HUBER

Оборудование дифрактометрии и позиционирования

Ваше решение в пользу точности

- Держатель плоских порошковых проб
- Капиллярный держатель проб
- Капиллярный нагревательный прибор
- Диодная лазерная печь
- Прибор низкой температуры
- Держатель алмазного модуля в.д.
- Сменник порошковых проб
- Вертикальное основание для жидкостей

G 670

Камера Гинье для рентгенографических пластин

HUBER

Оборудование дифрактометрии и позиционирования

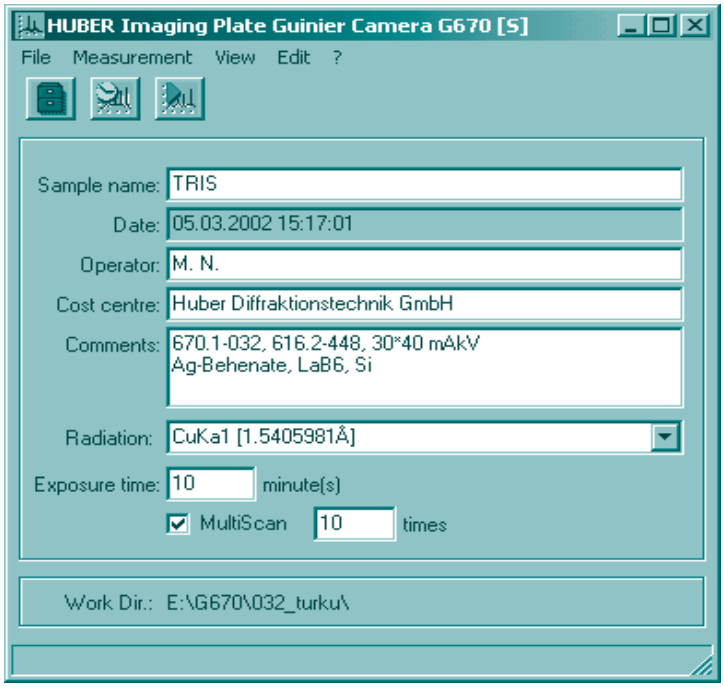
Технология влажной пленки старой камеры Гинье 621 фирмы HUBER сменилась современной системой детектирования, которая включает в себя рентгенографическую пластину. В течение длительного времени данные по интенсивности цифровой рентгеновской порошковой дифрактометрии получались при помощи одноканального сцинцилляционного детектора с пошаговым сканированием. Сегодня эти данные получают в течение нескольких минут вместо часов благодаря эффекту уплотнения по времени метода позиционно-чувствительной рентгенографической пластины.

В корпусе камеры находится комплексный блок выдачи данных, состоящий из лазерного сканера, предусилителя сигнала и стирающей лампы. Этот инструмент объединяет в себе высокое разрешение старой технологии влажной пленки и чрезвычайно высокую скорость и чувствительность процесса формирования изображения на рентгенографической пластине, который выдает цифровые данные интенсивности порошковой дифрактограммы Гинье, и которые готовые для анализа по Ритвельду.

Этот метод рентгенографической пластины превосходит даже метод позиционно-чувствительного пропорционального детектора. Это благодаря относительно небольшому 180 мм диаметру фокального круга, чего нельзя получить с пропорциональным детектором.

Комплексное устройство 670 включает в себя аппаратное и программное оборудование, необходимое для сбора данных. Максимум 20001 точка данных на скан может быть сохранена в большинстве обычных форматов файлов данных, совместимых с любыми кристаллографическими программами анализа.

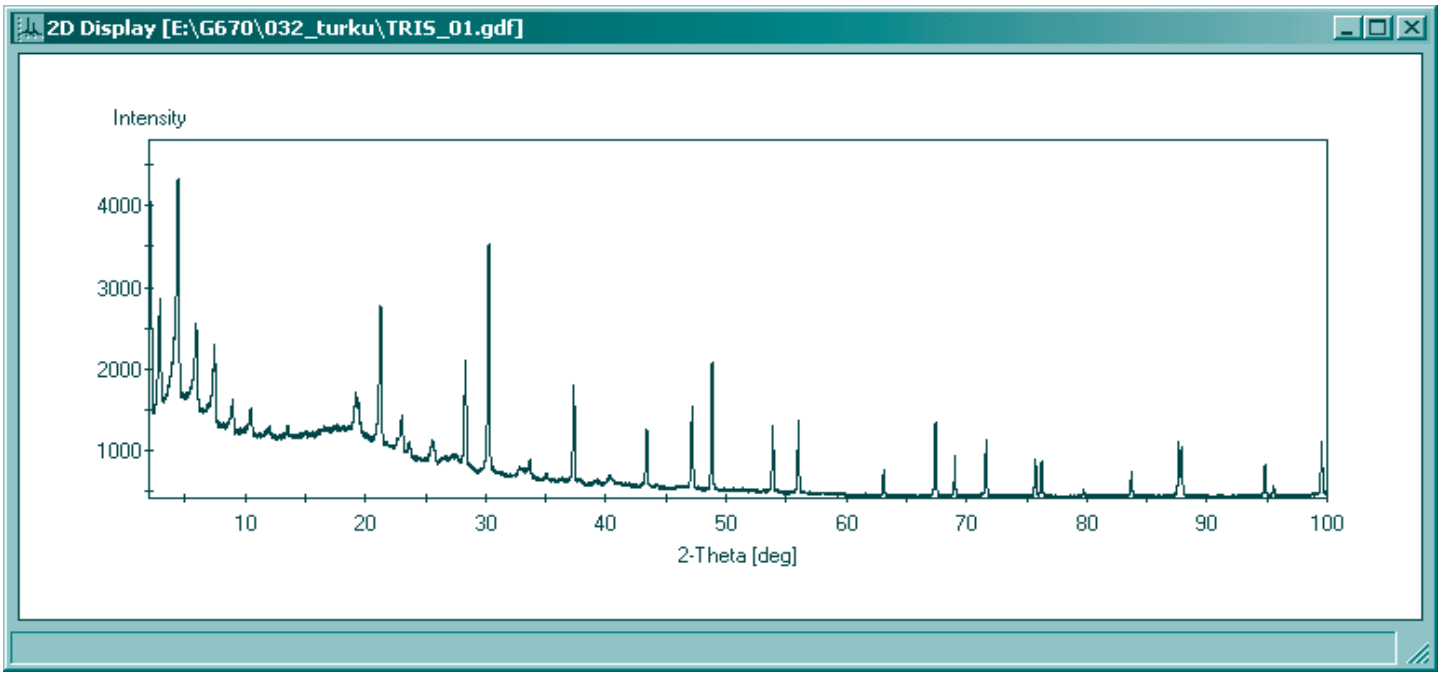
Рентгенографическая пластина является гибким датчиком изображений, который содержит множество очень маленьких кристаллов (размер зерен: около 0,005 мм) фотостимулируемого люминофора из фторбромида бария, содержащего незначительное количество двухвалентного европия в качестве центра люминисценции с формулой BaFBr: Eu2+, который равномерно наносится на полиэфирную пленку-подложку.



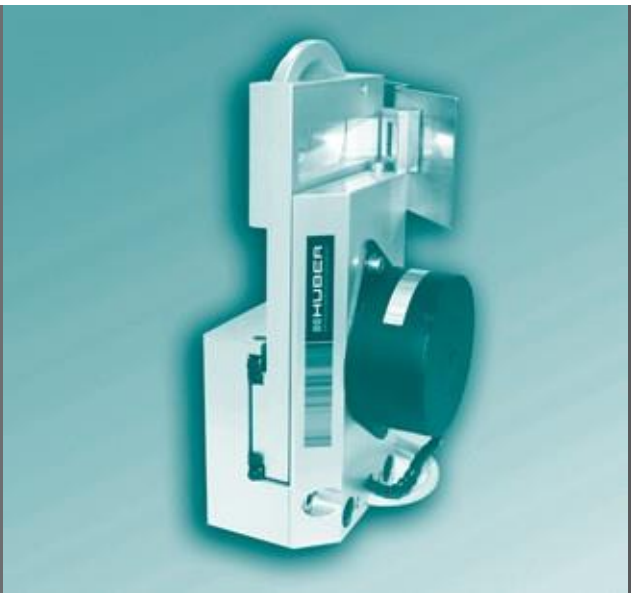
Рентгенографическая пластина подвергается воздействию излучения рентгеновской порошковой дифрактометрии подобно влажной негативной пленке.

Засвеченная рентгенографическая пластина сканируется сфокусированным лазерным лучом. Синее фотостимулированное свечение (ФСС), испускаемое лазером, собирается в фотоэлектронном умножителе (ФЭУ). Его выходные аналоговые сигналы конвертируются в цифровые сигналы 16-битным аналого-цифровым преобразователем.

Рентгенографическая пластина повторно используется после стирания остаточной латентной дифрактограммы равномерно светящимся видимым белым светом.



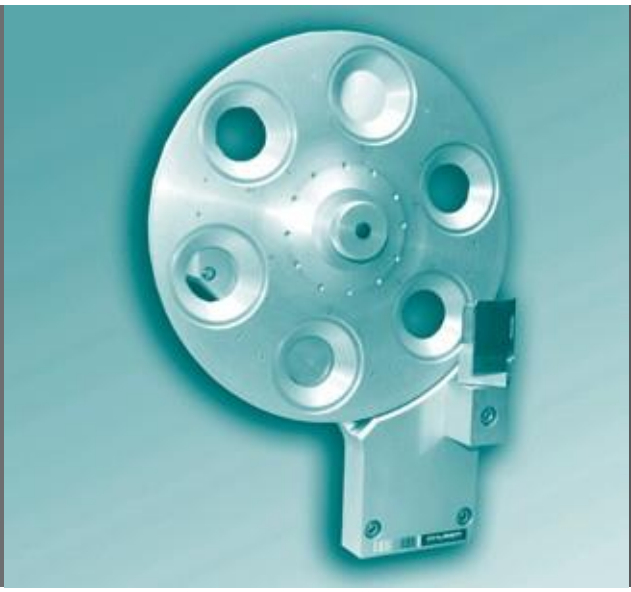
Держатель плоских проб 670.1



Держатель проб 670.1 является стандартным прибором для измерения порошковых проб при нормальных лабораторных условиях. Он идеален для воспроизводства очень точных пиков при высокой интенсивности.

Порошок наносится на майларную монтажную основу толщиной 6 µм размером 10 x 20 мм. Рентгеновские лучи асимметрично проникают через поверхность пробы под углом 45°, в то время как проба осуществляет колебания в своей плоскости с частотой примерно 1 Гц и амплитудой 10 мм.
Это компенсирует изменения интенсивности, вызванные разнонаправленными частицами порошка. .

Сменщик проб 670.120



Стандартный держатель плоских проб порошка 670.1 можно заменить этим механизмом позиционирования нескольких проб. В наличии есть колесо с 6 позициями, которые заполняются различными пробами для асимметричной геометрии пропускания. Другое колесо является сменником проб 670.120, которое предусмотрено для дозаправки во время сканирования первого колеса.
Шаговый привод перемещает пробы в положение для измерений и обеспечивает непрерывные колебания вокруг позиции подобно держателю одной пробы с частотой около 1 Гц.

Колеса легко и воспроизводимо взаимозаменяются через 0,01 мм, таким образом, минимизируя ошибки из-за смещения проб.

Электронное аппаратное оборудование подходит к стандартному контроллеру 670. Все возможные перемещения по позиционированию контролируются стандартной программой G670.

Капиллярный держатель проб 670.2

Поскольку капилляры покрывают приблизительно только 10% поперечного сечения рентгеновских лучей, интенсивность линий рефракции на один порядок величины меньший, чем плоских проб. Кроме того, профиль МПВ увеличивается в ширину из-за большей толщины проб капилляров от 0,2 до 0,5 мм. Несмотря на это, все еще возможно записать спектр высокого качества благодаря оптимизированной геометрии G670 и его методу детекции с высокой разрешающей способностью.

Вначале капилляры монтируются в латунной трубке, которая в свою очередь устанавливается на небольшой регулируемой гониометрической головке. После этого используется микроскоп, чтобы гирационно центрировать пробу и затем установить на держателе проб. Он имеет двигатель постоянного тока, который вращает капилляры со скоростью примерно 60 об./мин.

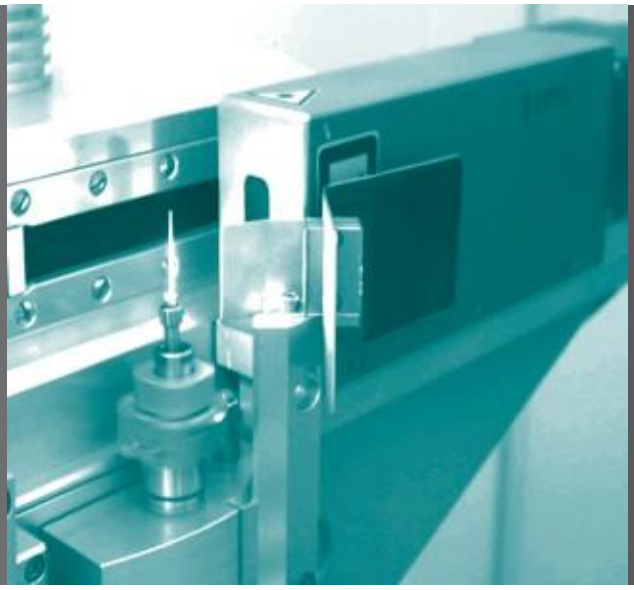
HUBER
Diffraction and Positioning Equipment

капиллярный нагревательный прибор 670.3

Эта u-образная керамическая нагревательная вилка позволяет нагревать капилляры проб до температуры 900° C. И печь, и капилляры можно экранировать от инфильтрующего воздуха цилиндрическим улавливающим пленочным экраном.

Теплопередача осуществляется только путем излучения между "черными" или "серыми" телами, без абсолютного отсутствия теплопередачи через непосредственный контакт или через газовую конвекцию. В этом процессе температура измеряется теплочувствительным элементом Pt-10Rh-Pt, расположенным сразу над вращающимися капиллярами.

Диодная лазерная печь 670.31



Этот нагревательный прибор снабжается энергией от постоянного высокоэффективного диодного лазера (30 Вт). Его узкополосное излучение, близкое к инфракрасному, фокусируется на вращающихся капиллярах с пробами через специально разработанную линзовую оптику.

Его линейный фокус в поперечном сечении составляет 0.3 x 10 мм, поэтому идеально освещает центр капилляров. Порошок пробы смешивается с микрогранулированным порошком Pt в соотношении примерно 1:1 и затем размещается в капиллярах.

Порошок Pt необходим по двум причинам:

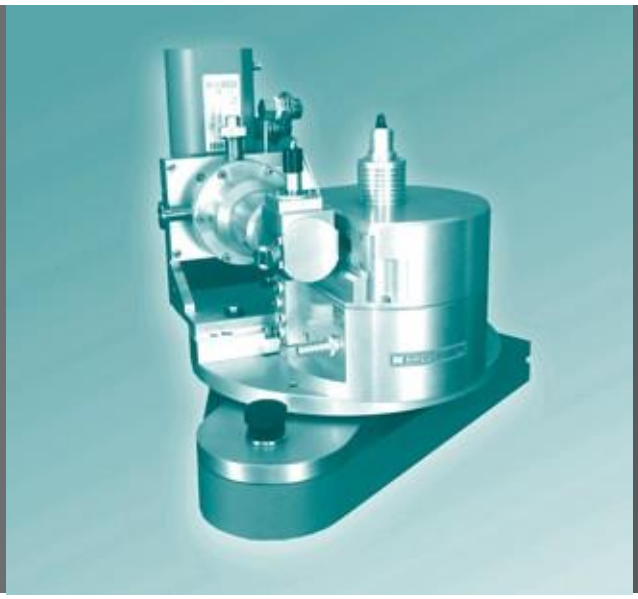
1. Он впитывает инфракрасное излучение лазера, поэтому нагревается и в свою очередь передает тепловую энергию к окружающим кристаллам пробы.
2. Кубическая кристаллическая решетка частиц Pt расширяется изотропным образом, вызывая температурно-зависимое отклонение его линий рентгенодифрации к меньшим брэгговским углам.

Блок контроллеров для 670.31

Поскольку соответствующие функции известны, можно определить температуру пробы по положению пиков Pt с точностью +/- 30 K. Поскольку кварцевые капилляры начинают терять жесткость при примерно 1500° C, они могут использоваться при таких высоких температурах только короткое время.
Можно достигать более высоких температур при использовании керамических капилляров, ограничивающим фактором является точка плавления частиц Pt при 1772°C.

Диодная лазерная печь 670.31 поставляется с регулируемым источником электропитания с интерфейсом RS232 и системой водяного охлаждения с замкнутым циклом. Выход оптического лазера, а поэтому и температура, контролируется источником электропитания диодов лазера. Водяная система охлаждения оснащена компрессором охлаждения, а также несколькими средствами обеспечения безопасности. Как опция, для измерения температуры доступен пирометр спектрального отношения.

Прибор низкой температуры 670.4



Плоские порошковые пробы можно исследовать при температурах около 12 и 350 K.. Как и на стандартном держателе проб 670.1, порошок удерживается между двумя майларовыми пленками.

Полная геометрия охлаждающей головки разработана для угла передачи в 45 °. Проба изолирована охлаждающим медным блоком, который окружен двумя охлаждающими экранами. Проба колеблется вращающимся стержневым магнитом, расположенным вне корпуса криостата. Компрессор с воздушным охлаждением нагнетает гелий в охлаждающей системе с замкнутым циклом.
Температура контролируется кремниевыми диодами и нагревательным элементом в охлаждающей головке.

Система регулирования управляется ПК и RS232/ IEEE488. Он поставляется с комплексной системой вакуумного насоса и всем необходимым оборудованием.

Держатель алмазного модуля высокого давления 670.5

С алмазным модулем высокого давления (DAC) Diacell Bragg-(S), поставляемым компанией easyLab Technologies Ltd., можно исследовать порошковые пробы при высоком давлении до 70 ГПа.
Для точного позиционирования модуля на корпусе 670 было разработано специальное крепление. Используя стандартную резьбу IUCr-ACA, модуль высокого давления можно просто смонтировать после точной регулировки при помощи имеющегося микроскопа.

Регулируемое основание 601

Для всех вариантов камер, кроме 670.6, необходимо регулируемое основание 601. К нему прилагаются все инструменты для регулировки положения камеры и монохроматора Гинье 611.

В зависимости от длины рентгеновских лучей в наличии имеются различные кристаллические вставки 615/616, см. отдельный проспект.
Для использования диодной лазерной печи 670.31 и прибора низкой температуры 670.4 необходимо применять кристаллы серии 616 по причине нехватки места.

HUBER
Diffraction and Positioning Equipment

Вертикальное основание для жидкостей/тонких пленок 670.6

Основание 670.6 позволяет установить камеру G670 с выпускным окном, направленным вниз.

Рентгеновская трубка и монохроматор устанавливаются таким образом, чтобы они могли вращаться в то время, пока поверхность пробы остается в горизонтальном положении. Угол падения рентгеновских лучей может варьироваться между 0° и 20° при помощи системы точной регулировки.

Таким образом, эта настройка идеальна для дифракции жидкостей или тонких пленок.

.

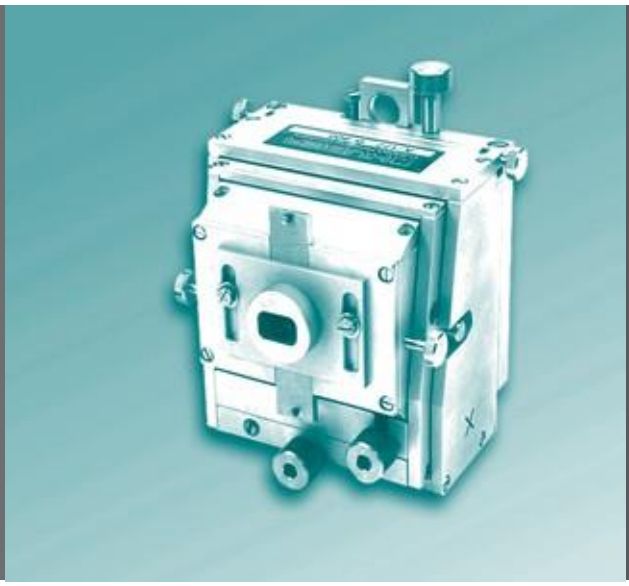
Капиллярный вибратор 670.21

Используемые наполняемые стеклянные капиллярные трубки являются кропотливой и утомительной частью работы. При использовании приспособления Capillary Boy она становится очень удобной.

Капиллярная трубка устанавливается на вибратор. Вибрации позволяют порошку плавно опуститься. Простым вращением кнопки можно регулировать частоту вибратора для удовлетворения требований к каждой капиллярной трубке/состава порошка. Это сокращает время процедуры в среднем до или менее 1-2 минуты, в зависимости от порошка.

- Простое наполнение капиллярных трубок
- Более стойкие капиллярные трубки
- Сокращение затрат на анализ
- Экономия до 15 минут на каждой наполняемой трубке

Монохроматор 611



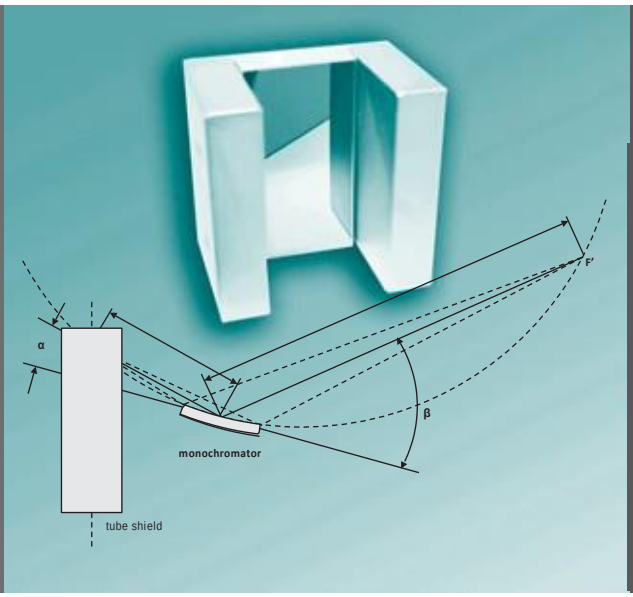
Монохроматор Гинье 611 имеет крепление для фокусировки кристаллов монохроматора по Иогансону-Гинье.
Кристаллы устанавливаются на U-образной металлической раме и поэтому могут просто вставляться и заменяться.

Функциональный корпус обеспечивает все степени свободы, которые необходимы для регулировки кристалла на пути луча рентгеновской трубки.

Для точного ограничения поперечного сечения рентгеновского луча прилагаются различные апертуры.

Монохроматор используется главным образом на линейной стороне острого фокуса рентгеновской трубки (0,4 x 8 мм). К-линия первичного излучения полностью подавляется.

Кристаллы монохроматора 615/616



Параметры кристаллов монохроматора Гинье 615/616

№ Huber	Анод	Kα1 [Å]	Крист.	ЛЗК	2θ[°]
615002	Cu	1.54060	Ge	111	13.640
615004	Cr	2.28962	Ge	111	20.517
615006	Fe	1.93597	Ge	111	17.238
615008	Co	1.78892	Ge	111	15.893
615010	Mo	0.70926	Ge	220	10.212
615012	Ag	0.55936	Ge	220	8.038
616002	Cu	1.54060	Ge	111	13.640
616004	Cr	2.28962	Ge	111	20.517
616006	Fe	1.93597	Ge	111	17.238
616008	Co	1.79892	Ge	111	15.893
616010	Mo	0.70926	Ge	220	10.212
616012	Ag	0.55936	Ge	220	8.038

Дополнительные компоненты в наличии

Принадлежности

- Корпус монохроматора
- Поворотное устройство плоских проб
- Генератор рентгеновского излучения
- Водяной охладитель с замкнутым циклом
- Рентгеновский безопасный контейнер с источником питания
- Пирометр спектрального отношения для 670.31
- Окулярная камера детектора с зарядовой связью для 670.2/5

Технические данные

Краткие основные технические характеристики G 670

Количество точек данных (макс.)	20001
Диапазон углов рассеивания (макс.)	100°
Размер шага угла рассеивания	0.005°
Разрешение АЦП	16 бит
Дин. диапазон (мультисканирование)	~200000 отсч.
Время считывания	<5 сек
Время стирания	10 сек
Радиус фокального круга	90 мм..

Треб. к оборудованию

Источник рент. излуч.: 0.4*8 мм^2 верт.лин.остр.фокус.

Высота луча над пов.стола: ~275 мм

Пл.поверхности стола: ~ 600*500 мм^2

19" стойка с 3 ед. высоты

Инновации Качество Гибкость Сервис

HUBER Diffraktionstechnik GmbH & Co. KG
Зоммерштрассе 4
D-83253 Римстинг, Германия

Тел.: +49 (0) 80 51 - 68 78 - 0
Факс: +49 (0) 80 51 - 68 78 - 10

www.xhuber.com
info@xhuber.com