

北京大学

化学与分子工程学院

稀土材料化学及应用国家重点实验室

生物有机与分子工程教育部重点实验室

Agilent Demo 实验室

Agilent SuperNova Dual CCD X-射线单晶衍射实验室

(化学楼 A 栋 B18 室) 使用规定

Agilent SuperNova Dual X-射线单晶面探衍射系统使用

规定

化学楼 A 栋 B18 室使用规定

1. 化学楼 A 栋 B18 室内目前安放有 Agilent SuperNova CCD Dual X-射线单晶面衍射系统和 Rigaku Rapid IP X-射线单晶面衍射系统和数台计算机，是大型精密贵重仪器。为了保证仪器、计算机等的正常使用和安全，同时避免 X-射线对人身造成损伤，特制定本规定，请严格遵照执行。
2. 非本实验室工作人员和授权仪器使用人员，未经本实验室主管教师同意，不得擅入本室。
3. 严禁儿童进入本室。
4. 非授权仪器操作人员不许擅自开、关和操作本室任何仪器。不得擅入该仪器安放室（隔断内）。
5. 仪器操作人员必须严格按照有关仪器的操作规程和注意事项使用和操作仪器。
6. 进入本室人员必须保持本室的清洁卫生，注意个人卫生，特别是足部和鞋袜的卫生。
7. 本室工作人员和授权仪器使用人员要定期（每周至少二次）打扫本室，清理桌面、窗台，擦地面，清除垃圾。
8. 本室要求无尘，门窗平时应保持关闭状态。
9. 严禁在本室内吃东西、聚会、喧哗、会客。
10. 严禁在本室内计算机上玩游戏和使用外来软盘等。非本实验室工作人员和授权仪器使用人员不许使用本室计算机。
11. 严禁在本室内放置可能散发腐蚀性气体的药品和试剂。
12. 本室工作人员要随时注意水、电、空调是否安全正常运行。
13. 本室任何物品（包括书籍、实验记录等），未经主管教员准许不得携出室外。
14. 做好安全防范工作，做到人走门锁，人走灯灭。
15. 本室仪器主管老师：
Agilent SuperNova Dual X-射线单晶面衍射系统：王哲明老师、张文雄老师、孙俊良老师、贾俊华老师、王能东老师。
Rigaku Rapid IP X-射线单晶面衍射系统：张文雄老师、王能东老师。
16. 本室安全卫生负责人为张文雄老师和王能东老师。

北京大学化学与分子工程学院
Agilent Demo 实验室

2012 年 9 月

Agilent SuperNova Dual X-射线单晶面探衍射系统使用规定

Agilent SuperNova Dual X-射线单晶面探衍射系统是大型精密贵重仪器，为了保证仪器的正常运行，避免 X-射线对人造成损伤，和由于单晶结构分析的特殊性，特制定本规定，请严格遵守执行。

总 则

1. 严禁未经培训和未经本仪器主管教师准许授权的人员上机（包括计算机）操作。
2. 获准上机人员必须严格按照仪器各部分的操作规程和注意事项、培训要求及仪器操作说明书认真细致地进行操作，不得有任何疏忽和大意。
3. 上机人员必须按照仪器各部分的操作规程和注意事项、培训要求及仪器操作说明书的要求，确认仪器各部分工作都正常后方可离开，特别是在开机时更要注意。
4. 任何人不得擅自动本仪器上的任何开关、螺丝、电缆、插座等部件，以免造成对仪器的难以修复乃至不可修复的损害，或造成仪器精度的丧失。
5. 绝对禁止两人同时操作，以免因配合不当造成错误操作。
6. 测角仪周围空间内不许放置任何物品，以免使测角仪的四个圆在运转时受到阻碍而造成损坏。上机人员在上晶体时，如需要测角仪运转，切记将手移出测角仪周围空间后再键入使测角仪运转的指令。
7. 上机人员必须认真填写各项记录（Agilent SuperNova Dual CCD X-射线单晶面探衍射系统工作日志和工作记录页等，见范本），并要求送样人按规定逐项认真填写送样记录，以建立起本仪器完备的工作档案。如送样人拒绝按要求填写送样记录，上机人员可拒绝接受样品。
8. 上机人员必须在工作日志上认真记录当日仪器安放室（隔断内）内温度和湿度，并注意温度是否恒定在 $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ ，如不在此范围，应调节空调温度控制器。
9. 开机顺序：总电源、各分电源、循环水系统和空调、计算机、测角仪和接口、X-射线发生器、CCD 循环冷却系统、CCD 控制系统。
10. 关机顺序：CCD 控制系统的温度控制部分、X-射线发生器、计算机、测角仪和接口、循环水系统和空调、CCD 循环冷却系统、CCD 控制系统、各分电源、总电源。
11. 非因工作需要，不要在仪器安放室（隔断内）逗留。
12. 仪器安放室的隔断门应保持关闭。
13. 任何人未经本仪器主管教师同意不许将室内的任何物品携出，不许将计算机桌内任何光盘、软盘等物品拿走。
14. 上机人员要经常注意观察和检查仪器各部分工作是否正常。若有异常必须及时关机并报告仪器主管教师。上机人员必须注意停电通知，以便及时关机。
15. 本仪器主管教师为王哲明老师（总负责和协调）、张文雄老师、孙俊良老师、贾俊华老师、王能东老师。

一、机时预约和分配：

1. 目前机时预约和分配暂由主管教师安排，以天为单位预约和使用，时间段统一定为

早八点到次日八点。上机人员**请务必保证在八点前完成衍射实验，不得拖延**，以便后来者使用。主管教师每周机时安排为：王哲明老师和贾俊华老师 3 天（含仪器维护和 Agilent Demo 时间），张文雄老师和王能东老师 2 天，孙俊良老师 2 天。如需要预约连续机时超过两天，请大家协调安排。待预约系统设立完备后再考虑网上预约。

2. 机时费用暂定 500 元/天。

二、仪器培训：

1. 研究生仪器使用的培训由相关主管教师安排和负责，并报备王哲明老师。参加培训的研究生必须选修和通过研究生“X-射线晶体学和单晶结构分析”课程，提出书面申请，并经导师确认确实有必要学习和培训并签字同意。博士后和教师的培训请联系王哲明老师安排。本仪器不培训本科生，不承担本科生教学。
2. 由于单晶结构分析和仪器使用的特殊性，请主管教师和接受培训的人员务必认真进行仪器培训的教和学。
3. 培训费用（上机机时费）暂定 500 元/人。

三、对外服务：

1. 在机时满足本院需求和主管教师有时间和精力的前提下，本仪器对外服务。对外（院外）服务由主管教师安排，获准上机的研究生和博士后未经主管教师同意，不得私下测试外部样品。
2. 原则上本仪器不允许院外人员上机使用。
3. 对外（院外）服务费用暂定 700~1000 元/样品。

四、数据收集、实验记录、数据备份和样品处理：

1. 样品名称和数据收集工作目录统一，并请严格按衍射实验当日日期如下给定工作目录名称：12sep01a 为 2012 年 9 月 1 日第一个样品，12sep01b 为 2012 年 9 月 1 日第二个样品，以此类推。任何人未经仪器主管老师许可，不允许在本仪器计算机上建立用户和目录，不允许删除上述自己所属样品目录以外的任何文件和目录，不允许进入不属于自己的样品目录。
2. 上机人员必须认真填写 Agilent SuperNova Dual CCD X-射线单晶面探衍射系统工作日志和工作记录页（每样品一页）的各项记录。工作日志为记录索引。每样品一页的工作记录页记录该样品的详情，请在确认数据收集可以进行后记录，以免不必要的记录。未成功收集数据的工作记录页不用保留。工作日志和工作记录页将留存本实验室备查和存档，不允许随意携出。
3. 由于计算机硬盘容量有限和数据量大，本仪器计算机上数据保留时间为 15 天。请上机人员请及时处理和备份原始数据（压缩拷贝或写光盘）。
4. 上机人员请不要在本实验室存放任何样品和样品盛放器皿，做完衍射实验请即拿走样品和样品盛放器皿。主管教师和后来上机人员将不保证任何样品及器皿的留存并有权将其作为垃圾处理。
5. 严禁任何人将载晶器、磁吸头、loop 等 mount 晶体的小物件和工具携出实验室。请将这些小物件和工具在使用完毕归放其固定位置。

五、仪器故障和损坏的赔偿和处理：

1. 上机人员在使用前请务必确认仪器状态正常并记录。出现仪器故障、运行异常和损坏，必须尽量详尽记录当时情况，并及时报告主管教师和王哲明老师。
2. 本实验室和仪器上都安装监视器，以便监视仪器的使用和确定仪器故障和损坏责任。任何人不得有意妨碍监视系统的运行。
3. 在确认仪器故障和损坏责任人后，除了责任人和所属课题组将承担和负责赔偿，还将对责任人和所属课题组给予取消仪器使用授权、通报等处罚措施。

以下根据新仪器情况修改

一、循环冷却水系统操作规程和注意事项：

1. 打开面板上电源开关，此时电源电压表有指示，数字温控器开始工作。
2. 确认面板左方的延时开关在“结束”位。延时功能通常不用。
3. 设置水温上下限值为 18°C 和 22°C。
4. 接通水泵开关，相应回路电流表有指示（通常在 1.5~2.5 A），此时向主机提供循环水，调节分流阀门和供水阀门，使压力表指示为 0.3MPa（0.26~0.38MPa）左右。
5. 接通压缩机开关，此时在控制电路的配合下对循环水制冷并控制循环水温度在设定范围内。压缩机通电运转时，相应回路电流表有指示（通常在 8~10 A）。
6. 注意事项：
 - 经常观察室内机周围及各连接处是否有漏水，若发现漏水应查找漏水位置，及时处理。
 - 经常检查水箱中水位，若发现水位低于上层铜管，应补充蒸馏水或去离子水，使水位高于上层铜管，但以不超过上层铜管一厘米为宜。若发现水位过低，应检查是否漏水。
 - 经常检查水箱中循环水是否洁净，如循环水变脏，应更换。
 - 定期清除室外机上的灰尘和其它污物，每半年至少一次。
 - 经常观察制冷情况，若制冷效率明显下降，即压缩机长时间运转但水温降不下来甚至上升，或压缩机不运转，应及时关机，并检查制冷系统。正常的制冷周期为：在 X-射线发生器正常工作状态，水温由 22.5°C 降至 17.1°C，压缩机约需运转 10 分钟。
 - 经常检查压力表读数是否在 0.3MPa 左右。如发现循环水压力过低而使 X-光管不能工作时，可通过调节分流阀门适当提高循环水压力，但若发现循环水压力超过

0.38MPa 仍不能使 X-光管工作，必须报告仪器负责人。

----通常供水阀门应调到最大，而分流阀门不要调到关死状态，要保持分流管有一定的流量。

----经常观察水泵和压缩机电流表指示是否在正常范围，若不在正常范围（过大或为零），应立即停机检查。

----机组停机后至少间隔三分钟，才可重新开启压缩机。

二、FR590 X-射线发生器操作规程和注意事项：

1. 开机之前确认：

----循环冷却水系统工作正常，供水温度 18~22 摄氏度，供水压力 0.24~0.38MPa，压缩机开关在“制冷”位，整个冷却水循环系统无泄漏。

----电源供电正常。

----测角仪和接口处于正常开机状态。

----安全防护罩完全封闭。

2. 用钥匙开启 X-射线发生器，此时面板上“SYSTEM OK”灯亮并稳定，面板上“OUTPUT”窗口显示均为零，“SETPOINTS”窗口显示管电压、管电流和管功率设定值，表示发生器可以进入工作状态。

3. 按控制面板上的“SETkV”键，面板上的另一个窗口显示“U=xx kV”，xx 为设定数值。闪烁的数字表示可以改变该数值。用数字键和<enter>键入你所设定的管电压（kV）值。类似地可以用“SETmA”键设定所需的管电流值（mA）。通常设定 I=32mA，U=50kV。本发生器最大允许值为 I=35mA，U=55kV。

4. 按面板上“X-RAYS ON”键，发生器约在 1 分钟内自动逐步升高管电压和管电流达到预设数值，此时“OUTPUT”窗口显示的 mA、kV 数值与“SETPOINTS”窗口中的一致。表明发生器进入正常工作状态，产生 X-射线。

5. 关机时，按面板上“X-RAYS OFF”键，使发生器退出正常工作状态，停止产生 X-射线。用钥匙关闭 X-射线发生器，约 10 分钟后关闭冷却水循环系统。

6. X-射线发生器可以进入远程控制状态，详见 X-射线发生器使用说明书。

7. 注意事项：

----非经培训并获准上机人员禁止操作 X-射线发生器。

----关机 72 小时以上，重新开机工作时需对 X-射线管进行初始化处理。详见 X-射线发生器使用说明书。

----在工作状态，经常检查整个冷却水循环系统有无泄漏，是否工作正常，并且不允许关闭冷却水循环系统。

----不要随意开或关机，随意开启 / 关闭高压，尽可能减少开启次数。

----X-射线发生器在工作时，非必要不要打开防护罩，以免 X-射线泄漏对人体造成危害。

----管电流、管电压设定值通常不要超过最大允许值。且对于 Mo 靶，管电压通常固定为 50kV。开 X-射线前一定要确定仪器其它部分工作正常，特别是循环水工作正常。

----使 X-射线管在高电压，低电流下运行；升高电压电流时，先升电压，再升电流；降低电压电流时，先降电流，再降电压；在准备状态用高电压，低电流。

----X-射线管不工作时关闭冷却水循环系统。

三、主计算机（DELL OptiPlex GXi 计算机）操作规程和注意事项：

1. 开机之前先接通电源。打开显示器，直到屏幕上稳定显示自检菜单。
2. 打开计算机，计算机将自动启动，直到 X-window 状态。
3. 输入用户名 `ccd` 和 `password`，进入 `ccd` 用户。
4. 如系统其他部分正常且晶体安放妥当，键入 `collect` 进入系统工作状态，此时即可开始进行数据收集（详见该仪器操作说明书）。
5. 键入 `supergui` 进入数据处理程序，进行数据还原和处理（详见数据还原和处理说明书）。
6. 关机，只能由系统管理员和超级用户进行。
7. 注意事项：
 - 本计算机采用 Linux 操作系统，其开机关机程序不同于使用 window 系统的计算机。非系统管理员或仪器负责人指定人员不许开机和关机。
 - 一旦开机后就保持在工作状态。不要随意关机。特别是在收集数据的时候必须保持计算机在工作状态，以免中断数据收集和造成计算机或仪器的损坏。
 - 任何人未经仪器负责人许可不允许在本计算机上建立用户和目录，不允许删除 `ccd` 用户下的任何文件和目录，不允许进入超级用户。
 - 本计算机上不允许使用外来软盘和光盘，未经仪器负责人许可不允许在本计算机上安装其它软件或进行软件开发等与数据收集和无关的工作。

四、伺服计算机（Server）操作规程和注意事项：

1. 开机，直到屏幕上显示 window 桌面。
2. 确信整个系统各部分都正常工作，点击 window 桌面上的 `CCDServer` 图标，进入系统工作状态，进行仪器操作（详见仪器操作说明书）。
3. 关机时，先退出 `CCDServer` 状态回到 window 桌面，其余操作与一般 window 系统相同。
4. 注意事项：
 - 一旦开机后就保持在工作状态。不要随意关机。特别是在收集数据的时候必须保持计算机在工作状态，以免中断数据收集和造成计算机或仪器的损坏。
 - 绝对禁止任何人在本计算机上建立用户和目录。未经仪器负责人许可绝对禁止删除任何文件和目录。绝对禁止使用外来软盘和光盘，绝对禁止在本计算机上安装其它软件和进行任何与数据收集无关的操作。

五、Kappa 测角仪和接口操作规程和注意事项：

1. 接通电源，合上接口机箱前方（在机柜内）左下侧开关即可。
2. 关闭测角仪和接口时关闭接口机箱前方（在机柜内）左下侧开关即可。
3. 注意事项：
 - 不要随意开关测角仪和接口。通常情况下，一旦开机后就保持测角仪在开启状态

直到关机。特别是 X-射线发生器在工作时（指在产生 X-射线时）和系统在工作时，不要关闭测角仪和接口，以免出错和损坏仪器。

六、CCD 面探测器系统操作规程和注意事项：

1. 打开 CCD 面探测器的循环冷却系统，设定温度控制为 0 摄氏度。
2. 打开 CCD 面探测器电源，打开 CCD 面探测器控制器，但保持控制器上的 COOLER（温度控制部分）开关 off。
3. 在 CCD 面探测器的循环冷却系统的温度控制在 0 摄氏度后，开启 CCD 面探测器控制器上的 COOLER（温度控制部分）开关。
4. 约 1 到 1.5 小时后，CCD 面探测器降温到-60 摄氏度的工作温度，此时控制器上的 COOLER 部分的 STATUS 的绿灯亮，表明 CCD 面探测器系统进入正常工作状态。
5. 关机时，先关闭 CCD 面探测器控制器上的 COOLER（温度控制部分）开关，但继续保持 CCD 面探测器控制器、CCD 面探测器电源和 CCD 面探测器的循环冷却系统在工作状态。约 20 分钟后，将 CCD 面探测器的循环冷却系统的温度控制设定为 10 摄氏度，再过 30 分钟，将其设定为 20 摄氏度，待 CCD 面探测器的循环冷却系统的温度显示达到 20 摄氏度后，在等待 20 分钟，依次关闭 CCD 面探测器控制器、CCD 面探测器电源和 CCD 面探测器的循环冷却系统。此过程约需 1.5 小时左右。
6. 注意事项：
 - 非经培训并获准上机人员禁止操作。
 - 在工作状态，经常检查 CCD 面探测器的循环冷却系统有无泄漏，是否工作正常，是否控温在 0 摄氏度左右，并且不允许关闭循环冷却系统。
 - 绝对禁止随意开或关机，以免造成 CCD 面探测器的损坏。
 - 开机关机时，特别是关机时必须严格按照操作程序进行，任何疏忽将可能造成 CCD 面探测器的无法修复的损坏。

七、Oxford Cyro 低温系统操作规程和注意事项：

1. 开启干燥空气供应单元，保持空气流量在 10 L/min，运行过夜，使其内部的空气干燥柱建立正常工作所需状态。
2. 将低温系统的不锈钢液氮供应管小心插入液氮罐中。
3. 将空气气泵电源线与低温系统的控制单元的电源线直接接通，此时气泵运转并从液氮罐中抽取气体。低温系统的控制单元前部的流量计指示应当在 5 L/min。
4. 将气泵电源线与低温系统的控制单元的电源线断开，将二者接回到控制单元后部相应接口。
5. 开启低温系统的控制单元，系统进行自检，完成后进入工作状态。先使系统在室温下运行约 0.5 小时，然后可以进行各种操作，详见 Oxford Cyro 低温系统操作说明书。
6. 关机时，先使系统回到室温控制状态，然后关机。停机过夜后，将不锈钢液氮供应管小心抽出，固定在防护罩顶部。
7. 注意事项：
 - 非经培训并获准上机人员禁止操作。

----绝对禁止将任何物品插入低温系统的冷气流喷口,以免造成喷口内控温元件的损坏。

----在工作状态,经常检查系统是否工作正常,是否出现“**Ice block**”情况,检查和记录液氮量和消耗,及时填加液氮以保证液氮的供应。正常情况下,本系统液氮消耗速率为 0.6 升 / 每小时,液氮杜瓦容量 60 升。

----绝对禁止随意开或关机,以免造成低温系统的损坏。

----低温系统的弹性弯管的弯曲半径不得小于 20 cm。

----使用低温系统时,按照低温下的有关操作规程使用整个衍射系统,详见有关使用说明书。

2008 年 11 月