



分析测试中心 XRD (X射线衍射仪) 样品测试步骤

百川实验楼 东侧 C106

样品测试操作步骤

01 送样要求

02 开机流程

03 测试步骤

04 数据保存

05 关机步骤

06 卫生整理

仪器照片和仪器参数



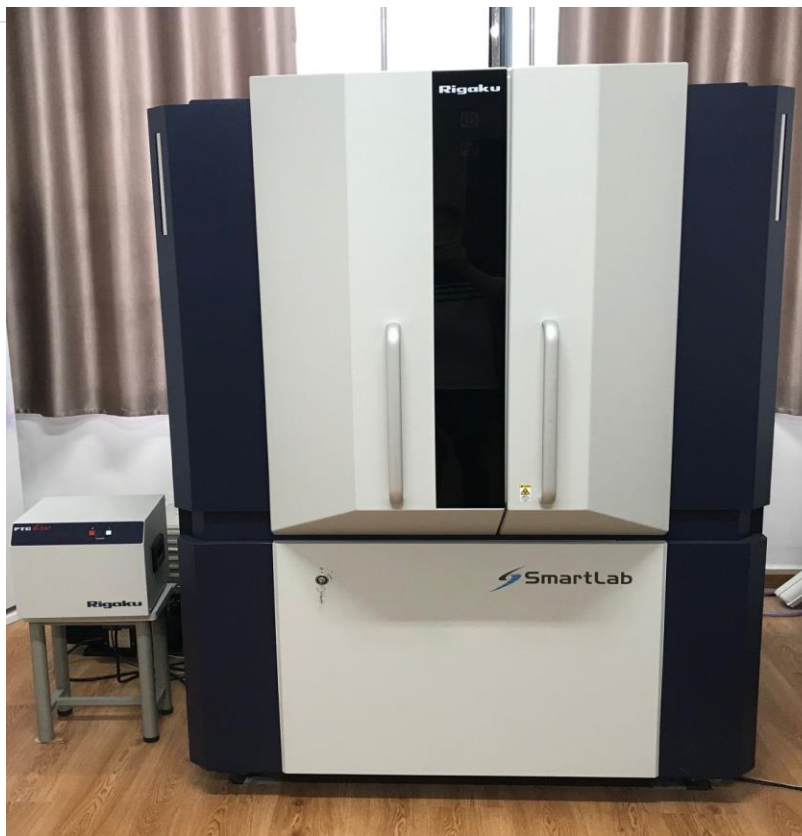
安徽理工大学
ANHUI UNIVERSITY OF SCIENCE & TECHNOLOGY

生产厂家：日本理学

型号：rigaku smartlab

应用领域

- 1、适用于各种无机材料、金属材料、有机材料、复合材料的物相定性分析；
- 2、晶体物质的定量、半定量分析；
- 3、晶粒大小分析；
- 4、结晶度分析；
- 5、小角X射线衍射（SAXS）。



主要技术指标：

X射线发生器功率为3KW、新型9KW转靶，测角仪最小步进： $1/10000$ 度；
CBO交叉光路，提供聚焦光路及高强度高分辨平行光路（带Mirror）；
高速探测器D/teX-Ultra（能量分辨率20%以下）；
智能的测量分析软件SmartLab Guidance； θ/θ 设计，样品可以水平放置；
全部系统自动调整；专利的CBO技术使聚焦光与平行光自动切换。

功能及特色：

1. 高低温样品测试；
2. 小角X射线散射（SAXS）；
3. 常规粉末衍射。

一、可接收**粉末、块体和薄膜**测试；**粉末**：样品量不少于0.1g；粒度在45um左右或过200目筛子，手摸无颗粒感，面粉质感，送样前请务必**研磨好**。

二、**块体**：长宽1-2cm（一般不小于1cm），厚度不超出10mm，若为立方体则平面长宽 $\leq 20\text{mm}$ ，且厚度范围50um-10mm；需要**注明测试面**，测试面需要平整光洁。

三、液体及胶体样品：样品浓度越高越好，只有液体中有晶体存在才可能出峰，**液体样品测试难度大且不确定性大**，若样品能够被干燥，建议干燥成粉末状态后，选择粉末状态进行测试；若选择液体状态，默认液体直接上机测试。**不接受腐蚀性液体**。

四、测试**角度范围**10-90°，**扫描速度**5°/min要求在《测试申请单》中填写清楚。

五、样品需提供的信息：主要成分、**是否有毒**、是否皮肤可以接触，如有**特殊安全防护要求**请备注等。

02 开机流程 第一步 打开循环水



安徽理工大学
ANHUI UNIVERSITY OF SCIENCE & TECHNOLOGY

关闭状态/初始状态



运行状态



第一步：打开/运行循环水，左图为初始状态，按钮调到运行，达到如右图的运行状态。

注意：循环水运行十分钟后，再进行后续操作。

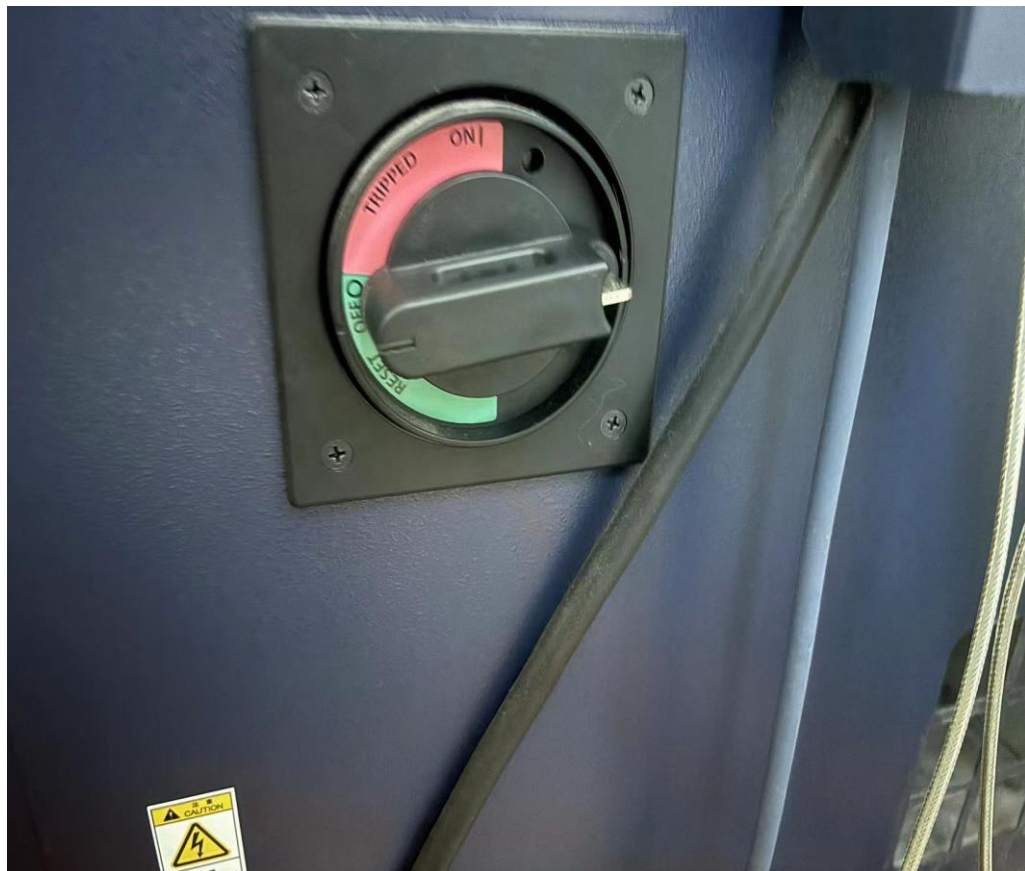
Anhui University Of Science & Technology

02 开机流程 第二步 打开主机电源



安徽理工大学
ANHUI UNIVERSITY OF SCIENCE & TECHNOLOGY

旋钮初始状态



运行状态



第二步：转动旋钮（主机背面），左图为初始状态，顺时针转动旋钮，把旋钮拧到竖着ON，达到右图的运行状态。

02 开机流程 第三步 打开主机开关



安徽理工大学
ANHUI UNIVERSITY OF SCIENCE & TECHNOLOGY

初始状态



运行状态



第三步：转动钥匙，左图为初始状态，钥匙对应的为0，把钥匙向右拧到底，自动弹回1，钥匙现在对应的为1，达到右图的运行状态。

02 开机流程 第四步 打开电脑主机+确认小电脑运行状态



安徽理工大学
ANHUI UNIVERSITY OF SCIENCE & TECHNOLOGY

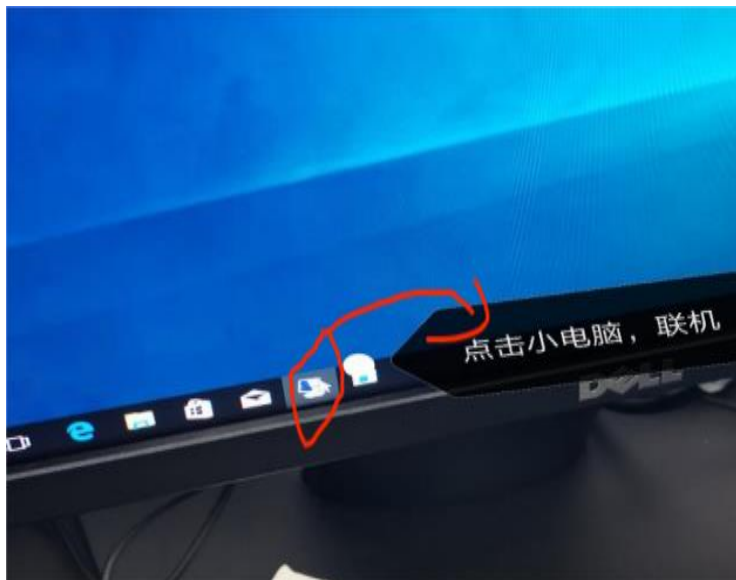


点击按钮，打开电脑

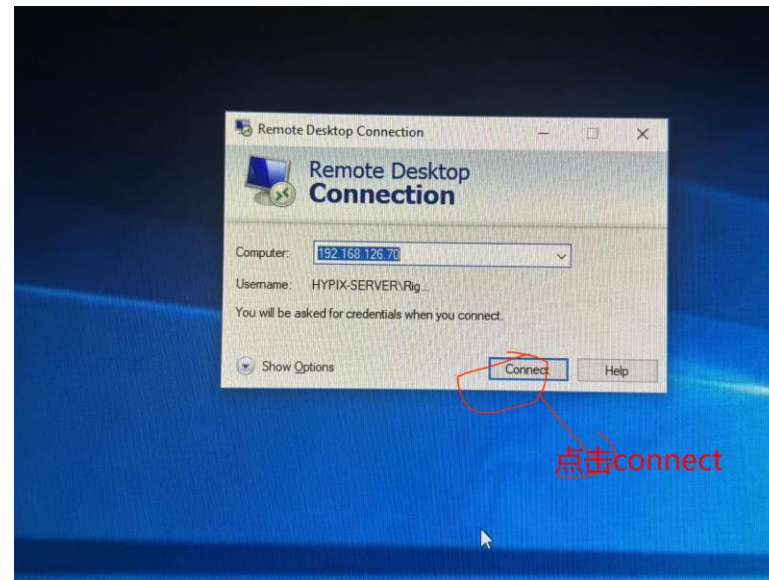


保证小电脑处在运行状态

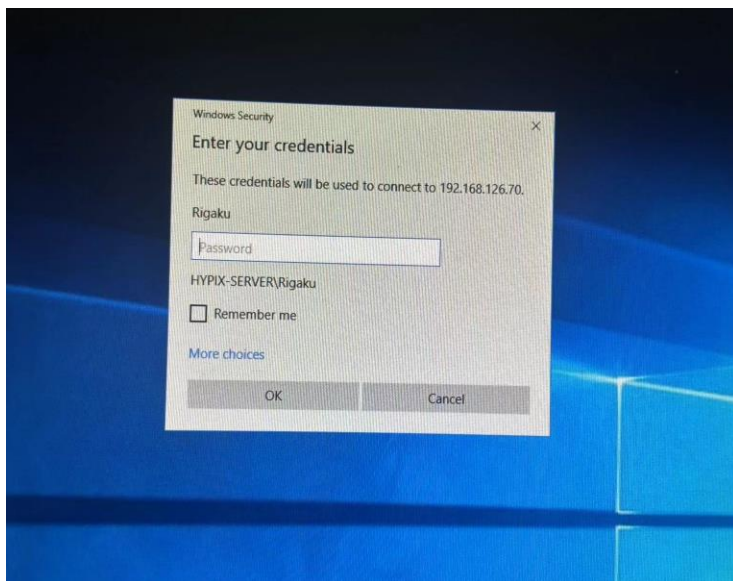
02 开机流程 第五步 设备联网



首先点击小电脑进行联机, 跳转到第二个图的页面。

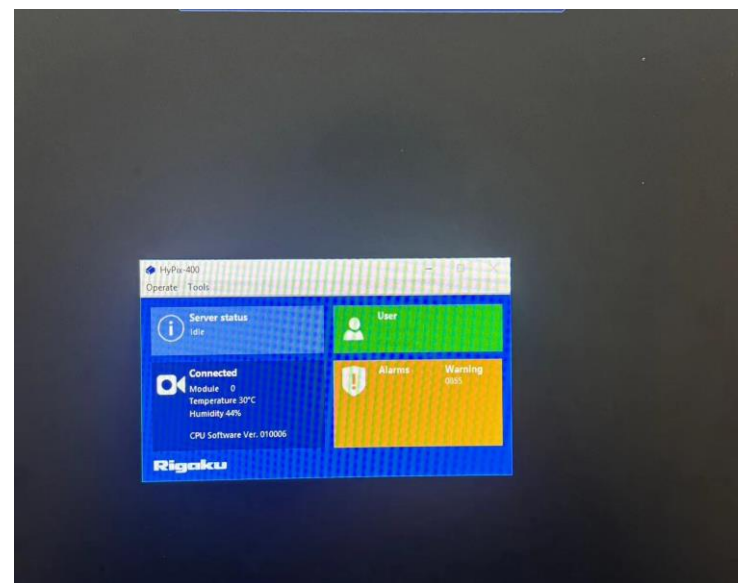


点connect, 会跳转到第三个图的页面

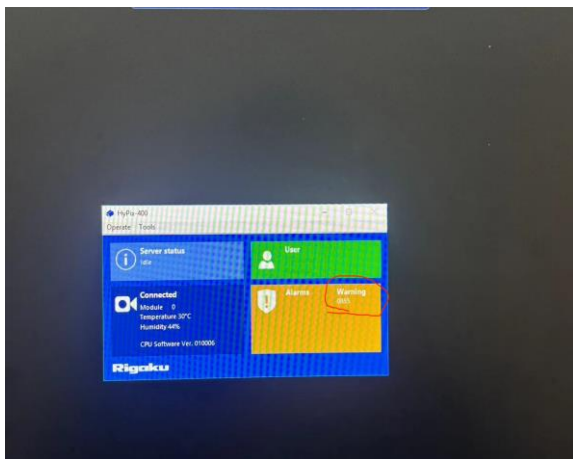


在第三个页面上点击ok 会跳转到第四个页面。

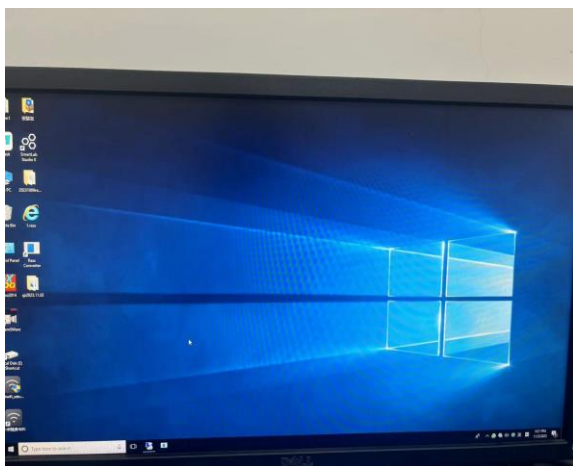
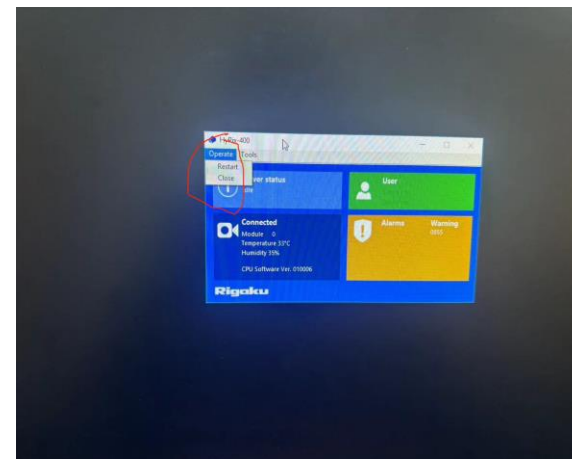
无密码，跳过



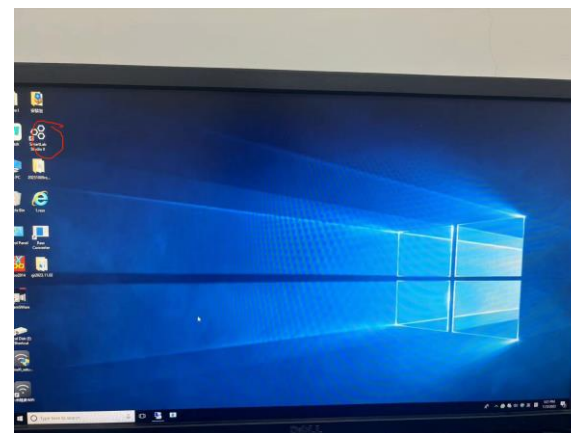
02 开机流程 第六步 打开软件



若warning下面有数字，需暂停5分钟（温度调节完成）后，点击operate，如右图（图中圈出来的），选择restart后，点最小化。



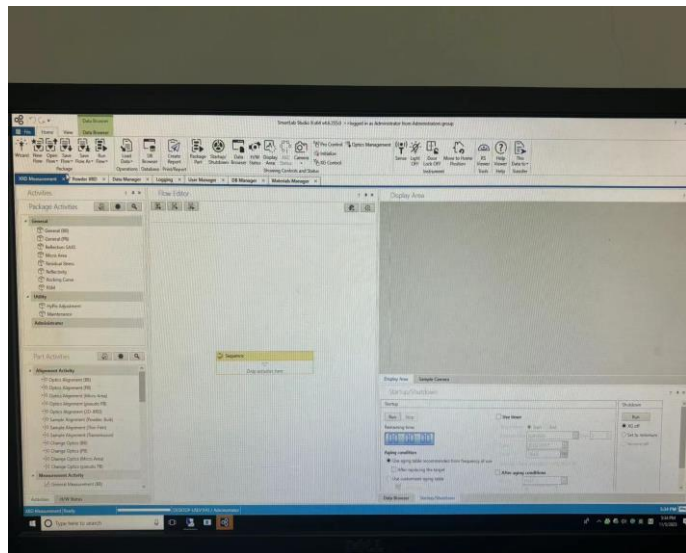
缩小后的页面



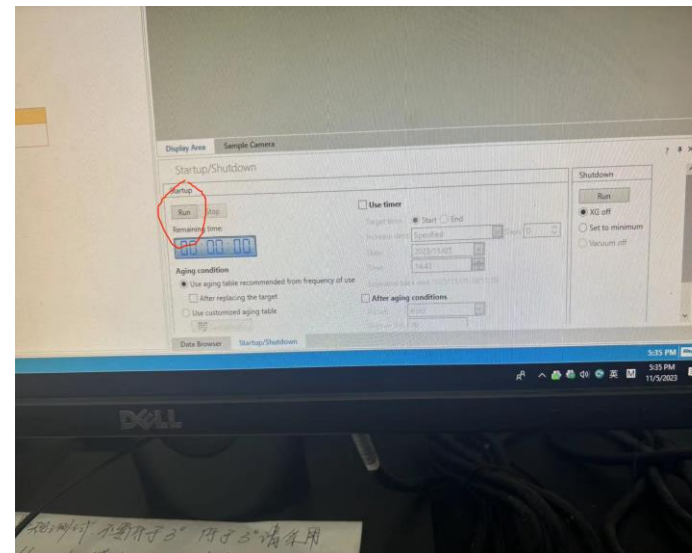
打开软件
**smartlab
studio**
（图中圈出）

注意：若warning下无数字直接进行缩小。

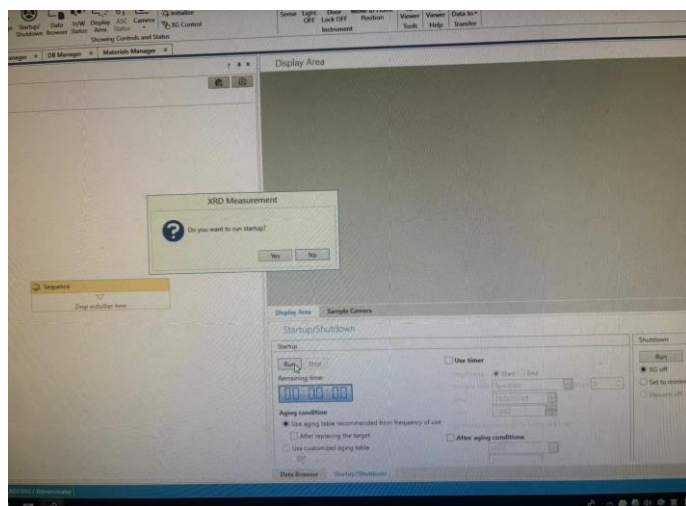
03 测试步骤 第一步 预热老化



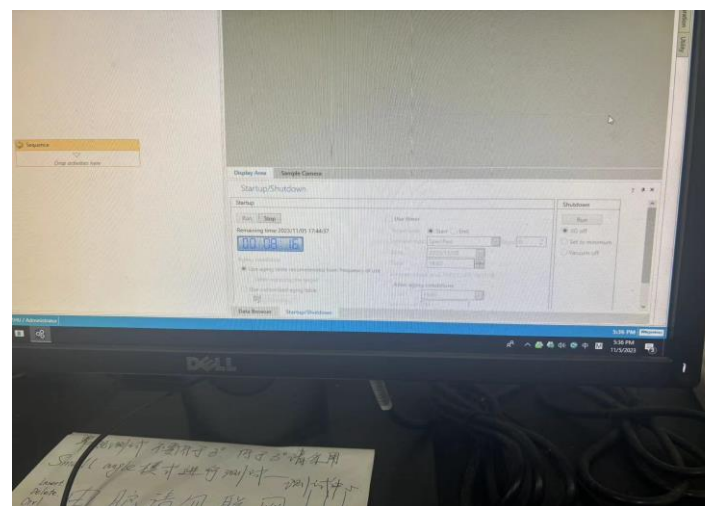
软件
初始
界面



点击startup界面
run 转到下一个
界面（图中圈出）



点击yes
进行预热

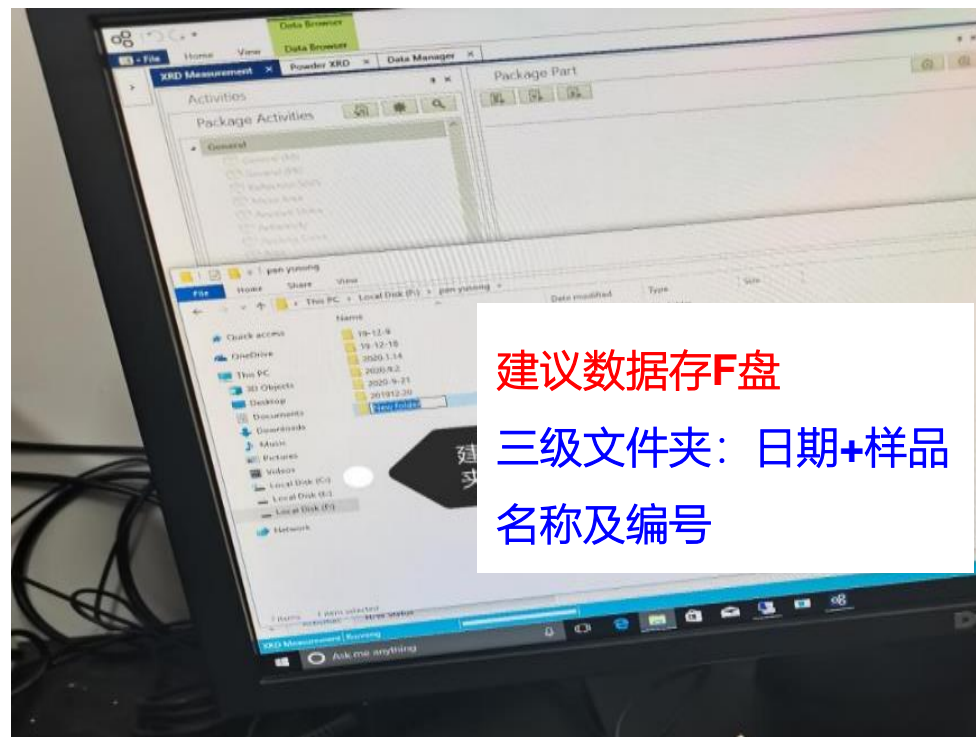
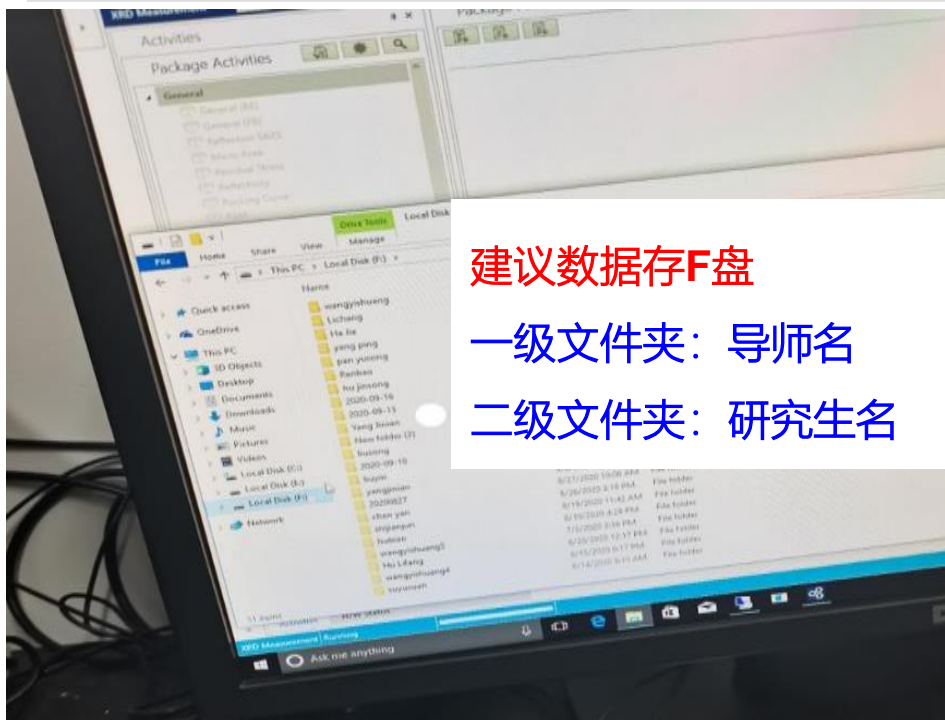


预热进行中
界面

03 测试步骤 第二步 建立文件夹



安徽理工大学
ANHUI UNIVERSITY OF SCIENCE & TECHNOLOGY



三级文件夹
先在F盘找到自己**1.导师名字的文件夹**，然后在自己导师文件夹里建一个**2.研究生文件夹**。

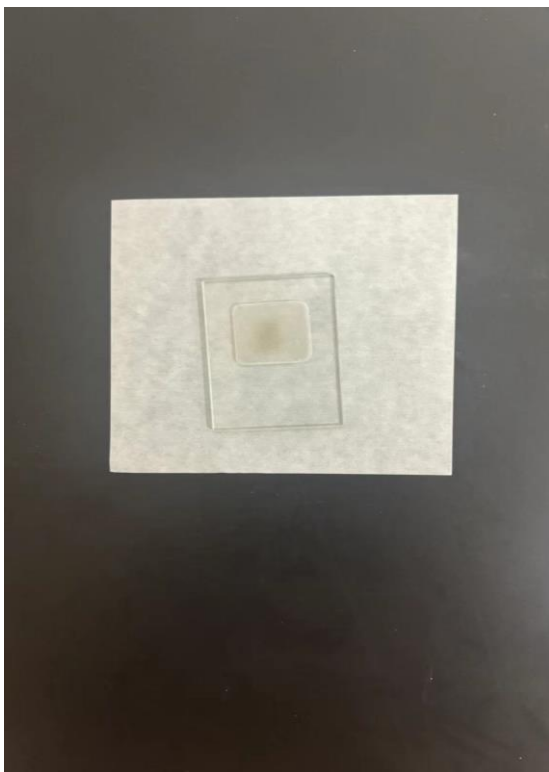
3.自己测试日期+样品名称及编号
建立一个新的文件夹，
例如：2023-11-05+RGO+1

特别提醒：所有名称中避免使用中文字符或汉字，否则有可能报错

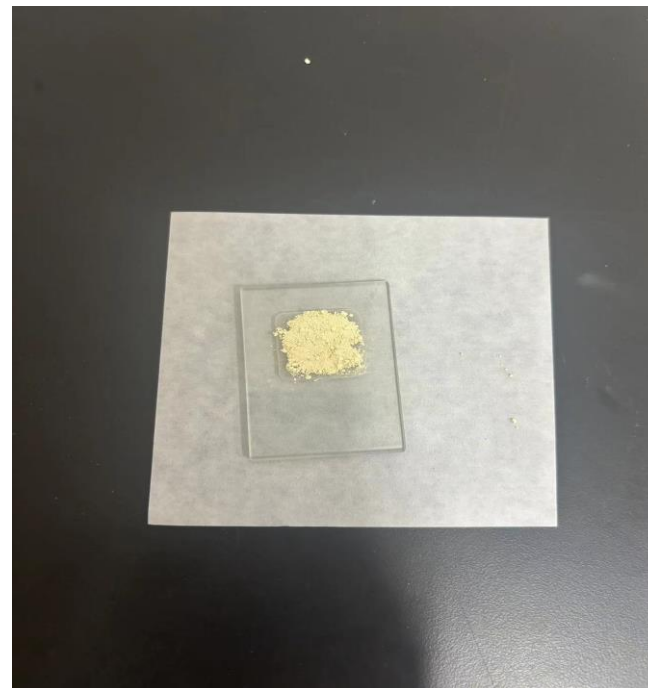
03 测试步骤 第三步 样品制备



安徽理工大学
ANHUI UNIVERSITY OF SCIENCE & TECHNOLOGY



样品放置在专用载玻片的玻璃凹槽中



样品尽量铺满整个凹槽
保持表面平整

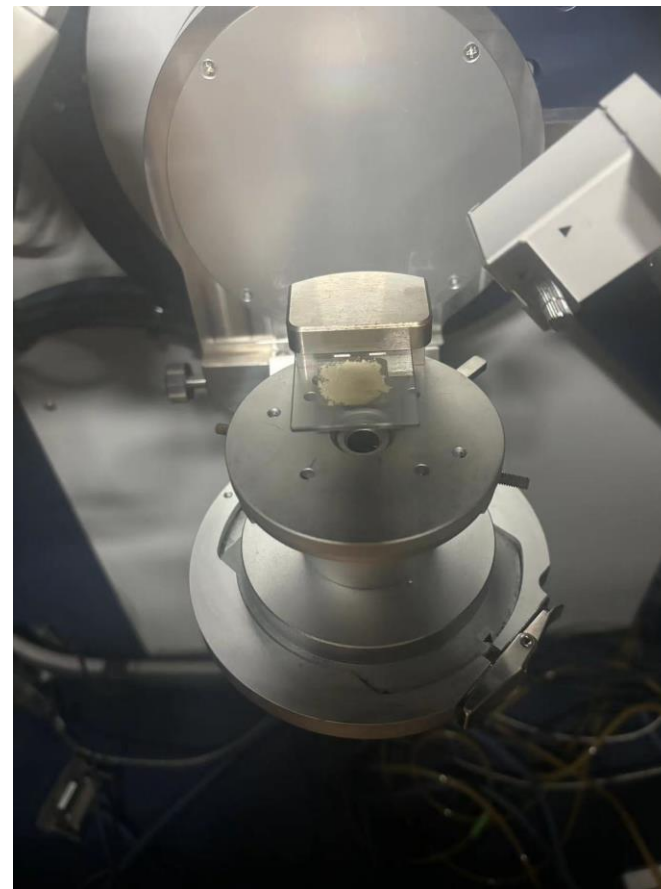
03 测试步骤 第四步 样品放入仪器



安徽理工大学
ANHUI UNIVERSITY OF SCIENCE & TECHNOLOGY

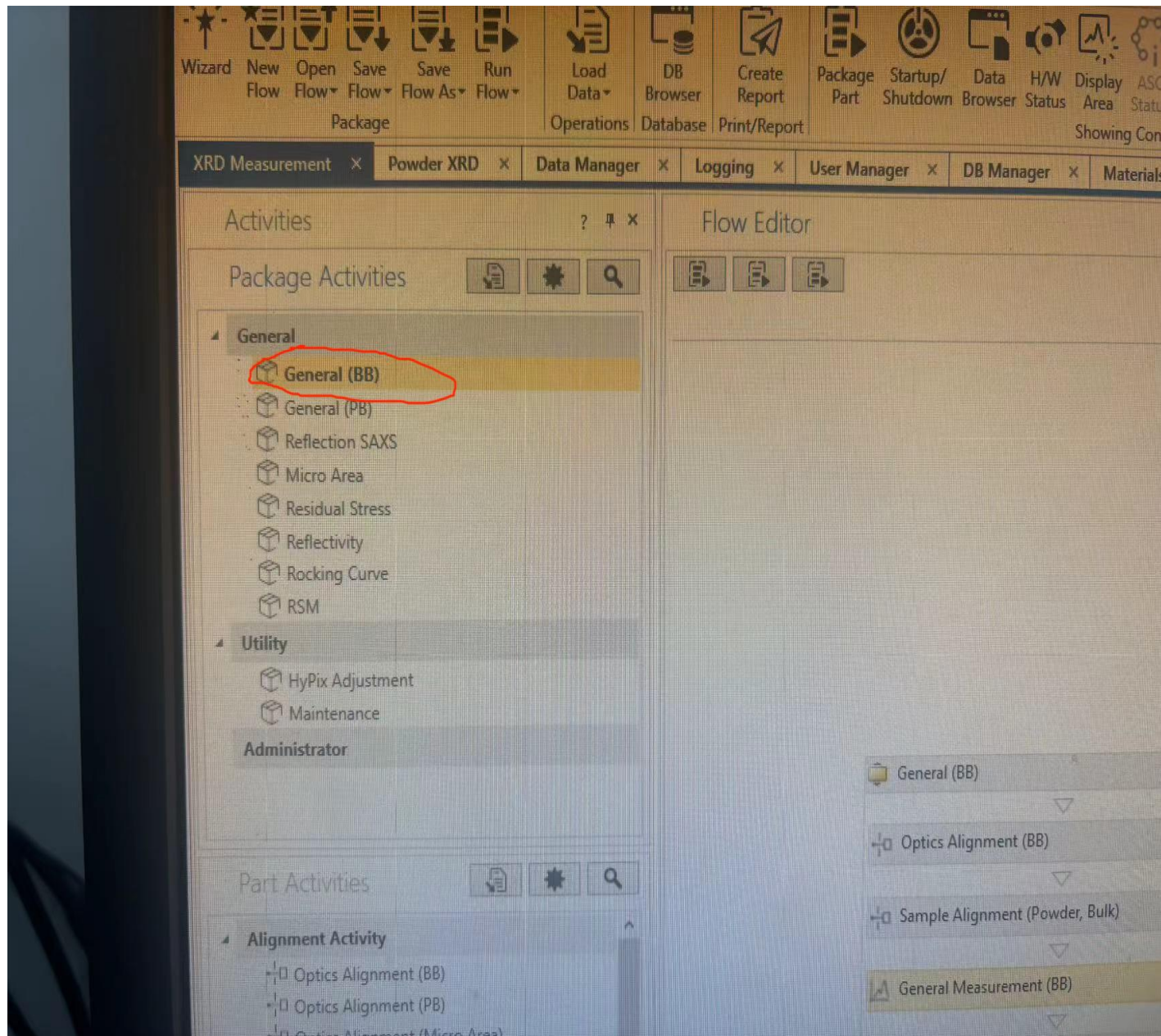


把空白**长头**插入**测试夹卡槽**内



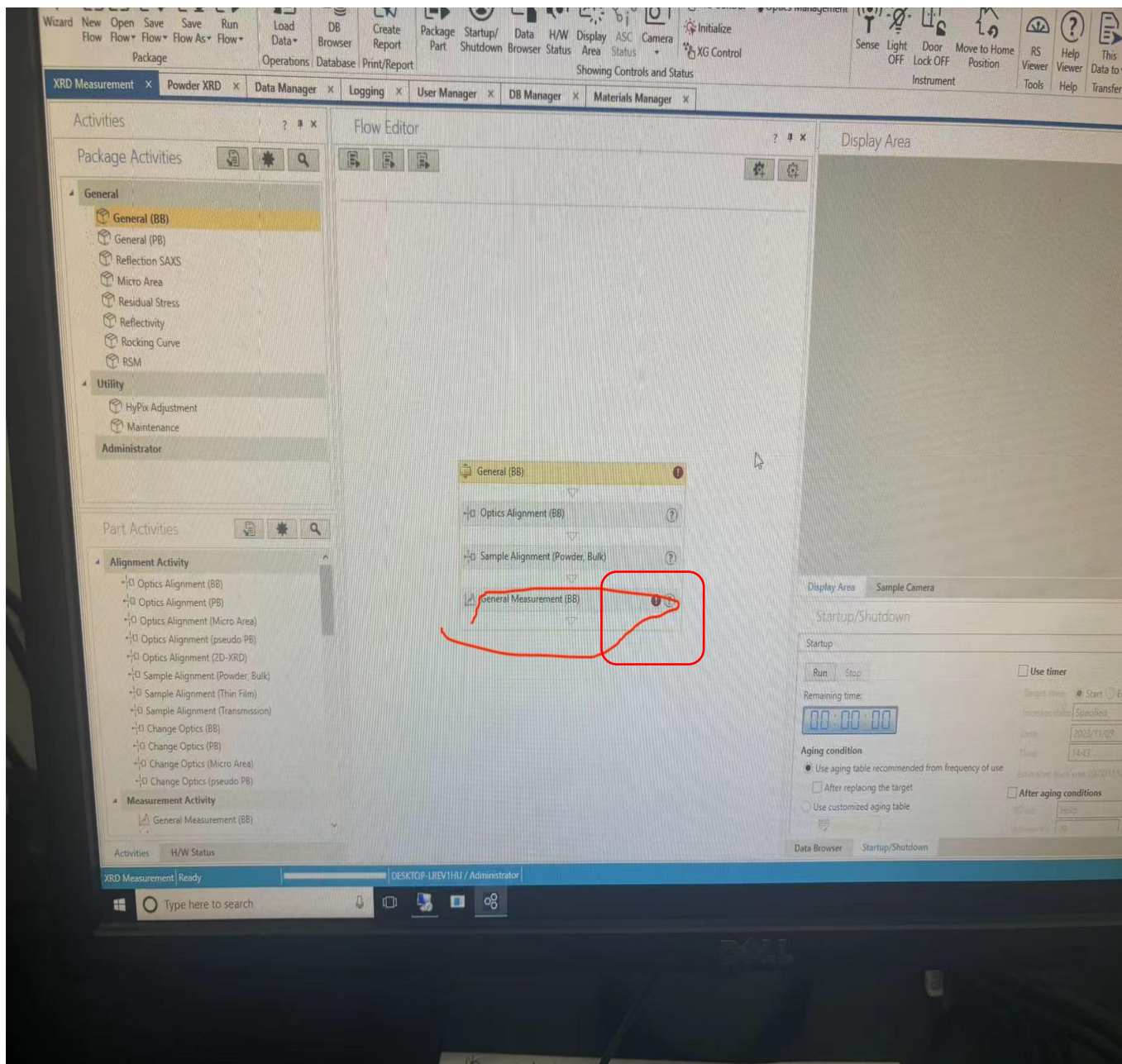
正确放置 图例

03 测试步骤 第五步 调整测试



预热后界面，
点击General (BB)
(图中标出)

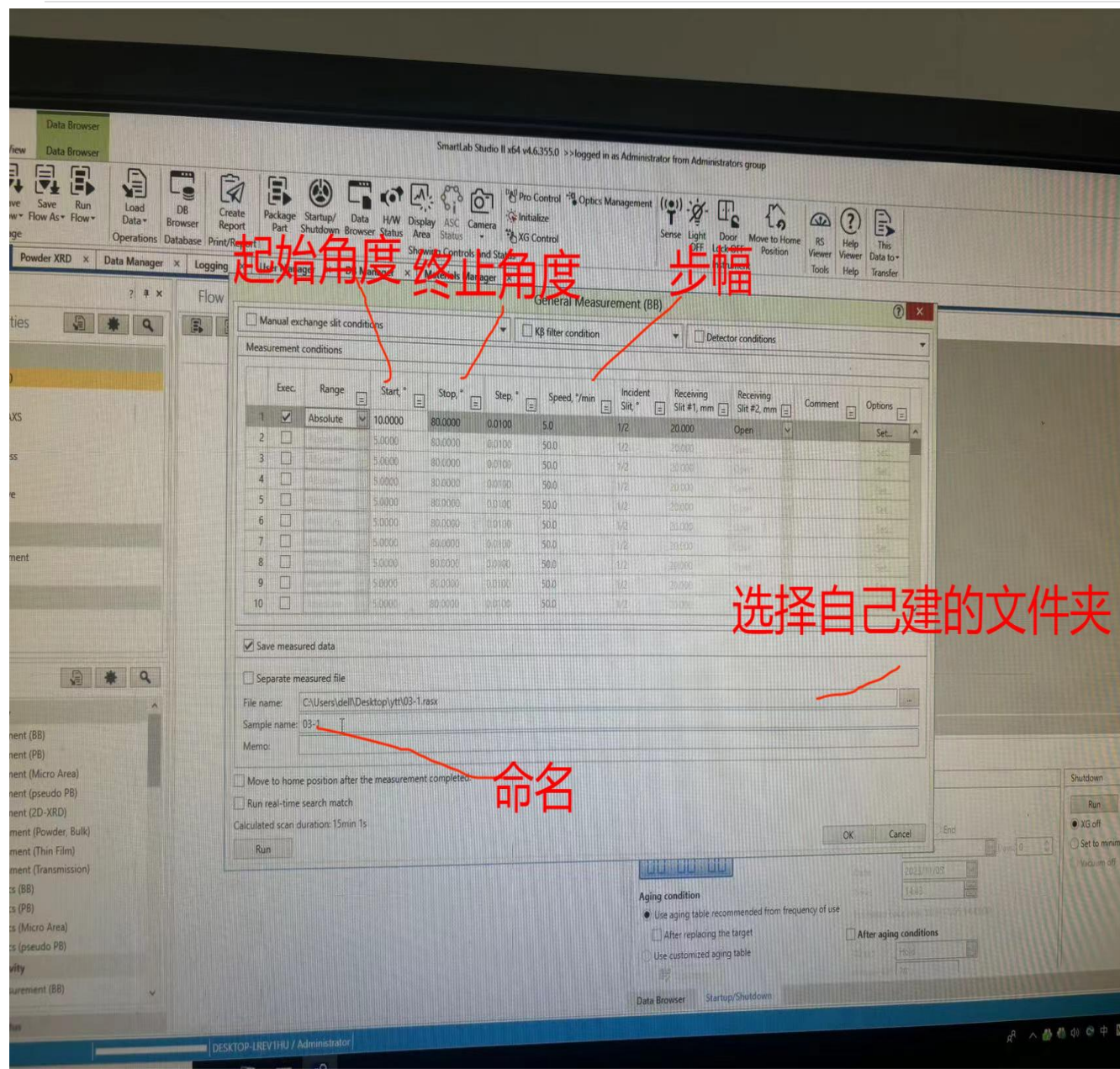
03 测试步骤 第六步 调整测试



点击
General Measurement (BB)
进入到下个界面
(图中标出)

点击右侧方框内的“红色图标”
进入设置测试条件

03 测试步骤 第五步 调整测试



对测试起止角度、步幅、文件名进行设置，设置完成点击run进行测试（注意：建议文件夹名称按照三级文件夹规范化进行命名）

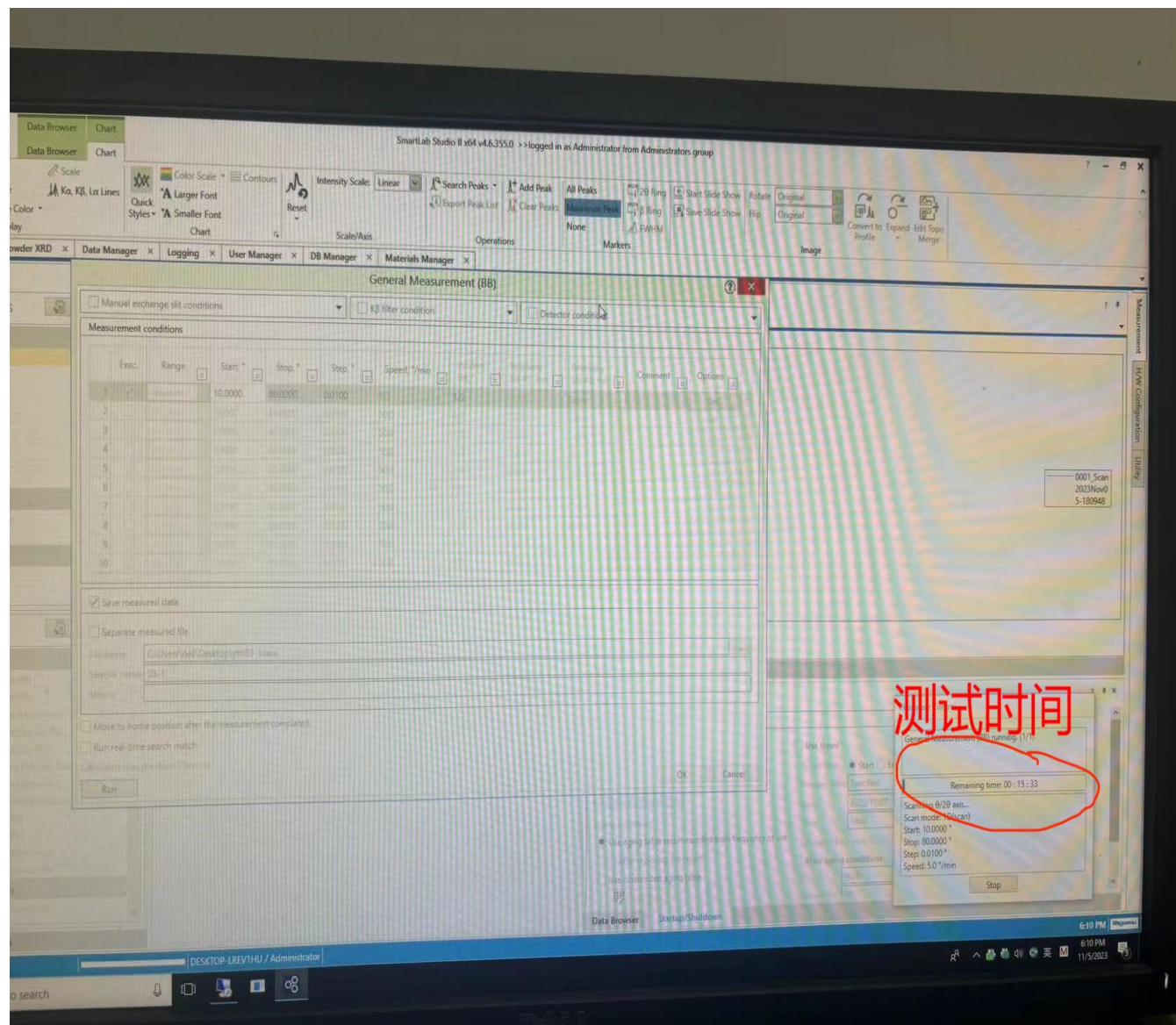
建议参考条件

起始角度：10°

终止角度：90°

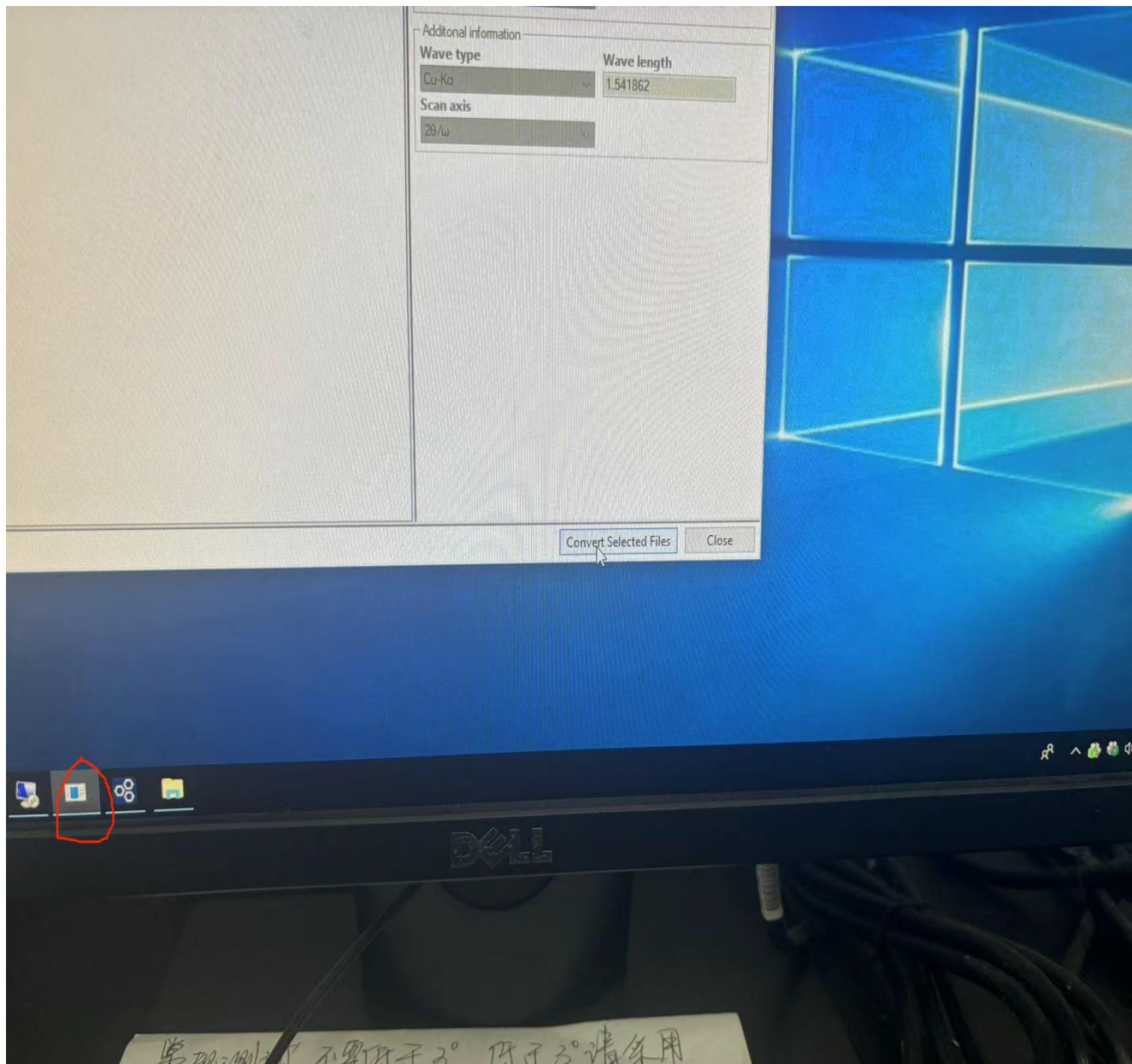
扫描速度：5°/min

03 测试步骤 第七步 调整测试



测试进行中

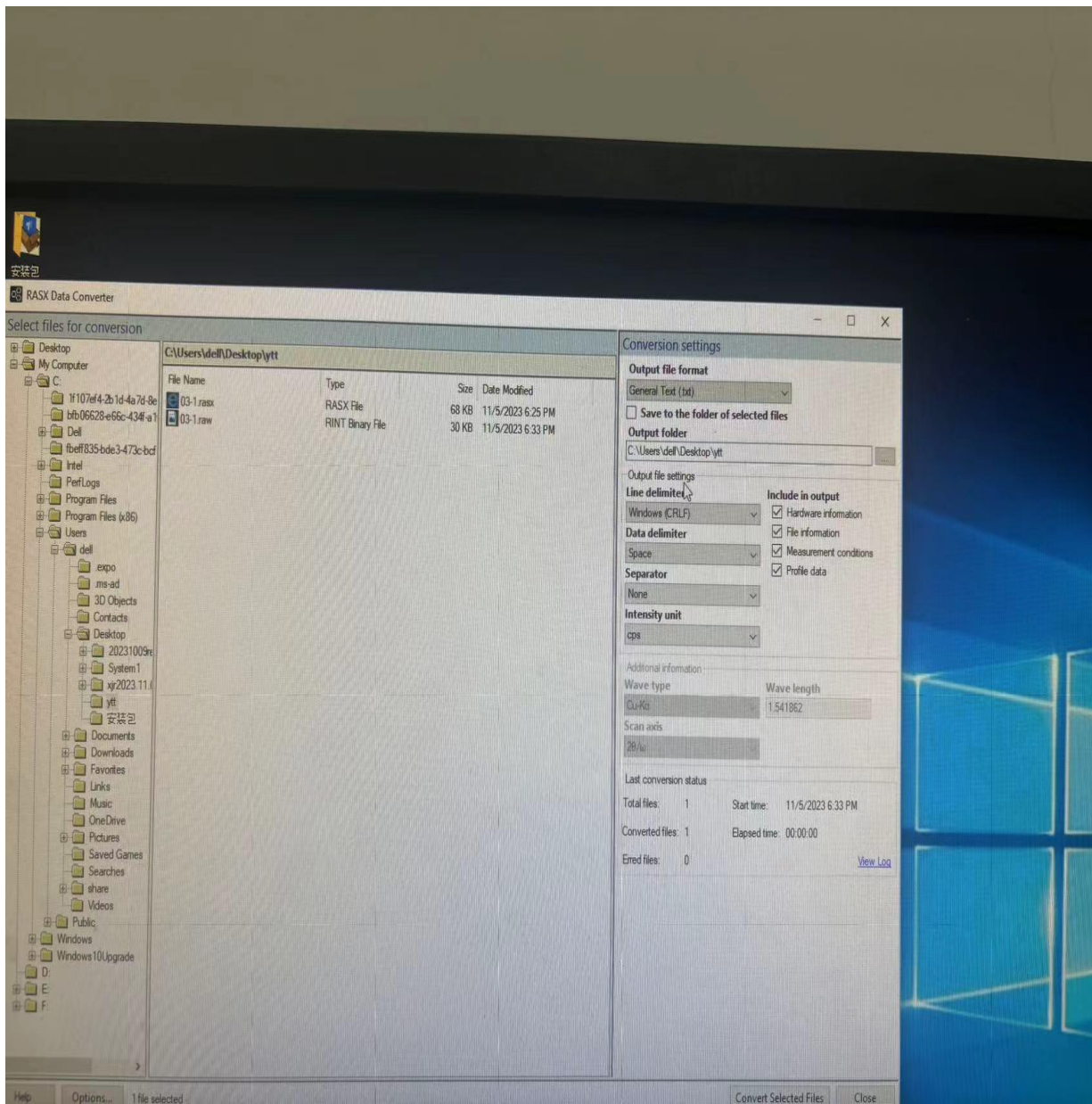
会出现倒计时界面



测试完成后点击**小正方形**
(**图**中标出)

进行文件格式转化
并保存不同格式的文件

建议保存3种格式
原始数据rasx格式
txt格式
Raw格式

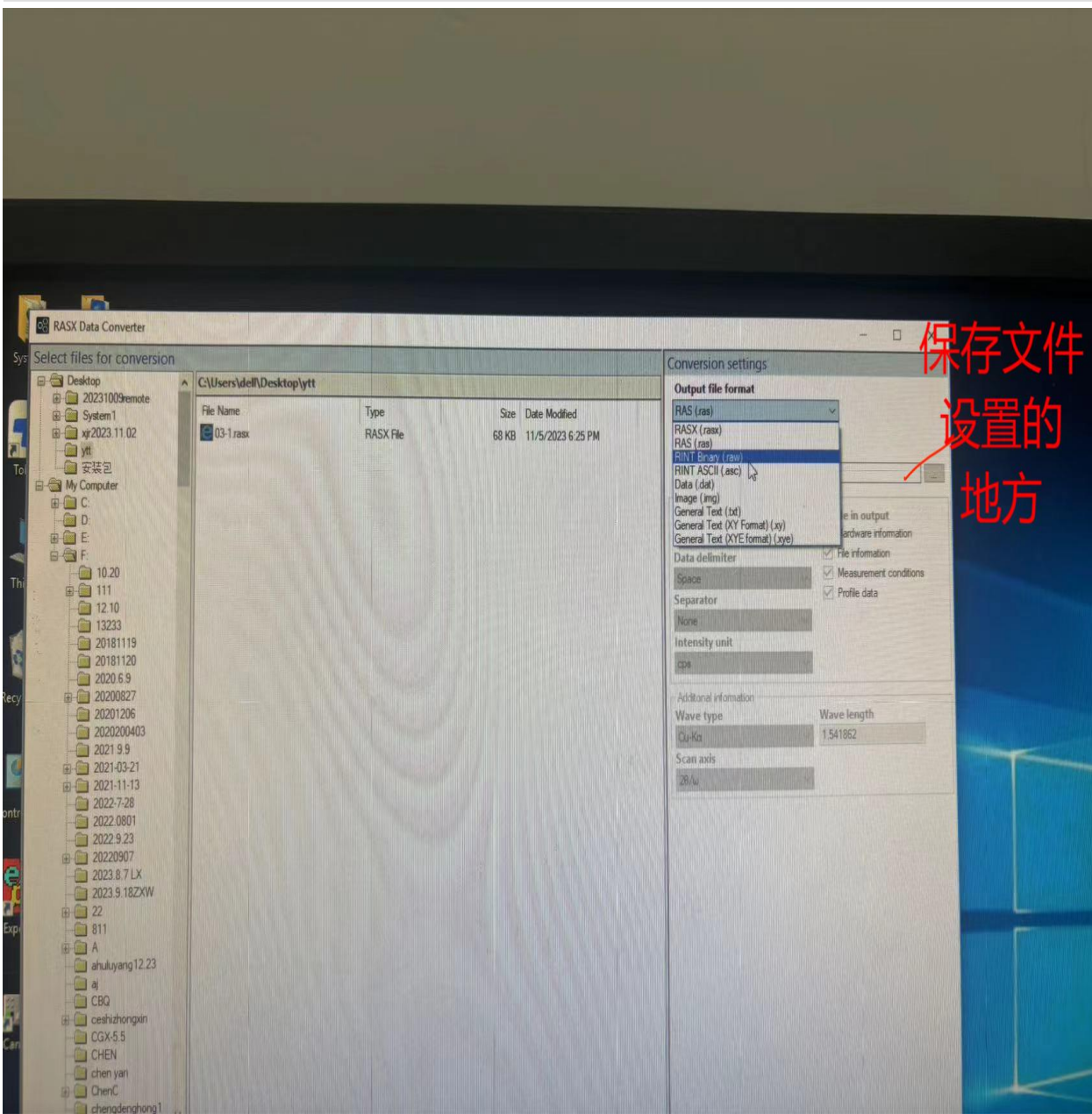


在F盘里找到自己保存
测试结果的文件夹

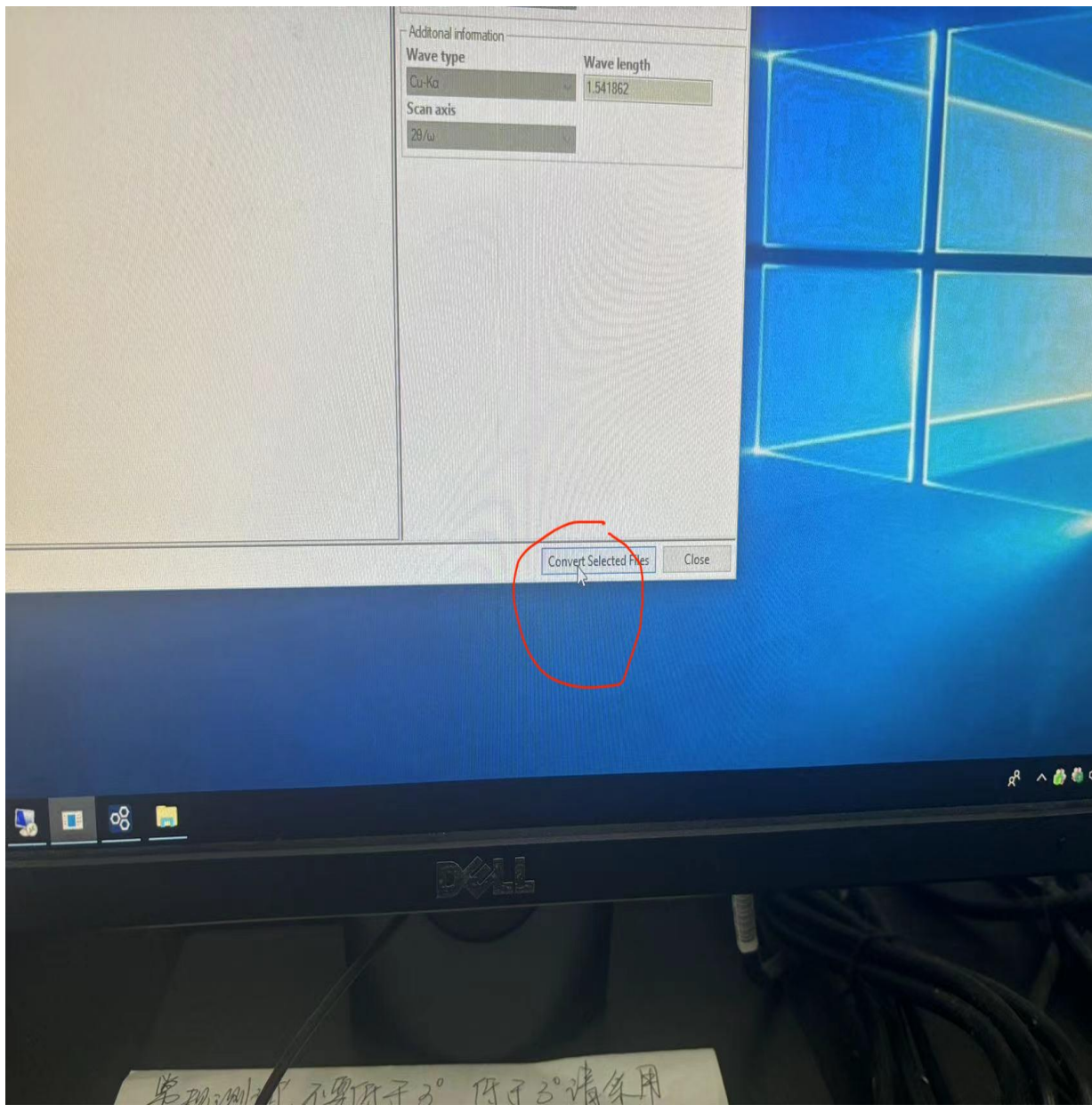
建议保存3种格式
原始数据rasx格式
txt格式
Raw格式

04 数据保存 第三步

文件保存+格式转换



选中rasx点击右边选择raw/txt格式
(注意保存位置为自己新建的文件夹)



点击convert selected files
进行转换格式
(图中标出)

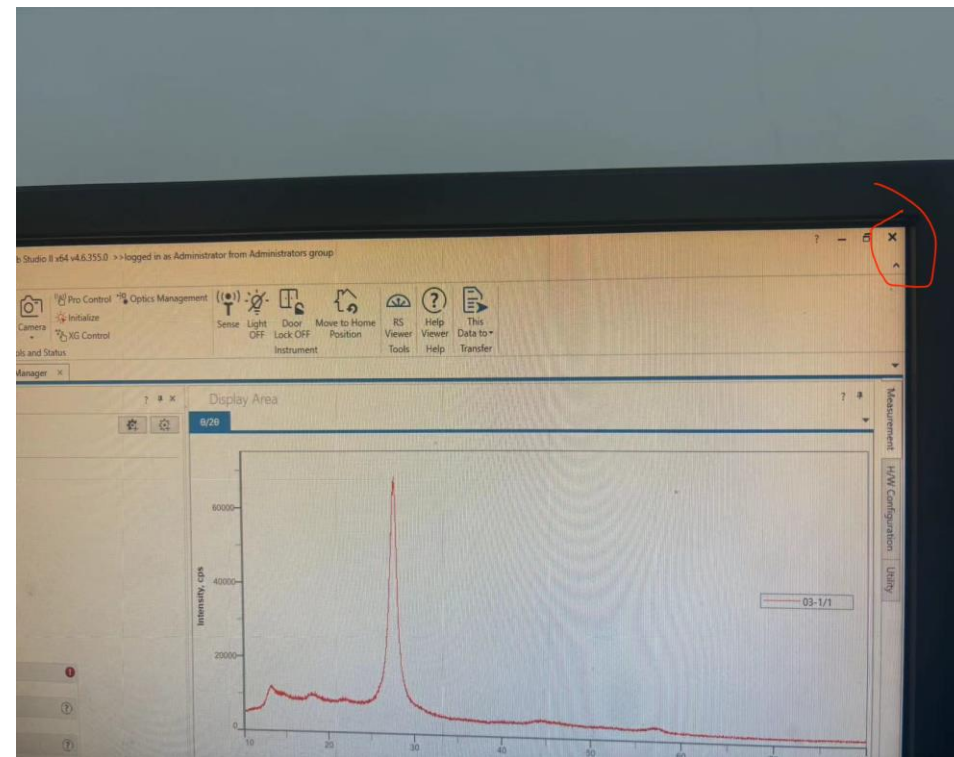
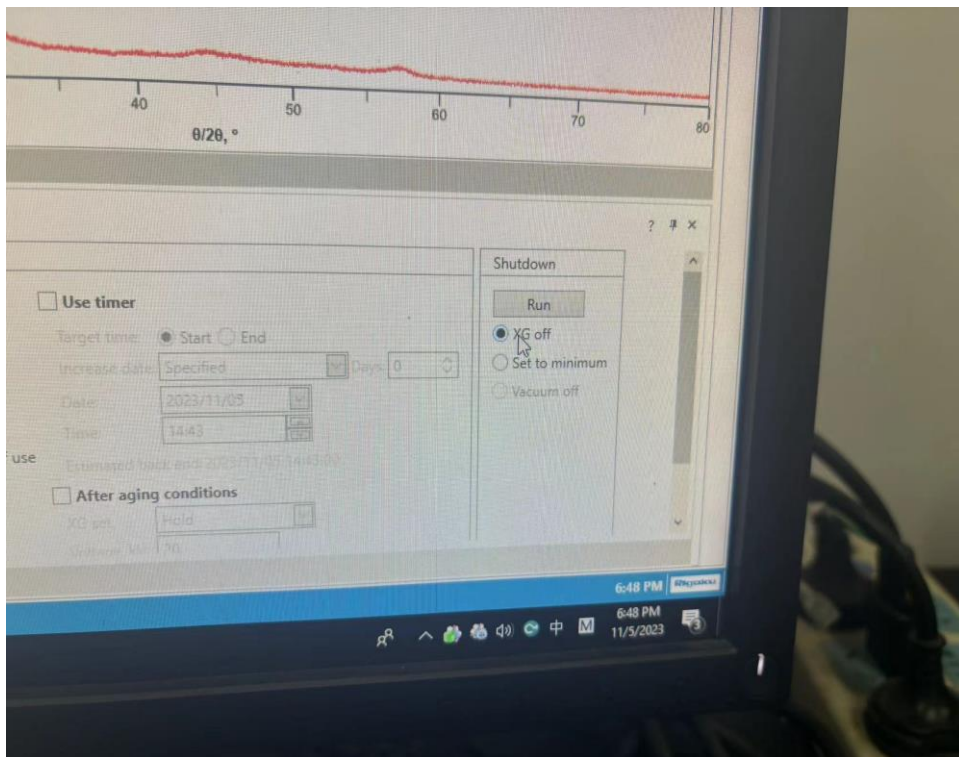
注意：

拷贝数据时

尽量避免使用金属外壳U盘，
建议使用塑料材质外壳U盘

05 关机步骤第一步

关掉X射线+软件



关闭射线源步骤

点击shutdown

下面的Run (必须是XG Off)

再点击yes

点击右上角 (图中圈出)
关闭软件出现弹窗点击
Exit

05 关机步骤第二步 关掉主机



安徽理工大学
ANHUI UNIVERSITY OF SCIENCE & TECHNOLOGY



把钥匙从1拧到0达到右图的状态

05 关机步骤第三步 关掉主机电源



安徽理工大学
ANHUI UNIVERSITY OF SCIENCE & TECHNOLOGY



把左图旋钮的状态拧成右图的状态（注意：逆时针拧）

05 关机步骤第四步 关掉循环水



安徽理工大学
ANHUI UNIVERSITY OF SCIENCE & TECHNOLOGY



等待十分钟后关闭水冷，把左图的按钮转变成右图的状态，然后关闭电脑。

06 房间卫生整理



完成测试和关机后，

请注意保持**仪器房间的整洁**和**良好卫生环境**：

1. 请将制样区桌面的用具**排放整齐**；
2. 制样区和电脑桌面的清理，用**抹布擦拭**清理粉末样品；
3. 房间内**小垃圾桶**内垃圾**及时清理**到楼道卫生间区域的大垃圾桶中；
4. 如样品不慎洒落地面，及时用扫把或拖布清理；
5. 如发现地面**潮湿**，及时向老师报告，打开**除湿机**保持**环境干燥**。

感谢各位**师生的共同维护**，预祝大家多出**高水平科研成果**。