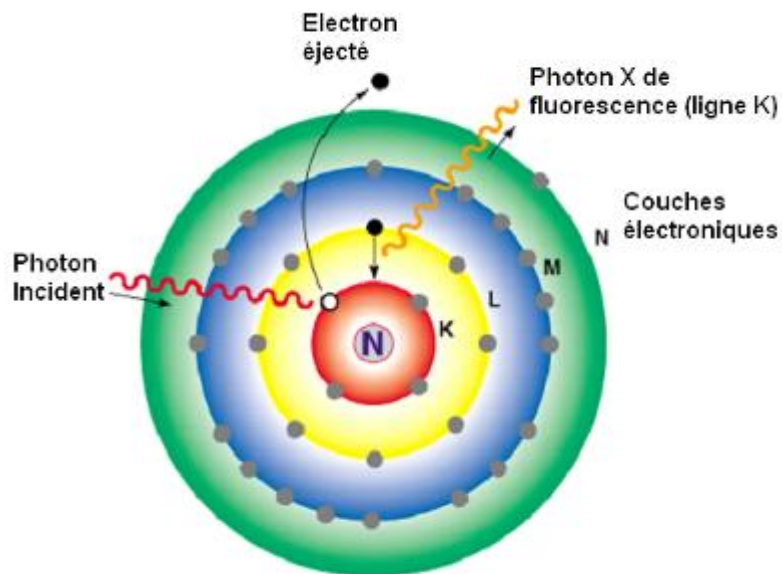


XRF新技术在材料分析中的应用
&
颠覆性的XRD技术解析

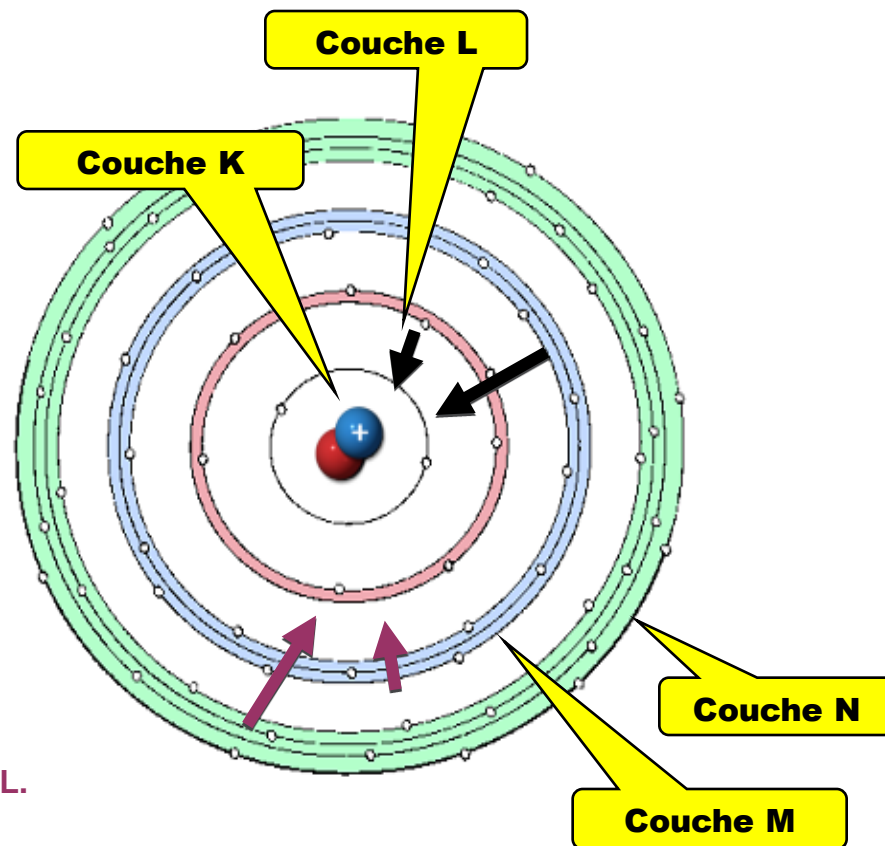
禹重科技® ÜZONGLAB
成分分析仪器|表面测试仪器|样品前处理仪器

XRF分析原理—什么是X射线荧光光谱



B à ~Ba sont analysés en utilisant les lignes $K\alpha$ ($K\beta$), transitions de L (M) vers K.

~Ba à U sont analysés en utilisant les lignes $L\alpha$ ($L\beta$), transitions de M (N) vers L.

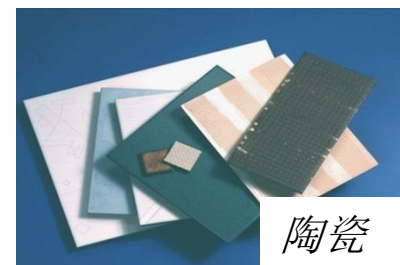
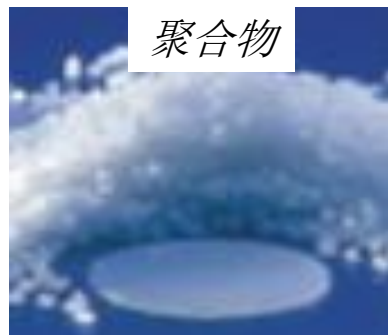
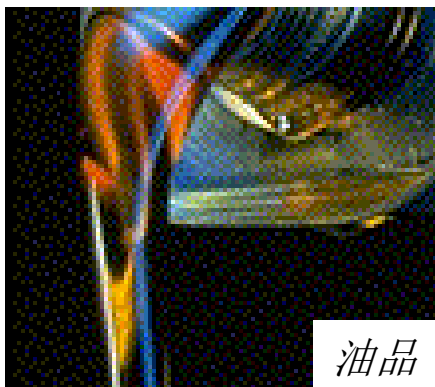


XRF能够分析的样品种类和元素范围

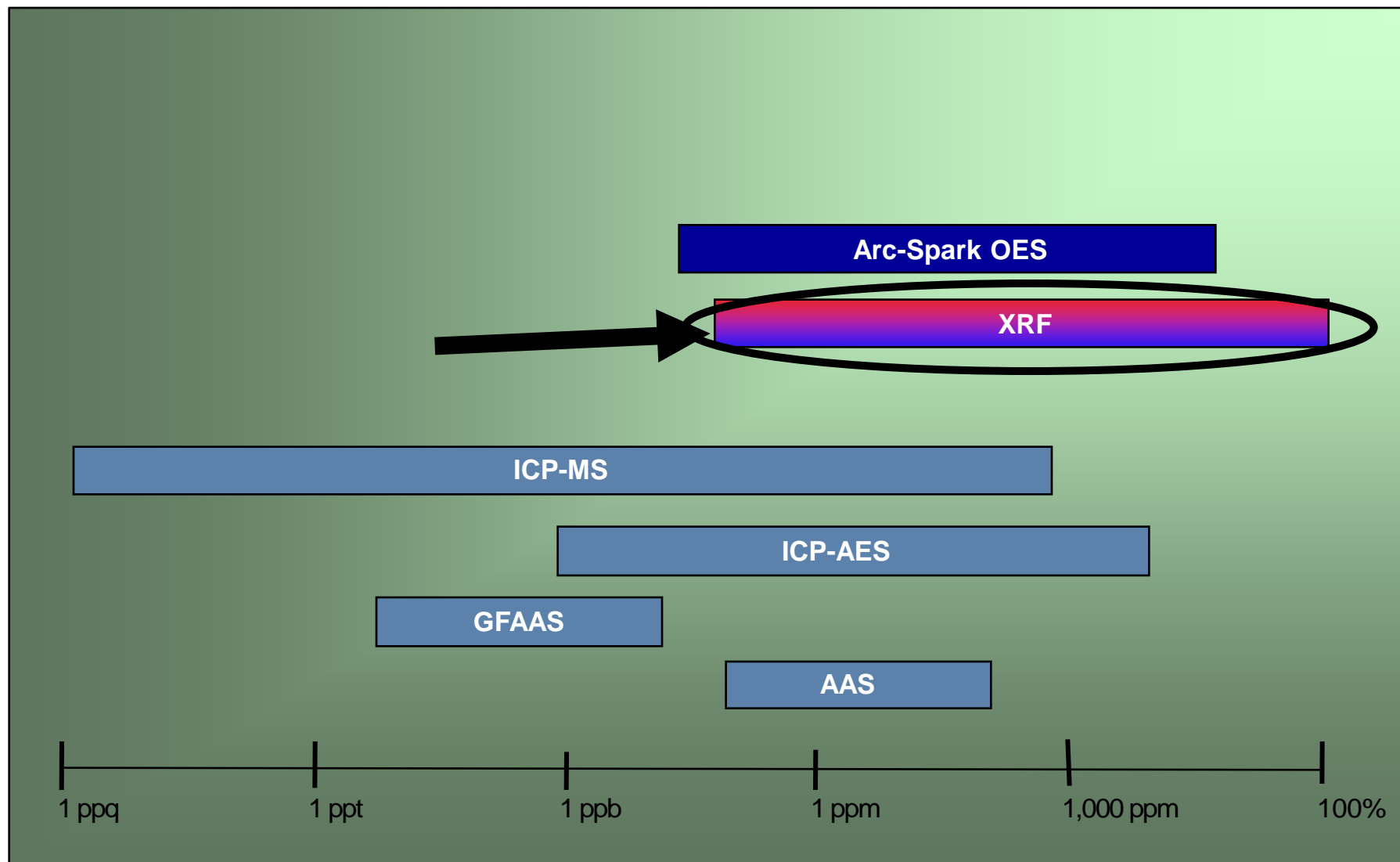
H																			He
Li	Be											B	C	N	O	F		Ne	
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl		Ar	
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br		Kr	
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I		Xe	
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At		Rn	
Fr	Ra	Ac																	
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu			
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lw			

- Standard elements for both EDX and WDXRF
- Ultra-light elements requiring specific crystals and WD-XRF
- Rare gases
- Not measurable by XRF
- Element requiring Primary beam filter to be analysed with Rh anode tube
- Unstable elements

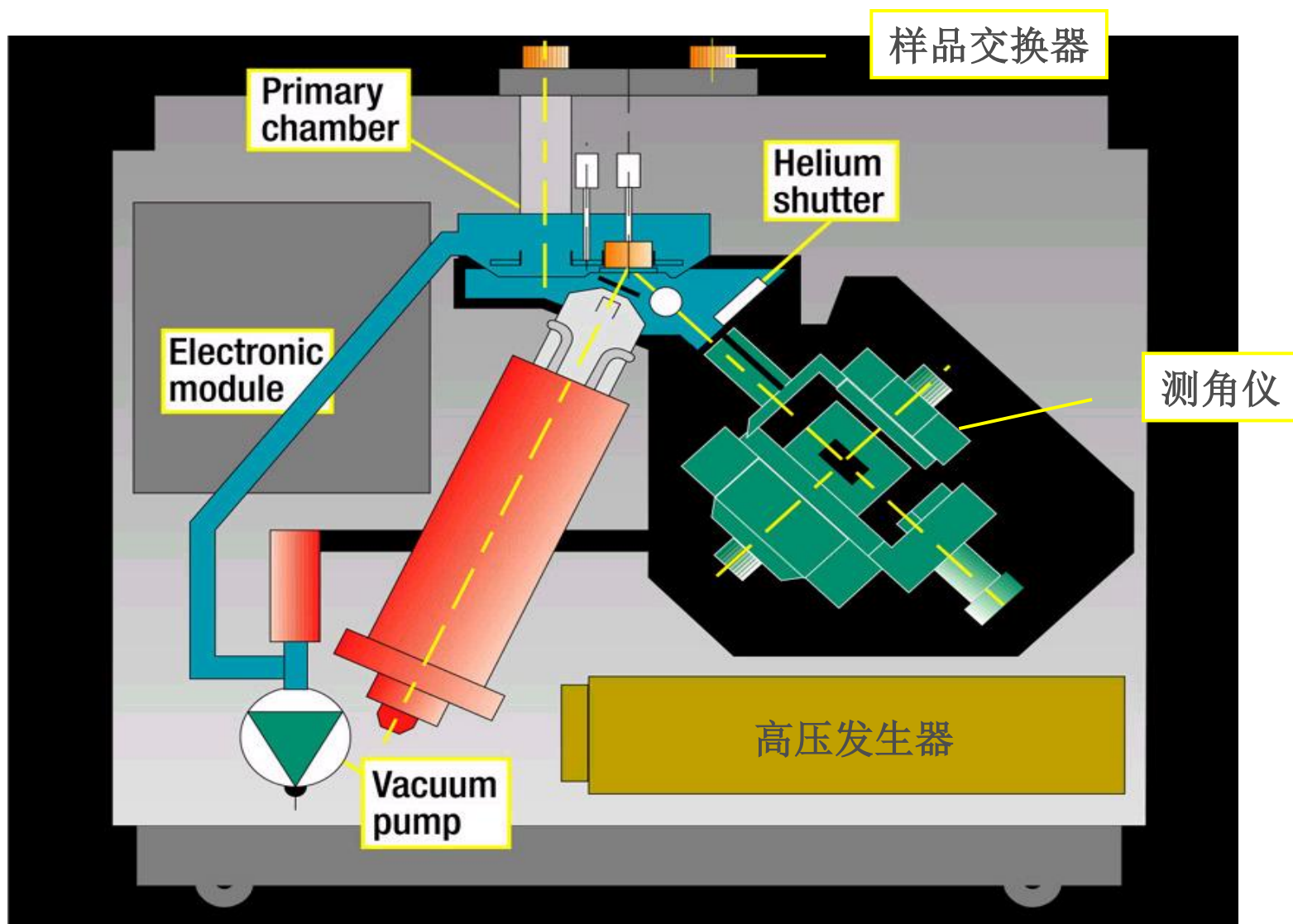
XRF能够分析的样品种类和元素范围



XRF能够分析的样品种类和元素范围



XRF分析原理—什么是X射线荧光光谱



WDXRF用于理化分析测试的仪器型号概述

ARL PERFORM'X

高功率顺序扫描XRF—最高4200W



- 下照射
- 单测角仪C~U顺序扫描
- 灵敏度极高

ARL 9900 系列

多测角仪分段扫描式XRF—最高4200W



- 上照射
- 最多三个测角仪C~U元素分段同时扫描
- 灵敏度稍差
- 一台仪器，接近三台普通荧光的分析速度，一台仪器的维护成本。

ARL PERFORM'X 系列

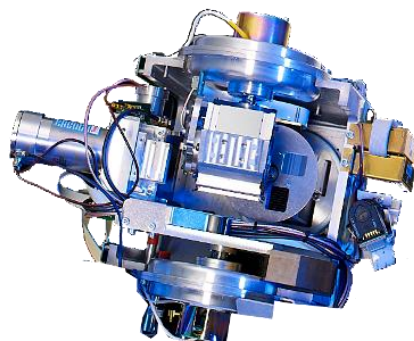
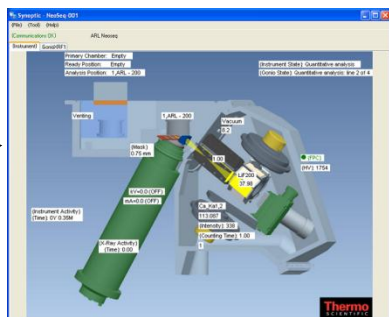
一根光管, 一个数控测角仪, 完整的大型 XY 进样器

针对理化测试实验室的整体XRF分析解决方案



4200W

50m Be窗, 标配
30m Be窗, 可选



独一无二的完全数字化的测角仪



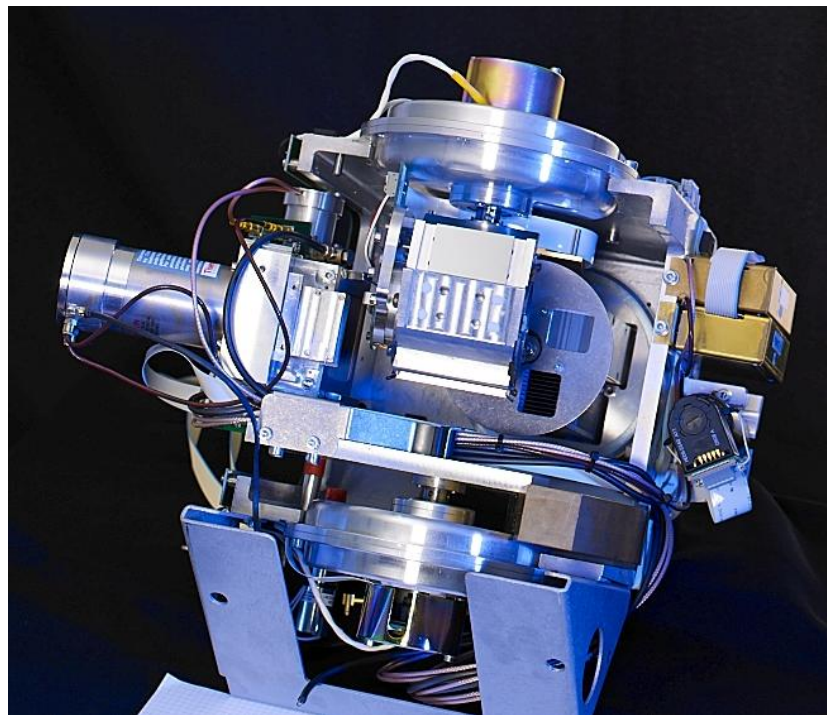
集成的大型激光定位X-Y二维进样器

- + Mapping和Spot分析小至0.5mm
- + 小样品分析小至最小直径5mm
- + 最低10mg的粉末或单矿物定量分析

ARL PERFORM'X 系列

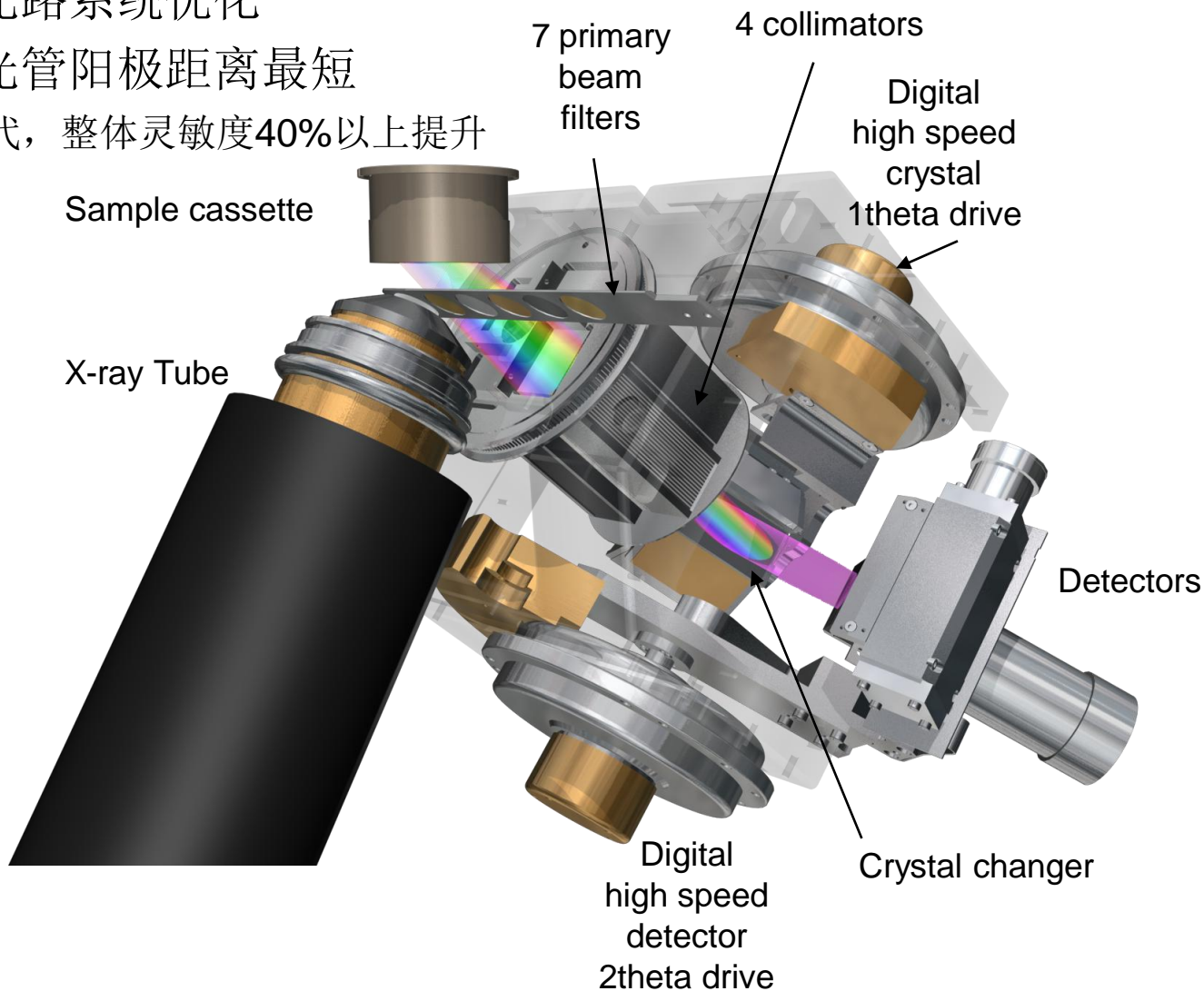
测角仪升级

- ARL PERFORM'X最新的心脏部件
- 卓越的全数字控制
- 独一无二的使用莫尔条纹无磨损的定位系统
 - 角度位置定位
 - 准直器、晶体、探测器
- 晶体和探测器之间不通过齿轮耦合驱动
- 无摩擦= 无磨损
- 数字精度
 - 定量分析特定的元素
 - 测角仪转速4800度/分钟
 - 以高达550每分钟的速度扫描特定元素的谱线
- 使用LiF晶体峰值位置准确度为 $\pm 0.01^\circ$
 - > 相等于ASTM 角度表的准确度
 - > 可用理论角度位置作为分析测量的峰值位置



UCCO –超近光学耦合技术

- 超紧凑光路系统优化
- 样品到光管阳极距离最短
- 对比上一代，整体灵敏度40%以上提升



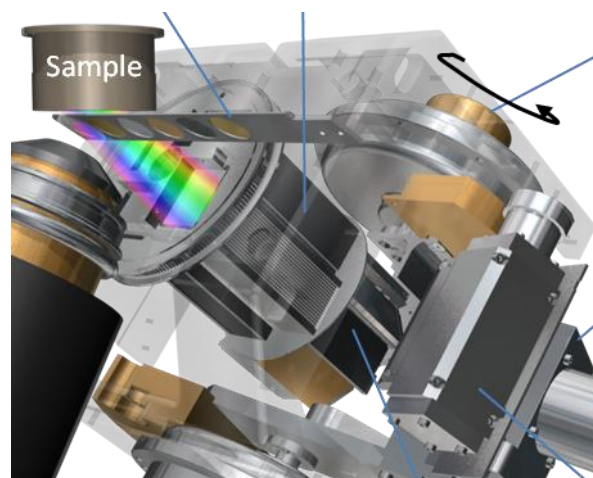
真正双位置的进样系统



- 处理大量样品具备最高的速度
 - 真正一个样品在分析，另一个样品与抽真空等待
- 两个样品之间切换真正不需要时间
- 仅检测一个参考点用于确定位置
- 具备最佳的进样重复性
 - 样品到光管阳极的距离永远保持一致

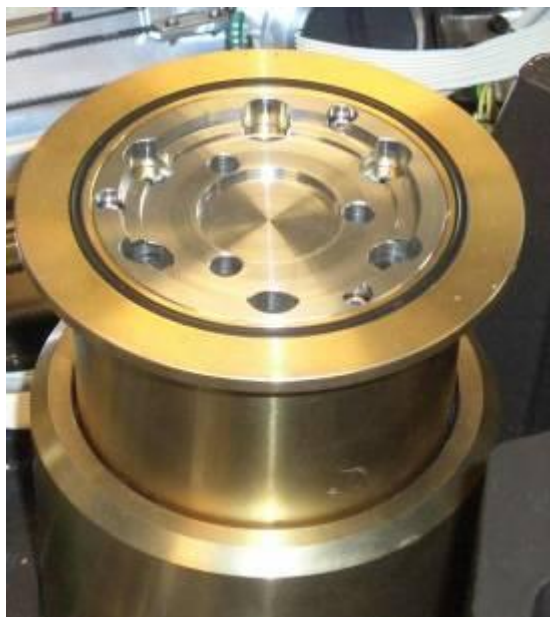
气流正比计数器的特殊金属丝设计(FPC)

- 高质量的金属丝
 - 贵金属合金
 - 特殊的表面处理
- 终生免维护的金属丝设计，不是耗材，不需要维护和更换。



Flow Prop Counter

粉尘、液体收集装置



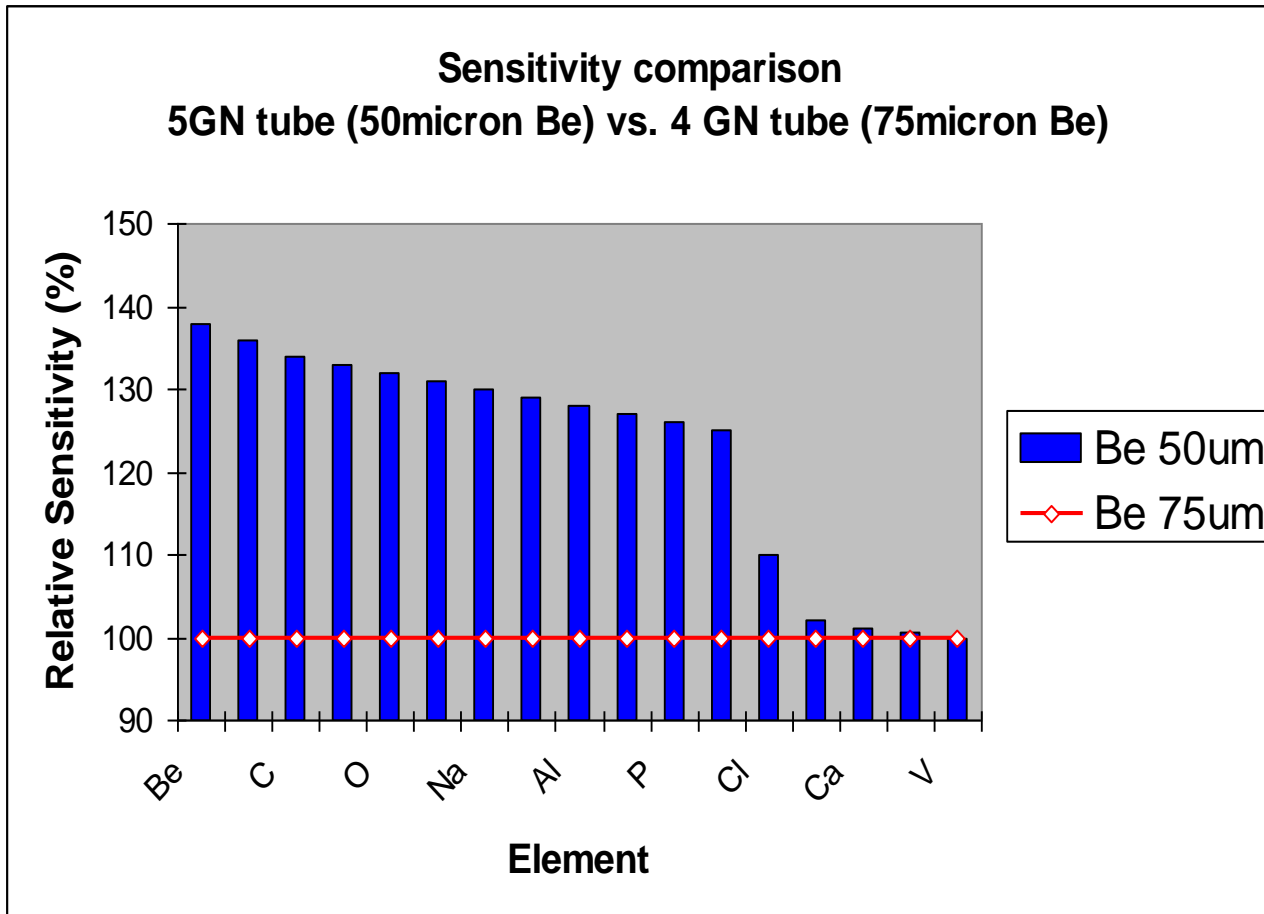
Pumping stage with holes for dust/liquid collection



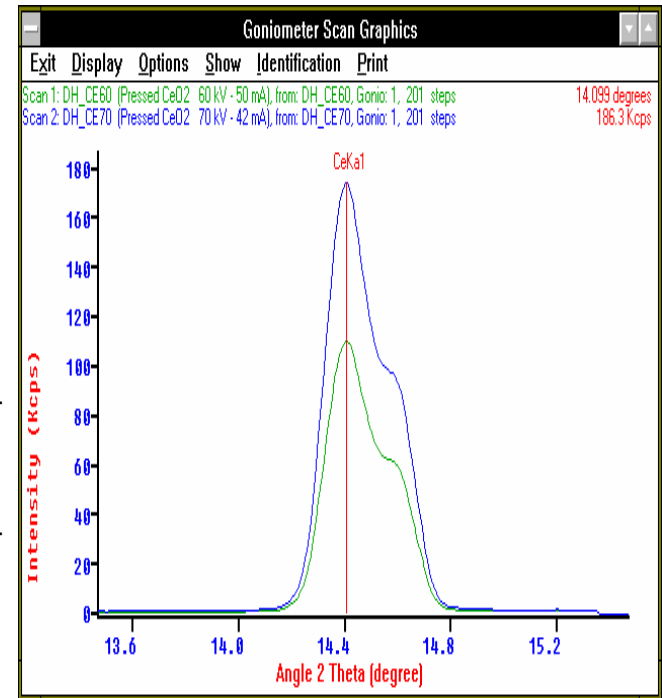
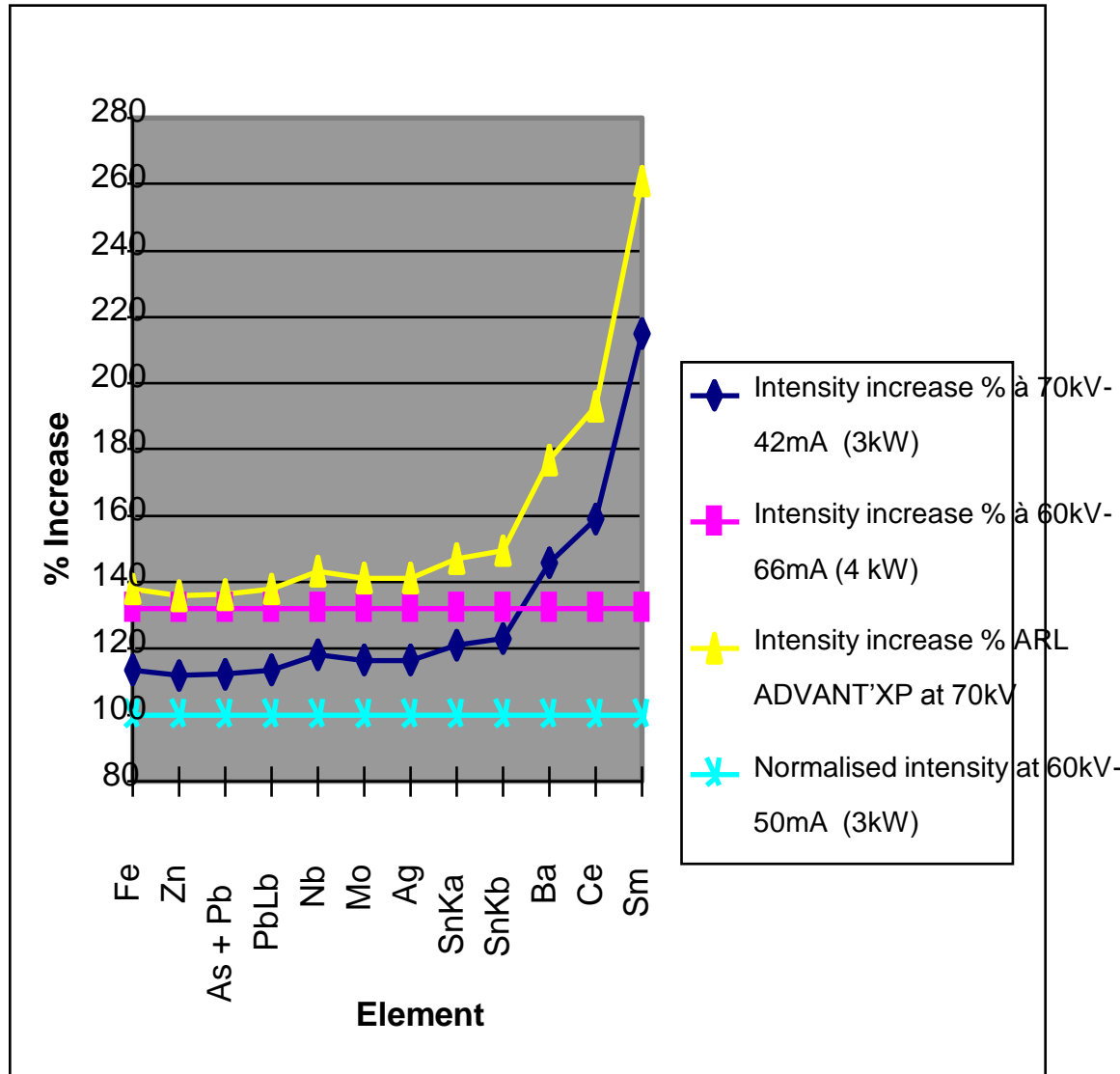
独一无二的X射线管防护罩设计

- 可选的X射线管防护罩
- 位于X射线管头部
- 15微米厚度的Be金属制成
 - 50微米 Be 窗的X射线管 + 15微米 Be 金属防护罩 = 65微米
 - 依然小于第四代光管的75微米Be窗

兼顾轻元素和重元素灵敏度的最佳选择



兼顾轻元素和重元素灵敏度的最佳选择

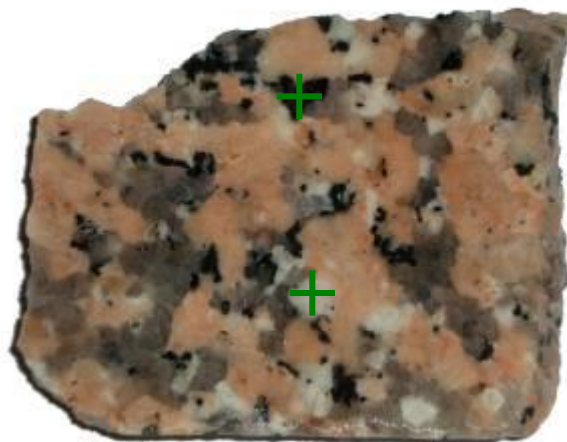


用60 kV 和 70 kV 扫描重金属线 (Ce Ka) 比较

特色的微区分析功能

微区分析

- 能够获取所分析样品表面的元素分布的全部信息
- 真正的点分析
- 通过CCD摄像机选择的点聚焦分析直径最小为 1.5mm or 0.5 mm
- 独一无二的实现微区全定量分析——需配备UniQuant软件
- 可对整个样品表面进行Mapping分析。



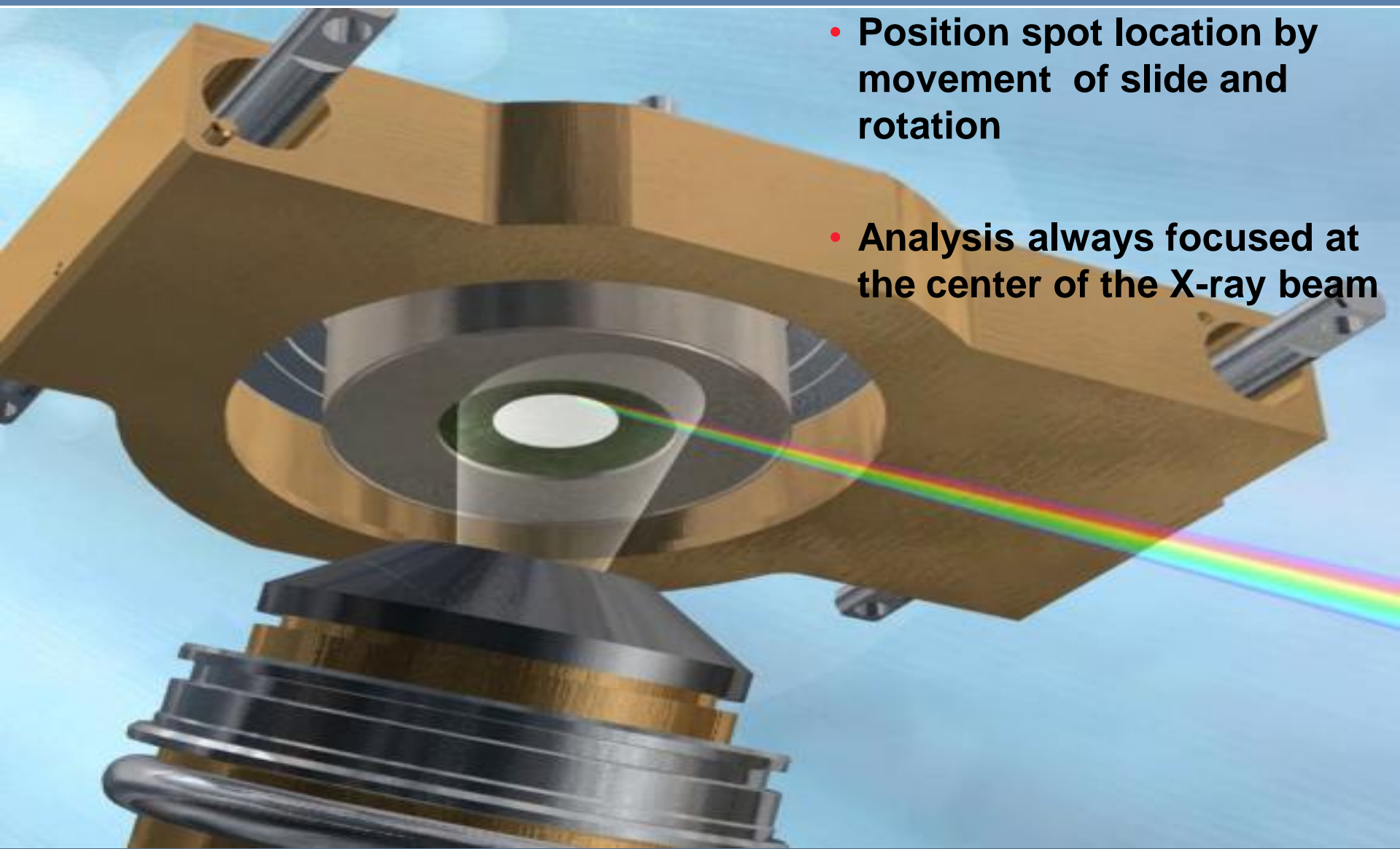
Focused analysis on any visible grain of this Granite will allow a specific elemental determination

使用微区分析及Mapping做什么？

- 不均匀样品的分析
- 分凝及偏析问题
- 污染物、夹杂物分析



光柱位置



- Position spot location by movement of slide and rotation
- Analysis always focused at the center of the X-ray beam

黄金单质?

Mapping Parameters

Name	Result File	Descript
Pyrit	C:\Thermo\OXSAS_DATA\Mapping\Pyrit.xml	
rail arcelor	C:\Thermo\OXSAS_DATA\Mapping\rail arcelor.xml	
Ru del 28-8-2011	C:\Thermo\OXSAS_DATA\Mapping\Ru del 28-8-2011_-2.xml	
Sandstone	C:\Thermo\OXSAS_DATA\Mapping\Sandstone.xml	
Stone	C:\Thermo\OXSAS_DATA\Mapping\Stone.xml	
test	C:\Thermo\OXSAS_DATA\Mapping\test\Fer Centre.xml	
Test-Kju	C:\Thermo\OXSAS_DATA\Mapping\H3803-Drilling.xml	
test (1)	C:\Thermo\OXSAS_DATA\Mapping\test.xml	
ti n3 viam	C:\Thermo\OXSAS_DATA\Mapping\ti n3 viam.xml	
TiO2-Ti	C:\Thermo\OXSAS_DATA\Mapping\TiO2-Ti1.xml	
Walsin Kju	C:\Thermo\OXSAS_DATA\Mapping\Walsin Kju.xml	
Xing	C:\Thermo\OXSAS_DATA\Mapping\Xing.xml	

Parameters

Task	ARL
Line/Method Mode	Method
Method	Pyrit
Aperture	30
Sample Position	105
ROI Type	Rectangle
Mapping Type	Continuous
Inc [mm]	0.20
Counting Time	2.00

Sample ID


Sample Name	Prompt	Value
Sample N°		Pyrit New

Available Lines

Line Category: ALL Elliptical Mask: []

Estimated Time: 26 mn 15 s

Save Start Analysis View Sample OK Cancel



砂岩中的黄铁矿—

UniQuant-Spot analysis at 0.5mm

Pyrite UQ Point 1

El/Ox	m/m%
SiO2	87.7
S	6.5
Fe	5.9

Calc. Diam.: 0.40 mm

Pyrite UQ Point 2

El/Ox	m/m%
SiO2	83.0
S	8.6
Fe	8.5

Calc. Diam.: 0.41 mm

Pyrite UQ Point 3

El/Ox	m/m%
SiO2	99.9
S	
Fe	0.1

Calc. Diam.: 0.36 mm

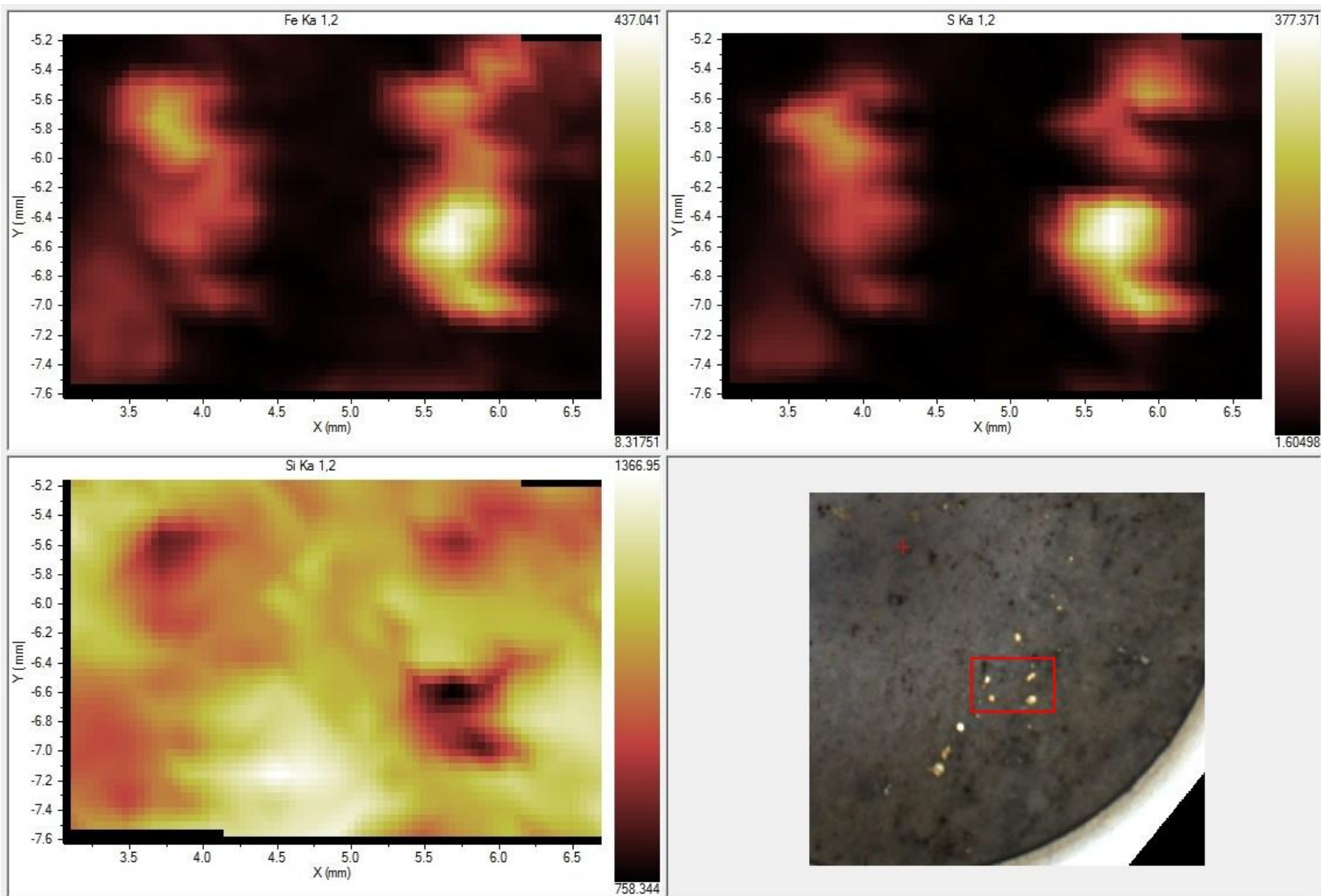
Pyrite UQ Point 4

El/Ox	m/m%
SiO2	100.0
S	
Fe	

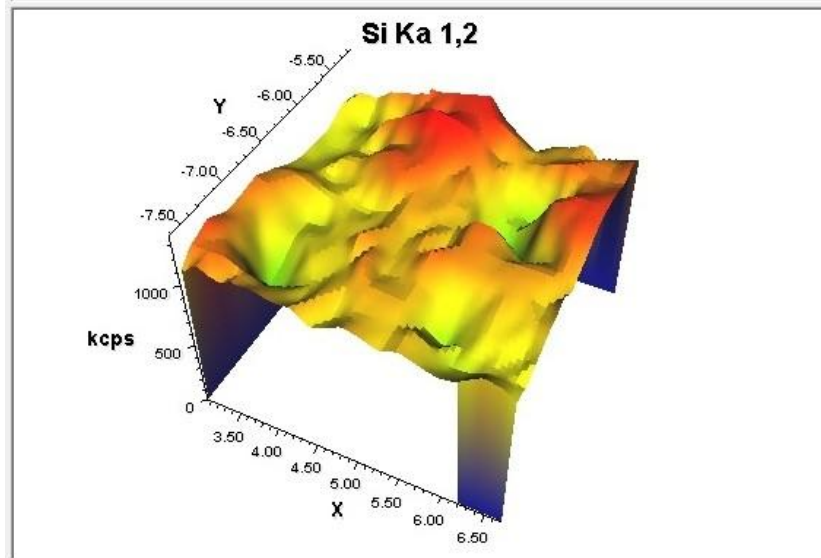
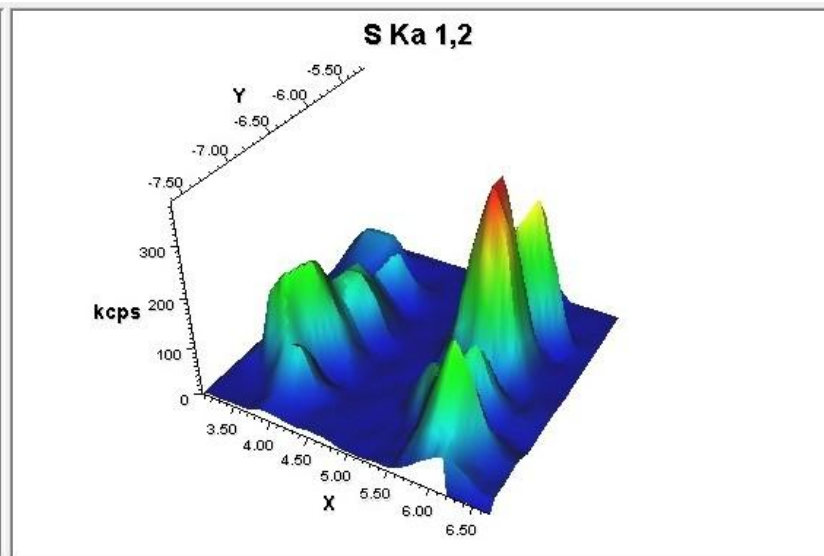
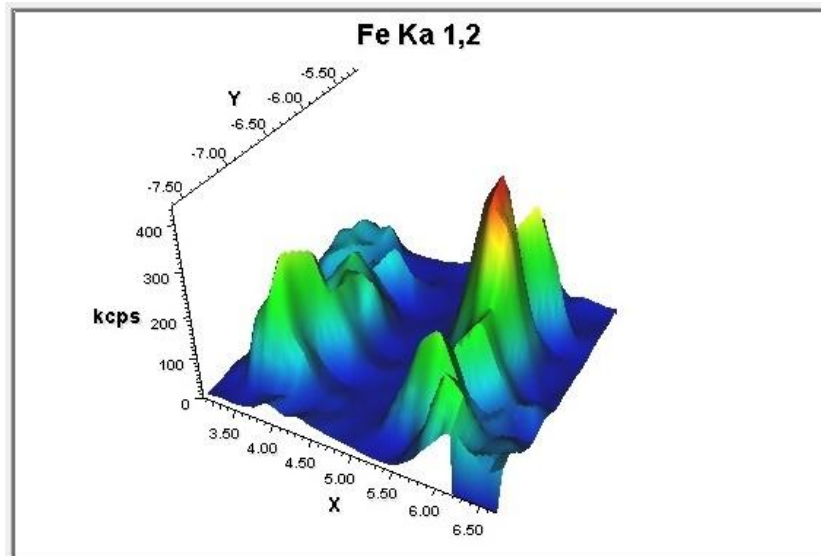
Calc. Diam.: 0.36 mm



元素mapping



黄铁矿的3D 视图

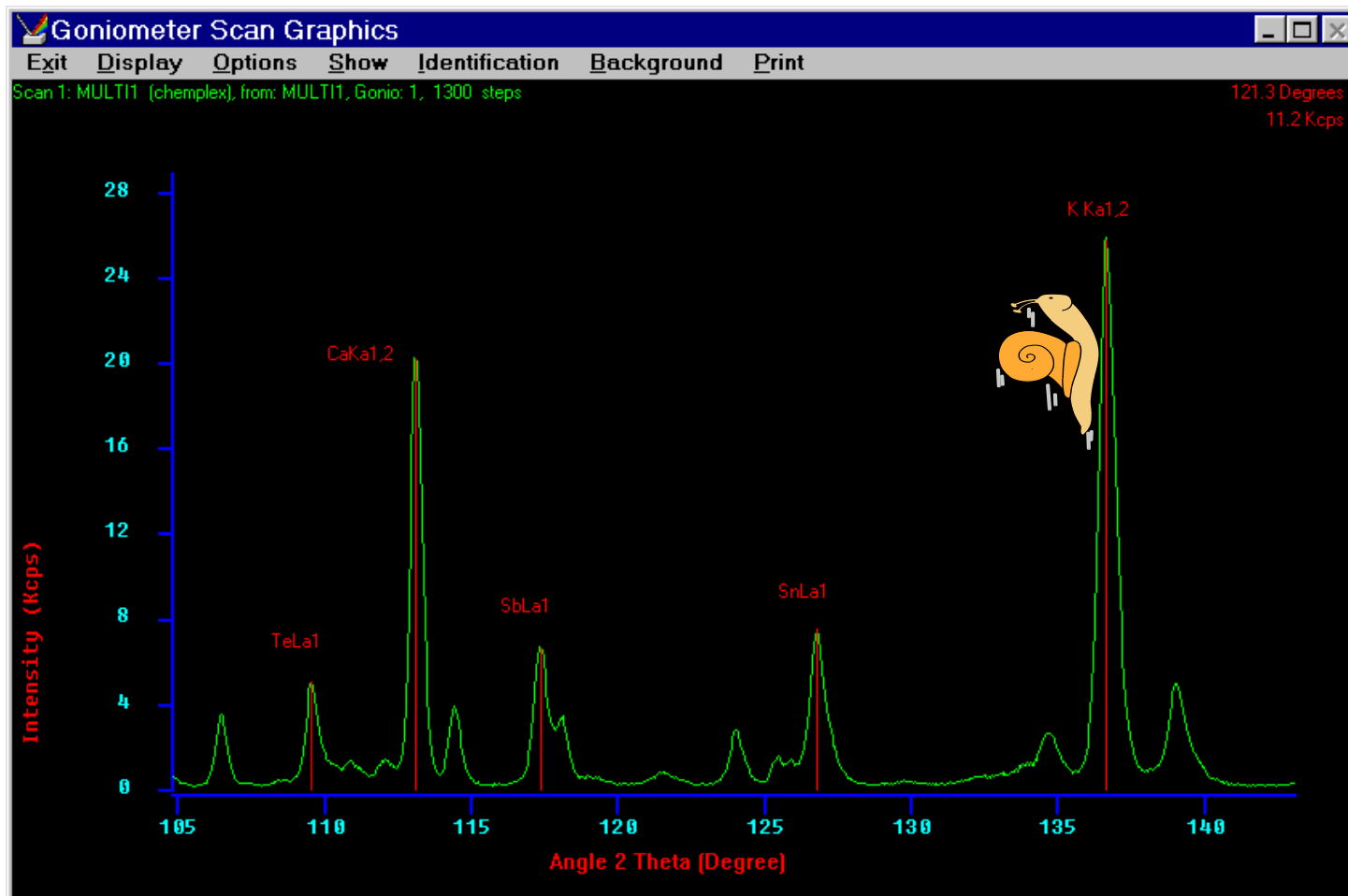


全元素定性定量分析——UniQuant V5

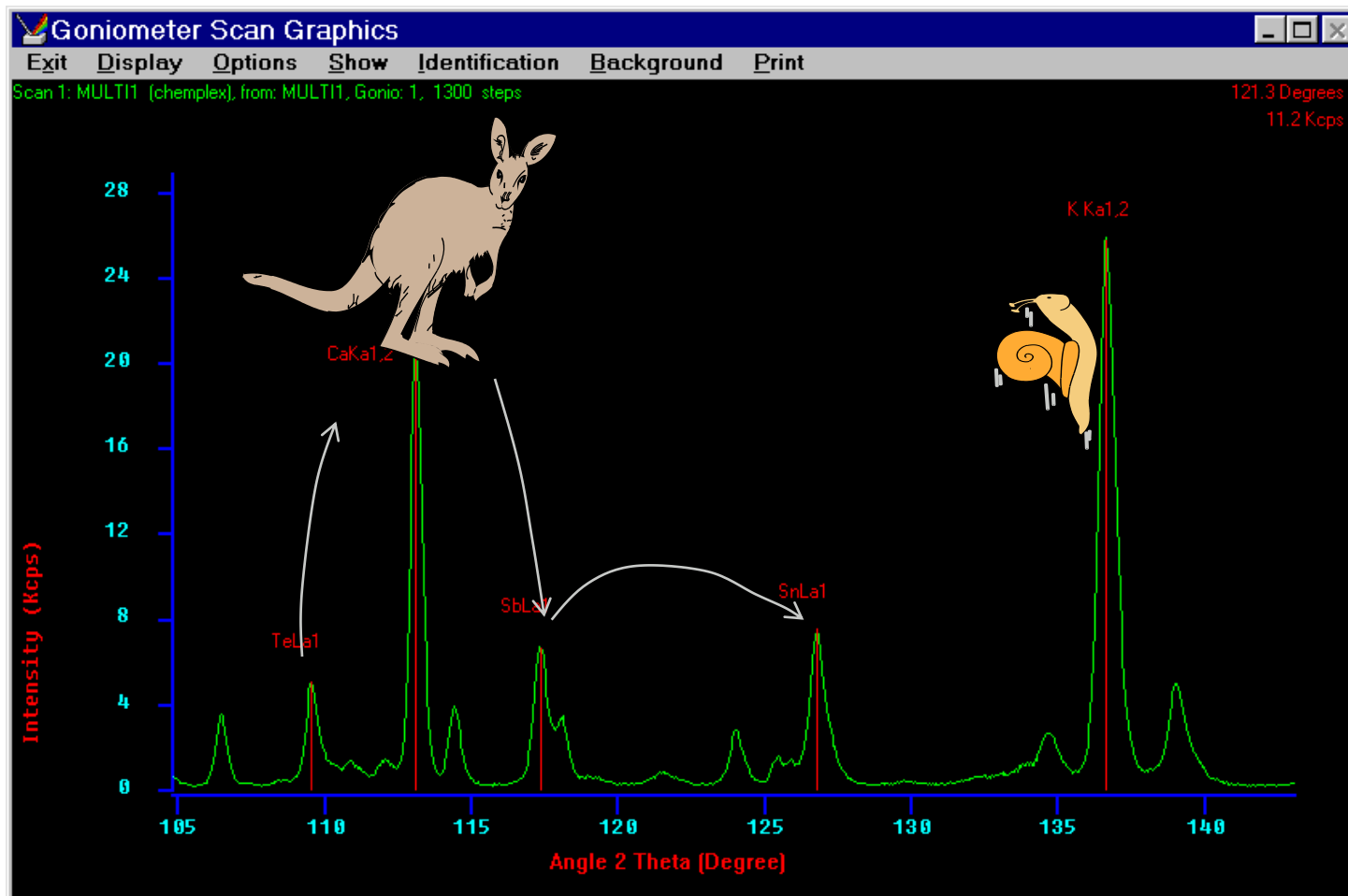
- XRF 提供了独一无二的全元素扫描分析功能
- 没有标准曲线情况下，元素定量依然可能
- 无标样分析!
 - 基于扫描模式的QuantAS™半定量分析软件
 - 基于峰跳跃模式的UniQuant®真正无标样定量分析软件

QuantAS™ – 基于扫描模式的无标样软件

- 通常用于未知样品的无标样半定量分析扫描
- 完全扫描从F到U 70个元素的时间最快仅需要3分钟



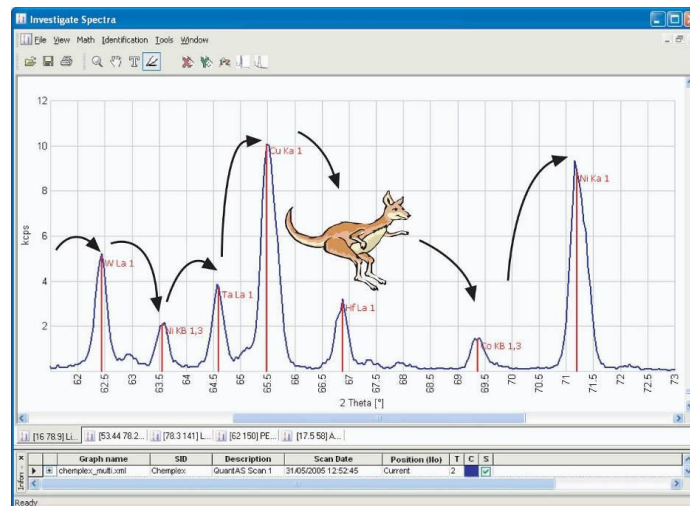
UniQuant® - 最优异的无标样分析软件



UniQuant® - 最优异的无标样分析软件

- 基于峰跳跃的模式
- 通常完成F到U的分析时间为16到18分钟。
- 如果必要的话，每条谱线的测量时间可以单独设置从0.1到600秒
- 唯一提供半开放的平台，允许用户定义自己的参数及建立特殊基体的专有Kappa系数。
- 多达7种背景位置校正模式
- 测量了64个“纯”物质的强度等，并建立基于仪器灵敏度的数据库
- 建立了超过1500条谱线重叠的校正系数。

.....



UniQuant® - 最优异的无标样分析软件

C:\UQ5\USER\ARL\JOB\JOB.932 2011-04-14

Sample ident = GSD8

Remark = CAL.032

ARL ADXP Rh 60kV LiF 200 LiF220 PET Ax03 Method : UQ_ZhangX

C:\UQ5\USER\ARL\Appl\GEO.kap 2011-04-15

Calculated as : Oxides Matrix (Shape & ImpFc) : 2|SiO2

X-ray path = Vacuum Film type = No supporting film

Case number = 0 All known

Eff.Diam. = 25.0 mm Eff.Area = 490.6 mm2

KnownConc = 2.64 % CO2

Rest = 0 % Viewed Mass = 1530.612 mg

Dil/Sample = 0 Sample Height = 3.12 mm

Specified	Compound	m/m%	StdErr%		El	m/m%	StdErr%
82.88	SiO2	82.97000	0.42000		Si	38.79000	0.20000
7.69	Al2O3	7.69000	0.30000		Al	4.07000	0.16000
2.83	K2O	2.80000	0.04000		K	2.33000	0.04000
1.59	Fe2O3	2.11000	0.05000		Fe	1.48000	0.03000
0.606	TiO2	0.57800	0.01100		Ti	0.34700	0.00700
0.469	Na2O	0.52900	0.05900		Na	0.39200	0.04300
0.250	MgO	0.24200	0.02200		Mg	0.14600	0.01300
0.240	CaO	0.19200	0.01300		Ca	0.13800	0.00900
0.0662	ZrO2	0.06500	0.00320		Zr	0.04810	0.00240
0.0535	BaO	0.05440	0.00270		Ba	0.04870	0.00240
0.0432	MnO	0.03780	0.00090		Mn	0.02930	0.00070
0.0320	P2O5	0.02920	0.00180		Px	0.01270	0.00080
0.0143	Rb2O	0.01420	0.00070		Rb	0.01300	0.00060
0.0060	SrO	0.00560	0.00030		Sr	0.00470	0.00020
0.0035	La2O3	0.00540	0.00150		La	0.00460	0.00130
0.0049	Nb2O5	0.00540	0.00050		Nb	0.00380	0.00030
0.0054	ZnO	0.00520	0.00040		Zn	0.00420	0.00030
0.0046	V2O5	0.00420	0.00060		V	0.00240	0.00040
0.0011	SnO2	0.00410	0.00180		Sn	0.00320	0.00140
0.0023	PbO	0.00250	0.00060		Pb	0.00230	0.00050
0.0023	Y2O3	0.00200	0.00050		Y	0.00160	0.00040
0.0015	Ga2O3	0.00110	0.00030		Ga	0.00082	0.00021

KnownConc=2.64 CO2 REST= 0 D/S= 0

Sum Conc's before normalisation to 100% : 103.7 %

Total % stripped Oxygen: 49.490

Not significant:

0.00005

0.00024|

Se

0.00004

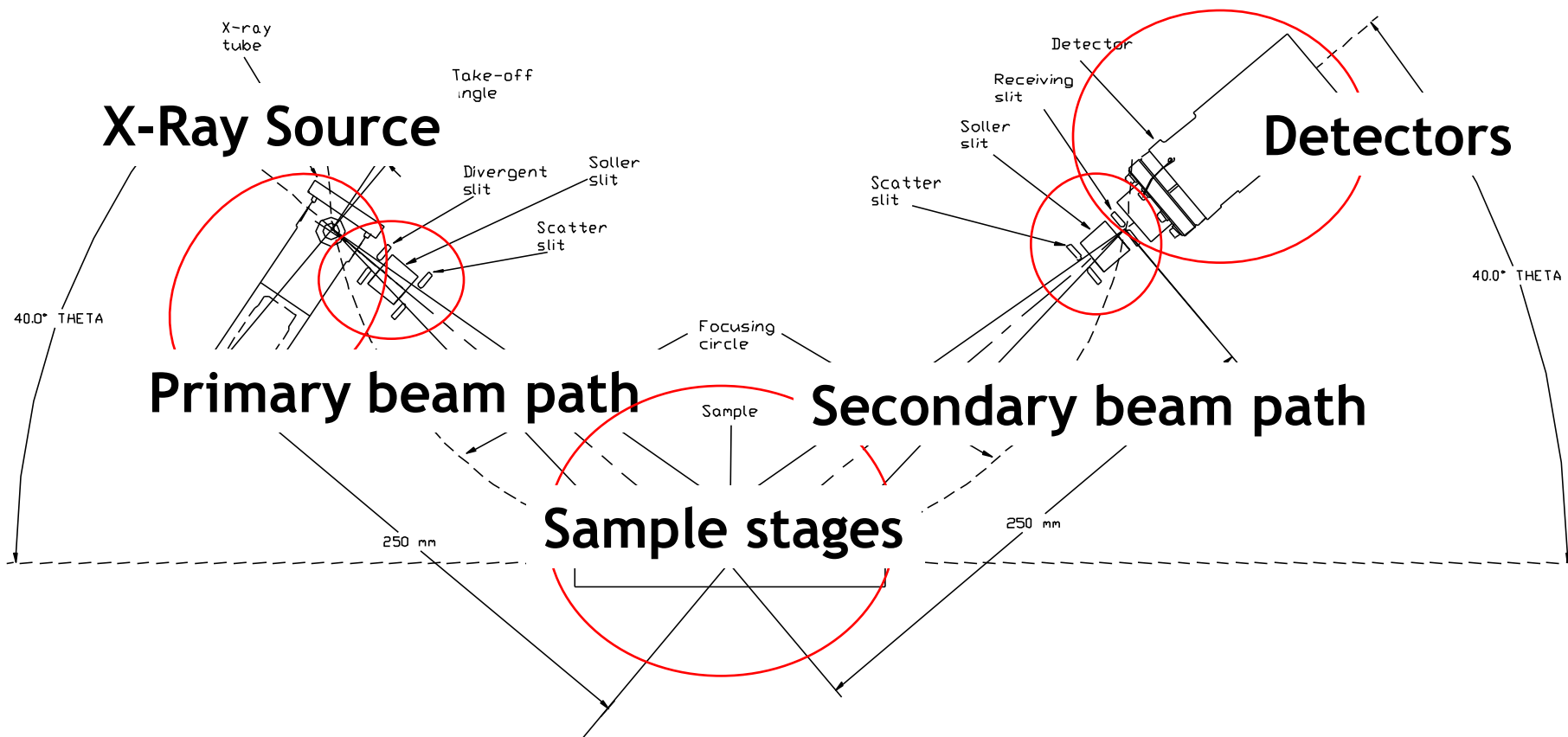


颠覆性的XRD技术解析

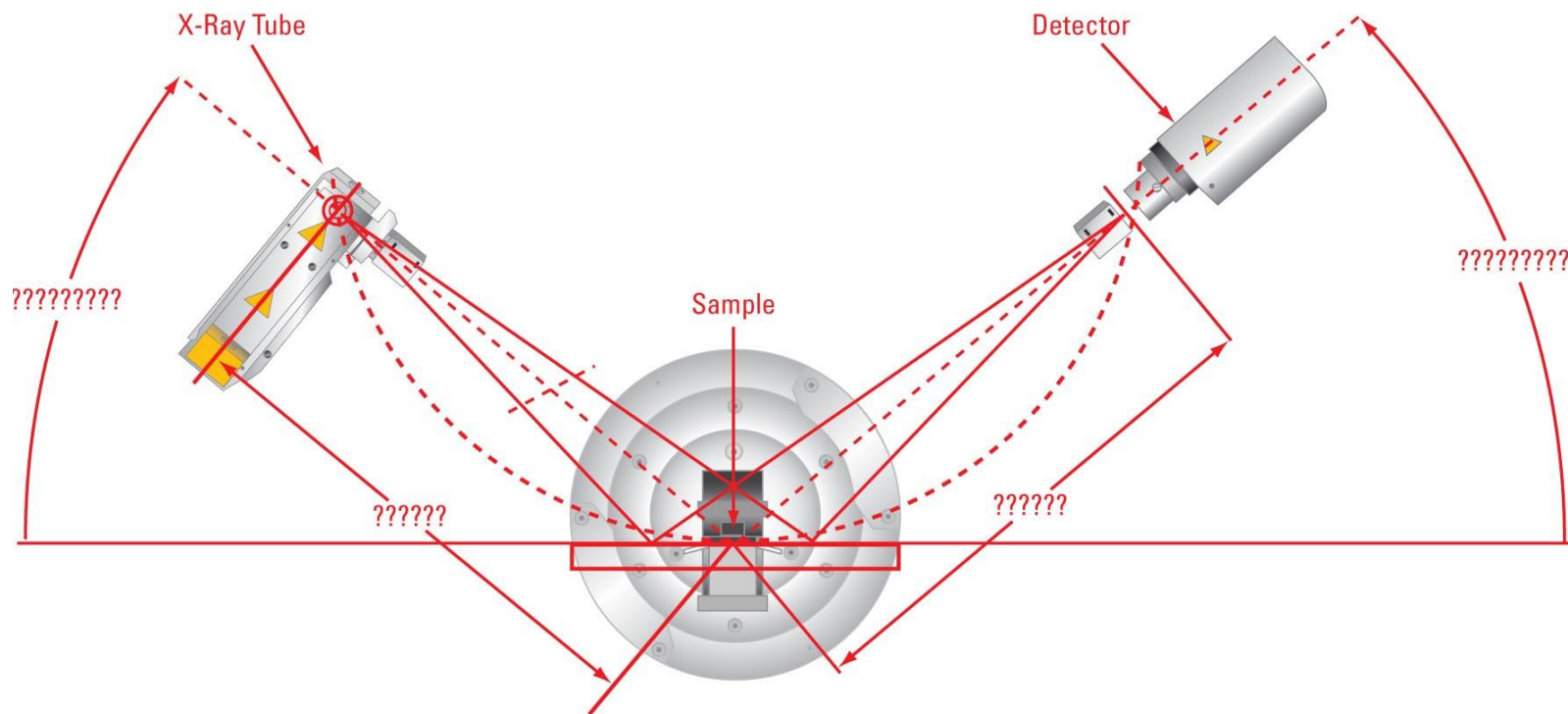


$\theta:\theta$ 测角仪, Bragg-Brentano geometry

Bragg Brentano THETA:THETA Setup



$\theta:\theta$ 测角仪, Bragg-Brentano geometry



XRD仪器的探测器

点探测器

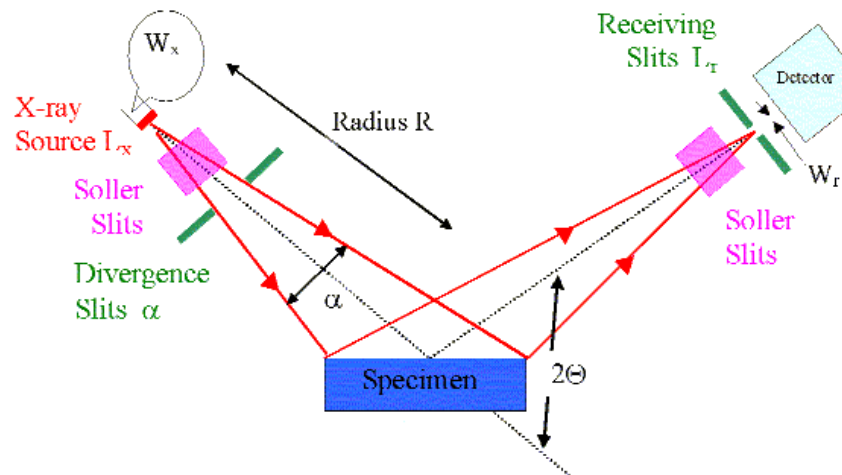
- 流光探测器
- NaI闪烁计数器
- Solid-state Si(Li)

面探测器

- 高能探测器
- 阵列探测器

线探测器

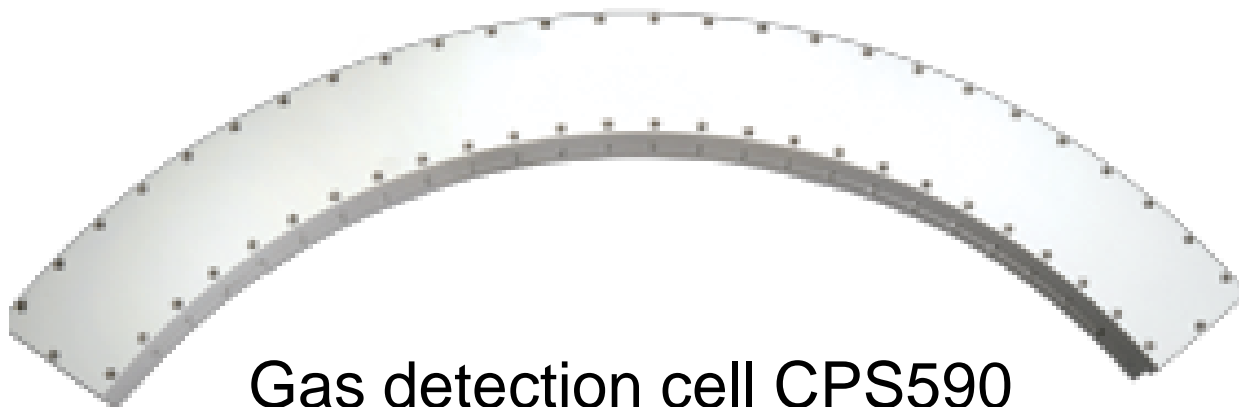
- PSD位敏探测器



弧形位敏线探测器——真正实时测量

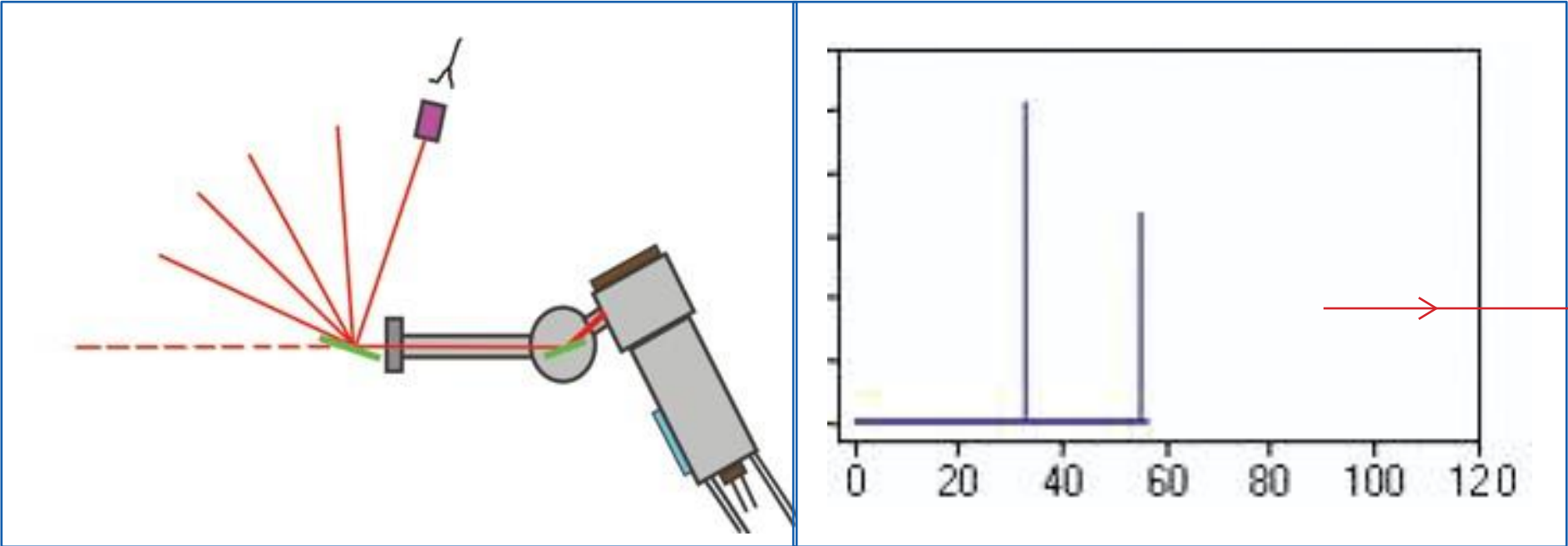


Gas detection cell CPS120
Radius of curvature: 250 mm

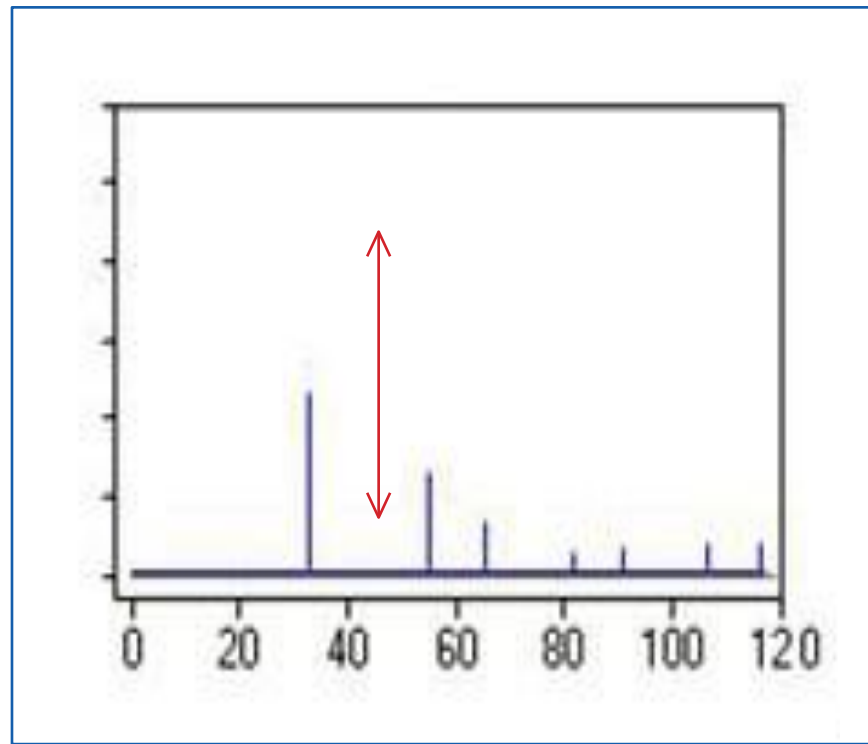
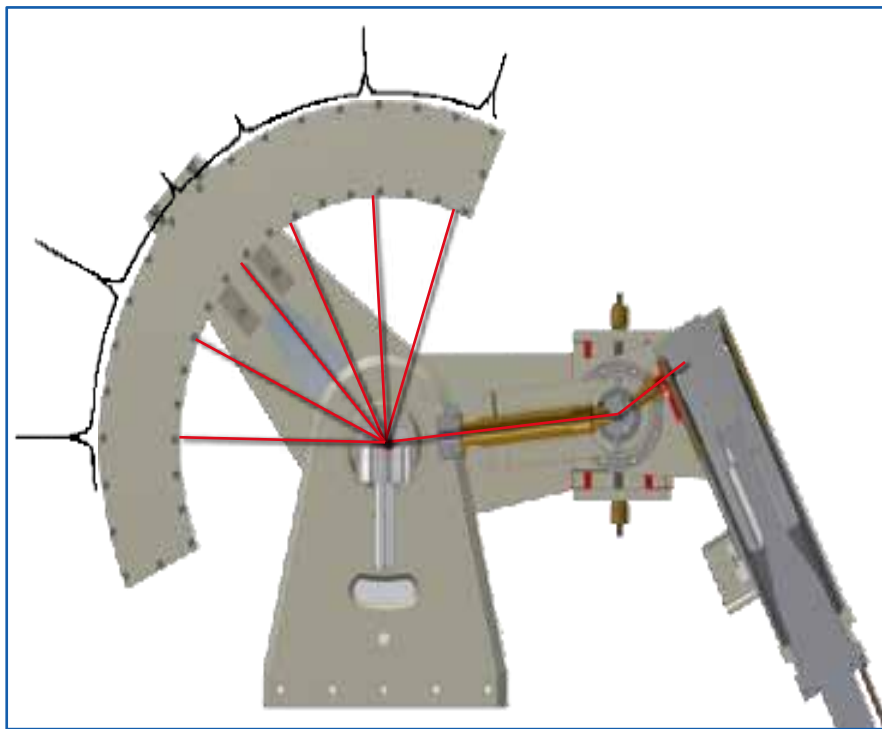


Gas detection cell CPS590
Radius of curvature: 500mm

常规XRD检测

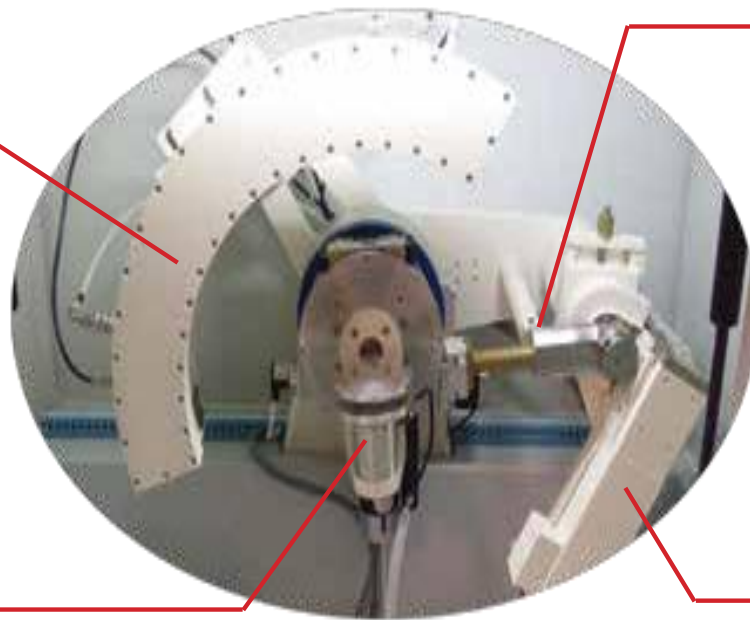


Inel弧形位敏探测器检测



Detection System

Optics



Sample environment

Tubeshield

- 透射
- 反射
- 薄膜
- 高低温

- 拉曼探针
- 单晶
- 应力
- 织构

- 小角散射
- 广角散射
- 粉末、固体、溶液
- 毛细管、环境、压力附件
- 微区衍射