岛津
SHIMADZU

岛津多功能X射线衍射仪

Lab XRD-6100 X-RAY DIFFRACTOMETER

XRD-6100 Lab型

ShimadzuX-rayDiffractometer

LabX XRD-6100

X-RAY DIFFRACTOMETER

高稳定性、多功能用途、以满足广泛分析领域要求为目标的X射线衍射仪

XRD-6100提供解决众多领域的分析要求，从物相定性、定量到状态变化分析，包括应力分析，残余奥氏体定量分析，晶粒尺寸/晶格应力、结晶度计算，多物相重叠衍射谱图解析及原位物相分析等。

晶体结构分析软件支持，如精密晶格常数测定、晶系测定及Rietveld结构解析等。

特点

高精度垂直型测角仪

适用于各种形式及状态的样品，包括难于固定的样品，例如粉末及薄膜等，以及易溶的样品。

使用Windows 7作为软件平台

主机控制与数据处理软件支持最新的Windows 7操作系统。因此数据可以输出到商品软件，容易完成网络支持及多用户联机。

标准配置多功能自动检索/匹配软件（定性分析）

XRD-6100具有标准配置的，适用于X射线衍射的重要分析工作——定性分析的自动检索/匹配软件。设置详细的检索参数，二次检索功能，以及在原始数据的峰形上与候选物质的对比显示。使用此系统定性分析可以达到很高的成功率。另外，系统中包括有简易的定量计算功能与结合元素数据的功能。

设备功能日常维护容易

用自动定位功能执行光学调整。XRD-6100具有保存系统调整参数的功能，系统状态可以监测与记录。因此，性能的日常维护易于控制，这是分析仪器至关重要的质量控制。

本质安全和紧凑的外观

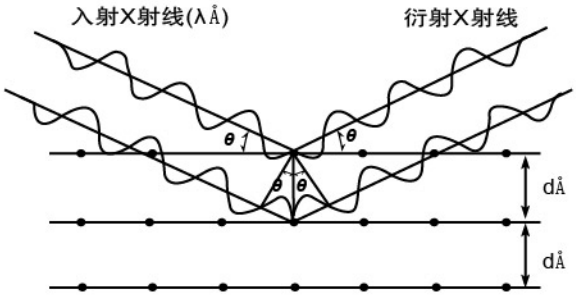
主机机柜紧凑的人机工程学设计（安装面积比岛津以往的衍射仪减少30%），平整的后面板可以靠墙放置，不会占据实验室的更多空间。同时专门设计的结构，便于样品的放置和定位。门锁机构的连锁控制系统，提供本质安全的操作环境，使操作人员永远不接触X射线。

数据的网络化、有效性管理

结合岛津 Computer Validation Network System 产品，可应对21 CFR Part 11和计算机有效性认证等GxP的要求。在基于ISO9001认证的开发体系下，不仅能为用户提供DQ/IQ/OQ/PQ、各种适应性证明书、检验报告书等文件，并由获得资格认证的技术服务人员，为用户提供全方位技术支持,全面协助用户履行FDA法规要求。

原 理

XRD-6100是在大气条件下分析晶体状态的X射线衍射仪。此方法是非破坏性的。X射线照射安装在测角仪轴上的样品，被样品衍射。测定、记录衍射X射线的强度，同时跟随样品的旋转角度绘出衍射强度与衍射角相关的峰形谱图。这就是样品的X射线衍射图。由计算机对谱图中的衍射峰位置及衍射强度进行分析，从而实现样品的定性分析，晶格常数测定或应力分析。根据衍射峰的高度，既强度或面积可以进行定量分析。衍射峰的角度及峰形可用于测定晶粒的直径及结晶度，并用于进行精密的晶体结构分析。



$n\lambda=2d\cdot\sin\theta$

结 构

本质安全的X射线防护

紧凑的结构（W900×D300×H1600）减少安装空间。
只有门连锁机构闭锁时，X射线管才能开启。因此，设计了全预准直的部件和附件系统，计算机全自动合轴保证了系统的精密度和准确性。本质安全系统，使操作人员永远不接触X射线。

高精度，垂直型测角仪

高速度运转（1000°/min)及高精度的角度重现性（±0.001°）提供快速可靠性高的数据。垂直型测角仪可用于分析各种状态的样品，扩大了使用范围。驱动机构具有独立的双轴联动驱动及分别独立驱动，自由地选定进行薄膜及各种样品的分析。

垂直型测角仪

提供大功率X射线管的高压发生器

2-1T控制系统，提供了快速稳定性和X射线管的超长使用寿命。

X射线管

XRD-6100可以装配各种类型的X射线管，包括标准配置的2kW正常焦斑(NF)型及2.7kW宽焦斑（BF)型，及选购2.2kW细焦斑（LFF）型。如果配置选购的衍射线单色器，各种样品都可以用标准的铜靶X射线管分析。

数据处理系统

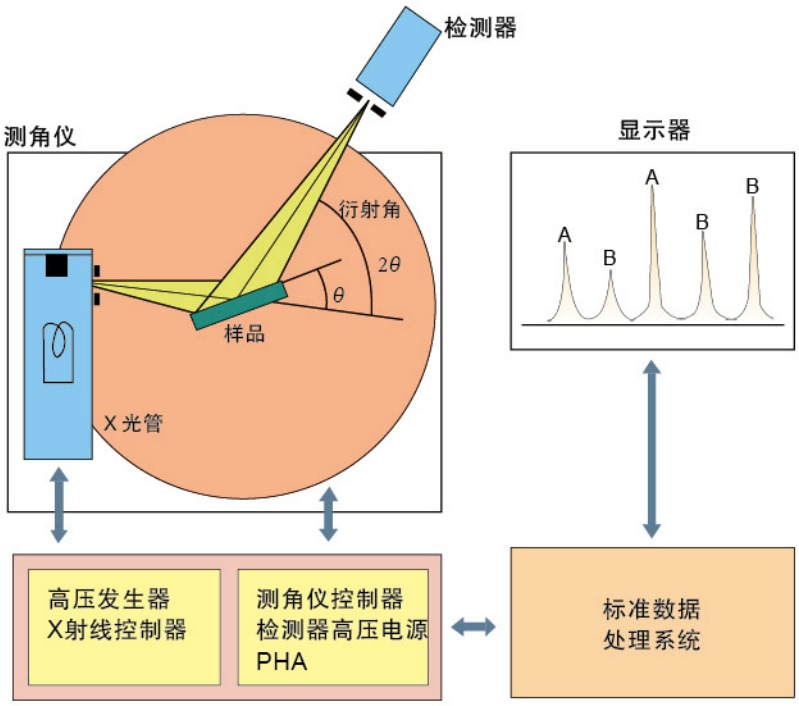
利用大容量硬盘中标准配置的丰富的操作软件的PC计算机，进行仪器控制及数据处理，在灵活多样的Windows环境下完成高速度的分析计算。使用彩色打印机，可以按不同颜色打印出多种物相重叠的X射线衍射图谱，很容易区别每一个峰，有利于定性分析。

高稳定性的X射线发生器

岛津具有长期生产高性能的，高稳定性的X射线发生器的经验。X射线管电压及电流稳定性在±0.01%以内，电源电压的波动或环境温度都不会影响它的稳定性。即使采集数据花费的时间很长也可保证数据的高可靠性。

完全对应21 CFR Part 11

通过岛津网络系统CLASS-Agent Ver.2,实现全面的数据搜索、提取、分类、数据库选定、数据浏览、电子签名等数据管理。
全面对应DQ/IQ/OQ/PQ和有效性管理。



XRD-6100配置图

完备的分析系统

分析系统

标准软件

X射线发生器控制	X射线ON/OFF， 管电压/管电流设定
光路调整	测角仪调整
测量	单程扫描，多重扫描
文件管理	ASCⅡ数据变换，Rietveld数据变换 ASCⅡ数据转换为XRD-6100数据 XD-D1数据转换为XRD-6100数据
基本数据处理	平滑化，背景扣除 Kα1-Kα2剥离，峰检索， 系统误差校正，内标/外标校正， 数据间操作
图像显示	纵向显示，横向显示 重叠显示（3D），对数显示
定性分析	自动检索 用户数据库编制
定量分析处理	制作工作曲线 定量计算

选购件

定性分析
- 衍射线单色器
- ICDD数据库JCPDS PDF2
- PDF2检索 <ICDD数据库PDF2 CD-ROM>

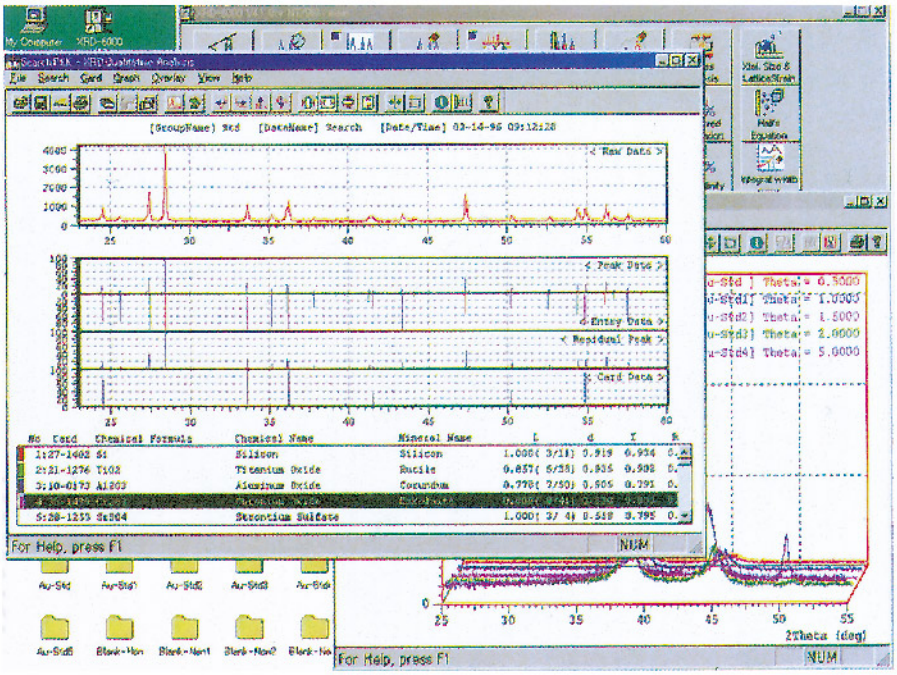
定量分析
- 残留奥氏体定量分析软件
- 旋转样品台
- 环境定量分析系统

峰形处理
- 重叠峰剥离软件

晶体结构分析
- 精密晶格常数测定
- Rietveld法分析软件

状态分析
- 晶体粒径/晶格应力计算，结晶度计算

各种附件
- 薄膜测定附件
- 纤维样品附件（带取向度评价软件）
- 分析应力附件（带应力分析软件）
- 样品加热装置
- 微区分析附件
- 织构分析附件



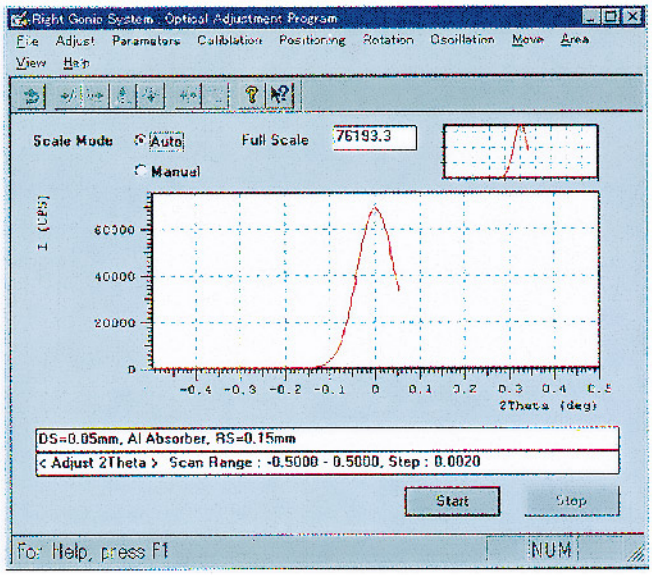
自动检索结果及薄膜样品重叠显示

自动测量，操作便捷

测角仪光学系统的调整全自动进行，全预准直化设计

光学系统调整

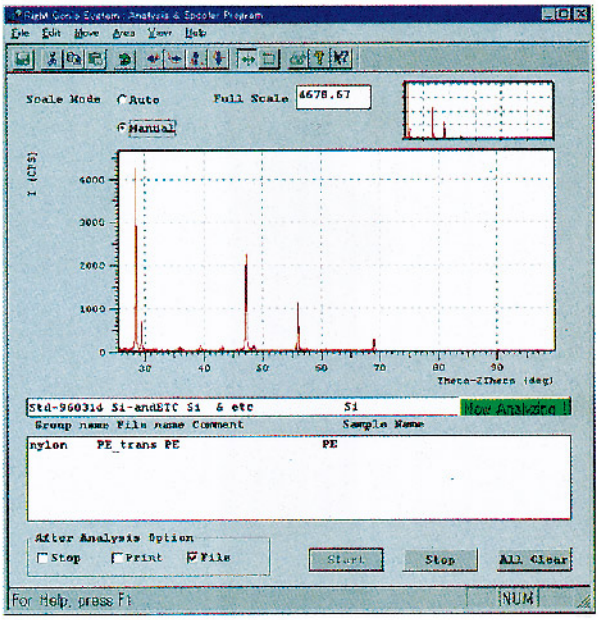
配置的调整软件极大简化，如测角仪光路合轴调整，探测器电压设定及PHA基线与窗口的调整。



2Θ轴调整画面

随时监测测量状态

测量时，实时显示样品衍射谱图，用户对测量状态一目了然。



Si样品分析画面

提高分析效率的多任务功能

Windows 7操作环境的多任务功能，
测定及数据处理可以同时进行，提高分析效率。

基本数据处理

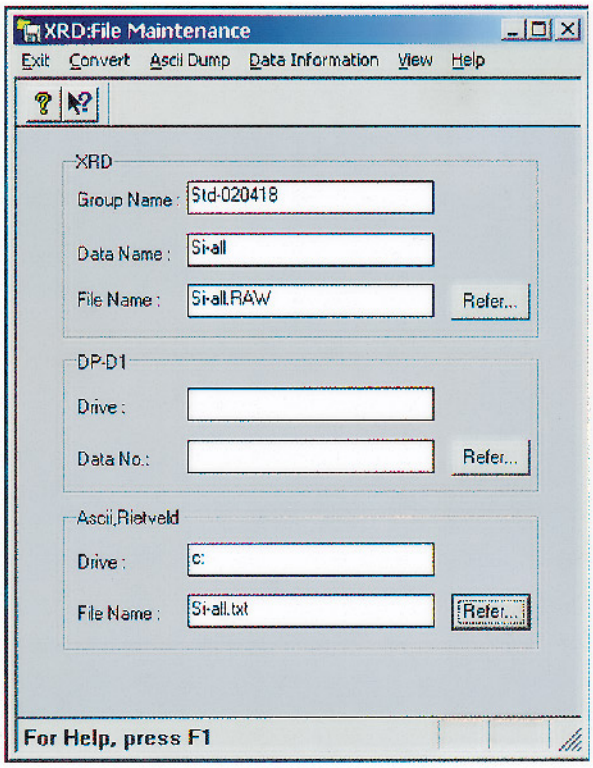
基本数据处理画面

轻松的数据处理环境

文件管理

～数据形式的变换～

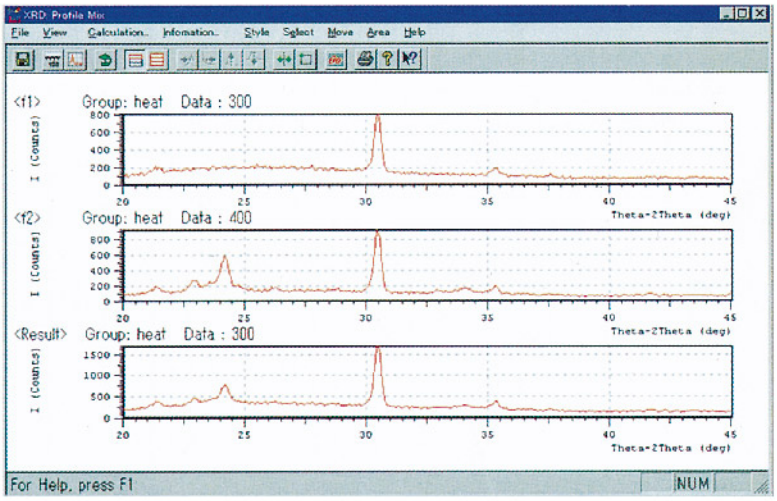
在XRD-6100中，可以把其它X射线衍射分析仪测定的数据变换文件后，用本数据处理软件进行分析。对XD-D1和XD-610型的数据，准备了专用文件变换窗口。除此以外的X射线衍射数据，可以把2θ角度和X射线强度的文本形式文件（ASCII数据）变换成本仪器的数据形式。相反，用XRD-6100测定的原始数据，可以变换成文本形式文件或者能利用Rietveld分析的形式的文件。尤其是这种文本形式变换，不仅对原始数据而且对峰数据等经过处理后的数据也可以变换。所以利用这种功能，也可以简单地进行用户个性化的数据处理。



文件变换画面

增加 /删除操作

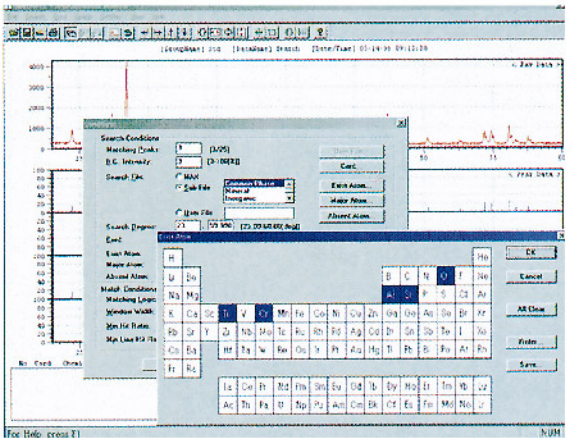
数据修改功能，如删除不需要的衍射峰及增加再分析的数据得到一个合成的衍射峰，是进行有效数据处理分析的有用的工具。用右侧窗口显示谱图计算。



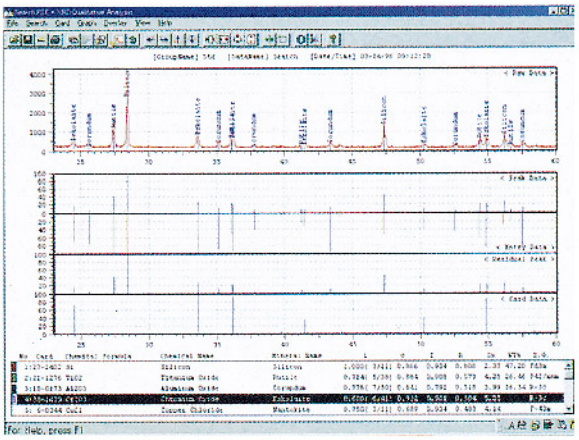
谱线的运算画面

强化的自动检索系统

Windows屏幕上有效地完成鉴定



设置检索条件画面



检索结果画面

可编录用户专用数据库

用户可编录与ICDD（International Centre of Diffraction Data）提供的子文件分开的，自己专用的数据库。可以将选定的ICDD标准数据，以及ICDD尚未注册的数据输入此文件。通过使用XRD-6100测定的数据可以注册，与在数据库文件中一样，而且可以进行比较，提供一个质量控制的外部尺度。

可以设置详尽的检索参数

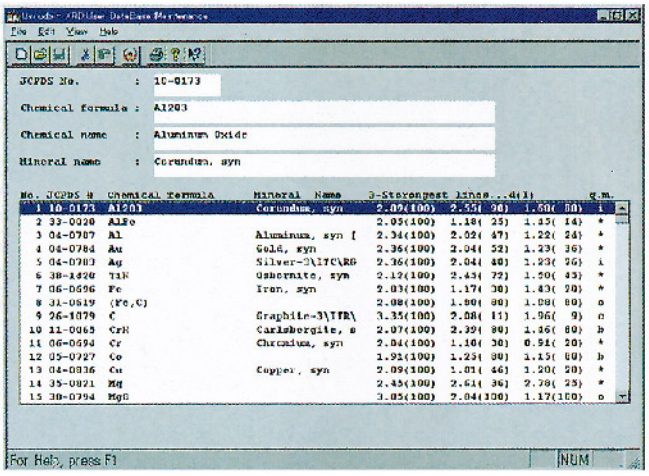
为用自动检索/匹配软件得到正确的分析结果，必须设置与各样品相适应的检索参数。XRD-6100系统允许设置详细的检索参数，如检索所需的文件选择等，并允许元素数据分三级输入。
此外，XRD-6100的标配功能之一是可以通过LAN（局域网）以文件方式获取X射线荧光定性分析结果（元素分析）。

具二次检索功能，可对微量组分进行指定识别

用一次检索难以识别微量组分。在识别了主成分之后，需进行第二次检索。XRD-6100系统配备有二次检索功能，为微量组分的识别提供了方便。

可以显示各种检索数据

检索结果可以重叠显示：在原始数据上重叠显示各标准数据。并且，为了易于比较，在各谱峰上可显示标准物质名称、化学式、矿物名、米勒指数以及ICDD编号。此外，还配备了简便的用刚玉与已知物质强度比值法，对可能存在的物质进行定量计算的功能。
如果您的系统中带有PDF2数据库，则可在另一个窗口中显示PDF2中的关于可能存在物质的详细数据。



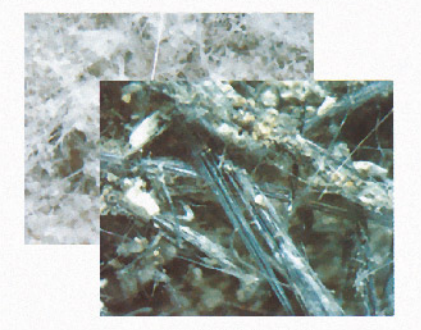
用户数据库编录画面

精炼的定量分析软件

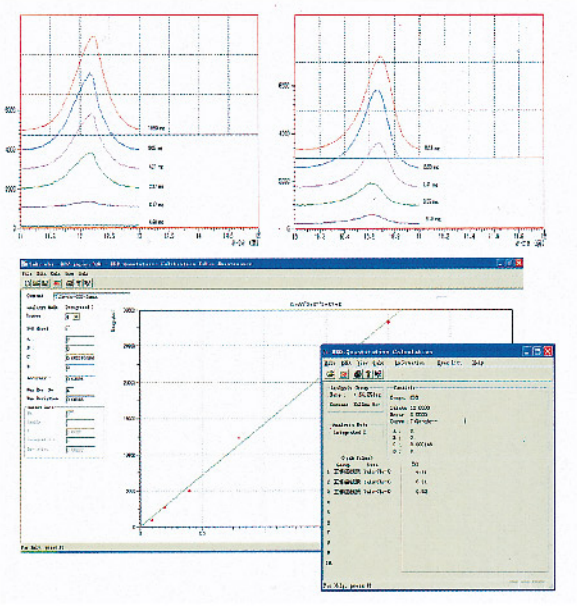
满足各种目的，对应不同的分析要求

工作曲线

可以编制强度、积分强度或强度比的工作曲线。
强度及积分强度用于内标和外标法计算。



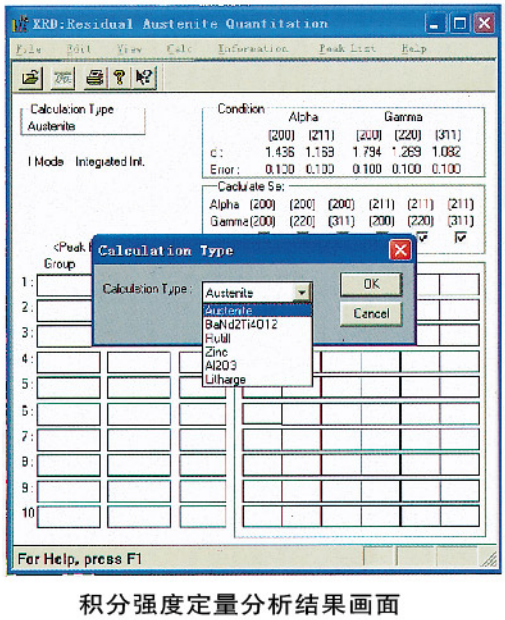
微量石棉检测



积分强度工作曲线画面

定量分析

根据用户行业领域需求，提供相对应的定量计算解决方案，如钛白粉金红石型转化率、残余奥氏体等。
可指定1～5个衍射峰做定量分析，1～10套数据同时计算。
说明残留奥氏体定量分析及环境定量分析软件为选购件。



积分强度定量分析结果画面

完善的物相晶体结构分析软件

峰形处理

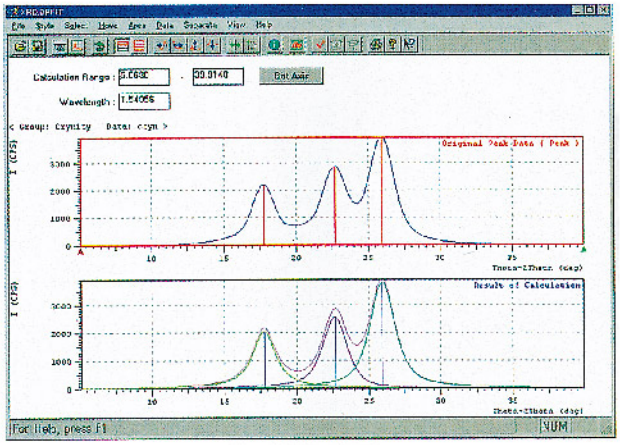
多重峰剥离软件

利用本软件可以用高斯型和劳伦兹型的混合峰形函数将多个峰的重叠逐个地进行分离，并可以计算每个衍射峰的位置、强度、半高宽度、积分强度等信息。这些数据可利用于定量分析和晶体结构分析。

本软件支持的峰形函数包括有：

Gauss,Lorentz,Pseudo-Voigt,

Pearson VII等。

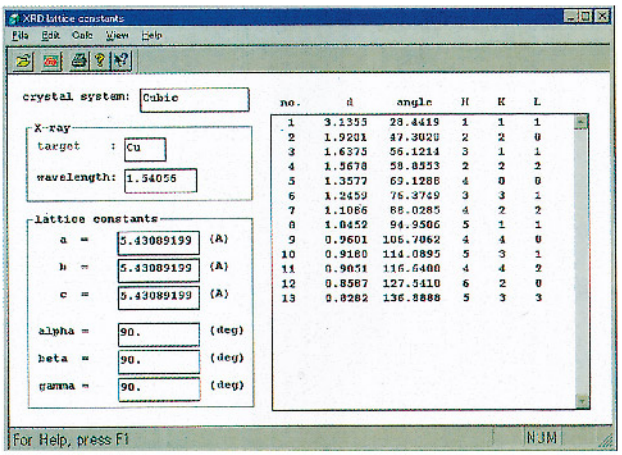


峰形剥离画面

晶体结构分析

晶体常数的精密化软件

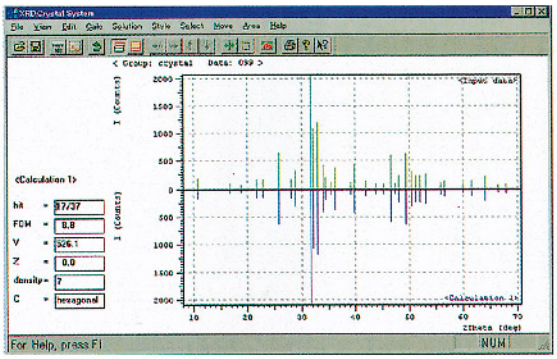
晶体常数是决定物质晶体结构的基本参数。在X射线衍射分析中经常使用样品物质的准确的晶格常数值。在多种情况下，分析固溶体金属的成分量为目的时使用晶格常数。晶格常数的精密化软件，基于用基本数据处理计算的样品的衍射角度和用最小二乘法使误差变为最小的方法，可以计算7个晶系的晶格常数，而且给出各峰的米勒指数。



晶格常数的精密化计算结果的画面

确定晶系的软件

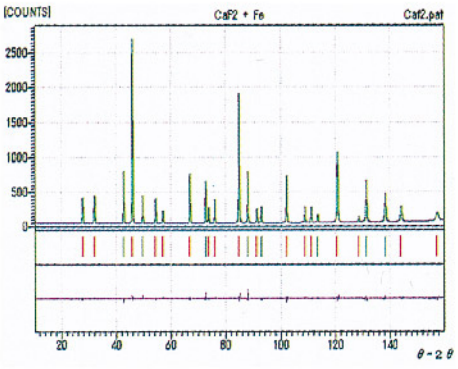
晶系从立方晶系到三斜晶系有7种。确定晶系的软件是利用样品测得的衍射峰角度位置，求得样品所属的晶系。同时也可以自动地进行晶格常数的计算和指标化。



原始数据（上）和计算值（下）的比较画面

Rietveld解析软件

Rietvld法是以X射线衍射图形全部为对象，将结构参数和晶格常数直接精密化的晶体结构分析方法。它是在假定的结构模型基础上计算衍射图形与实测图形进行拟合，通过非线性最小二乘法对各参数进性精密化。

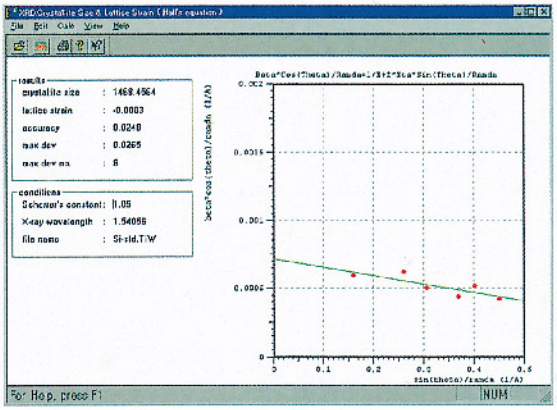


Rietveld全谱拟合图面

状态分析

晶体粒径和晶格应力软件

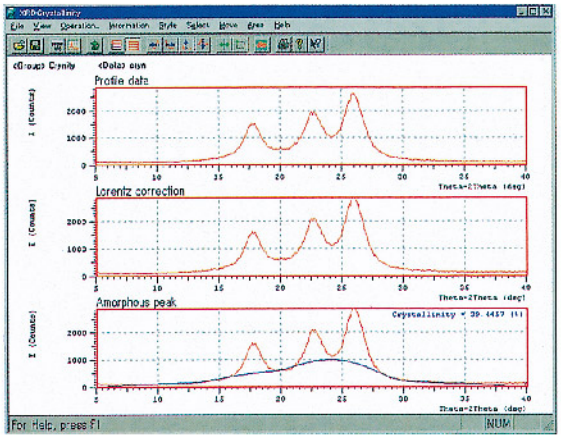
构成样品的晶粒大小一般是几个nm～几十个μm，但是像催化剂晶粒那样变成几百个Å 就得不到理想的衍射效果，样品的衍射峰变宽。晶体粒径和晶格应力软件是定量地求出衍射峰的宽度，将其值应用Sherrer公式计算出晶体粒径。如果混杂晶格应力时，求出几个衍射峰的半峰宽，从其结果得到的直线的斜率和交会点分别求得晶体粒径和晶格应力。(Hall方法）



用Hall方法计算结果的画面

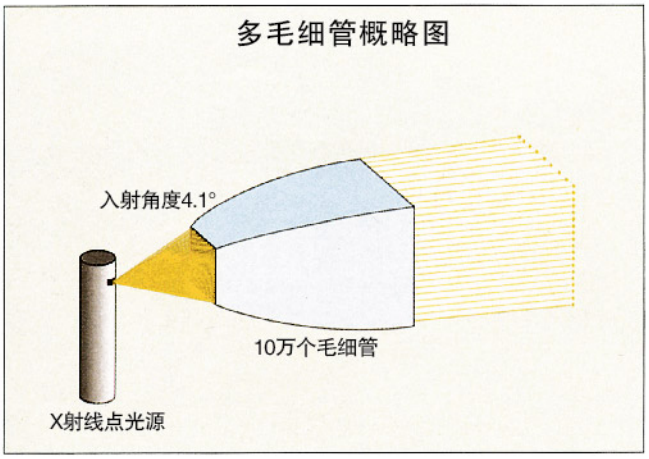
结晶度软件

如高分子样品，形成结晶的部分和非结晶的部分混在一起时，形成结晶部分的重量比率叫做结晶度，它是表示样品物性的重要参数。本软件是自动地或用手动方式把得到的样品衍射图形分成结晶部分和非结晶部分，分别求其强度积分面积，计算出结晶度。



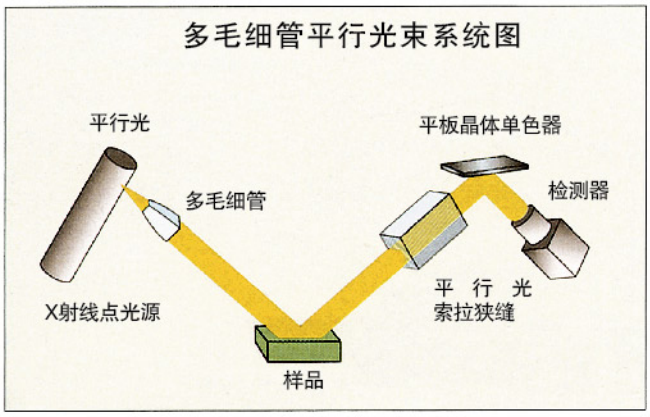
结晶度的计算结果画面

新型高强度平行束多毛细管光学系统



多毛细管光学系统的原理

由许多引导X射线的玻璃微细毛细管构成的多毛细管，如左图所示那样立体配置，可使X射线在每个毛细管内经过反复地全反射从另一边的出口射出。将毛细管弯曲成可使X射线保持全反射的程度，就能把从点光源发射的X射线以高的立体角接收并从出口得到平行的X射线束。

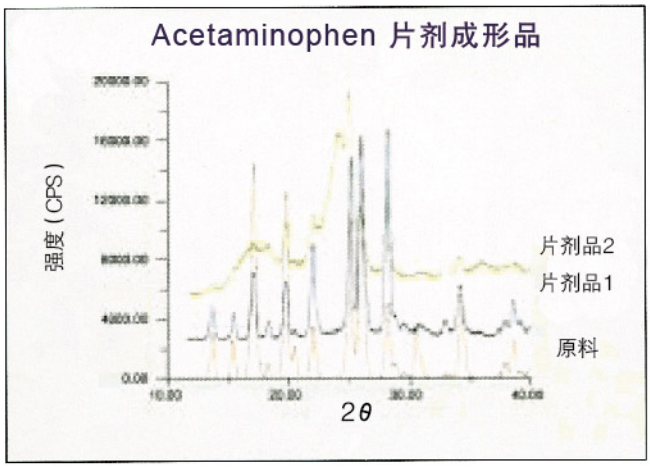


多毛细管光学系统的特点

如果使用这种多毛细管光学系统，与过去的聚焦束光学系统和通常的平行束光学系统比较，则可以有效地利用由X光管照射的X射线束，因而可以得到高的衍射X射线强度。此外，在聚焦束光学系统中，当聚焦束度条件有偏离时，衍射角度产生很大的偏离，同时衍射X射线的强度也明显的衰减，但是在平行束光学系统中，即使有几个毫米的偏离时，衍射角度完全没有变化，而且衍射X射线强度也没有很大的变化。因此，对于样品位置有偏差或表面凹凸不平的样品，不会产生衍射角度偏离而进行高精度的分析。

用多毛细管光学系统也可以分析在通常的光学系统中不能分析的具有曲面的样品。

利用这些特点，使X射线衍射仪的应用领域更为广泛。



多毛细管光学系统的分析实例

左图是制药Acetaminophen用的原料和片剂成形制造过程中分析的例子。直接分析片剂成形品，可以评价结晶度和结晶晶型。利用多毛细管光学系统可以高精度、高灵敏度分析有曲率的、有凹凸面的样品。

满足多种分析要求的功能附件

旋转样品台RS-1001

RS-1001具有样品平面旋转与以测角仪样品轴（θ）为轴回摆功能，减少样品晶体择优取向散射对衍射强度的贡献，提高定量分析的精度。

主要性能

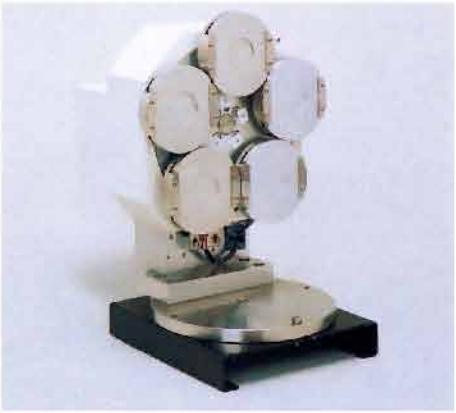
- **旋转方式** β轴（样品平面）
- **旋转速度** 1～60 rpm
- **最小步宽** 0.1°
- **操作模式** 定速旋转、回摆、样品平面旋转扫描（连续、步进）

5位样品自动交换系统ASC-1001

5位样品自动交换样品台可使最多5个样品在自动交换中进行连续分析，同时为减少样品结晶取向引起的衍射线强度的波动，样品面可以进行平面旋转。而且，也可以使用环境分析系统RS-2001用滤纸架（选购）。

主要规格

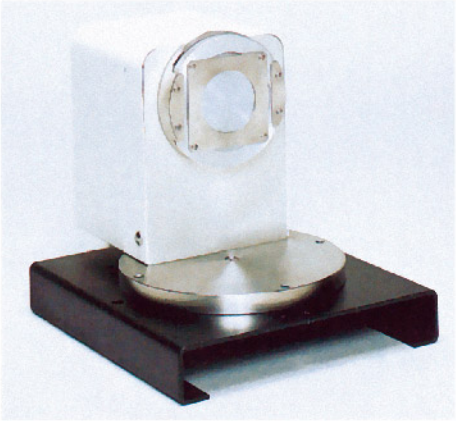
- **样品数量** 5个
- **样品尺寸** 粉末：φ25mm
  滤纸架：φ47mm（选购）
  滤纸架：φ25mm（选购）
- **平面旋转速度** 1～60rpm
- **扫描范围** 7°～163°（2θ）



环境测定样品台 RS-2001

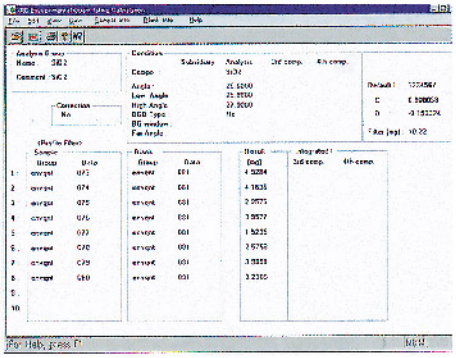
完整的环境分析系统，包括一个专用的环境定量分析样品台、滤纸架插座和定量分析软件。提供使用石棉包埋滤纸架测量的专用滤纸架插座。环境样品台的主要性能与一般旋转样品台相同。根据Zn的工作曲线修正，当样品的衍射线与Zn重叠时，也可以使用Al样品台（选购件）。

选购的样品台驱动器也可用于旋转样品台。



环境定量分析软件

环境样品，如使用滤纸收集的数量极少的悬浮粉尘对分析工作是一个挑战。但XRD-6100可以完成这样的分析。利用软件减少滤纸架对X射线的吸收效应，得到线性优良、精度较高的工作曲线。软件与一个专用样品台可以得到有效的滤纸架吸收修正。



定量结果的画面

薄膜分析附件THA-1101

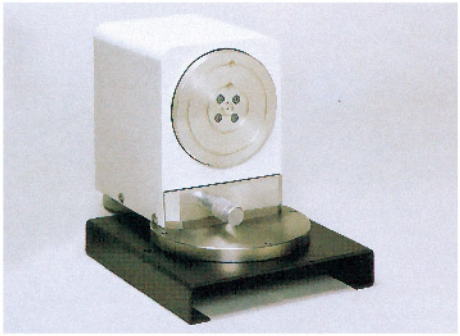
由薄膜样品台、单色器、吸附汞构成的薄膜专用的分析系统。

采用低角度入射X射线的平行光束衍射法，尽可能抑制X射线侵入基底可以得到低背景薄膜X射线衍射图。

用吸附汞很容易固定样品。

样品台用的选购驱动器，可以与旋转样品台的驱动器共用。

薄膜样品台的微米尺度调节机构，可以精确设置样品位置。

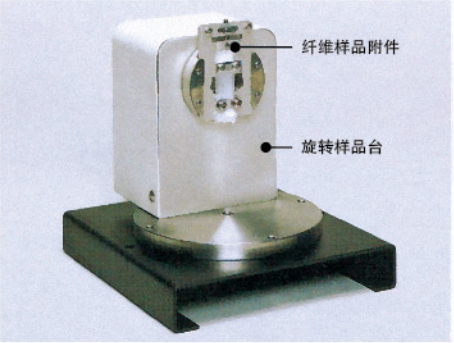


主要规格

- **旋转** β轴（样品面内）
- **最近入射角** 0.1°
- **旋转速度** 1～60rpm
- **工作方式** 定速旋转 摇动
  样品面内旋转扫描（连续，步进）
- **样品吸附汞** 1台，AC100V 10W

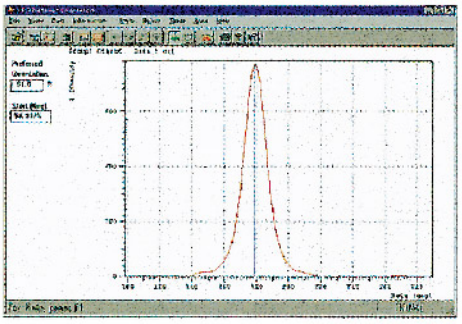
纤维样品分析附件

该附件与旋转样品台（RS-1001）配套使用。将纤维样品附件装在旋转样品台上，可以进行纤维的取向度的测定。
根据测定的数据，用附属的纤维取向度软件可以计算取向度。
可以进行透射法和反射法两种模式的测定。



纤维取向度软件

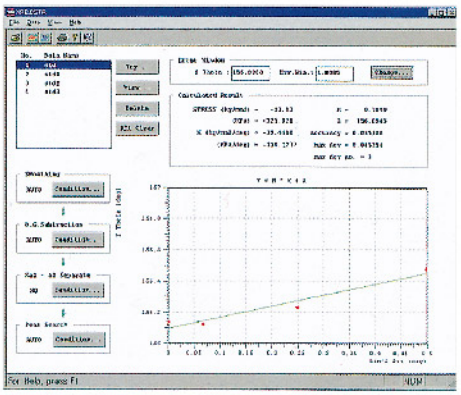
由测定的（样品面内旋转轴 β 的测定）取向度峰的半高宽度评价取向度。



取向度的评价结果画面

应力分析软件

本软件对并倾法（ψ固定法，ψo固定法）测得的数据或侧倾法测得的数据都可以解析。



残留应力分析结果画面

应力分析附件SA-1101

由应力样品台、X光管、应力分析软件构成的专用侧倾法分析系统。在分析物质材料应力的方法中，X射线应力分析方法广泛地使用。并倾法上若使用专用的应力样品台，则可以分析使用侧倾法的X射线应力。这种方法，与并倾法比较不需要校正X射线吸收误差，所以可以得到线性精度高的测定结果。应力分析软件中有测定、半高宽度法、峰位置计算、应力计算等。根据样品种类和使用的反射面，需要使用铬靶X光管或者钴靶X光管。

样品台用的选购驱动器，可以与旋转样品台的驱动器共用。

主要规格

- **倾 斜 轴** α轴
- **倾斜角度范围** 0～50°
- **工作方式** 回摆，固定

样品加热附件HA-1001

本附件是根据X射线衍射图形随样品温度的改变而变化的情况，研究有关样品晶体结构的温度特性的系统。本系统有专用的样品加热炉和温度控制器，在空气中或惰性气体气氛中最高可加热到1500℃。对分析的结果可以重叠显示，因而可以进行各温度条件下X射线衍射图形的比较。

主要规格

- **使用热电偶** Pt-Pt/Rh
- **测定温度** 最高温度1500℃空气中，惰性气体 1200℃真空中
- **控制功能** PID值设定 温度定值控制（升温、降温、保持、停止）
- **电源** 单相200/220V±10% 5A

XRD－6100技术参数表

X射线光管	型号	BF(Cu靶)	LFF(Cu靶)	NF(Cu靶)
其他靶材Co,Cr,Fe－X X射线光管（可选）	焦斑	2.0×12mm	0.4×12mm	1.0×10mm
	功率	2.7 kW	2.2 kW	2.0 kW
X射线发生器	最大功率	3 kW		
高稳定性、超长寿命	最大管电压	60 kV		
	最大管电流	80 mA		
	电压步宽	1kV		
	电流步宽	1mA		
	X射线保护	低电压、过负荷、过电压、过电流、冷却水异常等		
测角仪	测角仪半径	185mm		
高稳定垂直型测角仪系统	扫描角度范围	-6°～163°		
	扫描模式	θ/2θ联动、θ，2θ独立驱动模式		
	操作模式	连续、步进扫描模式，标定，定位，θ轴回摆功能		
	回转速度	1000°/min(2θ)		
	扫描速度	0.1°～50°/min		
X射线防护	安全机构	门锁联动机构（闭锁后X射线才能发生），紧急关机		
	独立X射线光管控制系统	开机状态非测试条件确保无X射线发生		

安 装 要 求

X射线衍射仪属射线类装置，请按当地的法律与法规进行设备的设置和管理。

安装地点

此仪器是使用X射线进行测定与分析的,因此在安装仪器之前，必须考虑咨询当地有关使用X射线测定的规定，以及遵守所有必要的规定。

• 电源要求

主机用	单相 220V±10% 2kW型：30A 3kW型：50A
数据处理系统	单相220V±10%5A
地线	独立地线100Ω以下

电源电压波动要求在10%以下。
如果使用样品加热附件，冷却水泵或冷却水循环装置，要求增加一个另外的电源。

• 仪器的冷却水供应

当供应仪器的冷却水时，由于管道的腐蚀等而污染就会引起X光管过滤网的堵塞。使用以下条件供应冷却水。

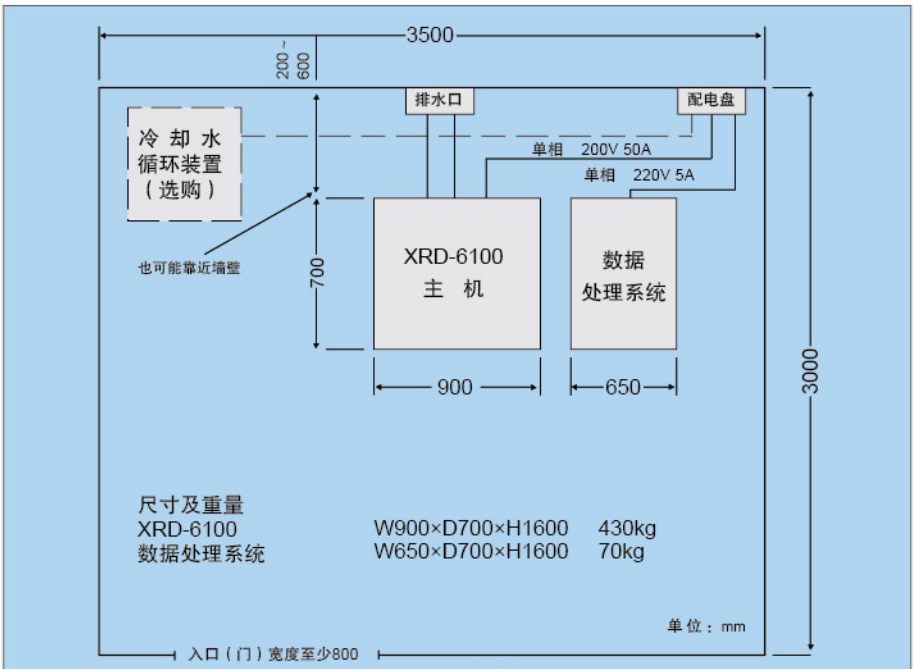
流　量	4.0L/min以上
水　压	3～5kgf/cm²
水　质	pH6～8 硬度80ppm以下
杂质粒子	小于0.1mm
供水管到直径	φ12.7mm
排水口	自然排水

如果水流量低于4.0L/min时，X光管的保护线路就起作用，切断X射线发生器电源。当冷却水流量的最低条件不能满足时，必须使用选购的冷却水循环装置。

• 安装地点环境

要求以下环境温度与湿度。

温度	23℃±5℃
湿度	75%以下



XRD–6100安装平面图

Topoint®
Hotline：400-777-1580
拓邦特科技有限公司
Topoint Technology Limited
电话：0755-27833585　邮箱：info@topoint.cn　网址：www.topoint.cn
香港　深圳　苏州　上海　合肥　成都　武汉　烟台　天津　南宁