

# Espectroscopía de fluorescencia de rayos X cualitativa en materiales aleados



Física

La Física Moderna

Física de Rayos-X



Nivel de dificultad

difícil



Tamaño del grupo

2



Tiempo de preparación

45+ minutos



Tiempo de ejecución

45+ minutos

This content can also be found online at:



<http://localhost:1337/c/63438223580cc1000395807a>

PHYWE



# Información para el profesor

## Aplicación

PHYWE



Montaje

La mayoría de las aplicaciones de los rayos X se basan en su capacidad para atravesar la materia. Como esta capacidad depende de la densidad de la materia, es posible obtener imágenes del interior de los objetos e incluso de las personas. Esto tiene un amplio uso en campos como la medicina o la seguridad.

## Información adicional para el profesor (1/2)

PHYWE



### Conocimiento previo

Los conocimientos previos necesarios para este experimento se encuentran en la sección de principio.



### Principio

La composición de diversas aleaciones se analiza con ayuda de rayos X policromáticos. La energía de las líneas de fluorescencia características de los componentes de la aleación se analiza con la ayuda de un detector semiconductor y un analizador multicanal. Los componentes de la aleación se identifican comparando las energías de las líneas con los valores correspondientes de la tabla.

## Información adicional para el profesor (2/2)

PHYWE



### Objetivo

El objetivo de este experimento es llegar a investigar los espectros de la radiación de fluorescencia.



### Tareas

1. Calibrar el detector de energía semiconductor con la ayuda de la radiación característica del tubo de rayos X de molibdeno.
2. Registrar los espectros de la radiación de fluorescencia que generan las muestras.
3. Determinar los valores de energía de las líneas de fluorescencia correspondientes e identificar los componentes de la aleación con la ayuda de los valores de la tabla.

## Principio

PHYWE

Cuando los rayos X interactúan con la materia, pierden energía debido a la dispersión Compton, la producción de pares y los efectos fotoeléctricos. En el rango de energía del que se dispone en este experimento, el efecto fotoeléctrico es el más importante. Esto significa que en el átomo en una de las capas inferiores se expulsa un electrón debido a la energía del fotón absorbido.

El espacio ahora libre es ocupado por un electrón de una de las capas superiores. La energía que se produce durante este proceso puede utilizarse para la expulsión de otro electrón de una de las capas superiores (efecto Auger) o para la generación de un fotón (radiación de fluorescencia). Dado que la energía de los niveles energéticos que intervienen en este proceso es específica para cada átomo, el tipo de átomo emisor puede determinarse en función de la energía de la radiación de fluorescencia. Para determinar el tipo de átomo, los valores energéticos experimentales se comparan con los valores de la tabla correspondiente (por ejemplo, "Handbook of Chemistry and Physics" - CRC-Press, Inc. USA). Durante la asignación de las líneas de fluorescencia, hay que tener en cuenta que las relajaciones que siguen al proceso de ionización primaria sólo pueden tener lugar si cumplen las reglas de selección cuántica-mecánica  $\Delta j = 0, \pm 1$  y  $\Delta l = \pm 1$  ( $j$  = momento angular total,  $l$  = momento angular orbital).

**Material**

| Posición | Material   | Artículo No. | Cantidad |
|----------|--|--------------|----------|
| 1        | XR 4.0 Unidad de rayos X, 35 kV                            | 09057-99     | 1        |
| 2        | XR 4.0 X-ray goniometro                                    | 09057-10     | 1        |
| 3        | X-ray Módulo enchufable con tubo de rayos X de cobre (Cu)  | 09057-51     | 1        |
| 4        | XR 4.0 Set de Extensión Análisis de Materiales con Rayos X | 09165-88     | 1        |

PHYWE



# Montaje y ejecución

## Montaje (1/2)

PHYWE

- Enroscar el anillo adaptador en el tubo de entrada del detector de energía y conectar los cables de señal y de alimentación a los puertos correspondientes del detector con la ayuda de los conectores en ángulo recto.
- Conectar los cables de señal y de alimentación a los puertos correspondientes de la cámara de experimentación del equipo de rayos X. En la figura 1, el puerto para el cable de señal está marcado en rojo y el puerto para el cable de alimentación está marcado en verde. Conectar los puertos X RED externos de la unidad de rayos X (ver la figura 2) al analizador multicanal (MCA). Conectar el cable de señal al puerto "Input" y el cable de alimentación al puerto "X-Ray Energy Det." del MCA.

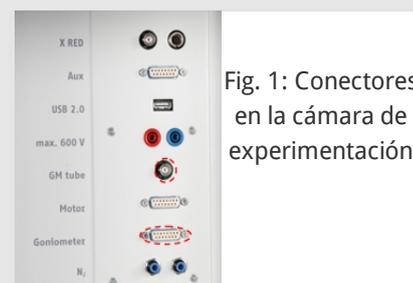


Fig. 1: Conectores en la cámara de experimentación



Fig. 2: Conexión del analizador multicanal

## Montaje (2/2)

PHYWE

- Fijar el detector de energía en el soporte del brazo giratorio del goniómetro. Colocar los dos cables con la longitud suficiente para que el goniómetro pueda girar libremente en todo su recorrido.
- Conectar el analizador multicanal y el ordenador con la ayuda del cable USB.

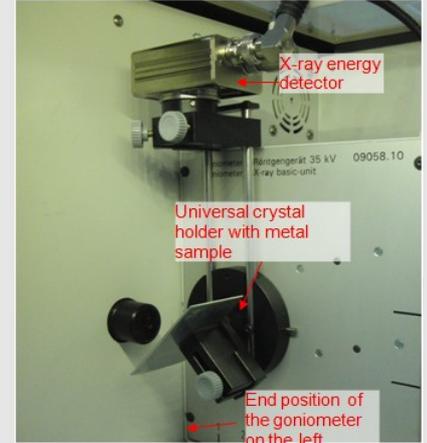


Fig. 3: Montaje del goniómetro

## Ejecución (1/4)

PHYWE

- Llevar el bloque del goniómetro y el detector a sus respectivas posiciones finales de la derecha.
- Introducir el tubo con la abertura de 1 mm en el tubo de salida del tubo de rayos X.
- Con la unidad de rayos X encendida y la puerta cerrada, llevar el detector a la posición  $0^\circ$ . A continuación, desplazar el detector unas décimas de grado fuera de la posición cero para reducir la tasa total.
- Datos de funcionamiento del tubo de rayos X de tungsteno: Seleccionar una tensión anódica  $U_A = 25 \text{ kV}$  y una corriente anódica  $I_A = 0,02 \text{ mA}$  y confirmar estos valores pulsando el botón "Enter".
- Encender la radiación X

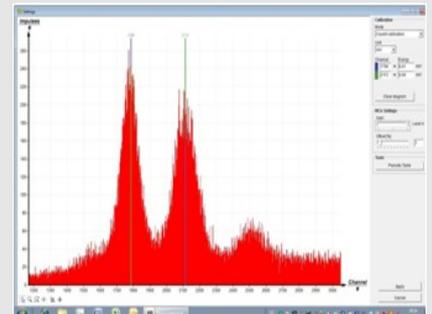


Fig. 4: Calibración del analizador multicanal

## Ejecución (2/4)

PHYWE

- En el programa MEASURE, seleccionar "Analizador multicanal" en "Gauge". A continuación, seleccionar "Ajustes y calibración". Tras pulsar el botón "Calibrar", se puede medir un espectro. La tasa de recuento debe ser  $< 300$  c/s. Ajustes de calibración de energía: - Calibración de 2 puntos, - Unidad = keV, Ganancia = 2 - Ajustar el offset de forma que se supriman las señales de ruido de baja energía (normalmente basta con unos pocos porcentajes), Ver Fig. 4.
- Tiempo de medición: 5 minutos. Utilizar el temporizador de la unidad de rayos X.
- Hacer que las dos líneas de calibración coloreadas sean congruentes con los centros de las dos líneas de rayos X características. Los valores de energía correspondientes (ver, por ejemplo, P2544705)  $E(L_3M_5/L_3M_4) = 8,41\text{keV}$  y  $E(L_2N_4) = 9,69\text{keV}$  se introducen en los campos correspondientes, según el color. (Nota: Dado que una separación de las líneas  $L_3M_4$  y  $L_3M_5$  líneas no es posible, el valor medio de ambas líneas se introduce como la energía de la línea).
- Poner un nombre a la calibración y guardarla.

## Ejecución (3/4)

PHYWE

### Grabación del espectro

- Introducir el tubo con la abertura de 2 mm.
- Llevar el bloque goniométrico y el detector a sus respectivas posiciones finales a la izquierda. Llevar el detector a la posición de  $90^\circ$  en el modo de acoplamiento 1:2.
- Introducir la muestra de metal con el soporte universal de cristales (muestra a  $45^\circ$ ).
- Datos de funcionamiento del tubo de rayos X de molibdeno: Ajustar la tensión del ánodo  $U_A = 35\text{ kV}$  y una corriente anódica para que la tasa de recuento sea  $\leq 300$  c/s.
- Tiempo de medición: 3 minutos (utilizar el temporizador de la unidad de rayos X).

## Ejecución (4/4)

PHYWE

### Resultados de las curvas de medición

- Para determinar la energía de la línea, pase de la visualización de barras a la visualización de curvas. Para ello, hacer clic en "Opciones de visualización" y luego en "Interpolación y líneas rectas".
- Ampliar la sección de la línea correspondiente con la ayuda de la función de zoom 
- A continuación, seleccionar la sección de la curva con Abrir la ventana "Ajuste de la función A  continuación, seleccionar "Distribución normal escalada" y confirmar. 
- Encontrar el centro de la línea de la distribución normal con "Análisis  de picos" o determinarlo con la función "Encuesta" 

PHYWE



## Resultados

## Resultados (1/7)

PHYWE

### Resultados de los espectros de fluorescencia de dos materiales magnéticos diferentes

Las figuras 5 y 6 muestran los espectros de fluorescencia de dos materiales magnéticos diferentes. La tabla 1 muestra la evaluación correspondiente.

Imán de NdFeB: El elemento boro con un  $K_{\alpha}$ -La línea de un nivel de energía de  $\sim 0,2$  keV no puede ser detectada por el detector de energía. La línea 4, que se encuentra en el lado de alta energía del Fe- $K_{\alpha}$ -línea, incluye las dos líneas Fe- $K_{\beta}$  y Nd- $L_{\gamma}$  que no pueden separarse en las condiciones actuales. El cuadro 1 muestra la evaluación de las líneas.

Fig. 5: Espectro de fluorescencia de un imán de NdFeB

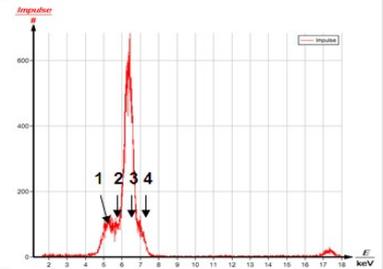
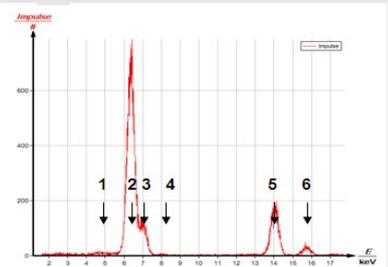


Fig. 6: Espectro de fluorescencia de la película magnética



## Resultados (2/7)

PHYWE

Película magnética: La tabla 2 muestra la evaluación de las líneas. El componente magnético de la película adhesiva consiste en un polvo de ferrita de estroncio que está unido a un sustrato termoplástico. La línea 1 de baja intensidad puede asignarse al cesio, aunque la  $K_{\alpha}$  transición (Cs- $E_K \sim 36$  keV) no puede ser estimulada en las condiciones actuales.

| Línea | $E_{exp}$ [keV] | $E_{it}$ [keV] | Transición   | Elemento |
|-------|-----------------|----------------|--------------|----------|
| 1     | $\sim 5.29$     | 5.21-5.23      | $L_{\alpha}$ | Nd       |
| 2     | 5.66            | 5.72           | $L_{\beta}$  | Nd       |
| 3     | 6.36            | 6.40           | $K_{\alpha}$ | Fe       |
| 4     | 7.01            | 7.06           | $K_{\beta}$  | Fe       |
|       |                 | 7.11           | $L_{\gamma}$ | Nd       |

Tabla 1: Imán de NdFeB

| Línea | $E_{exp}$ [keV] | $E_{it}$ [keV] | Transición   | Elemento |
|-------|-----------------|----------------|--------------|----------|
| 1     | $\sim 4.75$     | 4.72-4.78      | $L_{\beta}$  | Cs       |
| 2     | 6.36            | 6.40           | $K_{\alpha}$ | Fe       |
| 3     | 7.01            | 7.06           | $K_{\beta}$  | Fe       |
| 4     | 8.02            | 8.04           | $K_{\alpha}$ | Cu       |
| 5     | 14.06           | 14.16          | $K_{\alpha}$ | Se       |
| 6     | 15.74           | 15.83          | $K_{\beta}$  | Se       |

Cuadro 2: Película magnética (curva b)

## Resultados (3/7)

### Comparación de los espectros de fluorescencia del hierro y del acero

La figura 7 muestra el espectro del hierro y la figura 8 muestra el espectro del acero aleado para comparar. El cuadro 3 muestra el resultado.

Fig. 7: Espectro de fluorescencia del hierro

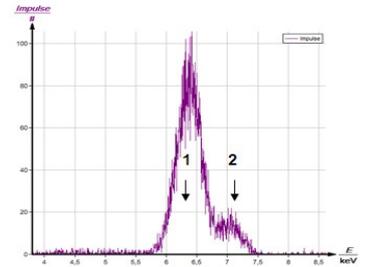
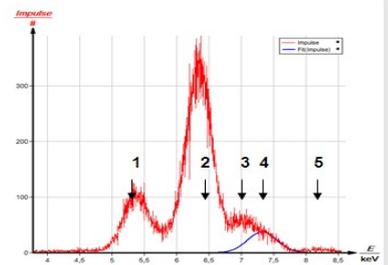


Fig. 8: Espectro de fluorescencia del acero aleado



| Línea | $E_{exp}$ [keV] | $E_{it}$ [keV] | Transición   | Elemento |
|-------|-----------------|----------------|--------------|----------|
| 1     | 6.36            | 6.40           | $K_{\alpha}$ | Fe       |
| 2     | 7.01            | 7.06           | $K_{\beta}$  | Fe       |

Cuadro 3: Hierro

## Resultados (4/7)

Hierro: Sólo existen las líneas  $K_{\alpha}$  y  $K_{\beta}$  del hierro. La tabla 3 muestra la evaluación de las líneas.

Acero (X5CrNi18-10): El cuadro 4 muestra el resultado de las líneas. Para que la línea 4 sea más clara, se ha resaltado con una distribución normal ajustada. A  $E = 5,95$  keV, la línea Cr- $K_{\beta}$ . La línea de fluorescencia sólo puede verse en la curva original. Las líneas de fluorescencia del espectro son todas parte de la misma  $K_{\alpha,\beta}$  transición de elementos contiguos en la tabla periódica de elementos. Dado que, como resultado de esto, se puede suponer un rendimiento fluorescente comparable, los máximos de las líneas indican aproximadamente los correspondientes componentes de la aleación. La aleación incluye el doble de cromo que de níquel.

| Línea | $E_{exp}$ [keV] | $E_{it}$ [keV] | Transición   | Elemento |
|-------|-----------------|----------------|--------------|----------|
| 1     | 5.41            | 5.41           | $K_{\alpha}$ | Cr       |
| 2     | 6.36            | 6.40           | $K_{\alpha}$ | Fe       |
| 3     | 7.01            | 7.06           | $K_{\beta}$  | Fe       |
| 4     | 7.41            | 7.46           | $K_{\alpha}$ | Ni       |
| 5     | 8.25            | 8.26           | $K_{\beta}$  | Ni       |

Cuadro 4: Acero

## Resultados (5/7)

PHYWE

### Espectro de fluorescencia del estaño de soldadura para aplicaciones electrónicas

La figura 9 muestra los espectros de fluorescencia del estaño de soldadura (información proporcionada por el fabricante:  $\text{Sn}_{60}\text{Pb}_{38}\text{Cu}_2$ ). La tabla 5 muestra la evaluación de las líneas. El estaño, que representa el 60% de la aleación, sólo proporciona líneas K de baja intensidad (10 y 11), ya que la energía de la radiación excitante es sólo ligeramente superior a la energía del nivel Sn-K ( $E_K \sim 29 \text{ keV}$ ). La intensidad de la radiación L blanda (línea 1) del estaño se reduce en parte por la absorción en la muestra (autoabsorción) y por la absorción en el aire. La línea de hierro (2) puede tener su origen en el material de la carcasa del detector, mientras que las líneas de molibdeno (8 y 9) son causadas por la radiación primaria que se dispersa en la muestra.

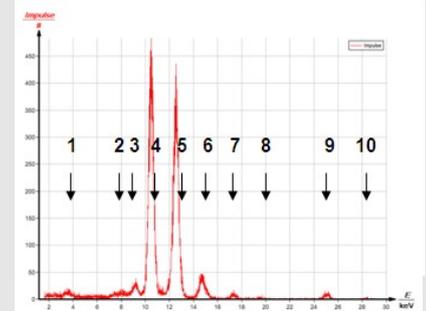


Fig. 9: Espectro de fluorescencia del estaño de soldadura

## Resultados (6/7)

PHYWE

| Línea | $E_{\text{exp}}$ [keV] | $E_{\text{it}}$ [keV] | Transición         | Elemento |
|-------|------------------------|-----------------------|--------------------|----------|
| 1     | 3.57                   | 3.66                  | $L_{\beta_1}$      | Sn       |
| 2     | 8.01                   | 8.04                  | $K_{\alpha}$       | Cu       |
| 3     | 9.16                   | 9.18                  | $L_1$              | Pb       |
| 4     | 10.48                  | 10.44/10.55           | $L_{\alpha_{1,2}}$ | Pb       |
| 5     | 12.54                  | 12.61                 | $L_{\beta_1}$      | Pb       |
| 6     | 14.73                  | 14.76                 | $L_{\gamma_1}$     | Pb       |
| 7     | 17.34                  | 17.48                 | $K_{\alpha}$       | Mo       |
| 8     | 19.54                  | 19.61                 | $K_{\beta}$        | Mo       |
| 9     | 25.10                  | 25.27                 | $K_{\alpha}$       | Sn       |
| 10    | 28.48                  | 28.48                 | $K_{\beta}$        | Sn       |

Tabla 5: Elementos del estaño de soldadura

## Resultados (7/7)

PHYWE

### Espectro de fluorescencia de un superconductor (YBaCu-O):

La figura 10 muestra el espectro de fluorescencia de un superconductor. La línea 1 incluye numerosas transiciones L del elemento bario.  $K_{\alpha,\beta}$  no pueden producirse transiciones, ya que la energía del nivel Ba-K ( $E_K \sim 37,5$  keV) es superior a la energía primaria disponible durante el experimento. Los pares de líneas 2,3 y 4,5 son causados por el cobre y el itrio.

| Línea | $E_{exp}$<br>[keV] | $E_{it}$<br>[keV] | Transición   | Elemento |
|-------|--------------------|-------------------|--------------|----------|
| 1     | 5.41               | 5.41              | $K_{\alpha}$ | Cr       |
| 2     | 6.36               | 6.40              | $K_{\alpha}$ | Fe       |
| 3     | 7.01               | 7.06              | $K_{\beta}$  | Fe       |
| 4     | 7.41               | 7.46              | $K_{\alpha}$ | Ni       |
| 5     | 8.25               | 8.26              | $K_{\beta}$  | Ni       |

Tabla 6: Elementos del superconductor

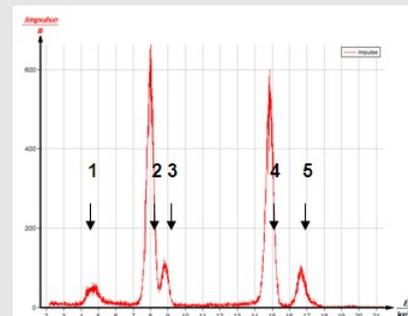


Fig. 10: Espectro de fluorescencia de un superconductor (YBaCu-O)