

# Új készülék az anyagvizsgálók eszköztárában – a hordozható röntgenfluoreszcens analízátor

Lukovits László\*

Egészen a legutóbbi időig az ötvözött acélok és az azokból készült berendezések tájékoztató anyagösszetétel meghatározására egyetlen eszköz: a spektroszkóp állt rendelkezésre. A spektroszkópos vizsgálat nehézségei közismertek: nagy tapasztalatot igényel, fárasztó, a legtöbb vizsgáló csak néhány ötvözőt ismer fel, a vizsgálat kvalitatív jellegű. A vizsgálat során nem keletkezik olyan bizonyító értékű dokumentum mint pl. egy röntgenfilm, mely egyértelműen bizonyítaná a vizsgálat tényét illetve eredményét. Az anyagvizsgáló lelkiismeretességétől függ a jegyzőkönyv értéke. A gyakorlatban eddig több súlyos anyagcsere fordult elő, és sokszor csak a véletlen múlt, hogy nem történt baleset.

Alapvető változást hozott ezen a területen a hordozható röntgenfluoreszcens analízátorok megjelenése. Ezek konstrukciótól függően 10–20–80 elem kvantitatív analízisére, sőt több száz ötvözőt felismerésére alkalmasak. A készülékek kezelése egyszerű, rövid betanulás után bárki használhatja őket. A korszerűbb készülékek alkalmasak kb. 100 mérés eredményeinek, adatainak tárolására, nyomtatóhoz vagy PC-hez csatlakoztathatók.

A készülék méretei a kezdeti szobanagyságúról mára akatatkányira zsugorodtak. Ehhez a műszer három kulcselemét: a sugárforrást, a detektort és a sokcsatornás analízátort kellett miniaturizálni.

A sugárforrás a korábban használt röntgenkészülék helyett egy vagy több radioaktív izotóp. A leggyakrabban használt izotópok adatai a következők:

Izotóp	Felezési idő	Gerjesztési energia
Fe-55	2,6 év	5,89–6,49 keV
Cd-109	1,3 év	22,16–24,94 keV
		88,1 keV (gamma)
Cm-244	17,8 év	14–21 keV
Am-241	433 év	14–21 keV
		59,5 keV (gamma)

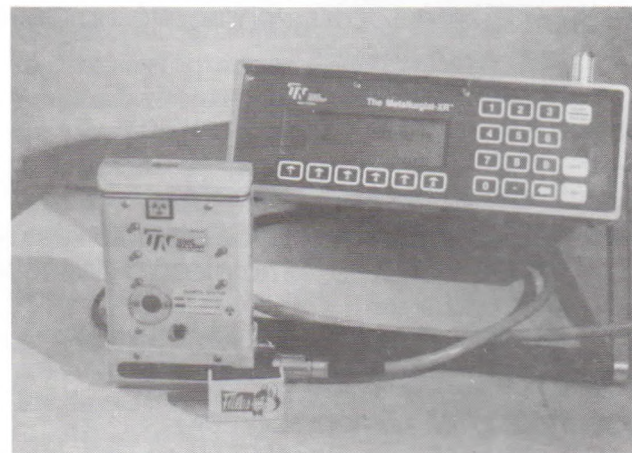
A felsorolt izotópok K befogással illetve gamma foton emisszióval alakulnak át. A K befogás során az instabil mag befog a héjszerkezet egyik, általában a legbelső K héjáról egy elektront. Például az Fe-55-ös izotóp magjának egyik protonja a befogott elektronnal neutronná alakul és a tömegszám változatlanul maradása mellett (az Fe-55 átalakul Mn-55-re) a rendszám 26-ról 25-re változik. Az elektronebefogást követően a magból nem lép ki részecske, de a héjban levő elektronihiány megszűnésekor a héjból karakterisztikus röntgensugárzás emittálódik.

A sugárforrások zárt kivitelűek, a szokásos aktivitások 180–1700 MBq. Az alacsony energiák és a kis aktivitások miatt, a biztonsági előírások betartása esetén, a kezelőt és környezetét nem éri sugárzás. Ugyancsak a kis energiák miatt a mintának csak mintegy 8–10 µm-es felületi rétege kerül vizsgálatra. A leggyakrabban használt Fe-55/Cd-109 izotóppárosítás esetén mintegy három évenként szükséges a sugárforrásokat

cserélni. A fotonok detektálására korábban használt proporcionális számlálók felbontóképessége rossz volt, a kiváló felbontóképességű (200 eV) félvezető detektorok viszont folyékony nitrogén hűtést igényeltek. A detektorok tökéletesítésével sikerült egyrészt a proporcionális számlálók felbontóképességét kb. 800 eV-ra javítani, másrészt olyan félvezető higanyjodid detektorokat előállítani, melyeknél a felbontóképesség kis mértékű romlása mellett (300 eV) a hűtést csak egy Peltier elem biztosítja.

A harmadik kulcselem a sokcsatornás analízátor. A mikroprocesszoros technológia lehetővé tette, hogy például a Texas Nuclear 9277-es berendezésébe (melyet Európában a Ramsey Eng.\* forgalmaz) egy 2000 csatornás analízátort építsenek.

A műszer egy akatatkány nagyságú központi egységből és a vizsgálófejből áll. (1., 2. ábrák) A vizsgálófej tartalmazza a két sugárforrást, a detektort, a sugárforrásokat mozgató motort és a hajtást, valamint a detektort hűtő egységet.



1. A Texas Nuclear 9277 hordozható berendezés

A központi egység tartalmazza a 6–8 óra üzemeltetést biztosító akkumulátorokat, a számítógépet, a folyadékkristályos képernyőt és a fólia tasztatúrát. A vizsgálófej tömege kb. 1,1 kg, a központi egységé 6,7 kg.

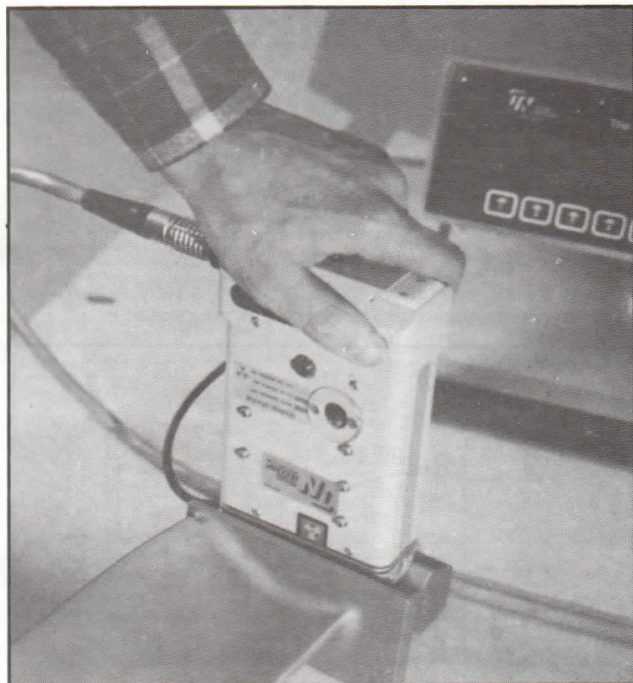
A vizsgálathoz a készüléket menürendszer segítségével lehet programozni. Így például kiválasztható a kívánt mérési pontosság és az ahhoz tartozó besugárzási idő mindkét izotópra. Átlagos mérési pontosság eléréséhez a mérési idő, új sugárforrás esetén, 10–30 s.

A mérés során a készülék felveszi a besugárzott minta spektrumát és összehasonlítja a memóriába beírtakkal. A Texas Nuclear 9277-es készülék 21 elem kvantitatív meghatározására alkalmas. Ezek a következők: Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Se, Zr, Nb, Mo, Ag, Sn, Hg, Ta, W, Au, Pb, Bi.

A Ti-nál könnyebb elemek (például S, Si, Al, Mg, C, B) kvantitatív analízise ma még nem megoldott megnyugtatóan, ugyanis ezeknek az elemeknek gerjesztésekor keletkező kis energiájú fotonok a levegőben elnyelődnek.

\*Erőmű Beruházási Vállalat





2. A Texas Nuclear 9277 berendezés vizsgálófeje mérési helyzetben

Az analízis pontossága a mérési időn túl, függvénye az ötvözet típusának is. Példaként megadjuk néhány elemre a várható általános mérési pontosságot különböző ötvözet típusokban:

Ötvöző-elem	Rozsdamentes vasötvözetek	Ötvöztelen acélok	Alumínium-ötvözetek
Ti	0,03%	0,01%	0,02%
Cr	0,35%	0,07%	0,02%
Mn	0,20%	0,15%	0,10%
Co	0,25%	0,20%	0,02%
Ni	0,45%	0,30%	0,04%
Nb	0,01%	0,01%	0,002%
Mo	0,02%	0,01%	0,002%

A mérési pontosság a feladat jellegétől függően növelhető, vagy csökkenthető. A pontosság növelésével a mérési idő négyzetesen nő és természetesen ugyanígy kis pontosságú méréseknél rohamosan csökken. A készülék a felsorolt 21 elemen kívül egyéb elemek kvalitatív analízisére is alkalmas, ilyenkor ismert összetételű etalon spektrumát hasonlítja össze a vizsgált mintáéval.

Annak érdekében, hogy az anyagazonosítás kényelmesebb és gyorsabb legyen, a gyártók a különféle műszerek ROM-jába többszáz különböző ötvözet nevét és ötvözőinek „től-ig” határait töltötték. Ha tehát egy minta összetétele a tőrés-határokon belül van a műszer megadja a kémiai összetételén túl az anyag jelét is. A 3. ábrán egy, az erőművek főgőzvezetékeinél használatos melegszilárd acél kinyomtatott vizsgálati eredményei láthatók. Ha a minta összetétele nem felel meg pontosan valamelyik ötvözetnek, figyelmeztetés jelenik meg a képernyőn. A ROM-ba töltött jellegzetes ötvözetcsoportok lehetnek például: Al-ötvözetek, ötvöztelen és gyengén ötvözött acélok, rozsdamentes acélok, acélöntvények, Ni-bázisú ötvözetek, szerszámacélok, Co-ötvözetek, Cu-ötvözetek, bronzok, sárgarezek, aranyötvözetek és tiszta fémek.

A készülék használójának lehetősége van a ROM-ba írt ötvözeteken túl saját ötvözeit is gyakorlatilag percek alatt betölte-

Model No. TN 9277  
 DATE 4/8/91  
 TIME 7:26:22  
 Precision Fe:1.00 Cd:1.00  
 MODE: UNIVERSAL  
 Matched:  
 CRMO-P22  
 10\_CRMO\_910

COMPOSITION: ( 3 )

	pcnt	std dev
Cr:	2.28	0.155
Fe:	95.52	0.636
Ni:	0.74	0.255
Nb:	0.03	0.012
Mo:	1.03	0.039

3. Példa a kinyomtatott vizsgálati eredményre

4. A KO33 acél röntgenspektruma Cd-109 gerjesztéssel



ni. Ehhez csak az ötvözők „től-ig” határait kell ismerni. További hasznos lehetőség az anyagazonosítás kijelölt etalon alapján. Ennek során a vizsgált darabok spektrumát a készülék egy ismert összetételű vagy megfelelőnek minősített darabéval hasonlítja össze. Ilyenkor nincs szükség a minta elemenkénti „nem felel meg” szöveg jelenik meg. Gyakori eset, hogy a megfelelő és nem megfelelő darabok között egyetlen ötvöző jelenléte a különbség. Ez például a KO 33 és a KO 36Ti esetében a kis mennyiségű titán. Ennek kimutatásához elegendő a minta néhány másodperces besugárzása az Fe-55-ös izotóppal.

Etalonként felhasználhatók az Analytical Reference Materials International Inc. által hitelesített anyagminták. Az előzőek szerint TN 9277 tartalmaz egy komplett sokcsatornás (2000) analízátort is. Itt ugyancsak menürendszerű programozással a vizsgált minták spektruma tovább elemezhető. A 4. ábrán egy KD 33-as acél Cd-109-es forrással felvett spektruma látható. A spektrum baloldalán a Cr, Fe és Ni fluoreszcencia csúcsok, jobboldalt a Mo fluoreszcencia és Cd-109 visszaszórás csúcsok, középen pedig a belső referencia etalon (Sr) csúcsa láthatók. Tapasztalataink szerint a készülék sokoldalúan használható üzemi, szerelési körülmények között is. Mivel méretei és súlya kicsik, hálózati feszültséget nem igényel ideálisan használható például olajipari, vegyipari, energiaipari rendszerek szerelése, annak csupán fémtisztának kell lennie. A műszer az analízált darab geometriájára nem érzékeny, egyszerű tartozékokkal keskeny hegesztési varratok, vékony huzalok, golyók és más kis méretű alkatrészek is vizsgálhatók.

A készülék honosítása megtörtént, üzemeltetési és szállítási engedélyeik a hazai és még inkább a nyugati gyakorlatban biztosíthatók.

911 012 004

\*A Ramsey Engineering európai központjának címe: Utrechtseweg 15 3811 NA Amersfoort, Holland