



中国人民大学化学与生命资源学院

SCHOOL OF CHEMISTRY AND LIFE RESOURCES, RENMIN UNIVERSITY OF CHINA

理化分析测试中心

INSTRUMENTAL ANALYSIS CENTER (IAC)

[X 射线衍射仪 + XRD-7000] 操作指南

制作团队：尹莉, 吕文娜, 刘逸凡, 胡浩涵

指导老师：关丽

中国人民大学化学与生命资源学院



一、仪器基本信息

1. 仪器型号：XRD-7000
2. 生产厂家：岛津国际贸易（上海）有限公司
3. 核心功能：X射线衍射仪主要用于快速、准确地测定晶体材料的物相组成、晶体结构、晶粒尺寸和结晶度等，广泛应用于材料科学、化学、物理、地质学、制药及工程技术等领域的分析与研究。
4. 关键参数：最高测角精度优于 0.0001 度
5. 放置位置：理工楼 B016 实验室
6. 责任人：李焕荣 13683072466

二、操作前准备

2.1 人员要求

- 操作人员需完成 X 射线衍射仪专项培训并通过考核，持“仪器操作资格证”预约使用。
- 操作人员需穿戴实验服和实验橡胶手套。

2.2 仪器检查

- 外观检查：确认仪器外壳无破损、接口无松动，电源线 / 数据线连接牢固。
- 确认仪器周围无强磁场、振动源或腐蚀性气体。

2.3 样品准备

- 样品需研磨至粒径 $\leq 5\text{ }\mu\text{m}$ ，均匀铺于样品架表面。
- 对于粉末样品，使用玻璃片或专用样品架压平；块状样品需确保测试面平整。

2.4 辅助设备

- 开启循环冷却水系统，确认水流正常。



三、标准操作流程

3.1 开机

3.1.1 打开仪器



3.1.2 打开电脑

3.2 放置样品

3.2.1 清洗载玻片

- 用酒精清洗载玻片，将其自然风干。

3.2.2 放样

- 将载玻片置于洁净桌面，取适量样品置于凹槽正中央。
- 打开仪器门，手握载玻片靠近凹槽一侧，将载玻片插入放置台。

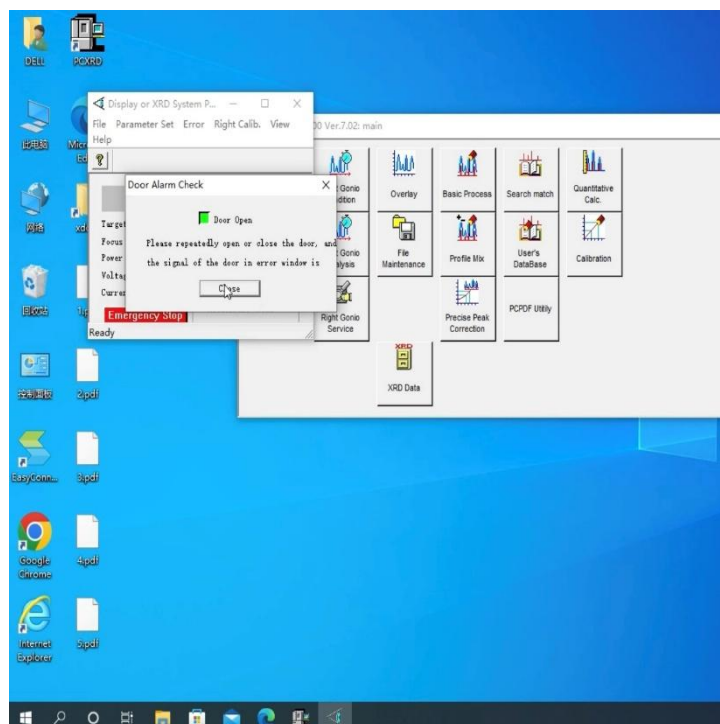


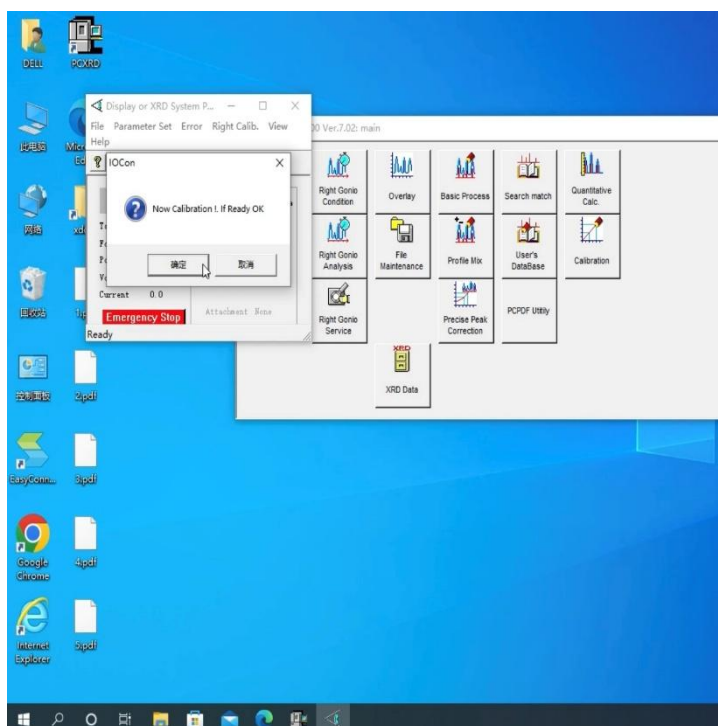
3.2.4 关闭仪器门

3.3 开始测试

3.2.1 打开【PCXRD】软件

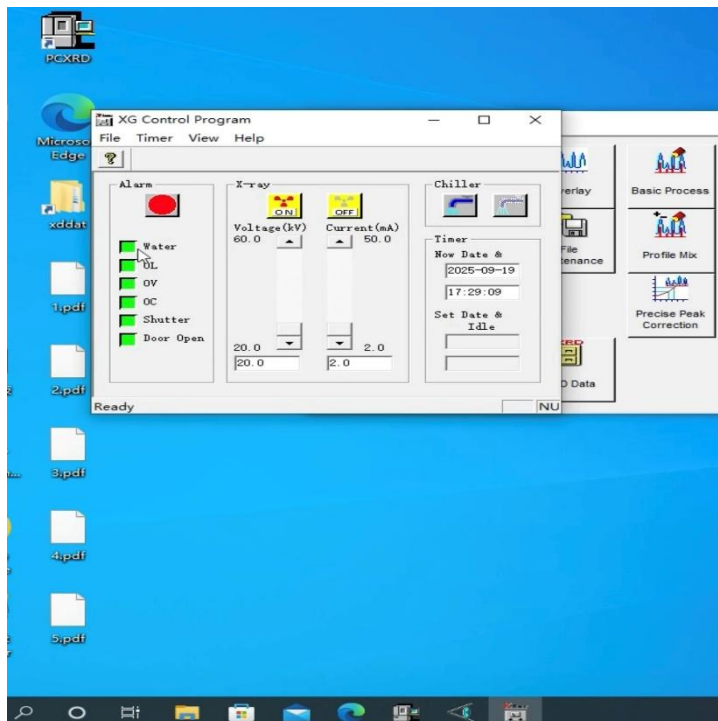
- 双击打开 Display & Setup 窗口，确认关门，点击【close】，





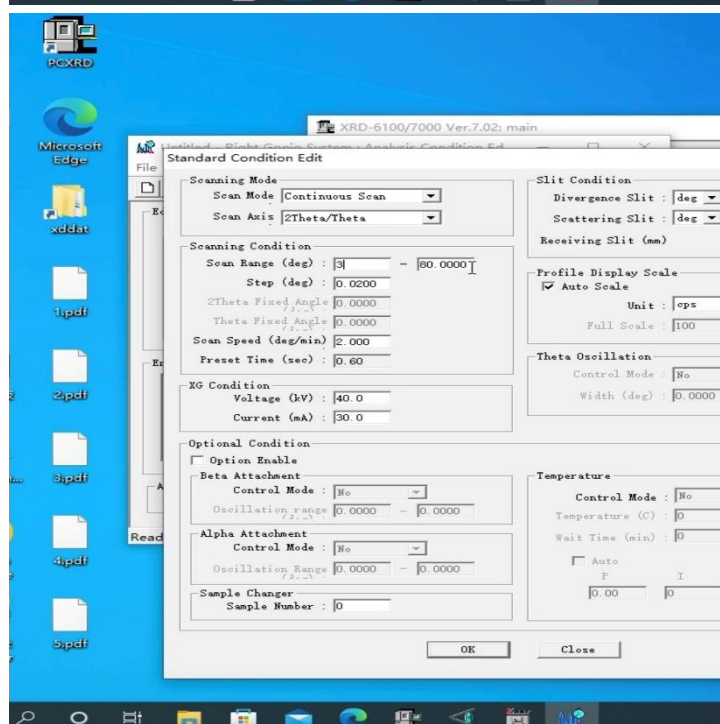
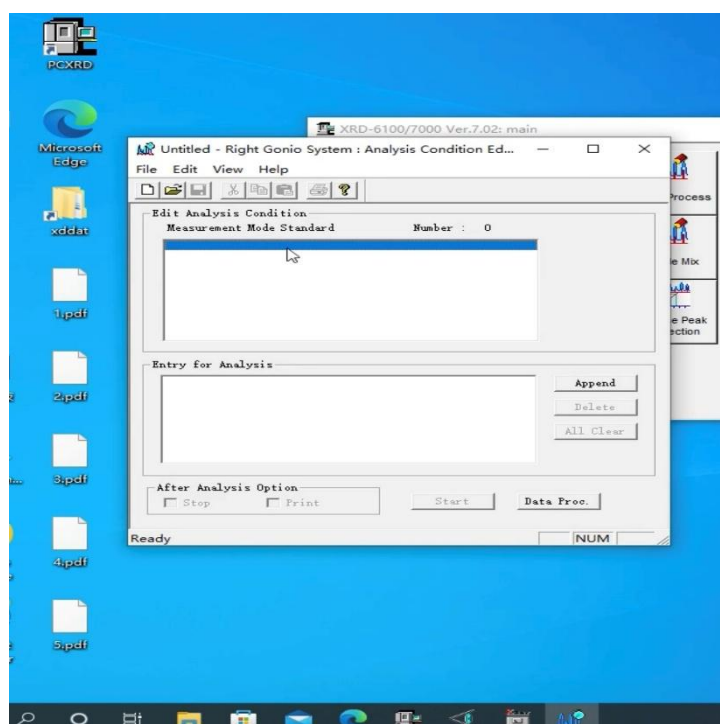
点击【确定】。

- 双击打开【XG Control】窗口，左侧绿灯全亮，表示仪器状态

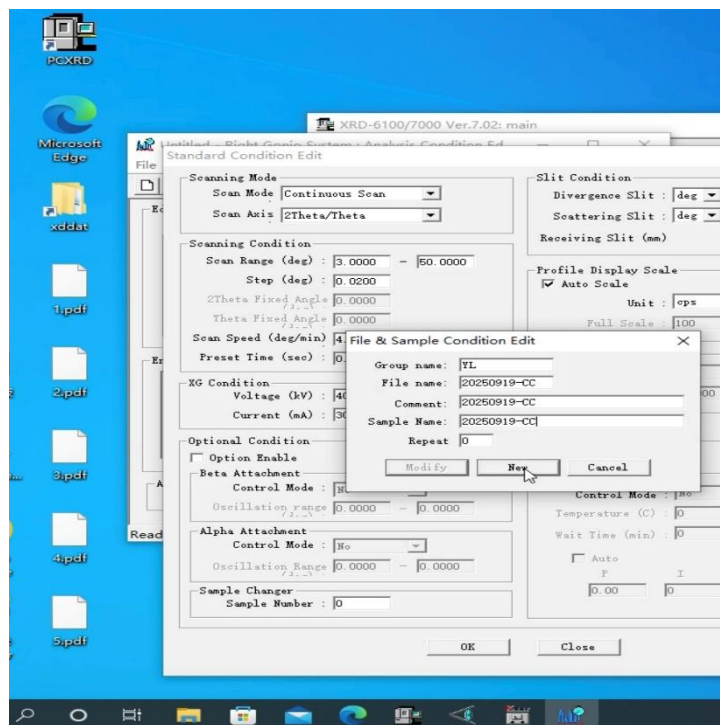


正常。

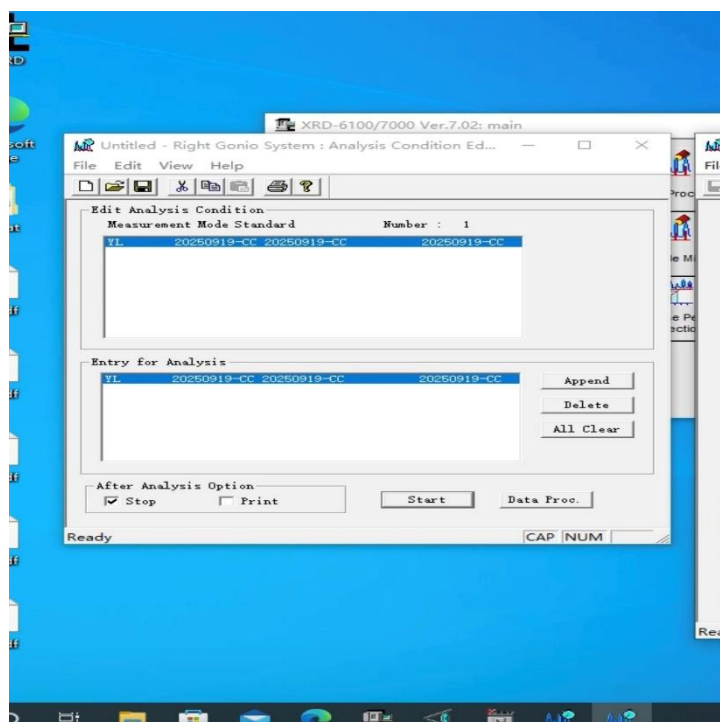
- 双击打开【Right Gonio Condition】，双击上方蓝条，出现【Standard Condition Edit】界面，设置扫描角范围以及扫描速度，点击【OK】。
- 出现【File & Sample Condition Edit】界面，Group name: 文件夹名，File name: 要保存数据的文件名，File name 一栏的文件名 复制到下栏的 Comment 栏以及 Sample Name 栏中，点击



【New】，点击【close】。

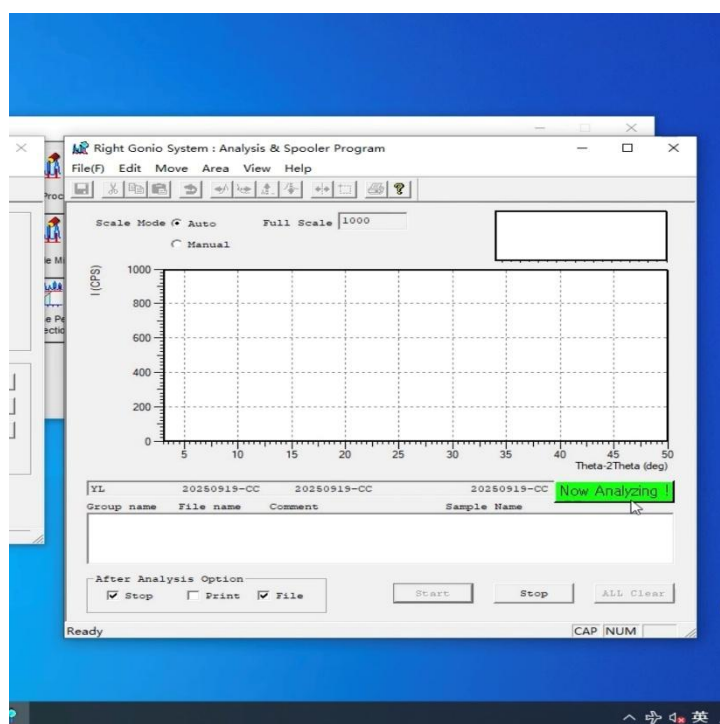
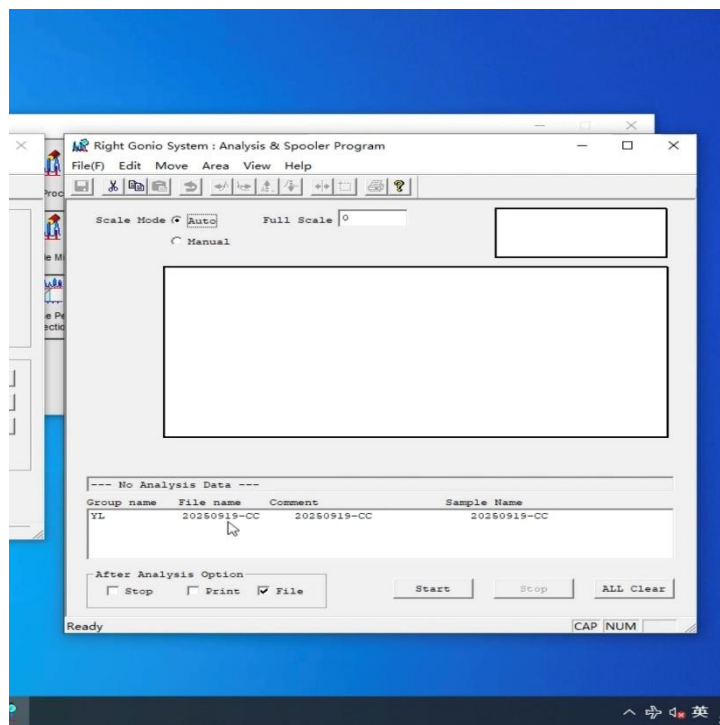


- 双击打开【Right Gonio Analysis】，并回到【Right Gonio Condition】窗口，点击【Append】。
- 【Right Gonio Analysis】窗口出现数据栏，点击出现的数据，



变为蓝条，选择【Stop】，点击【Start】。

- 找到【Right Gonio System: Analysis & Spooler Program】界面，
点击下方数据栏，变为蓝条，选择【Stop】，点击【Start】，
出现绿色【Now Analyzing】词条闪烁，表示开始扫描，扫描



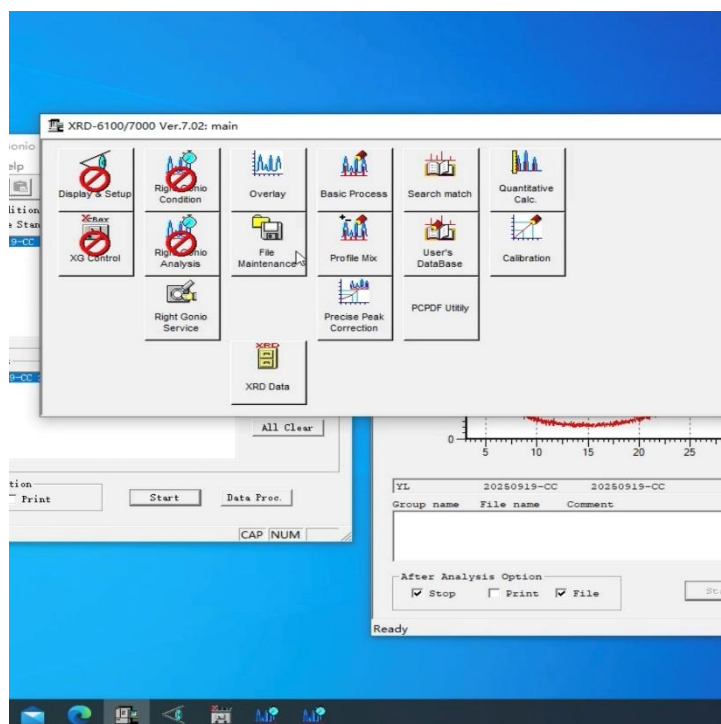
期间试验人员退出房间。

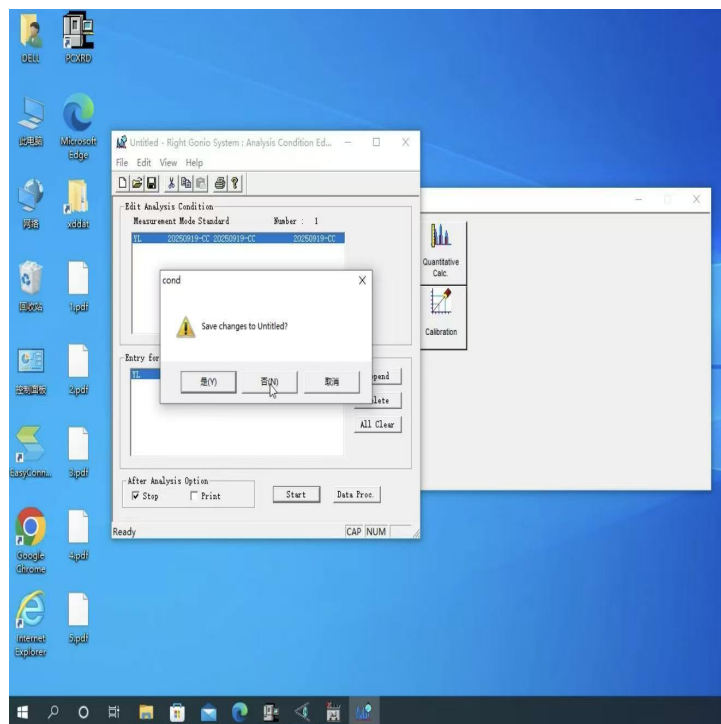
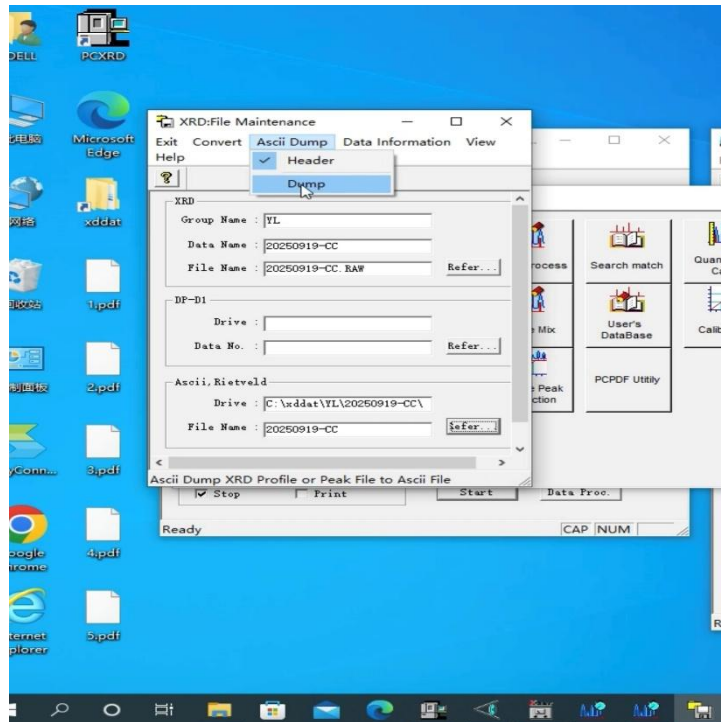
3.2.2 保存数据

- 扫描结束进入房间，在软件主页面双击打开【File Maintenance】窗口，在出现界面【XRD】选项区域点击【refer】，选择前面保存的文件，点击其中的【RAW】，点击【打开】，在下方【Ascii, Rietveld】选项区域点击【refer】，文件类型选择【All Files】，点击其中的【RAW】，点击【打开】，点击界面上方【Ascii Dump】选择【Dump】，点击【确定】。
- 按照打开各窗口时相反的顺序关闭各窗口，关闭时出现的cond小窗口点击【否】，关闭软件。
- 插入U盘，从【xddat】文件夹中拷贝数据，弹出U盘，将电脑关机。

3.2.3 拿出样品

- 打开仪器门，拿出样品，关闭仪器门，回收样品后，用酒精清





洗载物台。

3.2.4 结束测试

- 关闭仪器，30 min 后关闭循环水，记录使用登记表。

四、数据处理

4.1 图谱处理

- 使用软件（如 Origin 或 Jade）进行背景扣除、平滑处理。
- 进行物相鉴定：与 PDF 卡片库（ICDD 数据库）比对衍射峰。
- 定量分析：编制/登记标定曲线，定量计算，强度方法（强度，积分强度，强度比）；内标法。
- 计算晶格参数、结晶度或晶粒尺寸（通过 Scherrer 公式）。

4.2 数据导出

- 导出数据为 ASCII 格式（.txt），用于进一步分析。
- 生成报告文件（含衍射图谱、峰位列表和物相分析结果）。

五、常见故障处理

故障现象	可能原因	解决方法
计数率为零	X 射线管未启动或探测器故障	检查 X 射线管电源、重启软件；联系工程师
衍射峰偏移	样品高度误差或仪器未校准	用标准样品重新校准仪器
背景噪声高	样品污染或 X 射线管老化	清洁样品架，检查 X 射线管寿命
软件无响应	通信中断或系统冲突	重启电脑和仪器，重新连接通信接口
计算机无电	未提供 100V 直流电源	检查电源接头连接是否正确，检查是否有电源输出

X-射线发生器控制软件不能运行	显示/设置软件未被启动	启动显示/设置软件
光学系统调整软件不能运行 分析/分析控制软件不能运行	显示/设置软件未被启动	启动显示/设置软件
不产生 X 射线，未就会出现警告显示	X 射线控制器警告信号未复位	按下 X 射线发生系统控制软件中的警告复位操作键，如果仍不能产生 X 射线，先关闭主机电源后，重新开机
不能执行分析	X-射线不能产生；分析条件无效	在 X 射线产生系统控制软件屏幕中检查 X 射线是否产生。如果不，关闭主机电源后，重新开机；检查分析条件, 应检查的项目：管电压，管电流, 附件的控制模式
控制软件不能运行，并就会出现以下信息： Process already exist	当控制软件正在运行时，进行非正常退出操作。	删除 XDENV 文件夹中的文件“*. Mo?”

六、注意事项

6.1 安全方面

- 严禁在 X 射线开启时打开防护罩。

- 仪器运行中如遇异常声音或气味，立即停机并报修。

6.2 操作规范

- 样品台移动时避免碰撞探测器。
- 测试完成后先将 X 射线管电压降至最低再关机。

6.3 数据质量

- 避免样品过厚或不平整导致衍射峰畸变。
- 定期用标准样品校验仪器精度。

七、维护与保养

7.1 日常维护

- 每日关机前清洁样品台和仓门窗口。
- 记录仪器使用日志（包括开关机时间、样品数量）。

7.2 定期保养

- 每月检查循环水系统管路，清理过滤器。
- 每半年由专业工程师校准角度和强度，更换老化部件。

7.3 长期停用

- 关闭所有电源，覆盖防尘罩。
- 每月通电一次（不少于 2 小时），保持系统干燥。