

SmartLab SE

Difratômetro de raios X multifuncional automatizado

Análise de difração de raios X (DRX) com software avançado de sistema especialista de orientação.



Rigaku
POWERING NEW PERSPECTIVES

Sistema de difração de raios X multifuncional altamente versátil com guia inteligente integrado.



Difratômetro de raios X moderno

Espera-se que os difratômetros de raios X modernos suportem múltiplas aplicações, como difração de pó, espalhamento de raios X em pequenos ângulos, análise de tensões residuais e mapeamento, entre outras. No entanto, com o aumento da complexidade e sofisticação que acompanha um instrumento multifuncional, surge o risco de diminuição da usabilidade. Como ter certeza de que você ou seu colega pesquisador estão selecionando a melhor óptica para cada aplicação? Ao alternar entre configurações complexas, como garantir que o instrumento permaneça alinhado e que os dados medidos sejam da mais alta qualidade?

O SmartLab SE responde a essas perguntas de três maneiras. Primeiro, o instrumento reconhece os componentes ópticos específicos que estão montados no difratômetro e verifica a configuração em relação ao tipo de medição selecionado. Se a configuração atual não for a mais adequada para a medição pretendida, o software sugere como você deve alterar a configuração do hardware para o tipo de aplicação selecionado.

Em segundo lugar, após a adição dos componentes de hardware adequados ao instrumento, este realiza um alinhamento automático — uma funcionalidade exclusiva da Rigaku e a única forma de ter certeza de que seu instrumento está pronto para coletar os dados de alta qualidade que sua pesquisa exige.

Em terceiro lugar, o novo software SmartLab Studio II oferece um conjunto integrado e modular de ferramentas de difração de raios X para o inovador sistema SmartLab SE. Abrangendo todo o espectro de operações necessárias para a análise de difração de raios X, incluindo medição, análise, visualização de dados e geração de relatórios, o software SmartLab Studio II foi projetado desde o início com foco na facilidade de uso. O inovador sistema especialista Guidance garante que até mesmo usuários iniciantes consigam dominar rapidamente medições avançadas.

Orientar todo o fluxo, da medição à análise.

O Guidance é um sistema especialista integrado ao SmartLab Studio II que sugere a configuração e os ajustes de hardware ideais para medições de aplicações específicas. O software determina quais componentes ópticos são mais adequados para uma determinada aplicação, define as configurações do instrumento e executa a medição, oferecendo uma sequência de medição totalmente automatizada. Como o SmartLab possui reconhecimento de componentes integrado, o Guidance não apenas indica como configurar o SmartLab para uma determinada medição, como também alerta caso a configuração esteja incorreta. A consultoria especializada, aliada à confirmação da configuração correta pelo hardware, é a base do sistema SmartLab.

Suporte a uma variedade de aplicações

Uma variedade de lentes e acessórios está disponível para atender às necessidades de medição e formatos de amostra dos usuários.

Troca fácil e rápida entre geometrias

A integração da unidade óptica CBO (Cross Beam Optics) com alinhamentos ópticos e de amostra totalmente automatizados permite uma troca de geometrias simples e rápida.

Diversos vínculos

A troca automática de amostras, a centrifugação e orientação das amostras, o controle de temperatura ou umidade, etc., podem ser obtidos utilizando a ampla seleção de acessórios da Rigaku.

Detectores de última geração para medições 2D e de alta velocidade.

A SmartLab SE oferece dois detectores de última geração: o detector de raios X de tiras de silício 1D de alta velocidade D/teX Ultra 250, como modelo básico, e o detector de matriz de pixels híbridos semicondutores 2D HyPix-400, como modelo avançado. O HyPix-400 funciona não apenas no modo 2D, mas também no modo 0D/1D, o que amplia a gama de aplicações disponíveis.



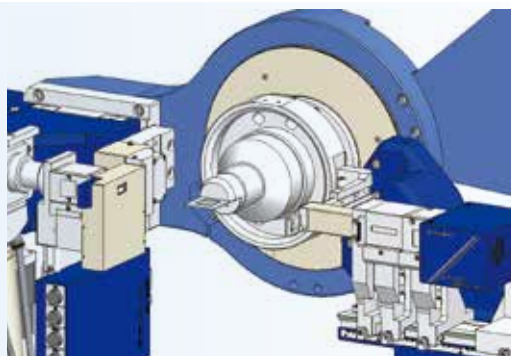
Das medições de pó às medições 2D

Dependendo das necessidades dos usuários, as configurações do sistema também podem ser selecionadas, desde um modelo básico para medições de pó até um modelo de ponta que suporta microáreas *in situ* medições por raios X.

Configuração óptica padrão

Óptica de focalização Bragg-Brentano

- Medidas de pó
- Análise qualitativa
- Tamanho do cristalito
- Cristalinidade



Para medições SAXS ou de pó

Tecnologia óptica de feixe cruzado (CBO)

Óptica com unidade CBO

Método de focalização \Leftrightarrow Método do feixe paralelo (CBO)

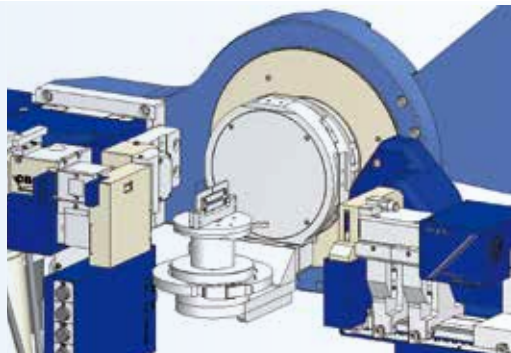
- Medição SAXS
- Medição de película fina

Método de focalização \Leftrightarrow Método do feixe convergente (CBO-E)

- Medição de transmissão de pó

Método de focalização \Leftrightarrow Método do feixe divergente (CBO- α)

- Medição de pó com alta relação pico-fundo



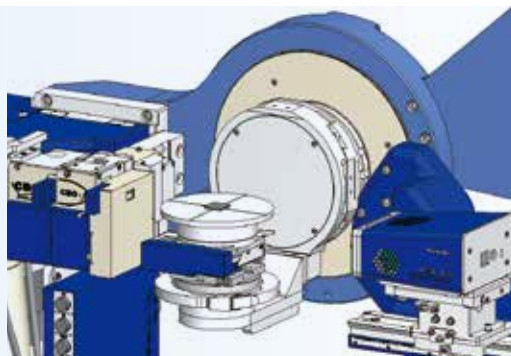
Para microáreas ou *in situ* medições

detector bidimensional

Óptica com HyPix-400

Óptica com HyPix-400 para medições 2D

- Medição de microáreas
- *In situ* medição
- Medição de orientação



Características de SmartLab SE

Detectores de última geração para medições de alta velocidade

Detector de raios X 1D ultrarrápido e de alta resolução D/teX Ultra250 (0/1D)

O detector unidimensional D/teX Ultra250 suporta medições de focalização Bragg-Brentano de alta velocidade e é capaz de adquirir perfis de difração de pó de grande angularidade em apenas alguns minutos. Sua alta resolução energética, característica distintiva dos detectores semicondutores, ajuda a reduzir o ruído de fundo das medições. O D/teX Ultra250 funciona como um detector 1D para detectar até mesmo componentes em concentrações mínimas devido ao efeito da intensidade integrada, e também funciona como um detector 0D, semelhante a um contador de cintilação, bastando alternar os modos no software.

Detector multidimensional de matriz de pixels híbrida HyPix-400 (0D /1D/2D)

O detector 2D de matriz de pixels híbrida HyPix-400 também pode ser usado com o SmartLab SE. Além do modo 0/1D suportado pelo D/teX Ultra250, o HyPix-400 funciona como um detector 2D, que adquire padrões de difração 2D para avaliar a orientação cristalina e o mapeamento do espaço recíproco de amplo alcance em um curto período de tempo.



D/teX Ultra250



HyPix-400

Óptica de feixe cruzado: CBO (Patente)

O CBO é uma unidade de seleção óptica que permite alternar entre duas geometrias simplesmente trocando as fendas. No SmartLab SE, três tipos de unidades CBO podem ser selecionados de acordo com as necessidades do usuário: Bragg-Brentano com foco/feixe paralelo, Bragg-Brentano com foco/feixe convergente e Bragg-Brentano com foco/feixe divergente.

Método de focalização de Bragg-Brentano:

Este método é utilizado para medições gerais de difração de raios X em pó.

Método de feixes paralelos (CBO):

O feixe é paralelizado por um espelho parabólico multicamadas. Este método é utilizado para SAXS, filmes finos, medições de amostras com superfície rugosa, etc.

Método do feixe convergente (CBO-E):

Um espelho multicamadas elíptico converge o feixe na superfície de detecção, fornecendo dados com alta resolução angular em geometria de transmissão.

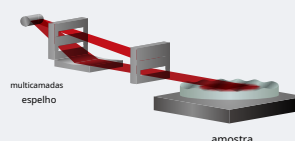
Método do feixe divergente (CBO-α):

O feixe é monocromatizado para raios K α com um espelho plano multicamadas, o que proporciona uma relação P/B mais alta em um nível de intensidade equivalente em comparação com o método de focalização Bragg-Brentano.

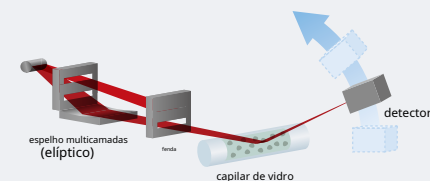
Método de focalização de Bragg-Brentano



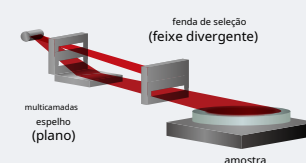
Método das vigas paralelas



Método do feixe convergente



Método do feixe divergente



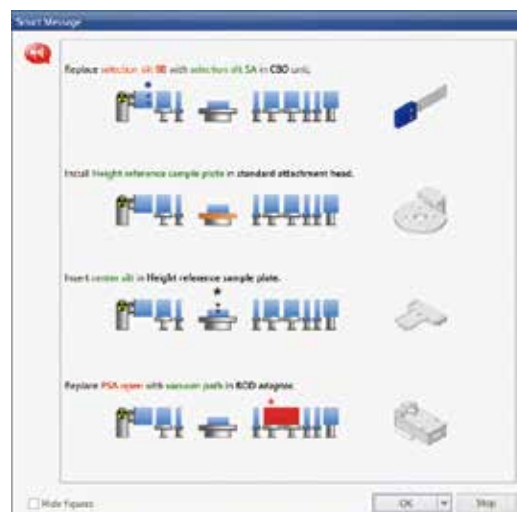
Conjunto de ferramentas de medição e análise SmartLab Studio II

O SmartLab Studio II é um pacote de software com uma interface gráfica amigável que integra todos os alinhamentos ópticos, medições e análises. Os usuários podem escolher os módulos desejados dentre vários plugins, como “Medição”, “Análise de difração de raios X em pó”, “Análise de figura de polo e ODF” e “Análise de tensão”, e operá-los em uma única plataforma com um ambiente de análise e operabilidade aprimorados.

Função de sensoriamento e orientação óptica

Utilizando uma função de detecção automática para configuração óptica, o guia original da Rigaku instrui os usuários a alterar geometrias ou componentes ópticos com ilustrações, permitindo que eles realizem ajustes ópticos de maneira simples.

Além disso, as configurações recomendadas de óptica, alinhamento da amostra e sequências de medição estão predefinidas no software para ajudar os inexperientes a iniciar a medição de difração de raios X sem dificuldades.

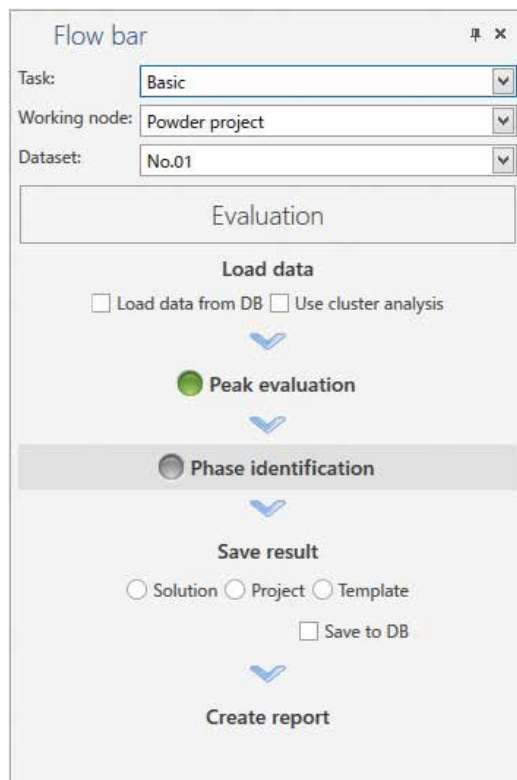


Navegação em barra de fluxo

O SmartLab Studio II contém uma barra de fluxo para guiar os usuários pelas etapas necessárias, desde o carregamento dos dados de medição até a análise e o salvamento desses dados, permitindo que os usuários prossigam com suas análises com uma boa compreensão de cada etapa.

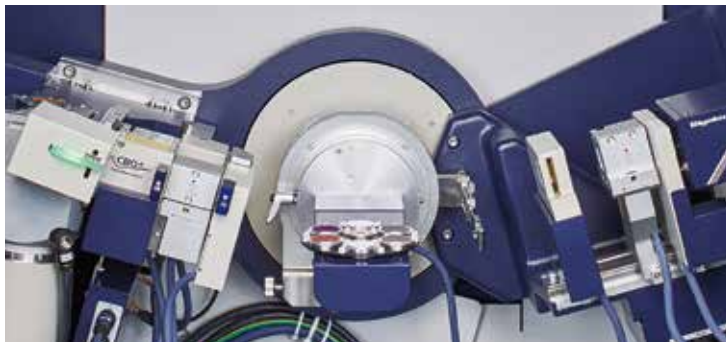
Gestão integrada de informações

O SmartLab Studio II utiliza um banco de dados SQL para gerenciar e compartilhar informações de materiais, dados de medição e resultados de análises em uma única rede. O banco de dados SQL possui excelentes funções de busca e backup, facilitando o gerenciamento mesmo com grandes volumes de dados.



SmartLab SE configurações ópticas para diversas aplicações

Medição de difração de pó em modo de reflexão/transmissão



configuração óptica do modo de reflexão

- Método de focalização de Bragg-Brentano
- Método das vigas paralelas
- Método do feixe divergente

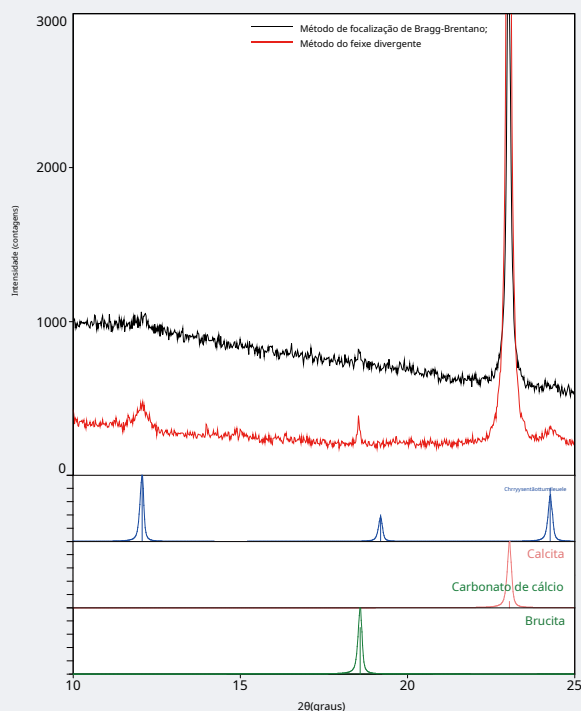
Os usuários podem alternar facilmente entre a geometria do modo de reflexão, geralmente utilizado, e o modo de transmissão, de acordo com seus objetivos de medição. O método de transmissão fornece dados de alta intensidade e alta resolução utilizando um feixe convergente.



Configuração óptica em modo de transmissão

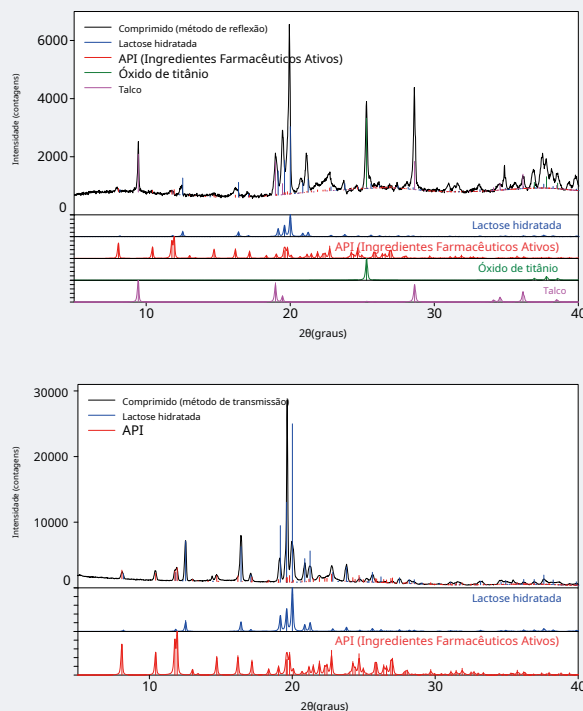
- Método do feixe convergente
- Método das vigas paralelas

(A imagem acima mostra a geometria de transmissão vertical.)



0,1% em massa de amianto (crisotila) em carbonato de cálcio

Um feixe divergente monocromatizado por um espelho plano multicamadas permite a aquisição de um padrão de difração de raios X com maior relação pico/ruído (P/B) em comparação com o método convencional de focalização de Bragg-Brentano. Raios X difratados de concentrações muito baixas de amianto podem ser detectados.



Medição de difração de raios X de um comprimido farmacêutico pelos métodos de reflexão e transmissão.

Os comprimidos farmacêuticos são revestidos com excipientes ou corantes para reduzir o sabor amargo dos ingredientes do medicamento, facilitando a ingestão. Informações sobre a superfície do comprimido podem ser obtidas pelo método de reflexão, e informações sobre o interior do comprimido podem ser obtidas pelo método de transmissão.

Medição de difração em microáreas



Essa configuração utiliza a unidade óptica original CBO-f da Rigaku, que converge o feixe de raios X na superfície da amostra e, assim, elimina a necessidade de alterar o foco do tubo de raios X de linear para pontual.

Além disso, o D/teX Ultra250 ou o HyPix-400 conseguem detectar até mesmo um feixe de difração fraco proveniente de uma microárea em um curto período de tempo.

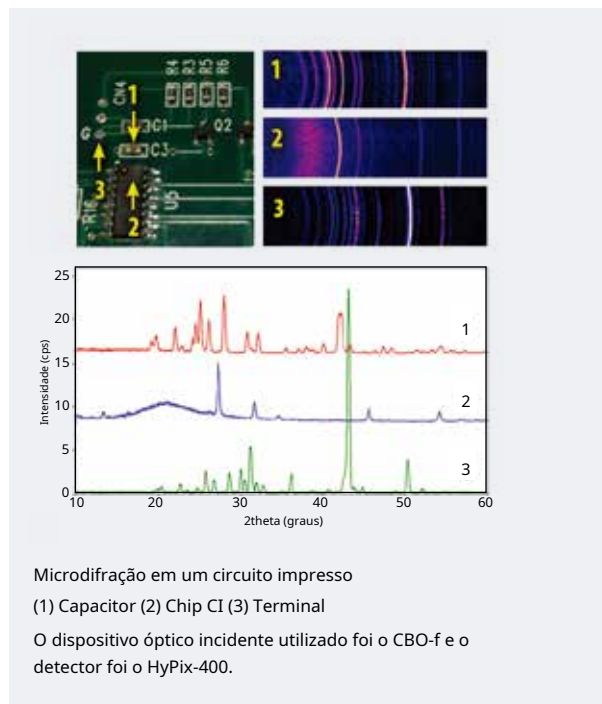
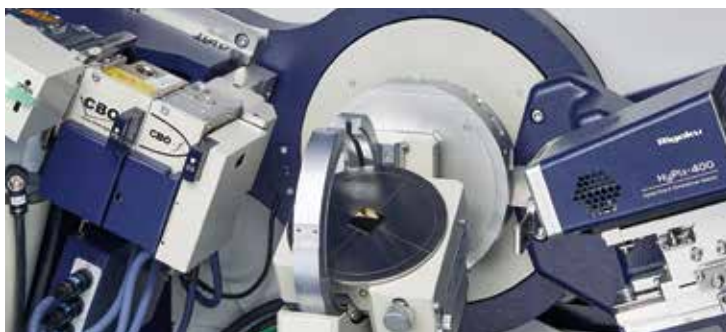
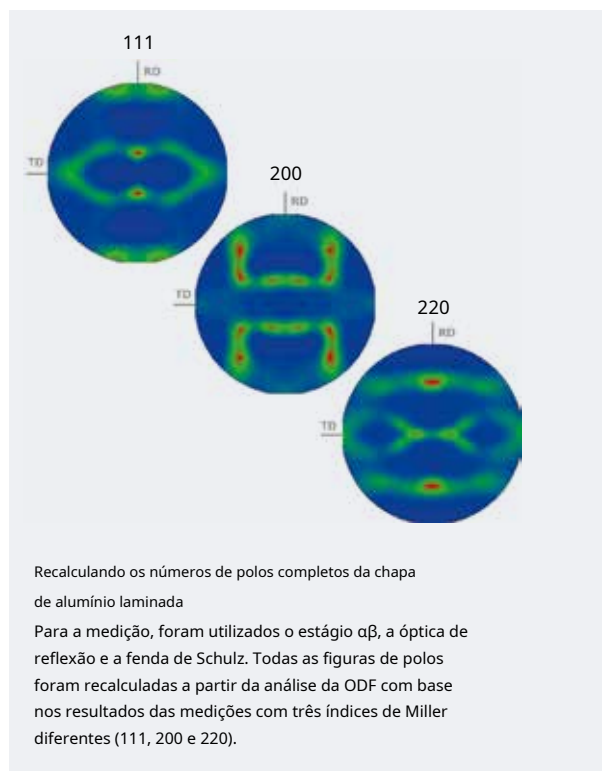


Figura de polos / medição de tensão residual



Em medições de figuras de polos com uma fonte linear, o uso da fenda de Schulz reduz a atenuação da intensidade causada pela extensão do campo de radiação de raios X, o que produz um efeito equivalente ao uso de uma fonte pontual.

O plugin "Análise de figura de polo e ODF" permite realizar análises de orientação cristalina e criar uma figura de polo completa por meio de recálculo. O analisador de fenda paralela (PSA) elimina os deslocamentos de pico causados por erros de deslocamento nas medições de tensão residual.

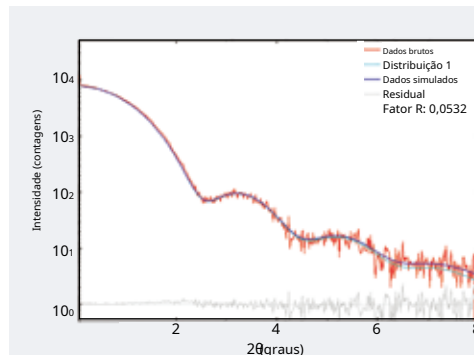


Medição de espalhamento de raios X em pequenos ângulos (SAXS)



Na técnica SAXS, as medições são realizadas na região 2θ inferior a 10° , onde se avalia a distribuição do tamanho de partículas/poros inferior a 100 nm e a estrutura de longo período. Estão disponíveis sistemas ópticos SAXS com duas fendas e feixe paralelo.

Ao utilizar um caminho óptico a vácuo, é possível reduzir a dispersão do ar e obter dados de alta qualidade.

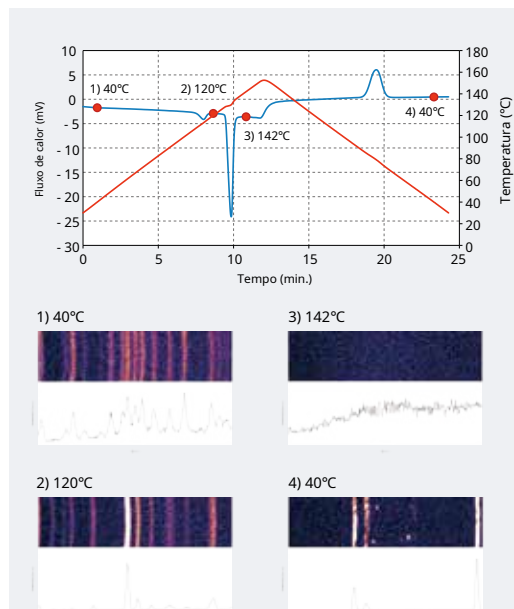


Perfil SAXS unidimensional de partículas de ouro diluídas em tolueno (óptica de 2 fendas)

In situ medições



In situ A medição permite observar mudanças no estado da amostra com variações de temperatura e umidade simultaneamente. O SmartLab SE suporta diversos acessórios de medição in situ, como para observar mudanças no estado da amostra com alterações de umidade ou temperatura, e para observar mudanças no estado da amostra antes e depois de uma reação térmica quando combinado com o acessório DSC. Com a combinação de um acessório in situ e o HyPix-400, é possível realizar medições em tempo real, permitindo a identificação de mudanças estruturais breves, bem como de grãos grandes e sua orientação.



Comportamento de transição de fase/fusão da tolbutamida, um agente terapêutico para diabetes, com a variação da temperatura.

A tolbutamida altera sua estrutura cristalina com a variação de temperatura. Combinada com o detector bidimensional HyPix-400, permite confirmar claramente a mudança na estrutura cristalina antes e depois do pico da reação endotérmica.

Qualidade Rigaku através de engenharia superior

Engenharia mecânica e elétrica

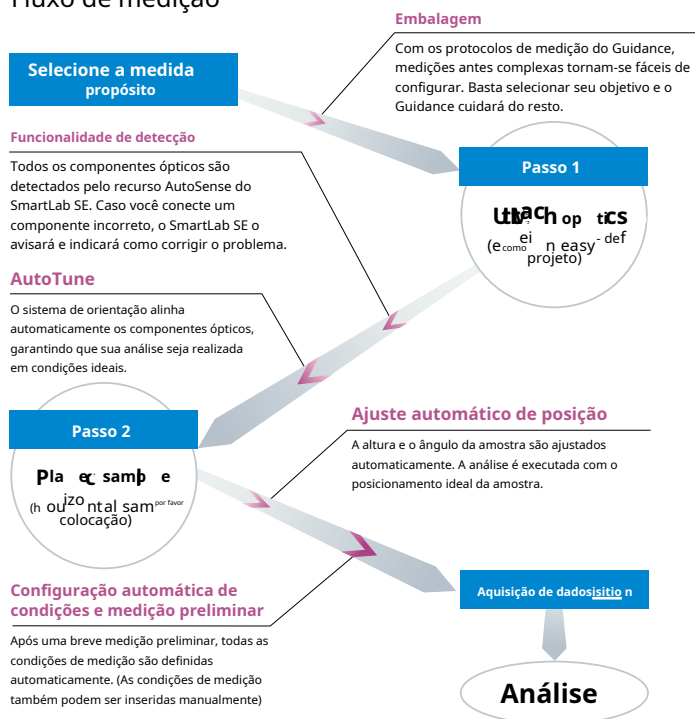
Desde sua fundação em 1951, a Rigaku oferece instrumentos de difração de raios X de ponta, utilizando engenharia mecânica de alta precisão e tecnologias originais. Entre elas, destacam-se nossos goniômetros de alta precisão e geradores de raios X do tipo ânodo rotativo, componentes-chave de nossos instrumentos de difração de raios X, ambos projetados e produzidos pela Rigaku. O SmartLab SE herda a tecnologia e o conhecimento cultivados ao longo de mais de meio século, na forma do detector híbrido HyPix-400 e de um goniômetro com o mais alto nível de precisão do setor.



Engenharia de software: Orientações

Software inteligente que determina quais módulos ópticos são os mais adequados para uma aplicação e realiza alinhamento, configuração e medição automáticos. O software de "sistema especialista" de orientação, integrado à plataforma SmartLab Studio II, foi projetado para fornecer uma sequência de medição totalmente automatizada.

Fluxo de medição



Estudo de caso:

Tempo economizado ao usar o recurso de orientação para coletar informações.

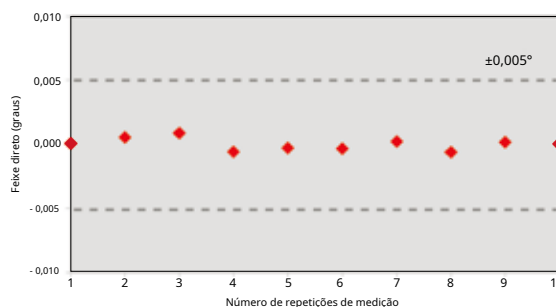
Dados de medição de Rietveld



Garantia de qualidade

O SmartLab SE, com sua alta reprodutibilidade, goniômetro de precisão e função de alinhamento óptico automático, garante que não haverá deslocamento do ponto zero nas medições, mesmo após a troca dos tubos de raios X.

A reprodutibilidade permanece alta mesmo após a troca de dispositivos ópticos; o ângulo do feixe direto ($2\theta = 0^\circ$) após a remoção e substituição de todas as ópticas de incidência e recepção é garantido dentro da faixa de erro de $0 \pm 0,005^\circ$.



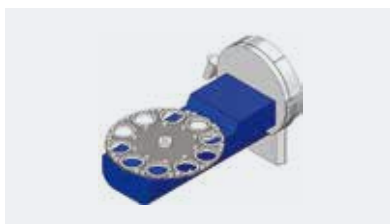
Acessórios opcionais

ASC-6 (trocaador automático de amostras)



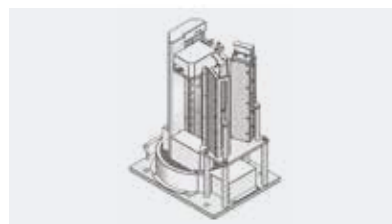
Número de amostras	Máximo de 6 amostras
Rotação da amostra velocidade	Velocidade máxima de 120 rpm, ajustável por computador.
Tamanho da amostra	Diâmetro máximo de 24 mm

ASC-10 (trocaador automático de amostras)



Número de amostras	Máximo de 10 amostras
Rotação da amostra velocidade	Velocidade máxima de 120 rpm, ajustável por computador.
Tamanho da amostra	Diâmetro máximo de 24 mm

ASC-48 (trocaador automático de amostras)



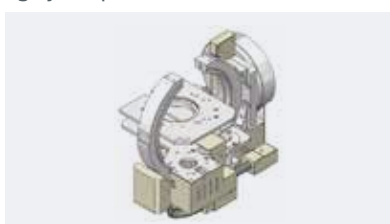
Número de amostras	Máximo de 48 amostras
Rotação da amostra velocidade	Velocidade máxima de 120 rpm, ajustável por computador.
Tamanho da amostra	Dimensão máxima de 20 mm x 20 mm

Cabeçote de fixação para centrifugação capilar



Tamanhos capilares	0,3, 0,5, 0,7 e 1,0 mm
Rotação da amostra velocidade	1 - 120 rpm

ligação $\alpha\beta$



Intervalo (eixo α)	- 5 a 95°
Tamanho mínimo do passo (eixo α)	0,002°
Intervalo (eixo β)	±360°
Tamanho mínimo do passo (eixo β)	0,01°
Velocidade de rotação (eixo β)	1 - 30 rpm
Oscilação (eixo γ)	±5 mm

Cabeçote de fixação XY-20 mm



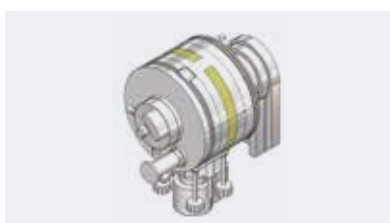
Intervalo móvel (eixos X e Y)	±10 mm
Tamanho mínimo do passo	0,0005 mm

Cabeça de fixação da célula da bateria



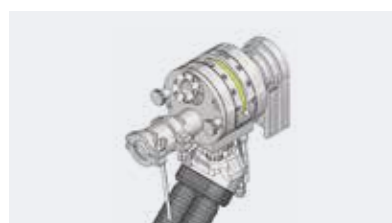
Material do eletrodo	Aço inoxidável
Isolador	Teflon
Número de polos	2 (eletrodo e contraeletrodo)
Janela para raio-X	Coletor atual (alumínio), $\varnothing 20\text{mm}$
Intervalo de medidas	10 - 158°(2 θ)

HTK 1200N*1



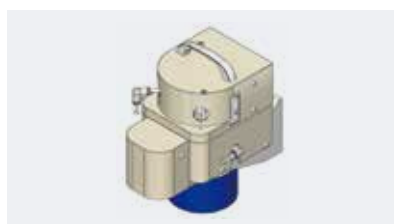
Medição faixa de temperatura	Temperatura ambiente até 1200° C
Medição atmosfera	Vácuo, ar, gás inerte, etc.*2
Medição faixa de ângulo	0 - 160°(2 θ)
Modelo capilar também disponível	

TTK 600*1



Medição faixa de temperatura	- 20°C a 600° C (Resfriamento com ar comprimido) -190° C a 600° C (Resfriamento com nitrogênio líquido):)
Medição atmosfera	Vácuo, ar, gás inerte
Medição faixa de ângulo	0 - 160°(2 θ)

Anexo DSC



DSC	Tipo de fluxo de calor
Medição faixa de temperatura	Temperatura ambiente até 350°C (-40° C~, opcional)
Medição atmosfera	Ar, gás inerte (Medição em atmosfera úmida de temperatura ambiente até 60°C, 5% UR a 95% UR disponível opcionalmente conectando a um gerador de umidade (HUM))
Medição faixa de ângulo	5 - 55°(2 θ)

Reator X (acessório de aquecimento
infravermelho de alta temperatura)



Medição faixa de temperatura	Temperatura ambiente até 1000°C
Medição atmosfera	Ar, gás inerte, etc.*2
Medição faixa de ângulo	0 - 160°(2 θ)*3

Multiuso de alta qualidade
acessório de temperatura



Medição faixa de temperatura e atmosfera	Temperatura ambiente até 1500°C no ar. Temperatura ambiente até 1450°C no vácuo. Temperatura ambiente até 1350°C em gás inerte (He).
Medição faixa de ângulo	0 - 160°(2 θ)*3

*1 Produtos da Anton Paar. Muitos outros acessórios da Anton Paar estão disponíveis para o SmartLab SE.
*2 Consulte a Rigaku caso deseje utilizar um gás específico.
*3 Essa faixa de valores varia dependendo do detector que será utilizado.

Especificações

Geração de raios X*

Gerador de raios X	Tubo de raios X selado de 3 kW
Faixa de tensão variável do tubo	20 - 60 kV
Faixa variável de corrente do tubo	2 - 60 mA

Goniômetro

Configuração	Tipo vertical, geometria θ - θ
Raio	300 mm, variável de 150 a 300 mm para experimento 2D
Tamanho mínimo do passo	θ_s : 0,0001° 、 θ_d : 0,0001°
Garantia de qualidade	Reprodutibilidade do feixe direto $0 \pm 0,005^\circ (2\theta)$
Eixo	θ_s , θ_d (acoplados/independentes)
Configuração suportada para alinhamento automático	Bragg-Brentano Feixe paralelo Feixe divergente Focalizando a configuração Debye-Scherrer SAXS Difração de raios X em microáreas

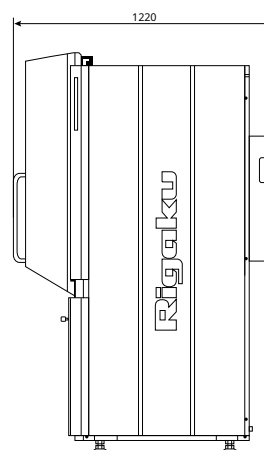
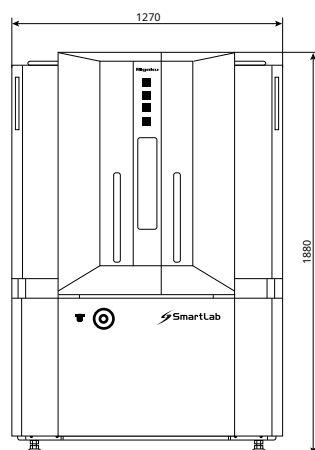
Detector

HyPix-400†	Sensor: Sensor de pixel semicondutor. Área ativa: 369,6 mm ² . (38,5 x 9,6 mm) Tamanho do pixel: 100 x 100 μ m Taxa de contagem: > 3,7 x 10 ¹⁰ cps (global), 1 x 10 ⁶ cps/pixel
D/teX Ultra250	Sensor: Sensor de tira semicondutora. Área ativa: 384 mm ² . (19,2 x 20 mm) Largura da faixa: 75 μ m Taxa de contagem: >2,5 x 10 ⁶ cps (global), 1 x 10 ⁶ Resolução de energia cps/faixa: $\approx 20\%$, $\approx 4\%$ (monocromador D/teX)

Requisitos de instalação

Dimensões da caixa	1.270 x 1.220 x 1.880 mm, 50,0 x 48,0 x 74,0 polegadas (L x P x A)
Peso (sem opções)	Aproximadamente 800 kg (1.764 lbs) para a configuração padrão.
Abastecimento de água de refrigeração	4 - 5,5 L/min, pressão de 0,25 - 0,34 MPa, temperatura <25 °C com flutuação de $\pm 0,5$ °C.
Fonte de energia	Trifásico AC200 V ± 10 %, 50/60 Hz, 30 A ou monofásico AC220 - 230 V ± 10 %, 50/60 Hz, 40 A
Resistência do solo	$\leq 100 \Omega$

Dimensões (unidade: mm)



Peso (padrão)
especificação): 800 kg

* Os valores máximos nominais dependem do tipo de tubo de raios X (alvo, foco). Consulte o manual de instruções do tubo de raios X para obter detalhes.

† Este produto foi desenvolvido em conjunto pelo Departamento de Medição e Eletrônica da Universidade de Ciência e Tecnologia AGH (Polônia) e pela Rigaku Corporation.

SmartLab SE

Difratômetro de raios X multifuncional automatizado



www.rigaku.com/products/xrd



Rigaku Corporation e suas subsidiárias globais
info@rigaku.com | www.rigaku.com

