

Központelvű mérés technikák

Dr. Greguss Pál*

Jelenleg, az anyagvizsgálatban használatos mérés technikák, függetlenül attól, hogy a jelmin-tahordozó elektromágneses vagy mechanikai (ultrahang) hullám-e, – különösen, ha a mérés-technika képalkotás, azaz kétdimenziós in-tenzitáseloszlás kiértékelésén alapszik, – ön-kénytelenül is az ún. „ablakon át nézés” koncepciójából indulnak ki: akaratlanul is utánozzák szemünk képalkotási módszerét, vagyis Des-cartes-féle koordináta-rendszerre alapoznak. Ez a képalkotási módszer azonban meglehetősen korlátozott látószöggel rendelkezik, vagyis a há-romdimenziós környezetről nemhogy nem tud 360 fokos, azaz panoramikus képet szolgáltatni, hanem a mérés alapjául szolgáló „kép” is csak a háromdimenziós tér egy részének olyan vetüle-te, amely nem a tér három dimenzióban létező geometriai viszonyainak kétdimenziós váza.

Központelvű leképezés

A központelvű leképezésnek is nevezett képal-kotás viszont szakít a fenti szemlélettel, és a tényleges háromdimenziós fizikai teret nem gömbszerű, hanem olyan hengeres látótérnek tekinti, amelyet egy kétdimenziós felületre torzí-tásmentesen lehet vetíteni, méghozzá úgy, hogy a síkbeli kép pontjai közt ugyanazon 1:1 megfele-lés legyen, mint a valóságban. Ilyenkor a há-romdimenziós térről olyan gyűrűalakú kép jön létre, ahol a gyűrű szélessége megfelel a pano-ramikus képalkotás horizontjára merőleges látó-szögnek, míg a koncentrikus gyűrűk változó víz-szintes látószöget jelentenek egy adott „függőle-ges” térszögben (azaz az optikai tengelyre merőleges térszögben). Ezen leképezési stra-tégia következtében az ilyen, ún. „síkra vetített hengerpalást perspektívát” (angolul „Flat Cyl-inder Perspective, FCP) mutató képek csak egyet-len távolponton rendelkeznek, mint ahogy azt a *borítólap ábrája* szemlélteti, amelyen a Buda-pesti Műszaki Egyetem központi épülete és Du-na-parti környezete látható.

Mivel nem vagyunk hozzá szokva, hogy a ben-nünket körülvevő teljes teret egyszerre lássuk, az ilyen, polárkoordinátákat használó, gyűrűs képet első pillanatra nehezen értelmezzük, mi-vel a Descartes-i koordináta-rendszerben való gondolkodáshoz szokott perspektíva-érzetünk következtében több, egy egyenesen elhelyez-kező távolponton keresünk, míg ennél csak egyetlen egy van: a koncentrikus gyűrűk közép-pontja. Továbbá, az ilyen képeken egyszerre jelenik meg a „normálisnak” tartott, szokványos perspektíva (vagyis amikor a távolabbi tárgyak kisebbnek tűnnek, mint az elől lévők) s ennek ellentéte, a „fordított perspektíva”. Az ilyen képen való tájékozódást hamar meg lehet tanulni, pl. azzal, hogy a gyűrűalakú panoramikus képet középpontja (origója) körül lassan forgatjuk, vagy ha függőlegesen felfelé, egy sík mennye-zetre vetítjük. Így az addig zavaró pszichológiai hatás megszűnik, mivel ahhoz már hozzá va-gyunk szokva, hogy felfelé tekintve „körben” lás-sunk.

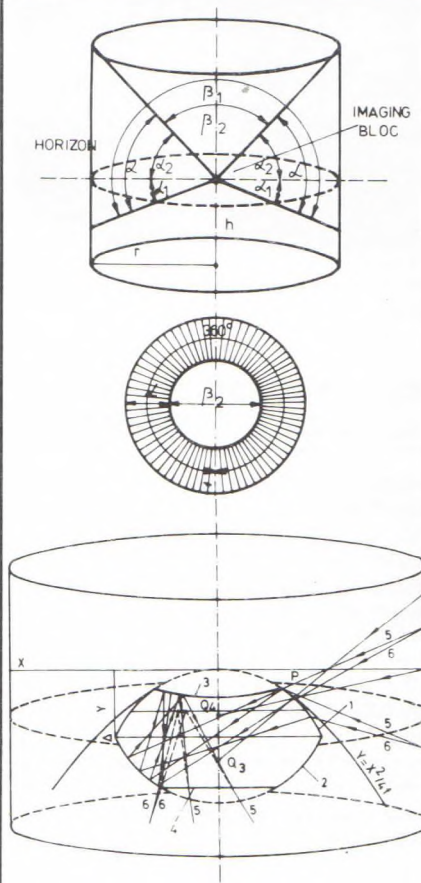
Az említett pszichológiai hátrányt nagy mérték-ben kompenzálja az a tény, hogy a központelvű

leképezés pásztázás nélkül olyan 360 fokos pano-ramikus képet szolgáltat, amelynél, egyetlen távolpont lévén, képalkotásakor nem lépnek fel olyan, csak igen nehezen vagy egyáltalában nem ellensúlyozható torzulások, mint pl. az ún. halszem-optikáké. Ez igen alkalmassá teszi kü-lönböző mérési feladatok elvégzésére.

Történeti előzmények

Az első, központelvű leképezést pásztázás nél-kül lehetővé tevő optikát 1878-ban *Mangin* fran-cia csillagász szerkesztette. Az azóta eltelt időszakban több tucat megoldás született, meg-felelő kompromisszumot keresve a mindenkori képmínőség és a műszaki gyárthatóság, vala-mint a gazdaságosság paramétereit között, de nem sok sikerrel, mivel nem találták meg, hogy mikor és hogyan lehet az elméletileg megkívánt aszférikus felületeket szférikus felületekkel ki-váltani.

Az 1983-ban hazai és számos külföldi orszá-gban szabadalmat nyert képalkotó optika, ame-lyet angol nevének rövidítéséből (Panoramic An-nular Lens) PAL-optikának emlegetnek a szak-irodalomban, úgy tűnik, sikeresen oldotta meg ezeket a problémákat. Külön érdekessége e képalkotó tömbnek, hogy az őt körülvevő három-dimenziós térről *magában* a tömb belsejében

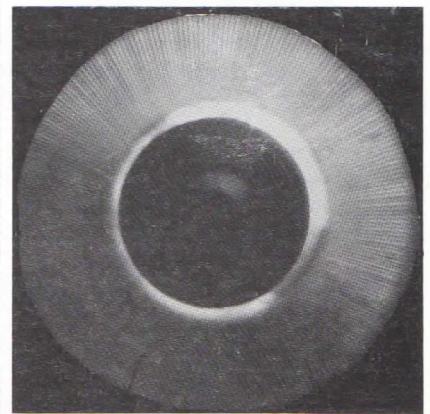


1. ábra A fény sugar útja a központelvű leképezést megvalósító PAL-optikában

alakul ki egy virtuális kép, – mint ahogyan ez az 1. ábrán feltüntetett sugármenetből jól kivehe-tő –, és így az ilyen optikák mélységélessége az optika felületétől a végtelenig gyakorlatilag azo-nos. Továbbá, a panoramikus kép kialakulása-kor található a tömbben, közvetlenül az optikai tengely körül, egy olyan hengeres térfogatrés-z, amelynek magában a képalkotásban nincs sze-repe, és így felhasználható különböző egyéb, másjellegű feladatok megoldására. Végül, de nem utolsó sorban a PAL-optika nagy előnye más, központelvű leképezést adó megoldások-kal szemben, hogy könnyen miniatűrízálható; az eddig elkészült változatok közül a legkisebb át-mérője 6 mm.

Panoramikus metrológia

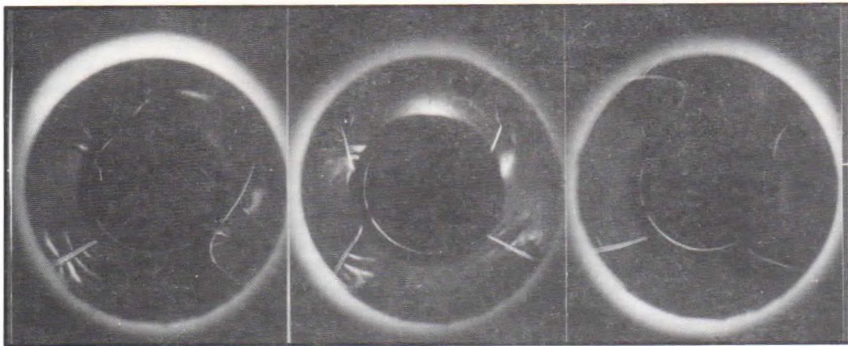
A PAL-optikára több, az elmúlt évek során kidol-gozott mérés-technikai eljárás alapul. A legegy-szerűbb központelvű leképezést alkalmazó eljá-rás az a módszer, amikor üregek belső felületé-nek korróziós állapotát optikai úton, pásztázás nélkül, valós időben figyelik meg. Ilyenkor a megfelelően méretezett PAL-optikát csupán egy keilő felbontású CCD kamerával kell összekap-csolni, hogy a monitoron azonnal láthatóvá vál-jék az üreg belső fala. Mivel, mint már említettük, a panoramikus kép a képalkotó tömb belsejében keletkezik, az összekapcsolásnak egyetlen kriti-kus pontja van csupán, mégpedig a PAL-optiká-ban keletkezett képnek a CCD kamera érzé-kelőjére való igen pontos kivetítése. Ebben az esetben ugyanis a felbontó képességet kizáró-lag a CCD kamera targetjének felbontó képes-sége határozza meg. Ezt a technikát többek közt sikeresen használta a NASA ahhoz, hogy raké-tahajtóművek belsejének korróziós állapotát vizsgálják, mint ahogyan a 2. ábra mutatja.



2. ábra Síkravetített hengerpalást perspektívát mutató panoramikus kép egy RL-10 rakéta hajtómű belsejének korróziós állapotáról.

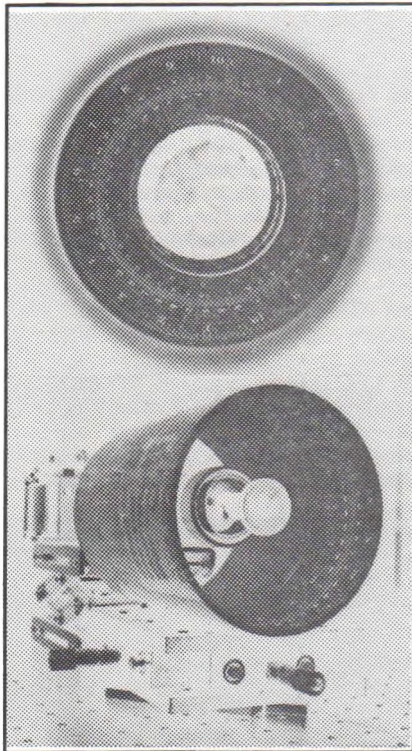
Igen érdekes panoramikus mérés-technikai fel-adat volt annak megállapítása, hogy miképpen viselkedik a varrat egy olyan légszák belsejében, amelyet az autóban üők biztonságának növelésére kívántak felhasználni. A 3. ábra há-rom képe jól szemlélteti, hogy különböző nyomási viszonyok között miképpen alakul a varrás körül gyűrűdések és a varrócéma helyzete. Ez

* OPTOPAL Panoramikus Mérés-technikai Szolgálat, Budapest



3. ábra Egy légszák belső felületének és varratainak alakulása nyomásváltozás hatására.

zel a képpel kapcsolatban ismételtelen fel kell hívni a figyelmet arra, hogy a PAL-képek *nem keresztmetszetet* mutatnak, hanem az üreg belső falának az optikai tengelyre merőleges síkba egy nyújtási művelet segítségével beforogtatott képét, mint ahogyan ezt a 4. ábra jól szemlélteti.



4. ábra A PAL-képek nem keresztmetszetet mutatnak, hanem az üreg belső falának az optikai tengelyre merőleges síkba beforogtatott képét.

Radiális metrológia

A PAL-optikára alapozott profilométer alapjait a Alabama állambeli Hunstville egyetemének kutatóival együttműködve dolgozta ki a szerző, melynek lényege, hogy egy lézer ki nem tágított sugara egy 90 fokos prizmán halad keresztül, amely egy átlátszó üvegkorongra oly módon van felszerelve, hogy a lézersugár egy előlő felületű forgó tükörről a vizsgálandó üreg belső felületére vetődik. Az így létrejövő fénynyomvonal –

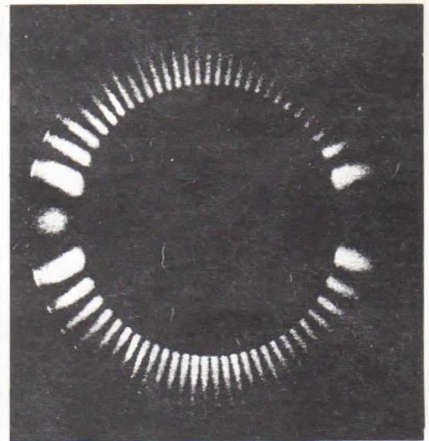
amely szabályos, hengeres üreg vagy cső belsőjében értelemszerűen kör – a PAL-optika és egy segédlencse segítségével egy CCD-kamera targetjére vetődik. Mivel a lézersugár követi az üreg belső falának alakját, – mint ahogyan azt az 5. ábra szemlélteti, – a lézernyomvonal képe ha nem tökéletes hengerről van szó, el fog térni a körtől. Az így kapott képek kiértékelése különböző nehézség nélkül lehetséges, csupán a derékszögű és hengeres koordináta-rendszer egymásba való átváltását kell megfelelő módon figyelembe venni. Ezt a módszert a NASA-díjjal ismerték el, és bevezetésre ajánlották, mint NASA standard eljárást.



5. ábra A radiális metrológia mérési elve

Koherens-optikai mérési eljárások PAL-optikával

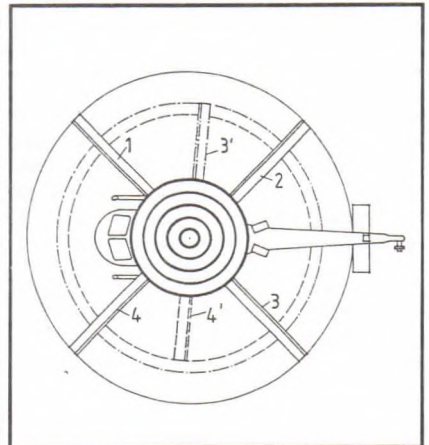
Mivel a PAL-optika üregek belsejéről panorámi-kus képet szolgáltat, megnyitja a lehetőséget, hogy multiplexálás nélkül 360 fokos hologramokat rögzítsünk, és így akár valós időben panorámi-kus holografikus interferometriai méréseket végezzünk. Az egyik megoldásnál két egymással szembenéző, de ugyanazon optikai tengelyen lévő PAL-optikát használnak, ahol az egyik az üreg megvilágítására szolgál, míg a másik, az így megvilágított üregről, egy segédoptika segítségével, termoplasztikus holokamerára vetíti a gyűrűalakú képet. A referenciányaláb ebben az esetben oldalról és ugyanabból az irányból érkezik a hologramsíkra, mint a tárgy hullám. Mivel a termoplasztikus rögzítőanyag az üreg hologramja rövid idő alatt rekonstruálható módon kialakul, minden feltétele megvan a valós idejű holografikus interferometriának. A 6. ábra egy terhelés alatt álló cső interferogramját mutatja.



6. ábra Egy terhelés alatt álló cső valósidejű panorámi-kus interferogramja.

További mérés-technikai lehetőségek

E néhány példával kívántuk illusztrálni, hogy a PAL-optika segítségével, központelvű leképezést alkalmazva, milyen különleges mérés-technikai problémákat lehet megoldani, s egyben arra is utalni kívánunk, hogy a lehetőségek még távolról sincsenek kiaknázva. Így pl. ez a mód-



7. ábra Forgólapátok kúponfutásmérésének elve PAL-optikára alapozva

szer igen alkalmas lehet forgó lapátok kiegyensúlyozottságának megállapítására, mint pl. helikopter-rotorok kúponfutásának mérésére. A forgólapátos rendszereknél ui. a lapátok hosszúsága általában azonos, így helyes kiegyensúlyozottság esetében a lapátvégek ugyanazon körön futnak. Ha mármint a PAL-optikával felszerelt műszer optikai tengelye egybeesik a forgó lapátok tengelyével, úgy a gyűrűalakú képen az egy síkon forgó, azaz kiegyensúlyozott lapátok végei egyetlen körön jelennek meg, mint ahogyan ezt a 7. ábra szemlélteti (1, 2, 3, 4 sz. lapátok), illetve kiegyensúlyozatlanság esetén különböző körökön (3', 4' sz. lapátok).

933 073 124

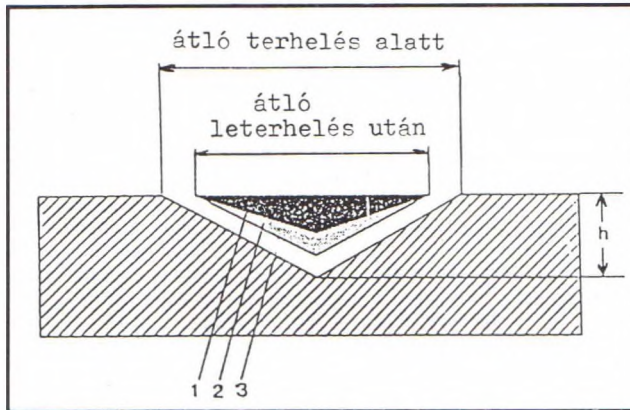
Új módszer és műszer mikrokeménységmérésre

Dr. Haskó Ferenc*

Bevezetés

Bevonatok, felületi rétegek, és finom szövetelemek keménysége csak kis terheléssel mérhető, hogy a behatoló Vickers-gúla lenyomatának a mélysége, illetve átlója lényegesen kisebb legyen, mint a bevonat, vagy a felületi réteg vastagsága, illetve a szövetelem nagysága.

A Vickers-mérés előnye, mint ismeretes, hogy az anyagok többségénél a lenyomat átlójának a négyzete lineárisan változik a terheléssel, ami azt jelenti, hogy ilyenkor a Vickers keménység független a terheléstől. Ismert azonban, hogy kis terhelésnél (4–300 mN) a keménység csökken a terhelés növekedésével. Ennek oka az, hogy a gúla csúcsánál nagyobb az anyag deformációja, mint a lenyomat széleinél (1. ábra), következésképpen a csúcsnál a relaxáció is nagyobb. Igen kis terhelés mellett még jelentős a rugalmas alakváltozás az összes alakváltozáshoz képest, ezért a terhelés levételkor (hiszen a lenyomat átlójának optikai méréséhez a gúlát el kell távolítani) a lenyomat méretei kisebbek, mint amilyenek a terheléskor voltak, így a valószínűleg nagyobb keménységet kapunk.



1. ábra A Vickers-nyomtat terhelés előtt és után
1 – a tényleges, a relaxáció után mérhető lenyomat,
2 – a látszólagos lenyomat közvetlenül a leterhelés után,
3 – a terhelés alatt mérhető lenyomat

A Vickers-nyomtat átlójának mérésén alapuló mikrokeménységmérés kivitelezése körülményes, mert a lenyomat alakja csak akkor lesz közelítőleg négyzet, ha a minta felülete teljesen sík és homogén, lehetőleg polírozott.

* NIVELCO KR.

Az új módszer elve

Ha a lenyomat átlója helyett a terheléskor, tehát akkor amikor a terhelő erő és az anyag deformációval szembeni ellenállása egyensúlyban van, megmérjük a benyomódás mélységét, az említett hibát kiküszöböltük.

Igy a keménység – amelyet, megkülönböztetésül a szabványostól, HU-val jelölnek és értékét N/mm²-ben adják meg – az alábbi összefüggéssel számítható:

$$HU = F / (26,43 h^2), \text{ N/mm}^2$$

ahol F a benyomó erő N-ban, h a benyomódás mélysége a kúp csúcsánál mm-ben.

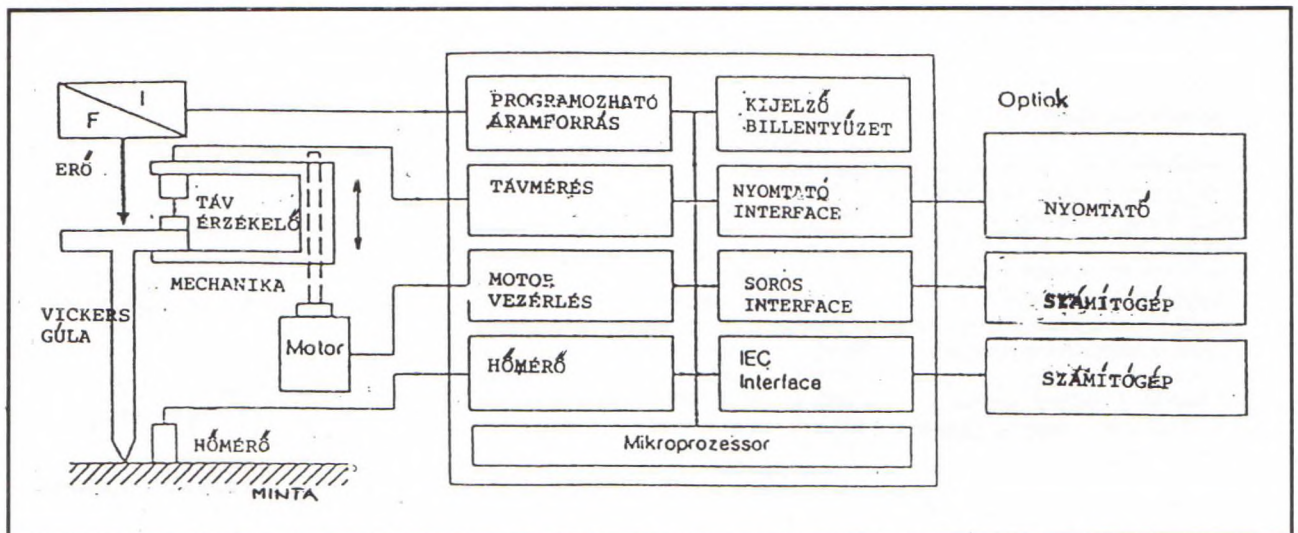
A mikrokeménységmérésnél a lenyomat átlója néhány μm, a mélysége ennek az egy hetede. Eszerint ahhoz hogy a megfelelő pontosságot elérjük a mélységet ±10 nm-nél kisebb hibával kell mérnünk. A korszerű elektronika ±2 nm pontosságot tesz lehetővé.

A módszer még egy lehetőséget kínál. A terhelés levétele után mérhető, a relaxáció utáni benyomási mélység. A relaxáció fémeknél csekély, viszont lakkretegeknél annál jelentősebb. Így e módszerrel képet nyerhetünk a lakkok rugalmas és képlékeny tulajdonságairól.

A műszer

A Fischerscope H100 mikrokeménységmérő műszer (Helmut Fischer GmbH) bloksémája a 2. ábrán látható. A mérőfej tartalmazza a cserélhető behatolótestet, a terhelést adó elektromágneses rendszert és a behatolás mélységét mérő úthosszmérőt. A beállított terhelést a készülék négyzetesen növekvő lépésekben éri el és minden lépésben érzékeli a behatolás mélységét. A terhelés növelését mikroprocesszor vezérli, a kezdeti és végállapot beállítható. Így hát egy keménységméréssel egy ún. „keménység-profil” kaphatunk, amire a továbbiakban adunk gyakorlati példát. A mérési adatok különböző módon dolgozhatók fel. Táblázatosan vagy grafikusan ábrázolható a keménység a behatolási mélység, vagy a behatolási mélység a terhelés függvényében. Adott terhelés mellett a behatolási mélység változásának időbeli követésével a lakkok kúszási hajlamára lehet következtetni.

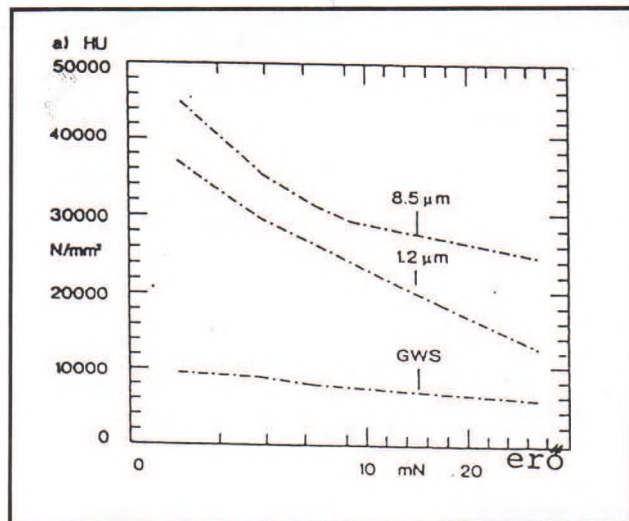
A behatolótest lehet Vickers-gúla, Knoop-gúla és golyó. A beállítható erő 0,4–1000 ±0,02 mN, a terhelés növelése 4–60 lépésben történhet min. 0,5 másodpercenként. A behatolás mélységmérésének pontossága ±2 nm. Mérhető keménység 0,001–999999 N/mm². Mérési idő kúszás esetén 16–3000 s.



2. ábra A Fischerscope H100 bloksémája

Néhány gyakorlati példa

A 3. ábrán különböző vastagságú TiN-rétegek keménységprofilját tüntettük fel. A 3.a) ábra a keménységet tünteti fel a terhelés függvényében. Látható, hogy a terhelés növekedésével a keménység csökkenni látszik, mert a terhelés növelésével a behatolási mélység nő és ezért az alap acél hatása egyre jobban érvényesül. A vastagabb bevonatnál az alap hatása természetesen gyengébb. A 3.b) ábrán a behatolási mélységet tüntettük fel a terhelés függvényében, feltüntetve a relaxáció utáni állapotot is. A kis terheléseknél az alap acél relaxációja sokkal nagyobb mint a rideg TiN-bevonaté. A rugalmas alakváltozás 23 mN felett gyakorlatilag elhanyagolható.



3. ábra Mikrokeménységmérés a lágyacélra felvitt TiN-bevonaton a – keménységváltozás a terhelés függvényében, GWS-acél

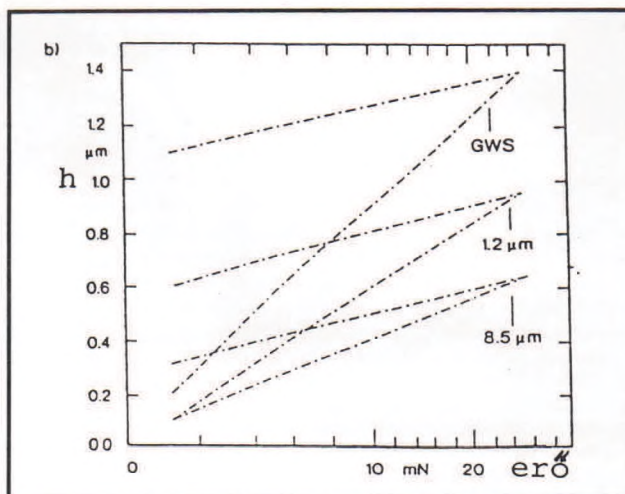
A 4. ábra 1,45 μm ólommal bevont réz keménységét mutatja. Látható, hogy a terhelés növelésével (a behatolási mélységével) egy darabig a keménység állandó, majd növekszik, ahogy az ólomnál keményebb réz hatása érvényesülni kezd.

A felsorolt példákon kívül még számos eddig nehezen megoldható mérési feladat teljesíthető, úm. üvegek, műanyagok, lakkrétegek keménységének jól reprodukálható mérése. Ezekre a vonatkozó szakirodalomban találhatunk részletes adatokat [1–3].

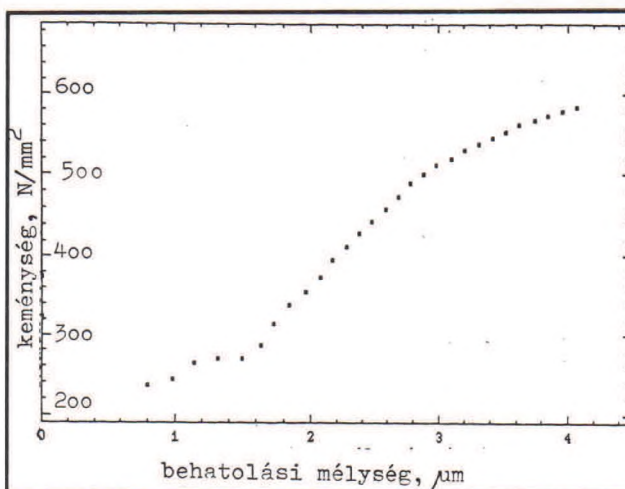
933 075 091

Irodalom

- [1] W.W. Weiler: Dynamic Loading: A New Microhardness Test Method, J. Testing and Evaluation 18. 1990. 229–239.



3. ábra Mikrokeménységmérés a lágyacélra felvitt TiN-bevonaton b – behatolási mélysége a terhelés függvényében. GWS-acél



4. ábra A rézre felvitt, 1,45 μm vastag ólombevonat keménységváltozása a behatolási mélység, azaz a terhelés, függvényében

- [2] W. Staib: Bestimmung der Härte von dünnen Schichten auf Metalloberflächen, Fertigungstechnik und Betrieb 40. 1990. 609–612.
 [3] H.H. Bencke–W. Weiler: Computergesteuerte Mikrohärtmessung unter Prüfkraft. Materialprüfung. 7. 1988.

SZEMLE

Lézeres portartalom-mérő

Az Oldham lézeres mérőegysége a porkoncentráció folyamatos mérését teszi lehetővé a szennyező, illetve a kibocsátó forrás környezetében, fixen telepíthető kivételben. A fényvisszaverés mérési elv biztosítja a porra való nagy érzékenységet, s folyamatos on-line mérést, miközben az áramlásban fellelhető víz-cseppek, illetve az áramló közeg hőmérséklete a mérés pontosságát nem, vagy csak kismértékben befolyásolja. A rendszer lehetővé teszi az adatok távközlését – akár a szokásos telefonkábelben – frekvencia modulált jelátvitellel.

Mérési tartomány: 0...200 mg/Nm³,
 illetve 0...1200 mg/Nm³,
 –25...+55°C hőmérsékleten.

A mérést zavaró porbehatolást megakadályozza a mérő-, illetve érzékelőegység pozitív belső nyomása. (B.L.)

OLDHAM multigáz figyelő

Az MX 21 típusú hordozható gázérezkelő készülék 4-féle gáz egyidejű érzékelésére alkalmas, így a szennyezett levegőjű és/vagy oxigénhiányos területeken dolgozók határos védelmét biztosítja. A készülék cserélhető érzékelői: 1 robbanásveszélyes-gáz-érezkelő; 1 oxigén-, és 2 mérgezőgáz-érezkelő, vagy egy R.B.-gáz-érezkelő és 3 mérgezőgáz-érezkelő. A mérgezőgáz-érezkelő cellák lehetnek: Cl₂, H₂, H₂S, HCl, HCN, NH₃, NO, NO₂, SO₂ stb.
 16-féle R.B. gáz előre beprogramozott adatai találhatóak a memóriában, így a leolvasás az alsó robbanási határ %-ában történik.

Ha a gázérezkelés az előre programozott határértékeket túllépi, a készülék látható és hallható jelzést ad. Az LCD kijelző 4 kvadránsra osztott, tehát mind a 4 gáz mennyisége leolvasható. Konfiguráció:

1. Alapműszer – funkciók:
 R.B. gáz jelzése (% ARH), oxigén jelzése (%), mérgező gáz jelzése (ppm) csatornánként.
2. Továbbfejlesztett műszer:
 Mérgező gáz mérése esetén több biztonsági jelzés; Printer csatlakozás
3. Intelligens műszer:
 Soros interfész és szoftver PC-hez: karbantartáshoz, információ letöltéshez, adatgyűjtéshez, kalibrációhoz, méréshatárváltozáshoz stb. Odham France S.A. termék (K.D.)

A totalreflexiós röntgenfluoreszcens spektrometriai módszer jellemzői és analitikai alkalmazása

Dr. Záray Gyula

A mikro- és nyomanalitika, valamint a felületelemzés relatív új módszere a totalreflexiós röntgenfluoreszcens spektrometria (TR-XRF). Röntgen 1895-ben tett alapvető felfedezését követően Moseley 1913-ban vetette meg a klasszikus röntgenfluoreszcens spektrometria alapjait, feltárva az elemek atomszáma és a karakterisztikus hullámhosszúságú sugárzás közötti kapcsolatot. A röntgenfluoreszcens technika, mint gyors elemanalitikai módszer, a kommersziális berendezések kifejlesztésének köszönhetően az ötvenes évektől vált népszerűvé. A fluoreszcens jel keltésére egy Mo- vagy W-anódú röntgensósból származó sugárzást 45° -os beesési szög alatt bocsátottak a szilárd minta felületére, amelynek $10\text{--}100\ \mu\text{m}$ vastagságú felületi rétegében keltett fluoreszcens sugárzás szolgáltatja az analitikai információt. A fluoreszcens jel mérésére kezdetben hullámhosszdiszperzív, majd a hetvenes évektől kezdődően energiadiszperzív detektorrendszereket alkalmaztak.

A röntgenfluoreszcens spektrometria különösen előnyös tulajdonsága, hogy időigényes mintaelőkészítési, feltárási műveletek nélkül teszi lehetővé a szilárd minták roncsolásmentes, kvantitatív elemanalitikai vizsgálatát. Elsődlegesen cement- és kerámiaipari, geológiai vagy környezetanalitikai minták vizsgálatánál alkalmazzák. A koncentrációtartomány, amelyen belül az egyes elemek meghatározhatók, néhány $\mu\text{g/g}$ -tól a százalékos nagyságrendig terjed. Nyomanalitikai alkalmazhatóságának azonban gátat szab a mátrixhatás, amely szisztematikus hiba kialakulását eredményezi. Ugyanis a mátrix fiziko-kémiai tulajdonságaitól függően változik a primér, gerjesztő röntgensugárzás behatolási mélysége, a röntgensugárzás-anyag kölcsönhatás során keletkező fluoreszcens röntgenfotonok száma, de ugyancsak megváltozik a fluoreszcens fotonok mintából való kilépésének a valószínűsége is. A mátrixhatás kompenzálására a kutatók több módszerrel próbálkoztak (pl. külső és belső standardok alkalmazása, szórt primersugárzás intenzitásmérésén alapuló korrekció, mátrixhígítási eljárások vagy az eredmények tisztán matematikai úton történő korrekciója), de alapvető, új megoldást a Compton által 1930-ban felfedezett totalreflexió jelenlegén alapuló röntgenfluoreszcens technika, a TR-XRF kifejlesztése hozta meg, amelyről 1971-ben Yoneda és Horiuchi [1] számolt be. Módszerüknél a primér, gerjesztő röntgensugárzást sűrűdő beeséssel ($<0,1^\circ$) bocsátottak egy polirozott felületű kvarcra vékony rétegben ($<1\ \mu\text{m}$) felvitt mintára (1. ábra). Ez a kísérleti elrendezés azzal az előnnyel járt, hogy a minta vékony rétegben történt felvitelének köszönhetően a mátrixhatásból adódó problémák elmaradtak, ugyanakkor a minta atomjainak gerjesztésében mind a közvetlenül érkező, mind a reflektált röntgenfotonok is résztvettek.

A TR-XRF módszer elve

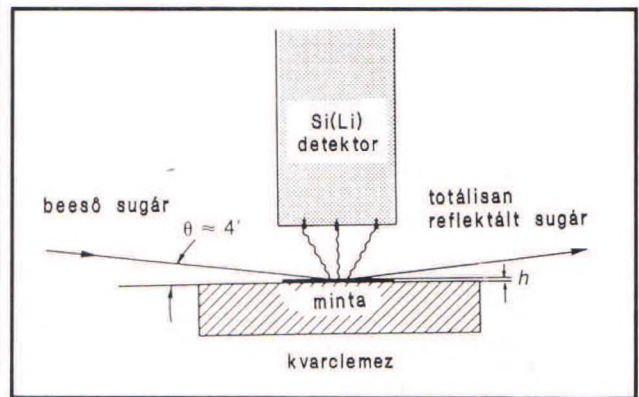
A röntgensugarak, a látható fény sugárzásához hasonlóan, két különböző optikai sűrűségű közeg határán részben megtörnek, részben reflektálódnak. A fénytörés és a reflexió mértékét gyakorlatilag a törésmutató (n) determinálja:

$$n = 1 - \delta - i\beta$$

ahol δ valós részként a röntgensugár eltérítésének a mértékét, míg β imaginárius részként, a röntgensugárzás anyagban történő gyengülését, elnyelését foglalja magában. A δ értéke elsődlegesen a közeg sűrűségétől, míg a β értéke a közeg tömegabszorpciós koefficiensétől függ. Mindkettő függvénye azonban a hullámhossznak. Mivel röntgensugárzás esetében a δ és a β értéke rendkívül kicsi ($\leq 10^{-6}$), a törésmutató csak alig kisebb egynél. Ami a gyakorlatban azt jelenti, hogy a levegőből vagy vákuumból érkező röntgensugarak az anyagba történő behatolást követően csak nagyon kismértékben törnek meg a felületi sík felé.

Totál reflexió alakul ki, ha a röntgensugarak sűrűdő beeséssel, egy, a Snell-féle törvényből kalkulálható $\varphi_c = \sqrt{2\delta}$ kritikus szögnél kisebb szög alatt érkeznek egy határfelületre. A kritikus szög értéke $10\ \text{keV}$ energiájú fotonok esetén mintegy $0,1^\circ$. A totalreflektált röntgensugarak síkfelületű anyagba történő behatolása rendkívül csekély mértékű. A

2. ábrán látható, hogy kvarchordozó esetén a behatolási mélység mintegy $3\ \text{nm}$ csupán, azonban a kritikus határszöglet meghaladó beesési szöggel érkező röntgensugarak egyre mélyebben hatolnak be a felületi rétegbe. Mivel a δ értéket elsődlegesen a közeg sűrűsége szabja meg, a $\varphi_c = \sqrt{2\delta}$ összefüggésből következik, hogy a kritikus szög értéke anyagonként eltérő. Az egyes anyagokra vonatkozó minimális behatolási mélység kvantumoptikai számításokkal határozható meg.



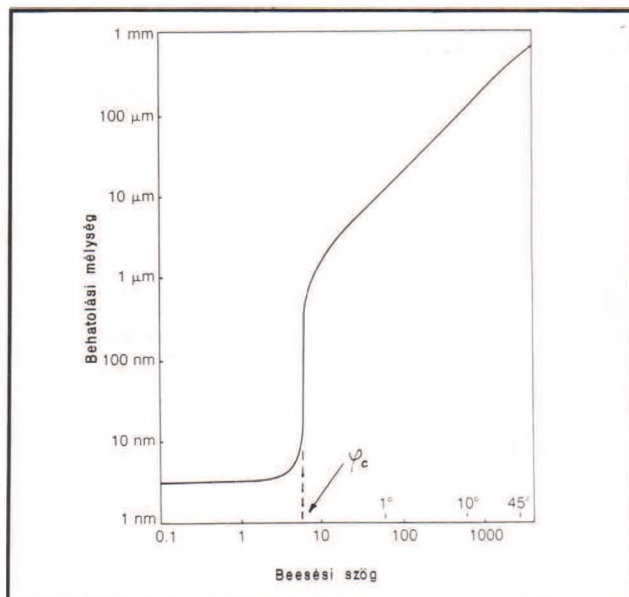
1. ábra A totalreflexiós röntgenfluoreszcens kísérleti berendezés sematikus felépítése

A TR-XRF spektrométerek felépítése

A primer forrásként alkalmazott röntgensövek vonalas fókusszal rendelkeznek és nagy precizitású réssel formázott röntgensugarak vertikális divergenciája $<0,01^\circ$. A röntgensövekből érkező polikromatikus sugárzás a TR-XRF esetében nem használható, mivel a fékezési sugárzás a mintán, valamint a mintahordozón való szóródás után nagy háttérsugárzást eredményezne. Legegyszerűbb megoldásként az optikai fényűtvá kvarcúvegéből készült tükröt helyeznek, amely levágja a nagyenergiájú fékezési sugárzást. Ez a hatás fólmia szűrőkkel még tovább növelhető. A primér röntgensugárzás spektrális eloszlásának ilyen módszerrel történő megváltoztatása nyomanalitikai feladatok megoldásához megfelelő, ahol a legfőbb követelmény a nagy intenzitás, míg a sugárzás szögbeli divergenciája és polikromatikus volta csekély szerepet játszik. Felületanalitikai vizsgálatokhoz azonban csak jól definiált energiájú, monokromatikus röntgensugár a megfelelő, amelynek előállítására a tradicionális kristály-monokromátort vagy kis és nagy sűrűségű anyagok (pl. szén és volfram) egymást követő vékonyrétegeiből kialakított ún. „multilayer”-monokromátorokat alkalmaznak. Az előbbi kiváló felbontóképességgel, de mérsékelt reflektivitással, az utóbbi pedig rendkívül jó optikai hatásokkal, azonban viszonylag gyenge szelektivitással jellemezhető.

A TR-XRF berendezések egyik kulcs eleme – különösen felületanalitikai vizsgálatoknál – a minta pozícióját beállító eszköz. Ezzel történik ugyanis a röntgensugárzás beesési szögének a beállítása és segítségével a szög szerinti intenzitásprofilok felvétele. A kereskedelmi készülékeknél használt $0^\circ\text{--}2^\circ$ sűrűdő beesési szögtartományban $0,005^\circ$ beállítási pontosság az előírt érték.

Hasonló kulcsszerepet tölt be maga a mintahordozó, mint reflektáló közeg. Erre a célra nagy felületi simaságú kvarc, plexi, szénüveg vagy bómitrid lapokat használnak [2, 3]. A hordozólapokkal szembeni főbb követelmények: magas reflektivitás, kémiai inert és szennyezésektől mentes felület, könnyű tisztíthatóság és olcsó ár. Megemlítenéd, hogy felületanalitikai vizsgálatoknál (pl. félévezető lapkák minősítése) maga a vizsgált minta felületi rétege tölti be a reflektáló közeg szerepét.



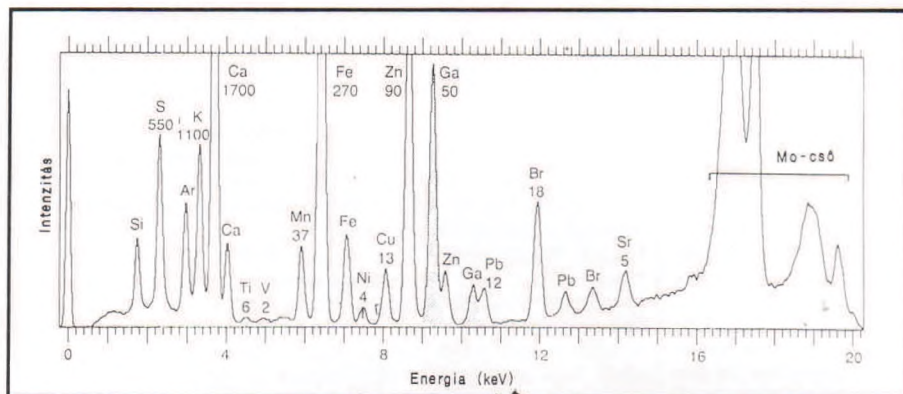
2. ábra A Mo-K α vonalának megfelelő hullámhosszúságú röntgensugárzás számított behatolási mélységének változása a beesési szög függvényében szilícium-mátrix esetén. A kritikus szög (φ_c) értéke: 6 szögperc

A fluoreszcens sugárzás mérésére félvezető Si(Li) detektort és ehhez kapcsolt többcsatornás analízátort alkalmaznak. A detektort a minta fölött mintegy 1 mm távolságra helyezik el, ily módon biztosítva a fluoreszcens fotonok lehető legnagyobb mértékű szögszerinti befogását. A detektorok aktív felülete 30 illetve 80 mm² és spektrális felbontásuk 135 illetve 150 eV. 5.9 keV energiájú sugárzás esetén. A detektorok normál felhasználásnál levegőben üzemelnek, azonban kis rendszámú elemek vizsgálata csak vákuumkamra alkalmazásával valósítható meg. Ilyen vizsgálatok 0.4 μ m vastagságú gyémánt-jellegű szénablakkal ellátott nagy tisztaságú germánium detektort igényelnek.

1. táblázat

A TR-XRFS technikával vizsgált anyagrendszerek [2-4]

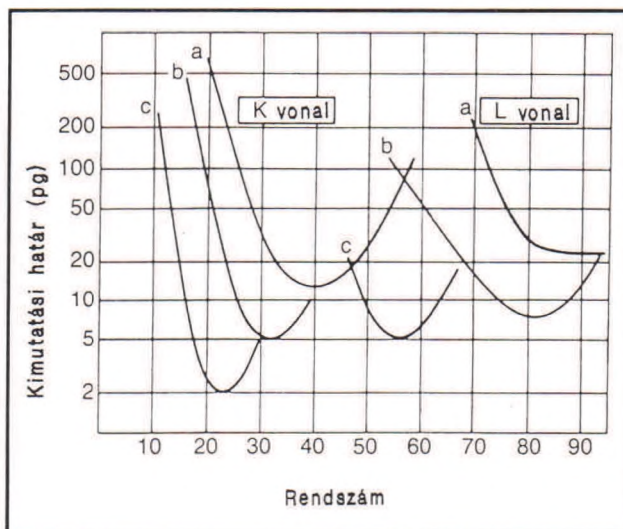
Folyadékok	Szilárd anyagok	
	Szervetlen	Szerves
Vízminták (eső-, ivó-, tenger- és szennyvíz) savak szerves oldószerek olajok vizelet vér, szérum	szállóporok talajok üledékek fémek aeroszolok festékpigmentek félvezető lapkák	növényi anyagok (levelek, algák, fák, gyökerek, szénapor) állati szövetek (tüdő, máj, izom) élelmiszerek (gyümölcsök, rákok, kagylók)



4. ábra Nyomelemeket ppb-szintű koncentrációban tartalmazó esővíz TR-XRF spektruma

Alkalmazási területek

A TR-XRF spektrométereket már számos anyagrendszer vizsgálatánál alkalmazták nyom-, mikro- vagy felületanalitikai feladatok megoldására (1. táblázat). Folyadékok vizsgálatánál 50–100 μ l térfogatú minta elegendő a multielemes kvantitatív analitikai kémiai vizsgálat elvégzéséhez. Különböző eredetű pormintáknál már 10 μ g tömegű minta esetén is meghatározhatók a főalkotók és például festmények művészettörténeti azonosítása egyszerűen elvégezhető. A röntgensugár sűrűdő beesése miatt azonban ügyelni kell arra, hogy a vizsgált porok szemcsemérete az 1 μ m-t ne haladja meg. Finomszemcsés, monodiszperz porminták bemérése szuszpenzió formájában előnyösen megoldható.



3. ábra Vizes oldatok szárazmaradékával végzett vizsgálatok során különböző gerjesztési módoknál meghatározott abszolút kimutatási határok (a W-cső/Ni-szűrő, 35 keV levágási határ; b Mo-cső/Mo-szűrő, 20 keV levágási határ; c W-cső/Cu-szűrő)

A TR-XRF módszer pg nagyságrendű, a grafitkemencés atomabszorpciós technikához hasonló, abszolút kimutatási határokkal rendelkezik (3. ábra). Az említett szekvens módszerrel szemben azonban óriási előnyt jelent a TR-XRF technika multielemes volta, mivel mintegy 1000 s integrációs idő alatt a 11–92 rendszám tartományon belüli elemekről komplett elemanalitikai információ adható.

Gyors kvantitatív vizsgálatok szempontjából alapvető jelentőségű, hogy a kvantifikálás a módszer mátrixfüggetlen volta miatt egyszerűen, egyelemes belső standard adagolásával megvalósítható. A 4. ábra esővíz szárazmaradékával felvett spektrumot ábrázol, amelynél galliumot adagoltak belső vonatkoztatóként 25 ng/ml koncentrációban.

A jelenlegi kutatómunkák elsődlegesen a könnyűelemek meghatározhatóságát és az elemek különböző kémiai formáinak megkülönböztethetőségét lehetővé tevő készülékek kifejlesztését célozzák. Az érdeklődés középpontjában áll még a laterális és mélységi elemeloszlások nagy felbontású mérés technikájának kialakítása, amelynek kereskedelmi készülékekben való megjelenése még néhány évet vár magára.

933 077 019

Irodalom

- [1] Yoneda Y., Horiuchi T.: Rev. Sci. Instrum. 42, 1069 (1971)
- [2] Prange A., Schwenke H.: Adv. X-ray Anal. 35, 899 (1992)
- [3] Schmitt M., Hoffmann P., Lieser K.H.: Anal. Chem. 328, 594 (1987)
- [4] Klockenkämper R., von Bohlen A.: J. Anal. At. Spectrom. 7, 273 (1992)