

文件编号: Q/WU FLHA19120046R041

版本号: V2.0

受控状态:

分发号:

物质科学公共实验平台

质量管理文件

高分辨粉末及 PDF 散射系统 Bruker/D8 DISCOVER 标准操作规程

2021 年 4 月 20 日发布

年 月 日实施

物质科学公共实验平台 发布

修订页

[illegible]

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.....	2
5.1. Bruker D8 Discover 高分辨粉末及 PDF 散射系统使用制度	2
5.2. 预约制度	3
5.3. 培训考核制度.....	4
5.4. 仪器故障报告.....	5
5.5. 致谢	5
6. Bruker D8 Discover 高分辨粉末及 PDF 散射系统标准操作步骤	5
6.1 介绍	5
6.2 样品要求	8
6.3 安装原位电池腔体:	9
6.4 开机	10
6.5 衍射仪准直步骤.....	13
7. 相关/支撑性文件	30
8. 记录	30

1. 目的

建立 Bruker D8 Discover 高分辨粉末及 PDF 散射系统准使用操作规程, 使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用 Bruker D8 Discover 高分辨粉末及 PDF 散射系统及电池充放电原位 XRD 检测的用户。

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。

内部文件, 请勿随意转发、打印、复印

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. 夜间 22: 00-次日 8: 00 测试, 必须两人结伴操作; 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。

4.12. 实验人员操作过程中严禁触碰到探测器的表面。

5. X 射线衍射设备管理规范

5.1. Bruker D8 Discover 高分辨粉末及 PDF 散射系统使用制度

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 Discover 高分辨粉末及 PDF 散射系统(以下简称 PDF)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, PDF 基本原理、硬件构造及各部分功能; 常规样品制样、仪器的标准操作流程、控制软件(Diffrac.Management, EVA)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 PDF 进行室温原位电池数据采集, 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 PDF 进行变温原位电池数据采集、Cu 靶高分辨粉末数据采集, 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 PDF 进行 Ag 靶对分布函数(PDF)数据采集, 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
内部文件, 请勿随意转发、打印、复印

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 PDF 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 2 小时预约机时, 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 2 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	每人次可预约机时 ≥ 15 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	每人次可预约机时 ≥ 30 min	自主测试
非工作时间 (周末及节假日)	09:00 至 次日 8:00	每人次可预约机时 ≥ 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) 不得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) PDF 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。测试数据已实时自动同步到 172.16.75.69, 使用者应根据要求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。

(8) PDF 测试需要用 Ag 靶, 至少提前 1 个月联系仪器负责人安排 PDF 测试。

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, 内容包括: 样品送样及制样、仪器标准操作规程(自主测试-初、中级 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。

仪器管理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) 熟悉高分辨透射及 PDF 散射系统原理、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 PDF 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 PDF 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。

5.5. 致谢

使用物质科学公共实验平台的仪器设备、或得到平台技术人员的支持协助, 获得相应成果后, 应在发表的文章中对平台予以致谢, 并及时反馈至平台 lhpt@westlake.edu.cn。建议致谢方式参见 <https://iscps.westlake.edu.cn/info/1129/1462.htm>, “The author thanks (Dr. XXX from) Instrumentation and Service Center for Physical Sciences at Westlake University for (the assistance/discussion/supporting in) XXX measurement/data interpretation.”。

6. Bruker D8 Discover 高分辨粉末及 PDF 散射系统标准操作步骤

6.1 介绍

仪器型号: Bruker D8 Discover

产地: 德国

基本信息: 高分辨粉末及 PDF 散射系统主机(包括 Cu/Ag 光源、光学系统、检测器)及水冷系统, 此仪器的 Cu 靶配有 Ka1 单色器, 能除掉 Ka2 波长的 X 射线, 很好地提高测试的分辨率; 可提供透射与反射模式两种模式; Ag 靶则采用聚焦透射来实现对无定型材料样品的 Pair Distribution Function (PDF)检测, 真实描述短程有序信息; 旋转毛细管台适合样品量特别少、有取向样品(通过毛细管旋转消除取向)且低吸收系数样。

仪器主要技术参数:

Bruker D8 Discover 高分辨粉末及 PDF 散射系统(简称 PDF)配有 Cu 靶与 Ag 靶及 Eiger 二维探测器, 实现可控的仪器背景、快速高灵敏度的数据采集。

3kW Cu 靶 Ka1 光路, Johanson 单色器

Ag 靶聚焦透射(用于 PDF)

毛细管样品台

Eiger 二维探测器

测角仪: 采用光学编码器技术与步进马达双重定; 立式垂直测角仪

转动范围: 不小于 -110° ~ 168° ; 可读最小步长: 优于 0.0001° ; 角度重现性: 优于 0.0001° ; 测角仪精度 0.0001° ; 最小步长 0.0001° ;

Bruker D8 Discover 高分辨粉末及 PDF 散射系统主要组成部分如下, 如图 6-1 所示:

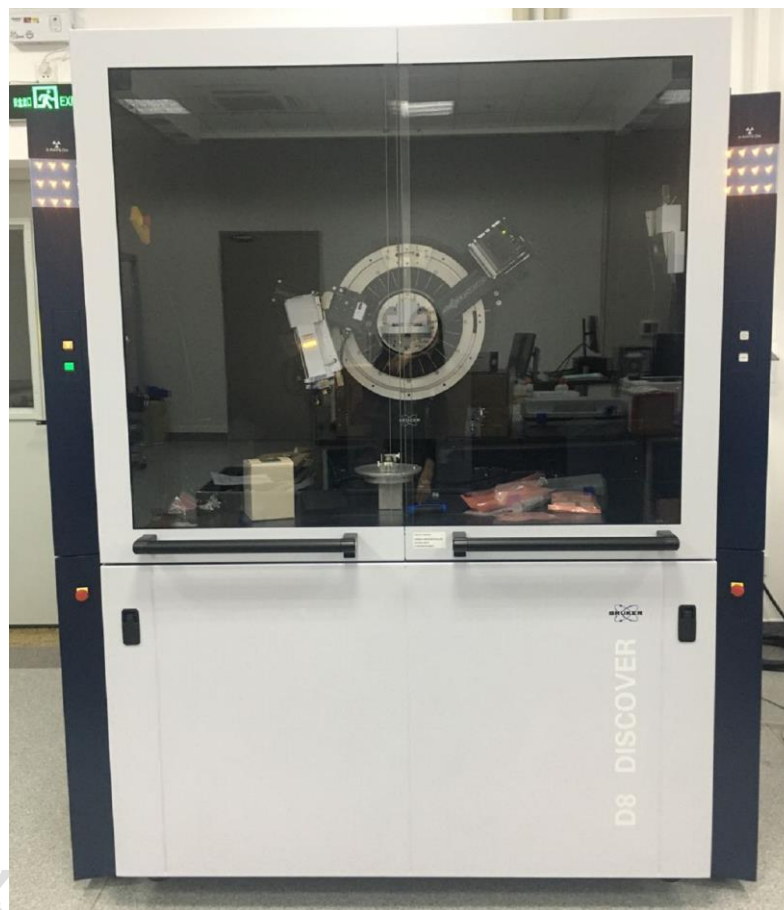


图 6-1 高分辨粉末及 PDF 散射系统图示

放置地点：西湖大学 云栖校区 4 号楼 112 X 射线衍射实验室

联系人：缪老师 Tel: 0571-87310229 Email: miaoxiaohe@westlake.edu.cn

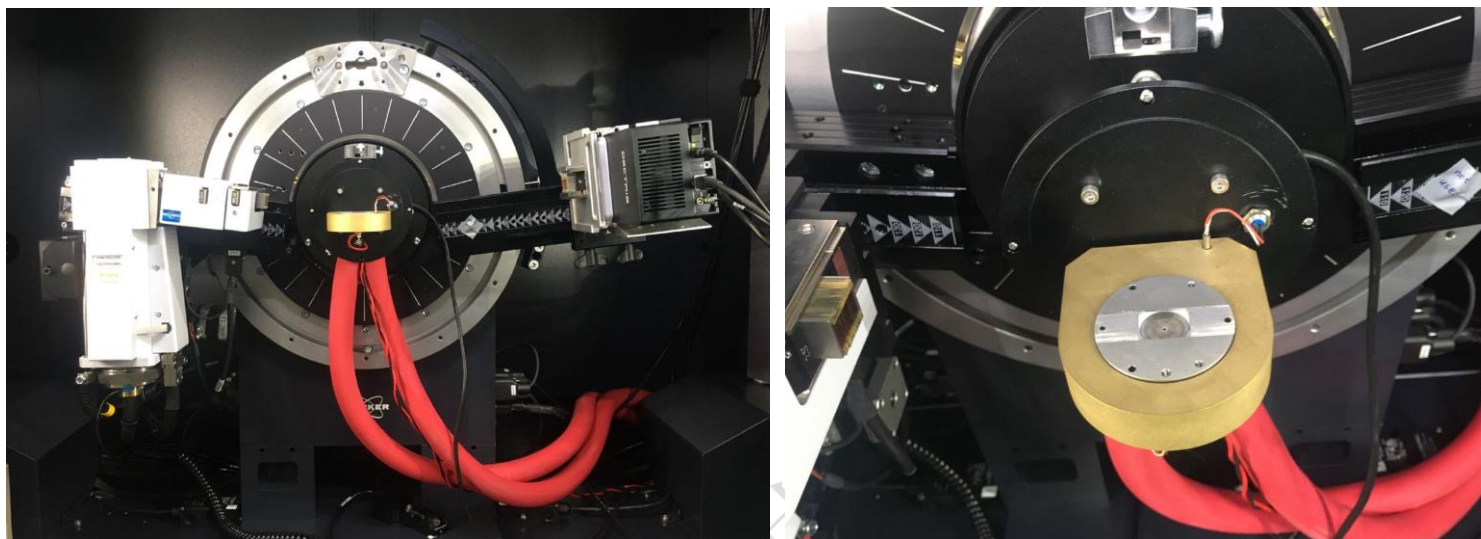


图 6-2 电池充放电的原位 XRD 构造

6.2 样品要求

- (1) 不测试有毒性、腐蚀性样品；
- (2) Be 窗有剧毒，请勿直接用手直接接触；
- (3) 粉末样品要求：粒度均匀，粒径小于 $20\mu\text{m}$ ，粉末样品量约需 1 g；
- (4) 微粉样品需要颗粒均匀细小(50 nm 以上)，且物质性质稳定；
- (5) 装样过程谨慎制样，误用蛮力过度拧紧膜具，致使压碎 Be 窗。
- (6) 委托测试请告知测量的起始角度(2θ 角扫描范围 $5^\circ\sim 120^\circ$ 之间)、样品组成成分及所含的元素种类；请注明样品保存条件，如常规、冷冻、干燥、冷藏、避光等；
- (7) 易变质样品需提前与技术员联系，预约测试时间。

6.3 安装原位电池腔体:

6.3.1 安装原位电池样品台时拧紧 3 个螺丝, 先拧紧 2 个下面再拧紧 1 个上面螺丝;

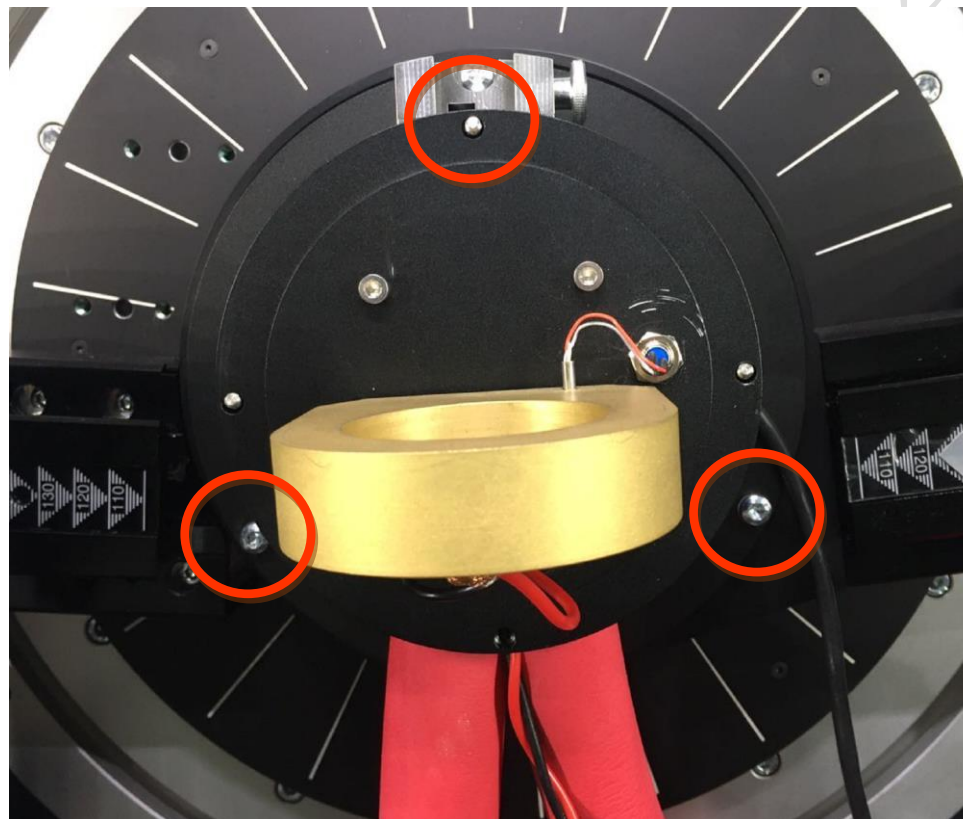


图 6-3 原位电池充放电样品台的安装

6.3.2 放电池 cell: 样品制备后, 将样品架转移到样品台上, 而后样品塔固定在原位电池样品舱里。

6.3.3 接红线(负极), 而固定用的铜圈为正极(Cu 圈正极已与黑线连接好)。

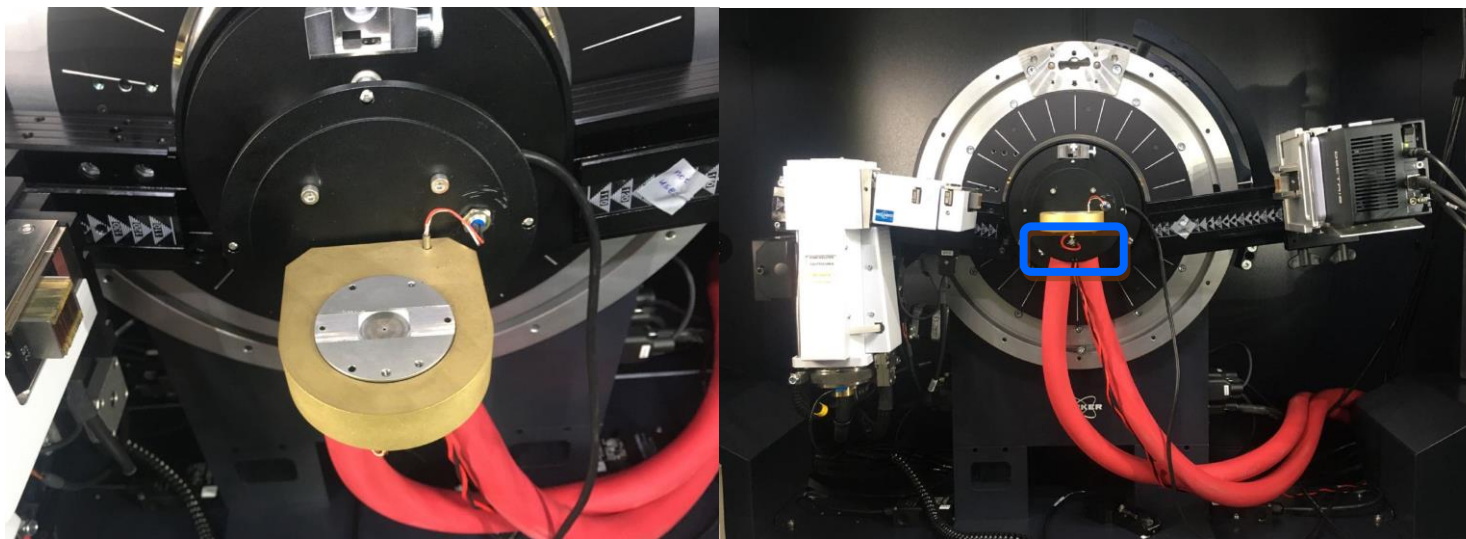


图 6-4 电池反应池的放置及电极接线

6.4 开机

6.4.1 打开冷却水循环装置，此机器设置温度在 $26 \pm 2^\circ\text{C}$ ，一般温度不超过 28°C ，水压稳定在 0.45 MPa 即可正常工作(图 6-5 所示)。若高于此示数，请报告给技术员。



图 6-5 水冷机温度及水压示意图

6.4.2 在衍射仪左侧面，将红色旋钮放在“1”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；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。

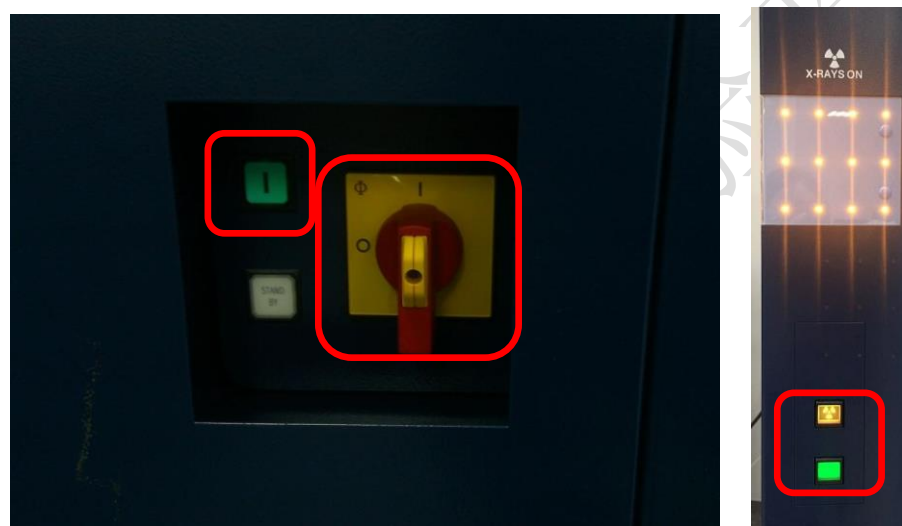


图 6-6 XRD 主机电源开关

6.4.3 打开仪器控制软件，Diffrac.Measurement Center 选择 Lab Manager，无需密码，Enter 进入软件界面。

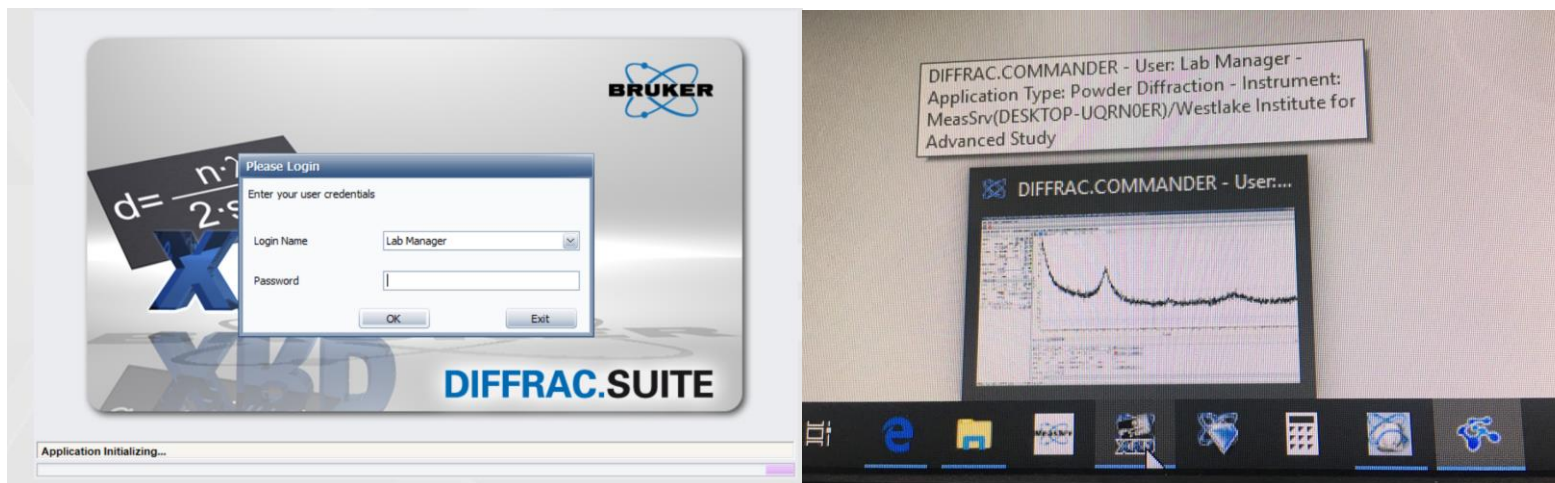


图 6-7 XRD 软件界面

6.4.4 在设备第一次开机时, 需在 Diffrac.Commander 界面上, 勾上 request, 然后点击 Initialize, 对所有马达进行初始化(在每次开机时均需要进行初始化, 仪器会自动提醒, 未初始化显示为叹号! 初始化正常后显示为对勾)。除了此次开机需要进行初始化, 其他情况都不用做初始化。

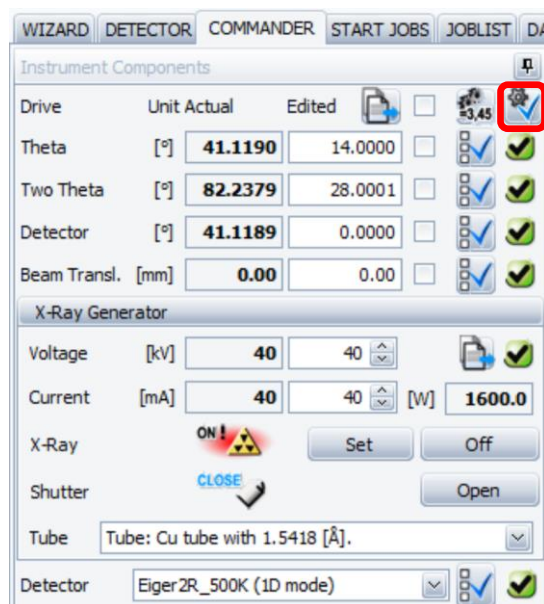
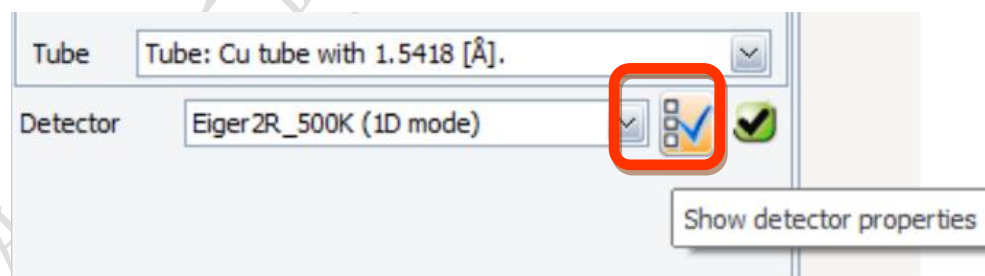


图 6-8 初始化各轴

6.5 衍射仪准直步骤

6.5.1 设置 Eiger 使用一维模式，其有效使用面积 $x = 4^\circ$, $y = 4^\circ$;



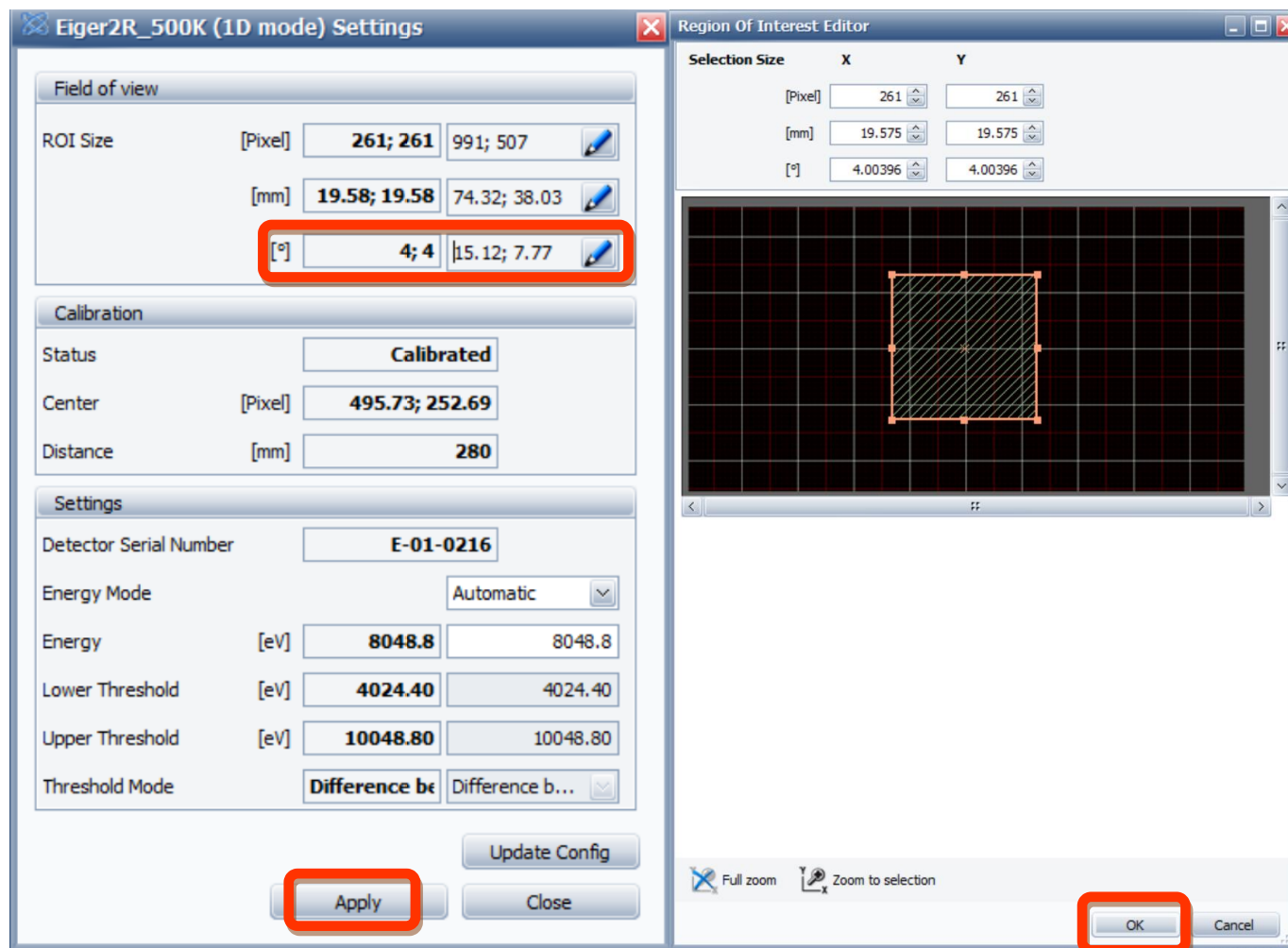
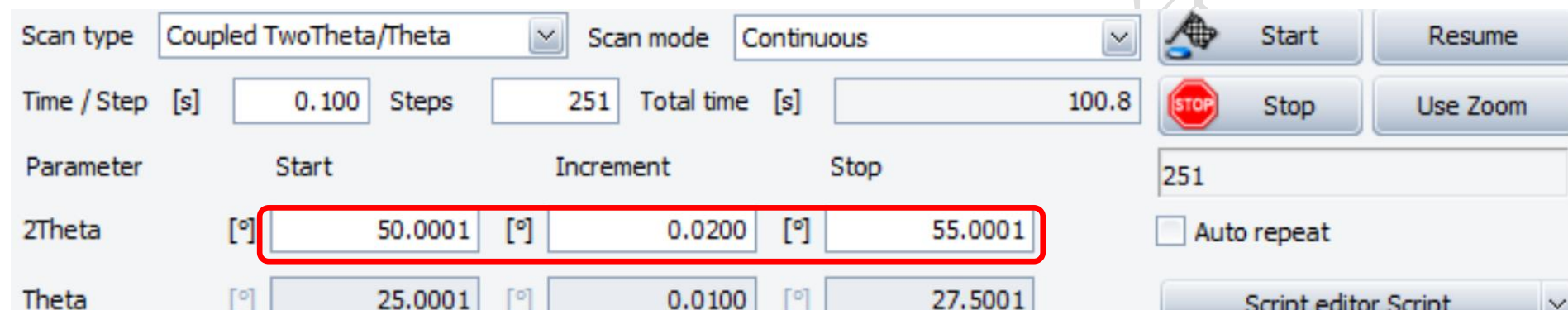


图 6-9 Eiger 探测器的设置

6.5.2 电池反应池高度样品调整:

6.5.2.1 进行 2th 扫描, 使 50-55°的最强峰定位在 52.6°

Scan type: Coupled TwoTheta/Theta scan; 2Theta range [50, 55], step size 0.02°/step



Parameter	Start	Increment	Stop
2Theta	50.0001	0.0200	55.0001
Theta	25.0001	0.0100	27.5001

图 6-10 2Theta/Theta 扫描的参数设置

在此 2theta range 内出现的最强峰调整至 52.6 度 (Be 峰), 峰位偏高则通过样品台背后左下角的螺丝将高度下调, 峰位偏低则上调高度。

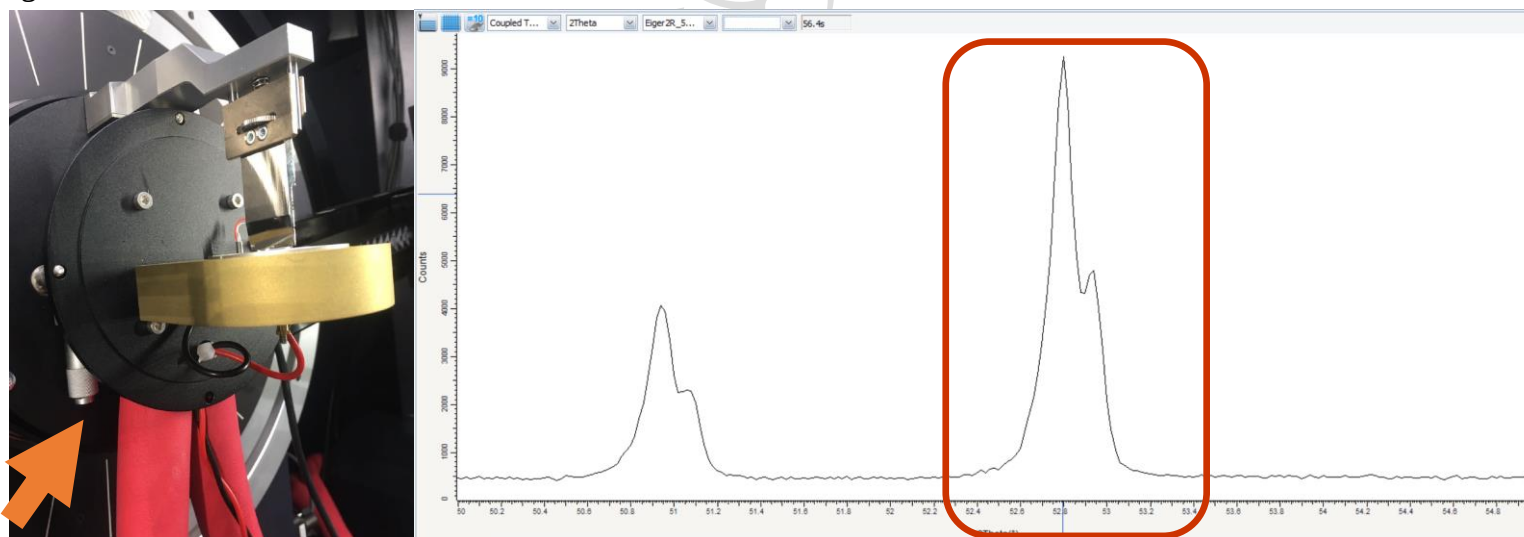


图 6-11 调整电池 cell 高度的 2Theta/Theta 扫描

6.5.3 样品测量

6.5.3.1 Coupled TwoTheta/Theta 扫描

设置相应的 2theta 范围、步长、曝光时间后对样品进行测量并优化，确定最佳扫描范围、曝光时间等参数。

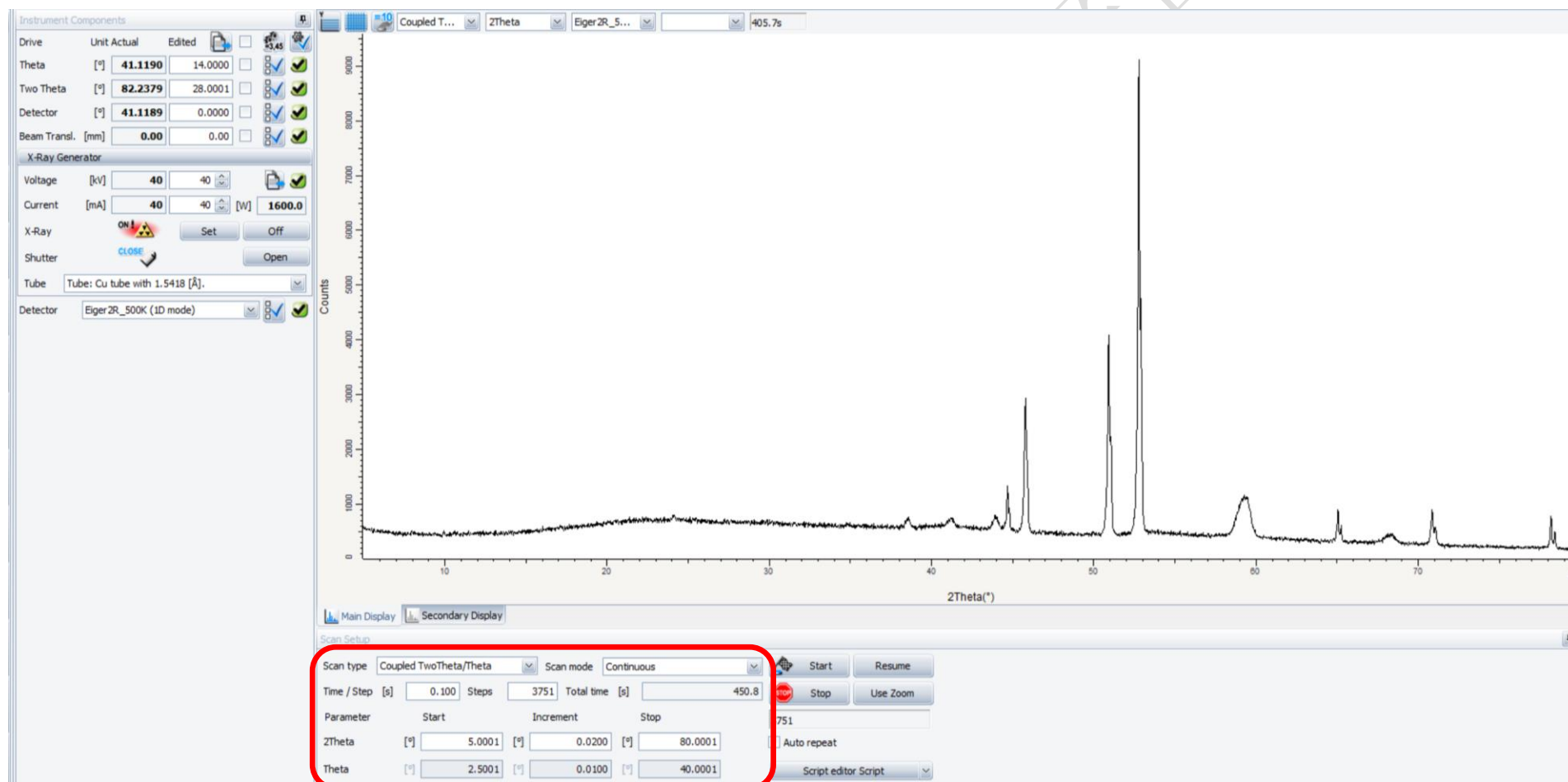


图 6-12 样品 2Theta/Theta 扫描参数的优化

6.5.3.2 Still 扫描

选择 Still 扫描模式, 勾选 Theta 和 Two Theta 不动, 探测器多通道同时收集 Two Theta 方向数据, 该模式能够一直扫描范围小于 15° 的区间, 适用于样品的动力学研究。

在 Scan type 中设置相应的扫描时间, 在 Drive 中设置扫描中心位置, 在 Detector 中设置有效使用面积。

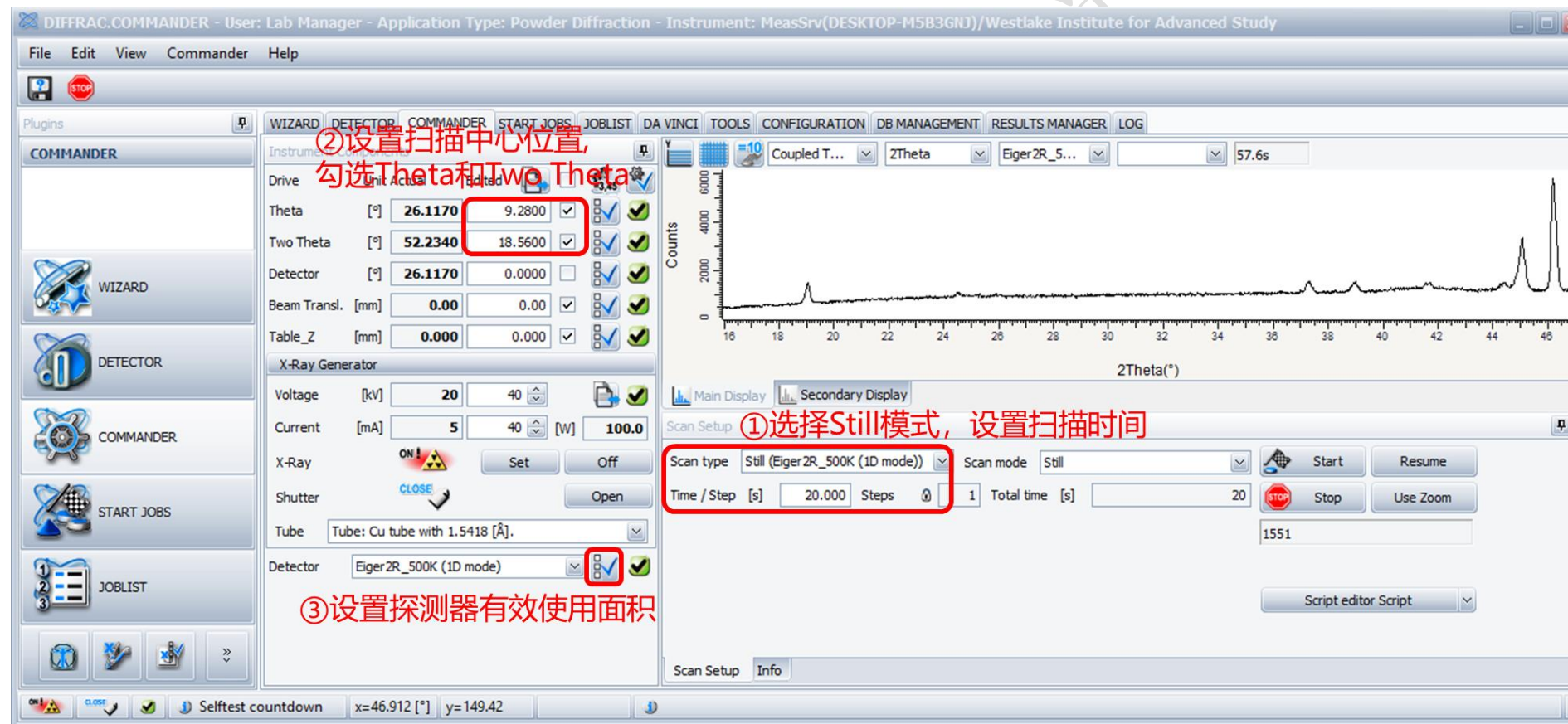


图 6-13 样品 Still 扫描参数的优化

6.5.4 连续测量方法的编写:

在 wizard 里编辑 Method settings:

6.5.4.1 连续测量方法的建立: 点击 Wizard, 点击左上角 New Wizard, 选 XRD 模式, 点击 OK。

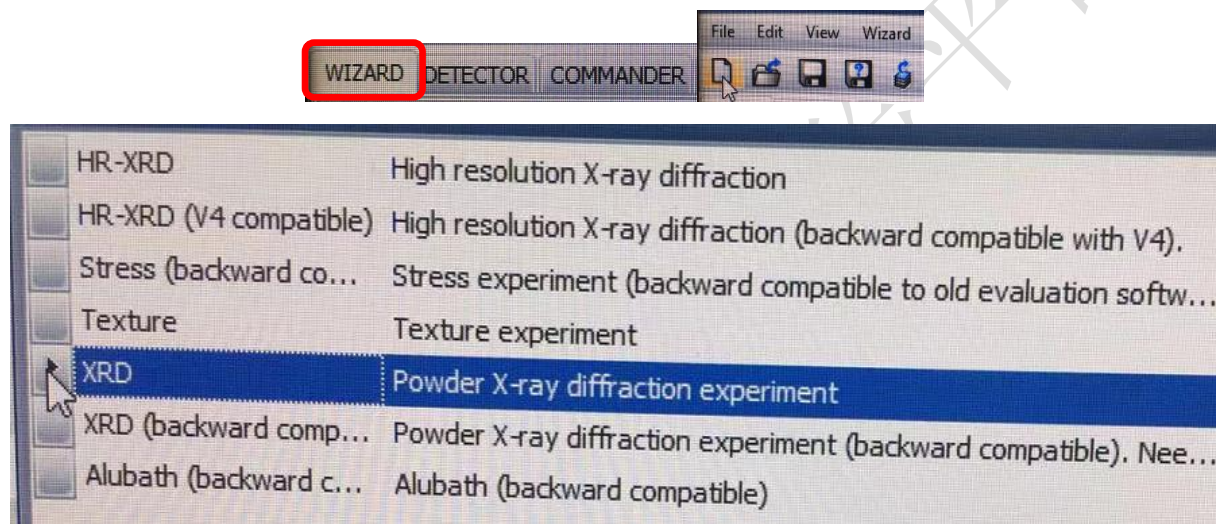


图 6-14 进入 Wizard 界面

6.5.4.2 设置硬件:

6.5.4.2.1 设置 tube: 点击 tube, 输入电压 40 kV, 电流 40 mA;

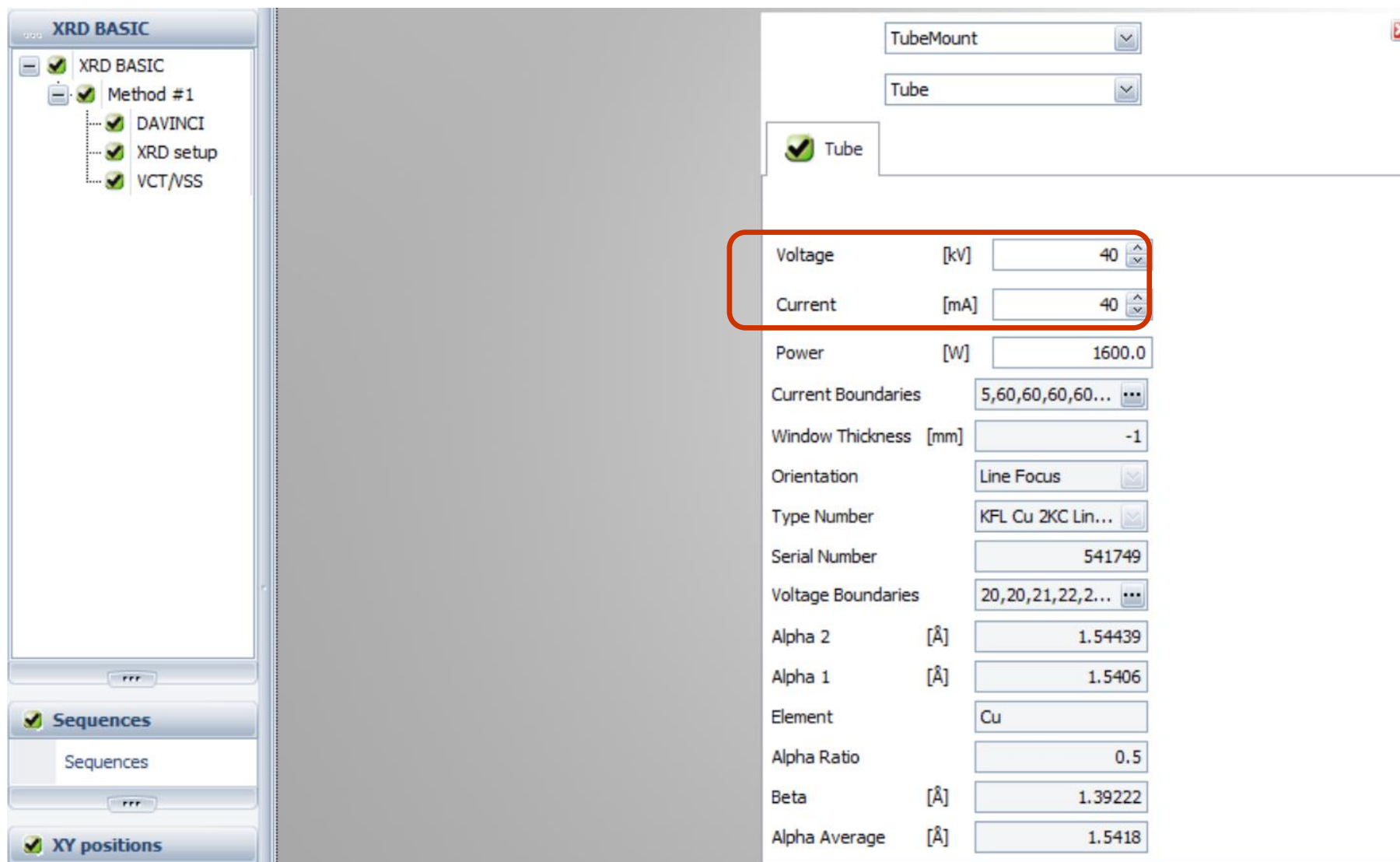


图 6-15 Wizard 中设置 X-ray 电流电压

Primary Beam Path		Radius	Secondary Beam Path		Radius
		280			280
1	TubeMount	Tube	Eiger2R_500K		
2	Optics_Primary_Fix...	Slit 0.6 [mm]	ROI Size [Pixel] 261; 261 [mm] 19.58; 19.58 [°] 4; 4		
3	SlitMount	Filter_Ni_LowBet...	Eiger2R_50...		
4	SollerMount	Axial Soller 2.5 [°]	Detector Serial Number E-01-0216 Energy Mode Automatic		
5	UBC_Mount_Long		Set Energy [eV] 8048.8 Set Lower Threshold [eV] 4024.40 Set Upper Threshold [eV] 10048.80 Set Threshold Mode Difference ...		
			DetectorOpticsMount Scatter_reductio...		

物质

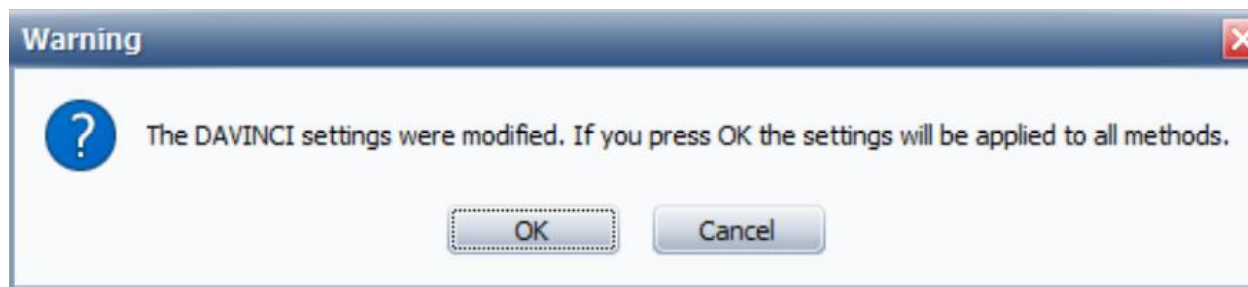


图 6-16 硬件设置

硬件设置完毕后，点击 OK。

物质科学公共实验

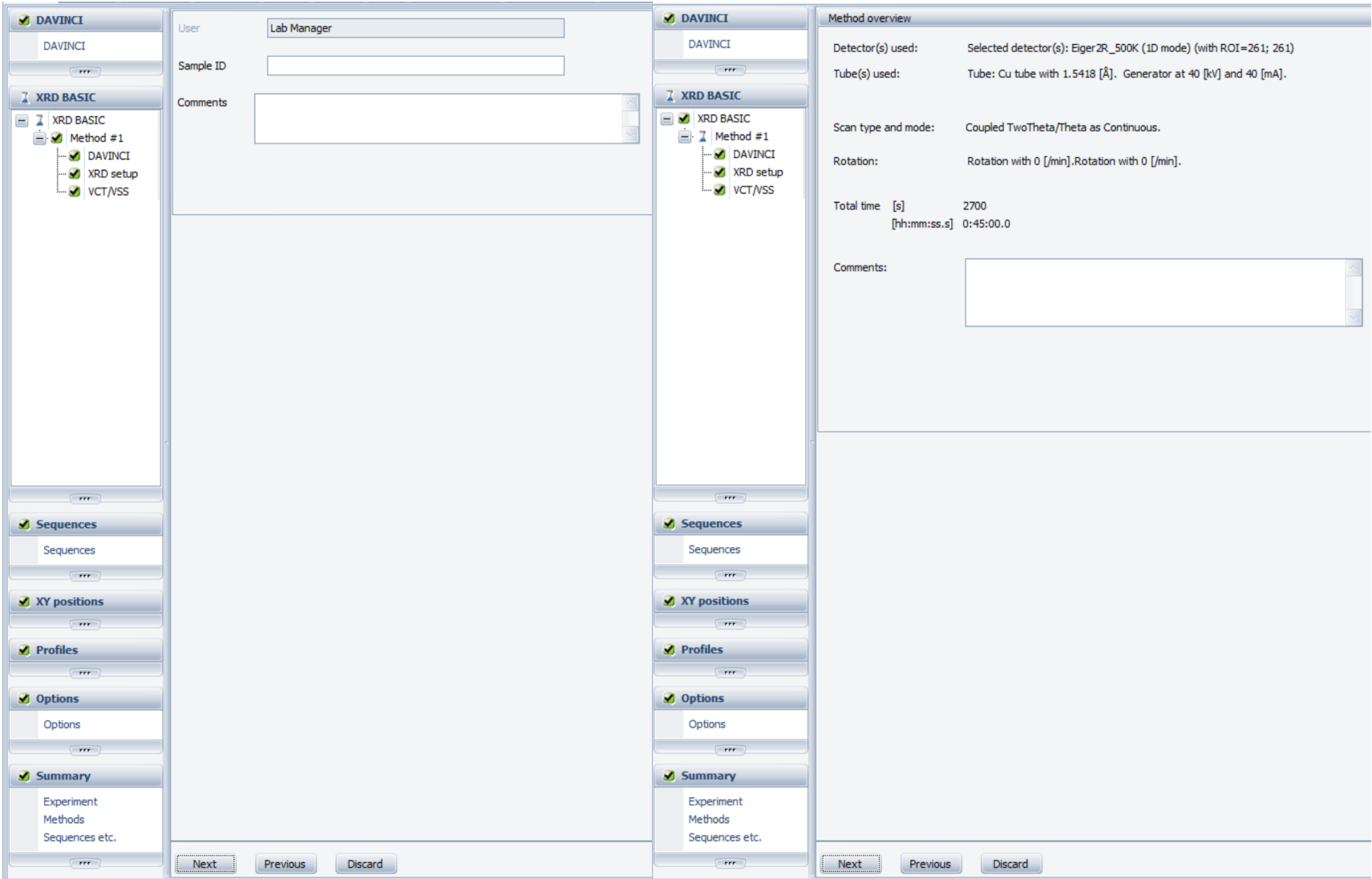


图 6-17 Method 信息的完善

点击“Next”and“Next”。

6.5.4.2.3 设置好扫描参数，如 Abs. start, Abs stop, Increment, Scandtype and Time / Step 等信息。

例如：2theta 10-40°，step size 0.02/step，**保证每张谱约 10-15 min**

The screenshot displays the 'Scan parameters' section of the Bruker D8 DISCOVER software. At the top, there are input fields for 'Scan type' (set to 'Coupled TwoTheta/Theta'), 'Time / Step [s]' (0.35), 'Delay time [s]' (0.0), 'Scan mode' (Continuous), 'Steps' (1401), and 'Total time [s]' (1600). Below this is a table for 'Scan parameters' with columns: Scan axis, Unit, Abs. start, Abs. stop, and Increment. The table has two rows: '2Theta' with values [°], 10.0001, 38.0001, 0.0200 and 'Theta' with values [°], 5.0001, 19.0001, 0.0100. At the bottom, there is a 'Fixed drives' section with columns: Drive, Optional, Position, Unit, Osc., Amplitude, Unit, Speed, and Unit. It shows 'Beam Transl.' with a position of 0.00 [mm] and a speed of 0.0 [mm/s].

Scan axis	Unit	Abs. start	Abs. stop	Increment
2Theta	[°]	10.0001	38.0001	0.0200
Theta	[°]	5.0001	19.0001	0.0100

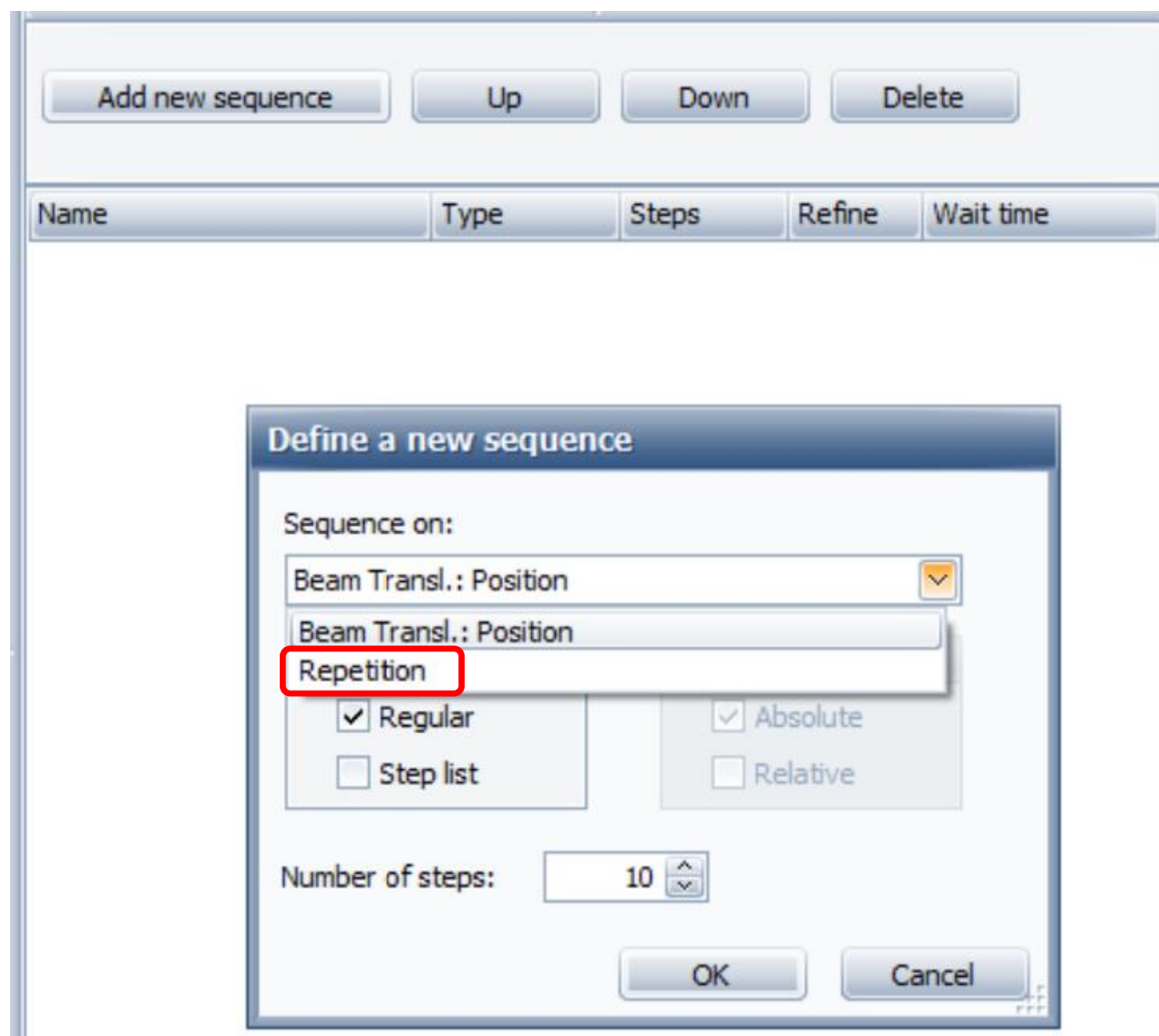
Drive	Optional	Position	Unit	Osc.	Amplitude	Unit	Speed	Unit
Beam Transl.	☐	0.00	[mm]	☐	0.00	[mm]	0.0	[mm/s]

图 6-18 扫描参数的设置

6.5.4.2.4 在 sequence 里添加 sequence 信息，选择 add new sequence，编辑 number of steps = 200 次，开始测试实验。

The screenshot shows the 'Sequences' management screen in the Bruker D8 DISCOVER software. On the left, there is a sidebar with a 'Sequences' button highlighted by a red box. The main area has a table with columns: Name, Type, Steps, Refine, and Wait time. Above the table are buttons for 'Add new sequence' (highlighted with a red box), 'Up', 'Down', and 'Delete'. Below the table, there is a 'Further parameter' section with an input field and an 'Add' button.

Name	Type	Steps	Refine	Wait time
------	------	-------	--------	-----------



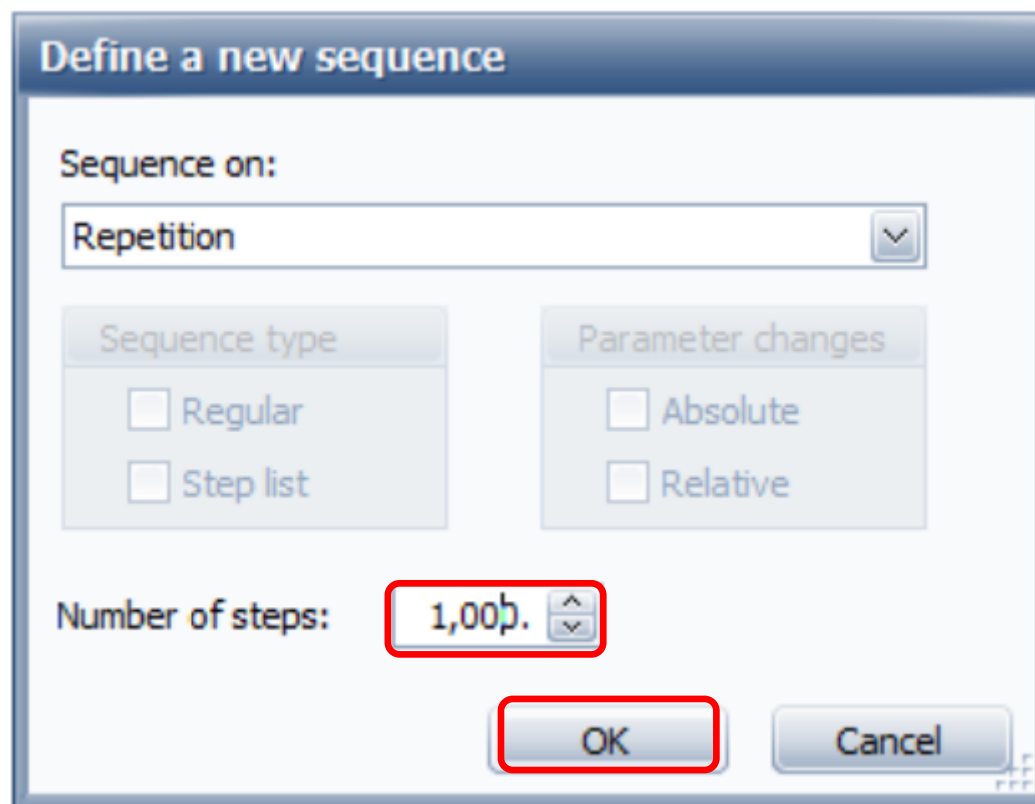


图 6-19 sequence 的设置

在 Sequence on 下拉框中选“Repetition”，点击 OK。

若此处 repeat 次数不能很好地进行编辑，则点击上述 OK 后，继续再在表单中编辑。

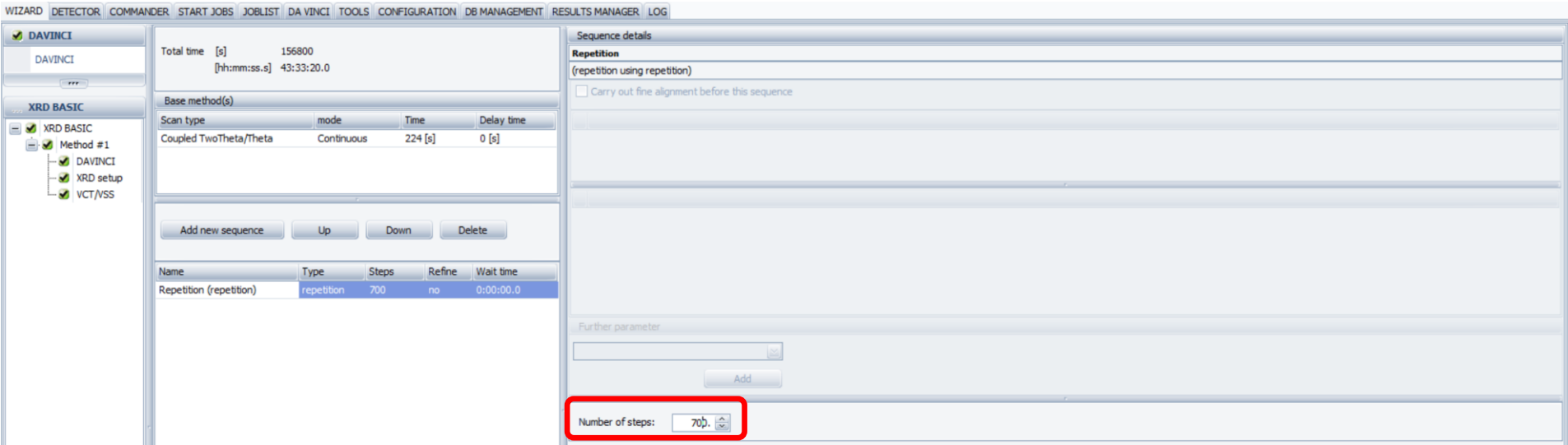
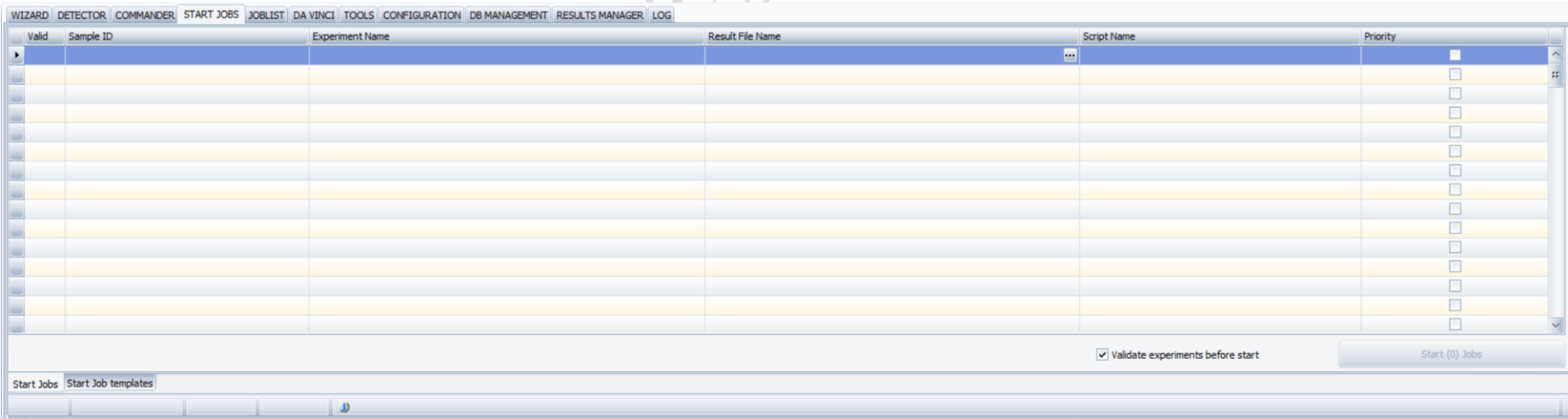


图 6-20 XRD 循环检测步数的优化

方法编辑完毕后，在 START JOBS 中编辑：



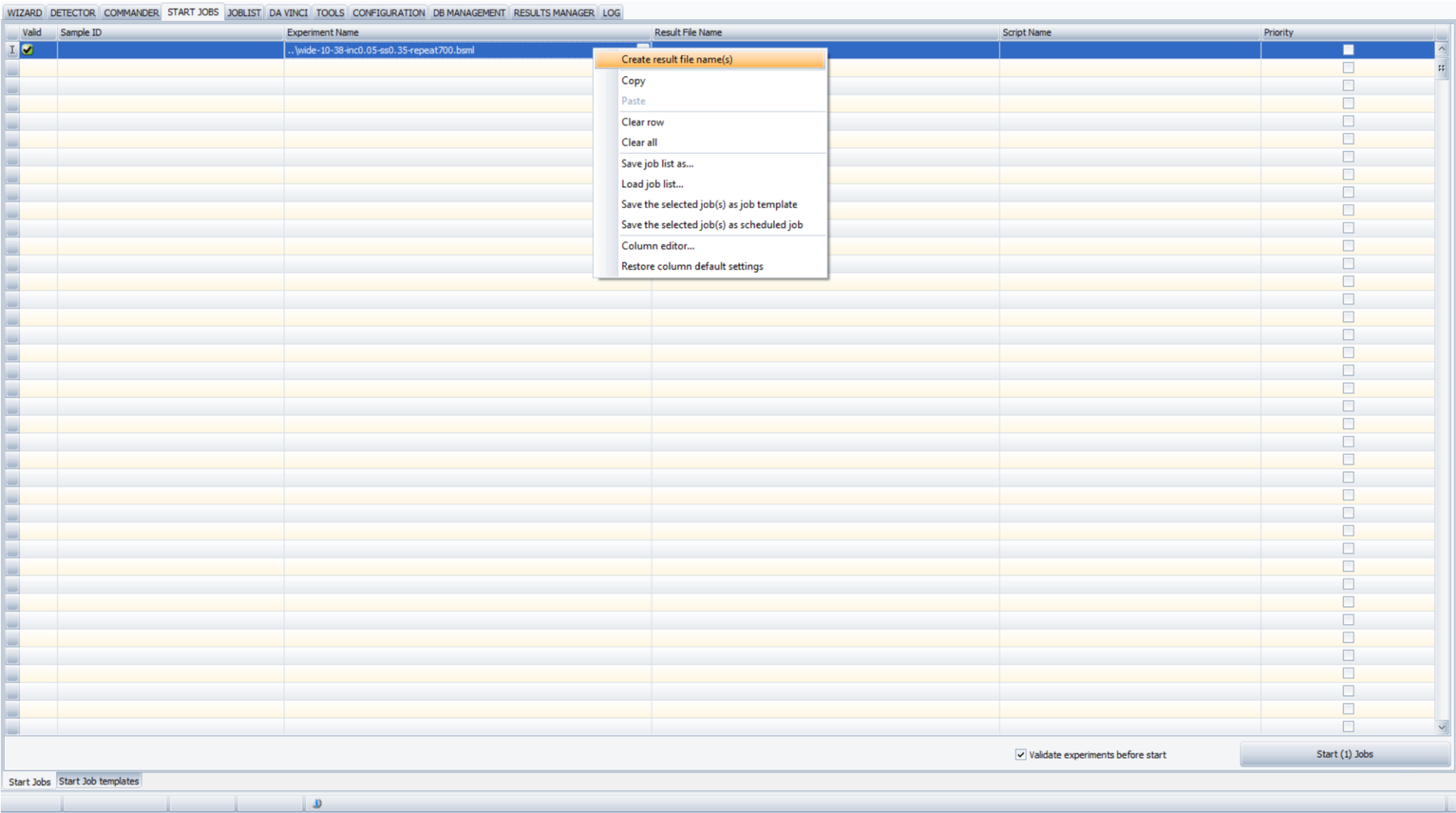


图 6-21

在 START JOBS 中调用方法，开始测试，点击 Start (1) Jobs 即可开始。

6.5.4.2.5 在 COMMANDER 中 check 测量进行状态

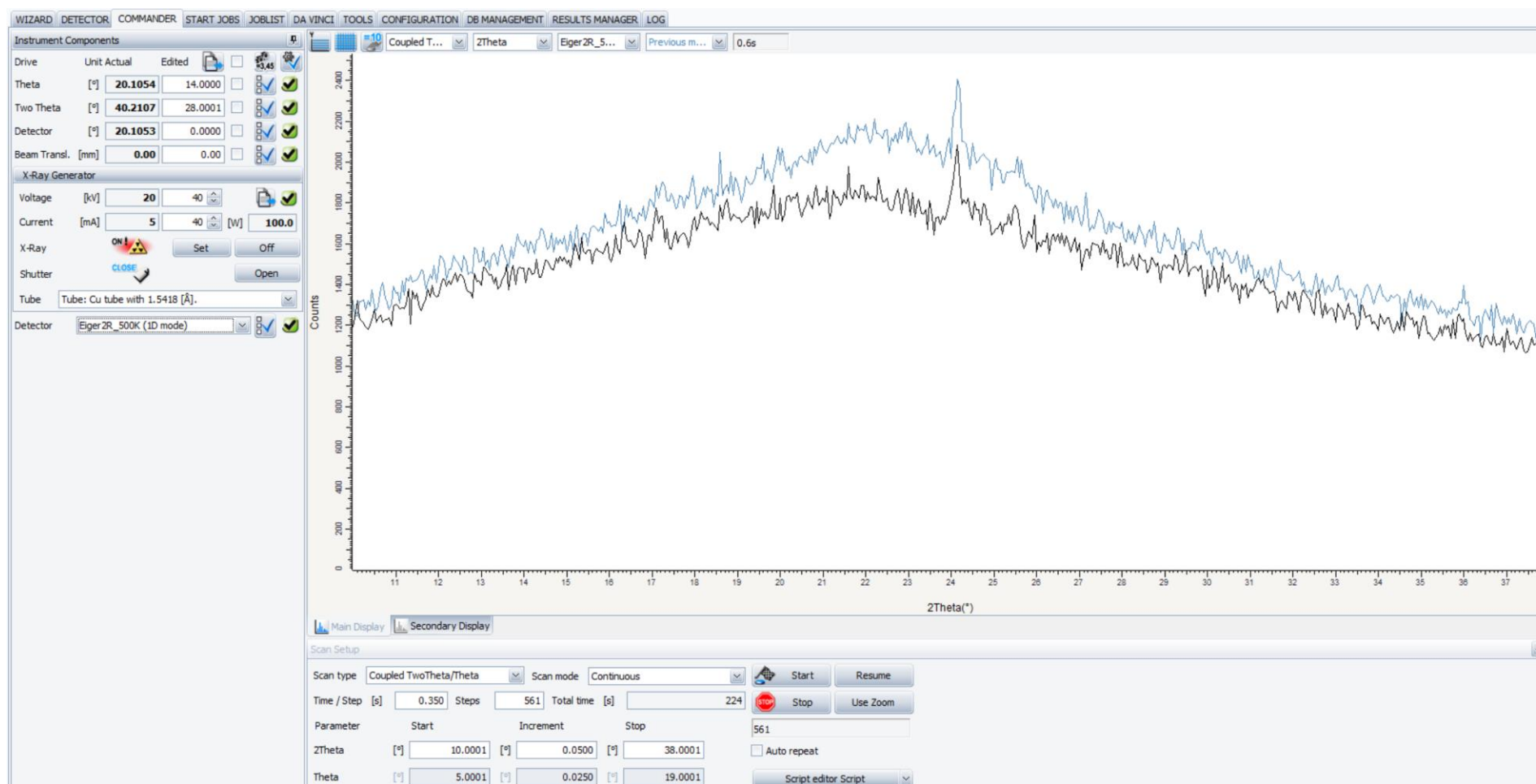


图 6-22 Commander 界面观察测试的进度

6.5.4.2.6 在数据采集过程中, 打开 JOBLIST 查看实验结束的时间:

Job ID	Position	Sample ID	Experiment Name	Script Name	Result File Name	Status Messages	Start Time	End Time	Experiment Time	Progress
822	1A02	cor 1	.. \20-80-4min.bsml	.. \cor 1.brml	.. \cor 1.brml	Active	10:54:55 AM	10:59:30 AM	4m 35s	1/1 14 %
824	1A02	cor 4	.. \20-80degrees-5min-10...	.. \20-80degrees-5min-1031.brml	.. \20-80degrees-5min-1031.brml	Waiting	10:59:30 AM	11:04:56 AM	5m 25s	
823	1A02	cor 3	.. \15-80degrees-5min.bsml	.. \15-80degrees-5min.brml	.. \15-80degrees-5min.brml	Waiting	11:04:56 AM	11:10:47 AM	5m 51s	
275	1C01		.. \214296_Autochanger...	.. \214296_Autochanger_Corundum_R...	.. \214296_Autochanger_Corundum_R...	Suspended				

Mode	Job ID	Position	Sample ID	Experiment Name	Script Name	Result File Name	Status Messages	Start Time	End Time	Experiment Time	Progress	Priority
	845	1A01		.. \wide-10-38-inc0.05...	.. \1.brml	.. \1.brml	Active	15:31:16	11:04:36+2d	43h 33m 20s	0/0 0 %	Normal
	747	1A01		.. \Bl_K.bsml	.. \Bl_K.brml	.. \Bl_K.brml	Suspended					Normal

图 6-23 JOB LIST 查看测试结束时间

6.5.4.2.7 数据格式的转换：打开 File Exchange 7.3，在左侧的“Source”栏选择需转换格式的数据文件，然后在右侧“Target”栏设置转换后数据需要存储的格式及路径，点击右下方的“F9 Convert”。

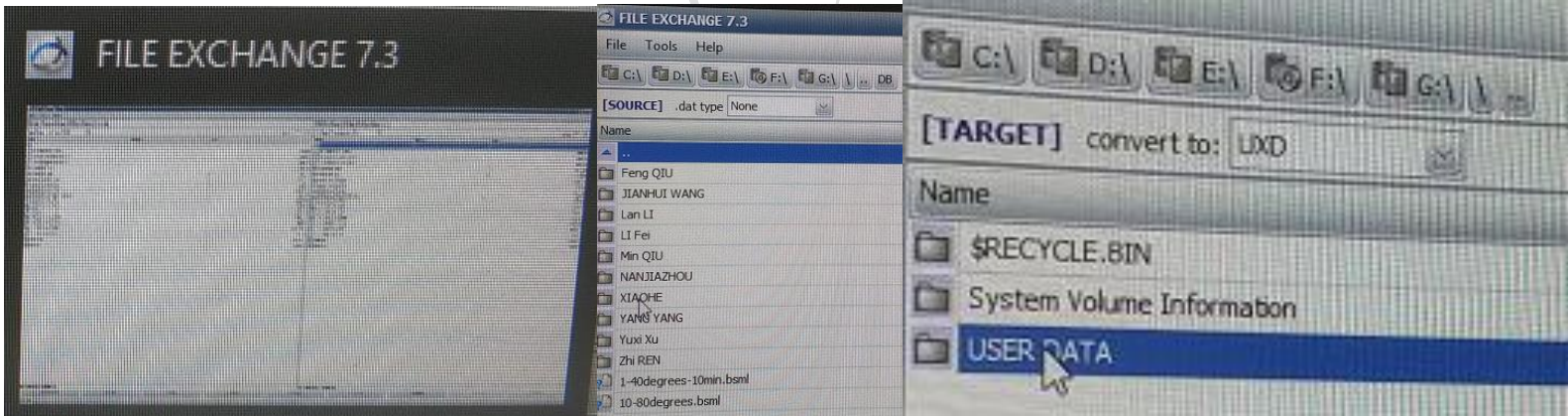


图 6-24 数据格式转化

7. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

8. 记录

高分辨粉末及 PDF 散射系统 Bruker/D8 DISCOVER 使用记录表 V1.0（科研设施与公共仪器中心通用版）

物质科学公共实验平台

仪器设备使用记录本										
日期	测试人	导师(PI)	测试内容	测试方式		仪器状态		机时 (起止时间)	联系电话	备注
				送样	自主操作	使用前	使用后			

请注意：使用前先检查仪器状况，正常方可操作，一旦测试使用，默认为测试前仪器状况为正常，测试后记得取走样品再关机。紧急联系电话：