

Anwendung der Röntgenfluoreszenz zur zerstörungsfreien Analyse der chemischen Zusammensetzung

Versuchsziele

- Aufnahme von Röntgenfluoreszenz-Spektren unterschiedlicher Legierungen.
- Qualitative Analyse des Fluoreszenzspektrums: Bestimmung der in der Legierung vorhandenen Elemente.

Grundlagen

Beim Bestrahlen einer Probe mit hochenergetischen Röntgenphotonen emittiert diese charakteristische Röntgenlinien, deren Energie von der Ordnungszahl des Elementes der Probenmaterials abhängt. Diese Abhängigkeit (das Moseley'sche Gesetz) wurde zusammen mit der Röntgenfluoreszenz-Spektren mehrerer Elemente in den LD Handblättern Physik P6.3.5.4 und P6.3.5.5 behandelt.

Wenn die Probe eine chemische Verbindung oder Gemisch darstellt, ist auch ihr Fluoreszenzspektrum von komplexer Natur. Da die inneren Elektronenschalen, zwischen denen die Röntgen-Übergänge statt finden, nicht in die chemische Bindung einbezogen werden, sind auch die charakteristischen Linien weitgehend *von der chemischen Bindung des Elementes unabhängig*. Somit sind die Röntgenfluoreszenz-Spektren einer chemischen Verbindung in erster Näherung eine Überlagerung von Spektren ihrer Komponenten.

Zur qualitativen Analyse der chemischen Zusammensetzung einer Probe werden zunächst alle im Fluoreszenzspektrum vorhandenen Peaks den Elementen zugeordnet. Dies geschieht mit Hilfe der Tabellenwerte für die Energien der charakteristischen Linien. Für die Zuordnung wird auch das „Muster“ jeder Spektralserie berücksichtigt: so muss zusammen mit der $K\alpha$ -Linie die $K\beta$ -Linie mit kleinerer (ca. 5- bis 10-mal) Intensität im Spektrum vorhanden sein; die $L\alpha$ -Linie erscheint in Begleitung von der $L\beta$ -Linie mit ähnlicher Intensität und der $L\gamma$ -Linie kleiner Intensität.

Die Aussagen über die relativen Anteile einzelner Elemente in der Verbindung können anhand der relativen Intensitäten ihrer Fluoreszenz-Linien gemacht werden.

Geräte

1 Röntgengerät mit Röntgenröhre Mo und Goniometer	554 801/11
oder	
1 Röntgengerät mit Röntgenröhre Cu und Goniometer	554 800 554 861+554 831
1 Röntgenenergiedetektor	559 938
1 Targetsatz Legierungen	554 848
1 Sensor-CASSY	524 010
1 VKA-Box	524 058
1 CASSY Lab	524 200
1 HF-Kabel, 1 m	501 02
1 PC mit Windows 98 - Vista	

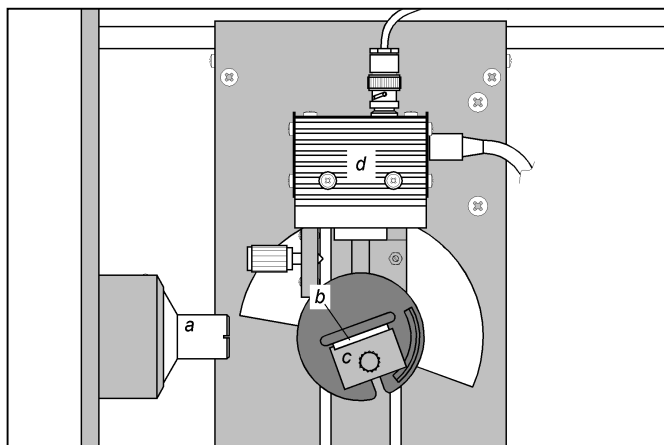


Fig. 1: Aufbau des Experimentes: a – Kollimator, b – Target, c – Targettisch, d – Detektor.

Aufbau

Der Versuchsaufbau ist in Fig. 1 dargestellt.

- Anschlusskabel des Tischnetzgerätes durch den Leerkanal des Röntgengerätes führen und an die Mini-DIN-Buchse des Röntgenenergie-detektors anschließen.
- Sensorhalter mit montiertem Röntgenenergie-detektor im Sensorarm des Goniometers befestigen.
- Signalausgang des Röntgenenergie-detektors mittels mitgeliefertem BNC-Kabel an die BNC-Buchse SIGNAL IN des Röntgengerätes anschließen.
- Anschlusskabel soweit nachführen, dass ein vollständiger Schwenk des Sensorarmes möglich ist.
- Taster SENSOR drücken und den Sensorwinkel mit Dreheinsteller ADJUST von Hand auf 90° stellen.

Das Röntgengerät erfüllt die Vorschriften über die Bauart einer Schulröntgeneinrichtung und eines Vollschutzgerätes und ist als Schulröntgengerät und Vollschutzgerät bauartzugelassen.

Durch die werksseitig eingebauten Schutz- und Abschirmvorrichtungen ist die Dosisleistung außerhalb des Röntgengerätes 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 (siehe Gebrauchsanweisung zum Röntgengerät).

- Röntgengerät vor dem Zugriff Unbefugter schützen.

Eine Überhitzung der Anode in der Röntgenröhre ist zu vermeiden.

- Bei Einschalten des Röntgengerätes 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.

- Sensor-CASSY an Computer anschließen und VKA-Box aufstecken.
- Ausgang SIGNAL OUT im Anschlussfeld des Röntgengerätes mittels BNC-Kabel mit VKA-Box verbinden.
- Abstände zwischen Spaltblende des Kollimators und Drehachse sowie zwischen Drehachse und Eintrittsöffnung des Röntgenenergie-detektors jeweils auf 5-6 cm einstellen.
- Kalibriertarget aus dem Lieferumfang des Röntgenenergie-detektors auf den Targettisch legen.
- Taster TARGET drücken und den Targetwinkel mit Dreheinsteller ADJUST von Hand auf 45° stellen.

Durchführung

- Tischnetzgerät ans Netz anschließen (nach ca. 2 min leuchtet die Leuchtdiode des Röntgenenergie-detektors „grün“ und er ist betriebsbereit).
- CASSY Lab aufrufen und die Messparameter „Vielkanalmessung, 512 Kanäle, negative Pulse, Verstärkung = -2,5, Messdauer = 180 s“ einstellen.
- Röhren-Hochspannung $U = 35 \text{ kV}$, Emissionsstrom $I = 1 \text{ mA}$ einstellen und Hochspannung einschalten.
- Spektrumaufnahme mit oder Taste F9 starten.
- Anschließend Spektren für die Targets aus dem Targetset Legierungen aufnehmen.
- Gesamte Messung unter einem passenden Namen speichern.

Messbeispiel

Die aufgenommene Spektren sind in Fig. 2a-e dargestellt.

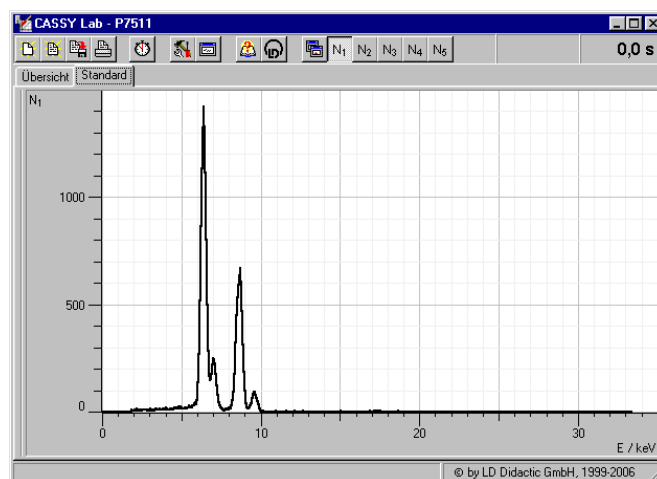


Fig. 2a: Fluoreszenzspektrum des Kalibriertargets.

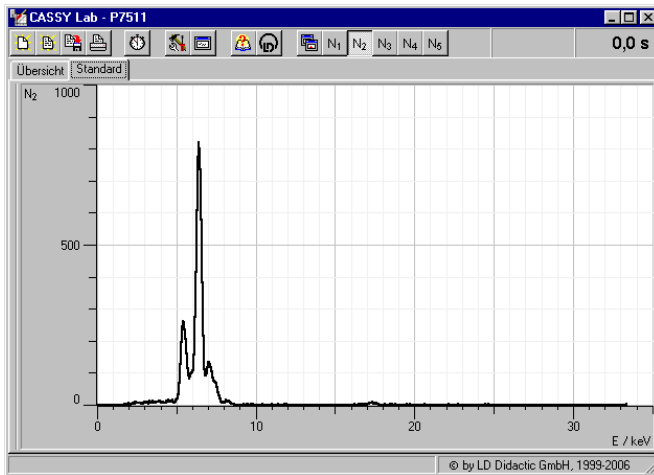


Fig. 2b: Fluoreszenzspektrum von Target 1.

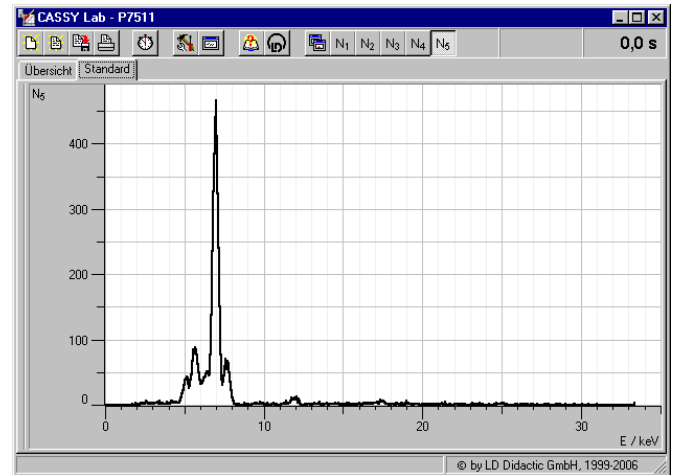


Fig. 2e: Fluoreszenzspektrum von Target 4.

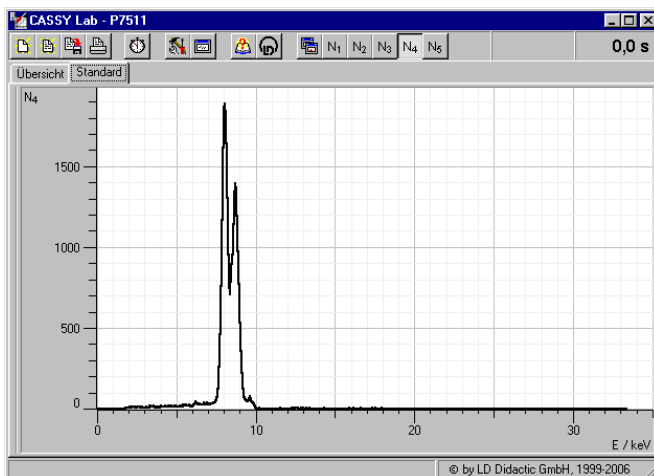


Fig. 2c: Fluoreszenzspektrum von Target 2.

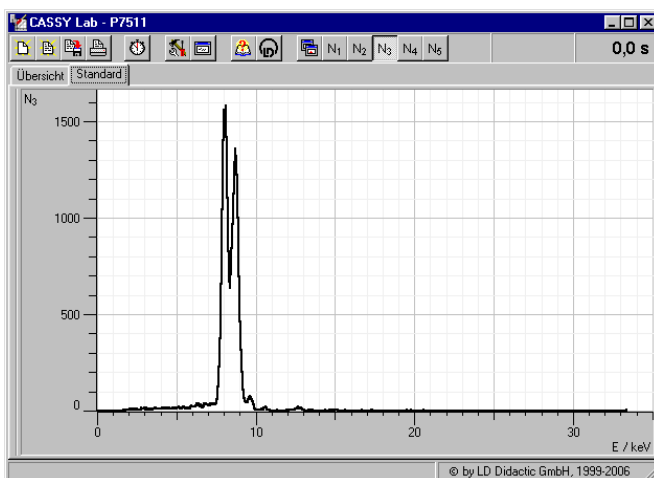


Fig. 2d: Fluoreszenzspektrum von Target 3.

Auswertung

a) Energiekalibrierung der Spektren

Die Energiekalibrierung am Spektrum des Kalibriertargets (Fe+Zn) durchgeführt (Fig. 3a).

- Mit Alt+E das Dialogfenster „Energiekalibrierung“ öffnen, „globale Energiekalibrierung“ wählen und die Energien der Fe K α - (6,40 keV) und der Zn K α -Linie (8,64 keV) eintragen.
- Im Pop-up-Menü des Diagrammfensters den Menüpunkt „Weitere Auswertungen“ → „Peakschwerpunkt berechnen“ auswählen, die Fe K α -Linie markieren und das Ergebnis in das Dialogfenster „Energiekalibrierung“ eintragen.
- Anschließend den Schwerpunkt der Zn K α -Linie bestimmen und eintragen.

Zur Identifizierung und Beschriftung der Linien

- Im Pop-up-Menü des Diagrammfensters den Menüpunkt „Röntgenenergien“ aufrufen und auf das Elementsymbol

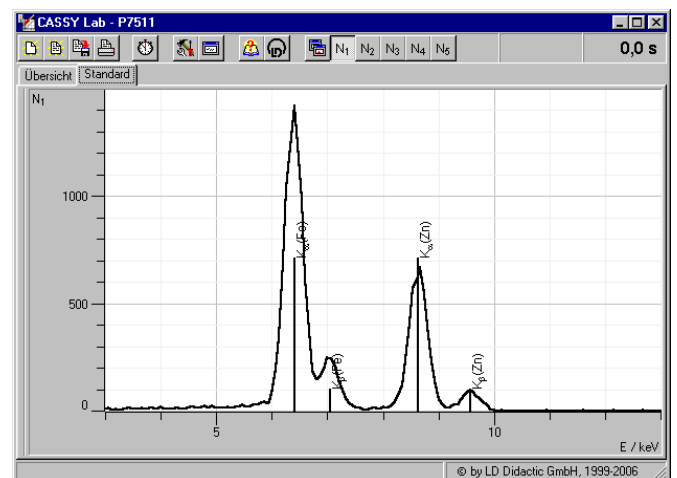


Fig. 3a Fluoreszenzspektrum des Kalibriertargets mit identifizierten Linien.

Fe klicken.

- Fenster mit Schaltfläche „OK“ schließen.
- Menüpunkt „Röntgenenergien“ erneut aufrufen, auf das Elementsymbol Zn klicken.

Es zeigt sich, dass die vier gemessenen Peaks können auf die Fluoreszenz der Hauptbestandteile Fe und Zn des verzinkten Stahlbleches zurückgeführt werden können (siehe Fig. 3a).

b) Identifizierung der Linien in den Spektren

Zur Identifizierung der Bestandteile der Legierungen

- Spektrum auswählen und geeigneten Ausschnitt festlegen.
- Im Popup-Menü des Diagrammfensters den Menüpunkt „Röntgenenergien“ aufrufen, auf Elementsymbole klicken und mit Hilfe der angezeigten Marker für die Tabellenenergien ein passendes Element bestimmen.
- Fenster mit Schaltfläche „OK“ schließen.
- Menüpunkt „Röntgenenergien“ erneut aufrufen, weitere Komponenten der Legierung bestimmen.

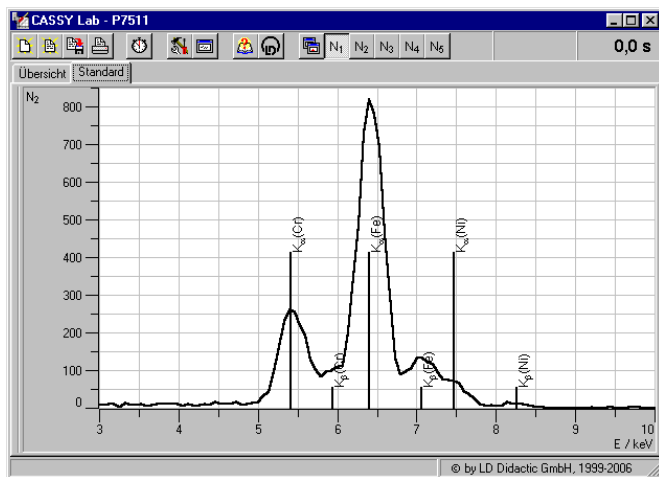


Fig. 3b Bestimmung der Bestandteile von Target 1: Chrom, Eisen und Nickel \Rightarrow Edelstahl.

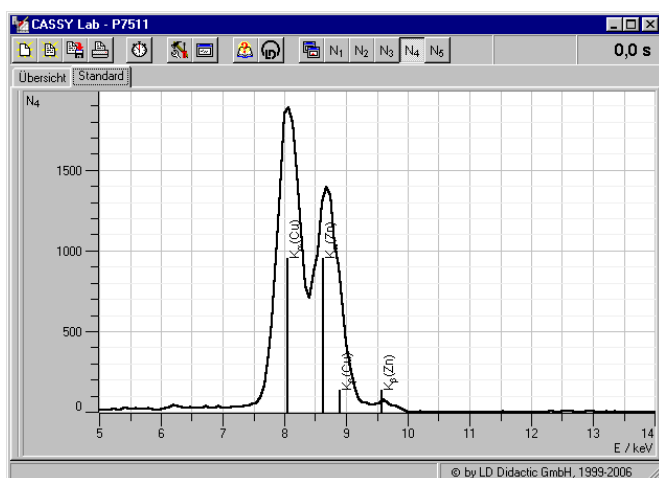


Fig. 3c Bestimmung der Bestandteile von Target 2: Kupfer und Zink \Rightarrow Messing.

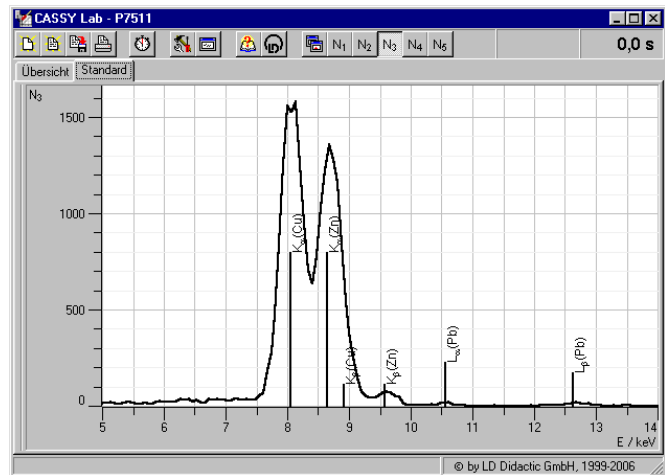


Fig. 3d Bestimmung der Bestandteile von Target 3: Kupfer, Zink und Blei \Rightarrow bleihaltiges Messing.

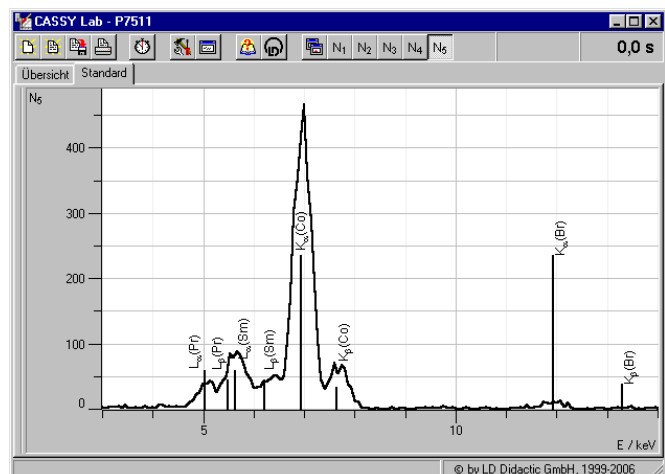


Fig. 3e Bestimmung der Bestandteile von Target 4: Praseodym, Samarium, Kobalt. Die Fluoreszenz-Linien von Brom kommen aus der Kunststoffunterlage (Flammschutzmittel).

Ergebnisse

Die Ergebnisse der qualitativen Untersuchung der Legierungen anhand ihrer Röntgenfluoreszenzspektren stimmen mit der bekannten chemischen Zusammensetzung überein:

- Target 1: Edelstahl X5CrNi18-10 – enthält 72% Fe, 18% Cr, 10% Ni.
- Target 2: Messing CuZn36 – enthält 64% Cu, 36% Zn.
- Target 3: Messing CuZn39Pb3 – enthält 58% Cu, 39% Zn, 3% Pb.
- Target 4: Praseodym-Samarium-Kobalt Magnet. Diese Magnete können außer Co, Sm, Pr auch Fe, Cu und Zr enthalten.