XRD / X 射线衍射仪操作流程

1. 开机步骤

1.1 打开<mark>冷却水循环装置</mark>,此机器设置温度在 20℃。一般情况下,温度不超过28℃ 即可正常工作。

 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)

		interiorer j	Telb			
COMM	ANDER START JOB	S JOBLIST	DA VINCI	TOOLS	CONFIGURATIO	N DB MANAGEM
Components o	Drive Cur Theta [º] Two Theta [º]	rent D.0000	Requested 0.00 0.00	 ✓ 00 ✓ 01 	A Dinitialize all o	8] hecked drives
Instrument	Detector [°] Twin_Primary [°]	0.0000	0.00	00 🗹	8√	00 19000
	Twin_Secondar [mm X-Ray Generator	5.500	5.500	Se	et 🖌 🏈	150
	Voltage [kV] Current [mA]	20	40 0 40 0		Set 🕑	14000
	X-Ray Shutter	CLO	**		Off Open	12000

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,表示舱门己开,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),调整托架上面相对的开口位置与仪 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。如果勾上 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,勾掉 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)。

2 👳						
OMMANDER START J	DBS JOBLIST	DA VINCI TOOLS	CONFIGURATION	DB MANAGEMENT	RESULTS MANAGER LOG	
C Drive C Theta [*] Two Theta [*] Two Theta [*] Detector [*] Twin_Primary [* Twin_Secondar [r X-Ray Generat Voltage [kV] Current [mA]	urrent 35.8021 71.6041 35.8020] 0.50 mm] 5.800 or 20 5.800	Requested ♥ 0.0000 ♥ 0.0000 ♥ 0.0000 ♥ 0.50 □ S 5.800 □ S 40 ∞ 40 ∞ (W)	5.45 20 20 20 20 20 20 20 20 20 20		Coupled Tw TwoTheta 2:01:27 PM TwoTheta 2:02:16 PM Rocking 2:03:35 PM Coupled TwoTheta/Theta 2:41:01 PM Coupled TwoTheta/Theta 2:41:30 PM Coupled TwoTheta/Theta 2:51:32 PM Coupled TwoTheta/Theta 2:51:32 PM	LYNOCYE: P v

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"I"。

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。