

上海光源 BL14B 衍射光束线站

用户实验操作手册

您好:

实验前请先阅读本操作手册, 如有疑问找 14B 线
站人员解答, 联系方式如下表:

姓名	办公室	电话	手机	邮箱
周兴泰	2092	33932072	15026760749	zhouxingtai@sinap.ac.cn
黎忠	2081	33933195	13671936317	lizhong@sinap.ac.cn
何庆	1072	33933215	13701768396	heqing@sinap.ac.cn
文闻	1072	33933215	15000582308	wenwen@sinap.ac.cn
李晓龙	1072	33933215	13761043433	lixiaolong@sinap.ac.cn
王思胜	1072	33933215	15800447353	wangsisheng@sinap.ac.cn
高梅	1072	33933215	13774253645	gaomei@sinap.ac.cn
陆燕玲	2071	33933190	13918341201	luyanling@sinap.ac.cn
阴广志	1072	33933215	15901922389	yinguangzhi@sinap.ac.cn
杨铁莹	2080		15002185707	yangtieying@sinap.ac.cn
顾月良	2080		15921852571	guyueliang@sinap.ac.cn

衍射站实验操作手册

实验操作步骤.....	1
注束操作步骤（一般不需要，只有掉束后操作）.....	1
衍射仪操作命令.....	2
粉末样品衍射测量步骤.....	3
薄膜样品衍射测量步骤.....	4
薄膜样品反射率测量步骤.....	6
水平方向掠入射测量步骤.....	7
数据导出方法.....	9

实验操作步骤

(1) 填写衍射站用户实验纪录本

- 单位，日期，实验人员，样品名称
- 实验方法，束线流强，狭缝参数
- 主要操作命令

(2) 在电脑上建立自己的目录

目录结构一律使用以下格式

/home/xrd/userdata/单位名称缩写/试验人员名字缩写/当前日期

举例建立/home/xrd/userdata/sianp/zhangsan/090505

cd /home/xrd/userdata ; 进入 userdata 目录;

mkdir sinap; 建立 sinap 文件夹;

cd sinap; 进入 sinap 目录;

mkdir zhangsan; 建立 zhangsan 文件夹;

cd zhangsan; 进入 zhangsan 目录;

(3) 打开 SPEC 软件

enableSpec (只需电脑重启后输入);

psic;

(4) 建立新文件，文件名一律使用当天实验日期

例: newfile 090505 (则所有的扫描数据按照扫描顺序保存在这个文件中)

(5) 用命令“wa”，检查吸收片(att)位置

(6) 换样品

(7) 依次按“搜索按钮 1”，“搜索按钮 2”，然后到实验棚屋外“关门”，“开闸”

(8) 开始操作衍射仪进行实验

(9) 实验结束时首先移动吸收片到 9，所有轴返回到 0 点

(10) 导出数据，整理工作台

注束操作步骤 (一般不需要，只有掉束后操作)

1. 注束前，首先关安全光闸 2，即摁实验棚屋门左侧“14B1_Ctrlbox_2”的红色按钮“关闸”到指示灯亮;
2. “连锁钥匙”转到“禁止”后拨出;

3. 钥匙插入束线控制区的“光闸控制”，旋转到“允许”，依次活动光子挡光器 2、关安全光闸 1；
4. 等待注入，期间禁止打开安全光闸 2、安全光闸 1、活动光子挡光器 2；
5. 值班长电话通知注入成功后，方可依次打开安全光闸 1、活动光子挡光器 2、安全光闸 2,还原钥匙位置；
6. 继续实验

衍射仪操作命令

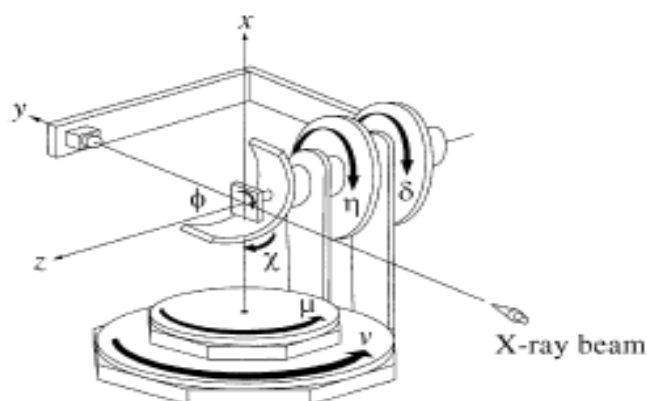


Fig. 1. A schematic drawing of the '4S+2D' diffractometer. The sense of rotations, laboratory frame, and the incoming X-ray directions are shown as arrows

1 衍射仪六圆和其他运动轴的定义

轴的名称	通道名	移动范围 (度)
2theta	tth	-10 ~ +120
Omega	th	-10 ~ +60
Phi	phi	-180 ~ +180
Chi	chi	-90 ~ +90
2theta-h	nu	-10 ~ +120
Omega-h	mu	-10 ~ +60
样品台-z	z	-7 ~ +14 (mm)
样品台-y	y	-5 ~ +5 (mm)
样品台-x	x	-5 ~ +5 (mm)
吸收衰减片	att	0 ~ 9 (0代表直通光)

2 衍射仪操作软件 SPEC 主要命令

命令	含义	举例
newfile	建立新的文件	newfile 090505
ct	计数1秒	ct

umv	移动	umv del 0
umvr	相对当前位置移动	umvr del 0.1
ascan	单轴扫描	ascan del -0.1 0.1 40 0.1 *
dscan	单轴相对当前位置扫描	dscan del -0.1 0.1 40 0.1 *
a2scan	双轴扫描	a2scan del -0.2 0.2 eta -0.1 0.1 40 0.1 [#]
d2scan	双轴相对当前位置扫描	a2scan del -0.2 0.2 eta -0.1 0.1 40 0.1 [#]
set	重设当前位置	set del 0
wa	查看各轴的当前位置	wa
uan	同时移动del和eta到指定位置	uan 0 0
ctrl+c	停止当前运动	

*命令代表del轴在位置-0.1~ 0.1区间扫描 40个点，计数时间0.1秒

[#]命令代表del轴在位置-0.2~ 0.2区间扫描,同时eta轴在位置-0.1~ 0.1区间40个点，计数时间0.1秒

3 需要重点注意事项

(1) 只有2theta,omega轴可以重设0点，其他轴禁止重设0点；

(2) 后NaI探测器线性计数最高80000/秒，所以实验开始的时候和结束的时候务必把吸收衰减片放到9的位置，以防损坏NaI探测器；

粉末样品衍射测量步骤

1 衍射仪轴归零

umv att 9; 吸收片最厚的位置

uan 0 0; 同时移动 tth 和 th 到 0 位置

umv z 8; 测角头降下来,让直通光通过

注意请不要设置除了 tth 和 th 其他轴的零点

2. 寻找 2theta 零点

在直通光附近扫描 2theta 角，找到最大值，确定为 2theta 零点；记录下光强和半高宽。

dscan tth -0.1 0.1 100 0.1

umv tth CEN

set tth 0;

ct;

3. 样品切光

升降样品台（测角头）Z 轴，使得探测器接收到的光强为直通光强的一半；

ascan z 9 13 80 0.1

umv z 11 看样品高度而定

ct;

umvr z 0.005 进行 z 轴的相对移动调整直通光光强

ct;

4 样品位置校正

调整 th，使得光线和样品表面平行

dscan th -1 1 40 0.1

```
umv th CEN
set th 0
ct
```

5 再次切光

升降样品台（测角头）Z 轴，使得探测器接收到的光强为直通光强的一半

```
umvr z 0.005
ct;
```

6. 开始 omega-2theta 连动扫描，记录下扫描编号

uan 10 5 把 tth th 移动到远离直通光的位置

```
umv att 0 减小衰减片
```

```
a2scan tth 10 60 th 5 30 2500 1
```

薄膜样品衍射测量步骤

1 衍射仪轴归零

```
umv att 9; 吸收片最大的位置
```

```
uan 0 0; 同时移动 del 和 eta 到 0 位置
```

```
umv z 8; 测角头降下来,让直通光通过
```

```
umv chi 0; 移动 chi 为 0
```

```
umv phi 0; 移动 phi 为 0
```

注意请不要设置除了 del 和 eta 其他轴的零点

2. 寻找 2theta 零点

在直通光附近扫描 2theta 角，找到最大值，确定为 2theta 零点；记录下光强和半高宽。

```
dscan del -0.1 0.1 100 0.1
```

```
umv del CEN
```

```
set del 0;
```

```
ct;
```

3. 样品切光

升降样品台（测角头）Z 轴，使得探测器接收到的光强为直通光强的一半；

```
ascan z 10 13 60 0.1
```

```
umv z 11 看样品高度而定
```

```
ct;
```

```
umvr z 0.005 进行 z 轴的相对移动调整直通光光强
```

```
ct;
```

4 样品位置校正

调整 eta，使得光线和样品表面平行

```
dscan eta -1 1 40 0.1
```

```
umv eta CEN
```

```
set eta 0
ct
```

5 再次切光

升降样品台（测角头）Z 轴，使得探测器接收到的光强为直通光强的一半

```
umvr z 0.005
```

```
ct;
```

6 寻找衬底衍射峰的位置

以 Si(001) 衬底为例

uan 54.3 54.3/2 移动到 Si(004)理论峰位处

```
dscan eta -0.1 0.1 40 0.1
```

```
umv eta CEN
```

根据强度增加吸收片

```
umv att 5
```

```
dscan del -0.1 0.1 40 0.1
```

```
umv del CEN
```

```
dscan eta -0.1 0.1 40 0.1
```

```
umv eta CEN
```

这样反复找到峰位

```
dscan chi -1 1 40 0.1
```

```
umv chi CEN
```

```
dscan eta -0.1 0.1 40 0.1
```

```
umv eta CEN
```

最后，将 eta 设为 del 的一半

7. 扫描 chi，寻找最大光强，将 chi 放在光强最大值对应处

8. 开始 theta-2theta 连动扫描，记录下扫描编号

uan 10 5 把 del eta 移动到远离直通光的位置

```
umv att 0 减小衰减片
```

```
a2scan del 10 60 eta 5 30 500 0.1 进行粗扫
```

然后根据峰强度增减吸收片分段扫描

薄膜样品反射率测量步骤

1 衍射仪轴归零

umv att 9; 吸收片最大的位置

uan 0 0; 同时移动 del 和 eta 到 0 位置

umv z 8; 测角头降下来,让直通光通过

umv chi 0; 移动 chi 为 0

umv phi 0; 移动 phi 为 0

注意请不要设置除了 del 和 eta 其他轴的零点

2. 寻找 2theta 零点

在直通光附近扫描 2theta 角, 找到最大值, 确定为 2theta 零点; 记录下光强和半高宽。

dscan del -0.1 0.1 100 0.1

umv del CEN

set del 0;

ct;

3. 样品切光

升降样品台 (测角头) Z 轴, 使得探测器接收到的光强为直通光强的一半;

ascan z 10 13 60 0.1

umv z 11 看样品高度而定

ct;

umvr z 0.005 进行 z 轴的相对移动调整直通光光强

ct;

4 样品位置校正

调整 eta, 使得光线和样品表面平行

dscan eta -1 1 40 0.1

umv eta CEN

set eta 0

ct

5 再次切光

升降样品台 (测角头) Z 轴, 使得探测器接收到的光强为直通光强的一半

umvr z 0.005

ct;

6 根据衬底全反射角的位置确定反射面

以 Si(001) 衬底为例

uan 0.4 0.2

dscan eta -0.1 0.1 40 0.1

umv eta CEN

根据强度增加吸收片

umv att 4

```
dscan eta -0.2 0.2 40 0.1
umv eta CEN
dscan eta -0.05 0.05 50 0.1
umv eta CEN
最后，将 eta 峰位设为 0.2
```

7. 开始 ω - 2θ 联动扫描。

根据强度增减吸收片分段扫描

```
umv att 5
a2scan del 0.2 1 eta 0.1 0.5 80 1
umv att 3
a2scan del 1 3 eta 0.5 1.5 200 1
...
```

8 根据样品情况进行散射背底曲线的扫描

增减吸收片分段扫描

```
a2scan del 0.2 2 eta 0.2/2+0.1 2/2+0.1 120 1
```

水平方向掠入射测量步骤

1 放开水平狭缝， 使用垂直铅皮狭缝，

```
umv s4u 4;
umv s5u 4;
umv s4d -4;
umv s5d -4;
```

2 衍射仪轴归零

```
umv att 9; 吸收片最大的位置
uan 0 0; 同时移动 del 和 eta 到 0 位置
umv z 8; 测角头降下来,让直通光通过
umv chi 0; 移动 chi 为 0
umv phi 0; 移动 phi 为 0
注意请不要设置除了 del 和 eta 其他轴的零点
```

3. 寻找 2θ 零点

在直通光附近扫描 2θ 角，找到最大值，确定为 2θ 零点；记录下光强和半高宽。

```
dscan del -0.1 0.1 100 0.1
umv del CEN
set del 0;
ct;
```

4. 样品切光

升降样品台（测角头）Z 轴，使得探测器接收到的光强为直通光强的一半；

ascan z 10 13 60 0.1
umv z 11 看样品高度而定
ct;
umvr z 0.005 进行 z 轴的相对移动调整直通光光强
ct;

5 样品位置校正
调整 eta, 使得光线和样品表面平行
dscan eta -1 1 40 0.1
umv eta CEN
set eta 0
ct

6 再次切光
升降样品台 (测角头) Z 轴, 使得探测器接收到的光强为直通光强的一半
umvr z 0.005
ct;

7 根据衬底或膜全反射角的位置确定样品面与 phi 圆平行
以 Si(001) 衬底为例
umv phi 0;
uan 0.4 0.2
umv att 4;
dscan eta -1 1 40 0.1
dscan eta -0.05 0.05 50 0.1
umv eta CEN 记为 p1

umv phi 180;
dscan eta -1 1 40 0.1
dscan eta -0.05 0.05 50 0.1
umv eta CEN 记为 p2
把 eta 移到 $(p1+p2) / 2$ 的位置
dscan ry -1 1 40 0.1;
umv ry CEN;

再次转动两个 phi 角确认 eta 角度未变,然后把 eta 设为 0.2

同样进行另一个方向 rx 的调节

8 再次切光
umv att 9;
uan 0 0;
umvr z 0.01;ct;

9 去掉铅皮狭缝, 缩小水平狭缝
umv s4u 0.2;
umv s5u 0.2;

```
umv s4d -0.2;
umv s5d -0.2;
```

10. 寻找 2theta-H 零点

在直通光附近扫描 ν 角，找到最大值，确定为 ν 零点。

```
umvr z -2;
dscan nu -0.1 0.1 100 0.1
umv nu CEN
set nu 0;
ct;
umvr z 2;
```

11. 开始进行面内的各种扫描

数据导出方法

两种方法

(1) 把当天的记录文件 090505(以 090505 为例)拷贝出来，使用 excel 或者写字板打开寻找曲线 scan 20(以第 20 条曲线为例)，然后把需要的数据拷贝到文本文件中。数据最后两列分别是 Monitor (电离室计数) Detector (探测器计数)，归一化的时候使用 Detector/Monitor

(2) 使用 cplot 软件

1 进入自己的文件夹，

```
cd sinap
```

2 打开 cplot 程序

```
cplot
```

3 打开数据文件

```
fn scans.4 然后键入文件名称和参数
```

4 打开需要的扫描曲线

```
fn . 20 (.前后都有空格)
```

5 绘图和保存

```
z
```

```
sa 20.txt
```

归一化的文件保存在 20.txt

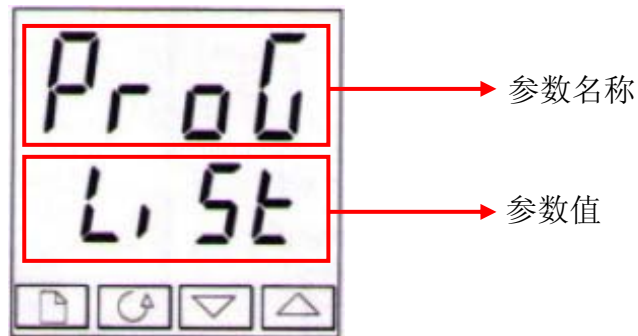
附件一

X 射线衍射实验线站 高温设备使用手册

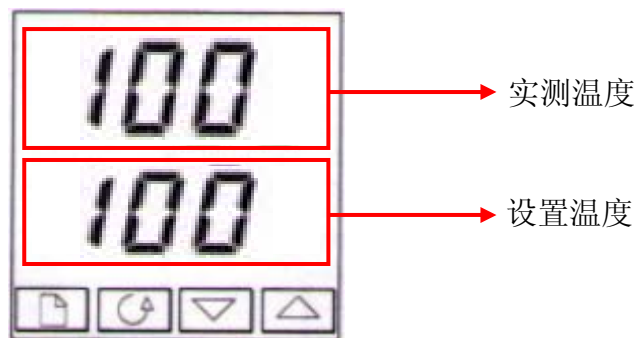
2010 年 10 月

高温设备界面说明

1.程序设置界面



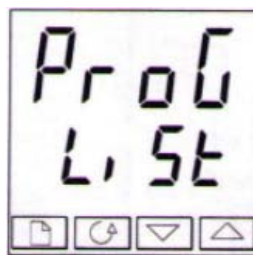
2 程序运行界面






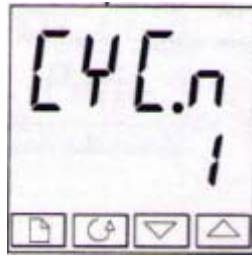
变温程序设置

这里以设置一个以 1 度/分钟的速度升温至 100 度，再以 1 度/分钟的速度降温至 20 度的变温程序为例。

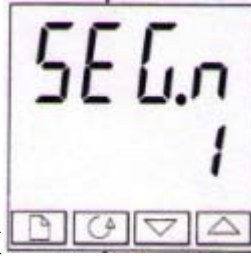
- 一、 连接好电路、水路、气路。点击 main switch 打开电源总开关。
- 二、 设置升温程序：



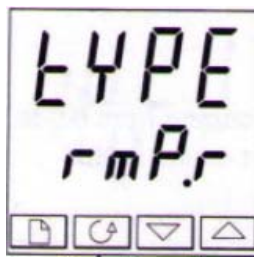
1. 在主界面连续按  按钮 直至出现  界面
2. 按  按钮 进入 **Prog L, St** (程序设置菜单)。



3. 再连续按 按钮 至 界面，再按 or 键，选择程序循环执行的次数（从 1-999 次）



4. 继续按 按钮 至 界面。设置程序第一部分的参数



5. 连续按 按钮至 界面，按 or 键，选择程序此部分内的运行模式：**rmPr**:按照设定的速度到达设定温度；**rmPt**: 在设定时间内达到设定的温度；**dwEll**:保温；**End**: 设定此部分是整个程序的结尾。此部分在这里我们设置为 **rmPr**。



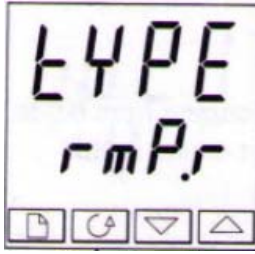
6. 按 按钮至 界面，按 or 键，设置目标温度。






7. 按 按钮至 界面，按 or 键，设置温度变化速度（如设定为 **rmPr**: 则数字显示的部分为单位时间内温变的数值。范围从 0.0—999.9 ）



8. 按  按钮 至 界面。设置程序第二部分的参数。






9. 连续按  按钮至 界面，按  or  键，选择 *rmp.r*：



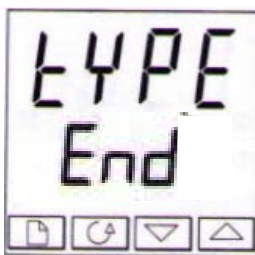
10. 按  按钮至 界面，按  or  键，设置目标温度。



11. 按  按钮至 界面，按  or  键，设置温度变化速度。

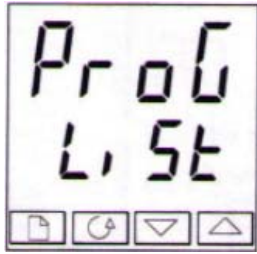







12. 按  按钮 至 界面。设置程序第 3 部分的参数。



13. 连续按  按钮至 界面，因为此部分是整个程序的结束，所以按



 or  键，选择 *End*：



14. 按  按钮至     界面，程序设置完毕。
15. 再次进入程序菜单，确认程序设置。

三、 点击 power 绿色按钮，打开 power。

点击 AUTO/MAN 调至 AUTO 挡，再点击 RUN/HOLD 按钮，调至 RUN 开始运行程序。

四、 在程序运行过程中，如果要暂停变温则点击 RUN/HOLD 按钮 调至 HOLD 即可
程序运行结束后，点击 AUTO/MAN 按钮至 MAN，再长按 RUN/HOLD 按钮至指示灯熄灭（既不显示 RUN 又不显示 HOLD）。此时观察设置温度，如果超过 25 度，则迅速调节  or  降至室温一下，否则下次运行时会有大电源输出，容易烧断加热丝。然后按 power 的红色按钮，关掉 power，再点击 main switch 切断电源。

注意事项：

1. 如实验结束、程序完成时程序设置温度高于室温应立即调节至室温之下。或者点击 Auto/Manual 使 op（输出功率）减为 2% 以下。
2. 当（1）程序设置温度；（2）OP 输出 均达到要求后，可安全打开电源绿色按钮进行加热实验。
3. 当温度改变后，应进行 10-20 分钟的保温，重新切光，并调平样品位置：

filter 9	衰减片调至 9 片
umvr z -0.005	切光至直通光一半的位置
dscan th -1 1 40 0.1	调整 th 位置
umvr z -0.005	再次切光至直通光一半的位置

附件二

BL14B 衍射光束线站实验站及辅助实验室

用户安全使用注意事项

实验室申请步骤:

1. 需要向负责人申请：负责人：文闻（相关设备：李晓龙）
2. 申请说明：使用时间，携带样品性状说明，危险性说明
3. 申请表填写：未填写部分 BL14B 实验室不负责提供。

实验室用户使用规则:

1. 需要使用辅助实验室的用户应提前填写申请表，与《安全审核表》同时提交。
2. 实验线站及辅助实验室不允许吸烟、进食等与实验无关的活动。
3. 实验室及实验进行中，用户需负责其安全，不得自行离开。
4. 使用结束后，用户负责使用设备及环境的清洁维护，并将设备恢复到使用前初始状态。经实验室负责人确认一切规范正常后，方能离开实验线站及实验室，否则值班人员不予在《课题完成情况表》签字。
5. 用户完全负责自带样品的回收及安全处理。

实验站白板使用

- a) 用户负责人名字，电话号码
- b) 是否已参加用户安全培训
- c) 用户实验类型、实验样品及其危险性

出现问题处理步骤:

发现一般事故→ 采取正确应对措施（电器断电、使用灭火器等） → 通知线站值班人员→电话通知相关部门（张江园区火警、安保、辐射安全应急或者仪器设备负责人等）

距离线站及辅助实验室最近的消防器材存放地点在 1072 室旁边的消防柜中

张江安防报警 2119

张江辐射安全应急 2115

张江消防安全应急与值班 15921856944