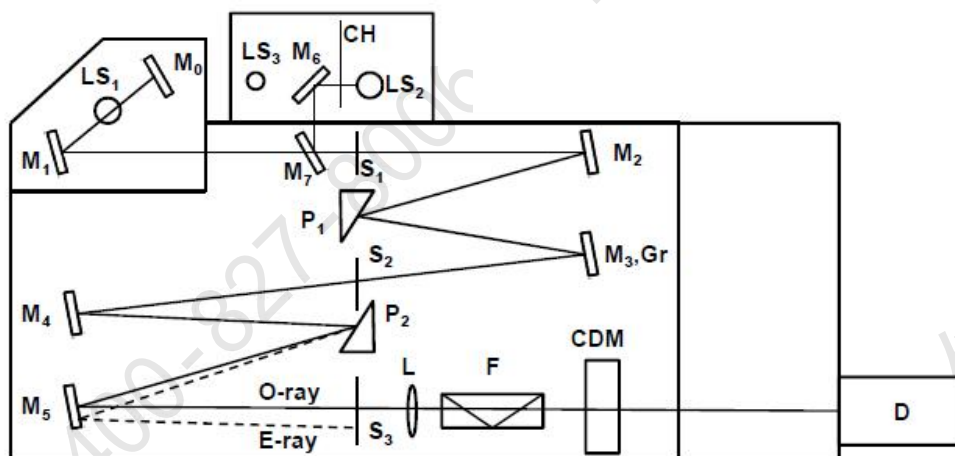


J-1700 操作规程

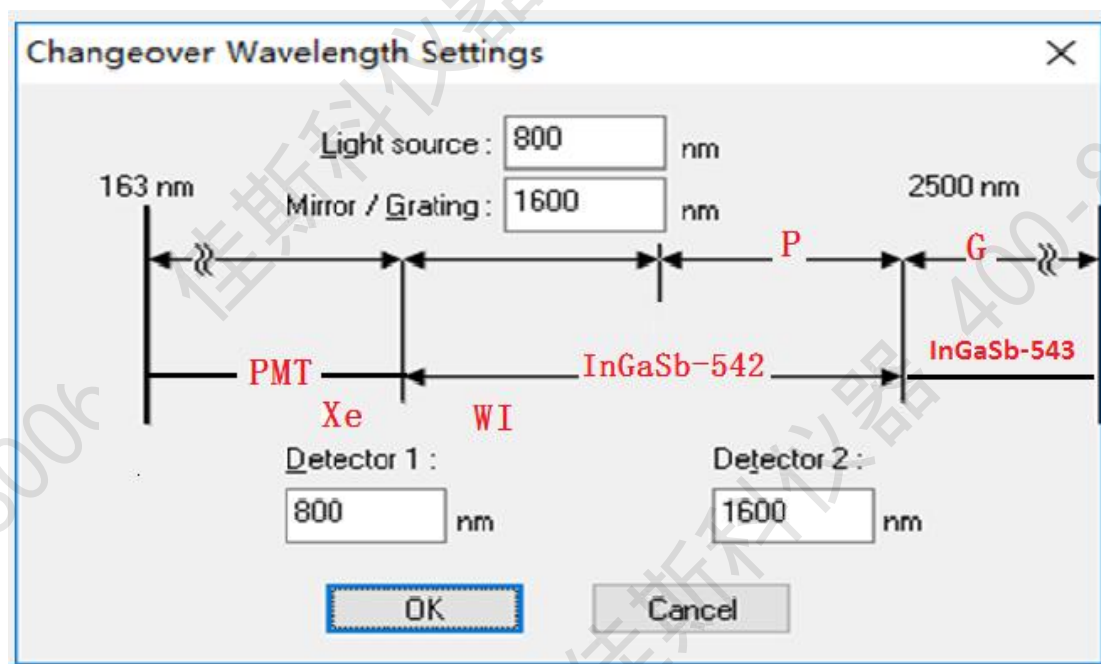
目录

| | |
|-----------------------------------|-----|
| § I J1700 主机光路原理 | P2 |
| § I -1 室温 CD 光谱测量操作步骤 | P3 |
| 开机光源灯开启选择的设置方法 | P5 |
| § I -2 时间过程全谱扫描 | P6 |
| § II 温度控制附件 PTC-517 的操作 | P11 |
| § II -1 某一温度的下全谱扫描 | P11 |
| § II -2 一定波长下随温度变化的 CD 光谱扫描 | P13 |
| § II -3 三维变化的 CD 光谱扫描 | P15 |
| 数据分析/ Interval data analysis | P21 |
| §III 积分球附件 DRCD-574 测量固体 CD 光谱的操作 | P24 |

§ I J1700 主机光路原理



- | | | | |
|--------------------------------|---|-------|----------------------|
| M ₀ -M ₇ | :Mirrors | CH | :Chopper |
| Gr | :Grating | O-ray | :Ordinary light |
| LS ₁ | :Xenon lamp (for sample measurement) | E-ray | :Extraordinary light |
| LS ₂ | :WI lamp (for sample measurement) | L | :Lens |
| LS ₃ | :Mercury lamp (for instrument inspection) | F | :Filter |
| S ₁ -S ₃ | :Slits | CDM | :Modulator |
| P ₁ | :First prism (horizontal optical axis) | D | :Detectors |
| P ₂ | :Second prism (vertical optical axis) | | |

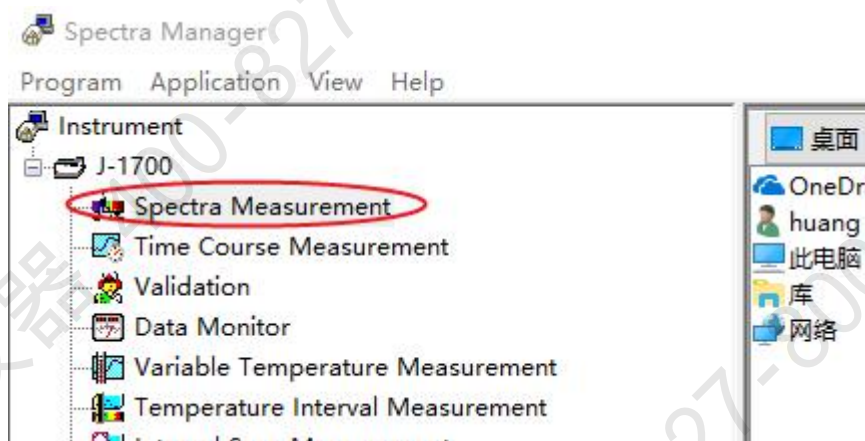


§ I -1 室温 CD 光谱测量操作步骤:

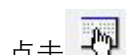
1. 安装通用池支架于样品室中，拧紧定位螺丝。
2. 开氮气，流速控制 2-4L/min。
3. 开启主机电源开关。



4. 双击 SpectraM... 打开光谱测量程序。双击下图示光谱测量，打开测量界面。

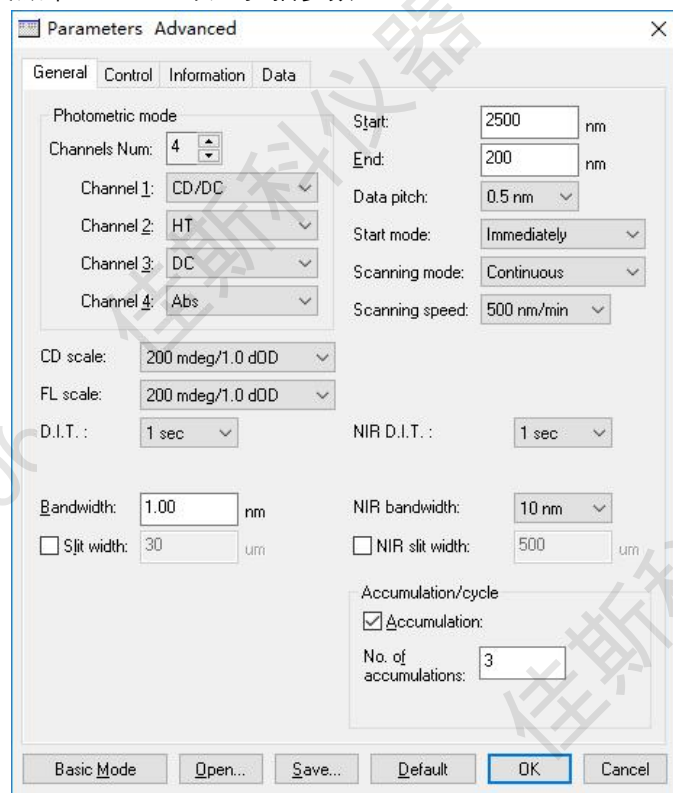


5. 扫描参数设置:

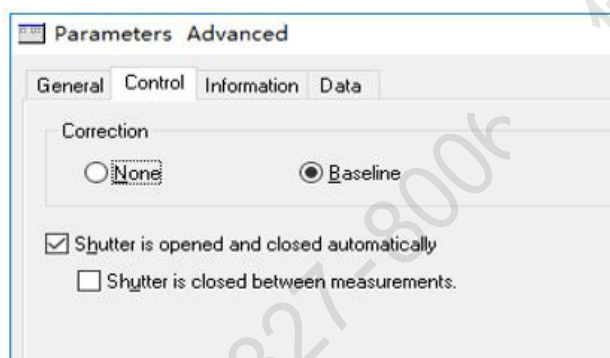


点击 打开参数设置，根据样品需要，分别在“General/Control/Information/Data”，设置合适的参数。

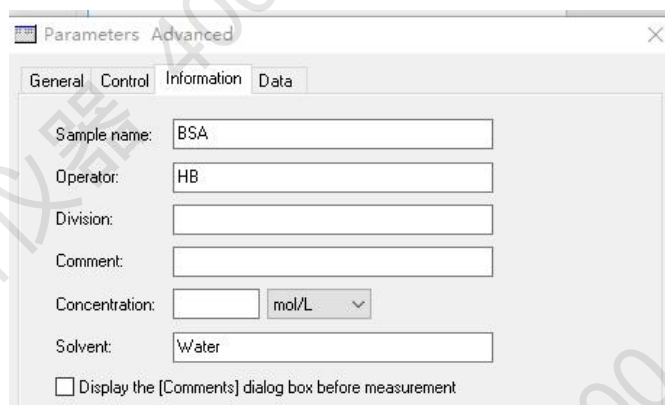
点击 General 设置扫描参数:



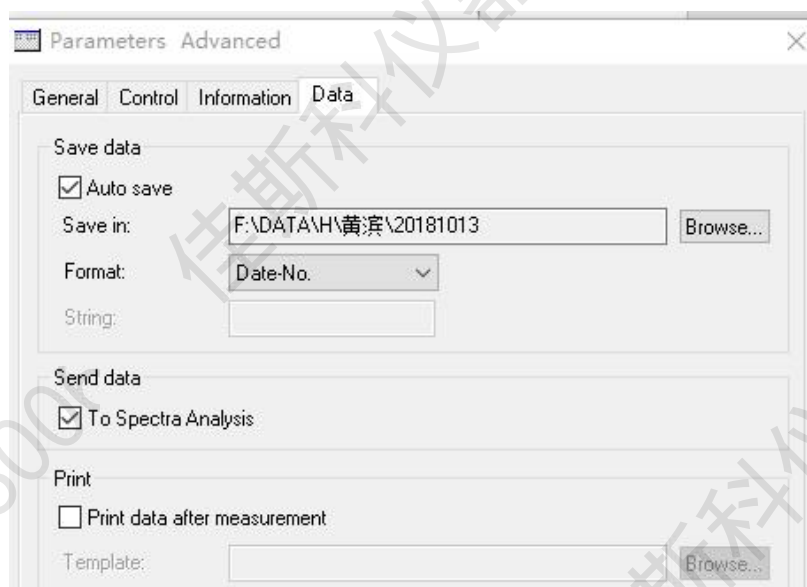
点击 Control 设置不减基线，或减基线：



点击 Information 输入测试样品或试剂空白的信息：



点击 Data，勾选自动存盘，输入存盘路径，存入 F 测试数据盘，按导师姓氏建立文件夹，存储数据：

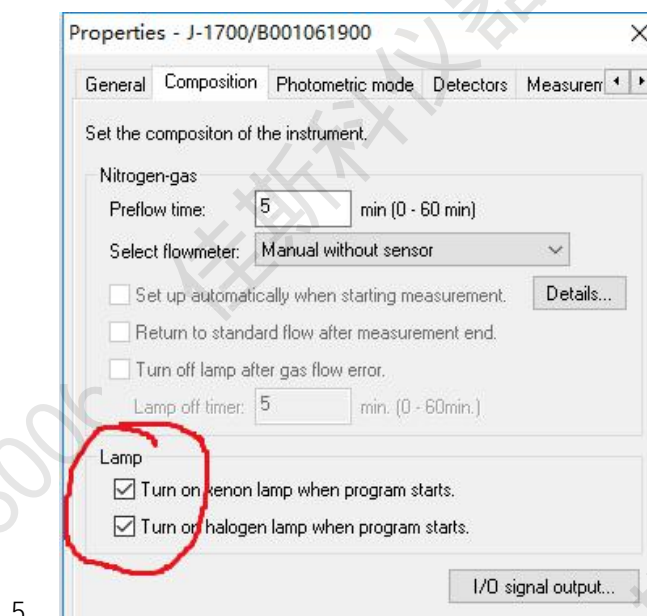
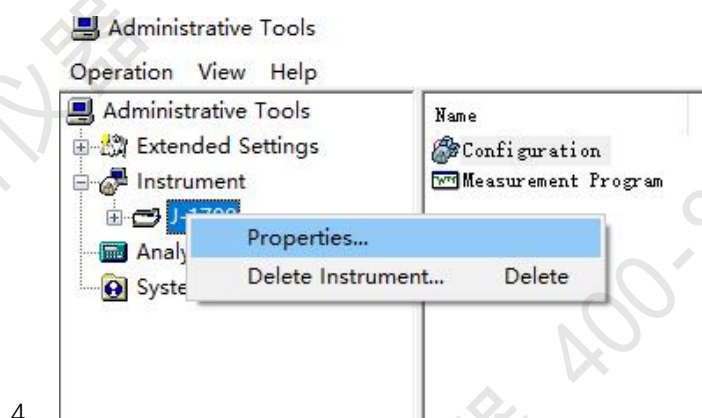
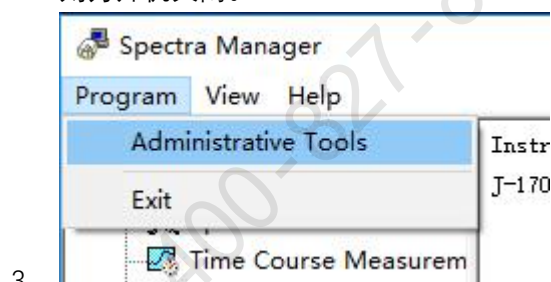


6. 测试空白点击 ，测试样品点击 。
7. 测试结束，关闭软件，关机，关气。（关气之前最好吹几分钟，充分置换臭氧。）

开机光源灯开启选择的设置方法：

为了节省光源灯的使用寿命，可设置开机前不开启不常用的光源灯，如汞灯（校正仪器用）、钨灯（近红外区域），如果只测试近红外区域，也可关闭氙灯。设置方法如下：

1. 关闭测量程序；
2. 在管理工具界面点击 J-1700 属性进入 Composition 勾选相应光源灯为开机时开启，否则为开机关闭。



或者在测试过程中，直接点击相应的光源灯关闭，但每次测试时会出现提示信息。

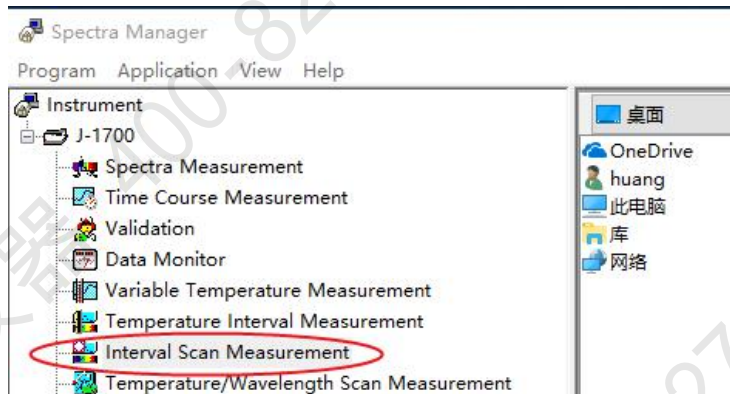


§ I -2 时间过程全谱扫描

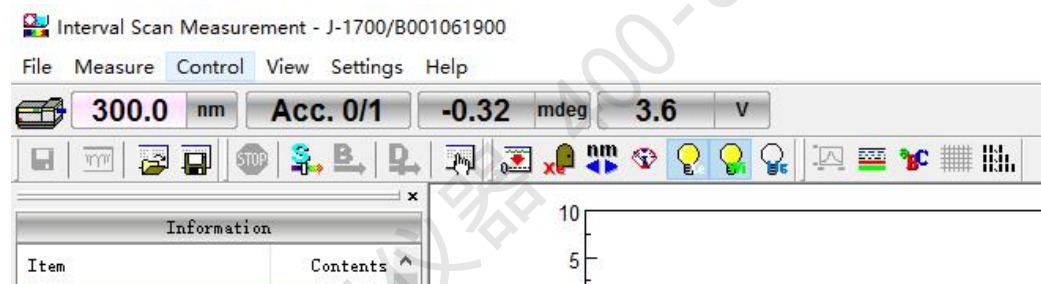
- 1、安装通用池支架于样品室中，拧紧定位螺丝。
- 2、开氮气，流速控制 2-4L/min。
- 3、开启主机电源开关。



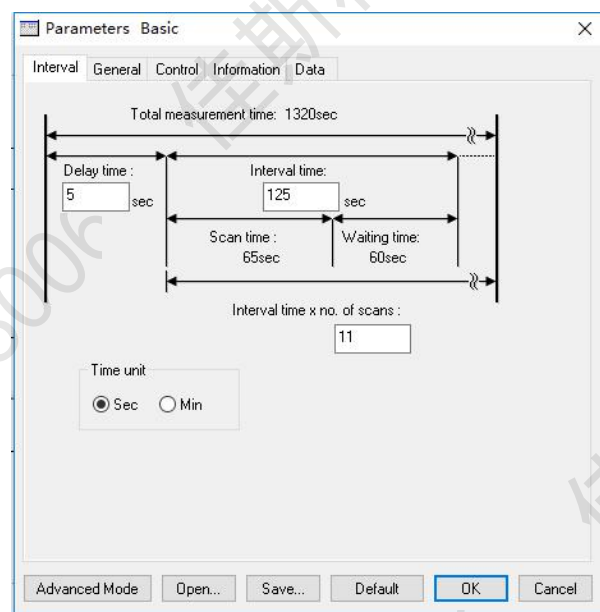
- 4、双击 SpectraM... 打开光谱测量程序。
- 5、双击“Interval Scan Measurement”。

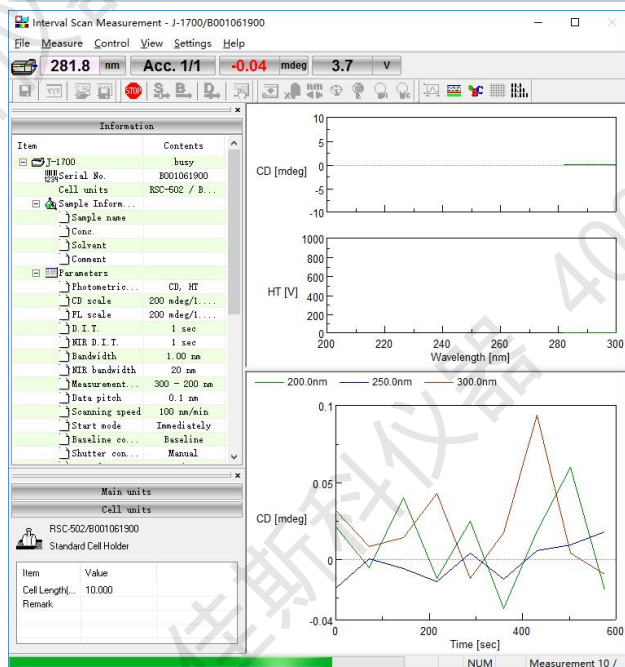
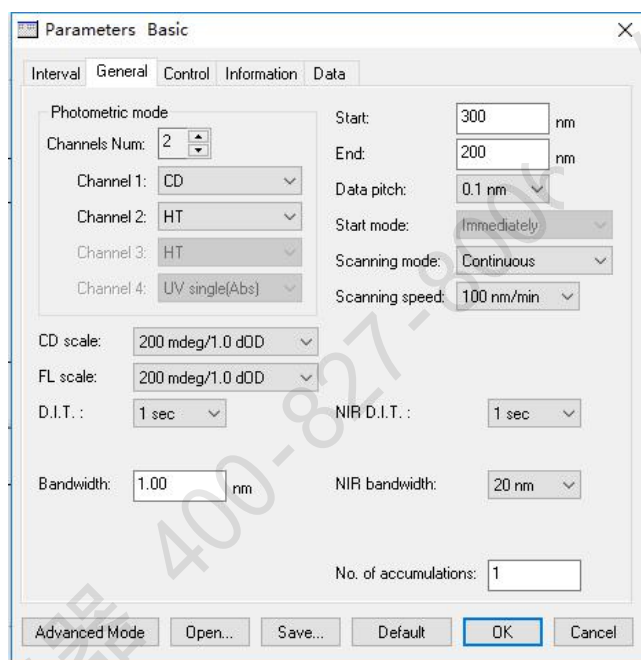


- 6、， 打开测量界面

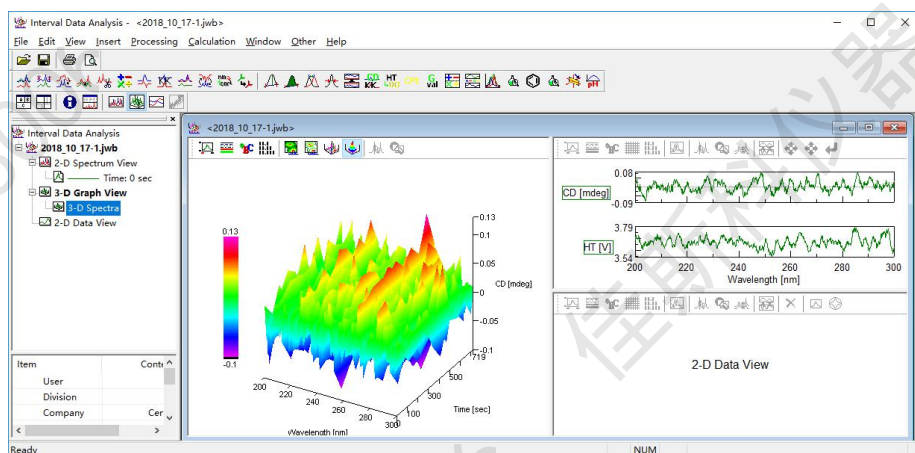


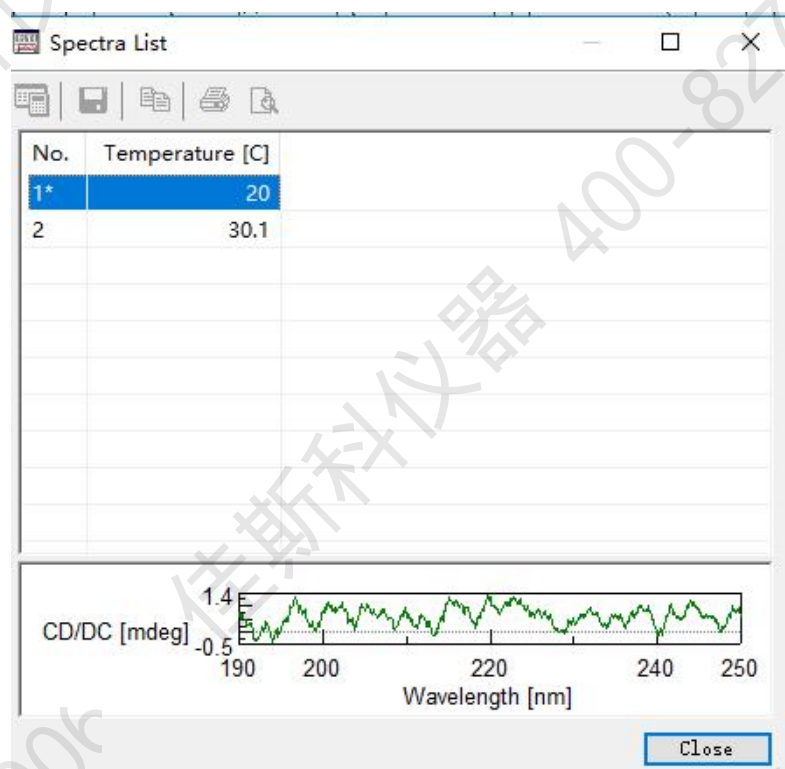
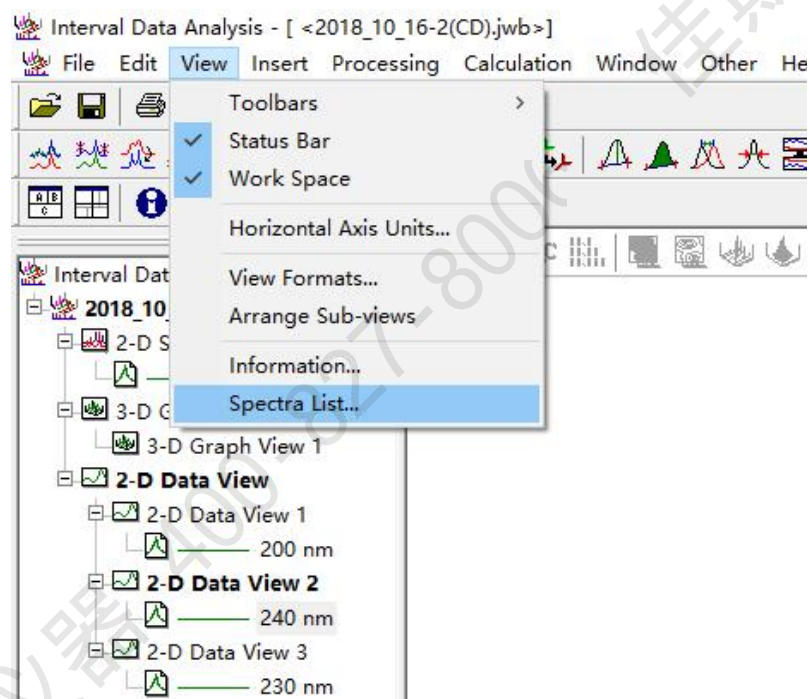
- 7、点击  设置扫描参数：

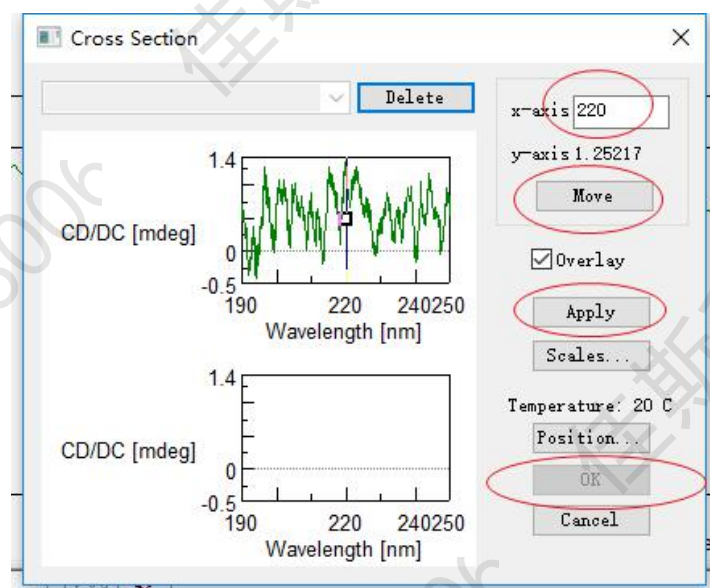
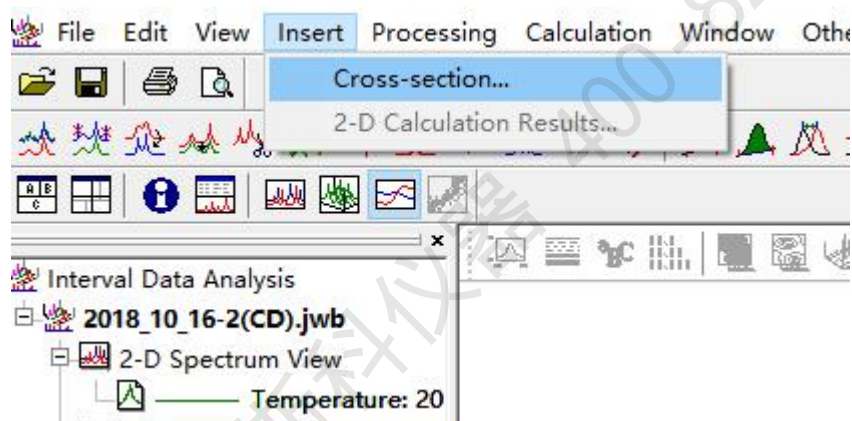
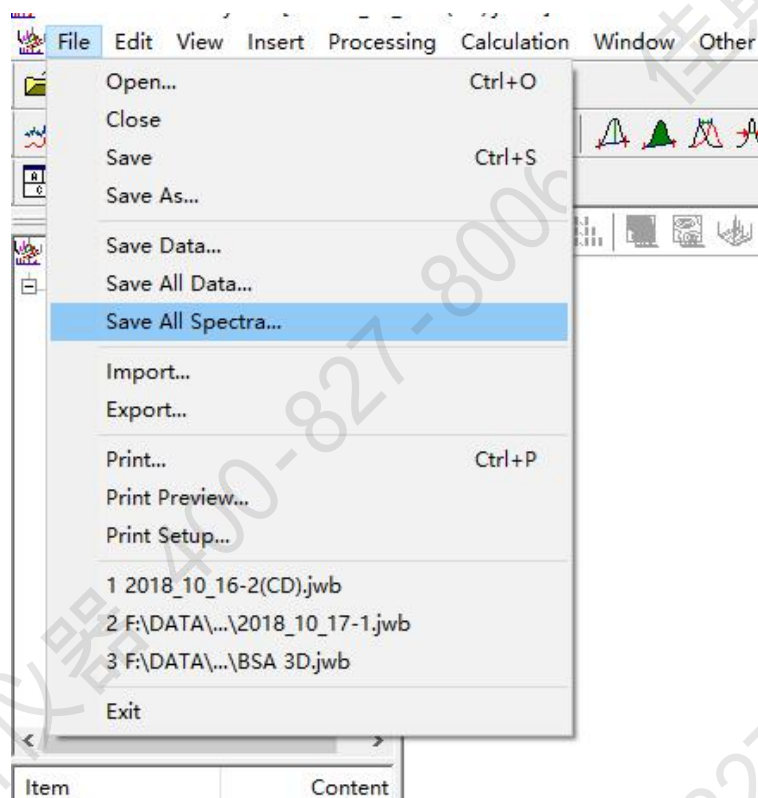


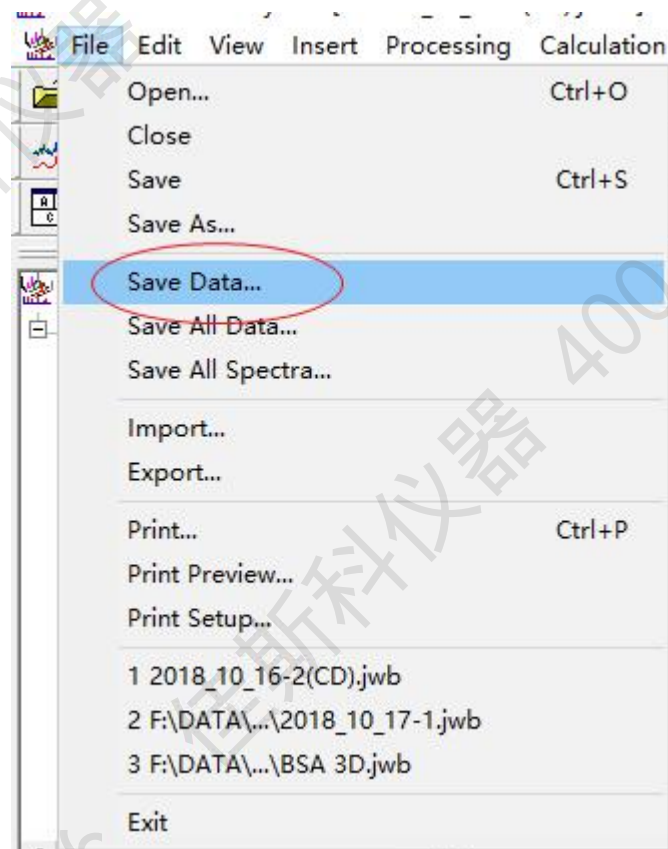
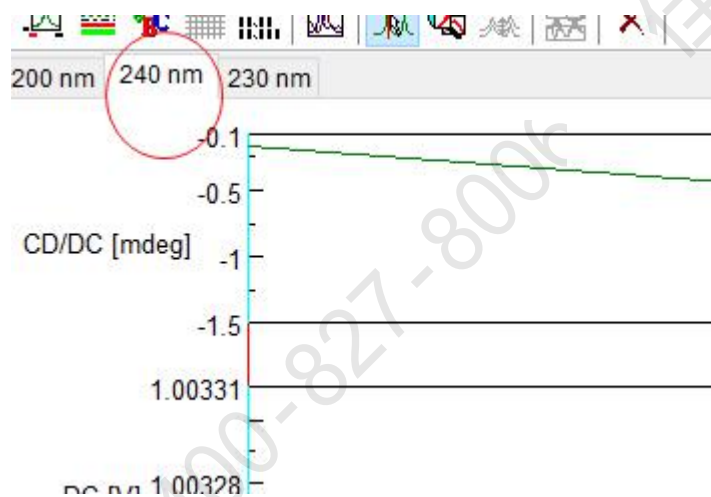


测试结束得到三维图谱，若要分析二维图谱，要先全部另存，再在 Spectra Analysis 分析。









§ II 温度控制附件 PTC-517 的操作

温度变化光谱测试，有三种方式：某一温度的 CD 谱扫描；指定峰或谷（可多波长，至多六个）随温度变化的 CD 变化图谱扫描；温度、波长及 CD 值三维变化图谱扫描。温变范围：-40-130℃

测试前安装 PTC-517 温控附件步骤如下：

- 1、拆卸常温支架；
- 2、将 PTC-517 温控支架安装入样品室，拧紧固定螺丝；
- 3、连接 37 针的温控线，拧紧螺丝；
- 4、连接水循环管；
- 5、必要时连接 N2 气管（若测试温度低于零度必须接上，以除雾气）；
- 6、打开氮气吹扫 5 分钟；
- 7、打开水循环泵电源，按下"OK"按钮（按 OK 键是启动水循环泵）；
- 8、打开 J1700 主机电源；
- 9、根据需要进行一定温度下的全谱扫描或二维扫描或三维扫描。
- 10、测试结束，关闭程序、关主机、关水循环泵的"OK"按钮、关水循环泵电源开关、关气。

注意：下面三种方式测试，请先按上面步骤执行完前九步之后，才按下面步骤操作。

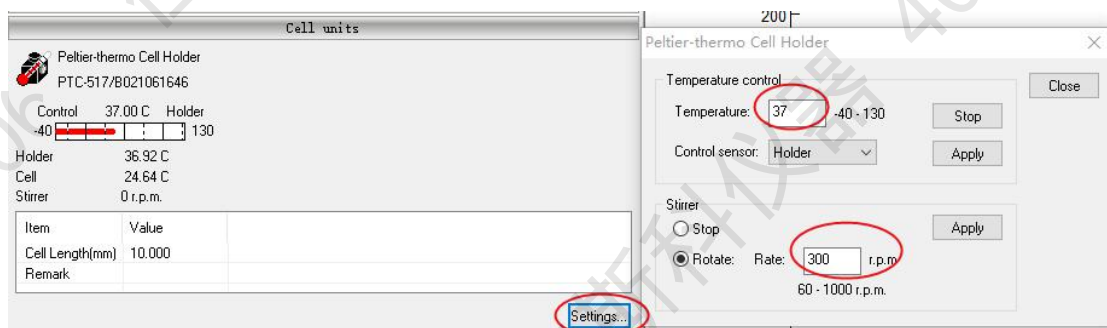
§ II -1 某一温度的下全谱扫描



- 1、双击 SpectraM... 打开光谱管理界面。双击光谱测量，打开测量界面。（操作同室温）



- 2、点击"Setting"，设置欲测试的指定温度，如需要搅拌，输入某一搅拌速度值，此时，左侧立即显示设置值。

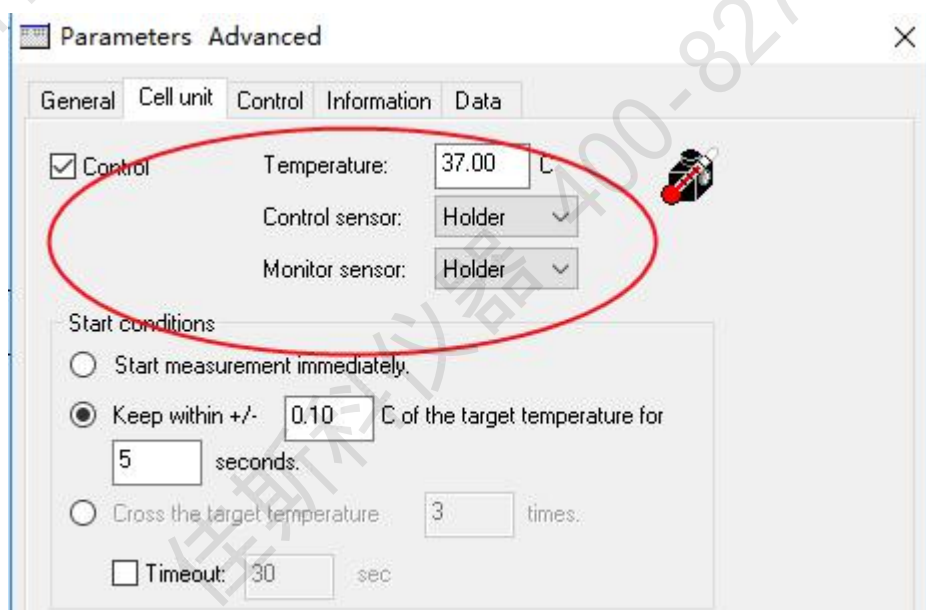
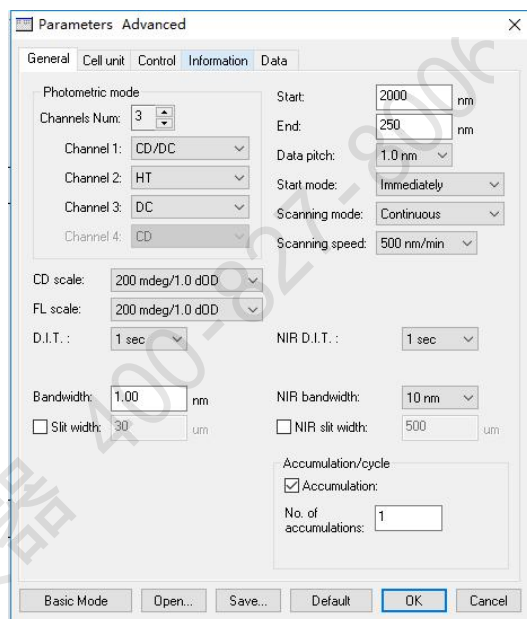


- 3、点击 Close，关闭设置界面。
- 4、将试剂空白或样品放入样品室。


一般情况下看内置的池支架上 Holder 的显示温度，如果要探测样品溶液的温度，则将探针插入比色器中，左侧显示除显示 Holder 的温度，还显示 Cell 的温度。用必记得清洗干

净。(请注意保护好探针，勿造成折断，否则整个温控造成故障!)

5、点击  设置扫描参数：



其他设置同室温操作。

6、将试剂空白放入样品室，测试空白点击 ，

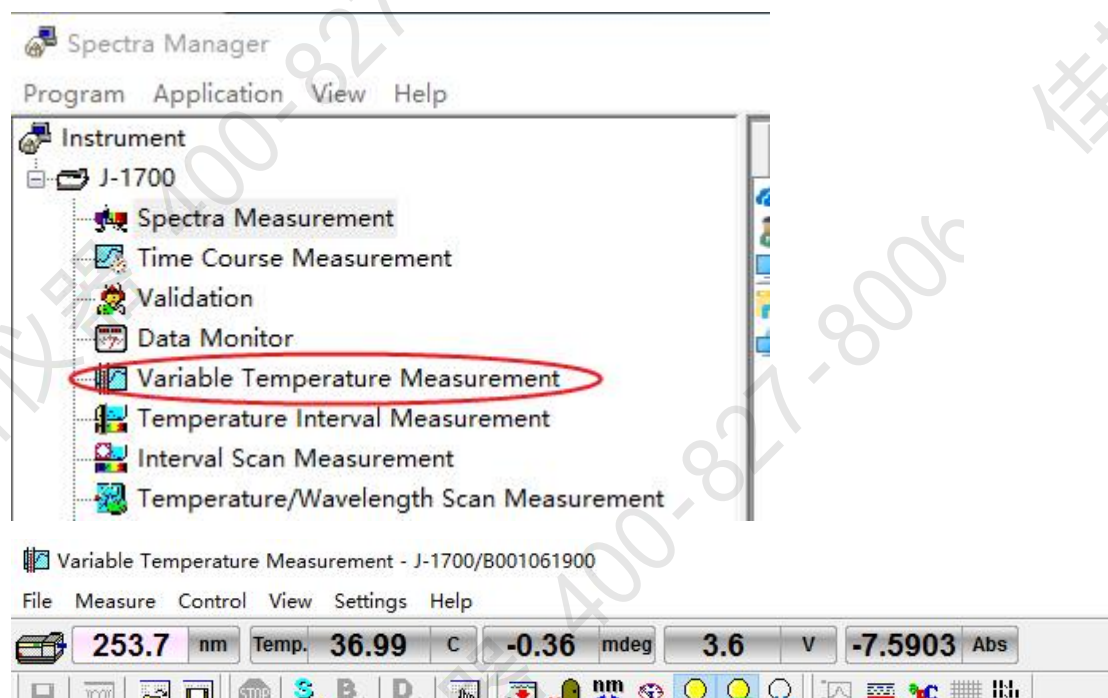
7、更换样品，测试样品点击 。

8、测试结束，关闭程序、关水循环泵的“OK”按钮、关水循环泵电源开关、关机、关气。

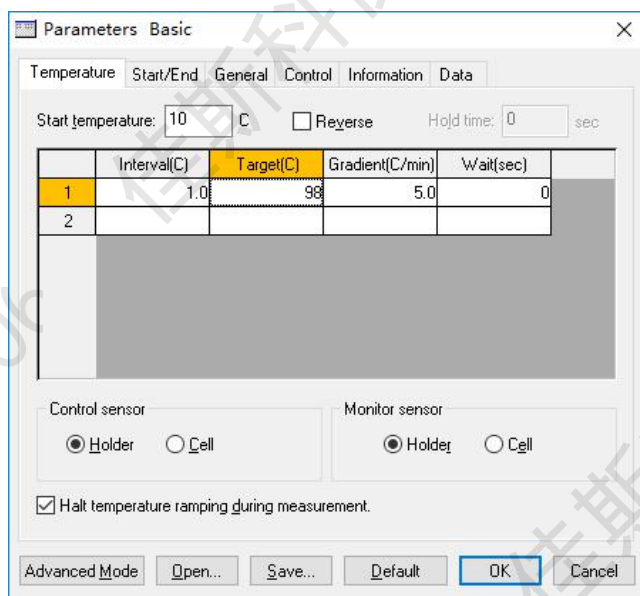
§ II -2 一定波长下随温度变化的 CD 光谱扫描



- 1、双击  打开光谱管理界面。
- 2、双击“Variable Temperature Measurement”，打开测量界面。



- 3、点击  设置测量参数：



输入间隔温度（最大间隔 10 度）、目标温度、升温速度和等待时间。

Parameters Basic

Temperature Start/End General Control Information Data

Start condition

☒ Keep within +/- 0.1 C of the target temperature for 5 sec

☐ Cross the target temperature 2 times

End condition

☐ Return to start temperature

☐ Keep end temperature

☒ Change to specified temperature 20.0 C

Advanced Mode Open... Save... Default OK Cancel

???

Parameters Advanced

Temperature Start/End General Control Information Data

Photometric mode

Channels Num: 3

Channel 1: CD/DC

Channel 2: DC

Channel 3: Abs

Channel 4: CD

CD scale: 200 mdeg/1.0 dOD

FL scale: 200 mdeg/1.0 dOD

D.I.T.: 1 sec

NIR D.I.T.: 1 sec

Bandwidth: 1.00 nm

NIR bandwidth: 20 nm

☐ Slit width: 100 um

☐ NIR slit width: 100 um

Basic Mode Open... Save... Default OK Cancel

| Wavelength [nm] | |
|-----------------|-------|
| 1 | 650.0 |
| 2 | 300.0 |
| 3 | 290.0 |
| 4 | 280.0 |
| 5 | 270.0 |
| 6 | 250.0 |
| 7 | |

可以多个波长检测，最多可输入 8 个波长。

Parameters Basic

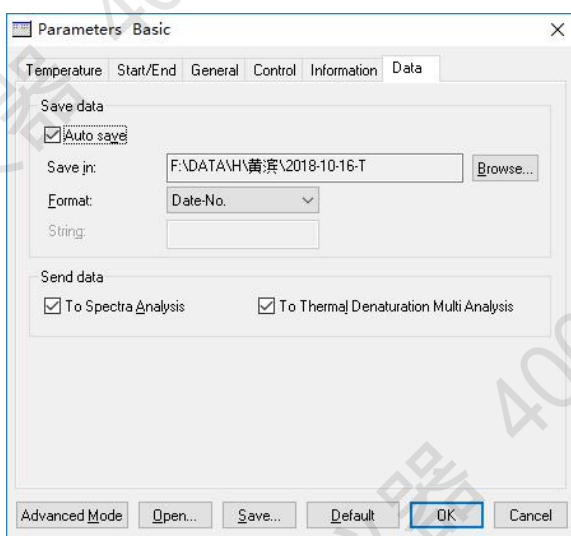
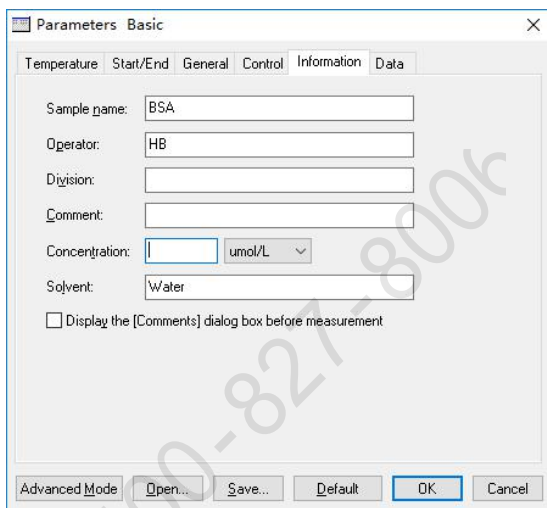
Temperature Start/End General Control Information Data

Correction


☒ None ☐ Blank


☒ Shutter is opened and closed automatically

Advanced Mode Open... Save... Default OK Cancel



设置完所有测量参数及信息，点击 OK，回到测量界面。

4、放置试剂空白，点击 .

5、更换样品，点击 .

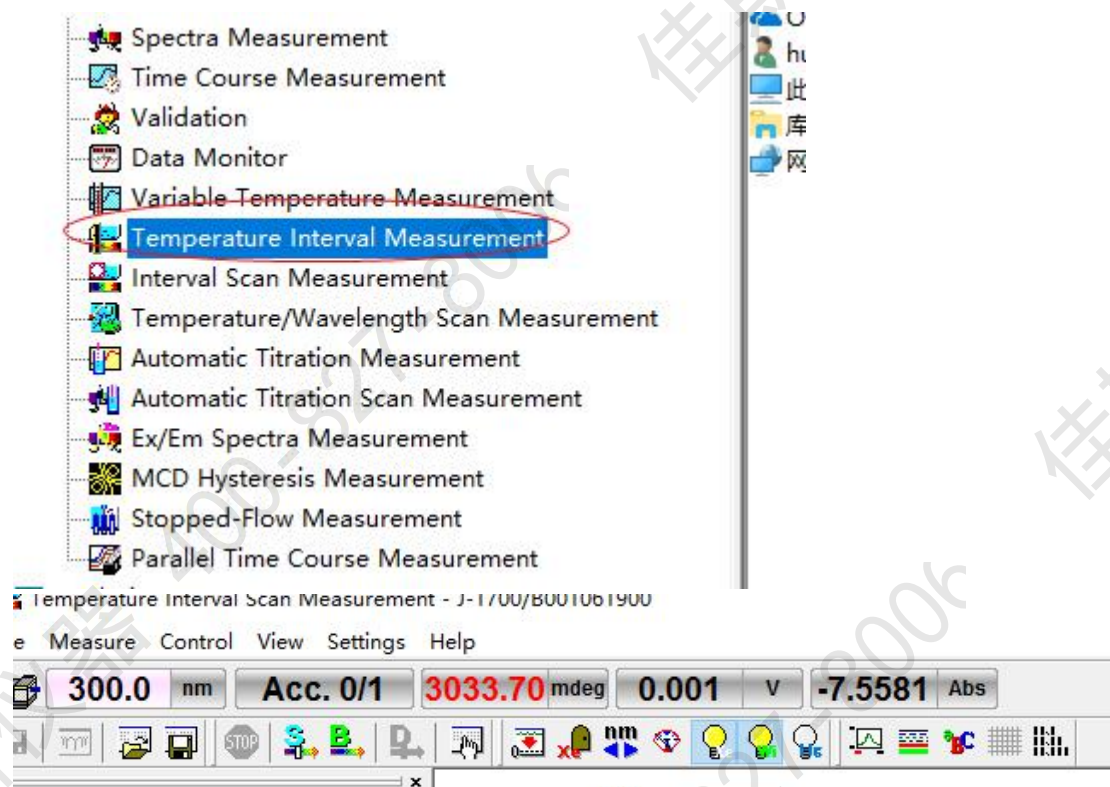
6、测试结束，关闭程序、关水循环泵的"OK"按钮、关水循环泵电源开关、关机、关气。

§ II -3 三维变化的 CD 光谱扫描

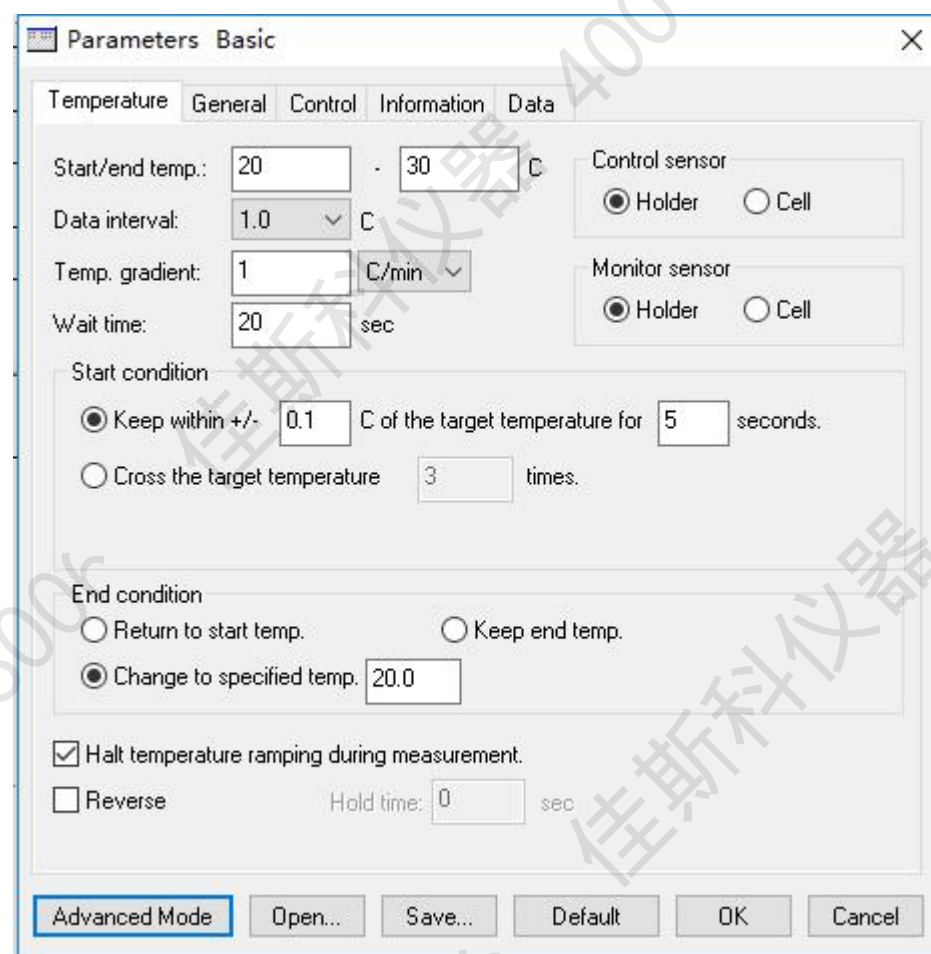


1、双击  打开光谱管理界面。

2、双击"Temperature/Wavelength Scan Measurement"，打开测量界面。



3、点击  设置测量参数：



Parameters Basic

Temperature General Control Information Data

Photometric mode

Channels Num: 3

Channel 1: CD/DC

Channel 2: DC

Channel 3: Abs

Channel 4: UV single(Abs)

CD scale: 200 mdeg/1.0 dDD

FL scale: 200 mdeg/1.0 dDD

D.I.T.: 1 sec

Bandwidth: 1.00 nm

Start: 300 nm

End: 200 nm

Data pitch: 0.1 nm

Start mode: Immediately

Scanning mode: Continuous

Scanning speed: 100 nm/min

NIR D.I.T.: 1 sec

NIR bandwidth: 20 nm

No. of accumulations: 1

Advanced Mode Open... Save... Default OK Cancel

Parameters Basic

Temperature General Control Information Data

Correction

☐ None ☒ Baseline

☐ Shutter is opened and closed automatically

☐ Shutter is closed between measurements.

Advanced Mode Open... Save... Default OK Cancel

Parameters Basic

Temperature General Control Information Data

Sample name:

Operator:

Division:

Comment:

Concentration: mol/L

Solvent:

☐ Display the [Comments] dialog box before measurement

Advanced Mode Open... Save... Default OK Cancel

Parameters Basic

Temperature General Control Information Data

Save data

☐ Auto save

Save in:


Format: Date-No.

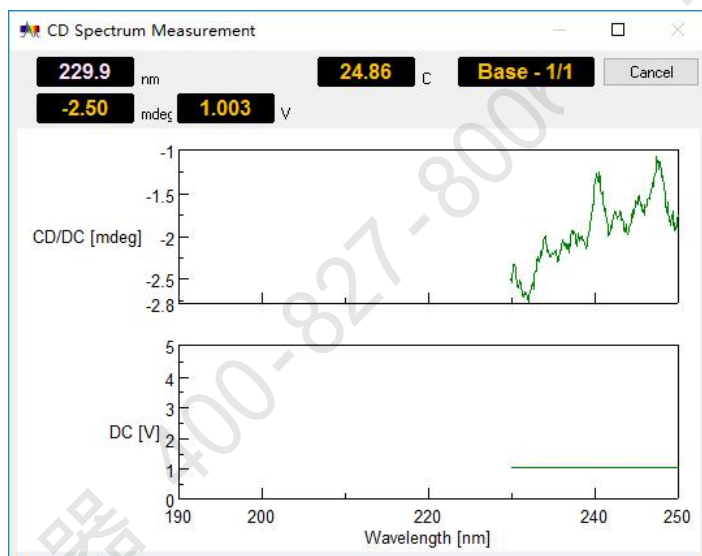
String:


Send data

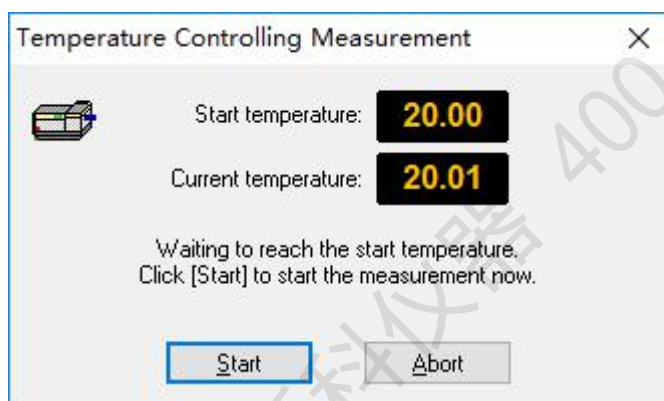
☒ To Interval Data Analysis

Advanced Mode Open... Save... Default OK Cancel

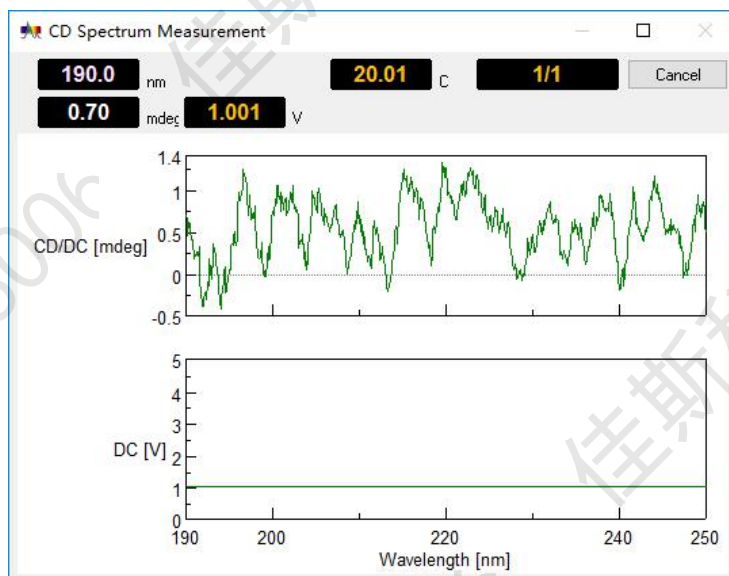
4、放置试剂空白，点击 。

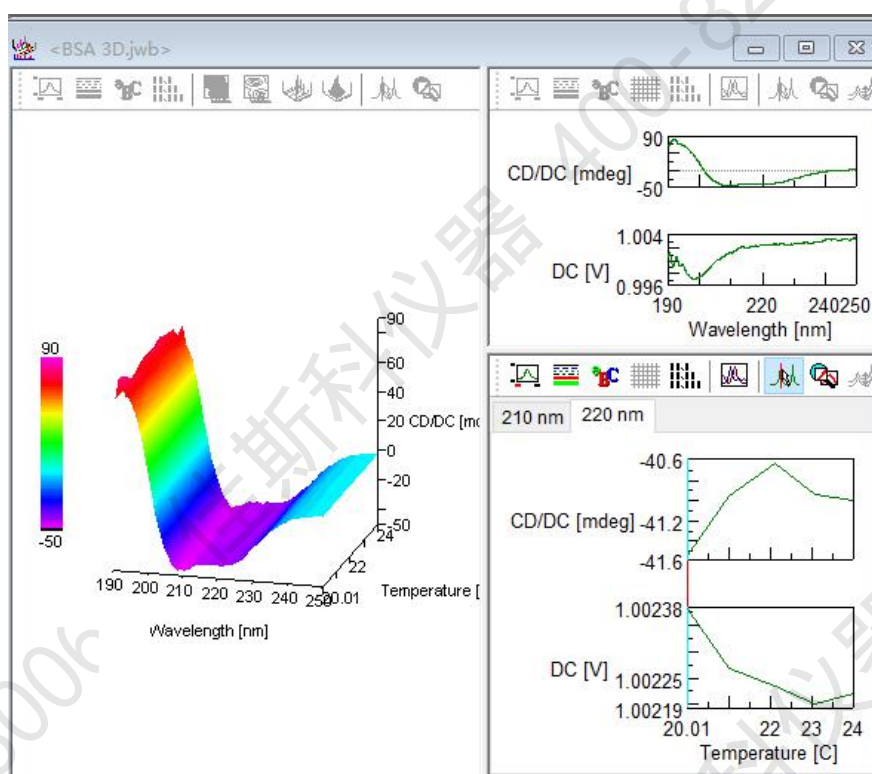
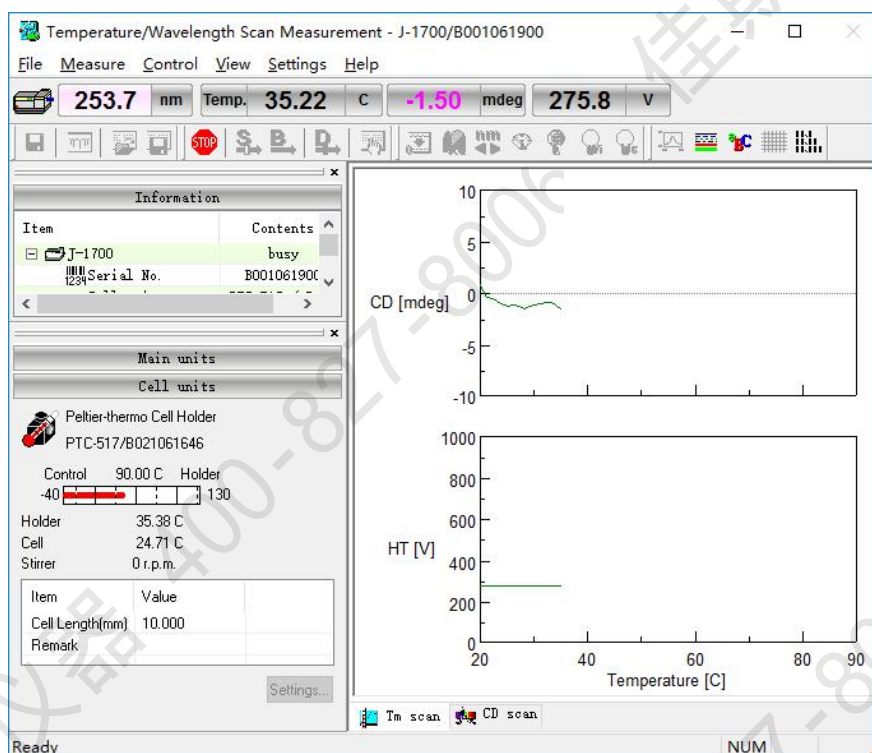


5、更换样品，点击 .



达到设置的温度自动开始测量：

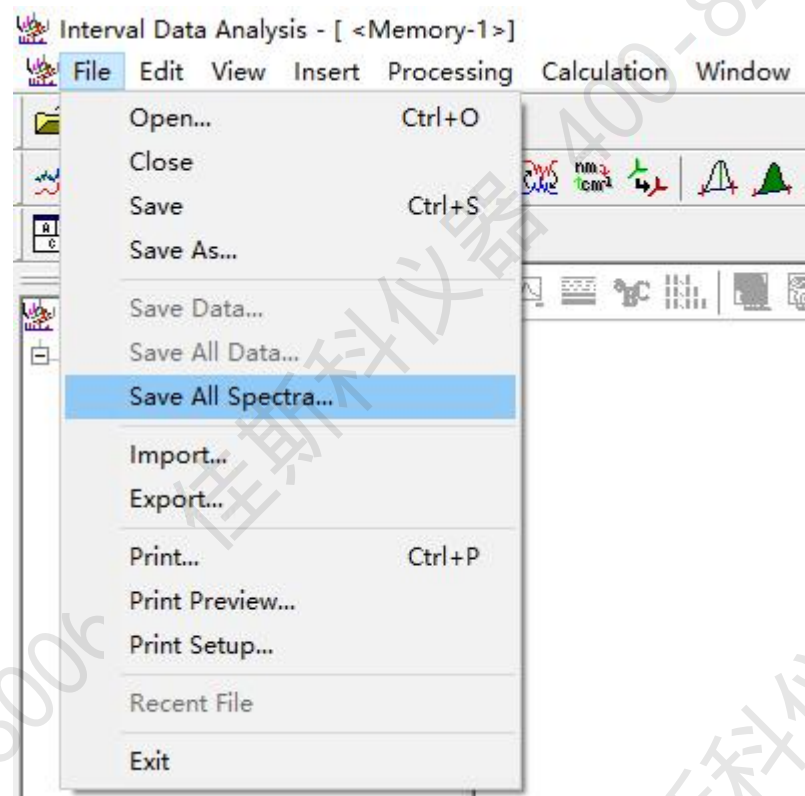
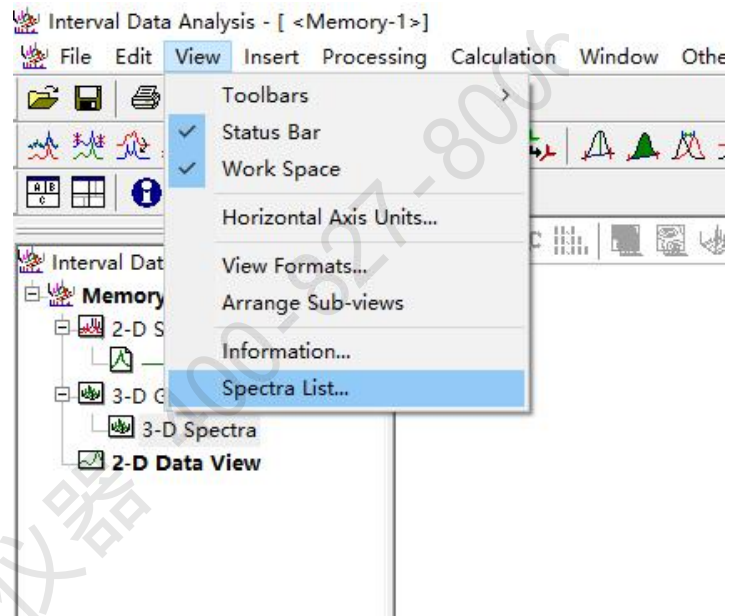


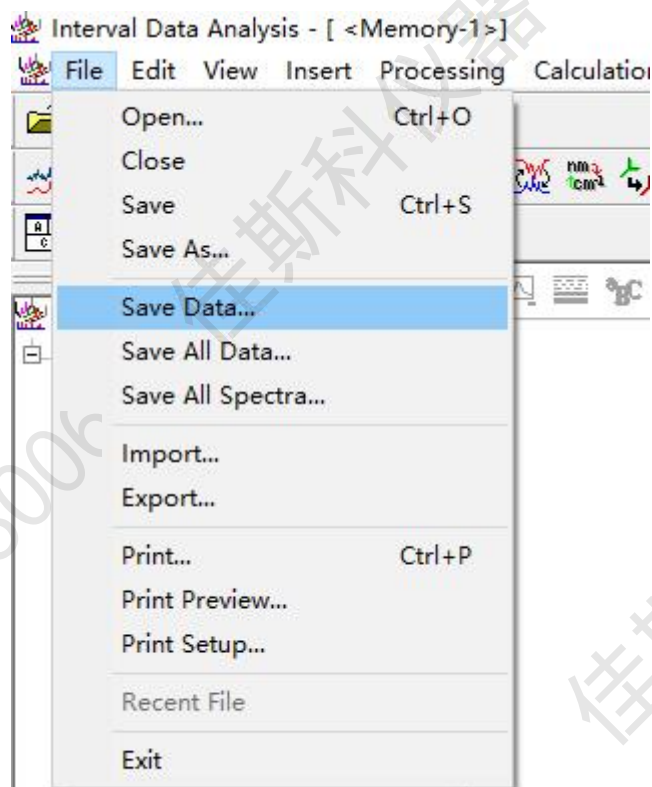
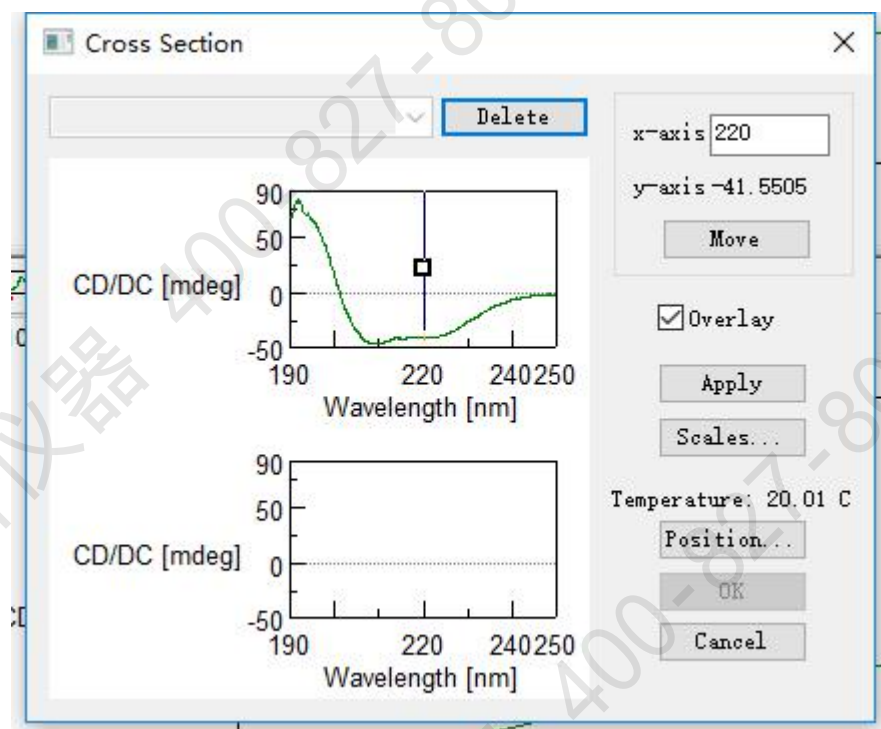
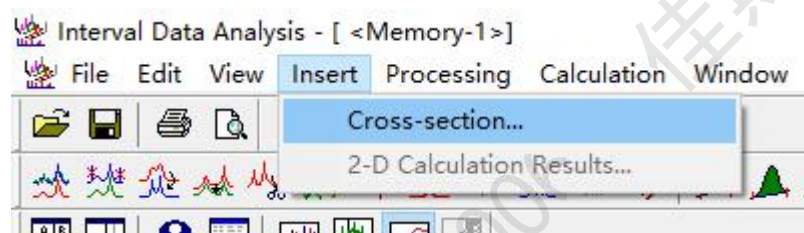


6、测试结束，关闭程序、关机、关水循环泵电源开关、关气。

数据分析

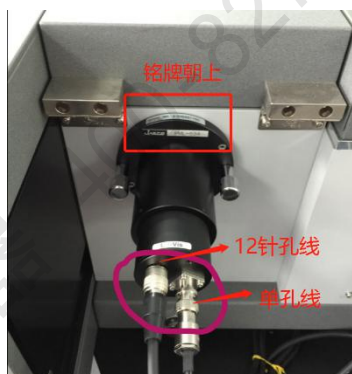
Interval data analysis






§III 积分球附件 DRCD-574 测量固体 CD 光谱的操作

- 1、关机状态。拆除样品室里的其他支架。
- 2、安装积分球入样品室中。
- 3、安装积分球检测器 PML-534，注意铭牌朝上。连接两条专用连接线。一条是两头都是单孔的线，将一头与 DRCD 检测器的单孔对接，另一头与主机上 Detector2 上的单孔对接；另一条专用线是是一头 12 个针，一头 12 个孔的线，同样将一头与 DRCD 检测器对接，另一头与主机上的 Detector2 对接。



- 4、双击 ，打开测试软件。
- 5、压样。配套的压片模具不适合用液压法，用配套的小型手压器压制。不允许压的样品，用反射法测试。
- 6、根据样品的形态使用不同的测试模具支架：

粉末样品： 用配套的简易压片模具制好样后，取出带样的中间模具，放入粉末架被吸紧，放入样品室中测试，使用漫透射法，样品放于积分球的前侧，标准反光板放在积分球后侧。如用完全透射法样品置于积分球后侧，标准反光板取出，样品尽可能放靠近检测器位置。

透明样品： 制成透明的薄膜样品，用配套的透射架夹住，放入积分球前侧测试，如积分球后侧加反光板，则用积分球检测器（90 度方向）检测；如果积分球后面不加反光板，则可用标准检测器检测（180 度方向），这种情况样品应放在反光板的位置，上述 3、5 步骤不做，第 2 步可做可不做，做的话，光或许强些。

不透明（或深色）的样品： 用漫反射法，将样品放入配套的反射架中，将标准反光板取出，样品放于积分球后侧。

各种样品支架上标有旋转的角度，改变不同角度，测试随不同偏振角的 CD 变化值。

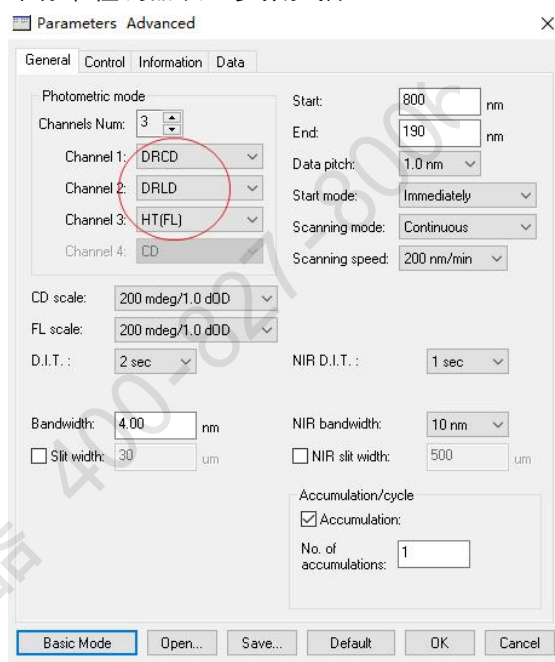
- 7、测量。软件操作同室温操作。

使用积分球检测器 PML-534，是漫反射或漫透射方式测试。样品放置位如下图所示，检测范围 200-800nm 积分球；若使用标准检测器 PMT+InGaAs 则取出标准反光板，样品放于积分球后侧，检测范围 165-2500nm。

注意 LD 信号只能用 PMT 检测器，只能检测到 800nm。

若使用纯透射法做 DRCD，则只需安装积分球架，不需要安装积分球检测器 PML-534，不需要标准反光白板，样品放在积分球后侧，使用主机检测器测试。扫描范围可达 163-2500nm。

若用漫反射或漫透射检测，则设置扫描参数如下，若用纯透射法检测，则按正常标准检测器设置参数扫描。



- 8、测试结束，关程序、关机、关气。
- 9、拆除检测器连接线，卸下积分球检测器。
- 10、拆除积分球。将积分球放入袋中存放，以防积分球涂层被污染。

注意：漫反射和漫透射利用了积分球，测试范围 200~800nm；如果不使用积分球做透射，测试范围 165-2500nm，此时，放置样品尽可能靠近检测器端，这种情况下，积分球可以安装，也可以不安装于样品室，安装的话，起到聚光的作用。

实验结束，一定要更换积分球入干净的袋中保存，一旦污染，无法做 DRCD。