

BABEŞ-BOLYAI TUDOMÁNYEGYETEM
FIZIKA KAR

MOLEKULAFIZIKA LABORGYAKORLAT

RÖNTGENFLUORESZCENCIA ANALÍZIS



1. A kísérlet célja

- Egy ismeretlen fémminta röntgenfluoreszcencia-spektrumának felvétele.
- A mintában jelen lévő elemek azonosítása karakterisztikus röntgenvonalak alapján.
- Az azonosított elemek relatív tömegarányának meghatározása a fluoreszcenciavonalak intenzitásának összehasonlításával.

2. Elméleti háttér

A nagy energiájú röntgenfotonokkal besugárzott minta karakterisztikus röntgenvonalakot bocsát ki. Ezek energiája az adott elemre jellemző, ezért a fluoreszcenciaspektrum alkalmas az elemek azonosítására.

A beeső röntgensugárzás a mintában található atomok belső elektronhéjairól elektronokat távolíthat el. Az így keletkező üres állapotokat magasabb energiájú elektronok töltik be. Az elektronátmenet során a két energiaszint különbségének megfelelő energiájú röntgenfoton keletkezik.

Ha a minta kémiai vegyület vagy keverék, akkor annak fluoreszcencia- spektruma is összetett. Mivel a röntgenátmenetekben részt vevő belső elektronhéjakat a kémiai kötés lényegében nem érinti, az elemek karakterisztikus vonalai nagyrészt függetlenek a kémiai kötéstől. Ezért egy kémiai vegyület röntgenfluoreszcencia-spektruma első közelítésben komponenseinek spektrumai szuperpozíciójaként értelmezhető.

Az elemek azonosításakor a karakterisztikus vonalak energiáját kell összevetni a táblázatos értékekkel. A legintenzívebb vonalak általában a K_α , illetve nehezebb elemeknél az L_α vonalak.

Az egyes elemek relatív mennyiségére az adott elem fluoreszcenciavonalának intenzitásából lehet következtetni. Kvantitatív meghatározásnál azonban figyelembe kell venni a mérési geometria, a detektor érzékenysége, a gerjesztési feltételek és a minta mátrixának hatását is.

A jelen oktatási mérésben a referencia- és ismeretlen minta spektrumait azonos mérési geometria és mérési feltételek mellett hasonlítjuk össze, és a mátrixhatásokat első közelítésben elhanyagoljuk.

Az azonosítás során az egyes spektrális sorozatok jellegzetes mintázatát is figyelembe kell venni. Így például a K_α -vonallal mellett a kisebb intenzitású, körülbelül 5–10-szer kisebb K_β -vonallal is meg kell jelennie. Az L_α -vonallal az L_β -vonallal együtt, hasonló intenzitással, míg az L_γ -vonallal kisebb intenzitással jelenik meg.

A tömegarányok kiszámításánál felhasználjuk azt a tényt, hogy egy csúcs magassága arányos a sugárzást kibocsátó atomok számával. A referencia-spektrumban ezt az n_0 atomszámot az anyag ρ sűrűsége, A atomtömege, a besugárzott S terület és a besugárzott réteg effektív d vastagsága határozza meg:

$$n_0 = \frac{\rho}{A} S d. \quad (1)$$

Az ötvözetben található egyes atomtípusok atomszáma első közelítésben:

$$n = n_0 \frac{H}{H_0} = \frac{\rho}{A} V \frac{H}{H_0}, \quad V = S d, \quad (2)$$

ahol H a vizsgált spektrumban, H_0 pedig a referencia-spektrumban mért csúcsmagasság. Ezek alapján az ötvözet i -edik komponensének tömegaránya:

$$C_i = \frac{n_i A_i}{\sum_j n_j A_j} = \frac{\frac{H_i}{H_{0,i}} \rho_i}{\sum_j \frac{H_j}{H_{0,j}} \rho_j}. \quad (3)$$

3. A kísérleti berendezés

- röntgenkészülék Mo röntgensóval és goniométerrel;
- röntgenenergia-detektor;
- Sensor-CASSY;
- MCA Box;
- CASSY Lab mérőszoftver;
- referencia-minták
- feliratozatlan ismeretlen minta;
- a mérőrendszerhez tartozó BNC- és csatlakozókábelek.

3.1. Biztonsági előírások

- A röntgenkészülék használata előtt ellenőrizzük annak sértetlenségét és a biztonsági rezeszek működését.
- A készülék ajtaját működés közben nem szabad kinyitni.
- A goniométer céltárgy- és detektorkarját nem szabad akadályozni.
- A goniométer mozgó részeit kézzel nem szabad erőltetni.
- Ügyeljünk a röntgensó megengedett üzemi paramétereire, különösen a nagyfeszültségre és a csőáramra.

A röntgenkészülék megfelel az oktatási célú, teljesen árnyékolt röntgenkészülékekre vonatkozó előírásoknak, és Németországban iskolai használatra típusengedéllyel rendelkezik.

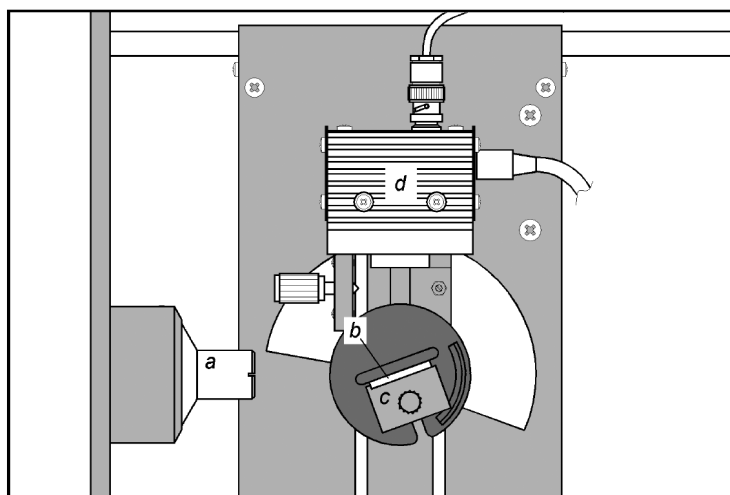
A beépített védő- és árnyékoló berendezések a készüléken kívüli dózisteljesítményt $1 \mu\text{Sv/h}$ alá csökkentik, ami a természetes háttérsugárzás nagyságrendjébe esik.

4. A mérés menete

4.1. Kezdeti beállítások

A mérés során a röntgensóból kilépő primer sugárzás a céltárgyat éri, a minta által kibocsátott karakterisztikus röntgensugárzást pedig az energiaérzékeny detektor regisztrálja.

A mérési összeállítás az alábbi ábrán látható.



- a - kollimátor
- b - céltárgy
- c - céltárgyasztal
- d - detektor

1. ábra. A kísérleti összeállítás

1. Nyomjuk meg a SENSOR gombot, majd az ADJUST forgatógombbal állítsuk az érzékelő szögét manuálisan 90° -ra.
2. Nyomjuk meg a TARGET gombot, majd az ADJUST forgatógombbal állítsuk be a céltárgy szögét 45° -ra.
3. Csatlakoztassuk a hálózati tápegységet. Körülbelül 2 perc múlva a röntgenenergia-detektor LED-je zölden világít, jelezve, hogy a detektor üzemkész.
4. Indítsuk el a CASSY Lab programot, és válasszuk ki a következő mérési paramétereket:
Multichannel Measurement: 512 Channels
Negative Pulses
Gain: -2.5
Measuring Time: 180 s
5. Állítsuk a cső feszültségét $U = 35$ kV értékre, az emissziós áramot pedig $I = 1$ mA értékre, majd kapcsoljuk be a magasfeszültséget (HV).

4.2. A Cu-spektrum felvétele és az energia-kalibrálás

1. Helyezzük a **Cu kalibrációs mintát** a céltárgyasztalra.
2. Indítsuk el a spektrum rögzítését az F9 billentyűvel.
3. Határozzuk meg a Cu K_α , K_β csúcsának középpontját. Jobb klikk $\rightarrow$ *Other Evaluation* $\rightarrow$ *Calculate Peak Center*. Jelöljük ki a Cu KK_α -vonalat, majd a meghatározott maximumot jegyezzük le. Hasonlóan járjunk el a Cu K_β -vonalával is.
4. Végezzük el az energia-kalibrációt. Jobb klikk $\rightarrow$ *Energy Calibration* vagy *Alt+E*, és válasszuk ki a *Global Energy Calibration*-t.
5. Az energia-kalibráció során rendeljük a csúcs helyéhez, amit az előzőekben lejegyeztünk, a K_α és K_β vonalak energiáit $E_{K_\alpha} = 8,04$ keV, $E_{K_\beta} = 8,91$ keV.

A Cu-minta ebben a mérésben **kalibrációs mintaként** szolgál. A kalibráció célja nem a Cu koncentrációjának meghatározása, hanem a detektor csatornaszáma és a röntgenenergia közötti kapcsolat meghatározása. A kalibráció után a vizsgált minta spektrumának csúcsait már energiaskálán azonosíthatjuk.

4.3. Az ismeretlen minta spektrumának felvétele

1. Távolítsuk el a Cu kalibrációs mintát.
2. Helyezzük a mérőasztalra a **feliratozatlan ismeretlen mintát**.
3. A mérési geometriát és a röntgenső beállításait ne változtassuk meg a kalibrációhoz képest.
4. Vegyük fel az ismeretlen minta röntgenfluoreszcencia-spektrumát (F9).

Az ismeretlen minta spektrumát a kalibrált energia-skálán vizsgáljuk. A megjelenő csúcsok energiájából azonosítjuk a mintában jelen lévő elemeket.

4.4. Az elemek azonosítása

A spektrumban található csúcsok energiáját a karakterisztikus röntgenvonalak ismert energiáival hasonlítjuk össze. Az elemek azonosítását a hozzájuk tartozó további karakterisztikus vonalak megjelenése is megerősítheti.

A vonalak azonosításához és feliratozásához:

1. Az ábraablak felugró menüjében (jobb klikk) válasszuk az *X-ray Energies* menüpontot.
2. Kattintsunk a Cu elemjelre, majd válasszuk az *Adopt* gombot.
3. Keressük meg azokat az elemeket, amelyeknek a spektrumvonalai egybeesnek az ismeretlen minta vonalaival. Ha találtunk egyet nyomjuk meg az *Adopt* gombot. Egészen addig keresgélünk, míg az ismeretlen minta összes vonalát beazonosítottuk.
4. Keressük meg a beazonosított elemű tiszta lapocskákat és vegyük fel azoknak a spektrumát is.

4.5. A spektrumok vonalmagasságainak meghatározása

Other Evaluations → *Fit Gaussians* (Alt+G) menüponttal illesszünk Gauss-görbét:

1. a referencia-spektrumokban található görbékre, majd az eredményt (A_1) jegyezzük le, ezek lesznek a H_0 -k
2. az ismeretlen anyag spektrumában található elemek görbéire, majd az eredményt (A_1) jegyezzük le, ezek lesznek a H -k

5. Mérési adatok és számítás

A mérési eredményeket az alábbi táblázatban rögzítsük és számítsuk ki az egyes elemek százalékos tömegarányát az alábbi képlet segítségével:

$$C_i = \frac{\rho_i \frac{H_i}{H_{0,i}}}{\sum_j \rho_j \frac{H_j}{H_{0,j}}} \cdot 100 (\%)$$

Elem	ρ (g/cm ³)	H	H_0	$\rho \cdot H / H_0$ (g/cm ³)	C (%)

1. táblázat. Az ismeretlen minta összetétele és kiértékelése

Forrás

1. LD Didactic GmbH, *Physics Leaflets P7.5.1.1: X-ray fluorescence analysis.*
2. LD Didactic GmbH, *Physics Leaflets P7.5.1.2: X-ray fluorescence analysis – Determination of the chemical composition of a brass sample by x-ray fluorescence analysis.*