

Festkörperphysik

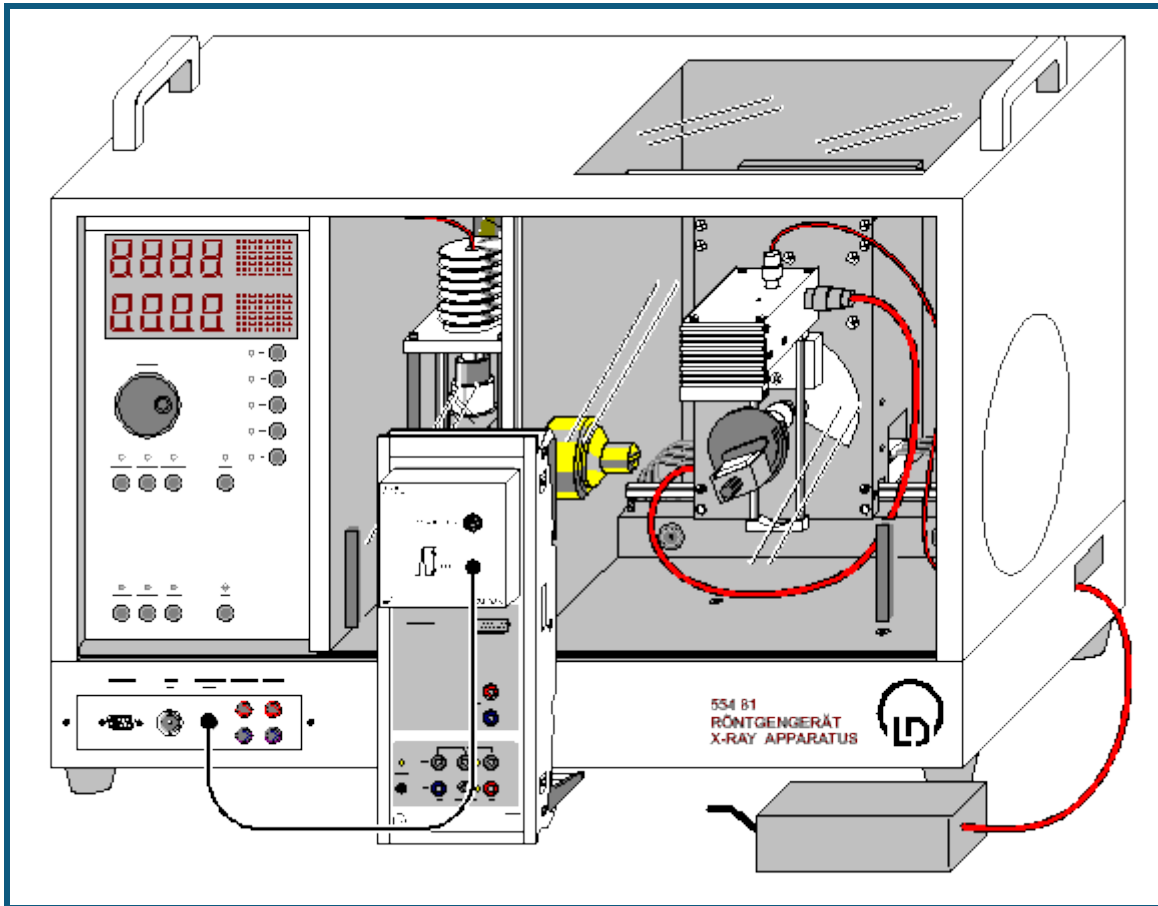
Angewandte Festkörperphysik
Röntgenfluoreszenzanalyse

Anwendung der
Röntgenfluoreszenz zur
zerstörungsfreien Analyse
der chemischen
Zusammensetzung

Beschreibung aus CASSY Lab 2

Zum Laden von Beispielen und
Einstellungen bitte die CASSY Lab 2-Hilfe
verwenden.

Zerstörungsfreie Analyse der chemischen Zusammensetzung (Röntgenfluoreszenz)



 auch für [Pocket-CASSY](#) geeignet

Sicherheitshinweise

Das Röntgengerät erfüllt die Vorschriften über die Bauart einer Schulröntgeneinrichtung und eines Vollschutzgeräts und ist als Schulröntgengerät und Vollschutzgerät unter BfS 05/07 V/Sch RöV oder 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 und das Abschalten der Hochspannung bei Öffnen der Schiebetüren kontrollieren (siehe Gebrauchsanweisung zum Röntgengerät).
- Röntgengerät vor dem Zugriff Unbefugter schützen.

Eine Überhitzung der Anode in der Röntgenröhre ist zu vermeiden.

- 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.

Versuchsbeschreibung

Beim Bestrahlen einer Probe mit hochenergetischen Röntgenphotonen emittiert diese charakteristische Röntgenlinien, deren Energie von der Ordnungszahl des Elementes der Probenmaterials abhängt. Diese Abhängigkeit ist Thema der Versuchsbeispiele zum Moseleyschen Gesetz ([K-Linien-](#) und [L-Linien-Röntgenfluoreszenz](#)).

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 stattfinden, 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_{α} -Linie die K_{β} -Linie mit kleinerer (ca. 5- bis 10-mal) Intensität im Spektrum vorhanden sein; die L_{α} -Linie erscheint in Begleitung von der L_{β} -Linie mit ähnlicher Intensität und der L_{γ} -Linie kleiner Intensität.

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


Benötigte Geräte

1	Sensor-CASSY	524 010 oder 524 013
1	CASSY Lab 2	524 220
1	VKA-Box	524 058
1	Röntgengerät mit Röntgenröhre Mo	554 801 oder 554 811
1	Targetsatz Legierungen	554 848
1	Röntgenenergiedetektor	559 938
1	HF-Kabel, 1 m	501 02
1	PC mit Windows XP/Vista/7/8	

Versuchsaufbau (siehe Skizze)

- Anschlusskabel des Tischnetzgerätes durch den Leerkanal des Röntgengerätes führen und an die Mini-DIN-Buchse des Röntgenenergiedetektors anschließen
- Sensorhalter mit montiertem Röntgenenergiedetektor im Sensorarm des Goniometers befestigen
- Signalausgang des Röntgenenergiedetektors 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
- Abstände zwischen Spaltblende des Kollimators und Drehachse sowie zwischen Drehachse und Eintrittsöffnung des Röntgenenergiedetektors jeweils auf 5-6 cm einstellen
- Taster TARGET drücken und den Targetwinkel mit Dreheinsteller ADJUST von Hand auf 45° stellen
- Sensor-CASSY an Computer anschließen und VKA-Box aufstecken
- Ausgang SIGNAL OUT im Anschlussfeld des Röntgengerätes mittels BNC-Kabel mit VKA-Box verbinden

Versuchsdurchführung

- Einstellungen laden
- Tischnetzgerät ans Netz anschließen (nach ca. 2 min leuchtet die Leuchtdiode "grün" und der Röntgenenergiedetektor ist betriebsbereit)
- Kalibriertarget (verzinktes Stahlblech) aus dem Lieferumfang des Röntgenenergiedetektors auf den Targettisch legen
- Röhren-Hochspannung $U = 35$ kV, Emissionsstrom $I = 1,00$ mA einstellen und Hochspannung einschalten
- Spektrumaufnahme mit  starten
- Anschließend Spektren für die 4 Targets aus dem Targetsatz Legierungen aufnehmen

Energiekalibrierung

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

- In den [Einstellungen EA](#) (rechte Maustaste) 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) eintragen.
- Im Kontext-Menü des Diagramms [Peakschwerpunkt berechnen](#) auswählen, die Fe K_{α} -Linie markieren und das Ergebnis links in die [Energiekalibrierung](#) eintragen (z. B. mit Drag & Drop aus der Statuszeile)
- Anschließend den Schwerpunkt der Zn K_{α} -Linie bestimmen und ebenfalls links eintragen
- Darstellung auf Energie umschalten (z. B. mit Drag & Drop von E_A ins Diagramm)
- Zur Identifizierung und Beschriftung der Linien im Kontextmenü des Diagramms [Markierung setzen → Röntgenenergien → Fe](#) und [Markierung setzen → Röntgenenergien → Zn](#) auswählen.

Es zeigt sich, dass die vier gemessenen Peaks auf die Fluoreszenz der Hauptbestandteile Fe und Zn des verzinkten Stahlbleches zurückgeführt werden können.

Auswertung

Zur Identifizierung der Bestandteile der Legierungen:

- Spektrum und geeigneten Ausschnitt festlegen

- Im Kontextmenü des Diagramms [Markierung setzen → Röntgenenergien](#) aufrufen, Elementsymbole wählen und mit Hilfe der angezeigten Marker für deren Röntgenenergien ein passendes Element bestimmen
- Marker mit Klick auf das Elementsymbol festlegen und weitere Komponenten der Legierung bestimmen

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. Es können sich auch die K-Linien von Brom finden, die aus dem Flammschutzmittel der Kunststoffunterlage stammen.