

公共实验平台测试指南

物理工程学院



目录

制备类

1.	磁控溅射系统	.03
2.	原子层沉积	.07
3.	晶体提拉炉	11
4.	光纤熔接机	15
表	在类	
5.	X 射线外延薄膜衍射仪	19
6.	X 射线粉末衍射2	25
7.	精密摩擦磨损测试仪	.29
8.	紫外可见吸收光谱仪	.32
9.	原子力显微镜	35
10	. 霍尔测试仪	39
11	. 低温电学性质测试系统	42
12	. Zeta 电位分析仪	47
13	. 多站扩展式比表面积及孔径分析仪	.52
14	. 多通道电化学工作站	.57
15	. 深能级瞬态谱仪	.59
16	. 椭圆偏振光谱仪	.63
17	显微共聚焦拉曼光谱仪	67

18.	热场发射扫描电镜	74
19.	I-V/IPCE 测试系统	81
20.	金相显微镜	83
21.	多功能稳瞬态荧光光谱仪	86
22.	稳/瞬态荧光光谱仪	92
23.	掺钛蓝宝石激光器	. 97
24.	飞秒激光应用平台	100
25.	泵浦探测系统	103
26.	光弹调制器	106

磁控溅射系统			
地点	管理员	联系电话	
物理楼 105 室	齐文涛	178-6576-4659	
型号	厂家	价值(约)	
VJC-500	北京微纳真空技术有限公司	52 万	

1.1 用途:

用于纳米级单层及多层功能膜、硬质膜、金属膜、半导体膜、介质膜等新型薄膜 材料的制备,还在高温超导薄膜、铁电体薄膜、巨磁阻薄膜、薄膜发光材料、太 阳能电池、记忆合金薄膜研究方面发挥重要作用。可广泛应用于大专院校、科研 院所的薄膜材料的科研与小批量制备。

1.2 性能指标:

- 1.功能:该设备主要用来开发纳米级单层及多层的导电膜、半导体膜、绝缘膜等。设备配备 3 只 3 英寸圆形平面靶,采用直流、射频溅射电源,真空机电一体化设计,占地小;核心部件溅射阴极采用进口知名品牌。系统控制模块化设计,具备可扩展性和高可靠性。
- 2.真空腔室: 直径 500mm, 高度 400mm;
- 3.真空系统: 主泵采用中科科仪 FF-200/1200 分子泵,8 英寸进气法兰,分子泵抽速 1200L/s
- 4.真空极限: 优于 3.5×10⁻⁷Torr;
- 5.溅射阴极及电源: 3 只 3 英寸圆形平面靶,兼容直流、射频溅射电源,自带调整角度功能,可选靶面进气;直流、射频溅射电源共 3 台;核心部件溅射阴极采用进口知名品牌,可设定镀膜时间

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员 才可以选择"自主测样";
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试,提前一天送样;
- 3. 样品原则上按时间收费: 650 元每小时; 计时的计算从放样开始, 一直到取出样品为止计算缴费计时。
- 4. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为齐文涛老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 20 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 20 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐,更换拖鞋或带鞋套;禁止大声喧哗,禁止随意挪动 实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品 垃圾并将实验工具归位;
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报;
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时:
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 抽真空操作:

开机操作步骤:确认设备各开关及旋钮都在"关"和""零"位→开冷水机并确认制冷压缩机处于工作状态→开总电源(将总电源旋钮顺时针旋转至"ON"位置)→开真空计电源(建议真空计电源保持常开状态)→开真空系统控制电源+开机械泵→开预抽阀→当真空室低真空压强(真空计复合单元示数) <5Pa,关预抽阀+开前级阀→当前级低真空压强(真空计电阻单元1示数)<5Pa→开分子泵→开主阀→当

真空室真空压强≤2.0*10⁻¹Pa→轻按置数键开高真空测量(注:此动作是指真空测量处于手动状态下的操作,若真空测量处于自动状态,真空计示数将自动跳转,可省略此步骤)→当真空计示数达到 2.0*10⁻³Pa(真空计复合单元示数)后即可进行镀膜操作(注:工作真空度根据用户镀膜工艺自行掌握)

关机操作步骤:关主阀→关真空计高真空测量(轻按置数键关高真空测量;注:此动作是指真空测量处于手动状态下的操作,若真空测最处于自动状态,真空计示数将自动跳转,可省略此步骤)→关分子泵+观察分子泵控制器显示的转速、频率等→待分子泵完全停止(转速降为 0)关前级阀→关机械泵→关真空系统控制电源→关总电源(将总电源旋钮逆时针旋转至"OFF"位置)→关停冷却循环水机。

注意:

- 1. 机械泵、前级阀必须都处于工作状态,且真空计前级真空显示读数 5Pa 以下才能开启分子泵。
- 2. 在分子泵停稳(转速降至"0")之前不能往真空室通工作气体或者开启放气阀门, 不能关闭前级阀,不能关闭机械泵。
- 3.关分子泵前,充工作气体前请及时关闭真空计高真空测量,确保高真空测量(电高规)只在高真空状态(10⁻¹Pa)下工作。

4.2 镀膜操作:

- 1. 镀材安装:本设备配置 2-3 只磁控靶, 溅射前安装需要溅射的靶材;
- 2.基片安装: 先将样品(待镀基片)清洗干净后,将基片安装到基片台上;
- 3.真空操作:见上述(抽真空操作》,
- 4.镀膜操作:按置数键关高真空测量(这是真空测量处于在手动状态下的动作,若处于自动状态,轻按自动/手动切换键,切换回手动操作)→开基片旋转→关限流阀(将设备主阀关闭到合适位置)→开气体流量显示仪→开电磁截止阀→调节流量至镀膜室低真空度到工作气压(0.8-3Pa)→开溅射电源 (预溅射数秒)→开开基片台档板开始镀膜(溅射 5~10 分钟,具体时间根据膜厚要求自行控制)
- 5.停止镀膜:溅射镀膜完成后→关闭溅射电源→关气体流量显示仪→加热状态下,将加热温度调至零,待基片台显示温度<50℃→关主阀→关分子泵→观察分子泵控制器显示的转速、频率等→待分子泵完全停止(转速降为 0)→关前级阀→关机械泵→开放气阀→待真空计示数显示真空室已经恢复至大气状态,开腔室取样品→取出样品后,再次执行"抽真空操作",使真空室处于负压状态(建议将真空室抽至低于 1Pa 保压)一执行关机操作。

注意:

1.镀膜前一定要关限流阀和高真空测量。

- 2.镀膜前应先开气路电磁截止阀,将混气筒及进气管内的气体抽干净,否则会影响镀膜质量。
- 3.待样品取出来后,需要再次执行"抽真真空操作",以保证设备在不工作的时候 一直处于真空状态。
- 4.多次镀膜后,应对真空室进行清清处理。以免污染真空系统,损耗真空系统抽 气能力。
- 5.每次对真室室放后及时关闭放气阀,避免机械泵长时间抽大气。机械泵工作在

100Pa 以上工作度不能超过 5min,时间过长会损环机械泵。

4.3 基片台操作

旋转操作:一般情况下,旋转速度在 10 r/min 就可以,过快的速度会增加动态密封的磨损,而且对膜均匀性不会有多大的影响。

加热操作:按下电控面板上的基片加热红色自锁按钮开始对基片台加热,加热温度的设定请参考温控表使用说明书。

- 4.4 磁控溅射阴极维护和注意事项:
- ★注意磁控溅射阴极的清洁(靶体侧面及屏蔽罩);
- ★注意水温<25℃;
- ★靶材功率密度范围: 5~15W/cm², 功率太大会使温度过高, 导致磁钢退磁。

原子层沉积			
地点	管理员	联系电话	
物理楼 105 室	齐文涛	178-6576-4659	
型号	厂家	价值(约)	
LabNanoTM-9100	北京英作纳米科技公司	53 万	

1.1 用途:

原子层沉积系统种类繁多,用途极为广泛,是物理、化学、材料等学科制备样品的基本仪器。用户可通过设定循环次数和时间来实现原子级尺度厚度可控的薄膜沉积。可实现高速沉积、对微孔内壁、超高宽深比结构等复杂异型 3D 结构的沉积。实现在材料物质改性等领域的重要应用。

1.2 性能指标:

- 1、反应腔:可以生长最大 6 英寸样品的标准腔体,标准最大样品高度 6mm 基底加热温度 RT-400℃可控,控制精度±1℃;腔体烘烤温度 RT-200℃可控,控制精度±1℃。氮气保护的双 O-Ring 高温密封系统,有效隔绝其他气体渗漏。
- 2、沉积模式:包括以下2种工作模式:高速沉积的连续模式和沉积超高宽深比结构的停流模式
- 3、前驱体源: 共 4 路前驱体源。1 路为常温源,可接水/臭氧/氧气/氨气/H2S 源等,制备氧化物,氮化物和硫化物。3 路为加热源,加热温度 RT-200℃可控,控制精度±1℃;加热源配备高温手动阀;标准前驱体源瓶体积 50cc。任意一路加热源可接相关前驱体源。除标配四个前躯体源外,加配两个前躯体源瓶。加配锌源、铝源、镁源、锂源、硼源、磷源。
- 4、前驱体管路: 所有前驱体管路全部采用 316L 不锈钢 EP 级管路, 所有管路加热温度 RT-150℃可控。
- 5、ALD 阀:每一路前驱体配置一个原子层沉积专用高速高温 ALD 阀;ALD 阀加热温度 RT-150℃可控。
- 6、真空规: 爱德华宽范围真空规, 测量范围 2x10-4 to 10+3torr.
- 7、排气管路:排气管路加热温度 RT-150℃可控;配置截止阀一个,加热温度 RT-

150℃可控。

- 8、臭氧发生器系统:高浓度臭氧发生器,包括管路,裂解器附件;最高产量>7g/h,最大浓度>3.5%(w/w)
- 9、预留升级接口:设备真空腔室以及控制系统配置用于微波等离子体源和气体分子动能系统的升级接口。
- 10、控制硬件: PLC 控制系统。
- 11、控制软件:专用软件全自动控制加热、流量、等全部沉积过程,以及温度、压强等实时监控。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员 才可以选择"自主测样";
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试, 提前一天送样;
- 3. 样品原则上按时间收费: 13.5 元每分钟; 计时的计算从放样开始, 一直到取出样品为止计算缴费计时。
- 4. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为齐文涛老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 20 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 20 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责;
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐,更换拖鞋或带鞋套;禁止大声喧哗,禁止随意挪动 实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品 垃圾并将实验工具归位;
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报;
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;

7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

- 4.1 运行设备前的准备工作:
 - 1、确认设备所有管路、气体、电源、前驱体安装到位;
 - 2、确认急停按钮处于弹起状态,机械泵开关处于打开状态;
 - 3、确认数据线与电脑连接好;
 - 4、打开载气(氮气)调整输出压力为 20Psi (0.14MPa);
 - 5、打开压缩空气人调整输出压力到 70Psi (0.5MPa);
- 4.2 打开系统电源:
 - 1、顺时针转动电源开关打开主机电源,此时电源指示灯亮起;
 - 2、按下机械泵电源按钮,按钮上的指示灯亮起机械泵开始工作;
 - 3、打开电脑电源,进入操作系统;

4.3 运行软件:

- 1、双击"autoALD.exe"程序 图标打开软件; 注意:不要在没有数据线连接的情况下运行软件。
 - 2、打开软件进入界面查看压力、温度等数据是否正常显示;
- 4.4 抽真空并开始加热;
 - 1、点击抽气按钮开始拍真空:
- 2、设置加热温度,对于不同位置的加热器温度设置方法如下:前驱体加热(H2~H6)设置为:室温~200℃;ALD阀加热(H7)通常设置为:150℃;

反应腔壁烘烤温度(H8)通常设置为室温~200℃;

反应腔加热(H9)设置为室温~400℃;

截止阀(H10)通常设置为: 150℃;

排气管路(H11)通常设置为: 150℃;

- 3、等待所有温度达到目标温度;
- 4.5 清洗 ALD 阀门与手动阀之间的空间:
 - 1、MFC-1 流量为 20sccm:
- 2、以 2 号 AL D 阀门为例运行清洗配方文件,清洗 ALD 以及手动阀之间的空间:注意观察直到脉冲消失说明清洗干净了:
- 4.6 装载沉积样品:
 - 1、点击充气按钮:
- 2、等待腔体压力上开到大气压打开腔盖,将样品放入样品台:(也可以在抽真空之前完成装载样品)

注意:取放样品时请带好棉质手套,以免触碰到腔体或热的腔盖时烫伤;

- 4、放好样品后关闭腔盖,点击抽气系统开始抽真空;
- 4、等待真空度稳定:

4.7 执行沉积:

- 1、等待基底温度稳定到设定值:
- 2、 进入沉积配方页面,编辑一个新的沉积配方或者装载个已保存的沉积配方;
 - 3、打开手动阀;
 - 4、返回沉积过程页面,点击沉积按钮开始沉积。

4.8 完成沉积:

- 1、等待沉积完成;
- 2、关闭手动阀门,再次运行清洗 ALD 以及手动阀门之间的空间的配方;
- 3、点击充气按钮, 等待真空度上升到大气压;
- 4、取出样品:
- 5、如果需要完成新的沉积,请重复第六步到第七步;

4.9 关闭系统:

- 1、如果需要关闭设备,按下机械泵开关,关闭机械泵电源;
- 2、关闭软件:关闭电脑;
- 3、关闭系统电源;
- 4、关闭各路气体以及压缩空气;

注意:每次关闭程序结束沉积前请先关闭前驱体的手动阀门,然后进行手动阀与 ALD 阀之间的除气工作,完成后才能

晶体提拉炉			
地点	管理员	联系电话	
实验楼 C-116 室	申传英	15563475257	
型号	厂家	价值	
JGD500-1	中国电子科技集团公司	31 万	
	第二十六研究所		

1.1 用途:

用于晶体材料的制备,具体是指具有固定熔点的一致熔融的晶体(包括激光、 压电、拉曼及非线性光学等晶体)的制备。

1.2 性能指标:

1、基本规范

◆ 提拉有效行程: 500mm

◆ 提拉速度范围: 0~100mm/min

◆ 旋转速度范围: 0~40r/min

◆ 手控升降速度: 0~100mm/min

◆ 称重量程: 8kg (可选)

◆ 中频电源功率: 25Kw

◆ 充气压力: 0~0.05MPa

◆ 真空泵: 8L/s(机械泵)

◆ 炉膛尺寸: 内径 Φ500mm x 高 800mm

◆ 尺寸: 2200x1120x3200

◆ 总重量: 约 1000Kg

◆ 运动控制方式: 半自动、手动线控

2、精度指标

• 最低提拉速度: <=0.1mm/h

• 提拉系统突跳: 0.001mm (1mm/h)

• 秤显示分度值: 10mg (可选)

- 中频电源控制精度: 1‰
- 真空度: <10Pa

3、使用要求

- 1. 电源: 三相五线 50Hz 380V±10%, 35KW;
- 2. 设备安装楼层高度不低于 4m。
- 3. 设备主机应安装在隔振地基上,周围应有防振沟,外界传到设备的振动不 应大于 5μm。
- 4. 设备冷却水: 去离子水,水流量不低于 80L/MIN,水压不低于 0.3MPa,温度 22 ± 1.5 °C,温度波动速度不大于 1 °C/H。
- 5. 设备使用环境温度: 22±1.5℃, 温度波动速度不大于 1℃/H,环境湿度小于70%。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过专门培训、有过提拉生长晶体经验、完整操作过该仪器并能够自主操作设备的人员才可以选择"自主测样":
- 2. 预约之前与管理员提前沟通,以确保仪器空闲可用,提前把多晶料制备好;
- 3. 按小时收费。100 元每小时;一块晶体制备完成后,收取贵金属坩埚价值的 1% 为损耗费;
- 4. 如果送样人员调研不充分,所生长晶体超出贵金属熔点,导致籽晶杆熔化或者 坩埚裂掉而导致的损失,由送样人员承担。
- 5. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

仪器管理制度

- 1. 该仪器管理教师为申传英老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生制备要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积一个月以上, 方可在培训人陪同情况下进行晶体生长, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为晶体制备人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责;
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐,更换拖鞋或带鞋套;禁止大声喧哗,禁止随意挪动 实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品 垃圾并将实验工具归位;

- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施关闭电源。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报;
- 6. 对每次使用后的仪器使用情况,晶体名称、晶体归属人、制备日期做好纸质记录登记和电子记录,晶体生长的开始和结束时间务必严格登记(精确到分);
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

特殊说明:

- 1. 晶体生长周期大概为一周,中间仪器不间断运行,因此需要冷却水不间断工作,电压稳定,并且人员不能离开提拉炉,随时观察晶体生产过程并随时排查晶体生长过程中实验室可能存在的安全隐患,以防突发事件发生。
- 2. 调研充分,明确拟生长大致熔点,防止晶体熔点过高而损坏提拉炉或贵金属坩埚。
- 3. 调研充分,明确拟生长晶体为一致熔融晶体,可以用提拉炉制备。

四、仪器基本操作步骤

4.1 前期准备:

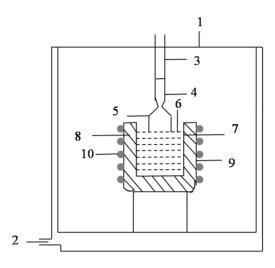
多晶原料制备:晶体多晶料经过称量、混匀、烧结、研磨、混匀、压块和再次烧结。

籽晶准备: 籽晶切割成宽乘以高为 4*4mm²的尺寸, 长度为 6~8mm。

籽晶绑定: 籽晶用铂金丝牢固绑在籽晶杆上。

4.2 提拉炉进行晶体生长过程:

提拉法晶体生长的单晶炉由加热系统、温控系统、循环水冷却系统、提升转动装置、真空系统等组成,生长的示意图如图所示:



1 控制柜; 2 循环冷却水; 3 籽晶杆; 4 籽晶; 5 生长出的晶体; 6 熔体; 7 铱金/铂金坩埚; 8 保温砖; 9 刚玉坩埚; 10 感应线圈。

首先,埋锅:为保温,需要把贵金属周围埋上锆沙。然后把多晶料(就是压料后的圆饼)放到贵金属坩埚中,关上炉门,仔细检查仪器,针对所需环境抽真空,充惰性保护坩埚的气体(氮气);

开启循环水,确保循环水正常无漏水现象产生。打开中频操作系统,设置升温程序,中频对炉体加热,融化多晶料;在多晶料融化过程中,通过观察孔,观察多晶料全部融化时的时刻,并从控制柜上记录下此时的温度,为全熔点;赶气泡,若熔体四周有气泡,则通过骤冷凝固,并再次升温到熔点的方法,赶走气泡。

晶体生长过程中慢慢摇动籽晶杆接近熔体,全熔点附件尝试下种,看籽晶是 否熔化,并调节熔体温度,找到合适的下种温度,下种;然后通过中频控制柜,

	光纤熔接机	
地点	管理员	联系电话
激光所 207 室	吴闻迪	18702173051
型号	厂家	价值(约)
35SE	住友电气	16.34 万

1.1 用途:

利用钨钢电极放电产生的高温电弧,对光纤进行熔接操作。

1.2 性能指标:

- 1. 单次操作光纤数: 1根:
- 2. 适用光纤: 包层直径 80~150μm, 纤芯直径 4~14μm;
- 3. 光纤熔接区长度: 10mm;
- 4. 切割刀可操作光纤类型:;
- 5. 剥涂覆机可操作性光纤类型性::
- 6. 典型熔接损耗: 0.03dB;
- 7. 熔接模式: 21;
- 8. 整机尺寸: 220W×210H×235D (mm);
- 9. 整机重量: 10kg;
- 10. 工作温度: -10℃~50℃;
- 11. 电源需求: AC 85~265V-34W, DC 11~14.5V-29W。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员才可以选择"自主测样";
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试,提前一天送样;
- 3. 样品原则上按时间收费。年度操作次数<1000 个的按 2 元/次收费; 年度测试累计>1000 小时以后的, 按 3 元/小时收费;
- 4. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为吴闻迪老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐,更换拖鞋或带鞋套;禁止大声喧哗,禁止随意挪动 实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品 垃圾并将实验工具归位;
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报:
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 光纤去涂覆层:



将光纤的聚合物涂覆层剥除,令其漏出石英包层部分。打开剥涂覆器,根据 光纤直径将其放入合适的孔位中,夹持住光纤约 15mm 长度,关闭剥涂覆器并向 外拉扯,直至将光线完全拉出。

4.2 光纤熔接面切割:



对石英光纤的熔接端面进行平整化处理。打开光纤切割刀,将推刀移至最前端,根据光纤直径将其放入合适的槽内,关闭光纤槽上盖,下压切割刀的切割按钮。将切割刀打开,取出光纤,将光纤放入熔接机观察切割端面图像,如果光纤端面角度过大或能观察到明显崩边,则进行端面处理的重新操作。

4.3 光纤熔接



接通熔接机电源,根据光纤类型选择光纤外形、对心方式和光纤外径,其中对芯方式选择包层对准。



打开熔接机防风罩, 打开光纤槽上盖, 将光纤放入槽中, 注意将涂覆层的断

点放置于光纤槽上压块位置之后,按顺序关闭光纤压槽上盖和防风盖,按 SET 键执行光纤熔接程序,通过熔接机的程序判断熔接损耗,当损耗>0.05dB 时,判断为熔接失败,需进行重新操作。

4.5 关闭仪器:

取出光纤,盖上防风盖,关闭熔接机电源开关,拔下电源线,将熔接机及相关配件整齐放回专用收纳箱中。

X射线外延薄膜衍射仪			
地点	管理员	联系电话	
物理楼 102 室	赵丽娜	156-6692-5166	
型号	厂家	价值(约)	
SmartLab	Rigaku	205 万	

1.1 用途:

全自动多功能 X 射线衍射仪 SmartLab,是一个搭载水平放置样品的 θ - θ 型测角仪的多通用 X 射线衍射测试系统。通过与各种装置和光学元件单元结合使用,可以对从粉末到薄膜的广泛材料进行多种测试和评价。

1.2 性能指标:

1.2.1 X 射线发生器部分

- (1) 最大输出功率: ≥3 kW
- (2) 电压: ≥60kV
- (3) 电流: ≥80mA
- (4) 电流电压稳定度: 优于±0.005% (外电压波动 10%) 时
- (5) X 射线防护:安全连锁机构、≤0.2μSv/h

1.2.2 X 光管部分

- (1) 光管类型: Cu 靶
- (2) 功率: ≥2.2 kW
- (3) 光管焦斑: ≤0.4 x 12 mm

1.2.3 测角仪部分

- (1) 测角仪采用光学编码器技术
- (2) 测角仪半径:≥300 mm,测角圆直径可连续改变
- (3) 最小步长: 0.0001°, 角度重现性±0.0001°
- (4) 扫描方式: θ/θ 扫描

1.2.4 样品台部分

- (1) 标准样品台
- ① 120 个标准样品架,其中80个玻璃样品架,40个铝制样品架
- ② 可以与量热样品台联用,并提供公开的彩页
- (2) 高精度五轴尤拉环样品台
- ① Chi: -5-95 度, 马达驱动, 最小步长<0.002°
- ② Phi: 360 度, 马达驱动, 最小步长≤0.001°
- ③ XY-20mm, 范围:

X 轴可调范围: -10-10mm, 可调步进精度: 0.0005mm Y 轴可调范围: -10-10mm。可调步进精度: 0.0005mm

④ Z-轴范围: 10mm 0.0005mm/step

1.2.5 光学配置部分

- (1) 高分辨光路系统(包括平行光反射镜与 Ge220 晶体)单色性: Cu kα1; 发散度: ≤0.03°
- (2) 发散狭缝、接受狭缝、索拉狭缝,均为自动可调, 调整范围 0.05mm--20mm
- (3) 平行光和聚焦光自动切换
- (4) K_α/K_β比: 99.9%以上
- (5) 高分辨率光路分辨效率值: 0.17 弧秒

1.2.6 探测器部分

(1) 有效探测面积: $>400 \text{ mm}^2$

(2) 像素分辨率: ≤100 μm x 100 μm

(3) 最大计数率: 2 x 10¹³cps (全探测器)

(4) 线性范围: 3.9 x10¹¹cps (全探测器)

- (5) 背景: 低于 0.1cps
- (6) 检测器到样品距离可调节, 检测器可延 θ/θ 轴转动
- (7) 实时转换为0维、1维、2维模式,此2维探测器可以在 θ 轴上以万分之一的精度转动

二、 仪器预约流程及收费标准

- 1. 请在"自主测样"页面预约时间,实际测试为管理员集中测试,审核通过后请于周三上午 10:00 至 12:00 将样品送至物理楼 102 或 112 实验室,详细记录样品信息并留下邮箱和联系方式。
- 2. 该仪器附件多为薄膜样品测试所配,粉末样品建议预约我校粉末衍射仪,因

粉末衍射仪在维修中,因此暂时单周的周一至周三集中测试粉末样品,粉末衍射仪修好后只开放薄膜测试。

- 3. 请根据样品数量确定时间,普通测试大约 15 分钟左右一个样品,粉末样品因需拆卸附件并校准光路需额外 15 分钟,测试结果将于两周内发送至邮箱。
- 4. 器开关机和调整光路耗时较长,因此请集中预约;样品要求为薄膜样品,且 无毒、干燥、无挥发(粉末样品建议预约我校粉末衍射仪)。
- 5. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为魏浩铭和赵丽娜老师,其他人未经培训及经管理人员同意, 不能擅自上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训老师测试要求: 需跟随培训人观察学习时间累积 2 周以上,方可在培训人陪同情况下上机操作,累积练习时间达 2 周以上者,可申请管理人员对其进行考核,考核通过者,可成为测试人员;每次操作前,务必通知管理员老师,严格履行网上预约制度;学生私自操作出现事故或导致仪器损坏,由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位;
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,定时查看设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报;
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时:
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 打开 SmartLab 的电源

1 确认仪器正面是否插有电源钥匙。如果没有,插入电源钥匙。

2 向右旋转电源钥匙到"√"位置。

注意:旋转电池钥匙,执行仪器的初始化。初始化大约需要 5 分钟。执行初始化过程中,SmartLab Studio II 不能控制仪器。

3 电源钥匙旋转到"1"位置,电源打开指示灯亮灯。

4.2 打开 SmartLab 的控制电脑的电源

确认 SmartLab 与电脑连接, 打开 SmartLab 的控制电脑的电源。

4.3 启动 SmartLab Studio II

- 1 双击【SmartLab Studio II】的快捷图标。显示登陆画面。
- 2 在【Login】和【Password】栏中,分别输入登录名和密码,然后点击【Login】。

注意: SmartLab Studio II 的启动画面中显示正在加载的各个插件名称。从启动画面关闭到 SmartLab Studio II 的主窗口显示,大约需要 30 秒到 1 分钟的时间。

3点击【XRD Measurement】选项卡,显示【XRD Measurement】插件面板。

4.4 打开 X 射线发生器

打开 X 射线发生器,按照以下步骤进行老化。老化用来预热 X 射线发生器。 使 X 射线稳定大约需要 7-12 分钟。

- 1 点击【Home】-【Startup/Shutdown】,显示【Startup/Shutdown】面板。
- 2 设定 X 射线发生器的使用频率、电压和电流等。
- 3 点击【Run】键,开始老化。 执行老化,直到 X 射线管的管电压和管电流达到规定数值。老化结束后, 【H/W status】面板中显示管电压和管电流的数值。
- 4 点击图标 X,关闭【Startup/Shutdown】面板。

4.5 选择"Package Activity"

根据测试目的,选址使用的"Package Activity"。

- 1 从【Package Activities】面板中选择使用的"Package Activity",然后将其拖动到【Package Part】面板中的【Sequence】中。
- 在此,从【General】中选择【General(BB)】(粉末样本选择项)或则【General (PB)】(薄膜样本选择项)。然后将其拖动到【Sequence】中。
- 2 【Sequence】中显示 3 个 Part Activity 的条件设定面板。

4.6 设定各"Part Activity"的条件

设定显示在【Sequence】中各"Part Activity"的条件。以【General】-【General (BB)】为例进行说明。

设定光学系统调节"Part"条件

- 1 点击【Sequence】中的【Optics Alignent(BB)】键,在显示的【Optics Alignent(BB)】对话框中设定条件。
- ① 自定义用于调节的光学元件时,选择【Customize optics】后,点击【Customize】键。
- ② 从头开始调节时,选择【Full】,利用以往的调节结果进行简易调节时,选择【Quick(only receiving optics)】。
- ③ 登录名可从【User setting】中选择,或点击【New】设定新的登录名。 设定样品位置调节"Part"条件
- 1 点击【Sequence】中的【Sample Alignent (Powder, Bulk)】键, 在显示【Sample Alignent(Powder, Bulk)】对话框中设定条件。
 - ① 选择调节时使用的附件和样品支撑台。
- ② 从4个选择中选择样品位置调节条件。
- ③ 自定义扫描条件时,选择【Customize conditions】后,点击【Customize】键。

设定数据测试"Part"条件

- 1点击【Sequence】中的【General Measurement(BB)】键,在显示对话框中设定条件。
- ①使用与调节时使用的手动更换获缝不同的狭缝时,选中【Manual exchange slit conditions】复选框,选择使用的狭缝。
- ②保存测试数据时,选中【Save measured data】复选框,点击口,显示【Save As】对话框,设定保存文件夹和文件名。

4.7 执行"Package Activity"

设定完所有的"Part Activity"条件后,准备样品并执行"Package Activity"。测试过程中,出现更换样品的信息时,安装样品。

1 点击【Home】-【Run Flow】,执行"Package Activity"。

顺序进行光学系统调节"Part"、样品位置调节"Part"和数期测试"Part"。

2 接照显示的信息, 执行"Package Activity"。

测试过程中,如果显示类似如下信息(Smart Message),按照以下步骤更换狭缝等光学元件。

例:更换光学元件

- ①打开门。
- ②按照【Smart Message】对话框中显示的说明,更换光学元件。
- ③关闭门。
- ④点击【Smart Message】对话框的【OK】键。开始调节和测试。

4.8 关闭 X 射线发生器

所有测试结束后,关闭 X 射线发生器。

- 1 点击【Home】-【Startup/shutdown】,显示【Startup/shutdown】面板。
- 2 从【Shutdown】中选择【XG off】,然后点击【Run】键。几分钟后,X射线发生器关闭。

提示: 关闭 X 时线发生器后, X 射线指示灯以及 X 射线生成指示器熄灭。

4.9 退出 SmartLab StudioII

- X 射线发生器关闭后按照以下步要退出 SmartLab StudioII。
- 1 点击【File】-【Exit】,退出 SmartLab StudioII。

4.10 关闭 SmartLab 的电源

长期不使用 SmartLab 时,按照以下步骤关闭 SmartLab 的电源。

1 确认 SmartLab 状态(测试是否完成等)。

确认测试已结束, X 射线发生器已关闭, 所有控制已结束, 电源钥匙为插入状态。

- 2 向左旋转电源钥匙到"◎"位置。
- 3 确认电源打开指示灯熄灭。

4.11 关闭 SmartLab 控制电脑的电源

关闭 SmartLab 控制电脑的电源。

X射线粉末衍射仪			
地点	管理员	联系电话	
实验楼 C-312 室	张守宝	183-6473-6057	
型号	厂家	价值(约)	
PANalytical X-ray Diffractometer Model X pert3	帕纳科 荷兰	75 万	

1.1 用途:

X 射线粉末衍射仪是利用衍射原理,精确测定物质的晶体结构,织构及应力,精确的进行物相分析,定性分析,定量分析。X 射线衍射仪是利用 X 射线衍射原理研究物质内部微观结构的一种大型分析仪器,是目前应用最为广泛的研究晶体结构的装置。

1.2 性能指标:

1. X 射线光源部分

最大输出功率: ≥3kW

电流电压稳定度: 优于±0.005% (外电压波动 10%)时

X 射线防护:安全连锁机构,辐射剂量≤1 μSv/h

X射线光管类型: Cu 靶 金属陶瓷光管

光管功率: >2.2kW

最大管压: ≥60kV

最大管流: >55mA

光管焦斑: ≤0.4 x 12 mm

2. 测角仪部分

测角仪:采用光学编码器技术。

扫描方式: 0/20 测角仪

测角仪半径: ≥240 mm

2. 转动范围: -110°~168°

最小步进角度: 0.0001°

角度重现性: 0.0001°

驱动方式:直流马达驱动+光学编码器

索拉狭缝: 配套索拉狭缝

二、仪器预约流程及收费标准

1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员才可以选择"自主测样";

- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试:
- 3. 样品原则上按测试时间收费, 校内收费标准 300 元/小时, 校外 600 元/小时, 个数收费。预约时间以半小时为最低预约时间, 不足半小时按半小时收费。
- 4. 数据分析收费根据实际情况单独核算。
- 5. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为张守宝老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告:严禁任何自行违规操作行为:
- 4. 必须保证实验室干净整齐;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位;
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报;
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到分钟;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 样品要求:

样品要求为粉末、薄膜或者薄片状固体。

4.2 基本操作步骤

开机

接通冷却水系统电源 , 打开冷却水系统开关 , 观察实际水温和目标水温。当两者相近时,可进行下一步。

打开 XRD 主机电源 类普斯稳压源启动,听到滴滴响声,按下 Press to reset 键 ,响声消失,稳压源工作。

打开气泵,观察气泵指针,当气压不足时,气泵自动工作,当气压足够时,气泵不工作。(气泵工作一次可用很长时间,通常气泵为打开状态,当打开主电源时,气泵就开始工作。)

打开 XRD 主机电源, 主机 POWER OFF 键亮灯, 按下 POWER ON 键, POWER ON 灯亮。等待显示盘出现相应的数值。(可能需要 2 分钟左右) 2θ 和 θ 会初始化至 5° 和 2.5° ; 高压 (HT) 显示电压电流均为 0。

打开 HT, HT 钥匙按钮顺时针扭转至水平位, 高压打开。此时 X 光管负载 电压电流会逐步上升至 30KV, 10mA。

打开电脑,启动 Data Collector 软件,(账号 user-1,密码 galaxy)点选 Instrument→Connect,链接 XRD 主机。

双击 HT 控制选项 X-ray (Breed)。请查询使用记录,确认上次关机时间,当距离上次关机超过 100 小时,预热选用 at normal speed 模式, 当少于 100 小时,可选用 Fast 模式。等待直至 HT 数值重回 30KV, 10mA,表示预热完成。

双击 ******,对电压电流进行设置(不能超过 40KV, 40mA,推荐使用 30KV, 30mA).对于单晶或者有单晶衬底的薄膜样品,请先使用较低能量 (20KV,20mA)进行测试,衍射强度不能超过 30万。

测试

测样准备,将样品放于玻璃片上.

按下 Unlock door,听到响声,可打开舱门(舱门轻开轻关),将玻璃片放置到样品台上.关上舱门,关闭舱门后,舱门自动上锁.

点击主程序 Measure ,选择 Program,选择相应程序并设置文件保存路径和文件名,进行测量,已有程序以测试角度为名称,如需改变测量条件,可咨询管理

员.

测试完成,再次按下 Unlock door, 打开舱门, 取出样品.

关机

双击 □❖※□ ,将 HT,数值设置到 15KV, 5mA(设置步骤为,先降电流,再降电压,每次 5 个数值).

点选 Instrument→Disconnect,断开电脑和 XRD 主机连接,关闭电脑. 逆时针旋转 HT 钥匙按钮至垂直方向,关闭 HT.

按下 Power Off,并关闭 XRD 主机电源 无需关闭稳压源的开关. 等 2 分钟,关闭冷却水.

清理

清洗玻璃片,实验台等.

注意事项

本机禁止安装一切中文软件, 所有文件名不允许使用中文。

精密摩擦磨损测试仪		
地点	管理员	联系电话
物理楼 102	杨超	198-6271-7601
型号	厂家	价值(约)
TRB 型	安东帕	69万

1.1 用途:

摩擦学是研究相对运动的相互作用表面以及相关课题和实践的科学技术。当两个接触表面彼此间存在相对运动时,就会发生摩擦磨损,因而造成表面损坏和材料的逐渐损失。材料投入使用前,对其摩擦磨损性能的了解和控制至关重要。该设备涵盖了各种各样的摩擦测试实验条件,可实现:模拟实际的摩擦系统、对材料和润滑剂分类、研究摩擦行为和现象,符合 ASTM G99、ASTM G133 和DIN 50324 等国际标准。

1.2 性能指标:

- 1. 总体要求: 可在-30℃至 450℃的温度环境下进行摩擦磨损测试(球盘式、销盘式、往复旋转模式); 在摩擦磨损测试中, 球形/销形静止键在精确控制的载荷作用下垂直接触试样表面:
- 2. 旋转运动: 旋转速率,最大 500 rpm; 半径 0.5 mm 至 35 mm;最大扭矩: 450Nmm
- 3. 线性往复运动:行程长度最大 60 mm,速度最高达 370 mm/s, 频率 0.01 Hz 至 8 Hz
- 4. 摩擦力 (双 LVDT 传感器): 最大 10 N
- 5. 摩擦力分辨率:0.03mN
- 6. 线性往复运动模式下摩擦磨损测试温度范围-30℃-450℃
- 7. 最大正向加载力: 最大 60 N
- 8. 游标卡尺: 一圈 3 mm, 每刻度 0.05 mm
- 9. "山"型对称弹性悬臂设计。配备双 LVDT 传感器

- 10. 加载系统和摩擦力测量互相独立,避免耦合效应,摩擦力测量采用 LVDT 传感器设计,和高精度弹性壁配合使用。可以达到低于 3mN 的背景摩擦力空白。具有高温补偿的差分设计系统;
- 11. 具有差分式摩擦力测量结构设计,双 LVDT 传感器,摩擦力动态范围宽, 线性度好,确保了即使在温度很大变化的时候摩擦系数测量的准确性。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约;
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试:
- 3. 样品原则上按个数收费;
- 4. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 该仪器管理教师为杨超老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告:严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位;
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报;
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时:
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

一、检查:

Arm 没有变形, 缝隙正常, middle 模式下用水平尺检测 arm 臂是否水平(不平用内六角和 10 号扳手调平), AIO 接近于 0。

验证传感器螺丝无松动。

校准试验:

摩擦力校准

两个小辫子尽量都调成朝前,水平模式下操作。安装校准公斤(线平行于台面,滑轮上绳线垂直于台面) \rightarrow Friction force calibration \rightarrow start calibration \rightarrow 提示 up,直接点击 ok \rightarrow 提示 5N 时,在校准工具滑轮上悬挂 5N 砝码 \rightarrow finish,进行校准 (2.21-2.24 为正常)。

台阶实验:

新建实验,点击+→设置参数: load: 2/3/4,频率: $5\sim6Hz$,时间;大于 10 min \rightarrow OK \rightarrow 确保绳线在摩擦机左侧,没有风险 \rightarrow Star \rightarrow 提示 up,之间点击 Ok \rightarrow 此 时测得空载下的数据,摩擦 2min 左右 \rightarrow (Pause) \rightarrow 提起绳挂上 1N 砝码,放在 滑轮上 \rightarrow restare \rightarrow 摩擦 2min 左右 \rightarrow (Pause) \rightarrow 提起绳挂上 2N 的砝码 \rightarrow restare \rightarrow 摩擦 2min 左右 \rightarrow Stop \rightarrow 摩擦系数分别在空载、1N、2N 是分别为 0、0.2、0.4 左右 \rightarrow 卸载校准工具。

二、测试

- 1. 调节振幅,安装样品台。
- 2. 装样品,样片高于样品台。
- 3. 把所用球装入球夹具, 拧紧。
- 4. 装载球夹具 (预紧即可)。
- 5. 自由落体, 预紧, 抬起臂拧紧, 加橡胶垫。
- 6. 两个小辫子调到后面去, down 模式, 在样品上调节平衡(轻拍既抬)→ 加上所用砝码。
 - 7 开始试验, 加号 \rightarrow stat \rightarrow 提示 down \rightarrow 旋钮旋到 down 模式 \rightarrow OK。

三、样品

钢球尺寸: 直径 6mm

旋转模块: max: 50×50 mm2 线性模块: max: 40×25 mm2

厚 度: 1~5 mm

紫外可见吸收光谱仪			
地点	管理员	联系电话	
物理楼 102 室	贾金彪	188-5033-9674	
型号	厂家	价值(约)	
Lambda 1050	珀金埃尔默	101万	

1.1 用途:

可测量固体/液体样品在紫外-可见-近红外范围内的特征吸收;可研究玻璃镀膜样品吸收/透射或反射光谱;可研究粉末样品在整个紫外可见近红外区的吸收谱图、还可测定核酸/蛋白等物质的含量或检测酶的活性等等,适合于半导体、光学元件、建筑材料、新型材料等等行业,是功能最强劲的光谱分析仪器。

1.2 性能指标:

波长范围: 175~3300nm 1.2

杂散光: 0.00007%T, 在 220, 340, 370nm 按 ASTME-387 法测量 1.3 仪器

线性范围: 8A1.4

波长准确度: UV/Vis ±0.08nm, NIR ±0.35nm 1.5

波长重复性: UV/Vis<0.02nm D2 锐线, <0.005nm 10 次测定 SD; NIR<0.05nm D2 锐线, <0.02nm 10 次测定 SD 1.6

分辨率: <0.06nm1.7

光度精度: ±0.0004A@1A, 双光阑法 1.8

光度重复性: <0.00009A 1.9

基线漂移: <0.0003A/h 1.10

- 6. 扫描 扫描速率: 17 档扫描速度可选 扫描方式: 全帧、选区、定点、线扫描、扫描旋转、倾斜补偿:
- 7. 电子束位移 平移宽度: ±100μm。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员 才可以选择"自主测样";
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试,提前一天送样;
- 3. 收费标准: 100 元/小时(暂时院内) 200/小时(院外)

三、样品要求及注意事项:

- 1.常规液体样品,需根据实验需要选择合适溶剂,配制成合适浓度,满足吸光度读数一般控制在 0.2-0.8。
- 2. 待测溶液应清亮、均匀、无气泡、无悬浮物。
- 3. 不接收有毒样品测试或测试过程会释放毒气样品以及溶剂毒性较大样品。
- 4. 校内测定液体样品需制好样品,不允许在本测试间制样;进行液体样品测试时,请自带可密闭容器及时密封存放产生的废液,严禁长时间敞口操作。

粉末样品需自带光谱级硫酸钡。

四、仪器基本操作步骤:

反射测定:

- 1. 点击软件左侧栏上方的数据收集<Data Collection>命令,设置扫描的起始波长范围
- <From To> (从长波向短波扫),设置数据间隔<Data Interval>, 将纵坐标单位
 <Ordinate Mode>设置为%R,检测器设置栏中设置检测器的响应时间<Response>。
- 2. 点击软件左侧栏上方的校正<Corrections>, 选择使用反射校正<Use Reflection Correction>, 亮光谱参比<Light Spectral Reference>和暗光谱参比<Dark Spectral Reference>。
- 3. 将白板放置于积分球参比口反射口和样品反射口处,确认磁性口盖(正确安装/已经取出)、样品室盖和附件盖关闭。
- 4. 选择开始<Start>,或直接在快捷方式栏中选择开始<Start>按钮,扫描基线。
- 5. 当 UV WinLab 弹出提示时,将样品反射口换为样品,选择<OK>。 6. 视样品数目,若有多个样品,则继续重复第 5 步,若所有样品均扫描完毕,则会出现所有样品均扫描完毕<All Samples in the table have been run>的对话框.点击确定,此时测试全部完成。

透射测定

- 1. 点击软件左侧栏上方的数据收集<Data Collection>命令,设置扫描的起始波长范围<From To>(从长波向短波扫),设置数据间隔<Data Interval>, 将纵坐标单位<Ordinate Mode>设置为%T,检测器设置栏中设置检测器的响应时间<Response>。
- 2. 点击软件左侧栏上方的校正<Corrections>,选择<100%T/0A Baseline (Autozero)>,如果样品透射率小于 5%,需选择<0%T/Blocked Beam Baseline>。
- 3. 将白板放置于积分球参比口反射口和样品反射口处,确认磁性口盖正确安装、 样品室盖和附件盖关闭。
- 4. 选择开始<Start>,或直接在快捷方式栏中选择开始<Start>按钮,扫描基线。
- 5. 当 UV WinLab 弹出提示时,将样品入射口换上样品,选择<OK>。
- 6. 视样品数目,若有多个样品,则继续重复第 5 步,若所有样品均扫描完毕,则会出现所有样品均扫描完毕<All Samples in the table have been run>的对话框.点击确定,此时测试全部完成。

保存光谱、设置和方法

- 1. 选 File 命令中选择保存光谱<Save Spectrum>会出现保存光谱对话框,在其中选择您需要保存的光谱并选择保存的路径,则光谱被保存。
- 2 选择 File 命令中的保存结果<Save Results>,可以将测试的结果保存至任务<to task>,或另存为新的任务<as new task>。
- 3. 选择 File 命令中的保存设置<Save Settings>,可以保存您的设置至方法<to method>,或另存为新的方法<As new method>。
- 4. 关闭 UV Winlab 软件,关闭仪器电源开关和电脑即可。

原子力显微镜		
地点	管理员	联系电话
物理楼 112 室	魏浩铭/贾金彪	156-6692-5166
型号	厂家	价值 (约)
NX20	PARK 公司	164 万

1.1 用途:

AFM 可用来研究固体材料表面结构,它通过检测待测样品表面和一个微型力敏感元件之间的极微弱的原子间相互作用力来研究物质的表面结构及性质。配备磁力显微镜、摩擦力显微镜、开尔文显微镜等配件后,可用于测试样品磁学、电学性能以及摩擦系数等。

1.2 性能指标:

1.1 平板式闭环 XY 和 Z扫描器

X、Y、Z三轴分离式扫描器

无背景弯曲的 XY 扫描器:全范围扫描 XY 最大垂直起伏高度低于 2nm 高伺服反馈的 Z 扫描器 (频率响应:9 kHz)

X-Y 轴正交性: < 0.3°, XY 轴线性误差: < 0.1%

XY-Z 轴正交性: < 1°, Z 轴线性误差: < 2%

1.2 XY 扫描器性能指标

平板式无弯曲扫描

XY 扫描器开环分辨率: 0.1nm

XY 扫描器闭环分辨率 (Position detector noise level): 0.15nm

1.3 Z扫描器性能指标

高速伺服反馈 Z 扫描器:响应频率达到 9kHz

压电陶瓷堆叠式设计

Z扫描器开环分辨率: 0.015nm

Z扫描器闭环分辨率 (Position detector noise level): <0.02nm

2.1 XYZ 样品台

探针自动驱近

自动 Z 向驱动台 (驱动 Z 向扫描头)

电动调节光学聚焦台,光学聚焦行程 15mm,聚焦精度 0.06 μm

XY 马达台工作范围: 150 mm×150 mm (200 x 200mm 选配);移动精度: 0.6 μm

Z马达台工作范围: 25 mm;移动精度: 0.08 μm

2.2 光学系统

样品和探针到 CCD 的光路在同一轴线上

CCD 像素: 120 万 (500 万选配)

10倍光学物镜,(20倍可选)

1060 倍 放大分辨率; 双 24 吋 LCD 显示器

图像像素: 4096×4096

光学分辨率: 0.6 μm

可视范围: 480 µm × 360 µm

2.3 样品

样品尺寸: 2/4/6 寸硅片 (选配 8 寸) 或 25 x 25mm 任意样品

样品高度: 20mm

样品安装方式: 真空吸附(磁吸选配)

3. 减震台

主动式防震台

主动防震频率范围: 1.2 Hz~200 Hz

隔震水平: < -40 dB (10 Hz~1000 Hz)

最大承受负载: 150 kg

CE 认证

4. 隔音罩

一体化屏蔽罩

密封的结构可有效屏蔽周围环境噪声和光线干扰

大理石平台与主动减震台一体化设计

5.1 电子电路系统

悬臂偏压控制: > ±10 V

AFM input/output 信号接入:提供24位分辨率的3个输入接口和1个输出接口,为额外测量提供End-of-pixel, end-of-line, and end-of-frame TTL 同步信号输出信号接入模块 (SAM):为信号输入输出提供额外的接入模块控制系统:

处理器

高性能 DSP, 600 MHz and 4800 MIPS

ADC 信号	18 通道 24-bit 500 kHz (4 高速通道 64 MSPS)
DAC 信号	12 通道 20-bit 500 kHz (2 高速通道 64 MSPS)
XYZ扫描器通道	24-bit
反馈频率	500 kHz
内置锁相	3MHz 带宽内置锁相(3 路)
接口	TCP/IP 或 USB (连接速度: 100 Mbps)

CE 认证

控制器尺寸: 尺寸: 450 mm × 480 mm × 190 mm (W×D×H), 重量: 15 kg, 功率: 120 W

5.2 信号检测系统

探针共振频率: 3MHz

探针挠曲噪声: 5pN or 0.05nm (0.1N/m, 1 kHz bandwidth, rms)

激光器: SLD

激光波长: 830nm (650nm 选配, 830nm 的好); 光斑尺寸: 25 x 45um

PSPD 噪声水平: 0.01nm (1 kHz bandwidth, rms)

二、仪器预约流程及收费标准

- 1、请在"自主测样"页面预约时间,审核通过后请于周三上午 10:00 至 12:00 将样品送至物理楼 112 或 102 实验室,详细记录并留下邮箱和联系方式。
- 2、仪器每次开机或更换探针后需预热一小时,因此请集中预约;请根据样品数量确定时间,普通测试大约 45 分钟左右一个样品,数据将于两周内发送至邮箱。
- 3、待测样品要求为无机薄膜样品,且干燥、无挥发,基底平整,尺寸约1 cm²,高度小于20 mm,粗糙度小于30 nm。若因样品不合规造成探针损坏外加一小时测试费,因正常磨损造成探针损坏无此费用。
 - 4、本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为魏浩铭和贾金彪老师,其他人未经培训及经管理人员同意, 不能擅自上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训老师测试要求:需跟随培训人观察学习时间累积 2 周以上,方可在培训人陪同情况下上机操作,累积练习时间达 2 周以上者,可申请管理人员对其进行考核,考核通过者,可成为测试人员;每次操作前,务必通知管理员老师,严格履行网上预约制度;学生私自操作出现事故或导致仪器损坏,由指导教师负

责;

- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位;
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报:
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时:
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

注意!详细操作规程请参阅设备处存档的相关资料!本操作步骤为工程师的经验总结。

- 1. 开启控制器,再开启电脑软件,对探针进行预热,开启减震台。
- 2. 取 Z 向扫描器 probe hand 探针手,放置探针。
- 3. 调节移出样品台,一般将样品用双面胶黏贴在圆形铁片托盘上,尽量平整,然后将铁片磁吸在样品台上,点击 reset 后将样品台移回到原位置。
- 4. 开启激光灯,调节光斑。
- 5. 关掉 line scan,选择 setup 设置扫描参数, setup 中扫描速率一般在 1Hz,扫描范围一般选择 10*10um 或 5*5um,选择完之后 enter 确定。
- 6. 选择非接触式 NCM, 调整共振峰, 选择需要的 Channel。
- 7. 调节物镜和 Z轴, 使得探针距离 3-5mm 处。
- 8. Approach 下针, (一般要将系统自动设定的参数减小, 让下针速度减慢)。
- 9. 调节参数使得 z-height 两条曲线重合,点击 Scan 开始扫描。
- 10. 更改扫描区域, 抬针至少 200μm。
- 11. 每次扫完图之后记得关闭 line scan, 同时换样品时一定要关闭 line scan, 防止对位移台的损伤。
- 15.全部测完之后点击 retract Zall 抬起探针,取出样品,点击 reset 将样品台会回到原位置。
- 16.关闭软件,关闭控制器,关闭减震台。

	霍尔测试仪	
地点	管理员	联系电话
物理楼 112 室	赵丽娜	159-6381-2696
型号	厂家	价值(约)
8404	Lakeshore 公司	209万

一、仪器主要用途及性能指标

1.1 用途:

传统的直流磁场测量技术对光电(太阳能电池)、热电、有机电子材料和低维薄膜/超晶格等低迁移率材料的表征非常困难。Lake Shore 8404测试系统结合了直流磁场和交流磁场的霍尔效应测量技术,可用于测量各种半导体材料的载流子浓度、迁移率、电阻率、霍尔系数等半导体重要参数。还可用来研究低维薄膜/超晶格的变温电磁学性能。

1.2 性能指标:

- 1. 系统可以获得的数据结果包括: 电阻、电阻率、霍尔系数、霍尔迁移率、载 流子浓度及电流-电压特性曲线
- 2. 迁移率范围: 1 to 1×10⁶ cm²/Vs, AC 模式下迁移率范围: 1×10⁻³ to 1×10⁶ cm²/Vs
- 3. 电阻率范围: 1×10⁻⁵ to 1×10⁵ Ω·cm
- 4. 可测电阻范围: DC 模式下: 0.5m Ω to 10 M Ω , 10 K Ω to 200 K Ω (加高阻选件); AC 模式下: 0.5m Ω to 10 M Ω , 10 K Ω to 8G Ω (加高阻选件)
- 5. 电流范围: ±1 Pa to ±100 Ma, 电压: 100V
- 6. DC 模式下:室温最大磁场 1.67T,变温最大磁场 0.89T; AC 模式下:室温最大磁场 1.18T,变温最大磁场 0.63T
- 7. 变温测试:温度能在25K-300K的区间内连续可调。

二、仪器预约流程及收费标准

1、请选择"送样检测"进行预约,参与仪器安装并接受过工程师培训的人员经过管理员同意后可以选择"自主测样"。

- 2、请根据样品具体情况预约时间,请于周三上午送样至物理楼 101 或 112 实验室,并留下邮箱和联系方式,数据将于两周内发送至邮箱。
- 3、选择"送样检测"的样品,周三至周五集中测试;选择"自主测样"的院内老师,测试费用有更高的优惠比例。
- 4、待测样品要求为无机薄膜样品,且干燥、无挥发,基底平整,形状为1cm的正方形。
- 1、送样人自主准备待测样品,耗材自理。
- 6、本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

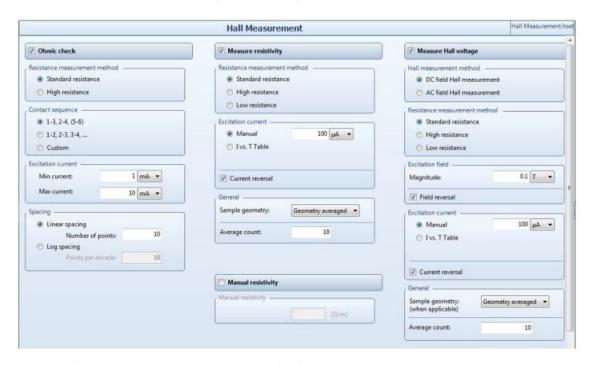
三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 要更换样品或改变电磁铁间距时,为了安全要确保电磁铁没有外加磁场!
- 2. 使用完毕后, 要确保实验已经结束, 各路没有加电流!
- 3. 该仪器管理教师为魏浩铭老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅 自上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 4. 培训老师测试要求: 需跟随培训人观察学习时间累积 2 周以上,方可在培训人陪同情况下上机操作,累积练习时间达 2 周以上者,可申请管理人员对其进行考核,考核通过者,可成为测试人员;每次操作前,务必通知管理员老师,严格履行网上预约制度;学生私自操作出现事故或导致仪器损坏,由指导教师负责:
- 5. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 6. 必须保证实验室干净整齐;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位;
- 7. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报;
- 8. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 9. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

注意!详细操作规程请参阅设备处存档的相关资料!本操作步骤为工程师的经验总结。

- 1. 打开循环水,观察循环水正常工作(设置一个比指示水温低 2 摄氏度的温度,约 2 到 3 分钟后制冷机开始工作为正常,然后设回水温 21 度)。
- 2. 打开控制柜的总电源开关、计算机、电磁铁电源、霍尔软件,检查软件是否 通讯正常。
- 3. 焊接样品到样品卡或四探针样品卡上,安装样品卡到 8400 standard insert 选件上,通过 I-V 测试检查样品的欧姆接触,并确定样品的激励电流。
- 4. 选择样品属性(需要输入厚度和周长),注意最大电流电压的限制,分别是 20V, 20mA)。
- 5. 根据需要调用或重新建立实验模版和实验步骤



Fast 适合高迁移率样品,测试快,但抵抗噪音能力相对较弱:

Medium 适合绝大多数样品:

Slow 抵抗噪音能力强,但花费时间长。

- 6. 开始实验
- 7. 实验完成后,保存实验结果,
- 8. 点击软件右上角的 'abort', 观察磁铁电源的电流和电压前面板的显示为 OA 和 OV, 退出霍尔软件。
- 9. 关掉电磁铁电源。
- 10. 关闭电脑。
- 11. 关掉控制柜上的总电源开关。
- 12. 关掉循环水。

低温电学性质测试系统			
地点	管理员	联系电话	
物理楼 112 室	张守宝/杨兵超	183-6473-6057	
型号	厂家	价值(约)	
Mini-CFM-5T-25	Cryogenic Limited 英国	136 万	

一、仪器主要用途及性能指标

1.1 用途:

低温电学性质测试系统是英国 Cryogenic 公司生产的具有世界专利的低温强磁场系统。能够提供可变温(2-300K)变磁场(0-5T)的测试条件,用于材料的电学性质,包括电阻率、磁致电阻、霍尔效应的测试。

1.2 性能指标:

磁场:无液氦超导磁体:最大磁场:±5T;均匀度 0.1%的磁场范围为 φ10mm*10mm 的磁体;最大扫场速率 250 Oe/s;

温度范围: 1.6-400K, 全程无需液氦; 温度稳定性: $\pm 0.1\%$ (T<10K), $\pm 0.02\%$ (T>10K); 控温精度: 优于 50mK(全磁场范围)样品腔降温时间: 从 300 K 降至 1.6K 约 40 分钟磁体初次冷却时间<10 小时; 配备进口安捷伦 TPS—compact 分子泵组。

直流电输运测试组件 2-300K, ± 5 T 的系统环境下全自动的进行诸如电阻、微分电阻(非线性电阻)、磁电阻、伏安特性和霍尔效应等各种电学测量; Keithley 仪表 2400+2182A+7001+7012、测试附件总成、软件及电脑.电阻范围: $10^{-5}\Omega \sim 10^{7}\Omega$ 。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员才可以选择"自主测样";
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试;
- 3. 样品原则上按测试时间收费,校内收费标准 200 元/小时,校外 400 元/小时,个数收费。预约时间以半小时为最低预约时间,不足半小时按半小时收费。
- 4. 电极制作单独收费, 校内 50 元/样品, 校外 100 元/样品。

5. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为张守宝老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位:
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报:
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到分钟;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 样品要求:

样品需要切成 3mm*5mm 或者 3mm*3mm 大小的薄膜或者薄片状,根据测试项目请提前制作好电极,电极可用 Φ25-100μm 的金线或者银线利用银胶固定在样品上,并预留 2cm 来连接仪器,具体样品的制备请提前与仪器负责人沟通。

4.2 基本操作步骤

开机

系统从室温降到 1.6K 一般需要 8~12 个小时。

室温检查

检查仪器柜电源线

检查温度计连线

检查磁体电流连线,连接要紧固。在系统开启时不能断开此连线。

开启仪器柜电源, 打开软件, 检查仪器和软件温度显示是否正常。

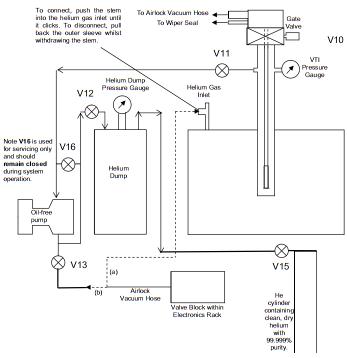
检查磁铁的绝缘性,可用万用表测量磁体外壳和电流端子之间的电阻(兆 欧姆以上)。

检查压缩机的压力值

抽真空

连接分子泵,抽磁体真空夹层。使真空达到 0.01Pa 以下。一旦系统升至室温,最好都能抽一次磁体真空夹层的真空。

抽 VTI(Variable Temperature Insert)真空并充氦气罐(选做)



如果 VTI 回路被堵住或担心氦气罐(Dump)内氦气被污染,请做此步骤。此步骤必须使系统达到室温才能开始,并请从样品仓内移除样品杆,无油泵(oilfree pump)和旋转泵(rotary pump)都关闭,V11、V12 和 V13 都关上,氦进气管(helium inlet hose)必须拔出并套上保护盖,针阀完全打开。

抽 VTI

从正常位置上移除空气锁波纹管(Airlock vacuum hose,正常位置在门阀(Gate Valve) 后面的接口上),并连接到氦气入口处(helium inlet,就是上图中的(a))。

打开旋转泵,并打开空气锁(Airlock)阀门。

打开 V13 和无油泵, 然后打开 V11。至少运行 6 小时。

灌氦气

关闭 V11, 关闭无油泵和旋转泵。

从氦气入口处移除空气锁波纹管,然后连接到 V13 后面的接口上(就是上图中的(b))。

连接氦进气管和氦气瓶 (helium gas cylinder),保持 V15 处于关闭状态。调节氦气瓶的气压,使之高于 1.25bar。

开启旋转泵和空气锁(Airlock)阀门,然后打开V13。

可以打开无油泵和 V11 (选做),这样在灌氦气的同时 VTI 还能同时被抽真空。

打开 V12,并观察氦气罐上的压力表,此时压力应该下降。此表为管内气体与大气的压差表。

当氦气罐被抽空时关闭 V12。

打开 V15, 往氦气罐里灌氦气, 这一次的氦气用于冲洗氦气罐, 压力至少要为 0.5bar。

打开 V12, 再把氦气罐里的氦气抽出来。

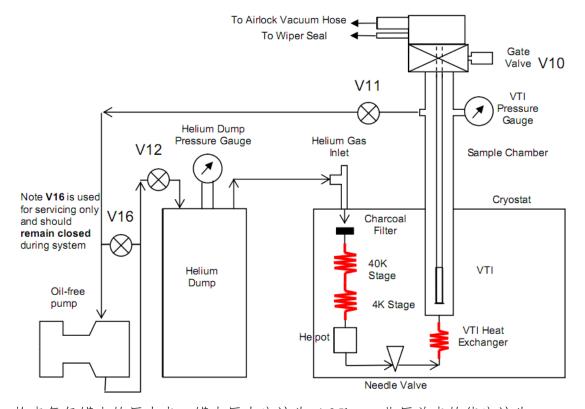
最后关闭 V12, 打开 V15, 往氦气罐里灌氦气, 通常为 1.25bar。

关闭 V15, 从氦气瓶上移除氦进气管, 并套上保护盖。

无油泵和旋转泵都可以关闭了, V13 也可以关上了。移除空气锁波纹管并 重新连接到它正常的位置。氦气瓶现在可以连接到仪器柜后面的塑料软管上了。

检查 VTI

检查系统连接以符合下图。



检查氦气罐上的压力表,罐内压力应该为 1.25bar,此压差表的值应该为

0.25bar.

检查氦气罐的氦进气管是否已经连接到氦气入口处,如果没有连接,请连接。

检查并确认无油泵上的 V16 处于关闭状态。打开无油泵,调节针阀,确认 VTI 的压力(VTI pressure gauge 的读数)可以被控制。

打开针阀,关闭无油泵,关闭 V11。这能确保氦气能冷却在氦气壶(helium pot)里,同时也确保氦气只向一个方向循环。

冲洗样品仓

执行一次装样品,以确保所有空气都从样品仓里抽出来。

降温

首先打开循环水冷机,然后打开压缩机,开始降温,可以通过软件观察整个 系统的降温过程。

测试

抽真空状态下,提出样品杆。装上样品。在重新插入样品杆。 打开操作软件,选择相应的测试软件,如电阻率测量或者霍尔测量。 测试参数设定,如:温度、磁场、电流、电压等。进行测试 测试完毕,保存实验数据,取出被测样品。

关机

确保磁场为0,对应的磁场电源的电流也为0。

完全打开针阀。

关闭压缩机。

10 分钟之后关闭循环水冷机。

系统自然升温,升至室温将花费 36~48 小时。当系统升至室温后,可退出软件并关闭计算机,同时关闭仪器柜电源。其间可以通过软件观察升温过程。

除非系统升至室温, 否则严禁从氦气入口处移除氦进气管。

即使系统升至室温, 也不能移除压缩机的氦气罐。

不要尝试往真空夹层里灌入空气使系统快速升温,如果这样做了将会导致 严重的后果。

Zeta 电位分析仪			
地点	管理员	联系电话	
物理楼 113	杨超	19862717601	
型号	厂家	价值(约)	
Zetasizer Nano ZSE	马尔文	29 万	

一、仪器主要用途及性能指标

1.1 用途:

包含了电泳光散射法表征颗粒、分子的 zeta 电位分析仪,以及静态光散射法表征分子量。

1.2 性能指标:

- 1.测量的参数: 颗粒和分子尺寸、平动扩散、电泳迁移率、颗粒的 zeta 电位、高分子和蛋白质溶液的分子量、A2, kD。
- 2. 粒度测量范围: 0.3 nm (直径) 至 10 微米, 采用专利型 NIBS (非侵入式背散射) 技术。
- 3.Zeta 电位,采用专利型 M3-PALS 技术。
- 4.分子量测量最小可达 980Da。
- 5.蛋白质粒度可测量的稀释度达 0.1mg/mL (溶解酵菌)。
- 6.样品浓度范围为 0.1ppm 至 40%w/v。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约;
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试;
- 3. 样品原则上按个数收费;
- 4. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

1. 该仪器管理教师为杨超老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;

- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责;
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位:
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报:
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 利用动态光散射检测颗粒粒径

4.1.1 样品要求

动态光散射技术 DLS 通过检测颗粒/胶体/高分子/蛋白质的布朗运动速度,进而得到颗粒的流体力学直径。DLS 技术检测需要样品稳定、均匀。样品稳定意味着颗粒进行布朗运动而不是沉淀或者上浮运动。均匀意味着在检测时间内,样品在空间分布各个位置含量相同。

样品浓度要求:如果是稳定颗粒,即颗粒的大小及其分布不随浓度所改变,则需要在稀释条件下检测样品粒径,以得到颗粒的自扩散系数计算颗粒的流体力学直径。不同种类的样品可能稀释到的程度有所不同,但是在达到稀释浓度后粒径应该不随浓度改变。如果是动态平衡体系,如某些没有经过均制加压处理的乳液、微乳液、表面活性剂胶束,改变样品浓度将改变体系的外部平衡条件导致粒径及其分布改变。这时应该在原液状态下进行检测。

样品洁净程度:由于颗粒的散射光强正比于颗粒粒径的 6 次方, DLS 技术对于体系中微量存在的灰尘、杂质(通常是微米级别的颗粒)极为敏感。这些物质的存在将对于结果造成极大影响。通常来讲对于粒径小于 50nm,表面看上去极为澄清透明的体系,我们建议使用适当孔径的过滤膜过滤,然后再进行测试。

4.1.2 样品制备

将过滤后的样品直接滴入样品池,尽量避免从侧壁流入,样品高度可以参考 样品槽翻盖上 1:1 样品池投影的高度建议

4.1.2 开启仪器:

测试前仪器需要预热30分钟。然后将样品放入进行测试

- 4.1.3 测试样品:
- 2.1.3 测试步骤 软件操作

新建一个文件, 然后点击"measure"选择 "Manual"

- 1. 点击"Measurement type"选择"size"
- 2. 在"sample"选项中输入样品名称和备注
- 3. 在"Material"选项中输入/选择颗粒的折光指数 RI 和吸收率 Absorption 的信息。注: Material 的 RI 和 absorption 参数只对尺寸接近于微米级别颗粒的体积分布和数量分布具有影响,如果您的颗粒不在此范围内,请将此参数保留为默认值。
- 4. 在"Dispersant"选项中输入/选择溶剂的折光指数 RI 和粘度 Viscosity 的信息。 注:溶剂的 RI 和 Viscosity 参数随温度改变,所以应该输入对应温度的正确参数。如果在
- 5. Dispersant 的列表中没有对应的溶剂,请点击"Add....."
- 6. 在"General options"选项中输入颗粒的 Mark-Houwink 参数 A 值 和 K 值。这两个参数用于通过动态光散射得到的扩散系数来计算高分子/蛋白质的分子量。 其默认值为蛋白质的参数,如果您不知道您的样品的 A 值 和 K 值,或者并不 关心计算得到的分子量参数,可以将这一项留为默认。
- 7. 在"Temperature"温度选项中输入检测的温度和平衡时间。注:如果您的测试温度和室温相差较大,需要输入较长时间用于样品平衡。通常如果您的样品从室温条件放入仪器在 25 度条件下测试,需要恒温至少 120 秒。
- 8. 在"cell"样品池选项中选择对应的样品池种类。
- 9. 在"measurement"测试选项中选择: "Measurement angle"测试角度,通常检测粒径请保留为默认角度。"Measurement duration"测试时间,通常检测粒径请选择默认"Automatic"。"Number of measurements"重复测试次数,至少输入三次或者三次以上。"Delay between measurements"每次测试之间间隔时间。如果您的样品对

- 于 6532.8nm 激光没有吸收, 请输入 0。
- 10. "introductions"和 "Advanced"选项中保留位默认选择。
- 11."Data processing"中选择分析模型"Analysis model",若果检测化学合成样品,请保留位默认选择"General purpose"。如果您的样品为蛋白质,请选择"protein analysis"。
- 12. "Report"和"Export"请保留位默认选择。
- 13.点击"OK"开始检测。检测结束后, 仪器自动停止测试。

4.2 利用电泳光散射检测 zeta 电位

4.2.1 样品要求

Zeta 电位测试利用电泳光散射,检测样品中悬浮的颗粒在特定的溶液环境中(pH,盐度,添加物)的电位高低。其测试目的是为了检测颗粒表面的带电性能,包括电性和电位高低,以预测整个悬浮体系的稳定性。检测要求颗粒具有一定的散射能力,即颗粒物不能太小(不能小于 2-3 个 nm),同时颗粒物不能具有太强烈的沉淀运动,即颗粒物不能太大(超过 100um)。样品可混浊,但是需要有一定的透光性。

4.2.2 样品制备

毛细管电极/高浓电极(水性样品):将样品通过滴管或者注射器注入相应的样品 池,注意不要有气泡在样品池中。

4.2.3 测试步骤

新建一个文件, 然后点击"measure"选择 "Manual"

- 1. 点击"Measurement type"选择选择"zeta potential"
- 2. 在"sample"选项中输入样品名称和备注
- 3. 在"Material"中保留为默认值。检测 zeta 电位不需要其中参数的信息。
- 4. 在"Dispersant"选项中输入/选择溶剂的折光指数 RI, 粘度 Viscosity 和介电常数 Dielectric constant 的信息。 注:溶剂的 RI 和 Viscosity 参数随温度改变,所以应该输入对应温度的正确参数。如果在 Dispersant 的列表中没有对应的溶剂,请点击"Add......"在"Simple Dispersant or Solvent"中输入对应 Dispersant 的信息,并起名保存。
- 5. 在"General options"选项中选择模型。水相体系选择 Smoluchowski 模型,有

机相体系选择 Huckel 模型

- 6. 在"Temperature"温度选项中输入检测的温度和平衡时间。注: 如果您的测试温度和室温相差较大,需要输入较长时间用于样品平衡。通常如果您的样品从室温条件放入仪器在 25 度条件下测试,需要恒温至少 120 秒。
- 7. 在"cell"样品池选项中选择对应的样品池种类。
- 8. ,在"measurement"测试选项中选择: "Measurement duration"测试时间,通常 检测电位请选择默认"Automatic"。"Number of measurements"重复测试次数,至 少输入三次或者三次以上。"Delay between measurements"每次测试之间间隔时间。 如果您的样品对于 6532.8nm 激光没有吸收,请输入 0。
- 9. "introductions"和"Advanced"选项中保留位默认选择。
- 10."Data processing"中选择分析模型"Analysis model",若果检测化学合成样品,请保留位默认选择"General purpose"。如果您的样品为蛋白质,请选择"protein analysis"。
- 11. "Report"和"Export"请保留位默认选择。
- 12.点击"OK"开始检测。检测结束后, 仪器自动停止测试。

多站扩展式比表面积及孔径分析仪

地点	管理员	联系电话
物理楼 113	杨超	198-6271-7601
型号	厂家	价值(约)
ASAP2460	麦克	59 万

一、仪器主要用途及性能指标

1.1 用途:

蒸汽吸附、动/静态化学吸附、双站并行的超微孔/超低比表面分析等等。

1.2 性能指标:

- 1.测量范围: 孔隙度: 3.5-5000A; 比表面积>0.0005m2/g。
- 2.多种配置选择可扩展测量能力,即超低比表面,微孔和化学吸附测量,基本型Autosorb-iQ可升级。
- 3.精确的微孔分析能力,极限高真空达 10-10 mmHg。
- 4.最完全数据分析方法,包括 NLDFT,QSDFT 和 GCMC 孔分布模型。
- 5.精细的压力传感器,可分辨 2.5x10-7 mmHg 的压力变化。
- 6.独特的串联系统确保分析条件下的真空脱气。
- 7.自动液位传感器控制冷阱自动升降,确保样品在冷阱中的深度及环境始终如一样品管及 PO 各自独立的压力传感器提高了小体积样品室的压力分辨能力。
- 8.90 小时杜瓦瓶。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约;
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试;
- 3. 样品原则上按个数收费;
- 4. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

1. 该仪器管理教师为杨超老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自上

机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;

- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位:
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报:
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

- 1.实验前准备:检查仪器状态,确保主机电源连接可靠,USB 通讯线以及通道线及电极线正常。开电脑和 ASAP2460 电源开关。
- 2. 双击 ASAP2460 软件图标, 打开软件。
- 3. 打开氮气,氦气气瓶,设定气瓶出口压力为 0.1 Mpa。
- 4. 仪器要预热稳定 30 分钟。
- 5. 建立样品分析文件

点击 File—Open, 建立文件名称之后, 点击 Replac All, 调用内存中的分析模板 (BET 和总孔容模板, 介孔分析模板, 微孔加介孔分析模板或者同样材料状态的分析文件等) 进行替代,将样品文件恢复至相同参数状态。

编辑样品标识 Sample, 操作者 Operator 和递送者 Submitter 栏目。

在质量 Mass 栏目内输入样品重量。点击保存 Save 后,点击保存 Close,文件被以约定名称保存。。

- 6. 准备样品
- 1) 清洗和烘干, 标识样品管
- 2) 样品上机分析前的预处理,建议在烘箱内100度烘烤1个小时。

3) 确定样品分析用量

通常待分析样品能提供 40 至 120 平方米表面积,同时样品重量不要小于 100 毫克。 粉末样品采用长颈漏斗,加样至样品管的底部。大颗粒样品应采用镊子加样。低比表面积的样品加入样品管内的体积,以占样品管下部的球形管体积的一半。

4) 称量样品质量

要仔细称量空样品管和塞子的组装在一起的重量,样品脱气后重新称量样品管,样品和塞子的组件总重量。在记录本上进行认真记录。

样品脱气

- a) 使用 FlowPrep060 时,将 060 脱气站面板上开关扳至开的位置,将进气针放到样品管的底部, 慢慢拧大针阀流量,吹扫样品。当使用 VacPrep061 时,先把加了样品的样品管在脱气口安好和拧紧。把面板上开关扳至 VAC 抽真空位置。
- b) 按温度设定键 set , 设定加热温度。并进行记时。
- c) 脱气结束后将样品管转移至冷却口, 冷确 10 分钟。
- d) 060 脱气站需要抽出进气针,用塞子塞上样品管口。061 脱气站需要把面板上开关扳至 GAS 回填气体,时间约 10 秒。
- 7. 将脱气后的样品转移到分析口让样品管冷却。

小心移开加热包的夹子和加热包, 让样品管冷却至室温。

抓住样品管,拧松口的连接头,将样品管从脱气口取下。如果没有自动密封头,要用胶塞子迅速堵上样品管口。称量样品管总重量减去空管重量,得到脱气后的样品重量。套上保温套管至样品管泡处。以水平方向,把填充棒加入到样品管中。在样品管口处安上连接头和密封圈,把它安装到分析口上,拧紧。拧好 Po 管并将其移到样品管的旁边,将杜瓦瓶口盖,安在样品管上。

8. 分析口杜瓦瓶加入液氮

穿戴保护用品, 戴上防护镜,穿上保温手套。

可以采用"加热水壶"做为辅助工具,先把液氮加到"加热水壶"中,再用盛满液氮的"加热水壶",分别把分析口的杜瓦瓶中加满液氮。或者如果订购了液氮泵,也可以直接把液氮泵管放入到分析口的杜瓦瓶中,加满液氮。往杜瓦瓶里加液氮时要慢慢加,减少杜瓦瓶的热冲击,用液位检测"十字架",检查液氮液面,检查液氮液面不高于孔。把加好液氮的分析口,挂上安全罩。

9. 进行分析

在 Unit1 菜单中,从四种分析方式,选择其一进行分析。四种分析方式如下: Start Analysis,可以对单独每一个分析口分别开始分析,在未来的分析中可以添加闲置的分析口进行分析,只适合介孔分布和比表面积分析; Start Krypton Analysis 可以对若干个分析口同时开始进行低比表面积分析,在未来的分析中不 可以添加闲置的分析口,进行分析; Start High Throughput Analysis 可以对若干个分析口同时开始进行分布和比表面积分析,在未来的分析中不可以添加闲置的分析口,进行分析; Start Micropore Analysis 可以对若干个分析口同时开始进行微孔和介孔分布和比表面积分析,在未来的分析中不可以添加闲置的分析口,进行分析。

点击 Browse 选择要分析的文件和对应的样品所安装的口,点击 OK。

点击开始 Start 进行分析,数据被采集并输出图形。

测试结束后点击 Close。

10. 产生结果报告

将样品文件和参数文件打印输出至屏幕, 或打印机。

从文件 Report 菜单选择产生报告 Start Report;

选择要打开的样品文件,点击 Report, 在目的地 Destination 栏目用下,选择输出目的地,

如果选择文件 Preview 为目的地,可以输出报告至屏幕。

如果选择文件 Printer 为目的地,可以打印输出报告。

如果选择文件 File 为目的地,可以输出文件,在文件类型中可以选择输出 txt,xls 等类型文件。

选择文件名称,点击OK。

11. 注意事项及紧急处理

1) 气体钢瓶

气瓶的出口压力设定为 0.1 MPa, 气瓶上的气体管线要定期(一周)捡漏。在仪器长期不用时(长过一周时),关闭气瓶。

2) 样品管

在加样,安装和清洗样品管时要小心,避免样品管破损。可以采用清水和超声波 清洗器清洗,并用烘箱烘干。

3) 杜瓦瓶

在加液氮时,开始时要慢加。不用时,杜瓦瓶上盖上保护盖。一周要水清洗杜瓦瓶内部,并晾干。

4) 真空泵

在测试 600 个样品之后,建议更换真空油泵泵油。

5)仪器电源

仪器电源要求有地线,和极性正确。

6)实验室环境,温度和湿度

仪器在闲置时,分析口和脱气口要安装上堵头进行封堵,工作区要清洁干净,实验室温度 15-35℃,湿度 20-80%。

12.在出现异常情况下,如何处理仪器。

首先对于出现的错误提示, 进行信息复制和保留。

进行电话联系麦克的服务人员或者服务热线,需求指导。

可以考虑取消测试, 在仪器完成正常步骤后,关闭软件,仪器和泵。分析口的杜瓦瓶从电梯上降下后,用盖子盖上,联系服务人员寻求指导。

多通道电化学工作站			
地点	管理员	联系电话	
物理楼 116	杨超	198-6271-7601	
型号	厂家	价值(约)	
PARSTAT MC	阿美特克	34 万	

一、仪器主要用途及性能指标

1.1 用途:

ARSTAT MC 电化学工作站是一款全新研发的多通道恒电位/恒电流仪/阻抗分析仪,用来测试电极以及器件的电化学性能,包括循环伏安曲线、恒电流充放电曲线、电化学阻抗谱等。

1.2 性能指标:

- 1.扫描电压范围: ±10V
- 2. 电流量程范围: 4nA-2A
- 3.偏置电流: ≤5pA
- 4.交流阻抗测试频率范围: 10μHz-1MHz
- 5.阻抗测试精度: 0.3%, 0.3°。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约;
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试;
- 3. 样品原则上按个数收费;
- 4. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为杨超老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制:
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告:严禁任何自行违规操作行为:
- 4. 必须保证实验室干净整齐;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位;
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报:
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

- 1.实验前准备:检查仪器状态,确保主机电源连接可靠,USB 通讯线以及通道线及电极线正常。
- 2.电极线连接:绿色:工作电极 WE;红色:对电极辅助电极 CE;白色:参比电极 RE,第一参比电极;灰色:传感电极 SE,或第二参比电极;黑色:接地线 Ground,可以接在屏蔽箱外壳上。
- 3.运行 Versa Studio 软件,选择相应通道。
- 4.选择测试项目:选择项目,建立新的文件,设置参数,开始测试。
- 5.测试完成,可拷贝数据至其他软件处理。

深能级瞬态谱仪(DLTS)			
地点	管理员	联系电话	
物理楼 119 室	祝传瑞	182-6537-0135	
型号	厂家	价值(约)	
DLS-83D	SEMILAB Rt.	45 万	

一、仪器主要用途及性能指标

1.1 用途:

深能级瞬态谱仪(Deep Level Transient Spectroscopy)是半导体领域研究和检测半导体杂质、缺陷深能级、界面态等的重要技术手段,具有快速、直观和在一次温度扫描过程中可得到多个深能级陷阱的信息,具有很高的灵敏度。在半导体器件分析、电路生产过程监控、科学研究和教学中得到广泛的应用。可用于分析半导材料,发光二极管、半导体激光器等光电子器件等。

1.2 性能指标:

电压范围:-20V 到+20V

电流范围:-10mA 到+10mA

电压分辨率: 10mV

电容范围: 1-1000PF

频率范围: 0.1Hz-2.5KHz

积分常数: 0.313S

温控系统温控范围: 77-350K

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员才可以选择"自主测样";
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试,提前一天送样;

- 3. 样品原则上按个数收费。按 1200 元/样或 200 元/小时收费;
- 4. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为祝传瑞老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 15 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 30 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告:严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位:
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联 系此前用户,并及时通知管理员老师;
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器安全操作规程

(一) 放置样品注意事项

放置样品时,先将探针抬起,样品尽可能离样品台近一些,一手用镊子小心将样品夹起放置到样品台上(注意小心用力,防止把样品夹碎);一手做好准备以备接住不小心掉下的样品;放好样品后,用探针压住样品;最后盖上样品盒。

- (二) 启动机器顺序
 - 1. 打开 DLS-83 的主电源开关, 预热 30 分钟左右后再进行测量。
- 2. 打开计算机和显示器的电源开关。
- 3. 连接样品台和 DLS-83 (注意对准连接口)。
- 4. 启动 DLS-83 操作软件,在菜单栏选择操作模式进行操作。
- (三) 操作过程中的注意事项
 - 1. 在操作过程中,如果要重新压样品,先把样品台和 DLS-83 断开,然后再进

行操作。

- 2. 不要在实验桌上放置水杯,以免碰倒溅湿实验仪器。
- 3. 远离液氮,以免碰倒烧伤。
- (四) 实验结束注意事项
- 1. 实验结束后, 先将样品台和 DLS-83 断开, 然后关闭 DLS-83 的主电源, 最后关闭计算机及显示器。
 - 2. 将电源的开关关闭。
 - 3. 将样品台放低,以免螺母松动掉下,摔坏样品台。
 - 4. 用干净的布盖上仪器。

五、仪器基本操作步骤

重要事项:

操作前确保 BNC 连接线断开, 所有施加的偏压置 0。 出现信号中断或软件反应不灵敏, 执行如下操作:

TOOLS—UDP Terminal—file—restart/start。

操作步骤:

(一) 准备工作

打开 DLS-83 主单元 (最好预热 30 分钟)。

打开计算机(工业机和 Dell 机)和显示器。

启动运行 WinDLS 程序。

选择温度控制-(Measure – Options-选择 DLS-83D built in for LN2 Cryo)。

选择 C-V 测量模式。

初始化系统 (Measure|Initialize)。

如果在样品架上有样品,首先断开,把针抬起。

在 C-V 测量模式 Set the Bridge Zero Offset 通过点击 Set 按键。

把样品放在样品架上, 把探针压在合适的位置。

(二)检查样品

测量 DLTS 前应该先检测一下样品,看是否适合进行 DLTS 测量。

- 1)选择 I-V 测量模式。
- 2) 进行 I-V 测量得到串联电子和漏电流(反偏电流)。
- 3) 计算得出串联电阻和漏电流。

(三)具体测量

检查样品之后,关上样品室。

在 C-V 测试结束以后要记录和分析, 因为 Temperature scan 和 Frequency scan 测试需要 C-V 测试分析得出的掺杂浓度和固定电压。

- 1) 在主窗口下选择 C-V 测量模式。
- 2) 记录 C-V 测量结果。
- 3) 计算掺杂浓度和固定电压。
- 4) 在主窗口下选择需要的操作模式
- 5) 在输入列表中设置参数。
- 6) 填写输入列表的其他参数。
- 7) 激活控制面板。
- 8) 在控制面板中设置合适的参数。
- 9) comp 进行电容补偿。
- 10) 开始测量。按 Esc/Stop 停止测量。
- 11)评估、保存、传送测量结果。

12) 按 Measure 重新测量。

//如果需要换样品,选择室温或者接近室温,使空气进入样品室,接着打开样品室,更换样品。

13) 在主窗口选择需要的测量模式。

//如果结束测量,按 Exit 从操作软件退出,关闭设备。

(四) 数据分析

测量之后可以进行数据分析,如果数据被保存,任何时候都可再进行数据分析。

- 1) 在主窗口选择需要的操作模式。
- 2) 打开所需要的文件。
- 3)分析文件中的数据,保存,打印结果。

椭圆偏振光谱仪		
地点	管理员	联系电话
激光所 204 室	韩培高	198-5372-0698
型号	厂家	价值(约)
UVISEL	Jobin Yvon	150万

一、仪器主要用途及性能指标

1.1 用途:

椭圆偏振光谱仪可用于薄膜材料光学常数拟合,折射率色散分析,亦可应用于晶体旋光分析、双折射率分析。应用于介质、半导体、金属、聚合物等材料的分析。

1.2 性能指标:

- 1. 波长范围: 190nm-1700nm;
- 2. 入射角调整范围: 60-90°, 调整步长: 0.1°;
- 3. 温控台变温范围: -77K-873K 稳定性: 0.1K:
- 4. 光源: 150W 氙灯;
- 5. 测量模式: 可执行反射、透射两种光路测量模式;
- 6. 测量精度: 椭偏参量 Ψ 测量精度 0.001°, Δ 精度 0.001°;
- 7. 自动补偿: 随扫描波段的变化, 自动调节光电倍增管高压或光谱仪狭缝;
- 8. 拟合:系统自带常见材料色散参考参数或色散模型,可执行薄膜参数拟合计算。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员才可以选择"自主测样";
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试,提前一天送样;
- 3. 样品原则上按时间收费。年度测试时数<100 个的按 100 元/小时收费; 年度测试累计>100 小时以后的, 按 50 元/小时收费;

- 4. 单个样品测试时间不满 0.5 小时的, 按 0.5 小时收费; 大于 0.5 小时不满 1 小时的按 1 小时收费。计时的计算从放样开始, 一直到取出样品为止计算缴费计时:
- 5. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为韩培高老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐,更换拖鞋或带鞋套;禁止大声喧哗,禁止随意挪动 实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品 垃圾并将实验工具归位;
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报;
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时:
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 前期准备:

保证样品表面清洁,保证手不接触样品,样品尺寸不低于 3mm*3mm,薄膜样品需膜层均匀,衬底为不透光材质,透明衬底情况需要衬底背面打毛(防止衬底底面反射光进入光谱仪),同时提供一片同一批次的原始衬底材料;需要紫外防护的样品,如生物样品需提前说明。

4.2 开启仪器:

- 1.开启稳压电源,之后顺序开启模数转换器电源、红外光谱仪电源、椭偏仪底台 电源,开启椭偏仪背板直流电源,氙灯电源指示灯红灯亮起。
- 3. 自检完成后, 等待光弹调制器升温并稳定, 约30分钟。
- 4.检查氮气钢瓶低压阀是否关闭,即旋松状态,若否,逆时针旋松低压阀。确保低压阀在关闭状态下,逆时针旋转氮气钢瓶高压阀,打开氮气大阀门至高压表指针稳定,之后缓慢顺时针旋转低压阀,给氙灯通入氮气保护,调节低压阀开启程度,使低压稳定在0.04Mpa。
- 5.按下绿色氙灯开启按钮,此时红灯熄灭,绿灯亮起,之后放置待测试样品于测试平台上中心位置处。
- 6.开启测量操作计算机,双击DeliaPsi2 打开测试软件,在软件操作界面,单击手动

测量按钮 , 打开 view 窗口,放置单晶硅标准片在样品台上,调节样品台高低与俯仰,使 view 窗口中的 signal 栏目中的 S_0 信号最大,此时光路调节完成。

7.右击 Acquisition Routines, Acquisition Routines , 选择 new spectroscopic acquisition routine mono,自动弹出扫描参数设置窗口,其中 configuration choice 选择 no merge, II M=0°, A=45°, spectrum range 选择 0.75-6.5eV, 步长

7 User Library

increment 选择 0.1eV, 按运行按钮 **VRun**, 开始测量标准片椭偏光谱,将测量结果与标准谱线对比,检测仪器运行状态。

特殊情况:控制器主机开启及椭偏仪自检过程中,若出现蓝屏、黑屏等任何 异常情况,立即关闭控制器电源,联系设备管理员;若出现自动重启,待自检完 成后按正常关机顺序关机,联系设备管理员;若标准硅片与之前测量谱线有明显 差异,暂停测试,联系设备管理员。

4.3 测试样品:

4.3.1 放样品

放置待测样品在样品台上,调节样品位置,使光斑位于样品表面中间位置,调节样品台高低,使 So 信号最大。

4.3.2 测试样品

(一) 椭偏光谱测量:

(1) 设定扫描参数: 右击 Acquisition Routins , 选择 new spectroscopic acquisition routine mono,打开扫描参数设置窗口,根据样品实际情况需要,选择 configuration choice 为 no merge、standard merge、high accuracy merge 或 smart merge,在 no merge 设置下可根据需要选择 M、A 角度组合设置(M=0,A=45; M=0,A=0; M=-45,A=45),根据需要选择 spectrum range 范围、步长

(2) 设定数据文件名称: 在点击运行按钮后弹出的 Enter sample information 界面输入 Lot name、sample name 以及 Comments,点击 ok 按钮,开始测量。

(二) 数据拟合:

★ Models(1) **建立模型**: 右击 - - - - 按钮,选择 new model,根据样品结构建立结构模型,在 **Materials**构建立结构模型,在 按钮栏目下,查找对应子层材料的色

构建立结构模型,在 按钮栏目下,查找对应子层材料的色散参考文件(ref 文件)或色散理论模型(dsp 文件),设置拟合参数拟合范围等。

(2) 运行拟合: 点击 fit 按钮, 执行拟合运算, 拟合时间受拟合步长、范围、拟合方式等影响, 拟合效果通过 χ^2 体现。

4.4 拷贝数据:

选中测试数据,在右键弹出菜单中选择 send to→DVD RW Drive,弹出光盘信息对话框后,点击 Burn to disc→Recording speed (8X) →Next→Finish,即可。 4.5 关闭仪器:

按顺序退出测试软件,关闭测量操作计算机,退出控制器主机上的控制软件,关闭控制器主机,关闭红外光谱仪,关闭模数转换器,关闭椭偏仪底台电源,按下红色氙灯关闭按钮,此时绿灯熄灭,红灯亮起,之后关闭椭偏仪背板直流电源。关闭稳压电源,顺时针旋转氮气钢瓶高压阀,关闭高压阀门,待高压表指零后逆时针旋松低压阀,关闭低压阀门。

显微共聚焦拉曼光谱仪		
地点	管理员	联系电话
激光所 305	刘晓兵	15063731894
型号	厂家	价值(约)
Horiba	LabRAM HR Evolution	205 万

一、仪器主要用途及性能指标

1.1 用途:

拉曼光谱仪是一种无损分析技术,它是基于光和材料的相互作用产生的。拉曼光谱可以提供样品化学结构、相和形态、结晶度及分子相互作用的详细信息。应用于无机材料、有机材料、生物材料;固体、粉末、液体、胶体、软膏、气体材料的分析。

1.2 性能指标:

1.主机

- 1.1 仪器具有高度整体性,主要部件(开放式显微镜、光谱仪、CCD探测器等)均集成在同一主机内,以保证仪器短期及长期稳定性。
 - 1.2 仪器采用高端长焦长光谱仪,焦长≥700mm。
 - 1.3 仪器采用像差校正 Czerny Turner 全反射式消色差单级光谱仪。

2.光谱仪

- 2.1 光谱分辨率: 红外<0.4 cm⁻¹; 可见<0.7 cm⁻¹。
- 2.2 光通量: 整体大于 30%。
- 2.3 灵敏度: 硅三阶峰的信噪比好于 25:1, 并能观察到四阶峰。
- 2.4 光谱重复性: 优于±0.02 cm⁻¹。
- 2.5 光栅: 采用大尺寸光栅>76mm×76mm, 600 刻线和 1800 刻线。
- 2.6 光谱仪平场矫正, 焦平面≥27mm, 无边缘畸变。

- 2.7 配置超环面像差矫正大尺寸消色差反射镜,光谱仪内无透镜。
- 2.8 软件控制自动切换激发波长,无需手动更换调节光谱仪内光学元件,切换后无需重新调整仪器光路。

3.探测器

- 3.1 芯片类型: 开放电极式无 etaloning 效应。芯片尺寸≥1024 像素。
- 3.2 光谱范围: 200-1050nm, 量子效率>30% (300nm), >55% (750nm)。
- 3.3 制冷方式: 电制冷。

4.开放式显微镜

配备 x5, x20, x50, x100 可见物镜, x15 紫外物镜。彩色摄像头同时观察样品和激光光斑。

5.显微共聚焦组件

采用真空三维共聚焦方式,内置可调节机械针孔,针孔尺寸连续可调,调节范围 10-1000 微米,在 100 倍物镜下,横向分辨率≤0.5 微米 (XY),≤1.5 微米 (Z),共焦深度连续可调。

6.激光器

配备三台激光器,325nm 气体激光器功率为30mW,532nm 固体激光器功率为200mW,633nm 固体激光器功率为20mW。软件全自动切换激发波长,无需手动更换光学元件。

7.XYZ 高精度机械自动平台

XY 机械平移, X≥75mm, Y≥50mm, Z 自动。采用高精度步进电机, 最小步进 10nm。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员才可以选择"自主测样";
 - 2. 严格按照预约数量及时间进行测试,提前一天送样:
 - 3. 样品原则上按小时收费,按300元/小时收费:
 - 4. 本收费标准解释权归曲阜师范大学物理工程学院。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为刘晓兵老师,其他人未经培训及管理人员同意,不能擅自上机操作。实验室钥匙不外借,禁止私配。
- 2. 使用期间,如发现仪器设备出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁自行违规操作行为;
 - 3. 必须保证实验室干净整齐,更换拖鞋或带鞋套;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位:
 - 4. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿:
- 5. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试 日期做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时:
 - 6. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

- 1. 开关机(一般只需关闭激光器,白光以及电脑屏幕其余操作者勿动)
 - 1.1 开机:
 - a) 开启总电源开关及稳压器开关;
 - b) 依次开启自动平台控制器、电脑等电源;
 - c) 开启激光器开关;
 - d) 打开 LabSpec6 软件;
 - e) CCD 制冷:
- f) 待 CCD 温度稳定后("Detector"显示绿色),利用硅片校准光谱仪(详见"峰位校准")。
 - 1.2 关机:
- (注: 若非长时间不使用光谱仪,建议保持电脑、光谱仪、自动平台控制器等在开机状态,仅关闭激光器和白光电源。)
 - a) CCD 升温
- b) 待 CCD 温度回升到 20℃左右后(如果看不到温度显示,请按步骤 3 操作), 关闭 LabSpec6 软件;
 - c) 关闭激光器;
 - d) 依次关掉电脑、自动平台控制器等,以及稳压器电源和总电源开关。

2. 样品制备及聚焦

样品测试分为三步:首先把制备好的样品放置在测试平台上,然后对样品进行聚焦,最后采集拉曼光谱。以下为具体操作:

a) 样品制备:

固体: 直接放在载玻片上即可:

液体: 有毒、易挥发的,可以封装在毛细管里(用两端开口的毛细管,将一端浸入溶液中,待虹吸一段液柱后取出,用酒精灯将毛细管两端烧结)。无毒、不挥发的: 可以滴到金属(如硬币)表面或置于石英比色皿或 HORIBA 液体样品池中:

气体: 进行压缩处理。

b) 样品聚焦:

先用低倍物镜,如 x5,粗调至样品聚焦清楚(低倍物镜视野范围广,方便找样品),然后根据需要切换到高倍物镜,微调即可。

3. 峰位校准

峰位校准以单晶硅的一阶峰(520.7 cm⁻¹)作为参考峰位来进行。需要注意的是该校准过程是针对单个衍射光栅进行的,因此必须对需要使用的每块光栅分别进行校准过程(如果当天只需用到一块光栅,则只校准待使用的光栅即可)。软件能够记住每一个衍射光栅的校准参数。在进行校准之前,确保用于校正的激光器打开,并且最少预热 20 分钟,使激光器达到稳定状态。

- a) 打开白光灯,点击 video 图标 3 将标准样品 Si 聚焦清楚;
- c) 选择待校准的激光和光栅:
- d) 在 Spectro (cm⁻¹)中输入 520.7, 回车;
- e) 点击实时显示采集▶,获取单晶硅的一阶拉曼峰,点击 ¹⁰⁰按钮停止光 谱采集;
- f) 读取 Si 峰的位置,若位置大于 520.7cm⁻¹,则将 Maintenance/Instrument calibration 中的 offset shift 值往大调 (在方框里输入值后,点击回车);如果小于 520.7cm⁻¹,则将 offset shift 值往小调(只能用键盘输入);
- g) 重复 d, e,f 步操作,直至 Si 的峰位在 520.7cm⁻¹ 附近(520.67cm⁻¹-520.73 cm⁻¹);
 - h) 对其它光栅进行峰位校准。

4. 图谱测试

4.1 样品聚焦

聚焦完毕后,点击图标 @ 停止白光图像采集。

4.2 参数设置:

Range:若 "Range"右边的方框没有激活,则是单窗口采集模式;激活"Range"右边方框使其呈绿色,然后输入采谱范围,例如 100-4000;若要分段采谱,避开某个强峰以避免 CCD 饱和,可在"From"和"To"文本框里输入各段采谱范围;勾选 Adjust intensity 实现自动调整基线进行无缝拼接;

Acq. time(s): 单次采谱曝光时间, 曝光时间越长, 信号越强, 但注意避免信号饱和(信号强度须<60000);

Accumulation: 循环次数,次数越多,光谱越平滑:

RTD time(s): 实时采集曝光时间;

Objective: 通常表面光滑的固体样品选用 x100 物镜,液体样品选择低倍物镜,如果样品表面粗糙则选择长焦物镜;

Grating:选择合适的光栅,数值越大光谱分辨率越高,可区分更多的细节峰,但信号强度会有所降低,可根据样品信号特征选择合适的刻线数光栅;

ND Filter: 信号的强弱及样品选择适当级别的衰减片。(有多档可选,如 10% 代表激光功率衰减至全功率的 10%);

Laser: 根据样品选择合适的激发波长。

4.3 光谱采集:

设置好参数后,点击图标 → ,进行光谱采集,采集到的光谱会出现在 spectra 窗口中。

4.4 结果保存

采集完后,激活 spectra 窗口保存光谱:点击 save 图标 光谱最好保存为.l6s的格式和.txt 的格式。如有必要,激活 video 窗口保存显微图像:点击 save 显微图像可保存为.l6s的格式。

5. 拉曼成像 (含 SWFIT.3D 等)

无论是哪种成像,都需要在开始成像之前,按第四步找好单点的测试条件, 既要保证成像速度,又要保证谱图质量。

5.1XY 成像

a) 定位成像区域

点击"video",选择合适的物镜,聚焦好样品,选择较平整的地方作为成像区域,移动样品台使成像区域在绿点附近。在 Acquisition->XYZ stage 下面,点击XY 这一行的■对 XY 进行归零操作,将绿点位置做位零点位置:

b) 平台校准

右击窗口上方,显示框图输入密码 admin,勾选 sevice 前面的选框。点击 Map-> image scale,在图像上出现一个方框,将这个方框尽可能在可见范围内拉大,让方框左上角的点位于一个易区分的位置,点击 X=,再点击 start XY measurement,然后控制移动杆使方框右下角的点到达框图左上角点的位置,点击 set image scale 点击 Yes;

c) 消除回程差(消除回程差后控制杆不可再动)

点击 Accumulation/XYZ stage,使 XY 值归零,在 XY 值上输入 5,5 按 enter 再输入 0.0 按 enter:

检查平台校准是否完成:在图像上任选一个点,在XY中输入这个点的坐标按 enter 键,如果绿点到达任选的这个点则平台校准完成,如果不能到达则重复校准过程直至绿点可以到达任选的这个点;

d) 选择成像位置

方法 1: 在左边工具栏中选择成像类型,如果显微图像上没有显示出矩形框,则点击图标工具栏中的 Initialize cursors 图标,使矩形框显示在显微图像上,将矩形框移到待成像的位置,拉大或缩小矩形框至合适尺寸;

方法 2: 在 Acquisition/map 下面,勾选 X、Y 行的选框,在"From"和"to"方框里输入待分析的位置;

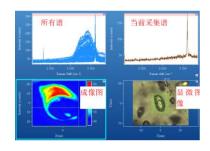
e) 设置步长

在 acquisition-> map 的 Step 里设置步长 (如 1 μm).注意: 平台的最小精度可以到 $0.01 \, \mu m$, 光斑尺寸 $\approx 1 \mu m$, 建议最小步长: $0.3 \mu m$;

f) 设置采集参数

在 Acquisition 里设置采集参数:选择合适的激光、功率、共焦针孔 hole、 光栅,选择扫描模式:单窗口或多窗口(如有可能,尽可能选择单窗口模式以提 高成像速度),选择合适的曝光时间和循环次数)。

开始成像采集;点击 start spectrum acquisition \square 图标,采集一条光谱,检查参数是否设置正确,点击 start mapping acquisition \square 开始成像。此时在 Maps 数据窗口会有四个数据,所有谱(左上角),当前采集谱(右上角)及鼠标夹峰法成像图(左下角)及显微图(右)。



h) 数据保存

采集完之后,激活右下角显微图像,点击 save 保存为.16v 格式,激活左上角窗口,点击 save 保存为.16m 格式;

5.2 超快速拉曼成像 (SWIFT)

SWIFT 适用于信号较强(曝光时间<1s) 且允许单窗口采集模式的样品。 在 Acquisition/Maps 下, 勾选前面的选框即可使用 SWIFT 功能。

SWIFT mode for X. Acq. time(s) 0.5

成像曝光时间在选项旁边的文本框中

输入; 其它所有操作同前面第 1 部分;

5.3 Z方向成像

a) 选择物镜

点击"video" ፝፟ 按钮 ,选择合适的物镜,聚焦好样品,将待成像的样品 点移到绿点上在软件上选择跟仪器上的物镜匹配的物镜;

b) 选择分析深度

点击 stop video acquisition @停止图像采集,在 Acquisition/map 下面,勾选 Z 这一行的方框,取消勾选其它选项,输入需要分析的深度,如 100um。若平台升高,Z 值往正数方向偏大,则可以在 From 里输入 0,在 to 里输入 100,在 step 里输入步长;若平台降低,Z 值往负数方向偏大,则可以在 From 里输入-100,在 to 里输入 0,在 step 里输入步长,设置好采集参数后,点击 start map acquisition 证 按钮开始成像

五. 回收样品

先将物镜升高后旋转到 x5 物镜, 取出样品。

六. 拷贝数据

选中测试数据,在右键弹出菜单中选择 send to→DVD RW Drive,弹出光盘即可。

热场发射扫描电镜			
地点	管理员	联系电话	
实验楼 C-106 室	王志秀	198-6271-7276	
型号	厂家	价值 (约)	
Sigma 500	德国蔡司	350 万	

1.1 用途:

场发射扫描电镜、能谱仪、电子束感生电流可用于材料表面形貌观测、截面样品断面分析,化学元素含量定性和半定量分析,半导体导电性能分析。应用于 金属、高分子、陶瓷、混凝土、生物、矿物、纤维等无机或有机固体材料分析。

1.2 性能指标:

- 1. 分辨本领:二次电子像分辨率: 0.8nm @15 kV 1.6 nm @1kV (无需减速模式 实现);
- 2. 加速电压: 调整范围: 0.02-30 kV 调整步长: 每档 10 V 连续可调;
- 3. 探针电流: 4pA-20nA 稳定性: 优于 0.1%/h;
- 4. 放大倍数: 范围: 1-1,000,000×, 放大倍数调整: 粗、细调模式连续可调;
- 5. 预设定:可从用户菜单中选择设定值;
- 6. 自动补偿: 随着工作距离或加速电压的变化, 自动精确校正放大倍数;
- 7. 校准:对于图像输出装置的改变,自动精确校正放大倍数。

1.3 电子光学系统

- 1. 电子发射源: Schottky 型场发射(热场发射)电子源:
- 2. 透镜系统: 电磁/静电式透镜会聚系统;
- 3. 聚焦:工作距离:范围可由 1mm 至 50mm。 控制:具有灵敏度与放大倍数相关的粗调和细调。自动聚焦控制:粗调、细调。聚焦补偿:在整个加速电压变化范围内,自动补偿。 动态聚焦:对倾斜样品进行聚焦矫正。 旋转补偿:自动矫正由于工作距离的变化引起的图像旋转。 倾斜补偿:自动矫正由于样品倾斜引起的放大倍数变化;
- 4. 消像散器: 八极电磁式系统;

- 5. 光栏 数量: 七孔光阑.通过自动补偿套件可达到精准合轴 调整: 电磁选择和 软件调整 光阑尺寸: 7 μm, 10 μm, 15 μm, 20 μm, 30 μm, 60 μm, 120 μm
- 6. 扫描 扫描速率: 17 档扫描速度可选 扫描方式: 全帧、选区、定点、线扫描、扫描旋转、倾斜补偿;
- 7. 电子束位移 平移宽度: ±100µm。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员才可以选择"自主测样";
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试,提前一天送样;
- 3. 样品原则上按个数收费。年度样品个数<100 个的按原价收费; 年度样品数量累计>100 个以后的, 按 50 元/样或 300 元/小时收费;
- 4. 单个样品测试时间大于 0.5 小时的或测能谱的,按小时收费。电脑测试选择按小时收费的,不满 0.5 小时的按 0.5 小时收费;大于 0.5 小时不满 1 小时的按 1 小时收费。计时的计算从放样开始,一直到取出样品为止计算缴费计时;
- 5. 电镜测试一般拍摄三张样片, 每加 1 幅图外加 10 元;
- 6. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为王志秀老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,保证立即停止操作并及时联系设备管理员;
- 4. 必须保证实验室干净整齐,更换拖鞋或带鞋套;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位;
- 5. 留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题立即上报;
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录:
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 前期准备:

保证样品干燥,无水、无油、无磁性,否则容易污染电镜。粘贴样品时需佩戴一次性手套,保证手不接触样品台。对于导电性较差的样品可以进行喷金处理,但如果样品需要测试能谱,不建议喷金。

喷金: 打开开关,按"SET",屏幕出现 Target: Au; Current:(一般设置 5 mA,电流越大,薄膜越厚); Time:(一般设置 60 sec,时间越长薄膜越厚)。开盖,放入样品,关盖,长按"START"开始抽真空、喷金,结束后拿出样品,关闭开关即可。

4.2 开启仪器:

SEM 主机含三个按钮分别为 Θ 绿色(全部打开)、 Θ 黄色(保留真空系统)、

❸红色(全部关闭,不要触碰),开机时按下主机⊕绿色按钮,此时电脑会自行启动,双击点开测试软件即可。

特殊情况:长时间未启动 SEM 时,首次开机应先按下 Θ 黄色按钮,1-2 min后,再按下 Θ 绿色按钮,待电脑开启后,打开测试软件,单击 Vacuum 选项卡中的 Pump 命令按钮,开始抽真空,然后 Gun Monitor \rightarrow Apply。关注 System Vacuum,当 System Vacuum 的值为 $3e^{-5}$ mbar 时,手动打开主机后方黑色 Bypass 阀,逆时针旋转即可打开。当 System Vacuum 的值为 $2e^{-5}$ mbar 时,Gun Vaccum 会由灰色变成黑色,并且显示读数,此时可以手动关闭主机后方黑色 Bypass 阀,顺时针旋转关闭。等待 30min,单击 bake out,整个过程抽真空约 10h,烘烤约 4h,最后点击 Gun on。

4.3 测试样品:

4.3.1 放样品

单击 Vacuum 选项卡中的 Vent 命令按钮,然后打开主机右侧氮气瓶减压阀,逆时针旋转至读表指针指向 0.03MPa 以内,向样品仓内冲入氮气,当样品仓内外气压一致时便可打开样品仓门。注意将样品台底部白色圆钮嵌入样品台架中,顺时针旋进,待样品台不会左右旋转即可,关闭样品仓门,用手轻轻抵住仓门,同时单击软件 Vacuum 选项卡中的 Pump 键,机械泵响,开始抽真空,约 30s 便可松手,约 5min,听到"咔"声响,并且 System Vacuum 的值约为 5e-5mbar 时,可以开始测试样品,如果当 System Vacuum 的值约为 4-5e-6mbar 时再测试效果更佳。

4.3.2 测试样品

(一) SEM 测试:

- (1) 确定样品位置:双击待测试样品台编号,通过控制杆将样品台升降至合适位置。选中 Stage 选项卡中的 Joystick Disable 复选框,会使控制杆失效,主要用于操作员离开一段时间时,不小心勿碰。
- (2) 加电压: 双击 EHT 可输入加入电压值。一般导电性好的样品加高电压,约为 15kV,导电性差的样品加低电压,约 1kV,普通样品约 10 kV。电压输入完成后单击 EHT On。
- (3) 转换探头: 此时探头可由 TV 模式转换为 SE2 模式或者 Inlens 模式。SE2 模式一般用于导电性较差的样品,它的最佳 WD 约 4-12 mm,成像较为立体,适用于混合电子。Inlens 模式一般在放大倍数较大时使用,它的最佳 WD 约 2 mm,对样品的表面细节具有很好的成像效果,适用于二次电子。而 HDBSD 模式则适用于背散射。
- (4)调对比度:转换探头后容易出现过暗或过亮的画面,可鼠标左键单击 LEVELS 键,通过按住鼠标左键调节亮度,一般为 48%左右,按住鼠标右键调节对比对,一般为 20%-30%左右。此时可点击 Detecton 选项卡,在 Detecton LEVE 下拉列表框中选择 BC 自动调节对比度,待调节完成,再选择 off 关闭自动调节。可以

通过点击图像下方 键,来判断我们调节的对比度是否合适,只要弹出对话框中的波形全部在视野范围内即可。

- (5) 寻找测试点:单击鼠标左键图像顶端 CPOINT 键,画面中会出现绿色十字,点击鼠标左键,绿色十字所在处会成为画面的中心,寻找到合适位置后,点击鼠标右键即可取消绿色十字。同样的操作也可按 Ctril+Tab 快捷键进行,Help 菜单中的 Key Help 对话框会显示所有快捷键操作。
- (6)调焦聚:单击鼠标左键 MAGFOC 键,即可通过按住鼠标左键左右滑动来控制图像放大和缩小倍数,也可通过右键屏幕 Control Panel Status 下方 Mag 框即会

弹出倍数梯度,双击相应倍数即可。单击鼠标左键 MAGFOC 键,按住鼠标右键左右滑动来调节焦聚,将画面调节清晰。如果大图像不好把控,可单击鼠标左键

REDUCE 键选择小窗口调节,待调节清楚后再左键 REDUCE 键或者 NORMAL 键取消小窗口。还可通过 Ctril+F 快捷键进行自动调节焦聚。

(7) 调相散:如果画面出现形貌随焦聚的变化而形变的现象则需要调节相散。

可单击鼠标左键 键, 然后通过鼠标左右键调节。也可选择 Apertures 选项卡,将 stigmation 复选框选中,通过先左右调节 X 轴,待相对清晰后,再左右调节 Y 轴,待完全清晰后即可。还可通过 Ctril+shift+S 快捷键进行自动调节焦聚

和自动消相散。软件右下方 健为粗调状态,点击可转换为 Fine 细

调状态。单击鼠标中键 键,可以调节光阑,如果画面左右晃动,按住鼠标左键左右调节,如果画面上下晃动,则按住鼠标右键上下调节。一般先调相散,再调光阑,放大倍数为 10 万倍以上才调光阑。也可通过选择 Apertures 选项卡,将 Focus Wobble 和 Aperture Align 复选框选中,调节 X/Y 轴。

(8) 降噪:选择 Scanning 选项卡,在 Scan Speed 下拉列表框中选择 4 或 5,在 Noise Reduction 下拉列表框中 Line Avg 适用于二次电子, Pixel Avg 适用于背散射。N 值先设为 1,再设为 11 或 21,对图片进行扫描。此外 Scanning 菜单中的

Rotate/Tilt 可对图片进行旋转。 SCAN1 键扫描速度较快,点击用于寻找合适样品。

SCAN 2 键扫描速度居中,点击可用于背散射和二次电子的测试。 SCAN 3 键扫描速度较慢,点击仅用于二次电子的测试。

€ III

SAVE

(9)保存图片:点击

FREEZE 键冻结图片后,左键

SAVE 键可按原路径保存图片,

右键 键可更改存储路径。如想保存彩色图片,可在 Save 时选中 Colour Merge 复选框。如需增加或删除图片备注可按 Ctrl+D 进行切换。在备注处,点击鼠标中间滚轮,选择 properties 中 Unlock this panel 可以修改备注,点击屏幕下方

键,可以调出我们想要的参数。在 Image 菜单中选择 Image Gallery 可以回看刚刚保存的图片。

(二) 背散射测试:

提钮→推杆,插入探头。EHT 电压一般较高(15kV--20kV),WD 一般约为6 mm,在 SE2 探头下通过上述步骤将画面调节清楚,再将探头转换为 HDBSD探头,自动调节对比度后,点出 BSD Control 对话框,选择 BSD:TOPO 模式对应的 S3、S4 两区工作,BSD:COMPO 模式对应 S1-S4 四区工作。BSD Gain 的下拉列表框中可以选择信号强弱,例如 Very High 时,亮度约为 40%,对比对约为20%。最后点击 Apply 命令按钮,即可进行拍照保存图片操作。如果图像始终很黑,可以在 Apertures 选项卡中,将光阑转为 60μm,选中 high current 复选框,调节 BSD Gain 的信号强弱。测试结束后,切换至 SE2 模式,降低样品台,拉杆→拉不动时再提钮→卡住,即撤回探头。

(三) 能谱测试:

在 SEM 测试软件为 SE2 或 Inlens 模式下,光阑一般为 $30\mu m$,光阑越小,景深越好。如果能谱图像不清晰可改为 $60\mu m$,WD 一般为 8.5-10 mm,电压为 15-20 kv,也可结合元素周期表中 K α 值的 2 倍来选择电压值,Nb 元素序数后面的元素一般参照 L α 值的 2 倍,序数再往后可参照 M α 值的 2 倍。打开 Rem Con 3.2 软件,点击 COM 4 后边 Open Port 按键后,即可打开能谱测试软件。

选择"选区分析":点击"采集新图"键,图像右侧 图形键可对图像的

对比度进行调节。在图像下方选择



| 方形区域分析 |



圆形区域分析、上一手绘图形区域分析,以及上一矩阵区域分析。点击相应按钮后,便可在图像上选择想要分析的区域,如果选择多个区域一起分析,需将 select all 复选框选中,然后点击"采集"键,便可针对刚刚所选区域进行逐个分析。在"采集"键右侧下拉菜单中可以设置采集时间,也可选择手动结束采集,也可对采集的数据进行编号。

选择"线扫描":点击"采集新图"键,图像中的扫描线可以伸长、缩短、旋转以及移动,将其调整至合适位置后,点击"采集"键。

选择"面分布":点击"采集新图"键,图像中的绿色线框可以改变大小和移动, 将其调整至合适位置后,点击"采集"键。

采集结束后,可以通过鼠标中间滚轮来缩放所采集谱图的量程,也可单击鼠标左键将谱图上下左右移动进行观察。如果所采集的图谱没有我们想要的元素,

可单击图谱右上角 图形键,此时会弹出元素周期表对话框,可将我们想要的元素选中。如果认为软件分析出来的某个元素有误,也可在此处选择有误的元素,点击"搜寻",便会出现可能正确的元素,选中即可。此外,所采集数据的右侧下拉菜单可选择元素原子比或重量比。

保存采集好的数据,点击谱图右上方的 图形键,选择"添加到报告", 再点击谱图上方"报告"键,即可弹出报告,依次选择"打印"→Save as→Save→pdf, 即可保存数据。也可右键选择图谱保存 TXT 格式。能谱测试结束后,需先关闭 Rem Con 3.2 软件,再关闭测试能谱软件。

4.3.3 取出样品

将探头可由 SE2 模式或者 Inlens 模式转换为 TV 模式,降低样品台,点击 EHT Off,单击 Vacuum 选项卡中的 Vent 命令按钮,打开主机右侧氮气瓶减压阀,逆时针旋转至读表指针指向 0.03 以内,向样品仓内冲入氮气,当样品仓内外气压一致时打开样品仓门,取出样品台,关闭仓门。

4.4 拷贝数据:

选中测试数据,在右键弹出菜单中选择 send to→DVD RW Drive, 弹出光盘信息对话框后,点击 Burn to disc→Recording speed (8X) →Next→Finish,即可。

4.5 关闭仪器:

点击 Vacuum 选项卡中的 Pump 命令按钮,抽真空,再依次关闭测试软件和 电脑,按下主机 黄色按钮即可。

I-V/IPCE 测试系统			
地点	管理员	联系电话	
激光所 312	贾金彪	188-5033-9674	
型号	厂家	价格	
94043A/TLS-300XU	美国 Newport	85.7 万	

1.1 用途:

该系统主要是用于测量太阳能电池的光电性能,主要包括单光子量子产率,积分电流参数,电池的光伏参数。

1.2 性能指标:

辐照不均匀性: <2% A级

时间不稳定性: <0.5% STI, <2.0% LTI A级

光谱匹配度: A 级

功率: 450 W

照明区域: 101.6 x 101.6 mm

光束均匀性: ≤2%

光束发散角,半角:<±4°

典型输出功率: 100mW/cm2 (1 Sun) ±20% 可调

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只接受送样检测
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试,提前一天送样;
- 3. 收费标准: 500 元/小时(暂时院内) 1000/小时(院外)

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 未经培训及经管理人员同意,不能擅自上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制:
- 2. 每次使用前,务必通知管理员老师,严格履行网上预约制度;学生私自操作出现事故或导致仪器损坏,由指导教师负责;
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位:
- 5. 实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报;
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器操作流程

- 1.实验前准备:检查仪器状态,确保主机电源连接可靠,USB通讯线以及通道线及电极线正常。
- 2.打开氙灯光源预热 15min。
- 3.运行 I-V test 软件。
- 4.设置参数,开始测试。
- 5.测试完成,利用光盘拷贝数据。

金相显微镜			
地点	管理员	联系电话	
激光所 407 室	马任德	18953730382	
型号	厂家	价值(约)	
DM 4M	徕卡(Leica)	27.82 万	

1.1 用途:

金相显微镜既可用于观察固体表面形貌,也可以用于观察生物切片。样品可以透光也可以不透光。

1.2 性能指标:

- 1. 物镜放大倍数: 5, 10, 20, 50, 100;
- 2. 具备透反射明场、HDF 暗场、偏光观察方式;
- 3. 采用 HDF 高级暗场模块, 电动切换, 光强、孔径光阑和视场光阑随时观察方式切换而自动调节;
- 4. 专业圆偏光观察,起偏镜集成 1 波长补偿片,并且可以 180 度旋转角度,检偏镜可至少 180 度旋转检偏;
- 5. 可拍摄图片、视频;
- 6. 光强、孔径光阑、视场光阑等可数字化调节,并且随物镜切换或观察方式转换自动调节。确保 100%重复观察条件,避免主观或人为因素对测量结果造成影响。也可通过软件控制调节,方便快捷。显微镜所有工作参数和状态,能够自动被软件系统识别:
- 7. 配置滤色片、测微尺:
- 8. 配置显微镜厂家原厂生产测量软件,可实现图像采集和二维测量。可以自动识别显微镜工作状态。自动识别物镜的同时,自动切换叠加标尺。可对存储的图像进行手动测量,可存储多种图像格式,比如jpg,bmp,tiff等格式。可以将显微镜的工作状态存储在图片中,再次打开相应的图片,可实现100%恢复观察条件的功能。可实现图像拼接。能够通过 USB 连接电脑。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员 才可以选择"自主测样";
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试,提前一天送样:
- 3. 样品原则上按时间收费。年度测试时数<100 个的按 100 元/小时收费; 年度测试累计>100 小时以后的, 按 50 元/小时收费;
- 4. 单个样品测试时间不满 0.5 小时的,接 0.5 小时收费;大于 0.5 小时不满 1 小时的按 1 小时收费。计时的计算从放样开始,一直到取出样品为止计算缴费计时:
- 5. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为马任德老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐,更换拖鞋或带鞋套;禁止大声喧哗,禁止随意挪动 实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品 垃圾并将实验工具归位;
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报:
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 前期准备:

保证样品表面平整,有条件的可以制作切片,块状样品厚度需要小于 1cm, 平面尺寸小于行程 76×50mm。

4.2 仪器操作:

- 1. 打开电脑;
- 2. 打开显微镜电源开关;
- 3. 打开摄像头开关;
- 4. 打开显微镜驱动软件;
- 5. 通过软件选择显微镜的工作模式为透射、反射、明场、暗场、明暗场等测量方式;
- 6. 拍照后,可利用金相测量软件进行测量,及图像处理。

注意:显微镜为透反射,物镜到工作台的距离较小,不适合观测体积较大的样品;在调节显微镜时,特别是使用高倍物镜时,一定要防止物镜碰到样品;不可把重量较大的样品置于载物台。

4.3 关闭仪器:

按顺序退出测试软件,关闭显微镜摄像头开关,关闭显微镜电源开关,关闭电脑。

多功能稳瞬态荧光光谱仪			
地点	管理员	联系电话	
激光所 303 室	周少帅	187-6978-0219	
型号	厂家	价值(约)	
Horiba Fluorolog-3-21	美国 Horiba	96万	

1.1 用途:

用于光致激发、发射光谱以及荧光寿命的测量。可测样品种类包含:液体和固体,薄膜,粉末样品样品测试;稳态荧光功能:校正的荧光激发和发射光谱,动力学扫描,三维光谱扫描,同步荧光扫描;寿命测试:荧光寿命测量,磷光寿命测量;绝对量子产率的测量。

1.2 性能指标:

- 1. 光学系统结构: T型
- 2. 稳态荧光光谱测量范围: 200-2100nm
- 3. 稳态光源: 无臭氧 450W 氙灯
- 4. 信噪比: ≥12,000:1。
- 5. 激发单色器
 - (1) 激发端采用双光栅单色器,双级分光单色仪
 - (2) 类型: Czerny-Turner
 - (3) 焦距: ≥320nm
 - (4) 杂散光抑止比: ≥109:1
 - (5) 光栅刻线密度 1200gr/mm, 闪耀波长 300nm 或 330nm
 - (6) 波长准确度: ±0.2nm
 - (7) 波长重复性: ±0.1nm
 - (8) 最小步进: 0.05nm
- 6. 发射单色器
 - (1) 类型: Czerny-Turner 光谱仪结构
 - (2) 两块光栅,分别覆盖紫外可见和近红外波段

- (3) 两个检测器出口
- (4) 杂散光抑止比: ≥105:1
- (5) 波长准确度: ±0.2nm
- (6) 波长重复性: ±0.1nm
- (7) 最小步进: 0.05 nm

7. 检测器

- (1) R928P 光电倍增管, 光子计数工作模式, 波长范围 200-900 nm
- (2) 液氮深冷 IGA 铟镓砷检测器,波长范围 800-2100 nm,工作环境:液氮制冷: 开机稳定时间: < 20 分钟
- (3) 检测器 3: 参比检测器,标准校正硅光电二极管,250-1000 nm,实时 监控入射光能量
- 8. 荧光寿命部分
 - (1) 工作原理: 时间相关单光子计数(TCSPC)测量
 - (2) 荧光寿命测量范围 200ps~10μs, 100μs 时间窗口
 - (3) 磷光寿命范围 10us-1s
 - (4) 配备三个高能量皮秒脉冲光源 NanoLED, 波长分别是 290 nm, 370 nm, 455 nm, 及一个长寿命脉冲光源 SpectraLED, 370 nm
- 9. 量子产率功能

积分球一个,可测不同种类样品,固体,液体,粉末,薄膜和小光源发光量子产率测试,配合 FluoreEssence 软件。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 预约前请与管理员确认测试内容,尤其是荧光寿命测试,因为脉冲激发光源波长有限,以确保能够顺利完成测试。
- 2. 测试当天带样检测,液体样品,自带石英比色皿。
- 3. 按照样品个数收费,每样品 100 元,同时测量荧光光谱与荧光寿命的样品,每样品 150 元。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理员为周少帅老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自上 机操作。
- 2. 严格禁止学生单独测试,特殊情况下,经过管理员同意,学生可在仪器测试人员陪同下进行操作;学生私自操作出现事故或导致仪器损坏,由指导教师负责。
- 3. 使用期间,如发现设备异常,必须立即停止操作,如实填写测试记录;严禁任何自行违规操作行为。

- 4. 光谱测试过程中, S1 信号强度一旦超过 200 万, 应点击 Pause, 并立即点击 Abort 按钮, 停止测试, 防止损坏光电倍增管。
- 5. 打开氙灯电源之前,禁止开启其他外设;测试完毕关闭氙灯电源,待二十分钟 之后,再关闭风扇电源。
- 6. 在测试记录本上如实记录仪器使用情况。
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 开机:

- 1. 开机前先检查各部件连接是否正常。
- 2. 打开灯箱电源开关,风扇开始运转,然后打开氙灯电源。
- 3. 氙灯点亮以后打开 ACQ 控制器电源, 然后打开 DeltaHub 电源。
- 4. 等待 ACQ 发出三声"嘀"之后, 开电脑主机电源。

4.2 放置样品:

- 1. 粉末样品或片状样品采用固体样品支架,粉末样品填入样品槽,片状样品用样品支架固定。样品支架角度避免45度,一般采用30度或60度。
- 2. 液体样品装入石英比色皿,利用液体样品支架固定,浓度很大的样品或散射强的样品,采用前置测量。

4.3 光谱测试:

4.3.1 发射光谱测试

- 1. 双击打开测试软件 FluorEssence V3.8 , 点击 M 按钮 , 选择 Config-1820C-4315-FL, 选择 Force Initialization, 仪器自动建立端口通讯, 初始化结束出现 Main Experiment Menu, 进入测试状态。
- 2. 根据需要,放置合适的滤光片。
- 3. 点击九宫格中的 Spectra 选项,选择 Emission,点击 Next 进入发射光谱测试界面。
- 4. 在 Monos 选项中设置激发波长及发射波长扫描范围: 在 Excitation 1 中设置激发光谱波长及狭缝宽度,在 Emission 1 中设置发射光谱的起止波长、步长及狭缝宽度。在不了解发光强弱的情况下,将狭缝宽度控制在 1nm 以内,防止信号过强损坏探测器。

- 5. 在 Detectors 选项中设置 Signals, 一般默认积分时间为 0.1s, 将 S1 信号与 R1 信号前面的复选框打勾, 后面的 Correction 打勾, Dark Offset 打勾, 在 Fomulas 中添加 S1 与 S1c/R1c 信号。
- 6. 点击右下角 Run 按钮, 开始测试。
- 7. 测试过程中, 若 S1 信号强度超过 200 万, 应立即点击 Pause 和 Abort 按钮, 停止测试, 然后将狭缝调小, 重新测试。
- 8. 继续测量发射光谱时,点击 M 按钮右侧的 ,弹出发射光谱测试参数设置 界面;若测试参数不变,可直接点击右侧 按钮开始测试。
- 9. 数据处理时采用经过校正的信号,即: S1c/R1c 信号。

4.3.2 激发光谱测试

- 1. 根据需要,放置合适的滤光片。
- 2. 点击 M 按钮 _____, 在弹出的九宫格中选择 Spectra 选项, 选择 Excitation, 点击 Next 进入激发光谱测试界面。
- 3. 在 Monos 选项中, Excitation 1 和 Emission 1 中分别设置激发波长扫描范围及监测波长、扫描步长及狭缝宽度。同上, 样品初次测试, 将狭缝调小。
- 4. 在 Detectors 选项中设置 Signals, 同发射光谱测试。
- 5. 点击右下角 Run 按钮, 开始测试。
- 6. 其他同发射光谱测试中的7、8、9。
- 7. 光谱测试结束将软件退出。

4.3.3 红外光谱测试

- 1. 采用 T 端测试,测试之前将液氮灌入探测器上方的容器内,待十分钟之后,将红外检测器电源打开。
- 2. Monos 选项, 在 Emission 2 中设置相应参数。
- 3. 测试步骤同上所述。
- 4. 测试结束关闭红外检测器电源。

4.3 荧光寿命测试:

4.3.1 SpectraLED 长寿命测试:

- 1. 开始测试之前,要了解样品的激发范围,选择合适的脉冲激发光源,若氙灯处于开启状态,务必用挡板将光源挡住。
- 2. 更换样品仓支架,将脉冲 LED 激发光源连接至控制器,将 SpectraLED 接红色端,并将其固定在样品仓支架。
- 3. 根据需要,放置合适的滤光片。
- 4. 若 FluorEssence V3.8 软件处于打开状态,先退出该软件。双击打开寿命测试

软件 Data Station DataStation ,待仪器自检完成,出现 New Measurement 界面,双击 Lifetime 进入寿命测试界面。

- 5. 参数设置: Em Mono 中设置监测波长及狭缝宽度,同理,先用小狭缝 1nm; S1 Detector HV 设置为 950; Measurement Range 中选择合适的时间窗,只能选择 (Phos.)项; Peak Preset 设置为 8000 counts (最大可设为 10000 counts)。
- 6. 选择 TCSPC Measurement 中的 Decay,点击软件左上角 Start 按钮,开始测试,注意软件右下角 000.0%, α 的数值应小于 2%,并以绿色显示。若超过 2%,需要调小狭缝并重新测试。
- 7. TCSPC Measurement 中, 右击新建 Decay, 继续测试。
- 8. 测试结束后将 S1 Detector HV 设置为 0。将脉冲光源取下放回原处,换回原样品仓。
- 9. 数据保存: Ctrl+S, 保存 Decay 为 DAS 文件。用 DAS6 Analysis 软件对数据进行拟合。

4.3.2 NanoLED 短寿命测试:

- 1. 先将软件退出,取下 SpectraLED,将 NanoLED 连接至灰色端,打开 NanoLED 控制盒电源,其他设置同上 3、4、5 所述,此时时间窗选择(TCSPC)项。
- 2. 将 NanoLED 控制盒的钥匙拧至 On, 此时光源开启, 软件界面同时由 Off 状态变为 On, 选择 TCSPC Measurement 中的 Decay, 点击软件左上角 Start 按钮, 开始测试, 其他同上 6-9。

3. 若寿命很短,几十个纳秒以下,需要考虑光源和仪器响应带来的影响,将监测波长设置在脉冲光源波长附近,注意调小狭缝,选择 Prompt 测试,测试步骤同上。保存数据时,将 Prompt 与 Decay 成对保存在 DAS 文件中。

4.4 拷贝数据:

由管理员将数据拷回, 然后给用户发送数据。

4.5 关机:

退出所有测试软件,注意寿命测试软件关闭之前将 S1 Detector HV 设置为 0, NanoLED 控制盒的钥匙拧回至 Standby 状态。

关闭 NanoLED 控制盒电源,关闭 DeltaHub 电源,关闭氙灯电源,关闭 ACQ 控制器电源,关闭计算机,待氙灯电源关闭二十分钟之后,再关闭风扇电源。

稳/瞬态荧光光谱仪			
地点	管理员	联系电话	
激光所 303 室	吴仰晴	18362931289	
型号	厂家	价值(约)	
FLS1000	爱丁堡	238 万	

1.1 用途:

FLS1000 是一款最先进,模块化的测量光致发光的光谱仪,可以应用在很多科研领域上,专注于稳态及时间分辨光谱测试,系统具有超高的灵敏度,可以根据需要从紫外可见到中红外光谱范围进行灵活配置,寿命测试的时间范围覆盖从皮秒到秒。通过与各种配置和激光器的结合使用,可以对样品的发光性能以及寿命进行分析。

1.2 性能指标:

- 1. 光学系统结构: L型标配一体化成型光学底座平台
- 2.光谱范围: 200-1700nm
- 3.信噪比 30,000:1; 水拉曼峰测试, 激发波长 350nm, 狭缝 5nm, 积分时间 1s。4.光源:
 - (1)450W 除臭氧氙灯
 - (2)60W 脉冲氙灯
 - (3)980/808nm 激光器, 用于上转换稳态瞬态荧光的测定
 - (4)固态半导体激光光源: EPL-375nm /405nm/485 nm, 用于荧光寿命
 - (5)450nm 连续激光器:波长 450±5nm,功率 80-1000mW
 - (6)488nm 连续激光器:波长 488±5nm,功率 50-150mW
 - (7)单波长 325nm: He-Cd 激光器 35mW

5. 检测器

- (1)标配红敏光电倍增管 R928P: 半导体制冷模块,工作温度-20℃,光谱范围: 200-900nm
- (2)近红外区检测器: PMT 光电倍增管, 液氮冷却: -80℃, 光谱范围: 500-1700nm
- (3)高速检测器(电制冷单光子计数光电倍增管):光谱范围:230nm-870nm,最低可以检测到25ps 荧光寿
- 6.荧光寿命部分

- (1)工作原理: 时间相关单光子计数(TCSPC)测量
- (2) 激发光源: EPL-375nm /405nm/485 nm
- (3)荧光寿命范围 25ps-50us
- (4)最小时间分辨率 305fs
- 7.磷光寿命部分
- (1)工作原理:多通道单光子计数 (MCS) 测量
- (2)激发光源: 60W 闪烁氙灯,光谱脉宽 1.5-2.5us,重复频率 0.1-100Hz
- (3)磷光寿命范围 1us-10s
- (4)最小时间分辨率 10ns
- 8.快速检测器:230nm-870nm, 最低可检测到 25ps 荧光寿命
- 9.积分球:量子产率测量(绝对、相对量子产率测量)
- 10.低温液氦闭循环控温附件:11K-300K

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请在"自主测样"页面预约时间,实际测试为管理员集中测试,审核通过后请 于周三上午 10:00 至 12:00 将样品送至激光所 303 实验室,详细记录样品信 息并留下邮箱和联系方式。
- 2. 请根据样品数量确定时间,普通测试大约 15 分钟左右一个样品,严格按照预约时间进行测试,测试结果将于两周内发送至邮箱。
- 3. 仪器开关机和调整光路耗时较长,因此请集中预约;薄膜样品要求:尺寸不能小于1*1cm, 无毒、干燥;粉末样品要求无毒、干燥;液体样品要求无毒、 无挥发,并自带四面透光比色皿。
- 4. 样品原则上按时间收费,最低计时单位 0.5 小时,大于 0.5 小时不满 1 小时的 按 1 小时收费。计时的计算从放样开始,一直到取出样品为止计算缴费计时。
- 5. 所有测试过程中所有耗材自备。
- 6. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为吴仰晴老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 20 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 20 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;

- 4. 必须保证实验室干净整齐,更换拖鞋或带鞋套;禁止大声喧哗,禁止随意挪动 实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品 垃圾并将实验工具归位:
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报:
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 前期准备

保证液体样品无挥发,粉末及固体样品无毒,保证手不接触样品,薄膜样品需膜层均匀,粉末样品需研磨均匀,块状样品勿太小,特殊样品请提前说明。

4.2 开启仪器

- 1. 打开 PH1 给主机及数据采集供申;
- 2. 打开 CO1 开关给检测器制冷到-22°C:
- 3. 打开所需激光器电源开关;
- 4. 打开计算机,双击桌面上的 Fluoracle 软件图标,进入软件操作界面。

4.3 测试样品

4.3.1 放样品

放置待测样品于固体或液体支架上,调节样品位置,使光斑打到样品表面中间位置,调节狭缝大小,使信号在不超量程的情况下,达到一个合适的范围。

4.3.2 测试样品

- (一) 紫外可见区稳态光谱的测试步骤:
- 1. 打开 PH1 给主机及数据采集供电;
- 2. 打开 CO1 开关给检测器制冷到-22°C:
- 3. 打开氙灯电源开关, 等到氙灯小屏幕显示 Ready to start 后再点灯;
- 4. 打开计算机,双击桌面上的 Fluoracle 软件图标,进入软件操作界面;
- 5. 点击软件窗口左上角的 = 按钮,进入 Signal Rate 设置界面,将激发和发射的狭缝均设置为 0.01nm,更改设置回车键(Enter)或者点击 Apply 进行确认;将 Source Light Path 设置为 Xenon Lamp,检测器设置为默认设置,然后点击 Apply;

- 6. 打开样品室的盖子,选择相应的样品支架(液体/前表面样品支架),放入待测样品,盖好样品室盖子:
- 7. 在 Signal Rate 设置窗口内输入相应的激发波长和发射波长。调整激发侧和发射侧狭缝, 使 Eml 获得一个合适的 Signal Rate (注意: 在设置后需要按下回车或者 Apply 按钮设置才真正生效, Eml 的 Signal Rate 千万不可超过 10⁶);
- 8. 激发光谱的扫描。点击 i 键,在下拉菜单中点击 Excitation Scan 后会出现设置对话框。在 Excitation Scan Setup 界面勾选校正文件。设置激发光谱的扫描范围,扫描间隔 (step),停留时间 (Dwell time),扫描次数 (Number of Scans),设置完毕后点击 Start 即开始测试,得到激发光谱图;
- 9. 发射光谱的扫描。点击 键,在下拉菜单中点击 Emission Scan 后会出现设置对话框,在 Emission Scan setup 界面勾选校正文件。设置激发光谱的扫描范围,扫描间隔(Step),停留时间(Dwell time),扫描次数(Number of Scans),设置完毕后点击 Start 即开始测试,得到发射光谱图。

(二) 荧光寿命 (瞬态) 的测定步骤

使用微秒灯闪光灯 μF2 的测试方法:

- 1. 打开 PH1, CO1, μF2 灯电源;
- 2. 打开电脑主机,双击桌面 Flouracle 图标进入仪器操作界面;
- 3. 点击软件窗口左上角的 接钮,进入 Signal Rate 设置界面,将激发和发射的狭缝均设置为 0.01 nm,更改设置回车键(Enter)或者点击 Apply 进行确认;将 Source Light Path 设置为微秒灯,检测器设置为默认设置,然后点击 Apply;4. 打开样品室的盖子,选择相应的样品支架(液体/前表面样品支架),放入待测样品,盖好样品室盖子;
- 5. 在 Signal Rate 设置窗口内输入相应的激发波长和发射波长。调整激发侧和发射侧狭缝。一般使 Em1 的值小于 3000, 在设置后按回车或点击 Apply;
- 6. 点击 进入,选择 Manual Lifetime,进入设置菜单;
- 7. 在 Time Range 标签内选择一个合适的时间窗口(通常为 10 倍的寿命值)和 Channels 值。在 Stop Condition 标签内可根据样品的实际情况选择合适的条件,设置好后,点击 New 开始测试。

使用纳秒闪光灯 nF920 的测试方法:

- 1. 打开 PH1, CO1, nF920 开关:
- 2. 打开计算机,双击桌面上的 Flouracle 图标进入仪器操作界面;
- 3. 点击 Set up 菜单,选择 nF920 Lamp Set up 进入窗口,点击 Switch Lamp On,观察纳秒灯的频率,注意在此窗口不要更改设置,观察正常后关闭窗口。注意压力为 0.42 bar,如果发现频率不能稳定在 40 kHz,请清洗氢灯,如果压力不正确请检查气密性重新置换冲入的氢气。(置换氢气要反复 15 次吸气,充气压力不能大于 1.5Bar,最后保持在 0.42 bar);
- 4. 点击软件窗口左上角的 b 按钮, 进入 Signal Rate 设置窗口, 将激发和发射

的狭缝均设置为 0.01 nm, 更改设置后按回车键(Enter)或者点击 Apply 进行确认。将 Source Light Path 设置为 nF920 Lamp, 检测器选择默认设置, 然后点击 Apply;

- 5. 打开样品室的盖子,选择相应的样品支架(液体/前表面样品支架),放入待测样品,盖好样品室盖子:
- 6. 在 Signal Rate 设置窗口内输入相应的激发波长和发射波长。调整激发侧和发射侧狭缝, 使 Eml 获得一个合适的信号值(一般不超过 2000 cps), stop rate 是 star rate 的 5%。 在设置后按回车或 Apply;
- 7. 点击 进入, Manual Lifetime, 进入设置菜单。在 Time Range 标签内选择一个合适的时间窗口和 Channels 值。设置好后, 点击 New 开始测试。可得到如下寿命衰退曲线。

使用 EPL/EPLED 的测试方法:

- 1. 打开 PH1, CO1, EPL/EPLED 电源(打开钥匙, 待激光器稳定后打开 laser on);
- 2. 打开电脑主机,双击桌面 Flouracle 图标进入仪器操作界面;
- 3. 点击软件窗口左上角的 按钮,进入 Signal Rate 设置界面,将发射侧的狭缝设置为 0.01 nm,更改设置回车键(Enter)或者点击 Apply 进行确认。将 source 设置为 TCSPC laser,检测器设置为默认设置,然后点击 Apply;
- 4. 打开样品室的盖子,选择相应的样品支架(液体/前表面样品支架),放入待测样品,盖好样品室盖子;
- 5. 在 Signal Rate 设置窗口内输入相应发射波长。在 EPL/EPLED 激光器上选择合适的脉冲 周期 (频率=1/周期)。调整发射侧狭缝, 使 Eml 获得一个合适的信号值(不超过 Reference 的 5%), 在设置完成后点击回车或 Apply:
- 6. 点击 T进入,选择 Manual Lifetime,进入设置菜单。在 Time Range 标签内选择一个合适的时间窗口,时间窗口应与所用激光器的脉冲周期相对应(使得样品的衰退寿命≤时间窗口≤脉冲周期)。设置好后,点击 New 开始测试。可得到如下寿命衰退曲线。

4.4 拷贝数据:

选中测试数据,在右键弹出菜单中选择 send to→DVD RW Drive,弹出光盘信息对话框后,点击 Burn to disc→Recording speed (8X) →Next→Finish,即可。

4.5 关闭仪器:

- 1.退出 Flouracle 程序和关闭计算机;
- 2. 关闭所有硬件电源开关及相关设备电源

掺钛蓝宝石激光器		
地点	管理员	联系电话
激光所 208 室	马丽丽	150-2079-6271
型号	厂家	价值(约)
GKTSL-2B	北京国科世纪激光	46.95 万
	技术有限公司	

1.1 用途:

掺钛蓝宝石激光器 (简称钛宝石激光器)是一种固体可调谐激光器 ,除了具有结构简单、运转方便、性能稳定、寿命长、室温运转等一般固体激光器所具有的特点外 ,其最突出的特点是调谐范围宽,可输出从 700 nm 至 900 nm 的连续可调谐激光。

1.2 性能指标:

- 1. 波长范围: 700nm-900nm;
- 2. 平均功率: 1.5W@790nm;
- 3. 重复频率: 10KHZ;
- 4. 光束质量: M²<5;
- 5. 光束发散角: 2mrad;
- 6. 光東直径: <2mm;
- 7. 功率稳定性: <5%;
- 8. 线宽: <3nm。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员 才可以选择"自主测样";
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试,提前一天送样;
- 3. 样品原则上按时间收费。年度测试时数<100 个的按 50 元/小时收费; 年度测试累计>100 小时以后的, 按 40 元/小时收费;

4. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为马丽丽老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐,更换拖鞋或带鞋套;禁止大声喧哗,禁止随意挪动 实验室内任何操作设备部件;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归 位:
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报:
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 开机前注意事项:

- a. 检查两个制冷机水量是否足够,冷却循环水管是否畅通。
- b.检查 LD 的电源是否接好。
- c.打开激光器窗口保护盖。

4.2 开机步骤:

a.启动钛保湿激光器循环冷却机, 先开电源开关, 2 分钟后启动冷却开关(水温设定 25 ℃)。



b.设定 20W, 532 光源温控仪 至最佳匹配温度 (155 ℃)。

d.启动主控制面板 LD 电源和声光 Q 电源开关。

e.将 LD 电源钥匙 拧到 "ON"位置,此时 LD 电源面板上的两个显示器会显示电流和电压值,将电流调节至 5A 左右,按下"启动/停止"按钮,面板上的状态指示灯显示红色。

f.当状态指示灯显示绿色,钛宝石激光器水冷机水温达到 13 ℃ 后,缓慢旋转电流调节钮开始增加电流,同时观察是否有绿光输出,若电流超过 15A,无绿光输出,停止加大电流,检查光源。若电流超过 18A 无钛宝石激光输出,停止加大电流,检查钛宝石激光器。电流务必慢慢加大,每隔 15 秒增加 1A。电流最大不得超过 25A。

4.3 关机步骤:

a.缓慢降低电流至5A以下。每隔15秒钟降低1A。

b.按电源面板"启动/停止"按钮,指示灯灭后电源自动关闭,按主控制面板上"电源停"按钮,切断电源。

- c.按主控制面板上"声光停"按钮,切断声光电源。
- d. 按主控制面板上"水箱停"按钮,切断声光电源。
- e.将主控制面板钥匙拧到"OFF"位置。
- f.先关闭钛宝石激光器水箱制冷开关,再关闭电源开关。
- g.将 LBO 温度降级到保温温度 (60 ℃)
- h.关闭激光器窗口。

注意: 切记不要切断系统电源, 保证温控系统 24 小时供电。

飞秒激光应用平台			
地点	管理员	联系电话	
激光所 202 室	曹洪忠	152-6975-0271	
型号	厂家	价值(约)	
Micra+Legend elite+Topas	Coherent	350万	

1.1 用途:

本飞秒激光振荡器及放大器主要用于泵浦探测测试、微纳结构光刻直写、飞秒激光增材制造、飞秒激光表面处理、飞秒激光刻蚀及光场调控等方面的测试、加工和研究工作;亦可配合预约人员搭建系统,进行其他分析测试工作。

1.2 性能指标:

- 1. Micra-5(飞秒激光振荡器)
- 1) 平均功率: >300mW@800 nm
- 2) 带宽: 30 nm-100 nm
- 3) 波长调谐范围: 780 nm-820 nm
- 4) 重复频率: 80MHz 左右
- 2. Legend Elite+TOPAS(飞秒激光放大器+光参量放大器)
- 1) 平均功率: 3 W@800nm
- 2) 脉冲宽度: <35 fs@800nm
- 3) 波长范围: 290-2600 nm 连续可调(TOPAS)
- 4) 重复频率: 1 kHz

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员才可以选择"自主测样":
- 2. 预约人员需严格按照预约时间进行使用;

- 3.原则上按时间收费。年度使用时数<100 小时的按 200 元/小时收费; 年度使用 累计>100 小时以后的,按 150 元/小时收费。
- 4.使用时间不满 0.5 小时的, 按 0.5 小时收费; 大于 0.5 小时不满 1 小时的按 1 小时收费。
- 5. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该实验室激光系统属于贵重仪器设备,擅自进入实验室及操作易造成人身伤害,为此,其他人未经培训及未经管理人员同意人员不能擅自进入实验室进行操作。
- 2.使用培训要求:
 - 1) 了解激光器的基本原理及安全防护知识;
 - 2) 了解并严格遵守实验室的规章制度及仪器、元器件的操作、使用规范:
 - 3) 跟随培训人观察实验累积 10 小时以上,方可在培训人陪同情况下操作激光设备和进行光路搭建调节,累积在培训人员陪同操作激光设备和搭建光路达 20 小时以上者,可申请管理人员对其进行考核,考核通过者,可独自进行实验操作。
- 3. 必须遵守超净实验室规章制度,按规定更换洁净服,保证实验室干净整齐;禁止大声喧哗,禁止随意挪动实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品垃圾并将实验工具归位。
- 4. 在超净实验室内和激光使用过程中务必注意人身安全,了解激光安全等级,了解激光折反方向、避开激光照射方向,绝对禁止用眼睛直视激光;严禁乱舞光学元件,严禁乱拉电线、乱触开关。
- 5. 每次实验时,严格履行网上预约制度并做好实验记录;学生私自操作出现事故或导致仪器损坏,由指导教师负责。
- 6. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报。
- 7. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 8. 对每次实验后的仪器使用情况及状态,样品名称及数量、样品归属人、测试日期做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 9. 违反以上规定者,视情况进行处罚、追究责任。

四、仪器基本操作步骤

4.1 开机前准备:

检查实验室温度、湿度情况是否正常,检查 Micra 电源待机状态、检查 Evolution 上 LBO 温度是否正常;确认使用的激光测试或加工光路上光学元件摆放是否正常,光路无易燃、易损物品遮挡。

4.2 开启仪器:

- 1、打开飞秒激光系统的水循环,水循环正常工作后方可开启激光器。
- 2、将飞秒振荡器 Micra 电源的钥匙转到 On,接着按下面板上的 Shutter Open 按 键。
- 3、等待 15 分钟至 30 分钟(Micra 功率升至 200mW)后锁模, 打开 SDG.确认 Micra 已经锁模好。(可以观察 SDG 上的 PD1 和 PD2 是否亮), Micra 右侧三个 指示灯全部亮起。
- 4、打开飞秒放大器泵浦源的开关和 ECU 的开关,将电源的钥匙转到 On。打开控制电脑上的软件后,选择 cancel, ok 反复三次。
- 5、确认没有 Fault 的情况下,按住软件上绿色的 ON 按钮直到看到下面的 Ramp 灯亮起来。ECU 开始降温。
- 6、等待系统预热30分钟左右。
- 7、根据实验需要,选择实验室已搭建的光学系统或搭建新的光学系统进行实验, 光路调节与搭建过程中注意判断激光偏折方向,务必避免激光照射自己和其他 实验人员。

4.3 关闭仪器:

- 1、按下控制软件上红色的 STOP 按钮。
- 2、关掉 SDG,将放大器电源的钥匙旋到 OFF,关掉电源。
- 3、按下振荡器 Micra 电源上的 Shutter Open 按钮,将钥匙旋转到 Stand By 状态。
- 4、关掉放大器的水循环。
- 5、最后, 等 ECU 上显示的晶体温度升到 10 度以上再关掉 ECU 的电源。

泵浦探测系统		
地点	管理员	联系电话
激光所 202 室	曹洪忠/苏富芳	152-6975-0271
型号	厂家	价值(约)
FemPum-A	苏州光达四通	75 万

1.1 用途:

泵浦一探测飞秒时间分辨光谱仪是飞秒化学重要的研究手段,它可以对化学反应和光物理过程的超快动力学进行研究。通过使用两束同源的激光脉冲,其中一束激光作为泵浦光将样品激发或者扰动,另一束激光脉冲作为探测光实时监测激发后或者扰动后样品的变化,以此得到超快动力学信息。

1.2 性能指标:

- 1.测量时间窗口不小于8 ns, 步进时间分辨率不大于4 fs;
- 2.测量波长范围: 360nm~750 nm;
- 3.单次测量光谱噪声不大于 0.1 mOD 测量的仪器响应函数半高宽不大于 1.5 倍激光器输出的脉冲半高宽;

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员 才可以选择"自主测样";
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试,提前一天送样;
- 3. 样品原则上按时间收费。年度测试时数<100 个的按 100 元/小时收费; 年度测试累计>100 小时以后的, 按 50 元/小时收费;
- 4. 单个样品测试时间不满 0.5 小时的, 按 0.5 小时收费; 大于 0.5 小时不满 1 小时的按 1 小时收费。计时的计算从放样开始, 一直到取出样品为止计算缴费计时:

5. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为苏富芳老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐,更换拖鞋或带鞋套;禁止大声喧哗,禁止随意挪动 实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品 垃圾并将实验工具归位:
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报:
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 前期准备:

保证样品表面清洁,保证手不接触样品,薄膜样品需膜层均匀,衬底为透光 材质(保证探测光进入光谱仪),同时提供一片同一批次的原始衬底材料,溶液 样品提供适量溶剂。

4.2 测试样品:

- 1.开启飞秒激光器、斩波器,检查光路。
- 2.开启主机,进入操作系统后,控制软件会自动运行,开始自检。自检完成后, 遮蔽光源,消除暗背景。
- 3.找到起始点,对标样进行测试,调节凸透镜位置,确定探测光与泵浦光交叉且

信号最大。放置待测样品在样品台上,调节样品位置,使光斑位于样品表面中间位置。

4.在控制界面设定测试延迟时间和测试点数及文件名,放置样品开始测试。

4.3 关机

- 1.测试完成后,关闭飞秒激光器和斩波器。
- 2.光盘拷数据后,关闭主机。
- 3.测试结束后,整理实验室保持实验室的卫生整洁。

光弹调制器		
地点	管理员	联系电话
激光所 204 室	韩培高	198-5372-0698
型号	厂家	价值(约)
FS50LR	Hinds Instruments	10.07 万

1.1 用途:

光弹调制器用于对偏振光相位的调制,可应用于晶体旋光分析,生物、药物、糖类等旋光性的高精度测量。

1.2 性能指标:

- 1. 波长范围: 170nm-2000nm;
- 2. 调制频率 50KHz;
- 3. 通光孔径 22mm:
- 4. 配套锁相放大器,瑞士苏黎世仪器公司 MFLI,调制频率 DC-500KHz,频率分辨率达到 1 μ HZ,相位分辨率达到 10 μ deg;
- 5. 配套光电探测器, 美国 Hinds Instruments 公司, DET-200 MODEL-004, 带前 置放大 PV 型, 探测波长 350-1100nm。

二、仪器预约流程及收费标准

- 1. 请选择"送样检测"进行预约,只有经过管理员同意能够自主操作设备的人员 才可以选择"自主测样";
- 2. 严格按照预约数量及时间进行测试,提前一天送样;
- 3. 样品原则上按时间收费。年度测试时数<100 个的按 100 元/小时收费; 年度测试累计>100 小时以后的, 按 50 元/小时收费;
- 4. 单个样品测试时间不满 0.5 小时的, 按 0.5 小时收费; 大于 0.5 小时不满 1 小时的按 1 小时收费。计时的计算从放样开始, 一直到取出样品为止计算缴费计时;

5. 本收费标准解释权归曲阜师范大学实验教学与设备管理中心。

三、仪器管理制度及注意事项

- 1. 该仪器管理教师为韩培高老师,其他人未经培训及经管理人员同意,不能擅自 上机操作。实验室钥匙不外借,禁止复制;
- 2. 培训学生测试要求: 学生需跟随培训人观察学习时间累积 10 小时以上, 方可在培训人陪同情况下上机操作, 累积练习时间达 10 小时以上者, 可申请管理人员对其进行考核, 考核通过者, 可成为测试人员; 每次操作前, 务必通知管理员老师, 严格履行网上预约制度; 学生私自操作出现事故或导致仪器损坏, 由指导教师负责:
- 3. 使用期间,如发现仪器设备指标出现异常,必须立即停止操作并及时联系设备管理员,如实填写实验报告;严禁任何自行违规操作行为;
- 4. 必须保证实验室干净整齐,更换拖鞋或带鞋套;禁止大声喧哗,禁止随意挪动 实验室内任何操作设备部件,严禁浪费测试耗材;操作完毕后,及时清理样品 垃圾并将实验工具归位:
- 5. 实验开始前,认真检查仪器情况,如果发现仪器运行出现问题,请第一时间联系此前用户,并及时通知管理员老师;实验过程中,留意实验室内温度、湿度的指标是否处于正常范围,如不在正常范围,及时采取措施降温、除湿。定时查看配间设备运转情况,有问题第一时间联系管理员老师,并及时上报:
- 6. 对每次测试后的仪器使用情况,样品数量、样品名称、样品归属人、测试日期 做好纸质记录登记和电子记录,测试时间请具体到小时;
- 7. 违反以上规定者,责任自负。

四、仪器基本操作步骤

4.1 前期准备:

保证样品通光表面清洁,保证手不接触样品,样品尺寸不低于 5mm*5mm。

4.2 开启仪器:

- 1. 连接光学头、电学头、控制器,严禁在未连接稳妥的情况下开启控制器;
- 2. 确认连接好后, 开启控制器电源, 此时仪器开机工作;
- 3. 在控制器上设置所需的波长和振幅等调制参数;
- 4. 开启配套的锁相放大器和光电探测器;
- 5. 开启光源,将参考信号输入锁相放大器,获取基频和倍频信号。

特殊情况: 若获取不到基频、倍频信号,立即关闭电源,联系设备管理员。

4.3 测试样品:

4.3.1 放样品

放置待测样品在样品台上,调节样品位置,使光源垂直样品表面入射。

4.3.2 测试样品

根据入射波长,设定相位调制幅值,通过锁相放大器获取基频、倍频信号, 根据两信号,结合样品实际性质,计算目标参数。

4.4 关闭仪器:

关闭光弹调制器电学头控制电源, 关闭光源电源。