

MDZWP – Forschungsseminar 13.03.2018

Experimentelle Konzeptionierung einer RFA– Einheit auf Basis des pyroelektrischen Effekts

K. Harnisch, M. Wilke, Dr. W. Knapp, Prof. Dr.–Ing. habil. T. Halle

M.Sc. Karsten Harnisch

Otto–von–Guericke Universität Magdeburg
Institut für Werkstoff– und Fügetechnik
Große Steinernetischstr. 6, Raum 215
D–39104 Magdeburg
Tel.: 0391–67–54515
karsten.harnisch@ovgu.de

MEMORIAL



Gliederung

1. Motivation
2. Theoretische Grundlagen
 - 2.1 Pyroelektrischer Effekt
 - 2.2 Röntgenfluoreszenzanalyse unter Nutzung des pyroelektrischen Effekts
3. Experimentelles
 - 3.1 Versuche in der Vakuumkammer des REM
 - 3.2 Versuche in einem evakuierten Rohrstück
4. Ergebnisse und Auswertung
5. Zusammenfassung
6. Aktuelle Fortschritte

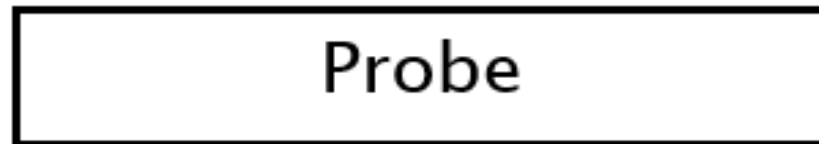
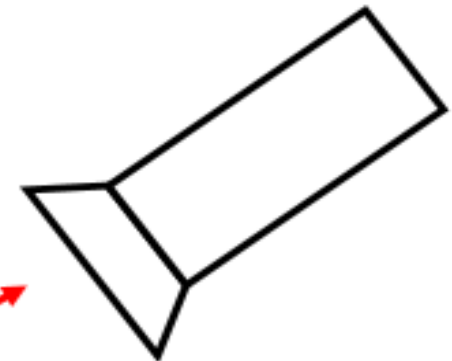
1. Motivation

- Röntgenfluoreszenzanalyse zur chemischen Analyse von Werkstoffen
- bietet zahlreiche Vorteile

Strahlungsquelle



Detektor



- verschiedene Quellen zur Erzeugung der Primärstrahlung möglich
- Nutzung des pyroelektrischen Effekts

2. Theoretische Grundlagen

2.1 Pyroelektrischer Effekt

- u.a. Lithiumtantalat, Lithiumniobat
- permanentes elektrisches Dipolmoment \rightarrow spontane (permanente) Polarisation
- Veränderung der Temperatur \rightarrow Veränderung der Polarisation

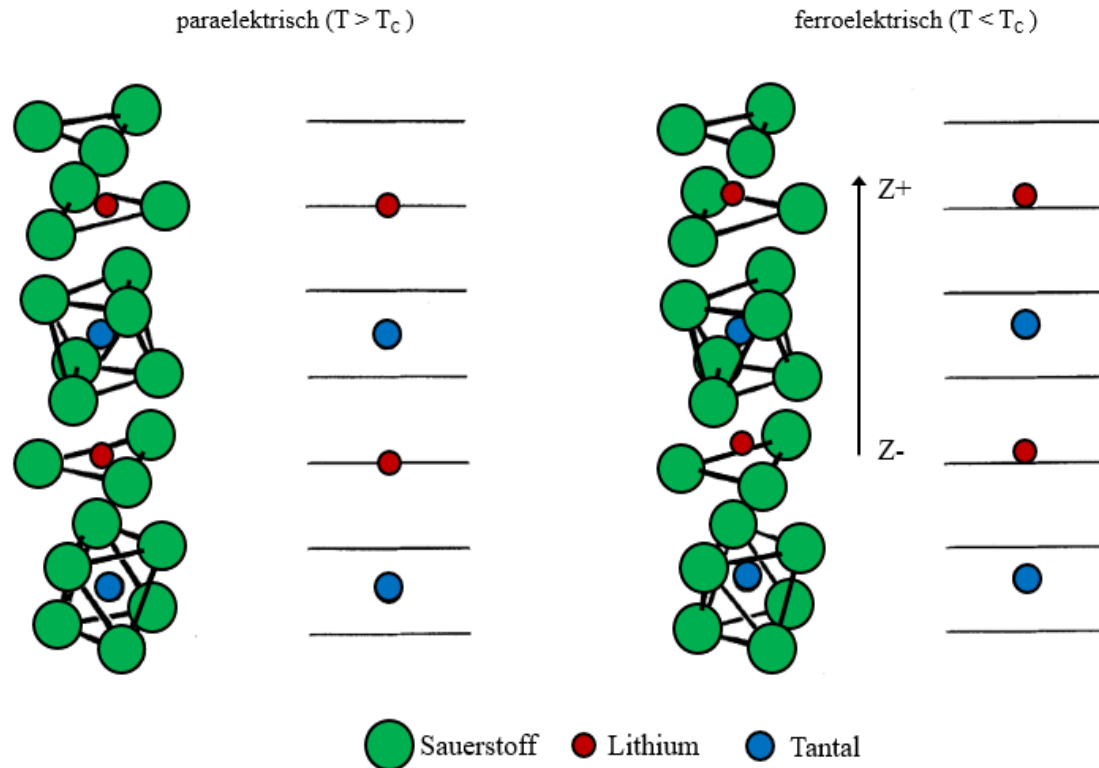


Abbildung nach: Weis, Gaylord: Lithium Niobate: Summary of Physical Properties and Crystal Structure

2. Theoretische Grundlagen

2.1 Pyroelektrischer Effekt

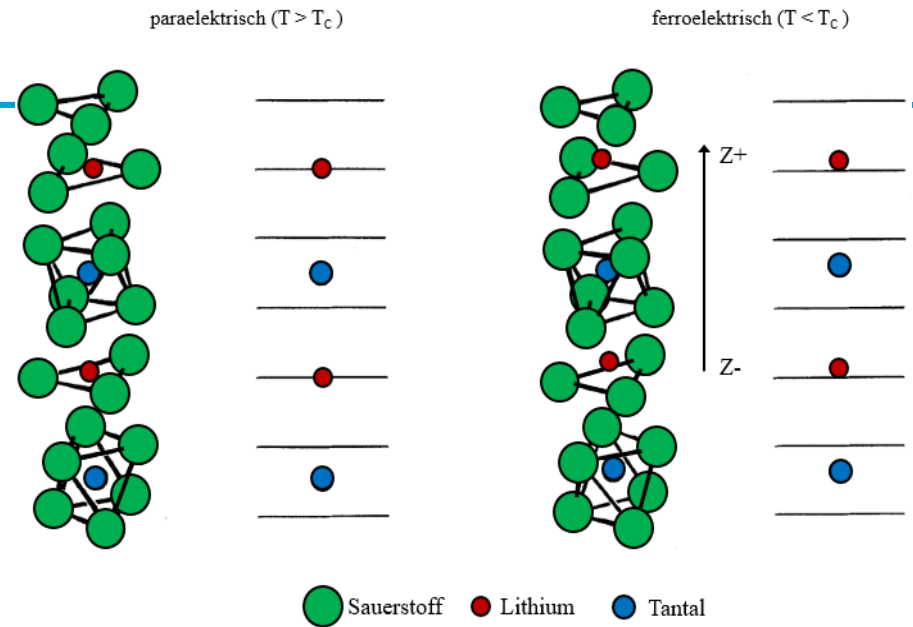
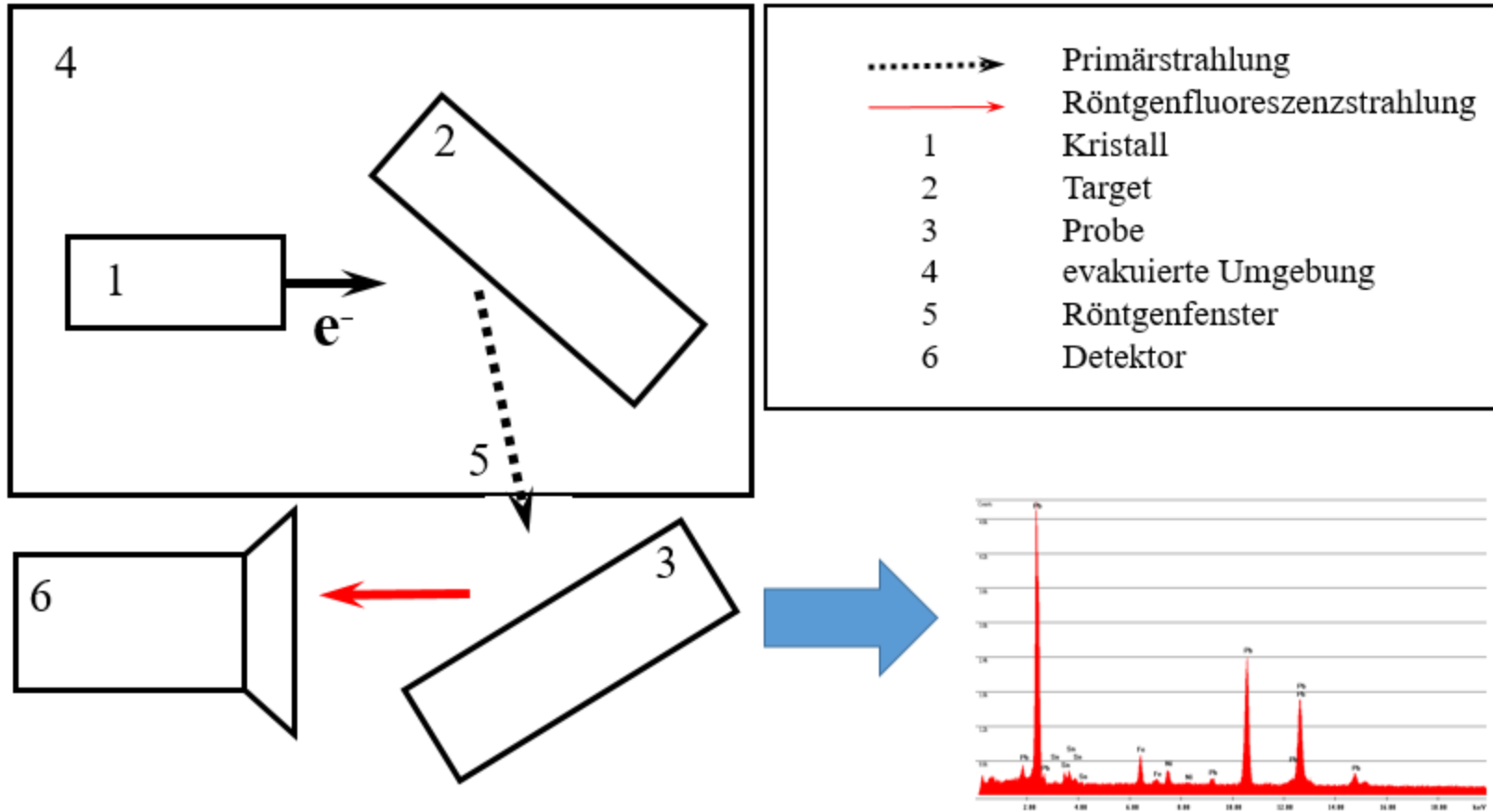


Abbildung nach: Weis, Gaylord: Lithium Niobate: Summary of Physical Properties and Crystal Structure

- Entstehung einer positiven und negativen Oberfläche (Z^+ - und Z^- - Oberfläche)
- Unterdrückung des Ladungsausgleichs durch Gasmoleküle im Vakuum
- Entstehung eines elektrischen Feldes
- Ionisation von Restgasmolekülen
- Elektronen (und Ionen) → Beschleunigung durch elektrisches Feld

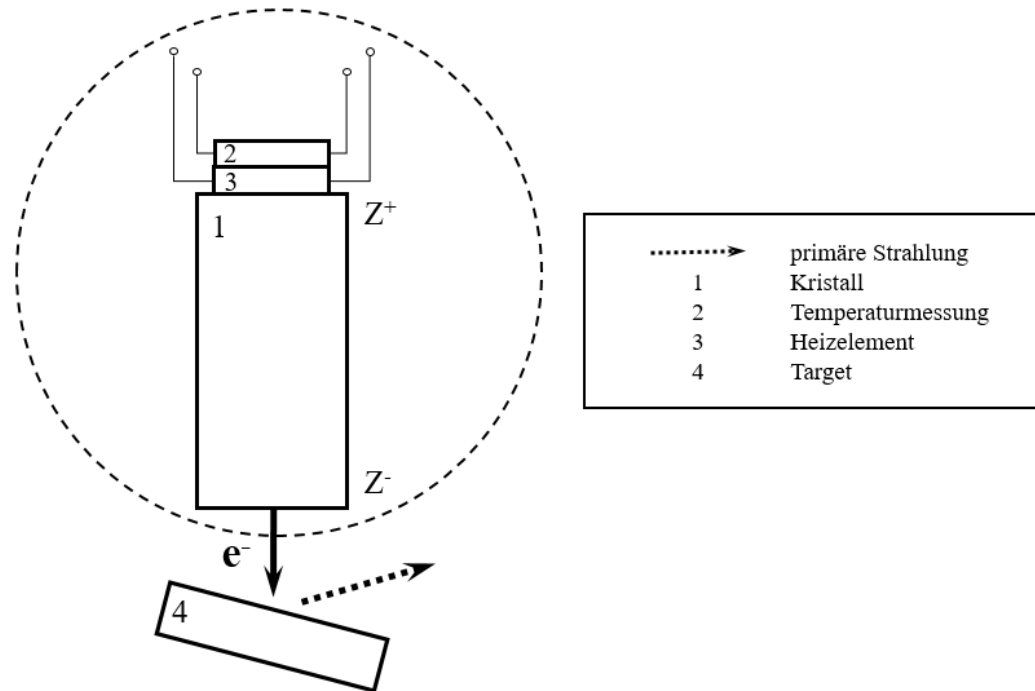
2. Theoretische Grundlagen

2.2 Röntgenfluoreszenzanalyse unter Nutzung des pyroelektrischen Effekts



3. Experimentelles

- Unterteilung in zwei Teilbereiche: – Untersuchungen in der Vakuumkammer des REM
 - Untersuchungen in einem evakuierten Rohrstück
- Kristalle: Lithiumtantalat (K6, K8 – 6 mm bzw. 8 mm Höhe, je 5 x 5 mm Grundfläche)
- grundsätzliches Prinzip zur Erzeugung von Röntgenstrahlung:



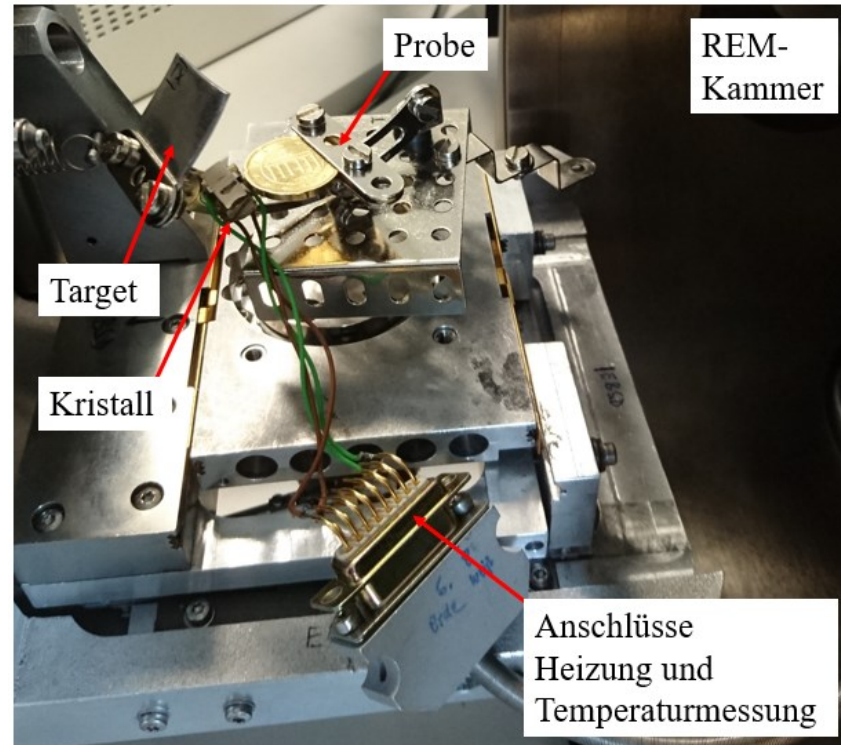
3. Experimentelles

3.1 Versuche in der Vakuumkammer des REM

→ Variation von Targets
und Kristallen:



- Charakterisierung der Primärstrahlung
- Charakterisierung der Fluoreszenzstrahlung
- Strommessungen im Primärtarget



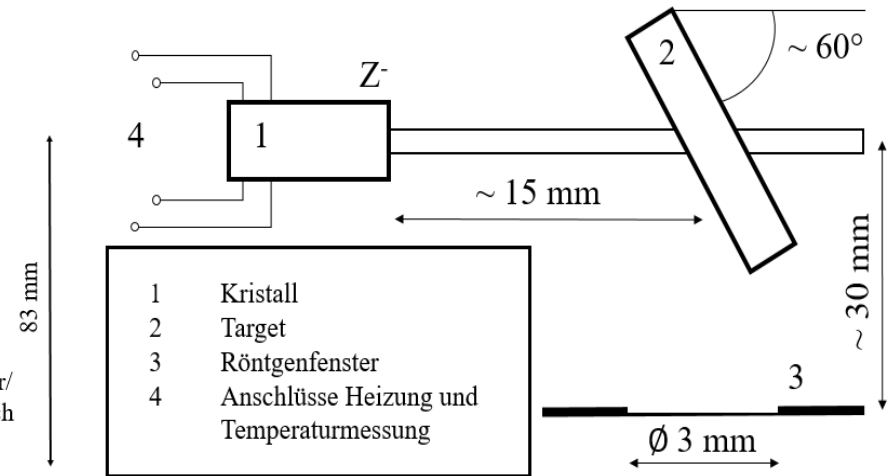
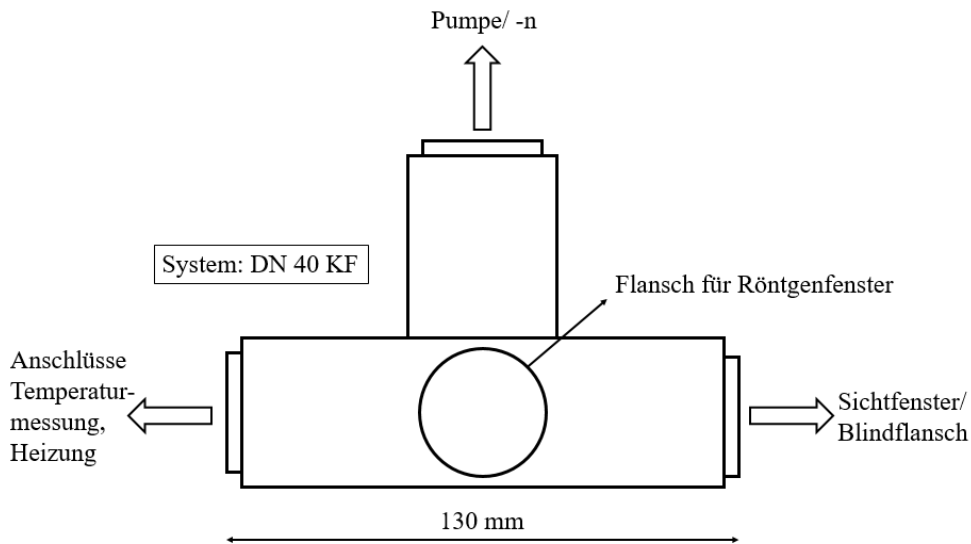
3. Experimentelles

3.2 Versuche in einem evakuierten Rohrstück

→ verschiedene Drücke
und Detektoren:



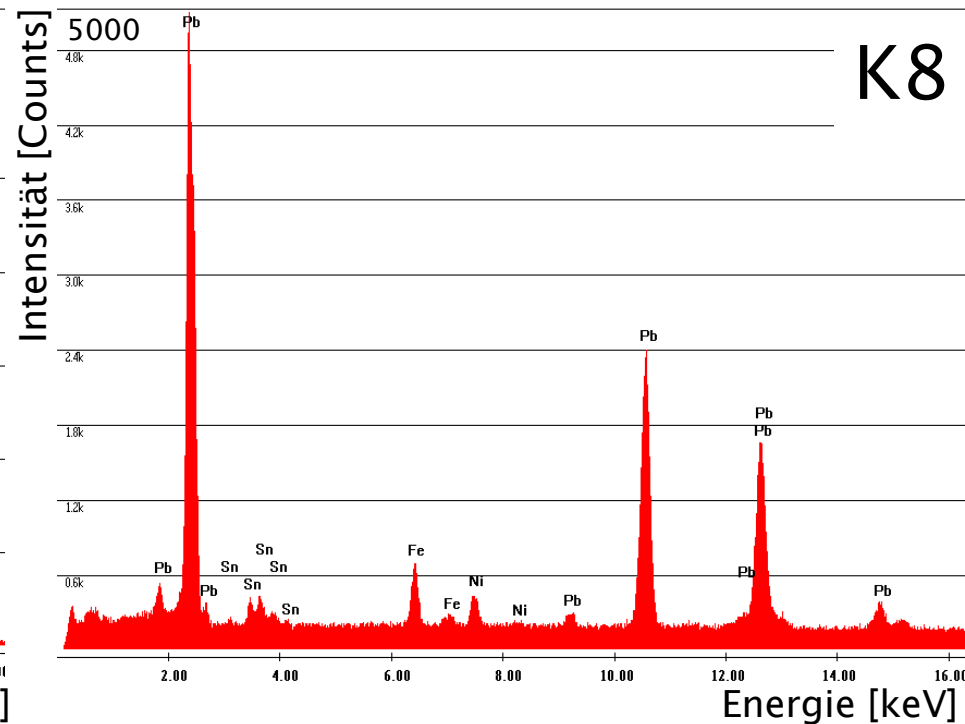
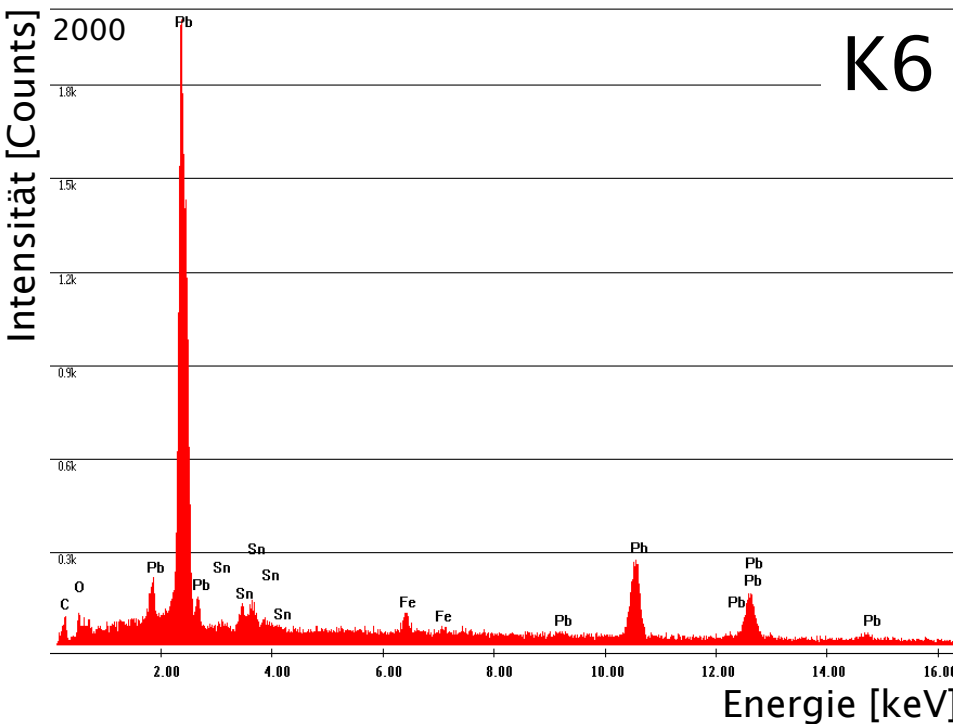
- Intensität der Primärstrahlung
- Visualisierung der Primärstrahlung



→ Röntgenfenster: Edelstahlblech mit Bohrung (3 mm) + Kapton®-Folie (55 µm)

4. Ergebnisse und Auswertung

4.1 Charakterisierung der Primärstrahlung Vergleich K6 und K8 – gleiches Target

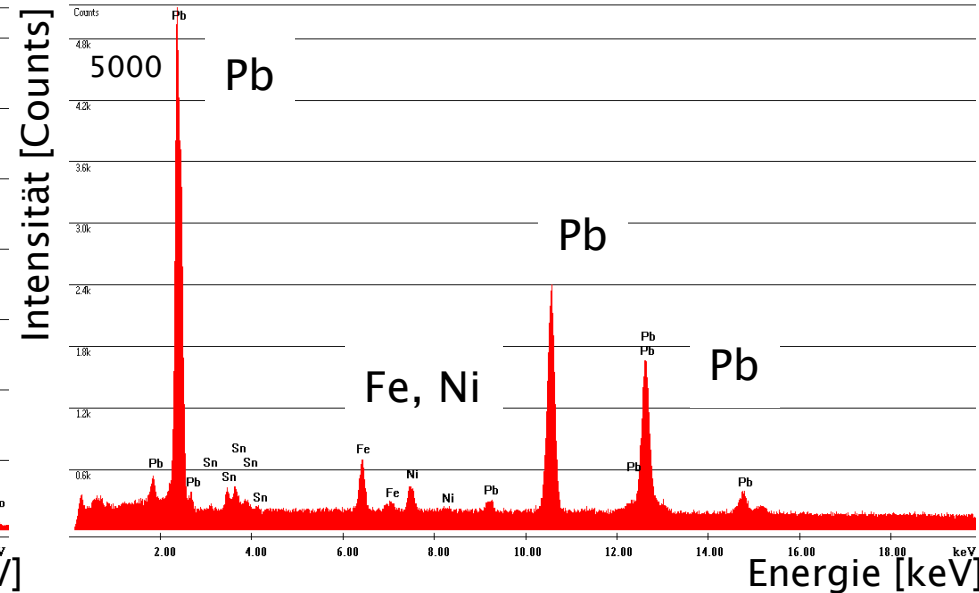
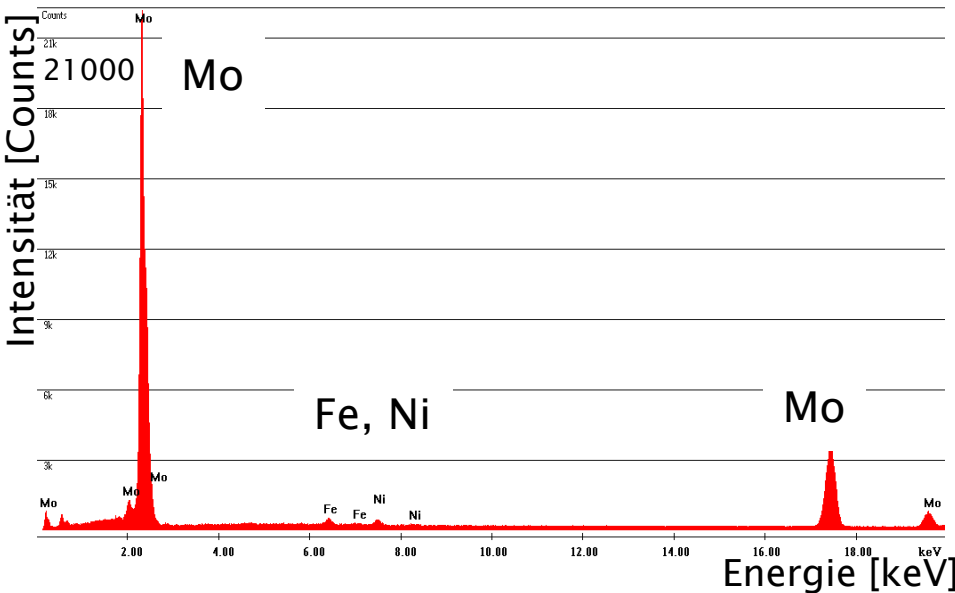


→ höhere Intensität bei Verwendung von K8

→ vergleichbares Signal-Rausch-Verhältnis

4. Ergebnisse und Auswertung

4.1 Charakterisierung der Primärstrahlung Vergleich verschiedener Targets – K8



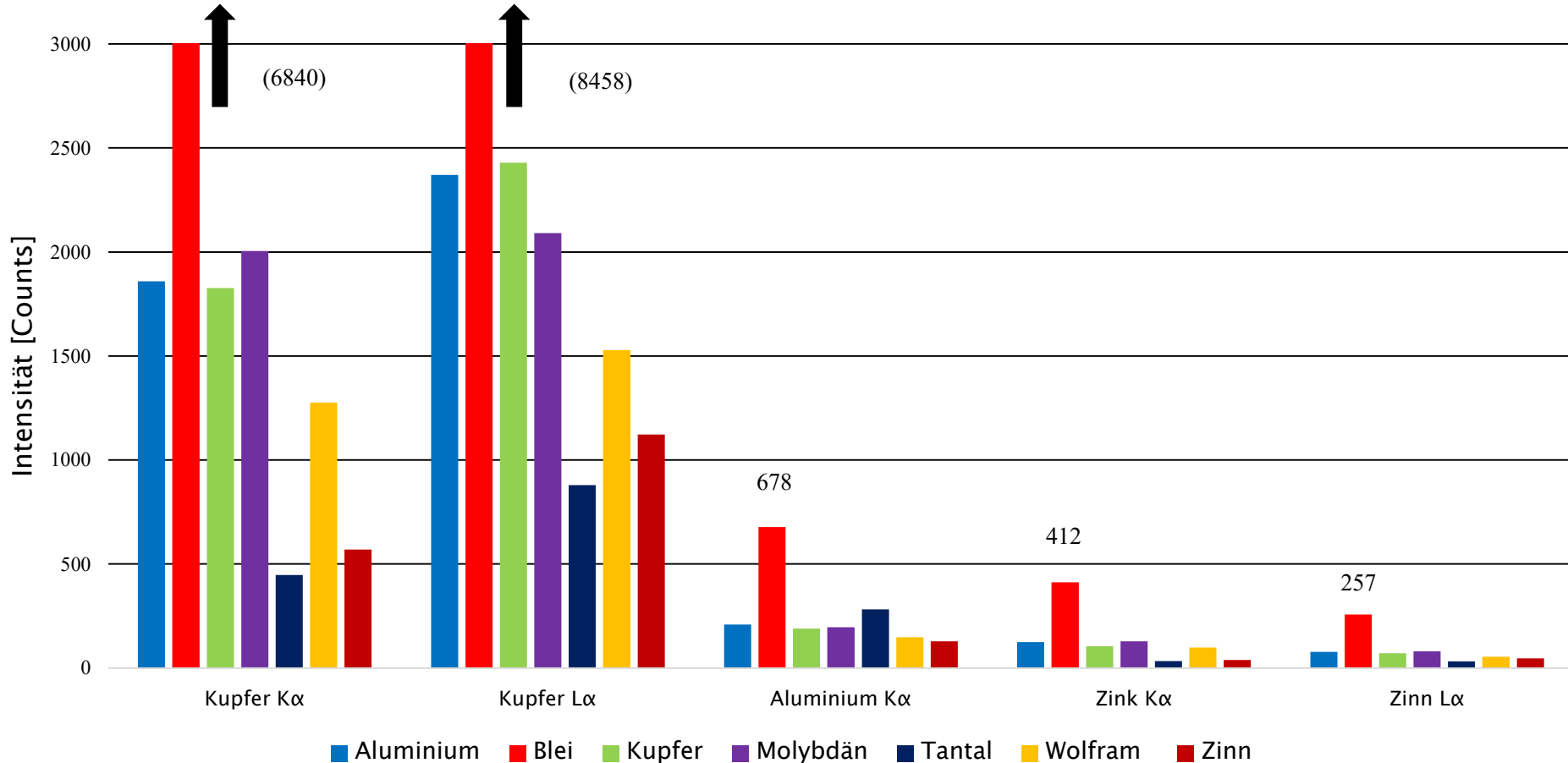
→ für alle untersuchten Targetmaterialien (Al, Cu, Pb, Mo, W, Sn) konnte charakteristische Röntgenstrahlung erzeugt und detektiert werden

→ Unterschiede hinsichtlich der Intensitäten, Hintergrundsignalen und Signal-Rausch-Verhältnissen

4. Ergebnisse und Auswertung

4.2 Charakterisierung der Röntgenfluoreszenzstrahlung

→ Probe: 20-Cent-Stück (Nordisches Gold) mit bekannter Zusammensetzung
Vergleich verschiedener Targets - K α



4. Ergebnisse und Auswertung

4.2 Charakterisierung der Röntgenfluoreszenzstrahlung

→ Probe: 20-Cent-Stück (Nordisches Gold) mit bekannter Zusammensetzung

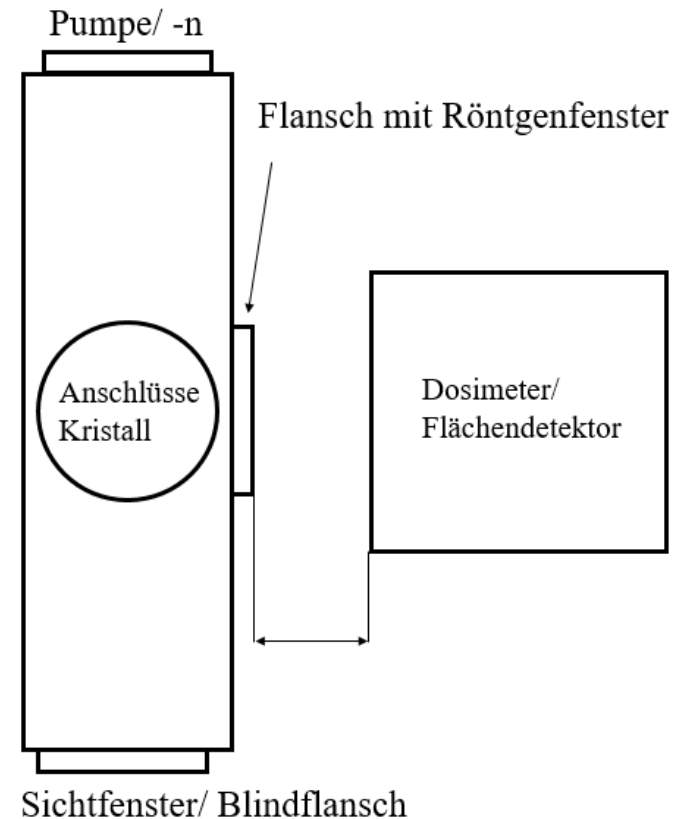
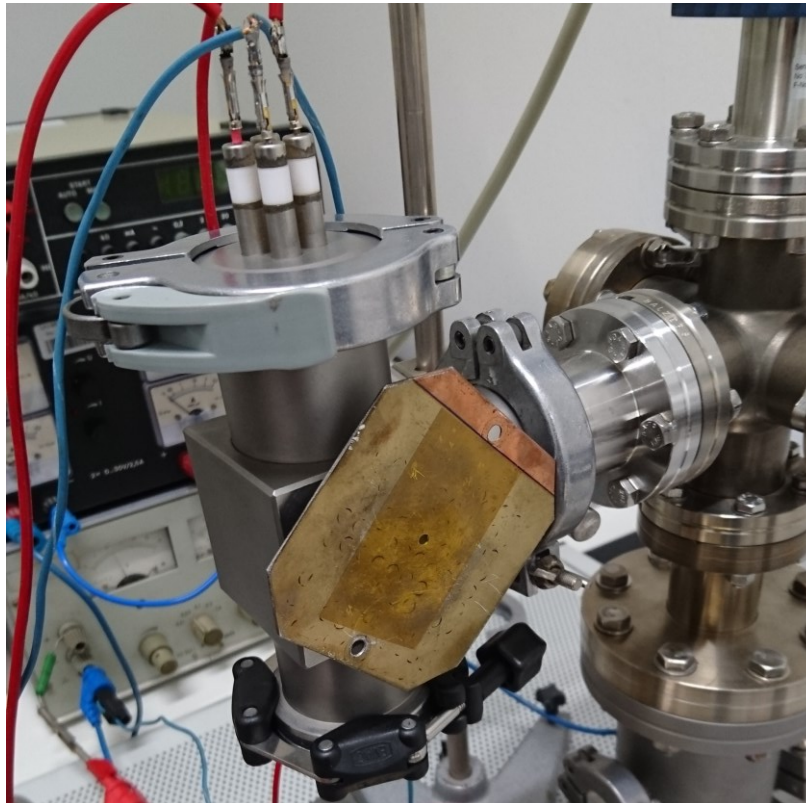
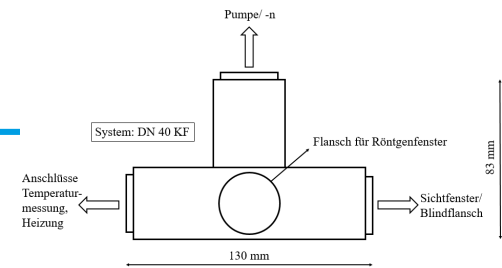
→ Quantifizierung (Angaben gerundet und in Gewichtsprozent)

Element	Aluminium	Kupfer	Zink	Zinn
Target	[%]	[%]	[%]	[%]
(Real-) Zusammensetzung	5	89	5	1
Vergleichsmessung (REM)	6	88	5	1
Aluminium	4	89	6	1
Blei	4	89	6	1
Kupfer	4	89	6	1
Molybdän	4	89	6	1
Wolfram	4	89	6	1
Tantal	21	72	6	1
Zinn	9	84	5	2

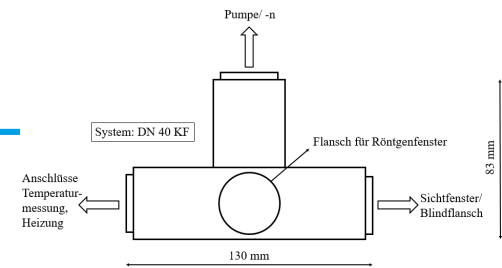
→ gute Übereinstimmung zwischen RFA-Messung und Vergleichswerten

4. Ergebnisse und Auswertung

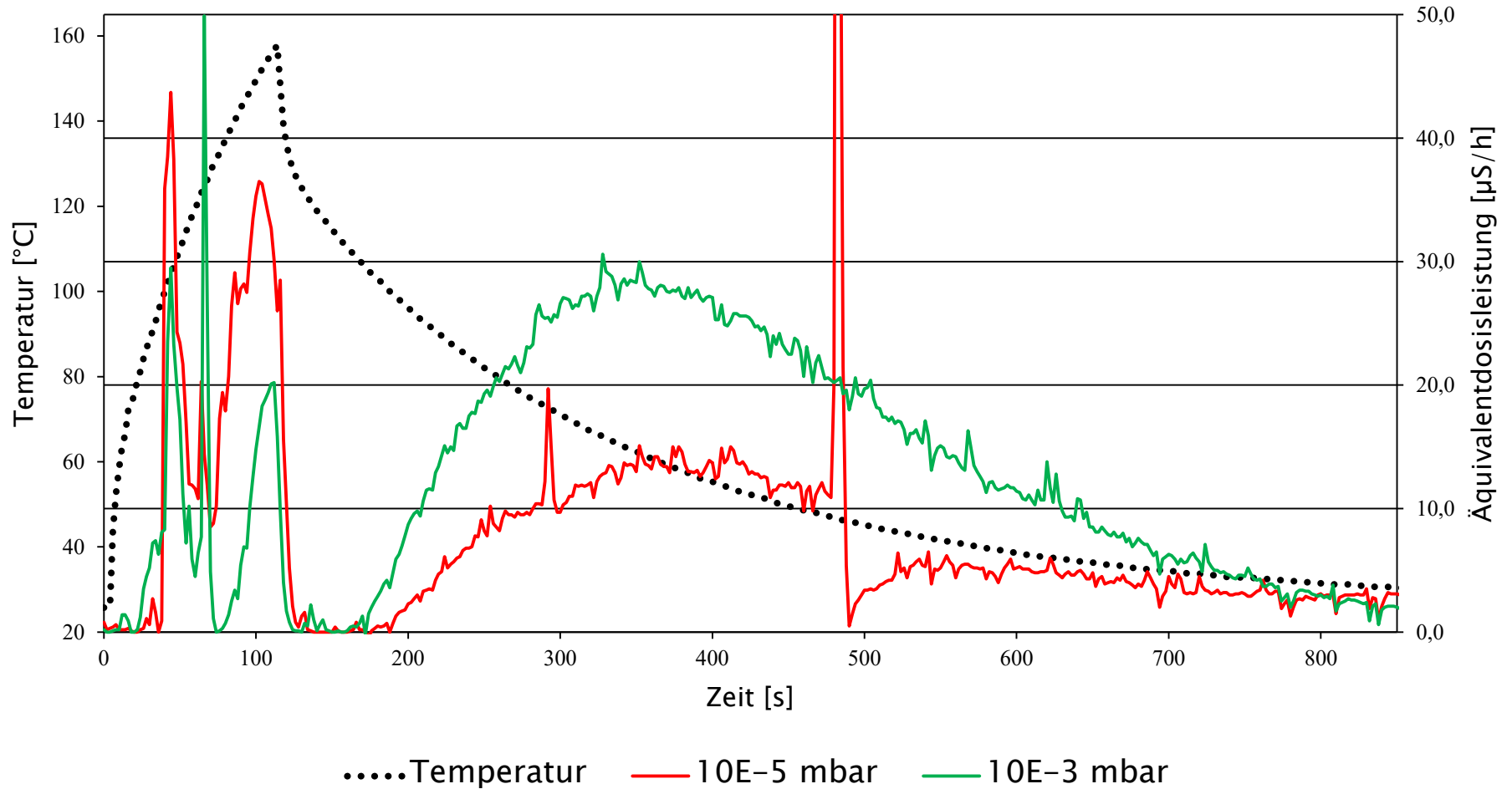
4.3 Charakterisierung der ausgekoppelten Röntgenstrahlung (K6) Messung der Äquivalenzdosisleistung



4. Ergebnisse und Auswertung

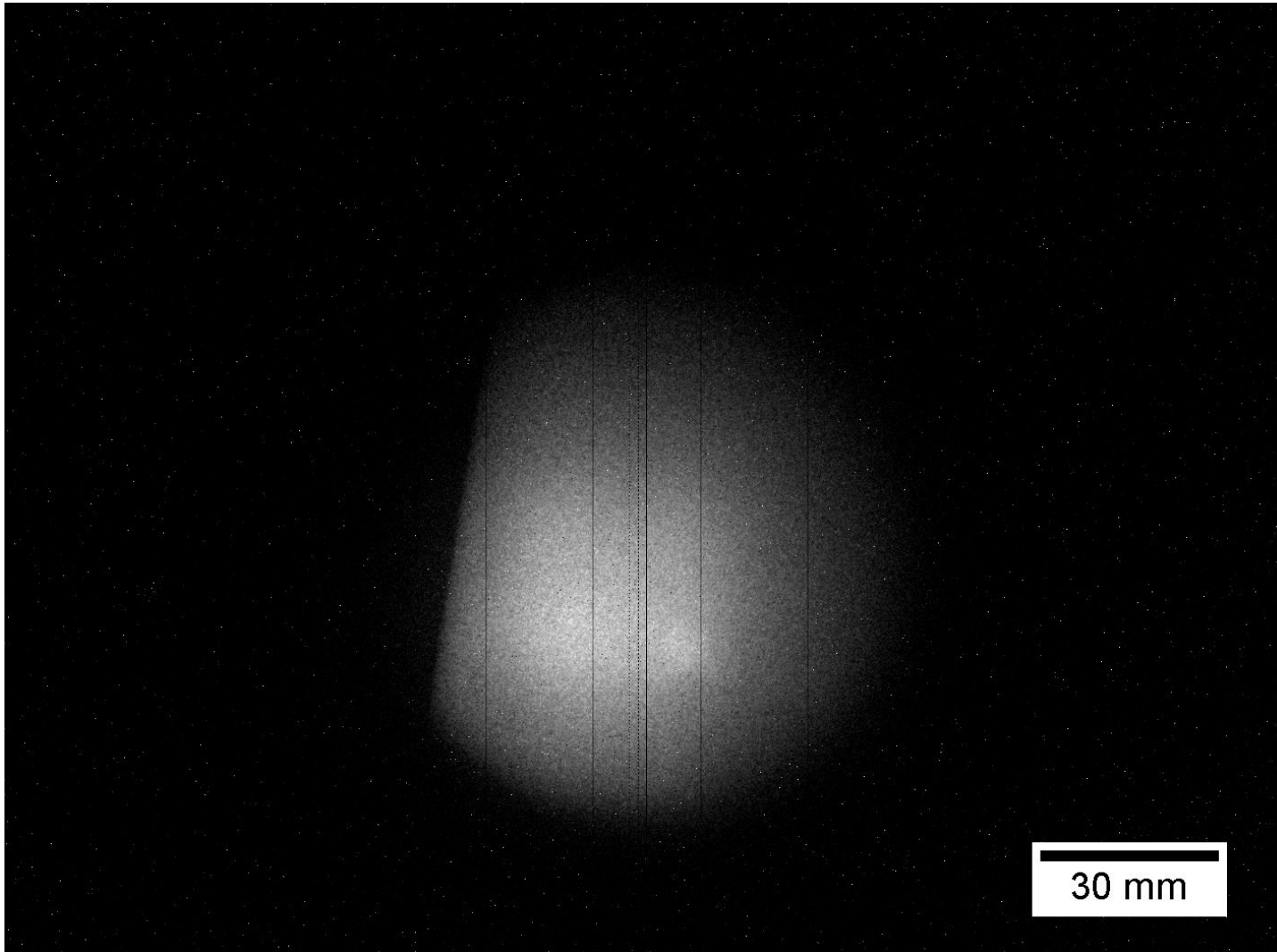


4.3 Charakterisierung der ausgekoppelten Röntgenstrahlung (K6) Messung der Äquivalenzdosisleistung



4. Ergebnisse und Auswertung

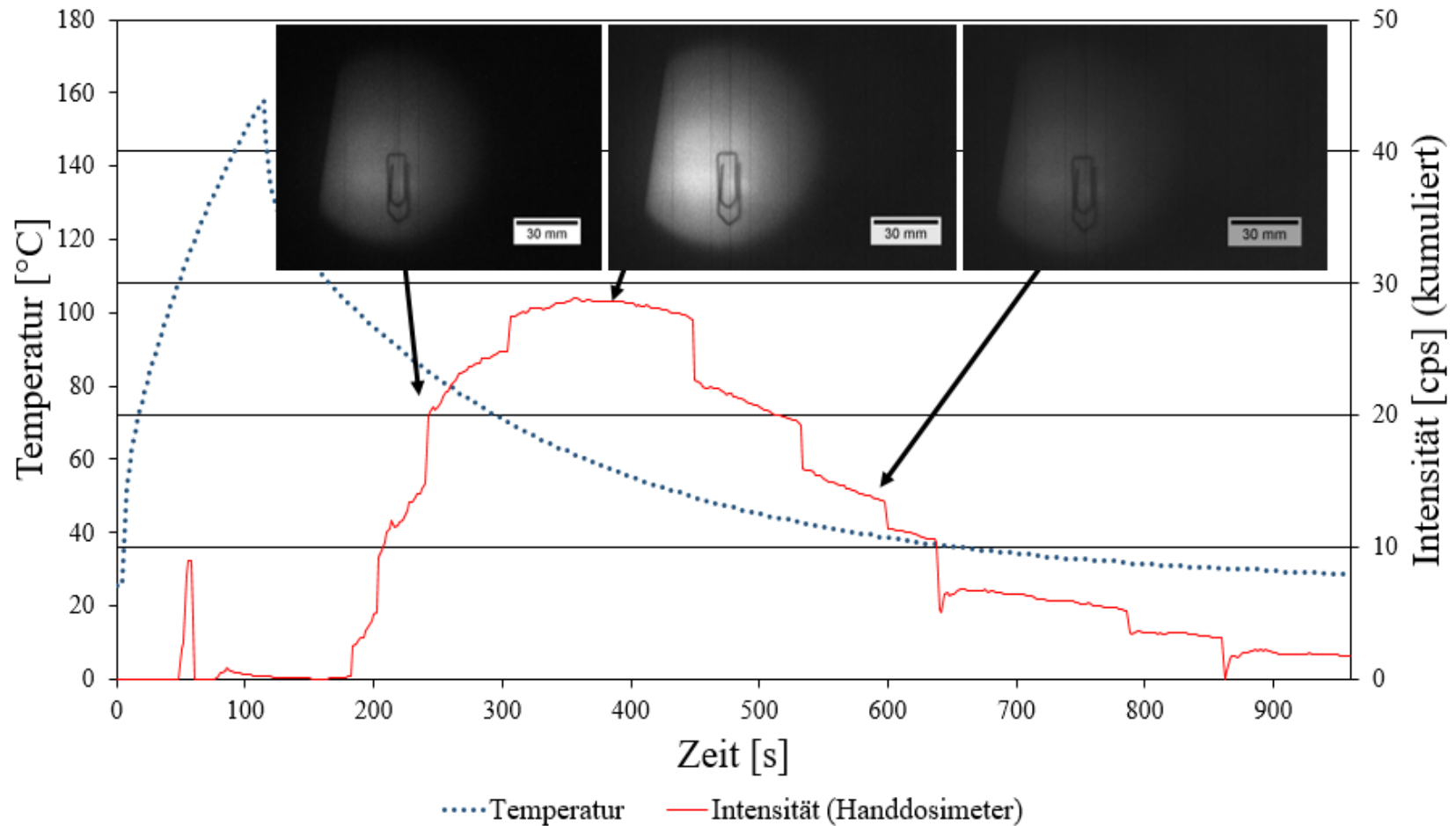
4.3 Charakterisierung der ausgekoppelten Röntgenstrahlung (K6)



4. Ergebnisse und Auswertung

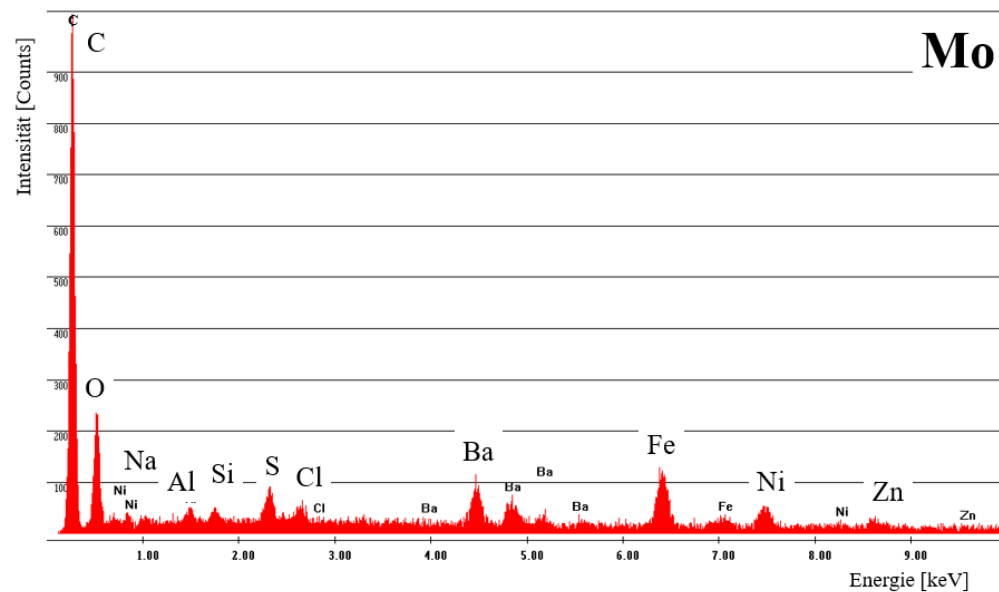
4.3 Charakterisierung der ausgekoppelten Röntgenstrahlung (K6)

Visualisierung der Röntgenstrahlung



5. Zusammenfassung

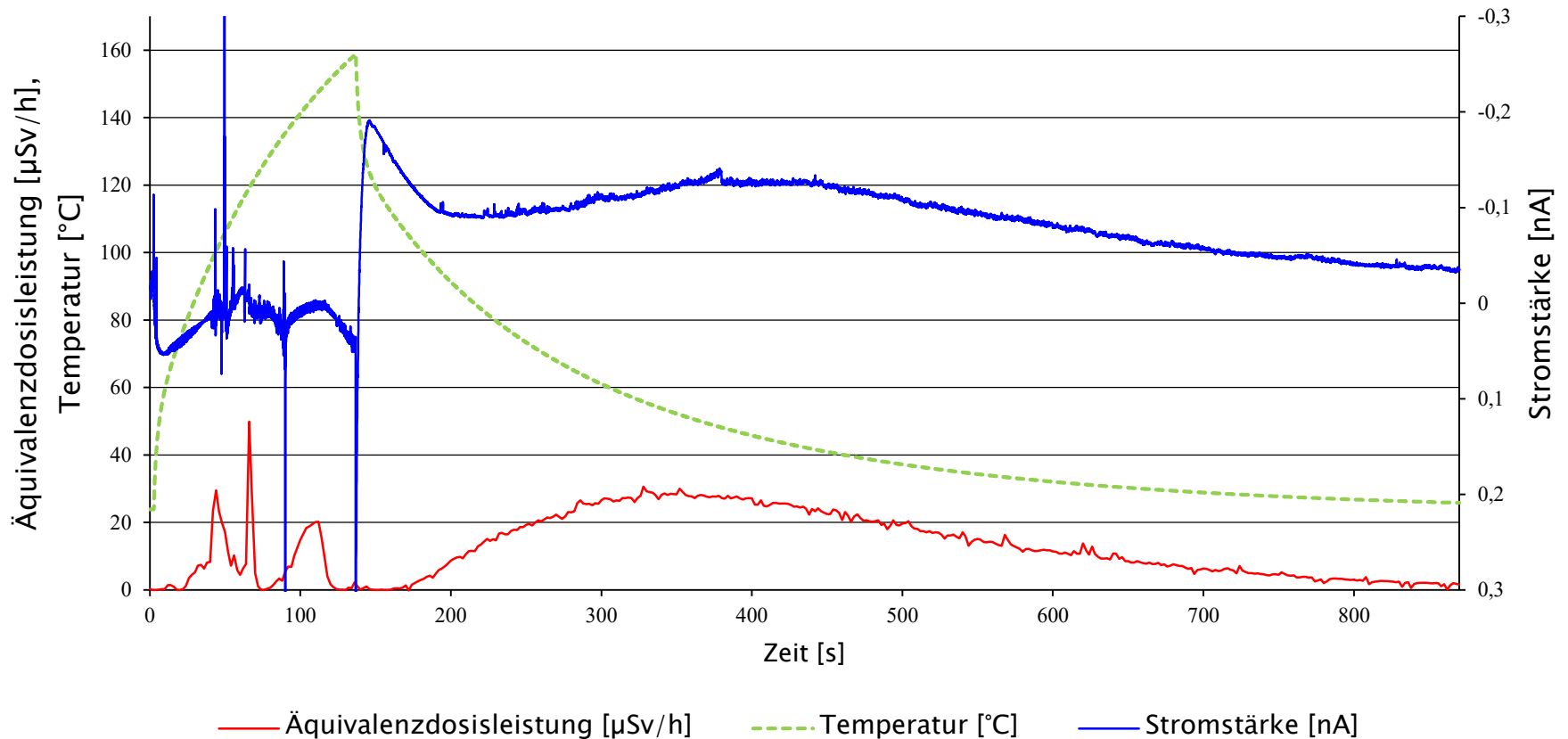
- Anregung von Fluoreszenz durch charakteristische und Bremsstrahlung
- hohe Genauigkeiten bei der Quantifizierung der Fluoreszenzstrahlung erreichbar
- großer Bereich von Elementen detektierbar und quantifizierbar



- höchste Intensität der Primärstrahlung: Molybdäntarget + K8
- höchste Intensität der Fluoreszenzstrahlung: Bleitarget + K8

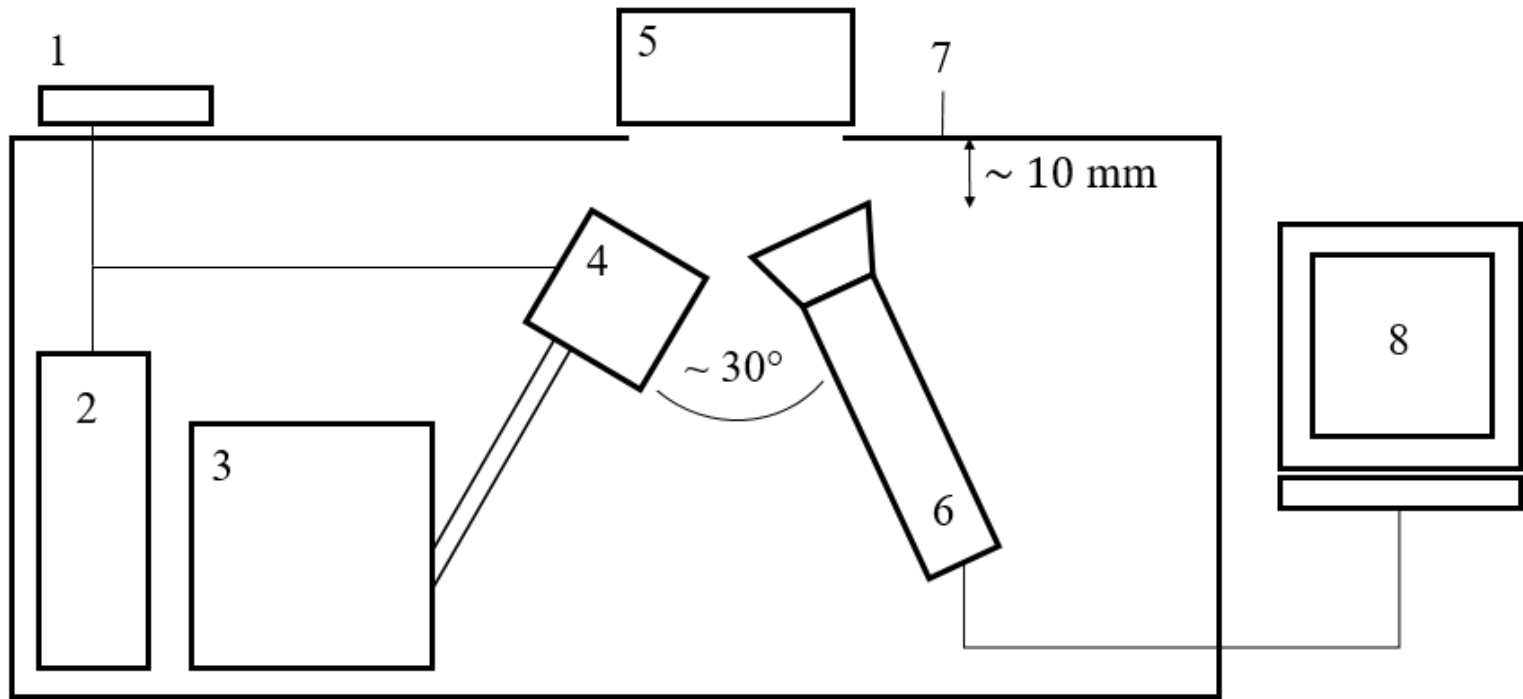
5. Zusammenfassung

- höherer Druck führt zu höherer Äquivalenzdosisleistung
- gute Übereinstimmung von Verlauf der Stromstärke und der Äquivalenzdosisleistung
- Visualisierung ist möglich



5. Zusammenfassung

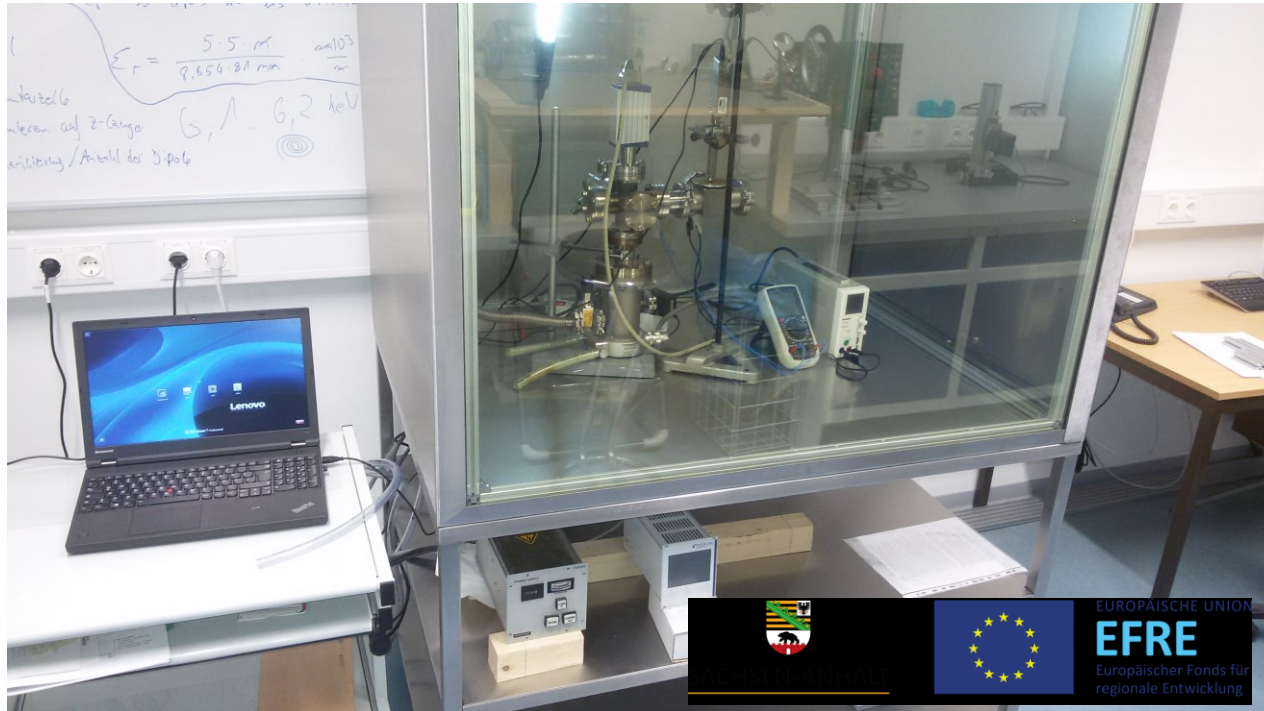
Konstruktive Anordnung einer RFA-Einheit



- | | | | |
|---|---|---|-----------------------------|
| 1 | Steuerung Aufheizung und Temperaturanzeige | 5 | Probe |
| 2 | Stromversorgung Aufheizung | 6 | Detektor |
| 3 | Pumpen/ Vakuumsystem | 7 | Einhausung mit Proben Tisch |
| 4 | evakuiertes Rohrstück mit Kristall und Röntgenfenster | 8 | PC; Auswertung |

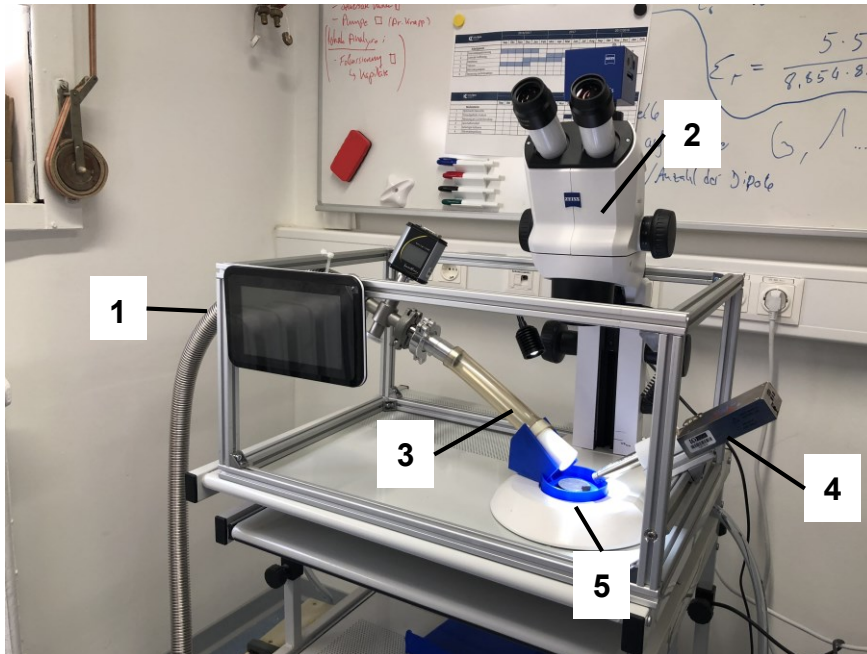
6. Aktuelle Fortschritte

Vakuumprüfstand – Röntgenabschirmung



6. Aktuelle Fortschritte

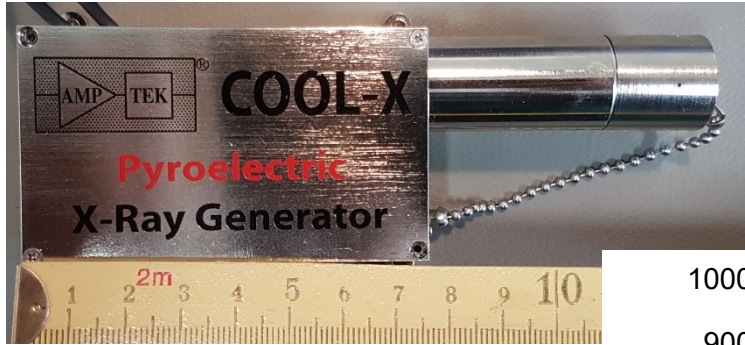
Miniaturisierung und Applikation am Lichtmikroskop



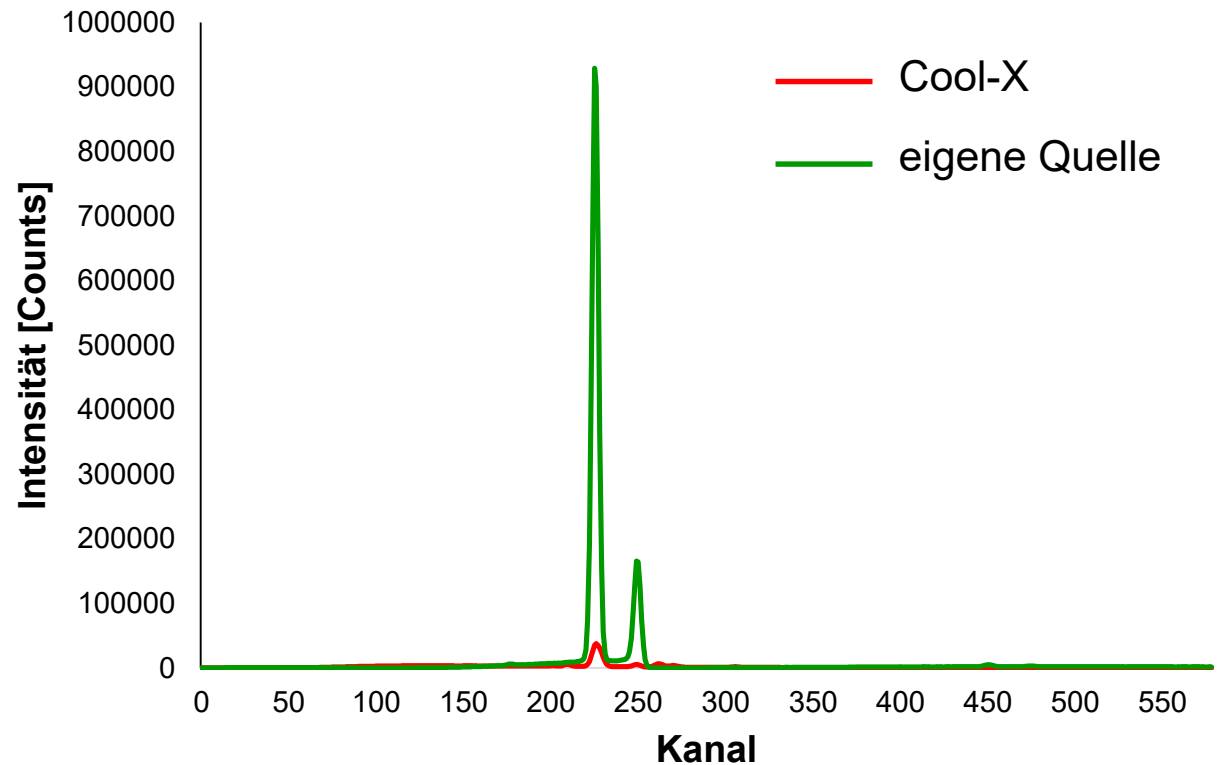
- 1 – Tablet zur Steuerung und Darstellung
- 2 – Lichtmikroskop mit Kamera
- 3 – Pyroelektrische Röntgenquelle
- 4 – Energiedispersiver Röntgendetektor
- 5 – Probe

6. Aktuelle Fortschritte

Marktvergleich



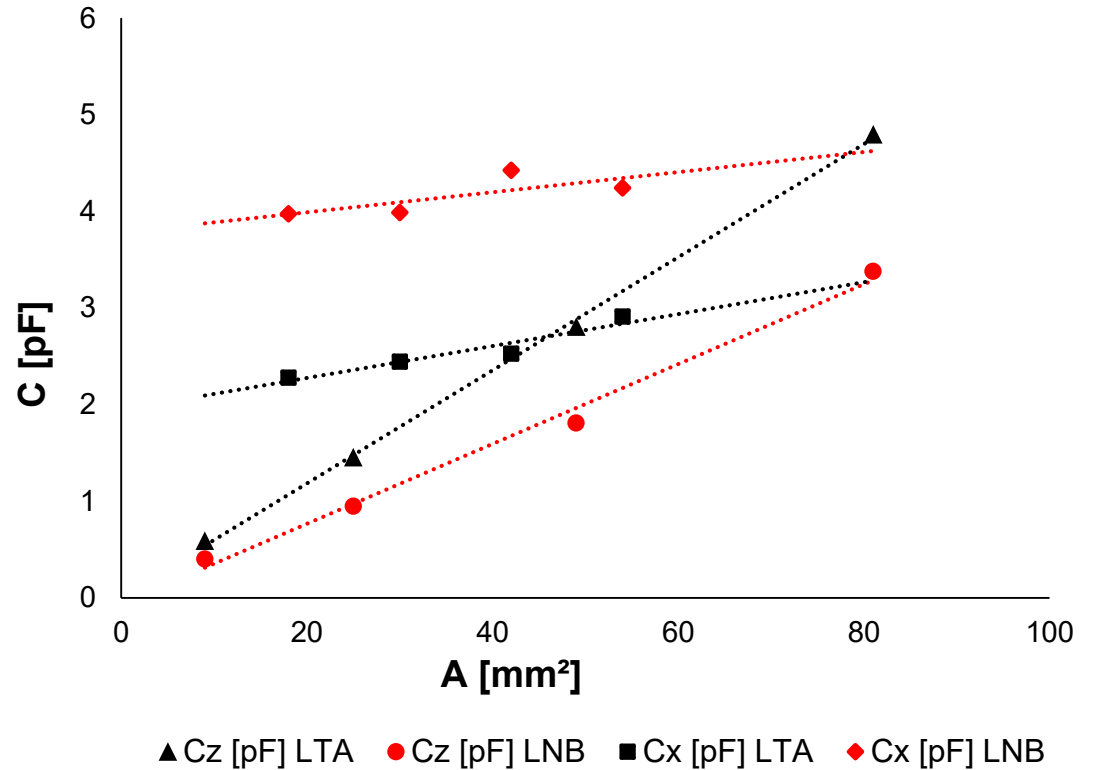
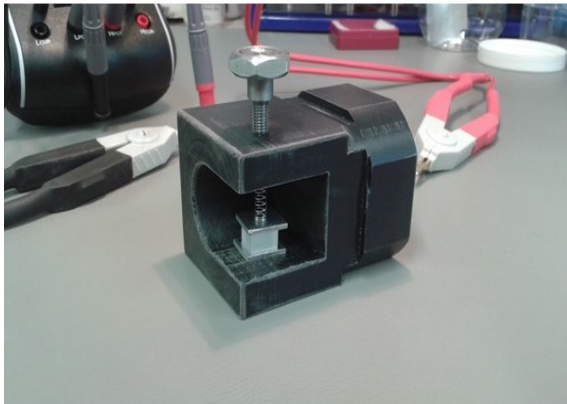
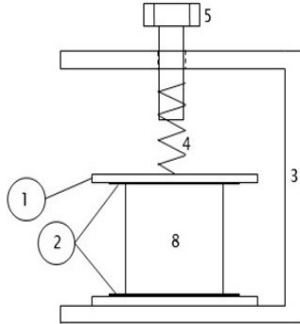
- ähnliches Prinzip
- Target: Cu in Transmission
- gepulster Betrieb



6. Aktuelle Fortschritte

Weitere Untersuchungen

- 1 - Aluminiumplättchen (-elektrode)
- 2 - Aluminiumfolie
- 3 - Plastikgestell
- 4 - Feder
- 5 - Schraube
- 6 - pyroelektrischer Kristall



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!

