

文件编号:

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

---

### 原位 X 射线衍射仪 标准操作规程

2021 年 8 月 26 日发布

年 月 日实施

---

物质科学公共实验平台 发布



### 修订页

修订日期	版本号	修订说明	修订	审核	批准
2021.5.18	V1.0	发布试行	缪晓和 钟影		
2021.8.26	V2.0	发布试行	缪晓和 钟影		

物质科学公共实验平台



# 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. 原位 X 射线衍射设备管理规范.....	2
5.1. 原位 X 射线衍射仪 Bruker D8 Discover 使用制度.....	2
5.2. 预约制度.....	2
5.3. 培训考核制度.....	3
5.4. 仪器故障报告.....	4
5.5. 致谢.....	4
6. 原位 X 射线衍射仪 Bruker D8 Discover 标准操作步骤.....	5
6.1. 介绍.....	5
6.2. 仪器主要技术参数.....	5
6.3. 样品要求.....	7
6.4. 开机.....	7
6.5. 高低温原位测试（-150 °C ~ 1500 °C）.....	9
6.6. 低温原位测试（12K ~ 320 K）.....	20
6.7. 高分辨测试.....	26
6.8. 数据格式转换.....	31
7. 相关/支撑性文件.....	32
8. 记录.....	32
仪器设备使用记录本.....	33



## 1. 目的

建立原位 X 射线衍射仪 Bruker D8 Discover 标准使用操作规程, 使其被正确、规范地使用。

## 2. 范围

本规程适用于所有使用原位 X 射线衍射仪 Bruker D8 Discover 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. 严禁在原位 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。

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. 原位 X 射线衍射设备管理规范

### 5.1. 原位 X 射线衍射仪 Bruker D8 Discover 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。

原位 X 射线衍射仪 Bruker D8 Discover(以下简称 in-situ XRD)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、in-situ XRD 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 in-situ XRD 进行常规粉末衍射数据采集，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 in-situ XRD 进行平行光模式下的数据采集，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 in-situ XRD 进行原位数据采集，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，并按照规定要求登记预约信息。

### 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 7\*24 小时预约制度。预约原位实验，根据预约制度可登陆大仪共享网站最少提前 3 周与设备负责人沟通并预约机时，原位实验安排在工作日进行构建与测量。

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，请提前一天与技术员沟通并取得同意后取消预约。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 $\geq 1h$	自主测试, 送样测试

- (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) 用户必须在登录状态下才可以接触平台仪器, 否则, 视为违规, 平台将采取双倍使用机时进行计费措施进行处罚。
- (4) 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;
- (5) 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;
- (6) 不可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;
- (7) in-situ XRD 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)。
- (8) 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。

### 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, 内容包含: 样品送样及制样、仪器标准操作规程(自主测试-初、中、高级 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。

实验室技术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 in-situ XRD 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 in-situ XRD 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，认真做好 in-situ XRD 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. 原位 X 射线衍射仪 Bruker D8 Discover 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:** 原位 X 射线衍射仪包含主机(包括光源、光学系统、检测器)、水冷系统、变温池、控温装置。此仪器可实现 12 K ~ 1500 °C 的 in-situ XRD 测试, 还能切换成 GID、HRXRD 模式。

**放置地点:** 西湖大学云栖校区 4 号楼 112 X 射线衍射实验室

### 6.2. 仪器主要技术参数

原位 X 射线衍射仪 Bruker D8 Discover (简称 in-situ XRD) 配有:

TRIO 三光路自动切换:

- a) 自动狭缝: 传统的 Bragg-Brentano 聚焦几何-粉末样品;
- b) Göbel 镜: 高强度的平行光几何-GID、XRR、透射-表面高低不平样品;
- c) Göbel 镜+2 次反射单色器: 高分辨平行光  $K\alpha_1$  几何 (HRXRD) -单晶外延

膜 (RC、2theta-omega、Phi-Scan、RSM)

6 kW Cu 转靶光源;

Eiger 二维探测器: 500K 像素

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  $-10^\circ \sim 100^\circ$ ; 精度  $0.0001^\circ$ ; 最小步长  $0.0001^\circ$ ;

变温池 (12 K ~ 1600 °C)

原位 X 射线衍射仪 Bruker D8 Discover 主要组成部分如下, 如图 6-1 所示:



图 6-1 原位 X 射线衍射仪 Bruker D8 Discover 主机图示



图 6-2 原位 X 射线衍射仪 Bruker D8 Discover 控温装置

### 6.3. 样品要求

- (1) 不测试含有毒性、腐蚀性样品；
- (2) 粉末样品要求：粒度均匀，粒径小于 20 μm，粉末样品量约需 1 g；
- (3) 微粉样品需要颗粒均匀细小(50 nm 以上)，且物质性质稳定；
- (4) 块状样品要求：测试面清洁平整，可以是板状、片状或丝状，带衬底材料的薄膜或带基材的镀层等，样品形状尺寸需要与技术员沟通确认；
- (5) 委托测试请告知测量的角度范围（2θ 扫描范围 5°~100°之间）、样品组成成分及所含的元素种类；
- (6) 易变质样品需提前与技术员联系，预约测试时间。
- (7) 请注明样品保存条件，如常规、冷冻、干燥、冷藏、避光等；

### 6.4. 开机



图 6-3 水冷机温度及水压示意图

### 6.4.1 打开冷却水循环装置

此机器设置温度在  $22 \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，一般温度不超过  $24\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，水压稳定在  $0.43\text{ MPa}$  即可正常工作(图 6-3 所示)。若高于此示数，请报告给技术员。

### 6.4.2 开电源




在衍射仪左侧面，将主切断开关（红色旋钮）从“O”旋转到“I”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，仪器主机左侧面高压指示灯显示为白色，仪器状态指示灯为绿色（注意：绿色表示仪器主机与控制电脑间通讯良好；若电脑未开机，则只显示白色），直至高压发生器按钮屏出现“I”；按下高压发生器按钮，高压发生器指示灯亮，此时从“I”变成灯丝形状（注意：此时在心里默数 30 下，再摁“灯丝”按钮（上方按钮）；此时上方高压指示灯开启并变成，表示初级泵启动。此一系列显示灯的变换只持续短短数分钟。）；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 6-4 XRD 主机电源开关（左）、高压按钮（右上）、仪器状态指示灯（右下）




### 6.4.3 开启软件

打开 DFFRAC. measurement suit, 选择 Lab Manager, 无密码, Enter 进入软件界面。

### 6.4.4 初始化马达

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，

内部文件，请勿随意转发、打印、复印

未初始化显示为叹号 ，初始化正常后显示为对勾 ，马达出错时显示为 。除了此次开机需要进行初始化，其他情况都不用做初始化。

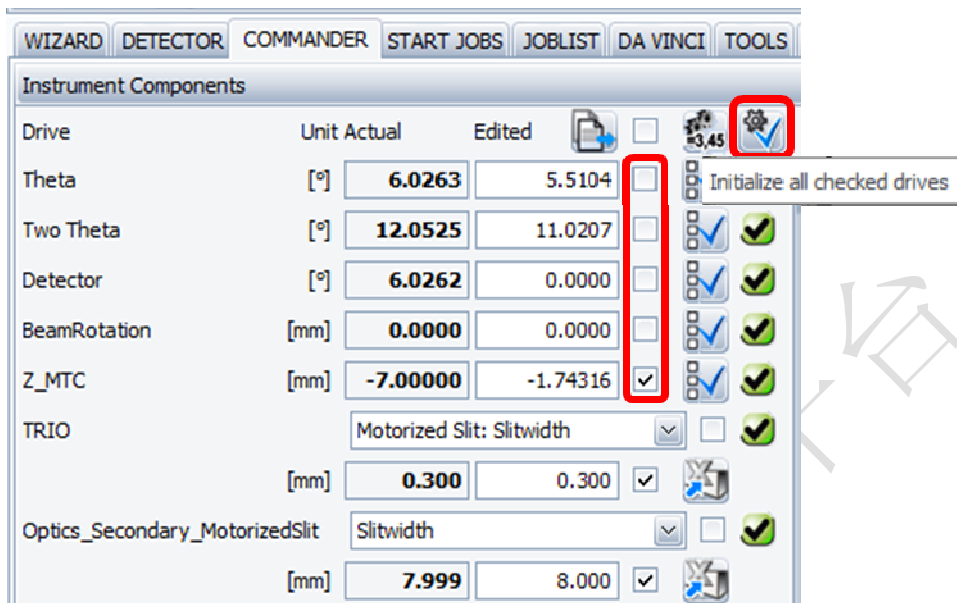


图 6-5 马达初始化

### 6.5. 高低温原位测试 (-150 °C ~ 1500 °C)

#### 6.5.1 Two Theta 零点校正

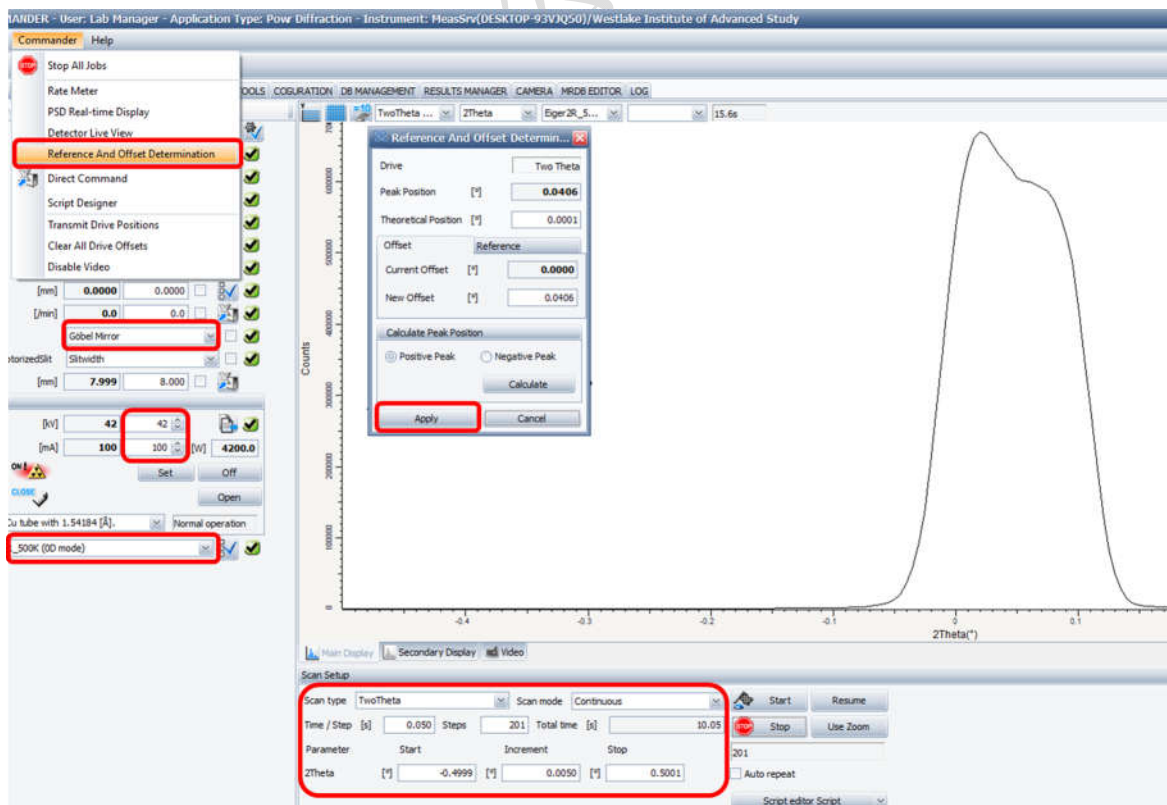


图 6-6 Two Theta 零点校正

### 6.5.1.1 参数及配置设置

Theta Position:  $0^\circ$  , Detector Position:  $0^\circ$  , 确认机柜中光管和探测器在  $0^\circ$  附近都不会碰到任何杂物;

次级光路: **铜吸收片**;

TRIO: Motorized Slit: Slitwidth: 0.3 mm;

Optics\_Secondary\_MotorizedSlit: 8 mm;

X-Ray Generator: 电压 42 kV, 电流 100 mA;

Eiger 2R\_500K(0D mode): ROI Size(探测器开口): X(2Theta 方向) 1 Pixel, Y 常用  $3.3^\circ$  ;

### 6.5.1.2 Scan Type TwoTheta

不放样品, 将样品台降至最低高度。Scan range:  $-0.5 \sim 0.5^\circ$  , Increment: 0.01 or  $0.005^\circ$  , time/step: 0.1 s/step, 此时峰位在  $0^\circ$  左右(图 6-6); 点击菜单栏 Commander, 选择 Reference And Offset Determination, 选择峰中心, 点击 Apply。

### 6.5.2 样品装载

粉末样品: 将粉末样品均匀铺在加热器/冷却台上, 注意不能碰到腔体内任何导线。

块状样品: 取下防空气散射刀口, 将样品平放在加热器/冷却台上。



图 6-7 高温腔及样品装载



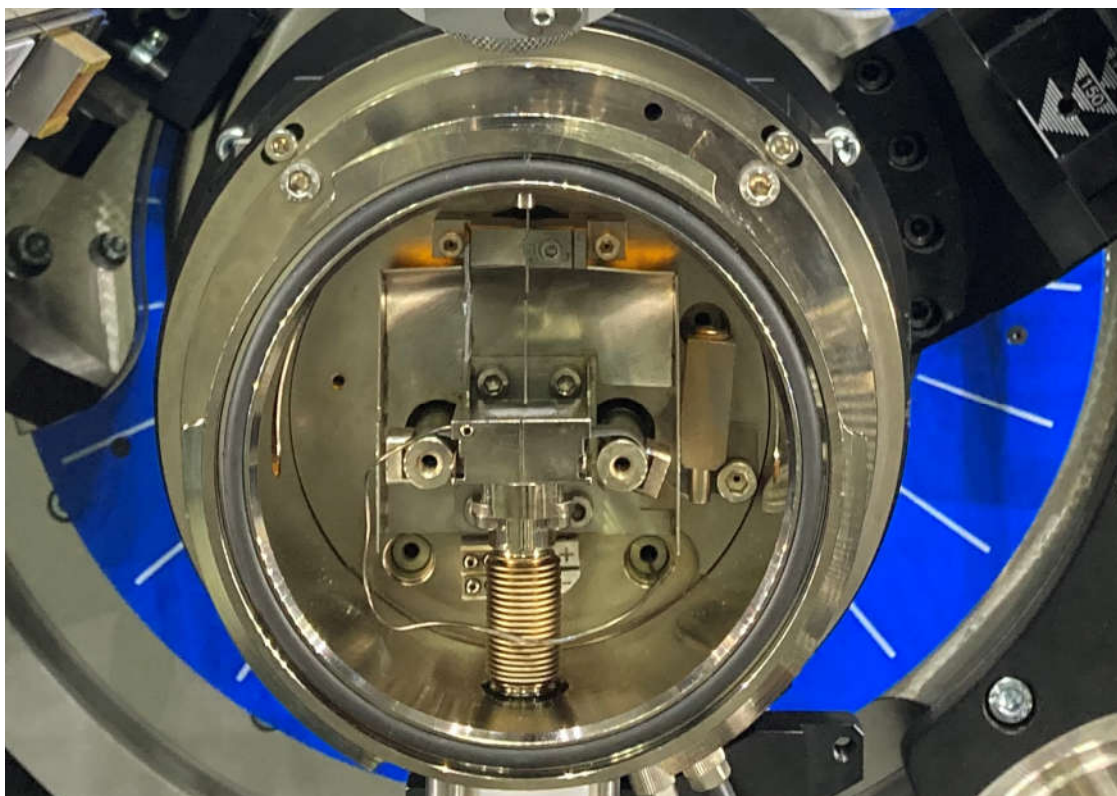


图 6-8 低温腔及样品装载

### 6.5.3 调整样品高度

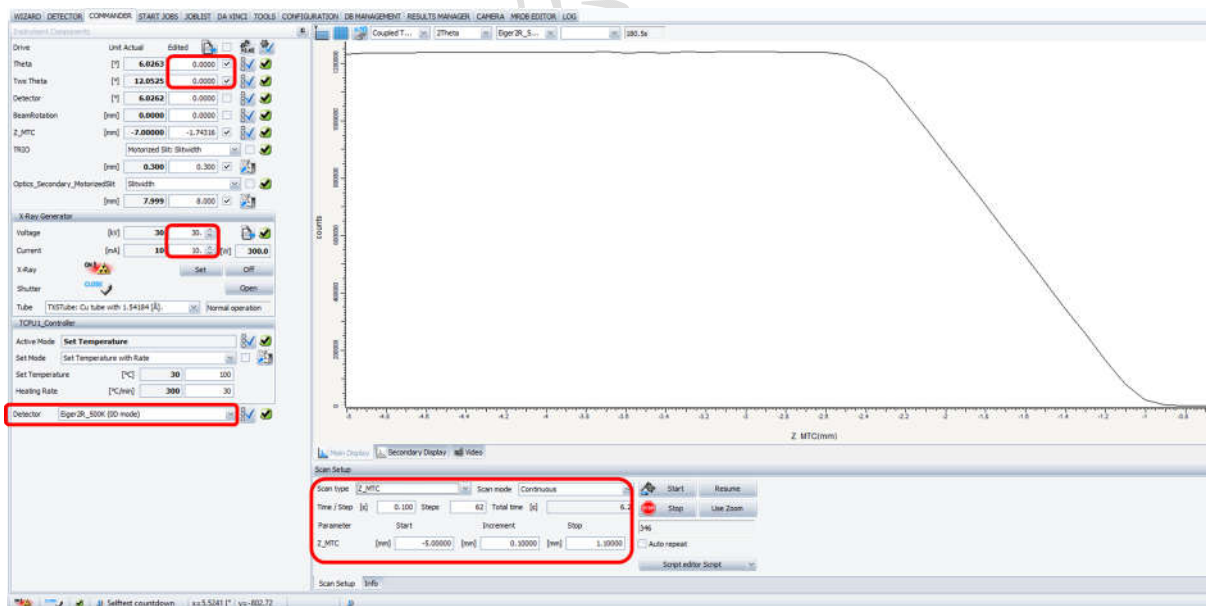


图 6-9 Z-MTC 扫描参数及结果

#### 6.5.3.1 参数及配置设置

Theta Position:  $0^\circ$  , Detector Position:  $0^\circ$  , 确认机柜中光管和探测器在  $0^\circ$  附近都不会碰到任何杂物;

初级光路: Ni0.02 吸收片; 2.5° 索拉狭缝;

次级光路: **铜吸收片**; Secondary motorized slit 狭缝 8mm;

TRIO: Motorized Slit ;

X-Ray Generator: 电压 30 kV, 电流 10 mA;

Eiger 2R\_500K(0D mode)。

### 6.5.3.2 Scan Type Z-MTC

最大范围 -7 ~ 1.1 mm, Increment: 0.01 mm, Time/Setp:0.1 s; 在 Z 曲线半高处双击, 自动读取 Z 的准确高度到左列 Z 框中 (图 6-9)。

## 6.5.4 样品测试

### 6.5.4.1 硬件配置、参数设置:

初级光路: Ni0.02 吸收片; 2.5° 索拉狭缝;

次级光路: 2.5° 索拉狭缝或者全景 2.5° 索拉狭缝;

TRIO: Motorized Slit;

X-Ray Generator: 电压 42 kV, 电流 100 mA;

Detector: Eiger2R\_500K(1D mode): ROI Size(探测器开口): X(2Theta 方向) 15° , Y 常用 3.3° ;

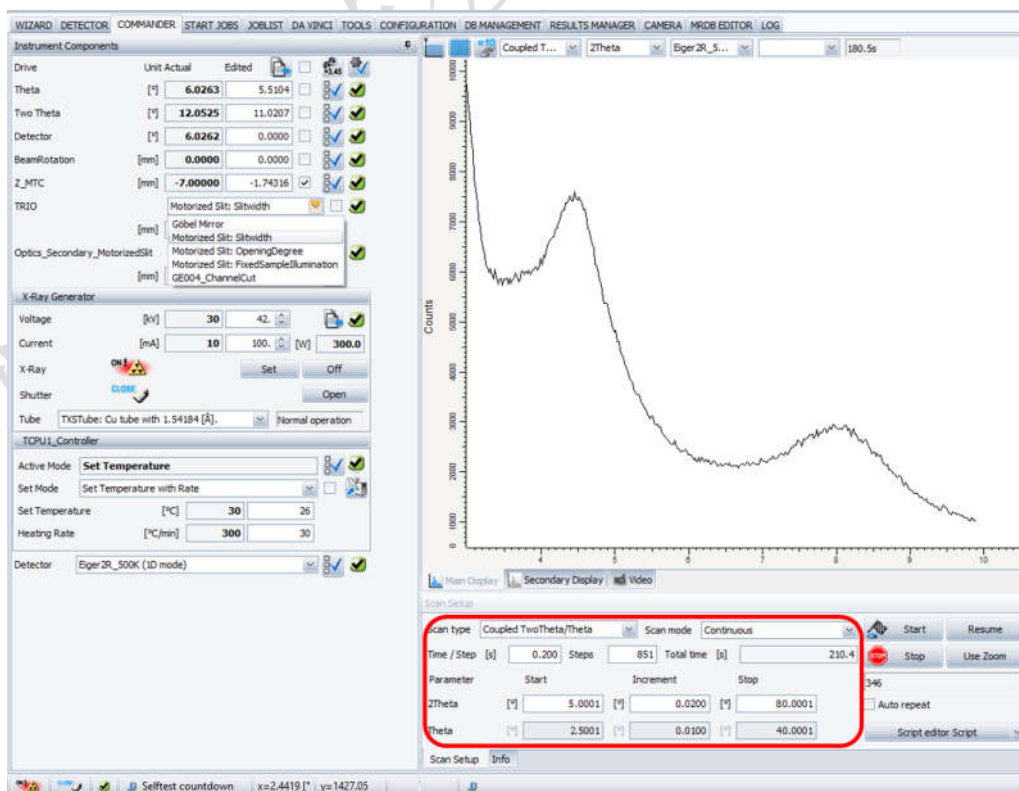


图 6-10 Coupled TwoTheta/Theta 扫描参数及结果

### 6.5.4.2 扫描模式(Scan Type):

①Coupled TwoTheta/Theta: 最大范围 5 ~ 100° , step size 0.02°/step (图 6-10);

②Still: 设置 Theta 和 Two Theta 中心位置、曝光时间, 探测器多通道同时收集 Two Theta 方向数据, 该模式能够一次性扫描 2theta 范围小于 15° 的区间, 次级光路需使用全景索拉或小索拉狭缝 (图 6-11)。

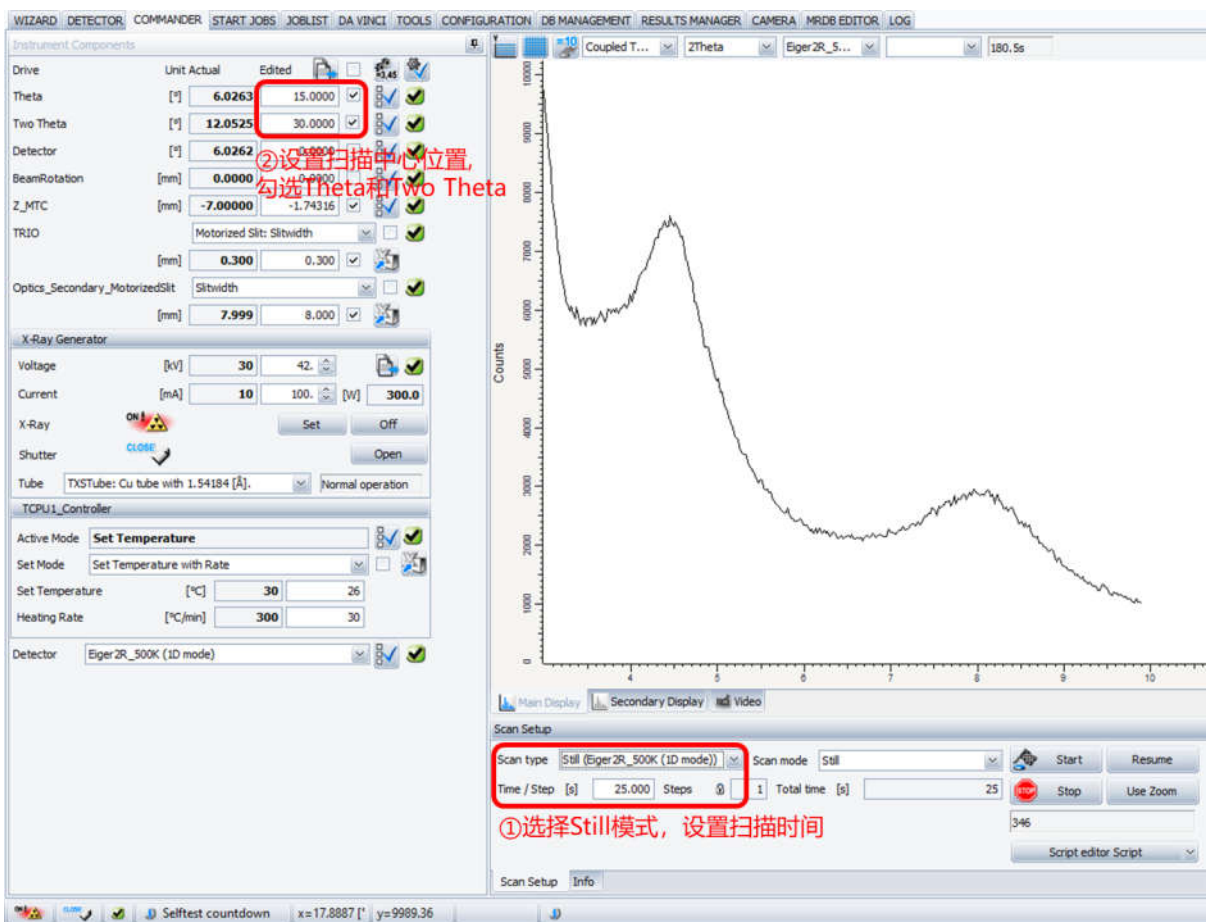



图 6-11 Still 扫描参数

6.5.4.3 数据收集。注意测试完毕后, 点击保存 , 保存数据到 D 盘各课题组的文件夹中。

### 6.5.4.4 测量方法的建立

点击 “ WIZARD ” 标签页, 点击左上角 New Wizard, 选 XRD 模式, 点击 OK, 如图 6-12;

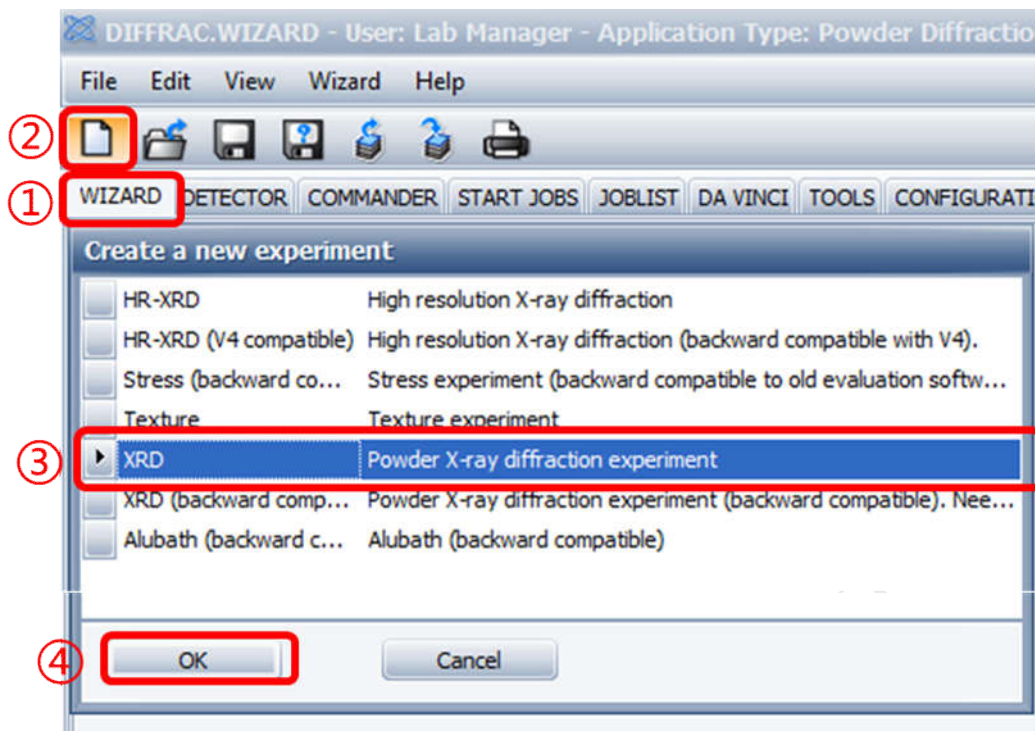


图 6-12 WIZARD 中新建测试方法

设置 Tube: 点击 Tube, 输入电压 42 kV, 电流 100 mA; 自动读取当前的其他硬件设置, 如图 6-13;

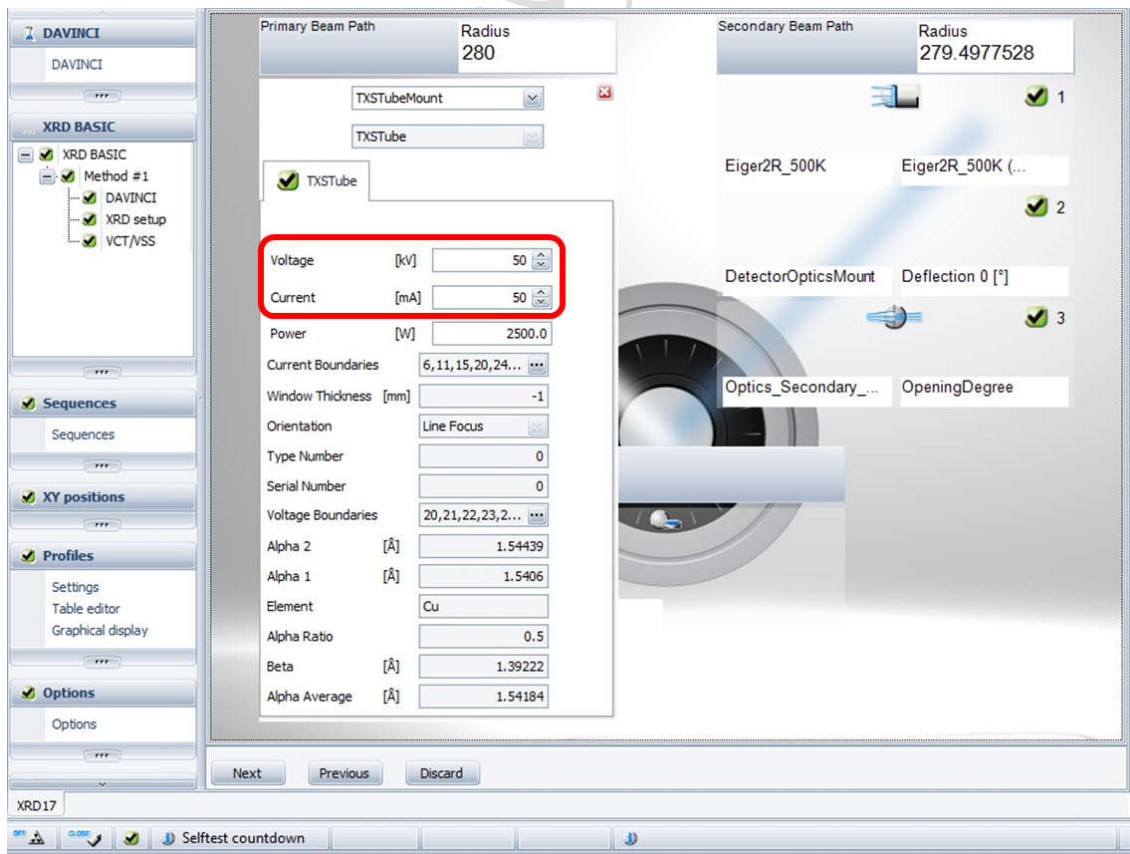


图 6-13 设置 Tube 电压 42 kV, 电流 100 mA

点击“Method”的“XRD setup”下设置：①2θ 起始角度（Start）、②终止角度（Stop）、③步长（Increment）、④曝光时间（Time/Step）等参数，如图 6-14；

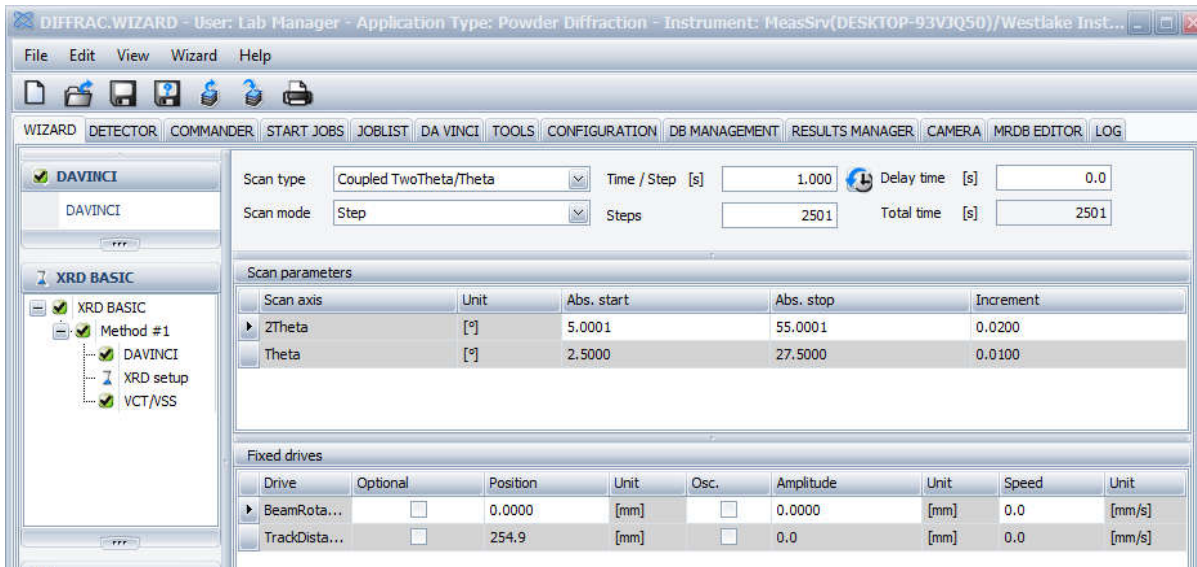


图 6-14 设置“Method”下的“XRD setup”

点击“Profiles”的“Setting”下设置：“Set Temperature”或“Set Temperature with Rate”，点击 Add，如图 6-15；

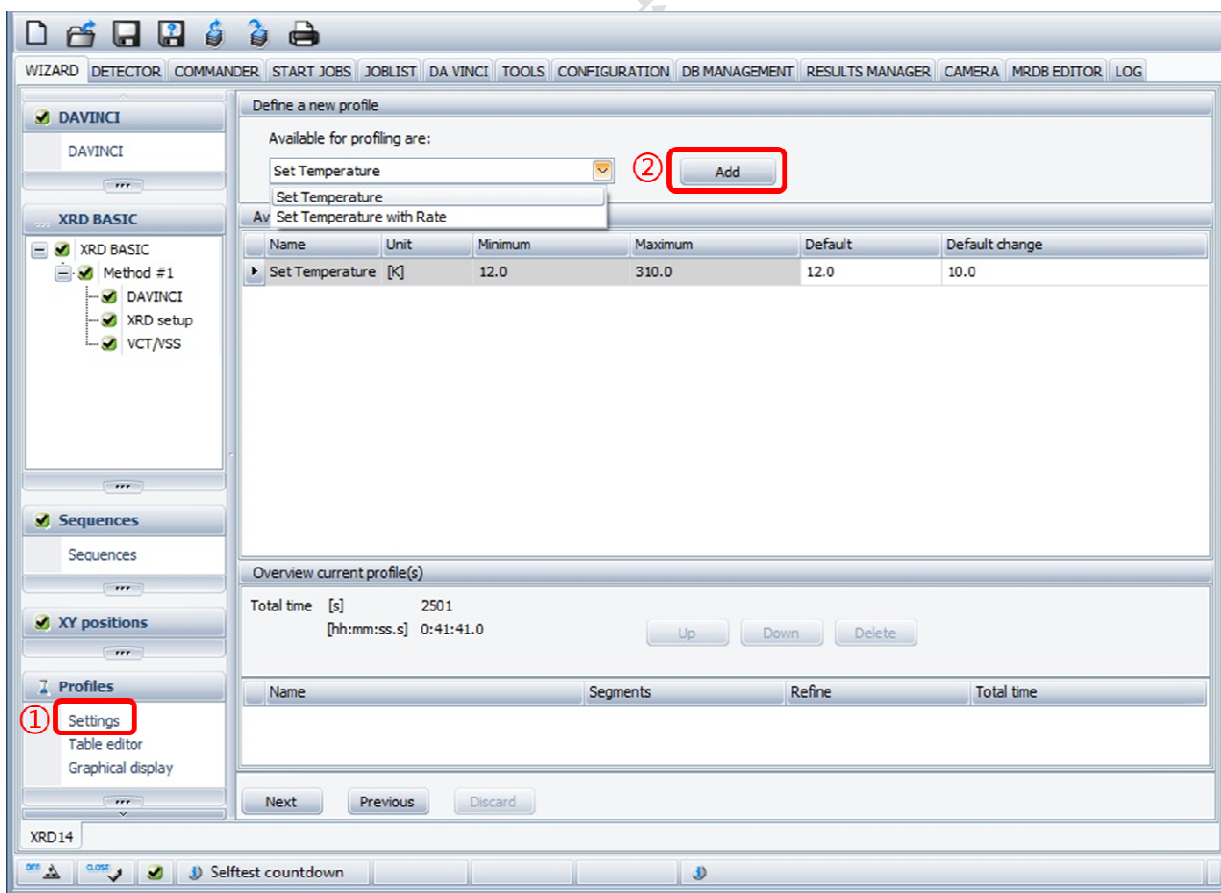




图 6-15 设置“Set Temperature”或“Set Temperature with Rate”

点击“Profiles”的“Table editor”下设置：分别为添加升温、保温、降温过程，选择 Method 后点击添加测试过程，最后控制程序如图 6-16；

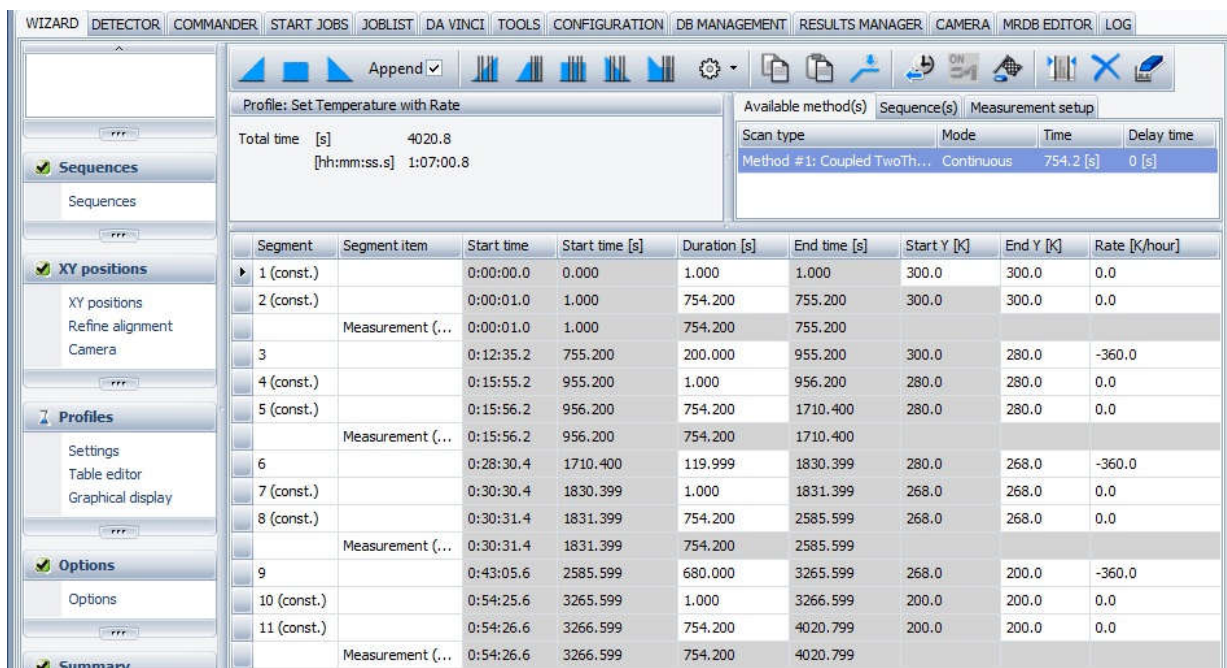



图 6-16 在“Profiles”的“Table editor”中设置温度控制程序

检查各项设置无误后，单击“Save as”将方法保存到指定文件夹中；

点击“START JOB”标签页，编辑测量方法（Experiment Name）调用建立的方法文件，编辑数据保存路径（Result File Name）（将鼠标悬在.bsml 上点击右键，选择 Create result file name: 即可产生与方法同路径同文件名的结果文件），设置完成后点击右下方的“Start Jobs”，如图 6-17；

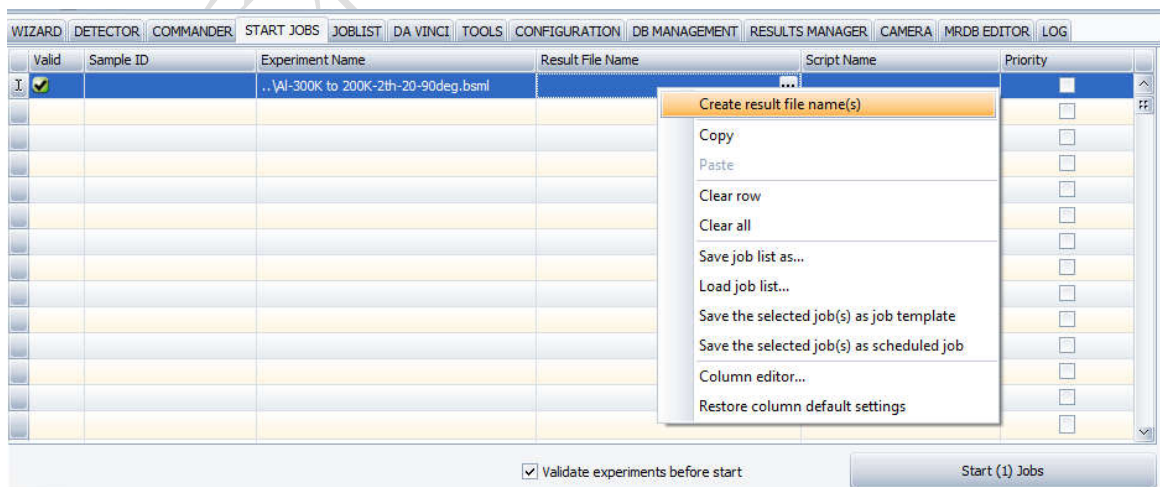


图 6-17 SART JOBS 标签页中设置任务

在数据采集过程中，可以打开“JOB LIST”标签页查看实验结束的时间。

### 6.5.5 原位测试

密封变温腔，连接腔体和真空泵，打开机械泵，拧紧排气阀（破真空时顺序相反），等待真空度达到  $10^{-2}$  mbar 左右(图 6-18、图 6-19、图 6-20)。

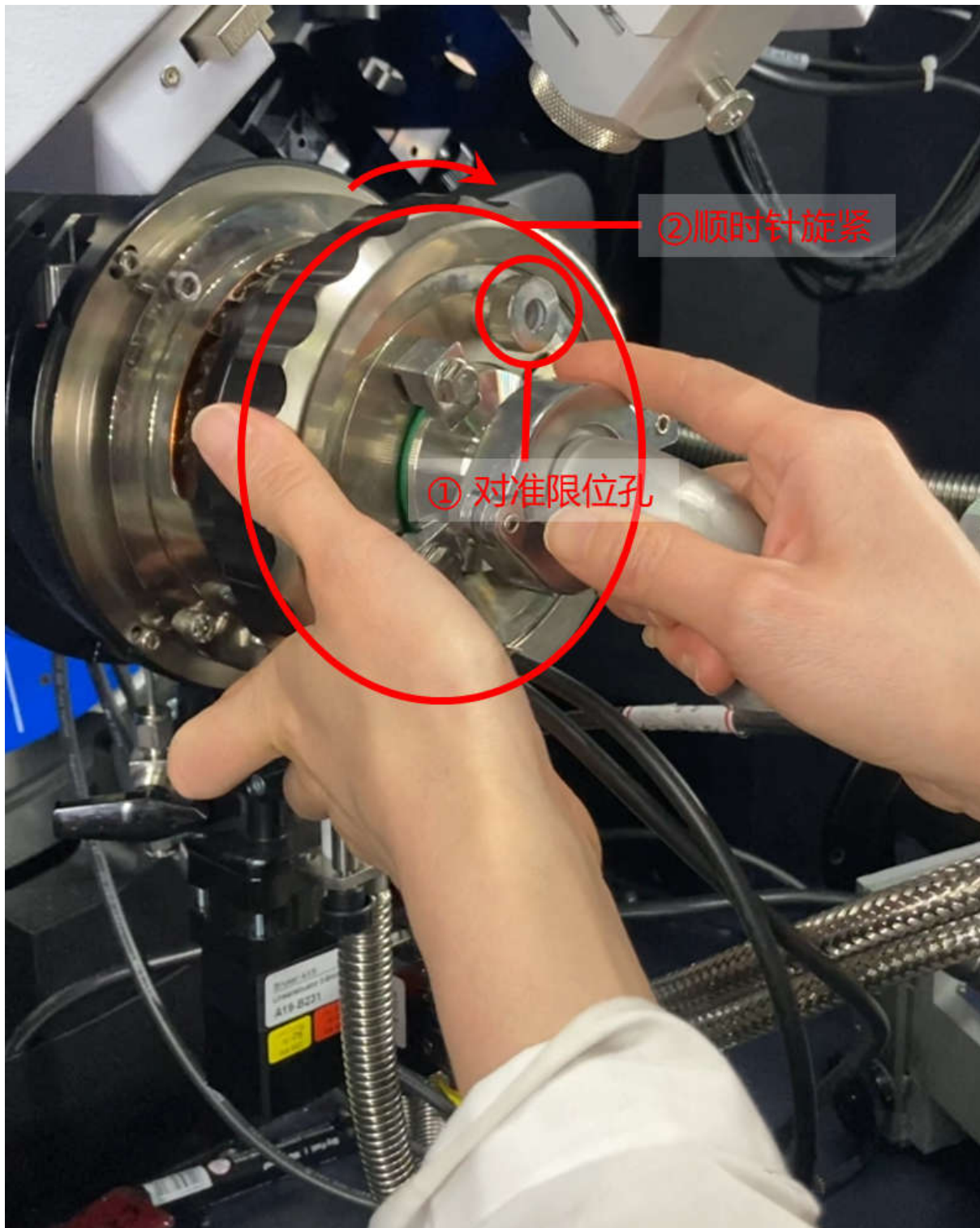


图 6-18 密封变温腔

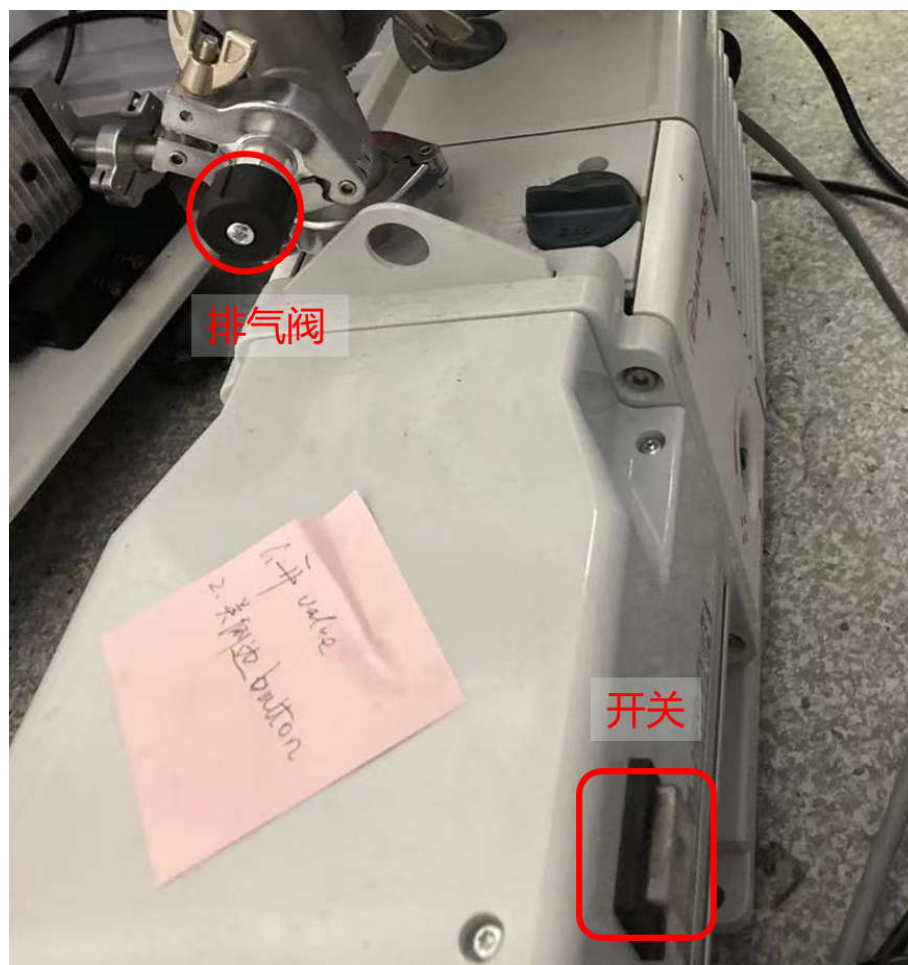


图 6-19 真空泵



图 6-20 真空泵读数表



6.5.5.1 测试样品在真空常温下的数据。

6.5.5.2 设置测试温度（图 6-21），待温度稳定后测试变温数据。

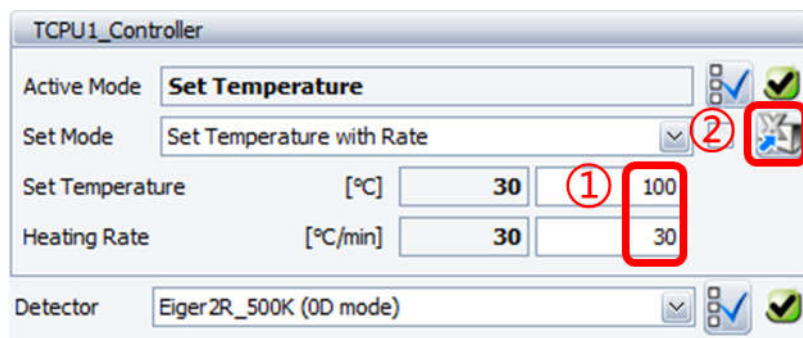


图 6-21 设置测试温度和升温速率

6.5.5.3 测试完毕后，将温度设为常温，待腔体温度恢复常温，打开真空泵排气阀，关闭真空泵；打开变温腔取出样品。

## 6.6. 低温原位测试 (12K ~ 320 K)

### 6.6.1 准备液氮压缩机

降温前, 提前 30 分钟将液氮压缩机主切断开关 (黑色旋钮) 从 “O” 旋转到 “I” 的位置, 压缩机稳定后, Power 灯常亮 (如图 6-22)。

注意: 当液氮气压低于 15.5 bar, 需补充液氮。



图 6-22 液氮压缩机

### 6.6.2 Two Theta 零点校正

见 6.5.1 Two Theta 零点校正, 不再赘述。

### 6.6.3 样品装载

将块体样品用低温胶固定到样品架上, 注意样品要平; 将粉末样品在带槽样品架上压实。

用洗耳球吹净样品架和样品, 以免小颗粒被吸入分子泵。

将样品架在样品台上旋紧 (如图 6-23)。

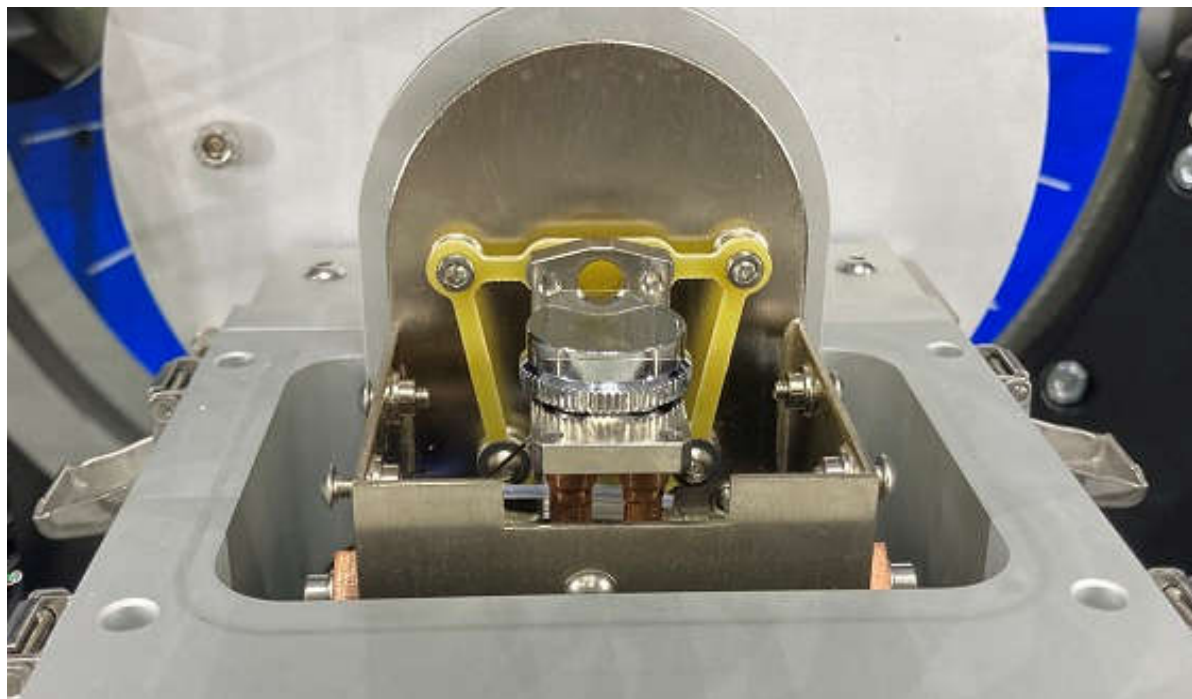


图 6-23 将样品架在样品台上旋紧

#### 6.6.4 调整样品高度

顺时针旋转样品台右后方旋钮（如图 6-24），将样品台调至最低。

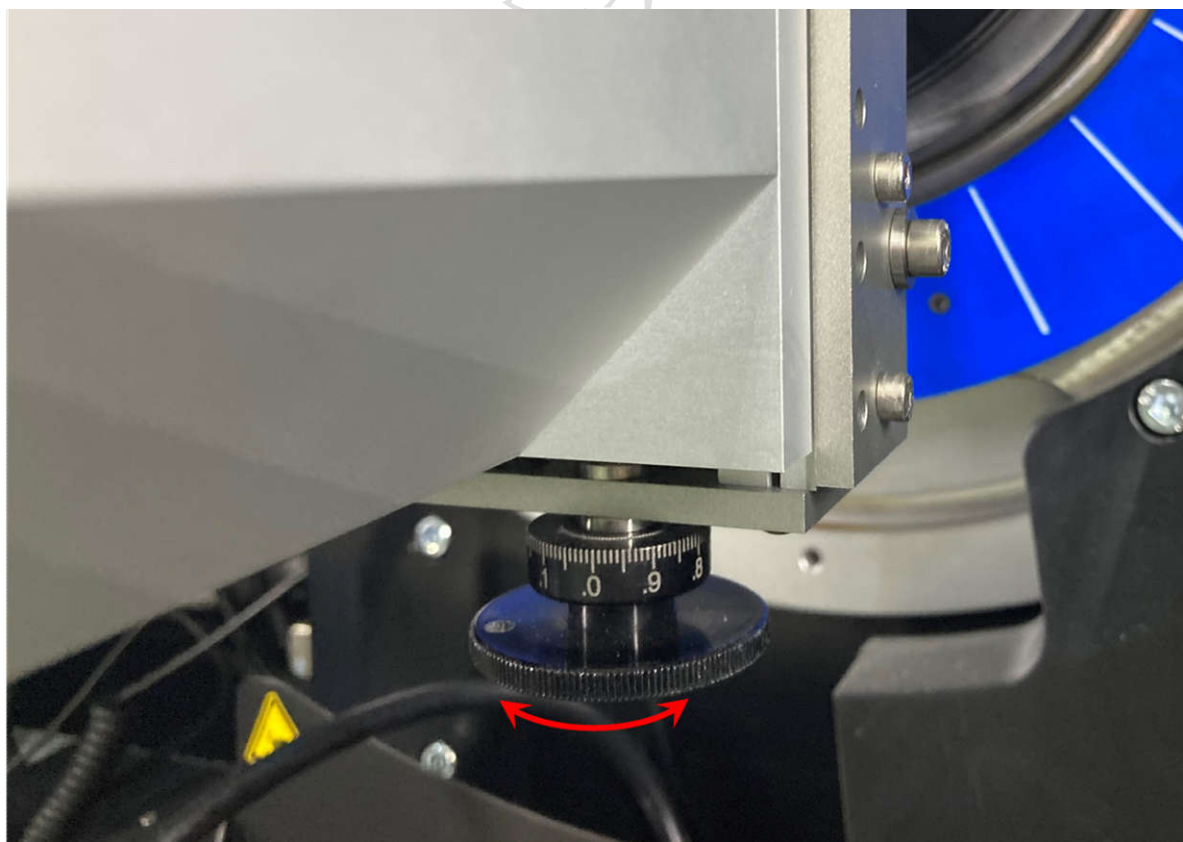


图 6-24 样品台右后方旋钮，顺时针旋转降低样品台，逆时针旋转升高样品台

Theta Position: 0°, Detector Position: 0°, 确认机柜中光管和探测器在 0° 附近都不会碰到任何杂物;

点击菜单栏 “Commander”, 选择 “Rate Meter”, 单击 “Open Shutter”, 单击 “Set as Reference” 将光路全开的探测器计数值写入作为参考。

单击 “Close Shutter”, 逆时针旋转旋钮升高样品台, 直至 “Open Shutter” 后的 Actual Rate 计数为 Reference Rate 的 50%, 如图 6-25。

取下铜吸收片, 换上索拉狭缝。

此时可以测试样品在空气中的实验结果。

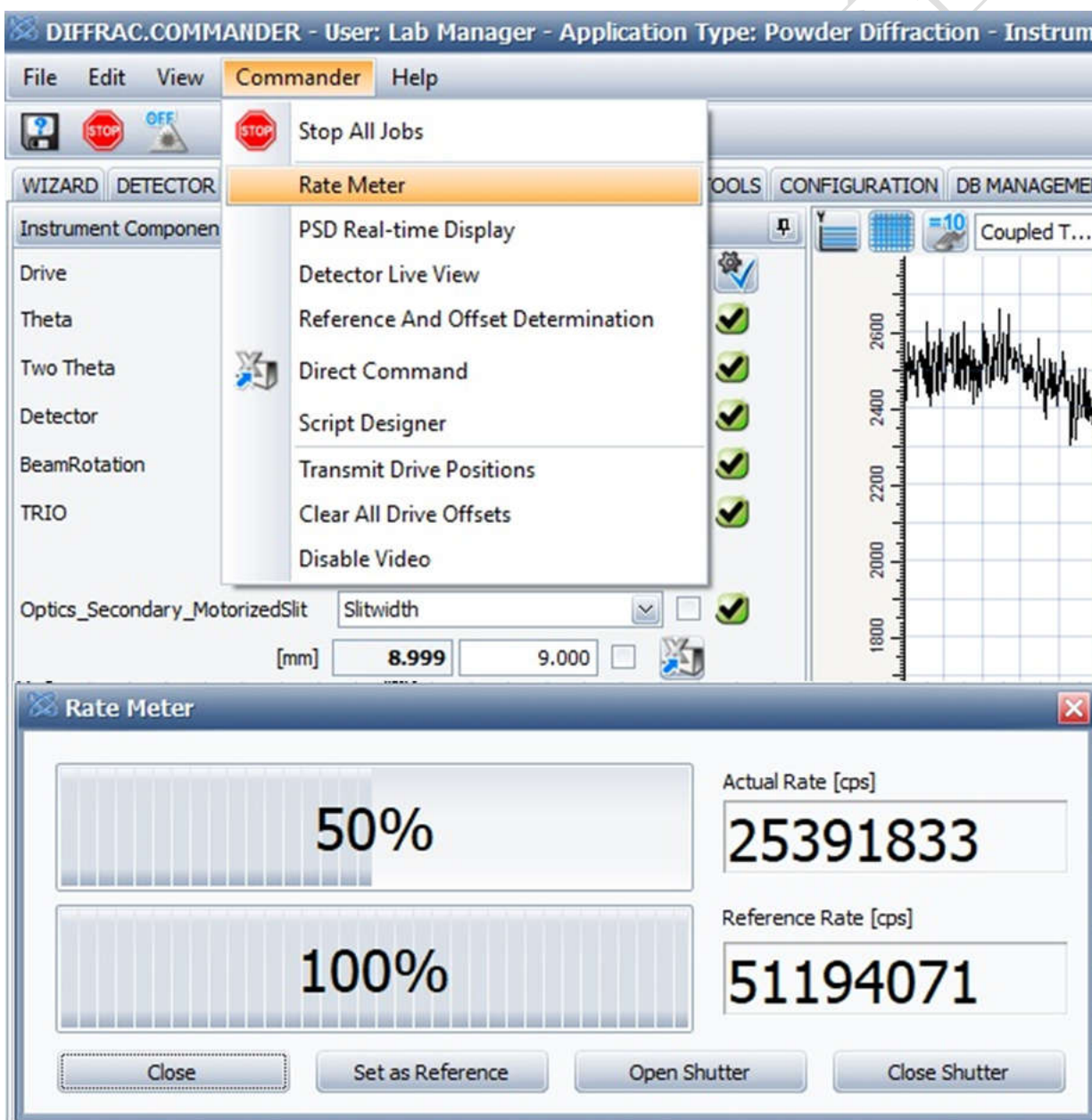


图 6-25 打开 Rate Meter 调整样品至 1/2 切光

## 6.6.5 抽真空

6.6.5.1 装上小罩子, 拧紧四颗螺丝, 如图 6-26。



图 6-26 安装低温腔小罩子



6.6.5.2 放上大罩子, 将四个锁扣扣紧, 如图 6-27。



图 6-27 安装低温腔大罩子

6.6.5.3 开初级泵开关；开分子泵电源，此时分子泵开始自检，绿灯闪烁为正常开机。

6.6.5.4 关闭分子泵排气阀。

6.6.5.5 按分子泵  直到显示 309 actual speed，按  启动分子泵，分子泵转速将逐渐升至 1500 Hz（约需 10 min），最后真空度达到  $10^{-4}$  hPa，如图 6-28。

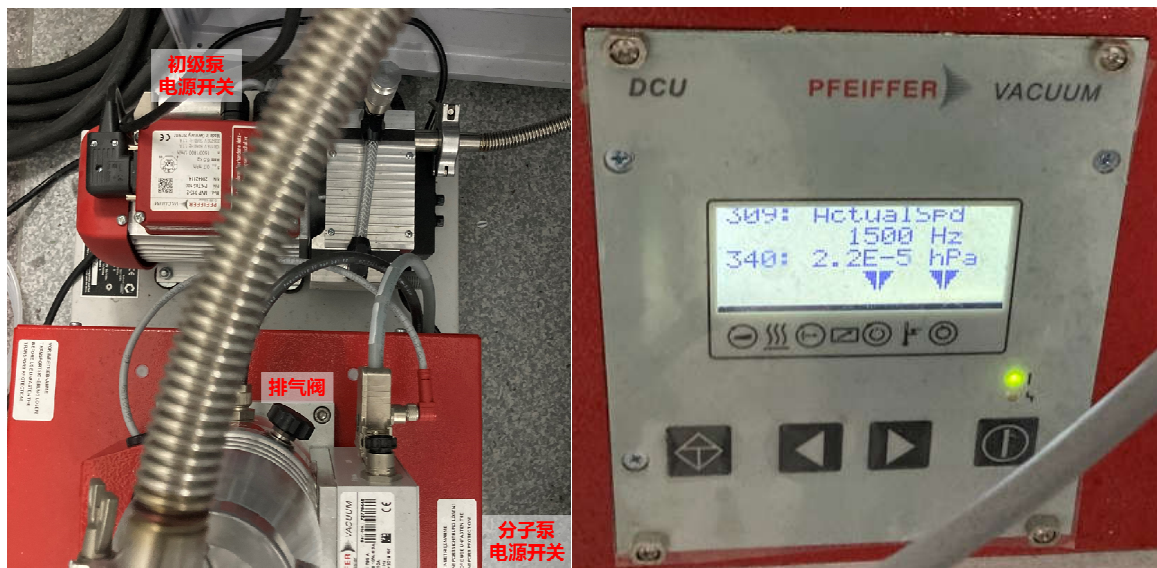


图 6-28 初级泵及分子泵

### 6.6.6 数据收集

6.6.6.1 数据收集方法见本文 6.5.4 样品测试，不再赘述。

6.6.6.2 开启温度控制器电源（如图 6-29）。

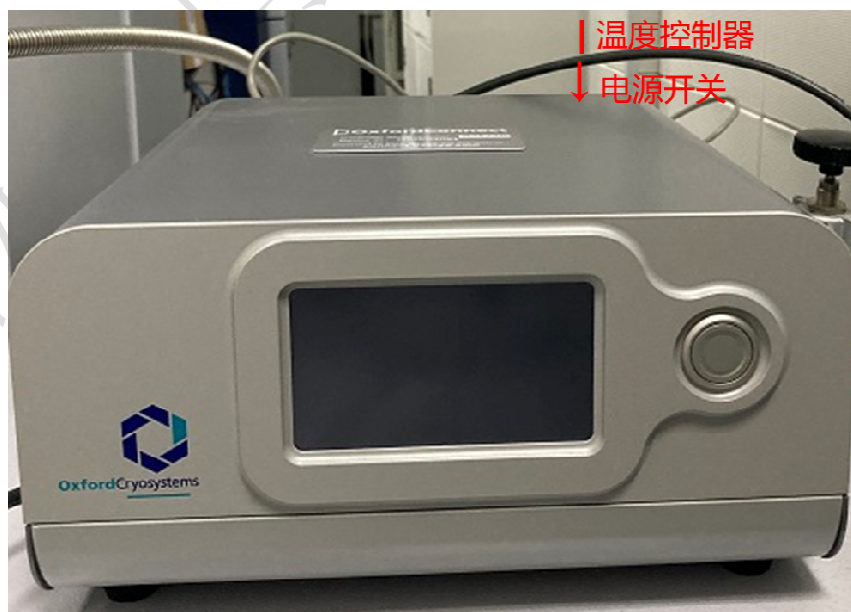


图 6-29 温度控制器

设置测试温度或以一定变温速率设置测试温度（如图 6-30），待温度稳定后测试变内部文件，请勿随意转发、打印、复印

温数据，测试完成之后保存数据到 D 盘各课题组的文件夹中；或通过 Wizard 编辑方法建立测试程序，见本文 6.5.4 样品测试，不再赘述。

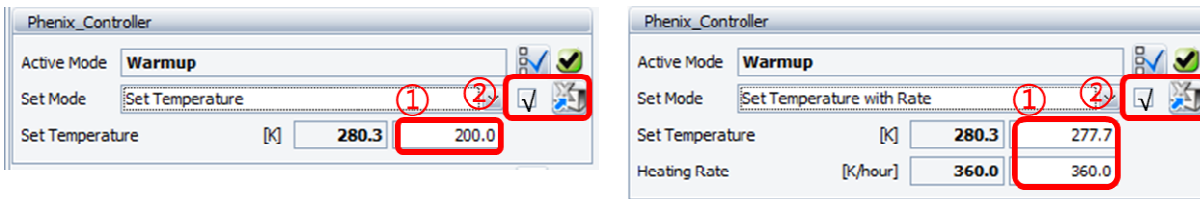


图 6-30 设置测试温度或以一定变温速率设置测试温度

### 6.6.7 回暖、关泵、取样

不需要降温时即可关闭液氦压缩机。

测试完毕后，运行“Warm up”（如图 6-31），“Warm up”（回暖到 310K）运行完毕后 30 分钟，关掉温度控制器。

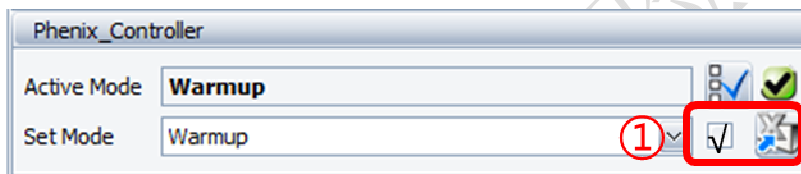


图 6-31 运行 Warmup

按 ① 关闭分子泵，等待分子泵转速下降到 200 Hz 以下或 0 Hz，可以打开排气阀，关闭分子泵电源，关闭初级泵电源。

移除大罩子，松开螺丝，移除小罩子，旋转取下样品架，清理样品。

## 6.7. 高分辨测试

### 6.7.1 Two Theta 零点校正

#### 6.7.1.1 参数及配置设置

Theta Position:  $0^\circ$  , Detector Position:  $0^\circ$  , Phi Position:  $90^\circ$  , Z-craddle: -1 mm, 确认机柜中光管和探测器在  $0^\circ$  附近都不会碰到任何杂物;

次级光路: **铜吸收片**;

TRIO: GE004\_ChannelCut (G004 单色器, 初级光路用 1.0off 偏光狭缝); 或 Globle Mirror(Globe 镜, 得到含  $K\alpha_2$  的平行光, 初级光路用防发散狭缝 0.6mm 或 1mm 等);

Optics\_Secondary\_MotorizedSlit: 8 mm;

X-Ray Generator: 电压 42 kV, 电流 100 mA;

Eiger 2R\_500K(0D mode): ROISize(探测器开口): X(2Theta 方向) 1 Pixel, Y 常用  $3.3^\circ$  ;

#### 6.7.1.2 Scan Type TwoTheta

不放样品, Scan range:  $-0.5 \sim 0.5^\circ$  , Increment: 0.01 or  $0.005^\circ$  , time/step: 0.1 s/step, 此时峰位在  $0^\circ$  左右 (图 6-32); 点击菜单栏 Commander, 选择 Reference And Offset Determination, 选择峰中心, 点击 Apply。

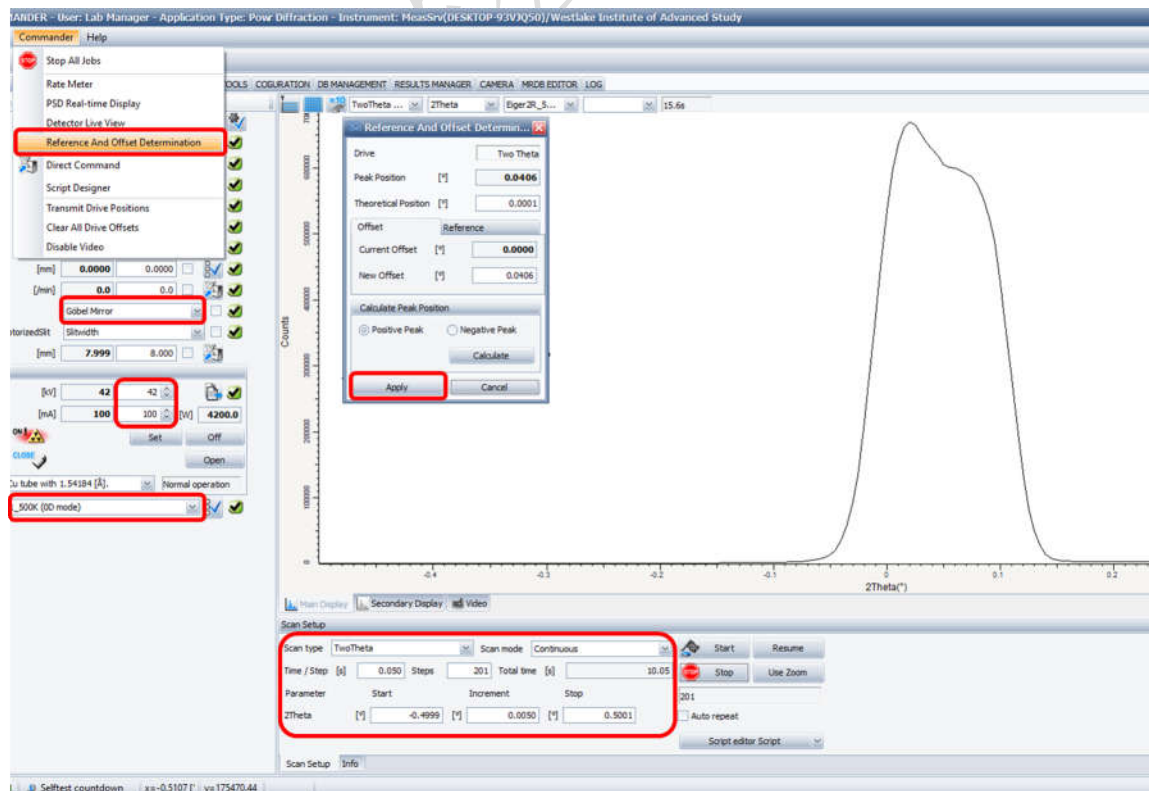


图 6-32 Two Theta 零点校正



### 6.7.2 样品表面对光

6.7.2.1 对光目的: 1) 将样品制高点与光路中心对齐; 2) 样品表面与平行光对齐。

(图 6-33)

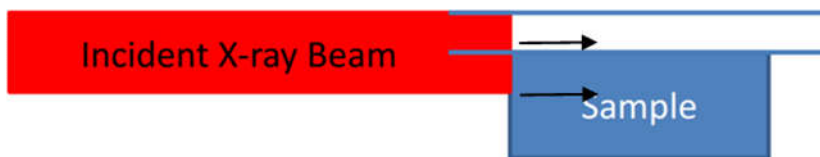


图 6-33 样品对光

#### 6.7.2.2 放入样品

#### 6.7.2.3 Scan Type Z-Cradle

最大范围 -1 ~ 1.2 mm, Increment: 0.01 mm, Time/Setp:0.1 s; 在 Z\_Cradle 曲线半高处双击, 自动读取 Z\_Cradle 的准确高度到左列 Z\_Cradle 框中 (图 6-34)。

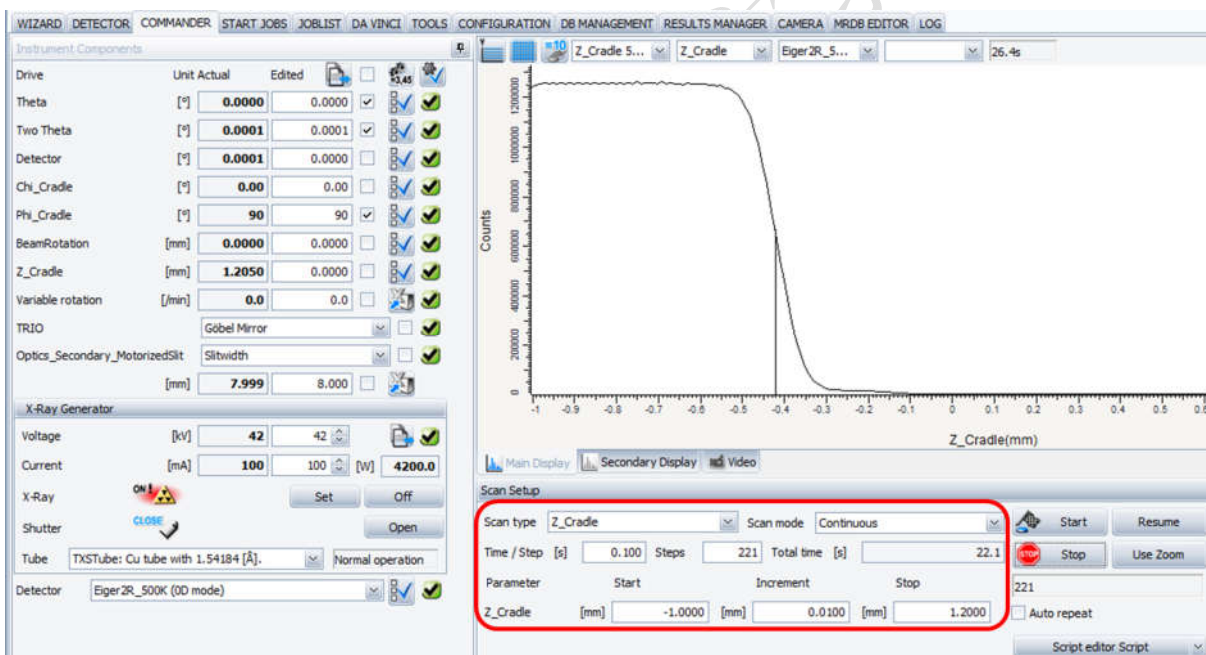


图 6-34 Z\_Cradle 扫描参数及结果

#### 6.7.2.4 Scan Type Rocking

Scan range: -1.0 ~ 1.0, Increment: 0.01 or 0.005°/step, time/step: 0.1 s/step, 在 Rocking curve 上的峰顶处双击来自动读取 Omega 角度值到左列 Theta 框中 (图 6-35)。

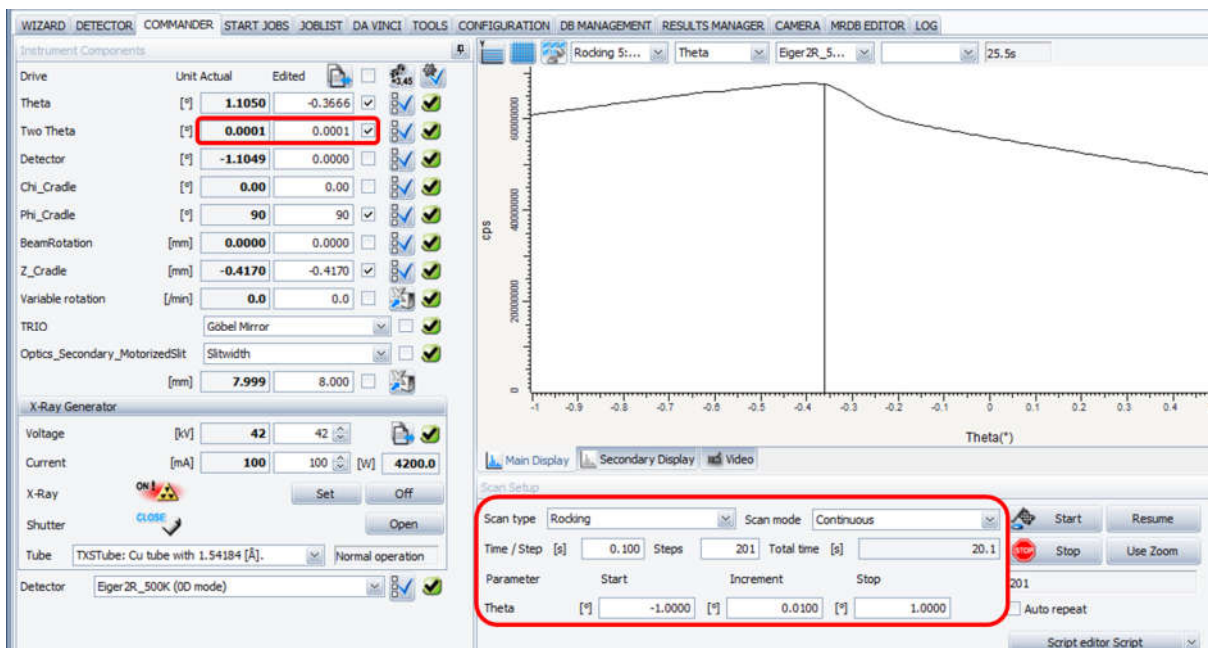


图 6-35 Rocking 扫描参数及结果

6.7.2.5 重复步骤 6.7.2.3-6.7.2.4, 每次测量都将 Z\_Cradle 或 Theta 值更新到相应的位置, 直至 Z\_Cradle 与 Omega 的值变化非常小, 使样品表面尽量平行于光路。记录 Theta 零点偏移量 (此次测试为  $-0.3666^{\circ}$ )。取出次级光路上的铜吸收片。

### 6.7.3 测定衬底峰

#### 6.7.3.1 确定的衬底峰

常规衬底出峰: Si 004: 69.132; Si 111: 28.5; Sapphire 0006: 41.6; STO: 46.472。

以下以 STO 为例。如果衬底明确, 则直接将 Two Theta 定在以 STO 的出峰位置  $46.472^{\circ}$ , 带有微小倾角进行 Rocking curve 测试。

Scan type: Rocking, Scan range of  $22 \sim 25^{\circ}$ , Increment:  $0.01^{\circ}$ , time/step: 0.1 s, 在 Rocking curve 上的峰顶处双击来自动读取 Omega 角度值到左列 Theta 框中。

Scan type: **Offset coupled TwoTheta/Theta**, Scan range of  $43 \sim 53^{\circ}$ , Increment:  $0.01^{\circ}$ , 在此曲线上的峰顶处双击来自动读取 Two Theta 角度值到左列 Two Theta 框中。注意 **Offset coupled TwoTheta/Theta** 扫描时, Theta 需要与 Theta 零点偏移值相加, 即将 Theta 起始值设为  $43/2+(-0.3666)=21.1334^{\circ}$  (图 6-36), 下文不再赘述。

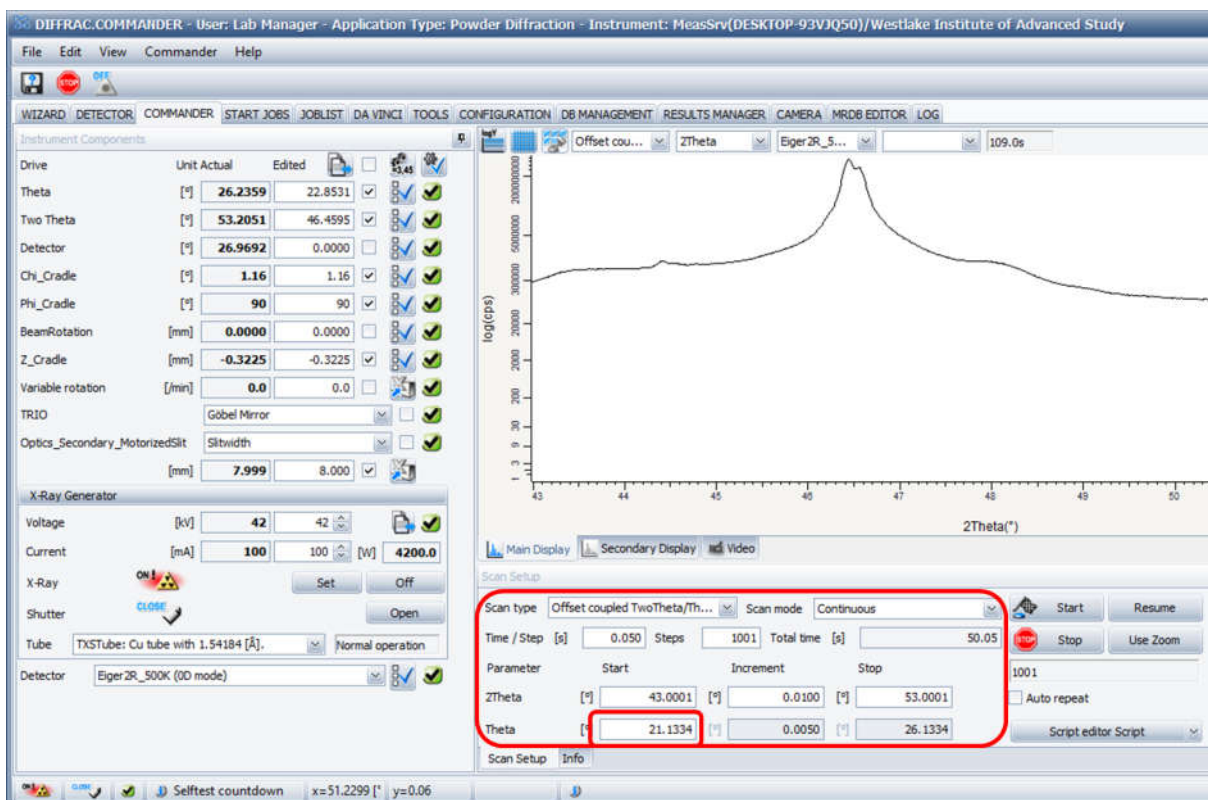


图 6-36 Offset coupled TwoTheta/Theta 扫描参数及结果

### 6.7.3.2 不确定衬底峰

6.7.3.2.1 若衬底峰不明确，则先找出衬底峰位，具体设置如下：Scan type: Offset coupled TwoTheta/Theta, Scan range of 44 ~ 50° , Increment 0.01° , time/step: 0.1 s, 在此曲线上的峰顶处双击来自动读取 Two Theta 角度值到左列 Two Theta 框中；

在大角度范围时用大步长粗扫，然后放大此峰区域用小步长进行精扫；

比如粗扫 44 ~ 50° , step size: 0.01; 精扫 46 ~ 47° , step size: 0.005。

### 6.7.3.2.2 衬底晶面的摇摆曲线测试

然后对此 2Theta 峰进行摇摆曲线测量：Scan type: Rocking; Scan range of 23 ~ 24° ; Increment 0.002° /step, time/step: 0.1 s/step 在 Rocking curve 上的峰顶处双击来自动读取 Omega 角度值到左列 Theta 框中。

## 6.7.4 衬底峰位优化

### 6.7.4.1 优化 Chi 值

Scan type: Chi, Scan range of -2 ~ 2° , Increment: 0.05, time/step: 0.1 s, 在此曲线上的最高处双击来读取 Chi 值到左列 Chi 框中。

### 6.7.4.2 优化 Phi 值

Scan type: Phi, Scan range of  $80 \sim 100^\circ$ , Increment: 0.1, time/step: 0.1 s, 在此曲线上的最高处双击来读取 Phi 值到左列 Phi 框中。

#### 6.7.4.3 优化 Two Theta 值

在获取的新 Omega 值后, 进行 2Theta 的优化:

Scan Type: Offset coupled TwoTheta/Theta, 2Theta range:  $46 \sim 47^\circ$ , Increment: 0.01, time/step: 0.1 s/step, 找到 2Theta 峰并在半高宽处双击来获取新的 Two Theta 值 (自动写入左列 Two Theta 方框中);

#### 6.7.5 薄膜峰 2Theta-Omega 扫描

若衬底上有薄膜, 将 2Theta 区域放大, Scan type: Offset coupled TwoTheta/Theta, 2Theta range:  $47 \sim 49^\circ$ , 找到薄膜峰后双击此峰位, 自动读取数值到 2Theta;

#### 6.7.6 薄膜峰的 Rocking curve 扫描

将上面找到的 2Theta/Omega 值勾住 (最好记在自己的实验本, 以备将来所需), 然后进行 Rocking curve 扫描, 保存数据为 .brml。

### 6.8. 数据格式转换

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(通常需要转换成 Raw V3 和 UXD 格式)及路径, 点击右下方的“F9 Convert”。

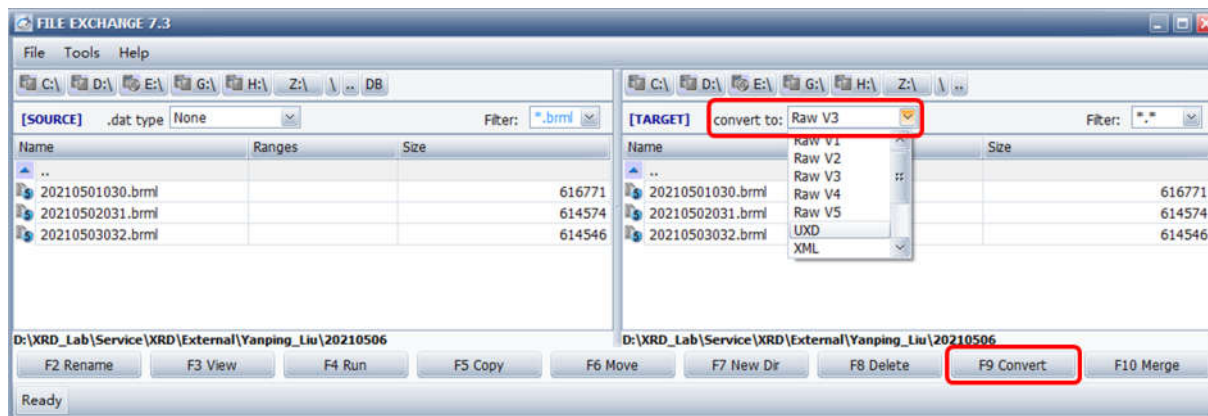


图 6-37 数据格式转换

## 7. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

## 8. 记录

原位 X 射线衍射仪 Bruker D8 Discover 使用记录表 V1.0（科研实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：