

Modern Fizika Labor

Fizika BSC

A mérés dátuma: 2009-03-16	A mérés száma és címe: 13. RÖNTGEN- FLUORESZCENCIA ANALÍZIS	Értékelés:
A beadás dátuma:	A mérést végezte: Meszéna Balázs, Tüzes Dániel	

Bevezető

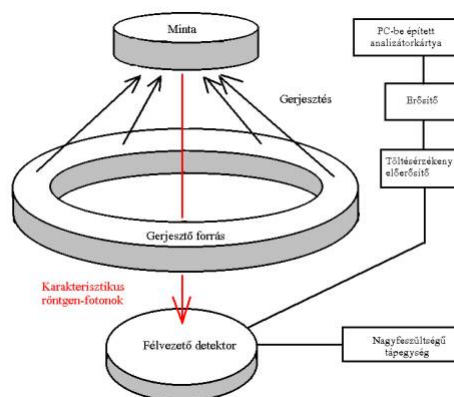
A röntgen fluoreszcencia analízis egy nukleáris analízis módszer. Segítségével az anyag kémiai összetételéről szerezhetünk ismereteket. Roncsolásmentes eljárás, vagyis a vizsgált minta egy részét sem kell eltávolítani, a mintát nem teszi radioaktívvá. Ma már a mérőberendezés igen kompakt, tehát környezeti terepmérésekre is alkalmas, de már a Holdra szálláskor is ezzel a módszerrel vizsgálták helyben a kőzeteket, és ma is találunk ilyen műszereket a Mars járókon.

A módszer lényege, hogy röntgen vagy γ fotonokkal besugározzuk a vizsgált mintát, majd a legerjesztődés során vizsgáljuk a kibocsátott sugárzást. 20. századi ismeretünk alapján mondhatjuk, hogy a kibocsátott elektromágneses sugárzás frekvenciája jellemző az egyes atomokra, így a mérőműszer kalibrálása után sugárzás energiáját mérve meghatározhatjuk a mintát alkotó egyes összetevőket. Természetesen ehhez előzőleg szükség lehet méréssel megállapítani a különböző atomok emissziós spektrumait, bár ma erre már nagyon jó képletek is rendelkezésünkre állnak. A mérés további elméleti háttéréről további információk a atomki.hu/~mohacsii/documents/Rontgen_fluoreszcencia_analizis.pdf oldalon található.

Mérési feladataink, hogy kalibráljuk a mérési berendezést, azonosítsuk az egyik minta anyagát, igazoljuk a modellből következő közelítő képlet helyességét az abban szereplő konstansok meghatározásával, valamint adjunk mennyiségi meghatározást egy falevélben található ólom mértékére.

Mérési elrendezés

A mérési elrendezés rövid ismertetéséhez tekintsük az ábrát! A radioaktív bomló forrás nagyintenzitású sugárzó, mely sugárzás a mintát is éri. Az elméleti leírásnak megfelelően a mintából kilépő EM sugárzás a detektorra jut. A detektor érzékeny a kérdéses energia-tartományban, így jelet továbbít az előerősítőnek, melyből kimenő jel az erősítőn keresztül egy számítógépbe jut, ami hardveresen feldolgozza a jeleket és a számítógépen szoftverrel kielemezhetők.



Mérési eredmények

Az ion.elte.hu/kornyezet/kornyfiz/rfa/rfa.htm oldalon található mérési feladatok eredményei:

1. Két ismert anyag spektrumát vizsgáltuk meg, ez az ón és a réz volt, a hozzájuk tartozó $E(K_{\alpha,Cu}) = 8047 eV$ és $E(K_{\alpha,Sn}) = 25270 eV$ energiákhoz rendre a 133-as és a 420-as csatorna tartozott. Így az energia a csatornaszám függvényében: $E(n) = (60,0n + 65,6) \cdot eV$. Jó lett volna természetesen nem 2 pontra történő egyenes illesztéssel megmondani a kalibrációs egyenest. (Ha hibának a csatornaszám hibáját tekintjük, akkor a hibával $E(n) = ((60,0 \pm 0,2)n + 65,6) \cdot eV$.

2. Ismeretlen minta spektrumanalízise. A mérés során a szoftver az alábbi adatokat adta rendelkezésünkre

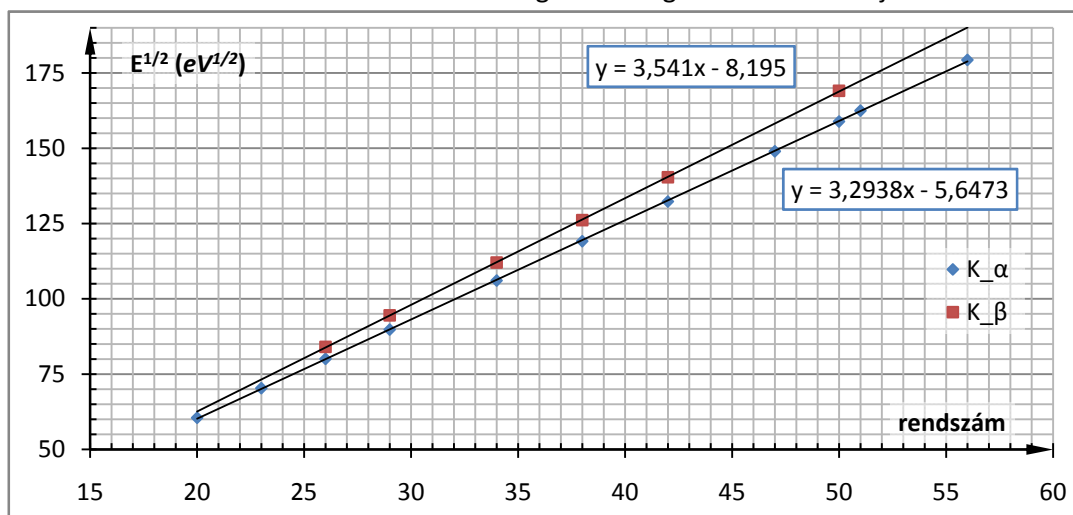
sorszám	csatornaszám	várható eltérés	szórás	intenzitás (terület)	várható eltérés	energia	várható eltérés	korrigált intenzitás	korrigált v. eltérés
1	59,92	0,271	1,63	3074	509	3661,41	16,25	3093	542
2	81,36	0,106	1,85	9782	580	4948,31	6,37	9798	547
3	105,76	0,042	2,01	22532	383	6412,35	2,52	22575	444
4	116,67	0,183	2,01	3619	318	7066,84	10,99	3626	302
5	133,27	0,04	2,01	22353	360	8063,27	2,42	22395	440
6	147,85	0,238	2,26	4233	521	8938,05	14,3	4320	411
7	186,46	0,025	2,21	34137	329	11255,24	1,5	34190	362
8	208,21	0,081	2,65	9412	303	12560,12	4,88	9455	255
9	235,52	0,017	2,45	60789	353	14199,15	1,02	60861	395
10	264,09	0,055	2,74	13949	273	15913,71	3,28	13990	238
11	290,75	0,015	2,68	87814	404	17513,28	0,88	87993	454
12	327,31	0,041	3,04	21871	261	19707,61	2,48	22194	261
13	368,92	0,356	3,14	1474	184	22204,27	21,36	1500	142
14	419,73	0,287	3,48	2221	200	25253,76	17,22	2271	172
15	438,94	0,334	3,48	1542	166	26406,22	20,05	1576	152
16	475,35	0,931	3,85	758	221	28591,12	55,84	784	145
17	535,03	0,483	4,85	2111	208	32172,56	28,96	2174	188

A szoftver megkereste a releváns lokális maximumokat, azokra Gauss görbét illesztett (a hibát figyelembe véve), ennek alapján a Gauss görbétől való eltérést (számunkra ismeretlen algoritmussal) korrigálta, azok hibáját is megadta. Kalibrációs spektrum információját a programba táplálva a program a csatornaszámhoz tartozó energiát is kiírja, a hibákat rájuk is kiszámítja (de ennek során nem veszi figyelembe a kalibrációs egyenes hibáját). Az energiáknál általános mondható, hogy az egyes helyiértéken szereplő szám bizonytalan már. A kapott táblázatból sejthető, hogy számos anyagfajta található a mintában. Vessük össze az eredményeket a szakirodalommal az egyes anyagok beazonosítása végett! (Szakirodalom gyanánt az ion.elte.hu/kornyezet/kornyfiz/rfa/rfa.htm weboldalon található táblázat került felhasználásra.)

azonosított anyag	K_{α} vonal energiája (eV)		K_{β} vonal energiája (eV)	
	szakirodalmi	sorszám, mért	szakirodalmi	sorszám, mért
Ca, kalcium, 20?	3691	1, 3661,41	4,012	nincs
Va, vanádium, 23?	4952	2, 4948,31	5427	nincs
Fe, vas, 26	6403	3, 6412,35	7057	4, 7066,84
Cu, réz, 29	8047	5, 8063,27	8904	6, 8938,05
Se, szelén, 34	11221	7, 11255,24	12495	8, 12560,12
Sr, stroncium, 38	14169	9, 14199,15	15834	10, 15913,71
Mo, molibdén, 42	17478	11, 17513,28	19607	12, 19707,61
Ag, ezüst, 47?	22162	13, 22204,27	24942	nincs
Sn, ón, 50	25270	14, 25253,76	28483	16, 28591,12
Sb, antimon, 51?	26357	15, 26406,22	29723	nincs
Ba, bárium, 56	32191	17, 32172,56	36376	nincs

Látható, hogy nem minden csúcshoz tartozó anyagot sikerült egyértelműen azonosítani. A mérési eredmények táblázatában kiemeltem azokat az intenzitásmaximumokat, melyeknél a beütésszám 10000 alatti és K_{α} vonallal azonosítottuk. Látható, hogy a 6 vonalból 5 olyan anyagra engedett következtetni, melyek kiléte nem biztos, tehát a beazonosíthatatlanság oka a kis sugárzási intenzitás lehet.

3.4. Az előző táblázat rendszám és mért energia részeit grafikusán ábrázoljuk!



A mérési eredményekre egyenest illesztettem, azok paraméterei az ábráról leolvashatóak, azokból az $\sqrt{E}(Z) = \sqrt{A} \cdot Z - \sqrt{A} \cdot B$ formulából $A(K_{\alpha}) = 10,75 \pm 0,6eV$, illetve $B(K_{\alpha}) = 1,71 \pm 0,4$, valamint $A(K_{\beta}) = 12,54 \pm 0,6eV$, illetve $B(K_{\beta}) = 2,31 \pm 0,2$. Az elméleti leírásban szereplő adatokból $\Delta E = Z^2 [R \cdot h \cdot (1/n^2 - 1/n'^2)]$, így ebben A-val analóg mennyiség a szögletes zárójelben jelölt mennyiség, mely értékére behelyettesítve $n = 1$ és $n' = 2$ -vel (azaz a K_{α}), kapjuk, hogy $A_{elméleti} = 10,20eV$. Itt jegyezném meg, hogy ion.elte.hu/kornyezet/kornyfiz/rfa/rfa.htm oldal készítői a természettudományos gondolkodásmóddal összefüggő szkepticizmus alkalmazását kimondatlanul is megkövetelik, ugyanis a Rydberg-állandó értékét hibásan tüntették fel a jegyzetben, akárcsak a legerjesztődés idejét okozva ezzel bosszús félórákat a jegyzőkönyvírásban.

5. Bizmut ${}_{83}Bi$ és wolfram ${}_{74}W$, valamint az utolsó mérésben az ólommal szennyezett mintákra meghatároztuk az L_{α} és L_{β} spektrumok csúcsát, ezek rendre $E_{Bi,L_{\alpha}} = 10907,66eV$, $E_{Bi,L_{\beta}} = 13107,35eV$ továbbá $E_{W,L_{\alpha}} = 8468,26eV$, $E_{W,L_{\beta}} = 9811,72eV$, valamint

$E_{pb,L_\alpha} = 10624,43eV$ és $E_{pb,L_\beta} = 12713,11eV$, így $A(L_\alpha) = 1,90 \pm 0,06eV$, $B(L_\alpha) = 7,3 \pm 0,5$ illetve $A(L_\beta) = 2,94 \pm 0,08eV$ és $B(L_\beta) = 16,2 \pm 0,9$.

A mérési eredményeket, melyből az adatokat kiolvashattuk, az alábbi táblázat tartalmazza:

sorszám	csatornaszám	várható eltérés	szórás	intenzitás (terület)	várható eltérés	energia	várható eltérés	korrigált intenzitás	korrigált v. eltérés	
1	123,28	0,795	2,58	170	72	7463,57	47,71	184	46	Wolfram
2	140,02	0,069	1,92	2349	70	8468,26	4,16	2375	79	
3	162,41	0,072	3,38	5511	108	9811,72	4,29	5630	112	
4	191,39	0,353	4,36	585	40	11550,67	21,18	756	46	
1	157,26	0,324	2,3	382	60	9502,96	19,44	393	47	Bizmut
2	180,67	0,032	2,29	9784	106	10907,66	1,92	9916	148	
3	194,82	0,387	2,29	149	26	11756,76	23,25	151	26	
4	217,33	0,037	2,66	14291	162	13107,35	2,22	14513	185	
5	257,19	0,15	4,4	2159	58	15499,33	8,99	2479	76	
1	175,95	0,055	2,19	4858	108	10624,43	3,27	4883	111	Ólom
2	191,22	1,962	6,31	4586	5346	11540,97	117,77	4397	1278	
3	210,76	0,061	2,53	5977	123	12713,11	3,63	6044	126	
4	249,27	0,212	4,62	1479	57	15024,17	12,73	1722	68	

6. Egy falevél ólomtartalmának megméréséhez veszünk két, ólommal azonosan szennyezett falevelet, az egyszerűség kedvéért azonos tömegűt. Az egyikhez ismert, $P = 250\mu g$ mennyiségű ólmot adagolunk, melynek tömege a teljes falevélhez képest elhanyagolható. Ha most megvizsgáljuk a két falevél spektrumát, az ólom által kibocsátott sugárzás intenzitása nagyobb lesz a szennyezett mintában, mennyiségi leírását a

$$\frac{I_{szennyezett}}{I_{eredeti}} = \frac{m+P}{m} \Rightarrow m = P / \left(\frac{I_{szennyezett}}{I_{eredeti}} - 1 \right)$$
 összefüggés adja, vagyis feltételezzük, hogy a

falevélben található ólom mennyisége egyenesen arányos a sugárzásuk intenzitásával.

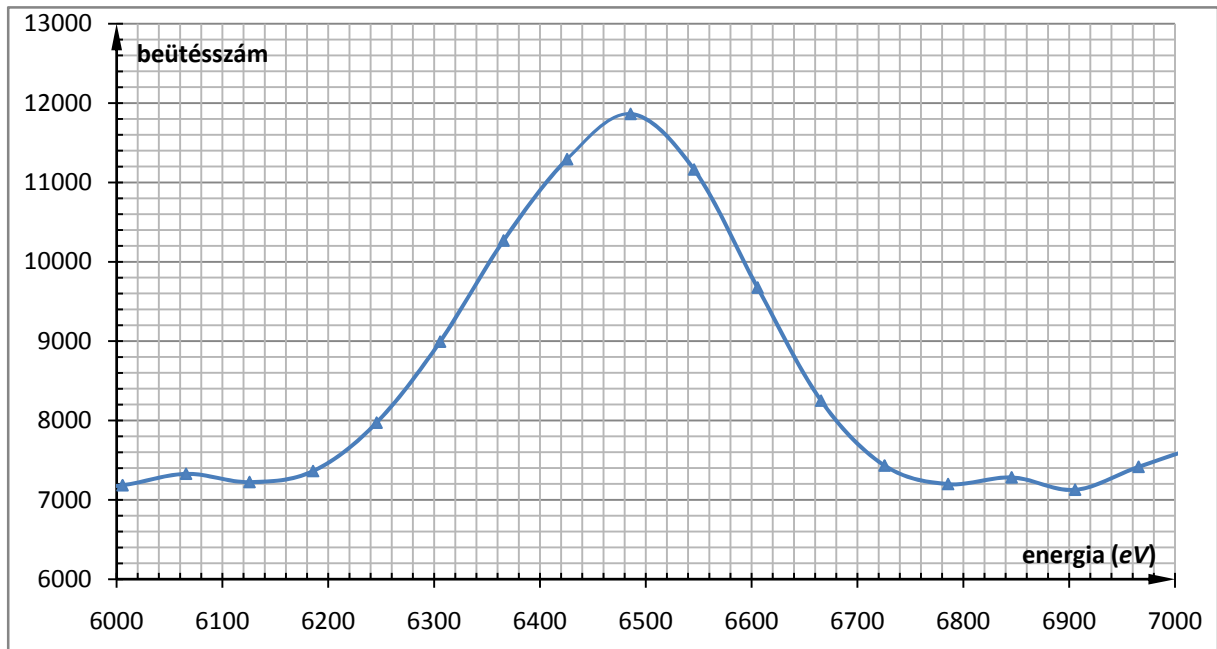
Megvizsgáljuk a két anyagban a közös, ólomhoz tartozó frekvenciáktól származó sugárzások intenzitásait. A mért eredményeket az alábbi táblázat tartalmazza, kiemelve az összevetendő frekvenciájú sugárzásokat:

sorszám	csatornaszám	várható eltérés	szórás	intenzitás (terület)	várható eltérés	energia	várható eltérés	korrigált intenzitás	korrigált v. eltérés	
1	175,95	0,055	2,19	4858	108	10624,43	3,27	4883	111	szennyezett
2	191,22	1,962	6,31	4586	5346	11540,97	117,77	4397	1278	
3	210,76	0,061	2,53	5977	123	12713,11	3,63	6044	126	
4	249,27	0,212	4,62	1479	57	15024,17	12,73	1722	68	
1	175,99	0,111	2,31	3994	225	10626,5	6,66	4011	167	eredeti
2	210,63	0,092	2,54	4695	163	12705,28	5,52	4723	149	
3	236,02	0,682	3,55	3182	1764	14229,03	40,94	3124	605	

A mérés során a szennyezett falevéllel 5, az eredeti falevéllel 60 percig végeztük a mérést, így az eredeti intenzitásértékét 12-vel osztani kell, hogy ugyan arra az időre vonatkozzon, mint a szennyezetté. A táblázatban a két megvastagított sor felel meg az ólom L_α és L_β vonalainak.

Ezek alapján $m_1 = 18,4 \pm 1,2\mu g$ szennyeződést számolhatunk, ha az L_α vonalat vesszük, illetve $m_2 = 17,4 \pm 0,9\mu g$ -t, ha az L_β -t.

Bónusz: a műszer felbontóképessége a vas K_{α} vonalának félérték-szélessége. A félérték szélességet a mérés releváns részének a kinagyításával, majd arról való leolvasásával kapjuk, értéke hozzávetőleg a mérésünk alapján $(270 \pm 10) eV$.



Merő érdekességképpen szerepeljen itt a vizsgált tartomány azon része, melyben azonosítottunk az egyes összetevőket:

