

MiniFlex600 X 射线粉末衍射仪（XRD）操作规程

一、基本原理

X 射线衍射照射到晶体时，会受到晶体中原子的散射，而散射波就像从原子中心发出，每个原子中心发出的散射波类似于源球面波。由于原子在晶体中是周期排列的，这些散射球波之间存在固定的相位关系，会导致在某些散射方向的球面波相互加强，而在某些方向上相互抵消，从而出现衍射现象。每种晶体内部的原子排列方式是唯一的，因此对应的衍射花样是唯一的，类似于人的指纹，因此可以进行物相分析。其中，衍射花样中衍射线的分布规律是由晶胞的大小、形状和位向决定。衍射线的强度是由原子的种类和它们在晶胞中的位置决定。通过对材料进行 X 射线衍射，分析其衍射图谱，获得材料的成分、材料内部原子或分子的结构或形态等信息的研究手段。

二、操作规程

（一）开机步骤

- 1) 开启循环水泵：打开仪器后方黑色开关按钮；打开仪器前方绿色启动按钮，仪器发出“滴滴滴”响声，按下仪器前方的“Door Lock”按钮。
- 2) 开启计算机，双击桌面上“MiniFlex Guidance”软件（蓝色图标），等待循环水泵温度下降至 22℃ 以下。
- 3) 点击软件内“Start up”，弹出对话框，点击“Execute”，等待 7.5 分钟后，此时软件右侧栏中的 X-ray: on、Tube voltage: 40 kV、Tube: 15 mA，点击 OK，方可进行下一步测试。

（二）测试步骤

- 1) 点击软件上黄色“1 General Measurement”；
- 2) 输入文件名称，保存路径；
- 3) 点击“Set Meas Conditions”，选择起始角度、终止角度、步长、测试速度（如 5°/min）等，步长一般默认为 0.02，其他条件根据自己需求进行设置，设置完毕后点击 OK；

- 4) 将样品平整放置在载玻片凹槽内，按下仪器前方的“Door Lock”按钮，打开测试室门，把装有样品的载玻片送入测试室，关闭测试室门，再按下仪器前方的“Door Lock”按钮。
- 5) 点击软件上的“Run”开始测试。

(三) 关机步骤

- 1) 点击“Shut down”，弹出对话框，点击“Execute”，等待1分钟，此时软件右侧栏中的 X-ray: off、Tube voltage: -、Tube: -，点击 OK。
- 2) 按下仪器前方灰色按钮，关闭仪器后方黑色开关按钮。
- 3) 关闭软件和计算机。
- 4) 等循环水泵循环5分钟以上，关闭循环水泵。

三、注意事项

- 1) 不可更改仪器的固有参数，包括入射发射狭缝宽度的选择；
- 2) 预约使用设备，测试结束后按要求进行登记；
- 3) 测试过程中出现仪器故障等问题，请及时联系管理员。

3、日常维护

1. 按照仪器开关机要求，每天最后测试完及时关闭仪器。
2. 注意循环水泵中的去离子水的量，保证水量在 2/3 左右。
3. 每半年需要更换一次循环水泵中的去离子水。
4. 当软件右侧栏中显示“Water flow: <4.6 L/min”时，及时更换循环水泵滤芯。

五、异常情况应对

- 软件右侧栏中显示“Water flow: <4.6 L/min”时，并且循环水泵中的水量达到 2/3 左右，请及时更换循环水泵滤芯。
- 测试后，在待机情况下出现电流和电压自动降低或关闭，一般是关机时

误将下图中红色方框的“Execute”打“√”，将“√”去掉即可。



六、仪器故障实例

- 在循环水泵水量充足的情况下，软件右侧栏中显示“Water flow: <4.6 L/min”，及时更换循环水泵滤芯。
- 测试后，在待机情况下出现电流和电压自动降低或关闭，将关机时弹出对话框的左上方“Execute”的“√”去掉即可。

6、 维修维护

2019 更换滤芯

八、联系方式

工程师：胥海阳 联系方式：13911309712

九、附录