

Röntgenfluoreszenzanalyse der chemischen Zusammensetzung verschiedener Legierungen

Versuchsziele

- Mit einem Röntgengerät arbeiten.
- Röntgenfluoreszenzanalyse verstehen.
- Ein Röntgengerät für die Röntgenfluoreszenzanalyse kalibrieren.
- Röntgenfluoreszenzanalyse auf verschiedene Proben (Legierungen) anwenden.
- Die Zusammensetzungen der Legierungen analysieren.

Grundlagen

Werden Atome mit hochenergetischer Röntgenstrahlung bestrahlt, so können durch die zugeführte Energie Elektronen aus den inneren Schalen herausgeschlagen werden. Die Lücken in den inneren Schalen füllen sich dann durch Elektronen aus äußeren Schalen auf. Dabei verlieren diese Elektronen Energie, die wiederum in Form von Röntgenstrahlung emittiert wird. Dieses Phänomen wird als Röntgenfluoreszenz bezeichnet.

Werden Elektronen aus der innersten 1. Schale, die auch K-Schale genannt wird, herausgeschlagen, so entsteht das sogenannte K-Spektrum (die K-Spektralserie). Dieses entsteht durch Elektronensprünge von der 2. ($K\alpha$) oder 3. ($K\beta$) Schale. Analog entsteht das L-Spektrum, wenn Elektronen auf die 2. Schale (L-Schale) zurückfallen.

Die Energie der emittierten Strahlung einer Schale ist abhängig von der Kernladungszahl (Moseleysches Gesetz). Dies ermöglicht die eindeutige Bestimmung der Kernladungszahl eines Elements und war historisch ein wichtiger Bestandteil für die Vervollständigung des Periodensystems.

Jedes Element (mit jeweils einer anderen Kernladungszahl) emittiert Röntgenstrahlung mit einer charakteristischen Energie. Die Energie ist dabei praktisch unabhängig von der Bindungsform des Elements, weil die inneren Elektronen praktisch nicht zur chemischen Bindung beitragen. So kann durch Röntgenfluoreszenzanalyse die Zusammensetzung von Materialien bestimmt werden, auch wenn diese in chemisch verschiedenen Formen vorliegen.

Das Röntgenfluoreszenzspektrum einer homogenen Probe mit mehreren Komponenten ist in erster Näherung eine Addition der Einzelspektren. Deshalb kann mit dieser Methode die Zusammensetzung von beliebigen Proben qualitativ bestimmt werden. Dafür werden zunächst alle im Fluoreszenzspektrum vorhandenen Signale den Elementen zugeordnet. Dies geschieht mit Hilfe von Tabellenwerten für die Energien der charakteristischen Linien. Für die Zuordnung wird auch das Muster jeder Spektralserie berücksichtigt: Zu jeder $K\alpha$ -Linie gehört eine $K\beta$ -Linie mit ca. 5 – 10-fach geringerer Intensität.

In diesem Versuch wird zunächst eine Energiekalibrierung des Spektrums vorgenommen. Dafür wird eine Legierung



bekannter Zusammensetzung vermessen und den Linien im Spektrum Energien der Literaturwerte zugeordnet. Im Folgenden können beliebige weitere Substanzen, z.B. Legierungen vermessen und ihre Zusammensetzung bestimmt werden.

Gefährdungsbeurteilung

Das Röntgengerät erfüllt die Vorschriften über die Bauart einer Schulröntgeneinrichtung und eines Vollschutzgeräts und ist als Schulröntgengerät und Vollschutzgerät unter NW 807 / 97 Rö bauartzugelassen.

Durch die werksseitig eingebauten Schutz- und Abschirmvorrichtungen ist die Dosisleistung außerhalb des Röntgengeräts auf unter $1 \mu\text{Sv/h}$ reduziert, einen Wert, der in der Größenordnung der natürlichen Strahlenbelastung liegt.

Vor der Inbetriebnahme das Röntgengerät auf Unversehrtheit überprüfen.

Röntgengerät vor dem Zugriff Unbefugter schützen.

Bei Einschalten des Röntgengeräts überprüfen, ob sich der Lüfter im Röhrenraum dreht.

Das Goniometer wird ausschließlich über elektrische Schrittmotoren verstellt. Targetarm und Sensorarm des Goniometers nicht blockieren und nicht mit Gewalt verstellen.

Geräte und Chemikalien

1 Röntgengrundgerät	554 800
1 Röntgenröhre Mo	554 861
1 Goniometer	554 831
1 Röntgenenergiedetektor	559 938
1 Targetsatz Legierungen	554 848
1 Pocket-CASSY 2 Bluetooth	524 018
1 CASSY Lab 2	524 220
1 VKA-Box	524 058
1 HF-Kabel, 1 m	501 02

Zusätzlich erforderlich:

Computer mit Windows XP/7/8

Versuchsaufbau und -vorbereitung

Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 1 dargestellt.

1. Anschlusskabel des Tischnetzgerätes durch den Leerkanal des Röntgengerätes führen und an die Mini-DIN-Buchse des Röntgenenergiedetektors anschließen.
2. Sensorhalter mit montiertem Röntgenenergiedetektor im Sensorarm des Goniometers befestigen.
3. Signalausgang des Röntgenenergiedetektors über das mitgelieferte dünne BNC-Kabel an die BNC-Buchse SIGNAL IN des Röntgengerätes anschließen.
4. Anschlusskabel soweit nachführen, dass ein vollständiger Schwenk des Sensorarmes möglich ist.
5. Taster SENSOR drücken und den Sensorwinkel mit Dreheinsteller ADJUST auf 90° stellen.
6. Auf das Pocket-CASSY die VKA-Box aufstecken und mit einem Computer über das USB-Kabel verbinden.
7. Ausgang SIGNAL OUT im Anschlussfeld des Röntgengerätes mittels BNC-Kabel mit VKA-Box verbinden.
8. Abstände zwischen Spaltblende des Kollimators und Drehachse sowie zwischen Drehachse und Eintrittsöffnung des Röntgenenergiedetektors jeweils auf 5 – 6 cm einstellen.
9. Kalibriertarget aus dem Lieferumfang des Röntgenenergiedetektors auf den Targettisch legen. Taster TARGET

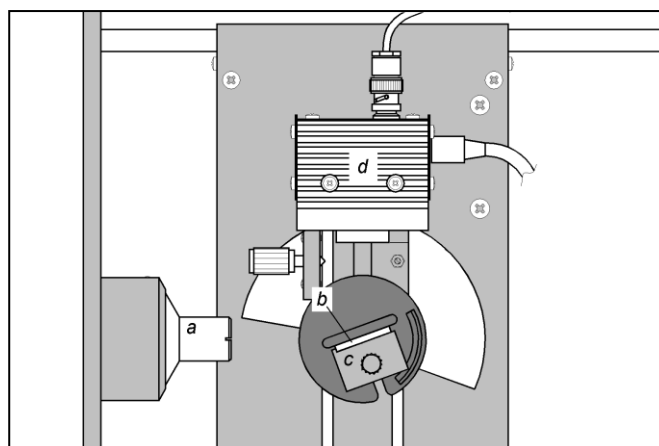



Abb. 1: Aufbau des Experimentes: a – Kollimator, b – Target, c – Targettisch, d – Detektor.

drücken und den Targetwinkel mit Dreheinsteller ADJUST auf 45° stellen.

Versuchsdurchführung

1. Tischnetzgerät ans Netz anschließen. Nach ca. 2 min leuchtet die Leuchtdiode des Röntgenenergiedetektors „grün“ und er ist betriebsbereit.
2. [Einstellungen in CASSY Lab laden](#).
3. Eine Röhren-Hochspannung von $U = 35 \text{ kV}$ und einen Emissionsstrom $I = 1 \text{ mA}$ einstellen und die Hochspannung einschalten.
4. Die Aufnahme des Spektrums mit  oder der Taste am Pocket-CASSY starten.
5. Anschließend Spektren für die Targets aus dem Targetsatz Legierungen aufnehmen.

Ergebnis

Die aufgenommenen Spektren sind in den Abbildungen 2a bis 2e dargestellt.

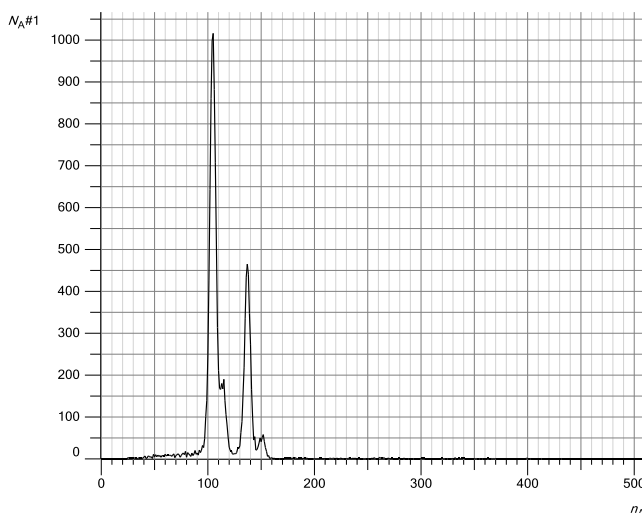


Abb. 2a: Fluoreszenzspektrum des Kalibriertargets.

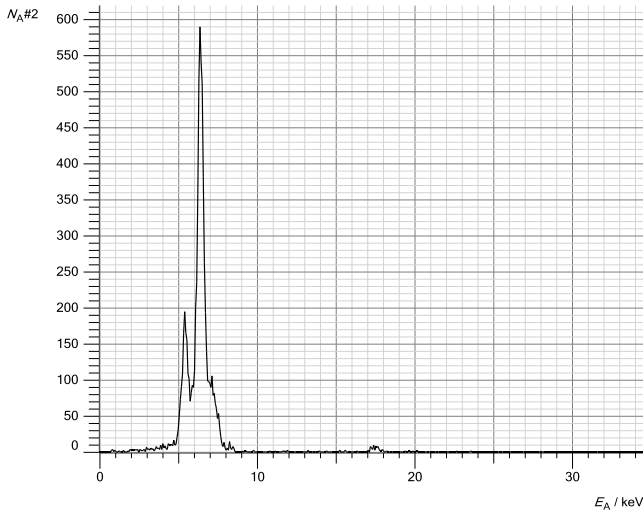


Abb. 2b: Fluoreszenzspektrum von Target 1.

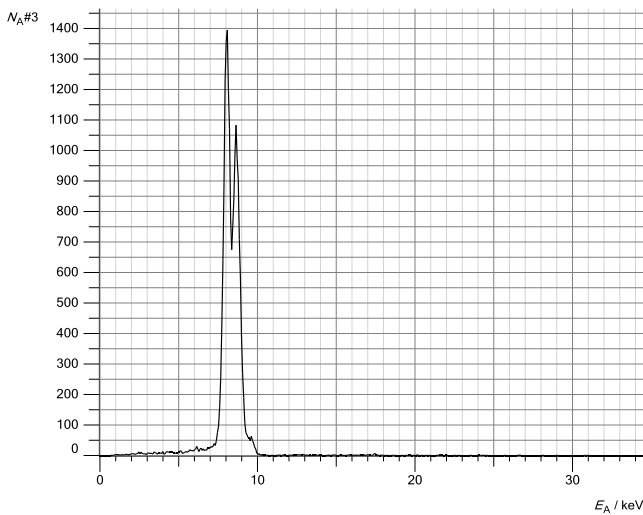


Abb. 2c: Fluoreszenzspektrum von Target 2.

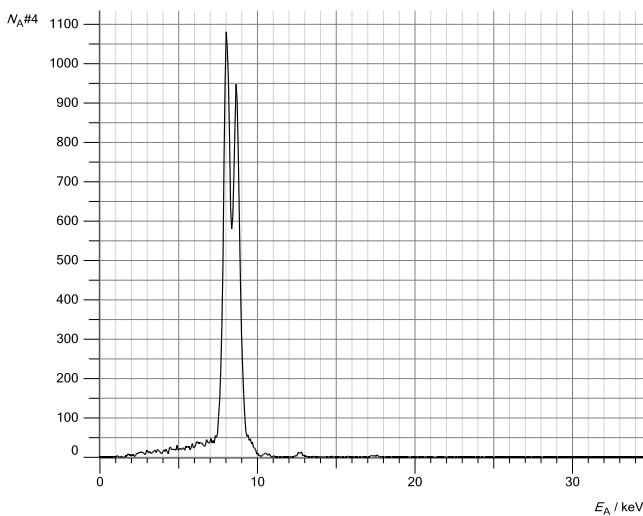


Abb. 2d: Fluoreszenzspektrum von Target 3.

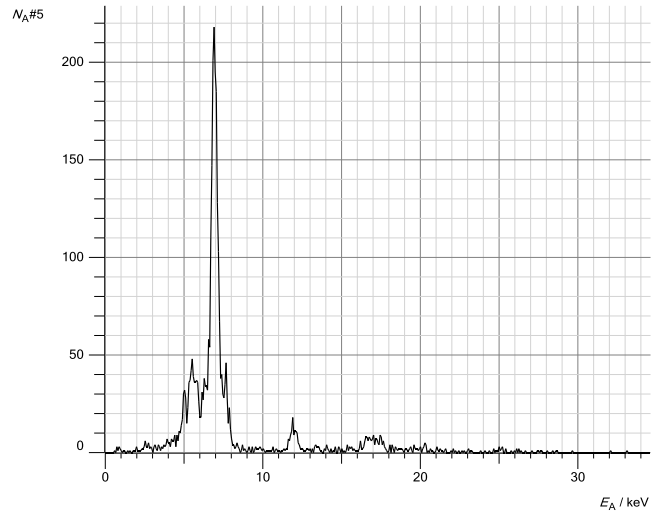


Abb. 2e: Fluoreszenzspektrum von Target 4.

Auswertung

Energiekalibrierung der Spektren

Die Energiekalibrierung der Spektren wird am Spektrum des Kalibriertargets (Fe + Zn) durchgeführt (siehe Abb. 3a).

1. In den Einstellungen Energie E_A die Energiekalibrierung öffnen. „Global für alle Spektren auf diesem Eingang“ wählen und rechts die Energien der Fe-K α -Linie (6,40 keV) und der Zn-K α -Linie (8,64 keV) auswählen (voreingestellt).
2. Den Peaksschwerpunkt der Eisen- und Zinksignale markieren. Dafür im Kontext-Menü des Diagramms „Peaksschwerpunkt berechnen“ auswählen und die Fe-K α -Linie markieren. Der Wert trägt sich automatisch in die erste Zeile ein. Sollte dies nicht geschehen, das Ergebnis links in die Energiekalibrierung eintragen (z. B. mit Drag & Drop aus der Statuszeile).
3. Analog den Schwerpunkt der Zn-K α -Linie bestimmen und ebenfalls links eintragen
4. Auf der x-Achse die Energie darstellen. Dafür mit Drag & Drop den Button Anzeige von E_A ins Diagramm ziehen.
5. Die Linien durch das Kontextmenü des Diagramms identifizieren und beschriften (+ Markierung setzen → keV Röntgenenergien → Fe und + Markierung setzen → keV Röntgenenergien → Zn).

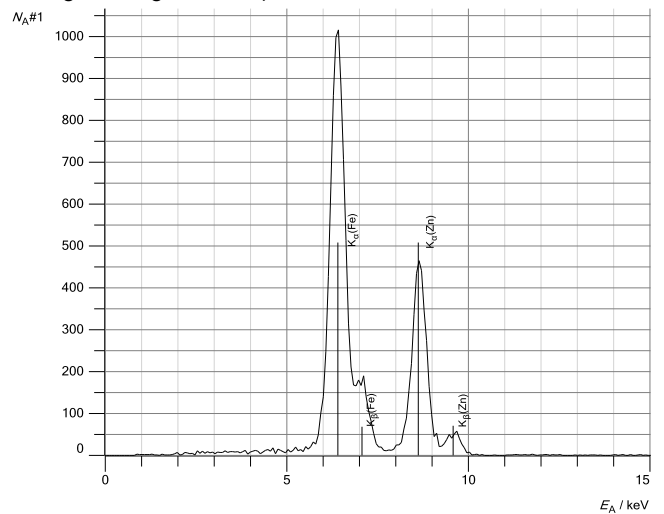


Abb. 3a: Identifizierte Linien im Fluoreszenzspektrum des Kalibriertargets. Es enthält Eisen und Zink.

Die vier sichtbaren Peaks können auf die Fluoreszenz der Hauptbestandteile Eisen (Fe) und Zink (Zn) des verzinkten Stahlbleches zurückgeführt werden. Es sind jeweils die $K\alpha$ - und die $K\beta$ -Linien sichtbar.

Identifizierung von Linien in den Spektren der Targets

Nun können die Bestandteile der verschiedenen Targets identifiziert werden.

1. Spektrum auswählen und geeigneten Ausschnitt des Spektrums festlegen. Dafür mit der rechten Maustaste auf die x-Achse (Energie E_A) klicken und einen geeigneten Ausschnitt eingeben. Alternativ kann man zoomen.
2. Das Periodensystem zur Identifizierung der Bestandteile der Legierung im Kontextmenü laden (+ Markierung setzen → keV Röntgenenergien).
3. Mit der Maus über die Elementsymbole fahren. Sobald auf diese Weise ein Element „ausgewählt“ ist, erscheinen die entsprechenden Linien im Spektrum. Das passende Element durch einen visuellen Vergleich bestimmen und die Markierung mit einem Klick auf dieses Elementsymbol im Diagramm fixieren. Auf die gleiche Weise die anderen Bestandteile der Legierung bestimmen.
4. Das Fenster mit dem Periodensystem schließen.

Ergebnisse

In den Abbildungen 3b bis 3e sind die Spektren der Targets aufgeführt. Die Ergebnisse der qualitativen Untersuchung der Legierungen anhand ihrer Röntgenfluoreszenzspektren stimmen mit der bekannten chemischen Zusammensetzung überein:

Target 1 (Abb. 3b): Edelstahl X5CrNi18-10, enthält 72 % Eisen (Fe), 18 % Chrom (Cr), 10 % Nickel (Ni).

Target 2 (Abb. 3c): Messing CuZn36, enthält 64 % Kupfer (Cu), 36 % Zink (Zn).

Target 3 (Abb. 3d): Messing CuZn39Pb3, enthält 58 % Kupfer (Cu), 39 % Zink (Zn), 3 % Blei (Pb).

Target 4 (Abb. 3e): Praseodym-Samarium-Kobalt-Magnet. Diese Magnete können außer Kobalt (Co), Samarium (Sm), Praseodym (Pr) auch Eisen (Fe), Kupfer (Cu) und Zirkonium (Zr) enthalten.

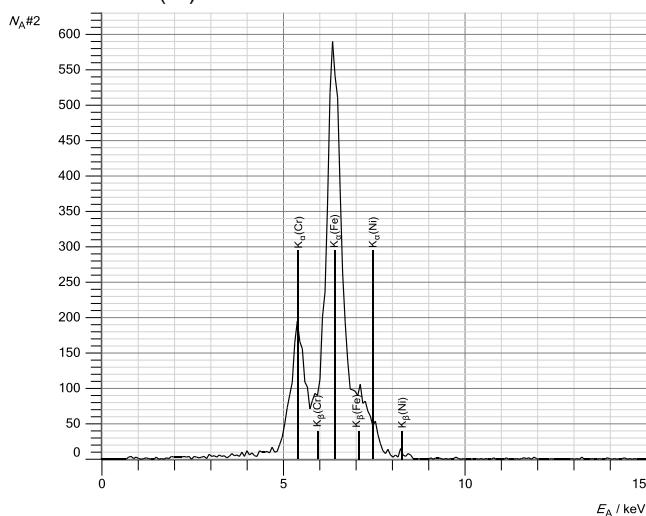


Abb. 3b: Bestimmung der Bestandteile von Target 1: Chrom, Eisen und Nickel (Edelstahl).

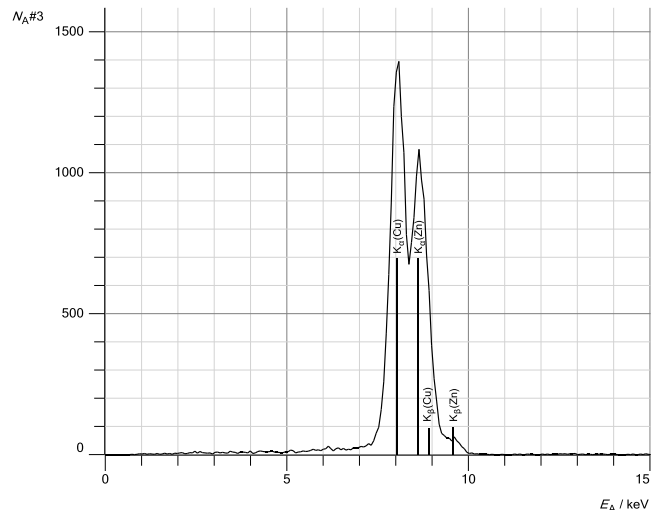


Abb. 3c: Bestimmung der Bestandteile von Target 2: Kupfer und Zink (Messing).

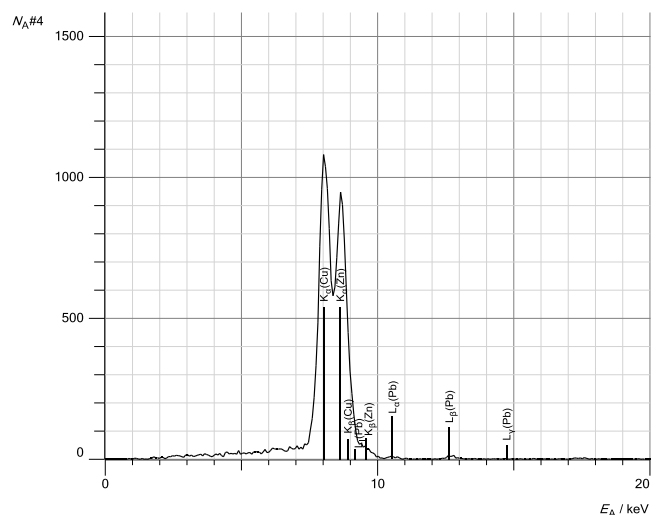


Abb. 3d: Bestimmung der Bestandteile von Target 3: Kupfer, Zink und Blei (bleihaltiges Messing).

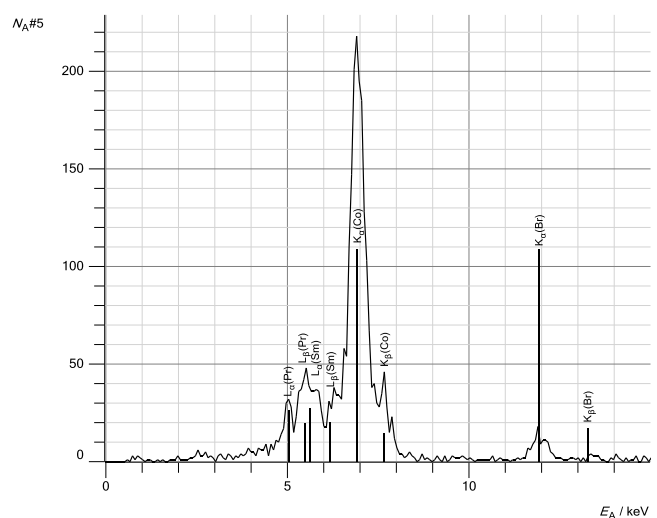


Abb. 3e: Bestimmung der Bestandteile von Target 4: Praseodym, Samarium, Kobalt (Seltenerd-Magnet). Die Fluoreszenz-Linien von Brom kommen aus der Kunststoffunterlage (Flammenschutzmittel).