

Festkörperphysik

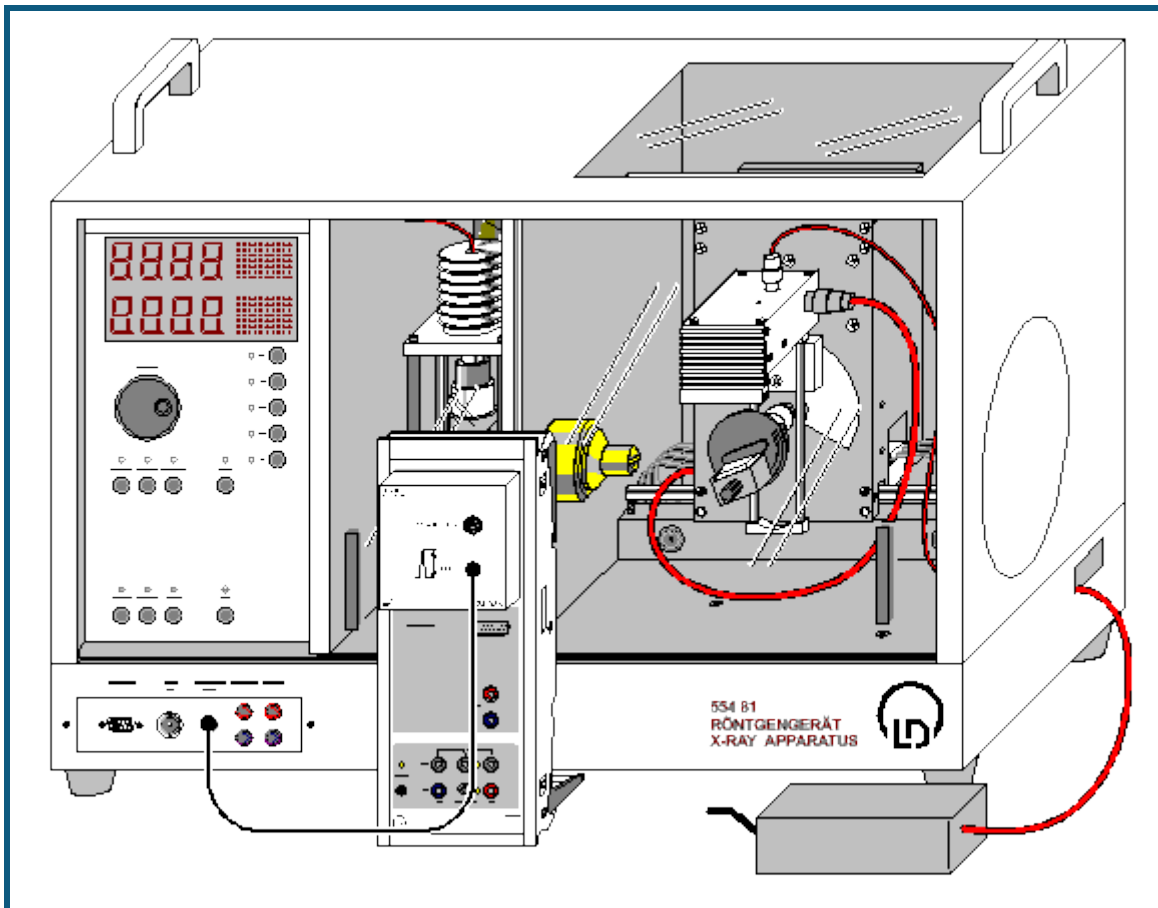
Angewandte Festkörperphysik
Röntgenfluoreszenzanalyse

Bestimmung der
chemischen
Zusammensetzung einer
Messing-Probe mittels
Röntgenfluoreszenzanalyse

Beschreibung aus CASSY Lab 2

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

Bestimmung der chemischen Zusammensetzung einer Messingprobe (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.

Beim Umgang mit Schwermetallen oder Allergenen aus den Targetsätzen deren Gebrauchsanweisung beachten.

Versuchsbeschreibung

In diesem Experiment wird die quantitative Analyse der chemischen Zusammensetzung einer bleihaltigen Messingprobe durchgeführt. Die Komponenten dieser Legierung wurden bereits im Versuch [Zerstörungsfreie Analyse der chemischen Zusammensetzung](#) identifiziert.

Zum Ausrechnen der Massenanteile wird die Tatsache ausgenutzt, dass die Höhe eines Peaks zur Anzahl der strahlenden Atomen n proportional ist. Im Referenzspektrum ist diese Anzahl n_0 durch die Dichte des Stoffes ρ , sein Atomgewicht A , die bestrahlte Fläche S und die effektive Dicke d der durchstrahlten Schicht bestimmt:

$$n_0 = S \cdot d \cdot \rho / A.$$

Für die Anzahl der Atome jeder Sorte in der Legierung kann in der ersten Näherung der Ausdruck

$$n = n_0 \cdot H / H_0 = V \cdot \rho / A \cdot H / H_0$$

benutzt werden. Dabei sind H und H_0 die Höhen entsprechender Peaks im zu analysierenden Spektrum bzw. im Referenzspektrum, $V = S \cdot d$ ist das bestrahlte Volumen. Damit wird der Massenanteil C_i der Element Nummer i in der Legierung zu

$$C_i = \frac{n_i \cdot A_i}{\sum_j n_j \cdot A_j} = \frac{\rho_i \cdot \frac{H_i}{H_{0i}}}{\sum_j \rho_j \cdot \frac{H_{0j}}{H_{0j}}}$$

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	Targetsatz K-Linien-Fluoreszenz	554 844
1	Targetsatz L-Linien-Fluoreszenz	554 846
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)
- Target 3 (bleihaltiges Messing) aus dem Targetsatz Legierungen auf den Targettisch legen
- Röhren-Hochspannung $U = 35$ kV, Emissionsstrom $I = 1,00$ mA einstellen und Hochspannung einschalten
- Spektrumaufnahme mit  starten
- Anschließend die Spektren für die Targets Cu, Zn und Pb aus den Targetsätzen K-Linien bzw. L-Linien-Fluoreszenz als Referenzspektren aufnehmen

Energiekalibrierung

Die Energiekalibrierung wird an den Spektren von Kupfer und Blei (Referenzspektren) durchgeführt.

- In den [Einstellungen EA](#) (rechte Maustaste) die [Energiekalibrierung](#) öffnen, **Global für alle Spektren auf diesem Eingang** wählen und rechts die Energien der Cu K_{α} -Linie (8,04 keV) und der Pb L_{α} -Linie (10,56 keV) eintragen.
- Im Kontext-Menü des Diagramms [Peakschwerpunkt berechnen](#) auswählen, die Cu K_{α} -Linie markieren und das Ergebnis links in die [Energiekalibrierung](#) eintragen (z. B. mit Drag & Drop aus der Statuszeile)

- Anschließend den Schwerpunkt der Pb L_{α} -Linie bestimmen und ebenfalls links eintragen
- Darstellung auf Energie umschalten (z. B. mit Drag & Drop von E_A ins Diagramm)

Auswertung

Zur Identifizierung und Beschriftung der Linien im Spektrum von Messing:

- Im Kontextmenü des Diagramms [Markierung setzen → Röntgenenergien → Fe](#) auswählen
- Anschließend die Linien von Zink (**Zn**) und Blei (**Pb**) einzeichnen

Es zeigt sich, dass der zweitgrößte Peak im Spektrum aus zwei nicht aufgelösten Linien besteht: Zn K_{α} und Cu K_{β} . Die Cu K_{β} -Linie ist zum Teil mit der Zn K_{α} -Linie überlagert.

Die Massenanteile der Legierungskomponenten werden durch Vergleichen von Höhen der stärksten Linien in dem Fluoreszenzspektrum von Messing und den Referenzspektren berechnet. Diese Linien sind: die K_{α} von Kupfer, die K_{α} von Zink und die L_{α} von Blei.

Zur Bestimmung der Höhen der Cu K_{α} und der Zn K_{α} muss das Fluoreszenzspektrum von Messing im Energiebereich von 7,5 keV bis 9,1 keV entfaltet werden. Dafür wird das Spektrum in diesem Bereich mit drei Gaußkurven gleicher Breite bei den bekannten Energien der Cu K_{α} -Linie ($E = 8,04$ keV), der Cu K_{β} -Linie (8,91 keV) und der Zn K_{α} -Linie (8,64 keV) angepasst. Dazu ist am Besten die Anpassung [Gaußkurven vorgegebener Energie](#) geeignet. Beim Markieren des Bereichs darauf achten, dass alle drei benötigten Energiemarkierungen im Bereich enthalten sind (die Pb L_{α} -Linie nicht mit markieren).

Das Resultat ist eine angepasste Kontur des Fluoreszenzspektrums. Die ermittelten Höhen H sind der Statuszeile zu entnehmen und zusammen mit den Dichten ρ von Cu ($\rho = 8,96$ g/cm³), Zn ($\rho = 7,10$ g/cm³) und Pb ($\rho = 11,34$ g/cm³) in die Darstellung **Massenanteil** einzutragen (z. B. durch Drag & Drop).

Das gleiche gilt für die Höhen H_0 der drei Referenzspektren. Wenn die drei Dichten und sechs Höhen eingetragen sind, werden die drei Massenanteile automatisch berechnet.

Die ermittelten Massenanteile der Legierungskomponenten der Messing-Probe stimmen mit der bekannten chemischen Zusammensetzung (CuZn39Pb3) gut überein.

Element	angegeben	experimentell
Kupfer	58 %	61,6 %
Zink	39 %	35,6 %
Blei	3 %	2,9 %

Zusatzinformationen

Das Beispiel von Kupfer-Zink-Legierungen (Messing) zeigt, wie die sekundäre Fluoreszenz die Form des Spektrums verändert. Bei Bestrahlung einer solchen Probe mit Röntgenphotonen werden die K-Linien sowohl von Kupfer als auch von Zink angeregt. Da aber die K_{β} -Linie von Zink ($E = 9,57$ keV) über der K-Kante von Kupfer liegt ($E = 8,99$ keV), kann sie "sekundär" auch die K-Linien von Kupfer anregen.

Deswegen ist in der aus der Probe emittierten Fluoreszenzstrahlung die Intensität der Kupfer-Linien auf Kosten der Zn K_{β} -Linie höher, und das Verhältnis der Intensitäten der Zn K_{α} - und der K_{β} -Linien stimmt nicht mit diesem Verhältnis in der Probe aus reinem Zink überein. Aus diesem Grund zeigt das an den K_{α} -Linien bestimmte Massenverhältnis der Legierungskomponenten einen etwas zu hohen Anteil an Kupfer.