

XRD / X 射线衍射仪操作流程

1. 开机步骤

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。

1.2 打开**稳压电源**：打开稳压电源柜门，依次打开“**输入开关**”→“**输出开关**”，关闭柜门。听到持续“报警”响声后，按一下稳压电源外部控制面板上右下方“**红色方形按钮**”，响声会结束。等面板上的“输出电压”和“输出频率”分别变成“220.0 V”和“50.0 Hz”时。稳压电源开启完毕。其它控制键勿动。

1.3 XRD **仪器开机**：在衍射仪左侧下面有**开关机旋钮**和**按键**，先将**红色旋钮**放在“1”的位置，再将**绿色（标有“I”）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 1-1

1.4 按下**高压发生器按钮**（机器正面左侧面上面的指示灯按键），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（根据仪器关机时间长短，仪器自动决定老化时间），高压发生器按钮变为白色中间有“I”表示老化结束。）

1.5 打开**仪器控制软件**，DFFRAC.Measurement Center 选择 labManager 账户，一般没有密码，回车进入软件界面。

1.6 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 1-2）

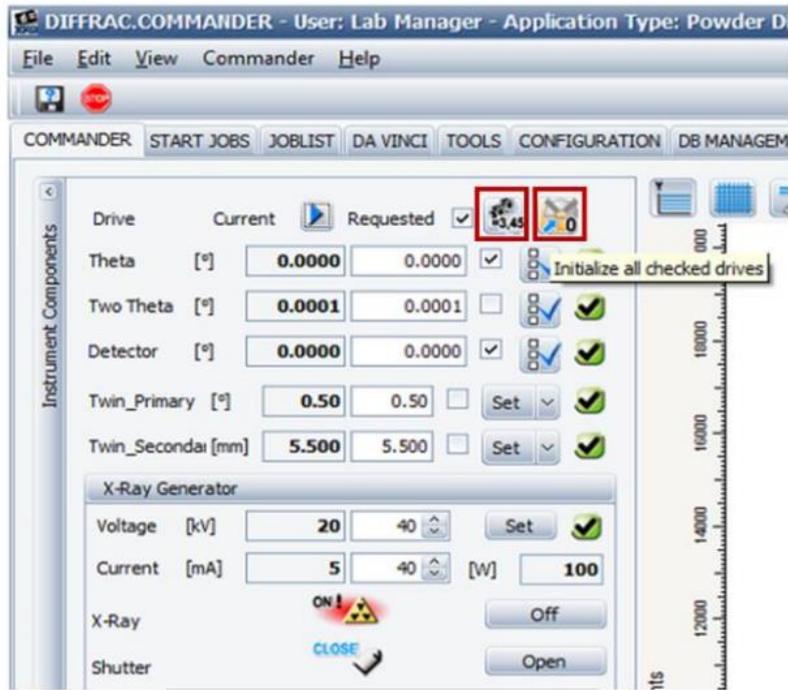


图 1-2

1.7 测试前先调节 X-Ray 发生器电压电流分别为“40 kV”和“40mA”（在图 1-2 中相应位置后面一列编辑框中编辑后点“Set”键，等待“Set”键右边指示符变为“绿色对号”，升压成功），稳定 15-20min。

1.8 机器启动完毕，可进行测量。

2. 简要测试步骤

2.1 样品制备:

粉末样品: 须充分研磨，一般要求磨成 320 目的粒度，约 40 微米。

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。按下图所示，制备粉末样品：

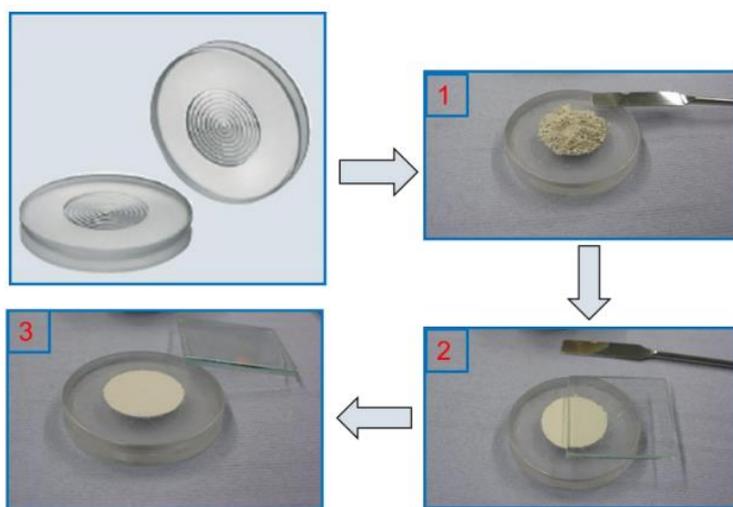


图 2-1 正压法粉末样品制备步骤

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 2-2 块体样品架

2.2 装样

2.2.1 将制备好的样品小心地安装在样品托架上，轻轻旋扣好。

2.2.2 按下机器正面右边两个指示灯中下边的按钮（为开门按钮），此时一起正面左侧下方指示灯变为“绿色闪烁”指示，表示舱门已开，可以打开仪器舱门，此时可以手握舱门下方的把手慢用力打开舱门。

2.2.3 将组合好的样品及托架小心放在仪器舱内样品台上（此机器为旋转样品台，固定方式为磁力吸附式，注意把握住样品），调整托架上面对应的开口位置与仪器样品台上的开口位置重合（防止样品托架上边沿遮挡低角度 X 射线。一般在使用样品托架时，测试范围包含小于 15°以下角度时，不能使用旋转功能，且缺口一定要对好。使用带铁环的塑料样品架时，可忽略此处。）

2.2.4 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。（正常情况，已经调好，勿动）

2.2.5 放好样品后，关好舱门（握住舱门下面把手慢用力，推按至舱内照明灯变暗一些，且左侧下方指示灯变为绿色常亮，指示门已关好。）

2.3 测试

2.3.1 关好舱门后，电脑测试软件操作，一般情况选择并确定：探测器（Detector）模式为“LYNXEYE_XE_T(1D mode)”；扫描形式（Scan type）为“Coupled TwoTheta/Theta”；扫描模式（Scan mode）为“Continuous PSD fast”；PSD opening 一般为 3.3°。设定扫描范围，扫描步长及每步停留时间。点击 Start 即可开始测量。如果勾选 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，勾选 Autorepeat 按钮，则在当次扫描结束后，扫描自动停止。

（图 2-3）。

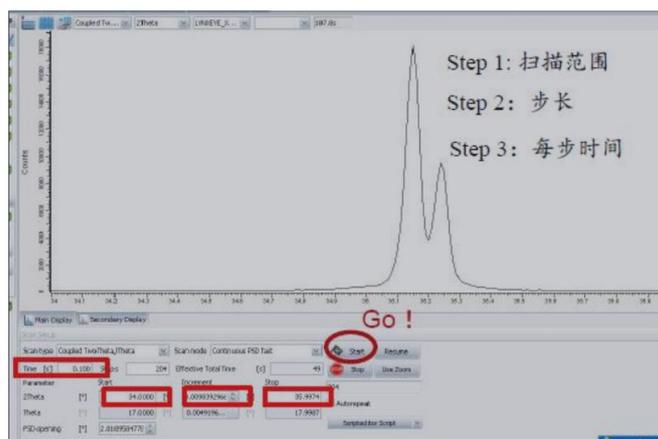


图 2-3

2.3.2 数据保存

测试结束后，点击 File-> save results file 将谱图保存为 raw 格式（本机器保存位置为 E 盘对应文件夹）。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 2-4）。

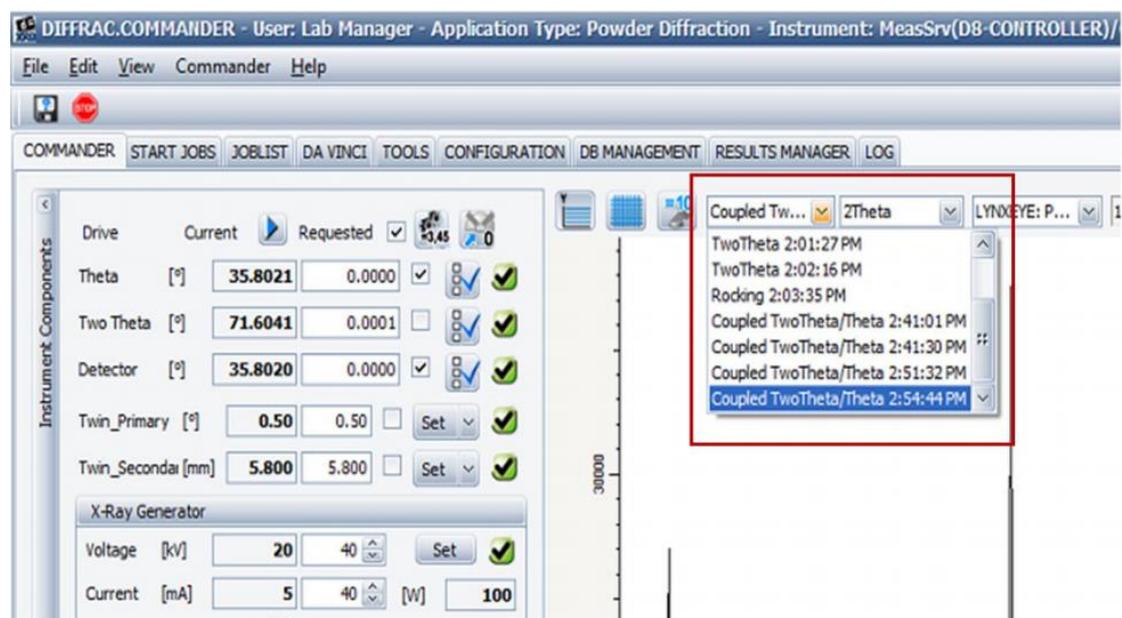


图 2-4

2.3.3 全部测试完毕后，离开前需要将 X-Ray 发生器电压电流分别降为“20 kV”和“5mA”待机（降压方法类同 1.7 节中升压方法）。

3. 关机步骤：

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

3.2 退出测量软件，并等待 10-15 分钟（彻底冷却光管）

3.3 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。

3.4 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）。

3.5 关闭水冷机、稳压电源。

3.6 关闭计算机。