

Качественный рентгенофлуоресцентный анализ легированных материалов



Физика

Современная физика

Природа рентгеновского излучения и его применение



Уровень сложности

твёрдый



Размер группы

2



Время подготовки

45+ Минут



Время выполнения

45+ Минут

PHYWE
excellence in science

Общая информация

Описание

PHYWE
excellence in science

Экспериментальная установка

Большинство применений рентгеновских лучей основано на их способности проходить сквозь вещество. Поскольку эта способность зависит от плотности вещества, становится возможным получение изображений внутренних частей объектов и даже людей. Это находит широкое применение в таких областях, как медицина или безопасность.

Дополнительная информация (1/2)

PHYWE
excellence in science

Предварительные

знания



Предварительные знания, необходимые для этого эксперимента, приведены в разделе "Теория".

Принцип



Состав различных сплавов анализируется с помощью полихроматического рентгеновского излучения. Энергия характеристических линий флуоресценции компонентов сплава анализируется с помощью полупроводникового детектора и многоканального анализатора. Компоненты сплава идентифицируются путем сравнения энергий линий с соответствующими табличными значениями.

Дополнительная информация (2/2)

PHYWE
excellence in science

Обучение

цель



Задачи

Цель этого эксперимента - исследовать спектры флуоресцентного излучения.

1. Откалибруйте детектор энергии с помощью характеристического излучения молибденовой рентгеновской трубки.
2. Запишите спектры флуоресцентного излучения, создаваемого образцами.
3. Определите значения энергии соответствующих линий флуоресценции и определите компоненты сплава с помощью табличных значений.

Теория

Когда рентгеновские лучи взаимодействуют с веществом, они теряют энергию из-за комптоновского рассеяния, образования пар и фотоэлектрических эффектов. В диапазоне энергии, доступной во время этого эксперимента, фотоэлектрический эффект играет наиболее важную роль. Это означает, что в атоме на одной из нижних оболочек электрон выбрасывается за счет поглощенной энергии фотона. Теперь свободное пространство занимает электрон одной из высших оболочек. Энергия, выделяющаяся при этом процессе, может быть использована для выброса другого электрона из одной из высших оболочек (эффект Оже) или для генерации фотона (флуоресцентное излучение). Поскольку энергия уровней энергии, которые участвуют в этом процессе, зависит от атома, тип излучающего атома может быть определен на основе энергии флуоресцентного излучения. Для определения типа атома экспериментальные значения энергии затем сравниваются с соответствующими табличными значениями (например, «Справочник по химии и физике» - CRC-Press, Inc., США). При присвоении линий флуоресценции необходимо учитывать, что релаксации, которые следуют за процессом первичной ионизации, могут иметь место только в том случае, если они удовлетворяют квантово-механическим правилам отбора $\Delta j = 0, \pm 1$ и $\Delta l = \pm 1$ (j = полный угловой момент, l = орбитальный угловой момент).

Оборудование

Позиция	Материал	Пункт No.	Количество
1	XR 4.0 X-ray Базовая рентгеновская установка, 35 кВ	09057-99	1
2	XR 4.0 X-ray Гониометр для рентгеновской установки, 35 кВ	09057-10	1
3	XR4 Съёмная рентгеновская трубка Plug-in Cu tube	09057-51	1
4	XR 4.0 X-ray Рентгеновский анализ материалов, расширение	09165-88	1

PHYWE
excellence in science



Подготовка и выполнение работы

Подготовка (1/2)

PHYWE
excellence in science

- Навинтите переходное кольцо на входную трубку детектора энергии и подключите сигнальный и питающий кабели к соответствующим портам детектора с помощью угловых штекеров.
- Подключите сигнальный и питающий кабели к соответствующим портам в экспериментальной камере рентгеновской установки. На рис.1 порт для сигнального кабеля обозначен красным цветом, а порт для кабеля питания - зеленым. Подключите внешние порты X RED рентгеновской установки (см. рис. 2) к многоканальному анализатору (МСА). Подключите сигнальный кабель к порту "Вход", а питающий кабель - к порту "Детектор энергии рентгеновского излучения" МСА.

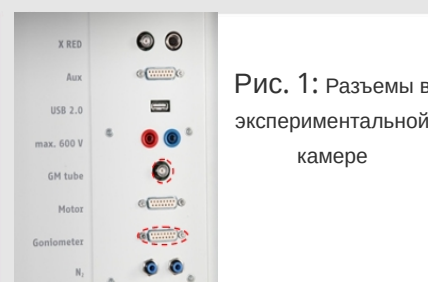


Рис. 1: Разъемы в экспериментальной камере



Рис. 2: Подключение многоканального анализатора

Подготовка (2/2)

PHYWE
excellence in science

- Закрепите детектор энергии в держателе поворотного кронштейна гониометра. Проложите два кабеля достаточной длины, чтобы гониометр мог свободно поворачиваться во всем диапазоне.
- Соедините многоканальный анализатор и компьютер с помощью USB-кабеля.



Рис. 3: Установка гониометра

Выполнение работы (1/4)

PHYWE
excellence in science

- Переместите блок гониометра и детектор в соответствующие крайние положения справа.
- Вставьте диафрагму с диаметром отверстия 1 мм в выходную трубку рентгеновской трубки.
- Включите рентгеновскую установку и заблокируйте дверцу, переведите детектор в положение 0°. Затем сместите детектор на несколько десятых градуса от нулевого положения, чтобы уменьшить общую скорость.
- Рабочие характеристики вольфрамовой или медной рентгеновской трубки: Выберите анодное напряжение $U_A = 25 \text{ кВ}$ и анодный ток $I_A = 0,02 \text{ мА}$ и подтвердите эти значения нажатием кнопки "Enter".
- Включить рентгеновское излучение.

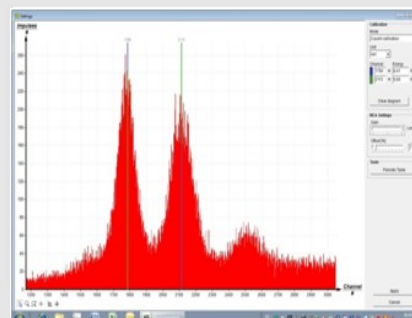


Рис. 4: калибровка многоканального анализатора

Выполнение работы (2/4)

- В программе MEASURE выберите "Многоканальный анализатор" в разделе "Датчик". Затем выберите "Настройки и калибровка". После нажатия кнопки "Калибровка" можно измерить спектр. Скорость счета должна быть < 300 имп/с. Настройки калибровки по энергии: - калибровка по 2 точкам, - единица измерения = кэВ, усиление = 2 - установите смещение так, чтобы подавить низкоэнергетические сигналы шума (обычно достаточно нескольких процентов), см. рис. 4.
- Время измерения: 5 минут. Используйте таймер рентгеновской установки.
- Сделайте две цветные калибровочные линии совпадающими с центрами линий двух характеристических рентгеновских линий. Соответствующие значения энергии (см., например, P2544705) $E(L_3M_5/L_3M_4) = 8,41 \text{ кэВ}$ и $E(L_2N_4) = 9,69 \text{ кэВ}$ вводятся в соответствующие поля, в зависимости от цвета. (Примечание: Поскольку разделение линий L_3M_4 и L_3M_5 не представляется возможным, в качестве энергии линии вводится среднее значение обеих линий).
- Назовите и сохраните калибровку.

Выполнение работы (3/4)

Запись спектра

- Вставьте диафрагму с отверстием 2 мм.
- Переместите блок гониометра и детектор в соответствующие крайние положения слева. Приведите детектор в положение 90° в режиме сопряжения 1:2 (рис. 3).
- Вставьте металлический образец с помощью универсального держателя кристаллов (образец находится под углом 45°).
- Рабочие характеристики молибденовой или медной рентгеновской трубки: Выберите анодное напряжение $U_A = 35 \text{ кВ}$ и анодный ток таким образом, чтобы скорость счета для каждого из образцов составляла ≤ 300 имп/с
- Время измерения: 3 минуты (используйте таймер рентгеновской установки).

Выполнение работы (4/4)

PHYWE
excellence in science

Оценка кривых измерения

- Чтобы определить энергию линии, переключитесь с отображения полос на отображение кривых. Для этого нажмите "Параметры отображения", а затем "Интерполяция и прямые линии".
- Увеличить соответствующий участок линии с помощью функции масштабирования 
- Затем выберите участок кривой с помощью  Откройте окно "Подгонка функции". Затем выберите "Масштабированное нормальное распределение" и подтвердите. 
- Найдите центр линии нормального распределения с помощью функции "Анализ пиков"  или определите его с помощью функции "Обзор" 

PHYWE
excellence in science

Оценка

Оценка (1/7)

PHYWE
excellence in science

Оценка спектров флуоресценции двух различных магнитных материалов

На рисунках 5 и 6 показаны спектры флуоресценции двух различных магнитных материалов. В таблице 1 приведена соответствующая оценка.

Магнит *NdFeB*: Элемент бор с K_{α} -линией с уровнем энергии $\sim 0,2$ кэВ не может быть обнаружен детектором энергии. Линия 4, которая расположена на высокоэнергетической стороне $Fe-K_{\alpha}$ -линии, включает две линии $Fe-K_{\beta}$ и $Nd-L_{\gamma}$ которые невозможно разделить в настоящих условиях. Таблица 1 показывает оценку линий.

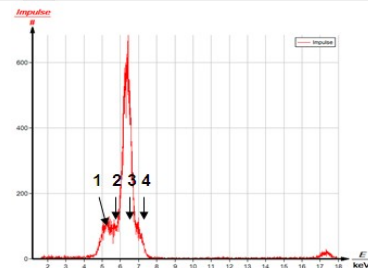
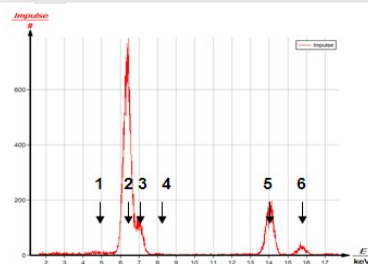
Рис. 5: Спектр флуоресценции магнита из *NdFeB*

Рис. 6: Спектр флуоресценции магнитной пленки



Оценка (2/7)

PHYWE
excellence in science

Магнитная пленка: Таблица 2 показывает оценку линий. Магнитный компонент пленки состоит из порошка феррита стронция, связанного с термопластической подложкой. Линию низкой интенсивности 1 можно отнести к цезию, хотя K_{α} переход ($Cs-E_K \sim 36$ кэВ) не может быть стимулирован в настоящих условиях

Линия	$E_{\text{эксп}}, \text{кэВ}$	$E_{\text{таб}}, \text{кэВ}$	Переход	Элемент
1	~ 5.29	5.21-5.23	L_{α}	Нд
2	5.66	5.72	L_{β}	Нд
3	6.36	6.40	K_{α}	Fe
4	7.01	7.06	K_{β}	Fe
		7.11	L_{γ}	Нд

Таблица 1:
Магнит
NdFeB

Линия	$E_{\text{эксп}}, \text{кэВ}$	$E_{\text{таб}}, \text{кэВ}$	Переход	Элемент
1	~ 4.75	4.72-4.78	L_{β}	Cs
2	6.36	6.40	K_{α}	Fe
3	7.01	7.06	K_{β}	Fe
4	8.02	8.04	K_{α}	Cu
5	14.06	14.16	K_{α}	Se
6	15.74	15.83	K_{β}	Se

Таблица 2: Магнитная пленка
(кривая b)

Оценка (3/7)

Сравнение спектров флуоресценции железа и стали

На рисунке 7 показан спектр железа, а на рисунке 8 - спектр легированной стали для сравнения. В таблице 3 приведена их оценка.

Рис. 7: Спектр флуоресценции железа

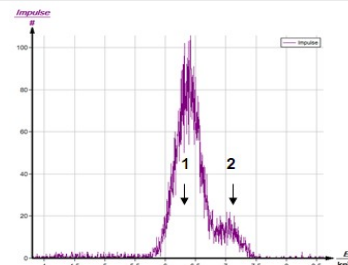
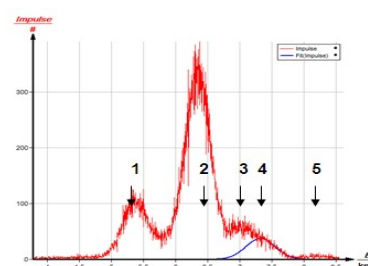


Рис. 8: Спектр флуоресценции легированной стали

Линия $E_{\text{эксп}}$, кэВ $E_{\text{лит}}$, кэВ Переход Элемент

1	6.36	6.40	K_{α}	Fe
2	7.01	7.06	K_{β}	Fe

Таблица 3: Железо

Оценка (4/7)

Железо: Имеются только линии K_{α} и K_{β} железа. В таблице 3 приведена оценка этих линий.

Сталь ($\backslash(X5CrNi18-10\backslash)$): В таблице 4 показана оценка линий. Чтобы сделать линию 4 более понятной, она выделена подобранным нормальным распределением. При $E = 5,95$ кэВ, Cr — K_{β} -линия видна только на исходной кривой. Все линии флуоресценции спектра являются частью одного и того же перехода $K_{\alpha,\beta}$ элементов, которые примыкают друг к другу в периодической таблице элементов. Поскольку в результате этого можно предположить сравнимый выход флуоресценции, максимумы линий примерно указывают на соответствующие составляющие сплава. Сплав содержит в два раза больше хрома, чем никель.

Линия	$E_{\text{эксп}}$, кэВ	$E_{\text{лит}}$, кэВ	Переход	Элемент
1		5.41	K_{α}	Cr
2	6.36	6.40	K_{α}	Fe
3	7.01	7.06	K_{β}	Fe
4	7.41	7.46	K_{α}	Ni
5	8.25	8.26	K_{β}	Ni

Таблица 4: Сталь

Оценка (5/7)

PHYWE
excellence in science

Спектр флуоресценции припоя олова для электронных приложений

На рисунке 9 показаны спектры флуоресценции припоя олова (информация предоставлена производителем: $\text{Sn}_{60}\text{Pb}_{38}\text{Cu}_2$). В таблице 5 приведена оценка линий. Олово, составляющее 60% сплава, дает только К–линии малой интенсивности (10 и 11), поскольку энергия возбуждающего излучения лишь ненамного превышает энергию уровня ($E_K \sim 29$ кэВ). Интенсивность мягкого L–излучения (линия 1) олова частично уменьшается за счет поглощения в образце (самопоглощение) и поглощения в воздухе. Линия железа (2) может исходить из материала корпуса детектора, а линии молибдена (8 и 9) вызваны первичным излучением, которое рассеивается на образце.

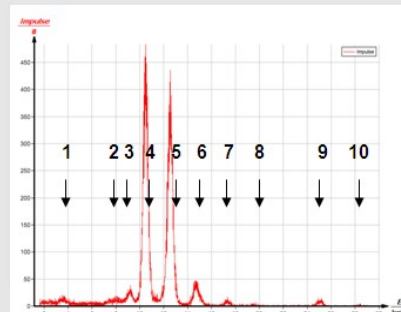


Рис. 9: Спектр флуоресценции припоя олова

Оценка (6/7)

PHYWE
excellence in science

Линия	$E_{\text{эксп}}$, кэВ	$E_{\text{лит}}$, кэВ	Переход	Элемент
1	3.57	3.66	L_{β_1}	Sn
2	8.01	8.04	K_{α}	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_{β_1}	Pb
6	14.73	14.76	L_{γ_1}	Pb
7	17.34	17.48	K_{α}	Mo
8	19.54	19.61	K_{β}	Mo
9	25.10	25.27	K_{α}	Sn
10	28.48	28.48	K_{β}	Sn

Таблица 5: Элементы припоя олова

Оценка (7/7)

Спектр флуоресценции сверхпроводника (YBaCu-O):

На рисунке 10 показан спектр флуоресценции сверхпроводника. Линия 1 включает многочисленные L – переходы элемента бария. $K_{\alpha,\beta}$ переходы не могут быть произведены, поскольку энергия уровня $Ba - K$ ($E_K \sim 37,5$ кэВ) выше, чем первичная энергия, которая доступна во время эксперимента. Пары линий 2,3 и 4,5 обусловлены медью и иттрием.

Линия $E_{\text{эксп}}$, кэВ $E_{\text{ит}}$, кэВ Переход Элемент

1	5.41	5.41	K_{α}	Cr
2	6.36	6.40	K_{α}	Fe
3	7.01	7.06	K_{β}	Fe
4	7.41	7.46	K_{α}	Ni
5	8.25	8.26	K_{β}	Ni

Таблица 6:
Элементы
сверхпроводника

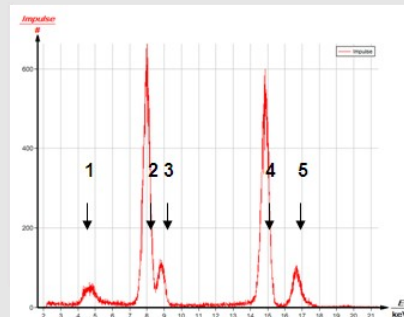


Рис. 10: Спектр
флуоресценции
сверхпроводника (YBaCu-O)