

VUV激发荧光光谱远程采集说明

请反馈使用意见，无论大小，协助我们改进

目 录

1. VUV 4B8 荧光探测简介	4
荧光采集示意图	5
样品室及样品架示意图	6
样品要求	8
2. 远程连接	10
建立远程连接	11
3. 荧光远程操作	16
实验操作步骤	17
调样品	18
(a) 选择样品	18
(b) 调强度—A样品架	20

激发采集	40
发射采集	45
恢复样品位置	46
低温及变温实验	47
变温（13K或35K-120K）	50
恢复室温	53
结束或换样品	54
4. 文件传输	55
ftp传输文件	55
数据文件格式	56
5. 丢束处理	57
6. 滤光片选择	58
滤光片应用示例	60

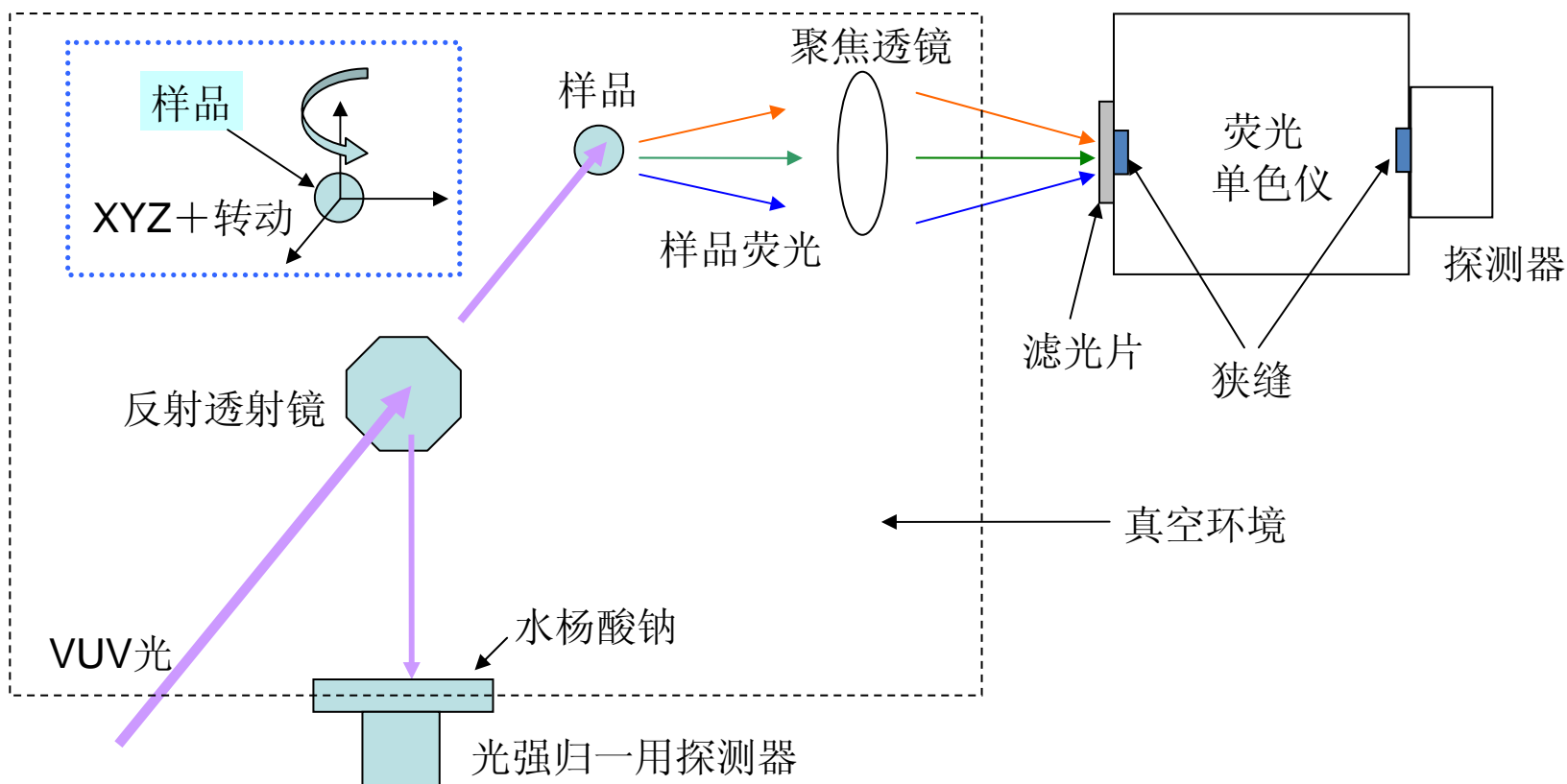
欢迎使用

北京同步辐射实验室 (BSRF) 4B8真空紫外束线

1. VUV 4B8 荧光探测简介

4B8真空紫外束线提供125—350nm真空紫外和紫外光，可进行荧光光谱和圆二色谱为主的两类实验。

荧光采集示意图

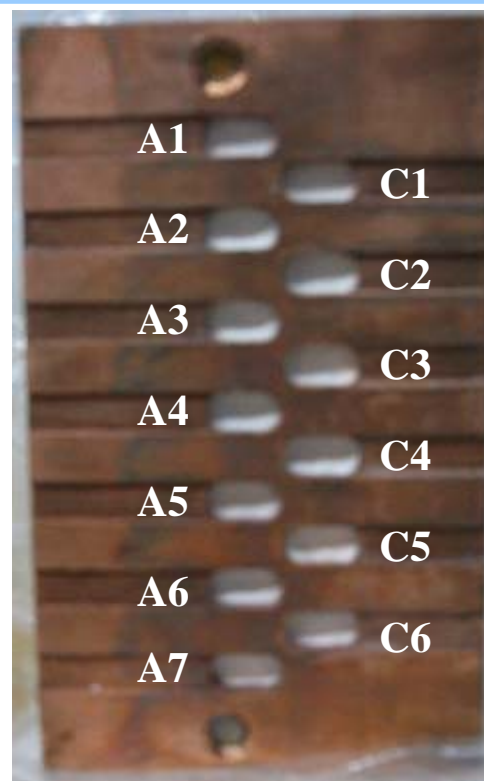
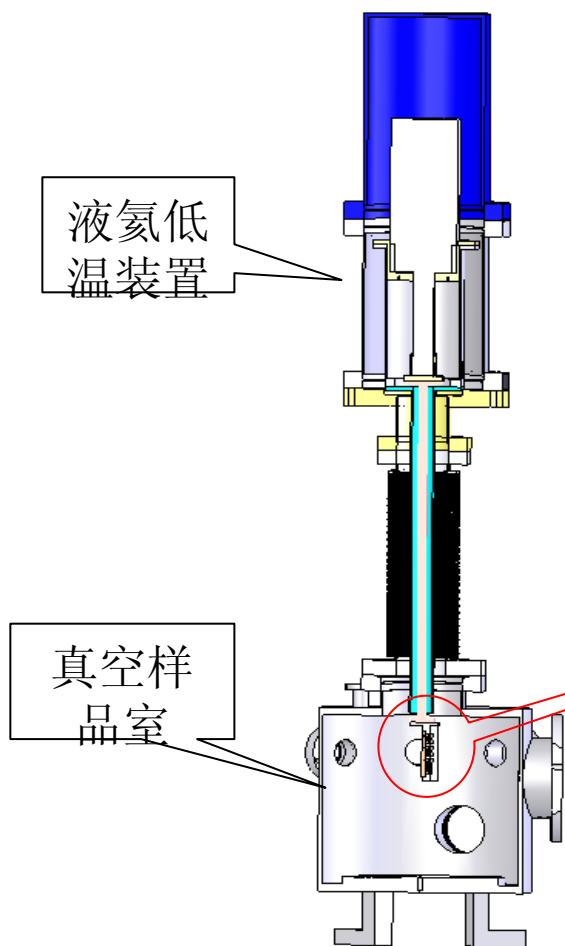


- (1) VUV光通过反射透射镜：反射VUV光用来激发水杨酸钠，其信号作为光谱归一的信号
- (2) 透射VUV光聚焦到样品上，激发出的荧光经聚焦透镜收集聚焦到荧光单色仪前狭缝处
- (3) 样品架一次最多可装13个粉末样，样品可以XYZ+转动调节
- (4) 采集时画的谱，都是经过水杨酸钠进行光强归一后的数据

样品室及样品架示意图

实验站提供不同规格的样品架，适用不同测试需求。

A样品架（13个样品/次）
—适用于粉末样品常温实验



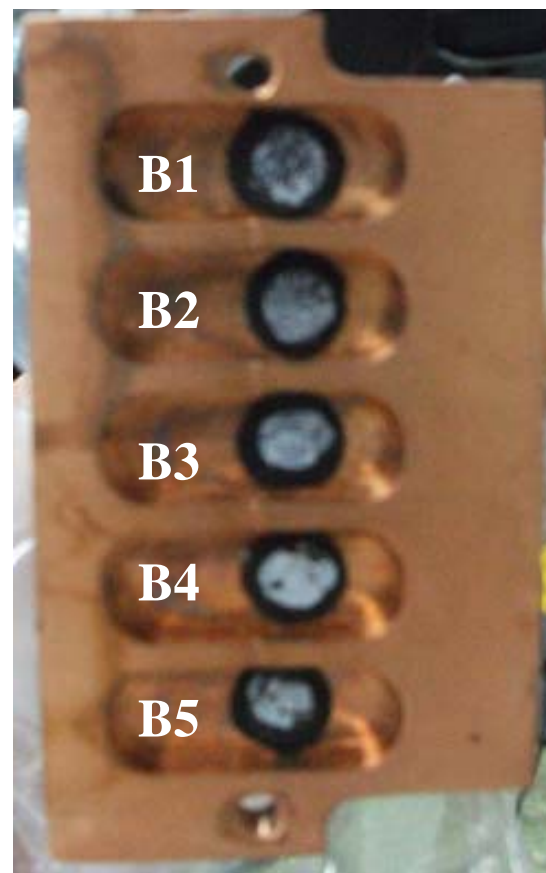
A样品架（13个样品/次）

—适用于粉末样品低温实验（压片）
或小晶体常低温实验（高度 $<5\text{mm}$ ）



B样品架（5个样品/次）

—适用于大晶体或不规则样品
常低温实验（高度 $<9\text{mm}$ ）



样品要求

远程实验邮寄样品时：

- (1) 粉末样品建议每个样品用一个密封袋装好，再套在另一个密封袋中，防止相互污染
- (2) 压片样品，做好防震缓冲，防止碎散，硬盒邮寄，泡沫或棉花等材料缓冲
- (3) 晶体或薄膜样品，防止压碎，硬盒邮寄，泡沫或棉花等材料缓冲

粉末样品：

粉末：寄来粉末样品，颗粒越细越好，较大颗粒易掉落；实验站安排装样；

压片：寄来粉末压片，压片装样方便，不易相互污染

压片直径5mm，一次可以装13个样；

直径大于5mm小于9mm，一次可以装5个样；

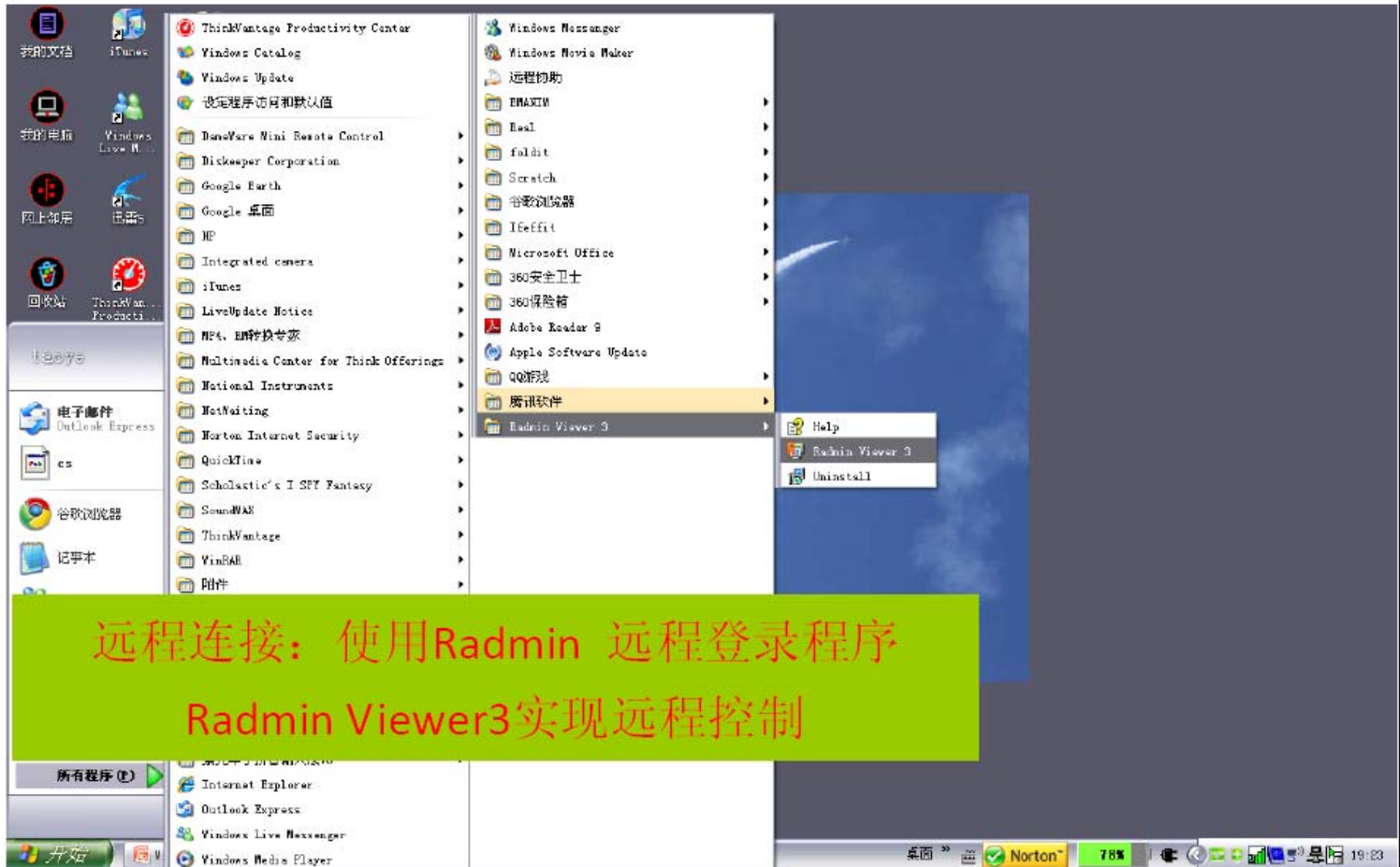
晶体，薄膜样品：直径小于9mm

- (1) 远程实验时，实验站和用户按约定的顺序装样，保证A1-A7，C1-C6或B1-B5对应正确的样品；
- (2) 实验站为用户设定一个专用文件夹；
- (3) 目前提供室温和低温（ $\sim 14\text{K}$ ）测试，从室温到低温需 $\sim 3\text{h}$ ；由于低温开启后振动较大，粉末样品做低温建议压片（直径5mm，厚度1~2mm），否则容易样品振落；
- (4) 如果室温低温实验都做，通常先做低温。

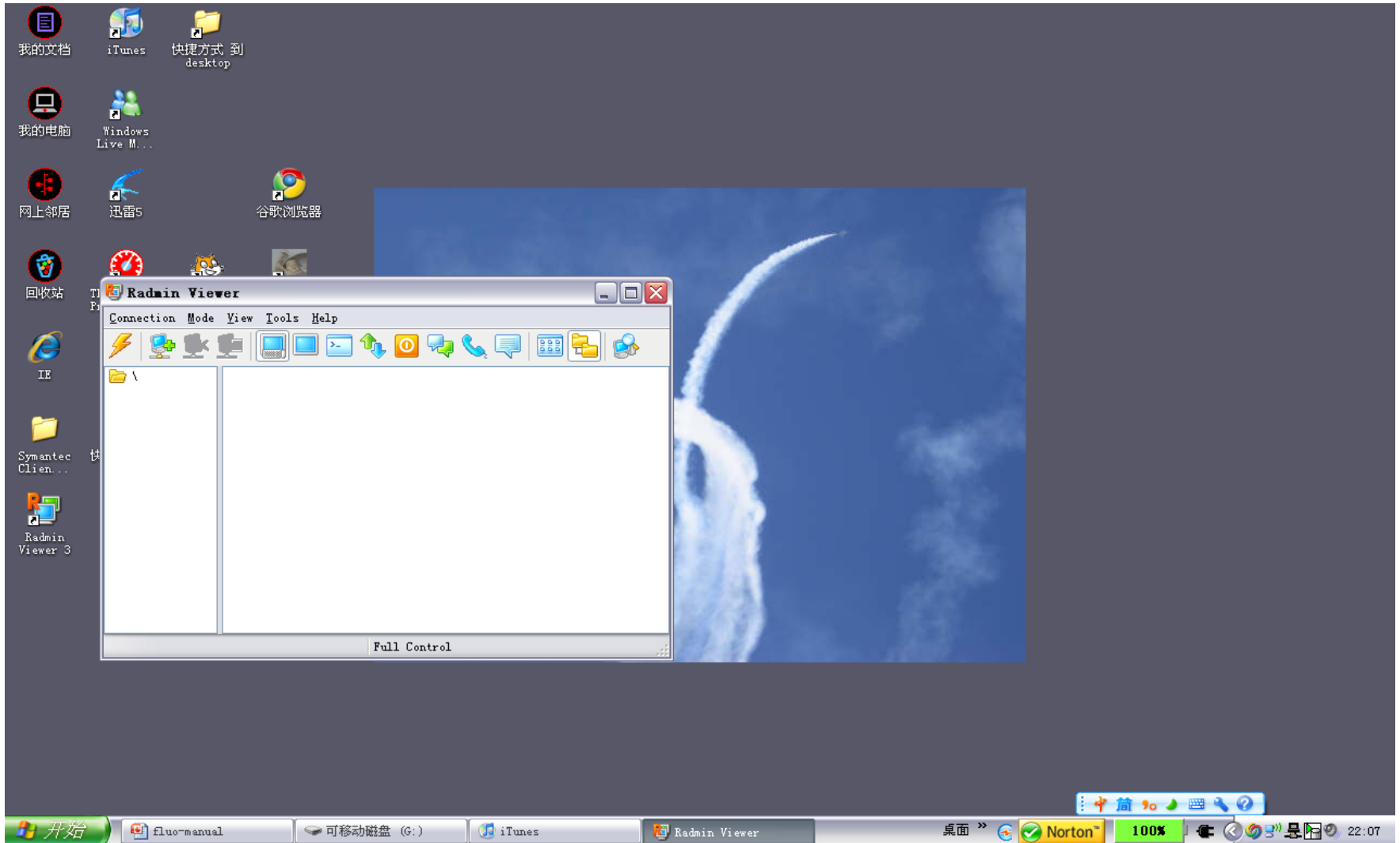
2. 远程连接

- (1) 请先安装提供的rview33.exe
- (2) 实验时，使用radmin viewer实现远程控制
- (3) 通过QQ或msn在线联系
QQ: 1062732579，北京同步VUV
- (4) 每次实验前，实验站会提供本次实验连接的IP地址：**该IP地址不仅用于远程连接，也用于ftp传输数据时使用。**
新用户实验前，实验站将提供登陆用户名和密码以及ftp的用户名和密码
- (5) 用户确定数据文件保存的文件夹名称

建立远程连接



建立远程连接



Radmin Viewer 打开的界面

建立远程连接

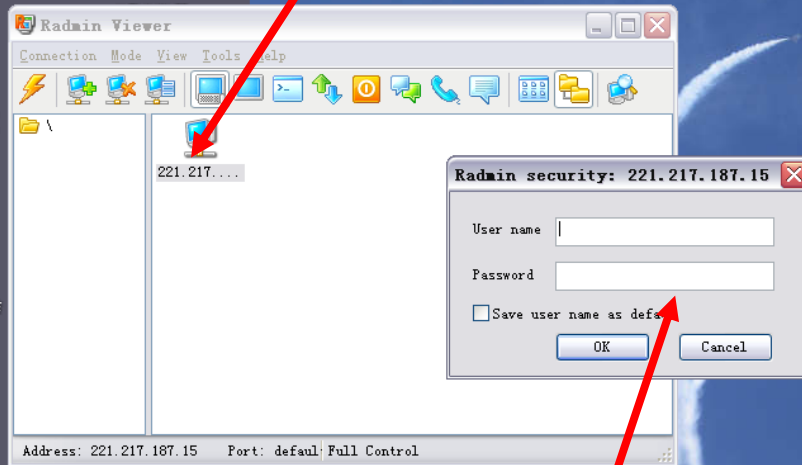
点击绿十字，建立新连接

输入本次实验的IP（221.217.187.15为例），点击OK即可

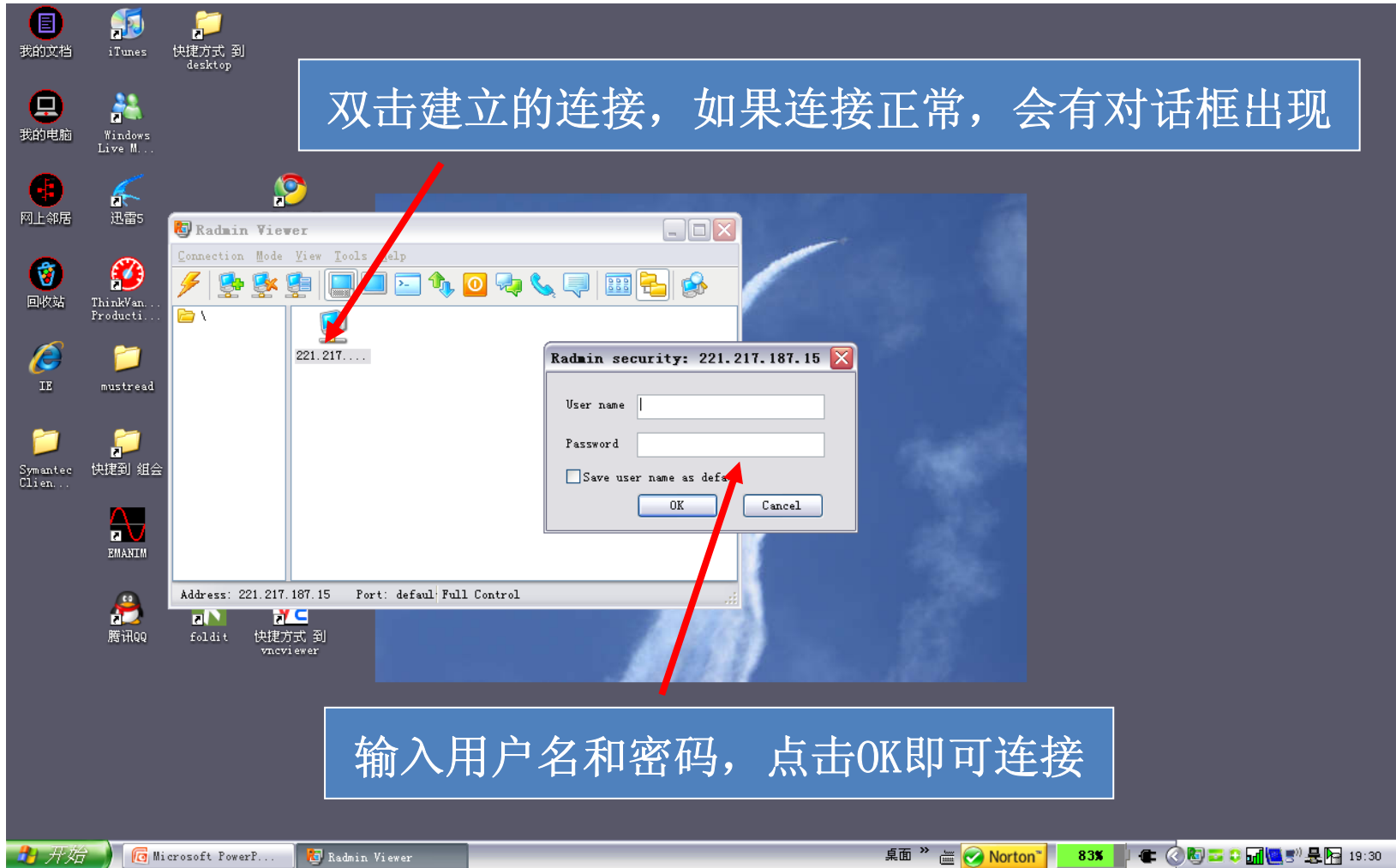
开始 fluo-manual 可移动磁盘 (G:) iTunes Radmin Viewer 桌面 Norton 100%

建立远程连接

双击建立的连接，如果连接正常，会有对话框出现



输入用户名和密码，点击OK即可连接



- 由于网络条件不同，界面切换或操作会有一些延时，请耐心等待，一般均有等待提示，每个操作请等提示信息出现再执行下一步（由于有时网速原因，鼠标操作后反应较慢，请不要着急随便点击，务必等提示信息出现）
- 鼠标操作时，比如点击，点击一下即可；由于有时网络原因反应较慢，点击后显示没有反应，如果长时间点击反而操作失效
- 界面显示如果不在中央，请调节左侧和下侧的滚动条

3. 荧光实验操作

remote20100518_3.vi

File Edit Operate Tools Browse Window Help

BSRF 4B8 VUV
Fluorescence Collection Remote Control 4.0

用户操作

激发采集

发射采集

调样品

恢复样品位置

温度调节

结束或换样品

实验站操作

制冷机 气动阀 安全光闸

ON ON ON

输入流强

荧光单色仪出口调节

室温到低温

退出

此区域内控件
仅为实验站人员操作
谢谢合作!

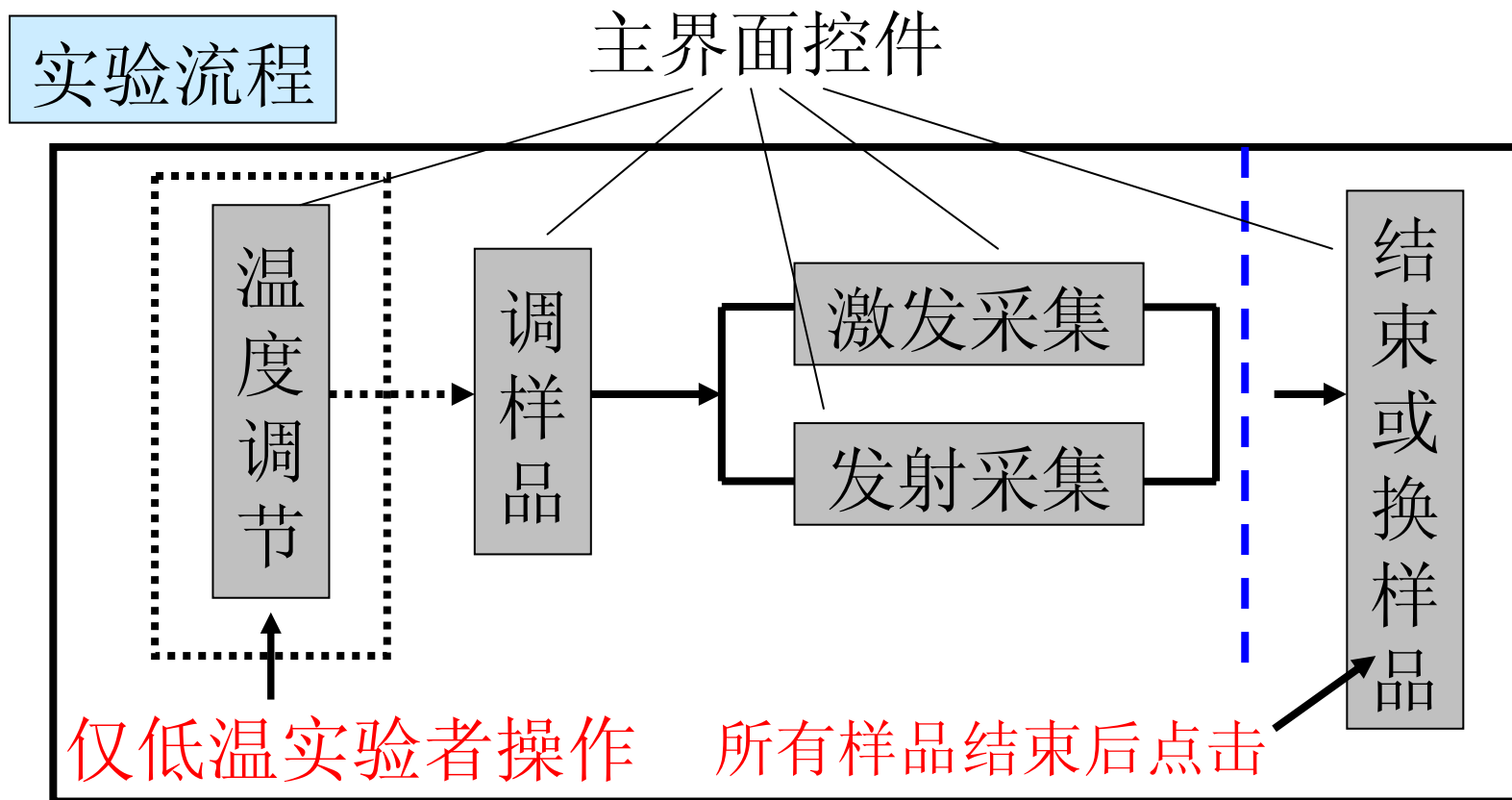
此区域内控件用户可操作

开始 我的电脑 LabVIEW remote20100518_3.vi 17:12

实验操作步骤

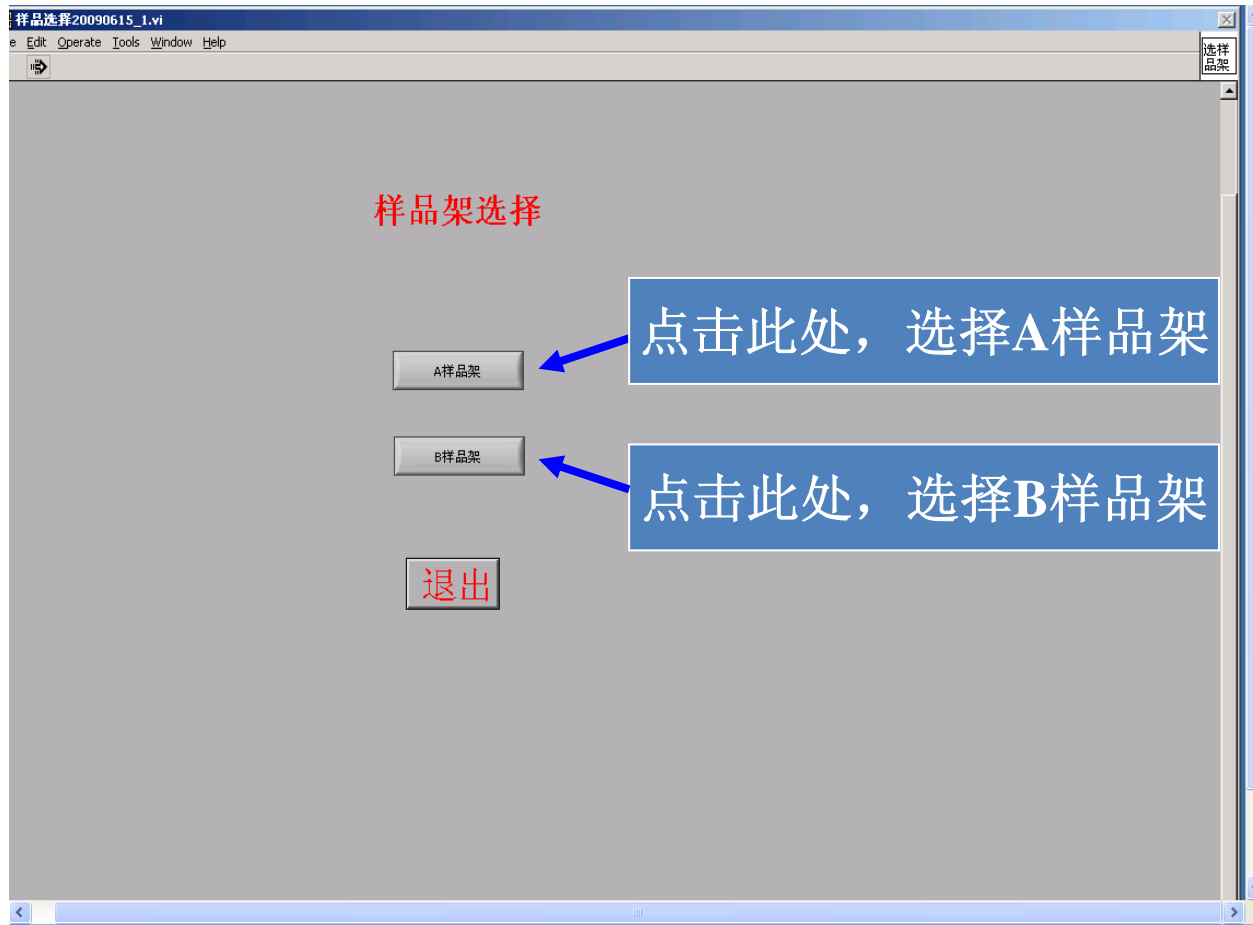
实验前，用户需要对自己的样品有一定了解：

最好能够知道样品的激发和发射峰位置；
至少应知道某个较强的发光位置。



调样品—选择样品

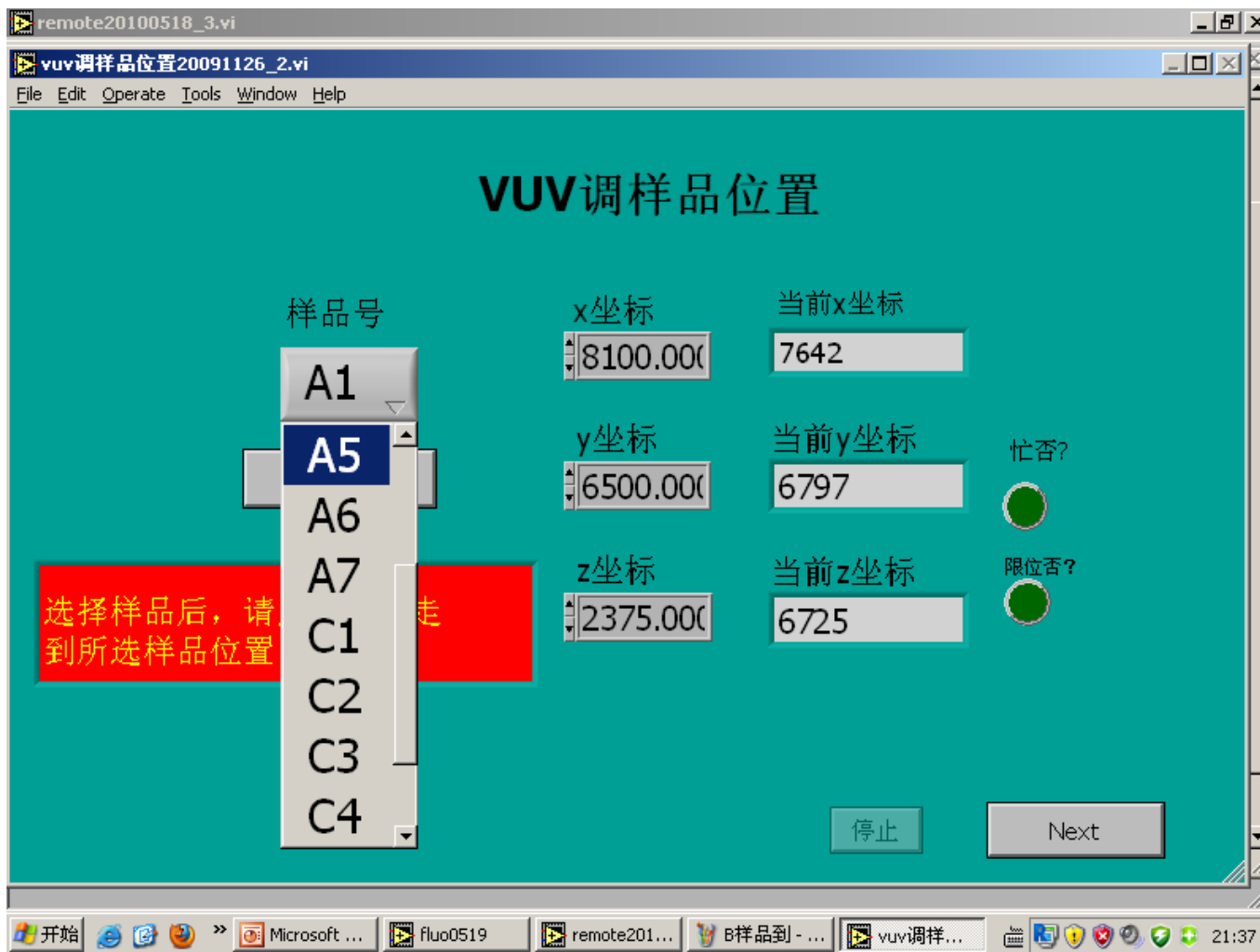
1. 实验站通知用户A1-A7， C1-C6或B1-B5对应的样品名称
2. 点击 **调样品** ，进入如下界面。

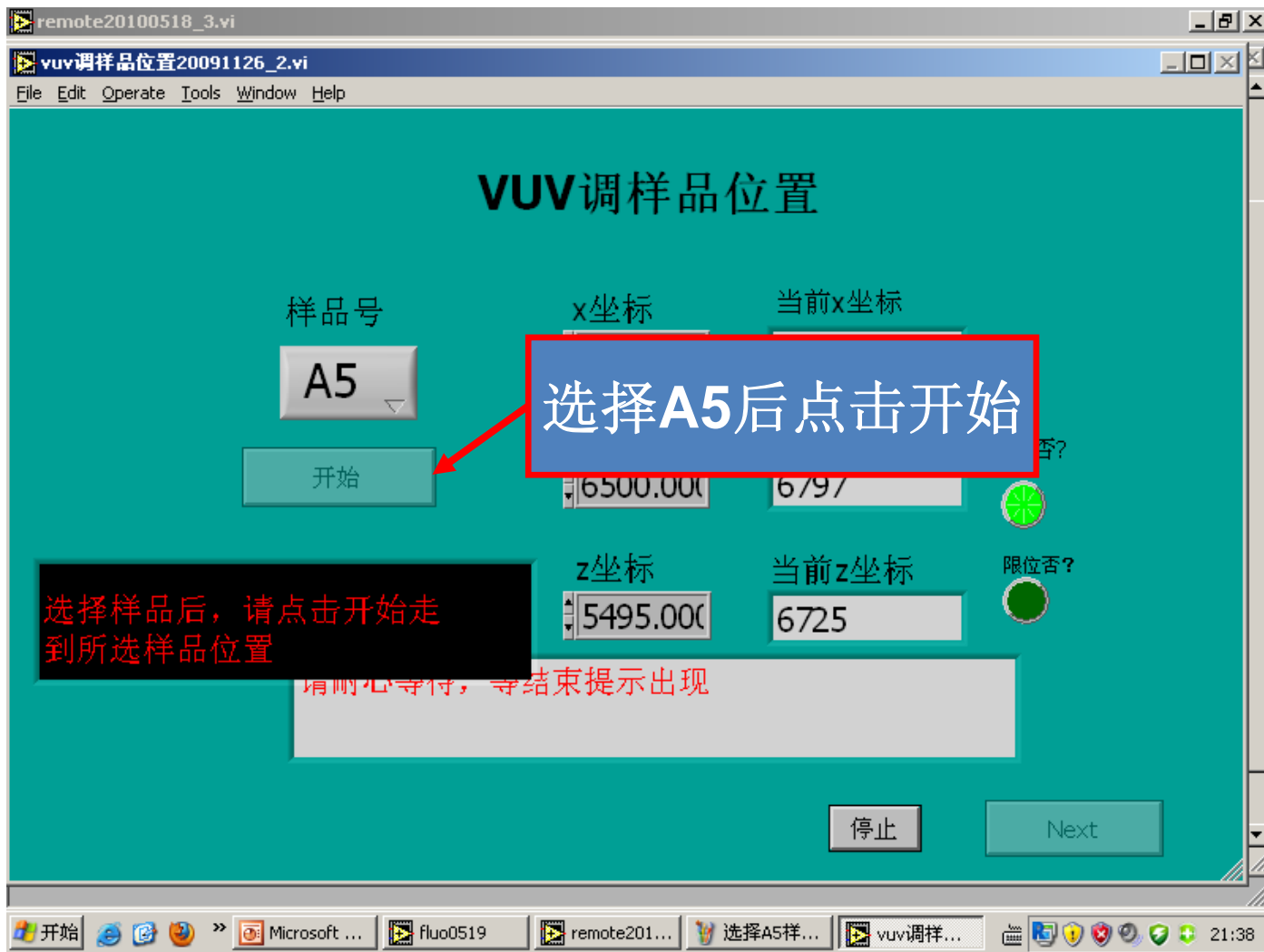


调样品一选择样品

以A样品架为例：选择A5样品









调样品强度—A样品架

目的： 由于装样表面不均匀，通过调节样品X、Y位置使样品信号最强

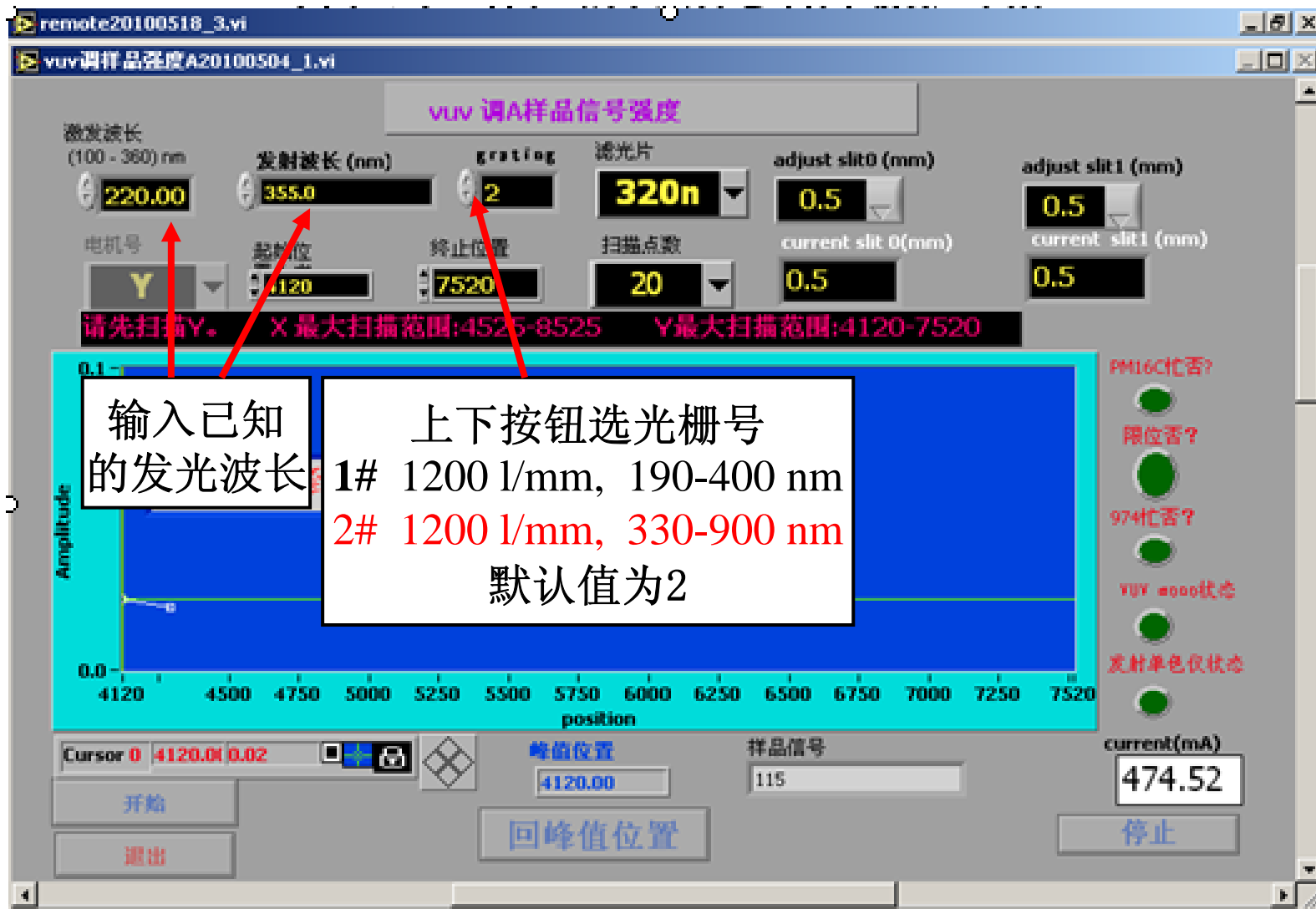
X最大调节范围：4525-8525

Y最大调节范围：4120-7520

无论步长多少，调强度时起始位置和终止位置均不能超过该范围

一般可按照：扫描Y—扫描X—扫描Y—（扫描X—扫描Y）顺序
如果需要比较样品强度，XY位置要精确确定，需要XY反复几次扫描，找到最佳位置

程序界面及参数说明







点击黑三角
选择X, Y, Z

输入扫描起始
位置和终止位置
不能超过相应
最大扫描范围

选择扫描点数
默认为20

Step 1: 扫描Y

(1) 粗扫描

remote20100518_3.vi

vuv调样品强度A20100504_1.vi

vuv 调A样品信号强度

激发波长 (100 - 360) nm: 220.00

发射波长 (nm): 355.0

grating: 2

滤光片: 320n

adjust slit0 (mm): 0.5

adjust slit1 (mm): 0.5

电机号: Y

起始位: 4120

终止位置: 7520

扫描点数: 20

current slit 0(mm): 0.5

current slit1 (mm): 0.5

请先扫描Y。 X 最大扫描范围:4525-8525 Y最大扫描范围:4120-7520

Amplitude

0.1

0

4120 4500 4750 5000 5250 5500 5750 6000 6250 6500 6750 7000 7250 7520

position

Cursor 0 4120.00 0.02

峰值位置: 4120.00

样品信号: 115

current(mA): 474.52

开始

退出

回峰值位置

停止

PM16C忙否?

限位否?

974忙否?

VUV mood状态

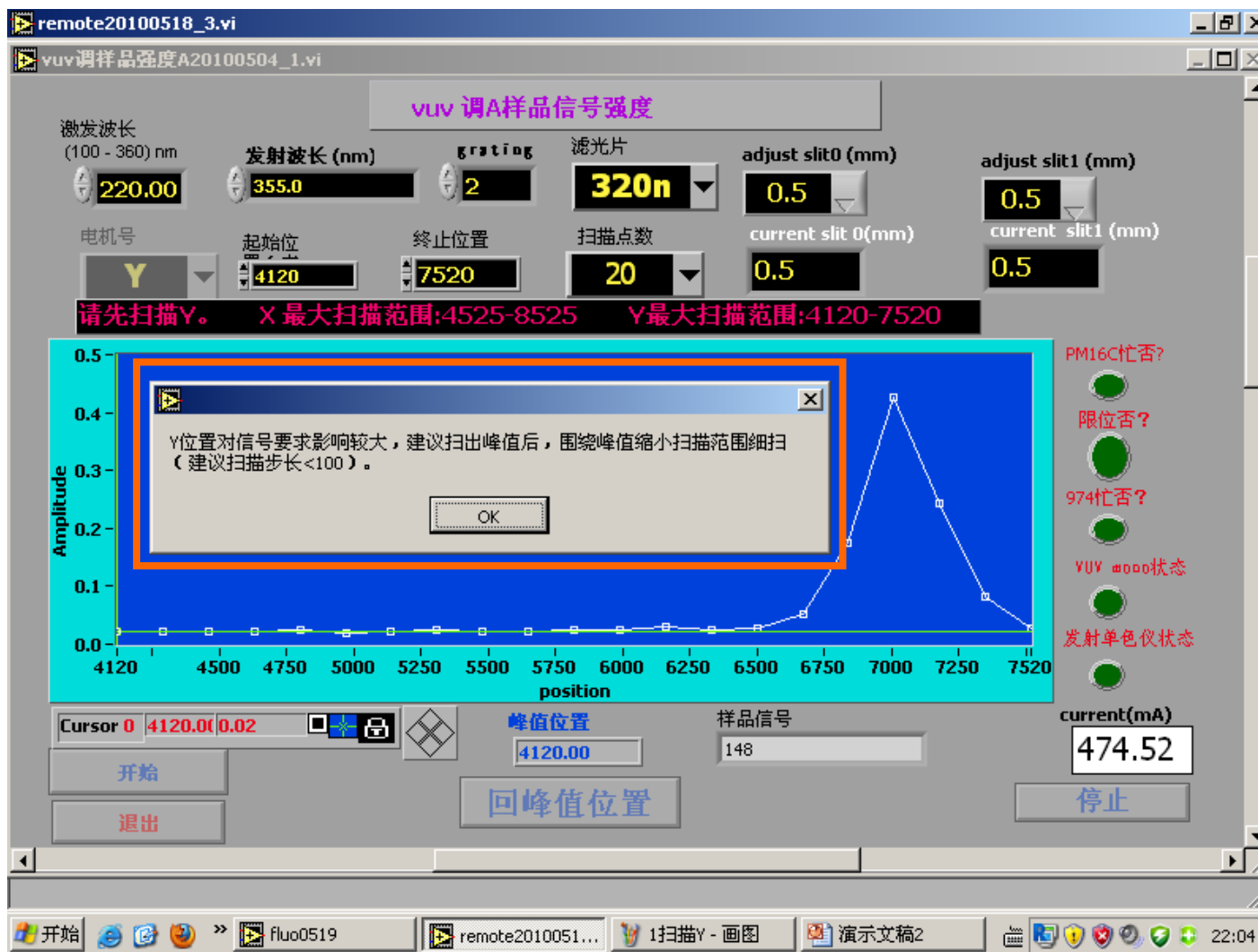
发射单包仪状态

检查所有参数无误后点击开始

此处为Y 样品第一次扫描Y: 最大范围

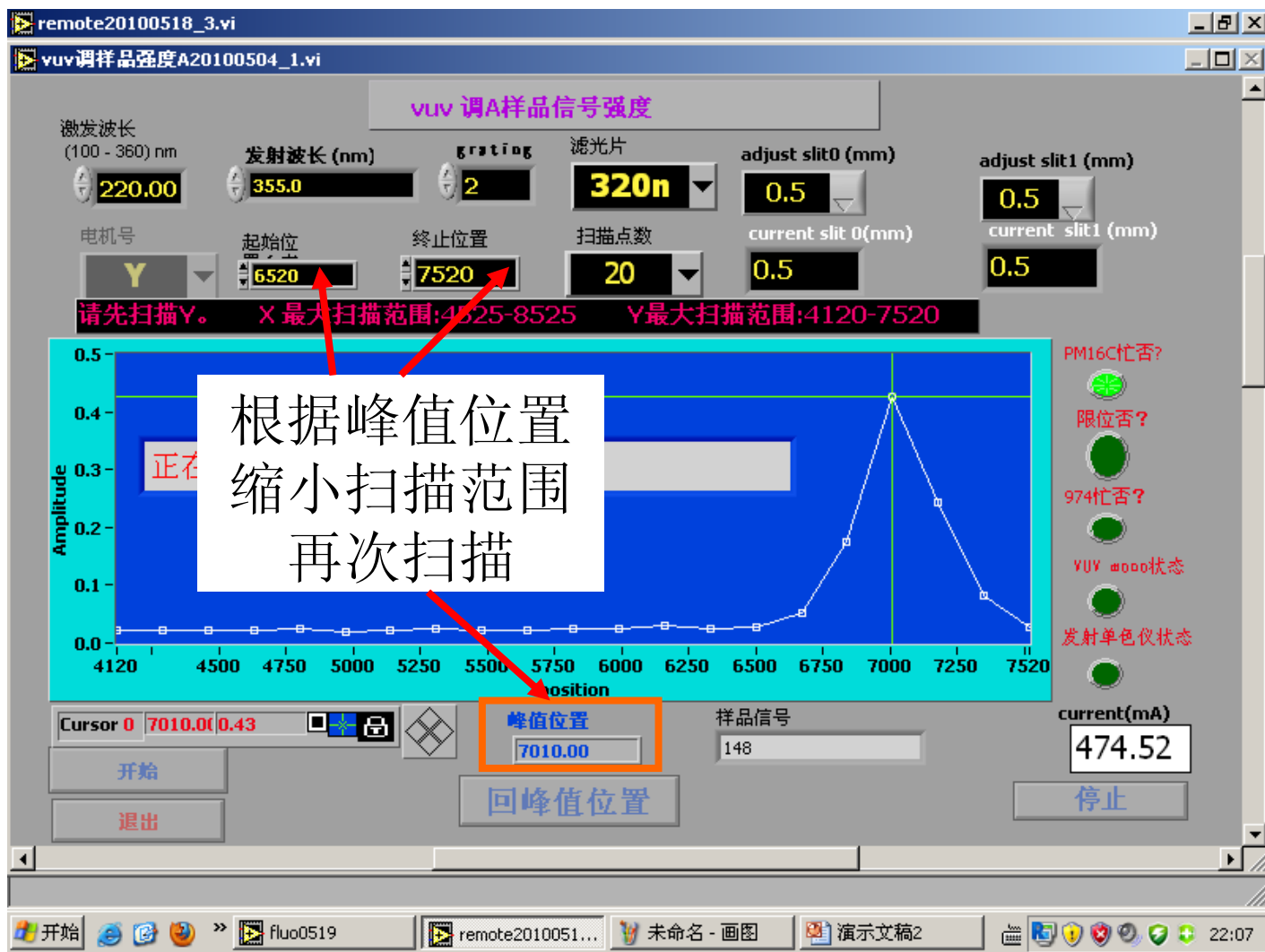
Windows taskbar: 开始, fluo0519, remote2010051..., A架初始位置 - ..., 演示文稿2, 22:02

扫描结果：提示建议缩小扫描范围





(2) 细扫描





remote20100518_3.vi

yuv调样品强度A20100504_1.vi

vuv 调A样品信号强度

激发波长 (100 - 360) nm: 220.00

发射波长 (nm): 355.0

grating: 2

滤光片: 320n

adjust slit0 (mm): 0.5

adjust slit1 (mm): 0.5

电机号: Y

起始位: 6520

终止位置: 7520

扫描点数: 20

current slit 0(mm): 0.5

current slit1 (mm): 0.5

请先扫描Y。 X最大扫描范围:4525-8525 Y最大扫描范围:4120-7520

光标寻峰后
点击
回峰值位置
切记!

position	Amplitude
6520	0.04
6600	0.04
6700	0.08
6800	0.15
6900	0.28
6970.00	0.41
7000	0.40
7100	0.35
7200	0.18

Cursor 0: 6970.00 | 0.41

峰值位置: 6970.00

样品信号: 719

current(mA): 474.52

开始 | 退出 | 回峰值位置 | 停止

PM16C忙否?

限位否?

974忙否?

VUV 0000状态

发射单色仪状态



Step 2: 扫描X

remote20100518_3.vi

vuv调样品强度A20100504_1.vi

vuv 调A样品信号强度

激发波长 (100 - 360) nm: 220.00

发射电流: 355.0

电机号: X

起始位置: 4525

终止位置: 8525

扫描点数: 20

current slit 0(mm): 0.5

adjust slit1 (mm): 0.5

current slit1 (mm): 0.5

请先扫描Y。 X 最大扫描范围:4525-8525 Y最大扫描范围:4120-7520

Amplitude

position

Cursor 0: 4525.0 | 0.06

峰值位置: 4525.00

样品信号: 158

current(mA): 474.52

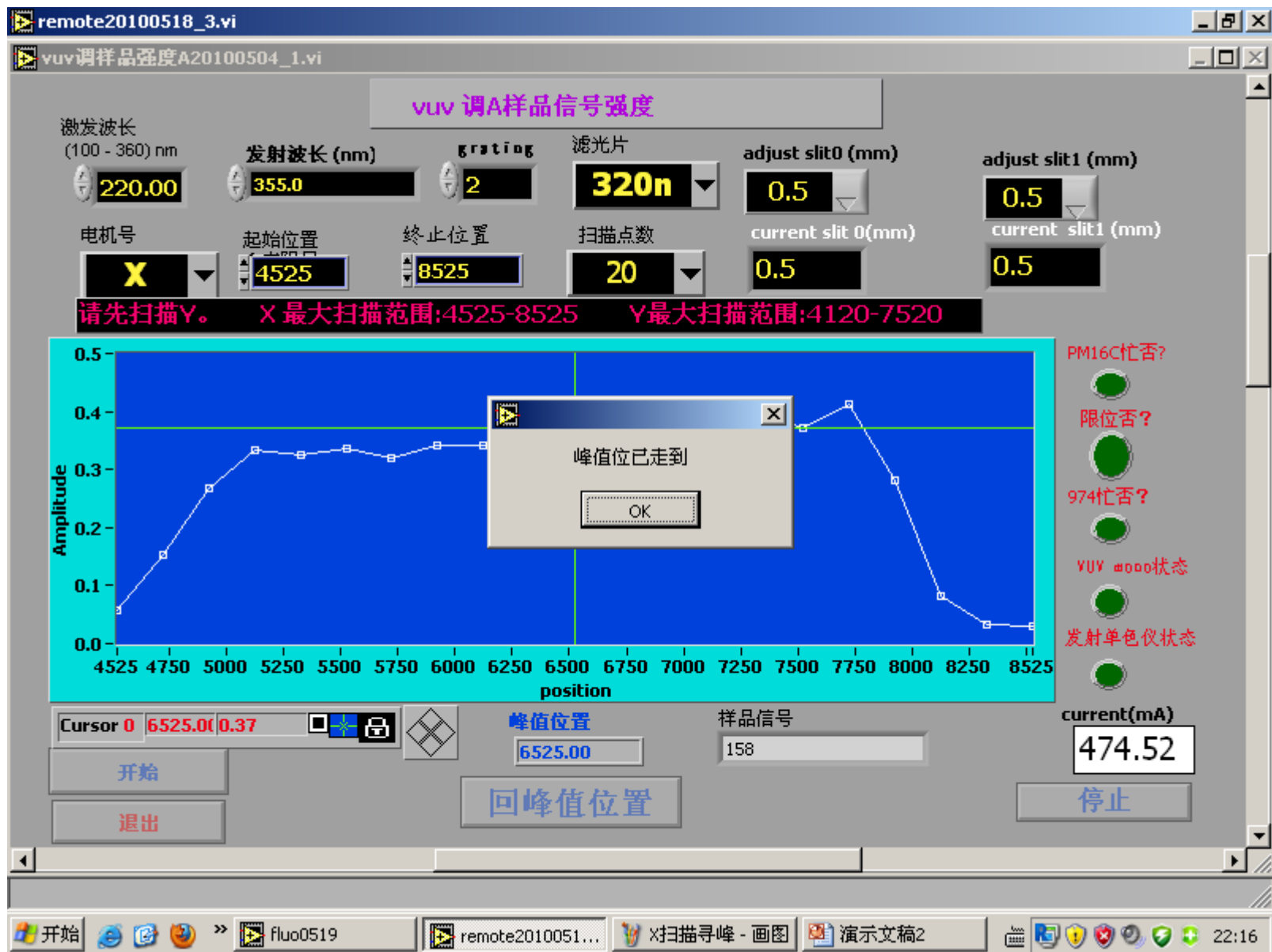
按钮: 开始, 退出, 回峰值位置, 停止

对话框: 本次扫描已结束, 请拖动光标寻峰, 然后点击回峰值位按钮

状态指示: PM16C忙否?, 限位否?, 974忙否?, VUV 0000状态, 发射单色仪状态

任务描述: 样品第一次扫描X: 最大范围

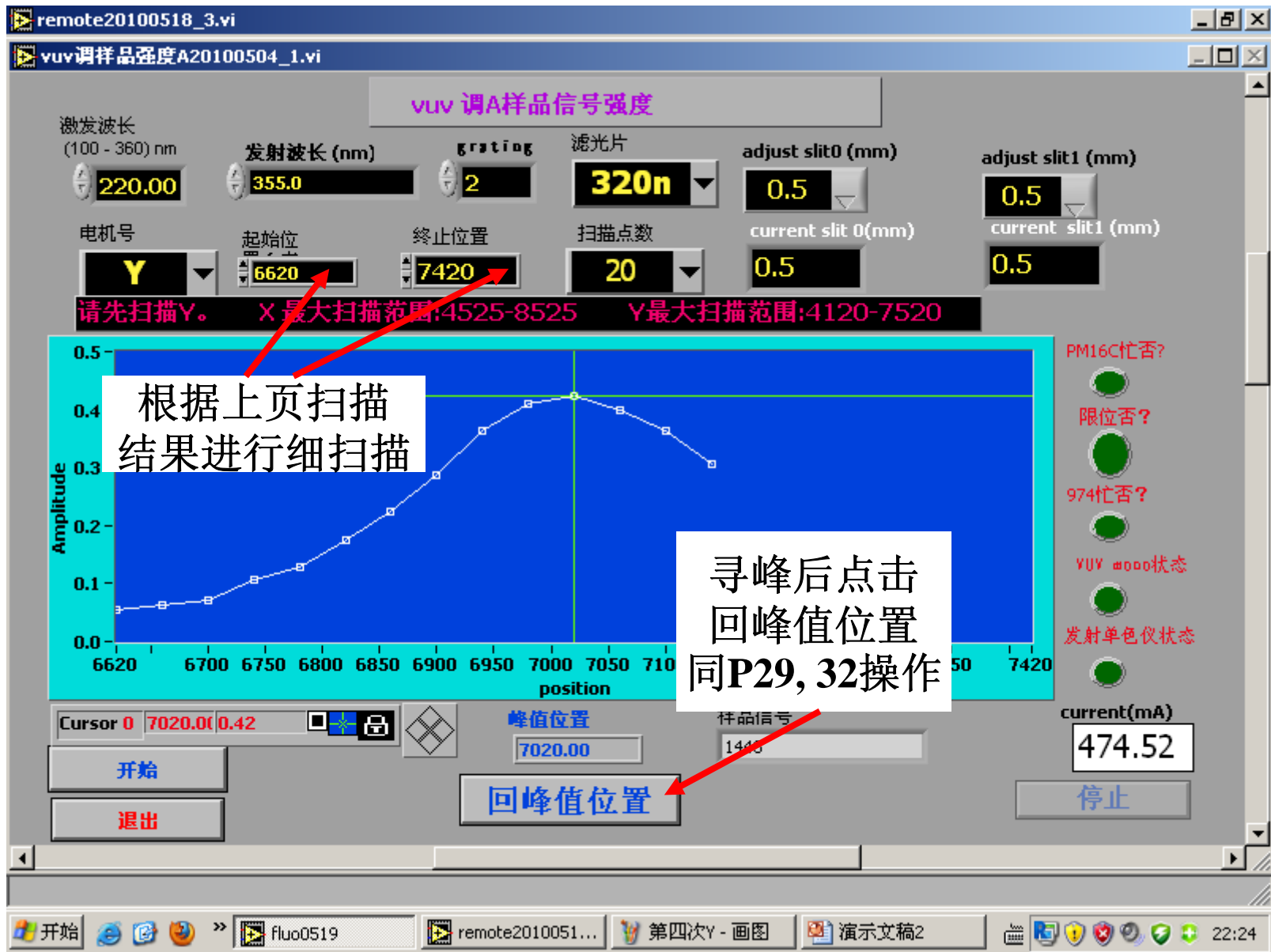
标注: 此处为X, 参考P32操作



Step 3: 扫描Y

step1细扫描后峰值位置为6970，根据此位置调节扫描范围。





Step 4: 扫描X

- (1) 如需进行样品强度比较, 进行step 4, 5....
- (2) 不需要进行强度比较, 可step 3后退出调信号强度界面

remote20100518_3.vi
vuv调样品强度A20100504_1.vi

vuv 调A样品信号强度

激发波长 (100 - 360) nm: 220.00
发射波长 (nm): 355.0
grating: 2
滤光片: 320n
adjust slit0 (mm): 0.5
adjust slit1 (mm): 0.5
电机号: X
起始位置: 5525
终止位置: 7525
扫描点数: 20
current slit 0(mm): 0.5
current slit1 (mm): 0.5

请先扫描Y。 X最大扫描范围:4525-8525 Y最大扫描范围:4120-7520

0.5
0.3
Amp
position
Cursor 0 6425.0|0.44
峰值位置 6425.00
样品信号 1890
current(mA) 474.52
开始
退出
回峰值位置
停止

PM16C忙否?
限位否?
974忙否?
发射单色仪状态

根据step 2峰值位置
设定扫描范围

回峰值位置

峰值位已走到
OK

开始 第五次X结果 - ... 演示文稿2 22:30

Step 5: 扫描Y

根据step 3峰值位置确定粗扫描和细扫描范围

细扫描结果:

注意:
回峰值位置

峰值位置与step 3 (P37)
峰值位置重合, 可结束调节
点击退出回主界面

请先扫描Y。 X最大扫描范围:4525-8525 Y最大扫描范围:41

峰值位置
7020.00

回峰值位置

开始
退出

停止

current(mA)
474.52

样品信号
514

限位否?
974忙否?
VUV 0000状态
发射单色仪状态

remote20100518_3.vi
yuv调样品强度A20100504_1.vi

激发波长 (100 - 360) nm
220.00

发射波长 (nm)
355.0

grating
2

滤光片
320n

adjust slit0 (mm)
0.5

adjust slit1 (mm)

电机号
Y

起始位
6620

终止位置
7420

扫描点数
20

current s

激发采集

- (1) **注意：** 激发范围100-350nm，最短可从100nm开始采集，但实际光在125nm左右截止，所以一般从125nm开始算起。
 - (2) 激发采集完毕示意图, 寻峰操作和发射、调样品一样
 - (3) 所得的激发谱是直接经过水杨酸钠校正后得数据
 - (4) 荧光单色仪(ARC SP308)对荧光光谱进行分析, 内配三块光栅(1, 2, 3), 根据需要的发射波长, 选择合适光栅号, 常用的可见范围选2号光栅, **2号是缺省值.**
 - 1#光栅1200 l/mm, 190-400 nm
 - 2# 1200 l/mm, 330-900 nm**
 - 3# 600 l/mm, 800-1700 nm (暂时不用)
- 如果输入的发射波长和选择的光栅号不对应, 会有提示

激发采集界面（右侧是参数解释）

remote20100518_3.vi

exc_remote_20100504_1.vi

excitation collection

emi wavelength(nm) 500.00 emi grating 2 sampling time 1

start exc (nm) 200.00 end exc (nm) 360.00 step (nm) 1.00

滤光片 380nm adjust slit 0(mm) 0.5 adjust slit 1(mm) 0.5

current slit0 0.5 current slit1 0.5

sample description

temperature(K) +013.83 current(mA) 473.87 current exc (nm) 290.00

emi mono 974 counter vuv mono

Start 设备状态灯 Stop

文件名称输入和开始采集

光标位置显示

光标移动

退出发射采集界面，回主菜单

exit 单独控制

file under scan <Not A Path>.dat

激发谱

0.75
0.70
0.60
0.50
0.45
0.35
0.30
0.20
0.15

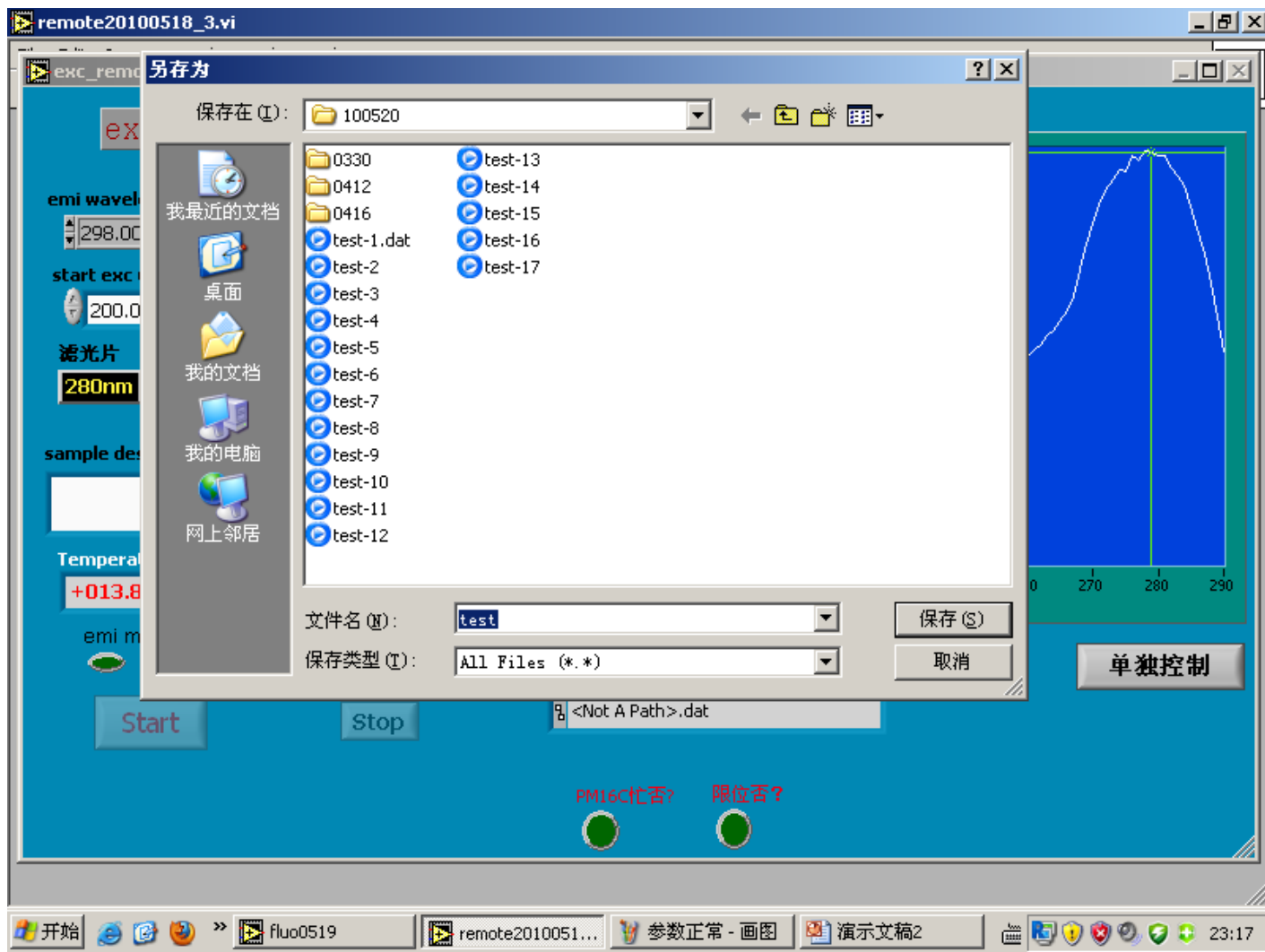
0.74

279.00

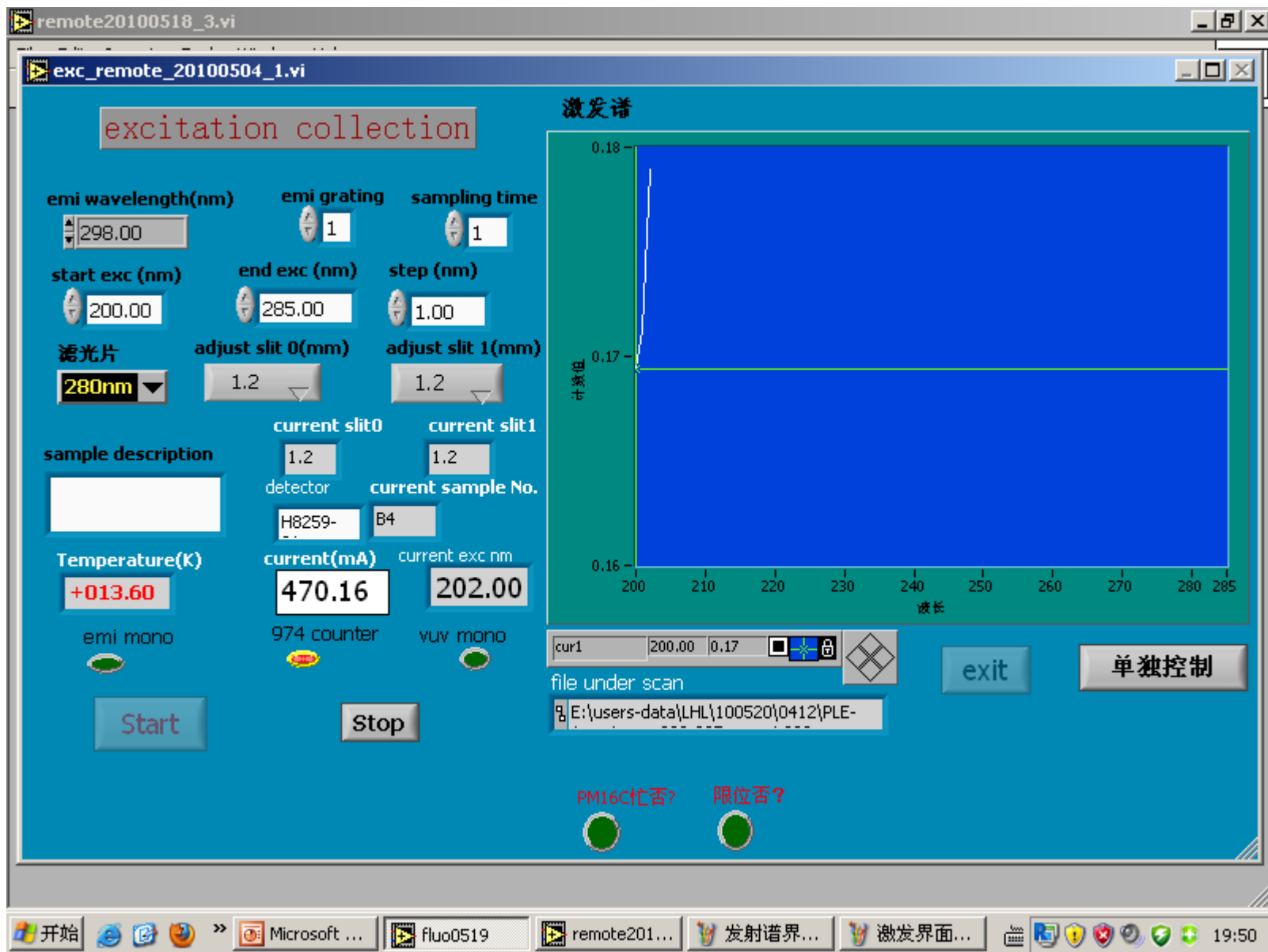
23:14

点击**start**，出现保存文件对话框，输入文件名(中英文均可)，点击保存。

如果设置的参数没有错误，即开始进入采集
如果参数有误，会有提示，修改后再点击start



激发采集过程中...



- (1) 采集中如果束流 (current) 丢失, 会有提示, 但光谱继续采集, 发射谱同样;
- (2) 中途想停止采集, 按Stop, 稍后有停止提示, 已采集的数据仍然保存, 发射谱同样;
- (3) 如果信噪比较差, 一是可以增加采样时间(sampling time)来提高, 缺省 1 s或者狭缝开大 (如果对分辨率要求没有影响)
- (4) 单独控制按键可以用于单独走激发波长、发射波长、狭缝和滤光片, 一般不常用

发射采集

emi_remote_20100504_1.vi

Emission collection

exc wavelength(nm) 280.00 sampling time 1 emi grating 2
emi start (nm) 360.00 emi end (nm) 600.00 step (nm) 1.00

滤光片 340nm adjust slit0(mm) 1.2 adjust slit1(mm) 1.2
sample description slit0(mm) 1.2 slit1(mm) 1.2
detector H8259-01 current sample No. B4

Temperature (K) +013.52 current(mA) 460.379 emi wavelength 499.00
exc mono emi mono

Start Stop

PM16C忙否? 限位否?

cursor1 360.00 0.19

file under scan
E:\users-data\JHL\100520\0412\PL-1nm-1s-

wavelength (nm) 8.88
Signal 8.88

exit 单独控制

开始 Microsoft PowerPoint - [...]
fluo0519 remote20100518_3.vi 19:44

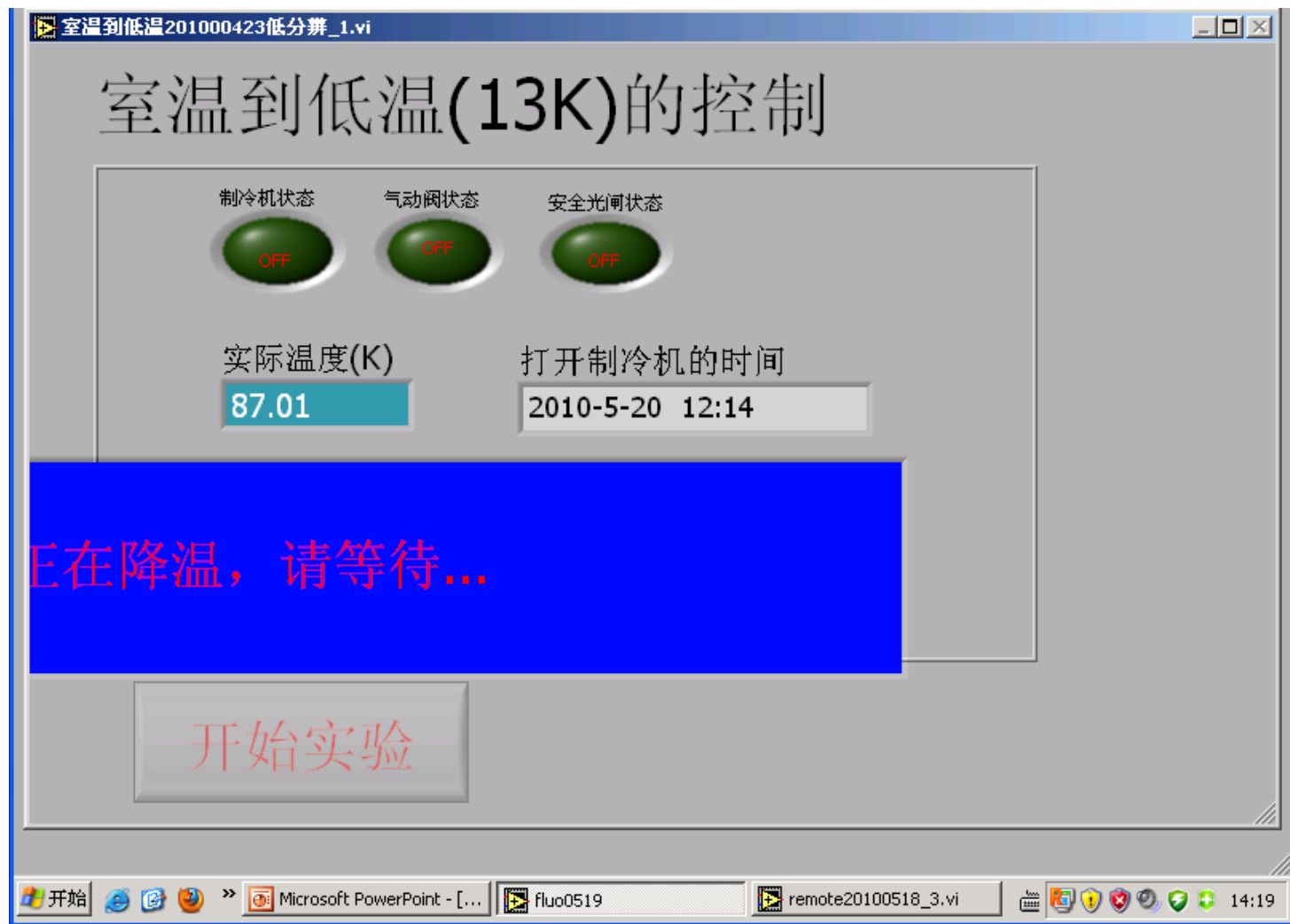
恢复样品位置

样品位置恢复是指：比如A1调到信号最大位置完成采谱，继续其他样品测试，但后来条件改变，比如变温，A1需重测，调样品强度步骤可以省略，直接输入上次调好的XYZ位置即可，XYZ位置在原数据文件中均有保存



低温及变温度实验

一般用户远程连接后可看到如下界面：



室温到低温控制20100504_1.vi

室温到低温201000423低分辨_1.vi

室温到低温(13K)的控制

制冷机状态 气动阀状态 安全光闸状态

14k低温已到

小时 分钟 秒

0 0 10

到13K后的计时

开始实验

已到14K，点击开始实验后回到主界面

开始 Microsoft PowerPoint - [...] fluo0519 remote20100518_3.vi 14:32

温度调节



变温（13K或35K-120K）





恢复室温



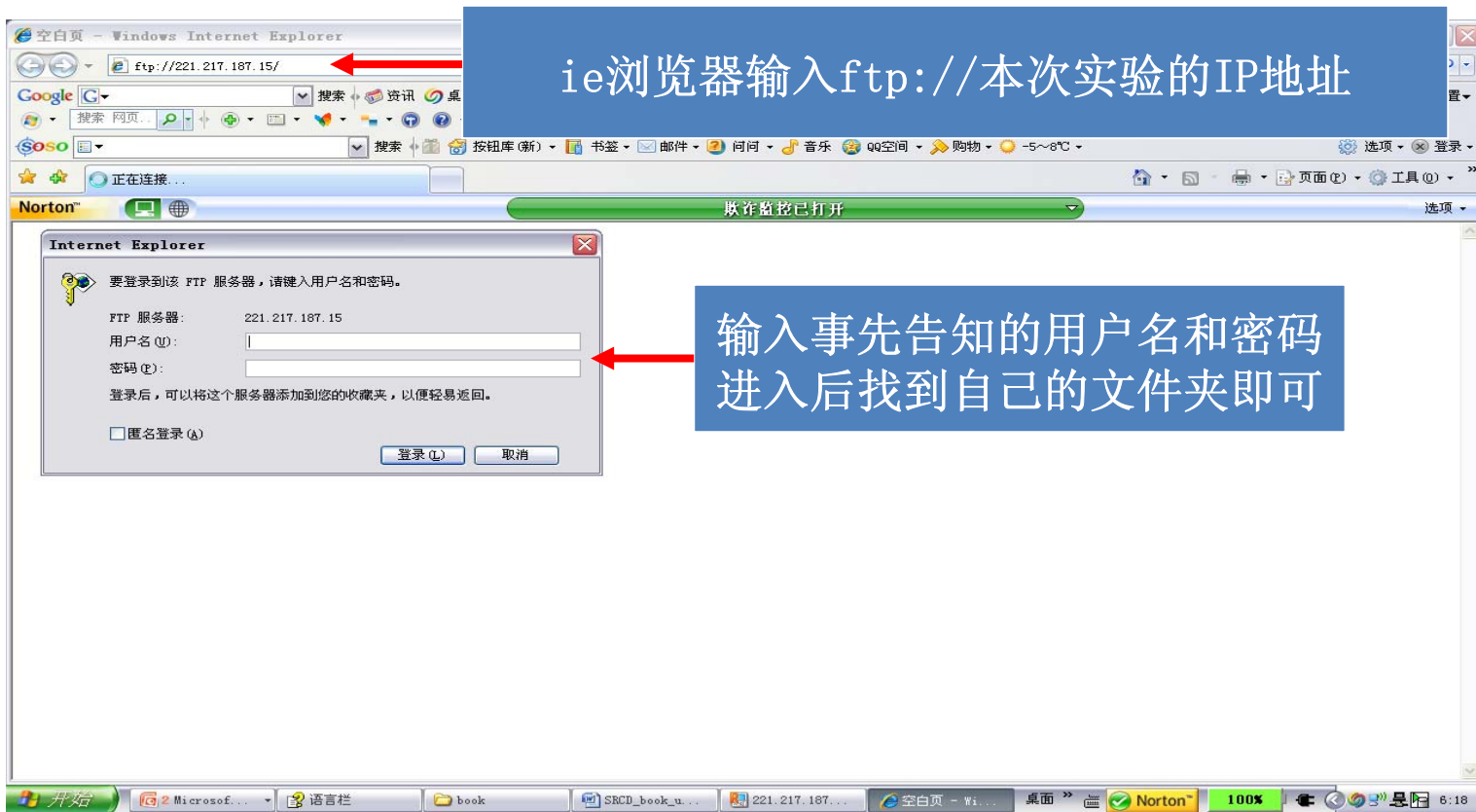
实验结束或换样品

- (1) 实验结束，点击按键后即可。
- (2) 换样品，点击按键后等待实验站人员通知换样后的实验时间。



4. 文件传输

4.1 ftp传输文件



建议及时下载文件，以防万一文件丢失；最好在扫描时就可以将上一次扫描的文件下载；

4.2 数据文件格式

数据和采集条件均保存

以激发数据为例：

文件头是设定的各参数

数据说明：

125.000——激发波长

-6088.000——单色器位置

21666.000——样品信号

21077.000——水杨酸钠信号

1.02794515——两个信号的比值

发射数据也一样格式

```
exc spectra
VUV spectroscopy station BSRF 2008-12-11 11:36:59
emi wavelength(nm):611.00
Grating Number Of Emission monochromator:2
起始波长(nm)125.00
终止波长(nm)140.00
步长(nm)5.00
Counter time:(s)1
front slit width:(mm)1.0
front slit width:(mm)1.0
detector number:H8259-01
Pre-current(mA):-10.617
Notes:
kohzu起始波长对应的位置(步数)-6088.000000
kohzu走到起始波长之前的 当前位置(步数)-4754.000000
kohzu走到起始波长后的位置-6088.000000
T X Y Z
+296.07 6499 5951 2324
start current:240.000000
125.000,-6088.000,21666.000,21077.000,1.02794515
130.000,-5720.000,21602.000,21022.000,1.02759014
135.000,-5348.000,21535.000,21000.000,1.02547619
140.000,-4978.000,21648.000,21082.000,1.02684755
2008-12-11 11:38:32
```


5. 丢束处理

如果发生丢束现象，采谱开始或终止后会有报错提示。

发生丢束后，按照如下操作：

1. 退回至程序主界面(P16)
2. 进入激发采集或发射采集，看current数值

excitation collection

emi wavelength(nm) 298.00 emi grating 1 sampling time 1

start exc (nm) 200.00 end exc (nm) 285.00 step (nm) 1.00

滤光片 280nm adjust slit 0(mm) 1.2 adjust slit 1(mm) 1.2

sample description

Temperature(K) +013.60

emi mono 974 counter view mono

current slit0 1.2 current slit1 1.2

detector H8259- B4 current sample No. 202.00

current(mA) 470.16

激发谱

计数值

0.18

0.17

0.16

200 210 220 230 240 250 260 270 280 285

波长

cur1 200.00 0.17

file under scan

exit 单独控制

Start

正常情况下此处数值应 > 100
如不是, 每隔3分钟重复1, 2操作

如15分钟后仍不正常,
可联系010-88236241,
询问是否故障及
何时恢复正常供光。

开始 Microsoft ... fluo0519 remote201... 发射谱界... 激发界面... 19:50

6. 滤光片选择

为什么要加滤光片？

答：主要原因是：

- (1) 例如光栅选择900nm时，如果不加任何滤光片，450nm、300nm、225nm的光（900nm的二倍频，三倍频，四倍频）都能够通过900nm光栅。这样采集900nm发光时，里面混入了倍频光，使得测试结果不正确。
- (2) 部分的激发光反射进入探测系统中，如采谱过程中激发光为倍频光，通过光栅后，将可能损伤探测器。

滤光片选择原则：

挡住倍频光。即：滤光片截止波长 $>$ 激发光（发射采集）
或发射波长/2（激发采集）

高透发射光。

滤光片的选择（一）

目前建议按照滤光片标定波长减去50nm作为滤光片的截止波长。
如340nm滤光片，截止波长认为是290nm（低于290nm完全截止，高于360nm完全通过）

滤光片的选择（二）

激发采集：根据发射波长，激发终止波长选择滤光片
滤光片截止波长 $>$ 发射波长/2

滤光片的选择（三）

发射采集：根据激发波长，发射谱起始波长选择滤光片
滤光片截止波长 $>$ 激发波长
如发射谱范围中有多个发射峰，还需考虑样品发光的倍频。

滤光片选择示例（一）

1. 激发采集

发射波长：612nm

激发采集范围：120nm-360nm

滤光片选择：380nm或420nm

理由：612nm的二倍频306nm，三倍频204nm均在采谱范围内。滤光片截止波长应大于306nm，间距尽可能大

另：612nm \gg 420nm（380nm），故滤光片使得发射光有高透过率

滤光片选择示例（二）

2. 发射采集

激发波长：254nm

发射采集范围：330nm-900nm

滤光片选择：320nm

理由：254nm是508nm的二倍频，762nm的三倍频。508nm与762nm均在采谱范围内。滤光片截止波长应大于254nm， $254+50=304\text{nm}$

在304nm与330nm之间，唯一可选的为320nm滤光片。另330nm虽大于320nm但间隔较小，因此谱的初始段发射光的透过率会有影响。

滤光片选择示例（三）

2. 发射采集

激发波长：254nm

发射采集范围：330nm-750nm

事先已测得在300nm样品有发光峰

滤光片选择：380nm

并修改采谱范围为400nm-750nm

理由：采集600nm发光时，300nm发光峰会导测试出现错误。滤光片截止波长 $>300\text{nm}$ ，选择380nm滤光片。在400nm以上该滤光片对发射光高透过率。