

XRD 使用操作流程

1. 制样

可采用块状平面试样，可以为整块多晶体，亦可用粉末压制。

1.1 样品要求：

粉末：颗粒大小为 1-10um，过 200-325 目筛子，避免出现大颗粒影响衍射结果；

固体：样品检测面表面是十分平整的平面，试片装上样品后其平面必须能与衍射仪轴重合，与聚焦圆相切。

尺寸：平面 $L < 23\text{mm}$ ， $W < 18\text{mm}$ 的块状品；厚度 2mm， $L > 36\text{mm}$ 的片状样品。

(注：试片表面与真正平面偏离（表面形状毛糙，不规则，凸出或凹下）会引起衍射线宽化、位移及使强度产生复杂的变化，对光学厚度小的（即吸收大的）样品影响更为严重。但在对峰强度准确度要求较高时，一般首先考虑避免择优取向而不是一味追求平整度。)

2. 装样

打开水冷机，水冷机运行正常后（无红灯闪烁），打开设备开关。

将样品板直接插入样品台，保证样品台中心与样品中心在同一直线，关闭防护罩。

3. 测试

打开 X 射线衍射仪控制软件，进入测量页面。选择测量模式（样品测量/Omg 扫描），设置控制参数（测量方式；步进；起始角度；终止角度；采样时间；管电压；管电流。）

点击开始，保存名称后，等待测试，测试结束后关闭软件。

4. 取样和数据导出

待防护罩门上蓝灯亮起，即可打开防护门，取下样品板，关闭防护门，关闭设备，15 min 后方可关闭水冷。

使用 XRD 专用 U 盘拷贝数据，每次使用前需将 U 盘格式化。

注意：

禁止水冷工作异常或无工作时运行设备。

禁止防护门未关启动设备。

禁止在工作时打开防护门，以免对设备和人体造成损害。

禁止超压、超功率工作。

点击开始，设备工作后，禁止在未出谱图前停止测试，以免损坏设备。

禁止超负荷工作，运行一段时间后应停机休整半小时。