Dominik SENCZYK

# DOBÓR WARUNKÓW DETEKCJI PROMIENIOWANIA RENTGENOWSKIEGO W BADANIACH STRUKTURALNYCH MATERIAŁÓW POLIKRYSTALICZNYCH

Streszczenie. Dobór warunków pracy dyfraktometru rentgenowskiego dotyczy głównie warunków wytwarzania tego promieniowania, pracy goniometru licznikowego i układu pomiarowego dyfraktometru. W ostatnim przypadku bardzo istotny jest właściwy dobór warunków detekcji promieniowania rentgenowskiego. W obecnej pracy przedstawimy na konkretnym przykładzie zasady doboru tych warunków.

# SELECTION OF CONDITIONS FOR X-RAY DETECTION IN STRUCTURAL INVESTIGATIONS OD POLYCRYSTALLINE MATERIALS

Summary. Principles of selection of conditions for X-ray detection in structural investigations of polycrystalline material with X-ray diffractometer are presented. The following problems are discussed: selection of conditions for X-ray counter, application of condition of maximal value of intensity ratio for characteristic and Bremsstrahlung radiation, application of sensitivity test to determine work conditions for X-ray tube, application of integral and differential characteristic curve of radiation counters for specified purposes.

# Zasady doboru warunków detekcji promieniowania rentgenowskiego

W celu przedstawienia zasad doboru warunków detekcji promieniowania rentgenowskiego omówimy:

- dobór warunków pracy detektorów tego promieniowania,
- zasady identyfikacji maksimów na krzywych rozkładów amplitudowych impulsów rejestrowanych przez układy pomiarowe detektorów,
- ustalenie parametrów pracy układu pomiarowego detektorów promieniowania rentgenowskiego,
- wykorzystanie kryterium czułości do ustalania warunków pracy lampy rentgenowskiej,
- całkową i różniczkową charakterystykę detektorów promieniowania i ich wykorzystanie do ustalonych celów,
- zastosowanie techniki zliczania impulsów i metody wyboru stałego czasu pomiaru lub metody wyboru stałej liczby zliczanych impulsów.

Na rysunkach 1 i 2 przedstawiono charakterystyki liczników stosowanych w badaniach przykładowo dla promieniowania CrKα.



Rys. 1. Charakterystyka licznika proporcjonalnego VA-Z-522 Fig 1. Characteristic curve of a proportional counter VA-Z-522



Rys. 2. Charakterystyka licznika scyntylacyjnego BDS-6-06 Fig. 2. Characteristic curve of a scintillation counter BDS-6-06

Wszystkie charakterystyki na tych rysunkach mają zbliżony kształt, a ich najważniejszą część stanowi poziomy odcinek (plateau), dla którego liczba zliczanych impulsów słabo zależy od napięcia pracy odpowiedniego licznika. Oznacza to, że nawet przy słabej stabilizacji napięcia pracy detektor przy stałym natężeniu promieniowania zlicza praktycznie stałą liczbę impulsów. Napięcie pracy detektorów dobierano tak, by znajdowało się ono w połowie długości plateau i w ten sposób: U = 1850 V dla licznika proporcjonalnego typu VA-Z-522, U = 660 V dla licznika scyntylacyjnego typu BDS-6-06.



- Rys. 3. Rozkład amplitudowy impulsów rejestrowanych przez układ pomiarowy licznika proporcjonalnego VA-Z-522
- Fig. 3. Distribution of impulse amplitude registered by arrangement of circuits in a VA-Z-522 proportional counter



- Rys. 4. Rozkład amplitudowy impulsów rejestrowanych przez układ pomiarowy licznika scyntylacyjnego BDS-6-06
- Fig. 4. Distribution of impulse amplitude registered by arrangement of circuits in a BDS-6-06 scintillation counter

Dla ustalonych napięć pracy liczników wykonano następnie rozkłady amplitudowe impulsów rejestrowanych przez układy pomiarowe detektorów. W charakterze przykładu na rysunkach 3 i 4 pokazano takie rozkłady dla promieniowania CrKα i stosowanych detektorów.

Wszystkie rozkłady amplitudowe na tych rysunkach mają zbliżony kształt, a różnią się jedynie położeniem głównego maksimum (tzw. fotopiku) wytworzonego przez charakterystyczne promieniowanie rentgenowskie (w tym przypadku przez promieniowanie serii K o długościach fali  $\alpha_1$  i  $\alpha_2$  odpowiedniego pierwiastka, z którego wykonano anodę lampy rentgenowskiej). Rozkłady amplitudowe impulsów rejestrowanych przez układ pomiarowy licznika proporcjonalnego zawierają jeszcze drugie maksimum o znacznie mniejszym natężeniu, tzw. pik wylotu (pik strat – escape peak), związany z promieniowaniem fluorescencyjnym emitowanym przez gaz wypełniający licznik. Wartość napięcia, przy którym pik wylotu osiąga maksimum, można wyznaczyć ze wzoru [1-5]:

$$\mathbf{U} = \mathbf{a}(\mathbf{E}_{kw} - \mathbf{E}_{fl}),\tag{1}$$

gdzie:

E<sub>kw</sub> – energia kwantu charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego CrKα,

 $E_n$  – energia kwantu promieniowania fluorescencyjnego ksenonu XeL $\alpha_1$ ,

a – współczynnik proporcjonalności.

Wartość współczynnika a wyznaczamy dla przypadku, gdy nie występuje promieniowanie fluorescencyjne, czyli E<sub>XeLa</sub>, = 0. Wówczas:

$$\mathbf{U} = \mathbf{a}\mathbf{E}_{\mathbf{k}\mathbf{w}}.$$

Na przykład dla promieniowania CrK $\alpha$  i licznika proporcjonalnego wypełnionego ksenonem mamy: U = 4,3 V, E<sub>kw</sub> = E<sub>CrK $\alpha$ </sub> = 4,9 keV i wobec tego: a = 5,47710<sup>15</sup> C<sup>-1</sup>. Pik wylotu będzie więc położony przy napięciu:

$$U = 5,477 \cdot 10^{15} \cdot (4,9-4,1) \cdot 10^3 \cdot 1,602 \cdot 10^{-19} V = 0,702 V,$$
(3)

ponieważ E<sub>XeLa1</sub> = 4,1 keV.

Z rozkładu amplitudowego impulsów dla promieniowania CrKα i licznika proporcjonalnego stwierdzamy, że rzeczywiście przy tej wartości napięcia jest położone nieduże maksimum, a więc jest to pik wylotu. W podobny sposób można określić położenie pików wylotu dla pozostałych promieniowań oraz udowodnić, że niewielkie maksimum na krzywej rozkładu amplitudowego impulsów jest rzeczywiście pikiem wylotu.

Dla pracy układu pomiarowego detektora w trybie integralnym (np. przy wyznaczaniu charakterystyki detektora lub jakościowej analizie fazowej) parametry pracy lampy rentgenowskiej obliczono ze wzorów:

$$U = 4U_{wzb},$$
(4)

$$i_{max} = \frac{P}{4U_{wzb}},$$
(5)

gdzie:

Uwzb- napięcie wzbudzenia danej serii promieniowania charakterystycznego,

P - moc lampy rentgenowskiej,

imax – maksymalna wartość natężenia prądu anodowego lampy rentgenowskiej.

Wzór (4) wynika z warunku maksymalnej wartości stosunku natężeń promieniowania charakterystycznego i promieniowania hamowania [1-5].

Okazuje się jednak, że przy pracy w trybie różniczkowym (np. przy wyznaczaniu rozkładów amplitudowych impulsów, ilościowej analizie fazowej lub pomiarach parametrów sieci krystalicznej), w którym obraz dyfrakcyjny charakteryzuje się dużym kontrastem (linie dyfrakcyjne są bardzo dobrze widoczne, ponieważ mają duże natężenie całkowite i maksymalne, a tło jest niewielkie), natężenie promieniowania charakterystycznego rośnie również dla napięć większych od 4U<sub>wzb</sub> (rys. 5).



Rys. 5. Rozkłady amplitudowe impulsów rejestrowanych przez układ pomiarowy licznika proporcjonalnego VA-Z-522 dla różnych napięć pracy lampy rentgenowskiej z anodą kobaltową

Fig. 5. Distributions of impulse amplitude registered by arrangement of circuits in a VA-Z-522 proportional counter for various voltages of x-ray tube with cobalt target W tym przypadku konieczne jest precyzyjne wyznaczenie parametrów układu pomiarowego dyfraktometru rentgenowskiego, a przede wszystkim: napięcia pracy stosowanego detektora promieniowania  $U_{pl}$  [V], wzmocnienia impulsów W [dB], napięcia progowego analizatora amplitudy  $U_{pa}$  [V] i szerokości jego kanału  $\Delta U$  [V]. Doświadczalnie wyznaczone wartości tych parametrów zestawiono w tablicy 1 dla obu stosowanych detektorów promieniowania.

#### Tablica 1

Doświadczalnie wyznaczone parametry pracy układu pomiarowego	ł
detektorów promieniowania rentgenowskiego	

Licznik	U <sub>pl</sub> [V]	Promieniowanie	W [dB]	U <sub>Da</sub> [V]	ΔU [V]
Proporcjonalny typu VA-Z-522	1850	ΜοΚα	27,0	5,60	2,80
		CuKa	30,0	4,83	1,54
		CoKα	31,5	4,52	1,96
		CrKa	31,5	3,67	1,26
Scyntylacyjny typu BDS-6-06	660	ΜοΚα	39,0	4,33	2,94
		CuKa	43,0	3,40	2,80
		<b>CoK</b> α	39,0	1,66	1,68
		CrKa	45,0	2,40	2,80

W celu analizy powyższych stwierdzeń rozważymy kryterium czułości wyrażone następującym wzorem [1-5]:

$$\alpha = \sqrt{\frac{n_1}{k_t}},$$
(6)

gdzie:

n<sub>l</sub> – szybkość zliczania impulsów w maksimum linii dyfrakcyjnej,

k, - względny poziom tła określony wyrażeniem:

$$k_t = \frac{n_t}{n_1},$$
(7)

n, – szybkość zliczania impulsów w tle.

Wielkość α jest więc stosunkiem wysokości linii dyfrakcyjnej do wielkości fluktuacji tła. Z powyższego kryterium wynika, że szerokość kanału analizatora równa:

$$\Delta U = 1,4a,$$
(8)

gdzie a oznacza szerokość połówkową linii dyfrakcyjnej, zapewnia przepuszczenie 90% kwantów promieniowania charakterystycznego z jednoczesną dyskryminacją kwantów promieniowania o innych długościach fal.

Wniosek powyższy, dotyczący wzrostu natężenia promieniowania charakterystycznego dła napięć większych od 4U<sub>wzb</sub>, potwierdzają wartości kryterium czułości wyrażonego wzorem (6), przedstawione jako funkcja napięcia pracy lampy rentgenowskiej dla promieniowania CoKα (rys. 6). Okazuje się, że do napięcia około 32 kV wartości te różnią się prawie liniowo, po czym osiągają wartość maksymalną dla U = 40 kV, by następnie nieco zmaleć. Oznacza to, że przy stosowaniu układu pomiarowego detektora w trybie różniczkowym warto nieco zwiększyć napięcie pracy lampy rentgenowskiej powyżej  $4U_{wzb}$  (w rozważanym przypadku wynosi ono 31 kV) aż do wartości  $U_{max}$  odpowiadającej maksymalnej wartości kryterium czułości (w danym przypadku do wartości 40 kV).



Rys. 6. Zależność wartości kryterium czułości, wyrażonego wzorem (6), od napięcia pracy lampy
 Fig. 6. Dependence of sensitivity test value, represented by equation (6), upon x-ray tube voltage with cobalt target



- Rys. 7. Rozkłady amplitudowe impulsów rejestrowanych przez układ pomiarowy licznika proporcjonalnego VA-Z-522 dla różnych wzmocnień amplitud tych sygnałów
- Fig. 7. Distributions of impulse amplitude registered by arrangement of circuits in a VA-Z-522 proportional counter for various amplifications



- Rys. 8. Rozkłady amplitudowe impulsów rejestrowanych przez układ pomiarowy licznika proporcjonalnego VA-Z-522 dla różnych napięć pracy tego licznika
- Fig. 8. Distributions of impulse amplitude registered by arrangement of circuits in a VA-Z-522 proportional counter for various counter voltages



Rys. 9. Całkowa i różniczkowa charakterystyka licznika proporcjonalnego VA-Z-522 Fig. 9. Integral and differential characteristic curve for proportional counter VA-Z-522

O właściwym doborze parametrów pracy detektora oraz jego układu pomiarowego świadczy wykonana charakterystyka różniczkowa, przedstawiona wraz z charakterystyką całkową licznika proporcjonalnego typu VA-Z-522, przykładowo, dla promieniowania CuKα na rys. 9.

Z charakterystyki różniczkowej na tym rysunku widać, że przy ustalonych parametrach pracy układu pomiarowego detektora jego napięcie pracy rzeczywiście wynosi 1850 V, a więc

jest równe wartości ustalonej z charakterystyki całkowej. Charakterystyka różniczkowa, jak to pokazuje rysunek 9, pozwala na dokładniejsze ustalenie napięcia pracy detektora.

## Literatura

- 1. Chejker D. M., Zevin L. S.: Rentgenovskaja difraktometrija, Fizmatgiz, Moskva 1963, s. 39-46.
- Senczyk D.: Rentgenowskie metody i techniki badania struktury materiałów, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 1984, s. 38-41.
- Senczyk D.: Pomiary makronaprężeń metodami rentgenograficznymi w materiałach polikrystalicznych, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Rozprawy, 1988, nr 194, s. 35-38, 43-50.
- Senczyk D.: Dyfraktometria rentgenowska w badaniach stanów naprężenia i własności sprężystych materiałów polikrystalicznych, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 1995, s. 185-200.
- Senczyk D.: Rentgenowskie pomiary tensora naprężenia, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 1998, s. 58-73.

Politechnika Poznańska, Instytut Inżynierii Materiałowej, pl. M. Skłodowskiej-Curie 5, 60-965 Poznań

Recenzent: Prof. dr hab. Zygmunt Kleszczewski

### Abstract

Principles of selection of conditions for x-ray detection in structural investigations of polycrystalline material with X-ray diffractometer are presented. The following problems are discussed:

- selection of conditions for X-ray counter (based on characteristic curve of proportional and scintillation counters),

- principles of maximum identification (principal maximum so-called photopeak and escape peak) on distribution of impulse amplitude registered by arrangement of circuits in a counters of x-ray diffractometer (example for  $CrK\alpha$  radiation and xenon-filled proportional counter is given),

- determination of parameters for arrangement of circuits in a counters of X-ray diffractometer (especially for single-channel pulse-height analyzer),

- application of condition of maximal value of intensity ratio for characteristic radiation (linear spectrum) and Bremsstrahlung radiation (continuous spectrum),

- application of sensitivity test to determine work conditions for X-ray tube,

- application of integral and differential characteristic curve of radiation counters for specified purposes,

- application of counting technics and fixed time method (in this case the number of counts is accumulated at each observation point in a predetermined period of time) or fixed count method (in this case a predetermined number of counts are accumulated at each observation point).