

文件编号：Q/WU FLHA19090026R020

版本号：V1.0

受控状态：

分发号：

理化公共实验平台

质量管理文件

单晶 X 射线衍射仪 标准操作规程

2019 年 11 月 18 日发布

年 月 日实施

理化公共实验平台 发布

理化公共实验平台

理化公共实验平台

目 录

1. 目的	1
2. 范围	1
3. 职责	1
4. X 射线衍射实验室安全管理规范	1
5. X 射线衍射设备管理规范	1
5.1. 单晶 X 射线衍射仪 Bruker D8 Venture 使用制度	2
5.2. 预约制度	2
5.3. 培训考核制度	3
5.4. 仪器故障报告	4
6. 单晶 X 射线衍射仪 Bruker D8 Venture 标准操作步骤	4
6.1 介绍	4
6.2 样品要求	5
6.3 样品制备	6
6.4 开机	7
6.5 开启软件	8
6.6 晶体对中	10
6.7 晶胞测定	11
6.8 单晶样品数据收集	18
7. 相关/支撑性文件	30
8. 记录	31

理化公共实验平台

1. 目的

建立单晶 X 射线衍射仪 Bruker D8 Venture 标准使用操作规程, 使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用单晶 X 射线衍射仪 Bruker D8 Venture 的用户。

3. 职责

3.1. 用户: 严格按本程序操作, 发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员: 确保操作人员经过相关培训, 通过考核, 并按本规程进行操作。

4. X 射线衍射实验室安全管理规范

4.1. 进入实验室的所有师生应熟悉消防安全基本知识、化学危险品安全知识、用电/用水/用气常识。

4.2. 严格遵守 X 射线衍射实验室的各项安全管理规范, 注意警示标识。

4.3. 实验室仪器需经培训考核后方可操作, 并严格遵守仪器常规操作流程进行实验, 未经考核者严禁使用; 严禁未经允许进行非 SOP 中规定的其他操作, 或擅自修改仪器、使用非指定部件, 或在拆下安全装置的情况下操作仪器。

4.4. 严禁在 X 射线衍射仪操控电脑主机上使用 USB 拷贝数据, 严禁私自接入网络。

4.5. 用户上机实验必须严格按照操作规程进行, 实验室技术员应经常巡视, 及时纠正违规操作, 消除安全隐患; 实验做完后整理好实验相关区域并做好实验记录。

4.6. 样品制备、装送样品时必须戴手套, 禁止直接用手触摸样品台及样品架。为防止交叉污染, 严禁戴手套操作鼠标、键盘, 同时严禁戴手套开关门。

4.7. 保持实验工作区域整洁, 相关工具放置在指定位置; 严禁摆放与实验无关的个人物品, 严禁在实验室饮食与抽烟。

4.8. 严格遵守学校规章制度, 有毒废物、试剂、器皿、利器等分类回收。

4.9. 实验室人员离开前必须认真检查实验室的电是否关闭, 离开时随手关门。

4.10. 仪器操作过程中出现设备故障、异响、异味、冒烟等异常现象时, 请第一时间联系实验室技术员, 不得擅自修理设备。

4.11. 因违规操作或其他失误造成安全事故, 相关责任人将受到通报批评及相应处罚。

5. X 射线衍射设备管理规范

5.1. 单晶 X 射线衍射仪 Bruker D8 Venture 使用制度

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则，面向校内所有教学、科研单位开放使用；根据使用机时适当收取费用；并在保障校内使用的同时，面向社会开放。

Bruker D8 Venture 单晶 X 射线衍射仪(以下简称 SC-XRD)使用方案分为五类：

(1) 培训测试：用户提出培训申请，技术员安排培训。培训时需用户准备样品并制样，培训内容包括：实验室规章制度说明、SC-XRD 基本原理、硬件构造及各部分功能、常规样品制样、体视显微镜的使用流程、仪器的标准操作流程、控制软件(APEX3)操作、数据处理及测试注意事项。该过程中用户在技术员指导下进行仪器操作并进行数据处理。

(2) 自主测试-初级：用户独立制样、装样；独立操作 SC-XRD 进行常规数据采集(确定晶胞及全套数据采集)，并进行数据处理及上传。

(3) 自主测试-中级：用户独立制样、装样；独立操作 SC-XRD 进行特定应用的数据采集(变温数据的采集、绝对构型的测定)，并进行数据处理及上传。

(4) 自主测试-高级：用户独立制样、装样；独立操作 SC-XRD 进行复杂数据采集(确定晶向及特定晶面的数据采集、单晶的 Cu/Mo 靶二维粉末衍射数据的采集)，并进行数据处理及上传。

(5) 送样测试：用户预约时提供样品信息及测试要求；用户负责制样，技术员操作仪器并做基本数据处理；

该仪器的使用实行预约制度，请使用者根据样品的测试要求在学校“大型仪器共享管理系统”(以下简称大仪共享)进行预约，并按照要求登记预约信息。

5.2. 预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作，根据测试内容与时间的不同，X 射线衍射实验室制定了 SC-XRD 7*24 小时预约制度。根据预约制度可登陆大仪共享网站最少提前 1 天预约机时，包括周末；寒暑假及国庆、春节假期至少提前 2 天预约机时。

请严格遵守预约时间使用仪器，以免浪费机时。如需调换时间段，在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者，请提前 8 小时取消预约并通知技术员。如无故不遵预约时间，将被取消一个月的预约资格。

预约时段		预约时间/每人	测试内容
工作时间 (周一至周五)	09:00 至 17:30	每人可预约机时 ≥ 30 min	自主测试, 送样测试
非工作时间 (周一至周五)	18:30 至次日 8:00	每人可预约机时 ≥ 30 min	自主测试
非工作时间 (周末及节假日)	09:00 至次日 8:00	每人可预约机时 ≥ 30 min	自主测试

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训, 考核合格后方可上机使用;
- (2) 实验开始时务必在实验记录本上登记, 结束时如实记录仪器状态;
- (3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障, 使用者须及时通知技术员, 以便尽快维修或报修, 隐瞒不报者将被追究责任, 加重处理;
- (4) 因人为原因造成仪器故障 (如硬件损坏), 其导师课题组须承担维修费用;
- (5) 不可擅自做除培训操作之外的测试, 如有需求请务必联系技术员;
- (6) SC-XRD 数据不允许在仪器电脑中删改, 尤其不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。使用者应根据要求通过 NAS 网盘上传和下载原始数据至本地电脑, 以保存并做数据处理; 实验数据在本实验室电脑中保留 2 个月(暂定, 根据情况若硬盘允许数据保存时间延长)。
- (7) 使用者应保持实验区域的卫生清洁, 测试完毕请及时带走样品, 本实验室不负责保管样品。使用者若违犯以上条例, 将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

5.3. 培训考核制度

校内教师、研究生均可提出预约申请, 由技术员安排时间进行培训, 培训分为三部分:

第一部分: 由实验室负责人或仪器负责人介绍实验室规章制度、安全管理规范、仪器设备原理、基本硬件知识。

第二部分: 上机培训, 内容包含: 样品送样及制样、仪器标准操作规程(自主测试-初、中、高级 SOP)、相应数据处理。

第三部分: 上机培训结束后, 培训者需在一周内进行至少两次自主上机预约, 在仪器负责人的监督下进行独立操作。

实验室技术人员认为培训者达到相应级别的独立操作水平后, 给予培训者授权在相应级别所允许的可操作实验范围内独立使用仪器。如果在各级别因为人为操作错误导致仪器故障者, 除按要求承担维修费用之外, 给予降级重考惩罚、培训费翻倍。

注意: 培训中的第一部分和第二部分需要用户在一周内完成(特殊情况除外), 否则需要重新进行培训; 培训通过后用户需保证每月至少 1 次的自主上机测试, 若超过该时间需要重新联系仪器负责人监督考核, 否则将无法预约该仪器设备。

对接受培训人员的核心要求:

(1) 熟悉 SC-XRD 原理、构造及各部分的功能, 严格遵守仪器部件的注意事项, 在突然停电时能及时处理仪器并上报, 关注仪器各部件有无异常;

(2) 熟练掌握 SC-XRD 以及数据格式转换系统, 严格按照标准操作规程操作, 防止因人为操作不当造成仪器故障, 特别是因为样品架放置不到位的而发生卡样品 (此种情况属人为事故, 所属课题组须承担维修费用), 认真做好 SC-XRD 的使用及故障记录。

5.4. 仪器故障报告

(1) 仪器使用过程中, 仪器出现故障及错误提示信息时: 应即时通知技术员;

(2) 请在第一时间将故障及错误提示信息截屏, 并保存在桌面“Error Report”文件夹, 截屏文件命名请按照“导师名-用户名-样品名-故障时间(具体到分钟)”; 在《仪器设备使用记录本》的备注栏做简单说明。

6. 单晶 X 射线衍射仪 Bruker D8 Venture 标准操作步骤

6.1 介绍

仪器型号: Bruker D8 Venture

产地: 德国

基本信息: 单晶 XRD 主机(包括光源、光学系统、检测器)及液氮冷却系统,

仪器主要技术参数:

Bruker D8 Venture 单晶 X 射线衍射仪 (简称 SC-XRD) 使用高强度的钻石-Cu/Mo 混合技术的双微焦斑 X 射线光源 (双光源可自动切换); 采用 PHOTON III 电荷积分像素阵列探测器能覆盖广波长范围的最高检测、没有电荷共享噪音、极低的视差噪音快速有效数据收集且数据质量佳、无计数频率饱和。

Ius DIAMOND Cu (钻石靶)

Ius DIAMOND Mo (钻石靶)

Phonton III 电荷积分探测器: $10 \times 14 \text{ cm}^2$

Kappa 四轴测角仪, $\phi 360^\circ$ 旋转步长 $\leq 0.02^\circ$ 、 $\omega/2\theta$ 步长 $\leq 0.002^\circ$ 、
角度重现性 $\pm 0.0001^\circ$

液氮低温系统: 型号: Oxford Cryo 800; 温度范围: 100K-500K ;

放置地点: 西湖大学云栖校区 4 号楼 112 X 射线衍射实验室

Bruker D8 Advance 多晶 X 射线衍射仪主要组成部分如下, 如图 6-1 所示:

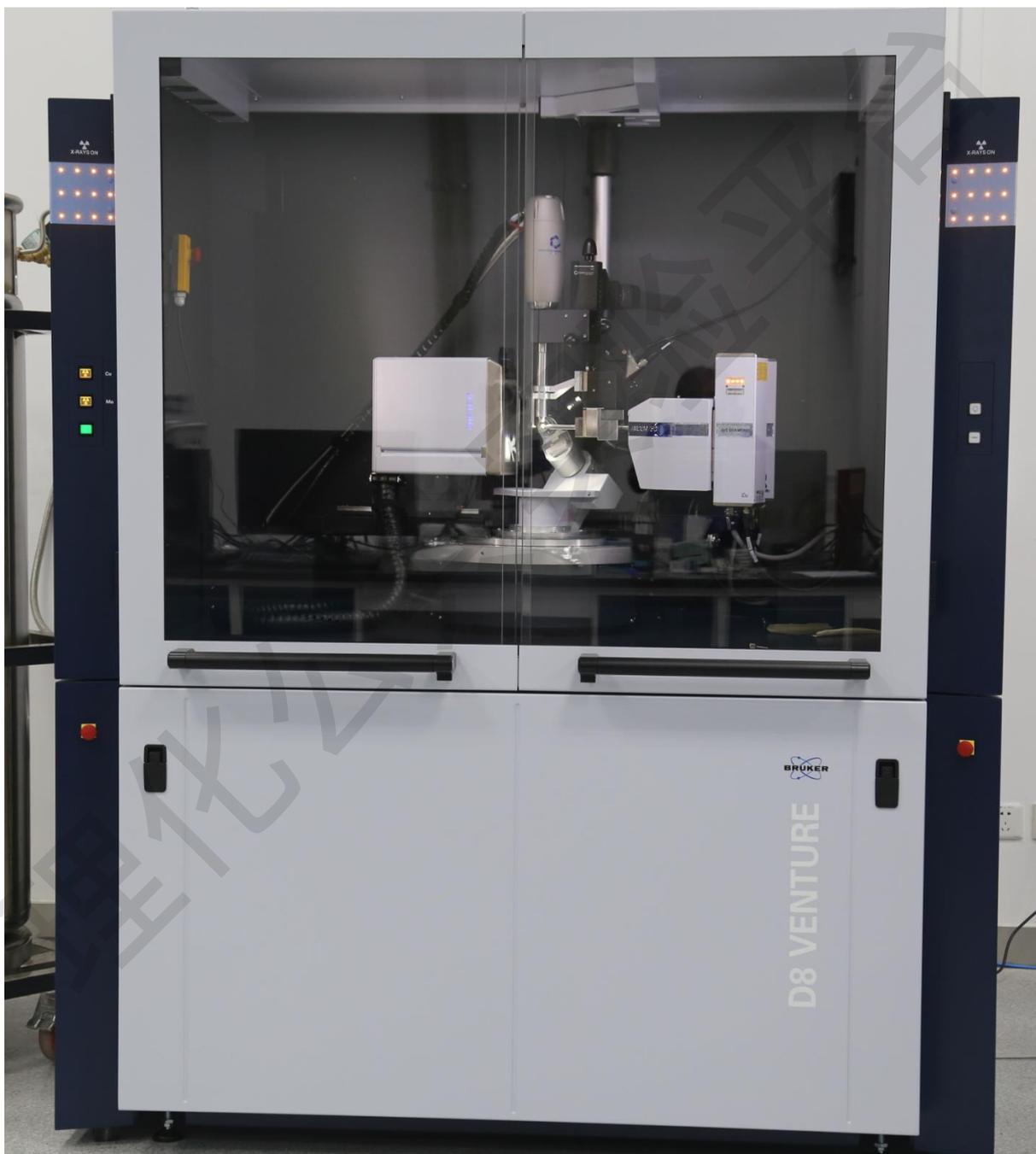


图 6-1 Bruker D8 Advance 多晶 X 射线衍射仪系统图示

6.2 样品要求

- (1) 不测试含有毒性、腐蚀性母液样品;
- (2) 要求单晶晶体尺寸 50-100 微米;
- (3) 单晶样品需放置在母液中密封好;
- (4) 易变质样品需提前与 XRD 技术员联系, 预约测试时间;
- (5) 请注明样品保存条件, 如常规、冷冻、干燥、冷藏、避光等。

6.3 样品制备

6.3.1 单晶样品制备

在体视显微镜的辅助下, 将单晶样品用 Parabar 晶体油粘在 loop 上 (图 6-2)。

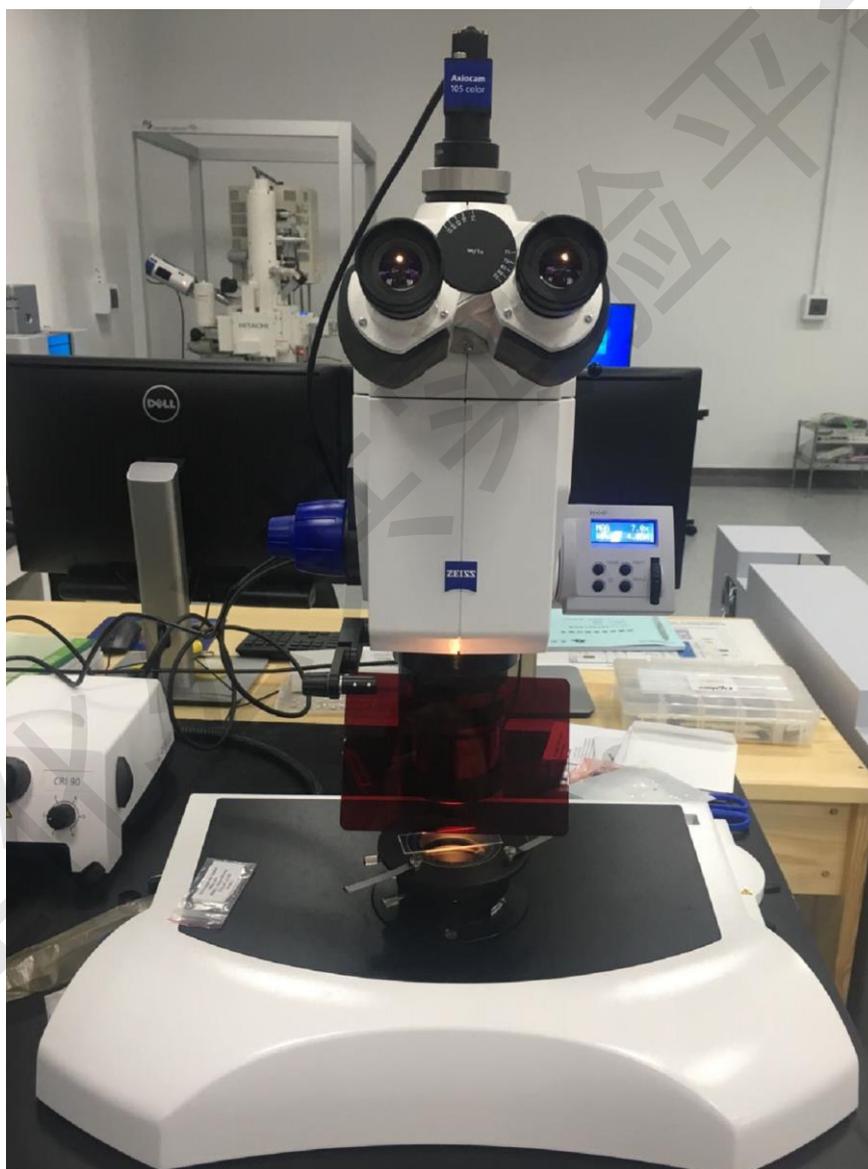




图 6-2

6.3.2 单晶样品制备完毕后转移到 goniometer head 上。



图 6-3

6.4 开机

6.4.1 在衍射仪左侧面，将主切断开关（红色旋钮）从“O”旋转到“T”的位置，将绿色按钮按下，此时机器开始启动和自检；启动完毕后，仪器主机左侧面的两个指示灯显示为白色，直至高压发生器按钮屏出现 I；按下高压发生器按钮，高压发生器指示灯亮；如果是较长时间未开机，仪器将自动进行光管老化，此时按键为闪烁的蓝色，并且显示 COND。老化完毕后，高压指示灯显示为。仪器启动完毕后方可进行测量。



图 6-4

6.4.2 确认打开 PHOTON III 探测器电源开关（PHOTON 灯亮）。



图 6-5

6.4.3 开启 Oxford Cryo 800 低温控制系统。



图 6-6

6.5 开启软件

按照顺序打开 Measurement Server、仪器通讯软件 BIS server 与控制软件 APEX3，进入软件界面：用户名 “guest”，密码 “guest”。



图 6-7

6.5.1 新建项目目录

主菜单 Sample\New Sample，点击  选择路径，将数据写进 D: \Frames\Guest，文件名不能有空格、中文或任何特殊符号。

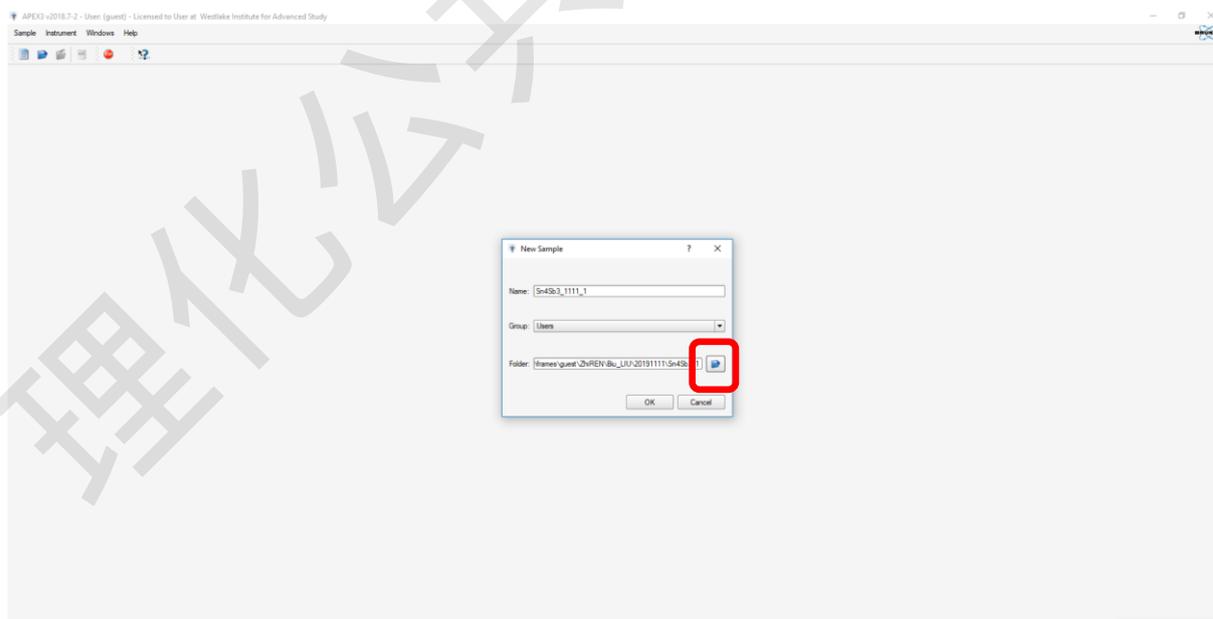


图 6-8

6.5.2 Setup

点击“Set up”选项下 ，输入晶体基本信息

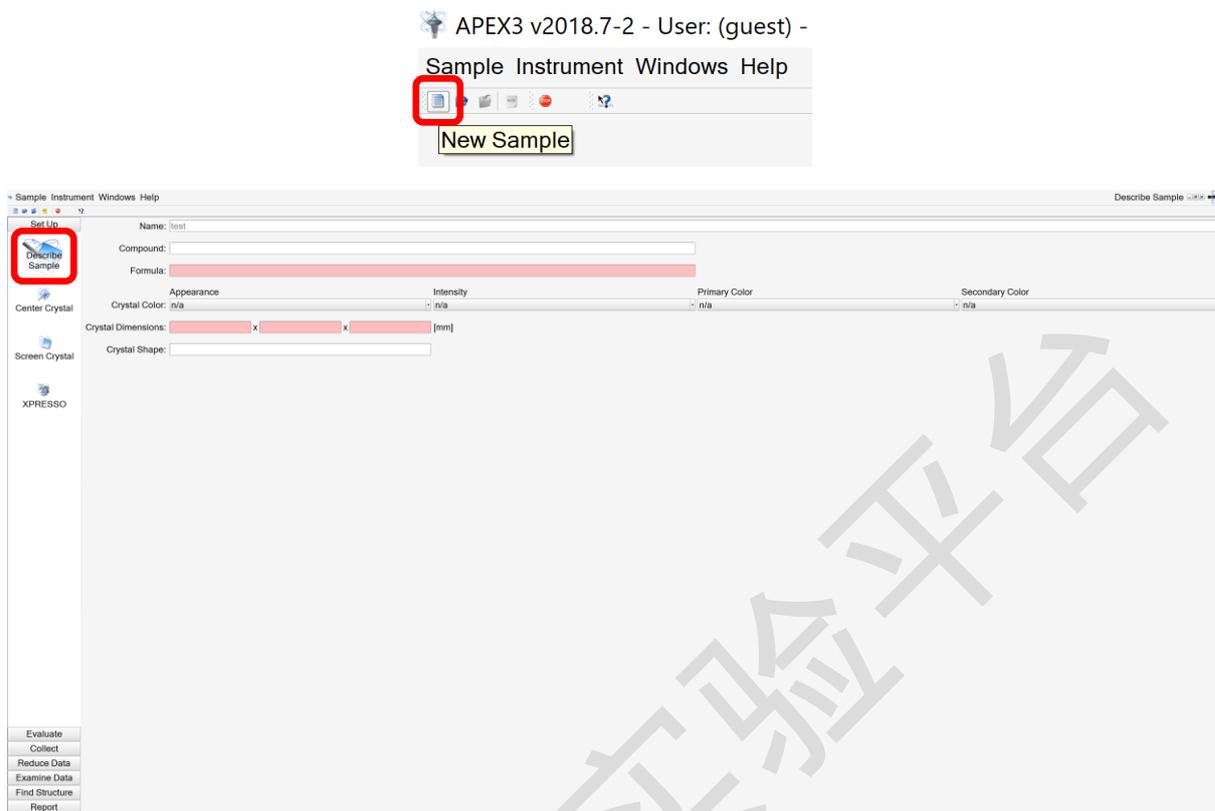


图 6-9

6.6 晶体对中

6.6.1 点击对中 Center Crystal

Center crystal 选项下对中晶体，此时会要求连接设备，点击“connect”。

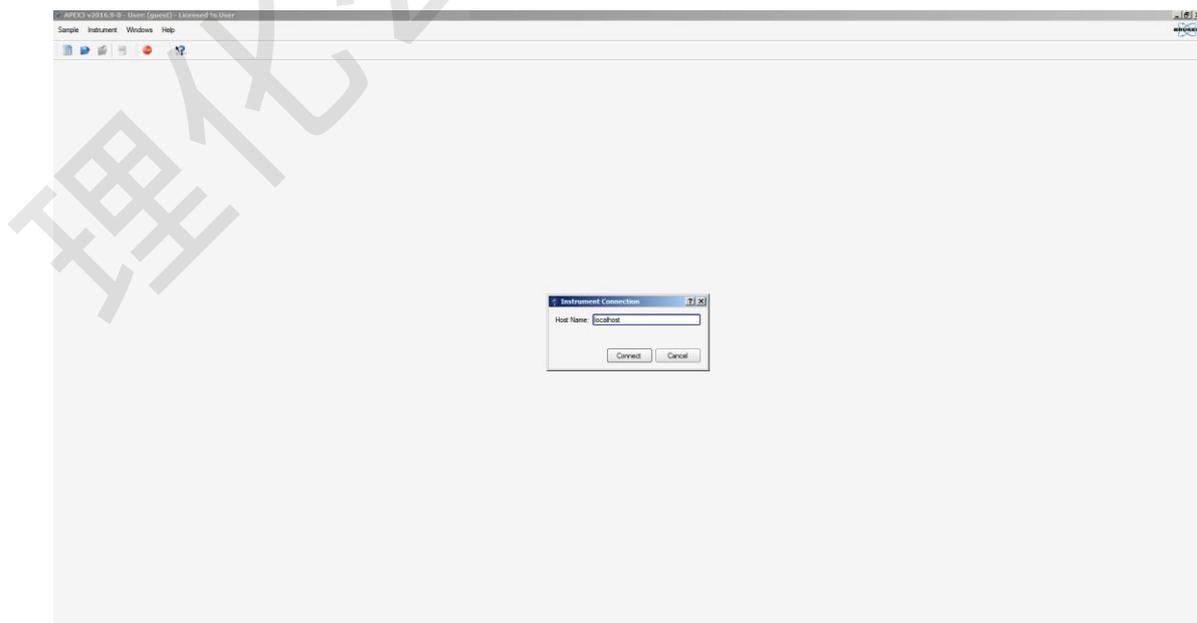


图 6-10

6.6.2 先在 mount 位置安置晶体, 然后点击 Center 位置, 使用专用 center key 结合 Spin phi 90 和 Spin phi 180 调整晶体位于测角仪中心。

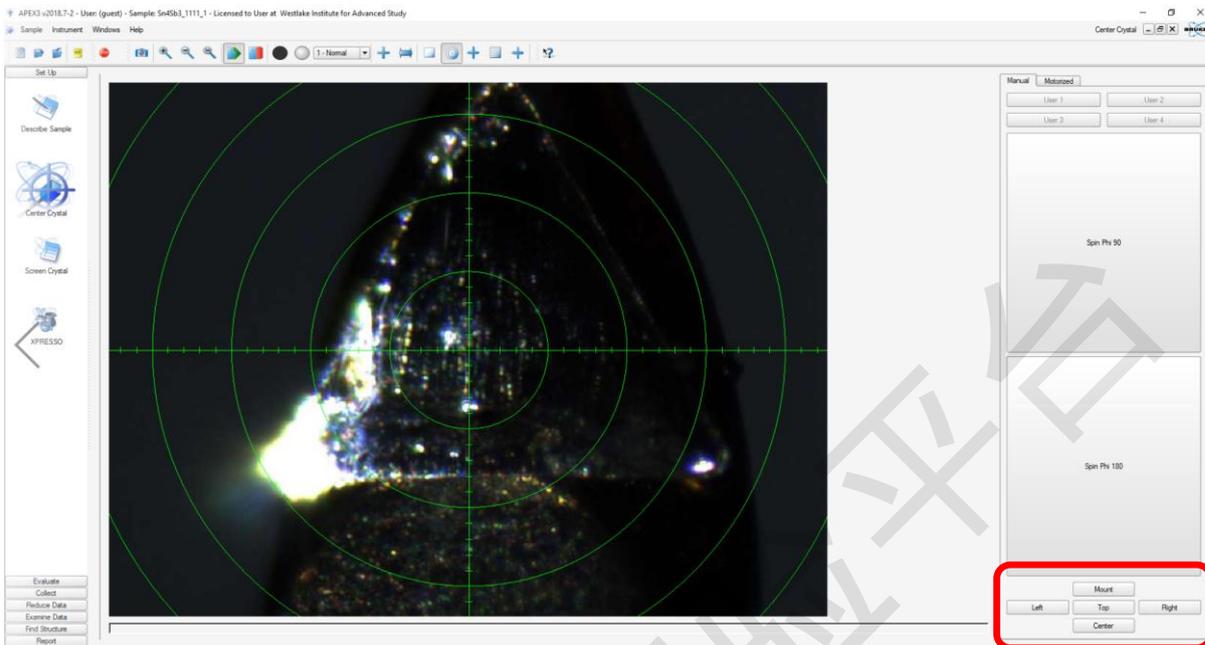


图 6-11

6.7 晶胞测定

6.7.1 X 射线光源的选择

在“Set Up”选项下点击 Screen Crystal。

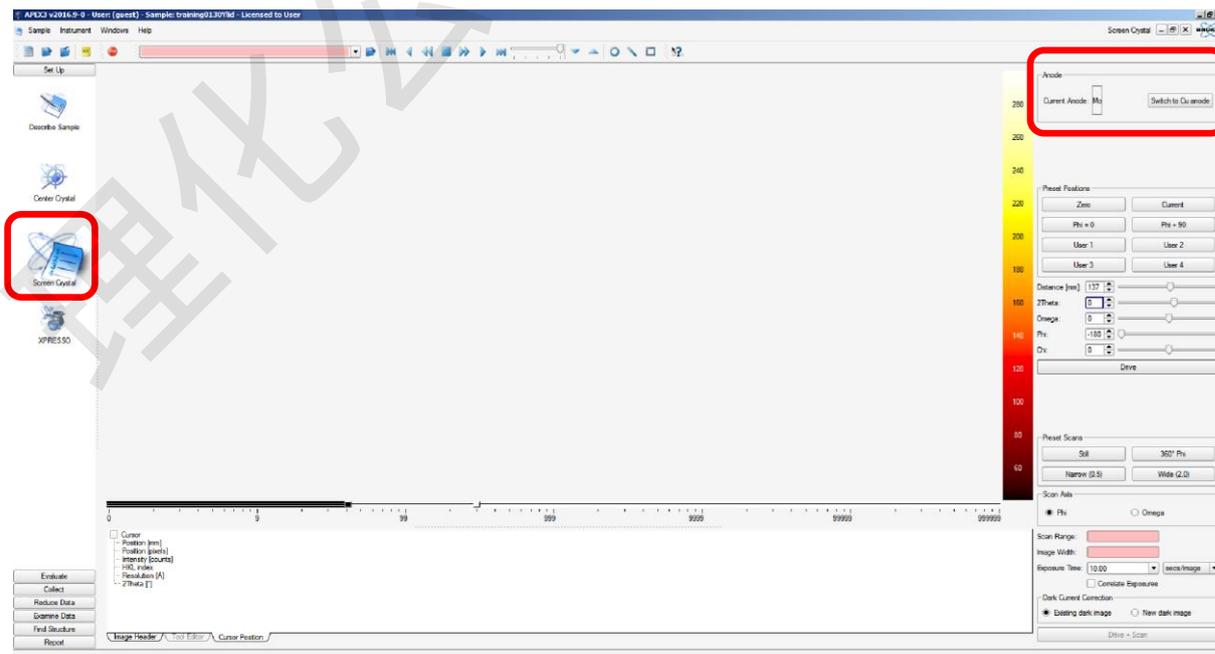


图 6-12

6.7.2 在“Set Up”选项下点击 Describe Sample，输入晶体基本参数。

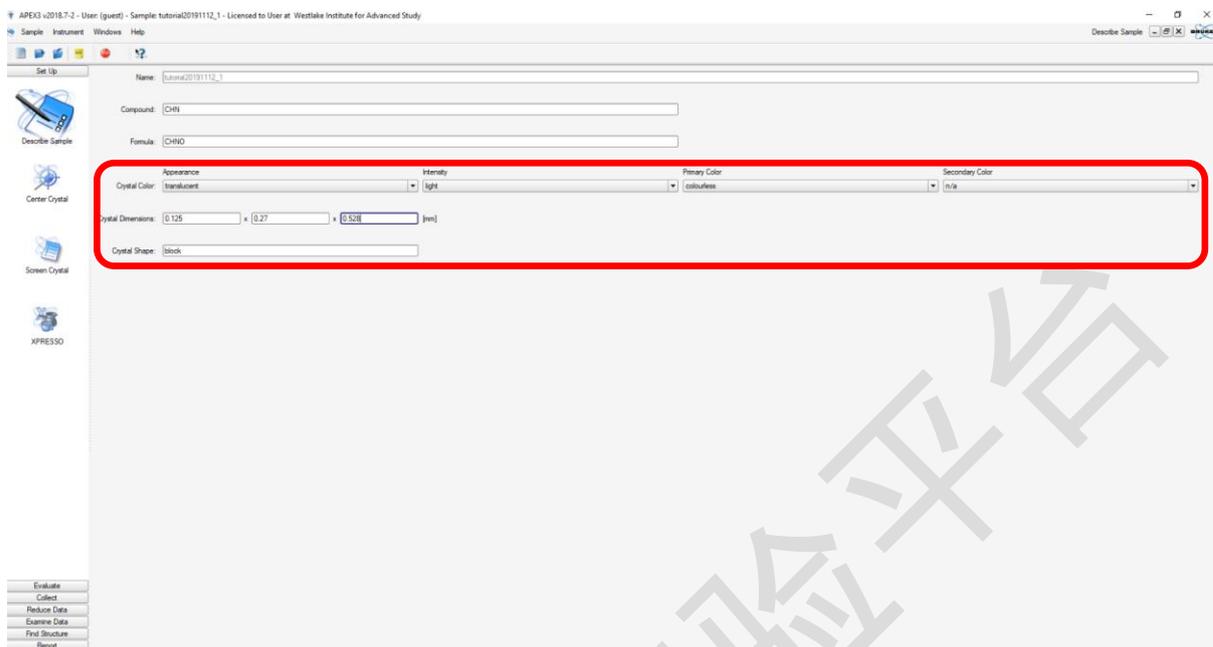


图 6-13

6.7.3 评估晶体质量，点击 Screen Crystal，设定 scan 相关参数，如 360°Phi、Run number、Image Width、 Exposure time 等参数后点击“Drive + Scan”。

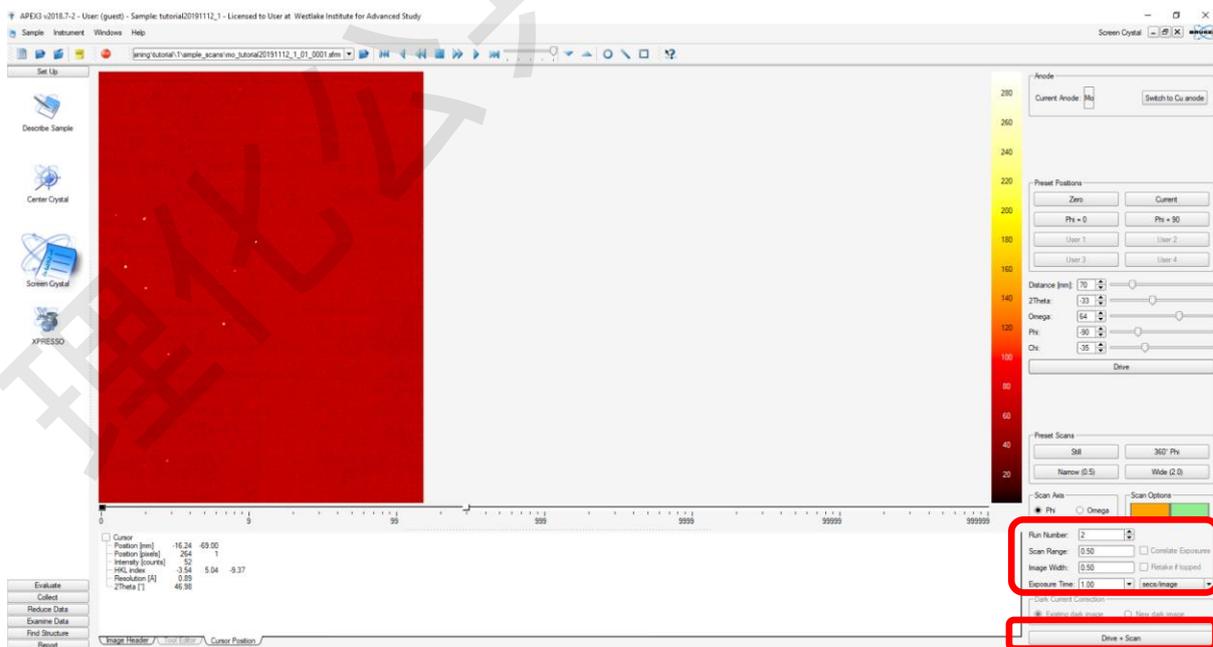


图 6-14

6.7.4 Evaluate 选项下选择 Determine Unit Cell：自动模式下直接点击 Run，确定晶胞参数。

内部文件，请勿随意转发、打印、复印

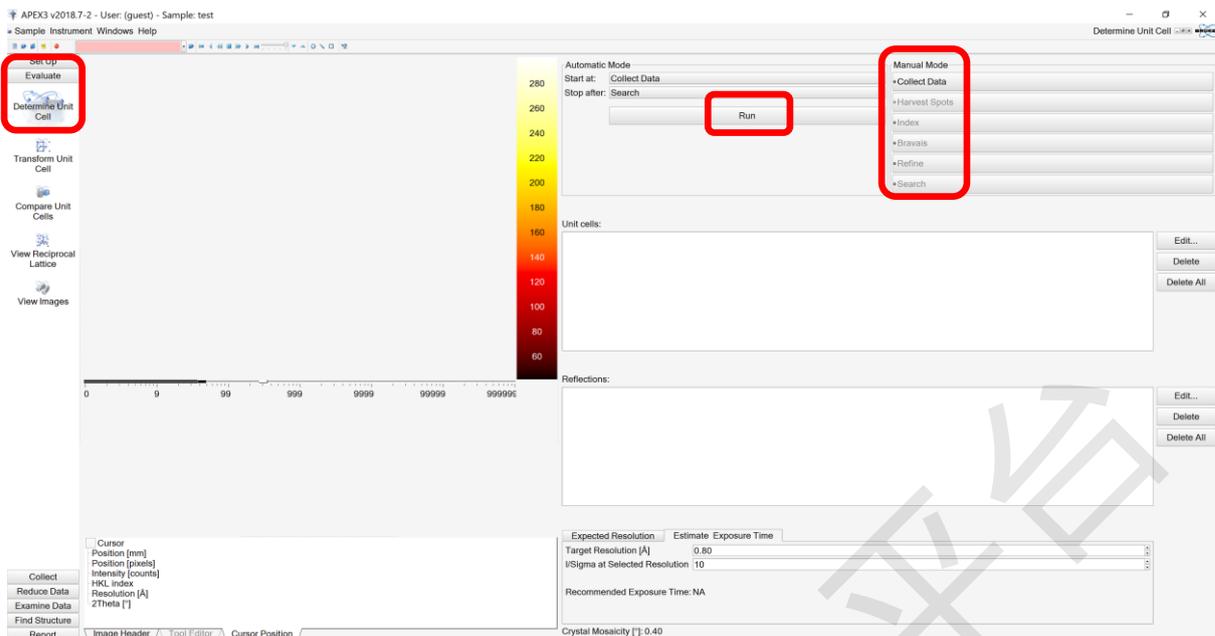


图 6-15

6.7.5 或者手动模式下依次选择 Collection Data, Harvest Spots, Index, Bravais, Refine, 确定晶胞参数。

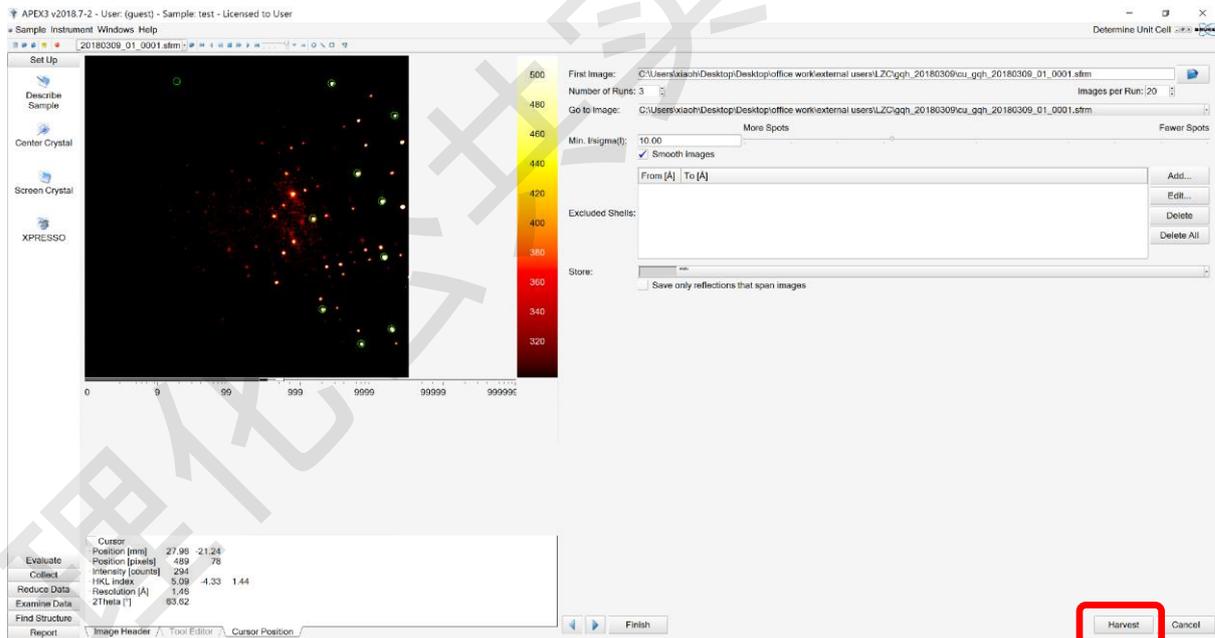


图 6-16

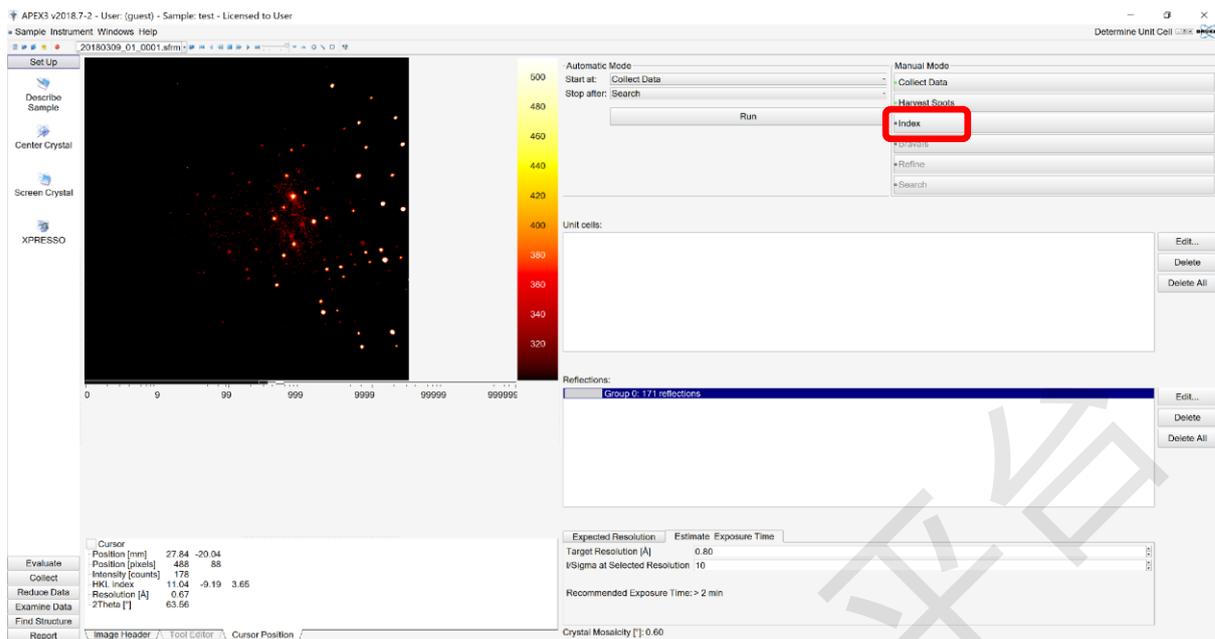


图 6-17

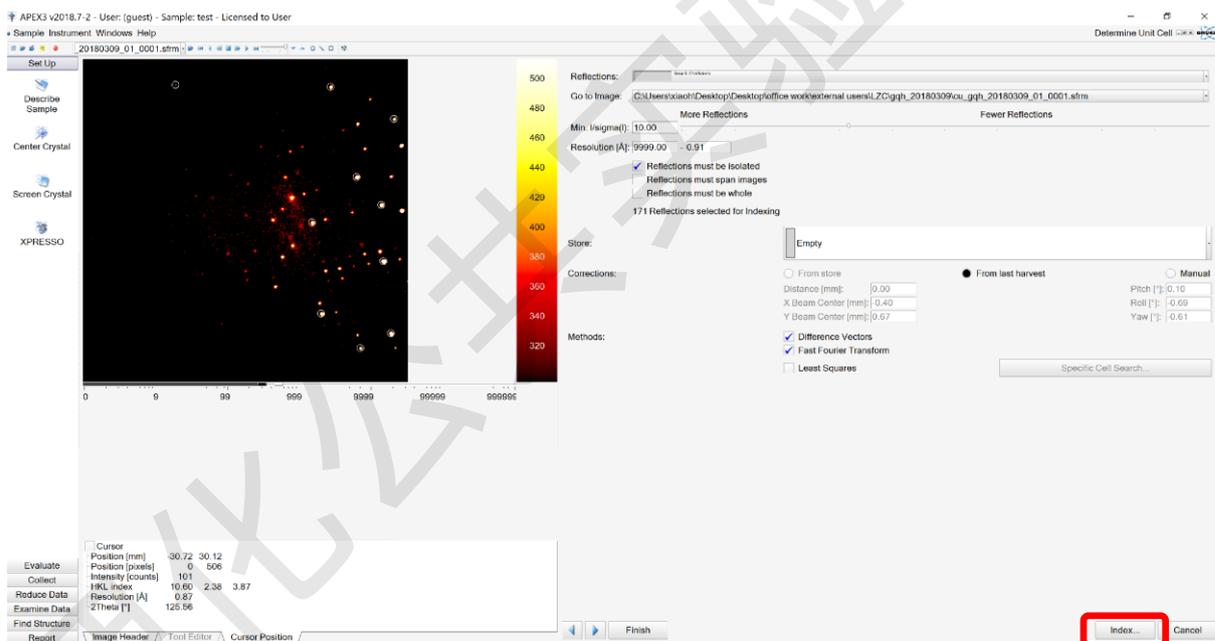


图 6-18

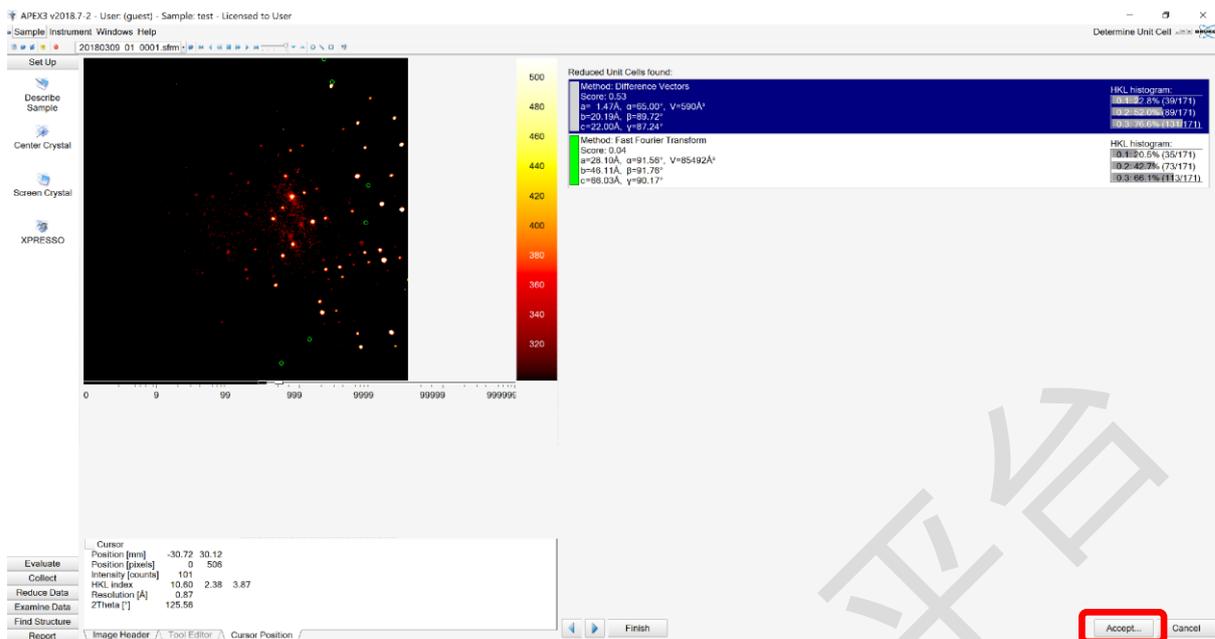


图 6-19

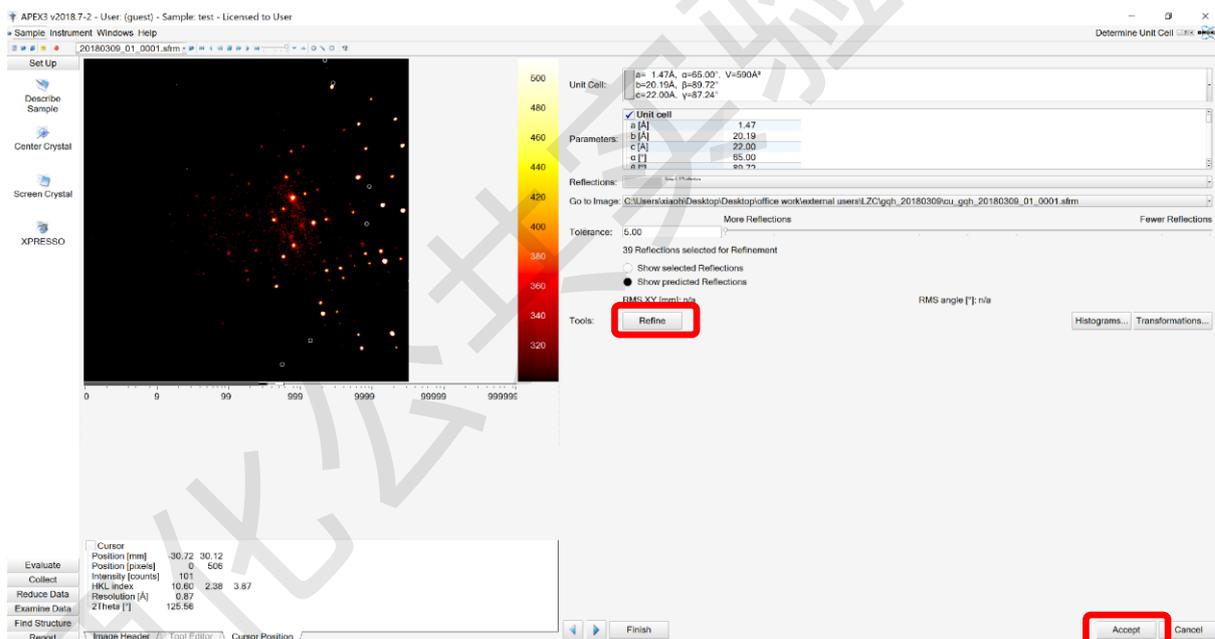


图 6-20

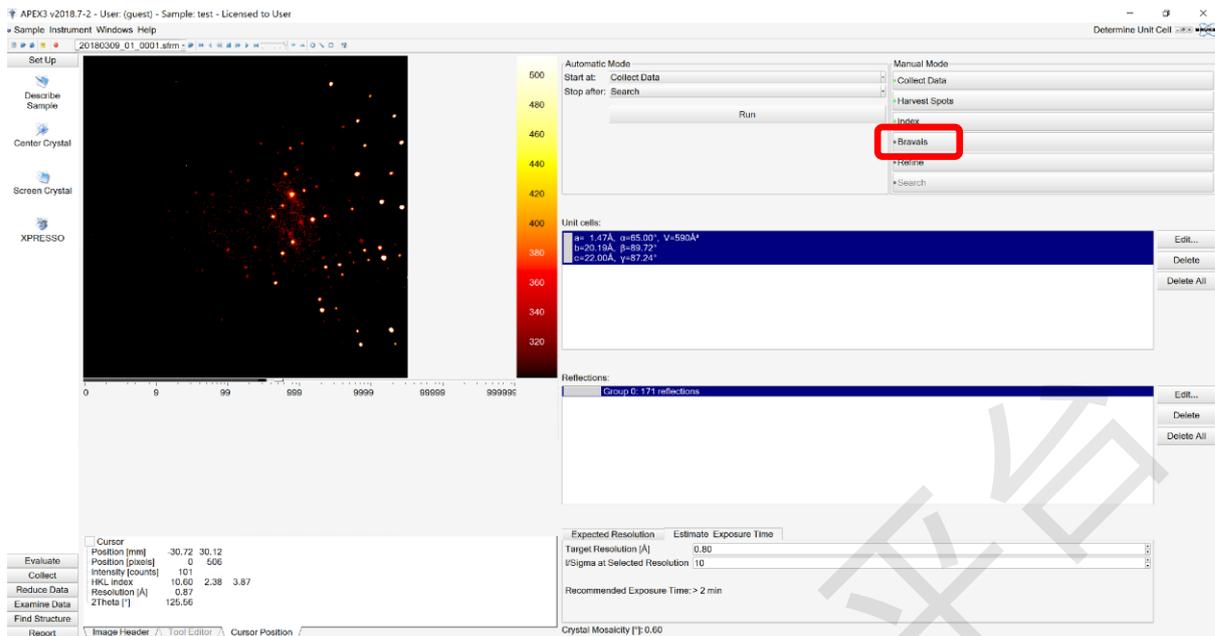


图 6-21

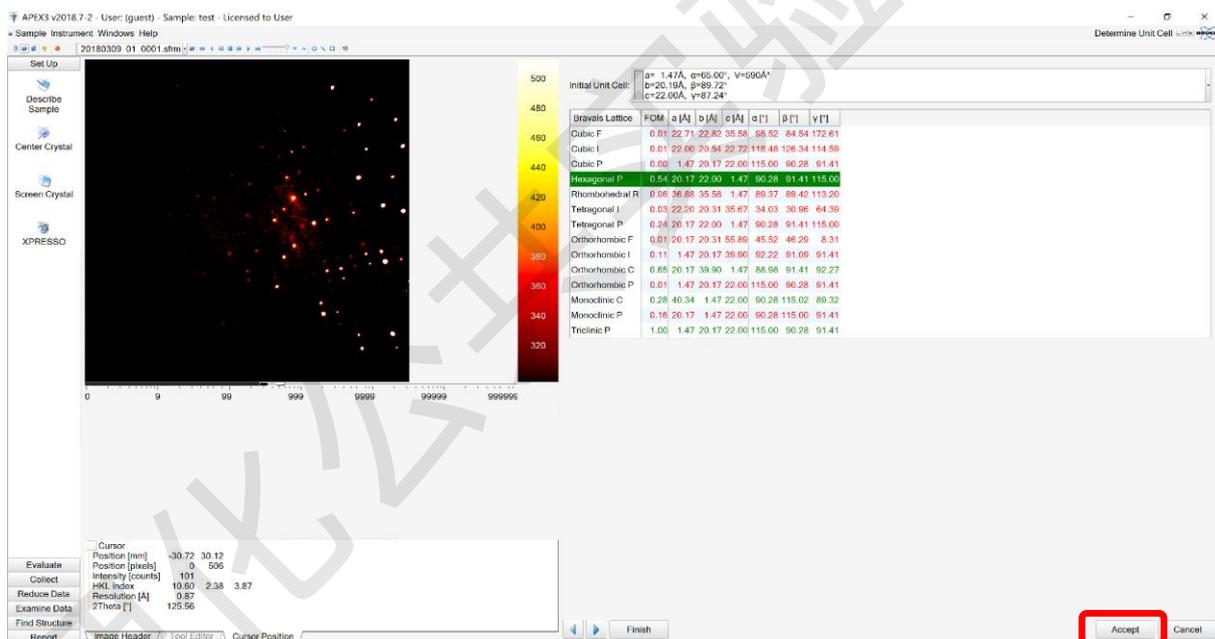


图 6-22

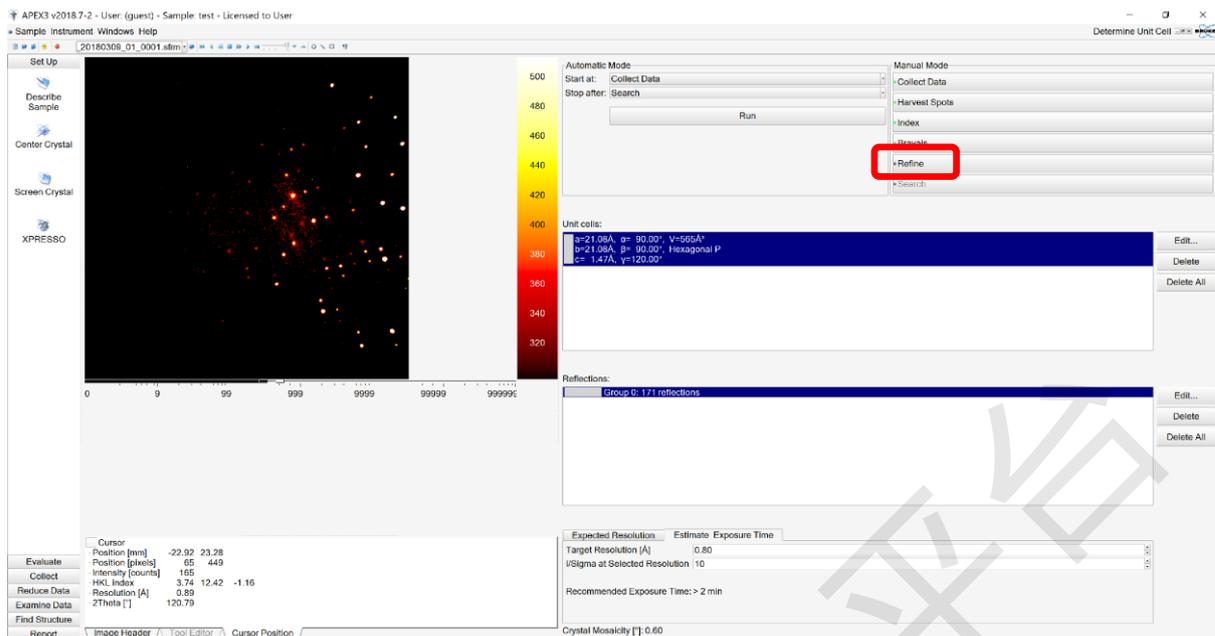


图 6-23

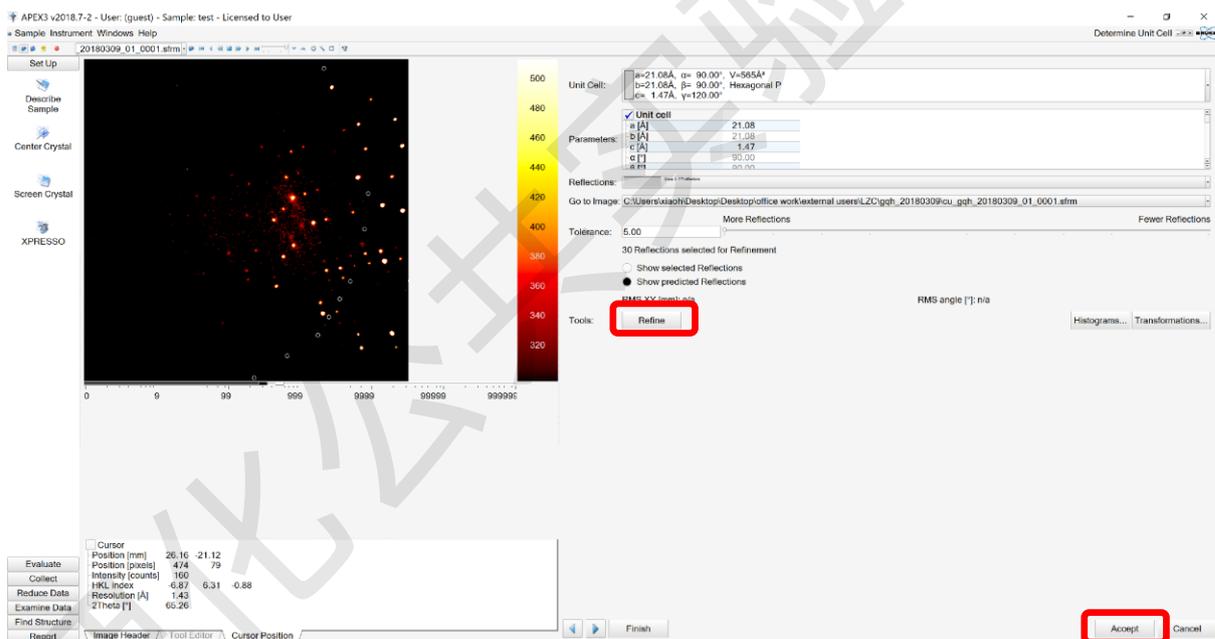


图 6-24

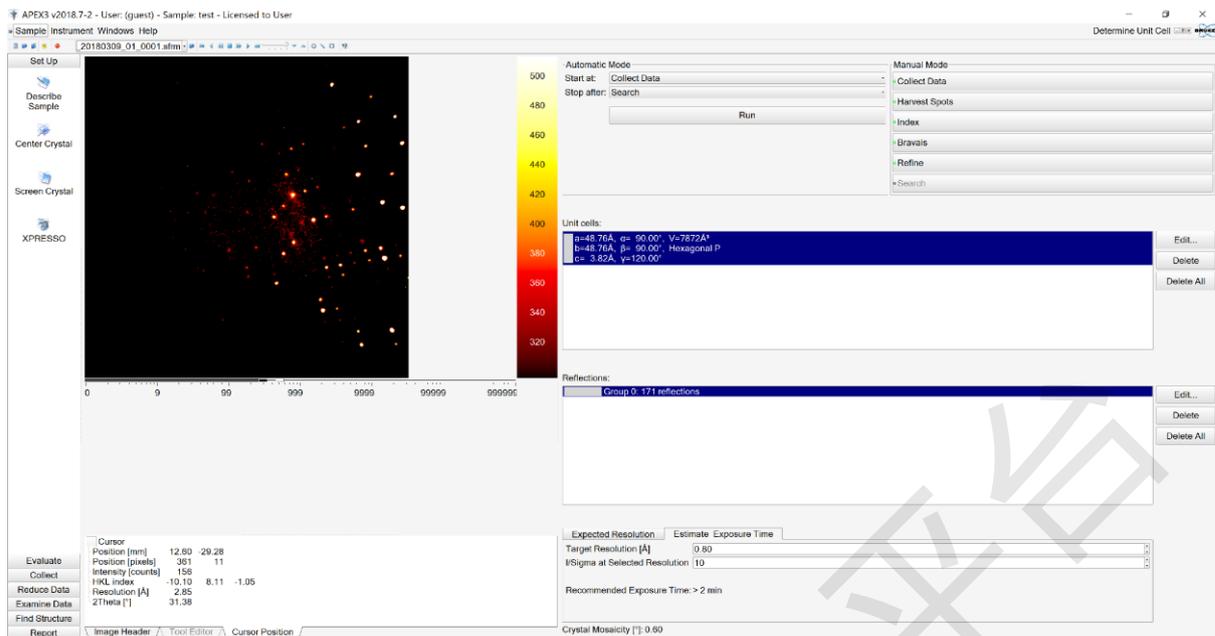


图 6-25

6.8 单晶样品数据收集

6.8.1 快速收集数据

在“Set Up”选项下点击Xpresso-快速收集整套数据及解析晶体结构，点击右下角“Start”。

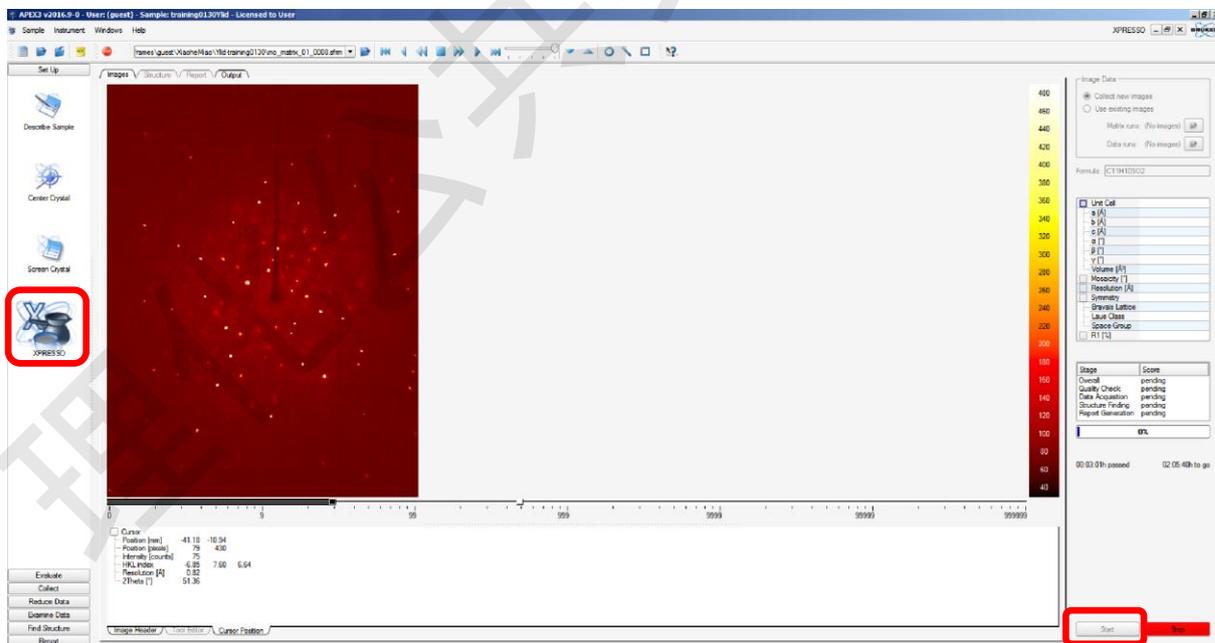


图 6-14

6.8.2 常规数据收集

6.8.2.1 计算数据收集策略:

6.8.2.1.1 在策略模式下，设定目标分辨率与对称性；

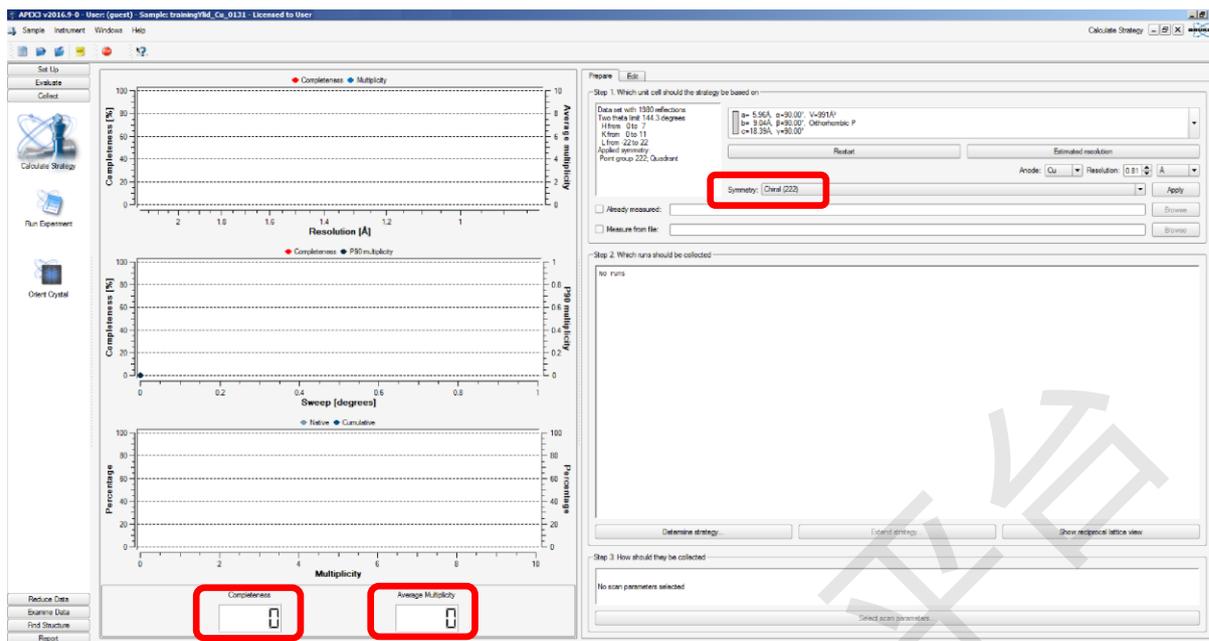


图 6-15

6.8.2.1.2 设定距离、目标完整度和冗余度；

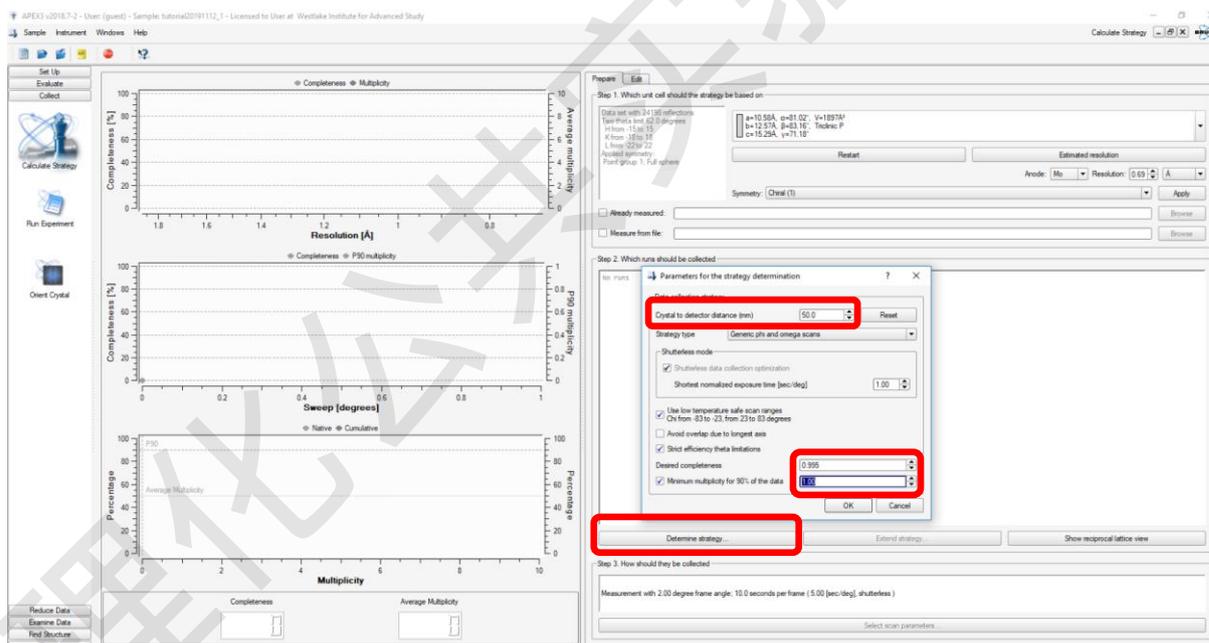


图 6-16

6.8.2.1.3 设定曝光时间与 image 角度；

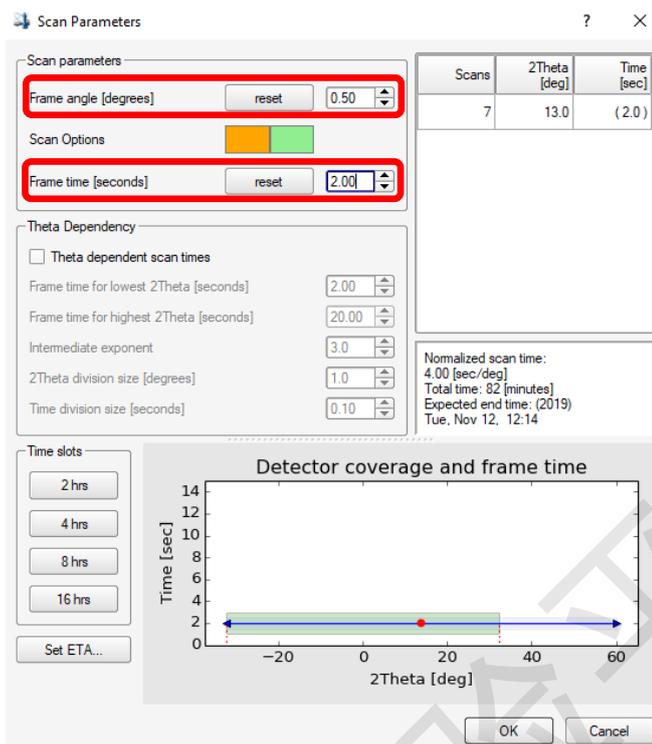


图 6-17

6.8.2.1.4 计算最优策略，点击“Determine strategy”；

6.8.2.1.5 若对策略进行修改，则点击“Edit”进行策略编辑后点击“Apply”；

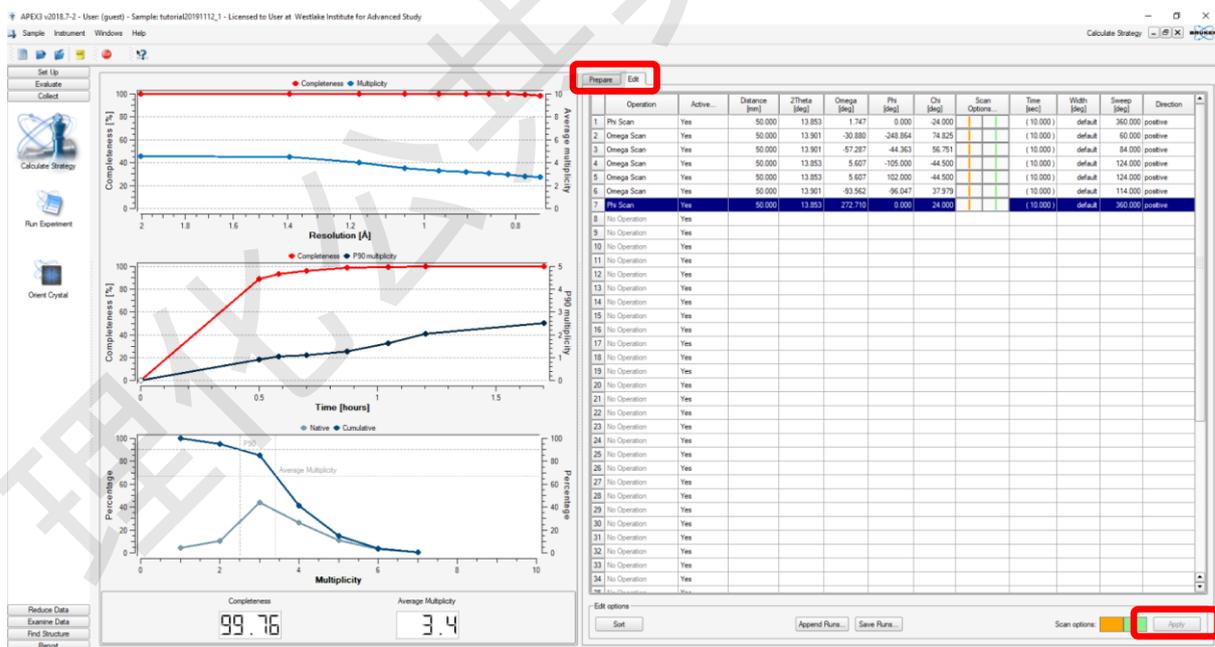


图 6-18

6.8.2.2 常规数据收集



Collect 选项下点击 **Run Experiment**，然后 Append Strategy，依次点击 Validate 和 Execute 执内部文件，请勿随意转发、打印、复印

行收集。

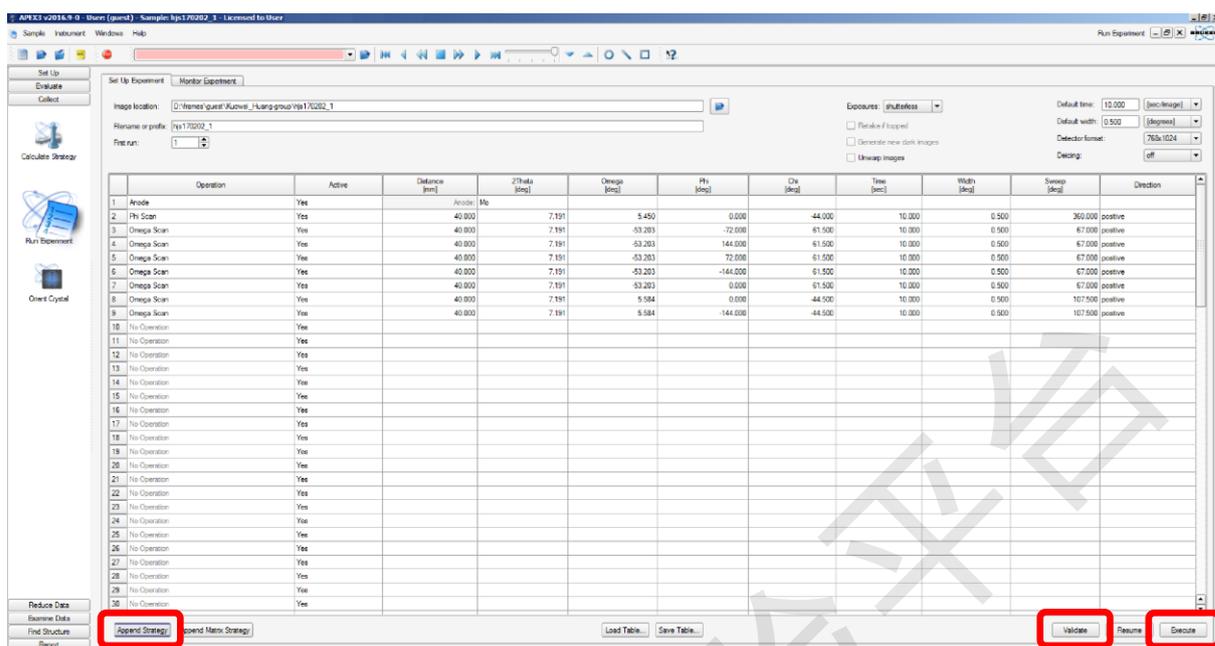


图 6-19

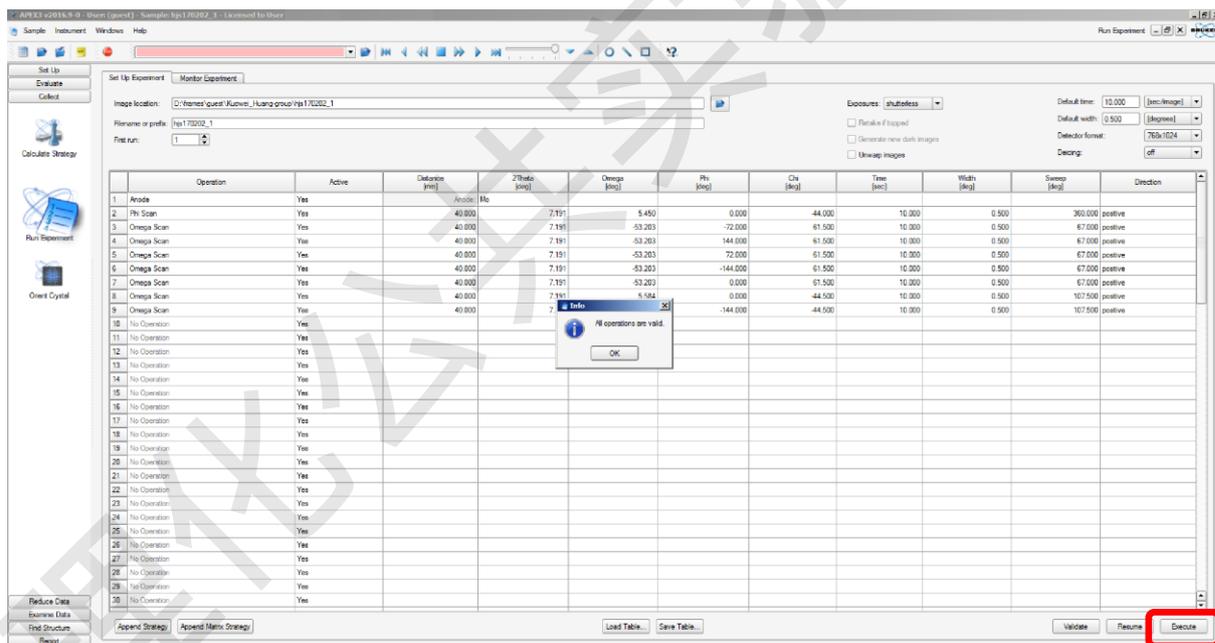


图 6-20

6.8.3 Integration

在数据收集完成后，在“Reduce Data”选项下点击  Integrate Images，Find Runs 选择收集的原始数据，点击 Start Integration，查看积分过程中实时数据状况。得到*.ls, *.p4p, *.raw 文件；

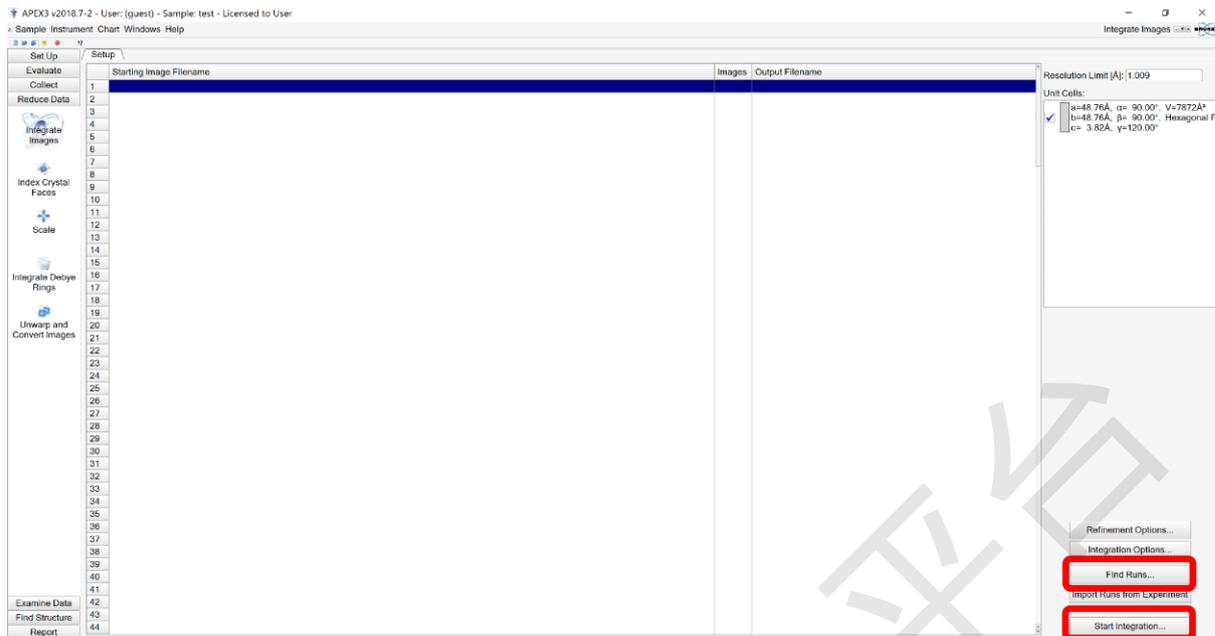


图 6-21

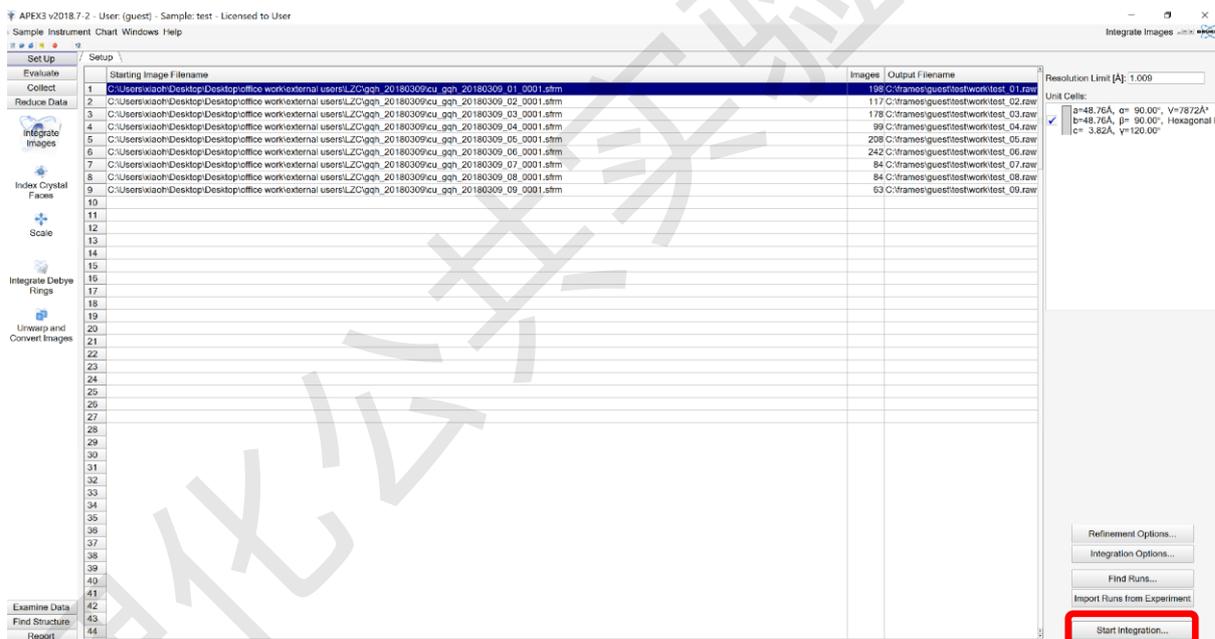


图 6-22

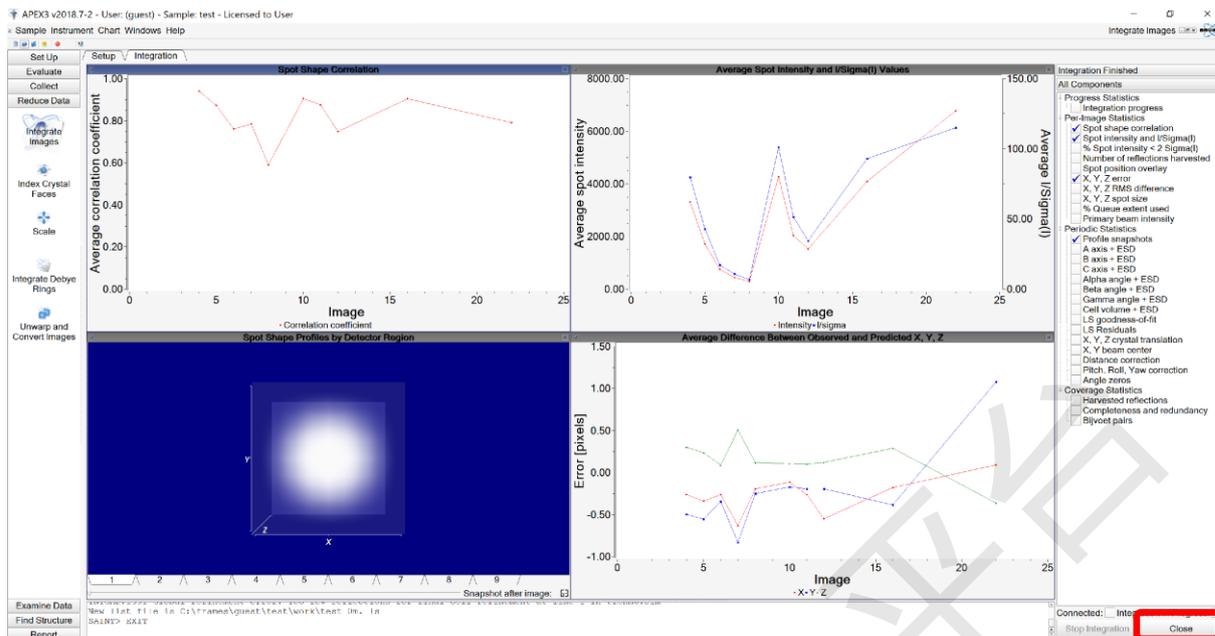


图 6-23

6.8.4 Scale

6.8.4.1 在“Reduce Data“选项下点击  Scale，在 Setup 中，在 base 栏中选择需要 scale 的积分数据，通常可选择 *0m.raw 文件，点击 next;



图 6-24

6.8.4.2 在 Parameter Refinement 中点击 Refine 后再点击 next;

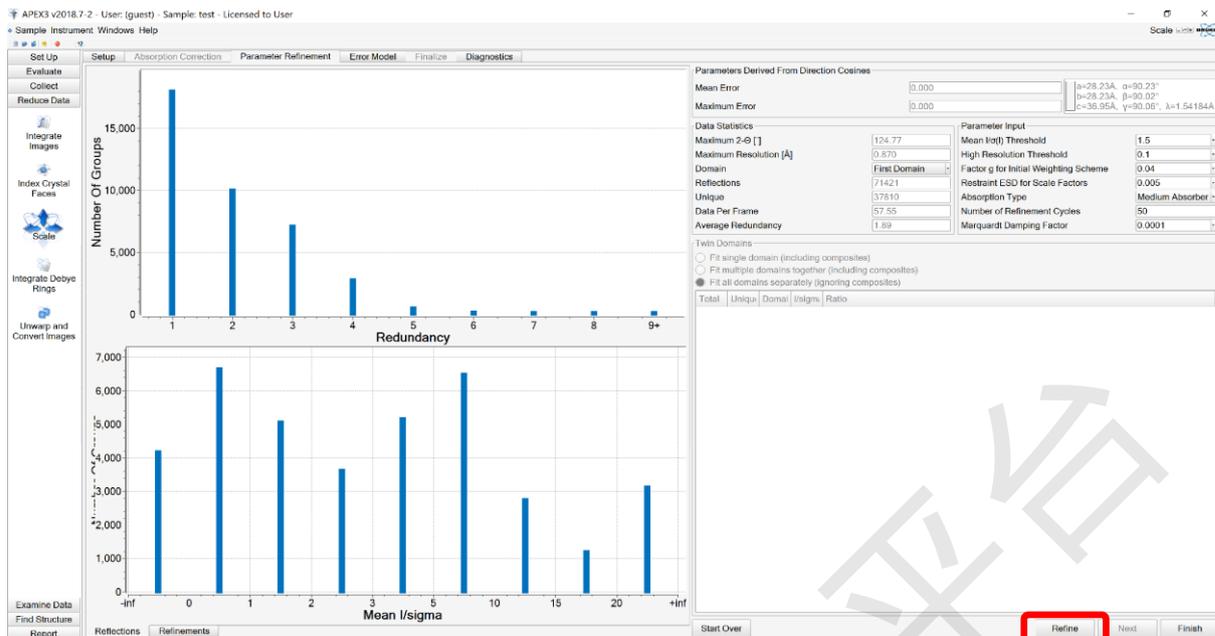


图 6-25

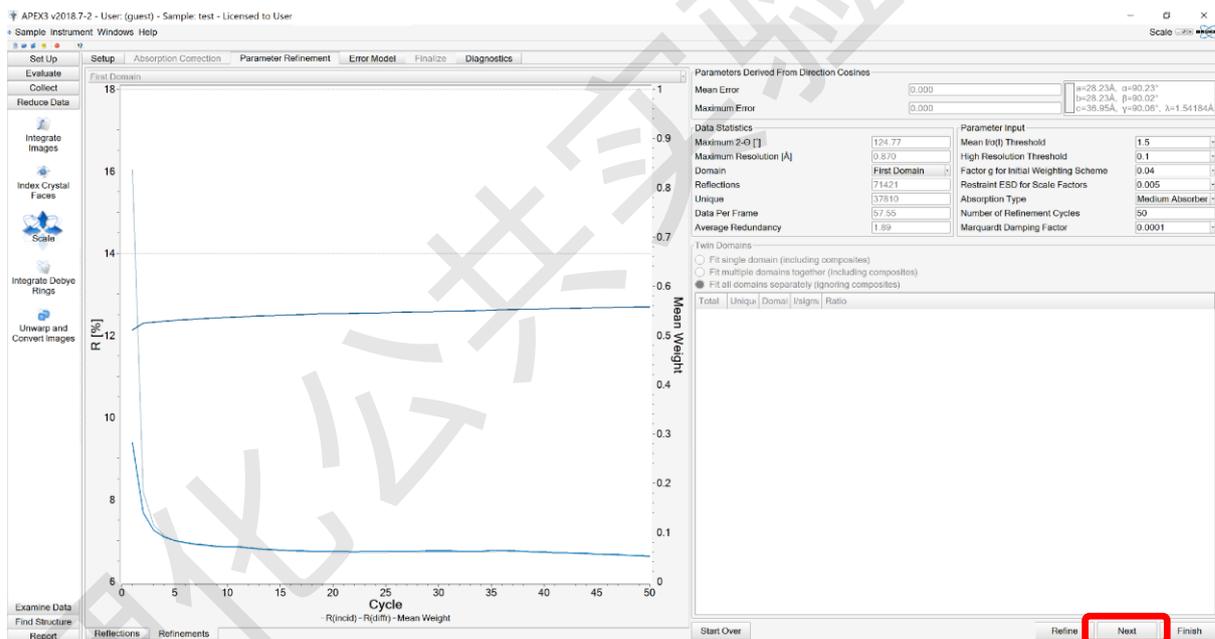


图 6-26

6.8.4.3 检查 Rint 值是否足够低, Mean Weight 是否接近 1, 点击 next, 再点击 Finish, 输出诊断图谱, 并得到*_hkl 文件和*_abs 文件;

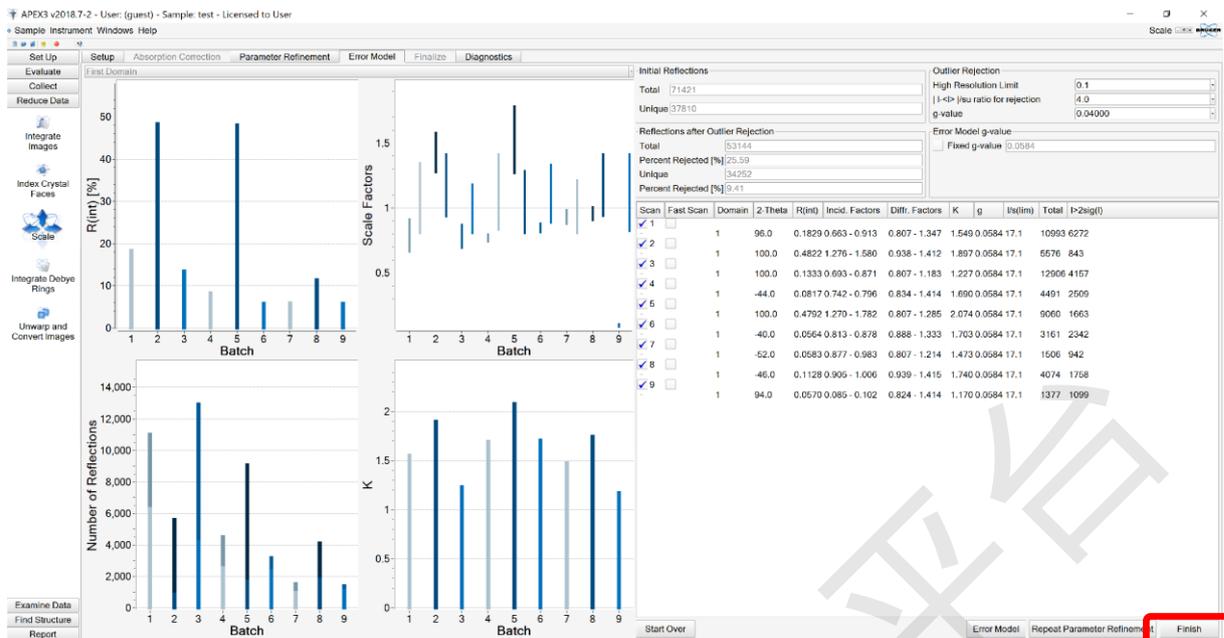


图 6-27

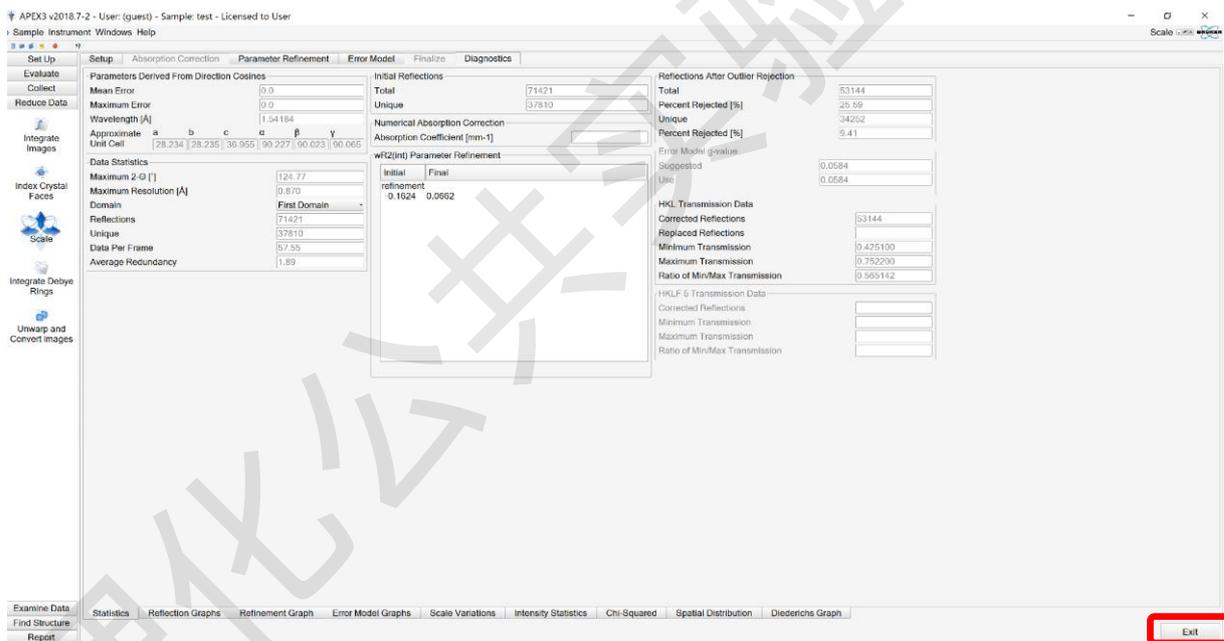


图 6-28

6.8.5 Examine Data

6.8.5.1 选择“Determine Space Groups”下，点选 output .prp file。依次选择“next”，判断空间群，直到输出*.ins 和.hkl 文件；

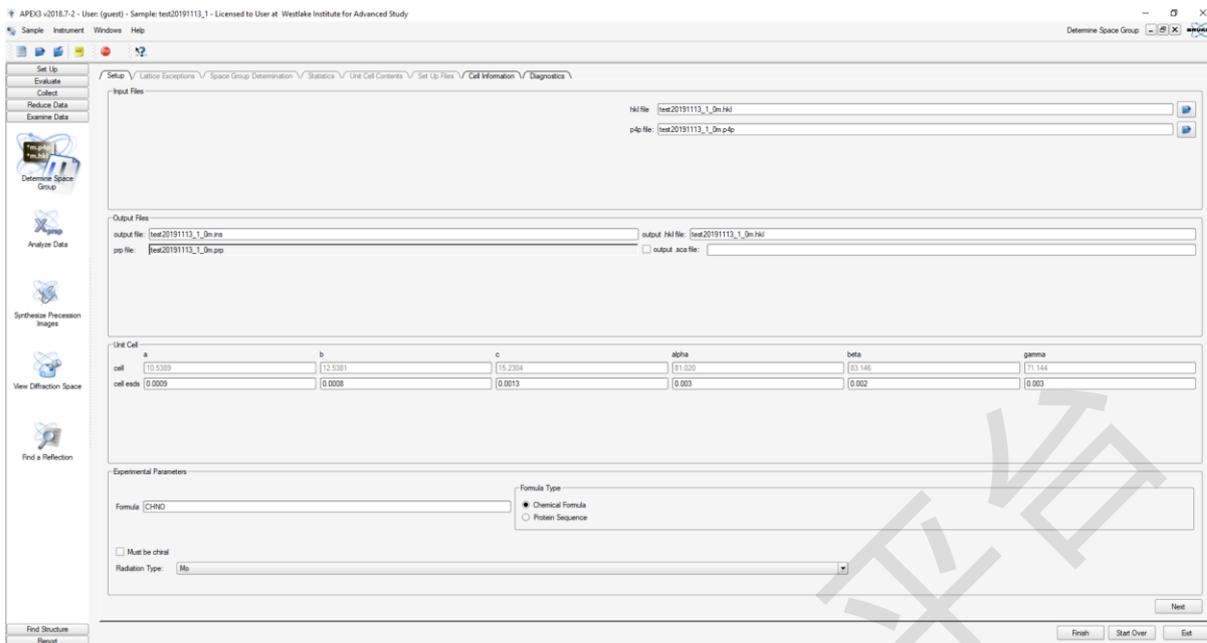


图 6-29



图 6-30

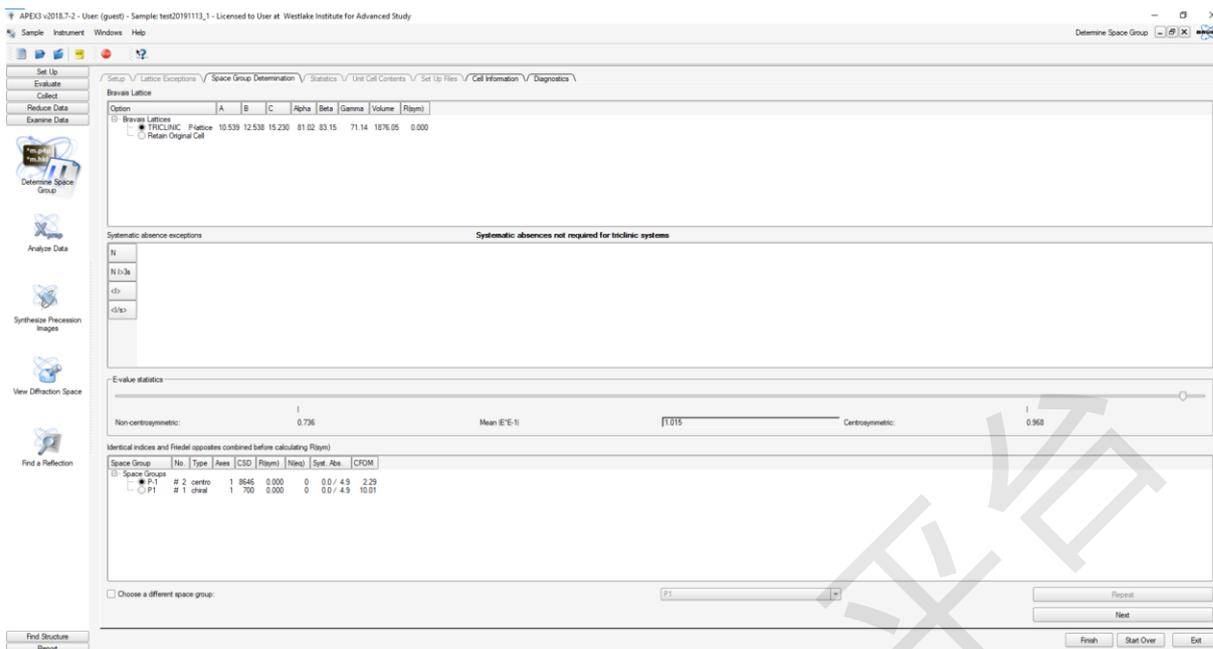


图 6-31

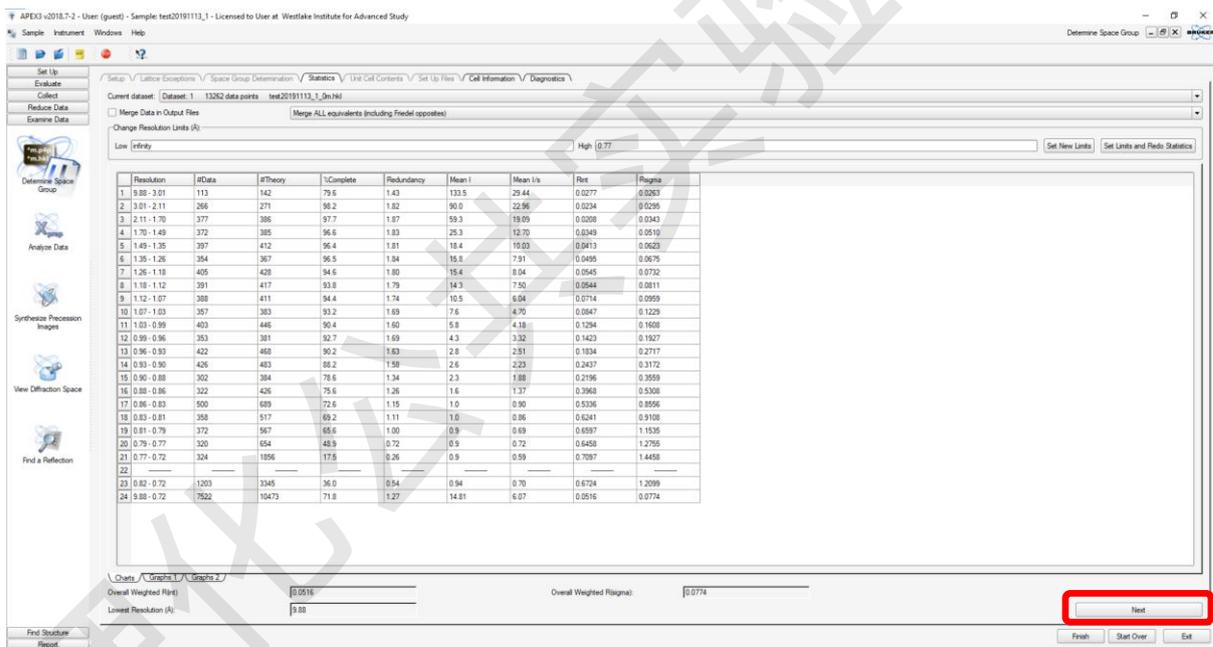


图 6-32

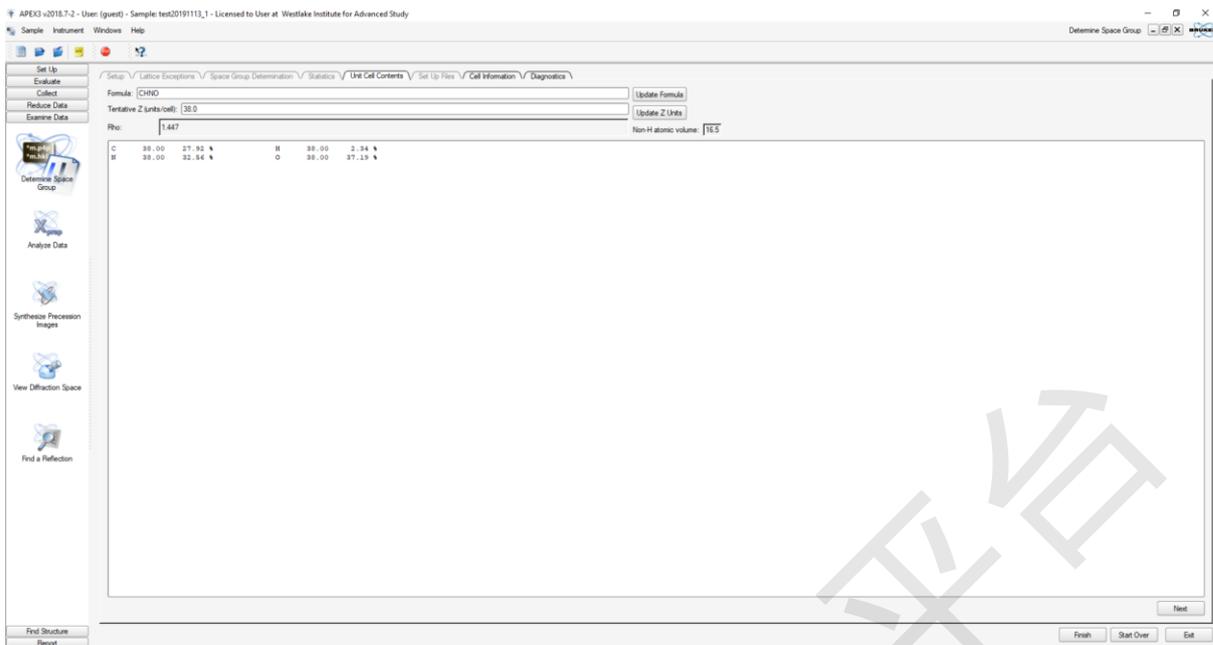


图 6-33

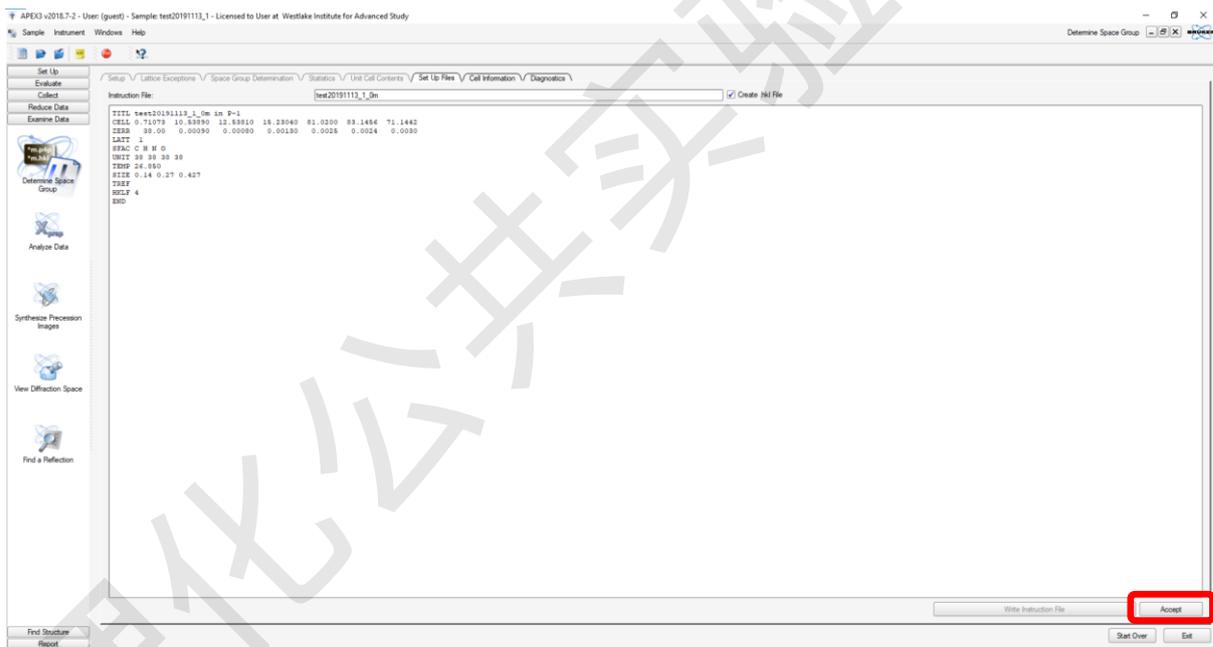


图 6-34



6.8.5.2 同样可在 Xprep 命令行模式下 **Analyze Data** 完成所有数据检查和调整的功能，连续点击“Enter”键。

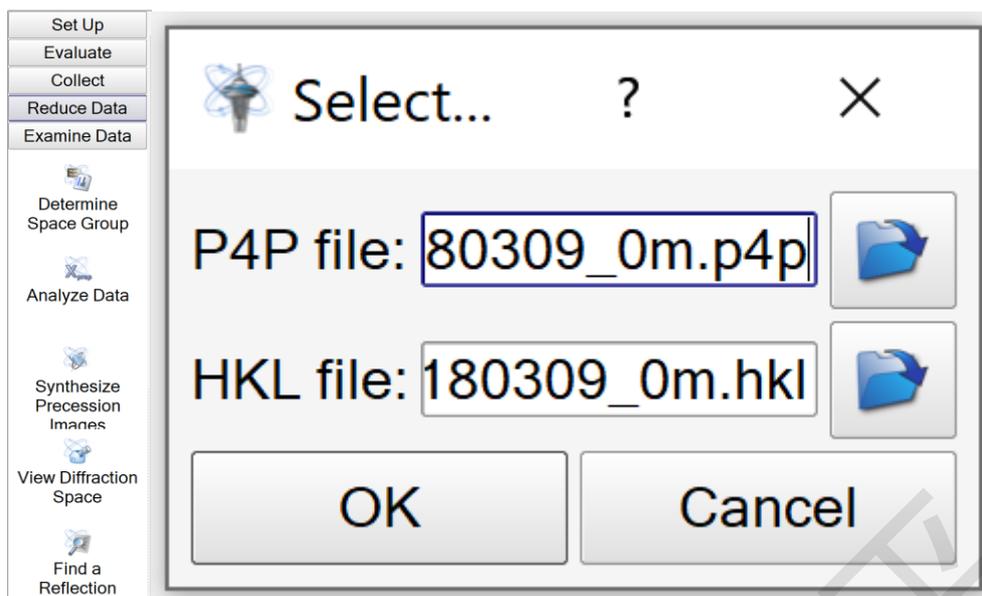


图 6-35

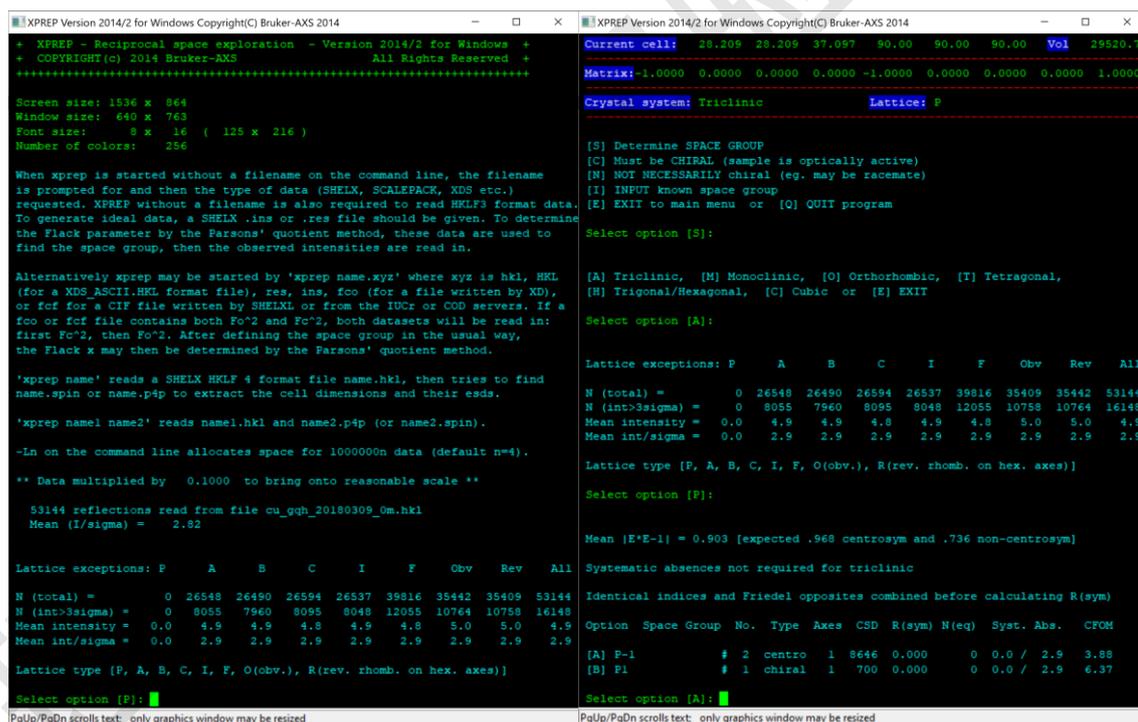


图 6-36

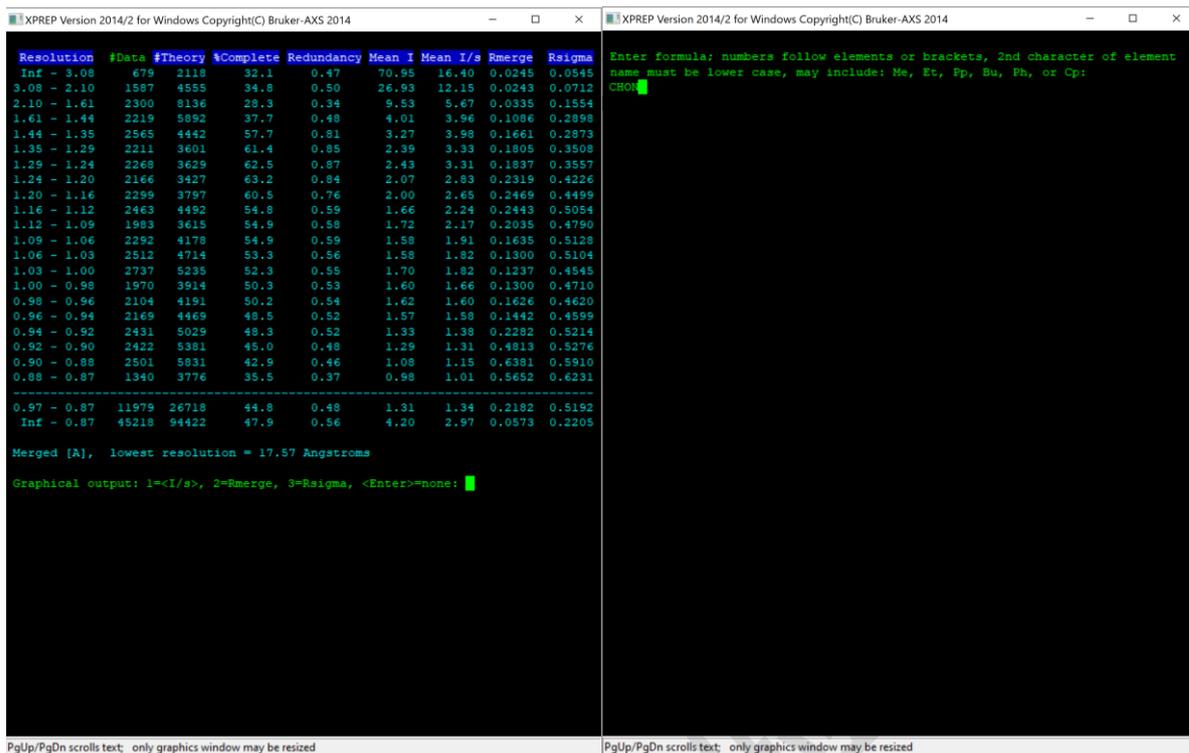


图 6-37

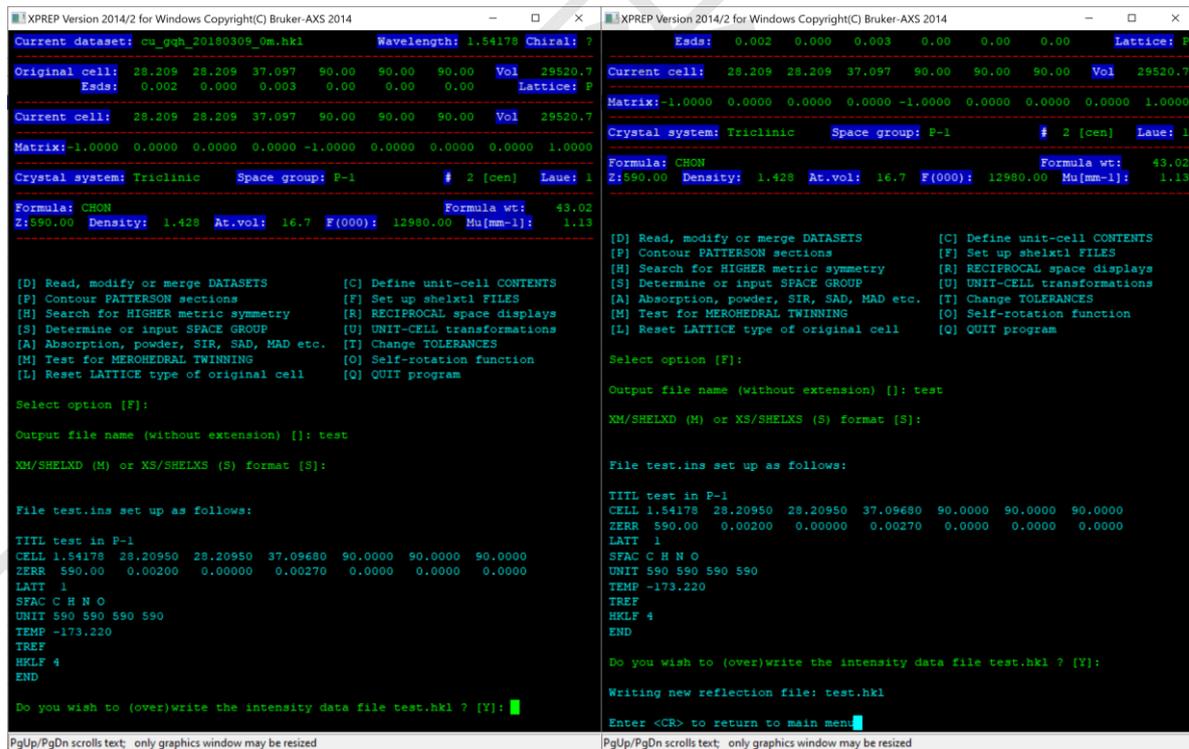


图 6-38

7. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

8. 记录

单晶 X 射线衍射仪 Bruker D8 Venture 使用记录表 V1.0

理化公共实验平台

