

行政院國家科學委員會專題研究計畫 成果報告

改善基礎研究設施- x-ray 繞射儀 研究成果報告(精簡版)

計畫類別：個別型
計畫編號：NSC 98-2738-M-009-001-
執行期間：98年08月01日至99年07月31日
執行單位：國立交通大學電子物理學系(所)

計畫主持人：陳振芳

處理方式：本計畫可公開查詢

中華民國 99 年 12 月 30 日

行政院國家科學委員會補助專題研究計畫

改善基礎研究設施- x-ray 繞射儀

計畫類別： 個別型計畫 整合型計畫

計畫編號：NSC 98-2738-M-009-001-

執行期間：98 年 8 月 01 日至 99 年 7 月 31 日

計畫主持人：陳振芳

共同主持人：

計畫參與人員：

成果報告類型(依經費核定清單規定繳交)： 精簡報告 完整報告

本成果報告包括以下應繳交之附件：

赴國外出差或研習心得報告一份

赴大陸地區出差或研習心得報告一份

出席國際學術會議心得報告及發表之論文各一份

國際合作研究計畫國外研究報告書一份

處理方式：除產學合作研究計畫、提升產業技術及人才培育研究計畫、
列管計畫及下列情形者外，得立即公開查詢

涉及專利或其他智慧財產權， 一年 二年後可公開查詢

執行單位：交通大學 電子物理系

中 華 民 國 99 年 12 月 30 日

一、報告內容：

1. 前言

許多材料的特性常與物質中電子的行為有密切的關係。當電子與電子之間有很強的交互作用時，許多現象就無法以近似自由電子或是弱交互作用的傳統理論來描述。在這些所謂的強交互作用的電子系統中，若是電子的自旋，電荷，運動軌域，及晶格結構又相互耦合在一起時，則許多新的不可預期的複雜有趣的物理現象就會產生。另外，若是當物質的尺寸縮小到奈米的大小，則也可能因為量子效應而產生不同於巨觀的一些新奇物理現象。目前在凝態物理領域中的主要挑戰或課題之一，就是要了解這些強關聯電子系統中電子的各種行為機制，以便日後能夠創造出更多有特殊用途及實用價值的新穎材料。研究強關聯及複雜電子系統是目前固態物理領域中非常熱門及重要的課題之一，世界上知名的 Science 及 Nature 期刊常刊登相關的研究文章，國外許多著名的研究機構或大學，如 Cavendish Laboratory (U.K.), Institute for Complex Adaptive Matter (USA), The Canadian Institute for Advanced Research (Canada), 及 Kyoto University(Japan)等都先後成立所謂的 Quantum Matter 研究計畫，目的就是要探討強關聯及複雜電子系統中所出現的各種量子及多體物理的複雜問題，因為這個研究主題不只在物理上有研究價值，更在未來科技的應用上有無窮的潛力。

因此，我們提出研究重費米金屬及過渡金屬氧化物這兩類非常熱門的強關聯複雜電子材料，探討其在各種極端物理環境底下(低溫、高壓、高磁場、小尺寸)，電子行為所受到的影響，及可能出現的各種物理現象或相變。我們研究方法也利用核磁共振光譜儀，來觀察這些材料中細微局部的電子結構及行為，以便了解目前在這些材料中有關磁性，超導，量子臨界相變，巨磁阻，奈米效應，及多鐵性的各種有趣的物理問題。

為了研究量子物質相變與結構的關係，我們提議建立一套較先進的 X 光繞射儀系統。X 光照射實驗可以提供物質晶格的大小與晶格中原子的種類與位置，也可以判定薄膜成長的方向性與品質，並能決定奈米粒子的尺寸。X 光繞射不僅是一種非破壞性之分析方法，甚至可以在不同的分析條件下，如溫度、壓力、磁場等特殊環境下進行分析研究。

2. 儀器之採購與安裝

首先感謝國科會補助新台幣四百萬元，及交大提供的新台幣一千萬元配合款，讓先進X光繞射儀的計畫得以實現。本先進X光繞射儀於2010年4月完成安裝測試，並於2010年5月進行使用人員的教育訓練，接著在2010年6月開放使用，目前由材料系呂志鵬教授負責管理。此先進X光繞射儀包含兩部份，一為針對經常使用之 θ -2 θ 量測所設計之簡單型機台(D2 Phaser)，如下圖所示。另一為針對高階量測功能而設計之專業機台(D8 Discover)，如下圖所示。

<D2 Phaser>



<D8 Discover>



3. 使用單位與人員

交大電子物理系：陳振芳、莊振益、吳光雄、溫增明、羅志偉、楊本立等教授。

交大物理所：林志忠、林俊源等教授。

交大材料系：呂志鵬、朱英豪等教授。

4. X光繞射儀設置後之管理辦法

D2 Phaser System

【機台權限 (Access)】

- 僅開放給全部材料與電物所師生使用
Only open to all members of MSE & EP dep.

【訓練及考核 (Training & Qualification)】

- 均採電郵預約制，預約申請寄至 christinenikky@msn.com
Please e-mail to christinenikky@msn.com to reserve a training course or a qualification test.
- 訓練課程共兩次，每次一小時
Users have to take 2 times courses for operation (1 hour/course).
- 訓練課程包含：
The training course included:
 - Introduction of instrument
 - Operation configuration / software
 - Optical accessories selection
 - Installation of stages
 - Sample calibration
 - Data analysis (option)
 - File exchange
- 訓練結束後，隔週方可申請考核
Users can apply a qualification after the next week of the training courses finish.

【使用規範 (Operation Rules)】

- 使用者必須繳交三小時輻射安全講習證書 (每年更新)
Users are asked to give "Radiation Safety Certification" (renew yearly)
- 每次最多預約 4 小時，實驗完成後方可預約下一時段
The maximum reservation is 4 hours. Users can book next term when they finish previous reservation
- 15 分鐘內未到者，視同放棄。三次無故未到者，將停權一個月
The reservation will be canceled if user does not attend in 15 min. The access will be suspended for 1 month if user does not attend in 3 times
- 三個月內未使用者，將停權。必須重新接受考核。
The access will be suspended until user passes the qualification again, if user does not use the instrument for 3 month.

儀器管理老師：呂志鵬
儀器 技術員：麥威方
儀器 助教：邱詩雅

D2 Phaser (Linear detector)
 Powder diffraction (Basic operation)
【機台簡介：開關機、按鈕功能與基本操作】
【操作介面：Diffrac measurement & XRD wizard 之操作】
【測試樣品：Bulk, Powder & Thin-film】
【樣品載台：General stage & no background holder】
【掃瞄模式：Locked couple ($\theta/2\theta$) & Phi (ϕ) scan】
【分析軟體：EVA】
【轉檔軟體：RAW File Exchange】

【機台簡介 Introduction of instrument】
 ↓
【開軟體 Operation configuration / software】
 Diffrac measurement
 ↓
【放 sample Installation of stages】
 Holder selection
 General stage, no background holder, & bulk
 ↓
【快掃】 (若要存檔需手動存檔)
 ↓
【設參數檔】
 XRD wizard
 ↓
【Measurement】
 ↓
 Data analysis (option)
 ↓
【轉檔 File exchange】
 ↓
【關軟體】
 ↓
【存檔】 (CD-RW 或 USB)

【機台簡介 Introduction of instrument】

Source & detector 在動，stage 不動
 300W 以風扇冷卻
 開完後只亮 on
 always 30 kV, 10 mA
 X-ray 要予以手動 on or off
 always locked couple scan
 可旋轉，故 phi 可調，rotation: 60 rpm

detector 分為 線&點 detector，可設幾度收 signal

PSD fixed 3-5 度內重複收 signal
 PSD 5 度 和 1 度之差異: background 有差異, resolution 基本上一樣
 if PSD=5 度， 2θ min 2.5° 開始打(建議)
 coupled theta (locked coupled scan)
 每 3-5 度收 data
 正負 0.02 度的誤差
 Requested 打勾

【開軟體 Operation configuration / software】

Diffrac measurement
【快掃】 (若要存檔需手動存檔)
【Int】 初始化 (所有軸歸位)
 除非 axis 有出現 ! or X, 否則 **【Int】** 可做可不做
 ↓
 detect **【LynxEye】**
 PSD[0D mode]Lynxeye 點偵測器 or
 PSD Lynxeye 線偵測器
 ↓
 scan type **【Coupled Theta/Two Theta scan】**
 ↓
 scan mode **【continuous】**
 ↓
 輸入 2θ start **【】**, increment **【】**, stop **【】**
 Time (s) **【】** 輸入數值處有 4 處
 有 auto repeat 的功能
 ↓
 按 **【start】** 開始量測

快掃手動存檔

File→ Save Last Measure Rawfile→.bsml

File→ Save Last Measure Rawfile→V3

Rawfile.raw

在另一台 PC 用網路芳鄰將 data 存回去

【設參數檔】

XRD wizard

可設 wizard, 副檔名 bsml

start job (2nd 頁面) file location 均固定

參數檔叫進來後, 右下角 **【start job】**

量完以後會有兩個檔案

.brml

.raw

【轉檔 File exchange】

Rawfile exchange

↓

選 UXD

↓

存在 local disk (處理數據的那台 PC)

【Others】

- 每換一個 sample, X-ray source 要先 off
- 按 **【Int】** 將軸都歸位, sample 較好取出
- holder stage 用酒精擦
- 同一個 sample 可分段掃

D8 Discover System

【機台權限 (Access)】

- 僅開放給部分材料與電物所師生使用 (每間實驗室 兩 人)
Only open to partial members of MSE & EP dep. (2 ppl/lab)
 - 使用執照共分 A、B 兩級：
There are two licenses, A- and B-class:
 - ✧ **B-class: Basic Operation**
 - Introduction of instrument
 - Operation configuration / software
 - Optical accessories selection
 - Installation of stages
 - Sample calibration
 - Data analysis (option)
 - File exchange
 - ✧ **A-class: Advance Functions (option)**
 - Heating Chamber
 - Capillary Stage
 - Tilt Stage
 - HRXRD
 - XRR
 - SAXS (2D detector)
 - GISAXS (2D detector)
 - Texture (2D detector)
 - Residual stress (2D detector)
 - 取得 B 級執照後，使用者必須累積 5 次使用經驗，方可申請 A 級執照之訓練。
Every user has to finish 5 times works after pass the B-class license certification, and then can apply training courses of A-class license
 - 目前二維偵測器與點偵測器，僅能由技術員與助教更換。有需要更換者請再提出申請。
For now, the 2D/point detector only can be changed by engineer and TA. Please tell the engineer and TA, if you want to use different detector.
-

【訓練及考核 (Training & Qualification)】

- 均採電郵預約制，預約申請寄至 kimantut@yahoo.com.tw
Please e-mail to kimantut@yahoo.com.tw to reserve a training course or a qualification test.
- B 級訓練課程需三次，每次一小時
Users have to take 3 times courses in B-class license for basic operation (1 hour/course).
- A 級訓練課程每項需兩次，每次一小時
Users have to take 2 times courses in A-class license for every function (1 hour/course).
- 訓練結束後，隔週方可申請考核
Users can apply a qualification after the next week of the training courses finish.

【使用規範 (Operation Rules)】

- 使用者必須繳交三小時輻射安全講習證書 (每年更新)
Users are asked to give “Radiation Safety Certification” (renew yearly)
- 每次最多預約 4 小時
The maximum reservation is 4 hours
- 實驗完成後方可預約下一時段
- Users can book next term when they finish previous reservation
- 15 分鐘內未到者，視同放棄
The reservation will be canceled if user does not attend in 15 min.
- 三次無故未到者，將停權一個月
The access will be suspended for 1 month if user does not attend in 3 times
- 三個月內未使用者，將停權。必須重新接受考核。
The access will be suspended until user passes the qualification again, if user does not use the instrument for 3 month.

儀器管理老師：呂志鵬
儀器 技術員：麥威方
儀器 助教：車牧龍

D8 基本執照考試及訓練內容

1. X 光繞射儀前方各開關及按鈕之意義。例如 I. O. generator. alarm .busy..... 等等。
2. 儀器內各部位及其作用，包含：
 - a、 X-ray tube
 - b、 Primary optics (包括 absorber 及 Gobel mirror)
 - c、 Holder stage
 - d、 Secondary optics (包括 soller 或 anti scatter slit)
 - e、 Detector
 - f、 解釋系統七個軸向意義 (X,Y,Z, ω , ϕ , χ , 2θ 等等)
3. 基本執照可自行選擇與更換的配件
 - a、 Primary optics
 - i. Slit & short soller
 - b、 Holders
 - i. Vacuum chucks
 - ii. Quick holder
 - iii. 並利用墊片調整至所需要的高度(大約 4 公分高)。
 - c、 Secondary optics
 - i. Long soller (兩種角度)
 - ii. Anti scatter 的 slit (不同的狹縫 0.1mm 0.2mm 1mm.....等等)
 - iii. 可問 primary optics 放 4 晶單色器 monochromator。
4. 軟體操作
 - a、 XRD Commander
 - i. 各功能按鈕的意義 (抽問)
 - ii. Initialize drives 的意義與使用時機
 - iii. 機台參數設定
 - Get position (load/unload sample)
 - Move drives
 - Absorber setting
 - Working voltage, current setting
 - iv. 試片校正與其意義
 - detector scan (options)
 - Z scan
 - rocking curve
 - Z scan
 - v. 試片量測
 - Scan types 代表的意義 (ω 與 2θ 之間轉動的關係)

- Locked couple
 - Unlocked couple
 - $\omega/2\theta$
 - $2\theta/\omega$
 - Rocking curve
 - Detector scan
- 瞭解 Step size、time/step 選擇與總實驗時間之間的關係
 - 執行實驗
- vi. 存檔
- b、XRD wizard (Job measurement)
- i. 如何開啓一個新的設定 New file XRD
 - ii. 設定中各參數的意義 (產生 DQL 檔案)
 - iii. 如何以 XRD commander 執行 DQL 檔案。
 - iv. 是否瞭解快掃與慢掃的差別 (實驗結果 & 存檔步驟差異)
 - 快掃：XRD commander→Adjust)
 - 慢掃 XRD commander→Job measurement
5. 實驗結果分析 (視情況決定是否要問)。
6. 檔案格式轉換
- a、*.RAW → *.UXD or *.TEXT
7. 實驗結束後，機台的復原步驟：
- a、將電壓電流降至 20kV & 5 mA
 - b、將所有軸向歸位 (get position: load/unload sample)
 - c、差所有配件拆卸復原
-

二、執行本計劃之相關成果與著作：

Journal papers

1. Ming-Yi Hsu , Wei-Chun Yang , Hsisheng Teng, and Jihperng Leu*,
“*Microstructure and composition of TiO₂ nanotube arrays fabricated with HF and NH₄F electrolytes and their evolution during annealing*”,
Journal of The Electrochemical Society, *in Press* (2010).
SCI, NSC 98-2738-M-009-001-
2. C. W. Luo*,
“*Observation of vortex-like excitations in Pr-doped YBCO thin films from femtosecond spectroscopy*”,
Physica C, *in Press* (2010)
SCI, NSC 98-2112-M-009-008-MY3, 98-2738-M-009-001-
3. C. W. Luo*, T. C. Huang, M. T. Chiang, K. H. Wu, J. Y. Juang, J.-Y. Lin, and T. M. Uen,
“*Anisotropic ultrafast dynamics of quasiparticles on CuO₂ planes of Y_{0.7}Ca_{0.3}Ba₂Cu₃O_{7-δ}*”,
J. Supercond. Nov. Magn. *in Press* (2010)
SCI, NSC 98-2112-M-009-008-MY3, 98-2738-M-009-001-
4. K. H. Wu*, I. C. Gou, C. W. Luo, T. M. Uen, J.-Y. Lin, J.Y. Juang, C. K. Chen, J. M. Lee and J. M. Chen,
“*Anisotropic electronic structure in single crystalline orthorhombic TbMnO₃ Thin Films*”,
Thin Solid Films **518**, 2275 (2010).
SCI, NSC 98-2112-M-009-008-MY3, 98-2738-M-009-001-

Conference papers

1. S.Y. Chiu, H.L. Hsu, M.L. Che, and Jihperng Leu,
“*Synthesis, pore morphology, and dielectric property of mesoporous low-k material PSMSQ using a reactive high-temperature porogen, TEPPS*”,
ECS oral section E7-1103O (2011).
NSC 98-2738-M-009-001-
2. Thuy Chi, Chih Wang, Jihperng Leu,
“*Improved properties of ITO films on flexible PET using excimer laser annealing*”,
2010 International Electron Devices and Materials Symposia (2010).
NSC 98-2738-M-009-001-
3. Hong-Hanh Vu, Taiy-In Lin, and Jihperng Leu,
“*IStress Behavior of Indium Tin Oxide Films Sputtered on Different Substrates*”,
2010 MRST (2010).
NSC 98-2738-M-009-001-

三、計畫成果自評：

本計劃在國科會的補助及交大的支持下，於今年初順利完成 X 光繞射儀的採購，緊接著在 5 月完成安裝測試及操作人員之教育訓練。在完善的管理與使用規範下，截至目前為止機台的使用一切正常。功能上也滿足各研究群之需求，在開放使用後短短半年間即有許多成果產出。此計劃的執行已訓練參與學生對 X 光的產生、X 光繞射原理和 X 光繞射技術的應用範圍等知識與實作有所嫻熟。未來，此 X 光繞射儀將能協助我們培養一批具基本凝態物理知識背景的優秀年輕人。這樣的投資，對我國未來不論是凝態物理的基礎研究，或是產業未來可能的應用科技發展，都將有不可忽視的貢獻。

國科會補助計畫衍生研發成果推廣資料表

日期:2010/12/30

國科會補助計畫	計畫名稱: 改善基礎研究設施- x-ray 繞射儀
	計畫主持人: 陳振芳
	計畫編號: 98-2738-M-009-001- 學門領域: 其他凝體-實驗
無研發成果推廣資料	

98 年度專題研究計畫研究成果彙整表

計畫主持人：陳振芳		計畫編號：98-2738-M-009-001-				計畫名稱：改善基礎研究設施- x-ray 繞射儀	
成果項目		量化			單位	備註（質化說明：如數個計畫共同成果、成果列為該期刊之封面故事...等）	
		實際已達成數（被接受或已發表）	預期總達成數（含實際已達成數）	本計畫實際貢獻百分比			
國內	論文著作	期刊論文	0	0	100%	篇	
		研究報告/技術報告	0	0	100%		
		研討會論文	3	3	100%		
		專書	0	0	100%		
	專利	申請中件數	0	0	100%	件	
		已獲得件數	0	0	100%		
	技術移轉	件數	0	0	100%	件	
		權利金	0	0	100%	千元	
	參與計畫人力（本國籍）	碩士生	0	0	100%	人次	
		博士生	0	0	100%		
		博士後研究員	0	0	100%		
		專任助理	0	0	100%		
國外	論文著作	期刊論文	4	4	100%	篇	
		研究報告/技術報告	0	0	100%		
		研討會論文	0	0	100%		
		專書	0	0	100%	章/本	
	專利	申請中件數	0	0	100%	件	
		已獲得件數	0	0	100%		
	技術移轉	件數	0	0	100%	件	
		權利金	0	0	100%	千元	
	參與計畫人力（外國籍）	碩士生	0	0	100%	人次	
		博士生	0	0	100%		
		博士後研究員	0	0	100%		
		專任助理	0	0	100%		

<p>其他成果 (無法以量化表達之成果如辦理學術活動、獲得獎項、重要國際合作、研究成果國際影響力及其他協助產業技術發展之具體效益事項等，請以文字敘述填列。)</p>	<p>無</p>
--	----------

	成果項目	量化	名稱或內容性質簡述
科 教 處 計 畫 加 填 項 目	測驗工具(含質性與量性)	0	
	課程/模組	0	
	電腦及網路系統或工具	0	
	教材	0	
	舉辦之活動/競賽	0	
	研討會/工作坊	0	
	電子報、網站	0	
	計畫成果推廣之參與(閱聽)人數	0	

國科會補助專題研究計畫成果報告自評表

請就研究內容與原計畫相符程度、達成預期目標情況、研究成果之學術或應用價值（簡要敘述成果所代表之意義、價值、影響或進一步發展之可能性）、是否適合在學術期刊發表或申請專利、主要發現或其他有關價值等，作一綜合評估。

1. 請就研究內容與原計畫相符程度、達成預期目標情況作一綜合評估

達成目標

未達成目標（請說明，以 100 字為限）

實驗失敗

因故實驗中斷

其他原因

說明：

2. 研究成果在學術期刊發表或申請專利等情形：

論文： 已發表 未發表之文稿 撰寫中 無

專利： 已獲得 申請中 無

技轉： 已技轉 洽談中 無

其他：（以 100 字為限）

3. 請依學術成就、技術創新、社會影響等方面，評估研究成果之學術或應用價值（簡要敘述成果所代表之意義、價值、影響或進一步發展之可能性）（以 500 字為限）

本計畫在國科會的補助及交大的支持下，於今年初順利完成 X 光繞射儀的採購，緊接著在 5 月完成安裝測試及操作人員之教育訓練。在完善的管理與使用規範下，截至目前為止機台的使用一切正常。功能上也滿足各研究群之需求，在開放使用後短短半年間即有許多成果產出。此計畫的執行已訓練參與學生對 X 光的產生、X 光繞射原理和 X 光繞射技術的應用範圍等知識與實作有所嫻熟。未來，此 X 光繞射儀將能協助我們培養一批具基本凝態物理知識背景的優秀年輕人。這樣的投資，對我國未來不論是凝態物理的基礎研究，或是產業未來可能的應用科技發展，都將有不可忽視的貢獻。