

D8A A5 X射线衍射仪操作指南

实验测试中心 马晶晶

1 开机步骤


- (1) 打开冷却水循环装置，检测确认温度设置为20°C（一般温度不超过28°C可正常工作）。
- (2) 将衍射仪左侧面红色旋钮放在I的位置，按下绿色按钮（图 1-1）。机器开始启动和自检，自检完成后，机器左侧两个指示灯显示为白色。
- (3) 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。）
- (4) 打开仪器控制软件，DFFRAC.Measurement Center选择lab manager，没有密码，回车进入软件界面。
- (5) 在Commander界面上，勾选request，点击Int，对所有马达进行初始化。（每次开机时需要进行初始化，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）。
- (6) 图 1-2)
- (7) 机器启动完毕，可进行测量。



图 1-1

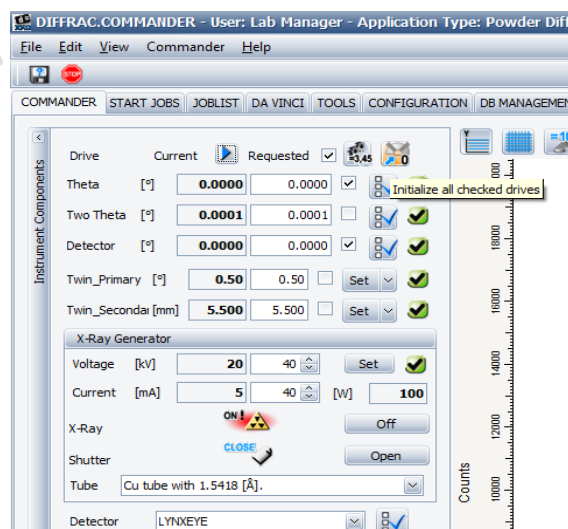


图 1-2

2 衍射仪准直步骤

使用刚玉标准样品，测试从 34.5° — 36° 衍射峰，步长选择 0.01° ，标准K α 1峰位在 35.149° ，可以接受的偏差为 0.005° 。如果偏差超过可接受范围，说明需要进行对光处理。按以下步骤进行对光。**对光步骤如下：**

- (1) 放置玻璃狭缝，放置时较宽的那面面对操作者。将Theta与Detector设为0，按Go。
- (2) 参数设置：固定发散狭缝或前置Twin 0.5° ；次级Twin 5mm；Cu吸收片 0.2mm ；林克斯探测器（0mode，14mm）
- (3) 选择Rocking扫描模式，用来确定theta轴是否在零点。设置theta扫描范围（ -1° ， 0.01° ， 1° ）测量设为 0.1sec/step 点击start，测完后打开commander目录下的reference and offset determination，选择reference，点击OK重置tube的参考位置。（图 2-1）

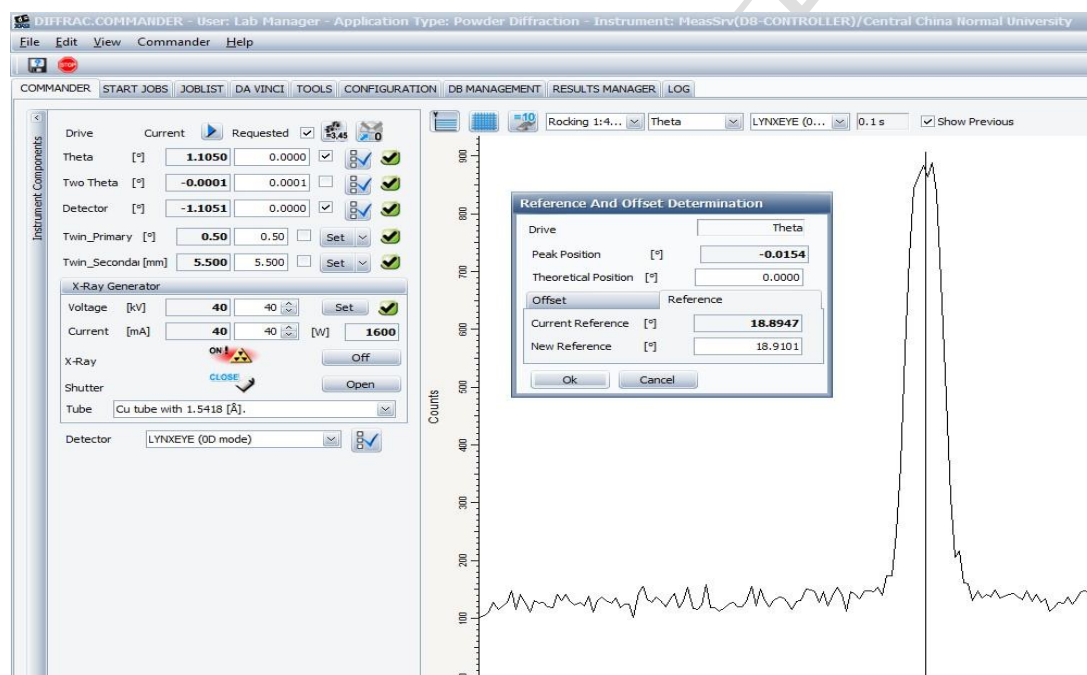


图 2-1

- (4) 再点击Start测试一遍，最强峰位置在正负 0.004° 左右即可。至此光管的调整完毕。
- (5) 取下玻璃狭缝，换上刚玉标样，取下Cu吸收片，探测器改成1维模式，选择coupledTwotheta/theta扫描，扫描范围 34.5 — 36.0 ， $0.01^{\circ}/\text{步}$ ， $0.1\text{秒}/\text{步}$ ，点击Start，测完后打开commander目录下的reference and offset determination，选择reference，将theoretical position设置在 35.149 ，点击OK重置探测器的参考位置。（图 2-2）

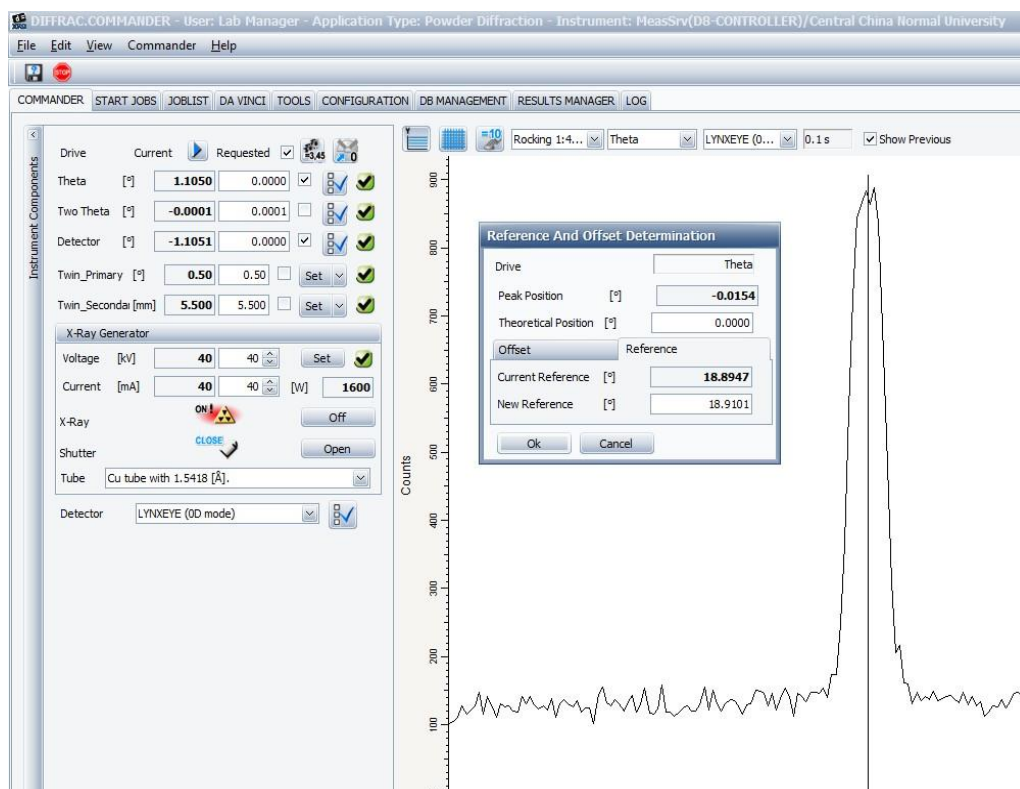


图 2-2

3 粉末模式测量

3.1 X光管入射端及探测器端安装

安装2.5度或5.1度索拉狭缝，入射端固定狭缝位置不用添加任何狭缝，但探测器前面狭缝位置需要放上Ni吸收片来吸收K β 峰。否则图谱多出一倍的衍射峰，干扰正常的寻峰、判断。如果样品中含有较多的Ni元素，则要将Ni吸收片放到入射端固定狭缝位置（图 3-1）。

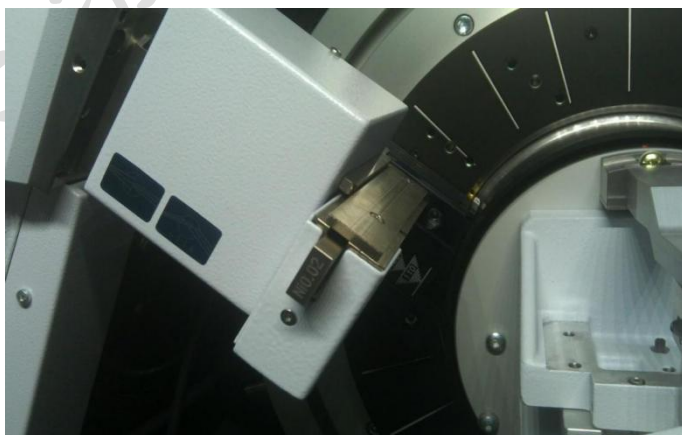


图 3-1

3.2 Twin optics设置

初级Twin optics设为 0.5° 发散度，次级的Twin optics选择fixed mm，并设定为5.8 mm。
(图 3-2)。

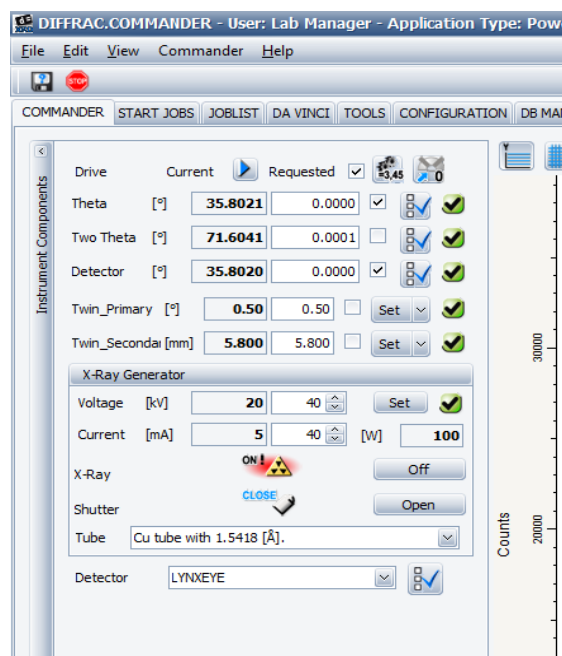


图 3-2

3.3 选择探测器一维模式

点击Detector后LynxEye的下拉箭头，在出现的对话框中通常Low discrimina（能量下限）为0.11。当测量含有Fe、Ti等元素的样品时，由于出现荧光效应得到的衍射谱具有很高的荧光背底，影响测量结果，此时可以将能量下限改为0.18，如含有较多的Co元素，则改成0.19（图 3-3）。点击Apply及OK键，完成修改。测量得到的谱线将会去除荧光的影响。(注意每次可以检查一下，以免参数设置错误)，测量普通样品时，将参数改回来，否则测量强度会减低一半。在测量范围从 10° 以上开始时，探测器可以选择全部的通道；如果从比较低的角度开始，如测量介孔材料，则需要减小探测器的开口角以避免高的空气散射或直射光。

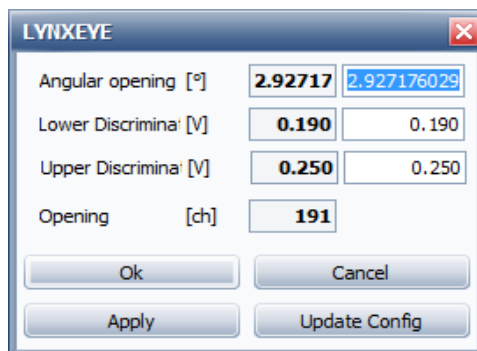


图 3-3

3.4 设定扫描范围、扫描步长及每步停留时间

在Scan Setup中的Scan type选择coupled Twotheta/theta模式，设定扫描范围、扫描步长及每步停留时间。扫描步长的确定以最窄的衍射峰的半峰宽除以6为最佳。可以快扫一遍确定步长，通常0.02度是合适的。点击Start即可开始测量。如果勾选Autorepeat，则能进行多次扫描，在认为扫描图谱可以满足要求的情况下，勾掉Autorepeat按钮，则在当次扫描结束后，扫描自动停止（错误!未找到引用源。）。。

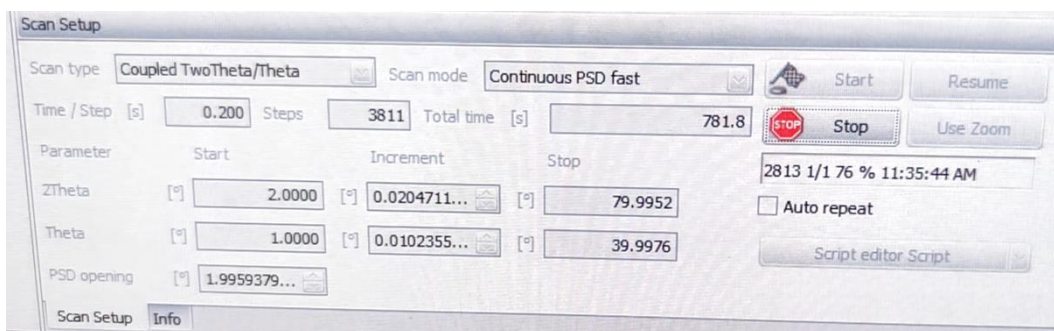


图 3-4

3.5 谱图保存

点击File-> save last raw file将谱图保存为raw格式数据。

如果忘了保存，软件有一个功能可以记住之前测量的20个数据，可以根据时间选择数据重新保存（错误!未找到引用源。）。如果进行多个样品的测试，而测试参数相同时，可以使用Wizard软件中进行参数设定，编辑测量脚本，使用Job模式测量，另外数据也可自动保存。

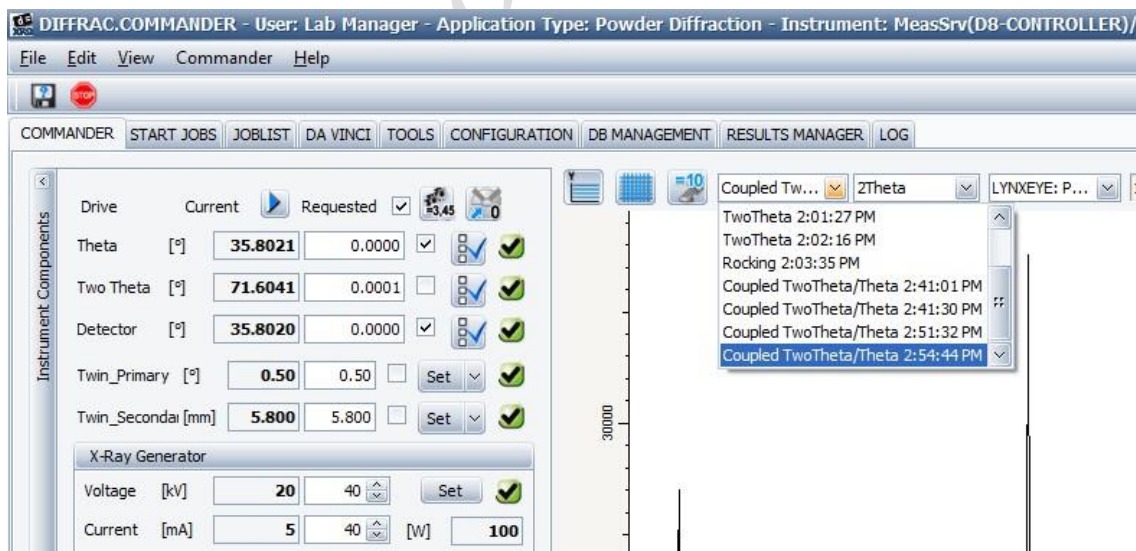


图 3-5

3.6 使用防空气散射附件

如果测量的起始角度比较低（<10度），需要使用防空气散射附件，附件的刀口离样品表

面距离约1毫米到1.5毫米，在大大减低空气散射背景的情况下，要保证高角度的测量强度不受影响，可以使用刚玉标样在使用和不使用防空气散射附件的情况下比较强度以决定合适的刀口高度。（图 3-4）。

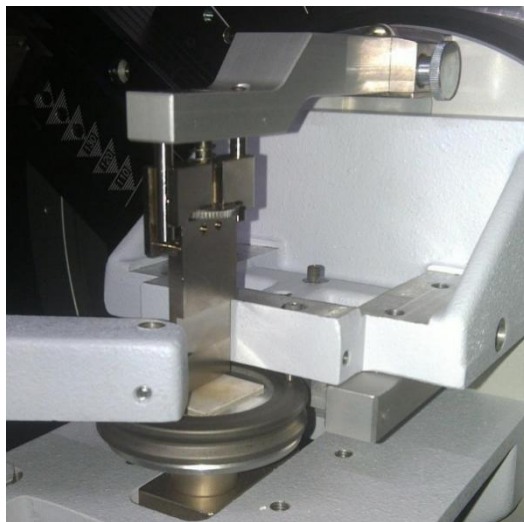


图 3-4

3.7 测量介孔材料

如果是测量介孔材料，起始角约为0.3度，而在这种情况下，防空气散射附件刀口距离样品表面要很近，约0.1到0.2毫米，同时入射光发散度要设到0.1度，探测器的开口要设到1度左右，如果有前置Twin，可以使用平行光和0.1毫米的狭缝。

3.8 进行透射测量

如果仪器配置了旋转反射/透射样品台，而需要进行透射测量时，如果设备测角仪已经垫高。可以用Offset coupled scan测量模式，tube的起始角为2theta起始角除以2加上90度。（图 3-5）

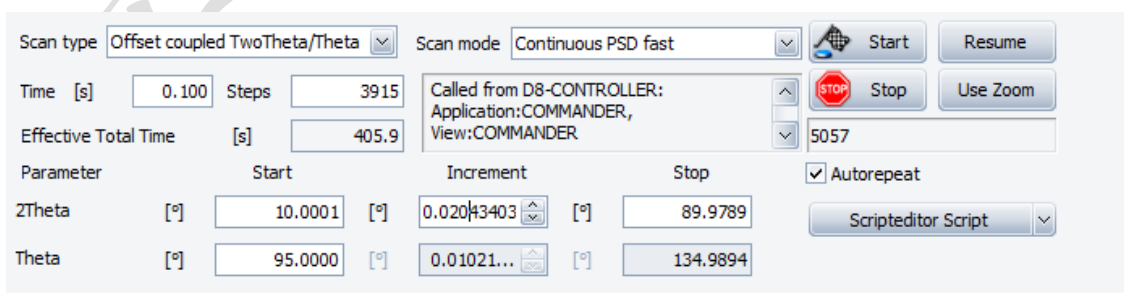


图 3-5

4 更换样品台和调整样品高度

当有无法在标准样品台上放置，或是需要做掠入射角衍射、反射率测量、应力测量，织

构测量等等时都需要用到XYZ台或尤拉环样品台。

4.1 Theta与Detector

首先将Theta与Detector设为60°及60，按go，目的：将光管及探测器移动至上面的位置，避免换样品台时发生碰撞。（图 4-1）



图 4-1

4.2 取下固定螺丝钉

用随机带的工具（T20）取下样品台边缘的三个固定螺丝钉，分别位于十二点、四点及八点位置，（十二点位置的螺丝钉，需要取下刀口，才能操作）双手托住标准样品台，逆时针旋转，当两个红点上下位置重合后向外取下样品台。注：取下后的样品台一定要放置在离光管及探测器较远的位置，以免在测试过程中发生碰撞。

4.3 拧上螺丝

握住尤拉环或XYZ样品台粗壁处，红点相对插入，顺时针拧上，将膨胀螺丝拧上。再拧上其他螺丝钉，最后松开膨胀螺钉。注：拧螺钉时不用太用力，避免螺钉滑丝。

4.4 样品台高度的调节

由于尤拉环的样品台位置是上下可调的，需要进行样品台高度的调节：

4.4.1 方法一：使用双激光进行高度调节：

- (1) 在软件操作界面tools界面中，点击parts，选上IO extension下面24v output switches目录，点击Optswitch out 1（图4-2）在此时界面左上角点上图标get control获取对仪器的控制，再点击界面右上角图标发送命令。可以看到在样品上面出现激光红点。（此激光对人体无害，在调节高度时可以接触）。

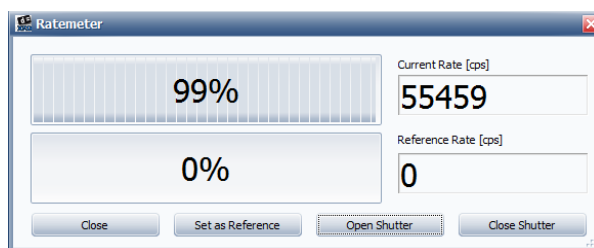


图 4-2

- (2) 将光管臂和探测器臂都放到45度的位置。通过样品台右侧面的旋钮可以对样品台的位置进行调节，（顺时针方向拧动，样品台向上移动）使左侧及右侧的激光点能够重合为一个，此时说明高度大致标准。但是采用此种方法不是非常精确（约100 μm 微米的误差）。

4.4.2 方法二：通过直射光的强度调整样品高度（限于平整表面样品）

- (1) 首先将尤拉环降Z到最低的位置，在探测器端加0.2Cu片，目的：在使用直射光时对探测器起到保护作用。
- (2) 将尤拉环phi设为90°，其他马达设定为0，选择探测器0 mode，点击0 mode旁边的按钮，设置为1毫米，不要太大。前置twin optics设为GM，入射端固定狭缝位置放0.6mm狭缝，后置twin optics设为5mm，选择two theta scan模式扫描，测试范围设定在(-0.5°, 0.01, 0.5°)，得到的谱峰双击最强峰的位置，（软件会将峰位复制到detector输入位置）。
- (3) 打开Ratemeter，将尤拉环Z轴手动向上调，同时观察直射光强度，当强度变为一半时，停止，记录最高的强度，关闭Ratemeter。（图 4-3）。

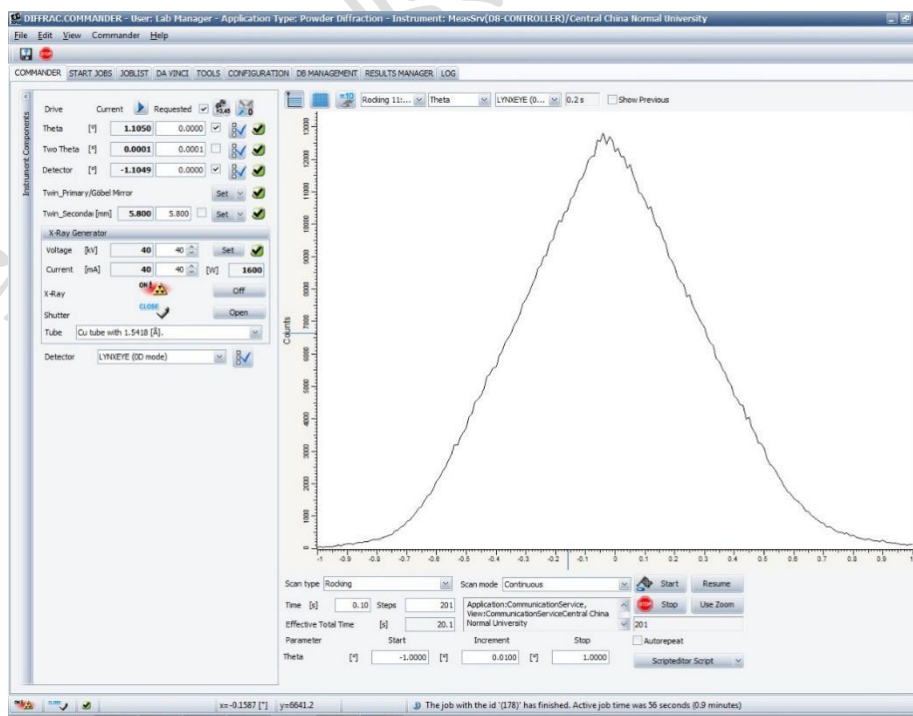


图 4-3

- (4) 做Rocking scan（不用改参数）扫描范围设置为 -1.5° 至 1.5° (步长 0.02°)，点击start做一个rocking scan，得到一个三角峰，双击三角峰的最高点位置，此位置被传到Tube的输入位置，然后点移动马达。
- (5) 再次打开Ratemeter，将尤拉环Z轴手动向上调，同时观察直射光强度，当强度变为4.8中记录的最大强度一半时，停止。至此样品高度调整完毕。

5 掠入射测量

厚度较薄（ <1 微米）的样品采用掠入射测量。

- (1) 将入射光端及探测器端的索拉狭缝都取下，左侧入射光端固定狭缝位置放置1.0mm的狭缝，右侧放入0.2毫米Cu吸收片。
- (2) 前置Twin optics中选择Gobel mirror，后置Twin Optics中选择Soller，去掉入射和衍射光路里面的所有轴向索拉狭缝（图 5-1）。

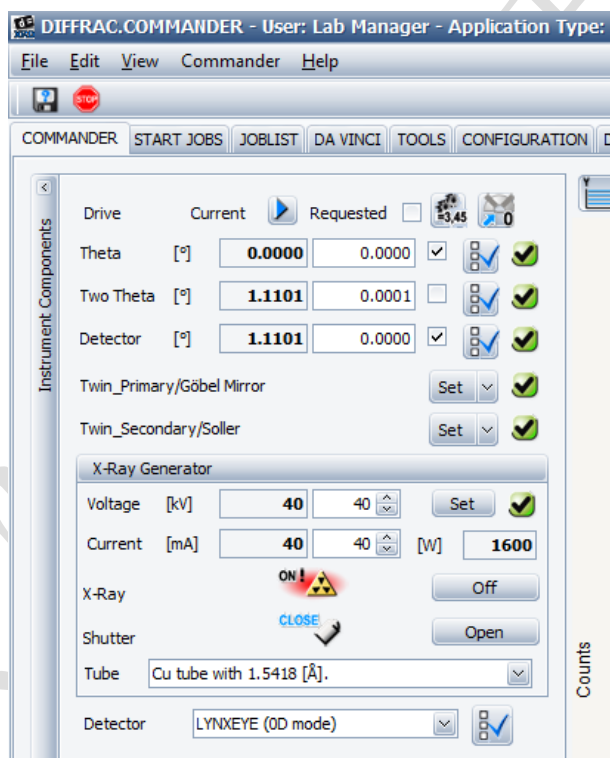


图 5-1

- (3) 将探测器臂和光管臂都放到0，做探测器扫描。扫描范围设置为 -0.5° 至 0.5° (步长 0.02°)，测量完后打开commander目录下的reference and offset determination，选择Offset，在Theoretical Position中输入0，点击OK offset探测器端的参考位置。（图 5-2）。

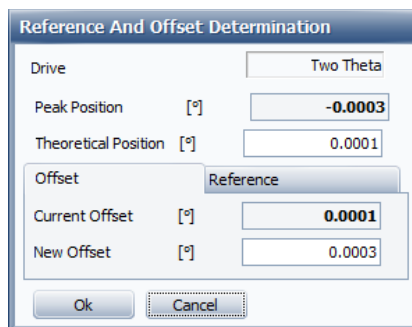


图 5-2

- (4) 放入待测试样品，使用双激光调节样品高度。
- (5) 取出0.2毫米的Cu吸收片。将Theta定为1，选择Two theta scan方式，设置扫描范围（例如15-90°），步长选择0.02-0.05度，点击start开始测试即可。
- (6) 除了薄膜样品，对于一些具有不规则形状样品，例如弧形样品也可以采用平行光模式测量，只是扫描方式选择为Coupled Twotheta/theta.

6 反射率测量

测定反射率需要将探测器旋转90°安装。

- (1) 设定detector为10°，点go，使探测器臂转到一个适合操作的位置。（图 6-1）

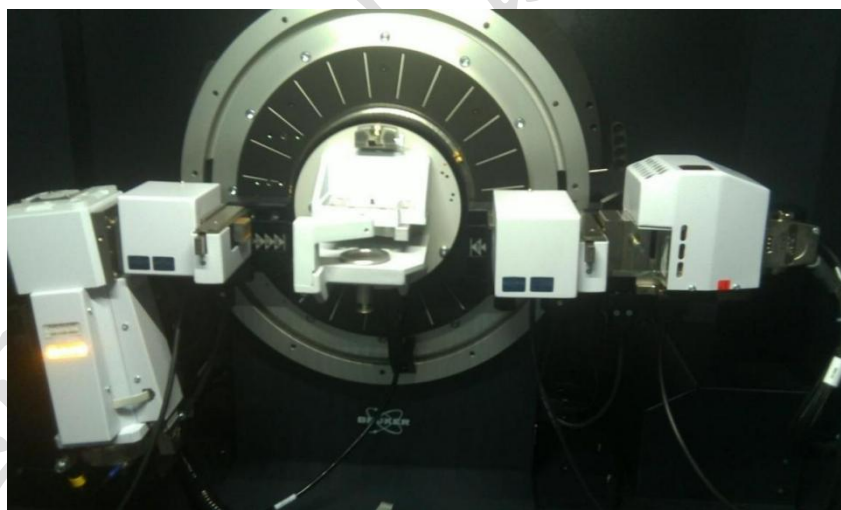


图 6-1

- (2) 反射率测试需要将探测器取下扭转90°安装，所以为了安全首先打开机体正面下方柜子将偏压关掉，即按下Bias按钮。将探测器的高压关掉。（图 6-2）



图 6-2

- (3) 旋开探测器下端两个黑色旋钮，握住探测器向外滑动到合适位置，再紧上旋钮，将探测器固定。在探测器背面有一个螺丝，拧开螺丝，注意此时另一只手一定要握好探测器，避免探测器跌落。取下探测器。转90°后，按照卡槽装好探测器，拧好背面的螺丝，一定要确定探测器安装稳定。松开探测器下面的两个黑色螺丝，将探测器向里滑动安装到位。打开偏压按钮，在达芬奇面板中可以看到如果安装正常，探测器应该注明为90°（图 6-3）。

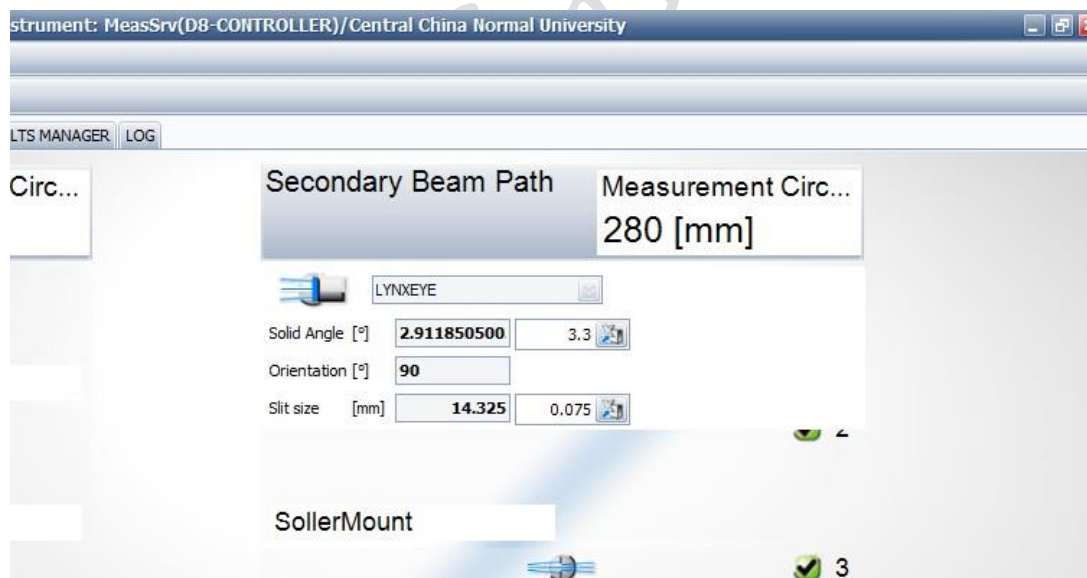


图 6-3

- (4) 样品调到最低，不能挡住X光，在Commander界面上，将探测器选为0 mode，并设为14mm。前置twin optics 选Goebel镜，后置twin optics设为 2mm。X光出射端放入0.2mm狭缝（图 6-4（0.2mm狭缝）），探测器端放入0.1mm狭缝，左右两端均加上2.5°的索拉狭缝。（图 6-5（0.1mm狭缝））。



图 6-4 (0.2mm 狭缝)

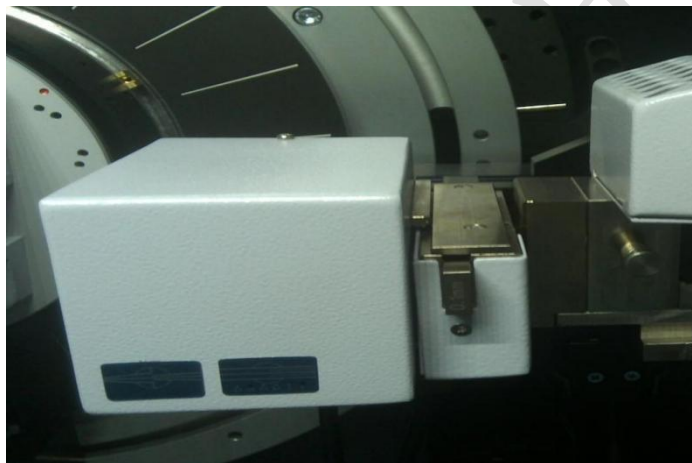


图 6-5 (0.1mm 狭缝)

- (5) 将Theta及Detector设为0，按go，选择 Two theta 测量模式，将测试范围设为-0.1 至 0.1°，步长为 0.005 (图 6-6)。测量完后打开commander目录下的reference and offset determination (选择Offset)，将Theoretical Position改为0°，点击OK offset探测器端的参考位置 (图 6-7)。

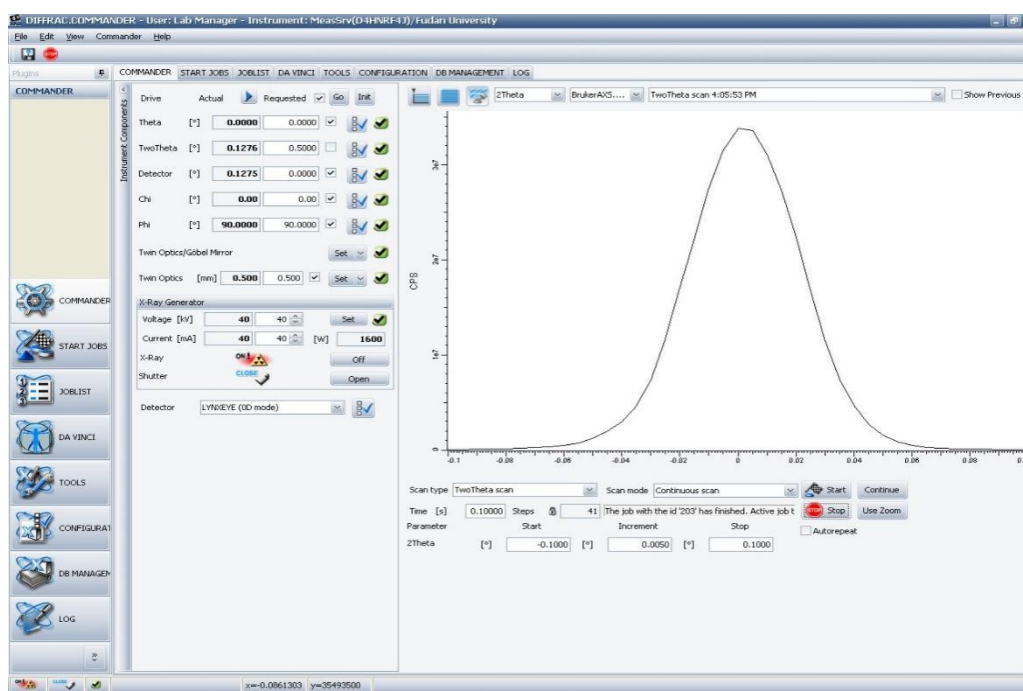


图 6-6

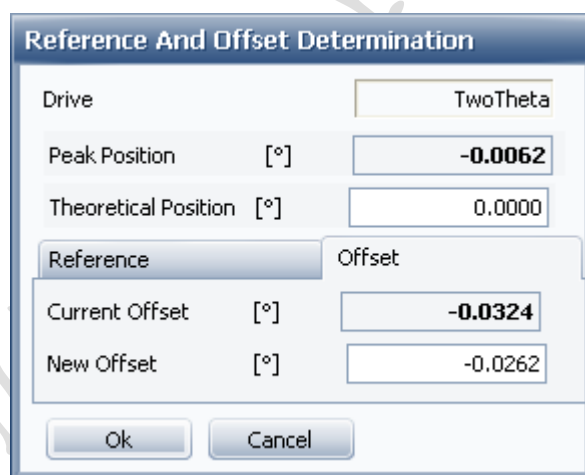


图 6-7

- (6) 光管和探测器都放到零，打开Ratemeter，然后调节样品高度，直到强度变成最大强度的一半（图 6-8，图 6-9）。

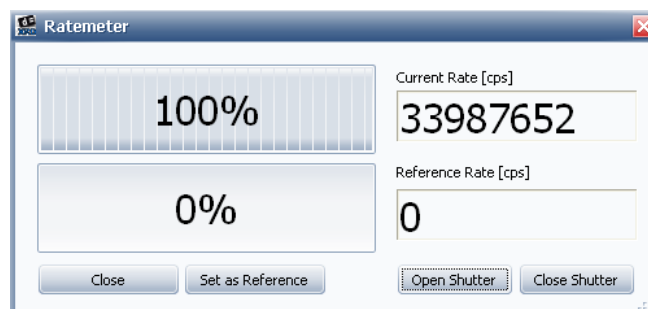


图 6-8

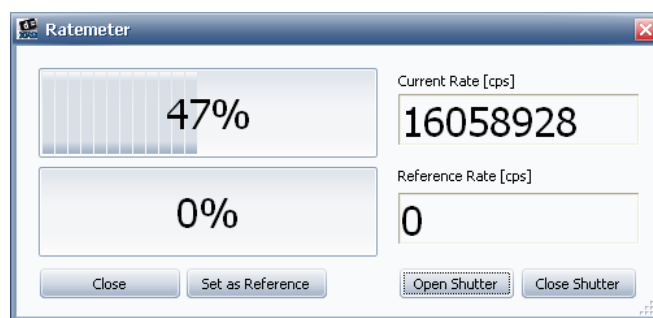


图 6-9

- (7) 做rocking scan，扫描范围在 -1° 至 1° ，步长为 0.02° ，观察谱峰位置，双击峰位，将 2theta 改为 0° （图 6-10）。打开Ratemeter，重新调节样品高度，直到强度重新变成最大强度的一半。至此，样品高度调整完毕。

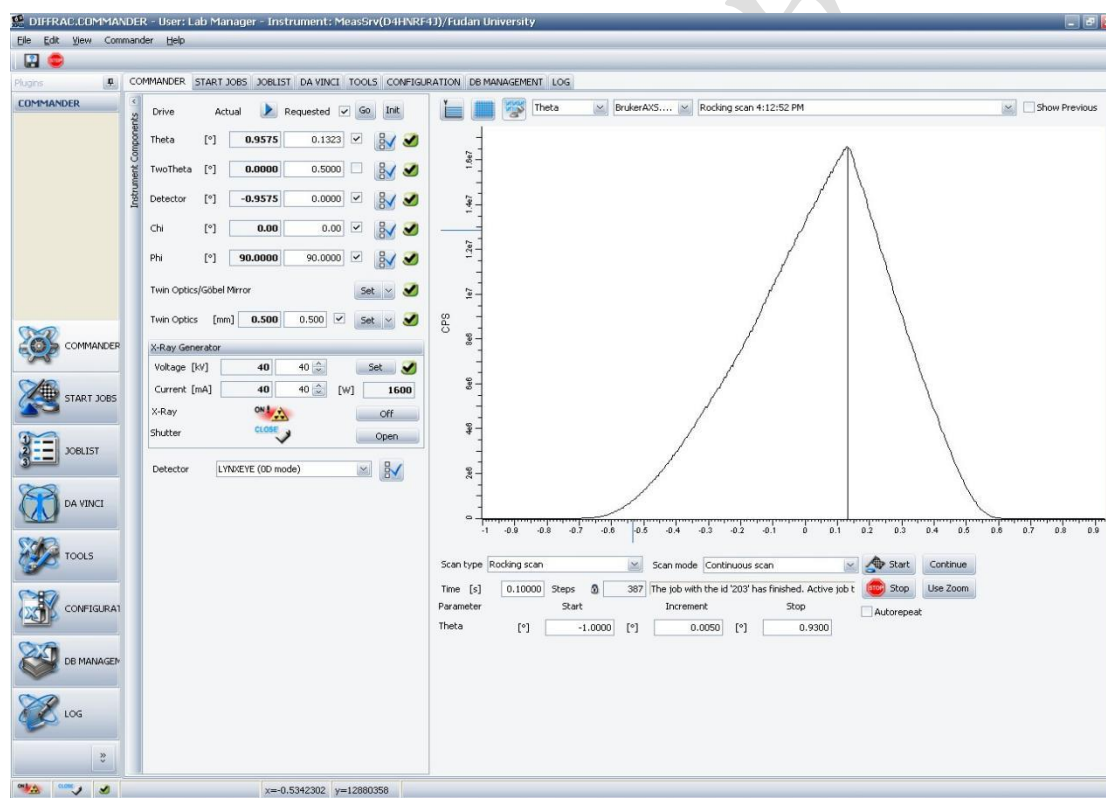


图 6-10

- (8) 将2theta放在 0.5° ，做rocking scan，将范围设置为 0° 到 0.5° ，步长为 0.005 。测量完后打开commander目录下的reference and offset determination（选择Offset），观察扫描谱峰最强的位置，点击offset，将Theoretical Position改为 0.25° （图 6-11），再点击OK。

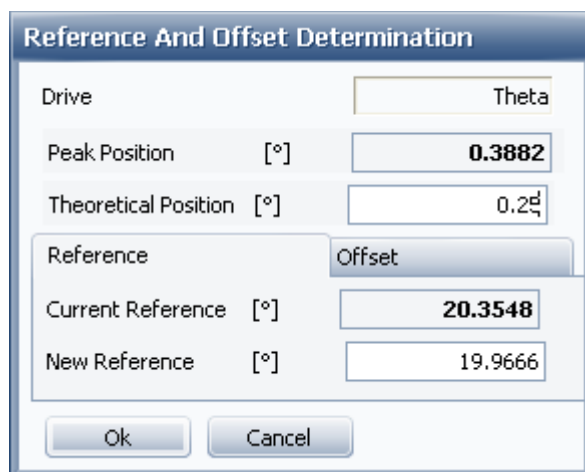


图 6-11

- (9) 测试样品选择coupled Twotheta/ theta扫描模式，将测量范围设置在 0.1° 至 8° （或看到平坦背底），步长选择为 0.01° 。即可测试得到反射率图谱。

7 应力、测试

- (1) 应力测试需要将线光源换为点光源，因此，首先将电压及电流分别调节至20及5.，X射线高压发生器。
- (2) 将高压发生器上的四个螺丝（图 7-1）松半圈后采用衍射仪窗内左侧壁悬挂着的大圆头扳手工具（图 7-2），对X光管头进行转动，逆时针方向转至转不动时即可，再拧紧四颗螺丝。此步骤将线光源换为点光源（图 7-3）。



图 7-1



图 7-2 大圆头扳手



图 7-3

- (3) 安装UBC底座。底座上有两个接线槽，槽中的接线柱容易弯曲，因此安装过程中，将卡槽与凸出相对，小心安装。（图 7-4）。
- (4) 用较短的光斑准直器（1毫米或者0.5毫米）安装在UBC底座上。完成光源安装步骤。（图 7-4）。对应力测量，我们建议采用尤拉环样品台和侧倾法测量模式（图 7-5）。



图 7-4 光斑准直器



图 7-5

- (5) 将高压发生器打开，将电压、电流设置到40kV与40mA。使用双激光定位确定样品的高度和测量位置。（图 7-6）。

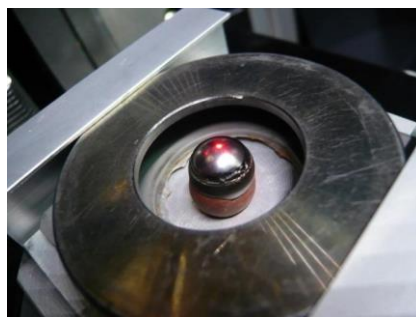


图 7-6

- (6) 参数设置：前置Twin0.5度；次级Twin5.8mm；林克斯探测器（1维模式，3度），去掉入射和衍射光路里面的所有轴向索拉狭缝。
- (7) 选择Coupled 2theta/theta扫描模式，例如为35°至150°，步长为0.02°。从衍射谱中找到衍射峰位靠后而且较强的峰，用use zoom确定扫描范围。（注：应力测量应该用高角度的衍射峰，越高越好）。
- (8) 在XRD wizard中进行测试参数设置

打开XRD wizard软件，点击File→New→Stress在出现的界面上（图 7-7），如果没有需要改的参数，点击“确定”即可。

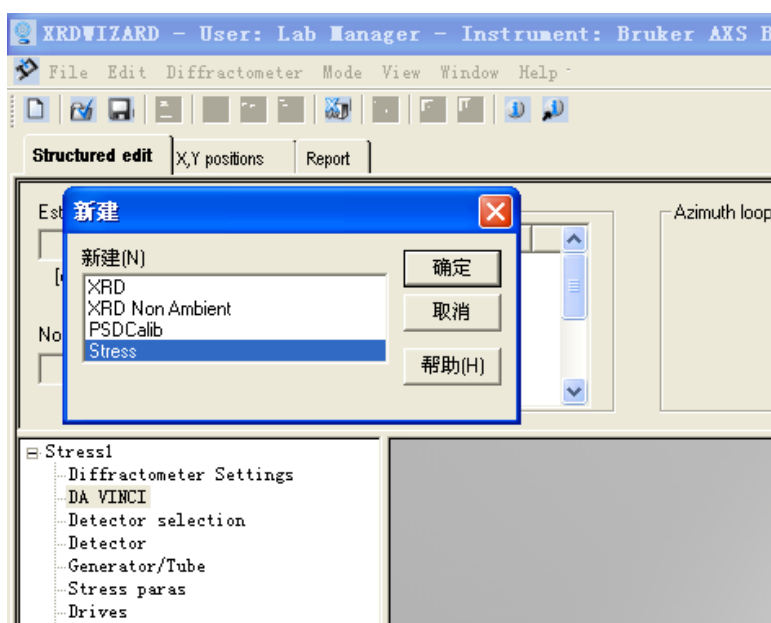


图 7-7 测试参数设置

在达芬奇界面上（错误!未找到引用源。），前置Twin选择狭缝光路，0.5度；后置Twin选择固定5.8mm开口；探测器可以选择一维固定扫描（fixed scan）或连续扫描，取决于衍射峰的宽度。在Detector selection上选择PSD LYNXEYE，PSD electronic window选择Use default。Detector界面设定探测器的能量分辨率，根据材料的要求选择能量窗口，例如Cu靶Fe样品选择0.18下限。Generator界面设定电压和电流（40 kV和40 mA）。在Scan type界面上，首先设定测量的角度范围，步长以及每步时间；mode选择Side-inclination测量方式。分别设定chi倾斜范围一般设定Start从0开始，Stop设为45°，即样品的倾斜角度为0-45°，选择Increment为9°，即每隔9°进行一次数据采集（错误!未找到引用源。）；设定phi轴角度，对于非各向异性的应力样品一般设置start为0°，stop为180°，increment为180°，即只在0°及180°进行测试。设定完毕后将设置测量脚本存为bsml格式。例如存为Fe-211-stress.bsml。

- (9) 在start job测量界面中调入bsml，设定数据名称，点击start开始应力测试。

8 织构测量

- (1) 织构测量需要用点光源，点光源的更换步骤请参考7.1-7.5。织构的测量可以直接使用点光源和准直管，如果设备配备了多道毛细管，最好使用多道管以获得更高的强度和准直。通常使用1毫米的准直管，去掉入射和衍射光路里面的所有轴向索拉狭缝。
- (2) 织构样品的准备要求至少5X5毫米的平整样品表面，如果是直径较小的管材，可以考虑化学或离子减薄将管壁减薄到可以将样品压平而不影响织构状态。
- (3) 将制备好的样品平整放置在样品台上，使用激光定位调整样品的高度和位置，使得激光斑打在样品的几何中心。
- (4) 使用探测器一维模式测量样品的全谱，目的是确定各个衍射峰的峰位，由于样品中化学组成和应力的存在，样品的衍射峰可能不是在理论峰位。将测得的衍射谱中各个峰位的位置及其晶面指数单独记录成表，对于立方晶系，织构分析需要至少三个晶面的极图，而六方织构至少需要5张极图。
- (5) 极图测量的编辑使用的是Wizard，在测量界面中，点击左上角的Wizard图标，然后在Wizard菜单目录下选择New，选择第二项texture。进入Texture的编辑界面。
- (6) 首先编辑DaVince界面（图 8-1），设定探测器的高压和电流（图 8-2）40kV，40mA，然后逐一设定入射和衍射光路配置。

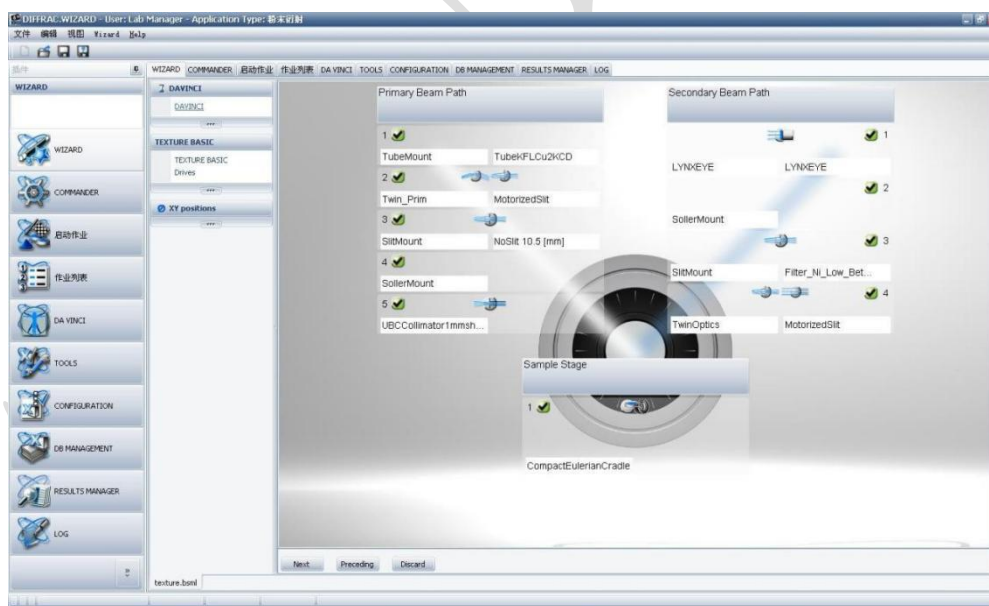


图 8-1

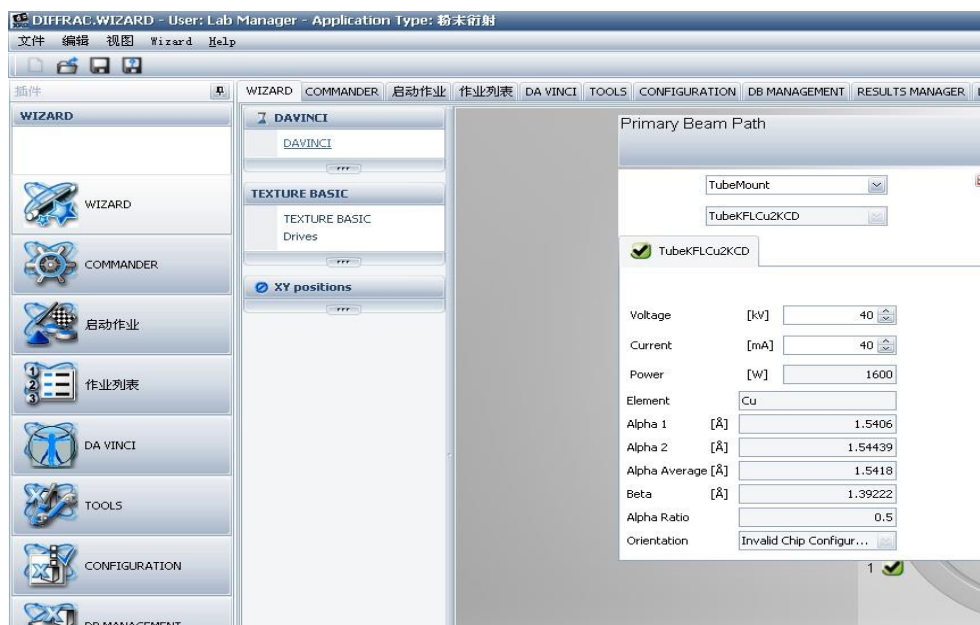


图 8-2

(7) 极图测量中衍射光路选择的三种方式

0维探测器和狭缝光路，选择这种光路时，我们可以选择6毫米的防散射狭缝（后置twin或固定狭缝）和 2 毫米的探测器开口（探测器0维模式）。此光路要求进行散焦和背底修正。适用于衍射峰分开比较明显，峰和峰的衍射强度在高Chi倾角互不影响的情况，同时要求样品没有残余应力。

0维探测器和长索拉光路，选择这种光路时，我们使用长索拉狭缝和0维探测器开口全开。此光路要求进行散焦和背底修正。适用于衍射峰距离很近，峰和峰的衍射强度在高chi倾角度互相影响的情况，同时要求样品没有残余应力。

1维探测器光路，使得探测器在每一个样品取向上获得衍射峰的全谱。此光路测量避免了散焦和背底修正。但要求衍射峰分开比较明显，峰和峰的衍射强度在高Chi倾角互不影响，而样品可以存在一定的残余应力。第三种模式是我们尽量采用的。

(8) 在此界面设定Texture参数（图 8-3）

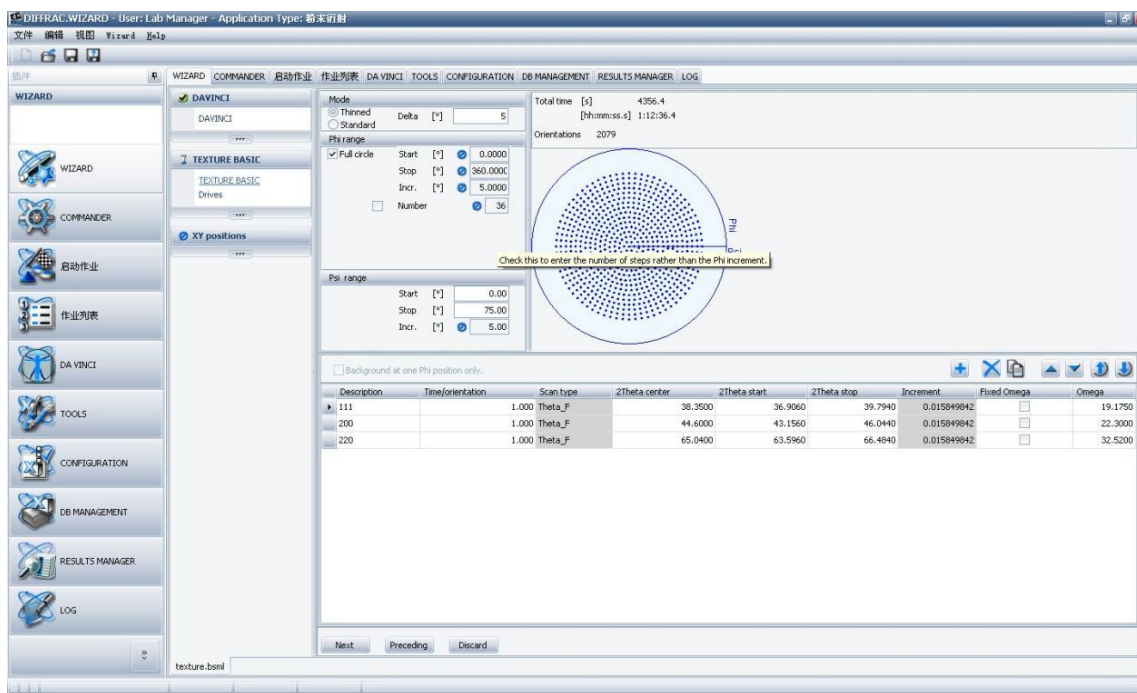


图 8-3

- (9) 选择thin mode, 此模式可以减少测量的数据点, 节约测量时间, Phi扫描范围是0-360度, 步长5度 (图 8-4)。



图 8-4

- (10) Chi的步长选择5度, 起始角为0, 中止角通常是75度 (图 8-5)。
- (11) 在下面的测量参数中设定衍射峰的2theta角, 以及每步的停留时间; 同时可以设定多个晶面极图的测量参数 (图 8-5)。

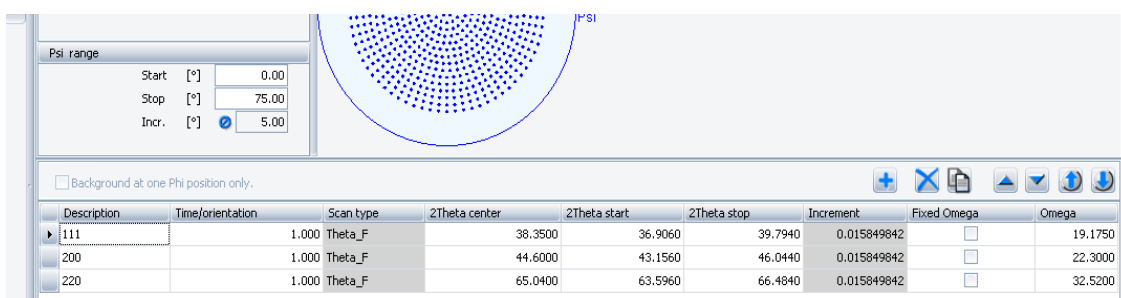


图 8-5

(12) 设定好测量参数后，在Wizard的目录下点Save保存测量脚本文件（图 1-1图 8-6），然后在Start Job里面选择刚刚保存的文件和设定原始数据文件名。点击开始，仪器测量数据。



图 8-6

9 关机

- (1) 在软件中设置电压为20 Kv，电流current为5 mA。
- (2) 关主机高压，左边两个指示灯均变白，等1-2分钟，关侧面stand by，关红色开关到off，黄色拉出即为上锁。
- (3) 关循环水，24-27°C，0.5 Mpa。
- (4) 关窗户，关风机，关灯。

10 注意事项

- (1) 严格执行预约流程。
- (2) 测试间，测试人员不得无故离开，确保实验顺利进行。

- (3) 测试相关参数应由管理人员进行调试，测试人员不得私自更改。
- (4) 测试数据需交由管理人员使用光盘代为刻录，不得使用U盘私自拷贝。
- (5) 当测试间停电时，需要及时关闭主机高压，并按照关机步骤关闭仪器。
- (6) 测试期间发生任何异常情况，都应立即报备管理人员。

实验测试中心