

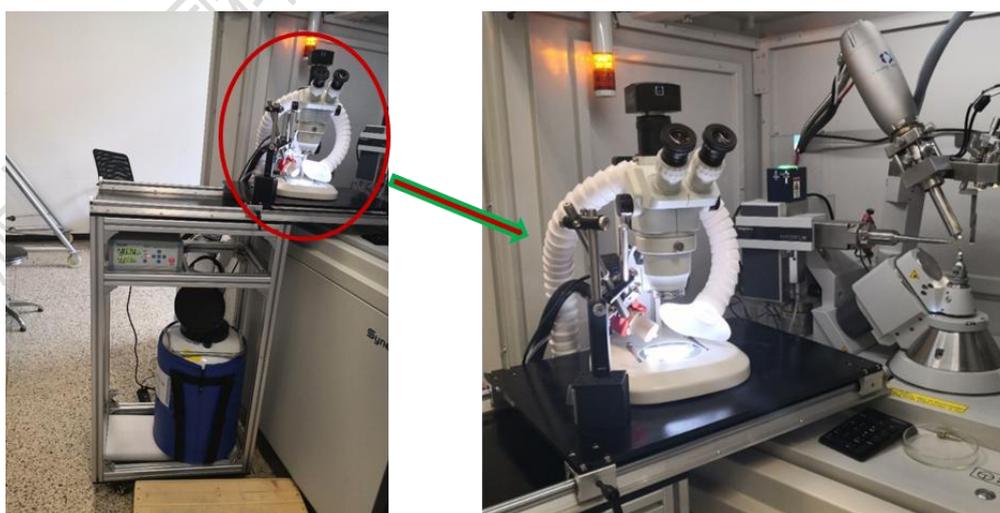
可移动单晶样品挑选台和封管装置功能介绍

►梁同玲 袁震

(分析测试中心 X 射线衍射组 电话: 010-62658187 邮箱: ltl@iccas.ac.cn)

单晶测试前需要进行样品挑选和转移两个步骤。第一个步骤是挑选，实验室制备的单晶样品通常较小（百微米尺度），需要在光学显微镜下挑选合适的单晶样品，当然有时需要对单晶实施切割“手术”得到更理想的样品，从而保证测试结果更优。挑选过程通常在室温和空气的环境下进行，一般需要几十秒到十几分钟不等，主要取决于样品的优劣和挑选人的经验。第二个步骤是转移，将样品固定在 loop（一段由高分子材料制成的环状细丝）或玻璃丝（毛细玻璃管受热条件下拉制的玻璃细丝）上，随后转移至载晶台。上述方法是对常规样品进行挑选和转移的最常用方法，但上述方法中样品挑选和转移过程均在大气环境中进行，对于包括对氧气、水、温度的敏感样品以及易失去溶剂分子而风化的空气敏感样品，其并不适用。由于空气敏感样品在挑选和转移过程中非常容易变坏，因此，对这类样品进行挑选和转移具有一定的挑战性。为此我们在中科院仪器设备功能开发技术创新项目的支持下研制了两套装置来解决空气敏感样品的挑选和转移难题。

一套是可移动单晶样品挑选台，主要解决可以脱离母液的空气敏感样品的挑选和转移难题。下面是装置实物图，主要包括氮气保护系统、显微镜、可移动挑样台、可移动支架。



●图 1、可移动单晶样品挑选台

我们的设计思路一是样品挑选时根据样品的特点给与一定的保护措施,防止样品挑选时变坏;二是尽量缩短挑晶台与载晶台之间的距离,防止样品在转移过程中变坏。挑样时可把整体装置移动到仪器外,挑晶台移动到仪器屏蔽仓内,上样完毕,整个装置可以快速方便的移开,不影响样品测试和仪器维护维修。

另一套装置是一体式封管装置,主要解决不能脱离母液的样品挑选和转移难题。主要有双层玻璃管、一体式底座和移液器组成。

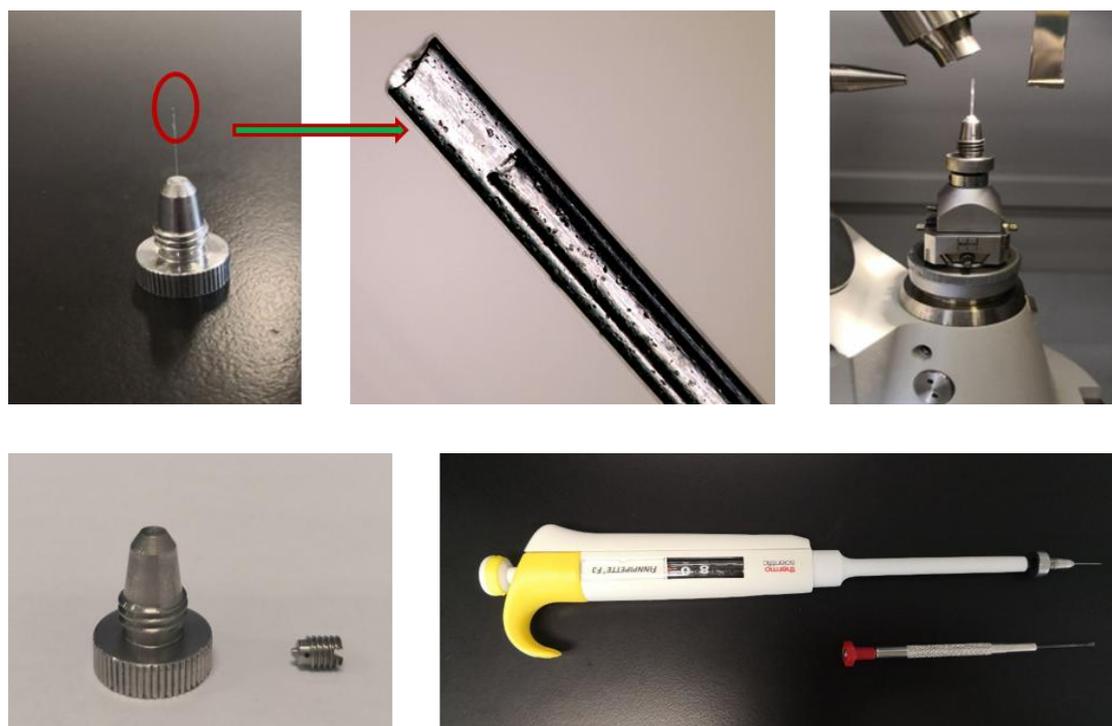


图 2、一体式封管装置

双层玻璃管用来固定和密封样品;底座与仪器载晶台相匹配;移液器用来吸取样品。取样时将底部螺丝拧松,此时移液器、底座和玻璃管是互通的,取样完成后用石蜡或者粘稠度较高的油将双层玻璃管的上端密封,然后取下移液器,拧紧底端螺丝。这样就保证了样品被密封在玻璃管中,且一直处在母液的氛围中。另外一体式封管装置还可以与可移动单晶样品挑选台配合使用,低温下封管。下图是一有机分子在常规条件下测试和用封管装置测试的衍射照片。此样品是用二氯甲烷培养的,晶体脱离母液后迅速风化变坏。图三是没有封管测试的最好的衍射照片,衍射点明显连在一起,晶胞参数找不准;图四是封管测试的衍射照片,衍射点明显变好,整体数据质量良好。其晶胞参数: $a = 9.5594 \text{ \AA}$, $b = 10.2301 \text{ \AA}$, c

$= 17.7293 \text{ \AA}$, $\alpha = 94.232^\circ$, $\beta = 104.68^\circ$, $\gamma = 109.816^\circ$; $R_{\text{equivalents}} = 0.1177$,
 $\text{sigmaI/netI} = 0.058$ 。

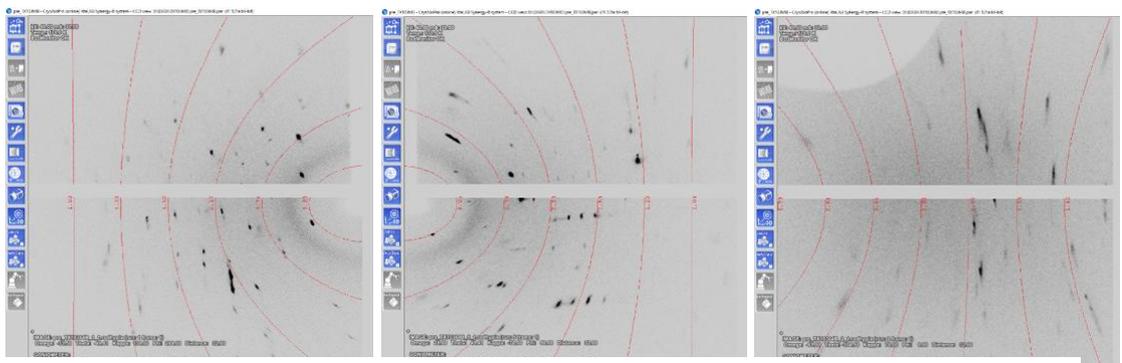


图 3、常规条件下测试的衍射照片

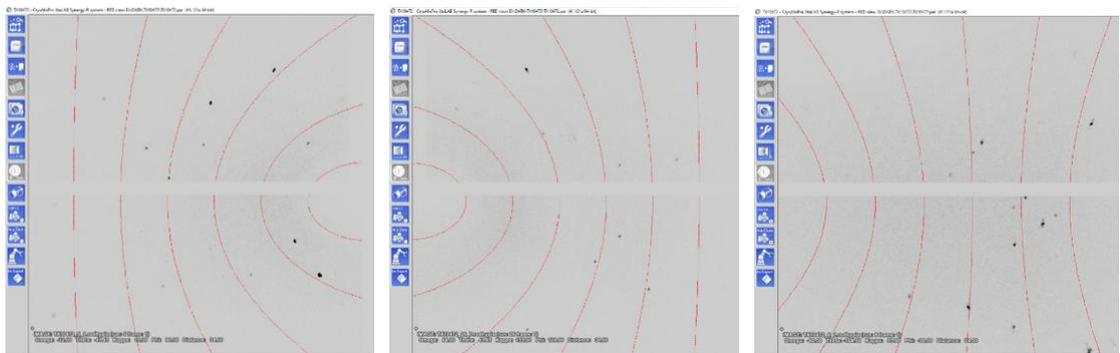


图 4、封管测试的衍射照片

现在我们实验室能够在 $-50\text{ }^\circ\text{C}$ —室温的氮气保护下、在仪器内部进行样品的挑选和粘贴，并且能够 1 s 快速转移样品；我们有了新的封管装置，实现了一步快速封管。这将有效解决各种空气敏感样品的挑选和转移难题，提高衍射数据质量和样品测试成功率。

致谢：

感谢分析测试中心丁丽萍老师对稿件的多次审读和编辑加工！