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

快速反应动力学停流光谱仪 SX Stopped Flow Spectrometer 标准操作规程

2021 年 08 月 10 日发布

年 月 日实施

分子科学公共实验平台 发布

修订页

| 修订日期 | 版本号 | 修订说明 | 修订 | 审核 | 批准 |
|-----------|------|--------|-----|-----------|-----|
| 2021.8.10 | V1.0 | 发布试行 | 顾丹玉 | 陈中 | 卢星宇 |
| 2022.1.19 | V2.0 | 完善优化内容 | 顾丹玉 | 陈银娟 | 卢星宇 |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | 7 | |
| | | | | \langle | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | XF | | | |
| | | | | | |
| | | -KIV | | | |
| | | | | | |
| | | X-X | | | |
| | | | | | |
| | N. | 4 | | | |
| | | | | | |

| 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. | 光计 | 谱实验室仪器设备管理规范2 |
| 5 | .1 | 快速反应动力学停流光谱仪使用制度3 |
| 5 | .2 | 快速反应动力学停流光谱仪预约制度3 |
| 5 | .3 | 快速反应动力学停流光谱仪培训考核制度4 |
| 6. | 内约 | 容4 |
| 6 | .1 | 样品准备5 |
| 6 | .2 | 仪器介绍5 |
| 6 | .3 | 仪器开机与装置清洗7 |
| 6 | .4 | 单混合动力学测试9 |
| 6 | .5 | 三路混合动力学测试15 |
| 6 | .6 | 仪器关机及清理18 |
| 6 | .7 | PDA 阵列检测器安装与调试18 |
| 6 | .8 | 光源更换24 |
| 7. | 相 | 关/支撑性文件 |
| 8. | 记 | 录 |

目 录

Att and a second second

1. 目的

建立 SX Stopped Flow Spectrometer 快速反应动力学停流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快速反应动力学停流光谱仪的用户。

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:

(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。
- 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 快速反应动力学停流光谱仪使用制度

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;
- 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 快速反应动力学停流光谱仪预约制度

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. 停流吸收动力学光谱 2. 停流荧光动力学光谱 |

(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2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 快速反应动力学停流光谱仪培训考核制度

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) 了解快速反应动力学停流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 Pro-data SX 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;

<mark>注意</mark>: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

测试样品均为溶液,由于停流测试需要多次驱动进行管路冲洗及平衡反应,因此**测** 试溶液体积不少于 2 mL。

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



图 6-1 快速反应动力学停流光谱仪主要部件



图 6-2 停流装置具体结构

6.2.1 检测器介绍



图 6-3 快速反应动力学停流光谱仪检测器

6.2.2 光源介绍



图 6-4 快速反应动力学停流光谱仪光源种类

如图 6-3 和图 6-4 所示,快速反应动力学停流光谱仪可搭配多种检测器(吸收检测器、荧光检测器、PDA 检测器)和光源(氙灯、LED 灯、氘灯),最大程度地满足各类测试需求,包括吸收光谱与动力学、荧光光谱与动力学等。

6.3 仪器开机与装置清洗

6.3.1 仪器开机:

① 打开氮气阀门,压力调整至 0.6 Mpa;

② 打开氙灯电源开关, 30 s 后点 Start;

③ 打开电子控制系统,此时绿灯闪烁,仪器自检,绿灯常亮后打开桌面软件 Pro-data SX,此时红灯闪烁。

6.3.2 清洗装置

6.3.2.1 清洗驱动器

由于氙灯需要预热 20 min 左右来稳定强度,这部分时间可以先用超纯水对装置进行清洗。取干净的储液注射器吸取 2.5 mL 左右的超纯水,在驱动阀处沿顺时针方向插紧,驱动阀转至"Load"位(水平,从上往下看),如图 6-5 (a)所示。一手下推注射器活塞,一手辅助,向下方驱动器中缓缓注入超纯水,如图 6-5 (b)。随后上下推拉活塞棒以驱动水冲洗内壁,如图 6-5 (c)。换水重复此步骤 2-3 次。



图 6-5 清洗驱动器操作示意图

6.3.2.2 清洗管路内部

驱动器内装满水并把驱动阀转至 Drive 位置(竖直,从上往下看),将自动停止装 置台上的三角形阀门转至 Drive 位置(顶部尖头朝前),如图 6-6(a)所示。手动抬起 驱动器下面的活塞,将水驱动进入内部管路中,如图 6-6(b)。旋转三角形阀门至 Waste 位置(顶部尖头朝后),如图 6-6(c)。推动废液收集器活塞棒把废液排出,如图 6-6 (d)。再次将三角形阀门转至 Drive 位置,如图 6-6(e)。**重复上述步骤至驱动器内 水全部推出**。



图 6-6 清洗内部管路操作示意图

6.4 单混合动力学测试

6.4.1 吸收动力学

6.4.1.1 光路选择

光学池内有微型比色皿,可选择 2 mm 光程或 10 mm 光程。检测器始终与光缆线在 一条直线上,具体光缆线接入位置及检测器装载位置如下图。



图 6-7 不同光程检测器及光缆线位置图

6.4.1.2 软件设置

在 Pro-data SX 中点击,此时 Pro-data Viewer 窗口为 on-line 状态(不要点击 电脑桌面上的 Pro Data,这时为离线状态,仅可用于查看已有数据,但不能用于扫描测

试中),建立好数据存储位置,选择 进行命名。【Signal】下拉选择【Absorbance】 模式,【Trigger】选择【External】即外部进样。确定好所需检测波长,【Monochromator】 下的【Wavelength】输入,再点【set】。在【Time base】处设置需要测试的时长【Time(s)】 以及点数【Points】。【Sequencer】处提供三种测试模式,分别为光谱测试 Spectrum, 动力学测试 Kinetics,光谱-动力学测试 Spectra-Kinetics,选择动力学测试 Kinetics。

| | Pro-Data SX | – 🗆 X | 😰 Pro-Data Vie — 🗆 🗙 |
|----------------------------------|-------------------------------------------|---------------------------------|-----------------------------------------|
| Signal | | <u>₹ K?</u> | File View Directory Preferences Help |
| Absorbance | | | Windows: |
| Absorbance | Signal | Abe / Flu 2 00 | D:\Stopped flow data\GU Danyu |
| Fluorescence Photodiode Array | Absorbance v 2 AU | Abs. 7 Hu. 2 0.0 | |
| Voltage | 5.0000 | Fluorescence 0.0 | E- III - V - C |
| | 3,7500 | Temperature Control Unit | . Stopped low data do Danya |
| | | Temperature (C) Setting | · 20210806 - 20210807 |
| | solution | T-Ramp: Disabled. | |
| | ₹ 500 | X | |
| | 0.0000 | KSHU (Single Mixing) | |
| | | Temperature (C): 24.4 | |
| | Options Baseline | Shots remaining: 25 Reset | Set HV - Channel I (Absorba X |
| | Absorbance Transmission Reference | Drive Setup | 0.0 🗭 OK |
| | Fluorescence Recall | | |
| | | Empty Profiles | |
| | Monochromator | | AutoPM |
| | Wavelength (nm) 0.0 | 100.0 150.0 200.0 250.0 201 | |
| | | | |
| Trigger | Set Low 200.0 🔶 Hi | gh 280.0 🗘 Step 1.0 🌻 Set 🛛 Adv | |
| External | Timebase | | |
| Internal | External Time (s) 1 | V Logarithmic | |
| External Remote | Points 500 | Split Timebase | |
| Pre-Trigger | Pressure hold Samples: 160 | 12.5 us Adv | ^ |
| | Sequencer | \frown | |
| | □ Repeats 2 | OSpectrum | |
| | Timed intervals 0.1 v ms v | Spectra-Kinetics | |
| | Progress and Status | | |
| | Ready. | | × . |
| | | | Peady (On line) |
| | For Help, press F1 | NUM | Ready (On-line) |

图 6-8 Pro-data SX 软件设置界面图

- 6.4.1.3 空白及样品测试
- (1) 空白测试

在驱动器中加入空白样品,上下推拉活塞棒排出溶剂气泡。单色器狭缝调至 0.5 (仪器上 MONCHROMSTOR 的开关向上打开,调节狭缝),【Drive】3-5 次使空白试样进入光学池。如图 6-8,点击【Detector High Voltages】中【Abs./Flu. 2】栏的【...】处,进行【AutoPM】自动电压,再点击【OK】。电压值与检测器接收到的光信号成反比。 若为 1000 表示没有检测到光信号,请检查光路与检测器位置,或者检查光源推杆是否推入。随后点击【Baseline】下的【Reference】,仪器自动收集空白信号。

(2) 样品测试

在驱动器中加入样品,上下推拉活塞棒排出样品内气泡。【Drive】3-5 次使样品进入光学池。【Sequencer】处勾选【Repeats】可以设置测试次数,建议设置 5 次。点击【Acquire】收集数据,直至得到的吸收曲线稳定。观测获得的数据图,由于管路中留有空白样品,所以前几次的曲线可能不重叠;后面曲线的重复性一致,即为样品数据。需注意吸收信号不能超过 2.0,否则饱和,此时需要调整光程或者电压大小。

为保持仪器性能,每次实验后都必须清洗仪器驱动针和内部管路,避免残留污染或 长菌。

6.4.1.4 数据拟合及储存

将所有数据曲线拖入同一个坐标图,点击【Trace】选择【Selection Dialog】(或按快捷键 D),弹出处理界面。选中曲线,点击【Fit】弹出【Curve Fitting】窗口,可选择多种数学模型。选择【Single Exponential】,设置拟合范围【Fit Range】然后点击 【Estimate】,【Fit】,从右边拟合曲线和误差曲线来判断模型是否合适。点击【OK】 回到处理界面,生成Fit(f)为拟合曲线;Fit(r)为拟合误差。

选择无需显示或无需保留的曲线(中间处理过程的曲线),点击【Remove】删除, 点击【OK】回到坐标图。点击【File】选择【Save Current Plot】保存处理后数据曲线。





图 6-9 停流光谱仪数据处理及储存

6.4.2 荧光动力学

6.4.2.1 光路选择

光缆线位置始终与荧光检测器垂直,具体光程位置如图所示。



图 6-10 不同光程光缆线位置图

6.4.2.2 软件设置

在 Pro-data SX 中点击,此时 Pro-data Viewer 窗口为 on-line 状态(不要点击 电脑桌面上的 Pro Data,这时为离线状态,仅可用于查看已有文档,但不能用于扫描测

试中),建立好数据存储位置,选择 进行命名。【Signal】下拉选择【Fluorescence】 模式,【Trigger】选择【External】即外部进样。确定好所需检测波长,【Monochromator】 下的【Wavelength】输入,再点【set】。在【Time base】处设置需要测试的时长【Time(s)】 以及点数【Points】(建议 400-1000)。【Sequencer】处提供三种测试模式,分别为光 谱测试 Spectrum,动力学测试 Kinetics,光谱-动力学测试 Spectra-Kinetics,选择动力学 测试 Kinetics。

| Signal Fluorescence Absorbance Fluorescence Photodiode Array Voltage | Pro-Data SX File View Configuration Help Signal Fluorescence 0.0007625 V 10.0000 7.5000 9 2.5000 0.0000 0.0000 Dptions | Detector High Voltages Abs. / Flu. 2 0.0 Zero HVs Fluorescence 0.0 Zero HVs Temperature Control Unit Temperature (C) Stylings T.R.amp: Disabled. KSHU (Single Mixing) Temperature (C): 24.1 Shots remaining: 25 Reset | Pro-Data Vie — — × File View Directory Preferences Help Windows: — ~ D:\Stopped flow data\GU Danyu Et D: Composition P D:\Stopped flow data\GU Danyu D:\Stopped flow data\GU Danyu |
|-------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Trigger External Internal Remote | Emission mono Dual Pluorescence Emission scanning Excitation scanning Workelength (nm) Set Tigger External Time (s) 1 Points 500 | Drive Setup Empty Profiles 100.0 150.0 200.0 250.0 300 igh 280.0 \$ Step 1.0 \$ Set Adv.set V Logarithmic \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ \$ | 0.0 CK Instant effect More >> AutoPM |
| Pre-Trigger | Pressure hold Samples: 160 Sequencer Repeats 2 Triggered Timed intervals Ready. For Help, press F1 | 12.5 us Adv Spectrum Spectra-Kinetics NUM | Ready (On-line) |

图 6-11 Pro-data SX 软件设置界面图

6.4.2.3 样品测试

装载荧光样品,推入观测池。由于荧光测试灵敏度不高,优选 10 mm 光程,同时 将单色器狭缝调至 2.0 处(仪器上 MONCHROMSTOR 的开关向上打开,调节狭缝)。 安装适当的滤光片,阻挡激发波长同时能通过发射波长。【Drive】一次,随后点击 【Detector High Voltages】中【Fluorescence】栏的【...】处,进行【AutoPM】自动电压,

There confining voltages 4 《Fluorescence 4 栏的 (.... 4 处, 近代 《AutoPM 4 目幼屯压, 再点击【OK】。若为 1000 表示没有检测到光信号,请检查样品(熟练的使用者可以直 接输入经验电压值),光源推杆是否推入等。重复【Drive】与【AutoPM】步骤,直至 电压不变后才可点击【Acquire】收集数据,荧光测试信号超过 14.0 会饱和,需手动增 加电压。如果样品荧光信号非常弱,考虑增大 10 倍以上浓度,或更换 LED 光源,或者 减小电压。

为保持仪器性能,每次实验后都必须清洗仪器驱动针和内部管路,避免残留污染或 长菌。

6.4.2.4 数据拟合及储存

同吸收动力学的处理过程(参见 6.4.1.4)。

6.5 三路混合动力学测试

6.5.1 安装与测试

仪器驱动针从左往右分别为: F(缓冲液),C(反应物),B(反应物),A(反应物),将仪器原有活塞换成连续混合测试专用活塞,重新连接延时管 Aging Loop 顺序: 改变管路把①头替换到原③堵头位置,②头连接到原①头位置,具体操作如下图。



图 6-12 连续混合测试装置及线路安装图

- 打开【Pro-Data SX】点击【KSHU】面板的【Setup】,进入【Sequential】界面,激活 【Enable】,设置需要的延时时间(两次驱动之间的时间 0.010 s 到 1000 s),然后应用 Apply。
- 第一次驱动:右边平台活塞驱动,将进样针 A 和 B 内的反应物混合进入延时管 Aging Loop;第二次驱动:左边平台活塞驱动,C 中的反应物直通观测池,F 中的缓冲液 推动延时管中的 AB 反应物(内部为毛细管)与C 同时进入观测池,并触发检测。
 说明:最终 20 μL 的观测池内是 10 μL C, 5 μL B, 5 μL A (浓度要先计算好)。
- 装入超纯水调试进样体积。点击【KSHU】面板的【Drive】键,完成后点击【Profiles】 弹出窗口中我们可以看到 2 次驱动的体积曲线。重复调整直到,第一次驱动体积 220±10 μL,第二次驱动体积 180±10 μL。

- 将反应物分别装载进A,B,C驱动注射器中。缓冲液装进F驱动注射器。确保驱动平台到底,注射器的塞棒接触到驱动平台,所有的三通阀 Valves 都转到驱动位置。
- 5. 点击【Acquire】采集数据。

| File View Configuration Help | | File View Configuration Help | - 🗆 X |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------|
| 🖹 😂 🛄 🔛 🔛 | ₿ № ? | 1 🚔 🛄 🔛 🍞 🔂 🤋 🕺 | |
| Signal Dc Absorbance 2 AU Ab 24 | tector High Voltages s. / Flu. 2 0.0 Zero HVs orescence 0.0 Zero HVs mperature Control Unit mperature (C) Ramp: Disabled. HU (Single Mixing) | Signal Detector High Volt Absorbance 0.0023131 [AU Abs. / Flu. 2 22 SHU Setup Shot Counter Empty cycle Transd Cell Sequential Solutions | ages 55.9 Zero HV vucers General Syringes Volumes |
| Options Baseline Tre | mperature (C): 24.1 ots remaining: 25 Reset Drive Setup Emply Profiles | Delay time 0.5 | Drive |
| Wavelength (nm) 280.0 Set Low 200.0 High /2 Trigger Timebase Time (s) 1 | 20.0 150.0 200.0 250.0 300 80.0 ♀ Step 1.0 ♀ Set Adv | | |
| Pressure hold Samples: 160 | 12.5 us Adv | 确定 取消 | 应用(A) 報助 |
| Sequencer Repeats Tringgered Tringd intervals 0.1 ms Progress and Status Ready. | Spectrum Kinetics Spectra-Kinetics | Sequences Propests 3 Triggered Triggered Spectrum OKnetics Spectra-Kinetic Progress and Status Ready. | s Acquire Pause |
| Drive Profiles | | ror nelo. bress ri | × |
| Details | Ram Profiles C:\Users\HP\AppE | Data\Local\Temp\SX | |
| SequentialMixing: true SequentialDelay: 3000 ms DeadTime: 1,23336 ms | 223.03 | | |
| Drive1Volume: 163.216 ul Drive2Volume: 202.752 ul TotaIDriveVolume: 371.968 ul FinalVelocity: 17.3292 ul/ms | 第一次驱动体积 第二次驱动体积 总体积 20 | | RamTX1 RamTX2 |
| Drive1Volume: 163.216 ul Drive2Volume: 202.752 ul TotalDriveVolume: 371.968 ul FinalVelocity: 17.3292 ul/ms | 第一次驱动体积 第二次驱动体积 总体积 20 | | RamTX1 RamTX2 |
| Drive TVolume: 163/15 ul Drive ZVolume: 202,752 ul TotalDrive Volume: 371.968 ul FinalVelocity: 17.3292 ul/ms | 第一次驱动体积 第二次驱动体积 总体积 20 In/am 101.38 40.55 | | RamTX1 RamTX2 |
| Drive1Velume: 163/15 ul Drive2Volume: 202.752 ul TotaIDriveVolume: 371.968 ul FinalVelocity: 17.3292 ul/ms | 第一次驱动体积 第二次驱动体积 总体积 20 In an Io1. 38 40. 55 -20. 28 -3. 312 -2. 710 | 2.108 -1.506 -0.903 -0.301 0.3 | RamTX1 RamTX2 |
| DriveTVolume: 183.216 ul DriveZVolume: 202.752 ul TotalDriveVolume: 371.968 ul FinalVelocity: 17.3292 ul/ms | 第一次驱动体积 第二次驱动体积 总体积 20 101.38 40.55 -20.28 -3.312 -2.710 -3 | 2. 108 -1. 506 -0. 903 -0. 301 0. 3 Time/s | RamTX1 RamTX2 |

图 6-13 三路混合测定软件设置界面图

6.5.2 单混合进样体积确定

在连续混合测试的模式下,将右侧驱动活塞用黑盖盖上并旋紧,此时仍驱动两次但 只收集第二次驱动的进样体积,也就是单混合时的进样体积,具体设置条件同连续混合。



图 6-14 测定单混合进样体积装置图



图 6-15 单混合进样体积计算界面图

6.6 仪器关机及清理

- (1) 用乙醇对驱动器及内部管路清洗 2-3 次。
- (2) 关闭软件。
- (3) 关闭氙灯。
- (4) 关闭电子控制系统。
- (5) 关闭氮气总阀。
- (6) 退出账号,清理桌面。

6.7 PDA 阵列检测器安装与调试

6.7.1 PDA 安装

先拆下吸收检测器,选择好合适的测试光程。PDA 检测口上有黑色盖子,安装前先摘下,具体安装位置及螺钉固定位置如下图。



图 6-16 PDA 安装照片

6.7.2 PDA 调试

将超纯水 Load 进入驱动器内, Drive 3-5 次保证观察池内注满超纯水。以管理员身 份运行 Pro-data SX,狭缝调至 0.8 (仪器上 MONCHROMSTOR 的开关向上打开,调节 狭缝)。【Signal】下拉选择【Photodiode Array】模式,点击菜单栏【View】选择【Devices】, 进入后选择【PDA】。【Setup】处选择【Xe lamp】。随后在【Service Password】中输入密 码"danger",在氙灯光源拉杆拉出,即隔断光源的情况下,设置【Offset】值点击【Set】, 再点击【Measure】,使电压达到 0.08 V。随后将光源拉杆推进,接通光路,设置【Gain】 值,点击【Set】,再点击【Start】,使 468 nm 处的强度达到 1.8-2.0 V。【Set all】所有数 据,【Save】并【Save As Default】。

| Pro-Data SX | 17. | > |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------|
| ile View Configuration Help | | > |
| 🗎 🍃 🛄 🔛 🖬 🖉 | 2 8 K? | |
| Signal | Detector High Voltages | |
| Photodiode Array v 2 AU | Abs. / Flu. 2 0.0 | |
| | Fluorescence 0.0 | Zero HVs |
| 5.0000 | | |
| 3,7500 | Temperature Control Unit | |
| | Temperature (C) | Settings |
| 8 | T-Ramp: Disabled. | |
| | KSHU (Sinale Mixina) | |
| 0.0000 | Temperature (C): 24.3 | |
| Detection method | Shots remaining: 25 | Beset |
| Setup Abs O Trans O Volts | | |
| Baseline | Drive | Setup |
| Baseline Recall | Emotu | Profiles |
| | L III L VY | 101100 |
| | Linky | Torneo |
| Monochromator | Lingy | TOTAGO. |
| Monochromator Wavelength (nm) 0.0 0,0 50.0 | 100.0 150.0 200.0 | 250.0 300 |
| Monochromator Wavelength (nm) 0.0 50.0 | | 250.0 300 |
| Monochromator Wavelength (nm) 0.0 00, 50,0 Set Low 200.0 0 | 100.0 150.0 200.0 High 280.0 + Step 1.0 + | 250.0 300 |
| Monochromator Wavelength (nm) 0.0 00 50.0 Set Low 200.0 C | 100.0 150.0 200.0 High 280.0 + Step 1.0 + | 250.0 300 1 1 1 1 1 1 Set Adv |
| Monochromator Wavelength (nm) 0.0 Set Low 200.0 Trigger External | High 280.0 + Step 1.0 + Loga | 250.0 300 |
| Monochromator Wavelength (nm) 0.0 Set Low 200.0 External External Do it is Trigger | High 280.0 ↓ Step 1.0 ↓ Loga | 250.0 300 |
| Monochromator Wavelength (nm) 0.0 Set Low 200.0 Trigger External Pressure hold Set Time (s) 1 Points 500 Samples: 2 | High 280.0 + Step 1.0 + Loga | 250.0 300 Set Adv |
| Monochromator Wavelength (nm) 0.0 Set Low 200.0 Trigger External Pressure hold Sequencer | High 280.0 ↓ Step 1.0 ↓ Loga | 250.0 300 Set Adv |
| Monochromator Wavelength (nm) 0.0 Set Low 200.0 Trigger External Pressure hold Sequencer Repeats 2 | High 280.0 ♀ Step 1.0 ♀ └oga Spectrum | 250.0 300 Set Adv |
| Monochromator Wavelength (nm) 0.0 Set Trigger External Pressure hold Sequencer Repeats 2 Timed intervals 0.1 Monochromator Set Set Timebase Time (s) 1 Points 500 Samples: 2 Triggered | 100.0 150.0 200.0 High 280.0 \$ Step 1.0 V Loga V Split I.00 ms Spectrum Kinetics Spectrum Spectrum | 250.0 300 1 1 1 1 1 1 Set Adv rithmic Timebase Adv |
| Monochromator Wavelength (nm) 0.0 Set Trigger External Pressure hold Sequencer Repeats 2 Triggered Tringgered Triggered Triggered Triggered Triggered Triggered Triggered Triggered Triggered Triggered Triggered Triggered Triggered Triggered | 100.0 150.0 200.0 High 280.0 \$ Step 1.0 Loga \$ Spit \$ Spit \$ Spit \$ Acquire \$ Spectrum \$ Acquire \$ Spectra-Kinetics \$ Acquire | 250.0 300 Set Adv rithmic Timebase Adv |





| Photodiode Array | - D X |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Chatue and Information | |
| | a minut |
| Status: Online. PDA Head Connected: Yes | 0. 0802 |
| | and a start and a start and a start a st |
| Array size: 206 Module ID: 4 | 0. 0793 |
| PDA Calibration Parameters | e |
| | 0.0784 |
| Alt 2 21903 | (01 |
| A2 0.000332076 | 0. 0775 |
| | |
| Setup | 0.0766 |
| Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - D2 lamp Preset 3 - User defined | 180. 8271. 5362. 2452. 9543. 6634. 2724. 9 |
| Lock PDA setup | Wavelength |
| Integration Pariod (mr) | Print |
| | |
| Com David (m) | Number of samples: 100 |
| Con renod (ms) | |
| Offset (V) | Darkcount Measurement |
| 0.033 Set | Clear Measure Recall Show |
| Gain (0.255) | Test |
| 32 Set | |
| | Start Stop Ready |
| Set All | Auto Repeat |
| Service Password Set As Default Save | |
| | |
| | |
| A | |
| Photodiode Array | × |
| Photodiode Array Status and Information | - · · × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Coopercted: Yes | × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Connected: Yes | × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 | |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 | × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters | |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 | × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Dnline. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 2.21903 Set | × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 2.21903 A2: 0.000332076 Set | × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 2.21903 Set A2: -0.000332076 Set | × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 221903 A2: 0.000332076 Setup Setup | × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Connected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters A0: 178.606 A1: 2.21903 A2: 0.000332076 Setup © Preset 1 - Xe lamp O Preset 2 - D2 lamp O Preset 3 - User defined | × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Dnline. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 2.21903 A2: -0.000332076 Setup Preset 1 - Xe lamp O Preset 2 - D2 lamp O Preset 3 - User defined Lock PDA setup | × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Dnline. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 221903 A2: 0.000332076 Setup Preset 1 - Xe lamp O Preset 2 - D2 lamp O Preset 3 - User defined Lock PDA setup Integration Period (ms) | - × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Connected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 2.21903 A2: 0.000332076 Setup Preset 1 - Xe lamp O Preset 2 - D2 lamp O Preset 3 - User defined Lock PDA setup Integration Period (ms) 1.00 Set | × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters A0: 178.606 A1: 221903 A2: 0.000332076 Setup Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - D2 lamp Preset 3 - User defined Lock PDA setup Integration Period (ms) Scan Period (ms) DOI: 100 Set Scan Period (ms) DOI: | - • × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 2.21903 A2: 0.000332076 Setup © Preset 1 - Xe Iamp O Preset 2 - D2 Iamp O Preset 3 - User defined Lock PDA setup Integration Period (ms) Scan Period (ms) 0.921 Set | - * |
| Photodiode Array Status and Information Status: Dnline. PDA Head Connected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 221903 Set A2: -0.000332076 Setup © Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - D2 lamp Preset 3 - User defined Lock PDA setup Integration Period (ms) Integ | - × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Dnline. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 2.21903 A2: -0.000332076 Setup Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - D2 lamp Preset 3 - User defined Lock PDA setup Integration Period (ms) Integra | - × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters A0: 178.606 A1: 221903 A2: -0.000332076 Setup Preset 1 -Xe lamp Preset 2 - D2 lamp Preset 3 - User defined Lock PDA setup Integration Period (ms) Integratio | - × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 221903 Set Q. 0000332076 Setup Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - D2 lamp Preset 3 - User defined Lock PDA setup Integration Period (ms) Integrat | - × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Online. PDA Head Cconnected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 221903 A2: 0.000332076 Setup Preset 1 - Xe lamp O Preset 2 - D2 lamp O Preset 3 - User defined Lock PDA setup Integration Period (ms) Integr | - × |
| Photodiode Array Status and Information Status: Dnline. PDA Head Connected: Yes Array size: 256 Module ID: 4 PDA Calibration Parameters AD: 178.606 A1: 221903 Set A2: 0.000332076 Set Setup Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - D2 lamp Preset 3 - User defined Lock PDA setup Integration Period (ms) 0.921 Set Gain (0.255) 0.933 Set Gain (0.255) 0.933 Set Set All Set All Set An Default Set Area Set All Set An Default S | - × |

图 6-17 PDA 参数设置界面

回到 Pro-data SX, 点击 Baseline, 即可得到氙灯的光谱。



图 6-18 氙灯光谱

将样品装入驱动器,上下运动活塞排气泡。设置好【Timebase】,PDA 的测试时长 一般不小于1s。【Trigger】方式选择【External】。Drive 3-5 次保证观察池内充满样品。 点击【Acquire】收集信号。在菜单栏的【Select Traces】可以进行数据处理。由于氙灯 测得数据在 350-720 nm 较准确,因此可以 Remove 350 nm 之前的数据。如果想要测试 190-350 nm 范围内的有效数据,需要将氙灯光源换成氘灯光源。





图 6-19 PDA 信号收集窗口及数据处理窗口

6.8 光源更换

6.8.1 LED 灯

若之前用过氙灯,可将氙灯光源拉杆拉出;若没打开氙灯,则可直接接入 LED 光源。

LED 灯用于荧光动力学测试,搭配固定波长的光缆线接入前需选择好波长。LED 灯一段连接电源,另外一段固定波长的光缆线需选择合适光程接入光学池。



图 6-20 LED 灯连接方法

6.8.2 氘灯

在使用氘灯光源前应先将 PDA 上的两块固定支架拆下,并装上另外两块搭配氘灯的固定支架。具体的氘灯及 PDA 安装位置如下图。





图 6-21 氘灯安装位置



图 6-22 氘灯电源连接照片

将超纯水 Load 进入驱动器内, Drive 3-5 次保证观察池内注满超纯水。以管理员身 份运行 Pro-data SX,狭缝调至 0.8 (仪器上 MONCHROMSTOR 的开关向上打开,调节 狭缝)。【Signal】下拉选择【Photodiode Array】模式,点击菜单栏【View】选择 【Devices】,进入后选择【PDA】。对 PDA 进行调试,此时【Setup】处选择【D2 lamp】。 随后在【Service Password】中输入密码"danger",隔断光源的情况下,设置【Offset】值 点击【Set】,再点击【Measure】,使电压达到 0.08 V。随后打开氘灯,接通光路,预热 20min 后再设置【Gain】值,点击【Set】,再点击【Start】,使 240 nm 左右的强度达到 1.8-2.0V。【Set all】所有数据,【Save】并【Save As Default】。

| 🎇 Pro-Data SX | – 🗆 X |
|----------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------|
| File View Configuration Help | |
| 1 🚔 🛄 🔛 🔛 🕰 | ₹ N? |
| Signal | Detector High Voltages |
| Photodiode Array 2 AU | Abs. / Flu. 2 0.0 Zero HVs Fluorescence 0.0 Zero HVs |
| 3,7500 | Temperature Control Lipit |
| а | Temperature (C) Settings |
| 4 중 500 | T-Ramp: Disabled. |
| 0.0000 | KSHU (Single Mixing) |
| Detection method | Shots remaining: 25 Beset |
| Setup Abs O Trans O Volts | Drive |
| Baseline Baseline Recall | Emptu Profiles |
| | |
| Wonochromator | |
| | 100.0 150.0 200.0 250.0 300 |
| Set Low 200.0 - Hig | in zoou step 1.0 set Adv |
| Trigger Timebase | |
| External Points 500 | Split Timebase |
| Pressure hold Samples: 2 | 1.00 ms Adv |
| Sequencer | |
| Repeats 2 Triggered | Spectrum Kinetics Acquire Pause |
| Program and Status | Spectra-Kinetics |
| Ready. | |
| | |
| For Help, press F1 | NUM |
| Device Window | – 🗆 X |
| | |
| | |
| Mono 1 Mono 2 Abs | orbance Fluorescence CD DC |
| | |
| | |
| CD AC PEM | PDA KSHU Motor1 |
| | |
| 1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1.1. | |
| Motor4 Circulator Ele | ctronics DAQ |
| | |
| | |
| | |
| | |
| System Reset Calibrate Zero | Offsets Service Password Help |
| | 内部文件, 请勿随意转发、打印、复E |

| atus and Information | |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| tatus: Online. PDA Head Cconnected: Yes | 0. 8958 |
| Array size: 256 Module ID: 4 | 0. 6933 |
| A Calibration Parameters | |
| 40: 178.606 | 1 1 0. 4908 N |
| A1: 2.21903 Set | \$ |
| 42: -0.000332076 | 0. 2882 |
| | |
| | |
| tup | 0. 0857 |
| tup) Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - D amp Preset 3 - User defined | 0. 0857 / 158. 0252. 5347. 0441. 5536. 0630. 4724. 9 |
| tup) Preset 1 - Xe lamp ● Preset 2 - DPlamp ○ Preset 3 - User defined] Lock PDA setup | 0.0857 / 158.0252.5347.0441.5536.0630.4724.9 Wavelength |
| tup) Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - Damp Preset 3 - User defined] Lock PDA setup Integration Period (ms) | 0. 0857 / 158. 0252. 5347. 0441. 5536. 0630. 4724. 9 Wavelength Print |
| tup) Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - Damp Preset 3 - User defined] Lock PDA setup Integration Period (ms) 1.00 Set | 0.0857 / 158.0252.5347.0441.5536.0630.4724.9 Wavelength |
| tup) Preset 1 - Xe Iamp Preset 2 - Damp Preset 3 - User defined] Lock PDA setup Integration Period (ms) Scan Period (ms) | 0. 0857 / 158. 0252. 5347. 0441. 5536. 0630. 4724. 9 Wavelength Print Number of samples: 100 |
| tup Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - Damp Preset 3 - User defined] Lock PDA setup Integration Period (ms) Scan Period (ms) 0.321 Set | 0. 0857 / 158. 0252. 5347. 0441. 5536. 0630. 4724. 9 Wavelength Print Number of samples: 100 Datkcount Measurement |
| tup Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - Damp Preset 3 - User defined] Lock PDA setup Integration Period (ms) Scan Period (ms) 0.521 Set Offset (V) | 0. 0857 / 158. 0252. 5347. 0441. 5536. 0630. 4724. 9 Wavelength Print Number of samples: 100 Darkcount Measurement |
| tup Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - D amp Preset 3 - User defined] Lock PDA setup Integration Period (ms) Scan Period (ms) 0.921 Set Offset (M) 0.001 Set | 0. 0857 / 158. 0252. 5347. 0441. 5536. 0630. 4724. 9 Wavelength Print Number of samples: 100 Darkcount Measurement Clear Measure Recall Show |
| tup Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - D amp Preset 3 - User defined Lock PDA setup Integration Period (ms) Scan Period (ms) 0.521 Set Offset (M) 0.001 Set Gain (0255) | 0. 0857 / 158. 0252. 5347. 0441. 5536. 0630. 4724. 9 Wavelength Print Number of samples: 100 Darkcount Measurement Clear Measure Recall Show Test |
| tup Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - D amp Preset 3 - User defined] Lock PDA setup Integration Period (ms) Scan Period (ms) 0.321 Set Offset (M) 0.001 Set Gain (0.255) 57 Set | 0. 0857 / 158. 0252. 5347. 0441. 5536. 0630. 4724. 9 Wavelength Print Number of samples: 100 Darkcount Measurement Clear Measure Recall Show Test |
| tup Preset 1 - Xe lamp Preset 2 - D amp Preset 3 - User defined Lock PDA setup Integration Period (ms) Scan Period (ms) 0.321 Set Offset (M) 0.001 Set Gain (0.255) 57 Set | 0. 0857 / 158. 0252. 5347. 0441. 5536. 0630. 4724. 9 Wavelength Print Number of samples: 100 Darkcount Measurement Clear Measure Recal Show Test Start Stop Ready |

图 6-23 更换氘灯光源 PDA 参数设置

回到 Pro-data SX 测试 Baseline,即可得到氘灯的光谱。



图 6-24 氘灯光谱

将样品装入驱动器,上下运动活塞排气泡。设置好【Timebase】,PDA 的测试时长 一般不小于1s。【Trigger】方式选择【External】。 Drive 3-5 次保证观察池内充满样品。 点击【Acquire】收集信号。在菜单栏的【Select Traces】可以进行数据处理。

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》

| | | | | | 测试 | 方式 | 仪器 | 状态 | 机时 | |
|------|----|-----|--------|--------|--------------|----------|-----|-----|--------|------|
| 仪器名称 | 日期 | 测试人 | 导师(PI) | 测试内容 | 送样 | 自主 操作 | 使用前 | 使用后 | (起止时间) | 联系电话 |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | ~ | | | |
| | | | | | \mathbf{X} | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | 775 | | | | | | |
| | | | | AXX. | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |
| | | | | \sim | | | | | | |
| | | | K | > | | | | | | |
| | | | | | | | | | | |

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:18998382617,13656817706。