

## Ćwiczenie nr 2

# *Zastosowanie fluorescencji rentgenowskiej wzbudzanej źródłami promieniotwórczymi do pomiarów grubości powłok*



POLITECHNIKA WARSZAWSKA

Wydział Fizyki, 2009 r.

## I Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest:

- Zapoznanie się ze zjawiskiem fluorescencji rentgenowskiej a w szczególności z możliwością wykorzystania tego zjawiska w pomiarach.
- Poznanie budowy i działania prostego analizatora fluorescencyjnego.
- Wykonanie przykładowego skalowania tego przyrządu jako miernika grubości powłok

Przed przystąpieniem do wykonania ćwiczeń należy zapoznać się z następującymi zagadnieniami:

- Zjawisko fluorescencji rentgenowskiej (XRF)
- Stan wzbudzenia atomu.
- Sposoby wprowadzania pierwiastków w stan wzbudzenia.
- Cechy charakterystyczne promieniowania fluorescencyjnego.
- Detekcja promieniowania fluorescencyjnego.
- Rodzaje detektorów ich wydajność i zdolność rozdzielcza.

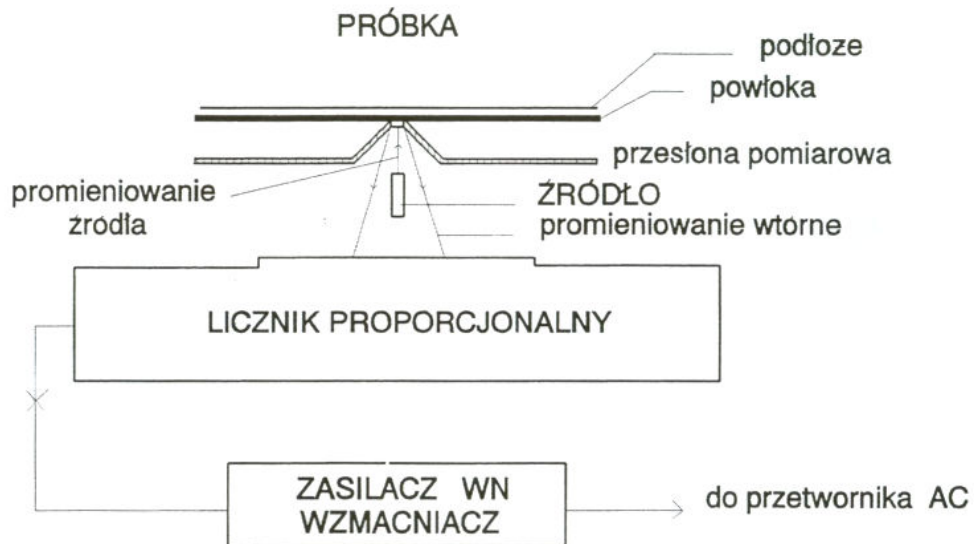
## II Zapoznanie się z budową prostego urządzenia wykorzystującego zjawisko fluorescencji rentgenowskiej.

Analizator AF-20 może pracować jako analizator składu substancji ale głównie przeznaczony jest do pomiarów grubości powłok. Ma on kompaktną geometrię i jest przystosowany do pracy z małymi gabarytowo źródłami wzbudzającymi charakterystyczne promieniowania pierwiastków. Geometrię pomiaru przedstawia szkicowo Rys.1.

Licznik podobnie jak źródło może być wymieniany w zależności od wymagań zagadnienia pomiarowego dla którego przyrząd jest przeznaczony. Wymianę źródła lub przesłony pomiarowej może wykonać każdy użytkownik operując pokrętkami na płycie czołowej przyrządu. Wymiana licznika jest możliwa do wykonania przez wytwórcę przyrządu lub przeszkolonego pracownika.

Miernik AF-20 jest wyposażony w wyświetlacz ulokowany z lewej strony płyty czołowej oraz w klawiaturę alfanumeryczną. Umożliwia ona ustawienia i odczyty podstawowych parametrów analizatora (np. wysokie napięcie dla detektora, czas pomiaru itp.) jak i odczyty wyników uzyskiwanych w trakcie pomiarów.

Analizator umożliwia zdejmowanie widma badanej próbki i jego odczyt kanał po kanale oraz odczyt sumy zliczeń w oknie pomiarowym wybranym i ustawionym ręcznie (próg dolny i górny).



Rys. 1. Geometria w układzie do pomiarów grubości powłok

Całość wyników może być drukowana na drukarce lub przesyłana portem RS232 do komputera. Pomijając układ pomiarowy analizatora AF-20 (zworka na ścianie tylnej otwarta) można widmo próbki rejestrować i oglądać na zewnętrznym analizatorze wielokanałowym. Ustalenie warunków pomiaru (materiał i średnica diafragmy, czas pomiaru itp.) jest wówczas szybsze jednak po zafiksowaniu ich należy zdjąć widmo badanej próbki analizatorem AF-20 i według tego widma ustawić progi zliczeń.

### III Oznaczanie podstawowych parametrów charakteryzujących przyrząd.

*(jeżeli dysponujemy wielokanałowym analizatorem amplitudy impulsów)*

1. Zdjąć osłonę źródła, włożyć przeznaczoną do pomiarów diafragmę o średnicy okna pomiarowego 8mm.
2. Rozłączyć zworkę 2 gniazd „lemo” na płycie tylnej analizatora. Gniazdo lewe połączyć kablem z wielokanałowym analizatorem amplitudy impulsów (np. TUKAN, CANBERRA). Włączyć do sieci 220V oba przyrządy. Na przesłonie położyć wzorec żelaza. Ustawić parametry analizatora wielokanałowego tak aby widmo żelaza było w zakresie skali (256 lub 512 kanałów).

3. *Zmierzyć widma promieniowania charakterystycznego serii  $K_\alpha$  dwóch pierwiastków o możliwie dużej różnicy liczb atomowych które mogą jeszcze być wzbudzone źródłem Am-241 ( $E=59,6\text{keV}$ ). Pierwiastki wybrać posługując się TABELĄ 1 zawierającą informacje o energiach promieniowania charakterystycznego wszystkich pierwiastków. *Obliczyć energetyczną zdolność rozdzielczą układu pomiarowego dla promieniowania fluorescencyjnego tych pierwiastków.**
4. *Sporządzić charakterystykę energetyczną analizatora dla energii promieniowania charakterystycznego pierwiastków od Ca (Ti) do Sn (Ba). Posługując się TABELĄ 1 odczytać energie promieniowania fluorescencyjnego  $E$  każdego z mierzonych pierwiastków. *Wykreślić wykres kanał  $K$  (położenie środka piksu) w funkcji energii  $E$ .**
5. Odłączyć analizator wielokanałowy i zewrzeć wtyki „lemo” zworką.

#### **IV. Pomiary grubości powłok srebra na miedzi.**

##### *1. Zapoznanie się z obsługą analizatora AF-20*

Do bieżącej obsługi analizatora służy klawiatura wykonana w oparciu o technikę foliową oraz zespół wyświetlacza podający kolejne informacje w oknach przełączanych klawiszem [ESC]. Poszczególne parametry zmieniamy przesuwając kursor [K] we właściwe miejsce oraz zmieniając wartość wskazaną przez kursor przyciskiem [Z] (od 0 do 9). Po ustaleniu wszystkich dostępnych w danym oknie parametrów, klawiszem [ESC] wprowadzamy ustawione dane do pamięci i przechodzimy do następnego okna.

Okno główne menu programu wyświetla w pierwszej linii bieżącą datę i czas. W następnych wierszach podane są symbole klawiszy których wciśnięcie rozpoczyna:

- [P] - pomiar
- [D] - wydruk wyników
- [W] - przeglądanie wyników na wyświetlaczu
- [T] - transmisję danych do komputera
- [Z] - ustawienie daty i czasu
- [U] - ustawienie napięcia zasilania licznika proporcjonalnego
- [K] - kasowanie dotychczasowych wyników lub po wciśnięciu [ESC] wprowadzanie nowych współczynników

[ESC] - podświetlanie lub wyłączanie wyświetlacza

Szczegółowo czynności związane z pomiarem i przeglądaniem otrzymanych wyników na wyświetlaczu można poznać korzystając z opisu technicznego Analizatora Fluorescencyjnego AF-20 dołączonego do niniejszej pracy.

2. *Zmierzenie widma promieniowania wstecznego od próbek o grubości 4,2 i 8,2  $\mu\text{m}$  srebra na miedzi.*

Położyć kolejno próbkę na otworze przesłony i wykonać pomiar po uprzednim ustawieniu czasu pomiaru 200s. Po pomiarach z menu głównego wejść w wyniki przyciskiem [W] , dalej [D], następnie zmieniając numer kanału (kursor[K], zmiana [Z]) odczytywać i zapisywać wyniki kolejno dla danej próbki, zmienić próbkę przez [ESC] i zmiana [Z], przejść dalej [D] i ponownie zapisać wyniki drugiej próbki.

Wykreślić widma promieniowania wstecznego (Kanał – Zliczenia) tych próbek i wybrać okna pomiarowe dla pików  $K_{\alpha}$  Cu oraz  $K_{\alpha}$  Ag.

3. *Pomierzyć widma grupy wzorców Ag/Cu w kolejności rosnącej grubości  $d$  srebra, czas pomiaru 90s.*
4. *Ustawić progi pomiarowe  $P_d$  i  $P_g$  dla okna Cu, odczytać sumy zliczeń w oknie  $N_{Cu}$  dla całego zestawu  $n$  mierzonych próbek. Zmienić ustawienia progów na  $P_d$  i  $P_g$  dla Ag i odczytać liczby zliczeń w oknie srebra  $N_{Ag}$ . Sporządzić wykresy  $N_{Cu} = f(d)$  oraz  $N_{Ag} = f(d)$*

Jeżeli krzywa skalowania w danym zakresie grubości może być prostą – obliczyć parametry tej prostej  $d_p = aN + b$  metodą najmniejszych kwadratów oraz średnie odchylenie standardowe oznaczeń grubości od prostej regresji.

$$s(d) = \sqrt{\frac{\sum (d_p - d)^2}{(n-1)}}$$

## V. **Analiza składu substancji na przykładzie stopów cyna-olów.**

1. *Zmierzyć widmo wzorca stopu 48% Sn - 52% Pb (LC48)*
2. *Odczytać wyniki, wykreślić widma i wybrać okna pomiarowe dla promieniowania fluorescencyjnego linii  $L_{\alpha\beta}$  ołowiu oraz  $K_{\alpha}$  cyny.*

3. Pomierzyć widma szeregu dostępnych wzorców Sn-Pb w kolejności rosnącej zawartości Sn ( $C_{Sn}$ ). Czas pomiaru 120s. Odczytać dla zmierzonych wzorców sumy zliczeń w oknach Pb ( $N_{Pb}$ ) i Sn ( $N_{Sn}$ ).
4. Sporządzić wykresy zależności

$$C_{Sn} = f(N_{Sn})$$

$$C_{Pb} = f(N_{Pb})$$

Znaleźć w tablicach współczynniki pochłaniania cyny i ołowiu dla wybranych energii promieniowania występujących podczas pomiarów. Przeanalizować wpływ na kształt krzywej skalowania tych współczynników. Jakie dodatkowe zjawisko występuje przy wzbudzaniu promieniowania charakterystycznego serii L ołowiu?

## VI. Literatura uzupełniająca.

1. Bohdan Dziunikowski. *Podstawy rentgenowskiej radioizotopowej analizy fluorescencyjnej*. Skrypty uczelniane AGH Nr 680, Kraków 1979r.
2. Bohdan Dziunikowski. *Energy dispersive X-Ray Fluorescence Analysis*. PWN, Warszawa 1989r.