

Modern fizika laboratórium

Röntgen-fluoreszcencia analízis

Készítette: Básti József és Hagymási Imre

1. Bevezetés

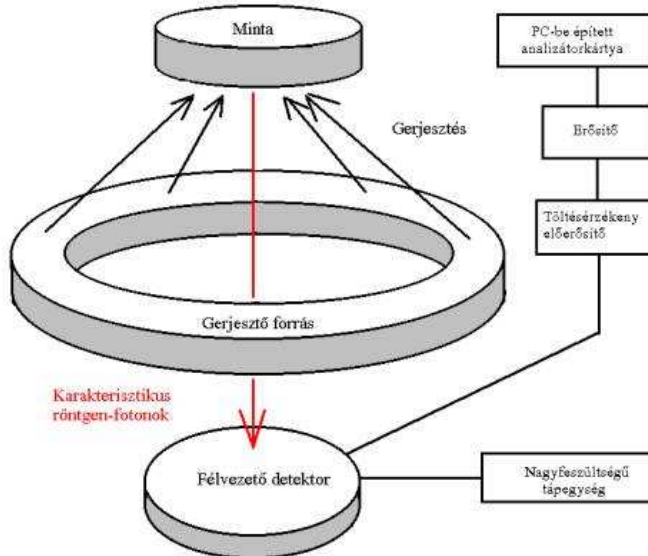
A röntgen-fluoreszcencia analízis (RFA) egy roncsolásmentes anyagvizsgálati módszer. Rövid idő alatt meg lehet állapítani az anyagminták összetételét. Ellentétben a kémiai módszerekkel ez nem hagy nyomot a mintán.

A RFA módszer lényege, hogy valamely kis energiájú röntgen-, vagy gamma-sugárzással a minta atomjainak belső elektronjait kiütjük. Ilyenkor magasabb energiaszintről ugrik be egy elektron a lyukba és az atom a két nívó energiakülönbségének megfelelő energiájú karakterisztikus röntgensugárzást bocsát ki. A karakterisztikus röntgensugárzás tanulmányozása során az angol H. G. J. Moseley megfigyelte, hogy a sugárzás frekvenciájának négyzetgyöke arányos a rendszámmal.

A laborgyakorlat során különböző anyagminták összetételét állapítottuk meg, megvizsgáltuk a Moseley-törvényt, illetve meghatároztuk egy levélminta ólomtartalmát.

2. A mérés leírása

A mérőberendezés rajza az 1. ábrán látható. A detektor felé leárnyékoltt gyűrű alakú gamma



1. ábra. A mérőberendezés.

forrás fotonjai fotoeffektussal kilökik a mintát alkotó elemek K vagy L héjaiból az elektronokat. A keletkezett gerjesztett atomok legerjesztődése során megjelennek az egyes elemek

karakterisztikus röntgen-fotonjai, amelyek a Si(Li) félvezető detektorban fotoeffektussal az energiával arányos néhány μs hosszú impulzusokat hoznak létre. Az impulzusokat erősítés után amplitúdó szerint szétválogatjuk egy amplitúdó-analizátor segítségével és gyűjtjük a különböző amplitúdókhoz tartozó beütésszámokat.

Adott detektor-beállítás esetén ismert energiájú vonalakat felvéve kimérhető a csúcshely-energia függvény (kalibrálás), amely jó közelítéssel lineáris. Ennek ismeretében bármely amplitúdó értékhez meghatározható a karakterisztikus röntgensugárzás energiája, míg a csúcs nagyságából, a csúcs alatti területből a koncentrációra következtethetünk.

3. A mérés

A mérés során használt detektorbeállítás a következő volt:

Si(Li) nagyfeszültsége: KFKI 73186 tápegység $U = -500\text{ V}$

Tennelec 244 Gain : 50 x 6.0

Pile up off

unimode gauss

Peaking 3 us

Unipol out Polarity: +

MCA#: bemenet: AC

Gate: Off

1024 csat.

0,1 activ sector

Live time preset

Gerjesztés: Am 241, 59.54 keV.

3.1. Kalibrálás

A mérés megkezdése előtt elvégeztük a kalibrálást. A réz és az ón K_α vonalát használtuk ehhez.

	csatornaszám	K_α (keV)
réz	128	8.047
ón	398	25.270

1. táblázat. A kalibrálás.

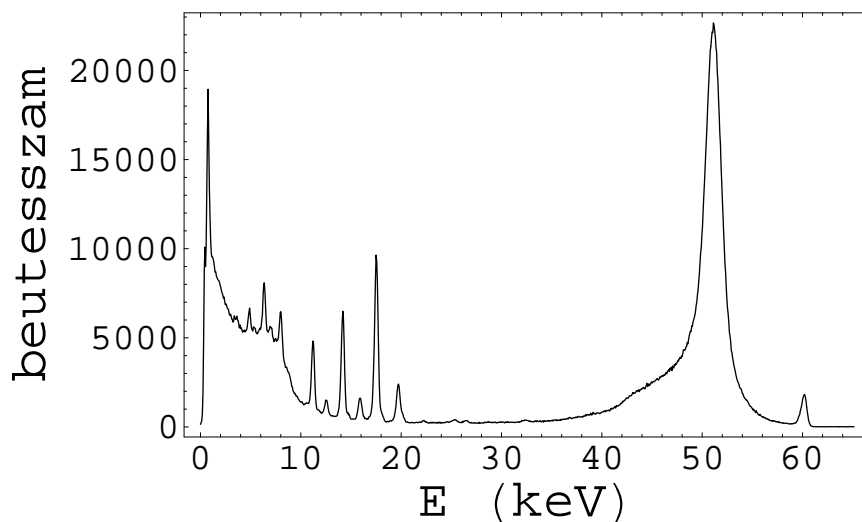
A kalibrálási egyenes meredeksége és tengelymetszete rendre:

$$m = 63.67 \text{ eV}, \quad (1)$$

$$b = -71.04 \text{ eV} \quad (2)$$

3.2. A vizsgált minták

A mérés során több, pasztilla alakú mintát vizsgáltunk, melyeket egy csipesz segítségével helyeztünk a gamma forrásra. A kalibrálás után először „kevert” mintát helyeztünk be. Pontosabban a mintát a laborvezető már a megérkezésünk előtt behelyezte, hogy a spektrum jól kirajzolódjon. Ez látható a 2. ábrán. Ezután egy wolfram és egy bizmut mintát vizsgáltunk,



2. ábra. A kevert minta spektruma.

majd egy összepréselt levélmintát és ennek egy ólommal szennyezett változatát vizsgáltuk. A tiszta mintát 50 percig, a szennyezettet 5 percig mértük. Végül érdekességképpen megvizsgáltunk egy aranygyűrűt is.

3.3. A kiértékelés

A mérés kiértékelését számítógéppel végeztük. A mérőprogram folyamatosan gyűjtötte az adatokat és ezzel egyidőben ki is tudta rajzolni őket a csatornaszám függvényében. Sőt, mivel az elején kalibráltunk, egyből eV-ban is megadta. A Gauss-illesztéseket egy másik

programmal végeztük. Itt az 1;1;3;3 kezdőértékeket adtuk meg programnak. A program által készített táblázatok a jegyzőkönyv végén találhatók. A program meghatározta a Gauss-görbék szórását is, ezáltal a felbontóképesség meghatározható: 284 eV. (A Fe K_α vonalához tartozó félértékszélesség.)

A laborgyakorlat során a következő elemeket találtuk: ^{20}Ca , ^{23}Va , ^{26}Fe , ^{29}Cu , ^{34}Se , ^{38}Sr , ^{42}Mo , ^{47}Ag , ^{74}W , ^{79}Au , ^{82}Pb , ^{83}Bi .

3.4. A Moseley-törvény

A Moseley-törvény szerint a karakterisztikus röntgen-fotonok energiáját

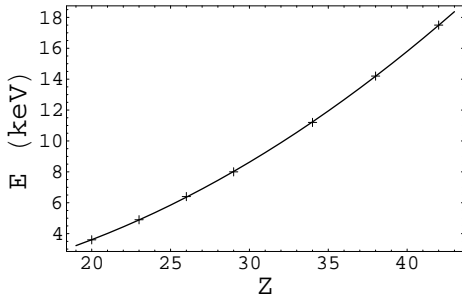
$$E = A(Z - B)^2 \quad (3)$$

alakban kereshetjük, ahol Z a rendszám, A és B illesztő konstansok. Ezeket a konstansokat határozzuk meg a K_α , K_β , L_α és L_β átmenetek esetében. Az illesztési paraméterek a 2. táblázatban láthatók. K_α és K_β esetén a (3) kifejezést illesztettük a mérési adatokra,

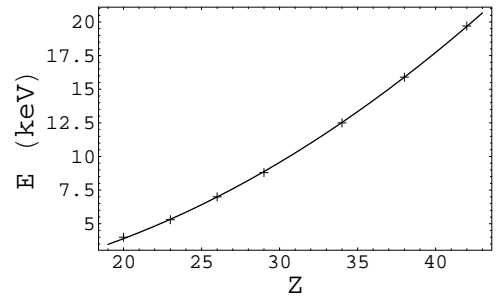
	K_α	K_β	L_α	L_β
A (keV)	$(1.076 \pm 0.005) \cdot 10^{-5}$	$(1.25 \pm 0.01) \cdot 10^{-2}$	$(1.9 \pm 0.2) \cdot 10^{-3}$	$(2.9 \pm 0.2) \cdot 10^{-3}$
B	1.69 ± 0.07	2.3 ± 0.1	8.0 ± 0.1	16.6 ± 0.1

2. táblázat. A Moseley-törvény paraméterei.

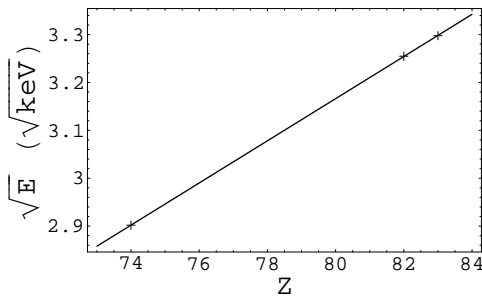
amelyeket a jegyzőkönyvhöz csatoltunk. L_α és L_β esetében viszont az energia négyzetgyökére illesztettünk, mivel kevés pontunk volt. Az illesztések a 3.(a)-(d) ábrákon láthatók.



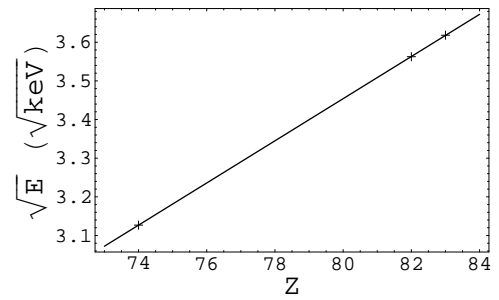
(a) A K_α átmenetekre való illesztés.



(b) A K_β átmenetekre való illesztés.



(c) Az L_α átmenetekre való illesztés.



(d) Az L_β átmenetekre való illesztés.

3. ábra.

3.5. A levélminta ólomtartalma

Tudjuk, hogy a spektrumban lévő csúcs területe arányos a hozzá tartozó anyag koncentrációjával. A szennyezett minta esetében tudjuk, hogy az alapszennyezésen felül még $250 \mu\text{g}$ ólmot tartalmaz. Jelen esetben az ólom L_α és L_β csúcsához tartozó területekből határoztuk meg az eredeti levélmintában lévő ólmot. Ugyanis, ha x az ismeretlen ólomtartalom, akkor a

$$\frac{T_1}{T_2} = \frac{250\mu\text{g} + x}{x} \quad (4)$$

egyenletből x kifejezhető. A szükséges területek megtalálhatók a mellékelt lapon. Figyelembe kell venni, hogy a tiszta levél esetén tízszer több ideig mértünk mint a szennyezett levél esetében. A kapott tömegek:

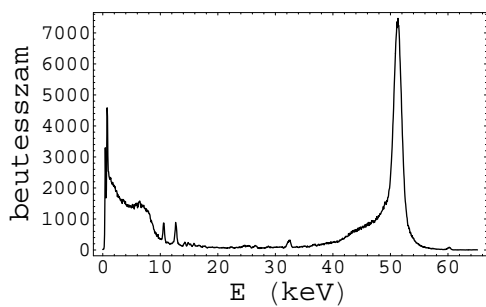
$$L_\alpha : (19.9 \pm 1.2) \mu\text{g}, \quad (5)$$

$$L_\beta : (18.6 \pm 0.9) \mu\text{g}. \quad (6)$$

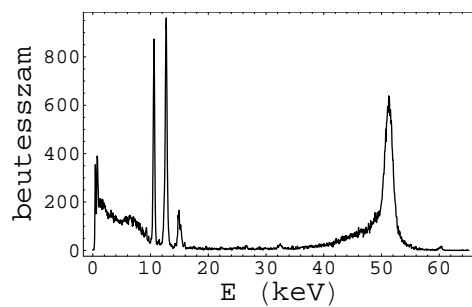
Átlagolva:

$$\bar{x} = (19.2 \pm 1.3) \mu\text{g} \quad (7)$$

ólom volt eredetileg a levélben. Érdekességképpen még csatoljuk a két levélminta spektrumát.



(a) A tiszta levél spektruma.



(b) A szennyezett levél spektruma.

4. ábra.