

文件编号: Q/WU FLHA19100040R019

版本号: V1.0

受控状态:

分发号:

分子科学公共实验平台

质量管理文件

原位红外光谱仪

METTLER TOLEDO REACTIR 15

标准操作规程

2020 年 9 月 1 日发布

年 月 日实施

理化公共实验平台 发布

修订页

修订日期	版本号	修订说明	修订	审核	批准
2020.8.18	V1.0	发布试行	陈中	卢星宇	

目 录

- 1. 目的 4
- 2. 范围 4
- 3. 职责 4
- 4. 内容 4
 - 4.1. 仪器连接 4
 - 4.2. 软件操作-仪器配置 6
 - 4.3. 软件操作-标样测试 7
 - 4.4. 软件操作-原位实验和数据处理..... 7
- 5. 相关/支撑性文件..... 10
- 6. 记录 10

1. 目的

建立原位红外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 REACTIR 15 原位红外光谱仪的用户。

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实验室技术员。

3.2 实验室技术员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

4. 内容

4.1. 仪器连接

4.1.1 如图 4-1 所示, REACTIR 15 原位红外光谱仪主要部件由主机和探头组成。



图 4-1 REACTIR 15 原位红外光谱仪的主机（左）和探头（右）

4.1.2 探头是由哈氏合金段、光纤段和主机端口三部分组成的, 平时一般放在专用保护盒之内, 用户使用时取出, 取出时需要特别小心, 保证探头段和光纤段不能有任何小角度的对折, 否则会直接破坏探头。本仪器配套两支探头分别为硅和金刚石晶体, 用户根据反应体系选择合适的探头, 特殊体系可参考附录 1。

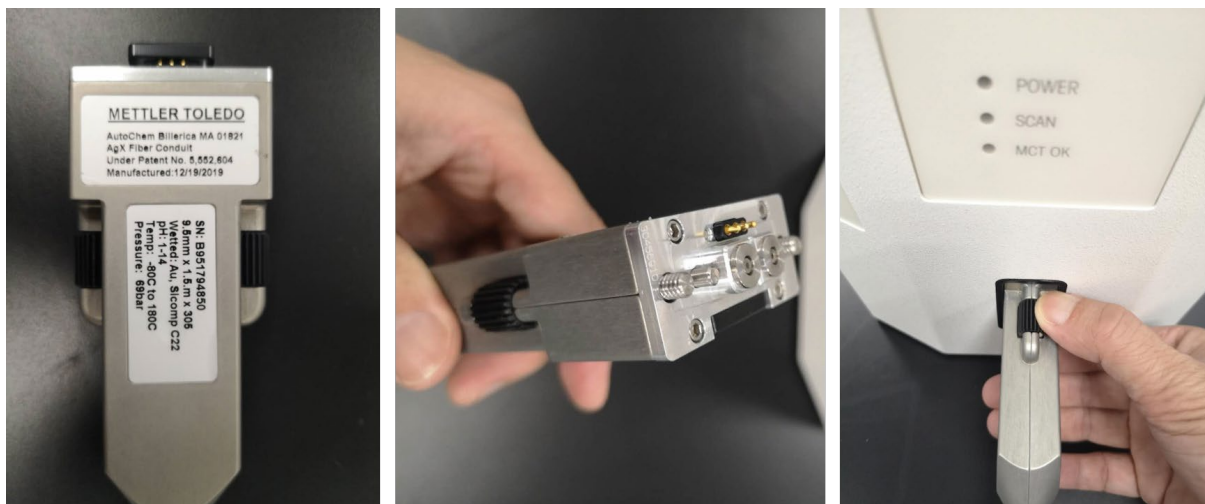


图 4-2 探头和主机的连接

4.1.3 将探头取出后，将保护盖移开，小心地将探头插入如图 4-2 所示的位置，并将探头主机端口上下的螺丝拧紧。



图 4-3 主机电源线和 USB 线的连接

4.1.4 如图 4-3，将主机背面的左边的电源线和右边的 USB 数据线分别与电源插座及笔记本电脑连接。

4.1.5 在完成电源线和 USB 的连接后，在主机的前面能看到【POWER】灯亮，【SCAN】灯闪烁，表面电源和数据连接正常。此时【MCT OK】的灯是不亮的。MCT 检测器需要在液氮制冷下才能工作，加液氮的过程如图 4-4 所示，当液氮加满检测器后，【MCT OK】的灯此时是亮的，说明检测器可以正常工作了。

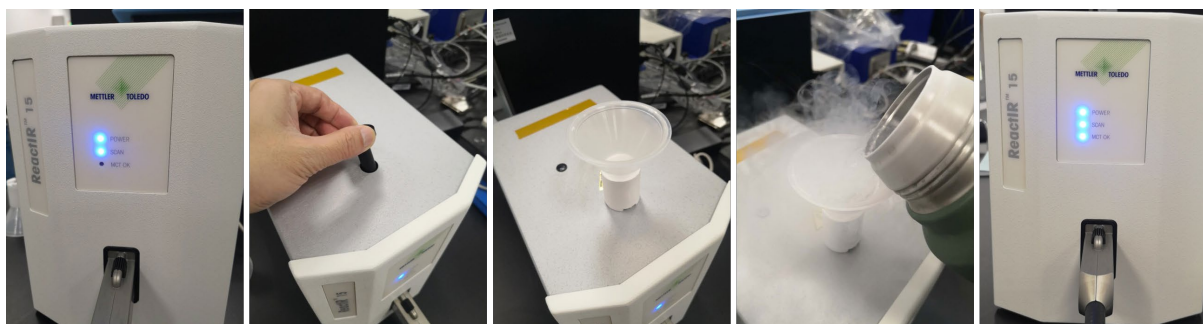


图 4-4 MCT 检测器加液氮

4.2. 软件操作-仪器配置

4.2.1 在与主机数据线相连的笔记本电脑桌面上双击【iC IR 7.1】打开原位红外光谱仪的操作软件，点击【Instrument】，观察仪器的状态【Status】是否准备好【Ready】，在【Probe Tip】选择与实际使用探头对应的选项（Silicon 或者 Dimond），其他参数不需要更改。

4.2.2 背景采集：将探头插入空的反应釜里，点击【Collect Background】，采集一个空的背景信号，如图 4-5 所示，然后点击【Done】。

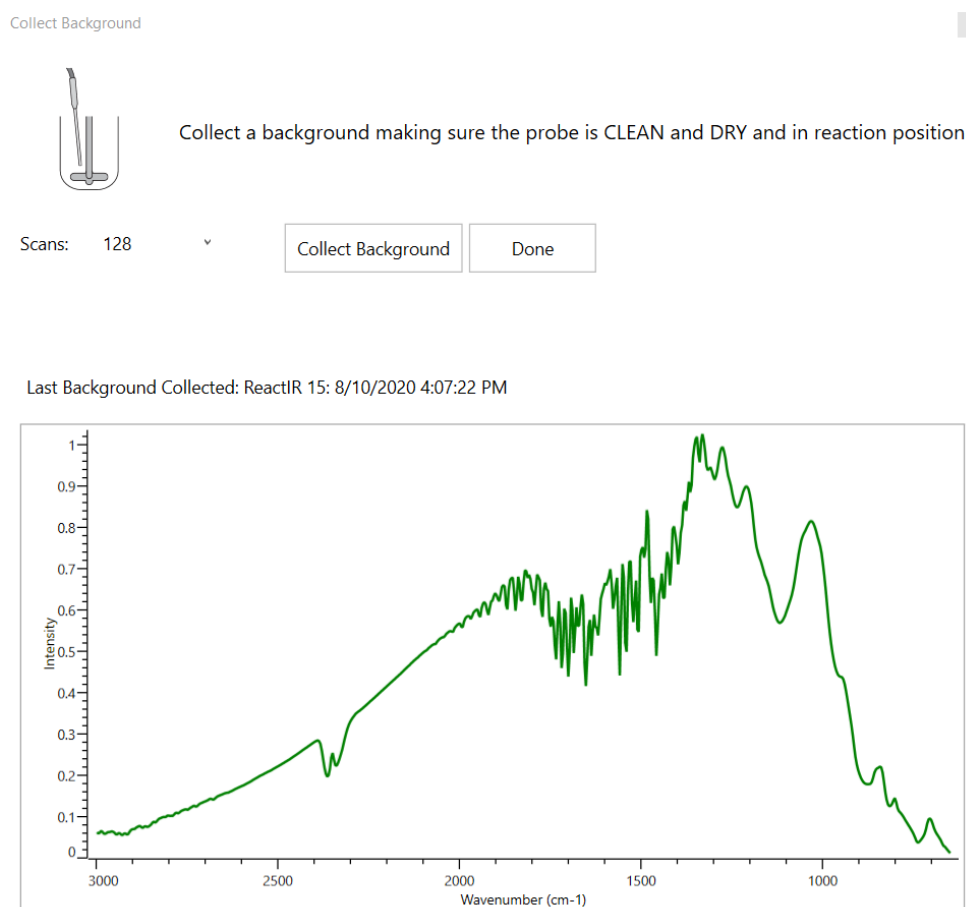


图 4-5 原位红外背景信号采集

4.2.3 【Instrument】-【TEST】-【Alignment Test】窗口打开, 可以观察仪器的各项参数, 其中【Contrast】要求在 10 以上, 【Peak Height】在 18000 至 22000 之间波动, 【Peak Location】在 900-1100 之间波动。如果以上的值偏低, 可以再次将探头擦干净, 如果仍然偏低, 请联系实验室技术员。

4.3. 软件操作-标样测试

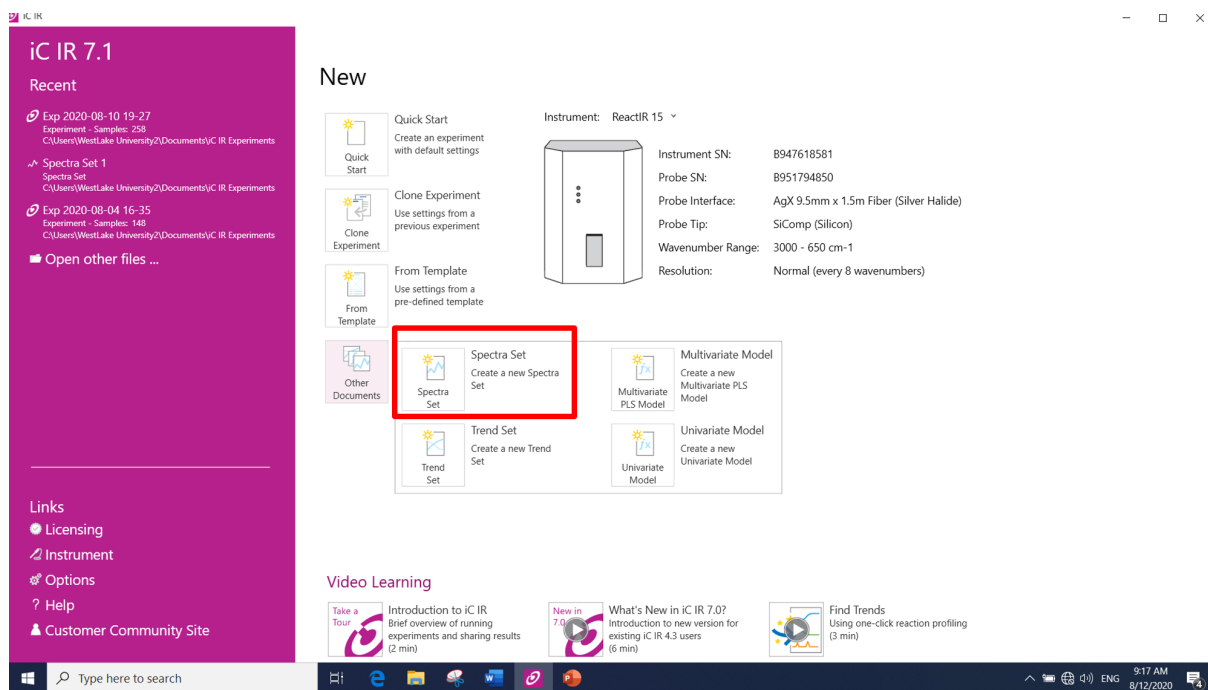


图 4-6 标样测试界面

4.3.1 正式实验之前, 可以先对参比谱图或者产物纯谱进行采集: 如图 4-6, 【New】-【Other Documents】-【Spectra Set】, 根据图片提示, 此时的探头未放进液体, 点击【Collect Background】, 软件会提示先存档文件, 选择好存档位置后, 在弹出的窗口再次点击【Collect Background】, 待采集完背景信号后, 点击【Done】。然后在【Collect Reference】先命名, 在【Type】里选择相应的名称, 其他的不用选择, 点击【Collect Spectrum】, 仪器会采集参比图谱, 完成后, 点击【Next】, 此时会显示探头的状态是否干净, 将探头从液体中拿出来, 用纸巾擦干净后, 当【Test Status: Clean】出现时, 表明探头已经是干净的, 再点击【Next】完成。如果需要测试下一个样品的话, 再次点击主页面的【Collect Reference】, 如上再走一遍流程就行。一般来说, 对每个反应最好都对原料、产物和溶剂都进行纯谱采集。溶剂可以直接测试纯料, 其他原料或者产物都配成溶液进行测试。

4.4. 软件操作-原位实验和数据处理

4.4.1 谱图采集：点击【New】-【Quick Start】，在弹出的窗口中填写文件名，选择文件存档位置，在【Duration】中选择实验的预估时间和每个光谱之间的间隔时间。点击【Create】，此时会弹出窗口让做样品之前采集空白背景，将探头插入反应釜里，并且反应釜没有任何样品，点击【OK】采集空白背景。当采集完背景后，就进入实验开始阶段，观察窗口的状态栏，黄色的表示实验未开始或者暂停。此时，在【Enter Note】里填入此时体系内的溶剂或者反应物。先在菜单栏的【VIEW】选择 4 个窗口同时显示，点击【开始】，此时状态栏变绿，开始实时采谱。

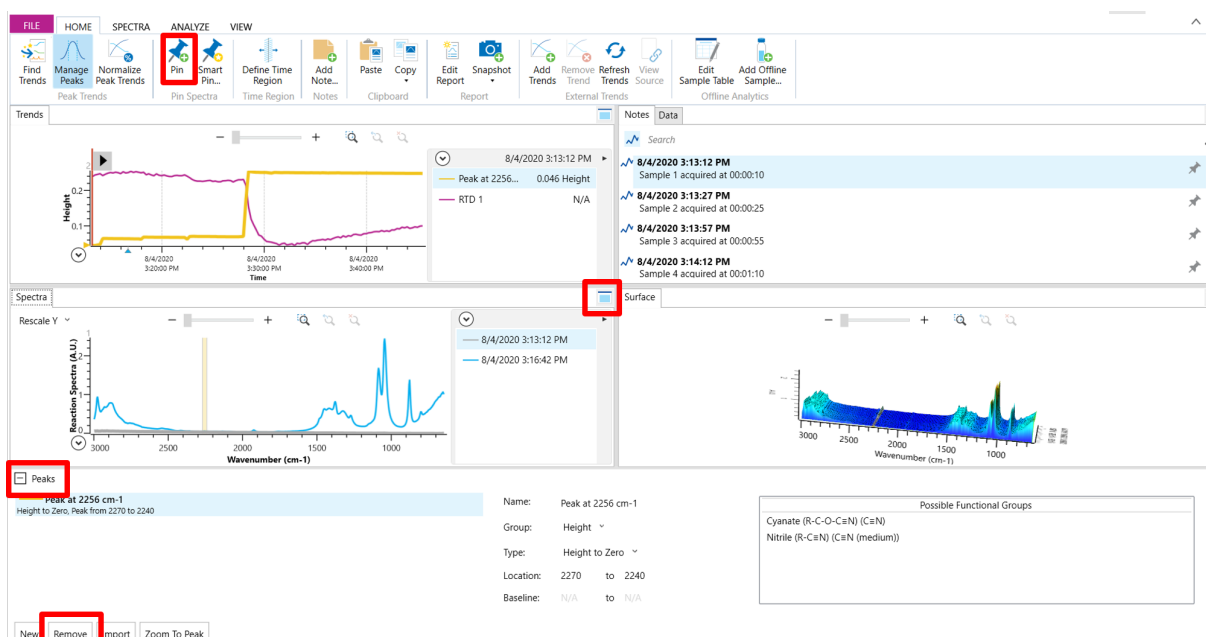


图 4-7 原位实验界面

如图 4-6，左上角的【Trends】窗口里的第一条 RTD1 曲线是温度记录曲线，还可以显示特征峰的变化趋势。左下角的【Spectra】是红外光谱图，可以选择任意时间点的光谱和即时的光谱。右上角的是每张光谱图的采集时间及还能记录 and 编辑实验过程中的每个【Notes】。此外，在本窗口中选择某一时间的光谱，点击【Pin】，此时这个光谱将被显示下左下角的【Spectra】中。右下角是所测样品的光谱随着时间变化的三维图谱。对【Spectra】和三维图谱都可以点击放大，进行目标区域的放大操作，或者直接拖/拉坐标轴改变目标区域的位置。在选择某一特征峰上双击，在【Spectra】窗口下面将出现【Peaks】小窗口，表明这一特征峰将生成一条【Trends】曲线，可以通过峰高、峰面积等参数生成不同类型的【Trends】曲线；选中某一特征峰后，点击【Remove】将当前峰和【Trends】曲线都同时进行移除。

4.4.2 数据处理:

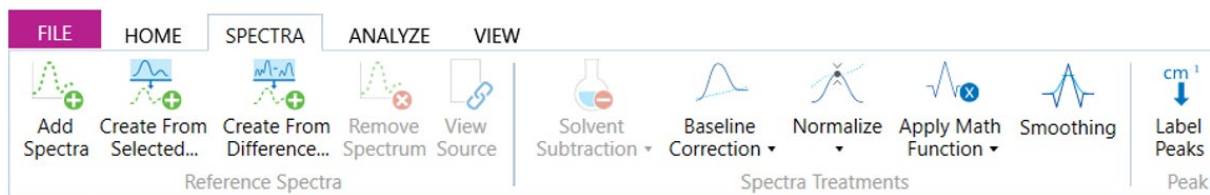


图 4-7 数据处理界面

【Solvent Subtraction】：有两种方法扣除溶剂谱图，第一种方法是点击【Add spectra】直接选择一张以前的溶剂谱图进行扣除。第二种方法在图 4-6 右上角的【Notes】窗口中，选中最开始未加其他反应物的某一时间点，点击【Created From Selected】创建一张溶剂图谱，最后再点击【Solvent Subtraction】可以对溶剂信号进行扣除。

【Baseline Correction】：在基线校正窗口中选择【Baseline offset】，选择某一点作为最低点进行基线校正，一般基线校正在中途加液氮或者升温过程中基线不稳定时需要校正。

【Apply Math Function】：当反应过程中，一些峰的位置靠得很近又相互重叠时，我们很难判断如何选峰是比较合理的，此时点击【2nd Derivative】进行二阶微分后，很容易将相邻的峰进行区分，便于我们进行峰的选择和跟踪。

【Find Trends】：在反应的过程中，有时我们对特征峰的判断并不那么敏感，此时只需点击【Find Trends】功能，软件就自动寻找各特征峰的变化趋势，从软件自动选择的各个【Components】成份中的特征峰进行勾选后，点击【Add Trends】就实现了特征峰的选择。通过与测试之前采集的反应物和生成物纯谱进行对比，我们就能确定这些特征峰是否正是我们需要的特征峰。

4.4.3 结束实验

在绿色状态栏中点击【STOP】按钮，将探头从反应体系中拿出，再次进行探头的清理，当【Test Status: Clean】出现时，表明探头已经是干净的，此时软件会再次要示采集一次背景，点击【Collect Background】，再点击【Done】完成。

4.4.4 数据导出

在【HOME】主页面中选择【COPY】-【Chart Image】或【Chart Legend】可以将趋势图或者注释栏以图片的格式拷出，其余三个框也以同样的方式将数据以图片的方式导

出，三维图谱通常是先放大至目标区域后再导出。除此之外，选中某一特征波峰，可以直接将数据复制至 Excel 中，用于第三方软件作图。

4 相关/支撑性文件

5.1 Q/WU FLHR001 文件编写规范

5 记录

《仪器设备使用记录本》（科研实施与公共仪器中心通用版）

附录 1 探头的兼容性

传感器	反应体系	兼容性
DiComp & SiComp	叠氮化, 氰基化合物	推荐 PTFE 密封圈,但浓度低(mmol 级别) 时用黄金密封圈也可以
DiComp & SiComp	王水	必须 PTFE 密封圈
DiComp & SiComp	液溴	不影响传感器, 对 C22 有影响, 需用特制材料如钛合金
DiComp & SiComp	苯并噻唑/CuCl ₂	腐蚀 HC22, 可能钛合金或钕合金适合
DiComp & SiComp	NBS/NCS,T>60	不影响传感器, 对 C22 有影响, 钛合金更适合
DiComp & SiComp	高温高浓度酸	对传感器和密封圈没有影响, 对 C22, C276 有腐蚀, 对 C22 腐蚀小些, 推荐先用测试片
DiComp & SiComp	VOC13/乙腈, 室温, 10min	C22 腐蚀, 传感器没影响
DiComp & SiComp	Cu/过氧化物体系	C22 腐蚀
SiComp	pH>10	不适合用硅传感器
SiComp	浓盐酸、硫酸、硝酸	会腐蚀硅传感器, 明显降低其性能
SiComp	卤代化学, 特别是氟	会腐蚀硅传感器, 明显降低其性能, 但是对钻石传感器没有影响

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		

请注意：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况为正常，测试后记得取走样品再关机。紧急联系电话：*****