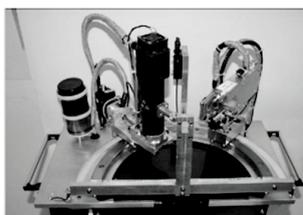




Strumento Portatile per analisi XRD-XRF non distruttive.[†]

Augusto Pifferi,^a Gaetano Campi,^a Antonello Ranieri^a



Realizzazione di un nuovo strumento portatile per XRD e XRF utilizzato nell'ambito di analisi non distruttive di materiali. Il goniometro è implementato con geometria Theta-Theta ed integra componenti di dimensioni ridotte che ne garantiscono la portabilità.

Keywords: XRD, XRF, Strumentazione portatile, Raccolta dati, Labview.

1 Introduzione

Ad oggi esistono molti campi di applicazione nei quali l'analisi non distruttiva dei materiali è richiesta, per esempio nei reperti archeologici o nelle opere d'arte.

L'uso della Diffrazione a Raggi X (XRD) è un potente strumento che ci permette di risalire alla struttura cristallina mentre la Fluorescenza a Raggi X (XRF) ci permette di conoscere la composizione chimica degli elementi presenti in un composto.

In questo caso si rende necessario l'utilizzo di uno strumento in grado di combinare entrambe le tecniche XRD e XRF per una completa analisi del materiale e risalire alle sue caratteristiche chimiche e fisiche, uno strumento in grado di essere performante in molti campi della ricerca scientifica.

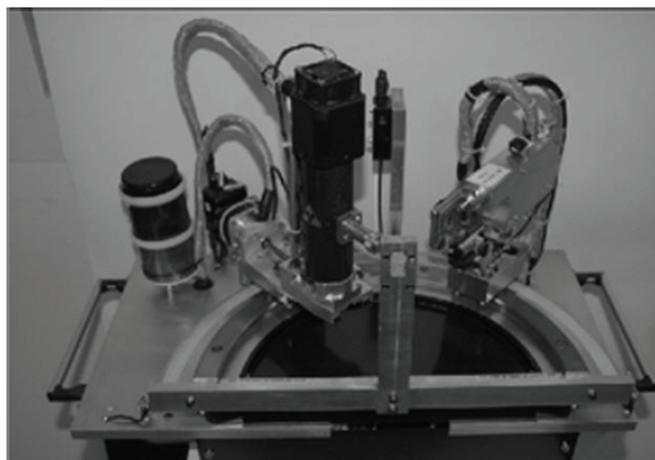


Fig. 1 Setup sperimentale dello strumento.

Nuovi dispositivi in grado di effettuare analisi non destrut-

tive e sempre più piccoli e leggeri come detector e sorgenti a raggi X diventano portatili e possono essere combinati per realizzare strumenti compatti e capaci di effettuare misure molto accurate.

In quest'ottica è stato studiato e realizzato uno strumento in grado di effettuare misure XRD e XRF, compatto, portatile, e preciso sia nella meccanica che nella misura.

2 Hardware

Lo strumento realizzato (Figura 1), consiste in un tubo a raggi X estremamente compatto con anodo al Rame e un focus di 50x50 micron, con HV max. di 50kV e con una potenza massima di 30W. Il tubo è raffreddato ad aria e il suo peso è all'incirca di 1Kg.

Il Detector è uno spettrometro a dispersione di energia e consiste in un fotodiodo, un preamplificatore ed un sistema di raffreddamento realizzato con celle Peltier. L'area di rilevazione del detector è di circa 7 mm² con uno spessore di 300 micron. Il detector è alimentato con un Alimentatore Amptek PC4-3 Power Supply e integrato con un dispositivo Amptek DP4 Digital Pulse Processor. Un Multi Channel Analyzer completa il sistema di rilevazione.

Il goniometro (Figura 2) consiste in un sistema di slitte circolari con geometria Theta-Theta sulle quali il tubo ed il detector possono scorrere indipendentemente tra di loro con una ampiezza che va da 10° a 140° circa rispetto al campione da analizzare posto al centro del sistema di slitte.

Il sistema di movimentazione ad alta precisione è implementato attraverso l'uso di coppie di motori piezo ceramici controllati, che scorrendo su guide ceramiche, contribuiscono ad aumentarne la stabilità.

In ogni coppia di motori è installato un braccio verticale che ospita il tubo ed il detector, il tipo di assemblaggio realizzato garantisce una perfetta robustezza e stabilità.

La lettura dei posizionamenti del sistema sono effettuati da un puntatore laser, che legge la posizione del campione da analizzare con una accuratezza di 100 μm, e da encoder lineari

^a Istituto di Cristallografia, C.N.R. via Salaria Km 29,300 I-00015 Monterotondo, Italia

Creative Commons Attribuzione - Non commerciale - Condividi allo stesso modo 4.0 Internazionale

[†] Rapporto tecnico IC 13/03 protocollato IC/310 del 21/02/2013

a lettura ottica con precisione di $20\ \mu\text{m}$ (circa $0,0045^\circ$) che misurano la posizione angolare dei bracci.

Il peso approssimativo dell'intero sistema è di 25 kg e le sue dimensioni sono di 60x30x50 cm.

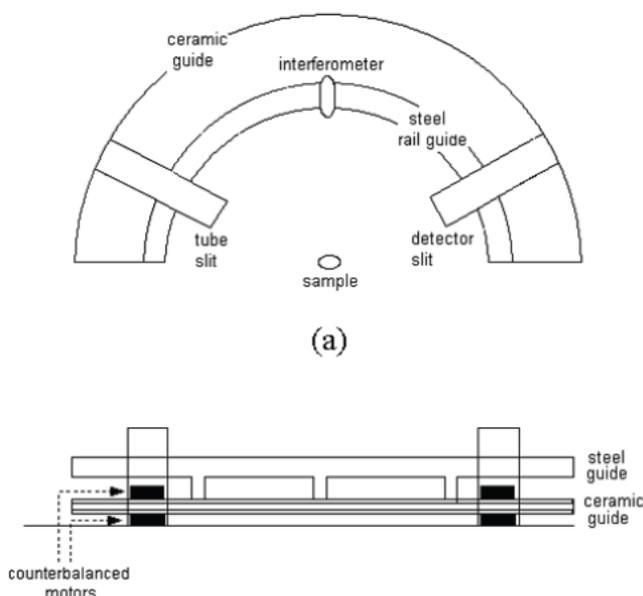


Fig. 2 rispetto delle guide del diffrattometro.

3 Software

Il controllo dell'hardware viene effettuato tramite software scritto in NI Labview.

Lo strumento può operare in tre differenti modalità: XRF, XRD e mixed XRF-XRD ovvero fluorescenza, diffrazione ed entrambe le tecniche simultaneamente.

Nella "modalità XRF" sia il tubo che il detector rimangono posizionati e rimangono stazionari per tutta la durata della raccolta dei dati che vengono plottati su un grafico in tempo reale. Conteggi e Energia sono l'ascissa e l'ordinata del grafico.

In "modalità XRD" il tubo ed il detector si muovono in maniera simmetrica, e vengono raccolti i dati dei riflessi. Lo spettro che si ottiene è dato dal numero dei conteggi rispetto alla posizione angolare.

In "modalità XRD-XRF" vengono di fatto effettuate misure analoghe a quelle descritte in precedenza salvo il fatto che i dati relativi all'XRF vengono ottenuti tramite integrazione dei conteggi ottenuti con la diffrazione.

Tutti i dati vengono registrati in formato ASCII, questo rende semplice l'esportazione.

Successivamente si analizzano i risultati ottenuti tramite programmi di terze parti, come QUALX, QUANTO, LITHOS3000 e EXPO2004, i quali permettono di ottenere la risoluzione delle strutture analizzate o i dati relativi all'analisi quantitativa dei materiali analizzati.

In Figura 3 è rappresentata la schermata principale del programma nella quale vengono visualizzati i grafici relativi alla raccolta dati per l'analisi XRD e XRF.

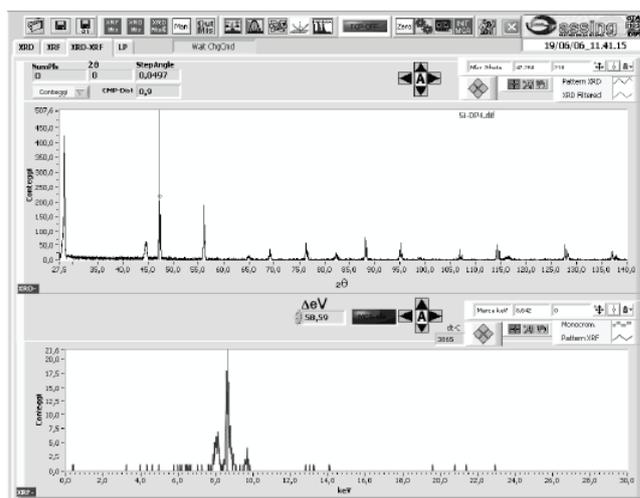


Fig. 3 Pannello di controllo del software.

Sono stati effettuati test di affidabilità basati su "Sample" standard come il silicio, che ha permesso di effettuare tarature necessarie al setup meccanico definitivo.

Di seguito i parametri utilizzati nella fase di test e il relativo grafico ottenuto in Figura 4:

- Step angolare: $0,01^\circ$
- Tempo di acquisizione: 3s
- High Voltage Tube: 40kV
- mA Current Tube: 0,6mA

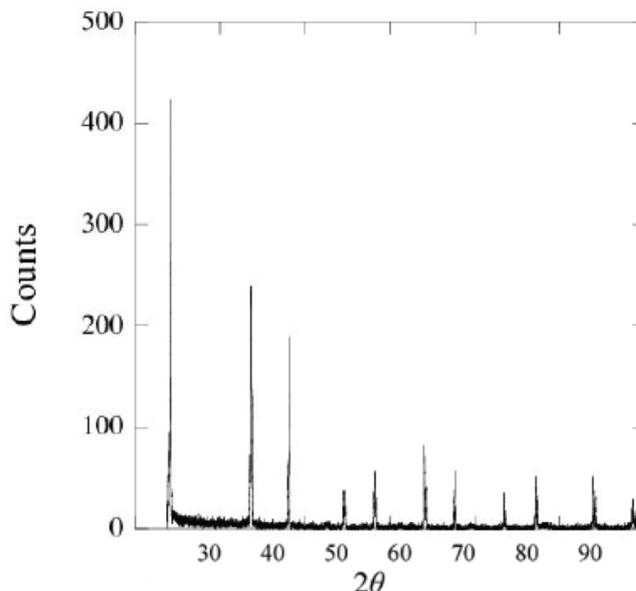


Fig. 4 Spettro XRD del Silicio.

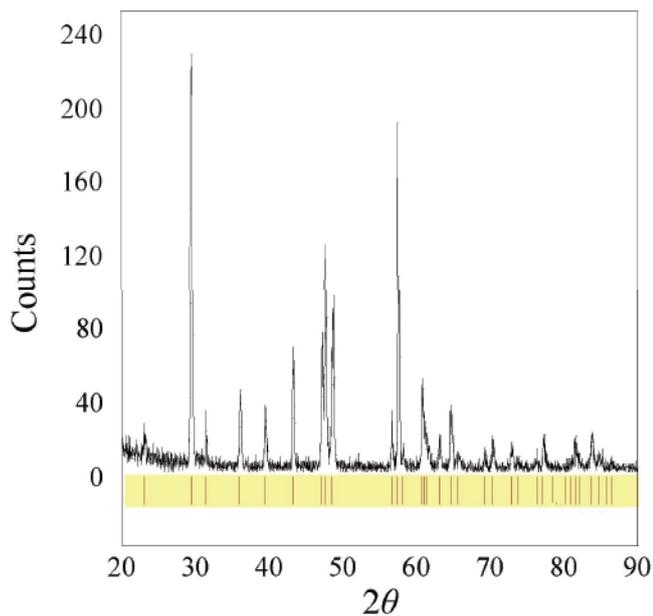


Fig. 5 Spettro XRD del Marmo di Carrara.

In seguito alla fase di test è stato realizzato un esperimento per l'analisi di un campione di "Marmo di Carrara".

Opportunamente modulati, i parametri di setup dello strumento, abbiamo ottenuto i risultati di analisi qualitativa e quantitativa del campione, visibili nelle Figure 5 e 6.

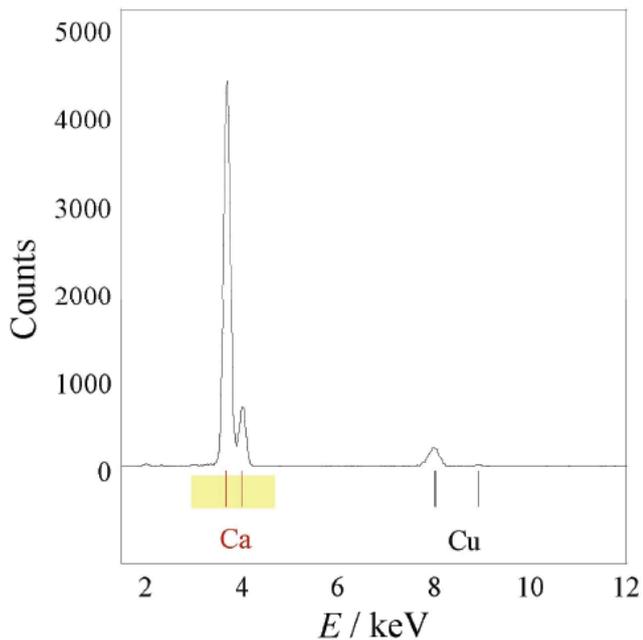


Fig. 6 Analisi XRF del Marmo di Carrara.

4 Conclusioni

In questo laboratorio abbiamo pensato, disegnato e realizzato uno strumento portatile in grado di effettuare misure non distruttive qualitative e quantitative di materiali direttamente in situ, sfruttando la portabilità e l'efficienza di un software user-friendly scritto in NI Labview.