

XRD 整体的使用流程为：

前期准备工作：开冷水机，开仪器，开软件：软件初始化，开高压发生器。

前期准备工作完成后方可测试。

首先将样品放入 XRD 仪器内，两种方式，然后分别展开测试。

(测试过程：放样品，机械爪和轨道把样品送入到测试台后，设置测试参数，

开始测试，测试结束，数据保存，送出样品)

1.2 单样品模式 (本模式一次只能测试一个样品，需自己保存数据)

1.2.0 上样台样品朝向和实测的样品朝向说明，上样台摆放的样品朝向并不是实际测的样品样品朝向，见图 9，根据样品和测试需要，调整上样台样品的摆放。

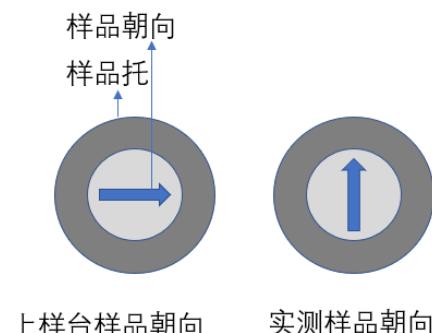


图 9.上样台与实测位置的样品朝向。

1.2.1 上样传输：将准备好的样品放在设备外围的上样台，点击“Transporting of sample”栏的“Input”选项，设备会自动将样品运输到设备测试位置，关闭设备铅门，门锁(“SAFETY”，以下称：门锁)为熄灭状态，如图 10 下图。

Transporting of sample

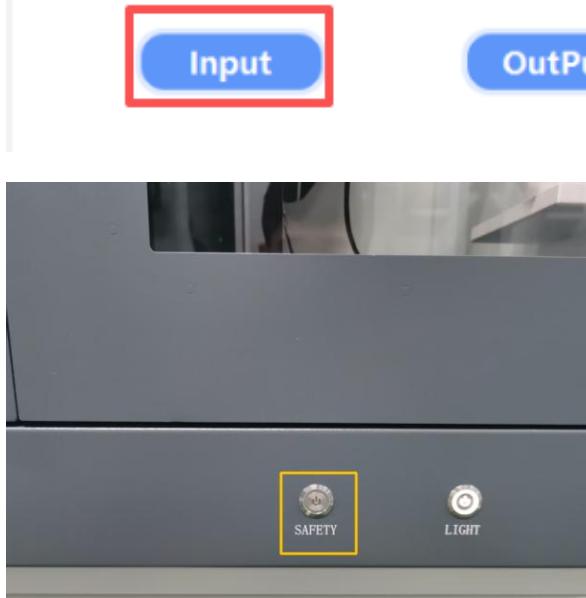


图 10. 上图:进样开关, 红框所示;下图:黄框所示为门锁熄灭状态(点亮时门锁为绿色)。

- 1.
- 2.
- 3.

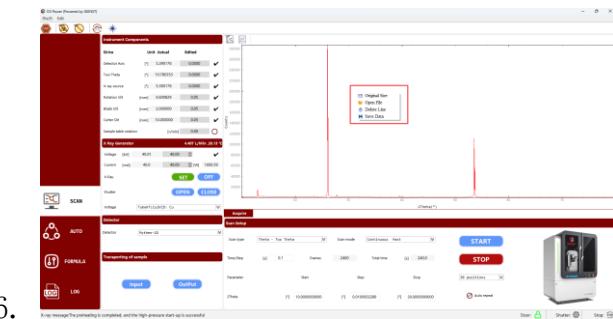
1.2.2 设置扫描参数并测试: 在软件界面右下方“Scan Setup”中输入采集时间(默认 0.1, 想精细采集, 设为 0.2)、起始角度(不要低于 5°)、步长(默认 0.01, 最大 0.1)、结束角度(常规为 160° , 注意**不要勾选下方的“Auto repeat”**—— 定基准或多样的测试使用), 点击“START”, 设备开始采集数据, 此时“START”按钮从蓝色变为绿色, 代表正在运行。

4.

Scan type	Theta - Two Theta	Scan mode	Continuous fast	START
Time/Step	[s] 0.1	Frames	0	Total time [s] 0 STOP
Parameter	Start	Step	Stop	30 positions
2Theta	[$^\circ$] 3.0000000000	[$^\circ$] 0.0100002289	[$^\circ$] 5.0000000000	<input checked="" type="checkbox"/> Auto repeat

5. 图 11. 采集参数设置。

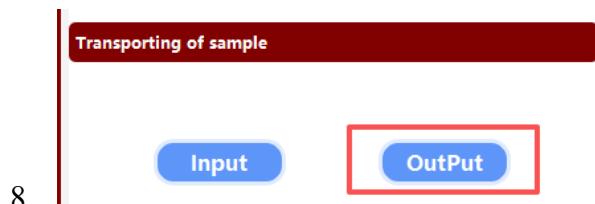
1.2.3 数据保存：“START”恢复蓝色时，数据采集结束，在曲线界面点击右键，点击“Save Data”，再选择保存的路径，即可保存数据。



6.

7. 图 12. 文件保存，红框所示。

1.2.4 测试完成，取样：测试完成后，点击“Output”，设备自动取出样品，运送到设备外面的上样台，完成本次测试。



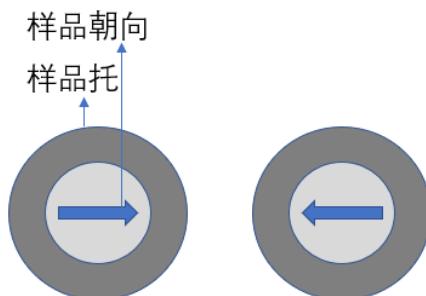
8.

9. 图 13. 出样开关，红框所示。

1.3 多样品模式——也可测单样

(使用样品塔进样，最多可以同时放置 30 个样品，自动保存数据)

1.3.0 样台塔样品朝向和实测的样品朝向说明：



10. 样品塔样品朝向 实测样品朝向

11. 图 14. 上样台与实测位置的样品朝向。

1.3.1 放样：点击设备门下方的门锁（绿灯亮），见图 15 上图，打开铅门，将准备好的样品依次放在设备内的 A、B、C 三个样品塔上，自己记录每个样品对应的位置，如：样品“**C001-ZT5-1**”，对应位置：“**A1**”。

1.3.2 设置测试文件：点击“**FORMULA**”，在这里设置采集时间、起始角度、步长、结束角度(测试参数同单样测试),勾选“**Yes**”，点击右下角保存为一个测试条件文件：**.gkinst**，里面包含测试参数的信息。

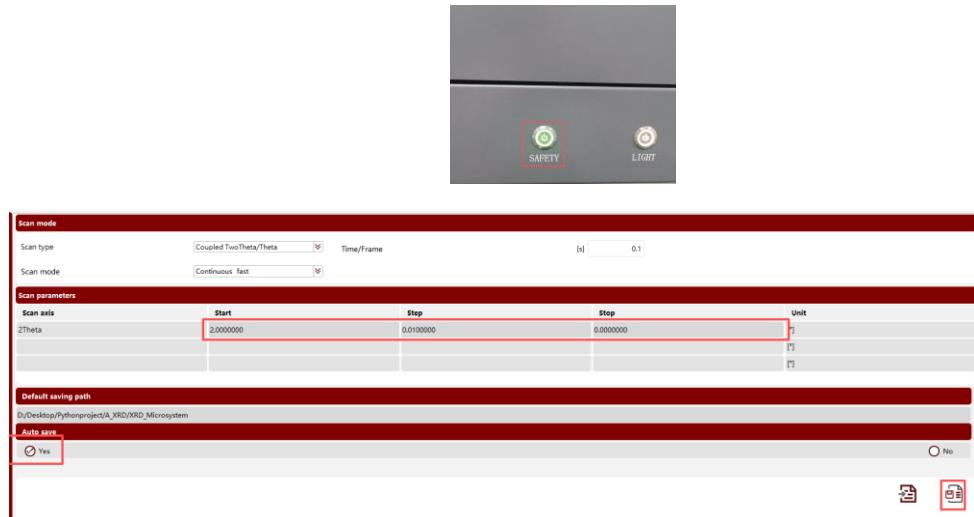


图 15. 上图：门锁开启，呈绿色；下图：FORMULA 面板以及必要的参数设置
(红框)

1.3.3 输入测试文件，保存路径及样品名称：点击“**ATUO**”，依次在栏目内输入测试条件文件（即 3.3.2 保存的文档），选择保存路径，填写样品名称，勾选后面的圆圈，本样品即为选中，选中几个就测样品。只选一个可测单样。

Number	Config File	Save Path	File Name	Checked	Delete
A-1	C:/Users/gkinst/Desktop/456.gkinst	C:/Users/gkinst/Desktop	A-1_fz076	<input checked="" type="radio"/>	<input type="checkbox"/>
A-2				<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
A-3				<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
A-4				<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
A-5				<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
A-6				<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
A-7				<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
A-8				<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
A-9				<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

图 16. ATUO 面板，以及必要的参数设置(红框)。

1.3.4 测试：点击“SCAN”回到主界面，右下角对话框选择“30 position”，勾选“Auto repeat”，点击“START”，设备开始采集数据，此时“START”按钮从蓝色变为绿色，代表正在运行。



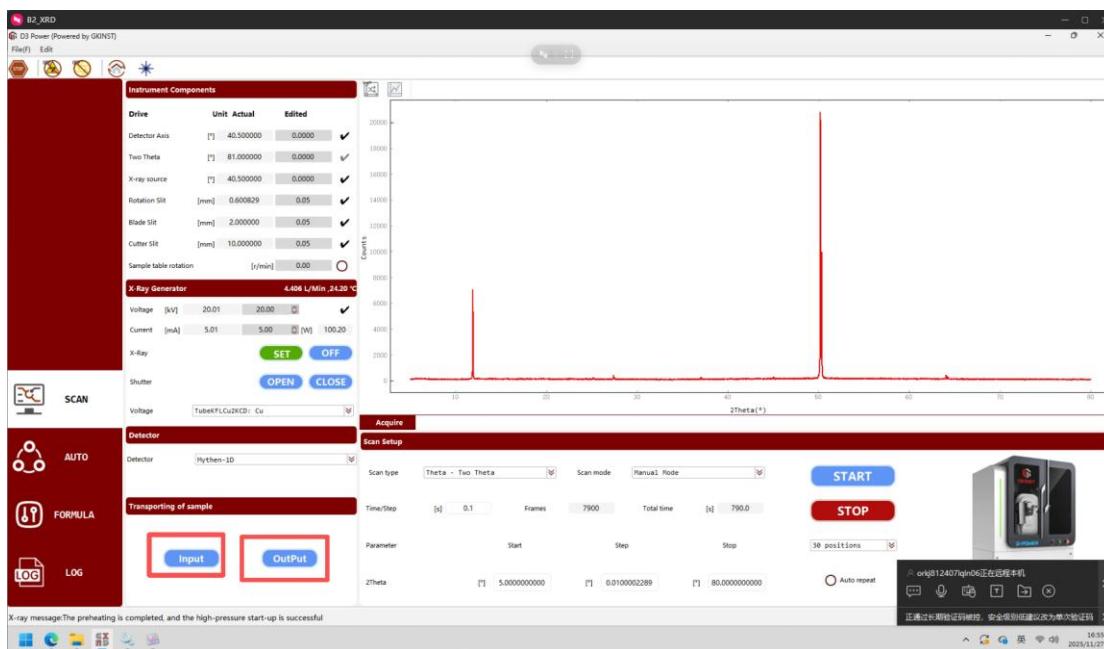
图 17. SCAN 面板，以及必要的设置操作。

1.3.5 依次测每个样品：设备测试完成第一个样品后，会自动测试下一个样品，数据也会自动保存(保存文件:.gk，可用 Igor 打开,也可改后缀名为.txt),直至样品完全测试结束。

1.3.6 结束：所有样品测试完成后，点击设备门下方的门灯（绿灯亮），打开铅门，取出样品塔上面的所有样品，测试结束。

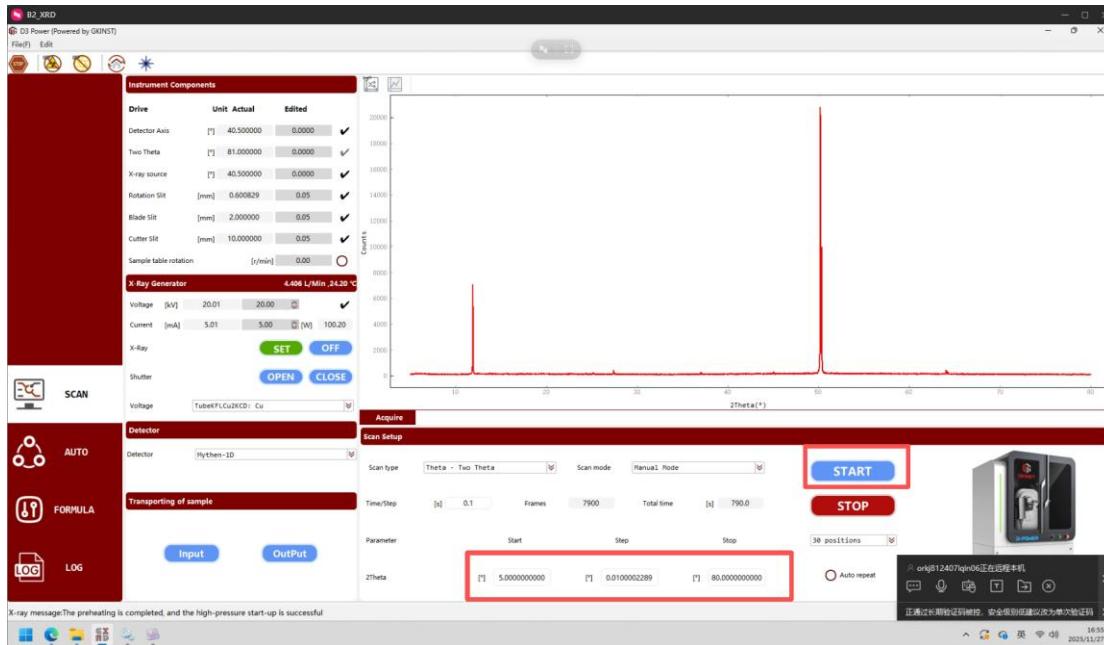
XRD 具有的功能(基本和上述描述的内容一致)

功能 1：控制样品杆和机械抓手将样品送入和送出仪器测试台。



左下角红框所示的“Input”、“Output”选项分别将样品由上样台送入仪器内测试台以及将样品由测试台送出到上样台。

功能 2：单样品模式测试

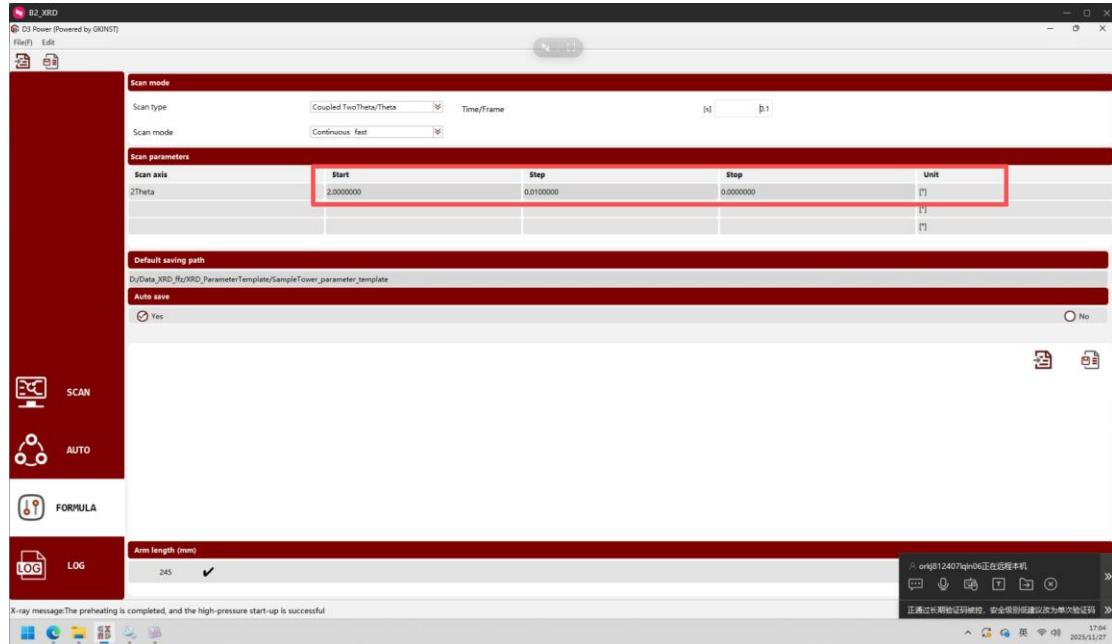


样品送入测试台后，设置测试参数，底部红框所示，包括：始、末角度、测试步

长。点击蓝色按钮：“Start”开始测试。

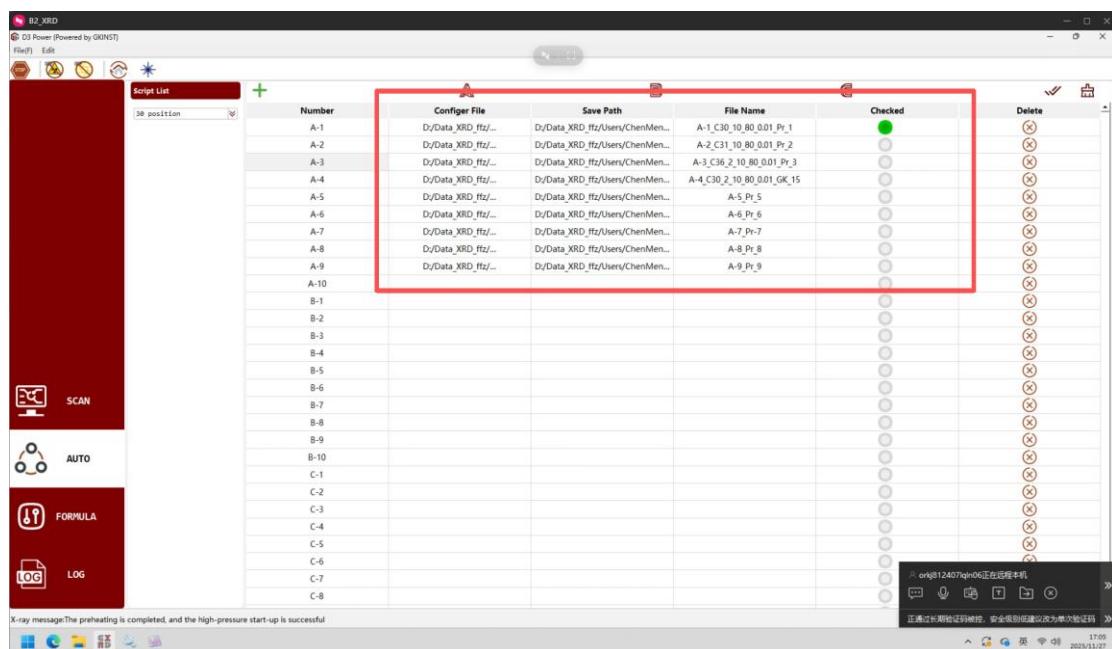
功能 3：多样品模式测试

a. 设置测试文件



设置测试文件，包含：始、末角度、测试步长。

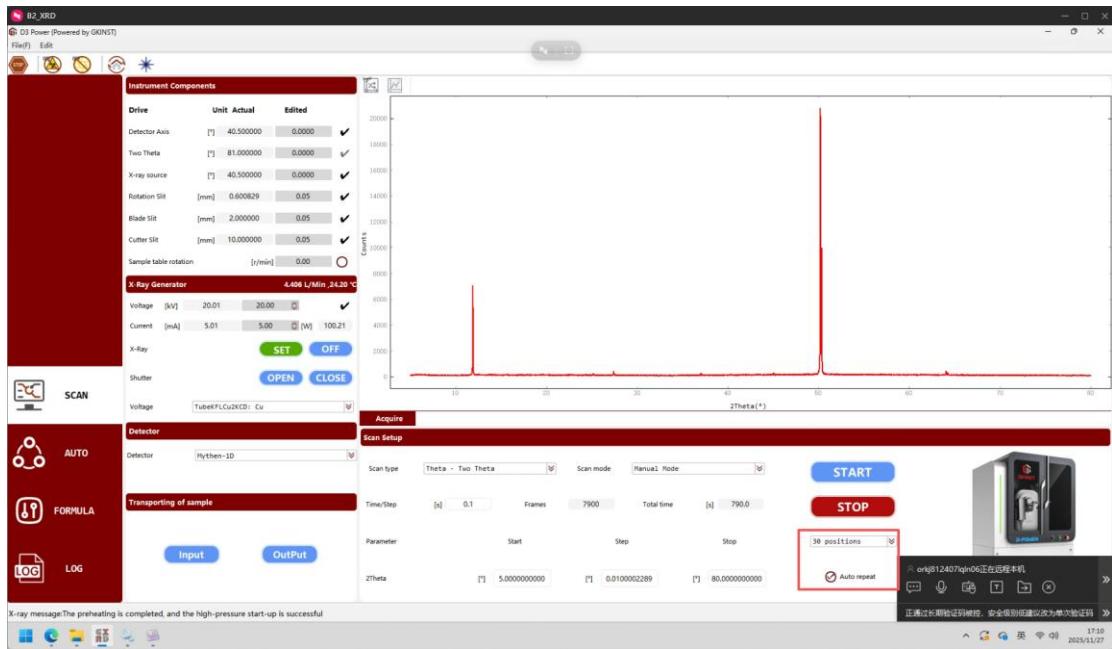
b . 选择测试的数量



从左到右依次输入上一步设置的测试文件、数据文件保存路径，填写样品名称，

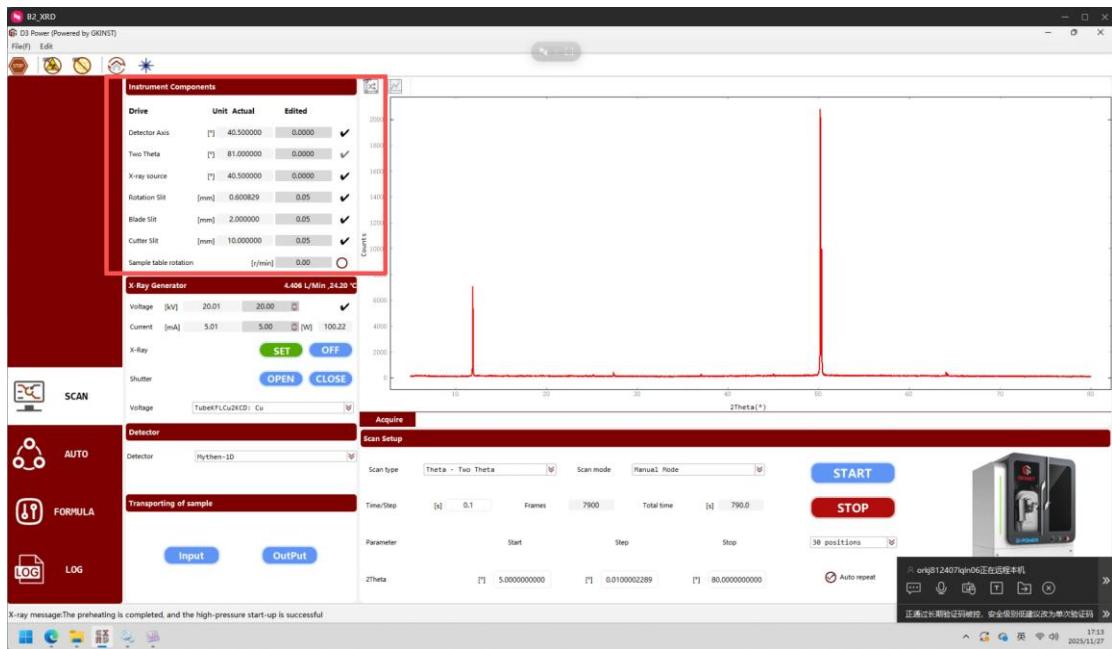
勾选后面的圆圈，绿色即为选中，最多可选 30 个。

c. 开始测试



红框内容，选中“30 positions”并勾选“Auto repeat”，根据上步测试的条件进行测试。

功能 4：针对测试需求，设置不同的仪器参数测试。



红框所示为可调节的测试参数。具体为：

(1) Detector Axis: 探测器轴（即探测器所在的机械臂），设置数值可以运动到

指定位置。

(2) **Two Theta**: 2个机械臂之间总共的角度之和（即探测器轴的角度+X射线管轴的角度之和）。

(3) **X-ray source**: X射线管轴（即X射线管所在的机械臂），设置数值可以运动到指定位置。

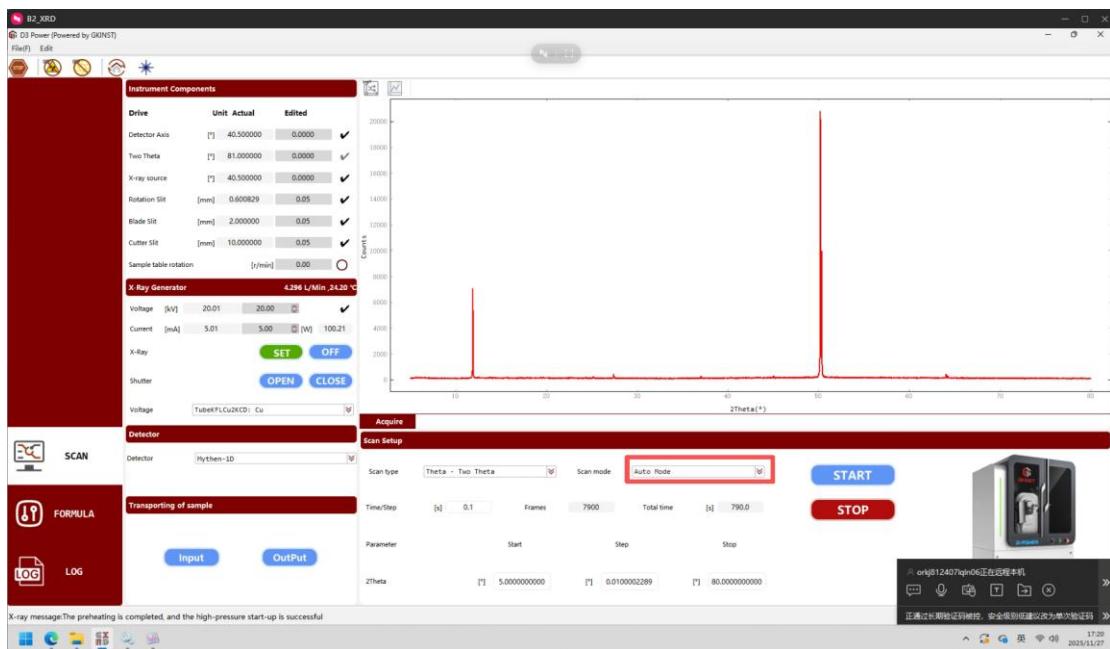
(4) **Rotation slit**: 入射狭缝，控制入射狭缝尺寸大小。

(5) **Blade slit**: 防空气散射狭缝，防止空气杂散信号。

(6) **Cutter slit**: 接收狭缝，控制接收狭缝尺寸大小。

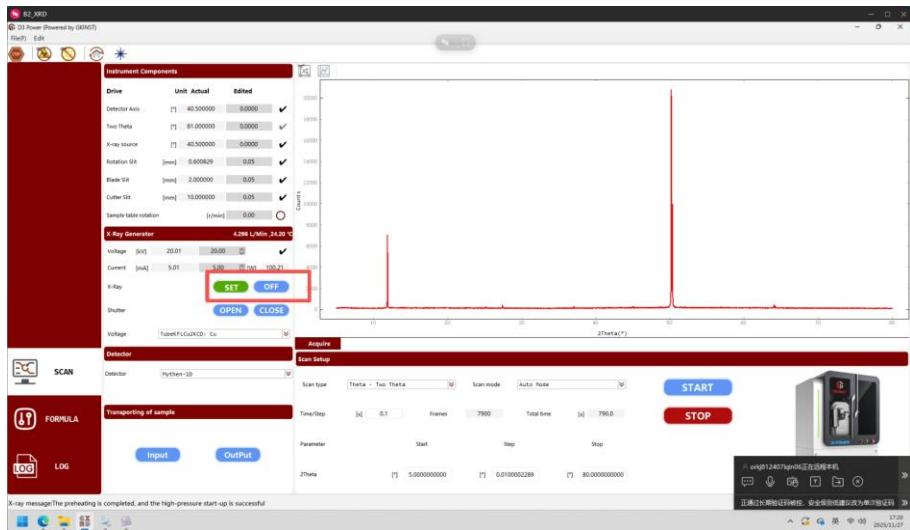
(7) **Sample table rotation**: 样品台旋转，控制样品台上面的样品托旋转。

功能 5：手动模式和自动模式(机器人自动送样模式)



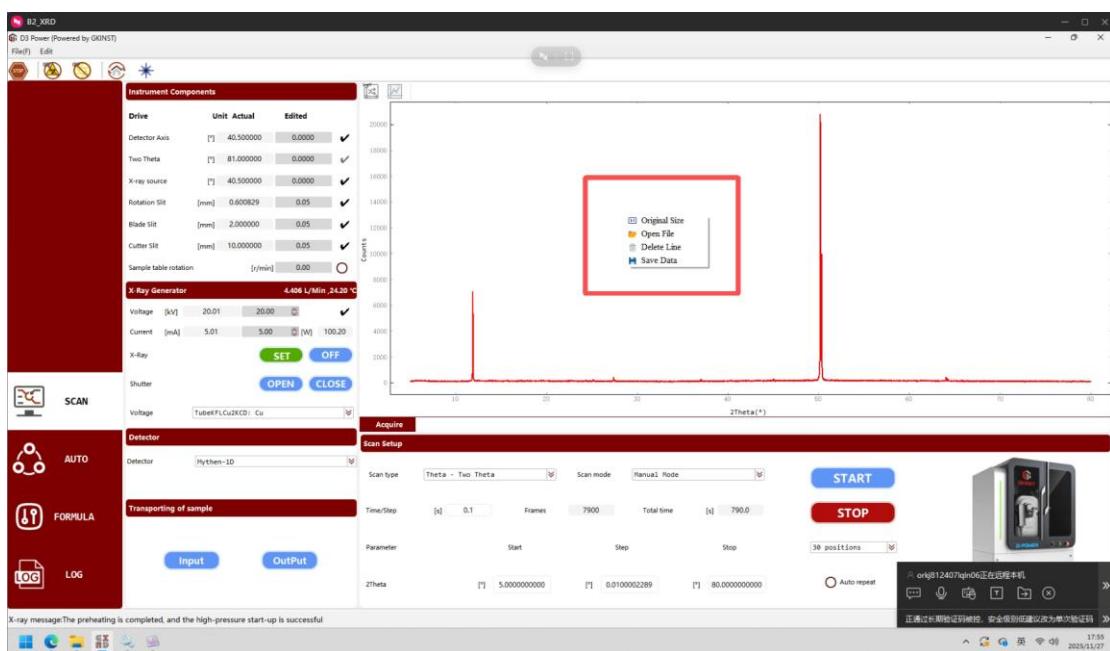
红框所示的“Auto Mode”即为自动模式，机器人程序和接入软件 API 后可实现自动将样品送入。

功能 6：开启和关闭高压发生器



红框所示“set”、“off”分别为开启和关闭高压发生器

功能 7：保存测试数据



红框所示，鼠标右键点击下可保存测试数据。