

# X 光繞射分析儀(XRD)

## 操作手冊



放置地點：綜合大樓 1F-132 室 XRD 實驗室

管理老師：阮弼群老師

管理實驗室：半導體實驗室

實驗室分機：6334

# XRD 操作步驟

**Model: Thin-film**

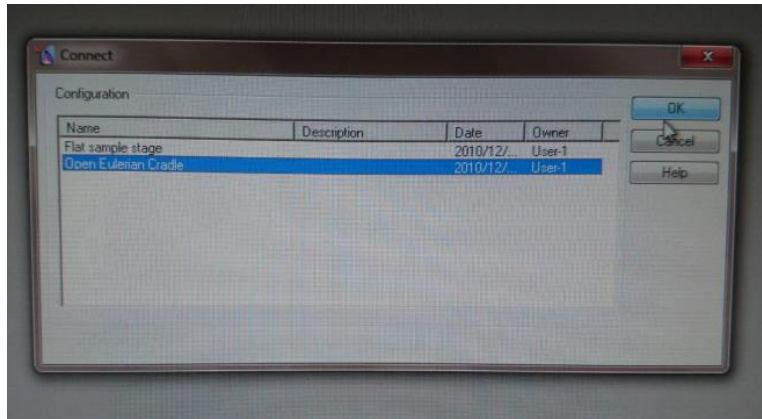
1. 檢查冷卻水水位(若未達標準水位請加入 RO 水)、溫度(若溫度有問題請直接通知管理員)。



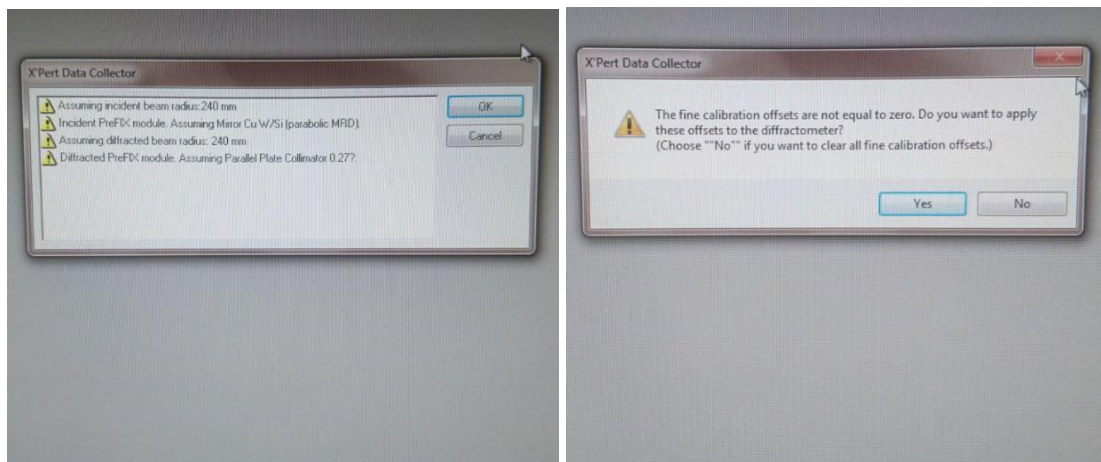
2. 請每次都要檢查除濕機，若達到滿水位請倒掉。
3. 機台的門打開將繞射端塑膠套拔起，檢查一下入射端衰减片(倍率:17563 倍)、繞射端狹縫(0.27)及接收狹縫為 1/8 是否有正確安裝在上面。



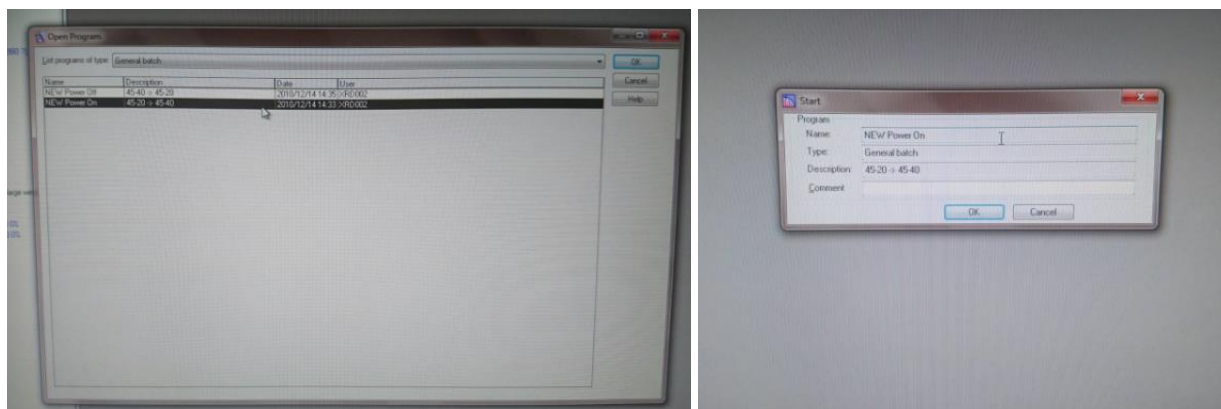
4. 電腦開機後選取檔名 XRD 之程式，依照各實驗室的帳號密碼輸入後即可進入程式。
5. 電腦與機台做連線(Instrument-Connect)，點選 ok。



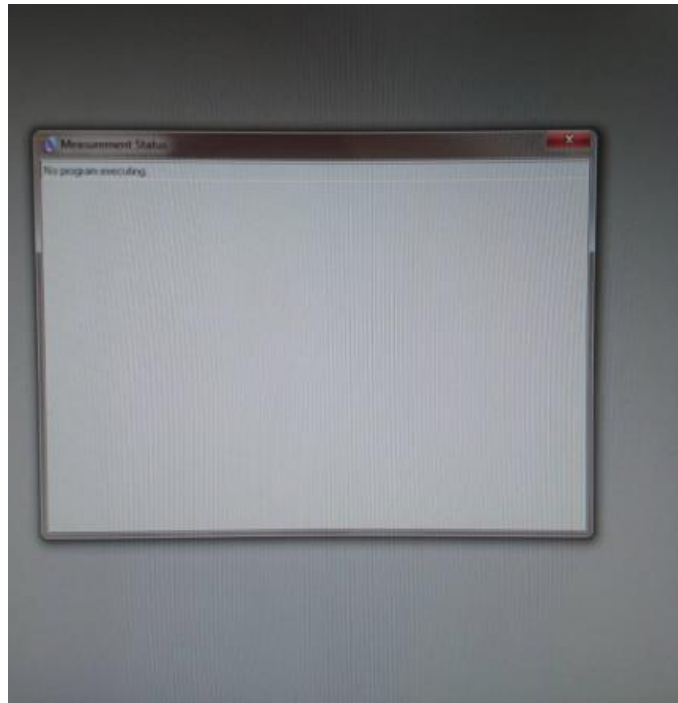
6. 再次點選 ok，會掉出是否沿用上一位使用者的校正，選擇 NO。



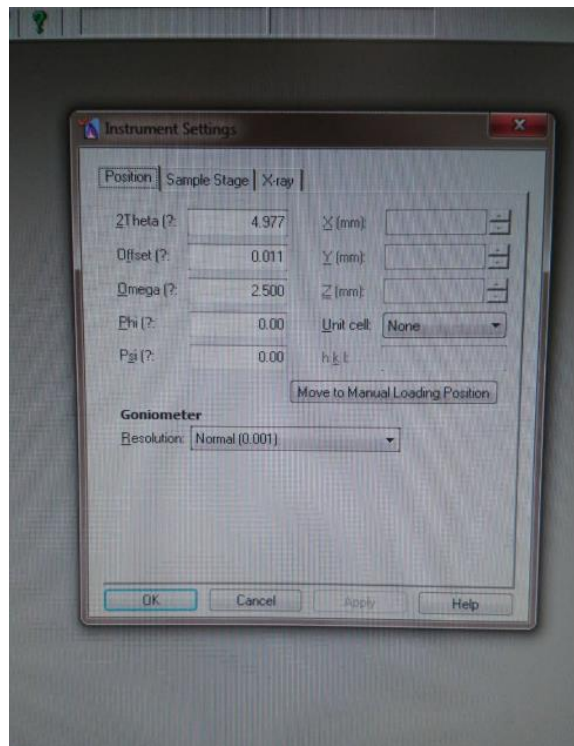
7. 將電壓電流調整為使用者(12KV-20Ma)調整為(40KV-30mA)。點選 Measure > Program > General batch > Power On。



8. 可點選 Measurement Status 查看目前狀況。

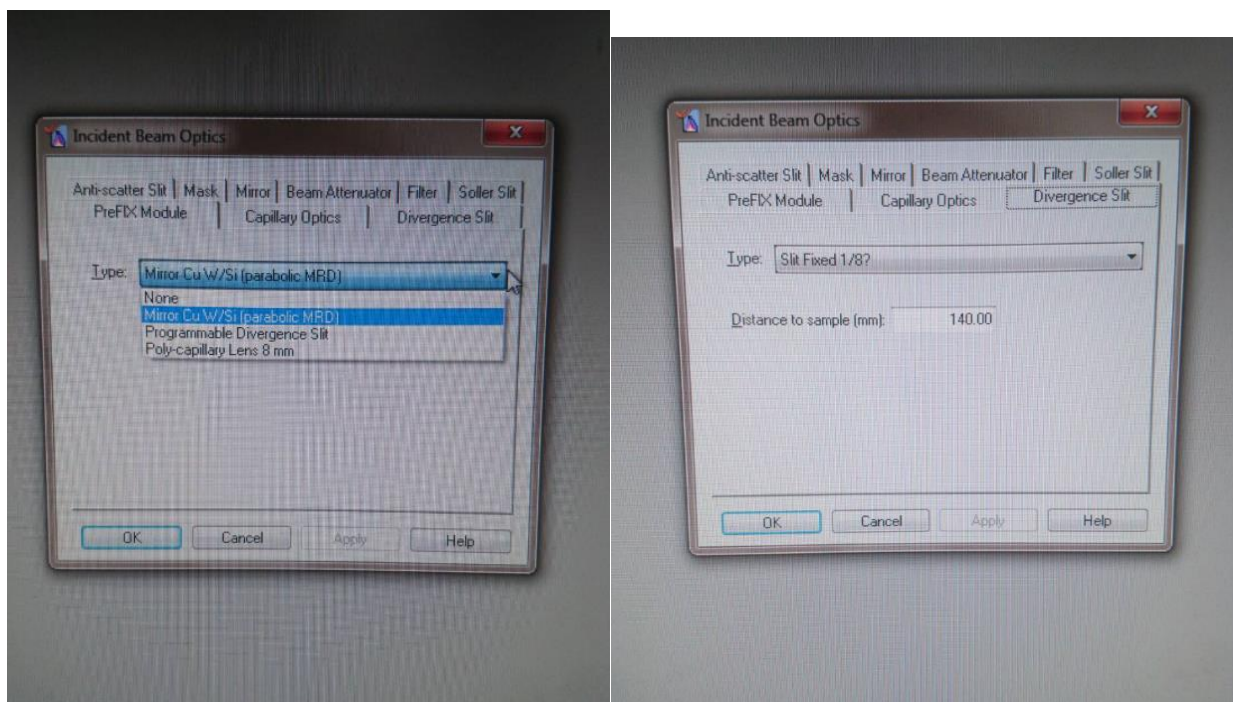


9. 調整校正參數 Instrument Settings > Diffractormter 將裡面的角度都設為 0。

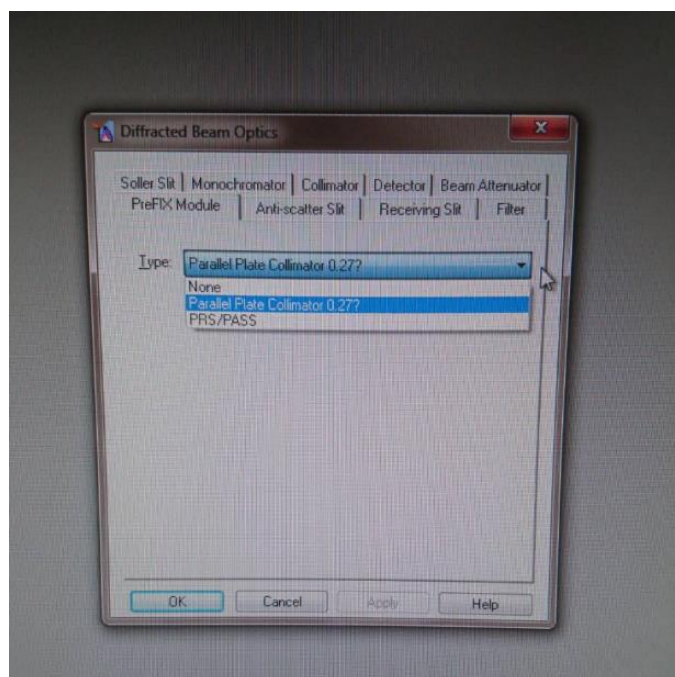


10. incident Beam Optics > Incident beam path 檢查是否為 MRD 以及 Slit Fixed 1/8?。

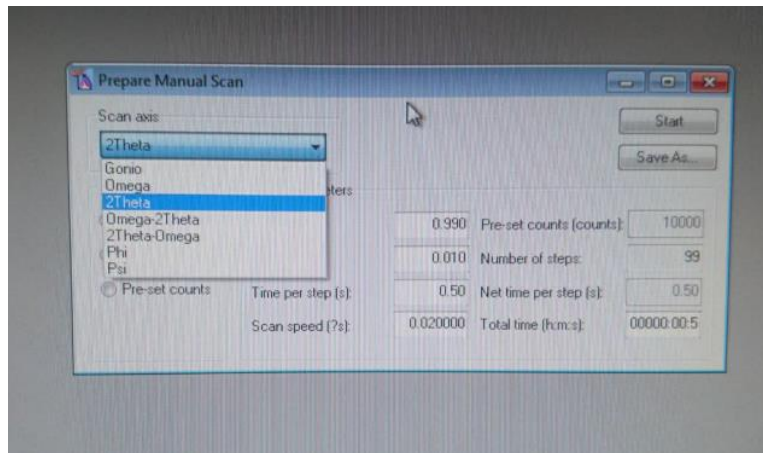




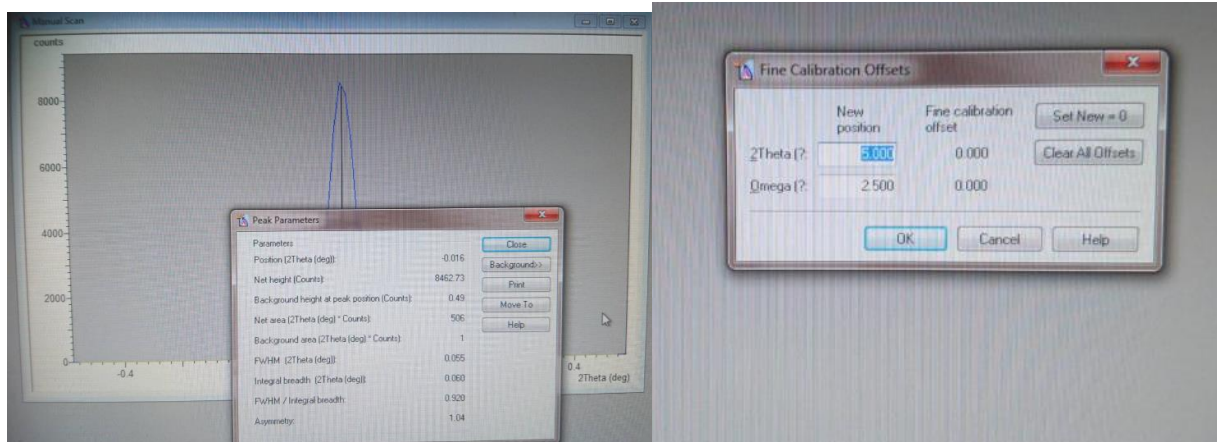
11. Diffracted Beam Optics > PPC\_PRS\_/PASS 檢查是否為 PPC 0.27?。




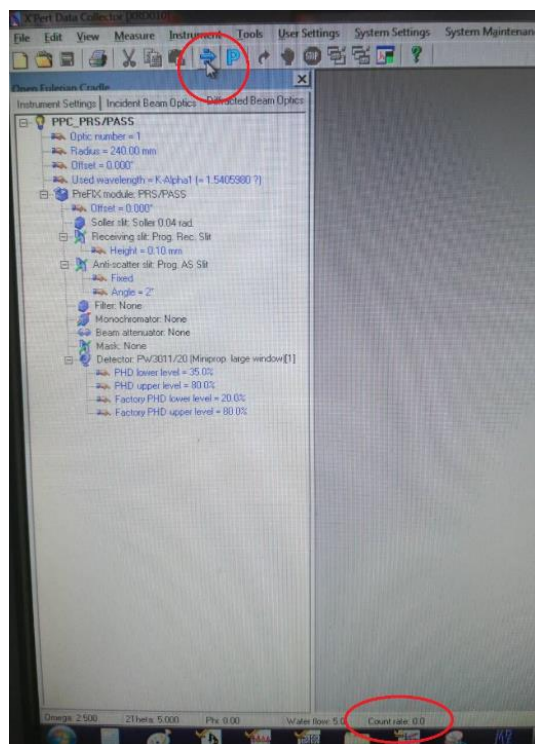
12. Measure > Manual Scan – 點選 2Theta 後按開始。



13. 結束過後按右鍵 Peak Mode > Move To > User Settings > Fine Calibration Offsets 內的 2Theta 調為零。

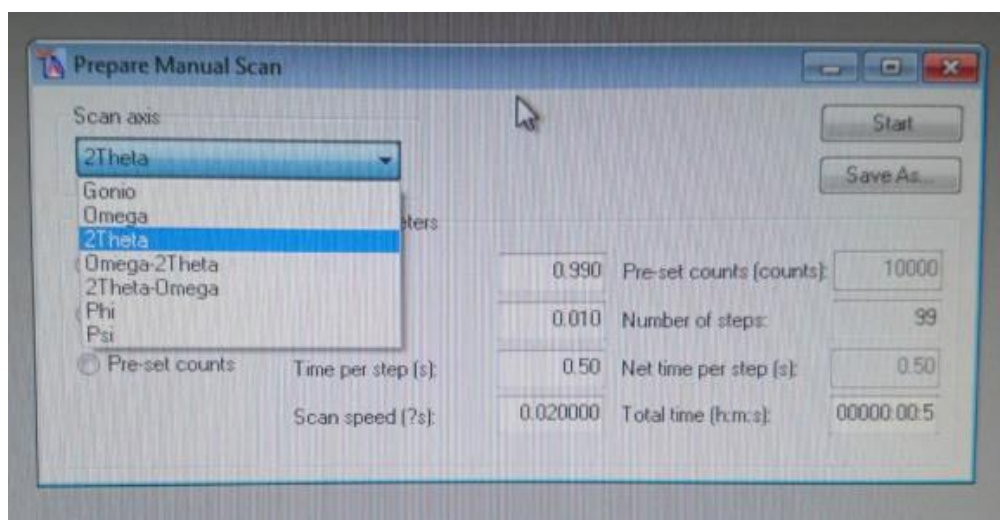


14. 按  後看視窗下方 count rate 的最高值多少。

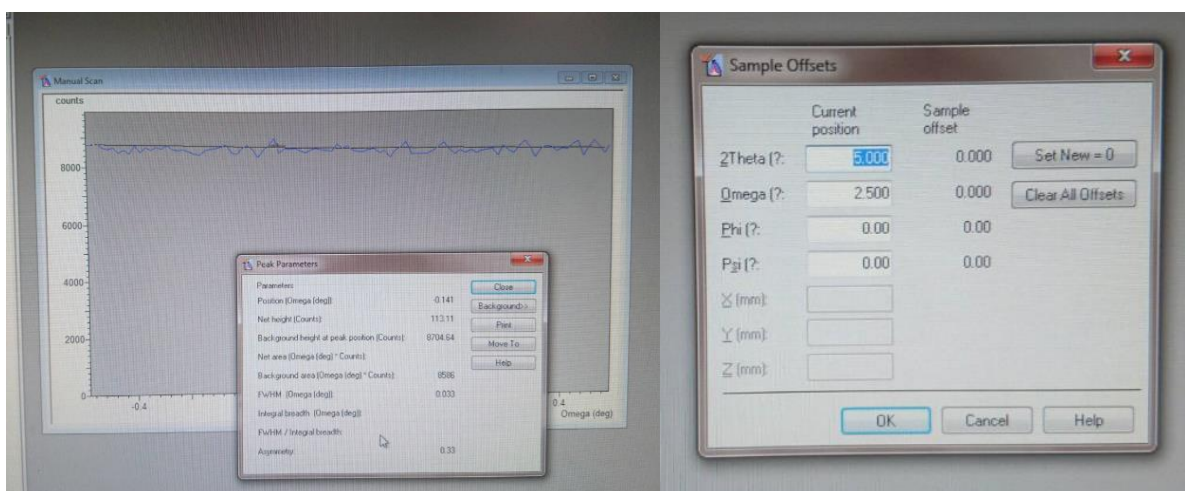


15. 把試片放在載台正中間，再按一次  看 count rate 需到達最高值的一半。

16. Measure > Manual Scan > 點選 Omega 後按開始。



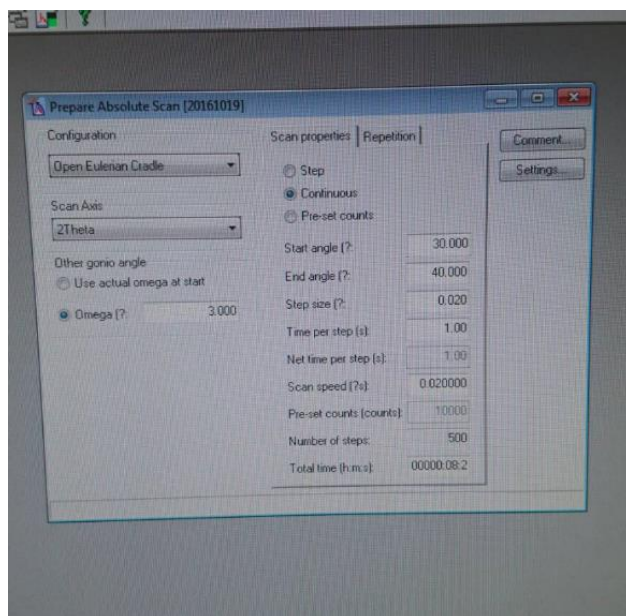
17. 結束過後按右鍵 Peak Mode > Move To > User Settings > Sample Offsets 內的 Omega 調為零。



量測時：

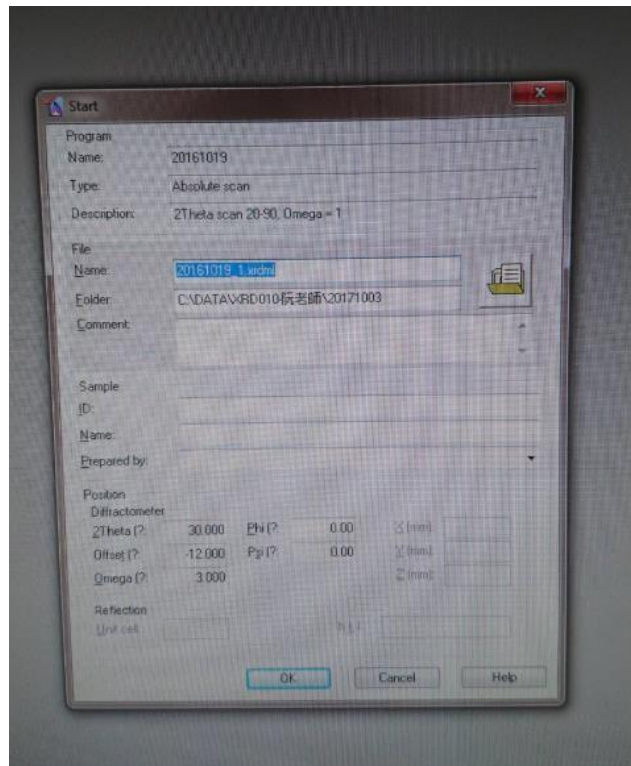
1. 先拔衰減片。

2. File > Open Program... > Absolute Scan > 選擇參數 > OK > OK > 調 start angle、End angle 後關閉。



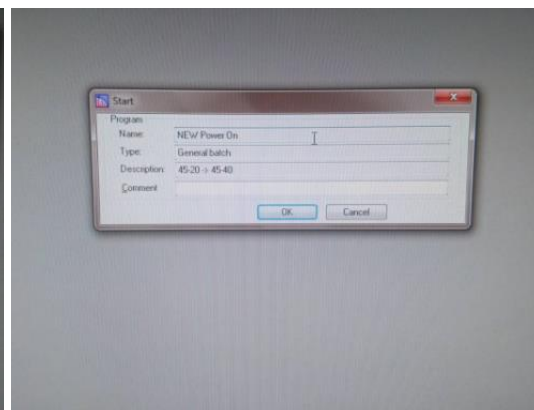
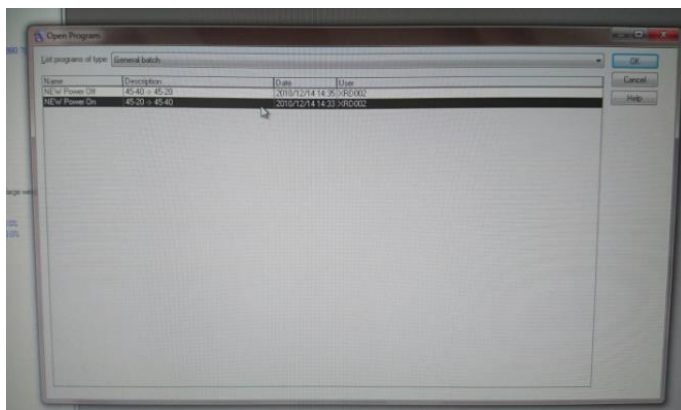


3. Measure > Program... > 確認是剛才選擇的參數 > OK > 更改檔名及路徑 > OK 開始量測。

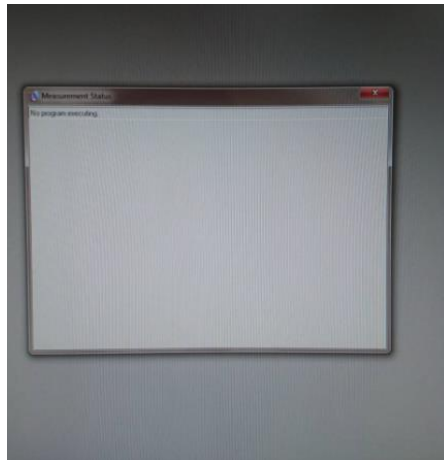


結束時：

1. 將電壓電流調整為使用者(40KV-30mA)調整為(12KV-20mA)。點選 Measure > Program > General batch > Power On。



2. 可點選 Measurement Status 查看目前狀況。



3. 衰減片插回去，將繞射端塑膠套蓋回去。

### **Model: Powder**

1. 檢查冷卻水水位(若未達標準水位請加入 RO 水)、溫度(若溫度有問題請直接通知管理員)。

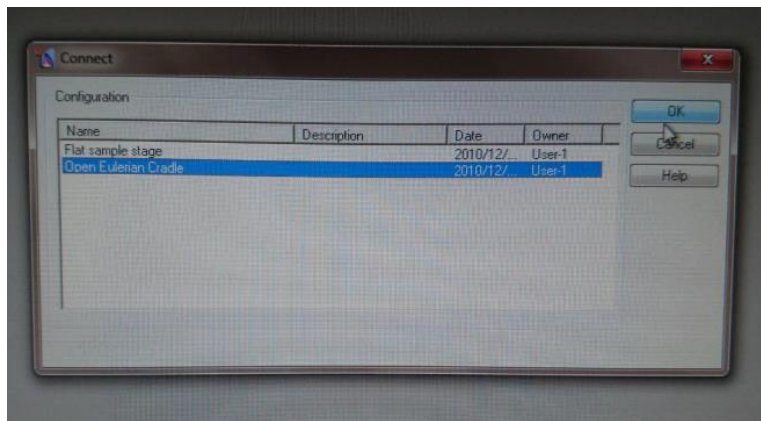


2. 請每次都要檢查除濕機，若達到滿水位請倒掉。

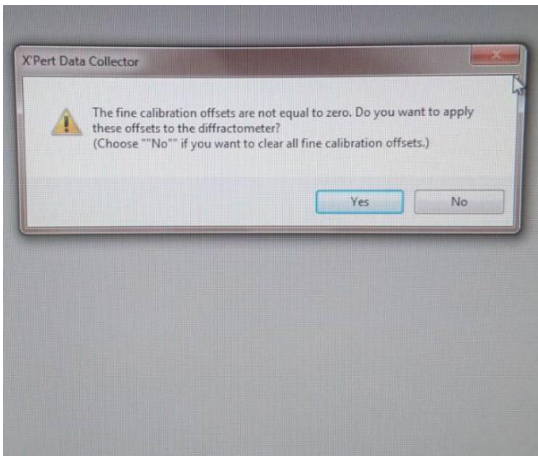
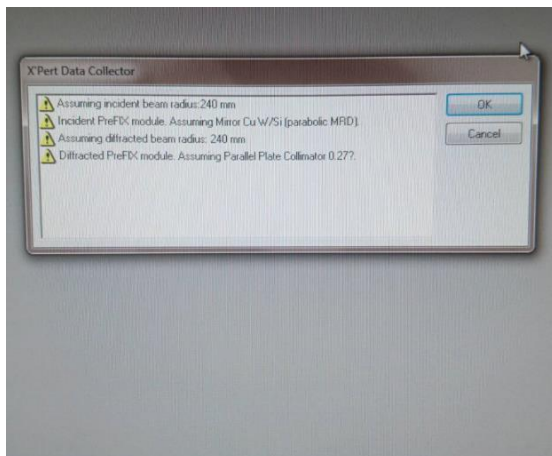
3. 機台的門打開將繞射端塑膠套拔起，更換 powder 的入射端及繞射端。



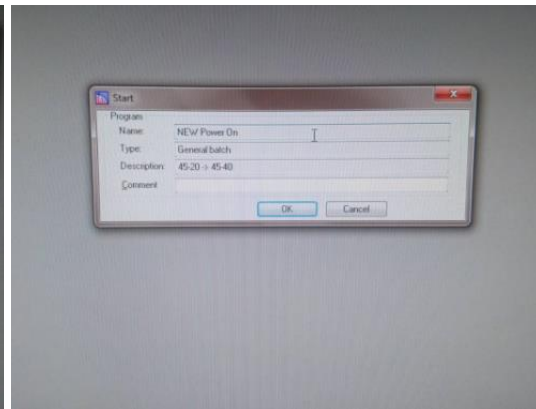
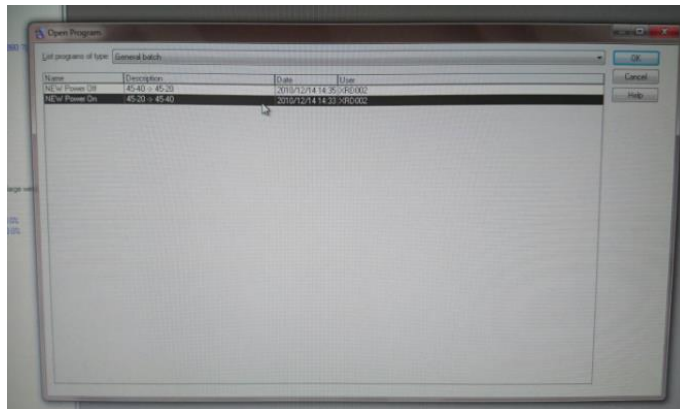
4. 電腦開機後選取檔名 XRD 之程式，依照各實驗室的帳號密碼輸入後即可進入程式。
5. 電腦與機台做連線(Instrument-Connect)，點選 ok。



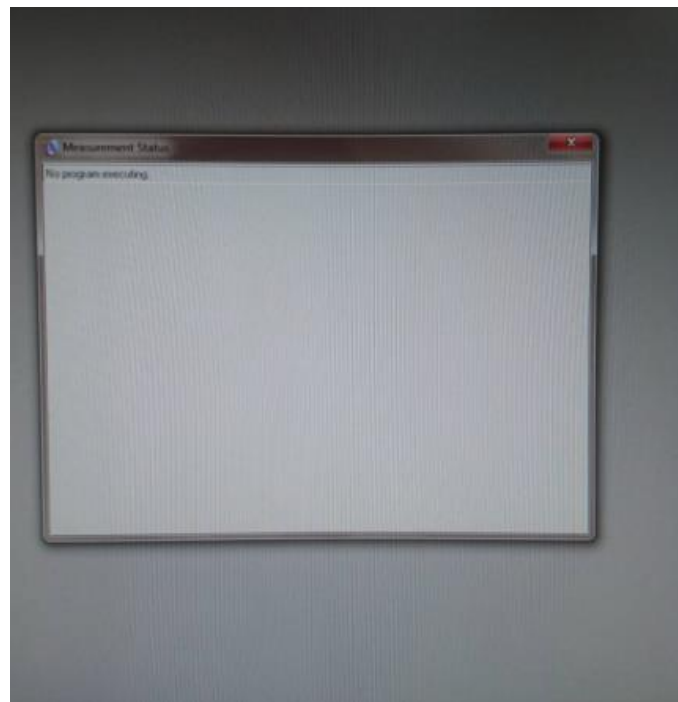
6. 再次點選 ok，會掉出是否沿用上一位使用者的校正，選擇 NO。



7. 將電壓電流調整為使用者(12KV-20Ma)調整為(40KV-30mA)。點選 Measure > Progam > General batch > Power On。

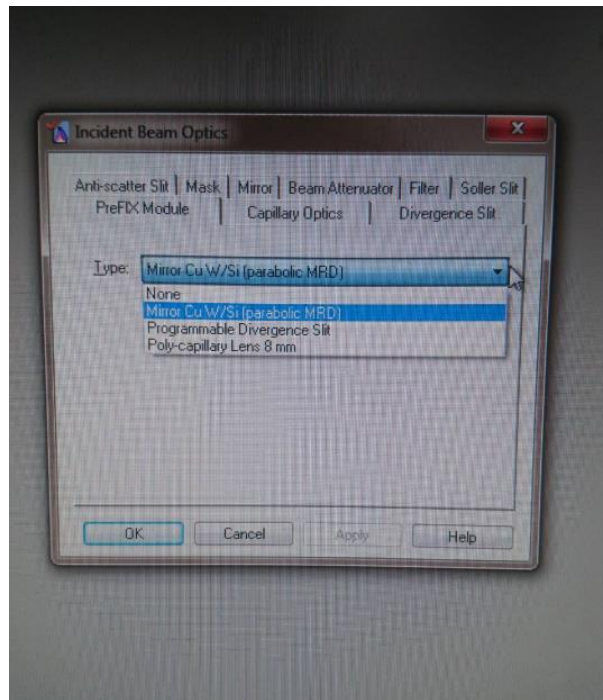


8. 可點選 Measurement Status 查看目前狀況。

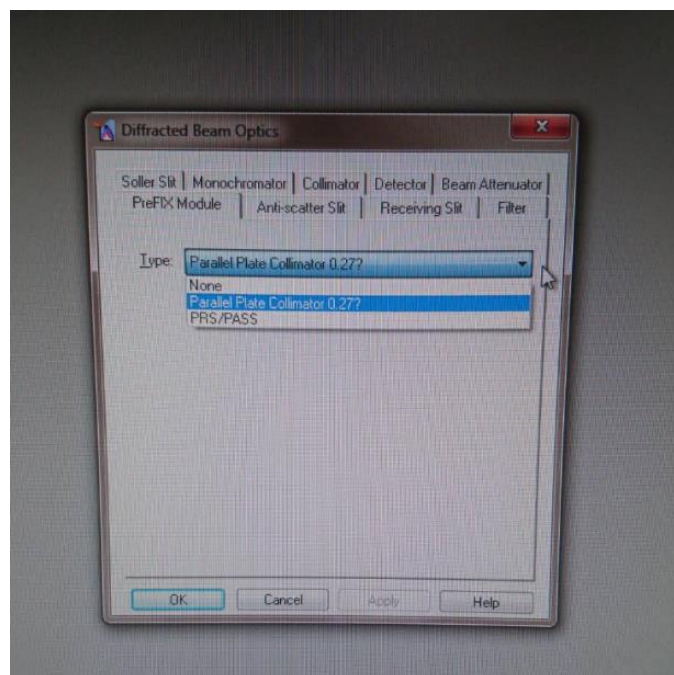




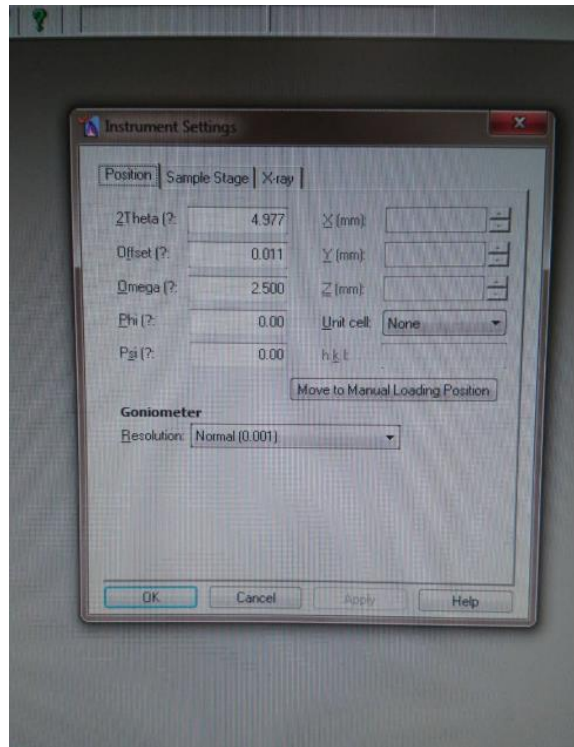
9. incident Beam Optics > Incident beam path > PreFIX Module 更改成 Programmable Divergence Slit 。



10. Diffracted Beam Optics > PreFIX Module 更改成 PRS/PASS 。



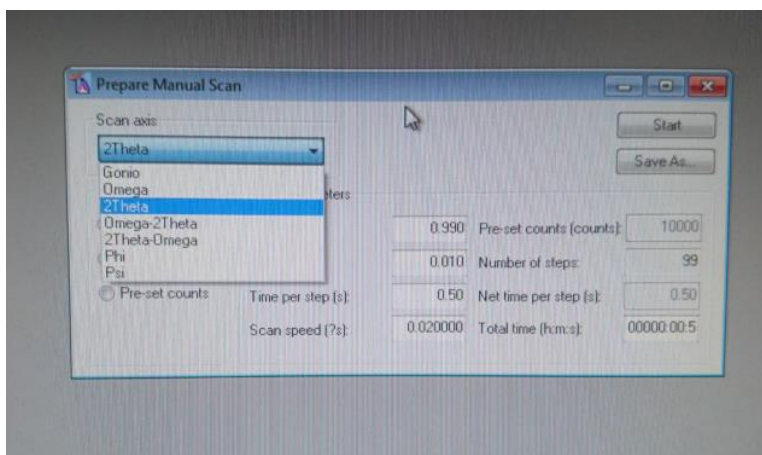
11. 調整校正參數 Instrument Settings > Diffractormter 將 2Theta 設為 28.41、Offset 設為 0，Omega 則為 2Theta 的一半。



12. 拿矽校正片放在載台上，量測高度，刻度需小 1 大 0。



13. Measure > Manual Scan > 選 Gonio > Start (Theta 注意在不在 28.41)。

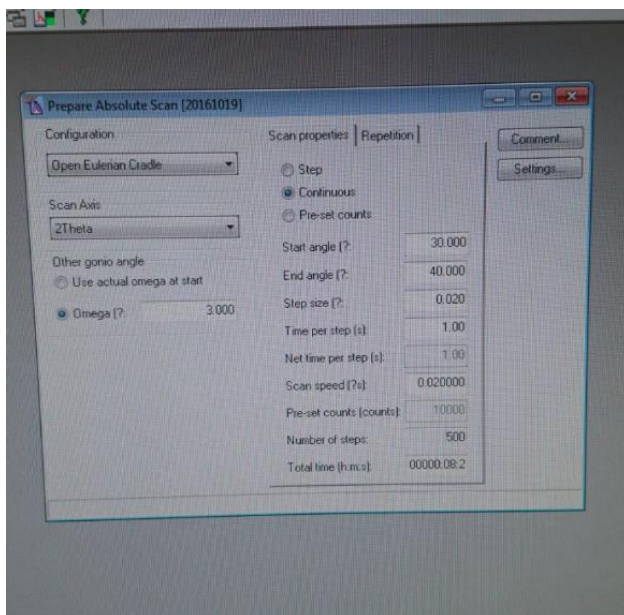


14. Peak Move 看一下有沒有在  $28.41 \pm 0.03$ ，沒有的話關閉視窗，轉動載台重新校正一次。

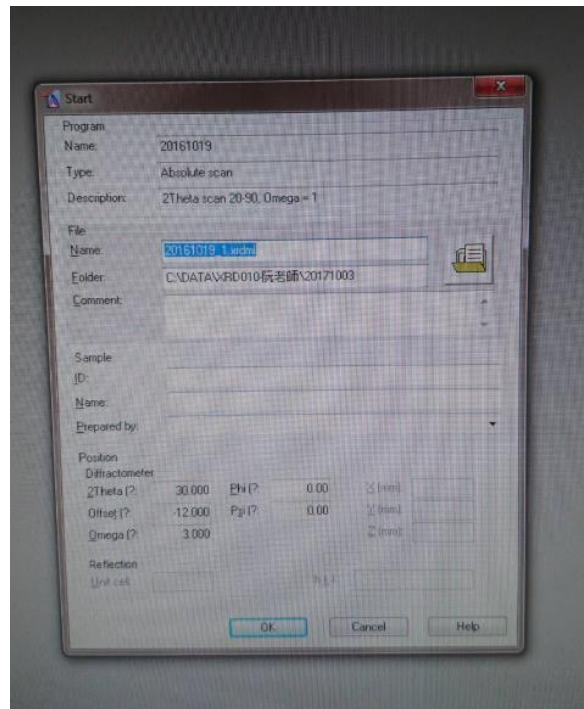
15. 確認載台高度後再把試片放上載台，將載台轉至確認後的高度。

## 量測時

1. File > Open Program... > Absolute Scan > 選擇參數 > OK > OK > 調 start angle、End angle 後關閉。

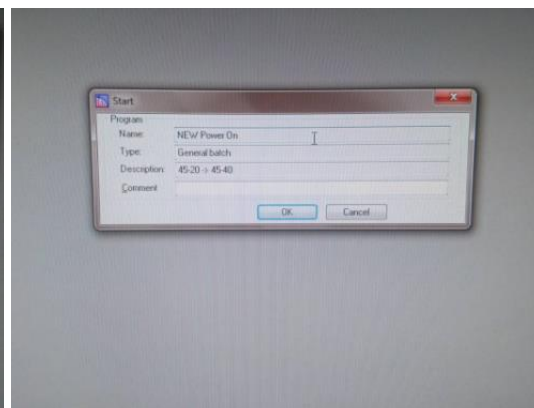
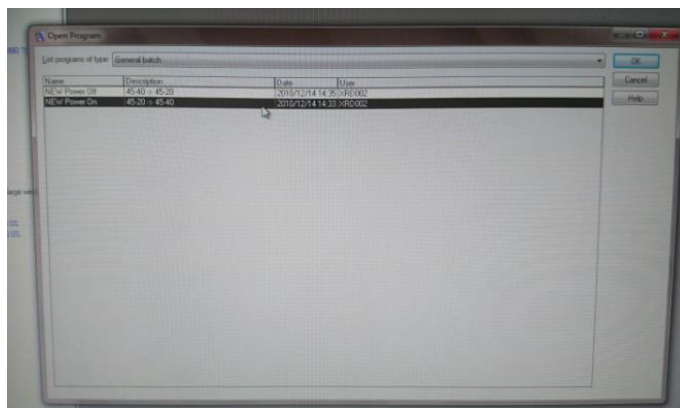


2. Measure > Program... > 確認是剛才選擇的參數 > OK > 更改檔名及路徑 > OK 開始量測。



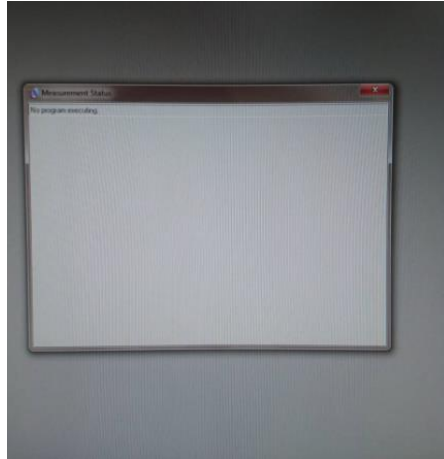
## 結束時

1. 將電壓電流調整為使用者(40KV-30mA)調整為(12KV-20mA)。點選 Measure > Program > General batch > Power On。



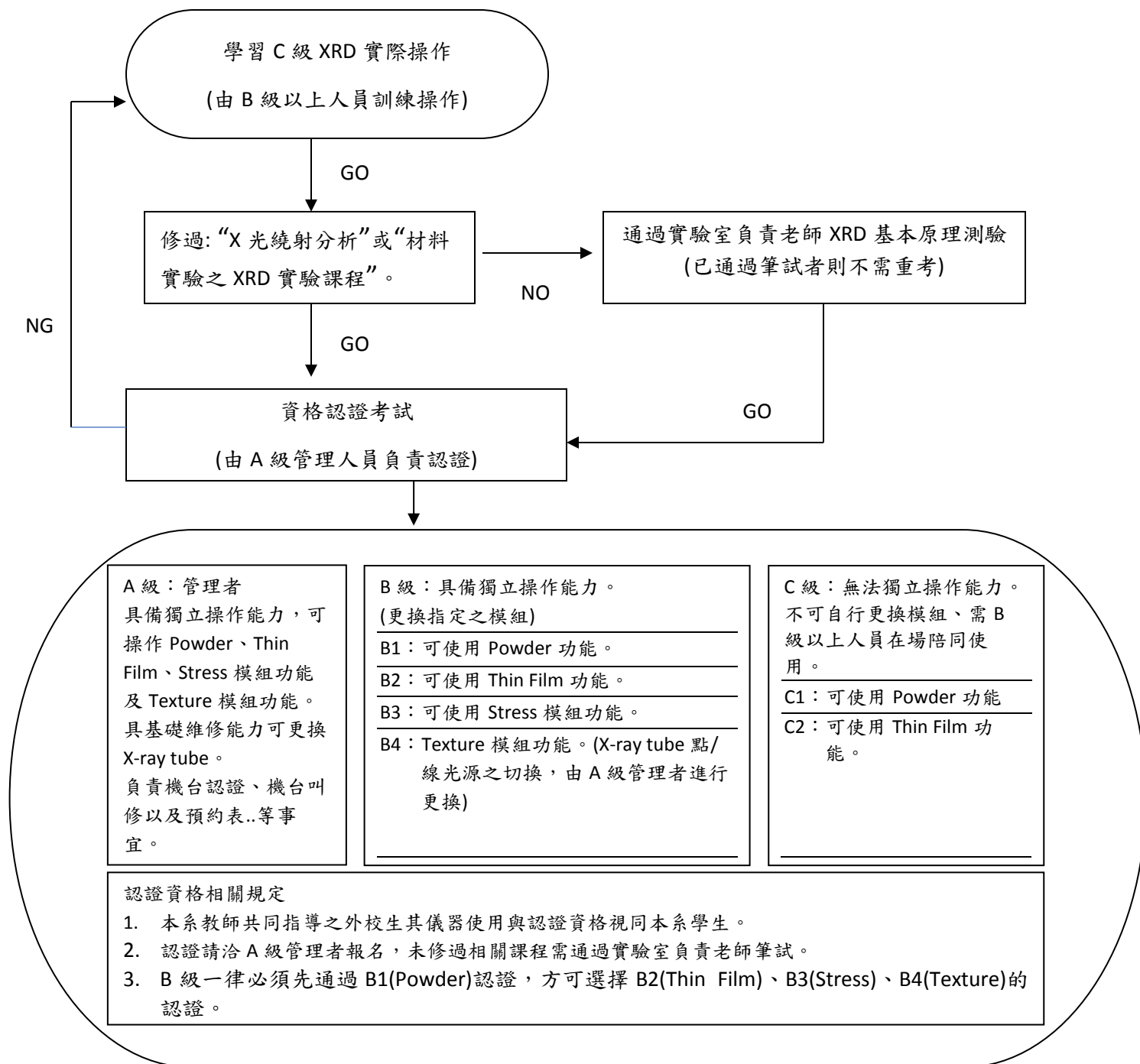


2. 可點選 Measurement Status 查看目前狀況。



3. 將 powder 的入射端及繞射端換回原來的模組。

# XRD 認證規範



# XRD 實驗室使用規範

1. 儀器使用操作人員分為 A、B、C 三種等級，除上課教學外，未經認證者嚴禁操作，

A 級：可自行獨立操作且具備儀器設備基礎維修能力

B 級：可自行獨立操作，但無維修能力

C 級：無獨立操作能力，使用時須有 B 級以上人員在旁監督

**(負責監督責任之 B 級以上人員務必確實督導，若因疏失導致儀器損壞，負責監督者須負完全責任)**

2. 使用儀器前均須確實填寫 **XRD 使用登記表**，使用儀器後須確實填寫 **XRD 關機後檢查項目表**，若經電腦記錄核對發現未確實填寫紀錄本者，第一次警告，如果再犯每次停權二星期。停權兩次以上者，取消使用資格，三個月內不得重考。
3. 開機時需確認冷卻水水壓、溫度與水量，關機需等電壓電流達 0 值再等 15 分鐘後才能關掉冰水機。開機及關機已請廠商設定程式控制，操作者必須按程式執行，未依上述規定自行升降電壓電流者，停權一個月。如果再犯，則取消使用資格，且不得重考。**重大違規者，處以停權期間視情況而定。**
4. 因使用不當，至使電壓電流急速升降，或因更換 X-ray tube 未按規範操作等人為因素而造成 X-ray tube 損害，使用者須負責賠償責任，並永久停權。**嚴禁任意修改 XRD 內部參數及軟體設定，如果有需要，必須告知管理者，會同解決。**
5. 使用時檔案統一存放在 D 槽，並以學號命名個人資料夾，使用完畢時請自行攜帶隨身碟將資料備份，禁止將檔案存放於 Windows 桌面。**硬碟中資料會不定期清除。**
6. 實驗室內禁止喧嘩吵鬧；除無糖份飲品外實驗室內禁止飲食或存放食物。
7. 外校人士使用本儀器，須經過實驗室負責老師之同意。