

实验 X. 综合自动化合成实验平台的学习与使用

一、实验目的

(1) 了解自动化实验平台的应用场景。了解合成实验的操作流程，认知常见实验操作的自动化实现方案及设备，理解自动化合成平台的应用场景。

(2) 掌握自动化合成操作的实现方式。学习如何通过代码控制 xyz 多轴运动单元、旋转圆盘、注射泵单元、磁力搅拌加热器及夹爪，掌握自动化样品加液、加热及转移等操作的具体实现方式。

(3) 理解团簇晶体的自动化合成流程。操控自动化实验平台，完成 14 个合成方案的探索，深入认识自动化合成实验平台的设计逻辑。

二、实验原理

2.1 综合自动化实验平台

实验室自动化通过机器替代人工以实现实验探索的高效化。尽管化学实验流程复杂、实验操作多种多样，实现化学实验自动化面临诸多挑战，但科学家们正不断推进该领域的发展。其中，模块化自动化实验平台将复杂实验步骤拆解为独立的可操作单元，每个单元专注于特定功能，降低了实验设计门槛，同时保留了高度的灵活性与可扩展性。实验过程中，可根据实验需求自由组合可操作单元，构建定制化流程，避免了传统实验中繁琐的手动操作与人为误差。例如，xyz 多轴运动单元可模拟实验人员转移样品瓶的操作，将样品瓶放置到指定位置；试剂加液模块可模拟使用移液枪的操作，将所需液体试剂加入反应器中；温度控制模块可精确控制温度，为团簇合成提供适宜的反应温度条件，促进反应高效进行。这些模块的协同工作，使化学合成实验变得简单、高效且可控。

本实验所采用的综合自动化实验平台包含 xyz 多轴移动单元、旋转圆盘、注射泵单元、夹爪及磁力搅拌加热器，如图 1 所示。通过集成能够实现各种操作的模块单元，设定好执行顺序，平台能够逻辑有序地执行化学合成的多项任务，实现实验操作的自动化。

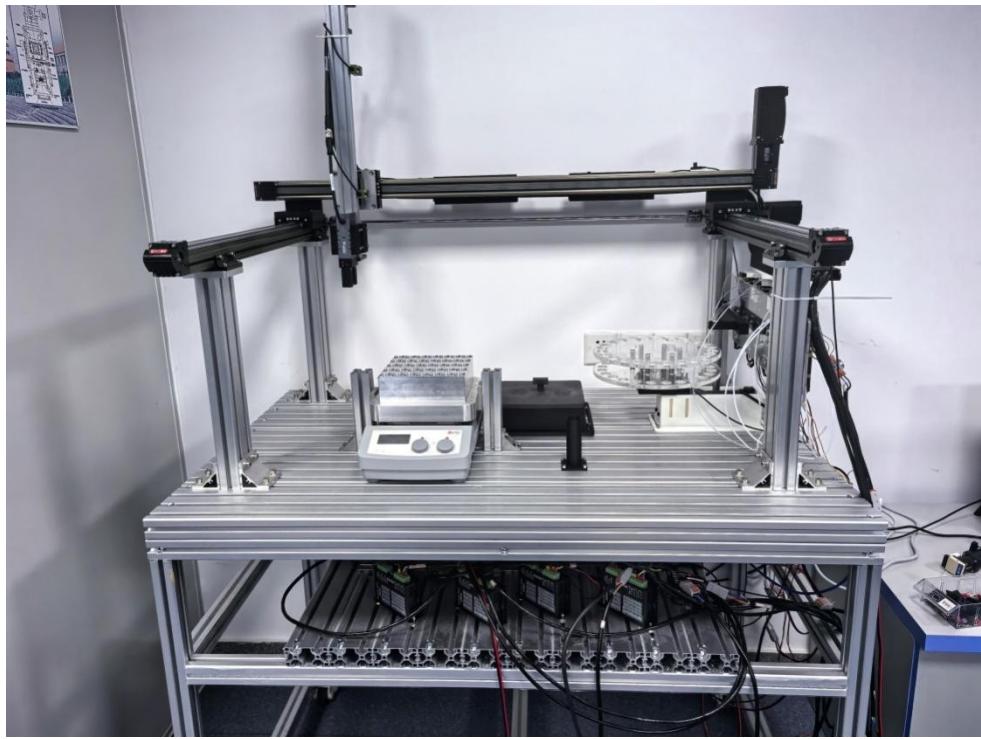


图 1.综合自动化实验平台

2.2 稀土-过渡金属团簇简介

稀土-过渡金属团簇是由稀土离子 (Ln^{3+}) 与过渡金属离子 (TM^{n+}) 通过配位作用形成的离散型稳定聚集体。其中，配位控制水解法是一种常用的合成策略。在该策略中，金属离子在配体的保护下发生水解聚集，形成不同结构的溶液物种。然而，仅有高转化率且可结晶的物种才能通过单晶 X 射线衍射进行结构表征。因此，团簇合成通常需要系统优化多种参数来获得特定结构的晶体，包括各试剂的比例、pH 值、温度等，并涉及大量重复性操作，如反应液配制、样品转移、加热等。本实验中的自动化实验平台集成了可实现上述操作的各种设备单元，通过合理的程序设计，便可程序化执行上述操作，从而实现稀土-过渡金属团簇的自动化学合成。

$[\text{La}_3\text{Ni}_6(\text{IDA})_6(\text{OH})_6(\text{H}_2\text{O})_{12}](\text{NO}_3)_3$ (简写为 La_3Ni_6) 是一种典型的稀土过渡金属团簇，具有易于合成、产率高、结晶快等优点，适合作为本实验的目标产物。其团簇结构的形成过程及其晶体结构如图 2 所示。

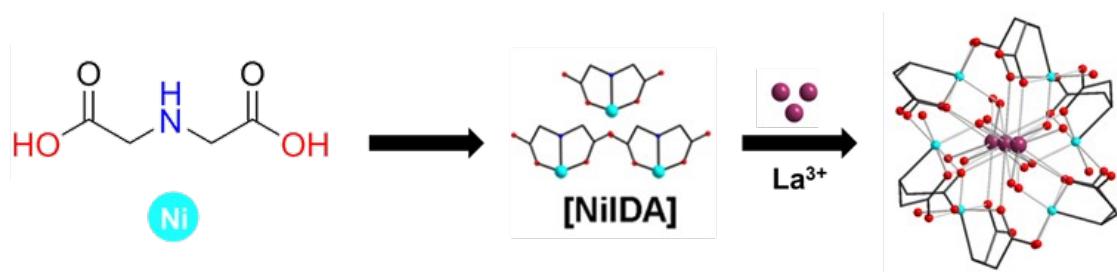


图 2. La_3Ni_6 团簇结构的形成过程及其晶体结构

三、仪器与试剂

3.1 实验仪器

综合自动化实验平台 1 套（包含三轴、加热台、轮盘型加液平台、注射泵若干）、15 mL 样品瓶、100 mL 蓝盖瓶若干、笔记本电脑（学生自备）

3.2 实验试剂与耗材

亚氨基二乙酸、六水合硝酸镍、六水合硝酸镧、氢氧化钠、超纯水等。称量纸、载玻片、药匙等。

反应液配置方法：

试剂	六水合硝酸镧 a (g)	六水合硝酸 镍 b(g)	亚氨基二乙酸 c (g)	氢氧化钠 d (g)	定容体积 (mL)
A	17.32	26.17	7.99	2.4	100
B	12.99	26.17	11.98	3.6	100
C	-	-	-	-	100
D	-	-	-	8	100

试剂 A-D 的配置：取六水合硝酸镧 a g，六水合硝酸镍 b g 和亚氨基二乙酸 c g 用一定量纯水溶解，再缓慢加入 d g 氢氧化钠固体，搅拌至溶液澄清。冷却至室温后，按表格要求定容。转移到储液瓶中待用（a、b、c、d 数据详见上表）。

四、实验步骤

4.1 计算机环境配置与 Python 库的安装（课前完成）

为保证实验的顺利进行，应在课前对以下内容进行安装和检查：

- a. 安装 Anaconda 软件。软件下载地址 <https://www.anaconda.com/download/success>，确保安装过程中将 Python 添加到系统环境变量；
- b. 安装 Visual Studio Code 软件。软件下载地址 <https://code.visualstudio.com/>
- c. 安装检查。打开编程软件（Visual Studio Code），依次点击 File--Open Folder—找到并选择 cluster_platform_education 文件夹进行打开。在软件左侧目录栏分别找到 config.yaml、subunits.ipynb、La₃Ni₆ synthesis.ipynb 文件，确保能够正常显示相应的文本。
- d. 库的安装。使用编程软件（Visual Studio Code）调用 cluster_platform_education 后，依次点击 View—Terminal，在 Terminal 中输入“pip install -e .”，等待安装完成。

4.2 综合自动化实验平台的程序配置

- a. 建立计算机与实验平台中各设备的通信连接。将平行夹爪（parallel_gripper）、运动控制平台（axis_controller）、磁力搅拌加热器（hotplate_controller）、注射泵（pumps_controller）的控制模块通过 USB 线与计算机相连。使用编程软件（Visual Studio Code）打开 cluster_platform_education\config 文件夹，根据所使用合成仪的设备编号选择正确的配置文件（如仪器三选择 config3.yaml），在对应的配置文件中找到记录各设备 COM 口编号的字段，根据真实情况修改，将其余配置文件删除以避免误读。

各设备单元串口号的查看方法：按 Win + X，选择设备管理器。展开端口（COM 和 LPT）选项，列表中的 COMx（如 COM3）即为串口号。若设备单元未显示，可能需要安装驱动(一般情况下，联网可自动安装)。若不确定各设备

的串口号，可通过插拔串口进行确认。

4.3 设备单元的控制方法

使用 Visual Studio Code 软件打开 subunits.ipynb，根据文件中的步骤提示，依次执行步骤一和步骤二，理解各设备单元的独立控制方法。

4.4 La₃Ni₆晶体的自动化合成探索

a. 实验方案的编写。打开…\cluster_platform_education\sample.csv，分别设置每个反应(0-13)中试剂 A(volume1)、试剂 B(volume2)、试剂 C(volume3)及试剂 D(volume4)的用量。保存为 csv 格式。

反应设置要求：试剂 A、试剂 B、试剂 C 的用量控制在 1.5 ± 0.3 mL 内，试剂 D 的用量控制在 0-0.5 mL 之间。可参考表 1 中方案进行编辑。

	volume1	volume2	volume3	volume4
0	1.66	0.66	1.36	3.32
1	2.48	0.54	1.42	2.56
2	2.84	0.44	2.58	1.14
3	2.78	0.67	1.47	2.08
4	2.74	0.86	2.34	1.06
5	2.74	0.78	2.30	1.20
6	1.66	0.59	1.75	3.00
7	2.30	0.48	1.51	2.72
8	1.66	0.59	1.75	3.00
9	1.93	0.48	1.56	3.02
10	1.61	0.60	1.41	3.38
11	2.12	0.52	1.49	2.88
12	2.00	0.64	1.66	2.70
13	1.76	0.51	1.69	3.04

图 3. 参考实验方案

b. 使用 Visual Studio Code 软件打开 La₃Ni₆ synthesis.ipynb，根据文件中的步骤提示，依次执行步骤一至步骤十一。

五、实验与讨论

5.1 思考综合自动化实验平台还可以应用于哪些其他类型的化学实验？说明所需的操作单元。

5.2 按照你的想法，设计一个能够在实验室中实现自动化过滤单元操作的装置。

5.3 根据实验操作过程中的体验，提出对综合自动化实验平台的改进建议，

六、参考文献

- [1] Granda JM, Donina L, Dragone V, et al. Controlling an organic synthesis robot with machine learning to search for new reactivity. *Nature*, 2018, 559: 377–381.
- [2] Jiang YB, Salley D, Sharma A, et al. An artificial intelligence enabled chemical synthesis robot for exploration and optimization of nanomaterials. *Science Advances*, 2022, 8: eabo2626.
- [3] Sebastian Manzano J, Hou W, Zalesskiy SS, et al. An autonomous portable platform for universal chemical synthesis. *Nature Chemistry*, 2022, 14: 1311–1318.
- [4] Burger B, Maffettone PM, Gusev VV, et al. A mobile robotic chemist. *Nature*, 2020, 583: 237–241.
- [5] Salley D, Manzano JS, Kitson PJ, et al. Robotic Modules for the Programmable Computation of Molecules and Materials. *ACS Central Science*, 2023, 9(8): 1525–1537.
- [6] Du MH, Zheng XY, Kong XJ, et al. Synthetic Protocol for Assembling Giant Heterometallic Hydroxide Clusters from Building Blocks: Rational Design and Efficient Synthesis. *Matter*, 2020, 3(4): 1334–1349.
- [7] 凌誉, 林昶旭, 周达, 等. 自动化和智能化的化学合成. *中国科学: 化学*, 2023, 53(01): 48-65.