



# 兰州大学西部环境教育部重点实验室

## X' Pert Pro MPD X射线衍射仪 培训和操作使用说明手册

负责人：李 琼

联系电话：13893447870



# 目录

- 基本介绍
- 工作原理
- 仪器外观结构示意图
- 样品要求
- 仪器开启及控制软件连接
- 光管老化及系统校准
- 样品测量
- 实验结束
- 常见问题解答



# 基本介绍

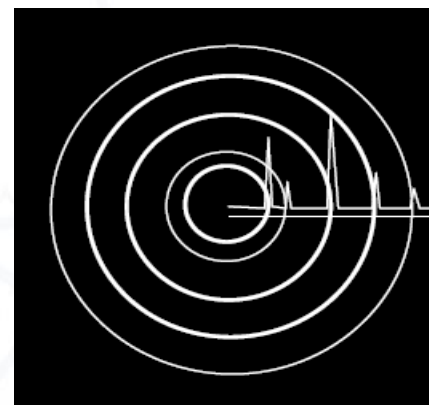
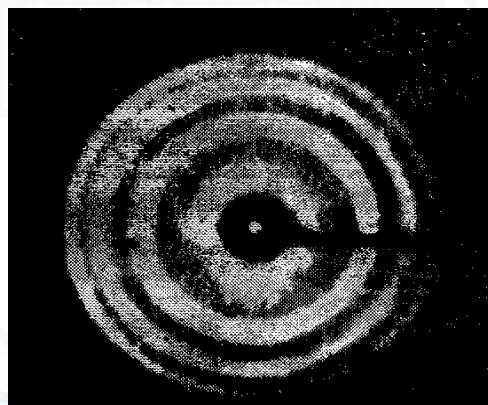
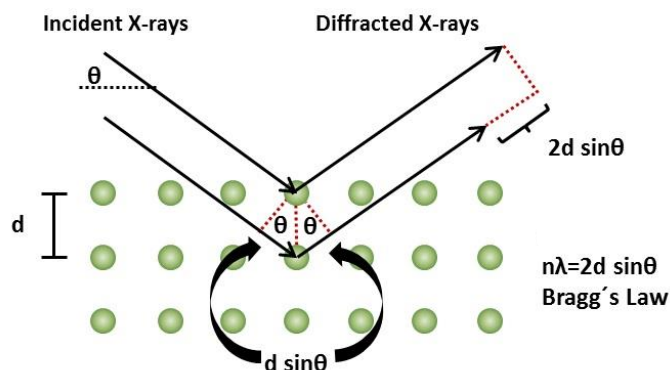
- 中文名称：粉末X射线衍射仪
- 英文名称：X-ray diffractometer
- 所属分支实验室：矿物岩石学实验室
- 型号：X' Pert Pro MPD
- 价值：165.5万人民币
- 制造商：荷兰帕纳科（Panalytical）公司
- 仪器功能：普通物相鉴定及高温相变研究
- 预约类型：提前预约
- 仪器位置：祁连堂305室



# 工作原理



**测量原理：** X射线照射到晶体上产生的衍射花样，除与X射线有关外，主要受晶体结构的影响。晶体结构与衍射花样之间有一定的内在联系，通过衍射花样的分析，就能测定晶体结构和研究与结构有关的一系列问题。



衍射照片

衍射图谱

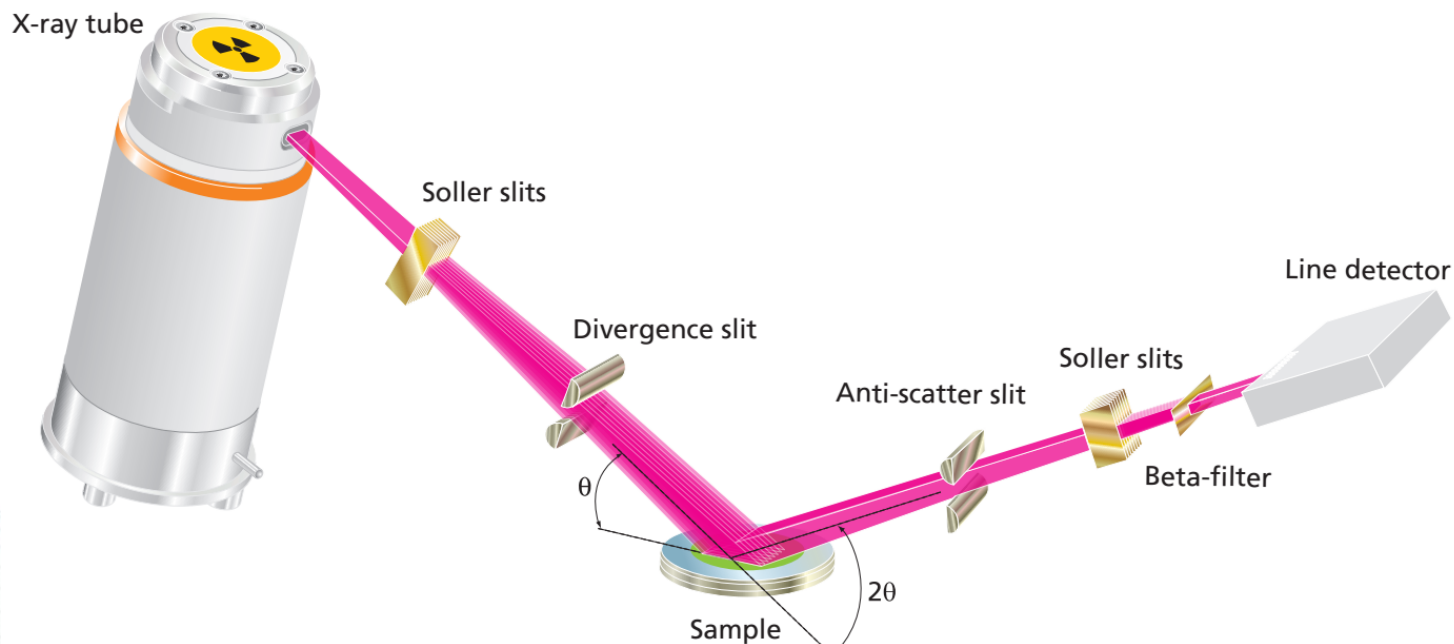
$2\theta$

**布拉格方程：** X射线沿某方向入射某一晶体时，当光程差等于波长( $\lambda$ )的整数倍( $n\lambda$ )时，晶面的散射线将互相叠加增强，晶面间距( $d$ )、反射线与反射晶面夹角( $\theta$ )与波长( $\lambda$ )满足条件 $2d \sin \theta = n \lambda$ ，即，布拉格方程。



# 工作原理

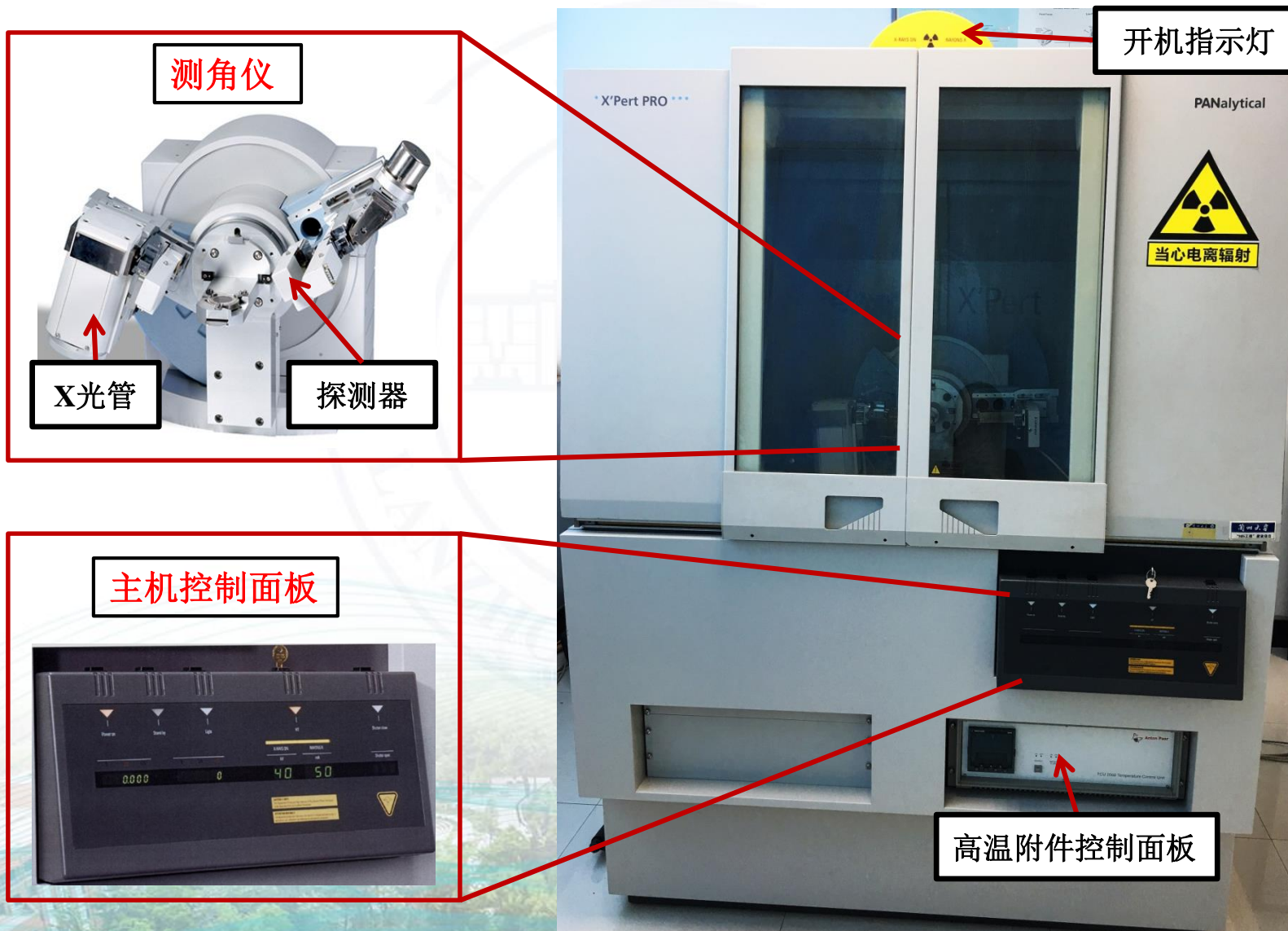
**测量原理：**根据布拉格方程，用已知波长( $\lambda$ )的X射线去照射未知结构的晶体，通过衍射角( $\theta$ )的测量求得晶体中各晶面的间距( $d$ )，从而可以揭示晶体的结构，这就是衍射分析。



**物相鉴定原理：**混合试样物相的 X 射线衍射花样是各个单一物相衍射花样的简单叠加，根据这一原理，将实验测定的衍射花样与已知标准物质的衍射花样进行比较，从而就可以把组成混合物相的各个单一物相鉴定出来。



# 仪器外观结构示意图





# 前言

- 普通物相鉴定待测样品必须是干燥的平均粒径约**5 um**的粉末状样品
- 粘土定量待测样品必须是经过粘土提取处理的样品
- 普通物相鉴定样品测量完毕**均可回收**
- 本实验室提供粉末研磨工具玛瑙研钵
- 操作过程中出现任何意外必须及时联系仪器管理员



# 仪器使用预约及用户资格要求

- 使用申请：采用**预约排队**制度，遵循**内部优先**原则
  - **邮件预约**：编辑“样品数量、类型、申请人姓名及联系方式、导师姓名、单位”发送至指定邮箱[qli@lzu.edu.cn](mailto:qli@lzu.edu.cn) 进行预约；
  - **电话预约**：0931-8915291 13893447870
- 收费标准：遵循“**先预约-后测试，先付费-后取数据**”的原则
  - 根据资环院内部、校内和校外三个标准按样计费。
- 开放范围：
  - 原则上开放给所有需要使用X射线衍射测量方法进行物相鉴定的师生；
  - 所有用户必须经过严格的**安全操作培训**且**考核合格**后方可独立使用。



# 待测样品要求

- 待测样品必须是**干燥的粉末状样品**
- 样品平均粒径必须控制在**5um**左右
- 粉末样品必须压制在专用玻璃样品支架凹槽中
- 制样必须保证样品均匀压实且避免样品颗粒定向排列
- 样品上表面必须与样品支架外缘上表面齐平





# 仪器开启

- 开启UPS稳压器电源，开启联机电脑
- 开启水冷系统：
  - 启动左侧面板开关至“**ON**”；
  - 启动正面控制面板开关至“**RUN**”；
  - 调节水流量高于**3.8 L/Min**，否则仪器高压不能启动。
- 开启仪器主机
  - UPS电源启动后，主机控制面板上“**Standby**”灯点亮，按下“**Light**”按钮仪器内部照明灯点亮；
  - 关好仪器门，将**HT**钥匙水平转动**90度**；
  - 按下“**Power On**”按钮启动主机，控制面板显示电压和电流为“**15 kV 5mA**”，很快变为“**30 kV 10 mA**”，仪器启动完成。



# 控制软件连接

- 双击桌面图标 “**X’pert Data Collector**” ， 启动测量控制软件。
- 单击软件顶部菜单栏中的 “**Instrument**” 按钮， 在下拉菜单中选择 “**Connect**” 开始联机操作。
- 在弹出的 “**Connect**” 窗口中选择常规粉末样品台 “**PW3071**” 并单击 “**OK**” 与仪器进行联机。
- 联机成功后， 软件窗口左侧将显示仪器硬件设置 “**Instrument Settings**” 、 入射光路 “**Incident Beam Optics**” 和衍射光路 “**Diffracted Beam Optics**” 的相关信息。
- 双击 “**Instrument Settings**” 选项卡中的 “**X-ray -Generator**” 选项， 在弹出的 “**Instrument Settings**” 窗口中依次将电压和电流从原来的 “**30 kV 10 mA**” 升高至 “**40 kV 40 mA**” 。



# 仪器启动



步骤三：  
按下“**Power on**”  
按钮，开启高压。

主机电源接通：  
黄色“**Standby**”  
灯点亮。

步骤一：  
按下“**Light**”按钮开  
启仪器内部照明灯。

步骤二：  
HP钥匙水平转动  
**90度**，开启高压。



高压正常开启：  
仪器顶部黄色指示灯点亮，电流电压先显示  
“**15 kV 5 mA**”，很快转变为“**30 kV 10 mA**”。

CAUTION X-RAYS  
This Equipment Produces High Intensity X-Ray Beams When Energized  
to Be Operated Only by Qualified Personnel.  
ATTENTION RAYONS X  
Cet appareil produit des faisceaux de rayons X à haute intensité lorsqu'il  
est activé - son utilisation est réservée au personnel compétent.





# 控制软件联机

步骤一：

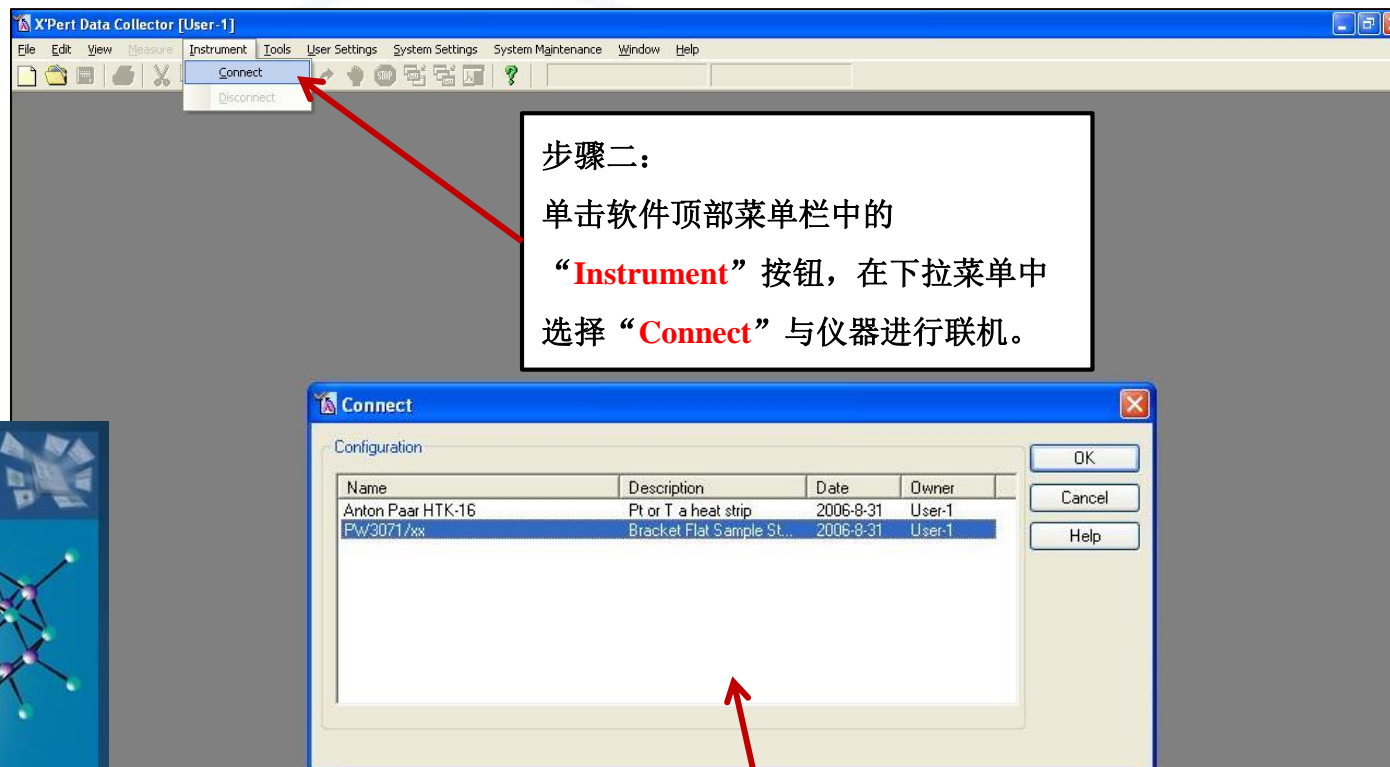
双击桌面图标“**X'pert Data Collector**”，输入用户名和密码，启动测量控制软件。



软件启动画面

步骤二：

单击软件顶部菜单栏中的“**Instrument**”按钮，在下拉菜单中选择“**Connect**”与仪器进行联机。



步骤三：

在弹出的“**Connect**”联机窗口中，选择常规粉末样品台“**PW3071**”并单击“**OK**”进行联机。



# 控制软件联机



2Theta: 5.000    Omega: 2.500    Count rate: "Unknown"    d-value: 17.65956    Water flow: 4.5

## 步骤四:

双击“**Instrument Settings**”选项卡中的“**X-ray -Generator**”选项，打开“**Instrument Settings**”仪器设置窗口。

## 联机成功:

高压正常开启，仪器顶部黄色指示灯点亮，电压电流先显示“**15 kV 5 mA**”，很快转变为“**30 kV 10 mA**”。

## 注意:

若X光管**超过24小时未使用**，则在开始步骤四和五之前，必须先进行X光管老化！

## 步骤五:

在“**Instrument Settings**”窗口中，依次将电压和电流升高至“**40 kV 40 mA**”。

方法：首先输入要升至的数值，然后点击“**Apply**”，几秒钟后再次更改要升至的数值，再点击“**Apply**”，循环多次，直至电流电压升至指定数值。

## 注意:

先升电压再升电流，且每次调整幅度**必须小于10 kV/mA!**



# X光管老化

## X光管老化条件:

- ✓超过**24小时**未使用的光管，仅需快速老化;
- ✓超过**100小时**未使用的光管，必须正常老化。

## 步骤一:

在仪器联机状态下，双击“**Instrument Settings**”选项卡中的“**X-ray - Generator**”选项，打开“**Instrument Settings**”设置窗口。

The screenshot shows the X'Pert Data Collector software interface. The main window displays the 'Instrument Settings' dialog box, which is open to the 'X-ray' tab. The 'X-ray generator' section shows 'Tension (kV)' set to 30 and 'Current (mA)' set to 10. The 'X-ray tube' section shows 'X-ray tube: PW3373/00 Cu LFF DK404645' and a 'Breed...' button. The 'Shutter' section has 'Line focus' selected. A 'Tube Breeding' dialog box is also open, showing 'Breed X-ray tube:' with 'at normal speed' and 'fast' options. Red arrows point from the text boxes to the 'Breed...' button and the 'Tube Breeding' dialog box.

## 步骤二:

单击“**Instrument Settings**”对话框中的“**Breed**”按钮，打开“**Tube Breeding**”光管老化对话框。

## 步骤四:

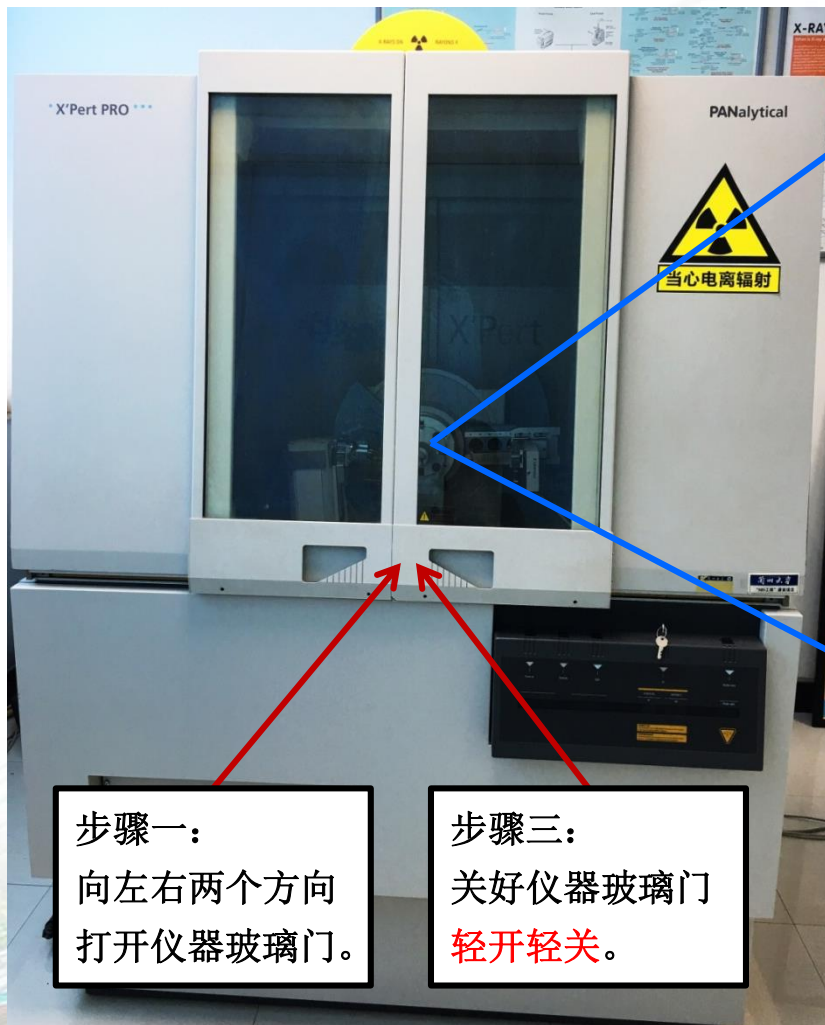
正常老化大约需要**30 Mim**，快速老化大约需要**15 Mim**。老化结束后仍需将电压和电流依次升高至“**40 kV 40 mA**”。

## 步骤三:

“**Tube Breeding**”对话框中，选择正常老化“**at normal speed**”或者快速老化“**fast**”，单击“**OK**”确定。

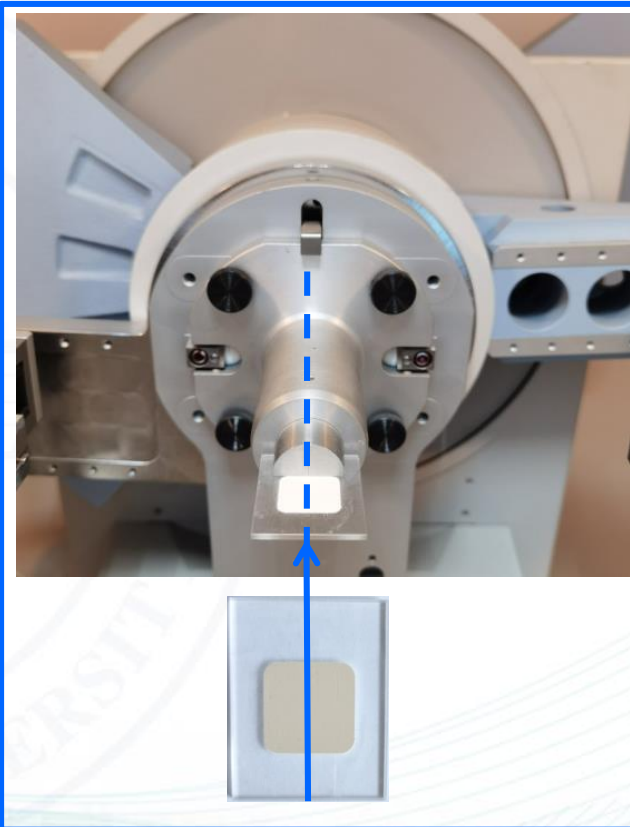


# 样品测量



步骤一：  
向左右两个方向  
打开仪器玻璃门。

步骤三：  
关好仪器玻璃门  
**轻开轻关。**



步骤二：  
将待测样品放置在样品台的弹簧夹上，支架  
边缘较宽的一侧朝向样品台，保证样品支架  
中心线与样品台半圆**中心线**对齐。



# 样品测量

## ➤ 软件测量操作

- 单击测量控制软件顶部菜单栏的“**Measure**”测量按钮，在下拉菜单中选择“**Program**”，打开测量程序对话框“**Open Program**”；
- 在“**Open Program**”对话框中选择编制好的测量程序，单击“**OK**”打开开始测量设置对话框“**Start**”；
- 单击“**Start**”对话框右侧的文件图标，在弹出的“**Select Filename**”窗口中对待测样品进行命名和选择保存路径，并单击“**Save**”保存设置；
- 在“**Start**”窗口中检查样品名称及保存路径正确无误，单击“**OK**”开始样品测量，随即仪器门自动上锁（可听见“咔嗒”声），同时样品测量实时显示窗口“**Absolute scan**”打开；
- 测量完毕，仪器门锁打开（可听见“咔嗒”声），关闭“**Absolute scan**”窗口，重复上述步骤进行下一个样品的测量。



# 样品测量



The screenshot shows the X'Pert Data Collector software interface. The 'Measure' menu is open, and the 'Program...' option is selected. The 'Open Program' dialog box is displayed, showing a list of programs. The 'NormalScan2' program is selected. A red arrow points from the 'Program...' menu item to the 'Open Program' dialog box.

步骤一：  
单击顶部菜单栏的“**Measure**”测量按钮，在下拉菜单中选择“**Program**”，打开测量程序对话框“**Open Program**”。

Name	Time	User
粘土定量乙二醇片-Non-ambient program	2009-11-3 09:13	User-1
粘土定量高温片 2.5-15	2009-10-29 09:12	User-1
2.5-30粘土定量自然片	2009-1-15 12:02	User-1
Co包含Fe样品	2008-10-31 15:13	User-1
Cu-Fe	2007-10-12 16:36	User-1
HTK-1	2006-3-31 02:16	User-1
HuaGongYuan	2009-5-15 09:39	User-1
LowAngle	2008-7-18 11:16	User-1
LowAngleScan	2007-6-17 10:48	User-1
NormalScan	2007-6-17 10:49	User-1
NormalScan2	2007-12-3 15:11	User-1
Program1	2007-6-17 11:13	User-1
SILTScan		

步骤二：  
选择编辑好的测量程序，单击“**OK**”  
打开测量开始对话框“**Start**”。

2Theta: 5.000    Omega: 2.500    Count rate: "Unknown"    d-value: 17.65956    Water flow: 4.5



# 样品测量



The screenshot shows the X'Pert Data Collector software interface. The main window displays instrument settings for a diffractometer. Overlaid on this are two dialog boxes: the 'Start' dialog box and the 'Select Filename' dialog box. The 'Start' dialog box has fields for Name, Type, Description, File Name, Folder, Comment, Sample ID, Name, Prepared by, and Position. The 'Select Filename' dialog box shows a file list with columns for file name and date, and fields for File name and Save as type. Red arrows point from text boxes to specific elements in the software interface.

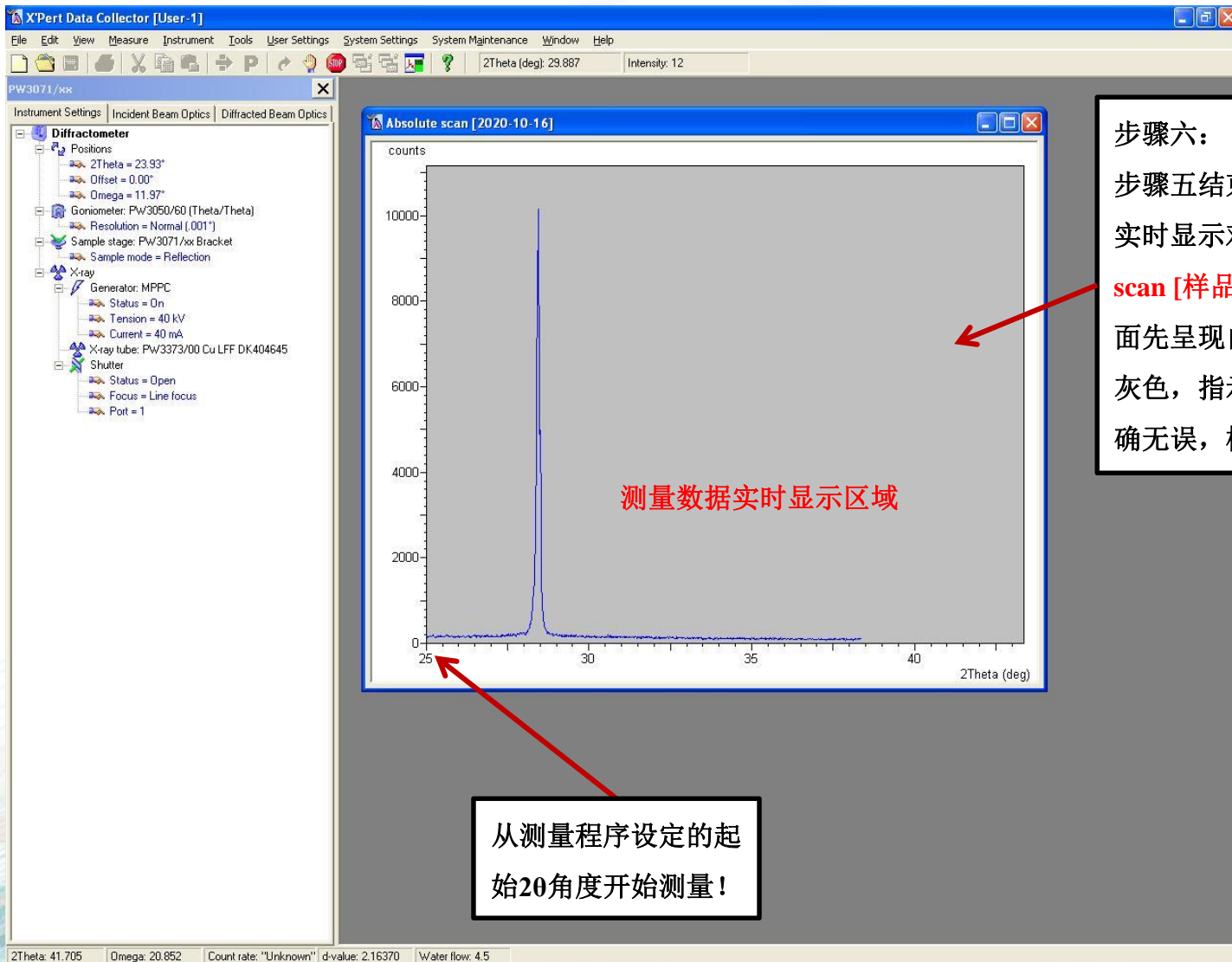
步骤三：  
单击文件图标，打开  
“**Select Filename**”对话框。

步骤五：  
单击“**Start**”对话框中的“**OK**”  
按钮，开始样品测量，此时可听见  
仪器门“**咔嚓**”上锁声。

步骤四：  
在“**Select Filename**”对话框中  
对待测样品进行命名和选择保存  
路径，并单击“**Save**”保存设置。



# 样品测量



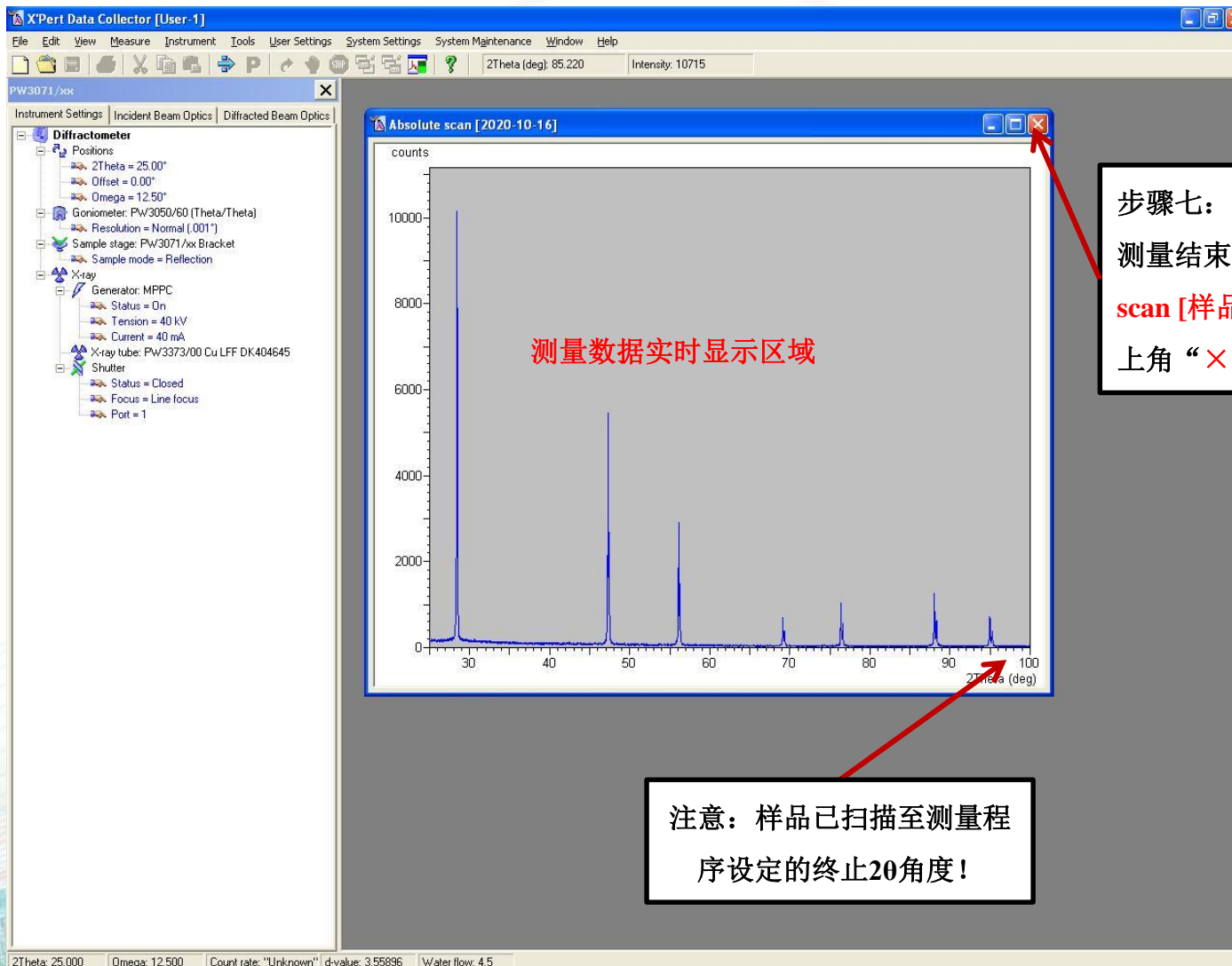
步骤六:

步骤五结束随即弹出样品测量实时显示对话框“**Absolute scan [样品名称]**”，对话框界面先呈现白色，几秒中后变为灰色，指示前述所有操作均正确无误，样品测量开始。

从测量程序设定的起始20角度开始测量!



# 样品测量



步骤七：  
测量结束，单击“**Absolute scan [样品名称]**”对话框右上角“**×**”，关闭对话框。

注意：样品已扫描至测量程序设定的终止2θ角度！



# 结束实验

## ▶ 关闭高压

- 双击测量控制软件窗口左侧“**Instrument Settings**”选项卡中的“**X-ray-Generator**”选项，打开“**Instrument Settings**”仪器设置窗口；
- 在“**Instrument Settings**”对话框中将电压和电流分别降至“**15 kV 5 mA**”（注：**先降电流，后降电压，单次降幅不得超过10 kV/mA**）；
- 在仪器控制面板上水平转动HP钥匙**90度**，关闭高压；
- 单击测量控制软件顶部菜单栏中的“**Instrument**”按钮，在下拉菜单中选择“**Disconnect**”，软件退出联机状态；
- 等待约**10秒**后按下仪器控制面板上的“**Standby**”按钮，关闭主机。

## ▶ 关闭水冷系统、控制电脑及UPS电源

- 关闭水冷系统：按下水冷机控制面板上的开关至“**STOP**”，按下右侧开关至“**OFF**”，关闭水冷机（注意：关闭高压约**1至2分钟**后必须及时关闭冷却水系统）；
- 关闭控制电脑及UPS电源。



# 结束实验



**步骤一：**  
单击顶部菜单栏的“**Measure**”测量按钮，在下拉菜单中选择“**Program**”，打开测量程序对话框“**Open Program**”。

**步骤二：**  
单击打开“**List programs of type**”栏打开下拉菜单，选择批处理测量程序“**General batch**”，再选择编辑好的关机程序“**40/40-15/5-Close**”，最后单击“**OK**”打开测量开始对话框“**Start**”。

Name	Description	Date	User
40/40-15/5-Close		2007-6-18 17:29	User-1
close XRD		2007-9-29 16:32	User-1
Cu-40*40	光管老化后升电压	2008-10-31 15:33	User-1

2Theta: 5.000    Omega: 2.500    Count rate: "Unknown"    d-value: 17.65956    Water flow: 4.5



# 结束实验



步骤五：  
观察右侧电流电压显示已经降至“15 kV 5 mA”时，关闭“General batch”对话框，降流降压完成。

步骤六：  
在仪器控制面板上，水平转动HP钥匙90度，关闭高压，黄色指示灯熄灭。

The screenshot shows the X'Pert Data Collector software interface. The main window displays instrument settings for a diffractometer, including parameters like 2Theta, Diffset, Omega, Goniometer, Resolution, Sample stage, X-ray tube, and Shutter. A 'General batch' dialog box is open, and a 'Start' dialog box is also visible. A red arrow points from the 'General batch' dialog box to the 'Start' dialog box, indicating the sequence of operations.

步骤四：  
白色测量批处理程序  
“General batch”对话框弹出，开始降低电流和电压。

步骤三：  
在测量开始对话框“Start”中，单击“OK”，启动降电压和电流的测量批处理程序。





# 结束实验



步骤七：  
单击软件顶部菜单栏中的“**Instrument**”按钮，在下拉菜单中选择“**Disconnect**”选项，打开测量控制“**Close Control Form**”对话框。

步骤八：  
在对话框中选择关闭测量窗口退出联机状态选项“**Close control window and go off-line**”，单击“**OK**”按钮，控制软件退出联机状态。

步骤九：  
关闭水冷机、控制电脑及UPS电源，结束实验。  
(注意：关闭高压约1至2分钟后必须及时关闭冷却水系统)

2Theta: 4.996    Omega: 2.498    Count rate: "Unknown"    d-value: 17.67369    Water flow: 4.5



# 常见问题解答

- 衍射实验最常见的错误提示出现在样品测量操作步骤五结束，步骤六弹出样品测量实时显示对话框**Absolute scan [样品名称]**”时，出现警示对话框“X’Pert Data Collector”，提示内容为“**Please close the doors.**”，表明仪器门未正确关闭。



处理方法：  
重新关闭仪器门，然后点击警示程序的“OK”按钮，听见仪器门锁的“咔嚓”声，测量程序将重新启动。