地域イノベーション共用化装置

PerkinElmer LS55 Luminescence Spectrometer りん光測定マニュアル (文書更新日:H24.03.09)

地域イノベーション技術支援スタッフ 正担当者:松本 文子

副担当者:立中 咲樹

PerkinElmer LS55 Luminecence Spectrometer を使用するに当たり、

- 学生は**本マニュアル記載以外の操作を行わない**こと。
- エラー表示や普段と異なる事象が発生した場合は速やかに使用を中止し、管理担当者 まで連絡をし、その時の状況を報告すること。

使用前に、使用記録簿に使用年月日、使用開始時刻、測定者名(使用登録許可のない者の 名前を記載しないこと)、指導教官名、サンプル名を記入する。

<u>以下の手順でりん光測定用のユニットに交換する(通常は蛍光測定用のユニットが付帯されている)。</u>

- ユニットの両端にあるロックピンを押してロックを解除し、ユニットを装置本体から 取り外す(取り外したユニットはそのまま台上に置く)。
- マイナスドライバーで本体3か所のネジを回して緩める(傍にある2か所のミラーを 割らないように十分に注意する)。
- 3. 緩めたネジを手で回して外し、ユニットカバー全体を外して横に置く。
- りん光測定ユニットにN₂ガスを通すための2本のシリコンチューブが繋がれていることを確認する。
- 5. 2本のチューブのうち、プラスチックの突起がついていない方の先端を装置本体の下部 にはめる。
- 6. 4 か所のネジを手締めし、その後、マイナスドライバーを使ってネジを緩まない程度に 締める。
- フ. シリコンチューブをユニットの横から出して、チューブを挟まないようにユニットの ふたをかぶせる。
- 8. 操作8で横から出したシリコンチューブをN₂ボンベにつなぎ、N₂を流す(N₂ボンベの圧力は目盛 0.1 程度。本体から『ジー』っという音が聞こえる程度にする)。
- 9. 空のセルを上部の細いところに入れてふたをしておく(この操作は霜がつかないよう にするのが目的。力強く押し込むとセルが割れることがあるので注意する)。
- 10. 液体 N₂を下部のところから入れていく (入れる量の目安は発砲スチロールが激しくき しむ音がするくらいまで)。入れ終わったらふたをしておく。

<u>液体 N₂は NMR 測定室から月曜、木曜、金曜に採取できる。残量が少ない場合は注文が必要となるので、りん光を測定する前日の午前中までに水城先生に伝えておくこと。</u>

以下、測定手順

11. 装置横にある電源スイッチを ON にした後、PC を起動させる。 12. PC のデスクトップ上 FL win Lab をダブルクリックする。



13.「Application」を選び、 Scan をクリックし、立ち上げておく。



14. PC 画面下にマウスを動かし、前の Tab に戻り、「Application」を選び、 Status を クリックする。

N F	L Win	Lab				
<u>F</u> ile	<u>V</u> iew	<u>U</u> tilities	<u>Application</u>	<u>D</u> ata handling	<u>W</u> indow	<u>H</u> elp
			Status Bead Scan Time Drive Well Plate Batio Data East Filter TLQ Scan Wavelengt Concentra IOBC Calil Validate	Reader I Collection Data Collection h <u>P</u> rogram tion oration		

15. 装置の概要図が画面上に出てくるので、左上のライトの絵をクリックする。

🏧 Status				_ 🗆 🗙
<u>F</u> ile <u>H</u> elp				
Source Mode: Fluor ExCorr.:On Ex. Mono At:365nm Slit:10.0nm	Instrument : I Firmware : F Serial Number: 8 serial Numbe	.S55 F1 B0671 Em. polarise clear ccessory		Detector Type:R928 Volt.:Auto EmCorr.:OFF Em. Mono At:435nm Slit:10.0nm Filter:open
		or	line	Expert Mode

16. Luminescence Modeの Phos を選択し、OK をクリックする



- 17. パスツールピペットを使って、セルに 20 分~30 分脱気した溶媒を 7 分目くらいまで 入れる。
- 18. あらかじめ入れておいた空のセルを取出し、溶媒を入れたセルを入れて5分~10分後 に Measure and Set Dark Current をクリックする。⇒ブランク測定
- 19. Measure and Set Dark Current がアクティブになった(反転した)のを確認後、 OK をクリックする。

20. PC 画面下にマウスを動かし、Tab の「Application」を選び、 Scan をクリックする。

🚺 FL	Win	Lab				
<u>F</u> ile	<u>V</u> iew	<u>U</u> tilities	<u>Application</u>	<u>D</u> ata handling	<u>W</u> indow	Help
	View		Application Status Read Scan Time Drive Well Plate Ratio Date East Filter TLC Scan Wavelengt Concentra ICBC Calil Validate	Data handling Reader Collection Data Collection h <u>Program</u> tion oration		

21. 「Emission」モードの条件(Start、End、Excitation)と Filename(半角英数字 6 文字以内)を入力し、左上の信号マークをクリックして測定開始。

Scan: C:¥FLWINLABX#cc1HODS¥SCAN.MTH							
File Instrument Help							
Setup parameters Realtime options User info View results							
Excitation En	nission Synchronou	s δλ Synchronou	sδE Pre-Scan				
Start (nm): 523	Scan Range End (nm): 750	Parameters Excitation (nm):	513				
Ex Slit (nm): 3.0	Em Slit (nm): 3.0	Scan Speed (nm/	min): 300				
Result Filename:							
0116h.sp							
X Auto increment filenames							
] onli	ne Expert Mode				

22. 信号マークが青になったら測定終了(測定中は赤が点灯)。

- 23. サンプルを調製(溶解時に激しく振混するとエアーが入るので注意)し、手順 20 以下 に沿ってサンプルの測定を行う。
- 24. サンプルを連続して測定する場合は、Tabの Setup parameters を選び、条件および Filename を入力し、手順 20 以下に沿って測定を行う。

※測定が終了したデータはデスクトップの「DATA へのショートカット」フォルダ内に保存されている。データは「DATA へのショートカット」から指導教官の名前のフォルダに移動させておく。

※測定データが頭打ちしている場合、Slit幅を小さくする or サンプル濃度を低くして再度 測定を行ってみる。

<u>以下、終了操作</u>

- 25. PC 画面上のすべての Tab を 🛛 で閉じて、ソフトが何も立ち上がっていない状態にしておく (何かを聞いてきた時にはすべていいえ)を選択する)。
- 26. 装置横にある電源スイッチを OFF にし、 PC の電源を OFF にする。
- 27. ユニットのふたを外して空のセルに入れ替える (入れた空のセルは液体 N₂が揮発して なくなるまでそのままにしておく)。
- 28.4か所のネジを外してユニットを外し、ふたをして装置の裏に置いておく。
- 29. 本体下部につけていたシリコンチューブを外し、N2 ボンベを止める。
- 30. 蛍光測定用のユニットに付け替える。
- 31. 使用記録簿に使用終了時刻を記入し、使用記録簿の記入漏れがないことを確認する。
- 32. 翌日以降にりん光測定ユニットからセルを取り出し、溶媒で洗浄しておく(パスツー ルピペットをセルの中に入れてセルを傷つけないようにする)。