



# SGTools 使用说明

Version 1.0 (2020-09-22)

赵镍，杨春明，边风刚

湘潭大学，材料科学与工程学院  
中国科学院上海高等研究院，上海光源

Email: [zhaonie@xtu.edu.cn](mailto:zhaonie@xtu.edu.cn); [yangchunming@zjlab.org.cn](mailto:yangchunming@zjlab.org.cn)  
Web: [www.sgtools.cc](http://www.sgtools.cc) (English), [www.nickelblog.online](http://www.nickelblog.online) (中文)

# 目 录

|                             |    |
|-----------------------------|----|
| 一、软件介绍.....                 | 3  |
| 二、X 射线小角散射原理及数据处理流程 .....   | 3  |
| 2.1 X 射线小角散射技术.....         | 3  |
| 2.2 数据处理流程 .....            | 5  |
| 2.2.1 散射数据坐标系的转换和标定.....    | 6  |
| 2.2.2 散射数据的积分处理 .....       | 7  |
| 2.2.3 散射数据的吸收和背底散射的修正 ..... | 7  |
| 2.3 数据分析模型 .....            | 8  |
| 2.3.1 表界面相关度分析.....         | 8  |
| 2.3.2 结构有序度分析.....          | 9  |
| 三、安装及使用 .....               | 11 |
| 3.1 SGTools 安装 .....        | 11 |
| 3.1.1 单机版安装 .....           | 11 |
| 3.1.2 Web 版安装 .....         | 11 |
| 3.2 软件使用 .....              | 12 |
| 3.2.1 仪器参数校正.....           | 13 |
| 3.2.2 数据处理 .....            | 15 |
| 3.2.3 数据分析 .....            | 20 |
| 四、参考文献: .....               | 24 |
| 五、附录 .....                  | 25 |
| 5.1 ipf 函数操作指南 .....        | 25 |
| 5.2 标准样品参数 .....            | 27 |

# SGTools 使用说明

## 一、软件介绍

SGTools 是应用于 X 射线小角散射（包括掠入射模式）数据处理和分析的程序套件，程序基于 matlab 平台开发，主要包括常规的仪器参数标定、二维图形输出、背底扣除、数据积分等数据处理模块，针对 pilatus 探测器的弧形积分进行了优化处理。程序还针对原位实验中的大批量数据开发了批处理功能，能够实现数据的快速自动化处理，程序可将原位实验中的图像生成成为动画，一维积分数据的时间强度曲线输出等，提高了原位实验过程中数据处理效率。程序套件中目前还具备高度有序材料的有序度分析和薄膜材料表界面关联程度分析模块，其中有序度分析应用的模型为准晶模型和 WH 模型，而表界面分析采用的是临界相关长度方法，后续将加入更多的数据处理和分析模块。

本文档为程序集的使用说明书，首先将对小角 X 射线散射数据处理的基本原理和数据处理分析流程做一个简单的介绍，然后介绍软件主要包含的功能和应用场景，最后选择了部分案例依照软件的流程逐步介绍，并录制了操作视频，程序中的部分功能将在后续的教程中逐步完善。

## 二、x 射线小角散射原理及数据处理流程

### 2.1 X 射线小角散射技术

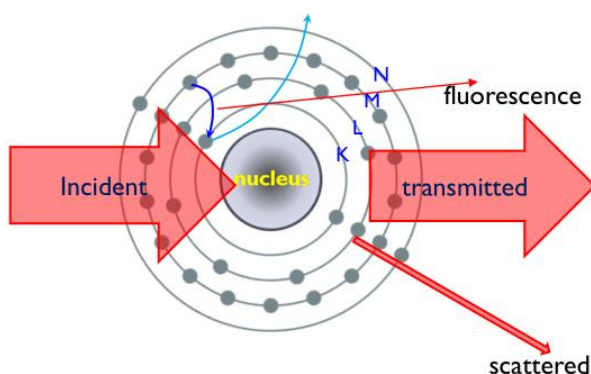


图 1 X 射线与物质相互作用方式

根据 X 射线理论可知，X 射线主要与物质中的电子发生相互作用，主要表

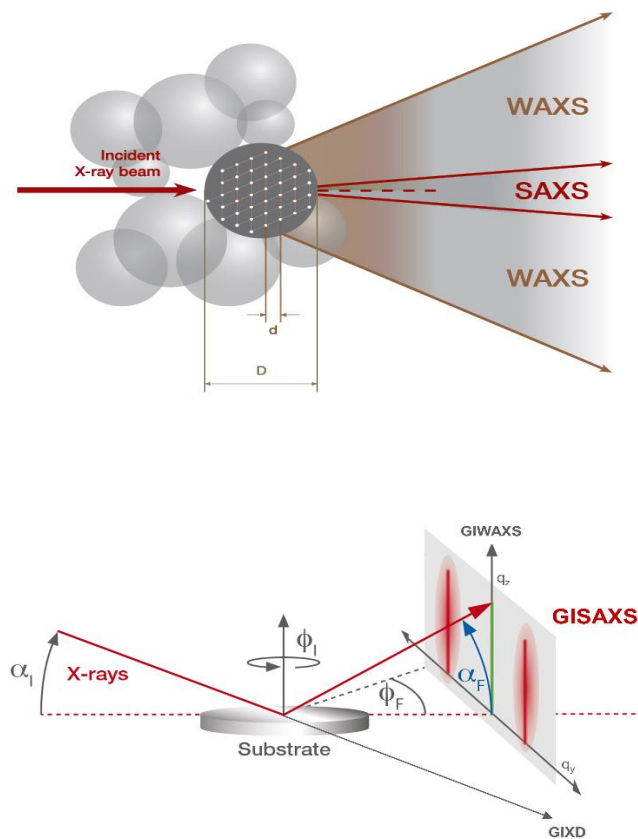


图 2 小角 X 射线散射的实验方法示意图

现为吸收（产生荧光，主要发生在吸收边附近）、透射、散射三种形式（图 1），其中散射又分为非弹性散射（波长改变，外层电子相互作用）和弹性散射（波长不改变，内层束缚电子作用），而原子中的电子非弹性散射较弱，主要为弹性散射，被不同电子散射的弹性 X 射线由于空间位置的分布而产生相干效应，在空间形成强弱分布，通过散射强度空间分布可分析物质中电子密度分布的相关信息[1]。

小角 X 射线散射具有多种实验方法（图 2）[ENREF 2](#)，基于 X 射线散射角度的大小分为小角 X 射线散射（SAXS）和广角 X 射线散射（WAXS），小角度散射对应物质中的大尺度结构（1nm-100nm），广角散射对应小尺寸结构（小于 1nm，原子尺度结构），而采用掠入射模式时可探测薄膜内纳米尺度的结构信息[2]。表 1 为 SAXS 主要实验方法的探测尺度范围和典型应用体系，其中 TSAXS 的样品可以为溶液、粉末、块体等多种形态，WAXS 主要应用为粉末、块体、纤

维等具有晶体结构的分析，GISAXS 主要应用于薄膜材料的纳米尺度结构分析 [3] [ENREF\\_2](#)。

表 1 SAXS 主要实验方法探测尺度和应用体系

| 实验方法   | 2θ 范围   | q(nm <sup>-1</sup> )@10 Kev | 尺寸范围       | 应用体系                     |
|--------|---------|-----------------------------|------------|--------------------------|
| TSAXS  | 0.1°-8° | 0.00628-0.628               | 1nm-100nm  | 胶体溶液，高分子，液晶，纤维，介孔        |
| WAXS   | 8°-120° | 7.06-87.72                  | 0.01nm-1nm | 粉末，块体、纤维等晶体结构分析          |
| GISAXS | 0.1°-8° | 0.00628-0.628               | 1nm-100nm  | 量子点薄膜，嵌段共聚物薄膜，液晶薄膜，介孔薄膜。 |

## 2.2 数据处理流程

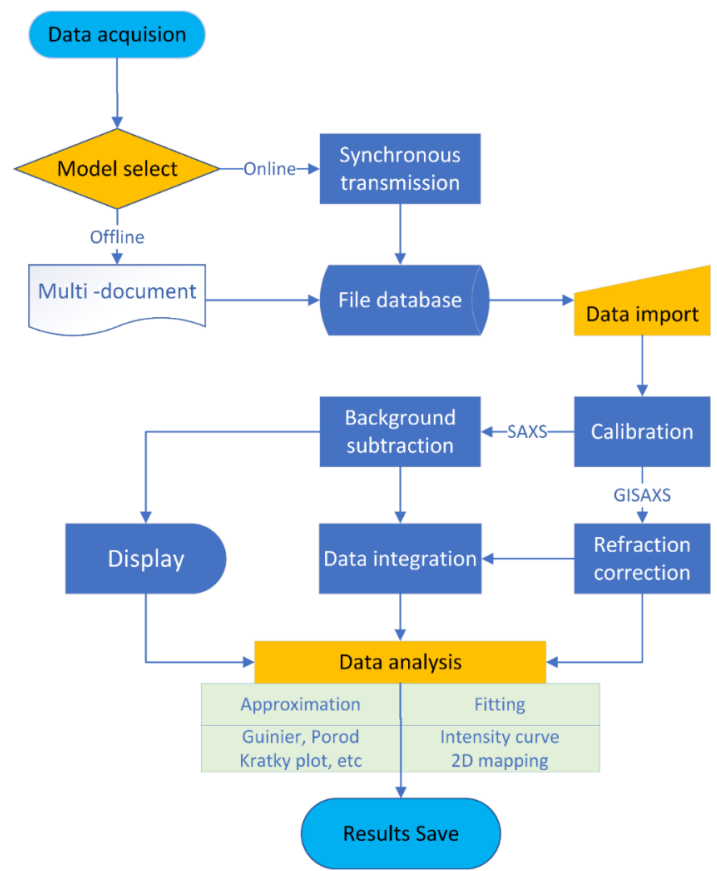


图 3 小角 X 射线散射数据处理基本流程

小角 X 射线散射实验中探测器获得的是二维或一维矩阵，需要将矩阵转化为角度坐标空间或倒易坐标空间的散射图，因此首先通过标准样品对仪器参数进行标定，然后实现散射图的坐标空间转换。由于实验过程中，仪器本身、容器、空气等都存在一定的背底散射，在进行数据分析前需要根据样品体系进行背底扣除，获得样品的散射图。依据散射图进行定量分析，还需要对数据进行积分处理，实现二维数据转化为一维数据，常见的是弧形积分和矩形积分两种形式，根据体系的对称特性选择。具体的处理流程如图 3 所示。

### 2.2.1 散射数据坐标系的转换和标定

散射实验主要应用的探测器为二维平面探测器、一维线形探测器、一维弧形探测器、点探测器。虽然探测器种类不同，但是所采集的数据形式都可以表示为像素点通道位置与强度的关系。在本论文中主要介绍二维平面探测器和一维弧形探测器的坐标系转换和标定。

二维平面探测器通常采集的原始数据是一个二维的矩阵文件，矩阵内每一个单元的值代表散射的光强，矩阵单元的行列值代表探测器每一个单元的位置。散射角定义为入射光束与散射光束的夹角，因此，首先需要确定入射光束在二维矩阵中的位置，然后以入射光束为原点将数据变为散射角或散射矢量的坐标系，转换公式如下：

$$2\theta = \tan^{-1} \left( \frac{\sqrt{(P_x - P_{xc})^2 + (P_y - P_{yc})^2}}{D} \right) \quad (1)$$

$$q = \frac{4\pi}{\lambda} \sin \theta \quad (2)$$

其中  $P_{xc}$ ,  $P_{yc}$  分别为入射光束在二维数据中的行列值， $D$  为样品到探测器的距离， $\lambda$  为 X 射线的波长。以上参数通常通过标准样品来进行标定，对于小角度区域，标准样品为动物胶原材料（牛筋，鸡筋等），有机化学合成材料（二十二酸银等）。对于广角范围，主要为无机化合物（ $\text{LaB}_6$ ,  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  等）。牛筋和  $\text{LaB}_6$  的二维散射图样为散射弧或散射环，入射光束的中心位置与散射环的中心重合，因此通过确定散射环的中心位置就可以确定入射光束中心在二维矩阵的位置。X 射线的波长通常在光束调试时标定，属于仪器参数。样品到探测器的距离  $D$  需要通过标准样品的散射峰位置来计算。

### 2.2.2 散射数据的积分处理

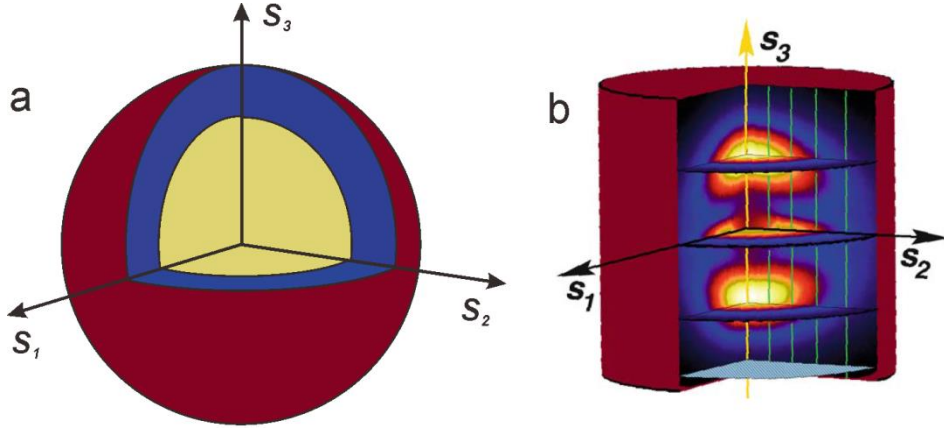


图 4 (a)具有球对称特性的体系

(b)具有轴向对称特性的体系

二维散射图转化的基本原理是数据积分, 根据材料对称类型可以将散射体系分为各向同性散射体系, 轴对称体系和特定取向散射体系. 对于各向同性散射体系, 由于各个方向的散射可以认为关于倒易中心对称(图 4a), 因此可以使用环形或扇形积分来获得散射强度随散射矢量的变化关系. 对于具有轴对称性的散射体系(图 4 错误!未找到引用源. b), 通常使用的数据方法有极化平均和投影的方法. 对于特定取向的散射体系, 常用的数据预处理方法为切割法. 这三种方法对应的积分公式[4]:

$$I(q) = \int_0^{2\pi} I(q, \varphi) d\varphi \quad (3)$$

$$I(q_3) = 2\pi \int_0^\infty q_{12} I(q_{12}, q_3) dq_{12} \quad (4)$$

$$I(q) = I(q, \varphi)|_{\varphi=0 \sim 2\pi} \quad (5)$$

### 2.2.3 散射数据的吸收和背底散射的修正

散射实验中由探测器获得的散射 X 射线不仅包含有样品内散射体的散射, 还包括空气, 胶带等背底散射, 同时, 散射的 X 射线穿透样品后部分被吸收, 因此为了获得样品中散射体的真实散射强度, 需要对散射进行吸收和背底散射的修正. 不同的散射实验方法需要应用相对应的修正方法。

对于透射模式, 根据散射体系的特点可以分为四类来分别对散射数据进行修正[5]:

a) 固体及粉末样品体系:

$$I_c = I_{st} \exp\left(\frac{-\mu t}{\cos(2\theta)}\right) - I_b \quad (6)$$

b) 稀溶液体系:

$$I_c = I_{st} \exp\left(\frac{-\mu t}{\cos(2\theta)}\right) - c * I_{sov} - I_b \quad (7)$$

c) 稠溶液体系:

$$I_c = I_{st} \exp\left(\frac{-\mu t}{\cos(2\theta)}\right) - I_{sov} \quad (8)$$

d) 蛋白质及核酸溶液

$$I_c = I_{st} \exp\left(\frac{-\mu t}{\cos(2\theta)}\right) - p * I_{sov} \quad (9)$$

其中 $I_c$ 为修正的散射强度,  $I_{st}$ 为探测器所采集的样品散射数据,  $I_b$ 为空白样品的散射数据,  $I_{sov}$ 为溶液样品的纯溶剂散射强度。吸收因子 $\exp\left(\frac{-\mu t}{\cos(2\theta)}\right)$ 表示散射 X 射线穿透厚度为  $t$  的样品后在 $2\theta$ 散射方向的吸收量, 小角度散射时可近似为 $\exp(-\mu t)$ , 通过位于样品前后的电离室来计算:

$$\exp(-\mu t) = \frac{I_{2,s} I_{1,0}}{I_{2,0} I_{1,s}} \quad (10)$$

其中 $I_{1,0}$ 、 $I_{1,s}$ 分别为空白样品时前电离读数,  $I_{2,0}$ 、 $I_{2,s}$ 分别为测试样品时的后电离读数。

## 2.3 数据分析模型

程序目前开发的数据分析模型主要集中与薄膜材料的结构分析, 主要分为三个模块, 第一模块是通过分析弥散散射峰定量表征表面和界面相关长度, 可应用于自下而上薄膜沉积过程中表面结构与界面结构的关联程度, 典型体系为自组装薄膜材料。第二模块是通过分析散射峰位置和峰宽实现结构有序度分析, 可应用于薄膜材料结构单元排列规整程度的分析, 典型体系为嵌段共聚物自组装有序结构, 超晶格量子点材料等。由于程序目前还在继续开发中, 更多的理论分析模型将逐渐在软件中实现。

### 2.3.1 表界面相关度分析

在自下而上薄膜生长过程中, 薄膜的表面结构通常受到基底界面处的结构调控, 随着厚度的增长基底界面结构对表面的影响逐渐减小, 定义表面对界面结构复制临界截止长度为  $R_c$  来实现表现表界面关联程度表征, 典型的有纳米多层膜, 聚合物薄膜沉积, 聚电解质自组装薄膜, LB 薄膜等材料体系表界面研究, 可作为



薄膜结构调控和工艺参数优化的结构表征方法之一。

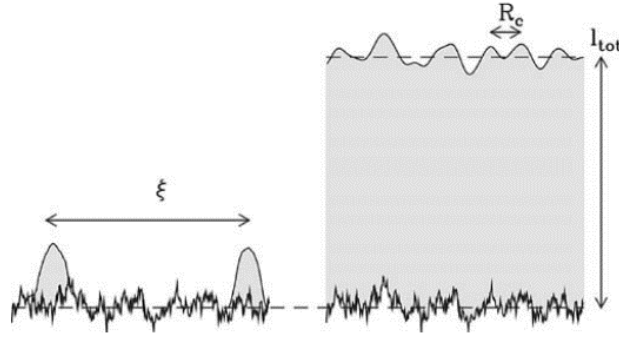


图 5 表面相关分析示意图

共振弥散 X 射线散射是指薄膜表面临界角与基底反射角之间的散射强度振荡现象，这是由薄膜表面反射的 X 射线和界面反射 X 射线的相干所形成，因此通过分析共振弥散散射峰可获得表面和界面之间结构关联程度[6, 7]。为典型的具有共振弥散散射特征的 GISAXS 图，散射峰在垂直方向的周期可反映出薄膜表界面厚度信息，而散射峰在水平方向的扩展程度可反映出表面和界面结构的关联程度。定义表面对界面结构复制临界截止长度为  $R_c$ ，可由以下公式计算：

$$R_c = \frac{2\pi}{\Delta q_{\text{coor}}}$$

其中  $\Delta q_{\text{coor}}$  是调制在倒易空间中的横向(沿  $q_y$ )传播长度。

### 2.3.2 结构有序度分析

纳米有序结构是波导、光子晶体、微电子等功能性器件的重要基础材料，结构的有序度对器件的性能十分关键，应用 SAXS 技术是对有序结构进行定量表征的有效方法之一，目前常用的分析模型为 WH 模型和准晶模型，其中 WH 模型适应于具有高阶散射峰的体系，准晶模型适应于有序度较低，不具备高阶散射峰特征的体系。

#### (1) Williamson-Hall 模型分析

根据 WH 理论[8, 9]，散射峰的面积宽度主要由尺寸宽化和应变宽化组成，尺寸宽化不依赖于散射峰的级次，而应变宽化随着散射峰级次的增加而增大，因此，为了将尺寸宽化和应变宽化分离，需要通过 WH 方程分析多级散射峰来获得尺寸和应变结构信息。

$$\text{WH 方程: } \beta_i^* \equiv \frac{(\beta_i \cos \theta_i)}{\lambda} = \frac{2\pi}{D_V} + 2\varepsilon q_i$$

其中 $\beta_i^*$ 为散射峰在倒易空间的积分宽度， $D_v$ 为体积平均的有序结构区域尺寸， $\varepsilon$ 为应变因子参数， $q_i$ 为散射峰在倒易空间位置。由方程可知，通过多级散射峰拟合线性方程的斜率和截距即可得到区域尺寸和应变因子参数。

## (2) 准晶模型分析

基于 GISAXS 理论可知，散射强度分布由形状因子和结构因子共同决定，其通用表达式为[3]：

$$I_{sc}(2\theta_f, \alpha_f) = \iint |F(\mathbf{q})|^2 P(R) S(\mathbf{q}) dR$$

其中  $F(\mathbf{q})$  为形状因子， $S(\mathbf{q})$  为结构因子， $P(R)$  为尺寸分布。根据 X 射线晶体学理论，我们知道布拉格衍射峰的峰宽主要由散射的相干区域大小和散射体的晶格位置偏离程度决定，而由 Hosemann 和他的合作者所提出的准晶模型 [10, 11] 可以从理论上将相干区域内散射体排列规整程度与衍射峰关联起来。在准晶模型中，散射体的位置可以用一维的 Markov 链描述，相邻的散射体之间的位置在理想晶格格点附近以概率函数  $p(x)$  分布，随着散射体距离的增加，散射体之间的约束作用逐渐减弱，通常通过散射体之间的多次卷积作用来描述。节点之间的自相关函数在  $x \geq 0$  方向可表示为：

$$g_+(x) = p(x) + (p \otimes p)(x) + (p \otimes p \otimes p)(x) + \dots \quad (11)$$

$\otimes$  表示概率函数  $p(x)$  的自卷积，式中每一项代表散射体与原点相邻节点数。

当  $x < 0$  时， $g_-(x) = g_+(-x)$ 。通过将完整的自相关函数进行傅里叶变换得到结构因子为：

$$S(q) = 1 + \mathcal{P}(q) + \mathcal{P}(q) \cdot \mathcal{P}(q) + \mathcal{P}(q) \cdot \mathcal{P}(q) \cdot \mathcal{P}(q) + \dots \quad (12)$$

其中  $\mathcal{P}(q)$  为概率分布函数的傅里叶变换。通常选择归一化的高斯函数来描述介孔通道之间的距离分布：

$$p(x) = \frac{1}{g\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-D)^2}{2g^2}} \quad (13)$$

有限尺寸效应可以通过限定加和的节点数来进行简化，最终得到结构因子为：

$$S(q) = \left( \frac{1}{N} \frac{1 - \psi(q)^2}{1 + \psi(q)^2 - 2\psi(q) \cos qD} - \frac{1}{N^2} \frac{2\psi(q)(\cos(qD) - 2\psi(q) + \psi(q)^2 \cos(qD))}{(1 + \psi(q)^2 - 2\psi(q) \cos qD)^2} \right) \quad (14)$$

$$\psi(q) = e^{\pi q^2 g^2} \quad (15)$$

其中  $D$  为介孔通道之间的平均距离， $g$  为分布函数的半高宽， $N$  表示相干区域内的单元数目。

## 三、安装及使用

### 3.1 SGTools 安装



图 6 程序安装的 alone 和 web 版本

SGTools 基于 matlab 平台开发，需要先安装 matlab 的基础函数库，本程序安装包有单机版本与 web 网络版本两种，其中独立版本需要手动先安装其中的 mcr 函数库，web 网络版本可以自动下载 mcr 函数库安装，需要保证网络畅通。由于 web 网络版本通常下载速度较慢，建议从单机版本安装。图 6 中文件夹名称分别为 SG Tools\_alone 与 SG Tools\_web，两者安装的过程大致相同，下面进行介绍。

#### 3.1.1 单机版安装

打开 SG Tools\_alone 文件夹，打开第一个文件夹 for\_\_redistribution，右键点击 MyApplnInstaller\_mcr 并以管理员身份运行，等待一段时间后按照提示进行安装。（安装前请关闭 360 等软件，若系统弹出阻拦界面，请允许本次操作），安装完毕后即可使用 SG Tools。

#### 3.1.2 Web 版安装

打开 SG Tools\_web 文件夹，打开第一个文件夹 for\_\_redistribution，右键点击 MyApplnInstaller\_web 并以管理员身份运行，等待一段时间后按照提示进行安装。（若系统弹出阻拦界面，请允许本次操作），安装完毕后即可使用 SG Tools。

### 3.2 软件使用

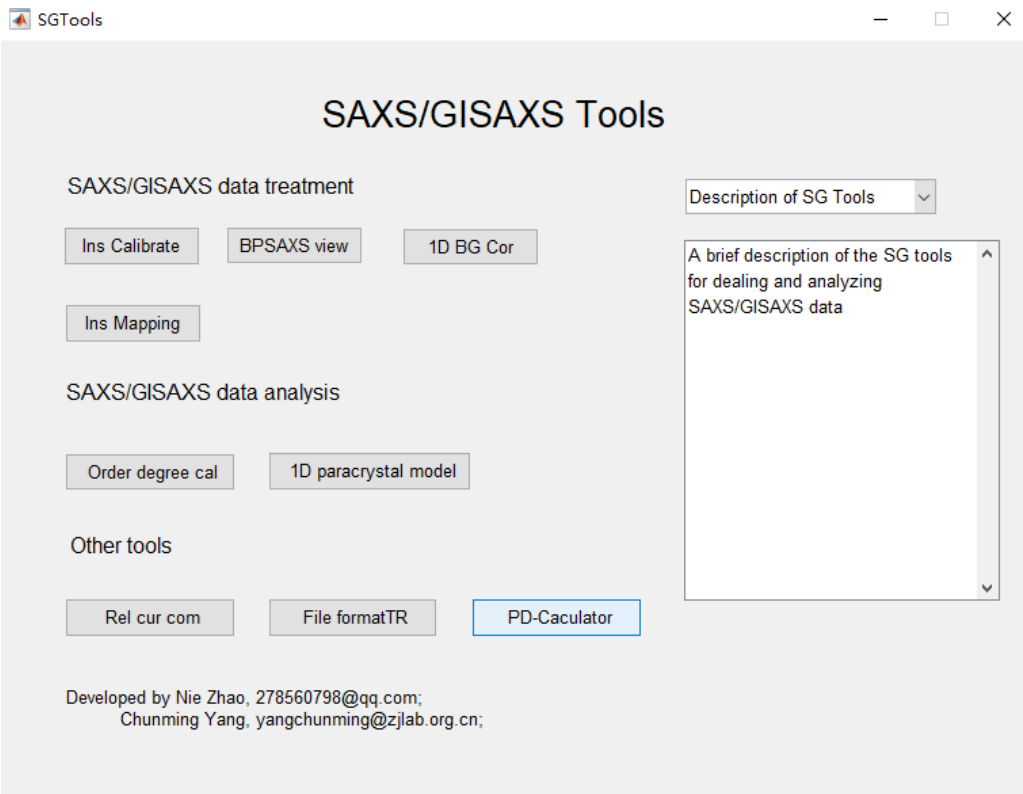


图 7 程序的快速启动界面

小角 X 射线散射的数据处理过程因样品体系的特征而呈现多样化方式，因此，软件将数据处理过程以功能划分为程序集的形式，图 7 为程序的快速启动界面，仪器参数校正模块（Ins Calibrate），二维数据处理（BPSAXS view），一维数据的背底批量扣除（1D BG Cor），有序度分析（Order degree cal），一维准晶模型（1D paracrystal model），反射率数据拼接（Rel cur com），文件格式转换（File format TR），穿透深度计算（PD caculator）等，更多针对原位试验方法的功能模块将添加到程序集中，本说明文档将主要示范其中的主要功能模块。

### 3.2.1 仪器参数校正

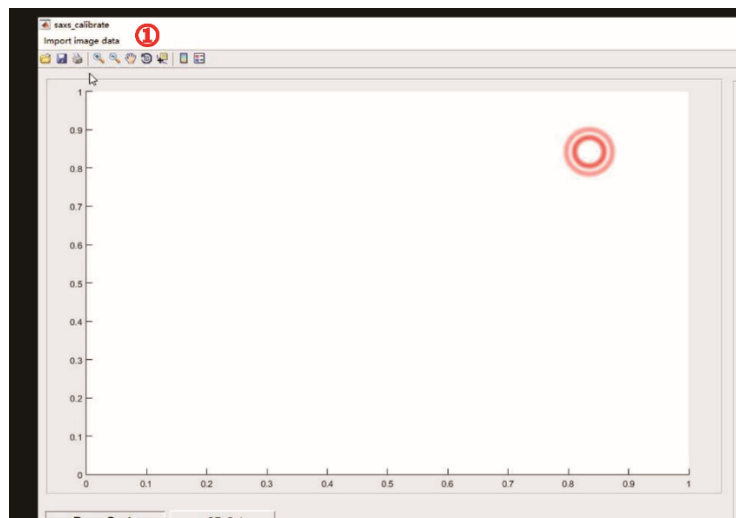


图 8 仪器校正程序的主界面

程序采用的是标准样品校正方法，首先打开程序主界 SGTools (version 1.0)；点击仪器校正程序 Ins Calibrate；进入程序的主界面图 8，点击① import image data 导入标准样品散射数据。

#### 1、校正直通光光斑中心：

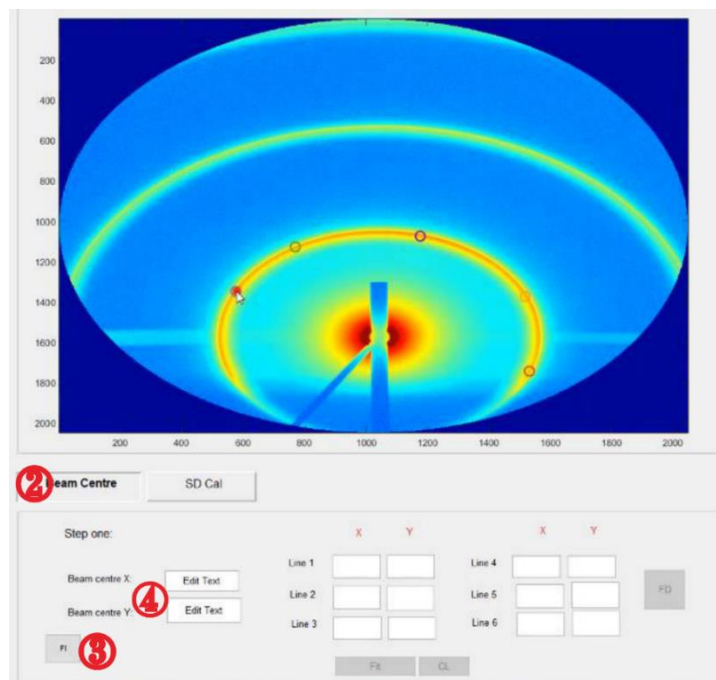


图 9 光斑中心的拟合

通过散射环拟合初始光标中心：右击图 9 中② beam centre；点击左下角③ F1；在散射环上均匀地选择六个点（小圆圈），然后再次点击③ F1，程序将根

据选择的点应用标准圆方程拟合出中心坐标，系统初步确定④ 光斑中心。

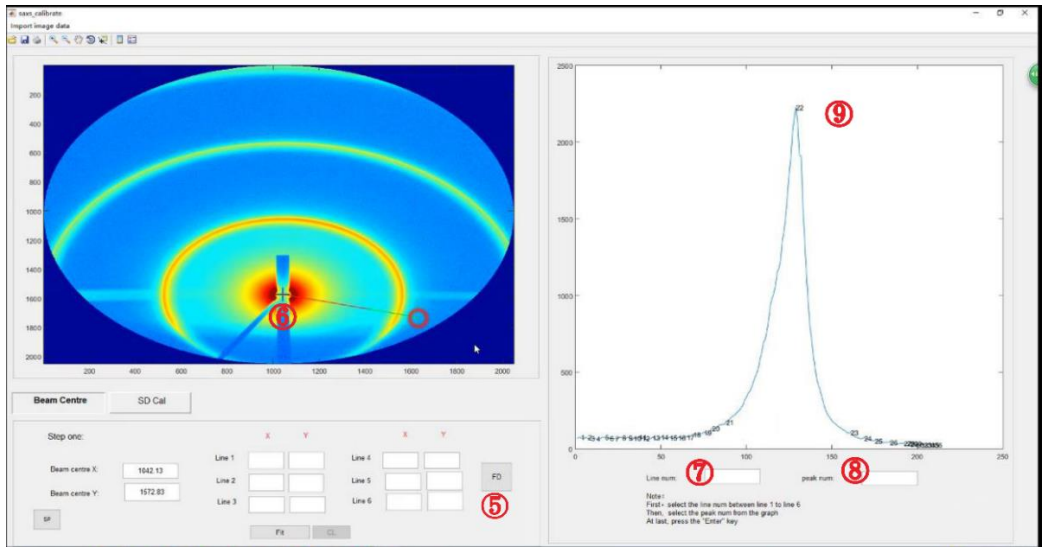
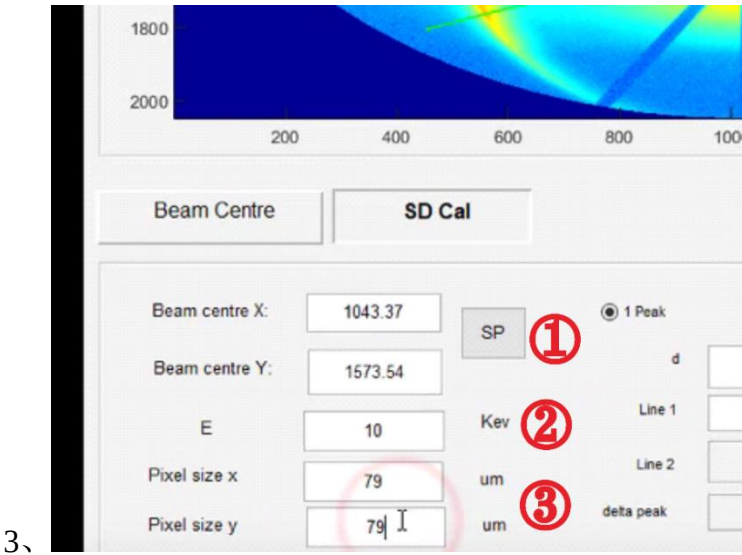


图 10 光斑中心的修正

**通过 line profile 修正光斑中心：** 点击图 10 右下角⑤ FD，程序将自动以 1.1 中⑥光斑中心为起点做直线方向的强度曲线，通过定义曲线范围在右边显示强度曲线，程序将自动寻峰，曲线图下面 **line num** 中填写修正点序号，**peak num** 中填写正确⑨散射峰值；输入 ENTER 建，依次选择六个修正点后系统自动修正光斑中心。

2、校正样品到探测器距离 SD:



4、图 11 仪器参数校正界面

**基本参数输入：** 右击 SD Cal;点击图 11 中① SP 获取修正后的光斑中心位置；输入能量② E 以及③ 探测器分辨率 pixel size，marccd165 探测器为 79 um，

pilatus 为 172  $\mu\text{m}$ 。

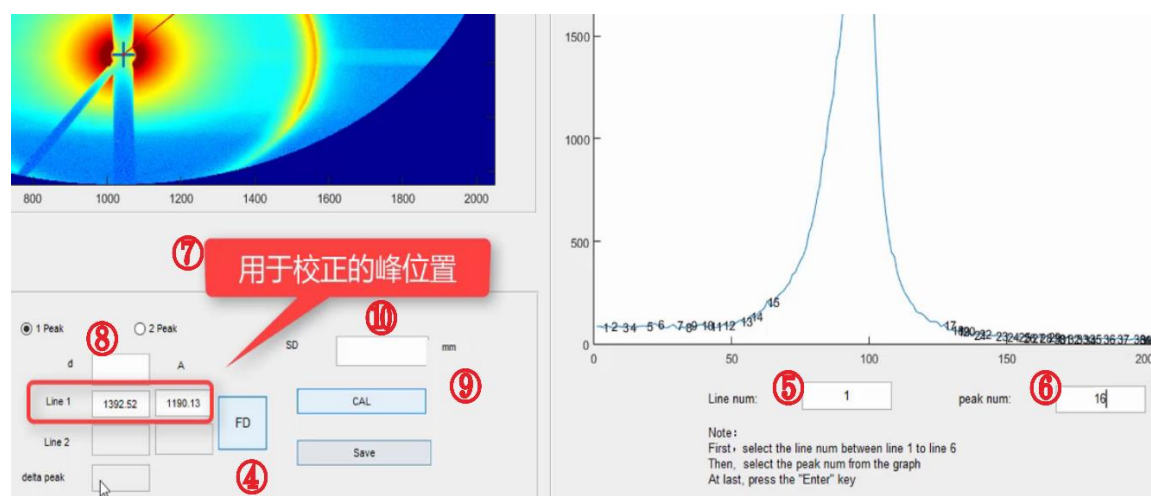


图 12 样品到探测器校正

**通过标准 d 值计算 SD:** SD 的计算可以有两种方法，第一种是通过单一标准峰，这就需要能够确定标准峰的级次，标准峰的坐标位置通过选择以光斑中心为起点的强度曲线确定，单击图 12 中④ FD 定义曲线范围，在右边曲线图下面⑤ **line num** 中填写射线序号，⑥ **peak num** 中填写最高峰数值；输入 ENTER 将出现⑦ 校正峰的数据；

**仪器参数保存:** 将标准样品的晶面间距填入⑧ d；点击⑨ CAL，系统将测量出距离⑩ SD，点击 save 进行数据保存，完成仪器参数校正。

### 3.2.2 数据处理

打开 SG Tools (version 1.0)；点击 BPSAXS view 进 BPSaxs\_view 页面。

#### 1 基本参数设置

**仪器参数导入:** 点击图 13 中① Set-up 选项框，选择进入 Parameter-Set 页面。

点击②Load 导入数据文件，点击③ Set 确认参数设置。相关参数也可手动修正，点击③ set 按钮确认，通过④ save 按钮保存为新的参数文件



图 13 基本参数设置

**导入数据文件：** 点击图 14 中的⑤ Add 选项，导入待处理数据图像，按住 ctrl 可进行多选，文件导入后，文件列表 File list 将显示导入的文件，列表中文件可以删除和添加。

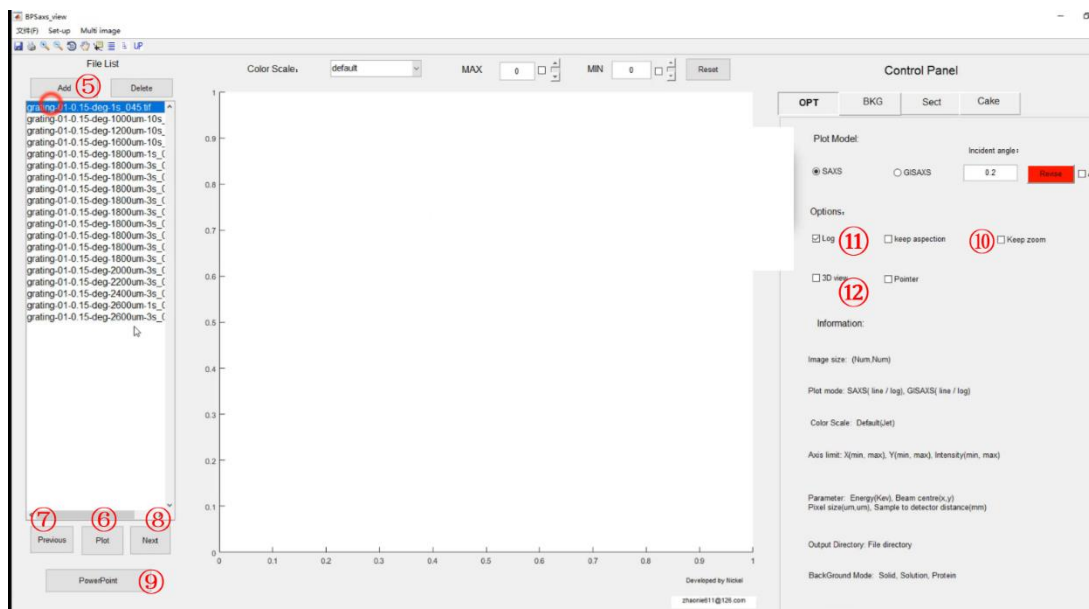


图 14 数据导入及图形显示

**散射图显示：** 在文件列表中点击选择待处理文件，点击⑥ Plot 后可显示该图像，⑦Preview 和⑧Next 选项用于前后图像切换。通过⑨powerpoint 按钮可以自动显示文件列表中的散射图。通过鼠标可进行图像放大范围选定，勾选⑩keep



zoom 选项，所有图形画图时将保持一致的显示范围。此外，⑪Log 选项为图形的对数变换输出，⑫3D 选项为图形的三维方式显示。

2 二维散射复合图输出

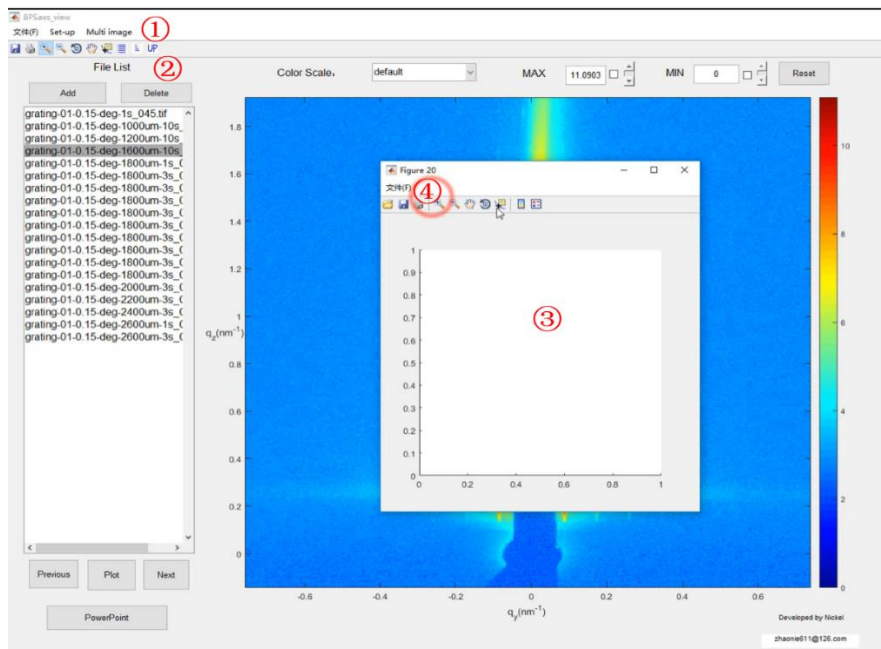


图 15 二维散射复合图输出界面

在图 15 中① Multi image 中点击选择 Composite Image 进行二维散射图输出，可以通过参数界面设定行数和列数实现多幅图形输出，行距和列距可自由定义。确认参数后点击确定，出现 Figure 图像处理框；点击 BPSaxs\_view 界面中的② UP 图标，则选定数据范围的散射图导入到③ Figure 图像处理框中，依次可导入多幅图形。点击④ 文件选项可对图像进行保存，可定义图形格式、输出分辨率等参数。

3 背底扣除

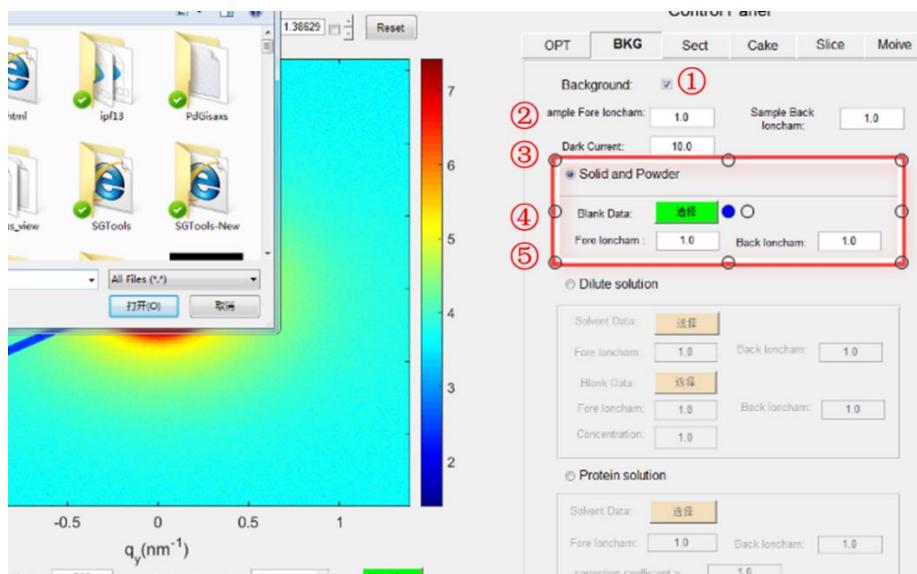


图 16 背景散射扣除的设置

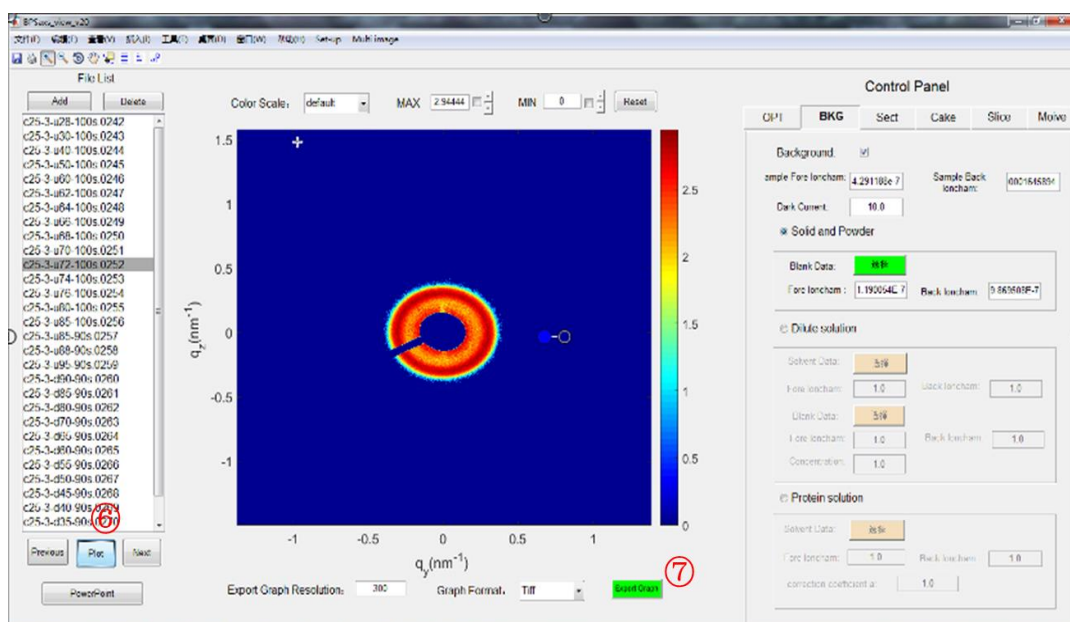


图 17 背景散射图像的输出

根据样品形式和状态选择背景扣除的方法，以浓溶液为例介绍背景扣除的使用方法。在图 16 首先单击①复选框打开背景扣除模块，然后在电离室文件 (\*.Ion) 中查找前后电离室读数，填入②中，探测器的暗电流填入到③中，背景散射图通过④选择，背景散射的前后电离室填入⑤中。

设置完成背景扣除参数后，在图 17 中单击⑥plot 后，将自动扣除背景，并显示扣除背景后的散射图，后续的数据积分和分析等都将以扣除背景后的散射图作为原始数据。单击⑦后可对图片进行快速保存，可以设置图片的格式和分辨率

参数。

#### 4 数据积分

数据积分主要分为线积分、矩形积分、扇形积分三种，针对散射图的对称特性来选择，具有各向异性的选择线积分或矩形积分，具有各向同性特点的选择扇形积分。

在 Control Panel 中 Sect 为线积分和矩形积分模式，cake 为扇形积分模式。

##### Line (Rectangle) 模式:

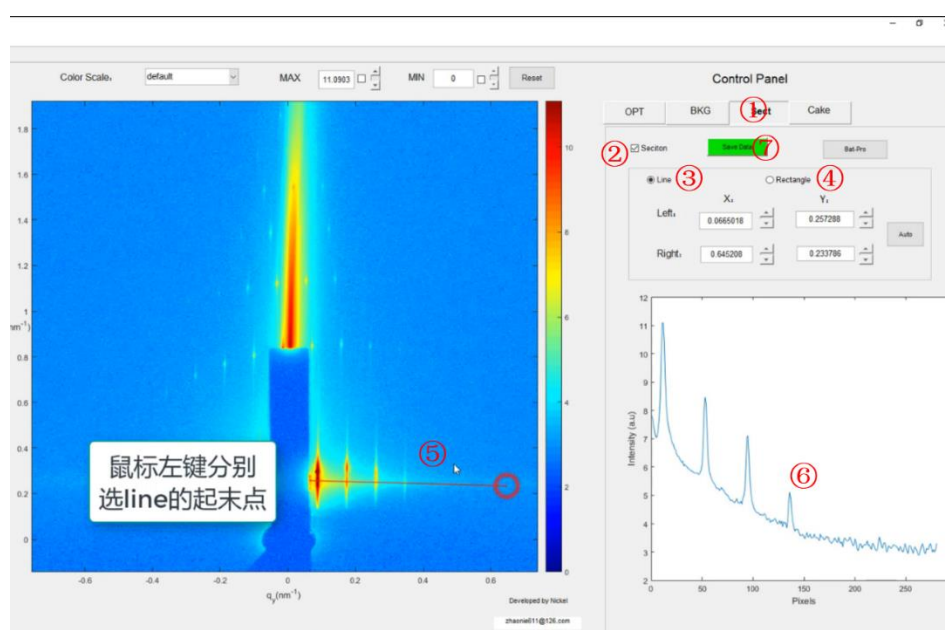


图 18 数据积分处理的 line 模式

右击图 18 中 ① sect 打开积分参数设置界面，勾选② Section 后可选择③ Line（线积分）模式或④ Rectangle（矩阵积分）模式。在 line 模式中，点击鼠标左键选择⑤ line 的起末点；可在右侧数据框中观测到对应的⑥ Pixels-Intensity 曲线图。其中的起末点左标也可以通过输入框精确调整。在 Rectangle 模式中，点击鼠标左键选择矩形框的起末点；可在右侧数据框中观测到对应的  $2\theta$ （或  $q$ ）-Intensity 曲线图积分数据可通过⑦ save data 按钮保存，目录为参数设置界面中的目录。

##### Cake 模式:

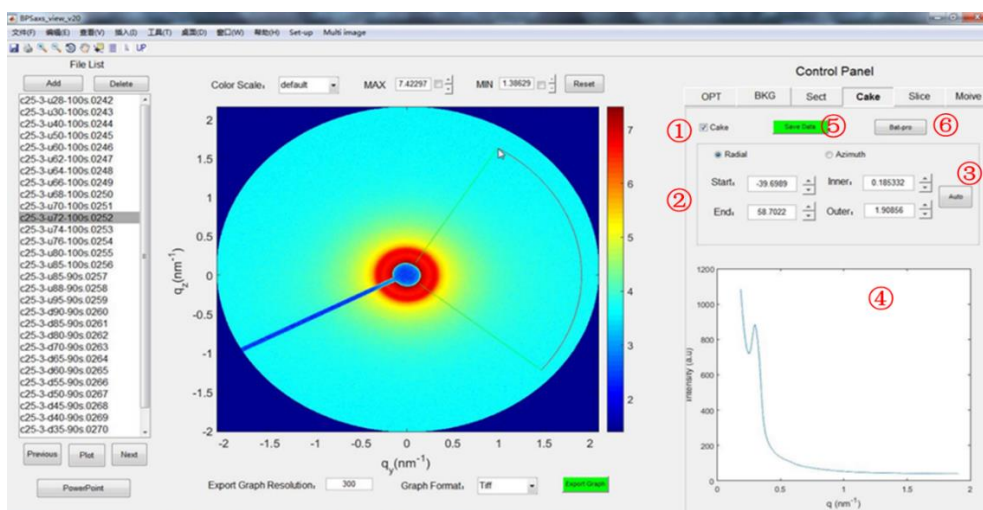


图 19 弧形积分方法界面

弧形积分是针对具有中心对称散射特征的数据积分方法，首先单击复选框①弧形积分功能模块，积分范围由内径、外径、起始角度、终止角度四个参数选定，参数还可通过在②文本框中修改，积分结果实时更新。当处理其他散射图时，应用③ **atuo** 按钮可自动应用文本框积分参数，积分结果在④中显示，通过按钮⑤自动保存至参数设定的文件目录中。当需要处理大批量的数据时，应用按钮⑥可自动处理列表中的文件。

### 3.2.3 数据分析

#### 1. 表面相关度分析

共振弥散散射是分析表界面相关长度的重要方法之一，通过 GISAXS 分析面内不同级次散射峰的衰减变化来获得临界相关长度。首先单击①复选框打开分析模块，通过鼠标选定分析区域②，分析区域范围由端点坐标③确定，方法与矩形积分相似，按钮④可实现将积分区域自动应用到不同散射图。通过区域内定义积分步数、积分宽度等进行连续积分获得弥散散射峰的衰减情况，在⑤中显示共振散射峰的相关联程度，通过选定关联曲线的  $q_y$  位置，应用按钮⑥计算临界相关长度。



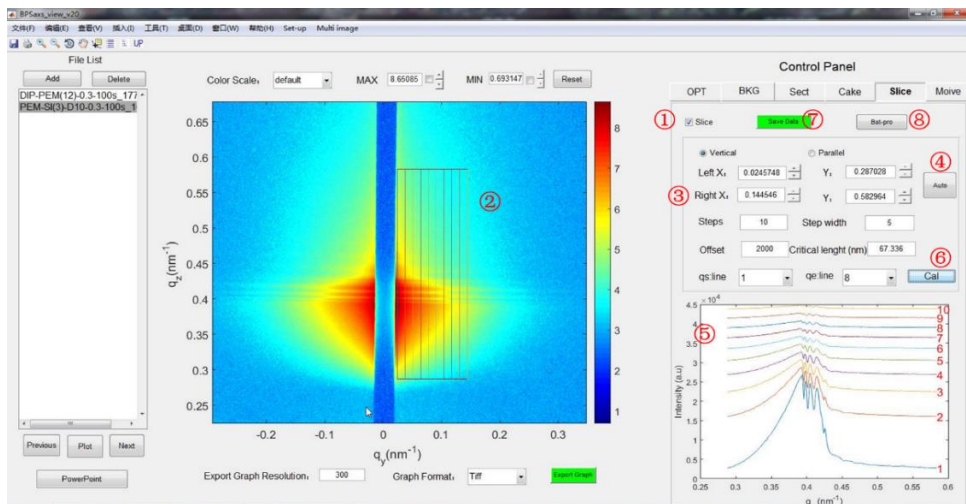


图 20 表面相关长度的分析界面

## 2. 结构有序度分析

### (1) WH 分析



图 21 散射峰峰位拟合界面

基于 WH 理论可知通常散射峰的宽化由位错因子和晶粒尺寸两个原因共同决定，单纯的分析散射峰宽度不能获得结构有效的位错因子，位错因子是反映结构有序度的重要参数，通过分析散射图中多级散射峰（三阶）可同时有序结构的位错因子和晶粒尺寸参数信息，对于定量表征结构有序度具有重要的价值。如图所示，右击①PFIT 打开峰位拟合模块，单击 Fit 按钮导入拟合数据并初始化参数，通过键盘控制完成基线扣除、峰形选择等操作（此部分中用到的

ipf 函数来源于 matlab 中心，由 Thomas C. O'Haver 等提供，具体操作方法见附件一)，按键 Q 可直接输出结果至④文本框中，单击按钮⑥可上传到表格中，结果如⑦所示，依次完成所有散射峰的拟合。

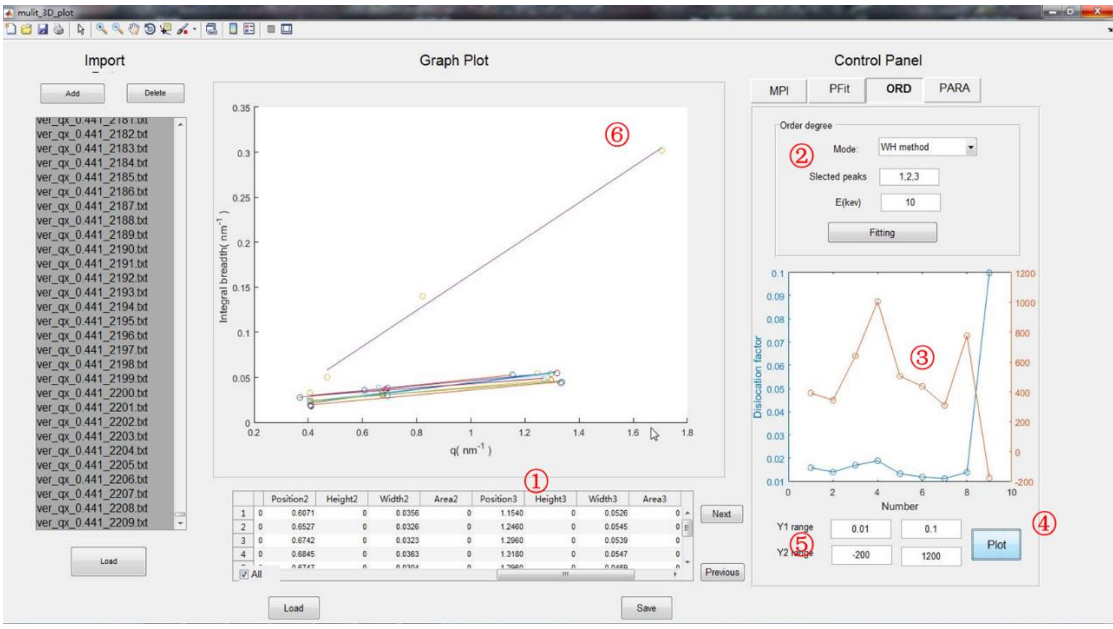


图 22 WH 拟合分析界面

完成峰位拟合后，右击 ORD 打开 WH 分析模块，在①中为所有曲线的拟合峰位信息，在②中选择分析模式、应用于分析的峰位、能量等信息，单击 Fitting 按钮完成对所有散射曲线的批量拟合。拟合数据和结果在图⑥中和表①中显示，单击按钮④可将导入数据的位错因子和晶粒尺寸绘制在③中，Y 轴的范围可通过⑤分别设定。

### (2) 准晶分析

界面正在开发中

## 3. 批处理功能

程序具备批处理功能，数据处理的参数由单文件数据处理一致，在相应模块有 Bat-pro 选项。遵循数据处理的基本流程，二维图形的显示和输出，背底扣除，数据积分，数据保存。更多的批处理功能将在后续版本中增加。

### (1) 强度曲线分布

通过对散射强度随时间的分布图可有效分析微观结构的动态变化过程，程序首先通过批量导入积分处理得到的一维数据，然后建立散射数据和时间的关联，最终获得一维散射曲线随时间的分布。如图所示，单击 Add 按钮可添加

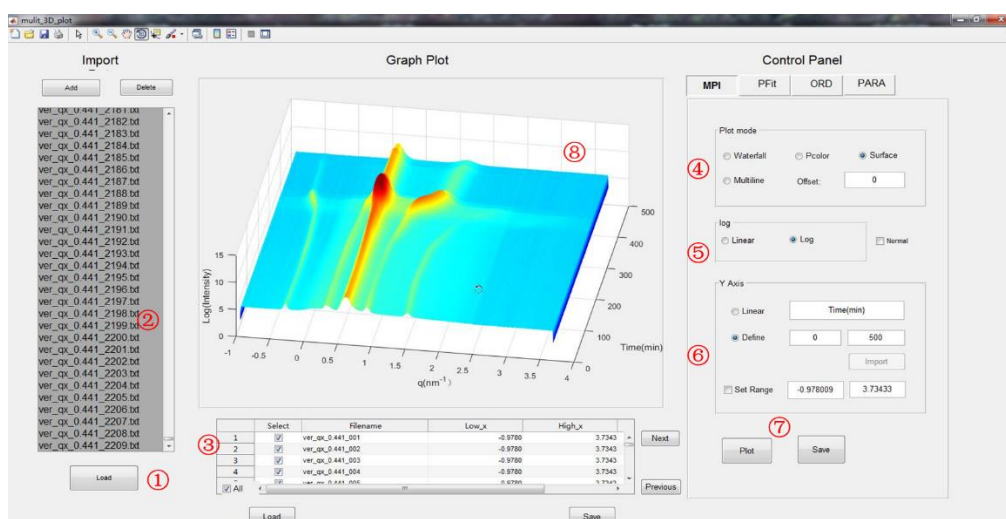


图 23 散射强度曲线的时间分布图

导入数据的列表，然后选择需要导入的数据，单击①load 按钮导入数据，数据信息显示在列表③中，包含数据名称、一维散射数据的  $q$  值范围等，在④中可选择数据绘制的方法，主要由 waterfall、pcolor、Surface、multiline 等，其中 surface 为三维图形展示方法。在⑤中选择强度为线性或对数形式，在⑥中设定散射曲线与时间或温度等关联，若为线性关联，可自定义区间范围。若为非线性变化，则需要导入关联曲线。完成设置后，单击⑦plot 可绘制强度分布曲线，结果展示在⑧中展示，结果可保存为多种图片格式文件。

## (2) 创建动画

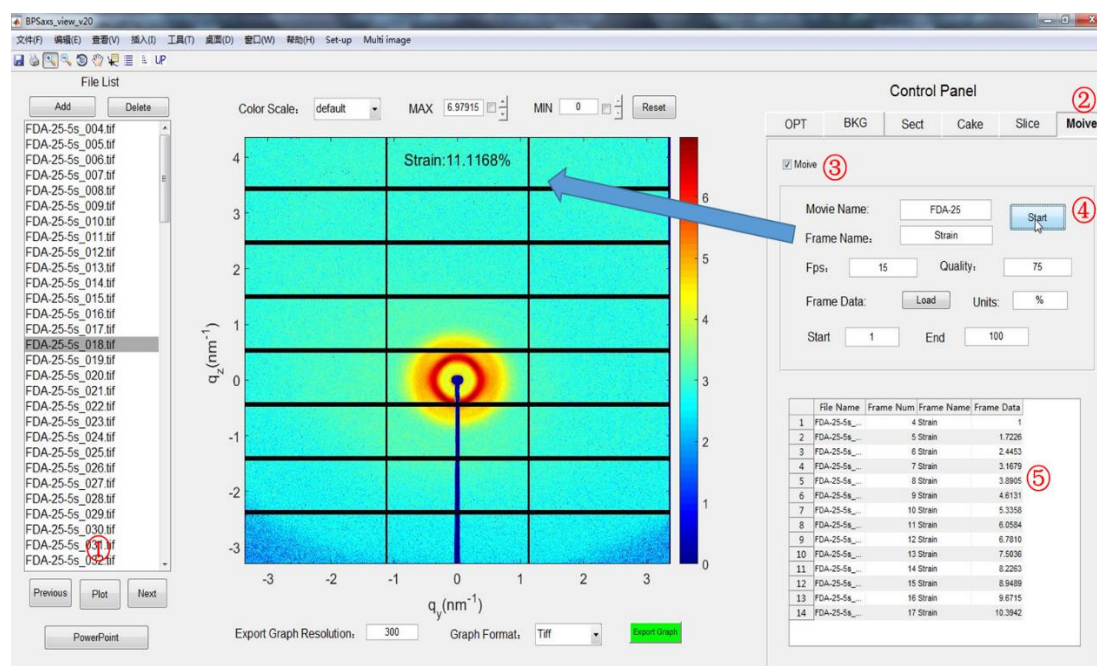


图 24 动画创建窗口

在原位实验中，通过将散射图进行合成为动画形式可观察到散射图更加细致的动态变化，有利于在物理或化学过程中结构的演化分析。首先导入数据列表至①中，选择需要合成为动画的原始数据，右击 Movie 按钮切换到动画合成窗口，然后单击复选框③打开参数设置，动画名称、帧名称、帧率等信息，帧信息在动画中动态显示。

#### 四、参考文献：

1. Guinier, A., G. Fournet, and K.L. Yudowitch, *Small-angle scattering of X-rays*. 1955.
2. Porod, G., O. Glatter, and O. Kratky, *Small angle X-ray scattering*. by O. Glatter and O. Kratky, Academic Press, London, 1982: p. 17.
3. Renaud, G., R. Lazzari, and F. Leroy, *Probing surface and interface morphology with grazing incidence small angle X-ray scattering*. Surface Science Reports, 2009. **64**(8): p. 255-380.
4. Stribeck, N., *X-ray scattering of soft matter*. 2007: Springer Science & Business Media.
5. Pauw, B.R., *Everything SAXS: small-angle scattering pattern collection and correction*. Journal of Physics: Condensed Matter, 2013. **25**(38): p. 383201.
6. Müller-Buschbaum, P., *Grazing incidence small-angle X-ray scattering: an advanced scattering technique for the investigation of nanostructured polymer films*. Analytical and bioanalytical chemistry, 2003. **376**(1): p. 3-10.
7. Müller-Buschbaum, P. and M. Stamm, *Correlated roughness, long-range correlations, and dewetting of thin polymer films*. Macromolecules, 1998. **31**(11): p. 3686-3692.
8. Rivnay, J., et al., *Quantitative analysis of lattice disorder and crystallite size in organic semiconductor thin films*. Physical Review B, 2011. **84**(4): p. 045203.
9. Noriega, R., et al., *A general relationship between disorder, aggregation and charge transport in conjugated polymers*. Nature materials, 2013. **12**(11): p. 1038-1044.
10. Hosemann, R. and A. Hindeleh, *Structure of crystalline and paracrystalline condensed matter*. Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics, 1995. **34**(4): p. 327-356.
11. Hosemann, R., *Die parakristalline feinstruktur natürlicher und synthetischer eiweisse. Visuelles näherungsverfahren zur bestimmung der schwankungstensoren von gitterzellen*. Acta Crystallographica, 1951. **4**(6): p. 520-530.



## 五、附录

### 5.1 ipf 函数操作指南

% Keyboard Controls:  
% Pan signal left and right...Coarse pan: < and >  
% Fine pan: left and right cursor arrow keys  
% Nudge: [ ] (one data point left and right)  
% Zoom in and out.....Coarse zoom: / and '  
% Fine zoom: up and down cursor arrow keys  
% Resets pan and zoom.....ESC  
% Select entire signal.....Ctrl-A  
% Select # of peaks.....Number keys 1-9, or press 0 key to enter manually  
% Complete peak shape menu... - (minus or hyphen), then type number and Enter  
% Select peak shape.....g Gaussian  
% Shift-G Fixed-width Gaussian  
% Shift-P Fixed-position Gaussians  
% h Equal-width Gaussian  
% Shift-H bifurcated Gaussian (a,z keys adjust shape)  
% l Lorentzian  
% ; Equal-width Lorentzian  
% Shift-L Fixed-width Lorentzian  
% Shift-[ Fixed-position Lorentzians  
% Shift-B Breit-Wigner-Fano (a,z keys adjust Fano factor)  
% o Lognormal distribution (See "S" for logistic function)  
% p Pearson (use a,z keys to adjust shape)  
% e exponentially-broadened Gaussian  
% Shift-R ExpGaussian (var. tau)  
% Shift-E Exponential-broadened Lorentzians  
% j exponential-broadened equal-width Gaussian (a,z keys adjust broadening)  
% K doublegaussian peak  
% u exponential pUlse:  $y = \exp(-\tau_1 \cdot x) \cdot (1 - \exp(-\tau_2 \cdot x))$   
% Shift-U Alpha:  $y = (x - \tau_2) / \tau_1 \cdot \exp(1 - (x - \tau_2) / \tau_1)$   
% s Up Sigmoid (logistic function):  
 $y = .5 + .5 \cdot \text{erf}((x - \tau_1) / \sqrt{2 \cdot \tau_2})$

% Shift-D Down Sigmoid (logistic function):  
 $y = .5 - .5 * \text{erf}((x - \tau_1) / \sqrt{2 * \tau_2})$   
 % ~ Gauss/Lorentz blend (a/z keys adjust shape)  
 % Shift-V Voigt profile (a/z adjusts shape)  
 % Shift-T Triangular  
 % Select other peak shapes by number: press - key to display menu.  
 % Fit.....f perform single Fit from another start point.  
 % Select BaselineMode mode....t selects one of 5 available baseline corrections  
 % Monopolar/bipolar mode.....= + Flips between + peaks only and +/- peak mode  
 % Toggle log y mode OFF/ON....m Plot linear or log Y axis on lower graph  
 % 2-point Baseline.....b, then click left and right baseline  
 % Set manual baseline.....Backspace, then click baseline at multiple points  
 % Restore original baseline...\ to cancel previous background subtraction  
 % Click start positions.....c, click on peak position for each peak  
 % Type in start vector.....C (Shift-C) Type or Paste start vector [p1 w1 p2 w2 ...]  
 % Enter value of 'extra'.....Shift-x, type value, press Enter.  
 % Adjust 'extra' up/down.....a,z: 5% change; upper case A,Z: 0.5% change.  
 % Print parameters & results..q  
 % Print fit results only.....r  
 % Plot signal in figure 2.....y  
 % save model to Disk.....d Save model to disk as SavedModel.mat.  
 % Refine fit.....x Takes best of 10 trial fits (change in line 224)  
 % Print peakfit function.....w with all input arguments  
 % Compute bootstrap stats.....v Estimates standard deViations of parameters.  
 % Test effect of Noise.....n Test effect of Noise by fitting subset of points  
 % Save Figure as png file.....Shift-S Saves as Figure1.png, Figure2.png....  
 % Display current settings....Shift-? displays table of current values  
 % Prints list of commands.....k  
 % Switch to iPeak.....Shift-Ctrl-P transfer current signal to iPeak.m  
 % Switch to iSignal.....Shift-Ctrl-S transfer current signal to iSignal.m  
 % Fit polynomial to segment...Shift-o Asks for polynomial order  
 % Enter minimum width.....Shift-W  
 % Enter saturation maximum....Shift-M

Copyright (c) 2015, Thomas C. O'Haver

<https://terpconnect.umd.edu/~toh/spectrum/ifpinstructions.html>

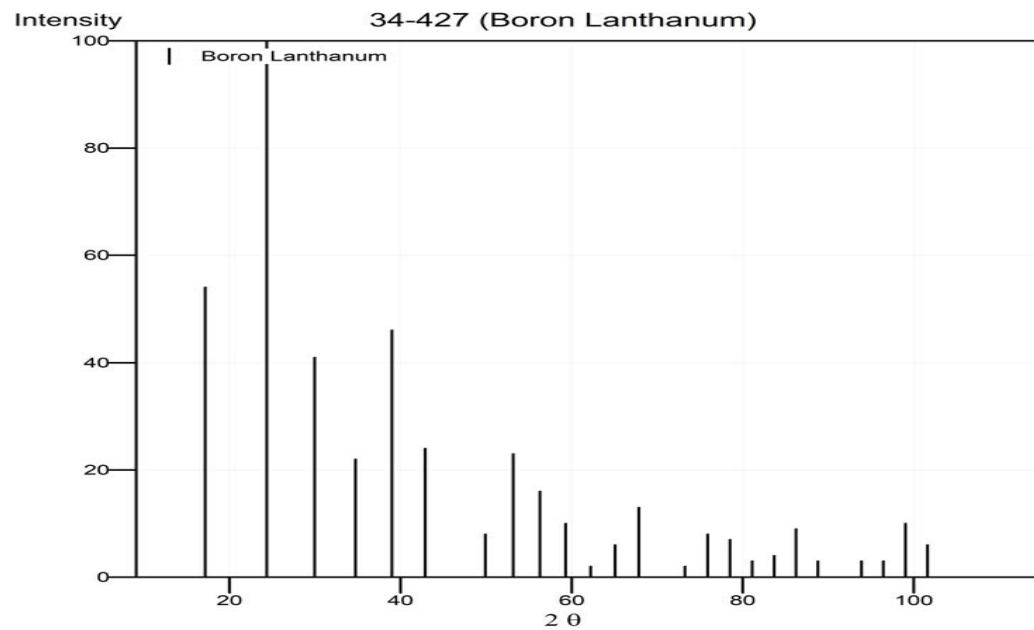
## 5.2 标准样品参数

### 1. Periodic Calibrants for SAXS

| Calibrants          | Length scale                                                                          |
|---------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|
| silver behenate     | $d = 58.376 \text{ \AA}$                                                              |
| silver stearate     | $d = 48.68 \text{ \AA}$                                                               |
| rat collagen        | Wet: $668 \text{ \AA} - 670 \text{ \AA}$ , Dry: $620 \text{ \AA} - 650 \text{ \AA}$ . |
| silica spheres      | $278 \pm 4 \text{ \AA}$ ; $1360 \text{ \AA}$                                          |
| polystyrene spheres | $250 \pm 10 \text{ \AA}$ ; $1015 \pm 22 \text{ \AA}$                                  |

## 2. Periodic Calibrants for WAXS

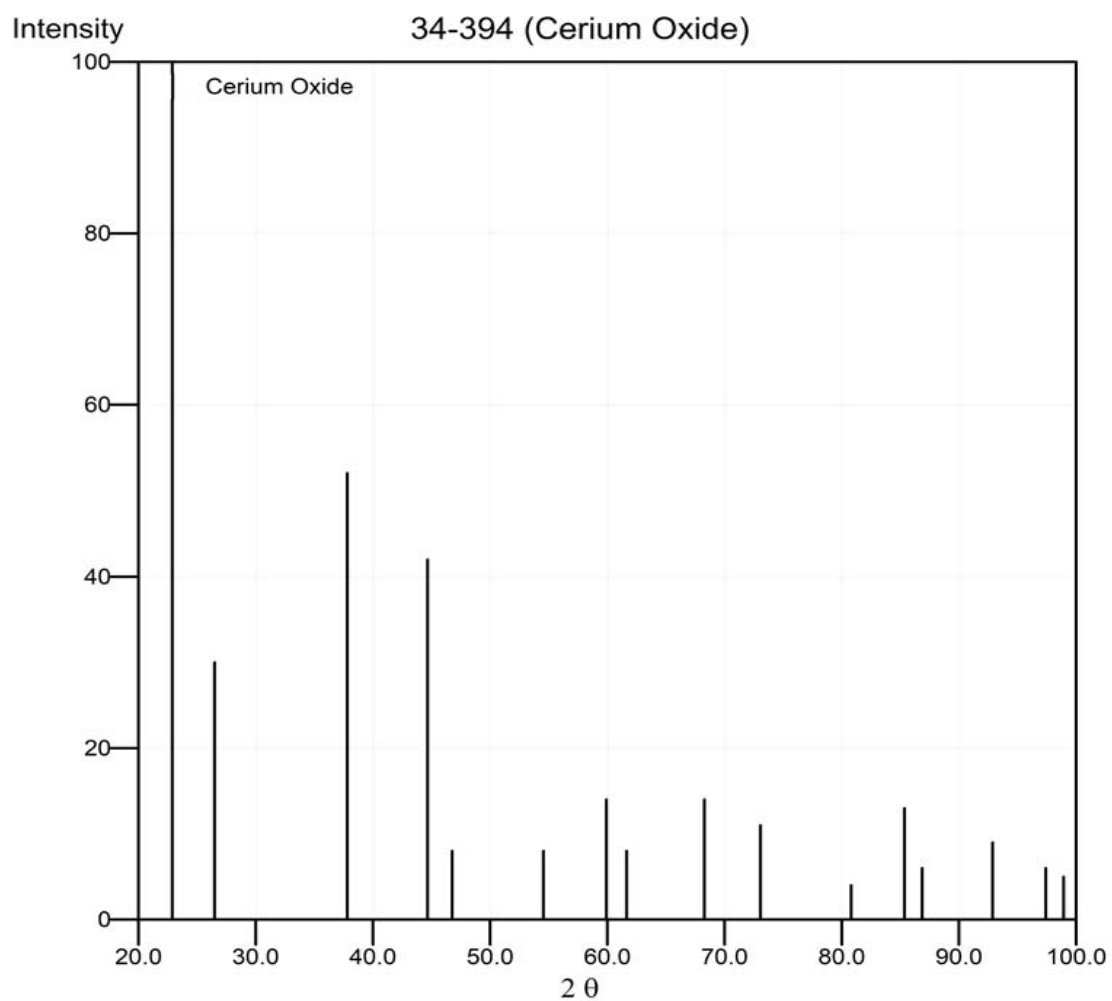
(1)  $\text{LaB}_6$  (34-0427),  $E=10$  Kev ( $1.24 \text{ \AA}$  for  $2\theta$  plot)



| Peak List | hkl |   |   | d ( $\text{\AA}$ ) | I   |
|-----------|-----|---|---|--------------------|-----|
| 1         | 1   | 0 | 0 | 4.1577             | 54  |
| 2         | 1   | 1 | 0 | 2.9392             | 100 |
| 3         | 1   | 1 | 1 | 2.3998             | 41  |
| 4         | 2   | 0 | 0 | 2.078              | 22  |
| 5         | 2   | 1 | 0 | 1.8586             | 46  |
| 6         | 2   | 1 | 1 | 1.6969             | 24  |
| 7         | 2   | 2 | 0 | 1.4697             | 8   |
| 8         | 3   | 0 | 0 | 1.3853             | 23  |
| 9         | 3   | 1 | 0 | 1.3144             | 16  |
| 10        | 3   | 1 | 1 | 1.2533             | 10  |
| 11        | 2   | 2 | 2 | 1.2                | 2   |
| 12        | 3   | 2 | 0 | 1.1529             | 6   |
| 13        | 3   | 2 | 1 | 1.111              | 13  |
| 14        | 4   | 0 | 0 | 1.0393             | 2   |
| 15        | 4   | 1 | 0 | 1.0082             | 8   |
| 16        | 4   | 1 | 1 | 0.9798             | 7   |
| 17        | 3   | 3 | 1 | 0.9536             | 3   |

|    |   |   |   |        |    |
|----|---|---|---|--------|----|
| 18 | 4 | 2 | 0 | 0.9295 | 4  |
| 19 | 4 | 2 | 1 | 0.9071 | 9  |
| 20 | 3 | 3 | 2 | 0.8862 | 3  |
| 21 | 4 | 2 | 2 | 0.8485 | 3  |
| 22 | 5 | 0 | 0 | 0.8314 | 3  |
| 23 | 5 | 1 | 0 | 0.8152 | 10 |

(2) CeO<sub>2</sub> (34-0394), E=10 Kev (1.24 Å for 2θ plot)

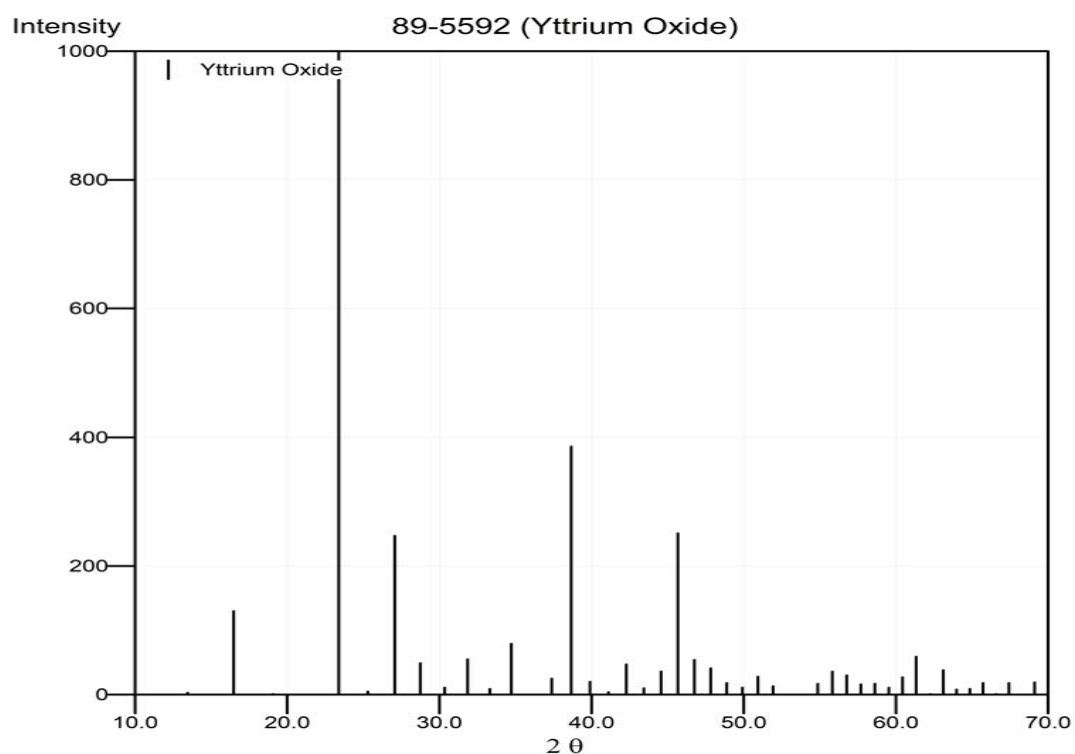


| Peak List | hkl |   |   | d (Å)  | I   |
|-----------|-----|---|---|--------|-----|
| 1         | 1   | 1 | 1 | 3.1234 | 100 |
| 2         | 2   | 0 | 0 | 2.7056 | 30  |
| 3         | 2   | 2 | 0 | 1.9134 | 52  |
| 4         | 3   | 1 | 1 | 1.6318 | 42  |
| 5         | 2   | 2 | 2 | 1.5622 | 8   |
| 6         | 4   | 0 | 0 | 1.3531 | 8   |
| 7         | 3   | 3 | 1 | 1.2415 | 14  |
| 8         | 4   | 2 | 0 | 1.2101 | 8   |
| 9         | 4   | 2 | 2 | 1.1048 | 14  |
| 10        | 5   | 1 | 1 | 1.0415 | 11  |
| 11        | 4   | 4 | 0 | 0.9566 | 4   |

|    |   |   |   |        |    |
|----|---|---|---|--------|----|
| 12 | 5 | 3 | 1 | 0.9147 | 13 |
| 13 | 6 | 0 | 0 | 0.9019 | 6  |
| 14 | 6 | 2 | 0 | 0.8556 | 9  |
| 15 | 5 | 3 | 3 | 0.8252 | 6  |
| 16 | 6 | 2 | 2 | 0.8158 | 5  |



(3)  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (89-5592), E=10 Kev (1.24 Å for  $2\theta$  plot)



| Peak List | hkl |   |   | d (Å)  | I   |
|-----------|-----|---|---|--------|-----|
| 1         | 2   | 0 | 0 | 5.298  | 3   |
| 2         | 2   | 1 | 1 | 4.3258 | 130 |
| 3         | 2   | 2 | 0 | 3.7463 | 1   |
| 4         | 2   | 2 | 2 | 3.0588 | 999 |
| 5         | 1   | 2 | 3 | 2.8319 | 5   |
| 6         | 4   | 0 | 0 | 2.649  | 247 |
| 7         | 4   | 1 | 1 | 2.4975 | 49  |
| 8         | 4   | 2 | 0 | 2.3694 | 11  |
| 9         | 3   | 3 | 2 | 2.2591 | 55  |
| 10        | 4   | 2 | 2 | 2.1629 | 9   |
| 11        | 1   | 3 | 4 | 2.0781 | 79  |
| 12        | 1   | 2 | 5 | 1.9346 | 25  |
| 13        | 4   | 4 | 0 | 1.8731 | 386 |
| 14        | 4   | 3 | 3 | 1.8172 | 20  |
| 15        | 6   | 0 | 0 | 1.766  | 4   |

|    |   |   |   |        |     |
|----|---|---|---|--------|-----|
| 16 | 6 | 1 | 1 | 1.7189 | 47  |
| 17 | 0 | 2 | 6 | 1.6754 | 10  |
| 18 | 5 | 4 | 1 | 1.635  | 36  |
| 19 | 6 | 2 | 2 | 1.5974 | 251 |
| 20 | 6 | 3 | 1 | 1.5623 | 54  |
| 21 | 4 | 4 | 4 | 1.5294 | 41  |
| 22 | 5 | 4 | 3 | 1.4985 | 18  |
| 23 | 0 | 4 | 6 | 1.4694 | 11  |
| 24 | 7 | 2 | 1 | 1.4419 | 28  |
| 25 | 6 | 4 | 2 | 1.416  | 13  |
| 26 | 1 | 5 | 6 | 1.3457 | 17  |
| 27 | 8 | 0 | 0 | 1.3245 | 36  |
| 28 | 8 | 1 | 1 | 1.3043 | 30  |
| 29 | 8 | 2 | 0 | 1.285  | 16  |
| 30 | 6 | 5 | 3 | 1.2665 | 17  |
| 31 | 8 | 2 | 2 | 1.2488 | 11  |
| 32 | 8 | 3 | 1 | 1.2318 | 27  |
| 33 | 6 | 6 | 2 | 1.2155 | 59  |
| 34 | 7 | 5 | 2 | 1.1998 | 1   |
| 35 | 0 | 4 | 8 | 1.1847 | 38  |
| 36 | 8 | 3 | 3 | 1.1701 | 8   |
| 37 | 8 | 4 | 2 | 1.1561 | 9   |
| 38 | 9 | 2 | 1 | 1.1426 | 18  |
| 39 | 6 | 6 | 4 | 1.1295 | 1   |
| 40 | 1 | 5 | 8 | 1.1169 | 18  |
| 41 | 7 | 6 | 3 | 1.0929 | 19  |