

文件编号：WU-ISCMS-QM 20204180

版本号：V2.0

受控状态：

分发号：

分子科学公共实验平台

质量管理文件

自动旋光仪 Rudolph Autopol IV-T 标准操作规程

2019 年 11 月 08 日发布

年 月 日实施

分子科学公共实验平台 发布

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 Rudolph Autopol IV-T 自动旋光仪使用制度	3
5.2 Rudolph Autopol IV-T 自动旋光仪预约制度	3
5.3 Rudolph Autopol IV-T 自动旋光仪培训考核制度	4
6. 内容	5
6.1 样品准备	5
6.2 开机和预热仪器	5
6.3 仪器操作界面	6
6.4 结束前的检查	12
7. 相关/支撑性文件	12
8. 记录	12

分子科学公共实验平台

1. 目的

建立 Rudolph Autopol IV-T 自动旋光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 Rudolph Autopol IV-T 自动旋光仪的用户。

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:

① Acknowledgement: 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.

② Coauthorship 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积水。

5. 光谱实验室仪器设备管理规范

5.1 Rudolph Autopol IV-T 自动旋光仪使用制度

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. 样品如需回收请在测试后尽快取回，一周未取回，平台将作化学废弃物处理。

5.2 Rudolph Autopol IV-T 自动旋光仪预约制度

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。根据预约制度可登陆大仪共享网站即时预约机时，包括周末；寒暑假及法定节假日请关注平台实时通知。

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	无限制	1. 旋光度测试 2. 比旋光度测试
	送样测试		
	维护/开发测试		

- (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 Rudolph Autopol IV-T 自动旋光仪培训考核制度

校内教师、研究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, 可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, 给予重考惩罚、培训费翻倍。

对接受培训人员的核心要求:

- (1) 了解 Rudolph Autopol IV-T 自动旋光仪的基本原理及其应用的多学科背景知识;
- (2) 熟练掌握自动旋光仪软件系统, 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

完全透明的溶液 2 mL, 浓度一般为 10 mg/mL。由于样品支架为塑料, 不可使用强酸强碱溶液。

- 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 开机和预热仪器

6.2.1 仪器主机: 图 6-1 是 Autopol IV-T 自动旋光仪的正面和背面实物图。如下图所标, 开机时直接按下在仪器背面的主机电源键。



图 6-1 Rudolph Autopol IV-T 自动旋光仪的正面和背面

6.1.2 系统登陆 现阶段用户开机预热 15 分钟后可直接使用，已不需要通过电脑登陆基理系统，请在仪器使用记录本上做好使用登记。后续如开机后电脑启动基理登陆界面，如图 6-2，如出现一卡通用户界面，可用个人一卡通账号密码登录，如为 Administrator 账号锁屏，请稍作等待直至弹出一卡通登陆界面。

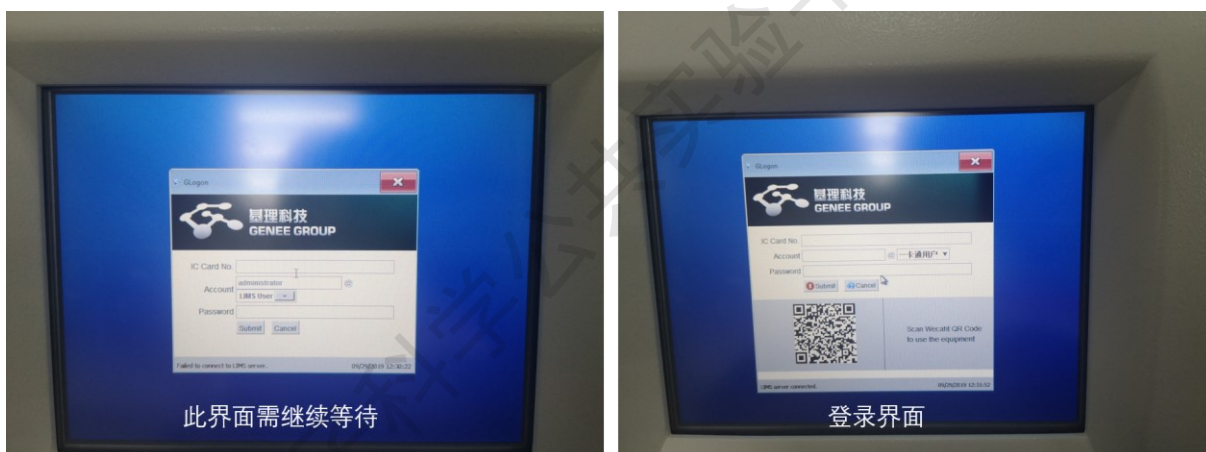


图 6-2 仪器开关图示

6.3 仪器操作界面

6.3.1 操作界面

- (1) 图 6-3 和 6-4 为旋光仪的参数设置界面和测试界面，可通过点击屏幕中部左侧的【Readings】和【Main Menu】进行切换。界面图上包括实时读数、各测定参数、状态栏、测量结果、开始/停止、波长设定、溶剂调零及其他设定等常规操作控制。
- (2) 本仪器直接测试的参数为旋光度【Optical Rotation】，并能通过测试旋光度计算比旋光度【Specific Rotation】、浓度【Concentration】和糖度值【°Z 589】。

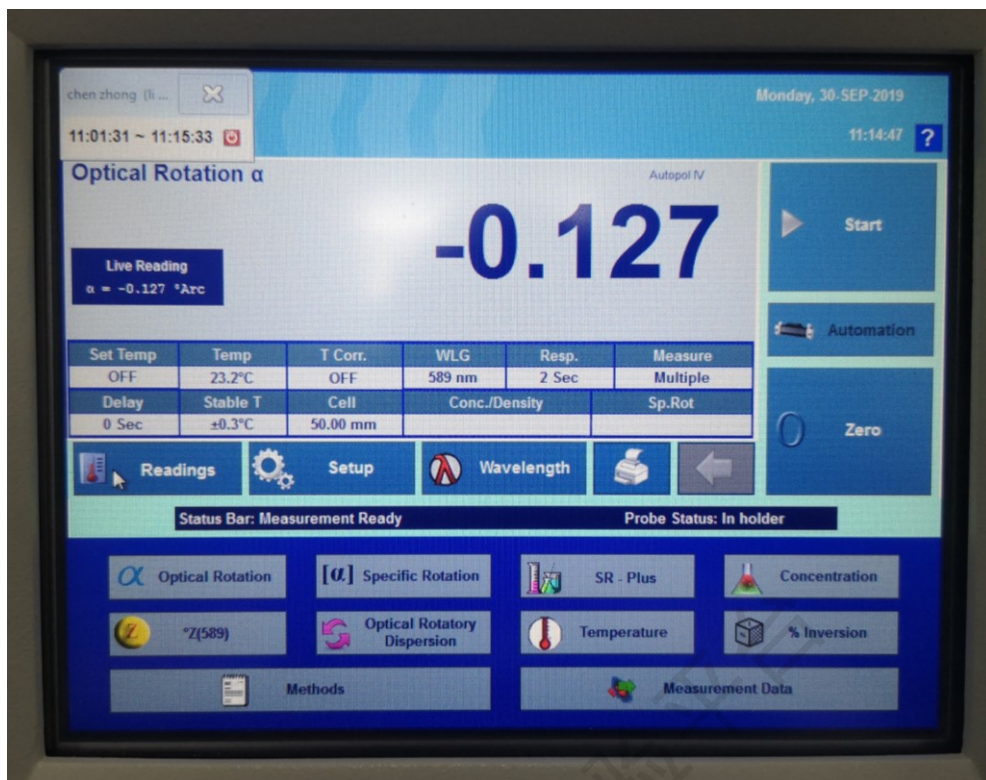


图 6-3 旋光仪参数设置主界面



图 6-4 旋光仪测试主界面

6.3.2 参数设置

- (1) 打开仪器电源后, 需要预热 15 分钟以上。
- (2) 设定测定条件, 包括①测量模式选择 (旋光、比旋、浓度测定等); ②波长选择 (本仪器只能为 589 nm); ③温度控制; ④测量次数; ⑤其他参数

内部文件, 请勿随意转发、打印、复印

具体设置方法如下:

- ① 测量模式选择 (以测旋光度为例): 在图 6-3 的参数设置面板, 点击【Optical Rotation】, 出现如 6-5 图的旋光度参数界面, 选择相应的样品管长度和测量次数, 点击【Set】保存。



图 6-5 【Optical Rotation】参数设置图示

- ② 波长 (只提供 589 nm)
- ③ 温度设置, 在图 6-3 的参数设置面板, 点击【Temperature】, 进入温度设置模块 (图 6-6), 选择或者输入相应的温度, 点击【Set】, 设置完成。

【注意】: 当选择样品管长度为 100 mm 或以下时, 只有右侧帕尔贴起温控作用, 因此, 样品管必须在样品腔靠右侧放置。



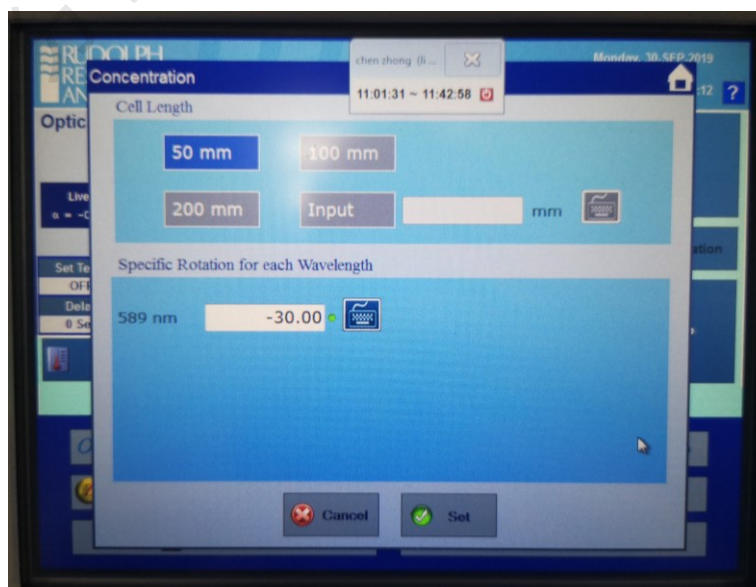
图 6-6 【Temperature】参数设置图示

④ 测量次数的设定

在主界面(图 6-3)上依次点击【Setup】-输入密码 123-【Measurement】-【Mode】-【Continue/ Single/ Multiple】-【Save & Exit】，选择【Multiple】需要输入相应次数。

⑤ 比旋光度【Specific Rotation】、浓度【Concentration】和糖度值【°Z 589】的设置

如下图 6-7 所示，旋光度【Specific Rotation】、浓度【Concentration】和糖度值【°Z 589】的设定界面基本类似。因为 $[\alpha]D = \alpha / (L \times C)$ ，其中， $[\alpha]D$ 为比旋光度； α 为旋光度； L 为样品管长度； C 为样品浓度。根据公式，除了给出样品管的长度值 L 之外，测试比旋光度【Specific Rotation】，还需要给定【Concentration】值，而测试【Concentration】值则需要给定【Specific Rotation】值。【°Z 589】与波长有关，需要固定一个波长，测量次数可手动输入。



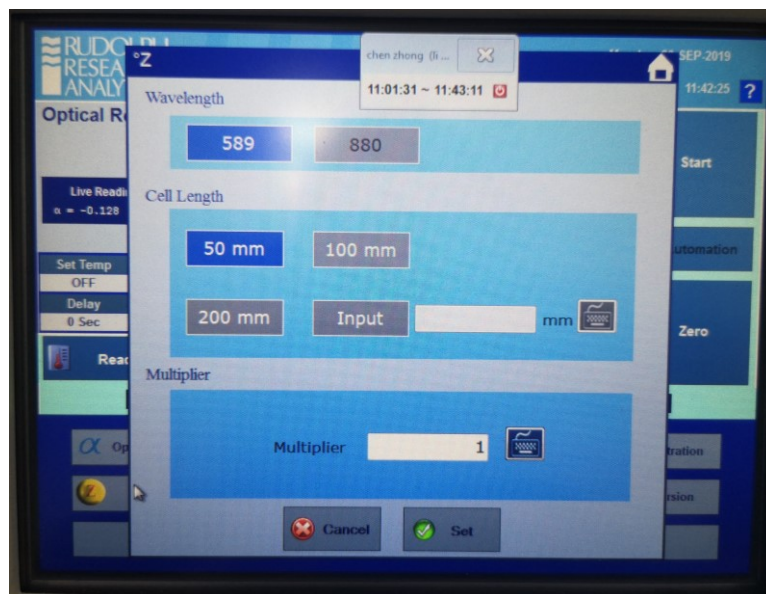


图 6-7 【Specific Rotation】、【Concentration】和【°Z 589】参数设置

- ⑥ 为了简化上述各项参数的设置，我们建立了最常用的几类方法。在图 6-3 的主界面上，点击【Methods】，弹出【Methods】对话框，如图 6-8，根据所测样品体系，可直接选择需要的方法进行实验。测比旋光度时，自动弹出浓度输入窗口提示，输入已知浓度即可。

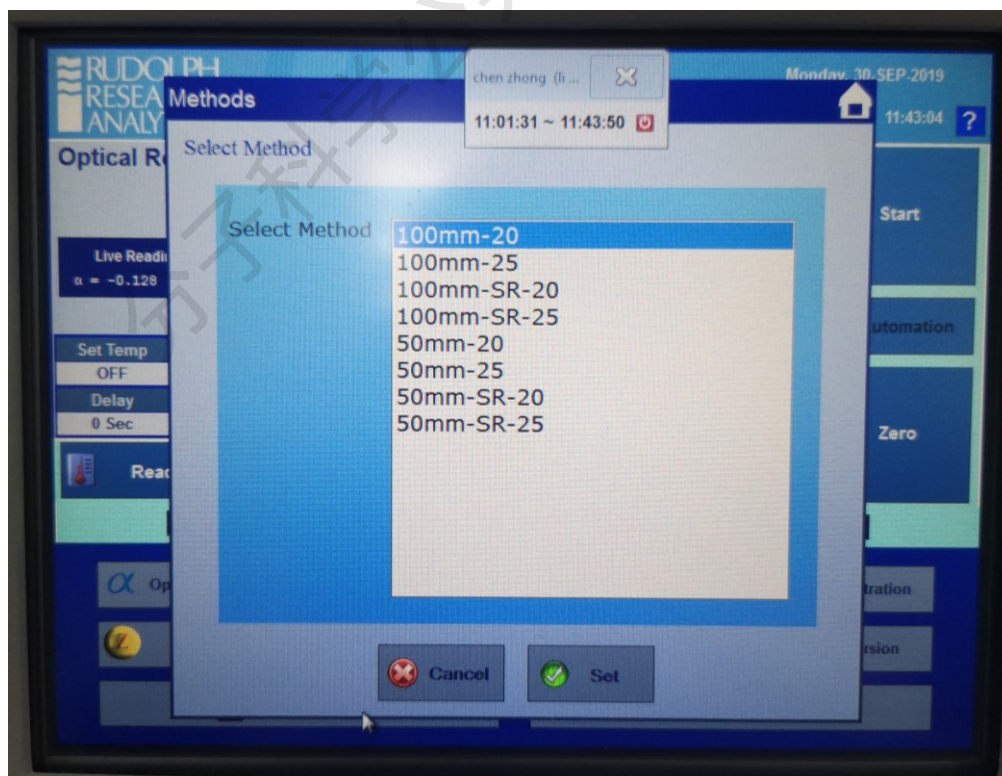


图 6-8 几种常用的测试方法

6.3.3 装样和测量

(1) 空白溶剂调零：如图 6-9 左图所示，溶液用注射器注入到样品池，注入时，样品管可适当倾斜，有利于气泡排出。来回抽提两侧注射器进行样品管清洗。如图 6-9 右图，注入空白溶剂后，对光从一侧的圆孔观察是否含有气泡。如有气泡，调零会有偏差，甚至出现【Dark Sample】的提示，无法完成测试。样品管靠右放置于样品腔内，注意紧贴温控面（图 6-10）。【Live Reading】稳定后，点击【Zero】调零。



方法代号	方法说明	测试结果
【50mm-20】	50 mm 长度样品管，20℃	旋光度
【50mm-25】	50 mm 长度样品管，25℃	旋光度
【100mm-20】	100 mm 长度样品管，20℃	旋光度
【100mm-25】	100 mm 长度样品管，25℃	旋光度
【50mm-SR-20】	50 mm 长度样品管，20℃	比旋光度
【50mm-SR-25】	50 mm 长度样品管，25℃	比旋光度
【100mm-SR-20】	100 mm 长度样品管，20℃	比旋光度
【100mm-SR-25】	100 mm 长度样品管，25℃	比旋光度

图 6-9 样品管加样示意图



图 6-10 样品管放置实物图

(2) 样品测量步骤:

- a. 倒出空白溶剂;
- b. 用待测样品溶液润洗样品管 2-3 次, 减少空白溶剂对溶液浓度的影响;
- c. 注入样品 (方法与注入空白溶剂相同);
- d. 用塞子堵住两端口, 一定要保证样品管内无气泡;
- e. 将样品管按要求放置样品测量腔, 插入温度探头 (图 6-10);
- f. Live Reading 稳定后, 点击【Start】开始测量;
- g. 当溶液满足温度的设定条件后, 显示测量值。

(3) 样品管清洗:

- a. 使用相应的溶剂多次冲洗样品管;
- b. 使用无水乙醇或者无水丙酮进行多次冲洗;
- c. 晾干后防尘保管。

6.4 结束前的检查

6.4.1 退出账号

6.4.2 关闭仪器

6.4.3 收拾桌面并处理废液

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》(科研实施与公共仪器中心通用版)

