

9. Röntgenfluoreszcencia-analízis - javítás

Modern fizika laboratórium, Fizika BSc

A mérést végezte:

Bokányi Eszter (BOERAAT.ELTE), Radics Máté (RAMRAAT.ELTE)

Mérés időpontja: 2011. május 19.

Javítás időpontja: 2011. június 4.

Értékelés:

1. A mérés célja

A mérés során ismeretlen minták anyagösszetételét kívántuk meghatározni egy roncsolásmentes anyagvizsgálási módszer, a röntgenfluoreszcencia-analízis (továbbiakban rfa) segítségével. A mérés során meghatározzuk a mérőberendezés felbontóképességét, illetve igazoljuk Moseley törvényét, amely szerint a sugárzás energiájának négyzete arányos a rendszámmal. Falevélminta ismeretlen ólomtartalmát is meghatározzuk a kapott adatokból.

2. A mérés háttere

A módszer lényege, hogy kis energiájú γ -, vagy röntgensugárzással kilökjük az atomok egy belső elektronját. Mivel ennek az elektronnak a helyén lyuk keletkezik, ezért egy magasabb energiaszinten levő elektron kerül a helyére, miközben az átmenetnek megfelelő energiájú foton sugárzódik ki. Ennek a sugárzásnak az energiája az atomokra jellemző, röntgentartományba esik, neve karakterisztikus röntgensugárzás. A kisugárzott fotonok frekvenciájának detektálásával tehát meghatározhatók a mintákban előforduló elemek.

Az energiaspektrumban levő intenzitásviszonyok alapján megbecsülhető a mintában levő anyagok koncentrációviszonya is, azonban ilyenkor figyelembe kell vennünk néhány más hatást is. A gerjesztés közben bizonyos valószínűséggel fellép az ún. Auger-effektus is, amelynek lényege, hogy az elektronátmenet energiakülönbsége nem egy röntgenfoton energiájában sugárzódik ki, hanem átadódik egy külső héjon levő elektronnak, amely így kilökődik az atomból. Másrészt a gerjesztő sugárzás fotoeffektussal is kilökhet elektronokat az atomból, ilyenkor sem keletkezik röntgenfoton (mindkét effektus a rendszámmal nő).

Rontja a mérés pontosságát az ún. mátrixhatás is ¹: az adott koncentráció esetén mérhető intenzitás függ a mintát alkotó többi elem mennyiségétől és rendszámától, emiatt sem lesz lineáris az intenzitás–koncentráció összefüggés. Felléphet még az ún. belső gerjesztési effektus, amelyben a magasabb rendszámú atomok által kibocsátott karakterisztikus röntgensugárzás gerjeszti az alacsonyabb rendszámú atomokat: ez bizonyos csúcsok "hamis" intenzitásnövekedéséhez vezethet (ez nagy atomszámkoncentrációk esetén jelentős). Ezen zavaró hatások közül az első hármat nagyban csökkenti, ha relatív méréseket végzünk: ismert összetételű mintát hasonlítunk össze a mérendővel, így pontosabban határozható meg a koncentráció.

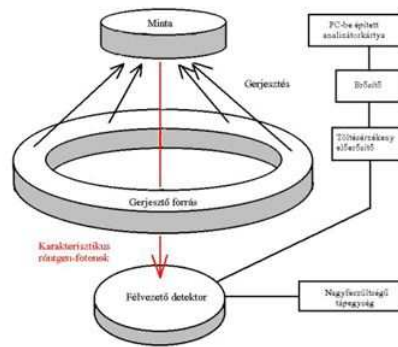
A mérés elméleti hátteréről bővebben az irodalomjegyzék 2. pontjában megjelölt oldalon olvashatunk (az oldal jelenleg nem megjeleníthető).

3. A mérési összeállítás

A mérési összeállítás a 1. ábrán található. A mintát ráhelyezzük egy vékony fóliára, amely alatt a gyűrű alakban elhelyezett, 60keV-en sugárzó amerícium forrás található. A gyűrű alak biztosítja, hogy a minta minden irányból gerjesztve legyen, és a keletkező röntgensugárzás a gyűrű közepén át eljuthasson a detektorba.

A sugárzást ólomüveg árnyékolta, a lehető legnagyobb biztonság miatt a mintákat csipesszel helyeztük a fóliára. A minták legerjesztődési ideje igen rövid (ns nagyságrendű), így elvéve azokat a fóliáról, már kézbe lehet őket venni. Hogy véletlenül se kerüljön szembe a sugárzás, tükröt használtunk, amikor a mérési elrendezésre felülről néztünk.

A detektor egy félvezető SiLi detektor, amelyet a termikus zaj csökkentése végett hűtünk: rézrúddal csatlakozik egy folyékony nitrogénnel (-195°C) töltött tartályhoz. A félvezető kristályra 500V egyenfeszültséget kapcsolunk tápfeszültségként, amely így a kristály elektron-lyuk párijait szétválasztja. Ha



1. ábra. A mérési összeállítás vázlata

egy röntgen-foton érkezik a kristályba, akkor nagy valószínűséggel fotoeffektust hoz létre. A fotoeffektusban keletkezett töltéseket, és az az általuk elindított áramot ebben az "előfeszített" környezetben – az energiával arányos nagyságú – feszültségimpulzusként fogjuk detektálni. Mivel az effektus nagyon kicsi, már a detektorban található egy töltéserősségű előerősítő.

A jel pozitív kimenete $100 \cdot 6,1$ -szeres erősítésű spektroszkópai erősítő unipoláris kimenetéről jut egy feszültséget 10V-ig fogadni képes amplitúdó-analizátorba. Ennek feladata, hogy a különböző amplitúdóval (tehát különböző energiával) detektált jeleket A/D átalakító segítségével 1024 digitális szintre ossza szét. Ez azt jelenti, hogy 1024 ún. csatornába érkeznek a jeleink. Amelyik csatornába sok beütés érkezik, azt fogjuk csúcsként detektálni (egy csúcs több csatorna szélességű, l. később), kalibráció után meghatározható a csúcsához tartozó energia értéke. Ezek után pedig az energiák ismeretében azonosíthatók a mintában levő elemek. A csúcsok alatti terület értéke (beütésszámmal arányos) pedig (az előző részben leírtak figyelembevételével) közelítőleg arányos lesz az elemek koncentrációjával.

A mérés vezérlését (indítás, leállítás, idő megadása), a mérési adatok felvételét számítógéppel végeztük.

4. Kalibráció

A tényleges mérések elindulása előtt hosszú időn át felvettünk egy üres spektrumot, amelyen a háttér volt látható, ezt a mérést vezérlő program automatikusan levonta a további spektrumokból.

Az A/D konvertert mangánnal és ónnal kalibráltuk: a két fém K_α csúcsait kerestük meg a spektrumon, és feljegyeztük ezek csatornaszámát. A kapott adatok:

	Csatornaszám	E_{K_α} (eV)
Mangán	97	5898
Ón	411	25270

Az illesztett egyenes:

$$E(n) = a \cdot n + b = 60,6943 \cdot n - 86,3439 \quad ([E] = eV) \quad (1)$$

Ezen lépés után az összes csatornaszám–energia konverzióhoz ezt az összefüggést használtuk fel.

Az összes spektrumban megtalálható volt a gerjesztő Am 60keV-es csúcsa és annak Compton-szórt energiái. Éppen ezért a kiértékelésnél a spektrum ezen részét már nem vesszük figyelembe, hiszen az méréseink szempontjából fölösleges adat.

5. A minták elnevezése, leírása

A továbbiakban a következő számokat fogjuk használni a minták azonosítására:

1. **Mn és Sn minta:** sötét-, ill. világosszürke színű fémdarabok;
2. **tabletta:** sokféle fémből álló, lapos sötétszürke henger;
3. **bizmut:** szintén kis fémdarab;
4. **wolfram:** kis fémdarab;
5. **meghatározott ólomtartalmú falevélminta (p):** barnás tablettá formában;
6. **ismeretlen ólomtartalmú falevélminta (t):** barnás tablettá formában;
7. **pénzérme:** kb. 1 cm átmérőjű, ezüstsínű érme (lengyel groszy);
8. **lánc:** fehérarany vékony női nyaklánc;
9. **medál:** fehérarany foglalatban, tenyészett gyöngy medál;
10. **óra:** ezüstsínű fémszíjas női óra;
11. **smirgli:** egyik oldalán csiszoló réteggel bevont szövet;
12. **szemüveglencse:** műanyag, különféle bevonatokkal;
13. **szemüvegkeret:** fém és műanyag;

6. A vonalak azonosításának módszere, kiértékelőprogram

Az sugárzási átmenetek közül azok a legintenzívebbek, tehát azokat tudjuk jó eséllyel detektálni, amelyek az ún. K_α , K_β , L_α , L_β és L_γ átmenetek. K-átmenettel az $n>1$ főkvantumszámú pályáról az $n=1$ -re, L átmenettel az $n>2$ főkvantumszámú pályákról az $n=2$ -re való átmenetet jelöljük, α , β , γ stb. azt jelölik, hogy a főkvantumszámok különbsége 1, 2, 3 stb.

A K-vonalak közül a K_α intenzívebb, mint a K_β , és az L-vonalaknál is megfigyelhetünk hasonló intenzitáscsökkenést a három átmenetben L_β , L_α , L_γ sorrendben. Éppen ezért valószínűbb volt, hogy K_α -vonalakat érzékelünk. Viszont egy elemet legalább két vonalával kell azonosítanunk a mintában, és bár gyakran kaptunk önmagukban álló K_α -vonalakat, amelyek valószínűleg tényleg létező elemre utaltak a mintában, nem sikerült a vonalak K_β -párját megtalálni, ezért az adott elemet nem vettük teljesen azonosítottnak. Kérdőjelet írtunk a táblázatban azokhoz az energiaértékekhez, amelyekhez nem találtunk egyértelmű csúcsot a táblázatból, vagy önmagában álló K_β , L_γ stb. vonal lett volna, ami nem lehetséges, hiszen az α -t is látnunk kellene.

A adatsorból a csúcsokat számítógép segítségével választottuk ki, az adatokat a program .PEA kiterjesztésű fájlokba mentette. A program által detektált csúcsokat, és azok általunk elvégzett azonosítását a következő alfejezet tartalmazza. A vázlatos működés a következő volt: megadtuk a kiértékelni kívánt tartományt, majd a kívánt hibahatárt (ezt 1-nek, elég kicsinek vettük, hogy a kis csúcsokat ne vegye zajnak a program), illetve a keresendő Gauss-görbék átlagos szórását (l. lentebb, 3,25-öt). A program ezek után fogja a megadott szórású görbét, végigmegy az adatsoron, és ahol tudja, ráilleszti azt. Ezek után egyesével még tovább lehet optimalizálni az illesztést a csúcsokra, miközben a csúcsok alatti területet is kiszámolja. Minden adatsor kiértékelése előtt megadtuk a kalibrációs egyenes adatait, így lehet a csatornaértékeket energiaértékekre váltani.

7. A mintákban található vonalak azonosítása, diszkussziója

7.1. Mn és Sn minta

Erre a mintára csak a kalibrációban volt szülségünk, ennek megfelelően nem is készült róla részletes kiértékelés. A Mn és az Sn K_α vonalainak csatornaszámát l. a 4. résznél.

7.2. tabletta

i	Csatorna száma	Szórás	Terület (intenzitás)	Energia (eV)	Korrigált terület	Irodalmi energia (eV)	Átmenet	Elem
1	60,98±0,954	2,33	2157±1399	3682,99±58,67	2176±808	3691	K_α	Ca
2	81,79±0,287	3,60	12097±1318	4962,39±17,67	12125±753	4952	K_α	Va
3	105,24±0,111	3,01	22468±966	6404,74±6,84	22500±699	6403	K_α	Fe
4	131,90±0,105	3,08	21919±883	8044,36±6,48	21976±643	8047	K_α	Cu
5	183,82±0,043	3,11	34552±509	11236,99±2,67	34643±405	11221	K_α	Se
6	205,19±0,211	4,58	17303±1720	12551,73±12,96	17320±621	12495	K_β	Se
7	231,63±0,028	3,27	56741±465	14177,74±1,69	56910±406	14164	K_α	Sr
8	259,55±0,079	3,73	15476±364	15894,52±4,88	15573±270	15834	K_β	Sr
9	285,54±0,020	3,51	96757±520	17492,82±1,23	97196±487	17478	K_α	Mo
10	321,44±0,055	3,88	24922±346	19700,80±3,36	25003±284	19607	K_β	Mo
11	361,69±0,487	4,09	1998±322	22175,74±29,94	2035±182	22162	K_α	Ag
12	411,51±0,446	4,05	2421±374	25240,17±27,41	2448±281	25270	K_α	Sn
13	430,55±0,533	4,05	1552±304	26410,67±32,78	1569±257	26357	K_α	Sb
14	465,33±0,966	4,40	909±214	28549,92±59,40	966±157	28483	K_β	Sn
15	483,80±0,122	13,03	5944±193736	29685,71±57,34	4395±24357	29723	K_β	Sb
16	525,09±0,584	5,39	2195±244	32225,07±35,90	2260±208	32191	K_α	Ba

Ebben a mintában két vonallal (K_α , K_β), tehát biztosan tudtunk azonosítani szelént, stronciumot, molibdént, ónt és antimont. Csak K_α vonalát találtuk a kalciumnak, a vanádiumnak, a vasnak, a réznek, az ezüstnek és a báriumnak. Az is előfordulhat, hogy egyes elemek K_β csúcsai egy másik elem K_α -jával összeolvadnak, ezért nem lehet őket megtalálni.

7.3. bizmut

i	Csatorna száma	Szórás	Terület (intenzitás)	Energia (eV)	Korrigált terület	Irodalmi energia (eV)	Átmenet	Elem
1	133,24±3,24	0	23±2	8126,42±160,12	156±12	8047	K_α	Cu
2	154,12±0,460	3,24	353±38	9410,65±28,26	-2445±165	9441	L_α	Pt
3	176,67±0,050	3,12	10067±136	10797,48±3,05	10138±150	10836	L_α	Bi
4	212,31±0,046	3,72	15952±163	12989,66±2,80	16044±187	13021	L_β	Bi
5	251,58±0,175	5,30	2369±65	15404,17±10,74	2905±82	15244	L_γ	Bi

Az ismeretlen fémre látványosan megkaptuk, három vonal alapján is, hogy bizmutról van szó. A másik két jóval kisebb intenzitású, és csak α -t láttunk belőlük, de előfordulhat, hogy a bizmutban kis mennyiségű réz és platina is van.

7.4. wolfram

i	Csatorna száma	Szórás	Terület (intenzitás)	Energia (eV)	Korrigált terület	Irodalmi energia (eV)	Átmenet	Elem
1	136,17±0,127	2,49	1330±61	8306,67±7,81	1370±61	8396	L_α	W
2	158,04±0,122	3,81	3243±121	9651,94±7,53	3296±91	9670	L_β	W
3	187,53±0,507	4,83	377±35	11465,24±31,21	539±38	11283	L_γ	W

A wolfram minta három L-csúcsa nagyon szépen látszik a spektrumon.

7.5. meghatározott ólomtartalmú falevélminta (p)

i	Csatorna száma	Szórás	Terület (intenzitás)	Energia (eV)	Korrigált terület	Irodalmi energia (eV)	Átmenet	Elem
1	171,96±0,100	2,88	2477±74	10507,96±6,16	2517±79	10549	L_α	Pb
2	205,80±0,107	3,64	3459±89	12589,02±6,57	3527±92	12611	L_β	Pb
3	242,94±0,342	5,08	782±44	14873,29±21,04	893±49	14762	L_γ	Pb

Ezekben a mintákban (5., 6.) 3 vonallal is azonosítani tudtuk az ólmot. Az ismeretlen ólomkoncentráció meghatározását a területből l. a 9. szakaszban.

7.6. ismeretlen ólomtartalmú falevélminta (t)

i	Csatorna száma	Szórás	Terület (intenzitás)	Energia (eV)	Korrigált terület	Irodalmi energia (eV)	Átmenet	Elem
1	171,70±0,205	3,20	2711±196	10492,03±12,64	2742±146	10549	L_α	Pb
2	205,69±0,151	3,68	4026±171	12582,20±9,30	4086±135	12611	L_β	Pb
3	242,14±1,232	2,38	186±110	14823,58±75,76	217±88	14762	L_γ	Pb
4	257,16±0,538	2,66	510±136	15747,80±33,11	545±89	15774	K_α	Zr

7.7. pénzérme

i	Csatorna száma	Szórás	Terület (intenzitás)	Energia (eV)	Korrigált terület	Irodalmi energia (eV)	Átmenet	Elem
1	120,68±0,109	2,47	1409±62	7353,99±6,73	1435±61	7477	K_{α}	Ni
2	130,33±0,053	2,47	5938±99	7947,96±3,28	6046±123	8047	K_{α}	Cu
3	372,21±1,141	1,59	15±8	22823,05±70,14	32±13			?
4	410,55±0,967	2,72	53±15	25181,13±59,45	92 ±19	25270	K_{α}	Sn

A pénzérme egyetlen elemét sem tudtuk két csúccsal azonosítani, az egy-egy csúcsok alapján nikkel, réz, és ón lehet benne, amelyek elég valószínűek, gyakori ötvözőanyagok.

7.8. lánc

i	Csatorna száma	Szórás	Terület (intenzitás)	Energia (eV)	Korrigált terület	Irodalmi energia (eV)	Átmenet	Elem
1	130,22±0,150	1,84	855±58	7940,74±9,26	891±66	8047	K_{α}	Cu
2	157,61±0,119	2,56	1569±71	9625,70±7,32	1605±69	9711	L_{α}	Au
3	186,31±0,114	3,30	2389±72	11390,44±7,00	2424±75	11439	L_{β}	Au
4	219,39±0,456	5,17	606±65	13424,97±28,05	642±42	13379	L_{γ}	Au
5	328,14±0,483	3,17	205±30	20113,02±29,71	225±26	20214	K_{α}	Rh
6	360,09±0,405	3,49	276±27	22077,35±24,88	296±28	22162	K_{α}	Ag

A fehérarany lánc spektrumában az elvártak megfelelően megjelent az arany három szembeszökő L -vonala. A ródium, az ezüst és a réz gyakori ékszerötvözők, bár két csúccsal nem jelentek meg, valószínűleg benne vannak a láncban. A ródium az, ami az arany sárgás színét "kifehéríti".

7.9. medál

i	Csatorna száma	Szórás	Terület (intenzitás)	Energia (eV)	Korrigált terület	Irodalmi energia (eV)	Átmenet	Elem
1	96,51±0,072	3,00	0±32	5867,72±4,45	-0±374	5898	K_{α}	Mn
2	130,45±0,113	3,00	2686±77	7955,41±6,96	-31383±625	8047	K_{α}	Cu
3	140,49±0,191	3,00	1269±64	8572,38±11,74	-14826±593	8638	K_{α}	Zn
4	157,67±0,076	2,85	5067±145	9628,99±4,70	5167±123	9625	L_{α}	Au
5	186,53±0,075	3,38	6984±146	11403,86±4,60	7025±131	11439	L_{β}	Au
6	218,92±0,259	3,56	1022±72	13396,17±15,90	1063±60	13379	L_{γ}	Au
7	255,61±0,442	2,06	170±39	15651,98±27,20	179±33	15774	K_{α}	Zr
8	328,25±0,166	3,37	1471±64	20119,79±10,22	1502±62	20214	K_{α}	Rh
9	360,09±0,054	3,55	10808±137	22077,33±3,34	10875±154	22162	K_{α}	Ag
10	391,15±0,456	4,21	1474±335	23987,62±28,06	1543±138			?
11	392,94±0,254	3,56	768±66	24097,55±15,64	789±62	24207	K_{α}	In
12	406,49±0,164	3,56	2025±96	24930,89±10,07	2079±89	24942	K_{β}	Ag

A medálban megjelentek a már a láncban is tapasztalt csúcsok, így az arany, ezüst, ródium. A cirkónium a gyöngy feletti csillogó kövekben lehet. Érdekes, hogy indiumot is találtunk az ékszerben, bár sem ennek sem a cirkóniumnak nem sikerült két csúcsát detektálni. Biztosan az aranyat, a cinket és az ezüstöt azonosíthattuk.

7.10. óra

i	Csatorna száma	Szórás	Terület (intenzitás)	Energia (eV)	Korrigált terület	Irodalmi energia (eV)	Átmenet	Elem
1	85,97±1,463	2,28	45±22	5219,53±89,96	67±33	5230	L_{α}	Nd
2	121,00±0,107	2,28	1422±52	7374,12±6,55	2133±82	7477	K_{α}	Ni
3	130,47±0,108	2,28	1534±55	7956,34±6,67	2302±86	8047	K_{α}	Cu
4	225,22±1,230	1,80	22±13	13783,08±75,64	51±18			?
5	343,77±0,144	3,59	1594±52	21073,89±8,83	1622±60	21175	K_{α}	Pd
6	388,09±0,539	3,33	223±35	23799,50±33,17	244±29	23816	K_{β}	Pd
7	410,81±0,527	3,13	196±27	25196,65±32,40	232±29	25270	K_{α}	Sn

Az órában egyedül a palládiumot mondhatjuk, hogy biztosan van, de a szíjban nikkel és réz is valószínűleg található. A neodímiumcsúcs bizonytalan, nem biztos, hogy megtalálható az órában.

7.11. smirgli

i	Csatorna száma	Szórás	Terület (intenzitás)	Energia (eV)	Korrigált terület	Irodalmi energia (eV)	Átmenet	Elem
1	103,15±0,295	2,02	313±40	6276,11±18,14	331±44	6276	K_{α}	Fe

A smirgli szövete kisebb rendszámú elemekből áll, semhogy detektálhattuk volna, egyedül a csiszolóréssz szemcséiben levő vasat lehet észrevenni.

7.12. szemüveglencse

i	Csatorna száma	Szórás	Terület (intenzitás)	Energia (eV)	Korrigált terület	Irodalmi energia (eV)	Átmenet	Elem
1	164,67±17,868	11,43	5116±31294	10059,32±98,84	4114±4446			?
2	195,27±0,014	3,15	112558±396	11941,55±0,84	113283±487	11923	K_{α}	Br
3	217,95±0,040	3,64	26191±332	13336,05±2,44	27213±259	13290	K_{β}	Br
4	258,04±0,383	3,10	431±55	15801,69±23,53	454±45	15774	K_{α}	Zr
5	337,86±0,986	2,18	77±47	20710,67±60,61	90±32			?
6	411,10±0,643	3,07	228±51	25214,36±39,57	249±40	25270	K_{α}	Sn
7	466,14±0,511	0,97	32±11	28599,75±31,45	75±32	28483	K_{β}	Sn

A szemüveglencse valószínűleg kis rendszámú elemekből álló műanyagból áll, esetleg felületi bevonóanyagot, vagy a keretet detektálhattuk: bróm és ón is biztosan van a mintában.

7.13. szemüvegkeret

i	Csatorna száma	Szórás	Terület (intenzitás)	Energia (eV)	Korrigált terület	Irodalmi energia (eV)	Átmenet	Elem
1	131,41±0,061	2,99	9180±168	8013,95±3,78	9280±179	8047	K_{α}	Cu
2	144,96±0,188	2,99	937±92	8847,30±11,54	947±87	8904	K_{β}	Cu
3	194,38±0,047	3,13	9354±112	11886,89±2,89	9446±142	11923	K_{α}	Br
4	217,06±0,164	3,63	2247±132	13281,41±10,11	2278±84	13290	K_{β}	Br
5	411,56±0,246	3,93	1067±64	25243,22±15,12	1089±55	25270	K_{α}	Sn
6	465,27±0,591	2,68	122±22	28546,02±36,34	154±26	28483	K_{β}	Sn

A szemüvegkeret vizsgálatából kiderül, hogy a lencsénél detektált bróm és ón tényleg a szár része, nem a lencsée. A keretben még biztosan be tudtuk azonosítani a reze is.

8. Félértékszélesség, felbontóképesség

Megfigyelhető, hogy az energiaspektrumban megjelenő csúcsok nem egyetlen csatornában csúcsosodnak ki, ahogy várnánk, hanem kb. Gauss-görbe alakúak, így jellemző rájuk a félértékszélességük (a csúcs maximumának felénél vett szélesség). A röntgenfoton-kibocsátás természetéből is adódik egyéjszt, hogy Gauss-eloszlást mutatnak a csúcsok energiái, azonban a mérőrendszerünk statisztikai pontatlansága is közrejátszik a kiszélesedésben. Az energiaértékek szórása jó közelítéssel a félértékszélesség felének vehető, így az Sn és Mn kalibrációs görbén található szórásból kb. 3,25 csatorna szélesnek kaptuk a félértékszélességet. Ezt adtuk meg a kiértékelőprogramnak, hogy átlagosan ilyen szélességű görbékkel keressen (l. a kiértékelőprogram leírásánál).

Megállapodás szerint a mérőrendszer felbontóképességét a vas K_α vonalának félértékszélessége adja. Ezt a 2. sz. mintán végzett mérésből számoltuk ki: 371,4eV-nak adódott (a kalibrációs egyenes meredekségét megszoroztuk a csatornaszám szórásának kétszeresével, 6,02-vel).

9. Falevélminta ólomtartalma

Az ólomtartalom meghatározásához az ismert ólomtartalmú mintán végeztünk egy $t=3$ perces mérést, majd az ismeretlen egy $t'=43$ perceset, azért, hogy az ólomhoz tartozó beütések száma nagyjából egyforma nagyságrendben legyen, ezzel csökkentve a hibát. Tudjuk, hogy a 5. sz., p mintában levő adalék ólom tömege $m=250\mu\text{g}$, a tehát nem koncentrációkkal, hanem tömegekkel fogunk számolni. Végeredményben sem a mintában levő ólom koncentrációját, hanem tömegét fogjuk így megkapni.

A hibaszámolásban mindenütt az alábbi képleteket használtuk:

$$\Delta(\sum a_i) = \sqrt{\sum (\Delta a_i)^2} \quad (2)$$

$$\frac{\Delta(\prod a_i)}{\prod a_i} = \sum \frac{\Delta a_i}{a_i} \quad (3)$$

A csúcsok alatti területek:

• 5. sz. minta

$$\begin{aligned} T_\alpha &= 2744 \pm 74 \\ T_\beta &= 3459 \pm 89 \\ T_\gamma &= 782 \pm 44 \end{aligned}$$

• 6. sz. minta

$$\begin{aligned} T'_\alpha &= 2711 \pm 196 \\ T'_\beta &= 4026 \pm 171 \\ T'_\gamma &= 186 \pm 110 \end{aligned}$$

Látható, hogy L_γ alatti területben nagy az eltérés, illetve annak nagyon nagy a hibája is, ezért ezt az adatot nem használjuk fel a tömegbecslésre.

A következőképpen számolhatunk a területek és a mérési idők ismeretben koncentrációt, ha feltételezzük, hogy a p mintában a bejuttatott ismert mennyiségű ólom mellett ugyanúgy jelen van a t mintában levő ólom is:

$$\frac{T'}{T} = \frac{m't'}{(m + m')t}$$

Tehát m' meghatározása:

$$m' = \frac{\frac{tT'}{t'T}m}{1 - \frac{tT'}{t'T}} = \frac{mT'}{t'T - tT} \quad (4)$$

A két első területből számolt különböző koncentrációk és azok hibái:

$$\begin{aligned} m'_\alpha &= (20,66 \pm 2,09)\mu\text{g} \\ m'_\beta &= (22,09 \pm 1,56)\mu\text{g} \end{aligned}$$

A két érték átlaga, így a mért koncentráció:

$$m' = (21,37 \pm 2,60)\mu\text{g} \quad (5)$$

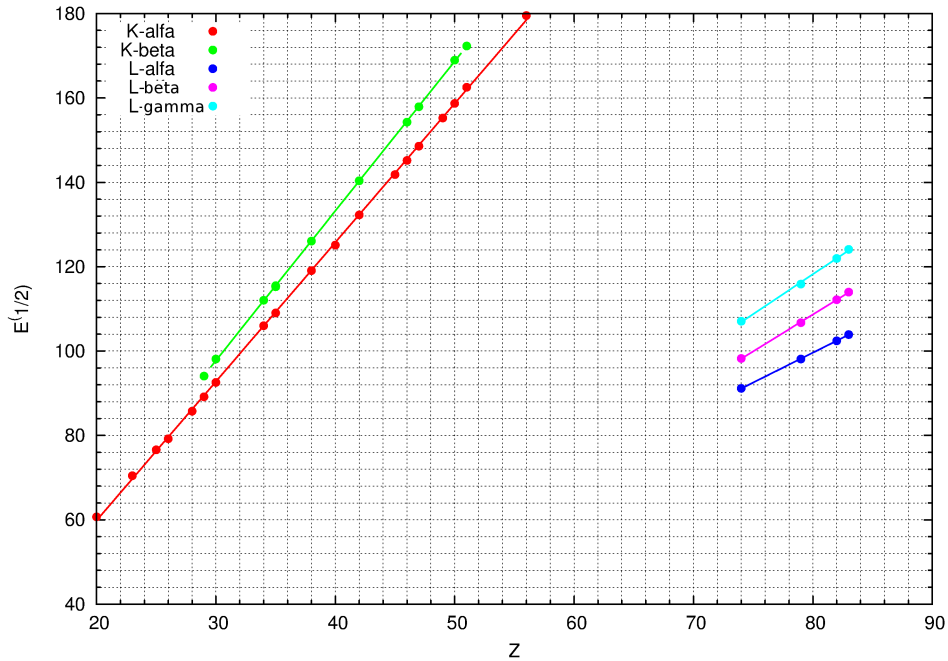
10. A Moseley-törvény

A Moseley-törvény szerint ha ábrázoljuk a rendszám függvényében az energia gyökét, a különböző átmenetekre egyeneseket kapunk. A K_α , K_β , L_α , L_β és L_γ átmenetek egyenesekre illesztett paraméterek értékei hibákkal együtt, ahol az illesztés alakja:

$$f(x) = \sqrt{A} \cdot x - \sqrt{A} \cdot B \quad (6)$$

Átmenet	A	B
K_α	10.8559 ± 0.0700	1.8382 ± 0.1202
K_β	12.5755 ± 0.0588	2.4325 ± 0.0890
L_α	2.0079 ± 0.0293	9.7071 ± 0.5104
L_β	3.05337 ± 0.0744	17.8204 ± 0.7527
L_γ	3.5587 ± 0.2098	17.3455 ± 1.834

Az adatokat ábrázolva l. 2. ábra.



2. ábra. Az energia gyöke a rendszám függvényében a különböző átmenetekre csoportosítva

A mintáinkban előforduló elemekre kiszámoltuk ($E[\text{eV}] = A \cdot (Z - B)^2$) az illesztéssel kapott energiaértékeket, és összehasonlítottuk azokat az irodalmi értékekkel. Ezt a 12. szakaszban található táblázatban foglaltuk össze. A táblázat tartalmazza a számolt adatoknak az irodalmi értékektől való relatív eltérését is. Ahol ez kisebb, mint 5%, azt dőlt betűvel és zöld színnel kiemeltük.

A táblázatból látszik, hogy a számolt értékek mindig azon a tartományon vannak közel az irodalmi értékekhez, amelyen illesztettünk, tehát a kis rendszámúak esetén a K-csúcsok, nagy rendszámúak esetén az L-csúcsok becsült értékei jobbak. Ez logikus is így, hiszen az illesztés kis hibája az illesztett pontoktól távol már jókorára nagyítódik.

11. Irodalomjegyzék

1. <http://www.muszeroldal.hu/measurenotes/gazolajokkentartalma.pdf>
2. <http://ion.elte.hu/kornyezet/kornyfiz/rfa/rfa.htm>
3. <http://wigner.elte.hu/koltai/labor/parts/9jegyzet.pdf>
4. <http://wigner.elte.hu/koltai/labor/parts/F1jegyzet.pdf>
5. a laborban kapott A karakterisztikus röntgensugárzások energiatáblázata c. dokumentum

12. Táblázat

Z	Elem	K_α (eV)	K_α számolt (eV)	Eltérés (%)	K_β (eV)	K_β számolt (eV)	Eltérés (%)	L_α (eV)	L_α számolt (eV)	Eltérés (%)	L_β (eV)	L_β számolt (eV)	Eltérés (%)	L_γ (eV)	L_γ számolt (eV)	Eltérés (%)
20	Ca	3.691	3.580	-3,01	4.012	3.881	-3,27	0.341	0.213	-37,62	0.344	0.15	95,78	—	—	—
23	Va	4.952	4.861	-1,84	5.427	5.320	-1,98	0.510	0.355	30,43	0.519	0.82	-84,22	—	—	—
25	Mn	5.898	5.823	-1,27	6.490	6.405	-1,32	0.636	0.470	-26,16	0.647	0.157	-75,67	—	—	—
26	Fe	6.403	6.337	-1,03	7.057	6.985	-1,02	0.704	0.533	-24,29	0.717	0.204	-71,51	—	—	—
28	Ni	7.477	7.430	-0,63	8.264	8.221	-0,53	0.849	0.672	-20,86	0.866	0.316	-63,46	—	—	—
29	Cu	8.047	8.009	-0,47	8.904	8.876	-0,31	0.928	0.747	-19,46	0.948	0.382	-59,74	—	—	—
30	Zn	8.638	8.609	-0,34	9.571	9.557	-0,15	1.009	0.827	-18,05	1.032	0.453	-56,11	—	—	—
34	Se	11.221	11.229	0,07	12.495	12.532	0,29	1.379	1.185	-14,07	1.419	0.799	-43,67	—	—	—
35	Br	11.923	11.938	0,13	13.290	13.338	0,36	1.480	1.285	-13,21	1.526	0.901	-40,95	—	—	—
38	Sr	14.164	14.195	0,22	15.834	15.909	0,47	1.806	1.607	11,00	1.872	1.243	-33,58	—	—	—
40	Zr	15.774	15.809	0,22	17.666	17.748	0,46	2.042	1.843	-9,76	2.124	1.502	-29,28	2.302	1.826	-20,66
42	Mo	17.478	17.510	0,18	19.607	19.688	0,41	2.293	2.094	-8,68	2.395	1.785	-25,46	2.623	2.163	-17,53
45	Rh	20.214	20.223	0,04	22.721	22.787	0,29	2.696	2.501	-7,23	2.834	2.256	-20,41	3.141	2.722	-13,35
46	Pd	21.175	21.171	-0,02	23.816	23.870	0,23	2.838	2.645	-6,81	2.990	2.425	-18,91	3.323	2.922	-12,07
49	In	24.207	24.146	-0,25	27.274	27.270	-0,01	3.287	3.100	-5,68	3.487	2.968	-14,87	3.920	3.566	-9,03
50	Sn	25.270	25.180	-0,36	28.483	28.454	-0,10	3.444	3.260	-5,34	3.662	3.162	-13,66	4.131	3.795	-8,14
51	Sb	26.357	26.237	-0,46	29.723	29.663	-0,20	3.605	3.424	-5,03	3.843	3.361	-12,53	4.347	4.031	-7,27
56	Ba	32.191	31.845	-1,07	36.376	36.085	-0,80	4.467	4.303	-3,67	4.828	4.451	-7,81	5.531	5.317	-3,86
74	W	59.310	56.530	-4,69	67.233	64.410	-4,20	8.396	8.300	-1,14	9.670	9.637	-0,34	11.283	11.423	1,24
79	Au	68.794	64.635	-6,05	77.968	73.725	-5,44	9.711	9.641	-0,72	11.439	11.429	-0,09	13.379	13.528	1,11
82	Pb	74.957	69.758	-6,94	84.922	79.615	-6,25	10.549	1.0494	-0,52	12.611	12.577	-0,27	14.762	14.876	0,78
83	Bi	77.097	71.510	-7,25	87.335	81.629	-6,53	10.836	1.0786	-0,46	13.021	12.972	-0,38	15.244	15.340	0,63