

# Bruker

## D8A A25 X 射线衍射仪

### 操作指南

布鲁克（北京）科技有限公司

2020.4

# 目 录

1. D8A A25 衍射仪及常用配件简介
2. 开关机步骤
3. 衍射仪准直步骤
4. 粉末模式测量
5. 更换样品台和调整样品高度
6. 掠入射测量
7. 反射率测量
8. 应力测量
9. 织构测量
10. 常见问题及维护
11. 小角散射测试
12. 毛细管样品测试
13. 高分辨样品测量

## 1. D8A A25 衍射仪及常用配件简介

（由于订单配置不同，如下附件有些用户可能没有！）

### 1.1 衍射仪外观及主要按钮功能



图 1-1

### 1.2 高压发生器开关指示灯功能列表:



仪器已经启动就绪，但高压没开



高压已开



X 射线安全回路出错，高压发生器被锁



高压发生器报错



水冷系统报错



光管正在老化

### 1.3 系统状态指示灯:



设备已经启动，等待控制软件连接仪器



设备已经启动，控制软件已经连接仪器



自动进样器报错



探测器报错



驱动轴相撞



驱动轴报错

### 1.4 D8 衍射仪主要部件

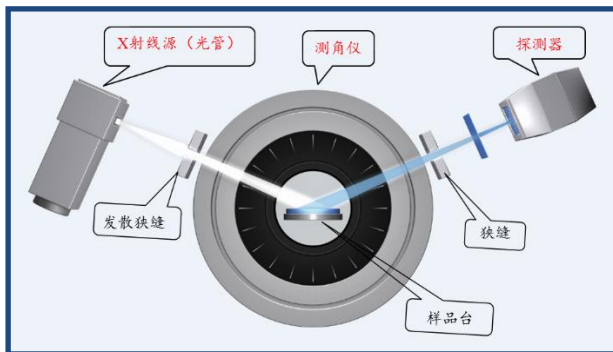


图 1-2 左：衍射仪内部组成； 右：衍射仪内部组成示意图

1.4.1 测角仪：带动入射光端以及衍射光端组件运行，可以记录角度。  
见图 1-2。

1.4.2 X 射线光管：有 Cu, Co, Cr, Mo 等靶材可选。绝大部分衍射仪配备的是 Cu 靶。



图 1-3 X 射线管（右）及管座（左）

1.4.3. 样品台

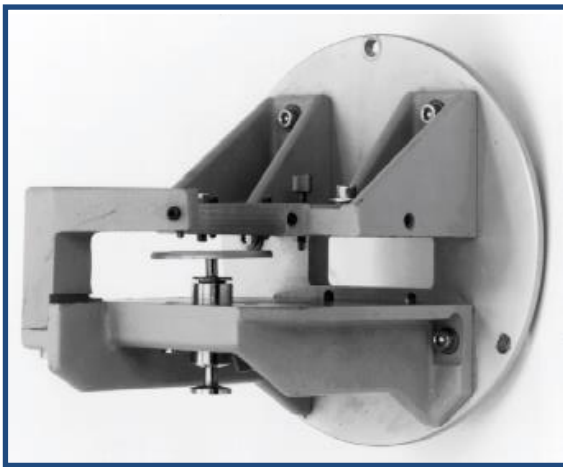


图 1-4 标准样品台

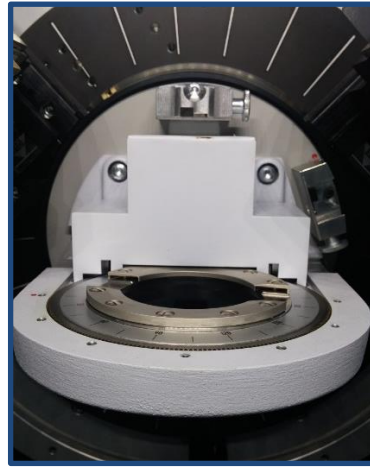


图 1-5 旋转样品台



图 1-6 XYZ 样品台



图 1-7 尤拉环样品台

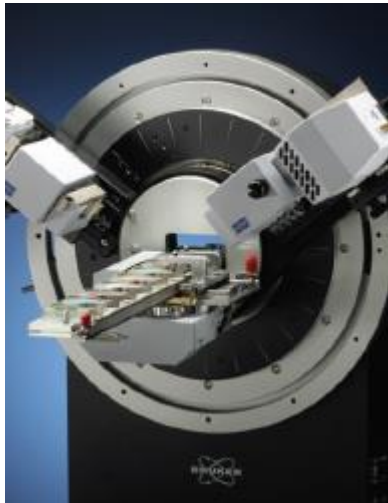


图 1-8 9 位进样器

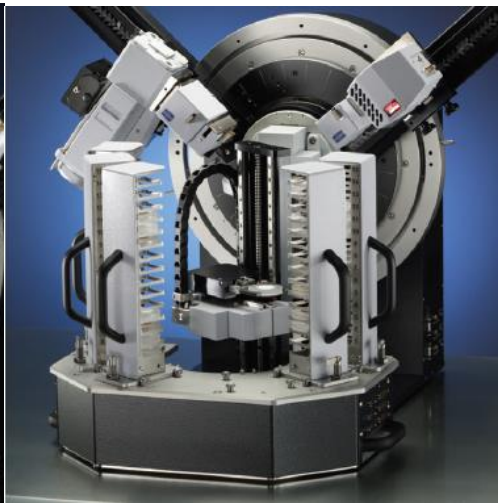


图 1-9 90 位进样器

#### 1.4.4 阵列探测器



图 1-10 LynxEye 探测器



图 1-10 LynxEye XE 探测器



图 1-10 LynxEyeXE-T 探测器

#### 1.4.5 光学元件

#### 1.4.5.1 防空气散射屏

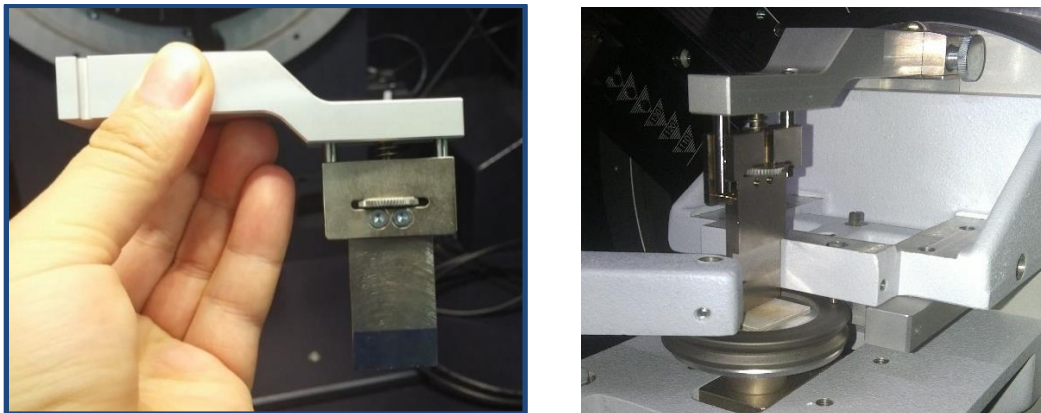


图 1-11 左：防空气散射屏； 右：防空气散射屏安装位置

1.4.5.2 发散狭缝系统：作用是控制入射线的强度和发散度，限定入射线在试样上的照射面积。

a. 固定狭缝尺寸：一般配有 0.1，0.2，0.6，1，2mm 一套。



图 1-12 左：狭缝； 右：狭缝架

b. 自动可变狭缝系统：



图 1-13 可变狭缝

1.4.5.3 索拉狭缝：一组互相平行、间隔很密的金属箔片。

标配：2.5 度两个。有 1.5、2.5、4、5.1 度可选。需要高分辨率数据时用 2.5 度索拉，需要高强度数据时使用 4 度或 5.1 度。

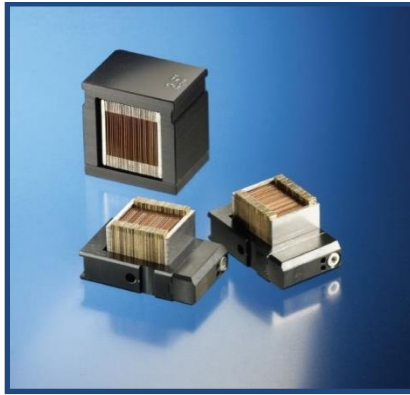


图 1-14 索拉狭缝

#### 1.4.5.4 Kbeta 吸收片：Ni 片（Cu 靶）



图 1-15 Ni 吸收片

#### 1.4.5.5 准直管：50 $\mu$ m, 100 $\mu$ m, 300 $\mu$ m, 500 $\mu$ m, 1mm, 2mm 可选。



图 1-16 准直管

#### 1.5 刚玉（ $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）标准样品（NIST1976x）：



图 1.17 刚玉标样 玻璃狭缝 荧光板

1.6 玻璃狭缝：对光用



图 1.18

1.7 荧光板：对光用



图 1.19

## 2. 衍射仪的开关机

### 2. 1 开机步骤:

2.1.1 打开冷却水循环装置，此机器设置温度在 20° C。一般情况下，温度不超过 28° C 即可正常工作。

2.1.2 在衍射仪左侧下面，将红色旋钮放在 1 的位置，将绿色按钮按下（图 1-1）。此时机器开始启动和自检。启动完毕后，机器正面左侧面的两个指示灯显示为白色。

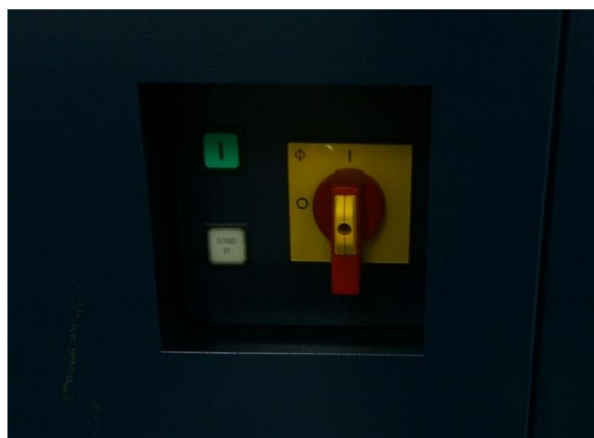


图 2-1

2.1.3 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。自动老化无需做任何操作，老化时间约为 40 分钟左右，高压发生器按钮变为白色中间有“I”表示老化结束。）

2.1.4 打开仪器控制软件，DFFRAC.Measurement Center 选择 lab Manager 账户，一般没有密码，回车进入软件界面。

2.1.5 在 commander 界面上，勾上 request，然后点击 Int，对所有马达进行初始化，。（在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 ) 。（图 2-2）

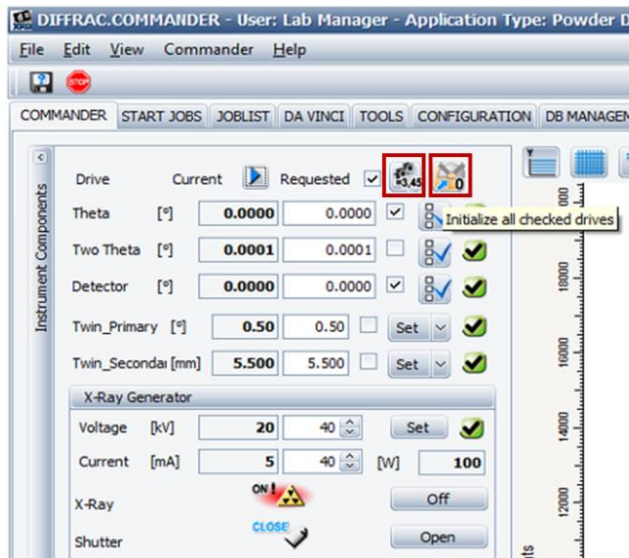


图 2-2

2.1.7 机器启动完毕，可进行测量。

## 2.2 关机步骤：

2.2.1 先将高压从工作电压降到 20kV，5mA；然后按下高压发生器按钮，只是灯变为白色加 “I” 。

2.2.2 退出与测量软件，并等待 10 分钟（彻底冷却光管）

2.2.3 关闭系统中各种附件、探测器的电源，但对需要冷却的附件，相应的冷却装置要等几分钟以后再关闭。

2.2.4 关闭主机电源：衍射仪左侧下面，将白色 “standby” 按钮按下，然后将红色旋钮放在 “0” 的位置，（图 2-1）。

2.2.5 关闭水冷机

2.2.6 关闭计算机

### 3. 衍射仪准直步骤

#### 3.1 准直确认：

使用刚玉标准样品，测试从  $34.5^{\circ}$  —  $36^{\circ}$  衍射峰，步长选择 0.01 度，标准 Kalpha1 峰位在  $35.147^{\circ}$ ，可以接受的偏差为  $\pm 0.01^{\circ}$ 。如果偏差超过可接受范围，说明需要进行对光处理。

Scan type	Locked coupled		Scan mode	Continuous PSD fast scan		Start	Continue
Time [s]	0,10000		Steps	118		Stop	Use Zoom
Parameter	Start		Increment		Stop		
2Theta	[°]	34,5000	[°]	0,01024452	[°]	35,6986	
Theta	[°]	17,2500	[°]	0,00512	[°]	17,8493	

图 3-1 刚玉标样测试条件

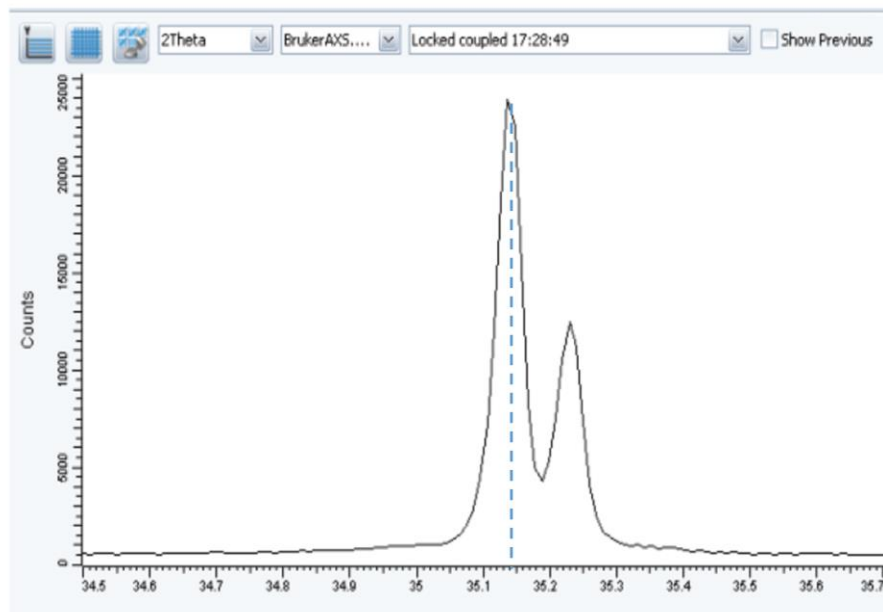


图 3-2 刚玉标样测试结果

#### 3.2 对光步骤：

3.2.1 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。

3.2.2 参数设置：固定发散狭缝（1mm 或 0.6mm）或前置 Twin primary 0.5 度；次级 Twin secondary 5mm；Cu 吸收片 0.2mm；林克斯探测器（0mode，14mm）

3.2.3 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（ $-1^{\circ}$ ， $0.01^{\circ}$ ， $1^{\circ}$ ）测量设为 0.1sec/step，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 3-3）

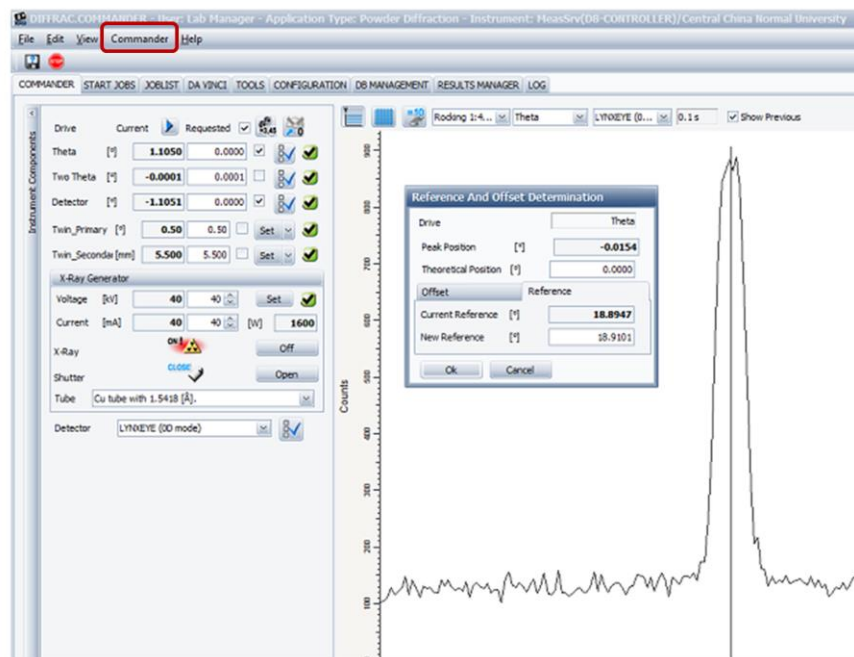


图 3-3

3.2.4 再点击 Start 测试一遍，最强峰位置在正负  $0.004^{\circ}$  左右即可。至此光管的调整完毕。

3.2.5 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 coupled Twotheta/theta 扫描，扫描范围 34.5-36.0，0.01 度/步，0.1 秒/步，点击 Start，测完后打开 commander 目录下的 reference and offset determination，选择 reference，将理论位置（theoretical position）设置在 35.147，点击 OK 重置探测器臂的参考位置，（图 3-4）。

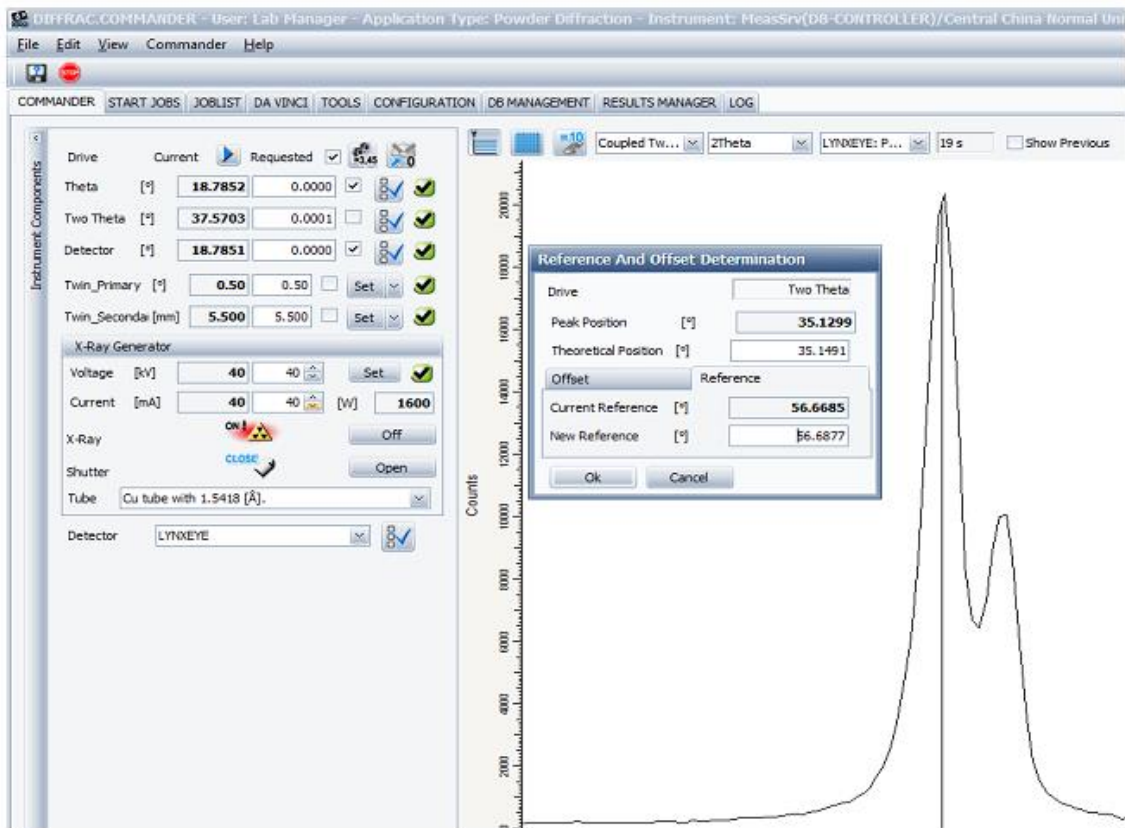


图 3-4

## 4. 粉末测量

### 4.1 样品制备：

粉末样品：须充分研磨，要求磨成 320 目的粒度，约 40 微米

粉末样品粒度粗大衍射强度低，峰形不好，分辨率低。要了解样品的物理化学性质，如是否易燃，易潮解，易腐蚀、有毒、易挥发。需 0.2 克以上最佳；

按图所示，制备粉末样品。

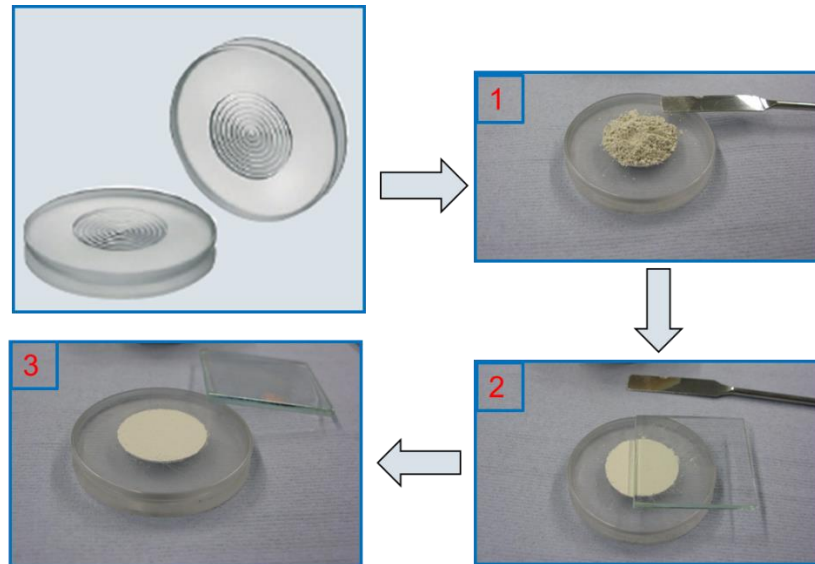


图 4-1 正压法粉末样品制备步骤

块体样品：：需有一个平整的测试面。如不平整，可用砂纸轻轻磨平或刮刀刮平，注意不要引入其它物相。如果面积太小可以用几块粘贴一起。

在块体样品架中放入胶泥，把试样放在胶泥上，用玻璃板把样品压平使试样平整表面与样品架平面相平。



图 4-2 块体样品架

4.2 硬件准备：X 光管入射端及探测器端都安装 2.5 度(需要高强度则用 4, 5.1 度)的索拉狭缝，入射端最右侧固定狭缝位置不用添加任何狭缝，但是探测器前面的狭缝位置需要放上 Ni 吸收片来吸收  $K\beta$  峰。否则图谱多出  $K\beta$  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 4-3）。

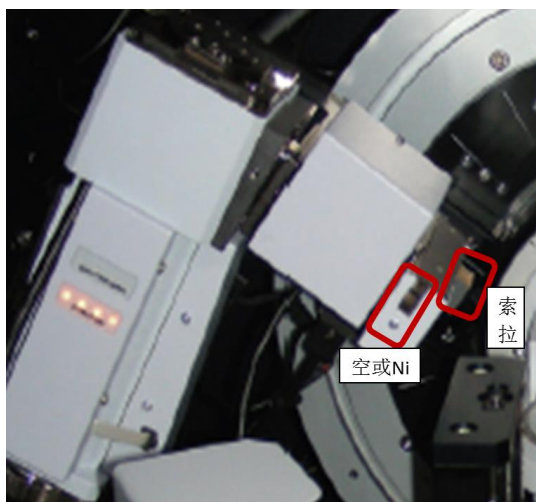


图 4-3

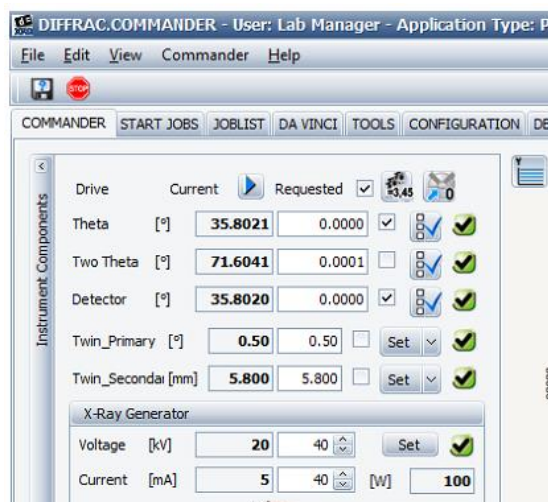


图 4-4

4.3 初级 Twin optics 设为  $0.5^\circ$  发散度，次级的 Twin optics 选择 fixed mm，并设定为 5.8mm。（图 4-4）。

4.4 选择 LynxEye（或 XE）探测器一维模式。

**注：LynxEye XE（或 XE-T）探测器本身自带去荧光功能，无需设置。**

**LynxEye 去荧光模式：** 点击旁边的箭头，在出现的对话框中通常 Low disc 即能量下限为 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 4-5）。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，否则测量强度会降低。在测量范围从 10 度以上开始时，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。

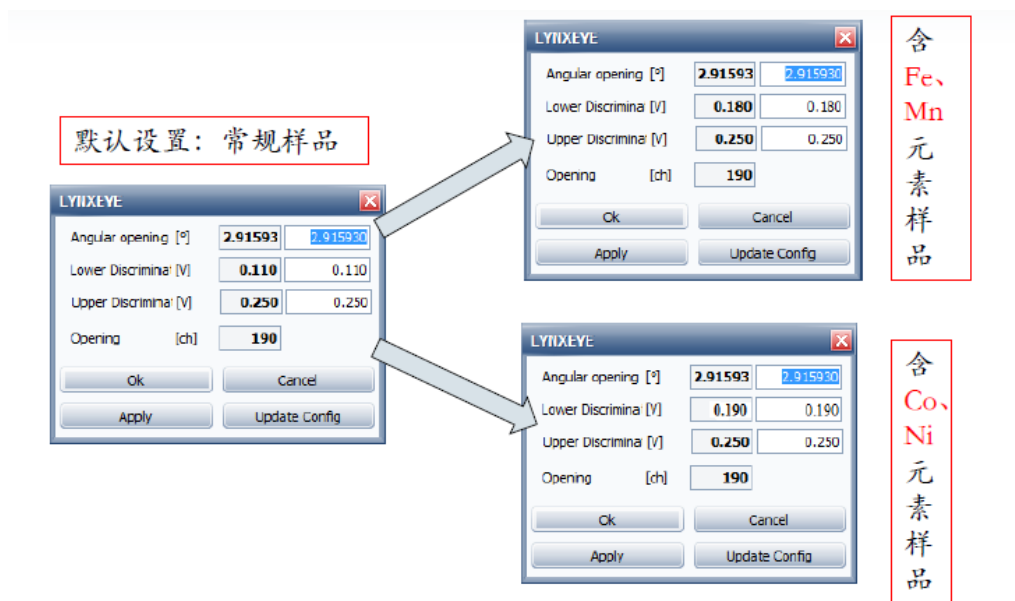


图 4-5

4.5 选择 coupled Twotheta/theta，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。如果勾上 Autorepeat 按钮，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。（图 4-6）。

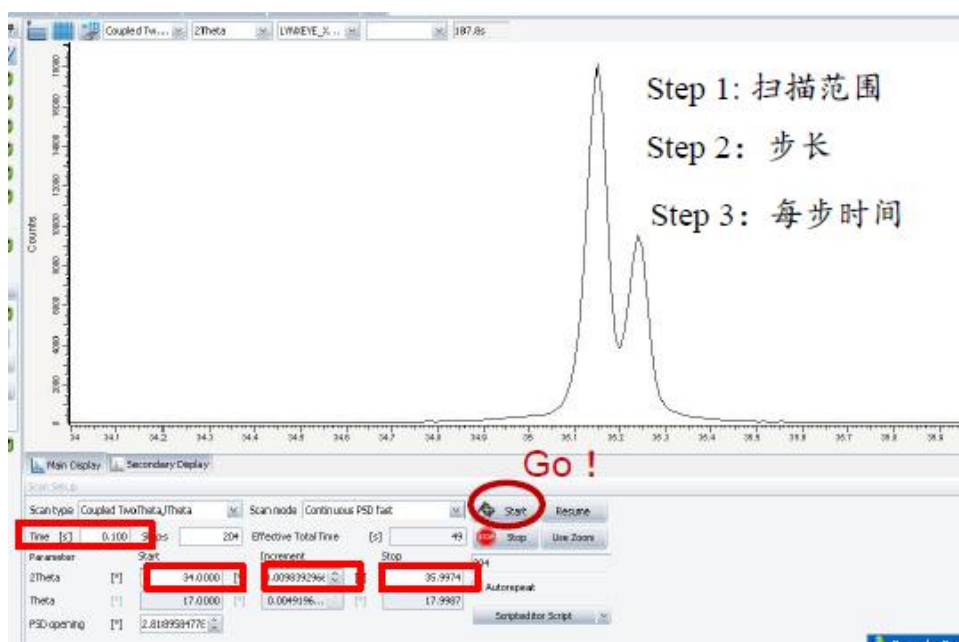


图 4-6

4.6 点击 File-〉 save results file 将谱图保存为 raw 格式。如果忘了保存，软件有一个功能可以记住之前测量的 10 个数据，可以根据时间选择数据重新保存（图 4-7）。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（具体步骤见附件视频教程），编辑测量脚本，使用 Job 模式测量，另外数据也可自动保存。

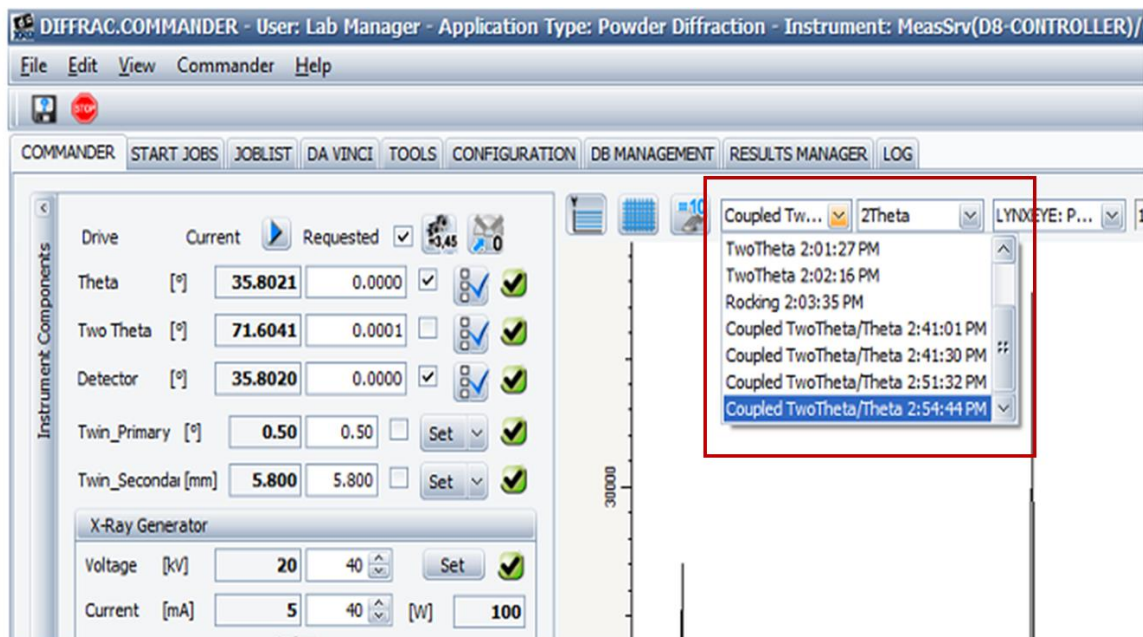


图 4-7

4.8 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终止角度附近衍射峰的强度以决定合适的刀口高度。（图 4-8）。

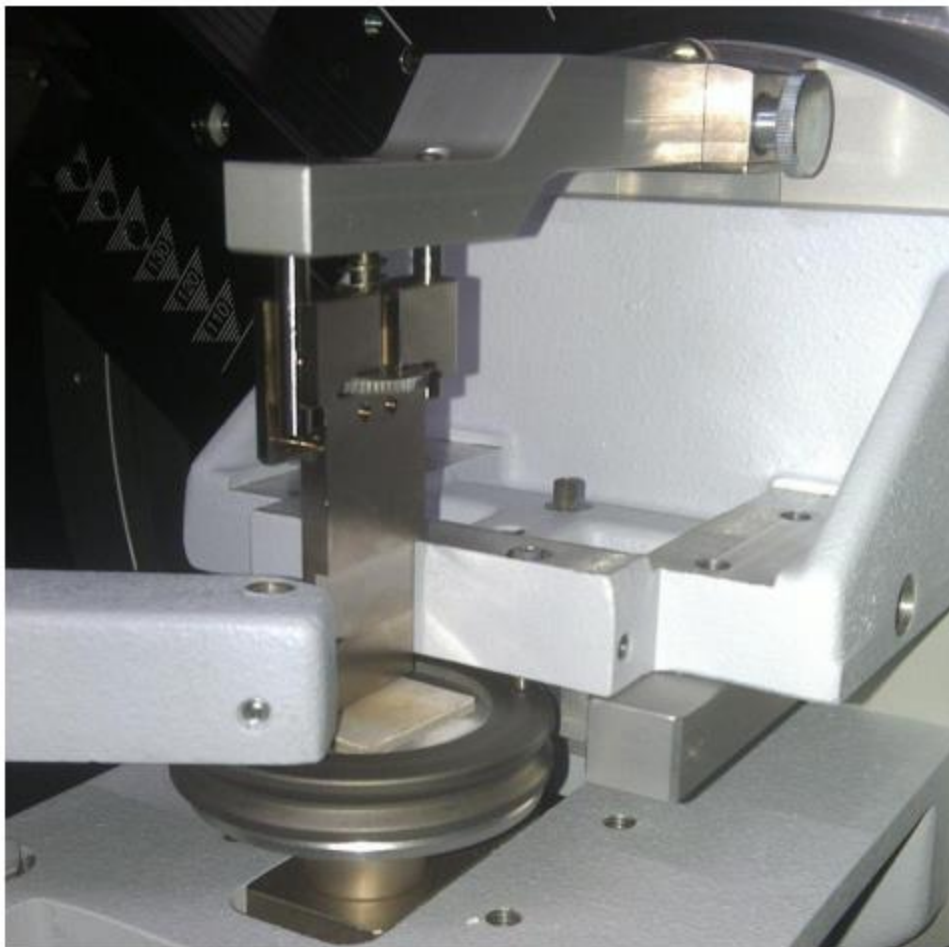


图 4-8

#### 4.9 低角度介孔材料样品测试

如果是测量介孔材料，起始角约为 0.5 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，同时入射光发散狭缝用 0.2mm，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。

#### 4.10 透射测试：

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  $2\theta$  起始角除以 2 加上 90 度。

(图 4-9)。

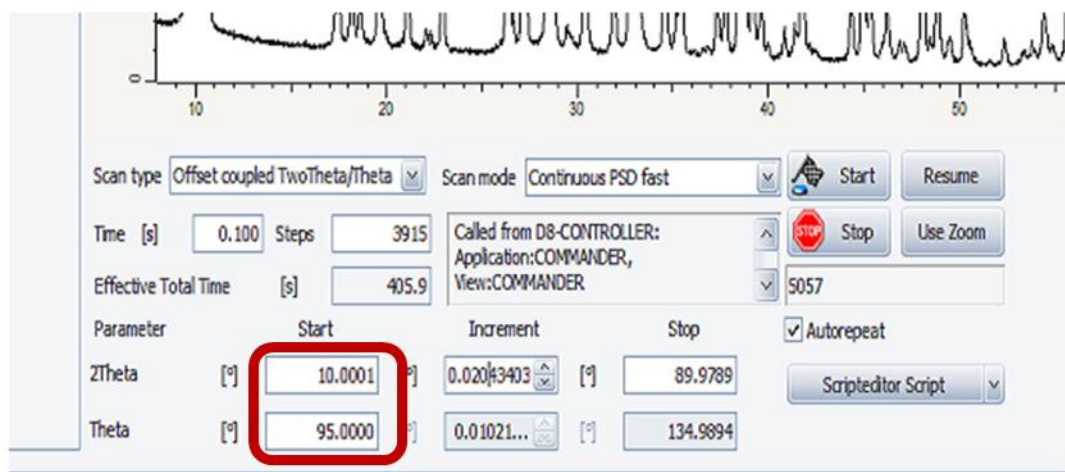


图 4-9

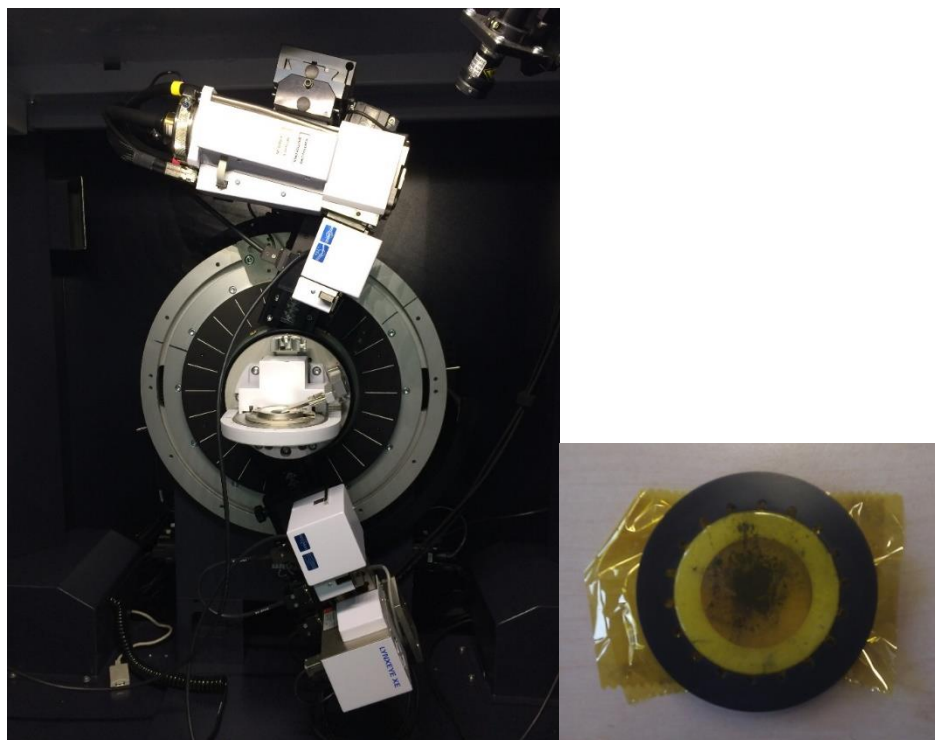


图 4-10 透射模式和透射样品制备

## 5. 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。

5.1 首先将 Theta 与 Detector 设为  $60^\circ$  及  $60^\circ$ ，按 go。目的是为了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 5-1）。

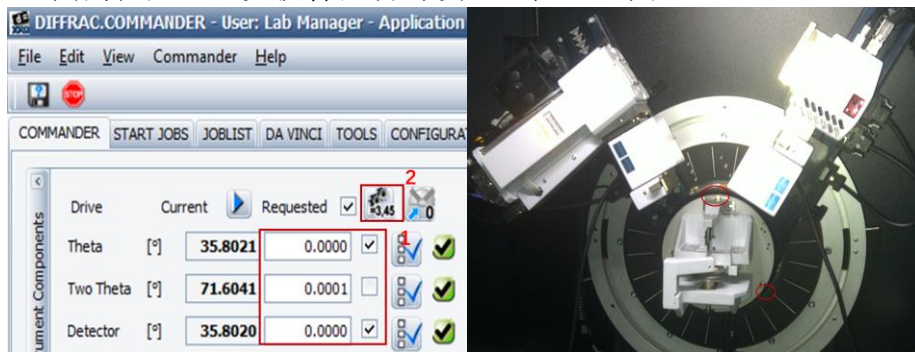


图 5-1 调整 theta 和 detector 的位置

5.2 用随机带的工具（一套绿色六角扳手中 T20）取下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。

5.3 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（尤拉环固定螺丝位于六点、四点及八点位置），最后松开膨胀螺钉。注：拧螺钉时不用太用力，避免螺钉滑丝。

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。

方法一：使用双激光进行高度调节（如果配备了此硬件）：

5.4 在软件操作界面 commader 界面中左上角工具栏，点击“ON/OFF”，打开双激光，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）。



5.5 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 100um 微米的误差）。

#### 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）

5.6 首先将尤拉环 Z 轴降到最低的位置，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。

5.7 将尤拉环 phi 设为  $90^\circ$ ，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。入射端固定狭缝位置放 0.6mm 狭缝（如果是 twin 光路：前置 twin optics 设为 GM，后置 twin optics 设为 5mm），选择 two theta scan 模式扫描，测试范围设定在  $(-0.5^\circ, 0.01, 0.5^\circ)$ ，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）。

5.8 打开 Ratemeter（图 5-2），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（图 5-3），停止，记录最高的强度，关闭 Ratemeter。。

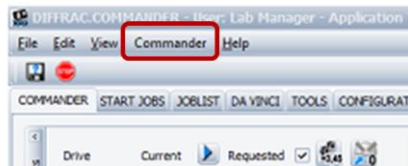


图 5-2 在 Commander 中打开 Ratermeter

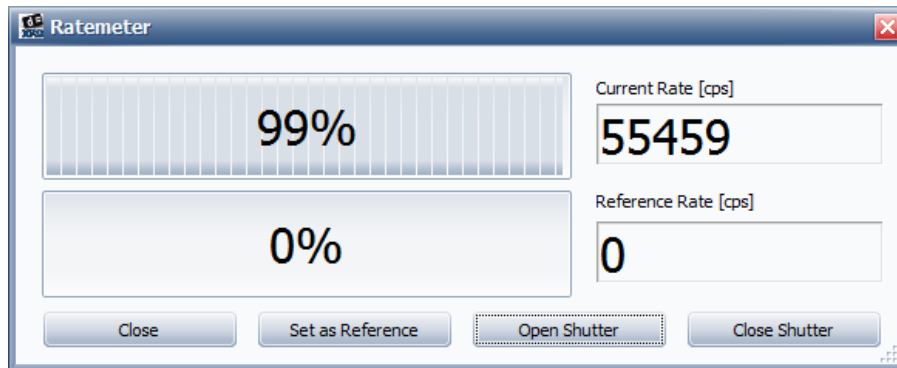


图 5-3 Ratermeter 记录直射光光强度

5.9 做 Rocking scan（不用改参数）扫描范围设置为  $-1.5^\circ$  至  $1.5^\circ$ （步长  $0.02^\circ$ ），点击 start 做一个 rocking scan，得到一个三角峰，（图 5-4）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。

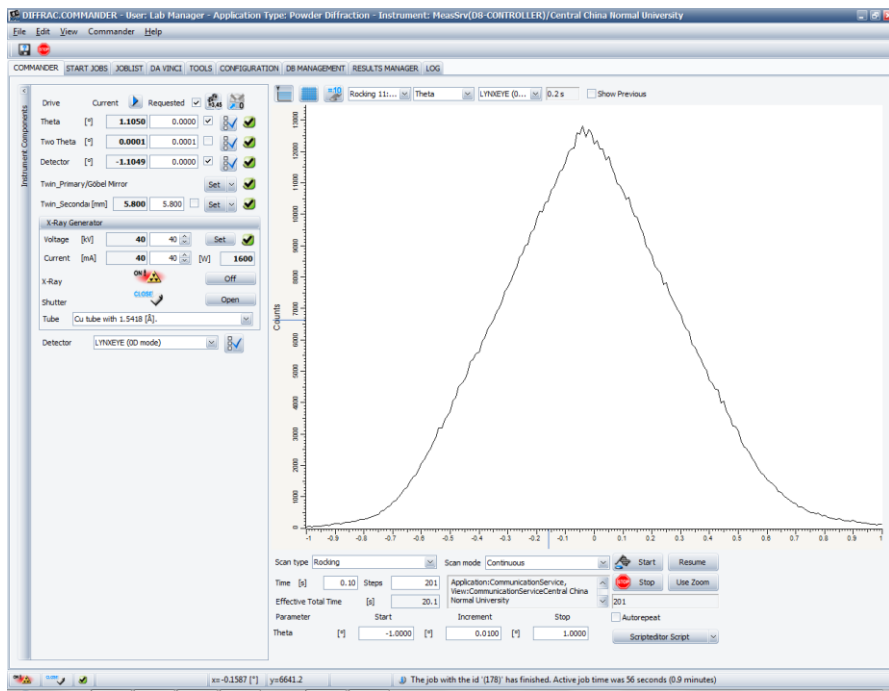


图 5-4 摇摆曲线

5.10 再次打开 **Ratometer**，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 5.8 中记录的最大强度一半时，停止。至此样品高度调整完毕。

方法三：通过刚玉标样调整高度

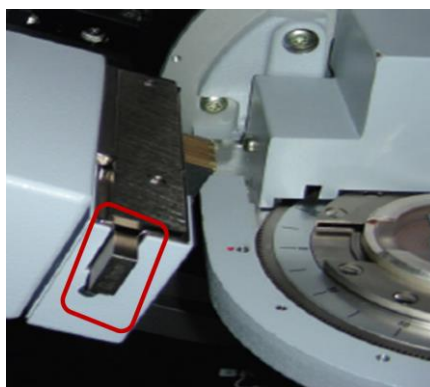
测试刚玉标样的（104）峰（理论峰位  $35.147^\circ$ ），通过反复调整 Z 轴高度使（104）峰的峰位为  $35.147 \pm 0.01^\circ$  为止。使用此方法的前提是换样品台之前使用标准样品台和刚玉标样将仪器的峰位校准好。

## 6. 掠入射测量

多晶薄膜样品，厚度较薄（<1 微米）时采用掠入射测量

配置：前置双光路，三光路系统，平行光反射镜，后置双光路或平行光附件，林克斯探测器。

6.1 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 1.0 mm 的狭缝，右侧放入 0.2 毫米 Cu 吸收片。



6.2 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和 Ni 吸收片。

（图 6-1）。

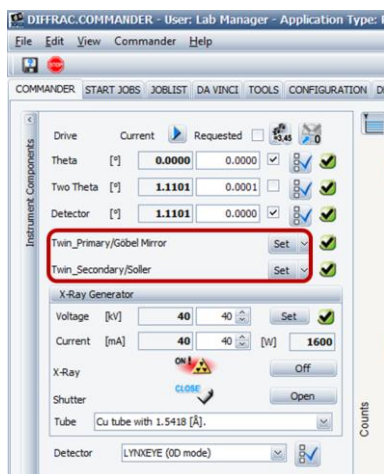


图 6-1

6.3 将探测器臂和光管臂都放到 0， 做探测器扫描。探测器设置为 0D，开口 14mm。扫描范围设置为 $-0.5^{\circ}$  至  $0.5^{\circ}$ （步长  $0.02^{\circ}$ ），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 6-2）。

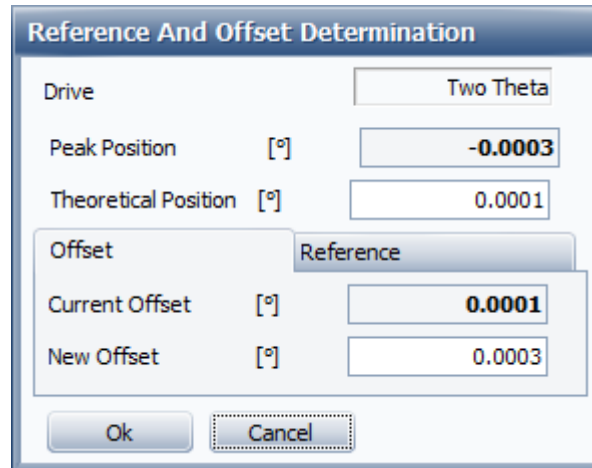


图 6-2

6.4 放入待测试样品，使用双激光调节样品高度（或直射光调整高度）。

6.5 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  $15^{\circ}$  - $90^{\circ}$ ），步长选择 0.02-0.05 度，每步时间至少 0.3s，点击 start 开始测试即可。

6.6 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

配置：前置双光路，三光路系统，平行光反射镜，后置双光路或狭缝系统，林克斯探测器。

7.1 设定 detector 为  $10^\circ$ ，点 go，使探测器臂转到一个适合操作的位置。（图 7-1）。

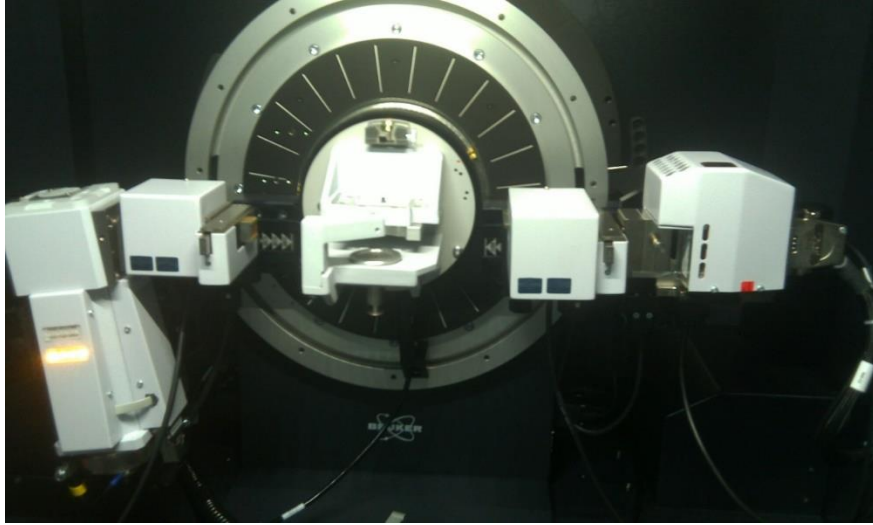


图 7-1

7.2 反射率测试需要将探测器取下扭转  $90^\circ$  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。（此步骤仅限于 Lynxeye 探测器，Lynxeye-XE 和 Lynxeye XE-T 无需此步骤）（图 7-2）。



图 7-2

7.3 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  $90^\circ$  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。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  $90^\circ$ （图 7-3）。

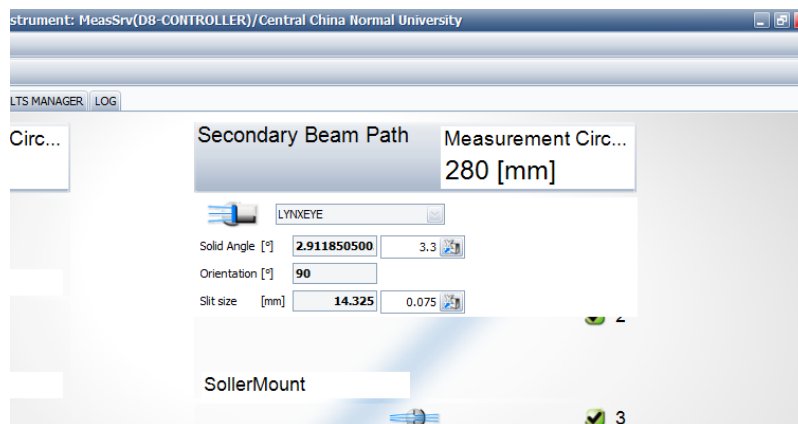


图 7-3

7.4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 0.1 或 0.2mm 狭缝，（图 7-4）探测器端放入 0.1mm 狭缝，左右两端均加上  $2.5^{\circ}$  的索拉狭缝。（图 7-5）。若探测器为 Lynxeye-XE 或 Lynxeye XE-T，将探测器的测量强度模式改成高强度（图 7-6）。



图 7-4

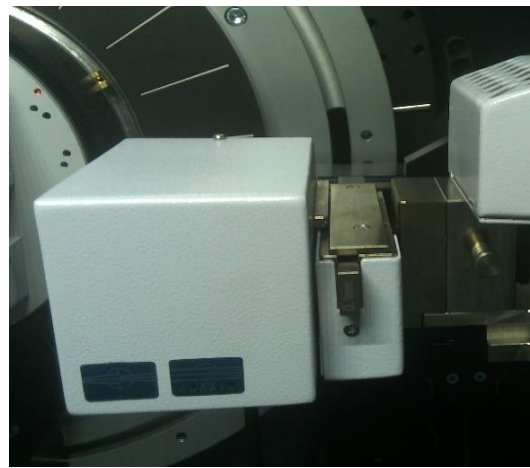


图 7-5

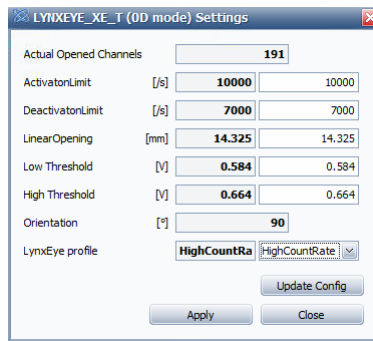


图 7-6

7.5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  $0.1^{\circ}$ ，步长为 0.005。(图 7-7)测量完后打开 commander 目录下的 reference and offset determination（选择 Offset），将 Theoretical Position 改为  $0^{\circ}$ ，点击 OK offset 探测器端的参考位置（图 7-7）。

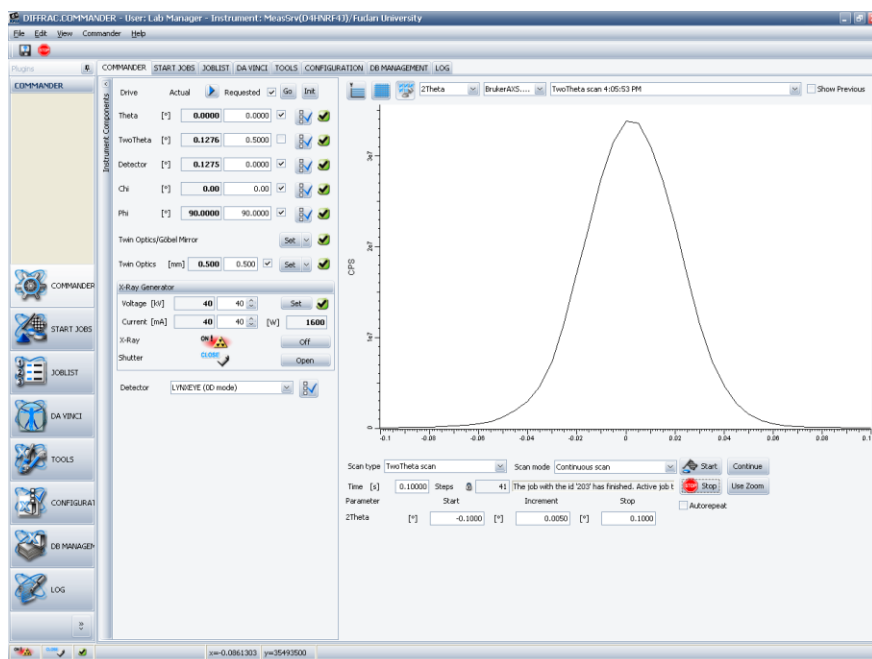


图 7-7

The dialog box titled "Reference And Offset Determination" contains the following fields and values:

- Drive: TwoTheta
- Peak Position [°]: -0.0062
- Theoretical Position [°]: 0.0000
- Reference tab is selected.
- Current Offset [°]: -0.0324
- New Offset [°]: -0.0262
- Buttons: Ok, Cancel

图 7-8

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 7-9，7-10）。做 rocking scan，扫描范围在 $-1^{\circ}$ 至 $1^{\circ}$ ，步长为 $0.02^{\circ}$ ，观察谱峰位置，双击峰位，将 2theta 改为 $0^{\circ}$ （图 7-11）。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。如果设备配备了自动 Z 轴马达，则可以使

用 Z 轴扫描来确定样品的高度。步骤是 Z 扫描，鼠标双击强度一半，然后做 rocking scan，扫描范围在 $-1^{\circ}$  至  $1^{\circ}$ ，步长为  $0.02^{\circ}$ ，观察谱峰位置，双击峰位，然后在做 Z 扫描，鼠标双击强度一半。

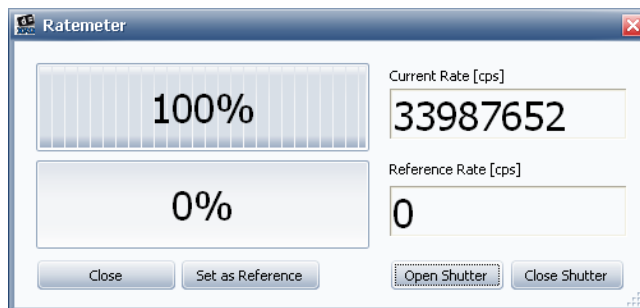


图 7-9

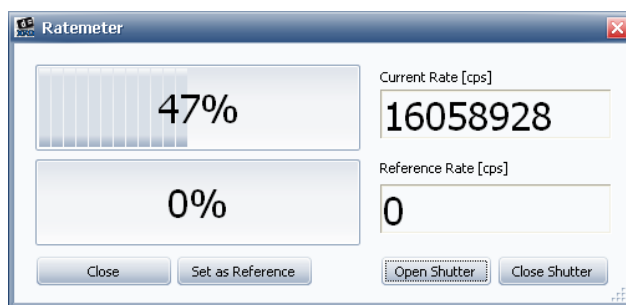


图 7-10

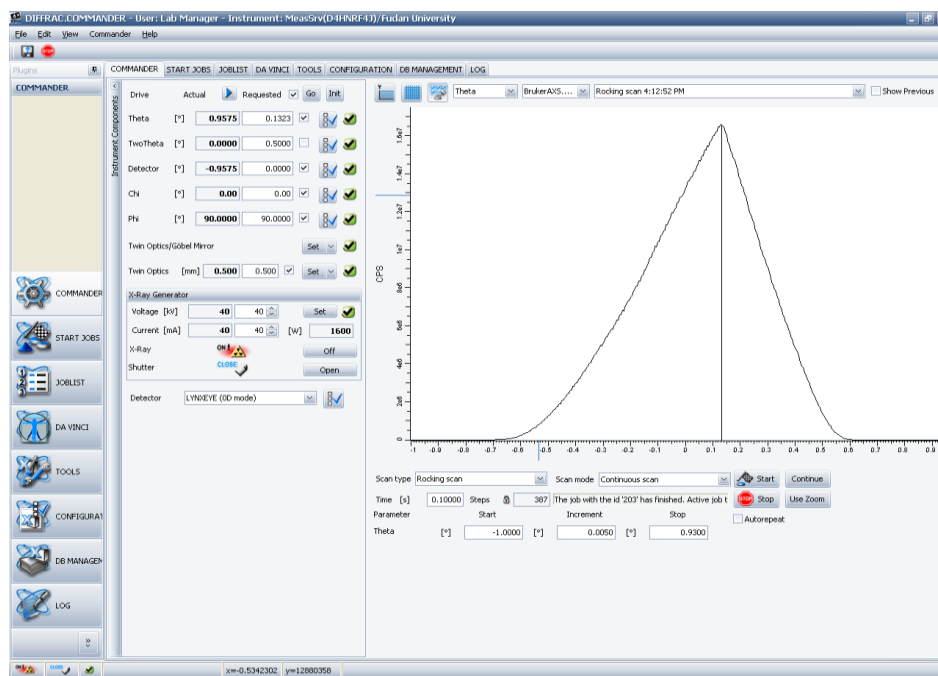


图 7-11

7.7 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 7-12），再点击 OK。

7.8 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。

Reference And Offset Determination

Drive		Theta
Peak Position	[°]	<b>0.3882</b>
Theoretical Position	[°]	0.29
Reference		Offset
Current Reference	[°]	<b>20.3548</b>
New Reference	[°]	19.9666

Ok Cancel

图 7-12

## 8. 应力测试

8.1 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.，关掉 X 射线高压发生器。

8.2 将旋转光管靶头上的四个螺丝（图 8-1）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 8-2），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 8-3）。



图 8-1



图 8-2

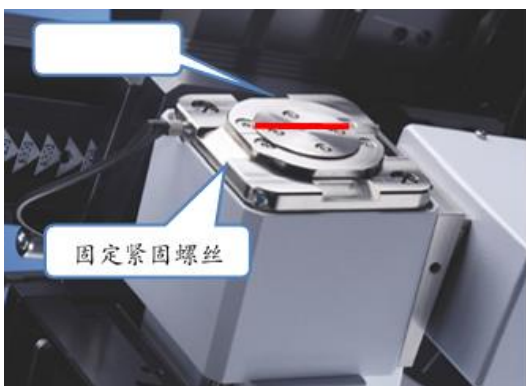


图 8-3



图 8-4

8.3 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 8-4）。

8.4 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 8-4）。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 8-5）。



图 8-5

8.5 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 8-6）。

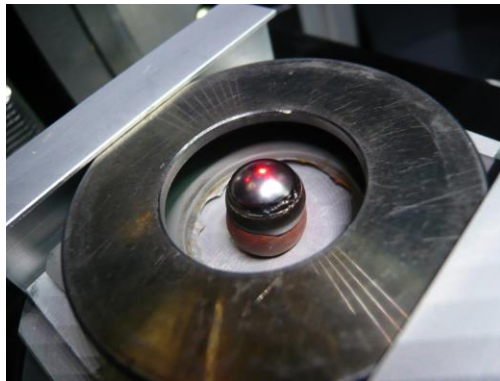


图 8-6

8.6 参数设置：前置 Twin 0.5 度；次级 Twin 5.8mm；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。**

8.7 选择 Coupled 2theta/theta 扫描模式，例如为  $35^{\circ}$  至  $150^{\circ}$ ，步长为  $0.02^{\circ}$ 。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）。

8.8 在 XRD wizard 中进行测试参数设置：（1）打开 XRD wizard 软件，点击 New 一 stress 在出现的界面上（图 8-7），如果没有需要改的参数，点击 OK 即可。（2）在达芬奇界面上（图 8-9），Generator 界面设定电压和电流（40kV 和 40mA），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。（3）. 在 Lynxeye 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。（4）在 Stress Basic 界面上，mode 选择 Side-inclination 测量方式；设定测量的角度范围，步长以及每步时间。分别设定 chi 倾斜范围一般设定 Start 从 0 开始，Stop 设为  $45^{\circ}$ ，即样品的倾斜角度为  $0-45^{\circ}$ ，psi mode 选择  $\sin(\psi)^2$ ，Increment 为 0.1，（或 psi mode 选择 psi，选择 Increment 为  $9^{\circ}$ ，即每隔  $9^{\circ}$  进行一次数据采集即每隔  $9^{\circ}$  进行一次数据采集）；设定 phi 轴角度，对于非各向异性的应力样品一般设置 start 为  $0^{\circ}$ ，stop 为  $180^{\circ}$ ，increment 为  $180^{\circ}$ ，即只在  $0^{\circ}$  及  $180^{\circ}$  进行测试（图 8-9）。（7）. 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。

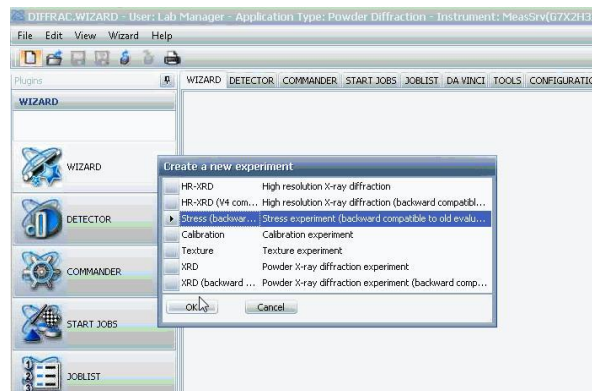


图 8-7

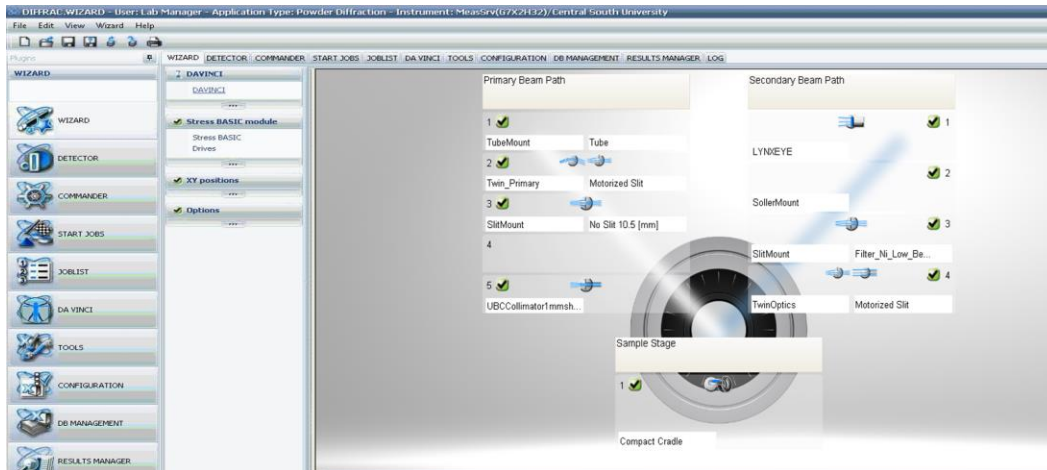


图 8-8

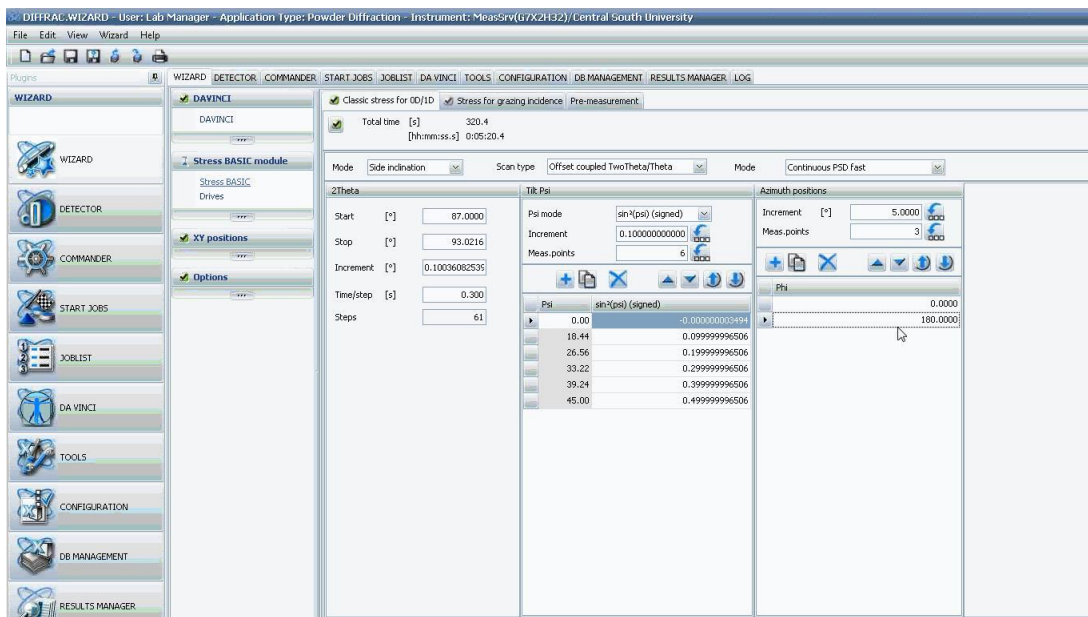


图 8-9

8.9 在 start job 测量界面中调入 bsml，设定数据名称，点击 start 开始

## 9. 织构测量

9.1 织构测量需要用点光源，点光源的更换步骤请参考 8.1-8.5。

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。**

9.2 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。

9.3 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。

9.4 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。

9.5 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 texture，进入 Texture 的编辑界面。

9.6 首先编辑 DaVinci 界面（图 9-1），设定探测器的高压和电流（图 9-2）40 kV，40mA，然后逐一设定入射和衍射光路配置。

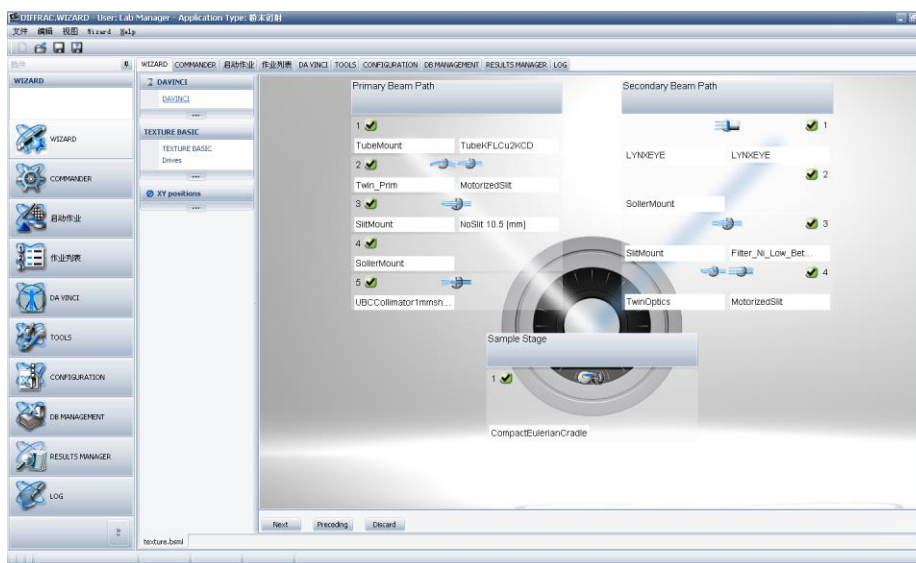


图 9-1

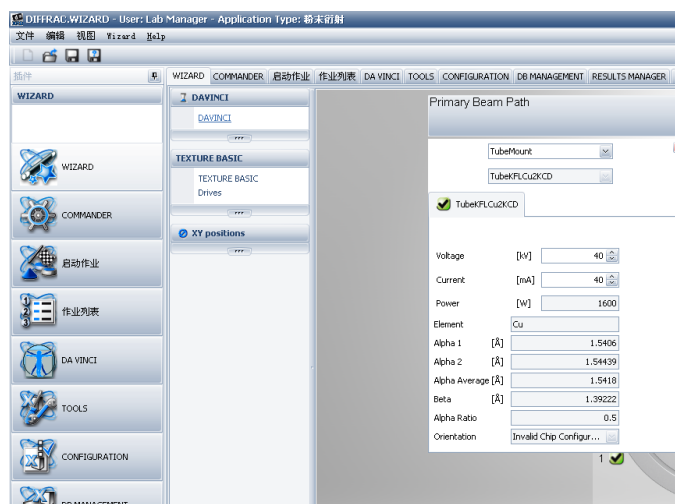


图 9-2

9.7在极图的测量中，衍射光路的选择可以有三种方式，（1）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。（2）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  $\chi$  倾角互相影响的情况，同时要求样品没有残余应力。（3）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。

9.8 设定 texture 中的参数（图 9-3）：（1）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 9-4）。（2） $\chi$  的步长选择 5 度，起始角为 0，中止角通常是 75 度（图 9-5）。（3）在下面的测量参数中设定衍射峰的  $2\theta$  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 9-5）。（4）下一个界面的 Drive position 通常不需要设。

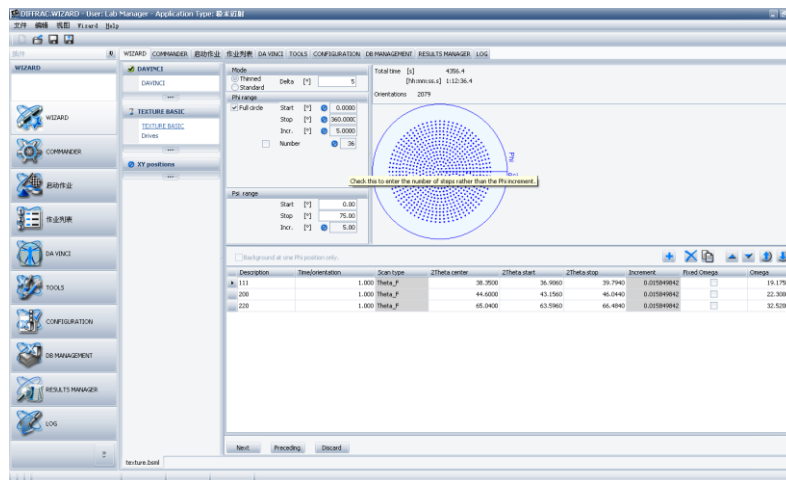


图 9-3



图 9-4

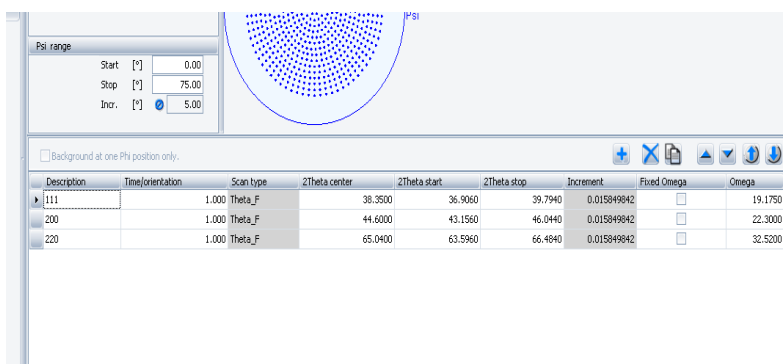


图 9-5


9.9 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 9-6），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 9-6

## 10. 仪器故障处理

### 10.1 安全电路重置

当高压发生器指示灯出现, 则说明 X 射线安全回路出错, 高压发生器被锁。可尝试如下操作:

#### 10.1.1 打开 DIFFAC.Maintenance ,点击 “get control”



图 10-1

#### 10.1.2 选择: XRay>safetyBoard

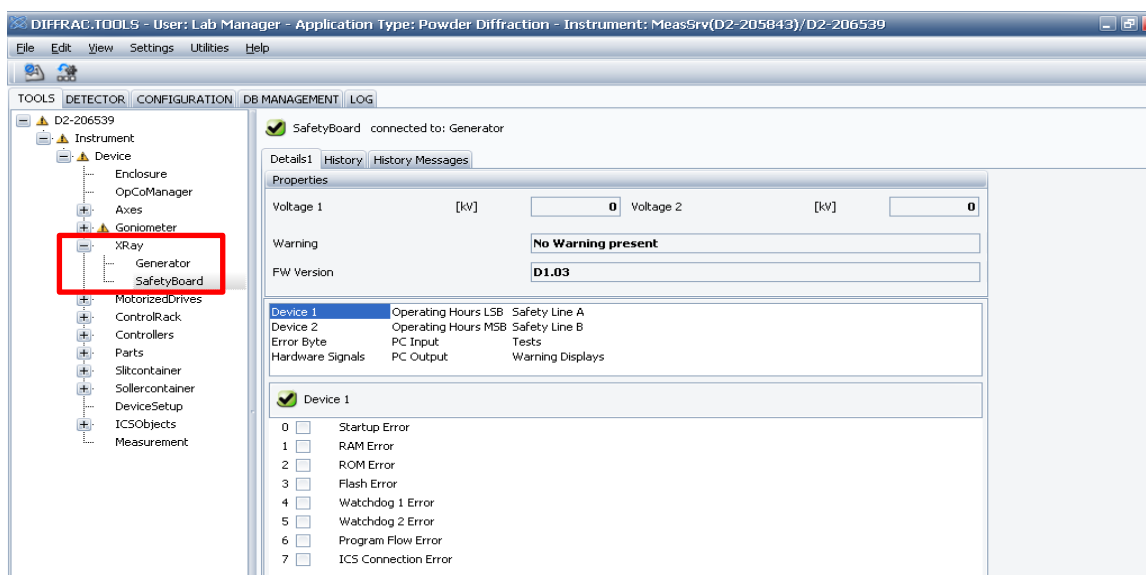


图 10-2

10.1.3. 重置安全回路，如下图，点击“Reset”

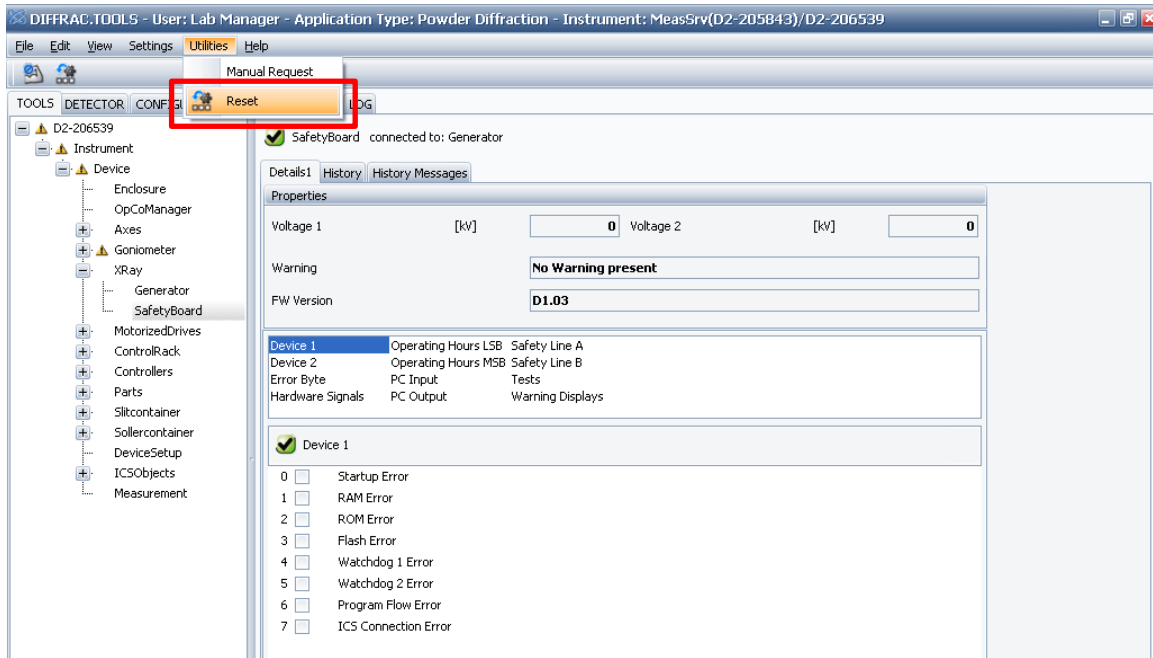


图 10-3

10.1.4.弹出对话框，输入密码：password，点击“Send”。

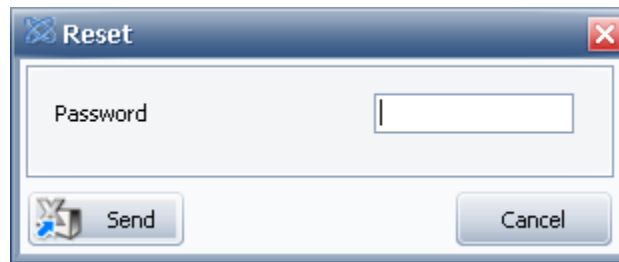


图 10-4

## 10.2 仪器状态文件保存

如果一起出现故障可保存仪器状态文件发给布鲁克维修工程师以便进行预诊断，具体步骤如下：

10.2.1 在测试界面，点击 File>Save state，保存.zip 文件。

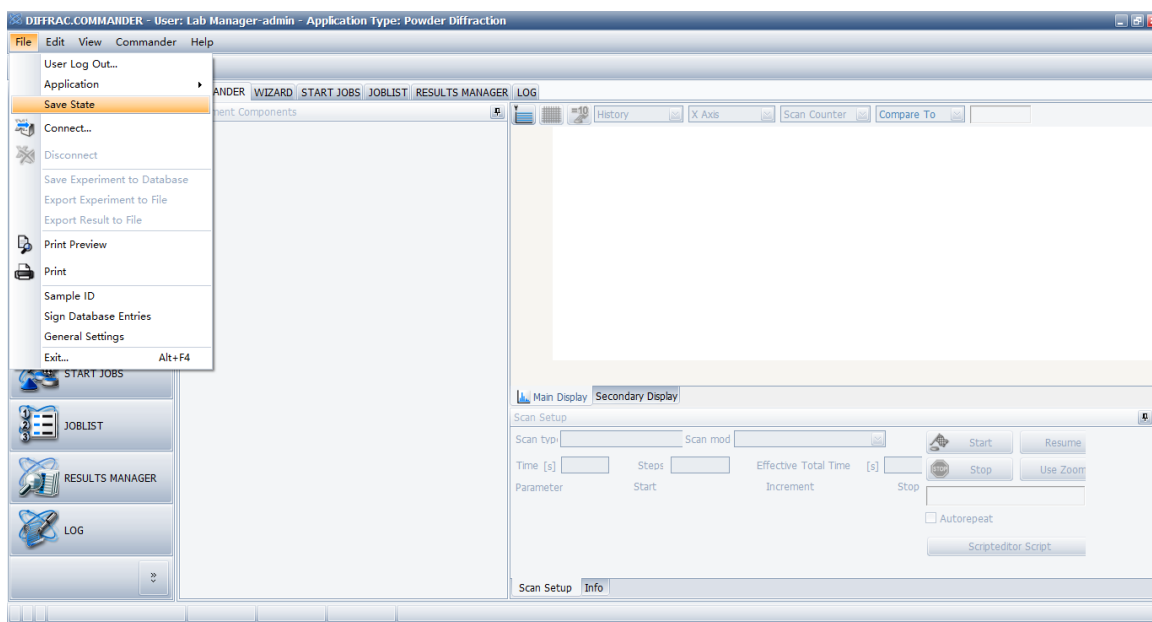
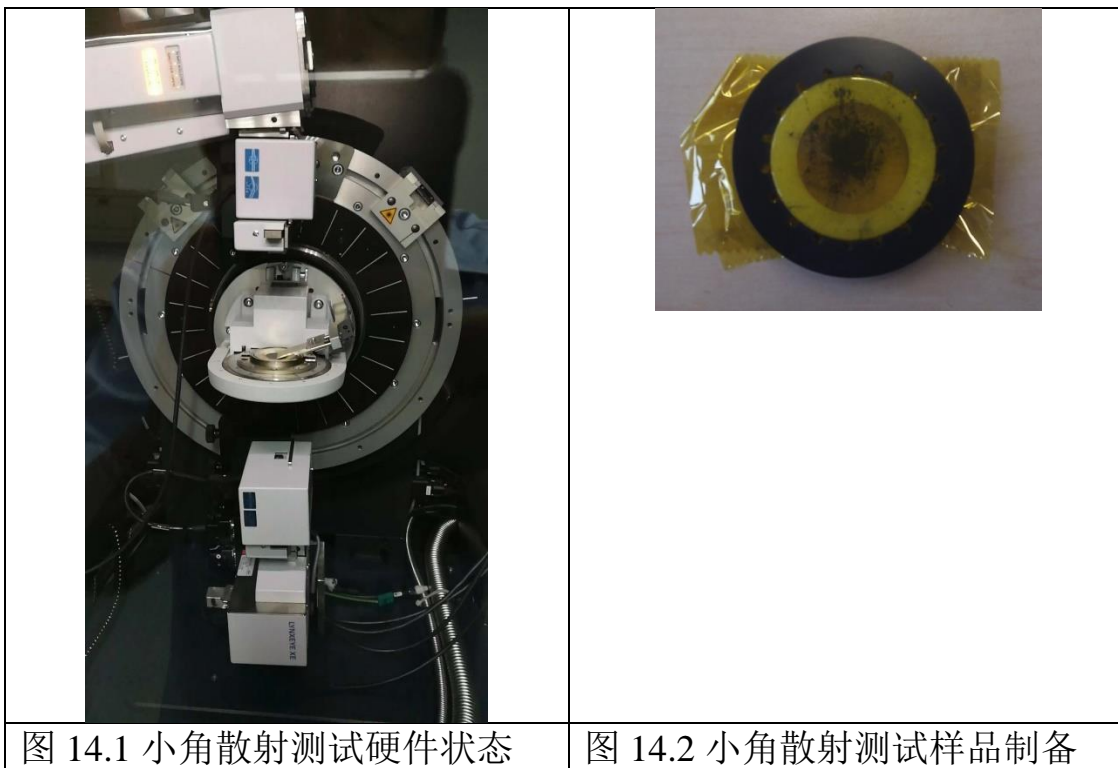


图 10-5

10.2.2 把文件发送给布鲁克维修工程师。

## 11.小角散射测试

配置：前置双光路，三光路系统或平行光反射镜，毛细管旋转样品台，林克斯探测器。



11.1 制样。如图 14.2 所示，将样品封在的两层聚酰亚胺膜中间。测试粉末颗粒的粒径时，可将其分散在火棉胶中后把胞膜状样品封在两层聚酰亚胺膜中间。

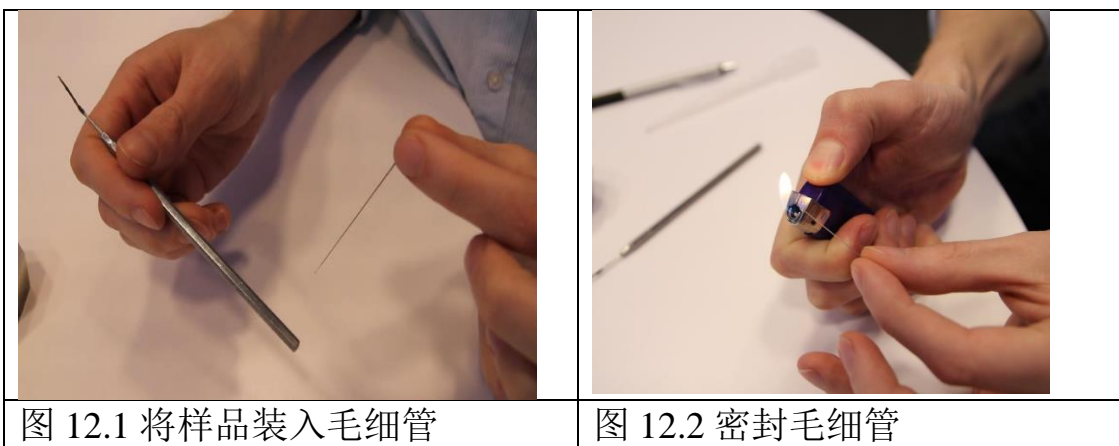
11.2 配置仪器。如图 14.1 所示，光源即 Theta 角位于  $90^\circ$ ，探测器位于  $-90^\circ$ 。在 Commander 界面上，前置 Twin optics 中选择 Gobel mirror，出射狭缝 0.1mm；后置 Twin Secondary Slit width: 0.5mm；探测器测试模式选择 0 维，开口 0.225mm。

11.3 开始测试。Scan type 选择：Two theta scan 方式，纵坐标选择 LOG，Scan mode 选择 continuous，先测量试样，再测量背景。

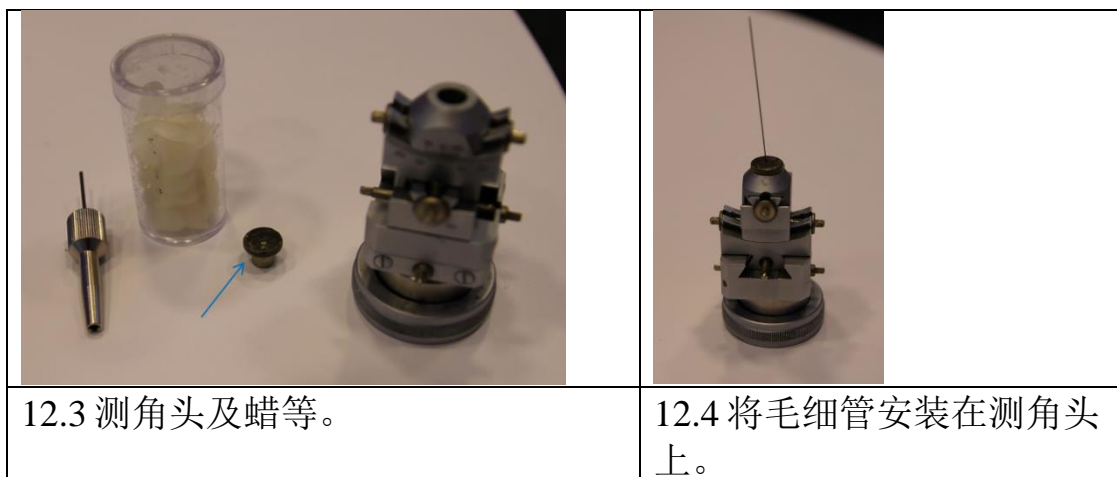
## 12.毛细管样品测试

配置：前置双光路，三光路系统，平行光反射镜，毛细管旋转样品台，林克斯探测器。


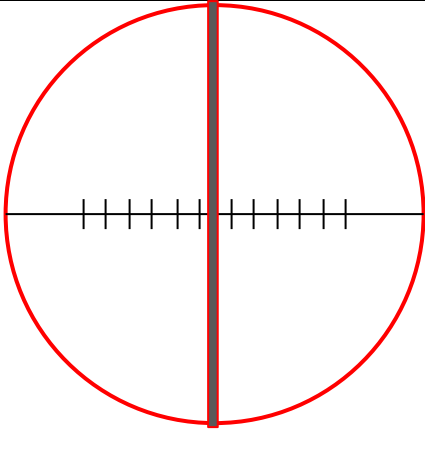
12.1 装样。将粉末或者液体样品装入图 15.1 中的毛细管中，通过振荡毛细管等方法让样品充满整个毛细管直至毛细管底部。然后用火熔化后封住毛细管未密封的一端。



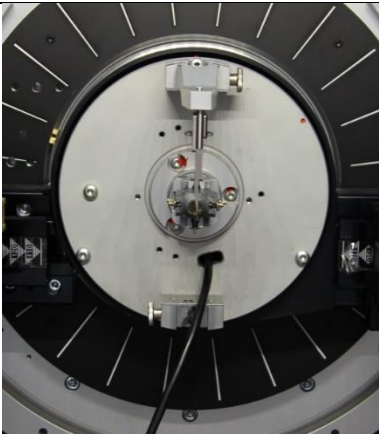
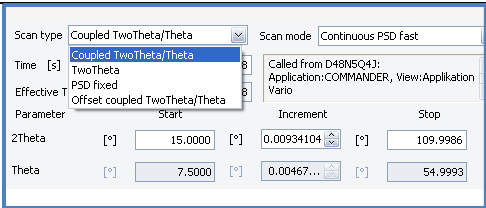
12.2 将毛细管装入测角头。将图 15.3 中蓝色箭头所指的小圆柱体装入测角头上，然后装入少许蜡，融化蜡后将毛细管插入小圆柱体中的圆孔中固定。固定后效果如图 15.4 所示。



12.3 调准直。如图 15.5 将带毛细管的测角头装到放大镜上。通过调整测角头上的螺丝让毛细管的中轴线与放大镜上的中轴线重叠。且在毛细管自转的过程中尽量始终重叠。

	
12.5 装了测角头的放大镜	12.6 粗的红实线代表的毛细管与放大镜中轴线重叠。

12.4 准备测试。如图 15.7 所示，将带毛细管的测角头安装在测角仪上旋转毛细管样品台的基座上。并且在毛细管正上方安装上刀口，刀口下边缘举例毛细管上侧约 3-4mm 即可。然后在 COMMAND 界面的 Scan type 里选择 Coupled Two theta/Theta 模式开始进行测试，如图 15.8 所示。

	
图 12.7 测角头安装在毛细管样品台基座上。	图 12.8 扫描模式选择。

## 13. 高分辨样品测量

配置：前置三光路系统，尤拉环，林克斯探测器。

13.1 将尤拉环样品台装到仪器上，初始化 Chi，Phi，和 Z 马达。

13.2 选择高分辨测量模式，如图 13-1。

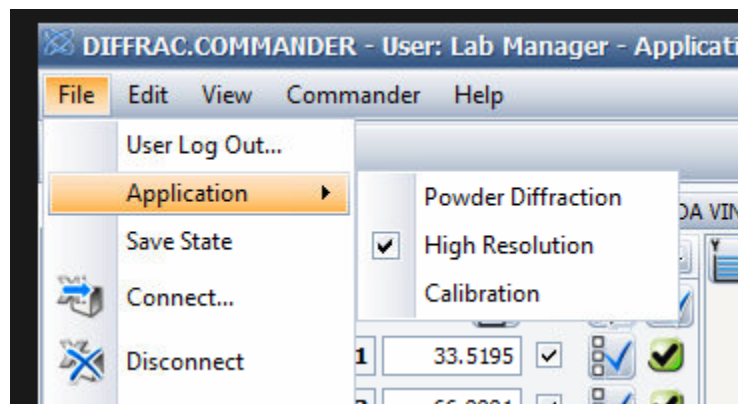


图 13-1

13.3. 选择 Ge004 双晶单色器。

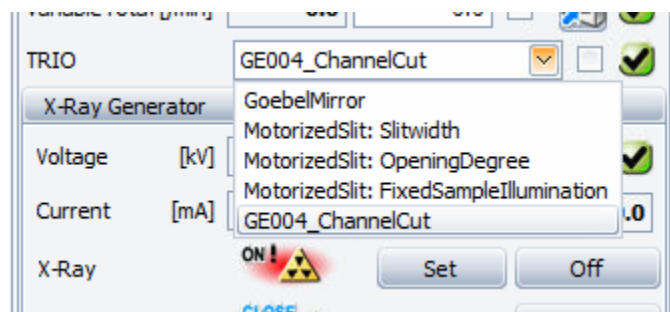


图 13-2

13.4，在入射光路的最右端插入 offset slit（图 13-3），常用 0.6 或 1 毫米。



图 13-3

13.5 探测器的模式要改成零维（图 13-4）。如果没有配备自动吸收片，需要将探测器卸下，将探测方向旋转 90 度，然后重新安装上，这时，达芬奇界面会显示探测器方向旋转 90 度（图 13-5）。

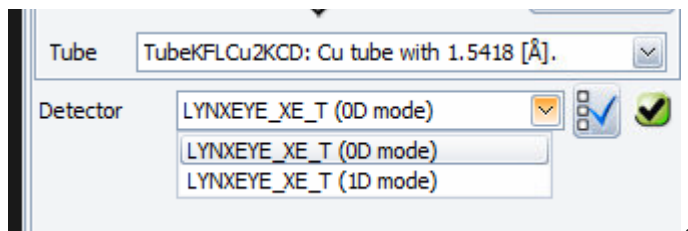


图 13-4

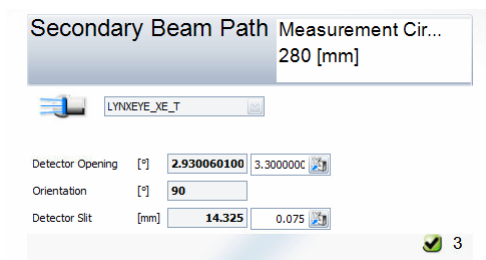


图 13-5

13.6 调整样品高度（可参照 XRR 的样品高度调整步骤），按照高分辨样品的测试要求进行测试。