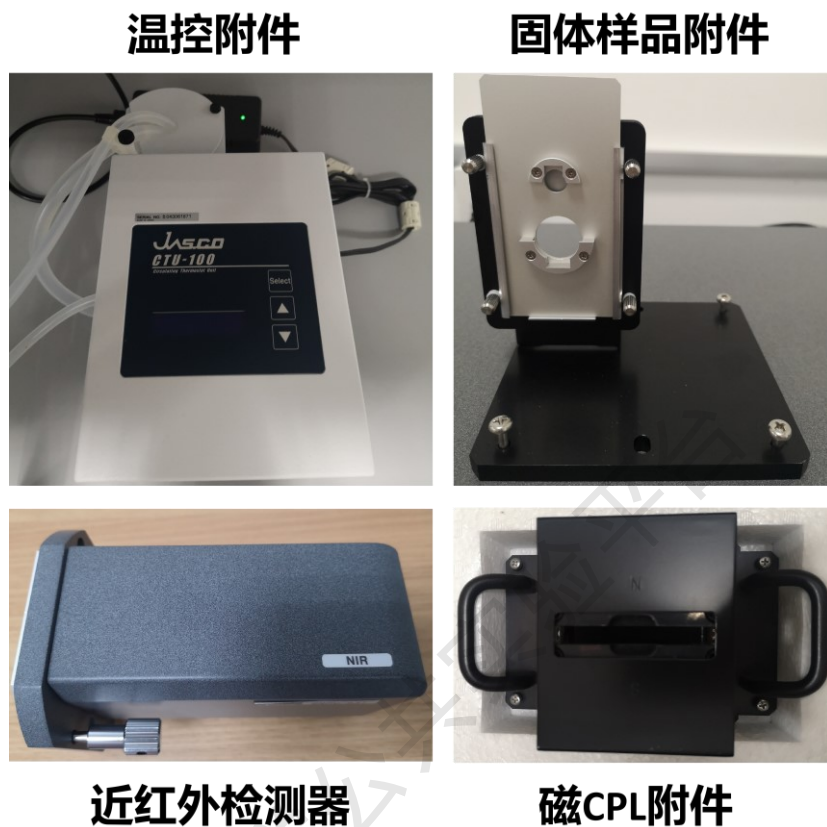


图 6-2 CPL-300 圆偏振荧光光谱仪的附件

6.3 光谱测试

6.3.1 仪器开机

如图 6-3, CPL-300 主机开机只需要按下电源开关【POWER】完成。



图 6-3 CPL-300 圆偏振荧光光谱仪的开机键

6.3.2 装样

包括液体样品、薄膜、玻璃片等类型样品。

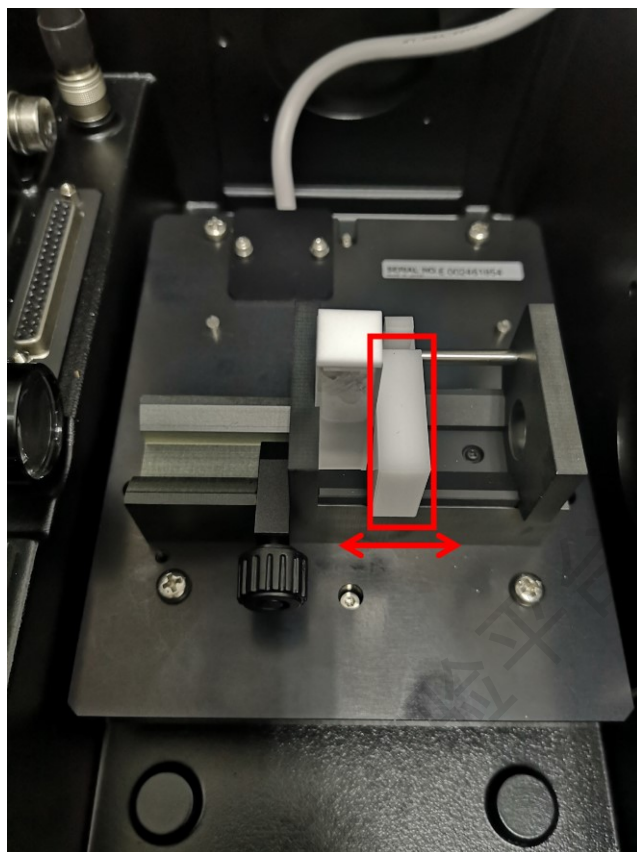


图 6-4 液体样品装样

如图 6-4 所示，将样品池装入至少一半液体，并将样品池放入上图的液体支架的卡槽内，支架上的白色滑块可以左右滑动以固定样品池，所以各种光程的样品池都可以直接放入支架内，通过滑块固定后，即完成液体样品上样。

玻璃、薄膜等透光的大块固体样品可直接放在液体支架的样品池位置，然后用白色滑块固定进行测试。

6.3.3 固体粉末样品装样

粉末样品需要压成透明薄片后，用固体支架进行测试。

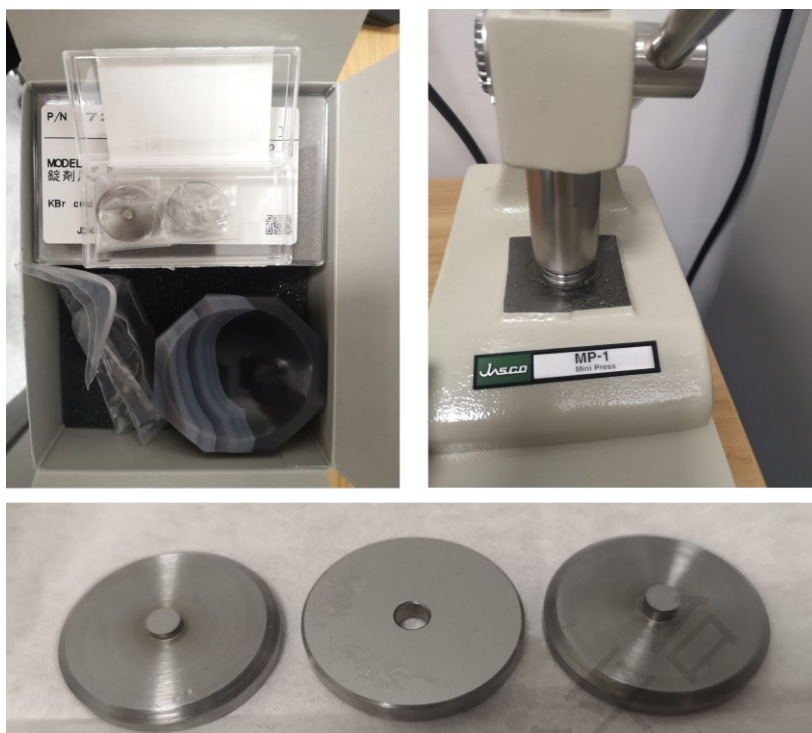


图 6-5 粉末样品的制备

1. 制样：如图 6-5 所示，先将粉末样品用研钵碾磨；如果样品不能压制成型，可加入少量 KBr 混合后进行压制。压片过程具体如下：

压力模具分成左中右三个部分，左边的短圆柱突起的铁片作为底座，带圆孔的铁片扣住底座上的圆柱，将碾磨后的粉末样品放入圆孔内，再将右边长圆柱的铁片扣住样品，用手动的压力杆将样品在模具内成型。

2. 固体样品池的安装和粉末样品的上样：如图 6-6 所示，先关机卸载液体样品支架，只需要拔掉样品仓的电缆线就可以将液体样品支架取出，然后将固体支架根据光路调整位置，在正确的位置放置后会平稳固定，再将压制成型的粉末样品放入支架中完成上样。

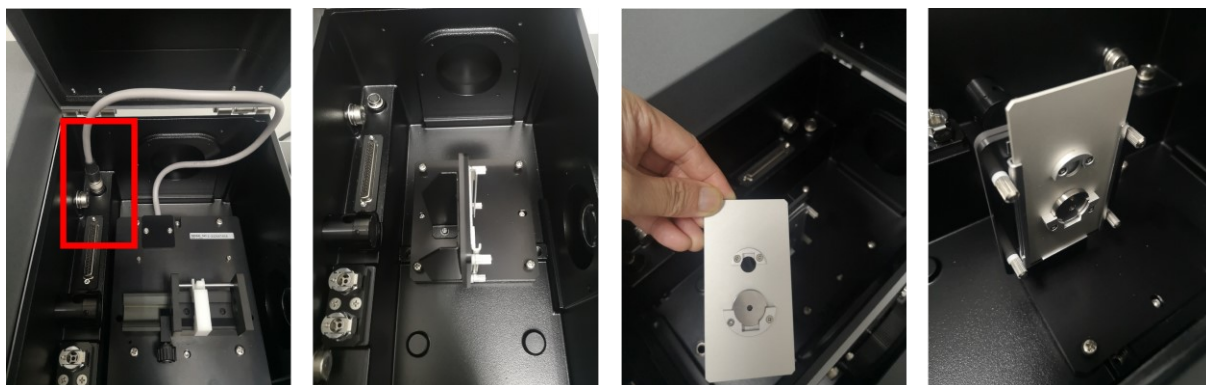


图 6-6 固体样品池的安装和粉末样品的上样

6.3.4 磁 CPL 附件的安装和样品装样

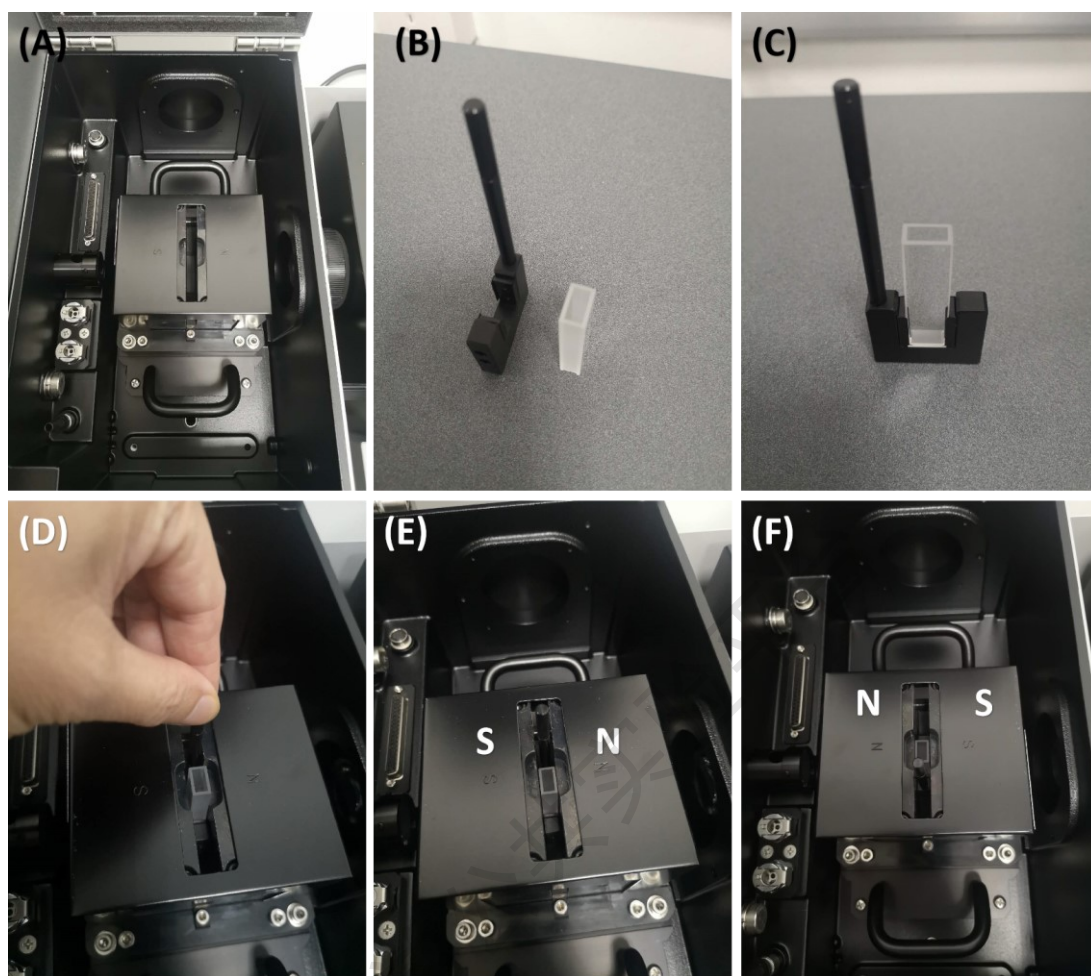


图 6-7 磁 CPL 样品池的安装和样品的上样

如图 6-7 所示，关机卸载液体常规样品支架，然后将磁 CPL 在正确的位置放置后并平稳固定(图 6-7A)，将样品装入 5 mm 的样品池中，用特定尺寸的杆固定住(图 6-7 B-C)，将杆插入磁 CPL 支架中（图 6-7 D）；测试时，需要旋转支架，保证 SN 和 NS 的方向各测一次光谱（图 4-7 E-F）。

6.3.5 近红外检测器的安装

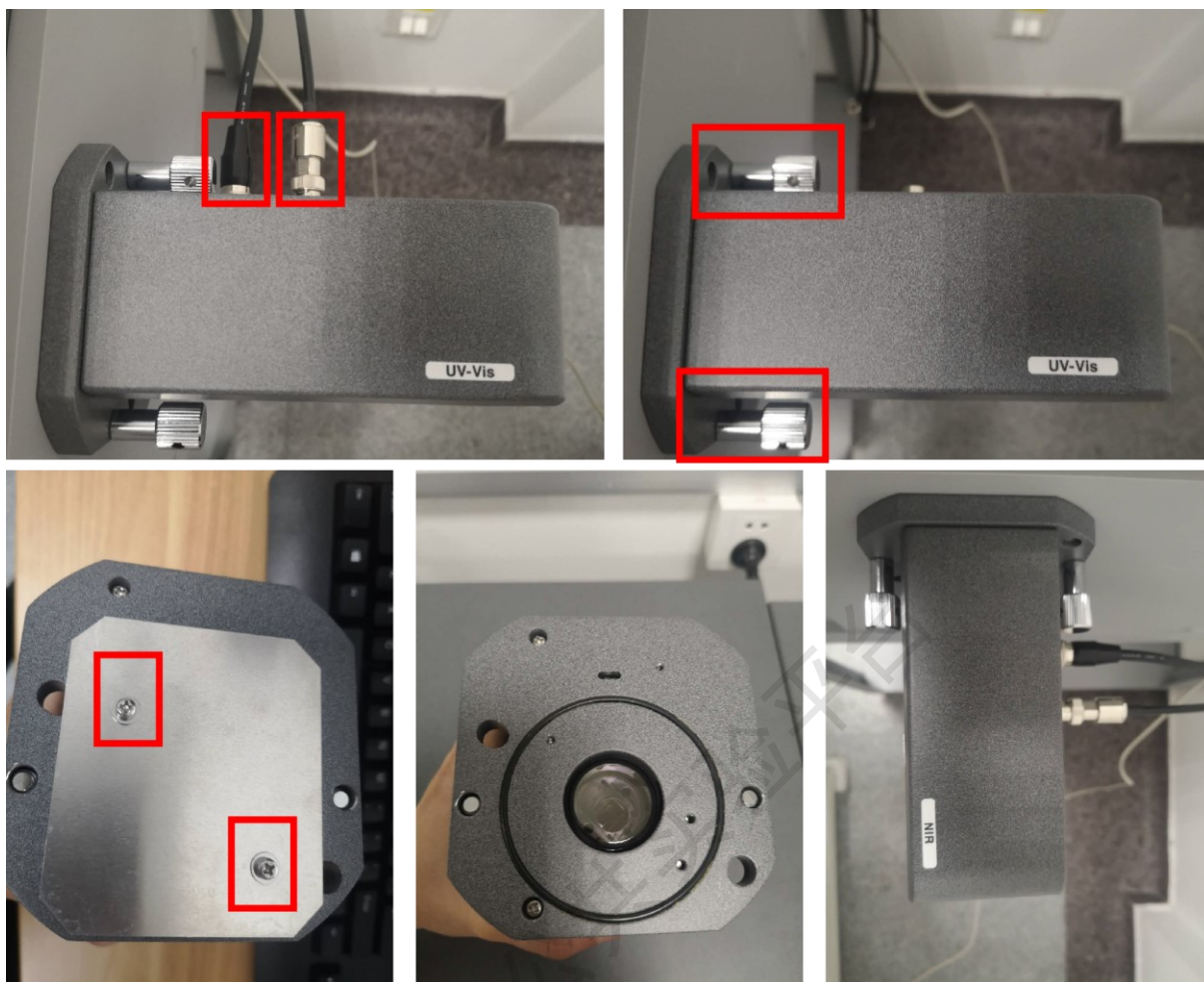


图 6-8 近红外检测器的安装

如图 6-8 所示, NIR 和 UV-Vis 的检测器的切换是完全一样的步骤。具体如下: 先关机, 拔掉 UV-Vis 紫外可见检测器的两根电缆线; 然后用手托住检测器, 小心地卸下固定螺丝, 取下检测器。将 NIR 检测器保护盖取下, 对准主机上的光路, 固定螺丝; 然后将两根电缆线接在如图所示的位置完成。

6.3.6 软件操作

仪器换好相应的附件后, 软件的操作基本相同。使用软件之前需先打开仪器开关, 点击桌面上的【SpectraManager】图标打开软件。软件界面分为上下两个部分, 上半部分【Instrument】是样品测试部分, 下半部分【Analysis】是数据分析和处理部分。由于 JASCO 产品的所有光谱设备都共用这套软件, 界面看着相当复杂。实际上, CPL 测试中一般只用到【Instrument】的【Spectra Measurement】模块, 变温测试偶尔会用到【Variable Temperature Measurement】和【Temperature Interval Measurement】模块, 这部分在后面的温控附件再详细描述。

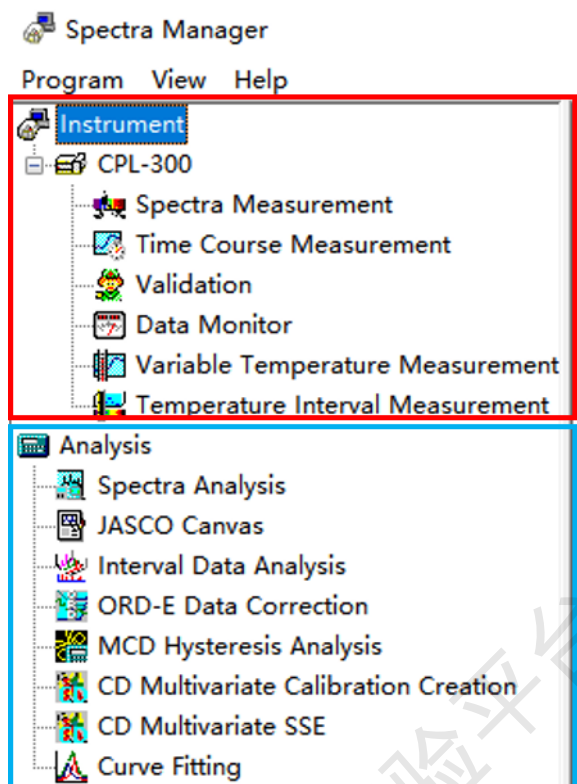


图 6-9 软件开启界面

在样品仓装上样品，双击【Spectra Measurement】打开测试界面。点击【Parameters】图标，【General】页面如图 6-10，【Channels Num】设置为 2 个，分别为【CD】和【DC】。【Ex wavelength】的值要根据 CD 光谱和荧光激发光谱的重叠部分的最大值来设置，【Start】和【End】根据荧光发射光谱进行设置，其中【End】要大于【Ex wavelength】50 nm。【D.I.T】的值决定扫描速度，CPL 测试至少设置为 4 秒及以上。设为 4 秒时，【Scanning speed】最大为 100 nm/min，设为 8 秒时，【Scanning speed】最大为 50 nm/min。【Ex bandwidth】和【Em bandwidth】根据待测样品的信号进行优化。【Accumulation/cycle】是多次平均，CPL 信号通常非常弱，可以通过多次平均增加信噪比。【Control】页面保持默认设置。【Information】页面填写样品的相关信息。【Data】页面可以设置自动储存数据及自动导出数据。

在【Spectra Measurement】点击【Shutter】图标打开氙灯，然后点击【Move wavelength】图标，输入【General】页面中【Ex wavelength】中的值和荧光的最大发射波长。点击【Detector】图标，如图 6-11 所示，将【HT volt mode】改为【Manual】，调整【HT Voltage】的值，使【DC】的值在 0.5 V 附近。

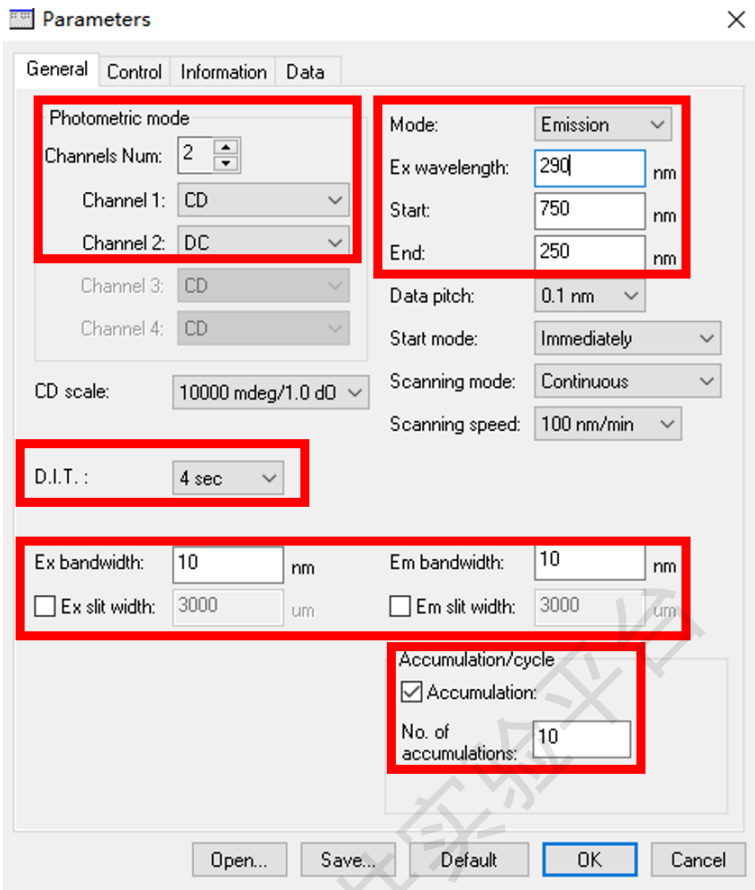


图 6-10 【Parameters】参数【General】页面设置

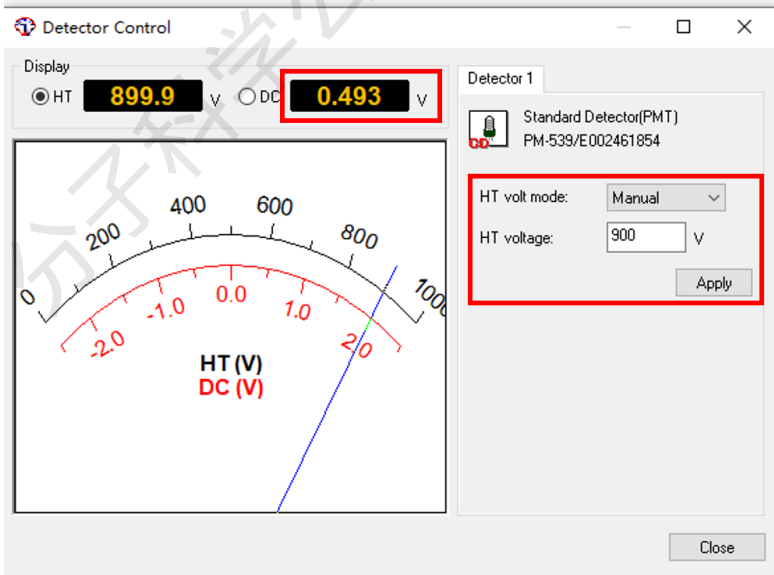


图 6-11 【Detector】参数设置

点击  【Sample Measurement】开始采集 CPL 光谱。采集过程中，图谱会实时显示采集的数据；测完之后，会自动弹出【Spectra Analysis】的界面，测试数据自动导入此界面中；若在【Accumulation/cycle】设置了累计次数，最后的光谱图为根据采集次数多次平均后的值。在【Spectra Analysis】界面中，依次点击【Processing】-【CD Options】

- **【CPL】**，此时软件自动计算出 CPL 相关的数据，包括 $g(lum)$ 值和 Delta I 值，此时生成的数据文件以 **【Memory-】** 开头，需要手动更改数据名称和导出需要的格式。

- ① **手动平均**：如果需要将几组数据进行对比，只需要将数据选中，拖拽至待对比数据的 **【View】** 中进行比较。在包括两组及以上数据的 **【View】** 中，依次选择 **【Processing】** - **【Common options】** - **【Data Accumulation】**，可以得到多组数据的平均值。
- ② **单个 Channel 的图谱导出**：选中某一数据，依次选择 **【Processing】** - **【Common options】** - **【Channel Conversion】**，然后在下拉菜单中选中需要的 Channel，点 **【Add】** 后，再点 **【OK】**，就可以导出特定 Channel 的图谱。
- ③ **标峰**：选中图谱，依次选择 **【Processing】** - **【Peak Processing】** - **【Peak Find】**，在 **【Noise level】** 设置参数后，点击 **【Apply】** - **【OK】**，高于设置值的峰会自动标出。

6.4 温控附件的安装和软件设置

6.4.1 安装附件

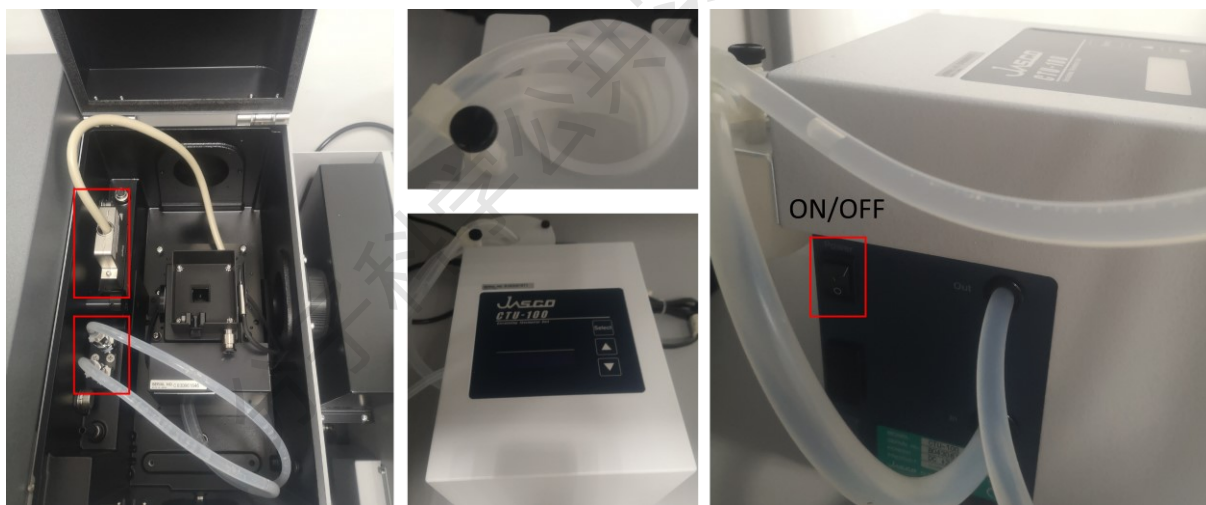


图 6-12 温控样品支架的安装

温控装置的控温范围是 -15~120 °C。

关机卸载液体常规样品支架，按 6-11 左图所示安装水管和电缆；温控支架安装在槽内，观察支架的光路是否与光源对齐，一般情况下支架卡稳后，光路是自动对齐的。温控装置除了支架外，还包括水槽和泵；水槽装满水后，另一端与支架内的快接头正确连接后，才能打开水泵的开关。**请务必确认水管快接头连接正确后再开水泵开否，以免水会流出来损坏仪器。**以上操作全部完成后，先打开水泵开关，再打开仪器电源开关。关机时，需要先关水泵，再关仪器。

6.4.2 恒温测试

CPL 的信号通常是很弱的，常是在几个固定温度下进行测试，很少进行全光谱的变温测试。点击桌面上的【SpectraManager】打开软件，点击【Instrument】的【Spectra Measurement】，软件会自动识别出所安装的温控支架，如图 6-13 所示。

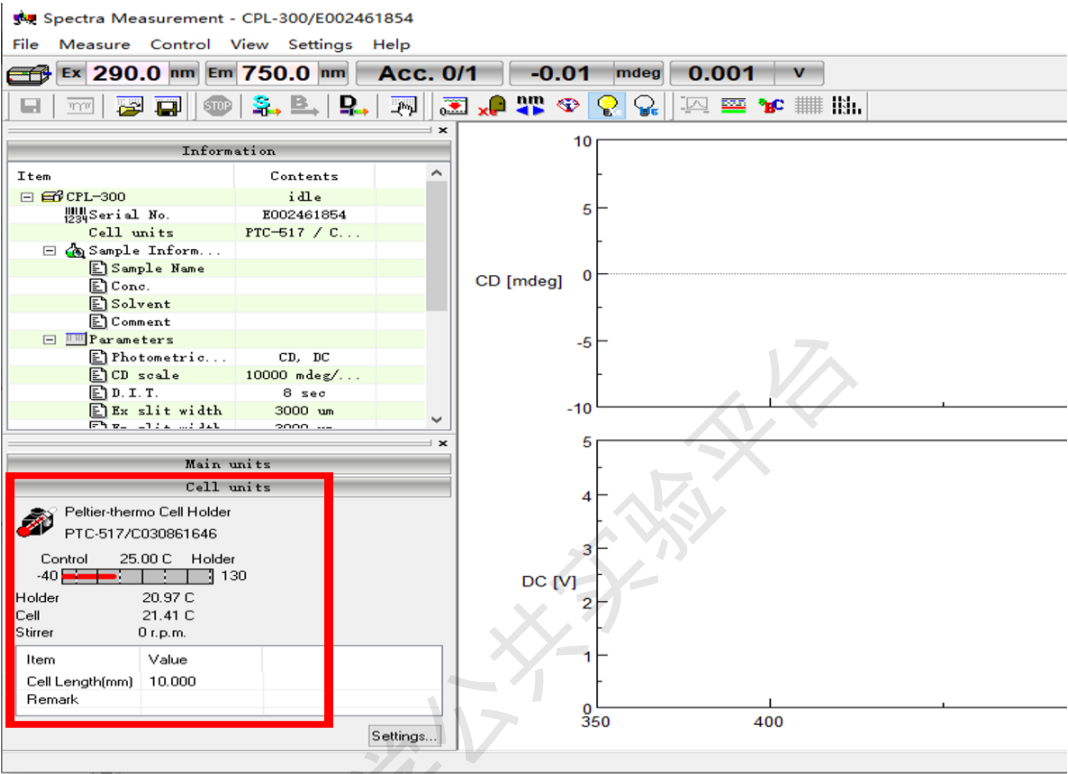


图 6-13 温控装置的软件界面

点击  【Parameters】图标，与常规支架比较，温控装置多了一组【Cell unit】的页面，其他的页面参数设置同上所述。

温控装置的【Parameters】参数设置:

【General】页面如图 6-14，【Channels Num】设置为 2 个，分别为【CD】和【DC】

- ① 【Ex wavelength】设置：根据 CD 光谱和荧光激发光谱的重叠部分的最大值来设置，【Start】和【End】：根据荧光发射光谱进行设置，其中【End】要大于【Ex wavelength】50 nm。
- ② 【D.I.T】：扫描速度，通常至少设置为 4 秒及以上。设为 4 秒时，【Scanning speed】最大为 100 nm/min；设为 8 秒时，【Scanning speed】最大为 50 nm/min。

③ 【Ex bandwidth】和【Em bandwidth】：根据待测样品的信号进行优化。

【Accumulation/cycle】是多次平均，CPL 信号通常非常弱，可以通过多次平均增加信噪比。

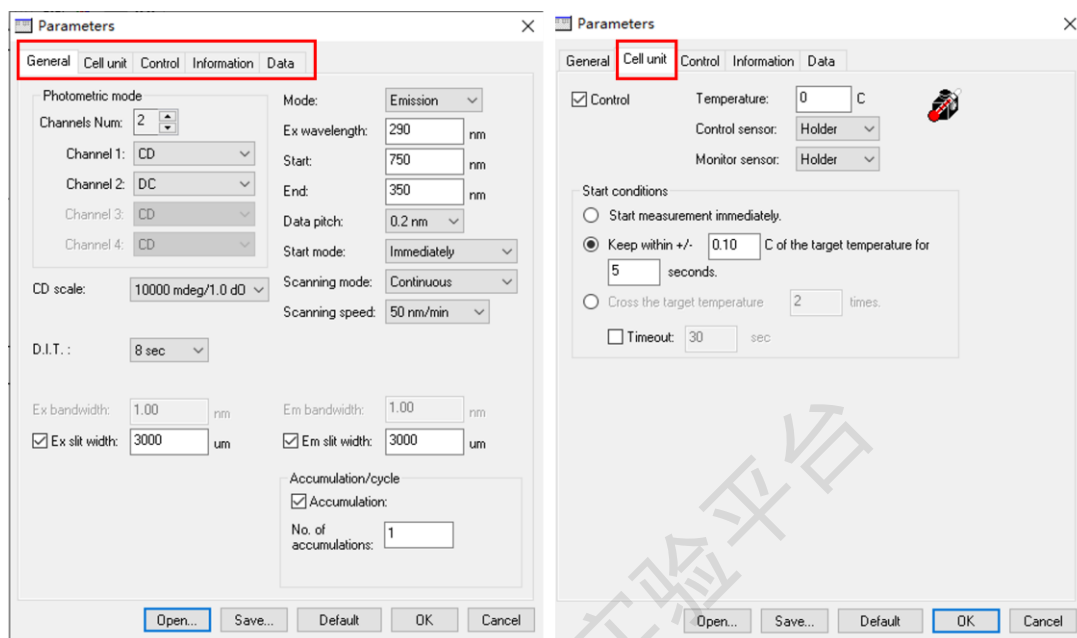


图 6-14 温控装置的【Parameters】参数设置

【Cell unit】是温控支架独有的页面，如图 6-14 所示，设置如下：

勾选【Control】，【Temperature】输入设置温度，【Control sensor】和【Monitor sensor】需要保持一致，同时选【Holder】或者同时选【Cell】，一般情况下都同时选择为【Holder】。

【Start Conditions】选择第二项（Keep within +/- of the target temperature for 5 seconds），在目标温度设置误差范围，稳定几秒后开始测试。

【Control】页面保持默认设置。

【Information】页面填写样品的相关信息。

【Data】页面可以设置自动储存数据及自动导出数据。

在【Spectra Measurement】点击  【Shutter】图标打开氙灯，然后点击  【Move wavelength】图标，输入【General】页面中【Ex wavelength】中的值和荧光的最大发射波长。点击  【Detector】图标，将【HT volt mode】改为【Manual】，调整【HT Voltage】的值，使【DC】的值在 0.5 V 附近。

点击  【Sample Measurement】开始采集 CPL 光谱，此时页面会自动弹出温度控制的提示，等温度稳定后，开始自动测试。测完之后，会自动弹出【Spectra Analysis】的界面，数据处理的方法同前面一样（参见 6.3.6），不再赘述。

6.4.3 单波长变温测试

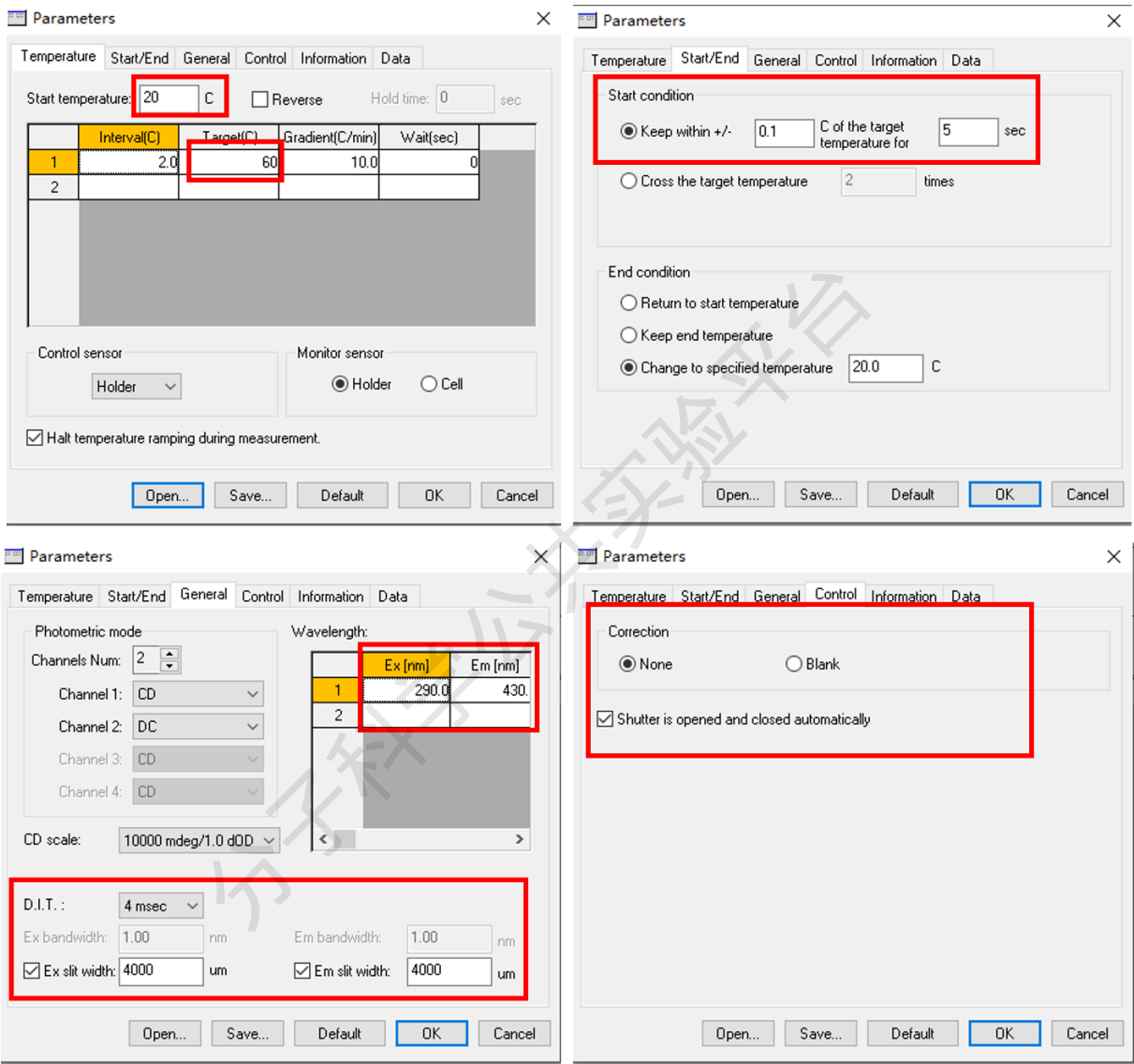


图 6-15 单波长变温测试的参数设置

点击【Instrument】的【Variable Temperature Measurement】选项，点击  【Parameters】图标，如图 6-15 在【Temperature】页面设置变温步长、变温范围和变温速率；【Control Sensors】和【Monitor Sensor】通常都选【Holder】；勾选【Halt temperature ramping during measurement】。【Start/End】设置开始测试时保持温度稳定的条件，【General】设置【CD】、【DC】通道及【Ex】和【Em】波长，【Variable Temperature

Measurement】模块中的变温测试只是单一波长激发下测试单一发射波长随温度的变化曲线。

6.4.4 全光谱变温测试

点击【Instrument】的【Temperature Interval Scan Measurement】选项，点击【Parameters】图标，在【Temperature】页面设置变温步长、变温范围和变温速率；【Control Sensors】和【Monitor Sensor】通常都选【Holder】；【Start/End】设置开始测试时保持温度稳定的条件；勾选【Halt temperature ramping during measurement】。其余的【General】，【Control】，【Information】，【Data】页面方法与前面常规测试一致，测试方法也一致。点击【Shutter】图标打开氙灯，然后点击【Move wavelength】图标，输入【General】页面中【Ex wavelength】中的值和荧光的最大发射波长。点击【Detector】图标，将【HT volt mode】改为【Manual】，调整【HT Voltage】的值，使【DC】的值在 0.5 V 附近。

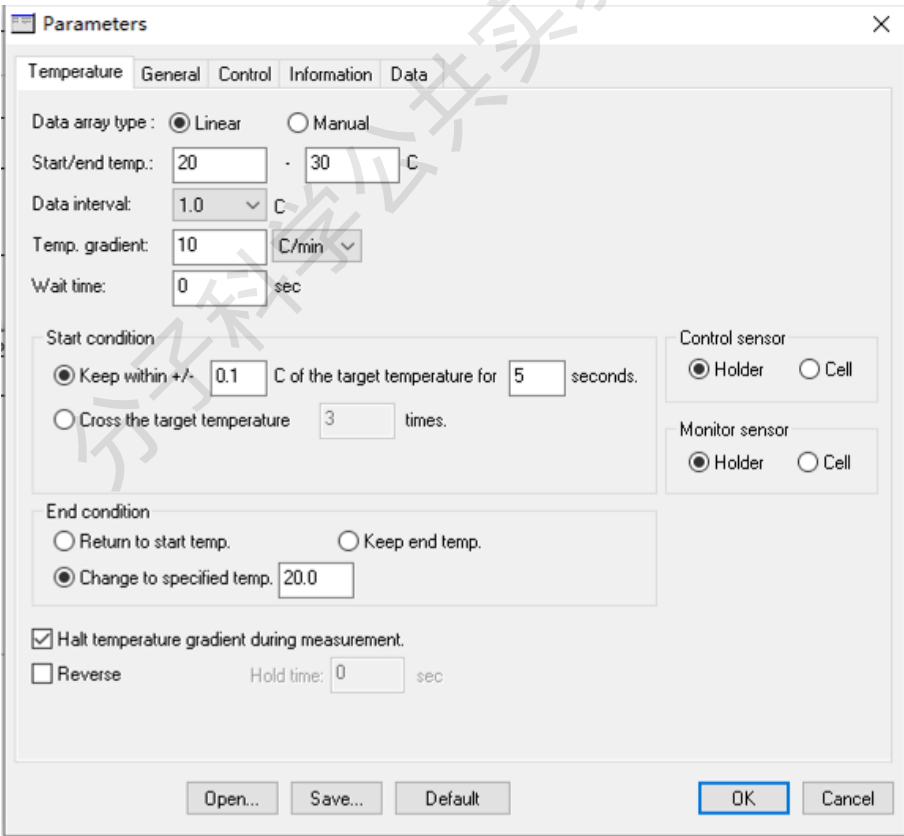


图 6-16 全光谱变温测试的参数设置

7. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

8. 记录

《仪器设备使用记录本》

分子科学公共实验平台

仪器设备使用记录本										
仪器名称	日期	测试人	导师(PI)	测试内容	测试方式		仪器状态		机时 (起止时间)	联系电话
					送样	自主 操作	使用前	使用后		

注意：使用前先检查仪器状况，正常方可操作，一旦测试使用，默认为测试前仪器状态为正常。测试后记得取走样品再关机。紧急联系电话：18998382617，13656817706。