

文件编号: Q/WU FLHA19120045R033

版本号: V3.0

受控状态:

分发号:

物质科学公共实验平台

质量管理文件

高分辨薄膜 X 射线衍射仪 标准操作规程

2022 年 11 月 11 日发布

年 月 日实施

物质科学公共实验平台 发布

物质科学公共实验平台

修订页

[illegible]

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. 高分辨薄膜 X 射线衍射设备管理规范.....	2
5.1. Bruker D8 Discover 高分辨薄膜 X 射线衍射仪使用制度.....	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 高分辨薄膜 X 射线衍射仪标准操作步骤.....	5
6.1. 介绍	5
6.2. 设备基本信息.....	6
6.3. 仪器主要技术参数.....	6
6.4. 样品要求	7
6.5. 开机	8
6.6. 直射光强度检查.....	10
6.7. Mount 薄膜样品.....	11
6.8. 薄膜样品的对称扫描测试.....	12
6.9. 薄膜样品的掠入射测试.....	21
6.10. 微区分析	27
6.11. 薄膜的 X 射线反射率测试.....	29
6.12. 倒易空间 mapping.....	31
7. 更多资料	46
8. 相关/支撑性文件	46
9. 记录	47

物质科学公共实验平台

1. 目的

建立 Bruker D8 Discover 高分辨薄膜 X 射线衍射仪准使用操作规程, 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 高分辨薄膜 X 射线衍射仪的用户。

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。

5. 高分辨薄膜 X 射线衍射设备管理规范

5.1. Bruker D8 Discover 高分辨薄膜 X 射线衍射仪使用制度

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 高分辨薄膜 X 射线衍射仪 (以下简称 HR TF-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, HR TF-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, 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 HR TF-XRD 进行对称扫描与摇摆曲线数据采集, 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 HR TF-XRD 进行复杂数据采集 (面外不对称扫描、skew scan 与其摇摆曲线、快速倒易空间 mapping 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 HR TF-XRD 进行常规及复杂数据采集 (ϕ 扫描、高分辨倒易空间 mapping、X-Ray Reflectivity (XRR)、in-plane Grazing Incident Diffraction (IP-GID)、high-resolution in-plane diffraction 数据采集等), 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;

内部文件, 请勿随意转发、打印、复印

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 HR TF-XRD 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。变温实验需提前一个月与技术员预约。

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) 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的处理措施进行处罚；

(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) HR TF-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。测试数据保存至以当前学工号结尾的用户个人文件夹, 如 D:\USER DATA\xxxLab\xxxx-202100xxx (若无实验室目录的, 请通知管理员; 若无用户个人目录的, 请打开仪器电脑桌面的 storage-sign in 快捷方式, 输入用户的统一身份认证信息, 即可注册)。用户登录西湖大学共享存储平台, 地址为 <http://172.16.75.31:7000> (校园网或校园 wifi) 或 <http://172.18.21.192:7000> (实验资源网) 或学校统一身份认证门户主页共享存储平台, 账号密码同统一身份认证系统, 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;

(9) 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, 在实验室技术员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实验室技术员监督考核，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 HR TF-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 HR TF-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，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 HR TF-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) ... measurement/data interpretation.”。

6. Bruker D8 Discover 高分辨薄膜 X 射线衍射仪标准操作步骤

6.1. 介绍

仪器型号：Bruker D8 Discover

产地：德国

6.2. 设备基本信息

HR TF-XRD 主机（包括转靶光源、光学系统、检测器）及水冷系统，此仪器配有 $K\alpha_1$ 单色器，能除掉 $K\alpha_2$ 波长的 X 射线，提高分辨率；另外，LynxEye 探测器和阵列计数探测器可大幅度提高测试强度及分辨率。除常规 2Theta-Omega 联动扫描测试，还可以进行摇摆曲线测试、倒易空间 mapping、掠入射测试、反射率测试及微区分析等。此仪器配有高低温系统 TC-DOME，可覆盖 -150 °C 到 450 °C 的低温段及室温到 1100 °C 的高温段的薄膜样品测试。

6.3. 仪器主要技术参数

Bruker D8 Discover 薄膜 X 射线衍射仪（简称 HR TF-XRD）配有：

6.3.1 6KWXS-HE 高强度 Cu 转靶光源；

6.3.2 高强度配置：2 次反射单色器-CCC2（Ge022），分辨率可达 0.012°；

6.3.3 高分辨配置：2 次反射单色器-ACC2（Ge004），分辨率可达 0.004°；

6.3.4 七轴高精度尤拉环（带真空吸盘与激光视频定位）；

6.3.5 衍射光路四光路自动切换系统；

6.3.6 双探测器技术：点探测器与快速 RMS 阵列探测器同时安装在测角仪上自动切换；

6.3.7 薄膜用变温样品台（温度范围：-150 ~ 450 °C 及 RT ~ 1100 °C）。

设备系统如图 6-1 所示：

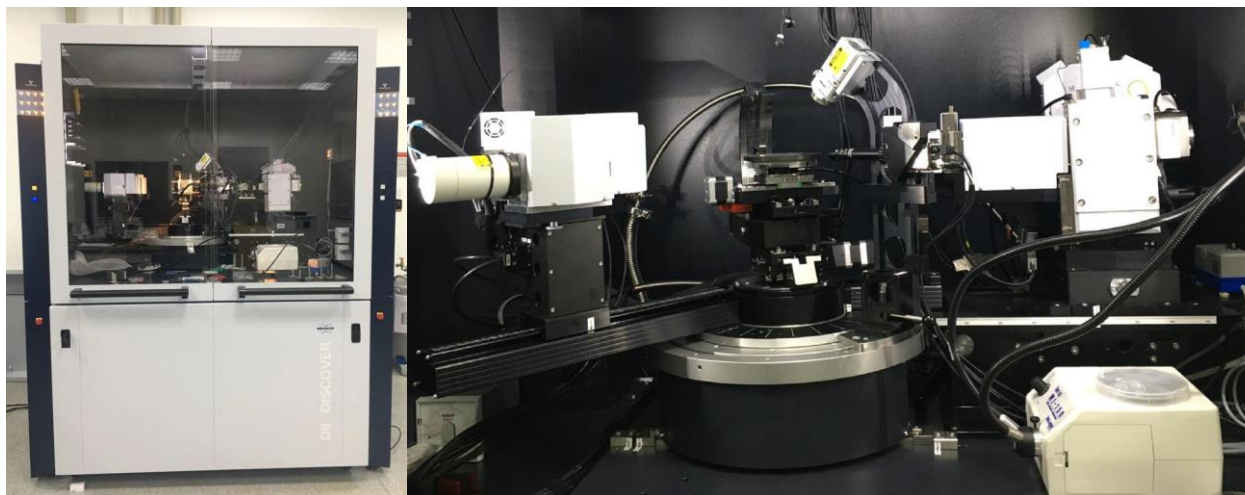


图 6-1 Bruker D8 Discover 薄膜 X 射线衍射仪系统

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：缪晓和老师 Tel: 0571-87310229 Email: miaoxiaohe@westlake.edu.cn

6.4 样品要求

- 6.4.1 不测试有毒性、腐蚀性样品；
- 6.4.2 块状样品要求：测试面清洁平整，也可是板状、片状，带衬底材料的薄膜或带基材的镀层等原始形状，厚度 $\leq 1\text{ mm}$ ，直径 $\leq 2\text{ cm}$ ；
- 6.4.3 对于测反射率的样品，一般要求样品大于 $10\text{ mm} * 10\text{ mm}$ ，且薄膜的厚度小于 100 nm ；
- 6.4.4 告知测试类型及起始角度， 2θ 角扫描范围在 $0.5^\circ \sim 100^\circ$ 之间；
- 6.4.5 变温测试请提前 1 个月联系 XRD 负责人；
- 6.4.6 易变质样品需提前与 XRD 负责人联系，预约测试时间，请注明样品保存条件，如常规、冷冻、干燥、冷藏、避光等；

内部文件，请勿随意转发、打印、复印

6.4.7 部分特殊测试如变温测试, 晚上不能进行。

6.5. 开机

6.5.1 打开冷却水循环装置, 此机器设置温度在 $22 \pm 2^\circ\text{C}$, 一般温度不超过 24°C , 水压稳定在 0.28 MPa 即可正常工作 (图 6-2 所示)。若高于此示数, 请报告给技术员。



图 6-2 水冷机温度及水压示意图

6.5.2 在衍射仪左侧面, 将红色旋钮从“O”旋至“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; (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)

按下高压发生器按钮, 高压发生器指示灯亮, 此时从“1”变成灯丝形状 (注意: 此时在心里默数 30 下, 再摁“灯丝”扭 (上方扭); 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。); 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  (图 6-3)。仪器启动完毕后方可进行测量。

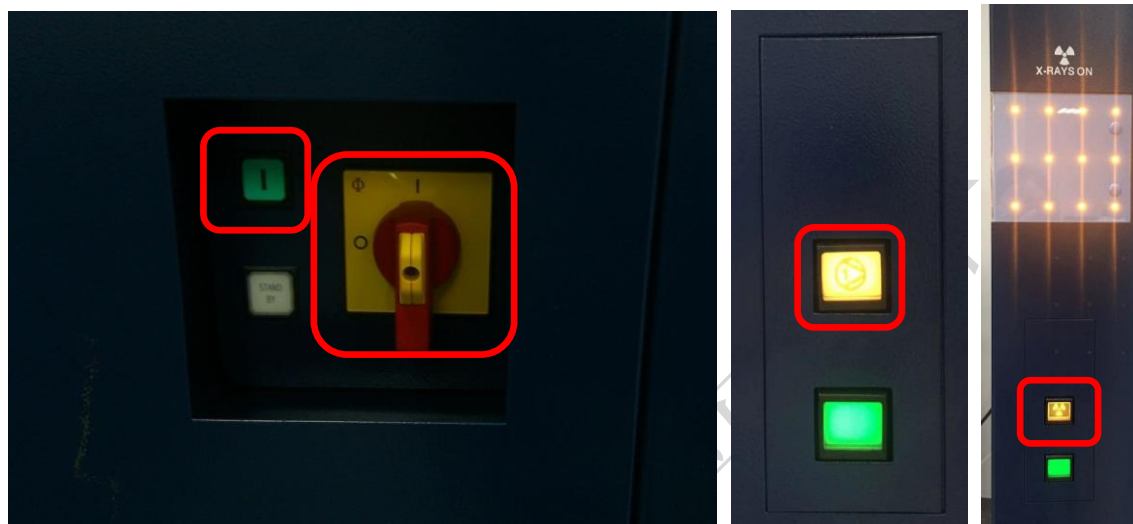


图 6-3 开关电源及显示灯

6.5.3 打开仪器控制软件, DIFFRAC.SUITE 选择 Lab Manager, 无需密码, Enter 进入软件界面 (图 6-4)。



图 6-4 启动 XRD measurement suit 软件

6.5.4 在 Diffrac.Commander 界面上, 勾选 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
内部文件, 请勿随意转发、打印、复印)

自动提醒, 未初始化显示为叹号! 初始化正常后显示为对勾), 图 6-5。

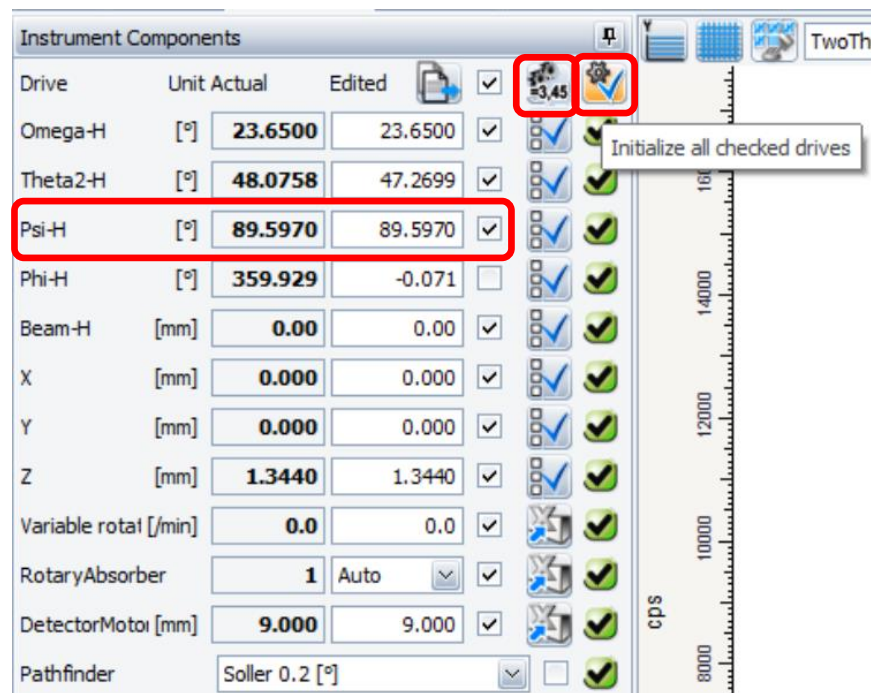


图 6-5 马达初始化

6.6. 直射光强度检查

6.6.1 检测 Ge022 单色器的直射光强度 (Ge 022)

在检测直射光强度时, 不要装载样品到真空吸盘上, 也不要安装准直器, 所有马达设置见下文, 此时强度约为 5385 万 cps 左右; 然后装上 0.5 mm 准直器, 强度约为 2249 万 cps (图 6-6)。

6.6.1.1 硬件: Ge022 单色器, 0.5 mm 准直器;

6.6.1.2 光路设置: Voltage/Current KV/mA (50/50), Omega-H = 0, Theta2-H = 0, Psi = 0, Phi = 0, Beam-H = 0, X = 0, Y = 25, Z = -1.0,
内部文件, 请勿随意转发、打印、复印

Rotary Absorber=Auto, DetectorMotor = 9, Pathfinder (VarSlit) = 0.6 mm, Detector=Scintillation;

6.6.1.3 扫描参数: Scan type: TwoTheta, Scan range: $-1 \sim 1^\circ$, Increment: 0.01 or 0.005°/step, Time/Step: 0.1 s/step, 此时峰位在 0° 左右 (图 6-6)。

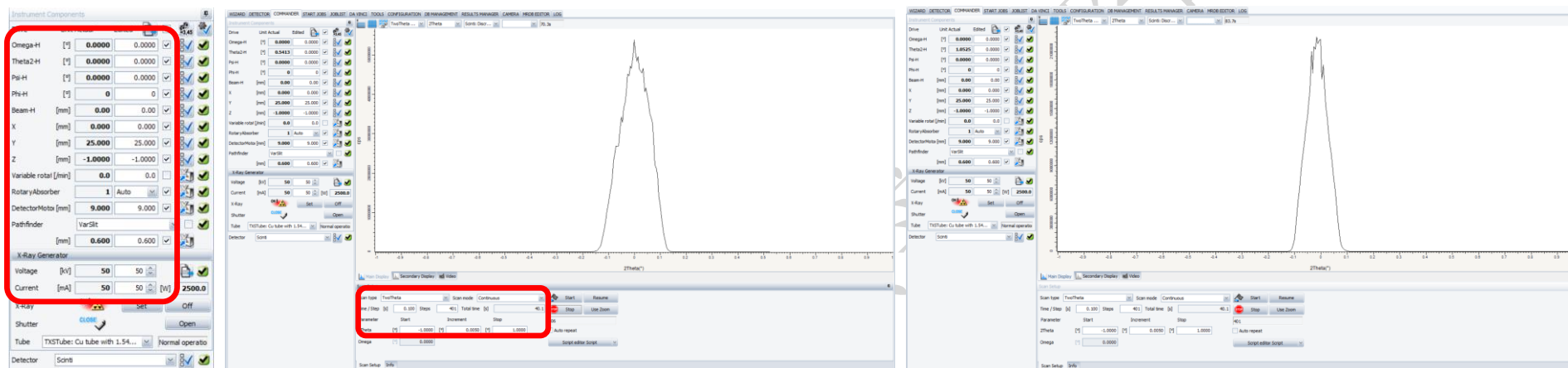


图 6-6 直射光强度检查

注意: 若直射光强度异常低 (低于 1800 万 cps), 可能是单色器没有安装到位, 请联系技术员取下单色器重新安装, 并执行以上检查步骤。

6.7. Mount 薄膜样品

此 SOP 演示使用 Si 004 标样

将测角仪放置在 $\Psi = 90^\circ$, 点击  样品台缓缓水平放置, 然后将薄膜样品放在真空吸盘正中间, 等样品被固定在真空吸盘上后, 将

Ψ 设置为 0° , 点击  缓缓将真空吸盘竖立起来 (图 6-7)。

注意: 此时绝对不允许安装 $20 \mu\text{m}$ 的准直器, 但可以使用其他准直器。

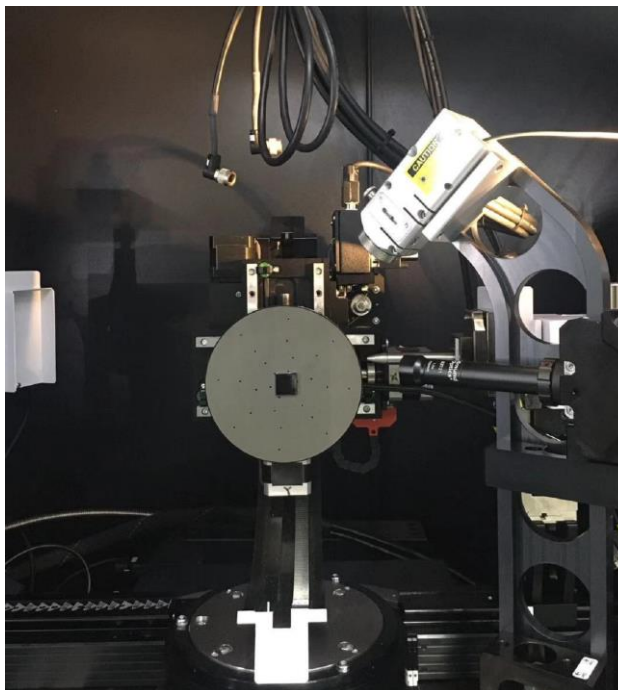


图 6-7 薄膜样品装样 sample mount

6.8. 薄膜样品的对称扫描测试

6.8.1 样品表面对光

此步骤主要有两个目的：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 6-8）。具体对光步骤见下文。

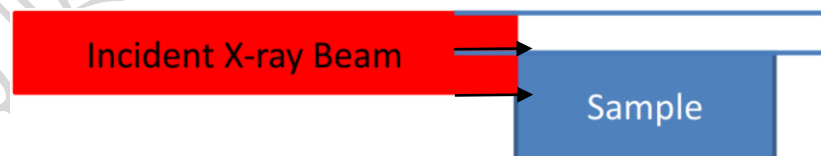


图 6-8 样品对光

6.8.2 样品表面对光——Z scan

6.8.2.1 光路设置: Voltage/Current KV/mA(50/50), Z-axis = -1.2, Omega-H = 0, Theta2-H = 0, Psi = 0, Phi = 0, Beam-H = 0, X = 0, Y = 0, Rotary Absorber = Auto, DetectorMotor = 9, Pathfinder (VarSlit) = 0.6 mm, Detector = Scintillation;

6.8.2.2 扫描参数: Scan type: Z, Scan range: -1.2 ~ 1.9mm, Increment: 0.01 or 0.005mm/step, Time/Step: 0.1 s/step, Maximum ≈ 2100 万 cps, 在 Z 曲线半高处双击此曲线, 自动读取 Z 的准确高度到左列 Z 框中 (图 6-9)。

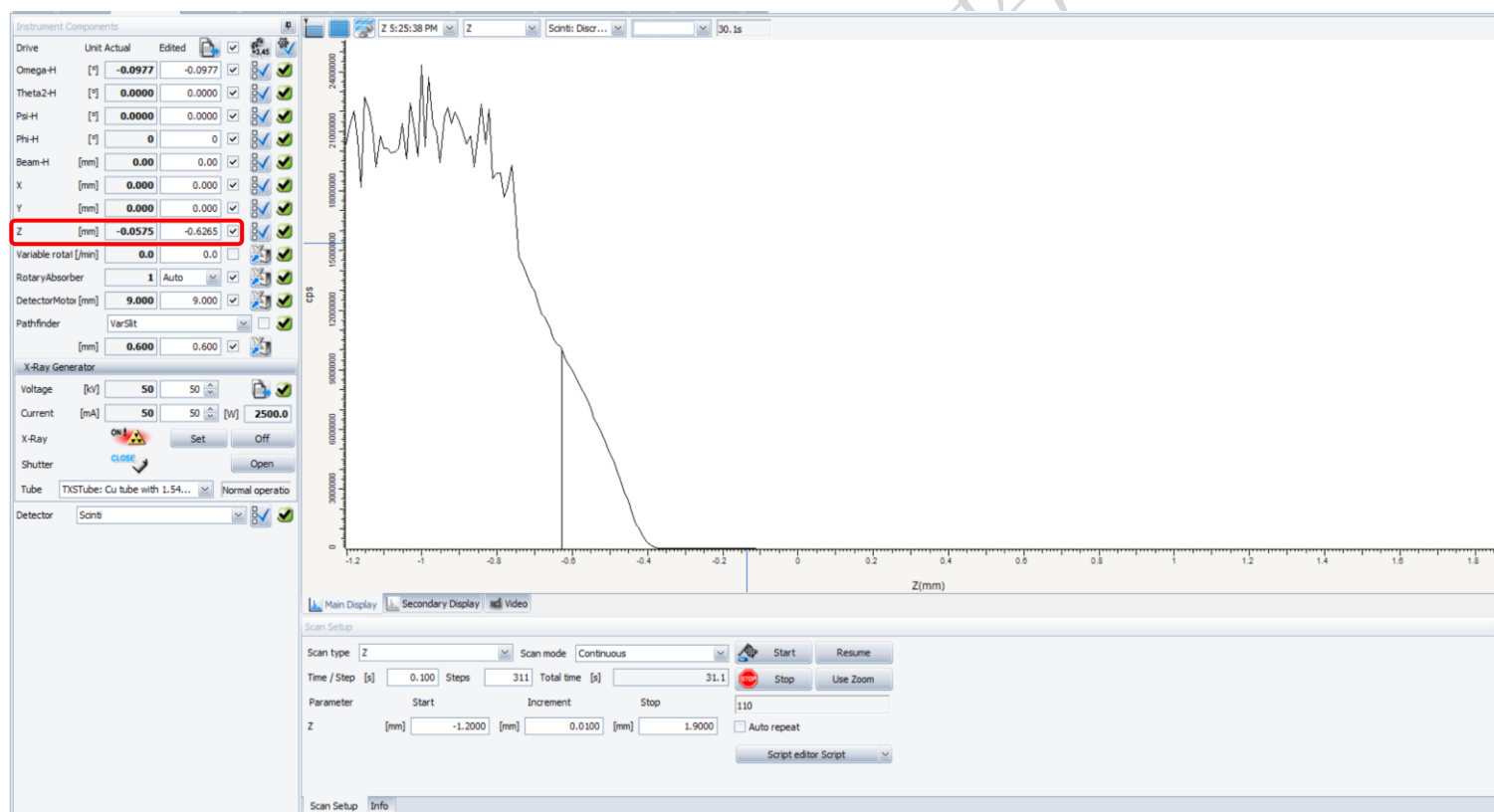


图 6-9 Z scan 扫描

6.8.3 样品表面对光——Rocking curve

6.8.3.1 扫描参数: Scan type: Rocking curve, Scan range: $-1.0 \sim 1.0^\circ$, 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 Omega-H 框中 (图 6-10)。

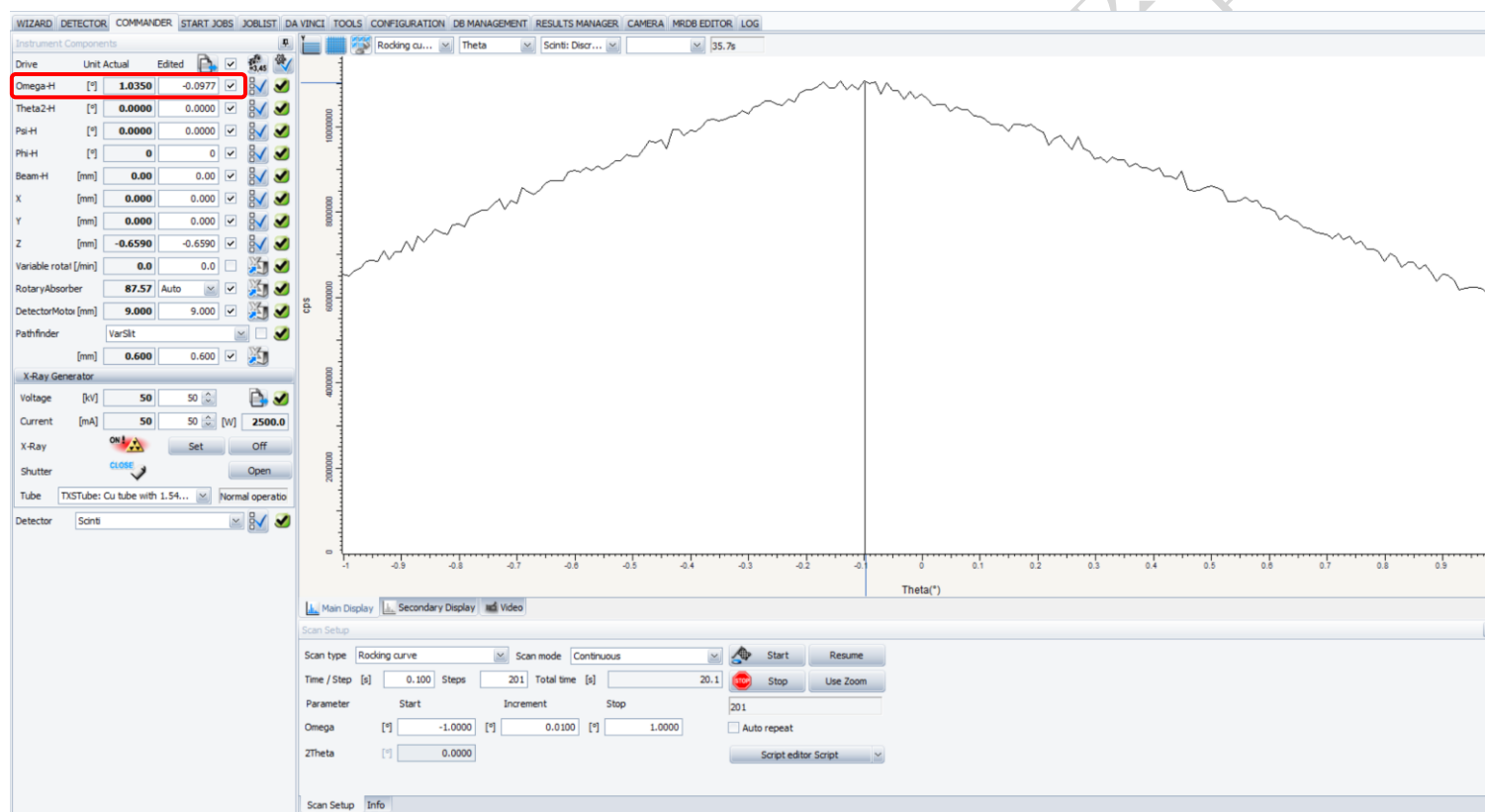


图 6-10 Rocking curve 扫描

6.8.4 另重复 Z-scan 与 Rocking curve 两次, 每次测量都将 Z 或 Omega 值更新到相应的位置, 直至 Z 与 Theta 的值变化非常小 (小数点后第二位不变), 使样品表面尽量平行于光路。

6.8.5 测定衬底峰

6.8.5.1 确定的衬底峰

常规衬底出峰: Si 004: 69.132° ; Si 111: 28.5° ; Sapphire 0006: 41.6° ; SiTiO₃ 002: 46.47° ; GaAs 002: 31.6° ;

如果衬底及晶向明确, 则直接将衬底的 Theta2-H 定在已知的理论峰位, 比如 Si 004 的出峰位置 69.13° , 带有微小倾角进行 Rocking curve 测试即可:

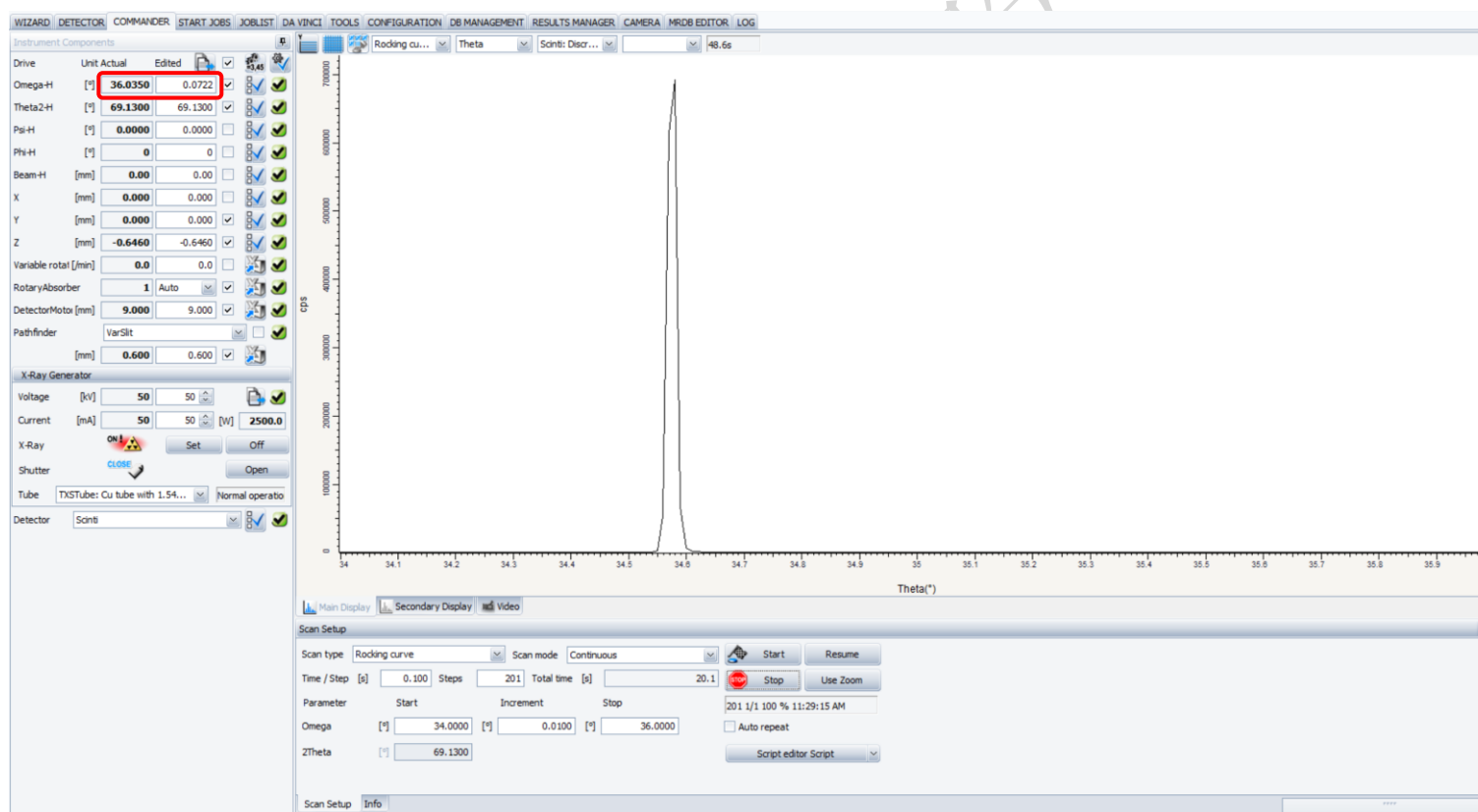


图 6-11 衬底晶面的摇摆曲线测试

扫描参数: Scan type: Rocking curve, Scan range: 34~36°, Increment: 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 Omega-H 框中 (图 6-11)。

6.8.5.2 不确定的衬底峰

若衬底峰不明确, 则进行 2Theta-Omega scan 在较大角度范围进行扫描来找出衬底峰位, 具体设置如下:

扫描参数: Scan type: TwoTheta-Omega, Scan range: 10~80°, Increment: 0.02°/step, Time/Step: 0.1 s/step, 在此曲线上的峰顶处双击来自动读取 Theta2-H 和 Omega 角度值到左列框中 (图 6-12);

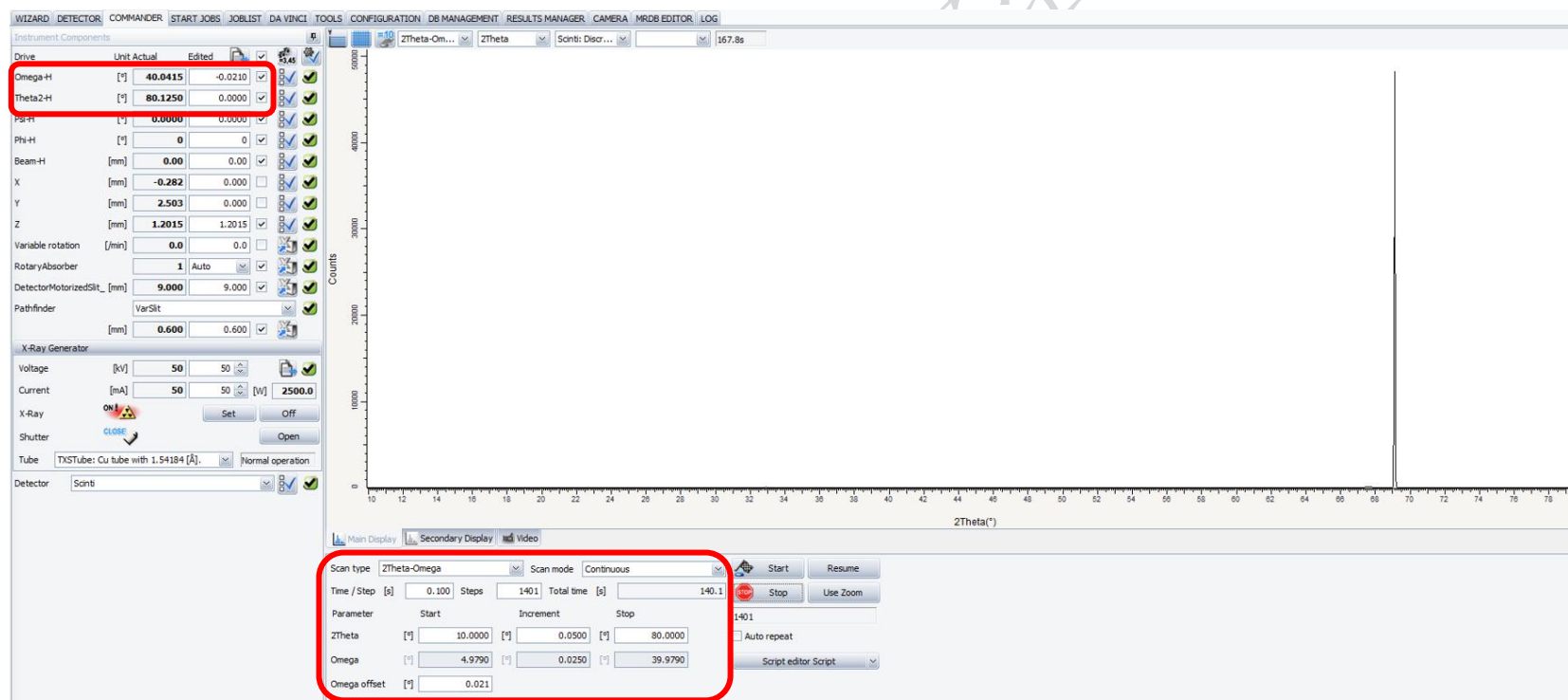


图 6-12 衬底晶面的 2Theta-Omega 扫描

说明：带倾角的 2Theta/Omega 扫描，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 68~69°，step size: 0.01°；精扫 68.8 ~ 69.3°，step size: 0.005°。

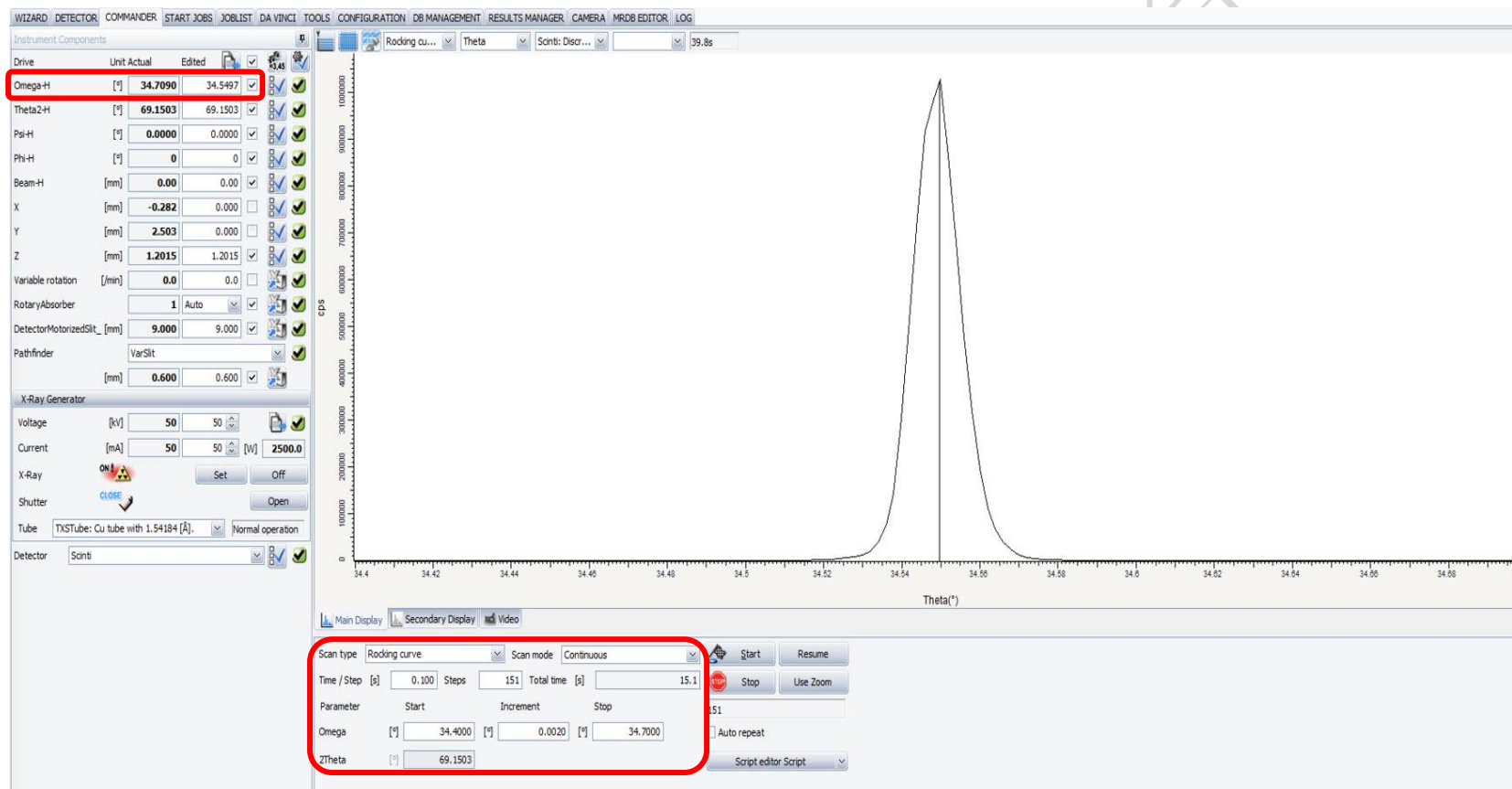


图 6-13 衬底晶面的摇摆曲线测试

然后对此 2Theta 峰进行摇摆曲线测量：Scan type: Rocking curve；Scan range: 34.4 ~ 34.7°；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 Omega-H 框中。

6.8.6 衬底峰位优化

6.8.6.1 优化 Psi 值

在此 2Theta 与 Omega 下做选择 Psi scan: 扫描参数: Scan range: $-2 \sim 2^\circ$; Increment $0.01^\circ/\text{step}$, Time/Step: $0.1 \text{ s}/\text{step}$ 。在 Psi 曲线上的最高峰峰顶处双击来自动读取 Psi 角度值到左列 Psi 框中 (图 6-14)。

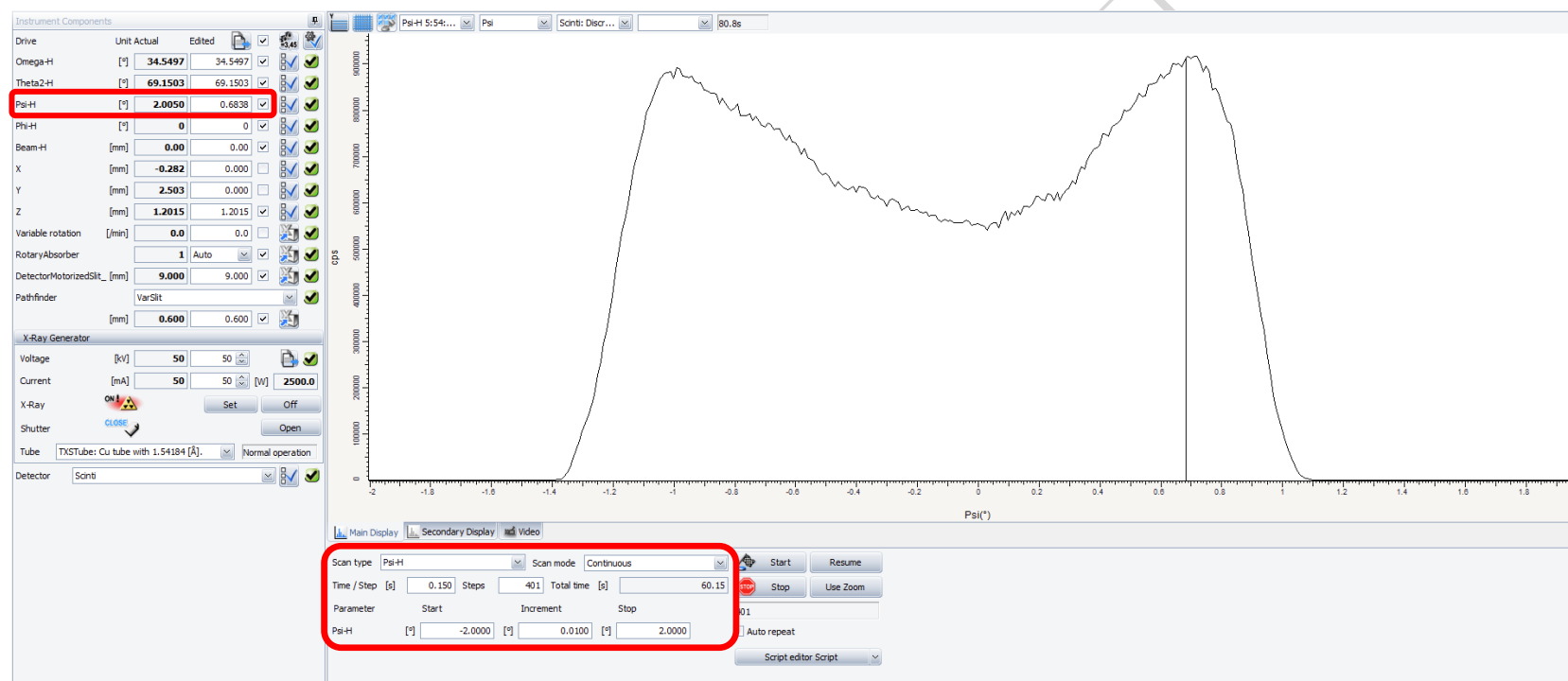


图 6-14 Psi scan 优化 Psi 值

6.8.6.2 优化 2Theta 值

在获取的新 Omega 值后, 进行 2Theta 的优化: 扫描参数: Scan Type: 2Theta, 2Theta range: $68.5 \sim 69.5^\circ$, Increment: $0.01^\circ/\text{step}$, Time/Step:

0.1 s/step, 找到 2Theta 峰并在半高宽处双击来获取新的 2Theta 值 (自动写入左列 Theta2-H 方框中);

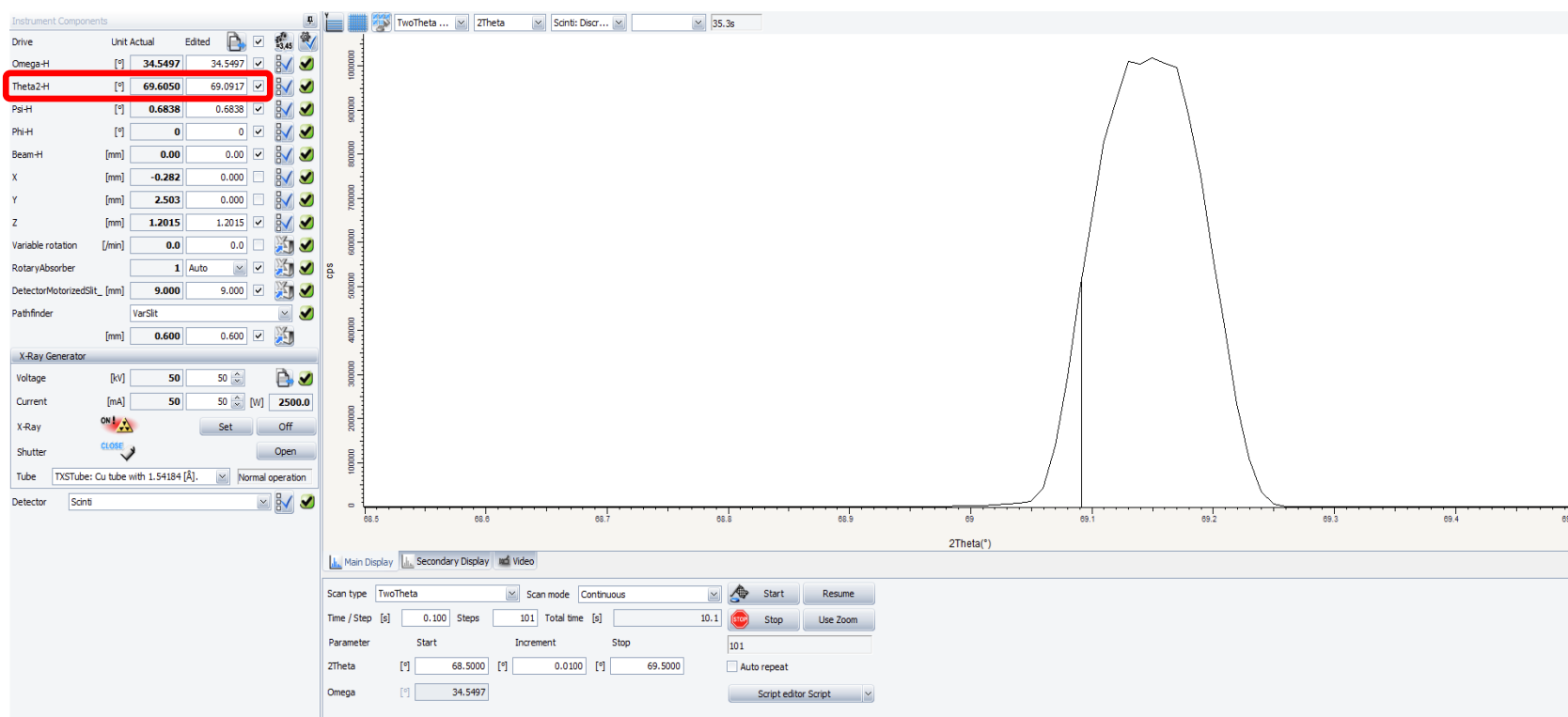


图 6-15 优化 2Theta 值

6.8.6.3 薄膜峰 2Theta-Omega 扫描

若此时衬底上有薄膜, 将 2Theta 区域放大, 进行 2Theta-Omega 扫描:

Scan type: TwoTheta-Omega, 2Theta range: 65~70°, 找到薄膜峰后双击此峰位, 自动读取数值到 2Theta;

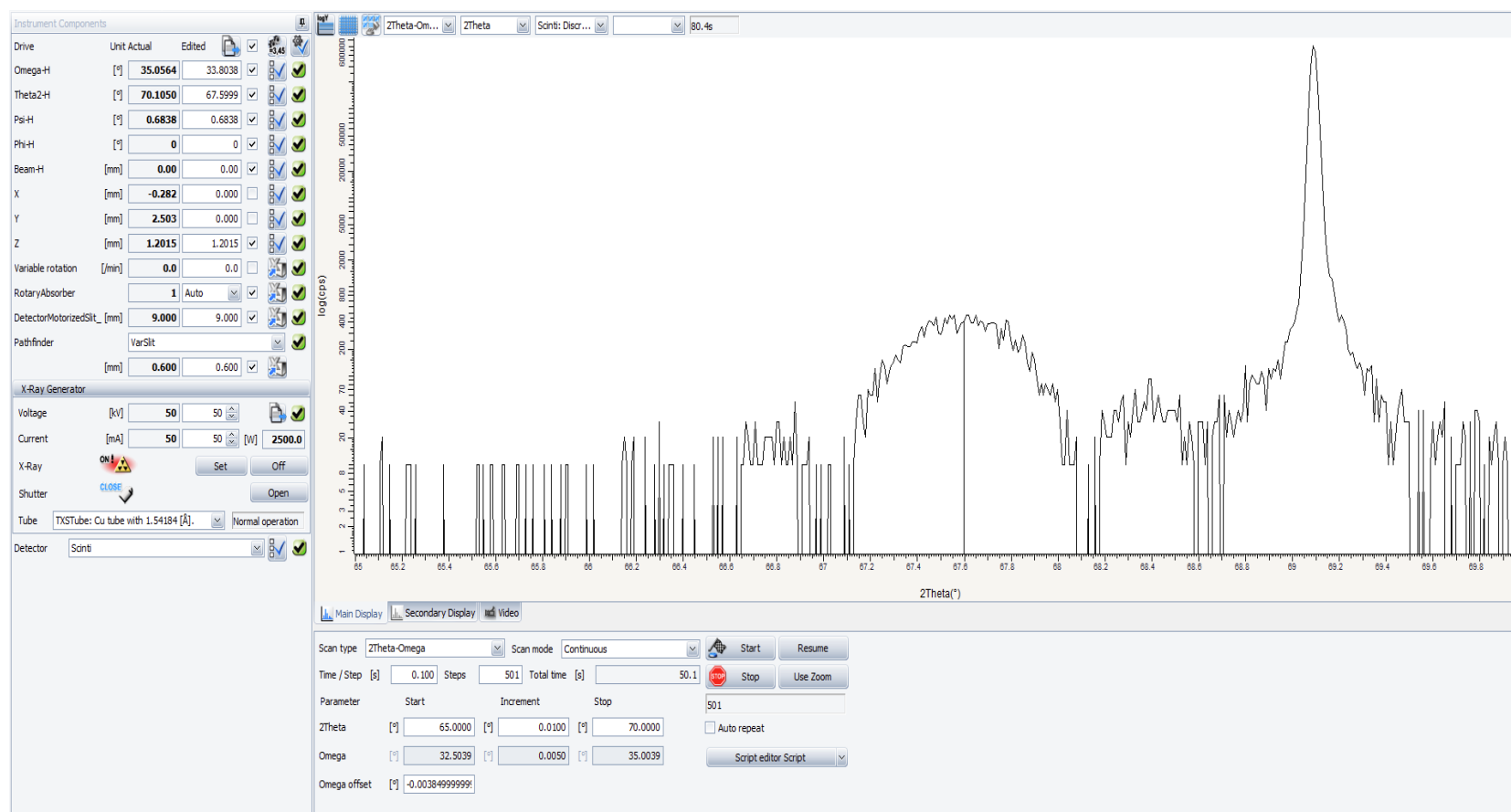


图 6-16 薄膜峰的 2Theta-Omega 扫描

6.8.6.4 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：

Scan Type: Rocking curve, Omega range: 33.5~34.0°, Increment: 0.005°/step, Time/Step: 0.5 s/step。

6.8.7 扫描完成后保存数据为*.brml。

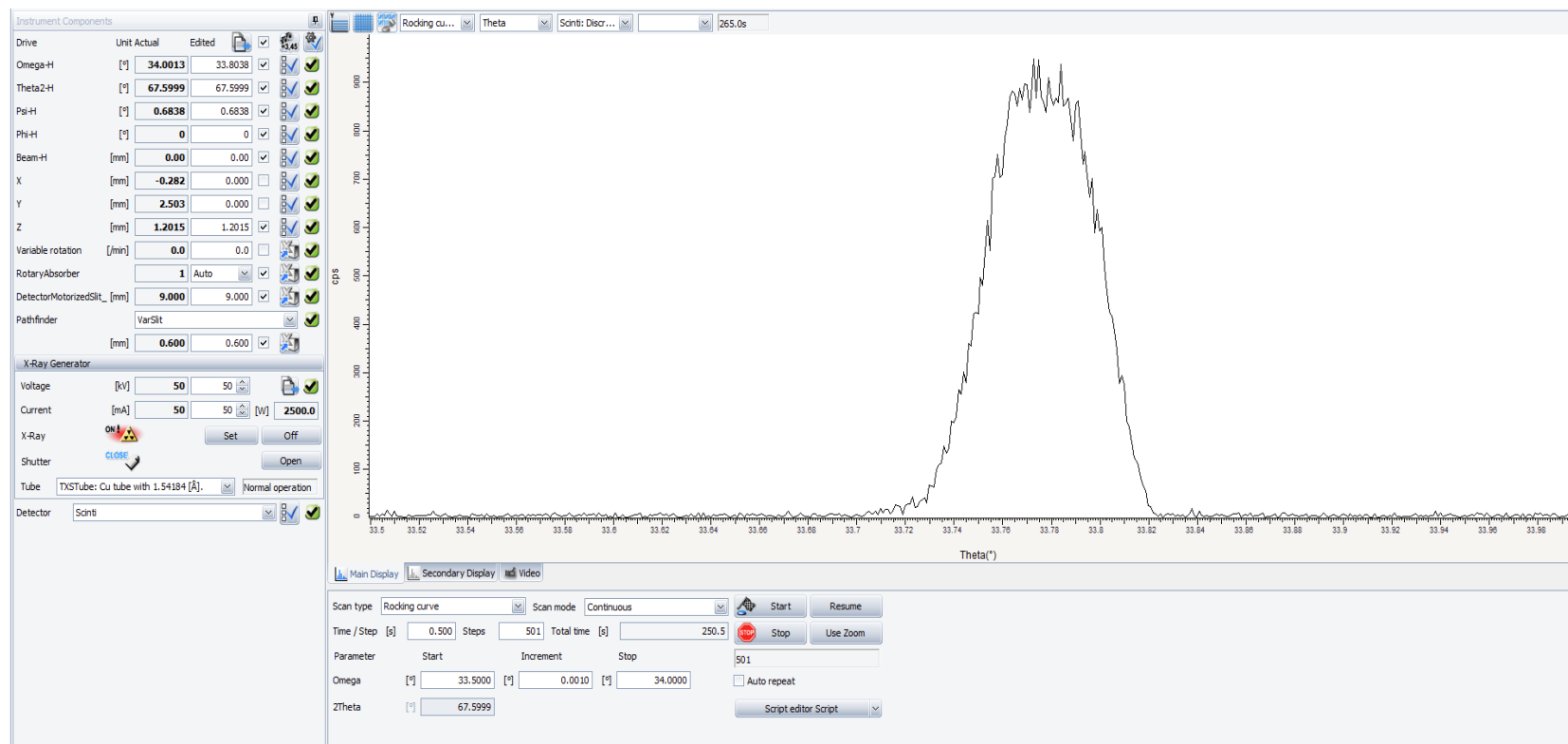


图 6-17 薄膜峰的 Rocking curve 扫描

6.8.8 实验结束后，Omega, Theta2, Phi 设为 0, Psi 设为 90, Z 设为-1.2, 点击  还原恢复各轴。电压电流设为 30 kV /10mA, 点击 set。

6.9. 薄膜样品的掠入射测试

6.9.1 样品表面对光——Z-scan

6.9.1.1 硬件：1.0 mm 准直器，不加单色器；

6.9.1.2 光路设置: Voltage/Current KV/mA (50/50), Z-axis = -1.2, Omega-H = 0, Theta2-H = 0, Psi = 0, Phi = 0, Beam-H = 0, X = 0, Y = 0, Rotary Absorber = Auto, DetectorMotor = 9, Pathfinder = Soller 0.2°, Detector = Scintillation (图 6-18);

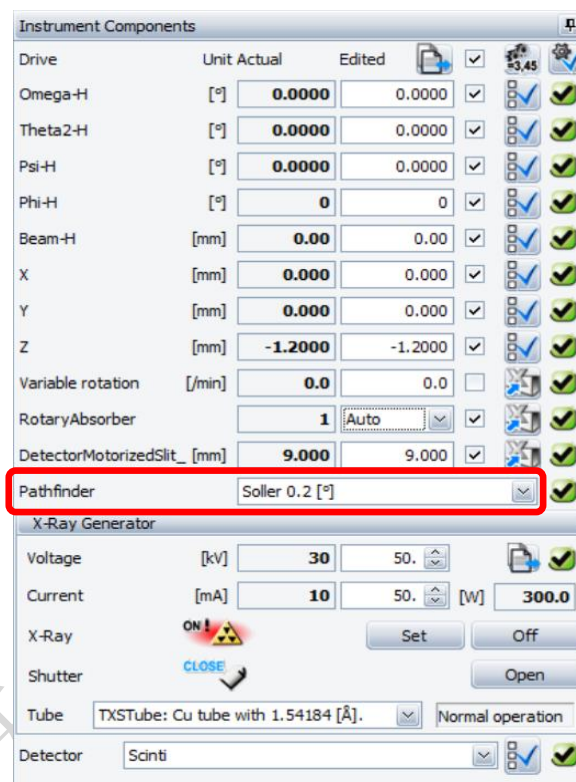


图 6-18 GIXRD 光路设置

6.9.1.3 扫描参数: Scan type: Z, Scan range: -1.2 ~ 1.9mm, Increment: 0.01 or 0.005mm/step, Time/Step: 0.1s/step, 在 Z 曲线半高处双击此曲线, 自动读取 Z 的准确高度到左列 Z 框中 (图 6-19)。

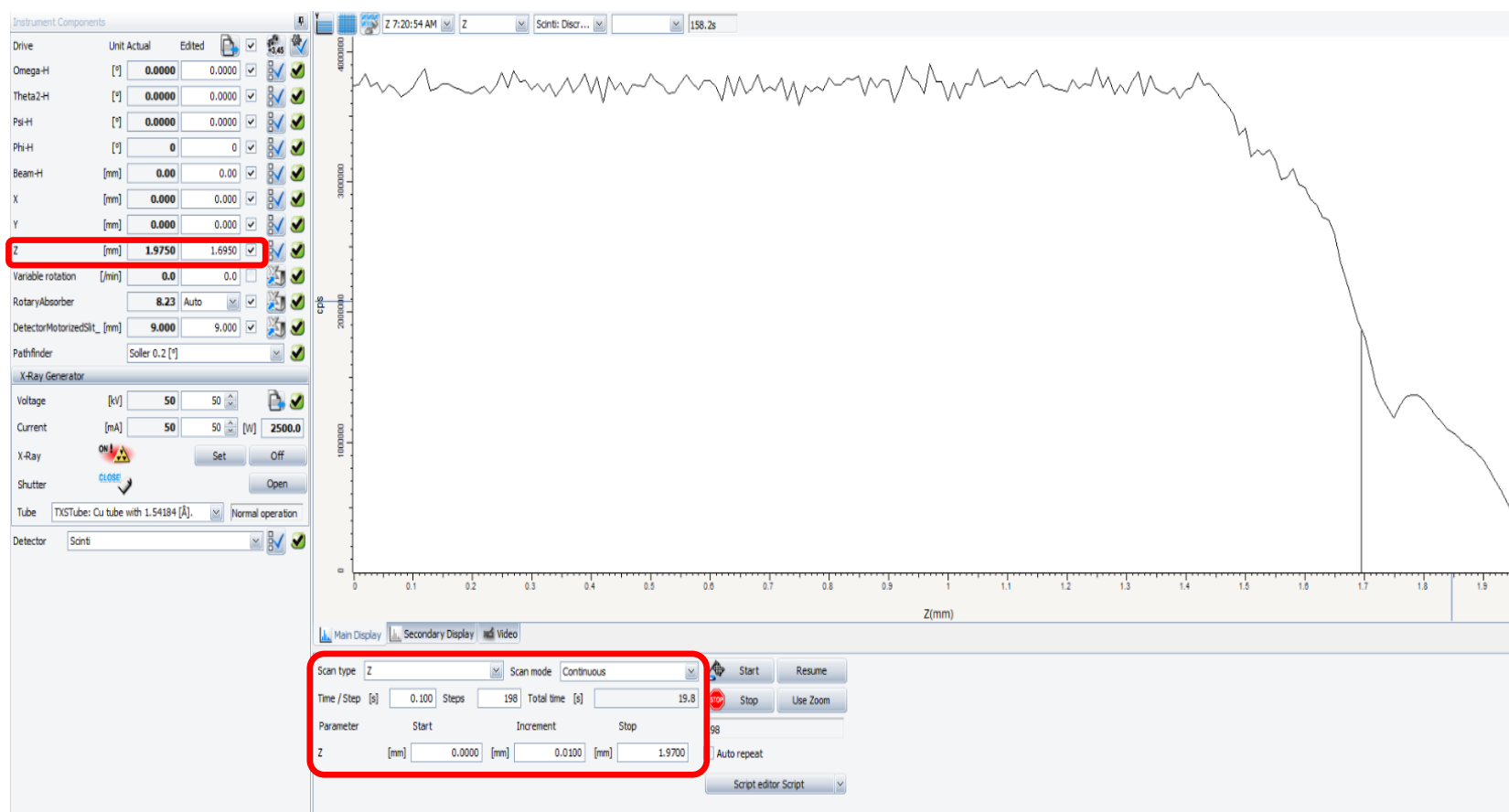


图 6-19 Z scan 扫描

6.9.2 样品表面对光——Rocking curve

6.9.2.1 扫描参数: Scan type: Rocking curve, Scan range: $-1.0^{\circ} \sim 1.0^{\circ}$, Increment: 0.01 or 0.005°/step, Time/Step: 0.1s/step, 在 Rocking curve 上的峰顶处双击来自动读取 Omega 角度值到左列 Omega-H 框中 (图 6-20)。

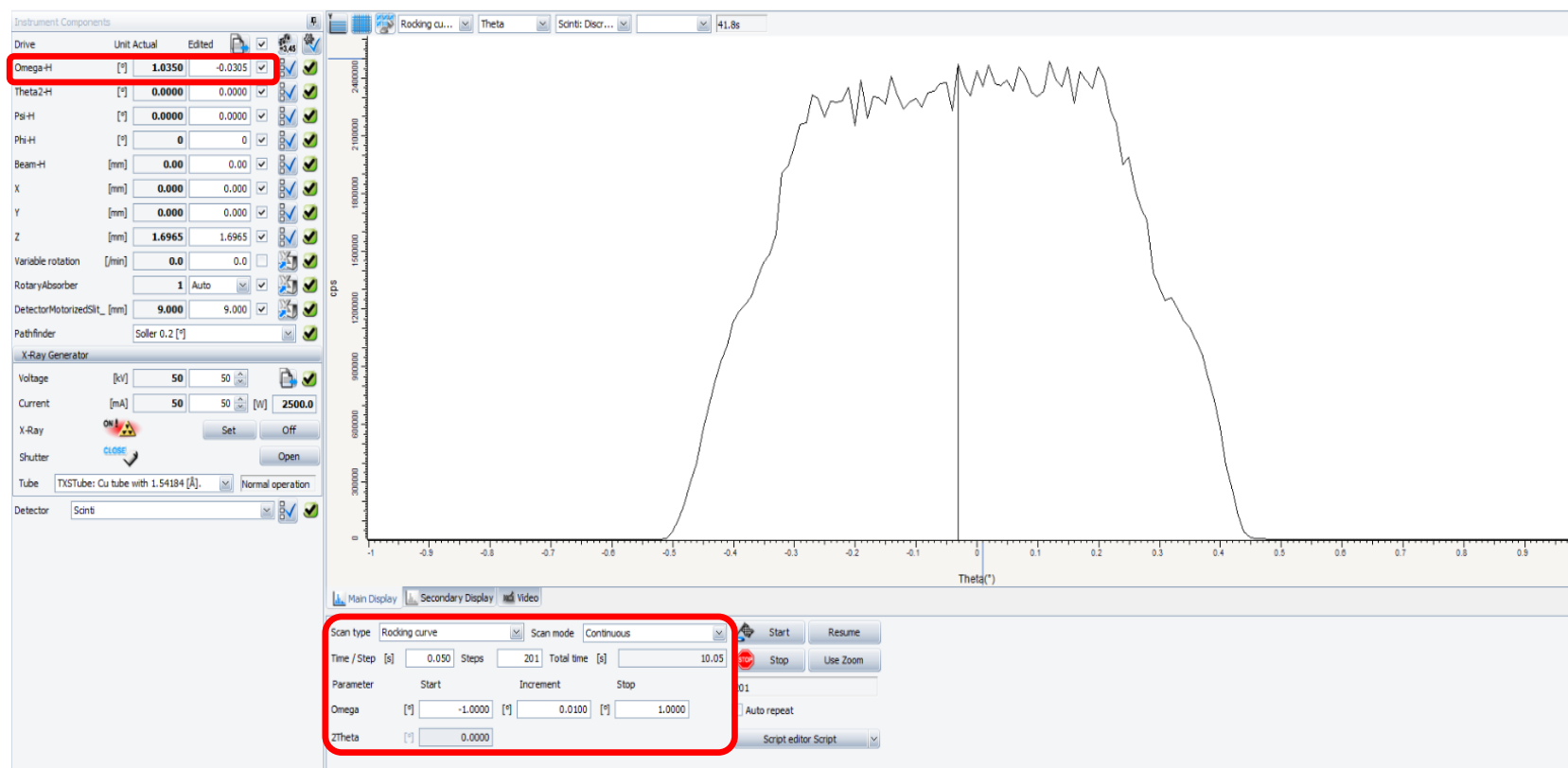


图 6-20 Rocking curve 扫描

6.9.3 另重复 Z-scan 与 Rocking curve 两次，每次测量都将 Z 或 Omega 值更新到相应的位置，直至 Z 与 Theta 的值变化非常小，使样品表面尽量平行于光路。

6.9.4 薄膜样品掠入射扫描（面外）

6.9.4.1 样品测试区域：进入 Video 界面，在显微图像中找到所需测试区域，确认屏幕上激光红点、video 十字中心、样品测试区域重合（图 6-21）。

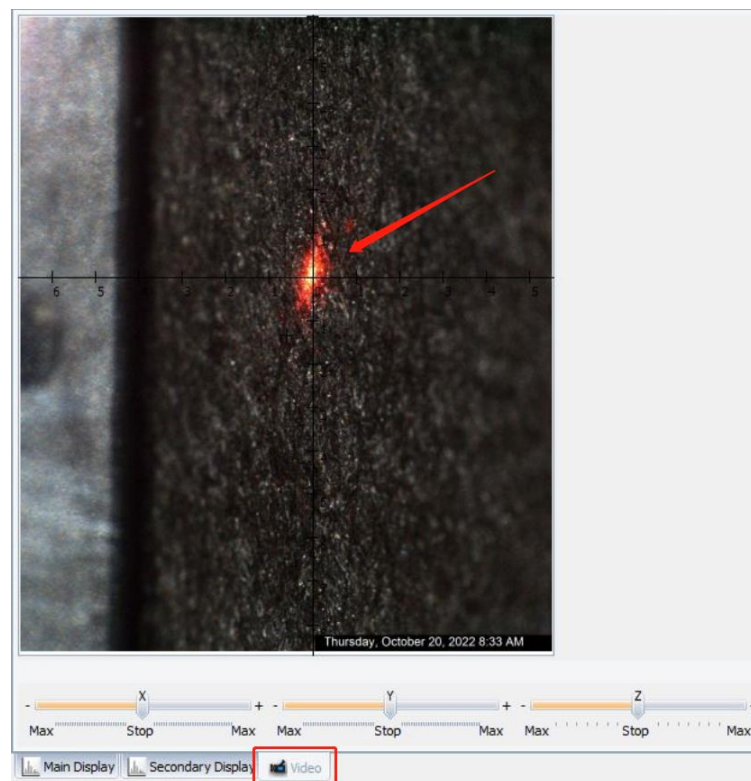


图 6-21 Video 界面示意图

6.9.4.2 设置掠入射角: 将完成样品对光后自动记录的 Omega 角加上所需 grazing 角 ($0.1\sim 1^\circ$), 更新到左侧 Omega-H 方框中 (图 6-22, grazing 角为 0.5° 时, Omega-H 设定为: $-0.0305^\circ + 0.5^\circ = \mathbf{0.4695^\circ}$);

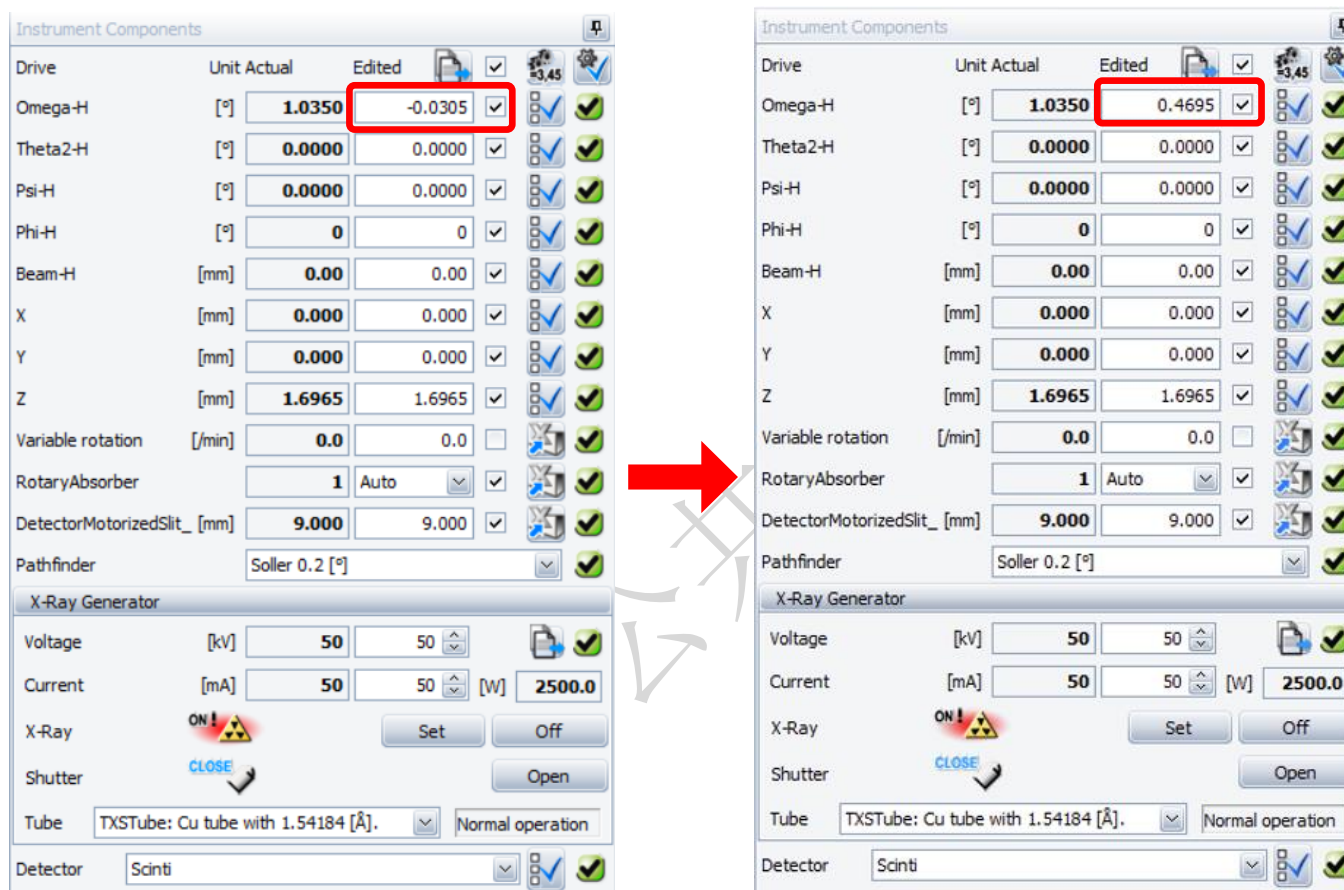


图 6-22 设置掠入射角

6.9.4.3 扫描参数: Scan type: TwoTheta, Scan range: 10 ~ 50°, Step size: 0.02°/step, Time/Step: 0.5s/step (图 6-23)。如果扫描谱图出峰特别弱, 那么勾上图 6-23 中的 Auto repeat, 直至扫到所需的峰强度, 然后在结束之前 auto repeat 去勾, 扫描结束后保存数据。

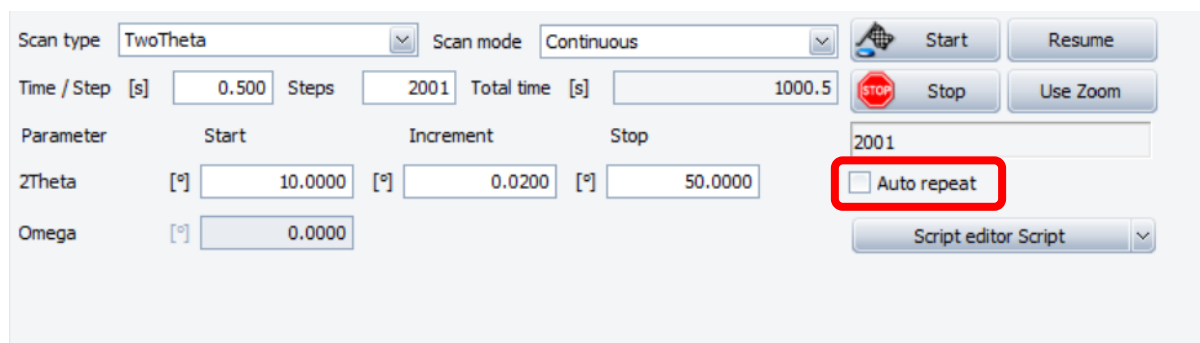


图 6-23 薄膜样品 GIXRD 扫描参数

6.9.5 薄膜样品掠入射扫描（面内）

6.9.5.1 放平样品台：完成 6.9.1~6.9.3 的样品对光后，设置 $\Psi = 89^\circ$ ，点击  将样品台缓缓放至接近水平。

6.9.5.2 扫描参数：Scan type: TwoTheta, Scan range: $10 \sim 50^\circ$, Step size: $0.02^\circ/\text{step}$, Time/Step: $0.5\text{s}/\text{step}$ 。如果扫描谱图出峰特别弱，那么勾上图 6-23 中的 Auto repeat，直至扫到所需的峰强度，然后在结束之前 Auto repeat 去勾，扫描结束后保存数据。

6.9.6 实验结束后，Omega, Theta2, Phi 设为 0, Psi 设为 90° , Z 设为 -1.2，点击  还原恢复各轴。电压电流设为 30kV/10mA，点击 set。

6.10. 微区分析

6.10.1 硬件

不加单色器，根据样品及所需测试微区大小选择合适的准直器，推荐用 0.5 mm 或者 1 mm collimator。

6.10.2 样品表面对光

参照本文件 6.8.1~6.8.5 完成样品表面对光。

6.10.3 微区分析

6.10.3.1 样品测试区域: 进入 Video 界面, 移动样品台 X、Y 轴, 在显微图像中找到所需测试微区, 确认屏幕上激光红点、video 十字中心、样品测试区域重合 (图 6-24)。然后将 X, Y 参数后面的勾去掉, 以固定测试位置。

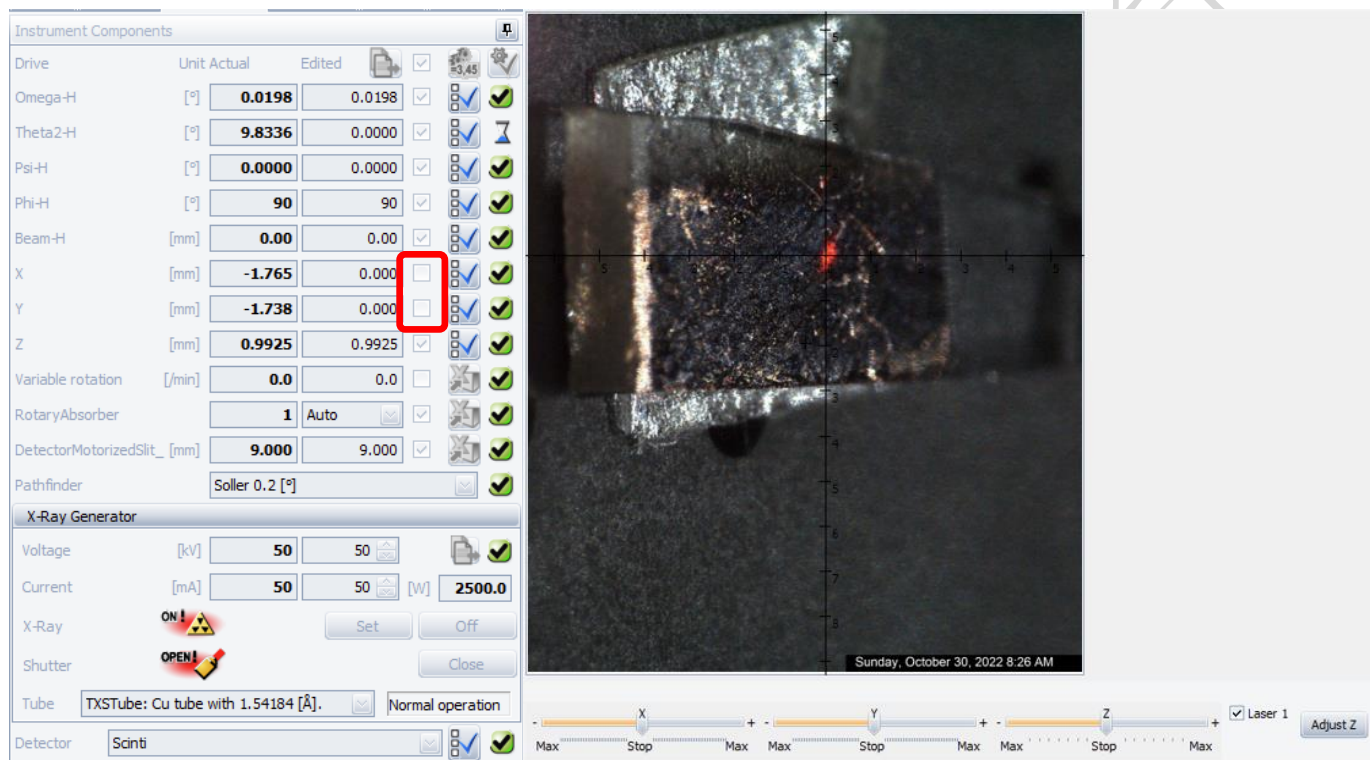


图 6-24 样品微区示意图

6.10.3.2 扫描参数: Scan type: 2Theta-Omega, Scan range: 10 ~ 50°, Step size: 0.02°/step, Time/Step: 0.5s/step。如果扫描谱图出峰特别弱, 那么勾上图 6-23 中的 Auto repeat, 直至扫到所需的峰强度, 然后在结束之前 Auto repeat 去勾, 扫描结束后保存数据。

6.10.4 实验结束后, Omega, Theta2, Phi 设为 0, Psi 设为 90, Z 设为 -1.2, 点击  还原恢复各轴。电压电流设为 30kV/10mA, 点击 set。

6.11. 薄膜的 X 射线反射率测试

6.11.1 硬件: Ge022 单色器, 准直器选择小尺寸, 推荐 0.5 mm, 必要的话可以更小。

6.11.2 样品表面对光: 参照本文件 6.8.1~6.8.5 完成样品表面对光。

6.11.3 优化全反射角: 一般材料全反射角在 0.4° 以上, 依次设定 2Theta 为 0.4° , 0.5° , 0.6° , ..., 分别进行 Rocking curve 扫描, 以确定最强全反射下的入射角:

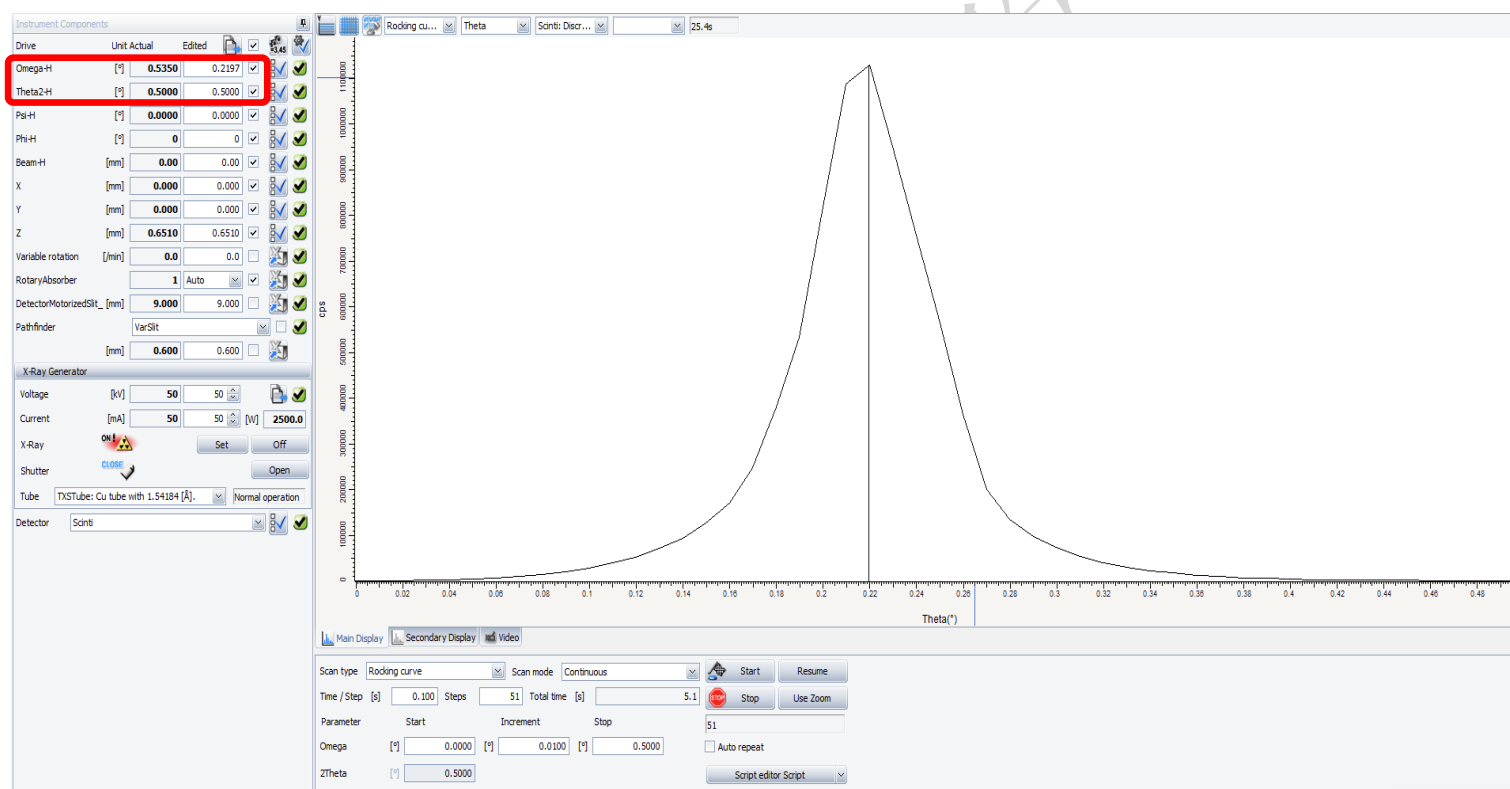


图 6-25 优化 2Theta 角的 Rocking curve

扫描参数: Scan type: Rocking curve, Scan range: $0 \sim 0.5^\circ$, Increment: 0.01 or $0.005^\circ/\text{step}$, Time/Step: $0.1\text{s}/\text{step}$ 。确定峰强度最大时的 2θ 角, 双击最高峰峰顶自动记录 Omega 角到左列方框中 (图 6-25)。

6.11.4 XRR 扫描: 扫描参数: Scan type: 2θ -Omega, Scan range: $0.2 \sim 8.0^\circ$, Step size: $0.01^\circ/\text{step}$, Time/Step: $0.1\text{s}/\text{step}$ (图 6-26)。

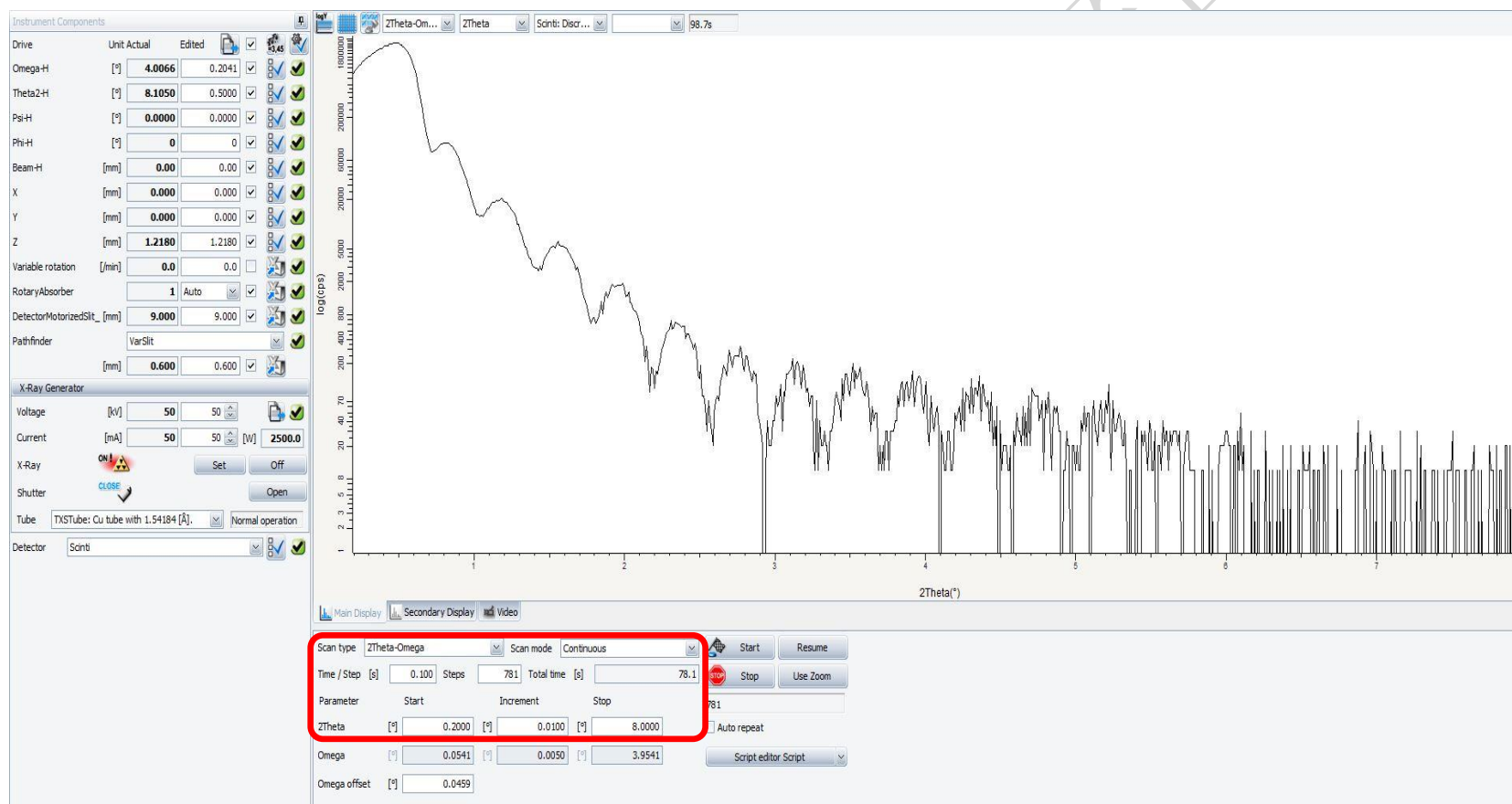


图 6-26 薄膜的 XRR 扫描

6.12. 倒易空间 mapping

6.12.1 打开 XRD Wizard, 点击 New, 选择 HR-XRD。第一个界面点 OK。

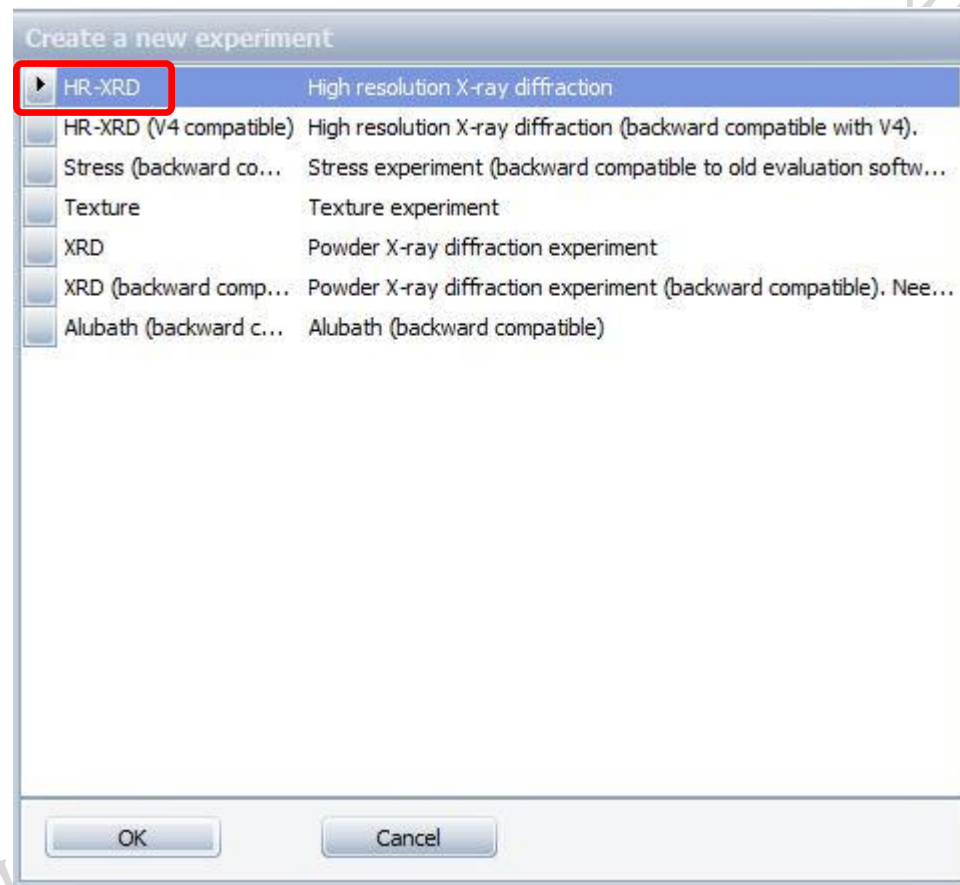


图 6-27

6.12.2 在 MEASUREMENT GEOMETRY 里，将样品表面法线晶面的 HKL 定为 SURFACE (mno)，Azimuth 是与之垂直的晶面法线方向。两个的点积应为零。

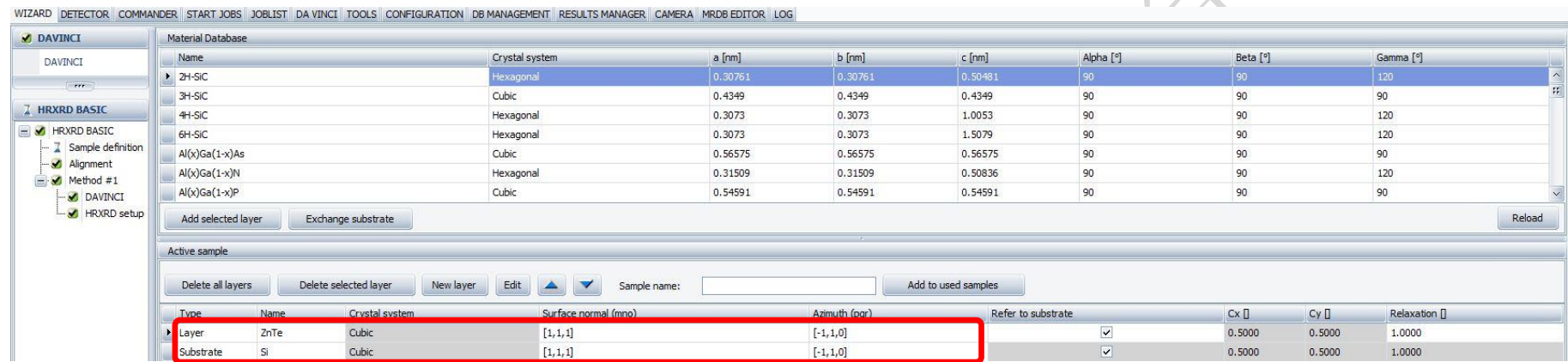


图 6-28 选定特定的衬底及薄膜的成分、面外晶面及面内取向

6.12.3 将之前的样品的面外测量信息从 Commander 传递出来。

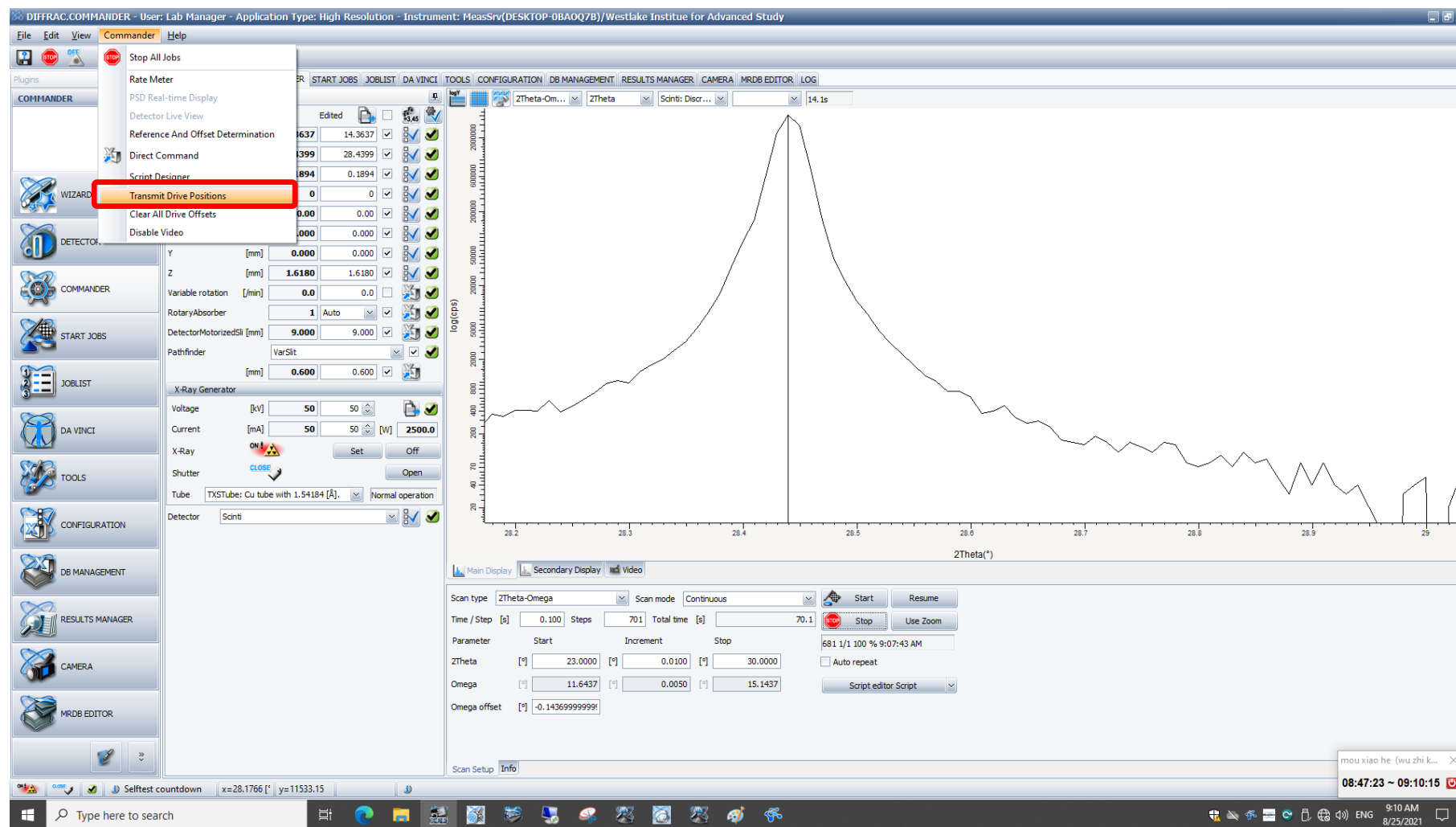


图 6-29

6.12.4 此时将样品的面外测量和调整参数接收到 XRD Wizard 中, 点击 ‘IMPORT FROM COMMAND’ 。

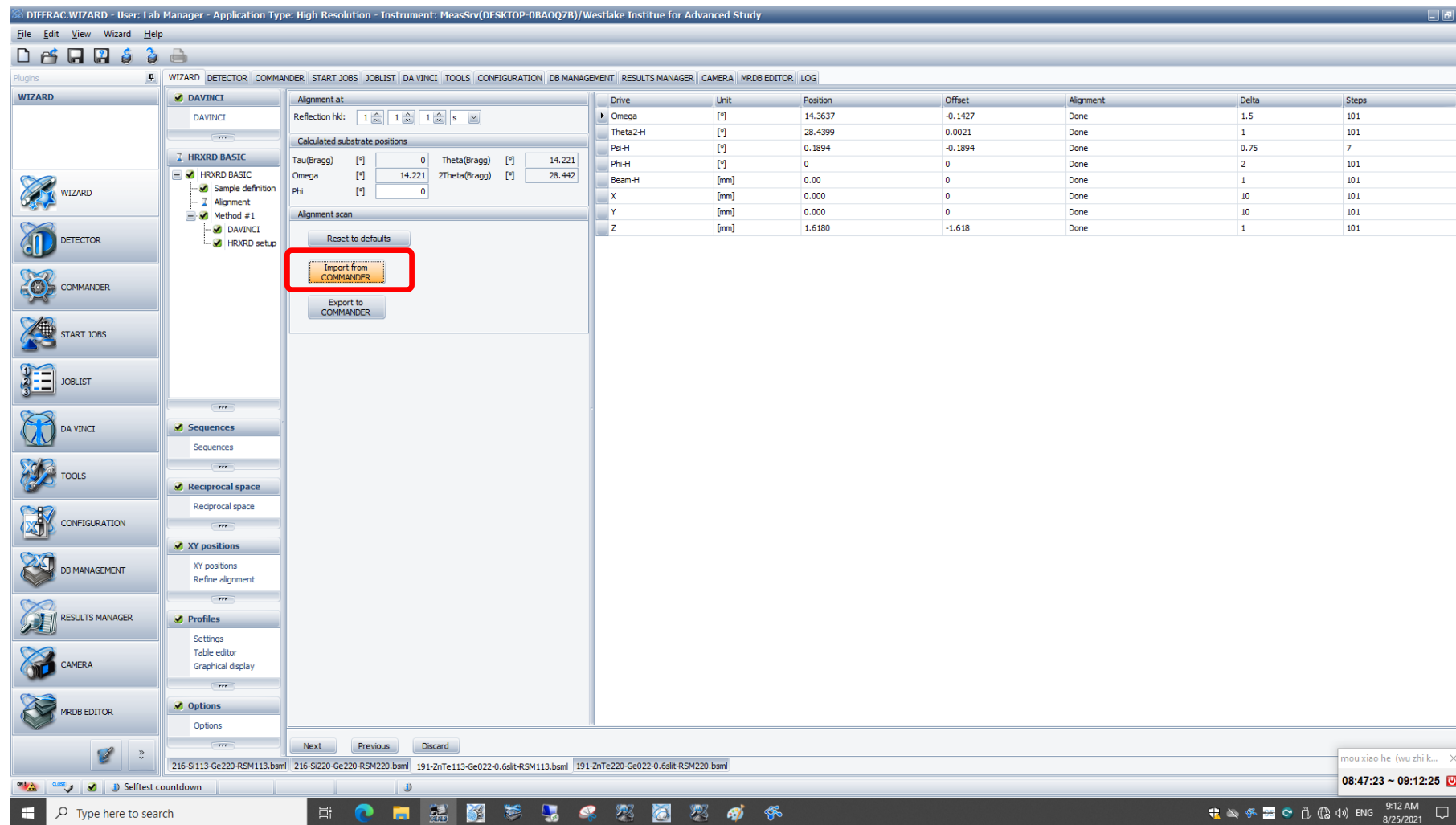


图 6-30

6.12.5 设定带测量非对称晶面，并将自动计算的角度信息传递到 Command，点击 ‘EXPORT TO COMMAND’ 。

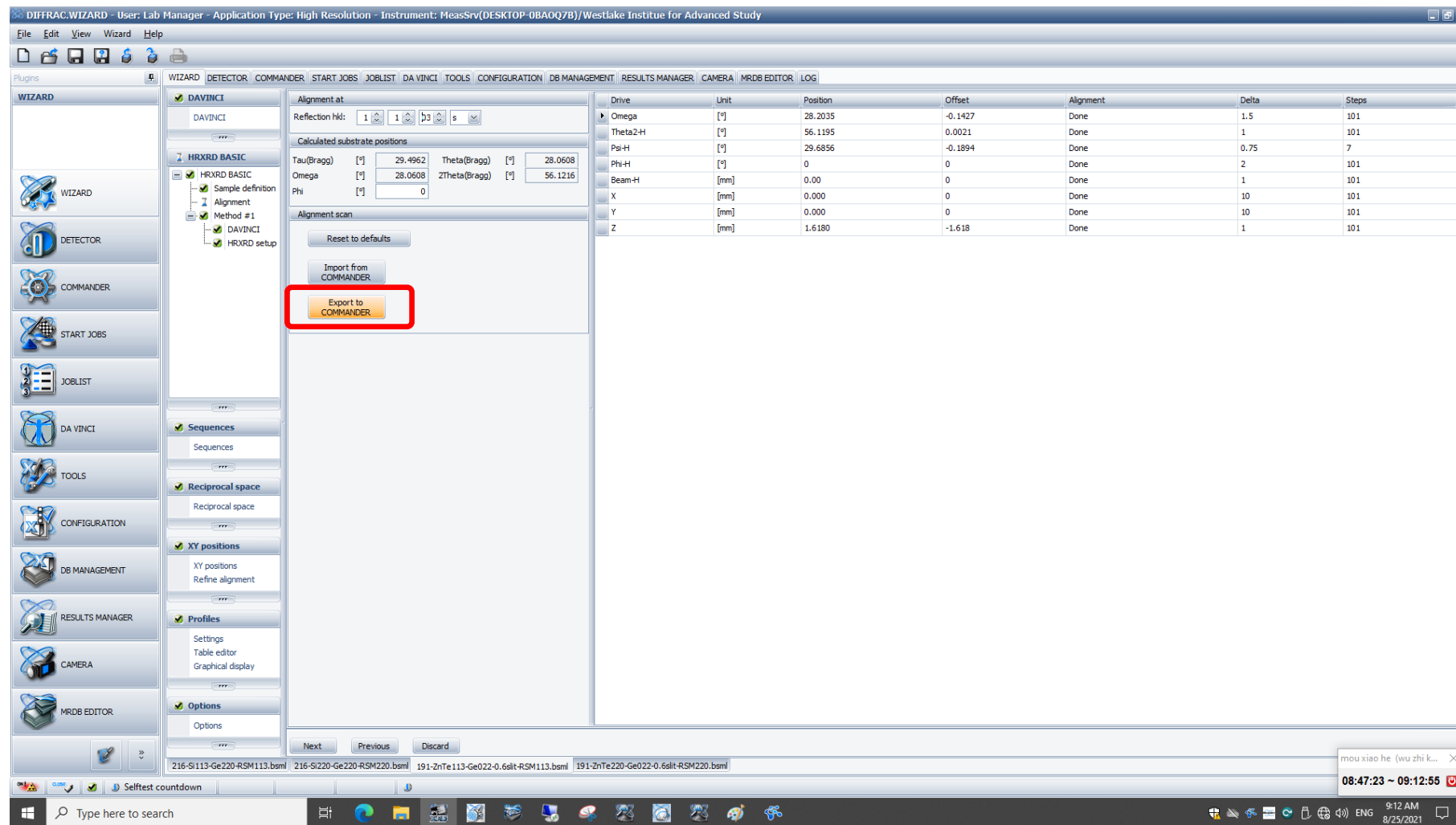


图 6-31

6.12.6 设定参数做 Phi 扫描, 从-5 度扫到 360 度, 根据薄膜结构的对称性可以观察到数个峰。在 phi 扫描曲线上双击最强峰的峰顶, 双击后的值会自动读取到 Phi-H 中。

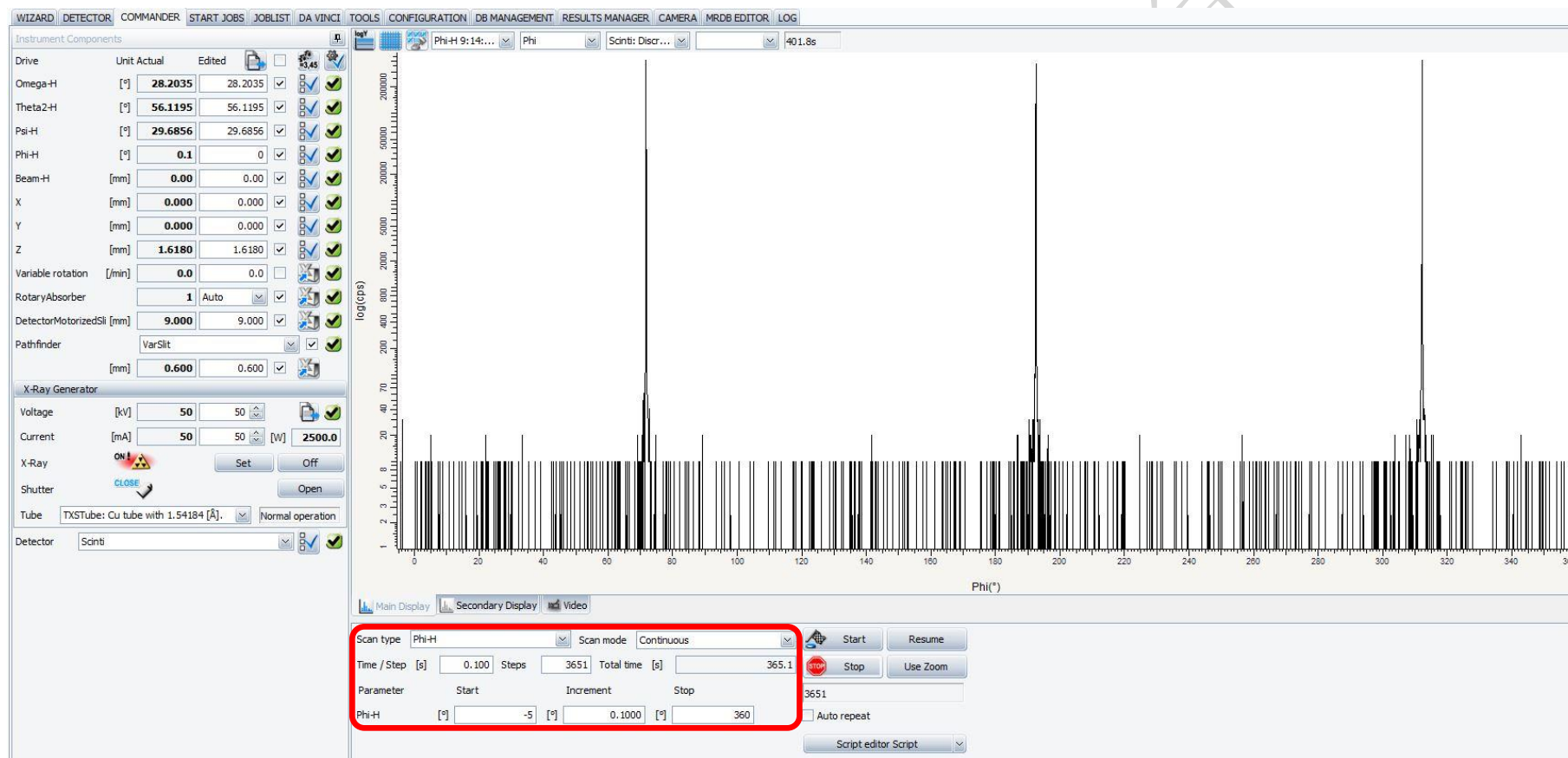


图 6-32

6.12.7 进行初步非对称面的 2theta-Omega 扫描。

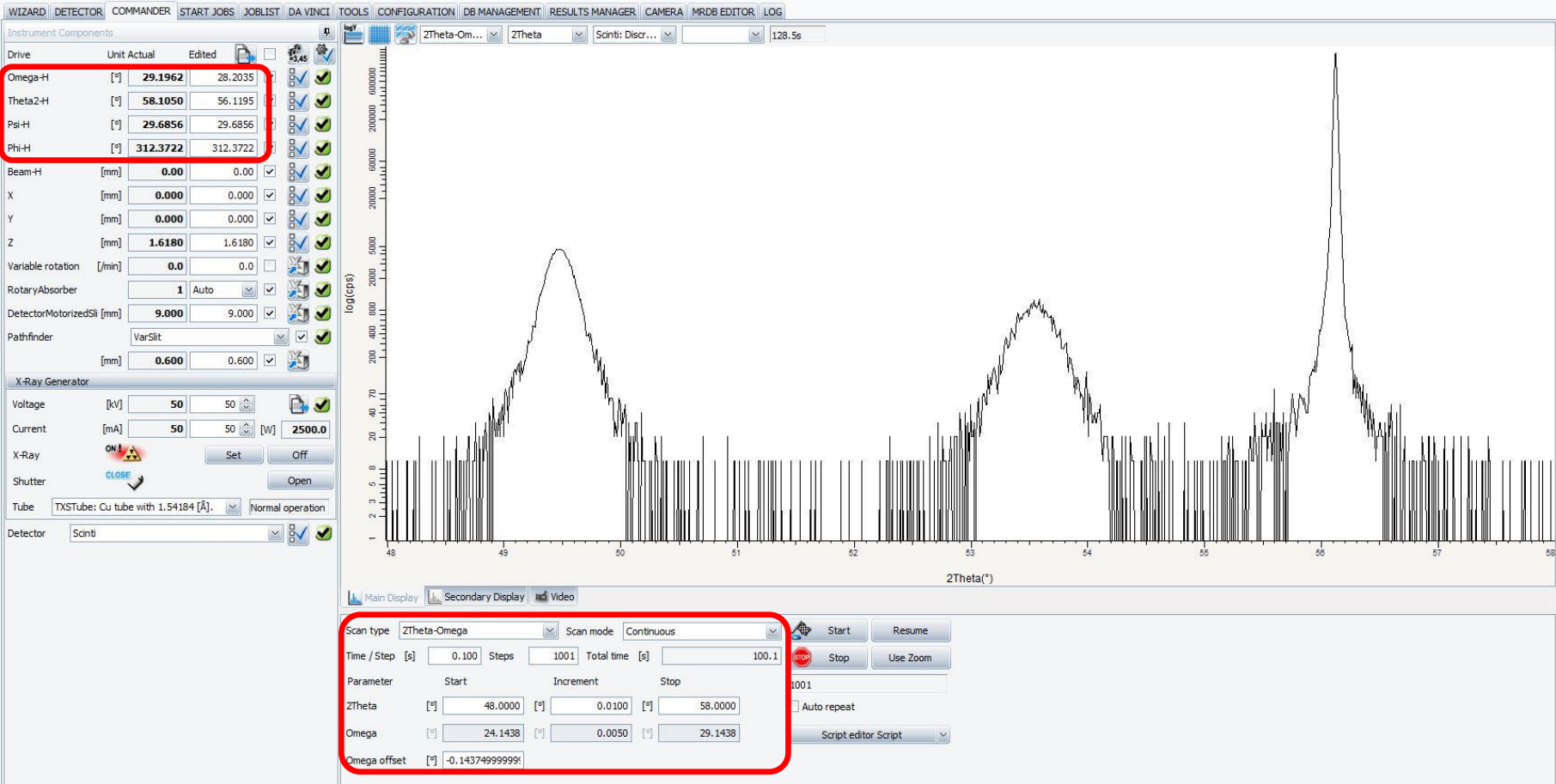


图 6-33

6.12.8 双击衬底峰中心，并将峰的所有信息传递到 wizzard，点击 ‘COMMAND-> TRANSMIT DRIVE POSITIONS’ 。

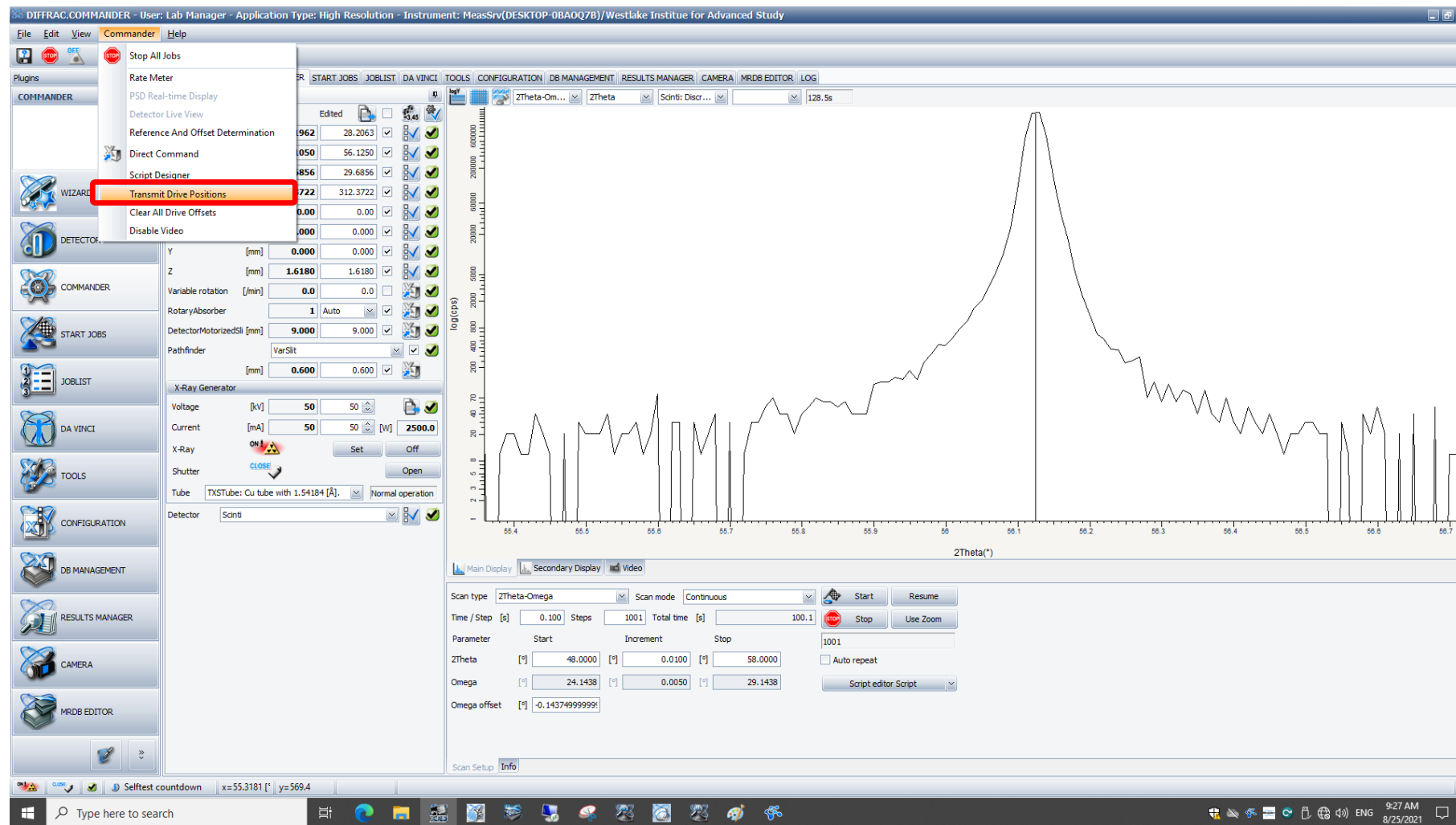


图 6-34

6.12.9 回到XRD Wizard， 点’IMPORT FROM COMMAD’， 所有调整好的位置自动拷贝到表格中， 并记录下此时2theta的起始范围。

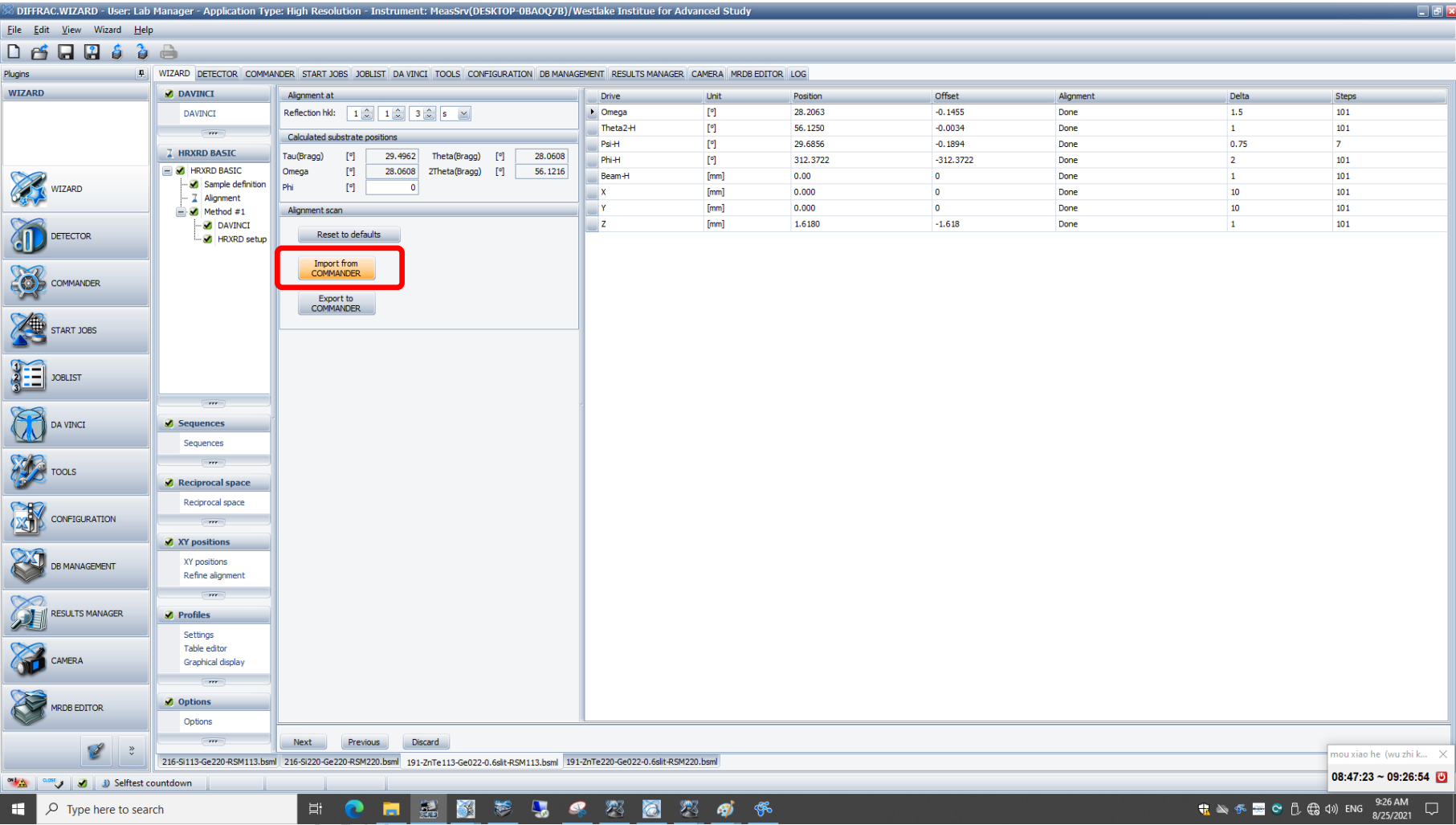


图 6-35

6.12.10 在 ‘DAVINCI’里设定设备硬件参数。

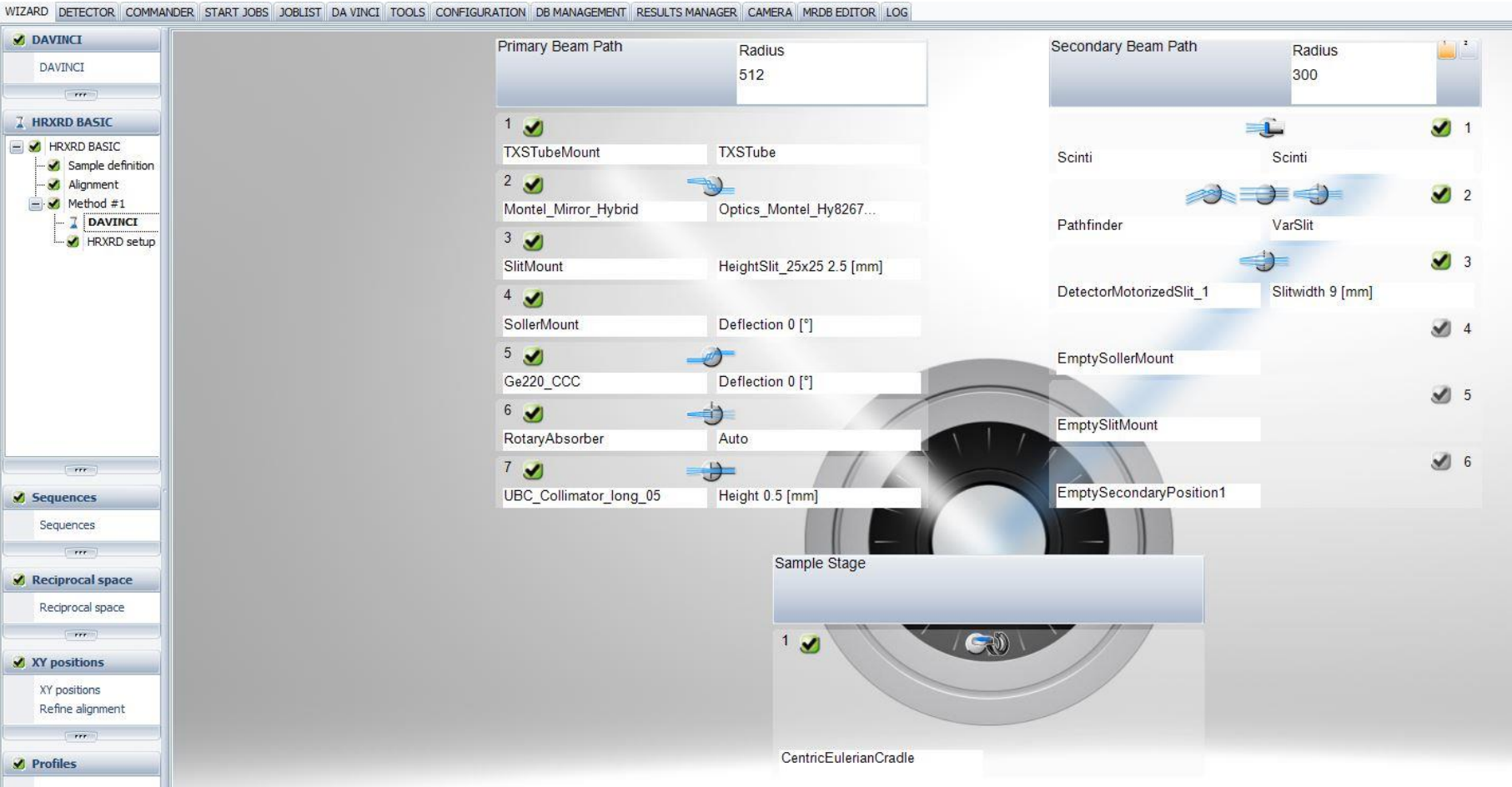


图 6-36

6.12.11 在wizzard中根据上述2Theta-omega的扫描范围设定2Theta的扫描范围、步长、扫描时间等参数。

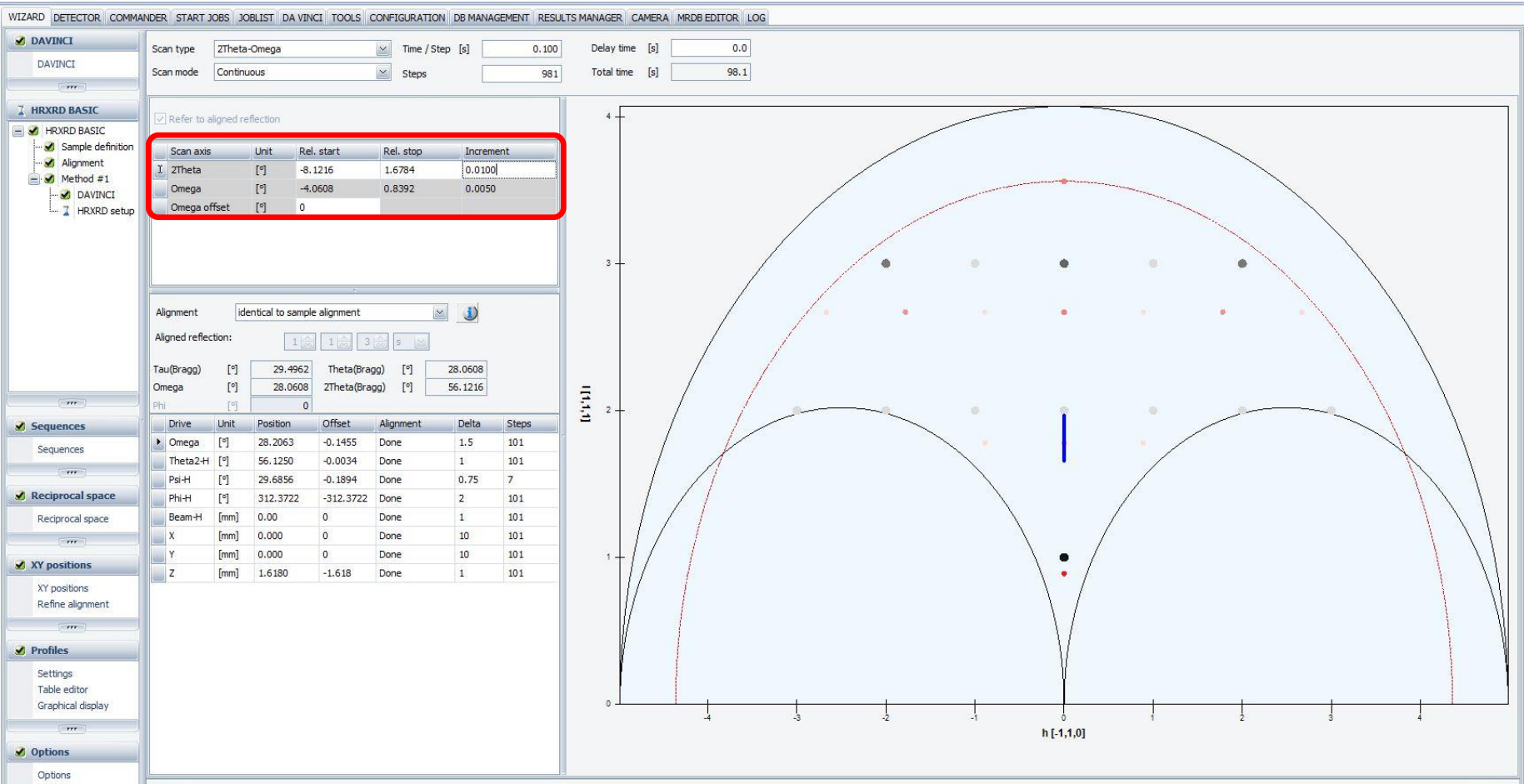


图 6-37

6.12.12 在 ‘SEQUENCE’中，new sequence中选’ OMEGA RELATIVE’,然后设定omega的扫描范围、步长、扫描时间等参数。。

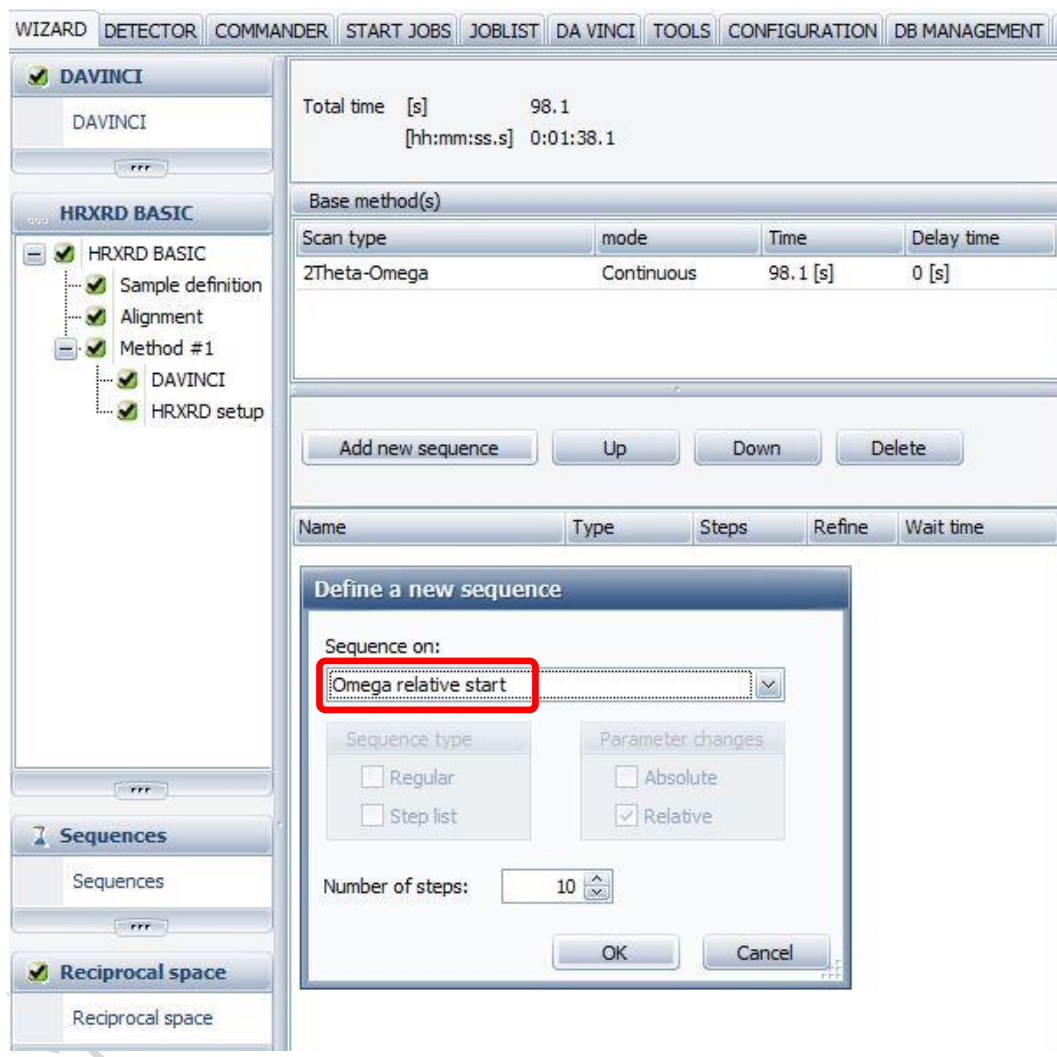


图 6-38

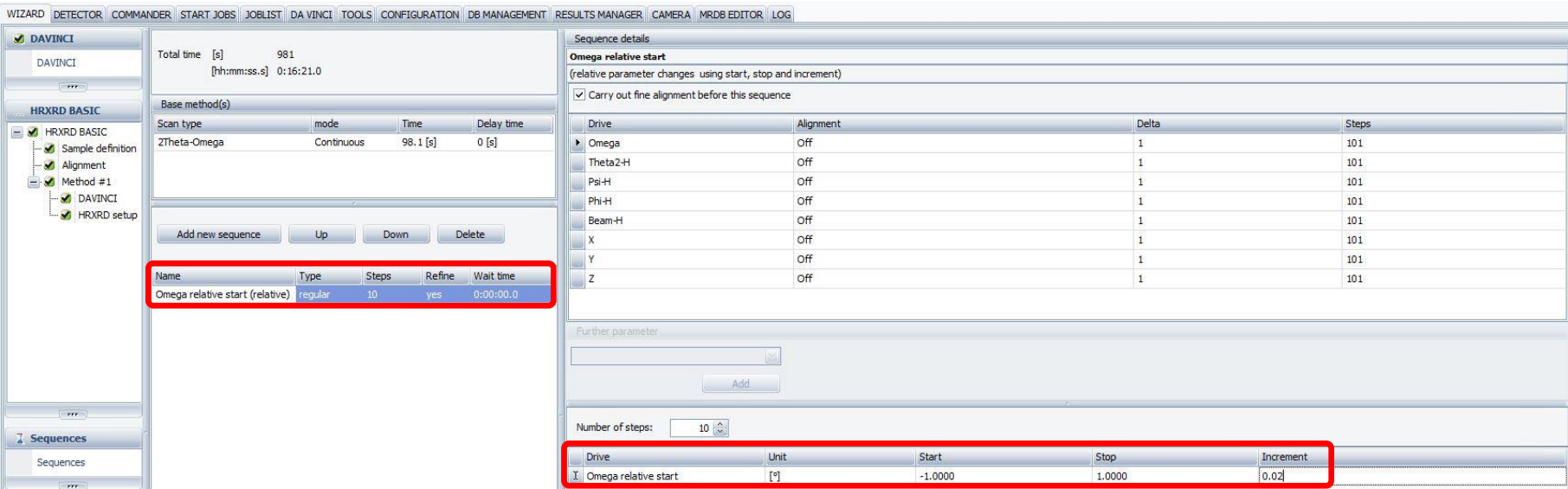


图 6-39

6.12.13 在测量界面中选JOBS， parameter file 选保存的RSM方法文件。 Raw 数据文件自己命名。点Start 开始测量。



图 6-40

6.12.14 在command中查看所有参数设置是否正确，并在LEPTOS中打开测试产生的raw文件，查看最后测量所得的RSM图。

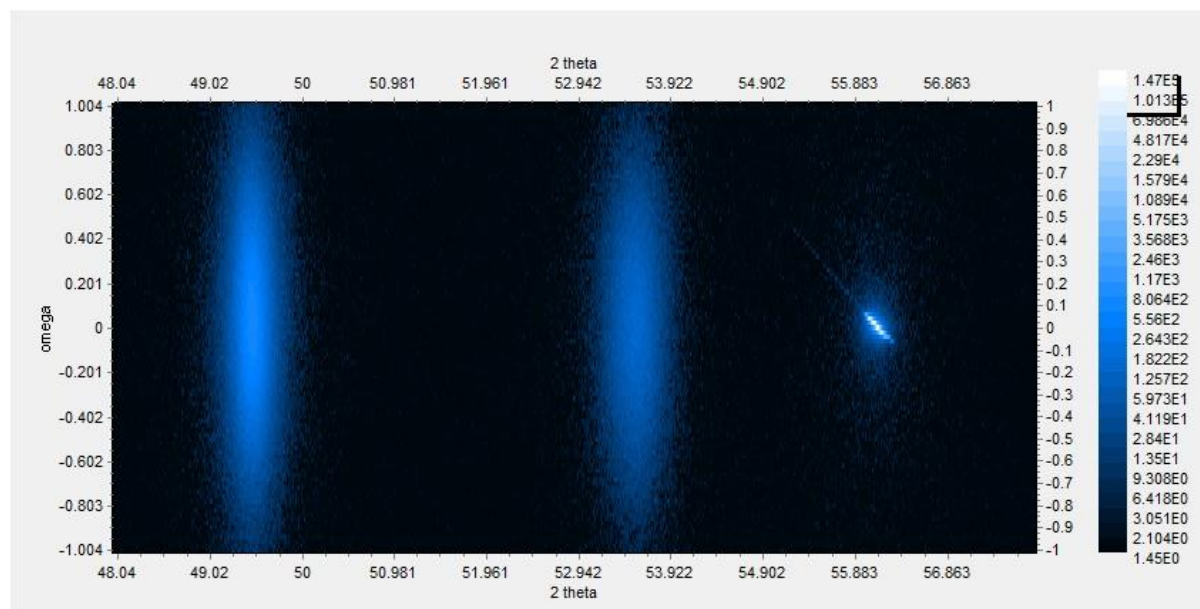


图 6-41

6.12.15 在 LEPTOS 软件中, 点击 Experimental 这个 tab, 点击 Axis conversion 中的 Convert, 即可将 2theta-Omega 坐标转化为 qx, qz 坐标 (图 6-42, 图 6-43)。

The screenshot displays the LEPTOS software interface with the 'Experimental' tab selected. The 'Axis conversion' section is highlighted with a red box. This section contains two dropdown menus for 'X axis' and 'Y axis', each with 'from' and 'to' fields. The 'X axis' is set to '2theta' and the 'Y axis' is set to 'Rel w'. Below these are checkboxes for 'Replace data' and a 'Convert' button. The rest of the interface includes fields for file format, operator, measured date, mode, creator, site, status, time per step, steps, generator, wavelength, Bragg reflection, Bragg angle, geometry, normal and plane matrices, Syngony, Misorientation, Lattice constants, Layer, and various angular parameters like Chi, Phi, Xi, Zeta, Theta, and 2 Theta.

Field	Value
File format	4
Operator	Lab Manager
Measured	06/08/2020 22:49:00
Mode	continuous
Creator	BrmlToV4Converter
Site	
Status	Measured
Time per step	0.10 s
Steps	1901
Generator	50.00 kV
Wavelength	0.15406 nm
Bragg reflection	1 1 3
Bragg angle	18.42
Geometry	Symmetric
normal	0 0 1
plane	1 0 0
Syngony	Cubic
Misorientation	25.24
Lattice constants	a: 0.80850, b: 0.80850, c: 0.80850
Layer	MgAl2O4
normal	0 0 1
plane	1 0 0
Chi	26.09
Phi	218.70
Xi	???
Zeta	???
Absorber	???
Theta	16.50
2 Theta	35.00
Scan axis X	Scan type: 2Theta/omega, Axis: 2 theta
Scan axis Y	Mapping drive: Relative, Axis: omega
Start	35.001432
Stop	73.003200
Units	Degrees
Increment	0.0200000
Comment	

图 6-42

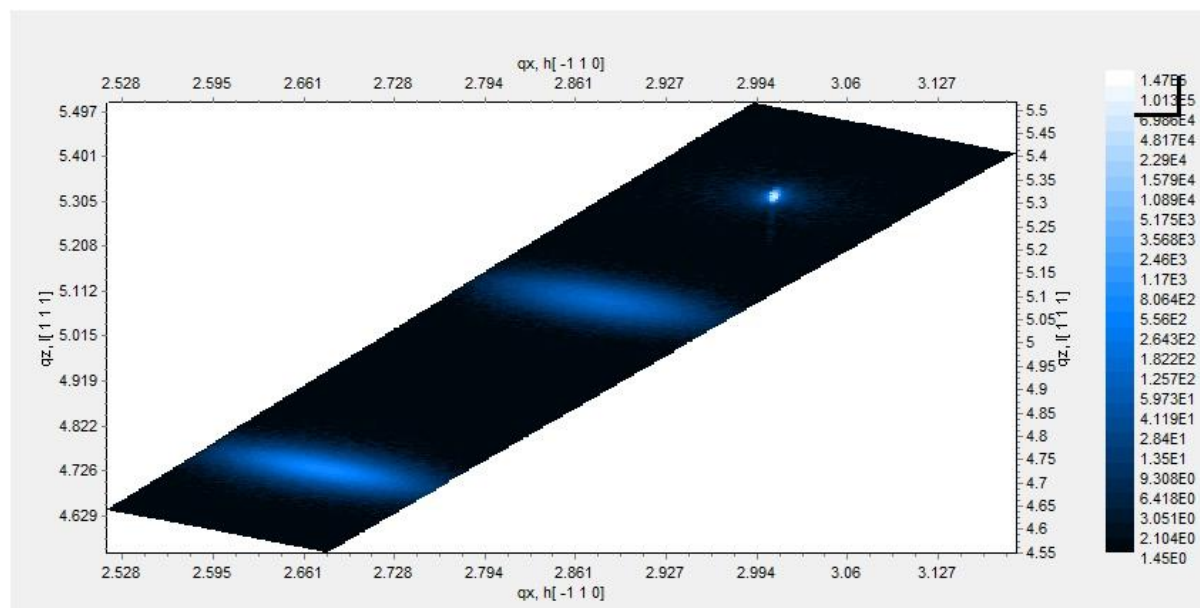


图 6-43

6.12.16 实验结束后, Omega, Theta2, Phi 设为 0, Psi 设为 90, Z 设为 -1.2, 点击  还原恢复各轴。电压电流设为 30 kV /10mA, 点击 set, 并做好实验机时记录。

7. 更多资料

7.1 X 射线衍射仪的光学系统及其应用

<https://iscps.westlake.edu.cn/info/1149/1661.htm>

8. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

9. 记录

Bruker D8 Discover 高分辨薄膜 X 射线衍射仪使用记录表 V1.0（科研设置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：