

儀器設備技術手冊與 訓練教材

低掠角薄膜X光繞射儀

Grazing incidence X-ray

Diffractometer

撰寫人:李坤樹

2022年*月*日

一、 前言簡介

簡要說明機台的功能規格、廠牌型號、公司或原廠狀況、台灣代理商或維修管道、機 台建置過程、…等

1. 儀器購置年月:99年7月。

2. 加入貴儀年月:2014年12月。

3. 儀器經費來源:一流大學計畫。

4. 承攬廠商:台灣布魯克生命科學股份有限公司 Bruker AXS GmbH

5. 維修管道:台灣布魯克生命科學股份有限公司 Bruker AXS GmbH

南部維修負責人:施易良 0927313785

二、 背景知識與原理

與本機台相關的背景知識與原理

什麼是 X 光繞射?

樣品受到 X 光照射時, X 光源與偵測器同步移動, 記錄從樣品出來的訊號並做成圖譜, 圖譜中的繞射峰提供了樣品結構訊號。樣品材料都是由許多晶體組成的, 晶體裡面有許多排列整齊的原子, X 光繞射就是在原子尺度下發生的。 X 光是一種<u>周期性高</u>的光束線,它的週期稱為波長,由於 X 光的波長與晶體中的原子間距接近,形成了可以利用來量測<u>原子與原子間距</u>的特殊干涉現象稱為繞射。

當X光發生交互作用時,會產生干涉現象,如果相位相同時,訊號會被加強,稱為建設性干涉。反之,如果相位相反,則會消弱,稱為破壞性干涉。晶體中,週期性排列的原子形成了等間距的晶面,X光會在特定角度下產生強烈的建設性干涉訊號,稱為繞射,入射光和散射光之間的夾角稱為2THETA角。

三、 機台介紹

外觀與硬體架構、系統組成、軟體程式、運作原理、功能與規格、…等



廠牌型號、公司

1. D8 DISCOVER (Bruker AXS Gmbh, Karlsruhe, Germany)

2. Goniometer: Theta / 2Theta (Resolution: 0.0001°)

3. Source: Ceramic X-ray Diffraction Tube Type KFL Cu 2K

4. Sample Holder: Centric Eulerian

Cradle(Horizontal)

5. Detector: Dynamic Scintillation Detector

6. Accessories:

6.1 Heating Unit: DHS 900 (Domed Hot Stage)

6.1.1 Operating Temperature range : RT ~ 900°C

6.1.2 Background: PEEK

6.1.3 Sample Diameter: Max. 25 mm

6.1.4 Operating Ramping Rate: Max 1°C/sec

四、 機台操作

正確的操作模式或操作方式、重要的動作執行細節、資料擷取與分析應用、…等 薄膜 X 光繞射儀校驗與操作程序

1.目的:

1.1 訂定儀器標準作業程序,使儀器管理及實驗更順暢。

2.範圍:

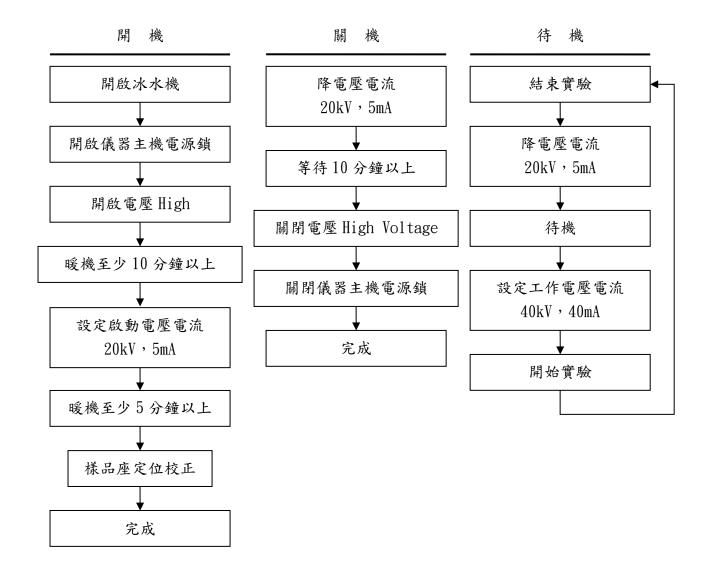
- 2.1 硬體: 薄膜 X 光繞射儀、冰水機。
- 2.2 軟體: D8 tools、XRD Commander。
- 2.3 標準品: Corundum。
- 2.4 配件: 狹縫(silt)、衰減片(銅片)
- 2.5 標準品主要繞射峰: 35.149°±0.01°。
- 2.6 量測模式: Detector Scan, 掃瞄解析度: 0.01%。

3. 定義:

3.1 2Theta 位置校正:標準品產生繞射角度位置。

4. 参考文件:

- 4.1 共用儀器設備執行辦法。
- 4.2 分析檢驗儀器校驗作業程序。
- 4.3 D8 ADVANCE > D8 DISCOVER User Manual Vol.1 •
- 4.4 D8 ADVANCE User Manual Vol.2 •
- 4.5 D8 DISCOVER User Manual Vol.3 •
- 5.儀器開機、關機、待機示意圖



5.1 開機流程步驟

- 5.1.1 檢查冰水機是否開啟,確保薄膜 X 光儀器啟動時,冰水機會連鎖起動。
- 5.1.2 開啟儀器主機電源鎖後,再開啟電壓 High Voltage。
- 5.1.3 暖機 10 分鐘以上。
- 5.1.4 在 D8tools 軟體設定啟始電壓電流 20kV,5mA。
- 5.1.5 暖機 5 分鐘以上。即完成開機動作
- 5.1.6 樣品座定位校正

- 5.2 關機流程步驟
 - 5.2.1 降電壓電流至 20kV,5mA,等待 10 分鐘以上。
 - 5.2.2 關閉電壓 High Voltage
 - 5.2.3 關閉電壓 High Voltage。
 - 5.2.4 關閉儀器主機電源鎖。

5.3 待機流程步驟

5.3.1 上班時間將電壓電流降至 20kV,5mA 即可。非上班時間視預約及使用狀況而決定 是否待機或關機。

6.1 校正工作條件

- 6.1.1 電壓電流: 40kV; 40mA。
- 6.1.2 Silt 1.2 mm •
- 6.1.3 scantype: detector scan •
- 6.2 2Theta 位置校正。
 - 6.2.1 置放標準品 Corundum。
 - 6.2.2 在 XRD Commander 軟體下,使用 scantype: detector scan 量測。
 - 6.2.3 觀測 Corundum 之(104)晶面位置是否在 35.149°±0.01°。
 - 6.2.4 若無,則利用 Zi 修正,將其修正為 35.149°±0.01°。

7.校正維護

7.1 每半年校正一次,如有需求可於任何時間做 2Theta 位置校正。

8.校正人員資格

8.1 須具備上述並熟悉所有流程。

9. 儀器使用

9.1 上班時間使用儀器須經申請或預約方能使用。非上班時間使用須經訓練及格方可申請或 預約使用。

薄膜 X 光繞射儀操作手冊

1. 快速檢查儀器正常與否

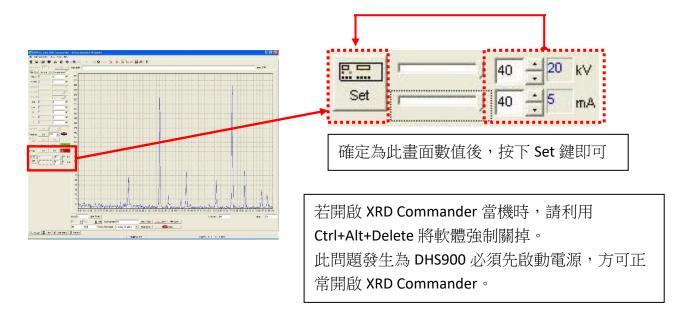
進到實驗室確定儀器是否正常,從儀器上面 X-RAY ON 燈可判讀,燈亮表示正常,燈熄表示異常。

儀器正常請在安全操作範圍下進行實驗。

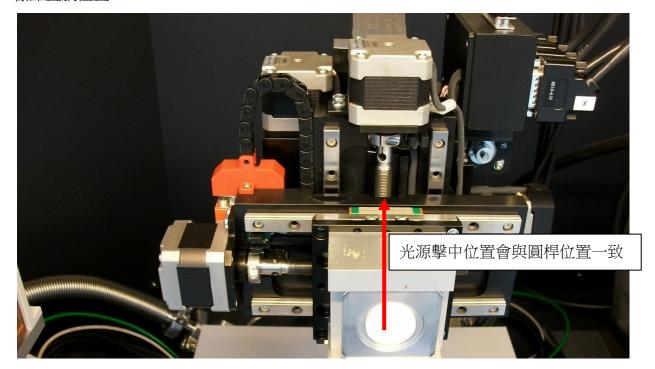
儀器異常請先排除異常原因,若不會排除請通知管理員。



2. 暖機:至少 5 分鐘以上 執行 XRD Commander 軟體。



3. 樣品置放位置



4. 安置衰減片: 必須要搭配衰減片才可進行,以避免造成儀器損害。 更換狹縫(Silt),必須要有兩片銅片做為衰減光源強度,以避免直接光太強打中偵測器造成 損害。一般在實驗室會準備好 0.6 mm 配置銅片,請多利用此狹縫。



配置衰減片

利用銅片當作衰減光源工具



狹縫更換位置

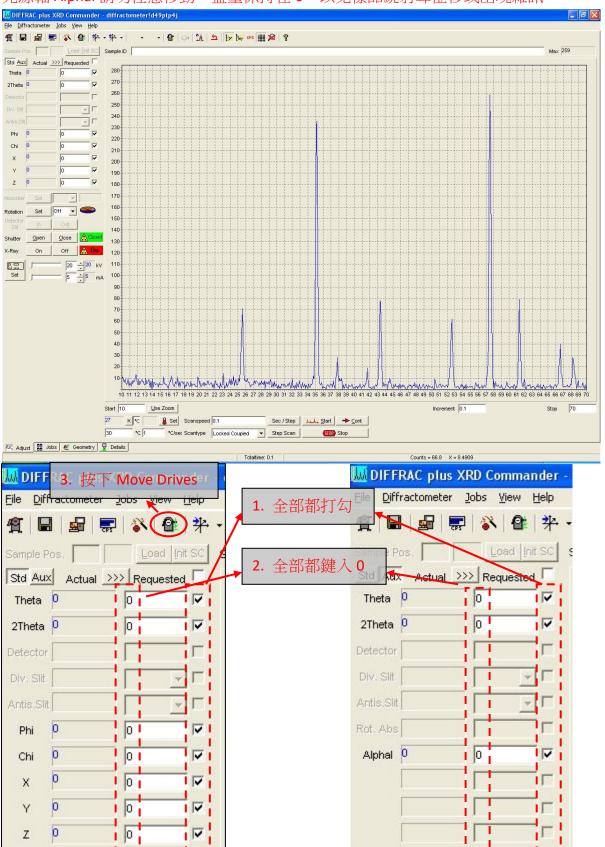
請勿碰觸光源或轉到任何螺 絲,或位移任何一部位。以 免 X 光源異常。

5. 將各軸位置移動到 0

移動位置前,要注意是否會對撞

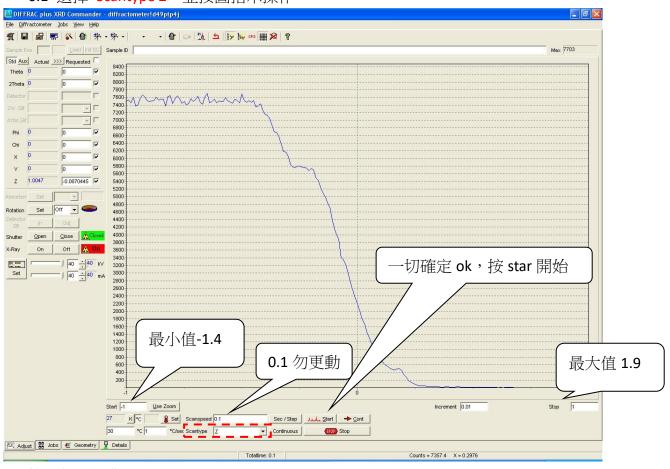
尤其是 θ (樣品)和 2θ (偵測器)兩軸有安裝保護措施,在 2θ - θ 小於-6° 時,會對撞並當機。 其餘各軸多留心是否會扯到線路

光源軸 Alphai 請勿任意移動,盡量保持在 0,以免樣品繞射峰位移或出現雜訊。

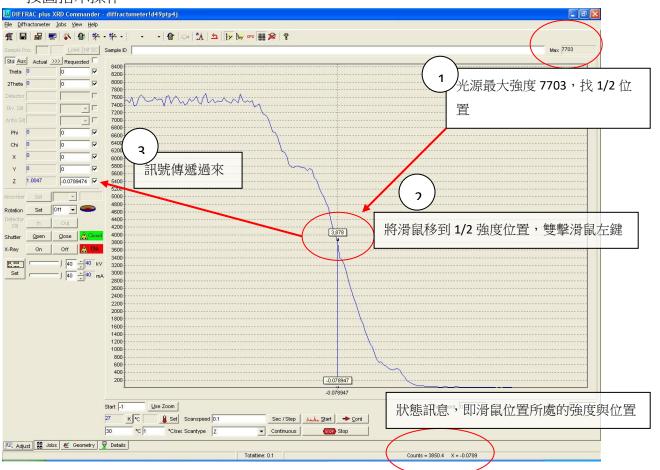


6. 校正:使光源與光源為平行狀態

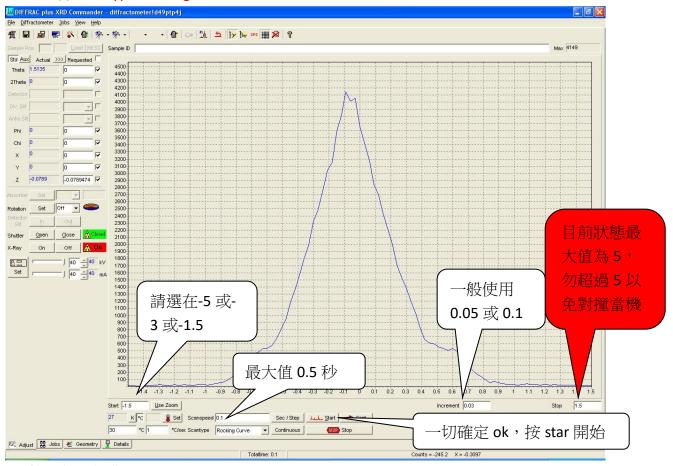
6.1 選擇 Scantype Z,並按圖指示操作。



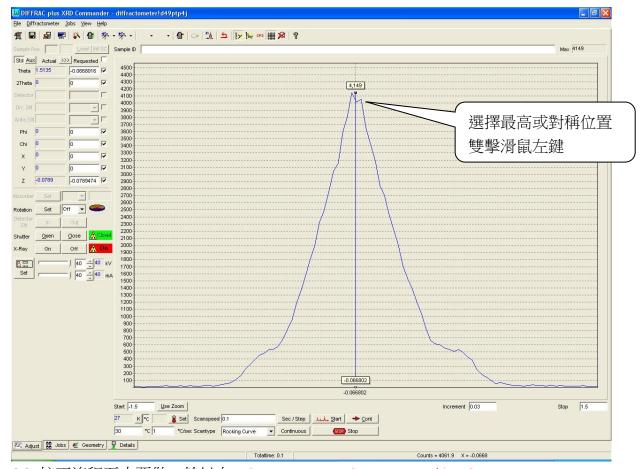
按圖指示操作



6.2 選擇 Scantype Rocking Curve



按圖指示操作



6.3 校正流程至少要做一輪以上,Scantype Z → Scantype Rocking Curve

Grazing incidence X-Ray Difraction 一定要做。

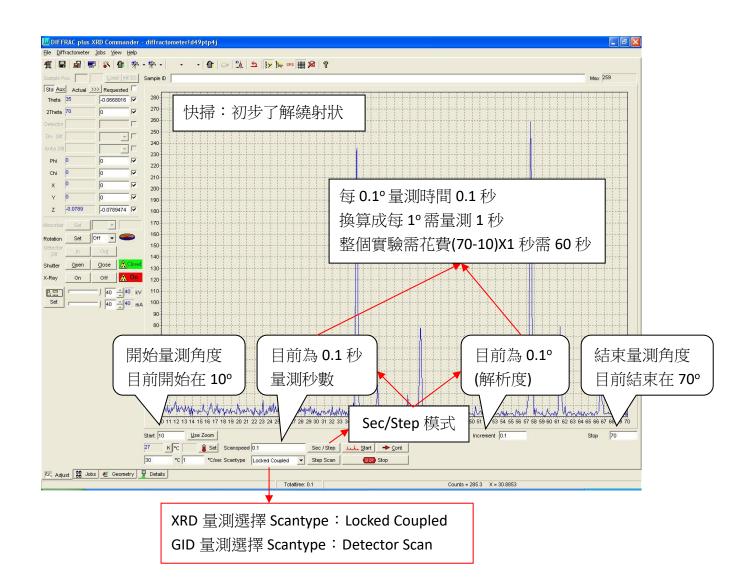
X-Ray Diffraction 薄膜樣品要做,塊材樣品可選擇不做。

7. 量測

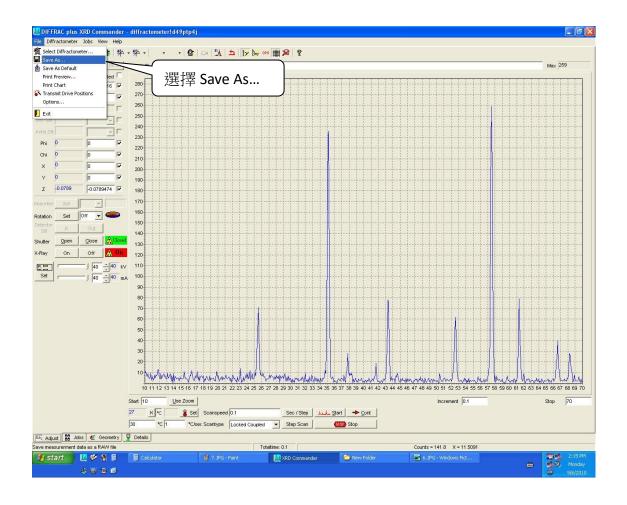
量測前,請先將衰減片換下。

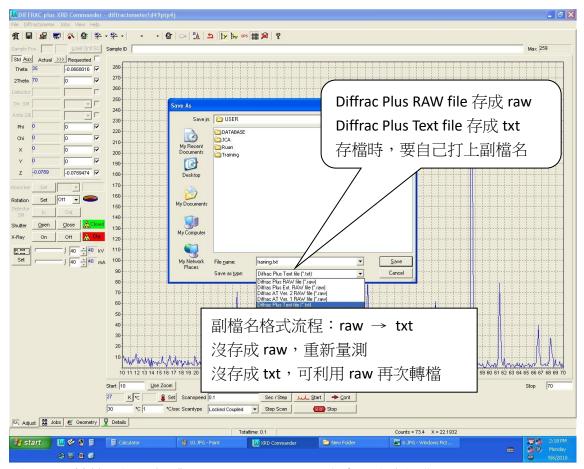
- 2θ, 3 度以上, 選著 1.2 mm 狹縫, 或更小。
- 2θ, 3 度以下, 選著 0.2 mm 狹縫, 或更小。

單晶基板或單晶樣品,在操作量測上須非常小心,單晶繞射峰強度非常非常的強,繞射峰的強度會超出偵測器能力範圍。即使是 0.1 秒的量測時間也會超出偵測器能力範圍。也勿選擇每分鐘量測幾度模式,請選用 Sec/Step 模式。



8. 存檔:副檔名 RAW 與 txt 檔

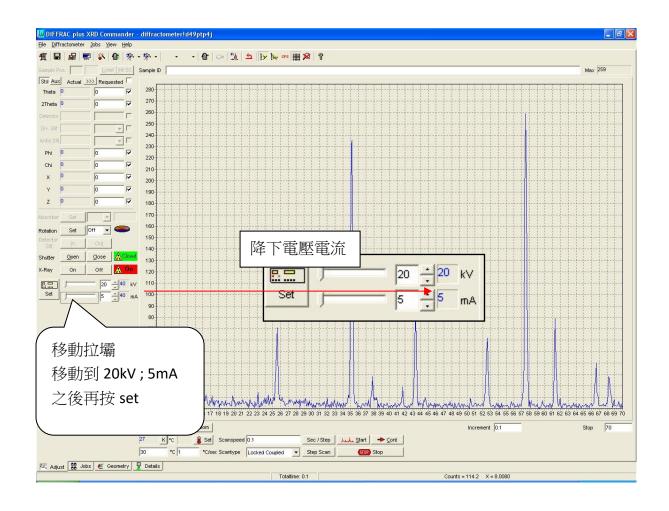




利用 raw 轉檔,選擇軟體 FileExchange,照圖案畫面內容操作



9. 結束實驗:降電壓電流,收捨乾淨。



五、 其他事項

實際範例、經驗分享、安全議題、機台保護措施、注意事項、…等

機台保護措施:輻射屏蔽

玻璃均為鉛玻璃

機台上黑色部位均為安全迴路偵測設定。量測或啟動儀器均須將黑色部位確實關好。

六、 附件資料

原廠 manuals 與技術手冊、有用之教材資訊、相關鏈結、…等

- 1. D8 ADVANCE D8 DISCOVER User Manual Vol. 1
- 2. D8 DISCOVER User Manual Vol.2
- 3. D8 DISCOVER User Manual Vol.3
- 4. EVA 15 User Manual Release 2009
- 5. DIFFRACplus LEPTOS 7 User Manual
- 6. DIFFRACplus TOPAS TOPAS 4.2 User Manual
- 7. https://www.youtube.com/c/Bruker