

**MODERNIZACJA ANALIZATORA CHEMICZNEGO EDS
DO MIKROSKOPU SEM 525M**

DOKUMENTACJA TECHNICZNO-RUCHOWA

Opracowanie:

**ELBIT Firma Innowacyjno-Wdrożeniowa
33-100 Tarnów
ul. Krzyska 15**



Spis treści

1. Zasada działania	2
1.1. Charakterystyczne promieniowanie rentgenowskie	2
1.2. Linie charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego	2
1.3. Mapy rentgenowskie.....	3
1.4. Analizy rentgenowskie	4
2. Budowa i zakres modernizacji analizatora chemicznego.....	5
3. Oprogramowanie.....	7
3.1. Pasek ikon	8
3.2. Zakładka PRACA.....	10
3.2. Zakładka DIAGNOSTYKA.....	11

1. Zasada działania.

1.1. Charakterystyczne promieniowanie rentgenowskie

Widmo charakterystyczne powstaje w wyniku oddziaływania elektronów wiązki z elektronami wewnętrznych powłok atomów próbki. Normalnie powłoki K i L atomów o liczbach atomowych większych od 10 są zapełnione. Jeśli jeden z elektronów K zostanie usunięty, atom może doznać przejścia, w którym elektron L lub M "przeskoczy" na puste miejsce, a wyzwolona przy tym energia potencjalna zostanie wyemitowana jako kwant promieniowania elektromagnetycznego. Typowe wartości energii takich przejść leżą w zakresie rentgenowskim widma promieniowania elektromagnetycznego. Energia tego kwantu jest ściśle określona dla każdego rodzaju przejścia w danym pierwiastku i dlatego jest cechą diagnostyczną.

Spektrometr rentgenowski rejestruje charakterystyczne promieniowanie rentgenowskie. Zadaniem spektrometru jest zliczenie impulsów promieniowania rentgenowskiego i posegregowanie ich. Spektroskopia promieni rentgenowskich może być przeprowadzona dwiema metodami:

- metoda dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego (Energy Dispersive Spectrometry - EDS). Stosuje się detektory, w których natężenie sygnału wyjściowego jest proporcjonalne do energii padających impulsów, np. liczniki scyntylicyjne, proporcjonalne liczniki przepływowe, detektory Li/Si.
- metoda dyspersji długości fali promieniowania rentgenowskiego (Wave Dispersive Spectrometry - WDS). Stosuje się spektrometr promieni rentgenowskich z kryształem analizującym.

1.2. Linie charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego

W celu wytworzenia charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego konieczna jest luka w wewnętrznych powłokach elektronowych atomu. W zależności od tego, na której powłoce powstała luka, wyróżniamy odpowiednie serie linii.

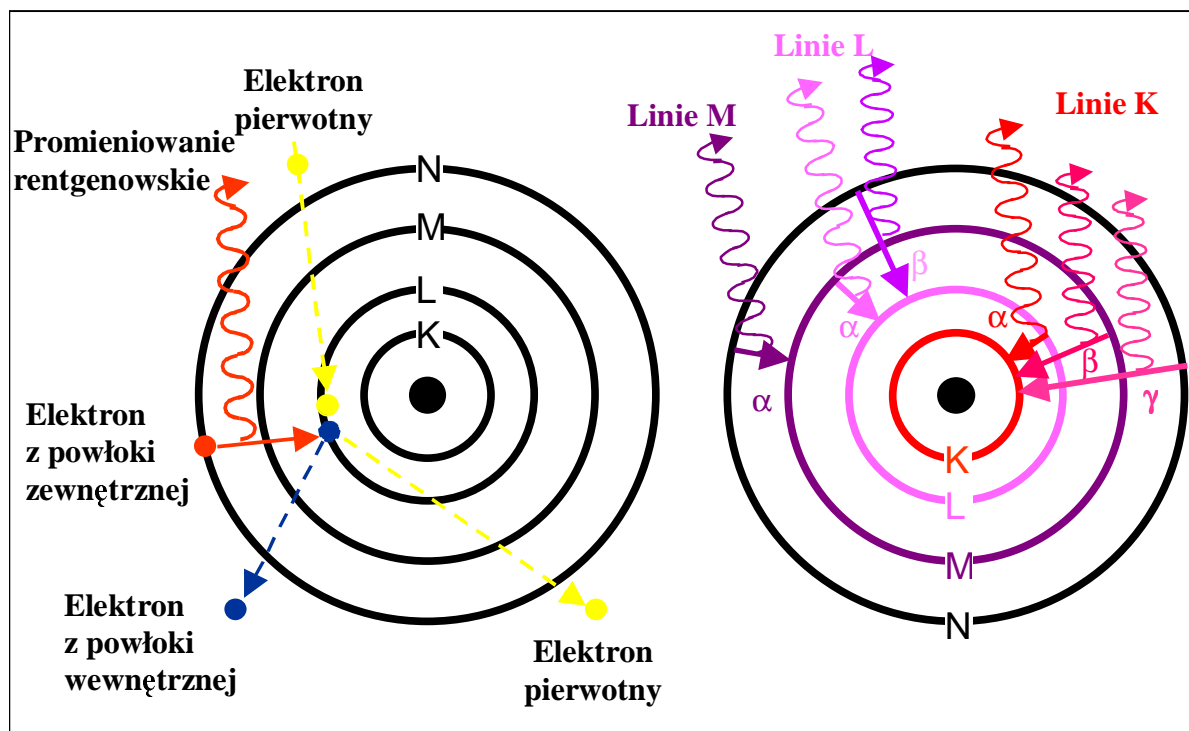
Jeśli wybity zostanie elektron z powłoki K to obserwowane w widmie charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego linie, odpowiadające emisji energii towarzyszącej przejściu elektronu w celu uzupełnienia luki nazywamy liniami K:

- $K\alpha$ - gdy przejście elektronu następuje z powłoki L,
- $K\beta$ - dla przejścia z powłoki M,
- $K\gamma$ - dla przejścia z powłoki N.

Jeśli wybity zostanie elektron z powłoki L to mamy do czynienia z liniami L:

- $L\alpha$ - gdy przejście elektronu następuje z powłoki M,
- $L\beta$ - dla przejścia z powłoki N.

Jeśli wybity zostanie elektron z powłoki M to obserwujemy linie M (patrz rys.)



Ogólne zasady dotyczące linii charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego:
Dla danego pierwiastka niższe linie mają wyższą energię niż linie wyższe:
 $E_K > E_L > E_M$

W obrębie danej serii linie pierwiastków o niższej liczbie atomowej mają niższą energię, np. linia K węgla ma niższą energię niż linia K tlenu

Linie niższych serii (K) są wyraźne i mają prostą strukturę, natomiast linie serii wyższych (L i M) mają strukturę złożoną i zachodzą na siebie.

Promieniowanie ciągłe stanowi tło linii charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego w mikroanalizatorze rentgenowskim. Znajomość natężenia tego tła jest bardzo istotna przy określaniu granicy wykrywalności badanego pierwiastka.

1.3. Mapy rentgenowskie

Promieniowanie rentgenowskie daje obraz o znacznie gorszej jakości niż obraz „elektronowy”. Jednym z powodów jest duży obszar oddziaływania, z którego pochodzi rejestrowane promieniowanie rentgenowskie, co powoduje słabszą rozdzielczość. Inną przyczyną jest ciągłe promieniowanie rentgenowskie (Bremsstrahlung), które w kombinacji z niskim z natury poziomem impulsów promieniowania charakterystycznego powoduje, że stosunek sygnał – szum jest niekorzystny.

Na ogół obrazy rentgenowskie są prezentowane jako mapy. Wiązka analityczna skanuje analizowany obszar punkt po punkcie. Spektrometr jest ustawiany tak, aby rejestrował punkt na analizowanym obszarze, gdy wykryje impuls rentgenowski o energii charakterystycznej dla danego pierwiastka. W ten sposób powstaje mapa odwzorowująca rozmieszczenie tego pierwiastka w badanym obszarze. Nowoczesne systemy EDS potrafią utworzyć mapy w odcieniach szarości, pokazujące względną intensywność impulsu w każdym punkcie, wymaga to jednak zastosowania wystarczająco długiego czasu postoju

wiązki w każdym punkcie analitycznym. Podczas jednego przebiegu wiązki analitycznej można zarejestrować mapy rozkładu dla kilkunastu pierwiastków.

1.4. Analizy rentgenowskie

Ze względu na słabą rozdzielczość, impulsy rentgenowskie są bardziej przydatne do celów analitycznych niż do odwzorowywania próbki. Analiza jakościowa dąży do ustalenia czy badany obszar próbki zawiera dane pierwiastki, w oparciu o występowanie lub brak ich charakterystycznych pików w widmie. Celem analizy ilościowej jest ustalenie stosunków zawartości pierwiastków na podstawie porównania intensywności odpowiednich pików tych pierwiastków pomiędzy sobą lub porównania z wzorcami. Analiza ilościowa jest procesem skomplikowanym, ze względu na możliwość wystąpienia różnorodnych interakcji pomiędzy atomami próbki i charakterystycznym promieniowaniem rentgenowskim.

2. Budowa i zakres modernizacji analizatora chemicznego.

W skład zmodernizowanego systemu wchodzi:



- detektor;
- analizator chemiczny wraz z komputerem PC i oprogramowaniem „ISA”;
- komplet kabli.

Podczas modernizacji nie dokonywaliśmy żadnych przeróbek tak samego detektora, jak i zabudowanego na nim przedwzmacniacza.

Sygnal z detektora przy pomocy trzech kabli wchodzi do zmodernizowanej skrzyni analizatora.

Całość procesu przetwarzania odbywa się wewnątrz tego modułu.



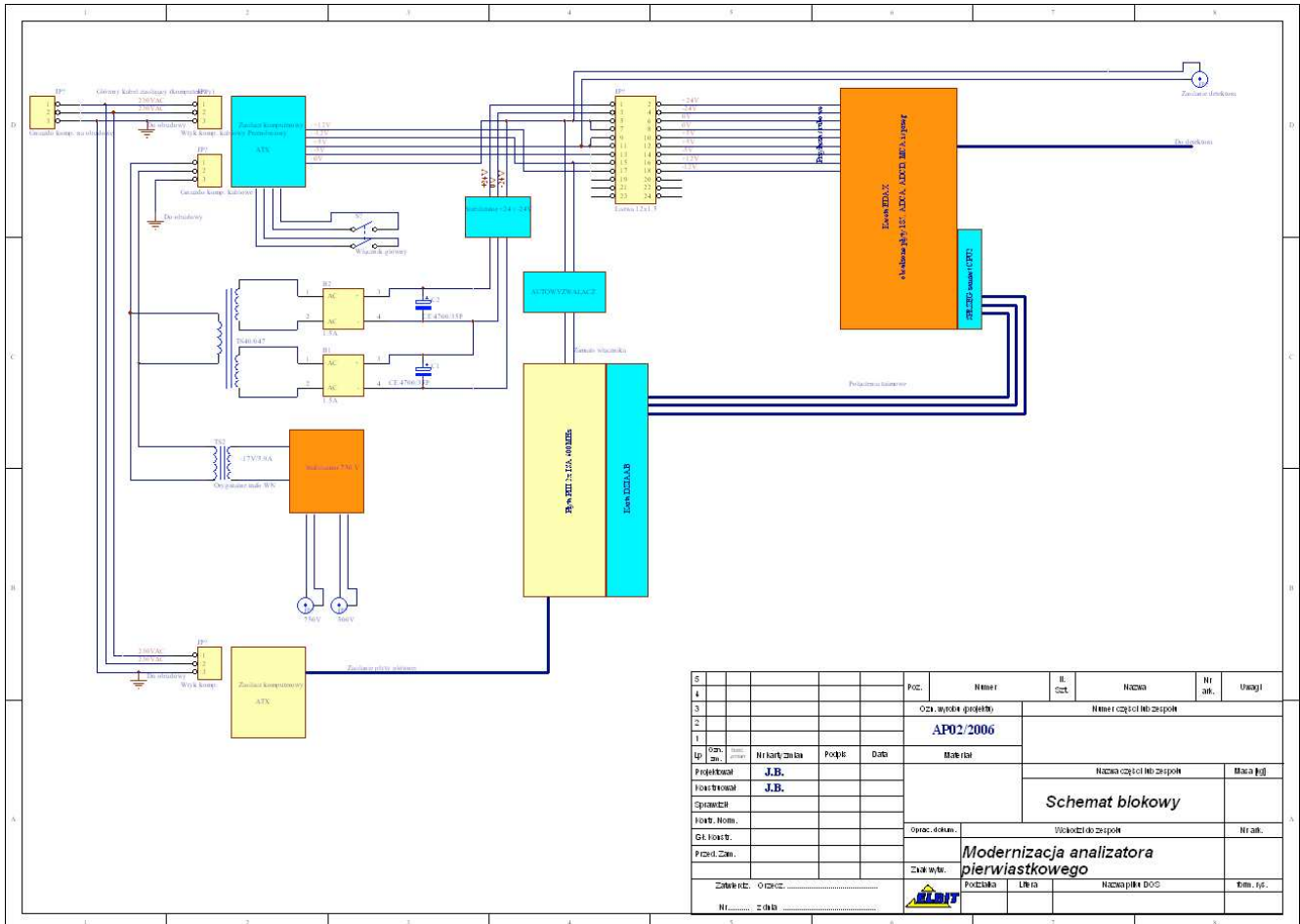
W skrzyni wstawiona jest także płyta PC z oprogramowaniem, które pozwala na analizę dokonywanych pomiarów.

Podczas prac modernizacyjnych zdecydowano się na pozostawienie czterech oryginalnych płytek elektroniki (wzmacniaczy „185”, przetworników „ADCA” i „ADCD” oraz płyty pamięci „MCA”). Powodem były oszczędności finansowe.

Pozostałe bloki wykonano lub zastąpiono nowoczesną elektroniką i oprogramowaniem.

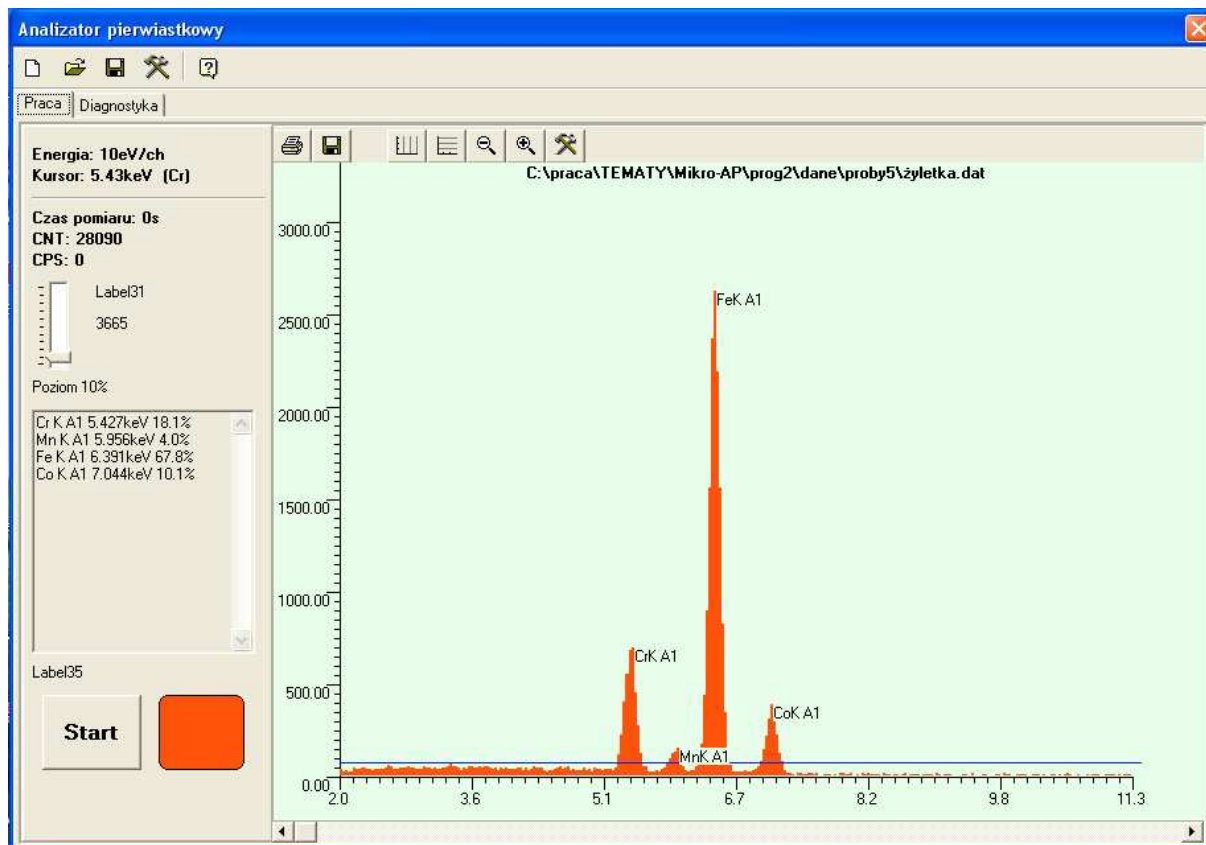
Poniższy schemat blokowy przedstawia aktualne połączenia w module.

Kolor czerwony na schemacie przedstawia płyty oryginalne, kolor żółty części handlowe a błękitny elektronikę wykonaną w firmie Elbit w ramach modernizacji.



3.Oprogramowanie.

Program do obsługi zmodernizowanego analizatora chemicznego w podstawowej wersji wygląda następująco:







Całe okno podzielone jest na trzy funkcjonalne części:

- pasek ikon;
- zakładka „Praca”, w której można wyróżnić panel informacyjny i część graficzną (wykres)
- zakładka „Diagnostyka”

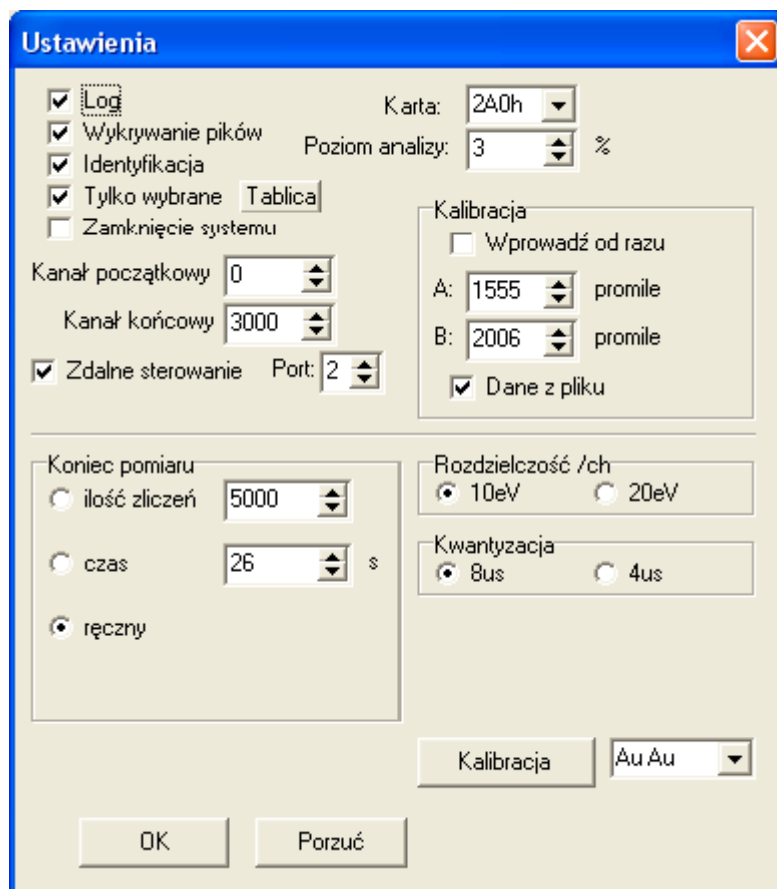
3.1. Pasek ikon

Z poziomu paska poleceń można szybko wywołać część poleceń związanych z danymi oraz włączyć ustawianie parametrów pomiarów.

Zmierzone dane mogą być dowolnie zapisywane i odczytywane z dysku twardego komputera. W pasku tym umieszczono następujące funkcje:

-  **Nowy pomiar** - po uaktywnieniu tej funkcji wszystkie dane są zerowane i program jest przygotowywany do nowego pomiaru;
-  **Wczytaj dane** - po uaktywnieniu tej funkcji otwiera się okno dialogowe, w którym należy podać lub wskazać nazwę pliku z danymi do otwarcia lub wybrać plik z listy.
-  **Zapisz dane** - po uaktywnieniu tej funkcji aktualne dane są zapisywane w aktualnym katalogu.
-  **Konfiguracja programu** - przechodzi do okna dialogowego ustawień programu.

Okno to wygląda następująco:



Omówienia wymagają poszczególne pola.

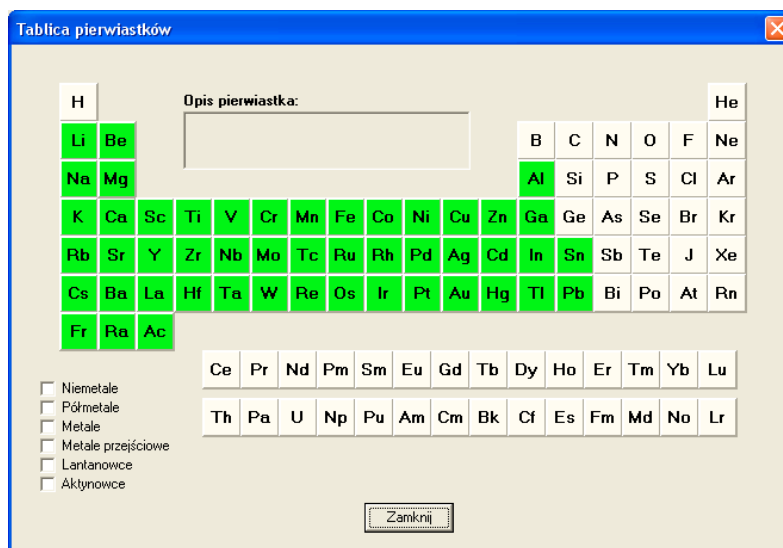
Log – funkcja serwisowa. Po włączeniu program tworzy plik z opisem każdej czynności wykonanej przy dostępie do elektroniki analizatora.

Wykrywanie pików - po uaktywnieniu włączane są funkcje wykrywające lokalne maksima w widmie, dzięki czemu można określić ile i jakich pików charakterystycznych posiada zmierzone widmo. Każdy wykryty pik jest opisany bądź przez energię jego maksimum, bądź przez odpowiadający jej pierwiastek.

Identyfikacja – opcja ta włącza funkcję przypisywania wykrytym

energiom odpowiadającym im liniom przejścia dla danych pierwiastków.

Tylko wybrane – ponieważ większość pierwiastków w badanej próbce występuje w ilości śladowej generując tylko zakłócający szum i powodując możliwość pomyłki, można wspomóc algorytmy identyfikacji określając a priori zestaw pierwiastków jakie mogą się znaleźć w badanej próbce i jakie będą wykrywane. Włączenie tego parametru właśnie ogranicza zestaw pierwiastków. Zbiór ten podaje się w oknie dialogowym uaktywnianym klawiszem „tablica”. Wygląda on następująco:



Zamknięcie systemu – włączenie tej opcji powoduje zamknięcie systemu i wyłączenie komputera w momencie wychodzenia (zamykania) programu „ISA”. Włączenie systemu i start programu „ISA” następuje automatycznie po włączeniu zasilania przełącznikiem głównym.

Kanał początkowy i Kanał końcowy – Zakres pomiarowy analizatora wynosi około 140 keV. Dla większości mikroskopów jest to za dużo – nie są w stanie wytworzyć promieniowania wtórnego o takiej energii. Dla przyspieszenia skanowania można więc prowadzić ograniczenie zakresu górnego i dolnego mierzonego widma. Wartości podaje się jako numer kanału pomiarowego, przy czym kanał o najniższej energii ma numer 0 a kanał o najwyższej energii ma numer 4096.

Zdalne sterowanie – Program „ISA” posiada mechanizmy transmisji komend sterujących i wysyłania wyników do systemu nadrzędnego. Transmisja ta odbywa się poprzez łącze szeregowe dla którego zdefiniować należy numer portu. Przy pomocy tego mechanizmu stworzono funkcję określania składu pierwiastkowego dla dużych powierzchni. Głównym programem sterującym jest tu program „VID”, który steruje napędami stolika, przesuując go z zadaniem krokiem np. 2µm. i wykonując dla każdego takiego punktu analizę. Wyniki tej analizy (tworzone w programie „ISA”) są zwrotnie transmitowane do programu „VID”, gdzie tworzona jest dwuwymiarowa mapa rozłożenia pierwiastków w próbce.

Karta – Przy modernizacji stworzona została karta komputerowa przejmująca większość funkcji sterujących występujących w starym analizatorze. Parametr karta określa punkt dostępowy do niej.

Poziom analizy – Wartość ta określa poziom poniżej którego wszystkie piki widma zostają uznane jako szum i nie będą uwzględniane w algorytmach rozpoznawania pierwiastków. Podaje się go procentach (od 1 do 99) maksymalnego piku w widmie. Takie określenie (względem największego piku) ma tą zaletę, że poziom bezwzględny rośnie wraz z ilością zliczonych punktów i w trakcie pomiaru z reguły nie trzeba go korygować. Aktualny poziom jest zaznaczany z polu graficznym niebieską poziomą linią.

Rozdzielczość – Określa rozdzielczość pojedynczego kanału, co ma związek z zakresem pomiarowym dla osi rzędnej (energii).

Kwantyzacja – Określa poziom kwantyzacji pomiarów, co ma związek z dokładnością odwzorowania pików widma.

Kalibracja – Każdy analizator wymaga okresowej kalibracji. Analizator oryginalny (przed modernizacją musiał być kalibrowany codziennie). Obecnie wystarczy wykonać jedną kalibrację na kilka dni. Kalibracja polega na przypisaniu poszczególnym kanałom rozpoznawanym przez nie energiom, tak, aby funkcja identyfikacji pokazywała rozpoznawała właściwe pierwiastki. W zmodernizowanym analizatorze kalibracja odbywa się w pełni automatycznie, po włączeniu tej funkcji odpowiednim przyciskiem. Zaimplementowano kalibrację dla trzech różnych próbek: mosiądzu (kalibracja CuZn), czystego złota (kalibracja Au Au) i cyrkonu (kalibracja Zr Zr). Możliwe jest też dokonywanie poprawek ręcznych.

3.2. Zakładka PRACA

Z lewej strony pola umieszczony jest panel informacyjny, na którym wyświetkane są następujące informacje:

- ustawiona rozdzielczość urządzenia (w keV/kanał czyli na jedną komórkę pamięci);
- pozycję kursora w oknie graficznym z przeliczeniem na odpowiadającą temu położeniu energię oraz przybliżony rozpoznany pierwiastek;
- czas pomiaru w sekundach;
- całkowitą ilość zliczeń (CNT);
- ilość zliczeń na sekundę, czyli szybkość zliczania (CPS);
- suwak poziomu analizy;
- okno w procentowym (nie wagowym) udziałem danego pierwiastka w widmie;
- przycisk i kontrolka włączania i wyłączenia pomiaru.

Wyjaśnienia wymaga suwak poziomu analizy. Określa on poziom poniżej którego wszystkie piki widma zostają uznane jako szum i nie są uwzględniane w algorytmach rozpoznawania pierwiastków. Podaje się go procentach (od 1 do 99) maksymalnego piku w widmie. Takie określenie (względem największego piku) ma tą zaletę, że poziom bezwzględny rośnie wraz z ilością zliczonych punktów i w trakcie pomiaru z reguły nie trzeba go korygować. Aktualny poziom jest zaznaczany z polu graficznym niebieską poziomą linią.

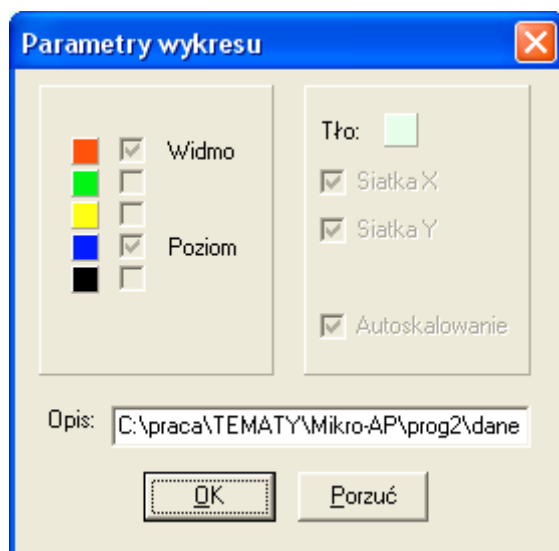
Część graficzna czyli wykres widmowy jest wyskalowany w keV i posiada funkcję autoskalowania, tj. podczas pomiaru program automatycznie dobiera skalę osi rzędnych.

W zależności od rodzaju włączonej analizy każdy pik wyższy niż zadany poziom analizy jest identyfikowany jako pierwiastek, lub podawana jest jego wartość energii w keV.

W górnej części wykresu znajduje się miejsce na dowolny opis zmierzonego widma wpisany przez użytkownika.

Pole graficzne posiada w górnej części pasek ikon symbolizujący dostępne funkcje graficzne.

- **Drukuj:** - funkcja drukuje aktualne pole graficzne jako rysunek;
- **Zapisz wykres w postaci bitmapy:** - funkcja zapisuje aktualny wygląd pola graficznego jako rysunek z rozszerzeniem drukuje aktualne pole graficzne jako rysunek bmp w aktualnym katalogu;
- **Siatka X:** - włącza lub wyłącza pionowe linie wykresu;
- **Siatka Y:** - włącza lub wyłącza poziome linie wykresu;
- **Zmniejsz:** - „zacieśnia” oś rzędnych;
- **Zwiększ:** - „rozciąga” oś rzędnych;
- **Parametry wykresu:** - włącza okno dialogowe szczegółowych opcji związanych w wykresem. Okno to wygląda następująco:



„Klikając” na poszczególne kwadraty można zmienić przyporządkowanie kolorów wykresom i tłu, oraz można wprowadzić własny opis wyświetlany później na rysunku widma.

W dolnej części pola graficznego znajduje się suwak pozwalający na płynne przesuwanie wykresu w poziomie.

3.2. Zakładka DIAGNOSTYKA

W tej części programu znajdują się parametry serwisowe. Zmiana tych parametrów może spowodować rozstrojenie analizatora!