

X 射线衍射组

第一部分、实验室安全

本实验室的工作内容为测试和数据分析，请遵守仪器操作规程，禁止各类化学合成实验。

第二部分、样品制备

参看培训电脑中的相关视频文件。

第三部分、上机操作

仪器一、P1 多晶 X-射线衍射仪



1. 准备好样品后，按仪器控制面板上的 DOOR 按钮，等待听到“滴滴”的提示音后，打开衍射仪的防护门，将已经准备好的样品放到测角仪的样品卡槽处，将衍射仪的防护门关闭。
2. 到仪器控制电脑前，打开控制软件，设定扫描范围（默认 10 到 90deg）和扫描速度（默认 8deg/min）等参数，然后按“执行”（EXECUTE）键。
3. 测试完毕后，打开软件 JADE 或 HighScore+，依次做平滑，寻峰，输出报告，打印，然后保存为文本文件 (*.txt)。

仪器二、P2 多晶 X-射线衍射仪



1. 请先按 UNLOCK 按钮，再打开仪器门。
2. 点击 File，单击 Open Program 按钮打开 Open Program 对话框；然后选中第一个测量程序，点击 Open。
3. 点击 Open 后，打开 Prepare Absolute Scan 对话框。设置起始角 Start angle、终止角 End angle 和每步停留的时间 Time per step，（数值越大，测试总时间 Total time 越长，根据测试要求，自行设置更改），step size 数值一般无需更改，设置好后程序可自动计算测试所用的时间。然后关闭 Prepare Absolute Scan [1]对话框并保存。
4. 点击 Measure Program，打开 Execute Program 对话框，选中第一个测量程序，点击 Open。
5. 点击 Open 后，打开 Start 对话框。在 Start 对话框里的 file name 处填写好数据生成文件的名称 file name 按记录本上的顺序统一编写，请勿添加自己的标记，例：P2-19-122，P2 代表仪器代号，19 代表 2019 年，122 代表 2019 年的第 122 个样品，序号顺延）。在 Sample ID 里填写好样品名称。填写好后，点击 Ok，开始测试。

仪器三、P3 多晶 X-射线衍射仪



1. 请先按 UNLOCK 按钮，再打开仪器门。
2. 点击 File，单击 Open Program 按钮打开 Open Program 对话框；然后选中第一个测量程序，点击 Open。
3. 点击 Open 后，打开 Prepare Absolute Scan 对话框。设置起始角 Start angle、终止角 End angle 和每步停留的时间 Time per step，（数值越大，测试总时间 Total time 越长，根据测试要求，自行设置更改），step size 数值一般无需更改，设置好后程序可自动计算测试所用的时间。然后关闭 Prepare Absolute Scan [1]对话框并保存。
4. 点击 Measure Program，打开 Execute Program 对话框，选中第一个测量程序，点击 Open。
5. 点击 Open 后，打开 Start 对话框。在 Start 对话框里的 file name 处填写好数据生成文件的名称 file name 按记录本上的顺序统一编写，请勿添加自己的标记，例：P3-19-222，P3 代表仪器代号，19 代表 2019 年，222 代表 2019 年的第 222 个样品，序号顺延）。在 Sample ID 里填写好样品名称。填写好后，点击 Ok，开始测试。

仪器四、单晶 X-射线衍射仪-2



1. 按 DOOR 按钮，等待听到“滴滴”的提示音后，打开衍射仪的防护门，取出侧角头。
2. 到显微镜下挑选单晶样品，并将其粘在侧角头的尖端。
3. 将粘有晶体的侧角头放到侧角头的基座上，旋紧螺丝。
4. 到仪器控制电脑前，打开控制软件，把晶体的中心调整到与摄像头的十字叉丝中心重合，关闭衍射仪的防护门。
5. 进入控制软件，先做指标化 (INDEX)，选中合理的晶胞参数。
6. 根据 LAUE 群，设定合理的数据收集策略，保证完全度 (completeness) 在 95% 以上，冗余度 (redundancy) 在 2-3 之间，开始收集数据。
7. 结束后，对数据作积分，吸收校正和还原，最后得到 hkl 文件。

仪器五、单晶 X-射线衍射仪-3



1. 按 DOOR 按钮，等待听到“滴滴”的提示音后，打开衍射仪的防护门，取出侧角头。
2. 到显微镜下挑选单晶样品，并将其粘在侧角头的尖端。
3. 将粘有晶体的侧角头放到侧角头的基座上，旋紧螺丝。
4. 到仪器控制电脑前，打开控制软件，把晶体的中心调整到与摄像头的十字叉丝中心重合，关闭衍射仪的防护门。
5. 进入控制软件，先做指标化 (INDEX)，选中合理的晶胞参数。
6. 根据 LAUE 群，设定合理的数据收集策略，保证完全度 (completeness) 在 95% 以上，冗余度 (redundancy) 在 2-3 之间，开始收集数据。
7. 结束后，对数据作积分，吸收校正和还原，最后得到 hkl 文件。

仪器六、单晶 X-射线衍射仪-4



1. 双击电脑桌面的仪器控制软件（online 版），等待仪器自检，当窗口显示 CCD Ready 和 RED Ready，表示仪器自检完成，可以上样。
2. 点击软件窗口中的 START/STOP 按钮，然后点击 Start new，在弹出的窗口中点击 Mount 按钮，将弹出 Crystal video 窗口，打开仪器屏蔽舱门，开始上样，进行晶体对心，晶体对心完毕，关屏蔽舱门，按 Door Ok 按钮。
3. 点击 Crystal Video 窗口中 Exit 按钮，再点击 SM Screening 下的>按钮，打开 Tab based screening options 窗口，设置曝光时间，点击 OK Screen。
4. 点击 Pre-experiment 按钮，开始预实验，预实验结束自动弹出数据收集策略的窗口，既可使用此策略进行数据收集，也可根据情况自己设置参数，按 Start experiment 按钮进行数据收集。
5. 数据收集的过程中软件自动进行数据还原和自动结构解析，复杂数据仍需人工

干预，找工作人员帮助。

第四部分、数据处理

多晶测试数据原始格式为 raw 或 xrdml，用软件 Jade 或 HighScorePlus 转换成文本 txt 格式后，再通过邮件发送，格式转换如果遇到困难，可以参看多晶培训视频文件。单晶数据会自动处理为 hkl 和 p4p 两个原始文件，多数情况有我组工作人员做结构解析，如果自己有能做结构解析，可以将这两个文件发送邮箱，如果需要存留原始衍射照片（通常一套数据包含上百张衍射照片，因此文件容量较大），可以使用大容量 U 盘或移动硬盘将原始衍射照片复制带走。对有兴趣做单晶结构解析的人员，我组定期举办培训班。

第五部分、测试注意事项

由于 X-射线属于放射类射线，因此我组的 X-射线衍射仪都具有防护罩和安全保护系统，在放置样品进入样品台前，需要按下安全解锁按钮，待仪器提示安全后，方可开启防护门，然后放入样品，最后关好防护门，然后才可以开启射线进行测试。

第六部分、常见问题及解决

最常见的问题是，在开启 X-射线衍射仪的防护门之前，忘记按下安全解锁按钮，或者关防护门时没有关严，这两种情况都导致仪器直接关闭 X-射线源和 Related 的高压发生器，从而无法测试。解决方法是，首先将防护门关好，然后重新开启高压发生器，再开启 X-射线，并设置电压和电流到达测试使用的功率，然后才可以进行测试。