

Röntgenfluoreszenzanalyse - Kalibrierung des Röntgenenergiedetektors (ArtikelNr.: P2544001)

Curriculare Themenzuordnung



Schwierigkeitsgrad



Schwer

Vorbereitungszeit



1 Stunde

Durchführungszeit



2 Stunden

empfohlene Gruppengröße



2 Schüler/Studenten

Zusätzlich wird benötigt:

- PC

Versuchsvarianten:

Schlagwörter:

Brems- und charakteristische Röntgenstrahlung, Energieniveaus, Fluoreszenzstrahlung, Leitungsvorgänge in Halbleitern, Dotierung von Halbleitern, pin-Dioden, Halbleiterenergiedetektoren, Vielkanalanalysatoren

Overview

Short description

Prinzip

Verschiedene Metallproben werden mit polychromatischer Röntgenstrahlung bestrahlt. Die Analyse der resultierenden Fluoreszenzstrahlung erfolgt mit Hilfe eines Halbleiterdetektors und eines nachgeschalteten Vielkanalanalysators. Die Intensitätsmaxima der entsprechenden charakteristischen Röntgenlinien werden ermittelt. Aus den vorgegebenen Energiewerten der charakteristischen Linien und den zuzuordnenden Kanälen des Vielkanalanalysators resultiert eine Kalibrierung des Halbleiterenergiedetektors.



Abb. 1: P2544001

Dieser Versuch ist in dem Erweiterungsset „XRM 4.0 X-ray Materialanalyse“ enthalten.

Equipment

Position	Material	Bestellnr.	Menge
1	XR 4.0 expert unit Röntgengerät, 35 kV	09057-99	1
2	XR 4.0 X-ray Goniometer	09057-10	1
3	XR 4.0 X-ray Einschub mit Wolfram-Röntgenröhre	09057-81	1
4	Vielkanalanalysator	13727-99	1
5	XR 4.0 X-ray Röntgenenergiedetektor (XRED)	09058-30	1
6	XR 4.0 X-ray Probensatz Metalle, Satz von 7 Stück für Röntgenfluoreszenz	09058-31	1
7	XR 4.0 X-ray Universal Kristallhalter für Röntgengerät	09058-02	1
8	measure Software Vielkanalanalysator	14452-61	1
9	XR 4.0 XRED Kabel, 2 m	09058-35	1
10	Abgeschirmtes Kabel BNC, l = 750 mm	07542-11	1

Tasks

1. Registrieren Sie die Spektren der von den Metallproben erzeugten Fluoreszenzstrahlungen.
2. Bestimmen Sie die Kanalzahlen der Intensitätsmaxima der charakteristischen Linien der entsprechenden Fluoreszenzstrahlungen.
3. Stellen Sie für zwei verschiedene Verstärkungsfaktoren des Vielkanalanalysators die vorgegebenen Linienenergien als Funktion der Kanalzahlen grafisch dar.

Setup and Procedure

Setup

- Adapterring auf den Eintrittstubus des Energiedetektors schrauben.
- Signal- und Versorgungskabel mit den Winkelsteckern an die entsprechenden Buchsen des Detektors anschließen.
- Signal- und Versorgungskabel an die entsprechenden Anschlüsse im Experimentierraum anschließen. In Abb. 2 ist der Anschluss für das Signalkabel rot gekennzeichnet, der für das Versorgungskabel grün. Entsprechend außen die X-RED Anschlüsse des Röntgengeräts (Siehe Abb. 3) mit dem Vielkanalanalysators(VKA) verbinden. Verbinden Sie das Signalkabel mit der Buchse „Input“ und das Versorgungskabel mit der Buchse „X-Ray Energy Det.“ des VKA verbinden.
- Energiedetektor in der Halterung des Schwenkarmes des Goniometers befestigen(Abb. 4). Beide Kabel sind mit ausreichender Länge so zu führen, dass eine ungehemmte Drehung des Goniometers über den gesamten Schwenkbereich gewährleistet ist.
- Verbindung zwischen VKA und Rechner mit Hilfe des USB-Kabels herstellen.

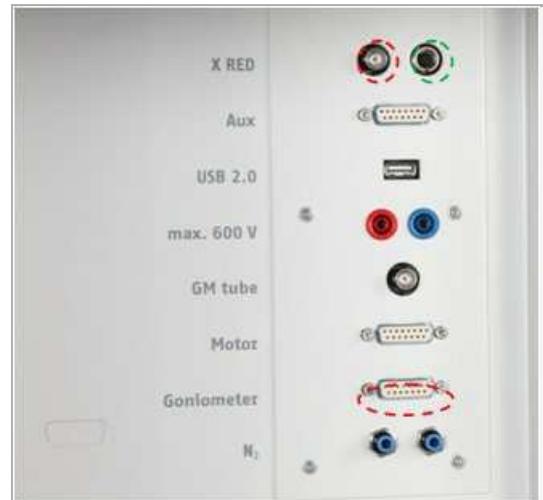


Abb. 2: Anschlüsse im Experimentierraum



Abb. 3: Anschluss des VKA

Procedure

Spektrenaufnahme

- Blendentubus mit 2-mm-Lochdurchmesser einsetzen.
- Goniometerblock und Detektor jeweils in ihre linken Endpositionen bringen, im 2:1-Koppelmodus den Detektor auf 90° drehen (Abb. 4)
- Metallprobe mit Universal-Kristallhalter einsetzen (Probe steht bei 45°)
- Betriebsdaten der Wolframröntgenröhre:
Anodenspannung $U_a = 35 \text{ kV}$ und Anodenstrom jeweils so einstellen, dass die Zählrate $\leq 300 \text{ Imp./s}$ beträgt.
-
- Im Programm „measure“ messgerät „Vielkanalanalysator“ auswählen und im erscheinenden Fenster „Spektrenaufnahme“. Verstärkungsfaktor 2 wählen, Offset ca. 5%.
- Messdauer 3 Minuten (5 min bei silber) (Timer des Röntgengerätes benutzen).
- Measuring time: 3 minutes (5 minutes for the Ag sample). Use the timer of the X-ray unit for this purpose.

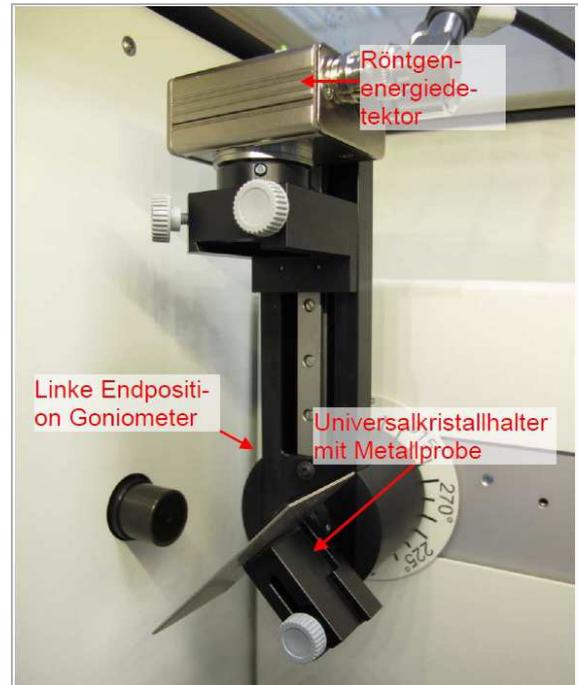


Abb. 4: Versuchsaufbau am Goniometer

Hinweis

Eine Zinn-Probe lässt sich leicht aus handelsüblichem Elektronik-Lötzinn herstellen, indem man mit Hilfe eines Feuerzeuges oder eines Lötkolbens vom Zinnfaden eine kleine Kugel abschmilzt und sie dann auf den Boden fallen lässt. Der so erzeugte kleine „Pfannkuchen“ dient dann als Probe. Fluoreszenzlinien der Legierungskomponenten des Lötzinns werden bei der Auswertung nicht berücksichtigt

Theory and Evaluation

Theory

Die Energieanalyse von Röntgenstrahlen mit Hilfe von Halbleiterdetektoren sei am Beispiel eines Si-pin-Detektors (p -Kontakt - intrinsisch = eigenleitend - n -Kontakt) kurz skizziert. Einfallende Röntgenquanten mit hinreichender Energie erzeugen im Si-Kristall durch Fotoeffekt freie Elektronen, deren kinetische Energie mit der Energie der Röntgenquanten korreliert ist. Die Elektronen erzeugen neben Photonenanregung auf ihrem Wege in der Sperschicht des Halbleiters Elektron-Loch-Paare, deren Anzahl wieder ein Maß für die Energie des einfallenden Quants ist. Löcher und Elektronen werden durch eine von außen angelegte Spannung abgesaugt und erzeugen so einen Ladungsimpuls. Die Höhe des Ladungsimpulses ist wiederum ein Maß für die Energie des einfallenden Röntgenquants.

Das so entstandene Impulshöhenspektrum wird anschließend durch einen Vielkanalanalysator (VKA) analysiert, indem verschiedene Impulshöhen bestimmten Kanälen zugeordnet werden. Impulse gleicher Spannungshöhe werden dann im gleichen Kanal aufsummiert.

Im letzten Schritt muss der Impulshöhe (= Kanalzahl) ein Energiewert zugeordnet werden.

Diese Energiekalibrierung kann - wie hier - mit Hilfe der charakteristischen Linien bekannter Energien von Röntgenfluoreszenzstrahlung erfolgen.

Evaluation

Auswertung der Messkurven

- Zur Bestimmung der Linienlage geht man von der Balken zur Kurvendarstellung über. Dazu „Darstellungsoptionen“, anschließend „Interpolation und Geraden“ anklicken. In Abb. 5a ist das Ergebnis exemplarisch am Spektrum der Zinkprobe dargestellt.
- Dehnung des betreffenden Linienbereichs mit Hilfe der „Zoomfunktion“
- Anschließend Kurvenbereiche nacheinander „markieren“, Fenster „Kurvenfitting“ öffnen und „skalierte Normalverteilung“ aussuchen und übernehmen (siehe Abb. 5b),
- Originalmesskurve ausblenden und die Bereiche der Normalverteilungen wieder markieren. Linienschwerpunkte der Normalverteilungen mit „Extrema anzeigen“ aufsuchen (s. Abb. 5c), oder mit Funktion „Vermessen“ bestimmen.

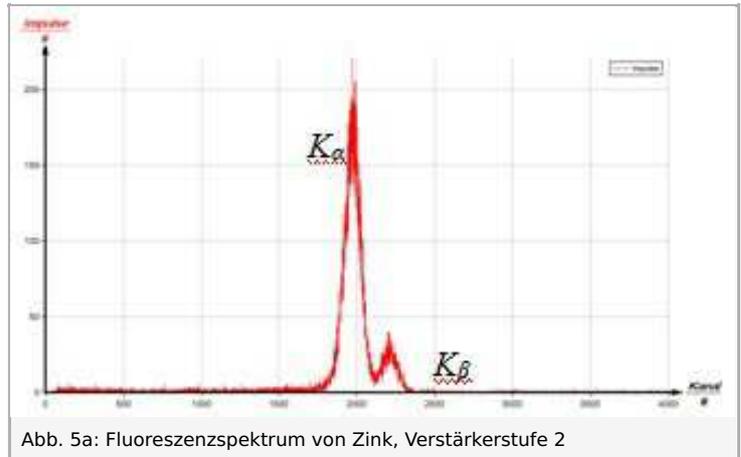


Abb. 5a: Fluoreszenzspektrum von Zink, Verstärkerstufe 2

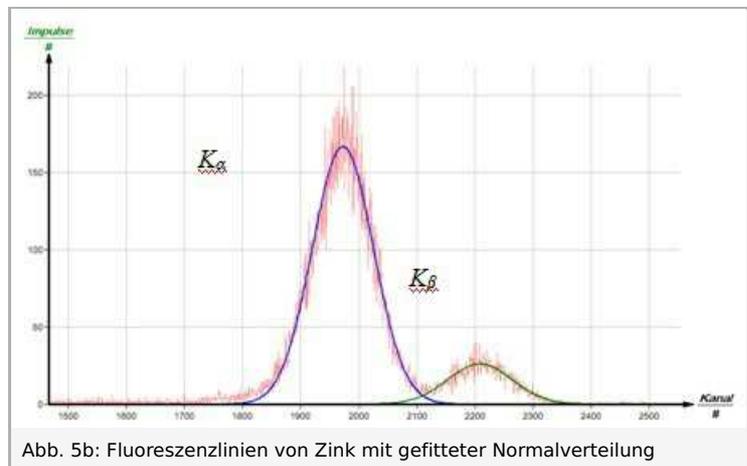


Abb. 5b: Fluoreszenzlinien von Zink mit gefitteter Normalverteilung

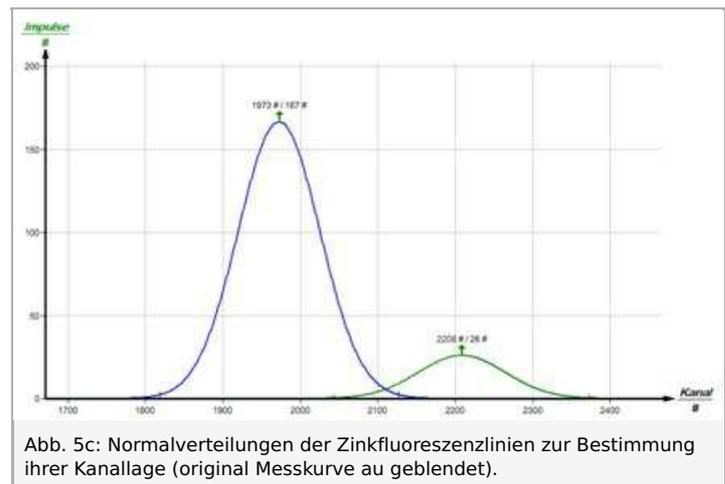
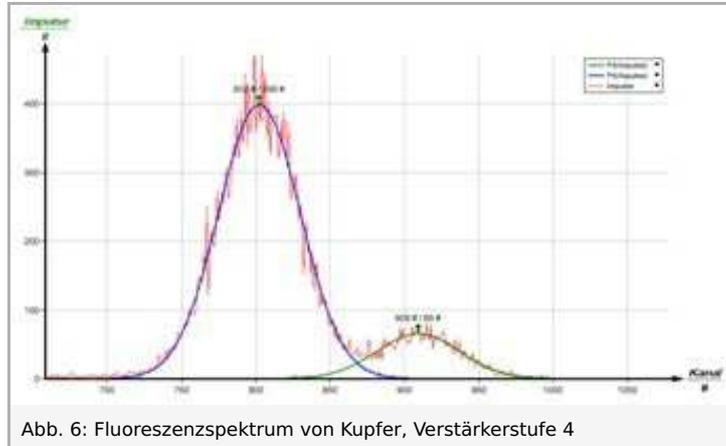


Abb. 5c: Normalverteilungen der Zinkfluoreszenzlinien zur Bestimmung ihrer Kanallage (original Messkurve ausgeblendet).

Task 1

Registrieren Sie die Spektren der von den Metallproben erzeugten Fluoreszenzstrahlungen.

Stellvertretend für Messungen mit einer Verstärkungsstufe 2 des VKA, ist in Abb. 6 das Fluoreszenzspektrum einer Kupferprobe dargestellt.



Task 2

Bestimmen Sie die Kanalzahlen der Intensitätsmaxima der charakteristischen Linien der entsprechenden Fluoreszenzstrahlungen.

In der nachfolgenden Tabelle sind die Ergebnisse der verschiedenen Spektren für zwei verschiedene Verstärkungsstufen des Analysators eingetragen. Die angegebenen Werte für die K_{α} -Linien sind gemittelte Energiewerte aus den $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ -Linien.

Da das Röntgengerät nur eine Strahlung mit einer Maximalenergie von 35 keV liefert, sind Analysen mit einer Verstärkungsstufe 1 des VKA hier nicht sinnvoll.

Tabelle: Zusammenhang zwischen Energie* und Kanalzahl

			Gain level 2	Gain level 4
Element	Line	E / keV	Channel number	Channel number
Fe	K_{α}	6,40	596	1402
Fe	$K_{\beta 1}$	7,06	680	1564
Ni	K_{α}	7,47	731	1671
Cu	K_{α}	8,04	802	1813
Ni	$K_{\beta 1}$	8,26	828	1857
Zn	K_{α}	8,63	877	1973
Cu	$K_{\beta 1}$	8,90	909	2027
Zn	K_{β}	9,57	995	2208
Ag	K_{α}	22,08	2595	
Ag	$K_{\beta 1}$	24,94	2958	

(* Energiewerte aus Handbook of Chemistry and Physics, CRC-Press,USA)

Task 3

Stellen Sie für zwei verschiedene Verstärkungsfaktoren des Vielkanalanalysators die vorgegebenen Linienenergien als Funktion der Kanalzahlen grafisch dar.

Die Tabellenwerte der Energie der Fluoreszenzlinien sind in den Abb. 7 (Verst.-Stufe 4) und Abb. 8 (Verst.-Stufe 2) als Funktion der experimentell bestimmten zugehörigen Kanalzahlen aufgetragen. Die eingezeichneten Ausgleichsgeraden in ihrer mathematischen Form helfen dann, die Energie einer unbekanntem Strahlung aus der zugehörigen Kanalzahl genau zu bestimmen. Beispielsweise hat eine Linie mit der Kanalzahl x nach Abb. 7 dann eine Energie von $E = (0,00434 x + 0,674) \text{ keV}$.

