

מספר הקורס:	114037
מספר הקבוצה:	22
תת-קבוצה:	4
עמדת עבודה:	3
שם המדריך:	גיטלמן איגור
מגישים:	מאור, נתיב , 319002911, nativ.maor@campus.technion.ac.il
	שחם, דור , 318258555, dor-hay.sha@campus.technion.ac.il
תאריך:	2/6/2023
דו"ח מסכם לניסוי:	X-ray

זיהוי יסודות המרכיבים סגסוגות בעזרת קווי פליטה של קרני $X - ray$

שם: נתיב מאור | ת"ז: 319002911 | דוא"ל: nativ.maor@campus.technion.ac.il

שם: דור חי שחם | ת"ז: 318258555 | דוא"ל: dor-hay.sha@campus.technion.ac.il

June 2, 2023

תקציר

בניסוי זה מטרטנו הייתה למצוא קווי פליטה של קרני $X - ray$ (נקרא להם "קווי פליטה") מסגסוגות מתכות שונות ובכך לזהות אילו יסודות מרכיבים אותן. תחילה, ביצענו 'מדידות כיוול', בהן מצאנו קווי פליטה של מתכות שונות (Ni, Cu, Zn, Fe, Pb) שקווי הפליטה שלהם ידועים לנו. המדידות נעשו בעזרת גלאי אנרגיה המחובר ל MCA שהפלט שלו הוא היסטוגרמה של מספר פולסים הנקלטים ב'ערוץ' קלט מסוים. בעזרת מספר מדידות, התאמנו בין "ערוץ" לאנרגיה, ציפינו שההמרה תהיה המרה לינארית ואכן כך מסתמן מתוצאות הניסוי שכן הייתה התאמה לינארית טובה. לאחר מכן, כשיש בידינו המרה בין 'ערוץ' לאנרגיה', בדקנו אילו קווי פליטה של הסגסוגות תואמים לאלה של המתכות שנבדקו. הסגסוגות אותם בדקנו היו $FeTiO_3$ (דוגמית 11) ו Sb_2S_3 (דוגמית 23), מצאנו שחלק מהיסודות בסגסוגות התגלו וחלקן לא - כצפוי מהתיאוריה ושיטת המדידה שמאפשרת גילוי של יסודות רק בטווח מסוים של פליטה. על כך נרחיב בדיון בתוצאות. כמו כן צפינו בקווי פליטה נוספים שהיו משותפים ברוב המדידות ואני מייחסים אותן ליסודות המרכיבים את החומר ממנו עשויה הזרוע שהחזיקה את הדוגמיות.

מבוא

כאשר אלומת אלקטרונים באנרגיה גבוהה פוגעת באטום ניתן לצפות בתופעת פיזור של קרינה מהאטום הנפגע. ישנן שתי תופעות עיקריות, אחת מהן קוראת תמיד והיא ספקטרום רציף הנקראת "קרינת העצירה" (*Bremsstrahlung*). תופעה זו נובעת מהאטת האלקטרון עקב אנטרציה עם הגרעין. תופעה שניה מתרחשת כאשר לאלקטרון הפוגע מספיק אנרגיה כדי ליינן את האטום. יינון האטום גורם לשחרור אחת מרמות האכלוס הנמוכות ומאפשר דעיכה של רמה גבוה יותר אל הרמה שהתפנתה (דעיכה שלפני כן לא התאפשרה עקב איסור פאולי). דעיכה כזו גורמת לשחרור של פוטון באנרגיה הנקבעת לפי $h\nu_{\text{photon}} = E_{\text{initial}} - E_{\text{final}}$ כש h קבוע פלאנק ν_{photon} היא תדירות הפוטון ו $E_{\text{initial/final}}$ הם הרמות אנרגיה שהאלקטרון עבר ביניהן. אנרגיה זו תלויה אך ורק בסוג האטום (שכן הוא זה שגדיר את הפרש רמות האנרגיה) ולכן עבור כל סוג אטום נצפה לעליה חדה בפליטת אנרגיה באנרגיה הספציפית של $h\nu_{\text{photon}}$. עקב היות פסי האנרגיה מאפיין יחודי של היסודות, בעזרת קליטה של קרינה כזו מחומר נוכל לזהות אילו יסודות מרכיבים אותו.

הניסוי שלנו הורכב ממערכת המכילה שפופרת $X - ray$ שבעת חימומה פולטת קרינת $X - ray$ אל תוך תא המכיל דוגמית וגלאי.

מערכת הניסוי מוצגת בתמונה הבאה:



תרשים 1: מערכת הניסוי. משמאל יחידת $X - ray$ המכילה את שפופרת $X - ray$ בתא השמאלי ותא ימני עם הגלאי והזרוע המחזיקה את הדוגמית.

שפופרת $X - ray$ הכילה אטומי Mo , כשאלומת אלקטרונים מואצת בתוך השפופרת במתח גבוה, מתח ההאצה קובע את אנרגיית הקרינה הנפלטת מהשפופרת והזרם קובע את עוצמת הקרינה. הקרינה נפלטת אל תוך התא הימני, כשהתא הימני מכיל זרוע שניתן לחבר אליה דוגמיות מתכת וגלאי, כשבחלק העיקרי של הניסוי הקרינה מהשפופרת פוגעת בדוגמית וקרינה

שנפלטת מהדוגמית בעקבות זאת נקלטת על ידי הגלאי. קריאות הגלאי מוצגות בעזרת MCA כמספר פולסים שהתקבלו בערוץ מסוים בגלאי. בגלאי איתו עבדנו אנו מצפים (בעקבות הוראות יצרן) שההמרה תהיה המרה לינארית:

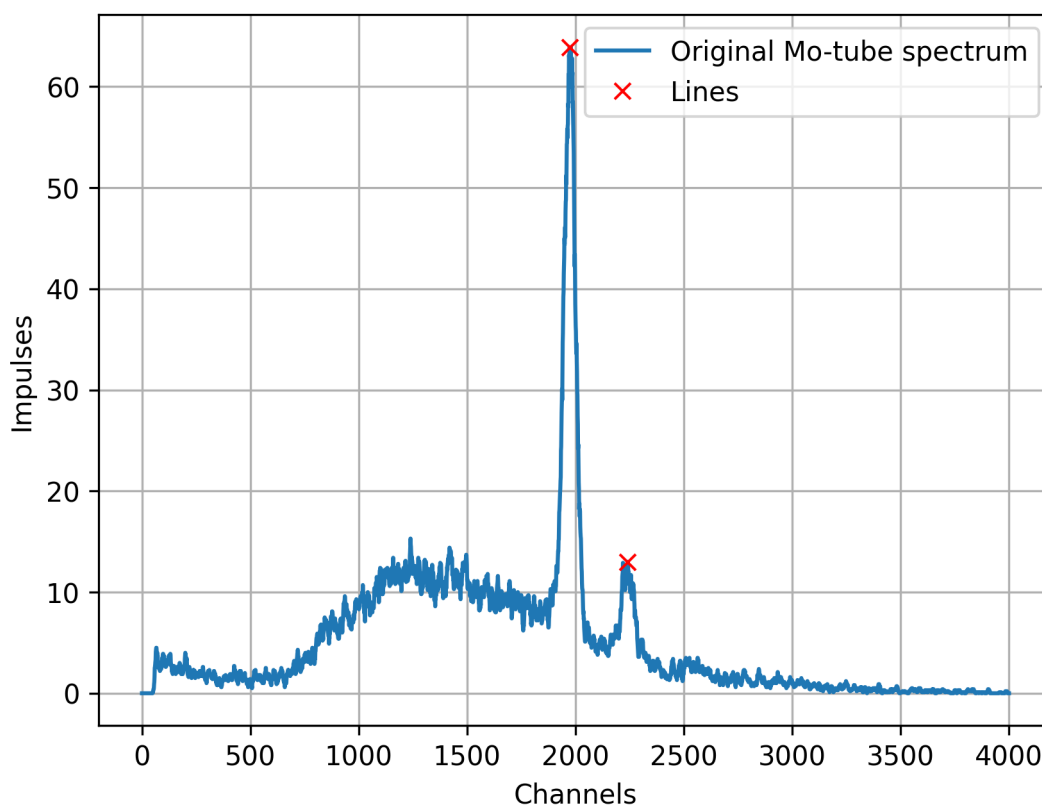
$$(1) \quad E = a \cdot C + b$$

כש E אנרגיה ביחידות $[keV]$, C הוא הערוץ (חסר יחידות) ו b, a הם קבועים של ההמרה שלהם יחידות של $[keV]$ גם כן.

תוצאות הניסוי

כיוול המערכת:

הכנו את מערכת הניסוי המתוארת במבוא. קבענו את *offset* להיות 3 וה*gain* להיות 2 בשביל להעלים את רעשים ולקבל תמונה מלאה של הערוצים בהם נקלטים אותות בהתאמה. לקחנו מדידה של הקרינה של המערכת, התקבלה ההיסטוגרמה הבא:



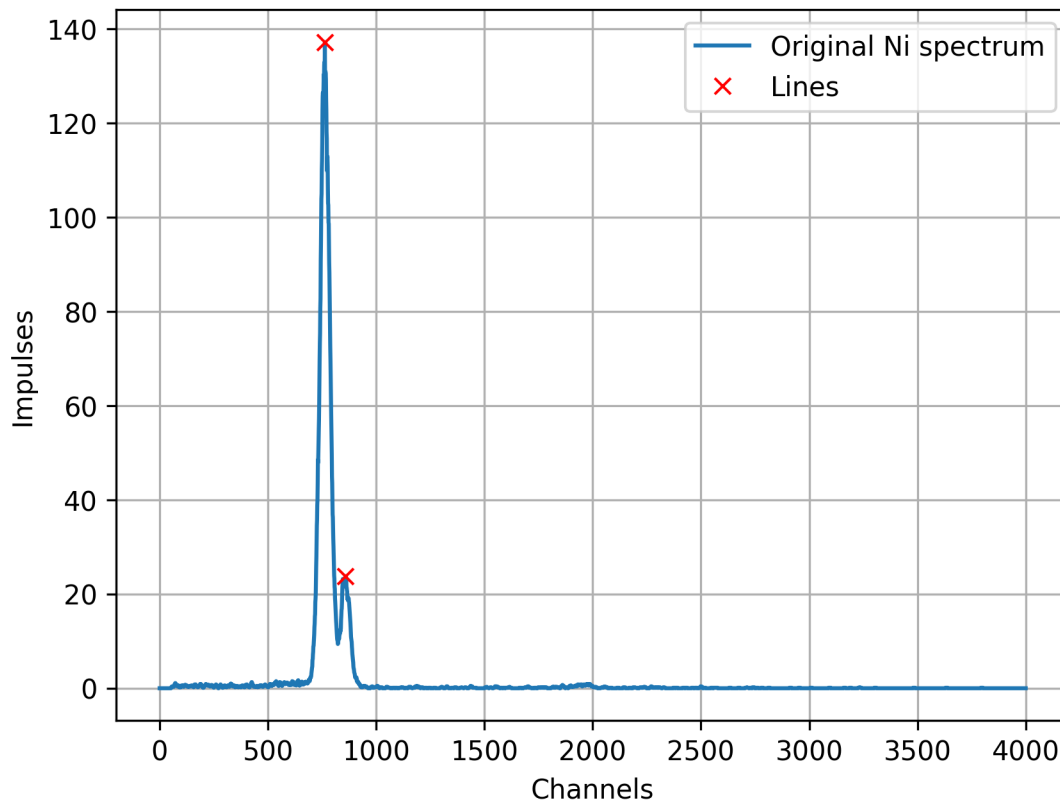
היסטוגרמה 1: מספר הפולסים שנקלטו משפורפרת *Mon* כפונקציה של מספר הערוץ. ב X מסומנים המקסימום אשר זוהו כקווי הפליטה.

ניתן לשים לב לשני קווי פליטה דיסקרטים מובהקים בערוצים 1973, 2240. כמו כן אפשר להבחין בגבעה שמתחילה בערוץ 500 ודועכת ככל שהערוצים עולים, זוהי קרינת העצירה (*Bremsstrahlung*) אותה הצגנו במבוא. בשביל להתאים את מספר הערוצים לאנרגיה המתאימה נעזר בקווי הפליטה הידועים [2] ולכן נוכל לבצע רגרסיה לניאירית לפי נוסחא (1).

לשם התאמה כזו נבצע מדידות נוספות של החומרים הבאים (Ni, Cu, Zn, Fe, Pb) וכך נוכל להתאים את מספר הערוץ לאנרגיה בעזרת רגרסיה.

לדוגמה עבור Ni , הנחנו פיסת Ni מול השפורפרת כך שהקרינה הנפלטה ממנה פגעה בדוגמית ולאחר מכן פלטה את הספקטרום שלה אל הגלאי.

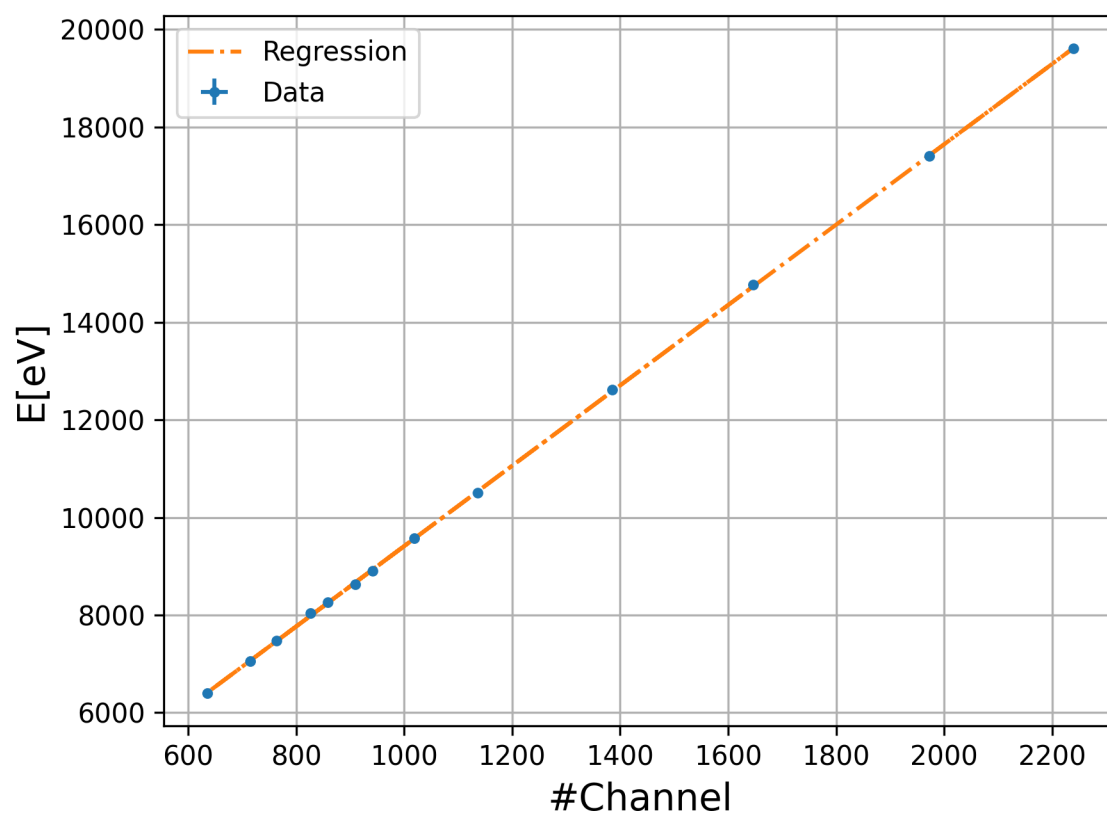
התקבלה ההיסטוגרמה הבאה:



היסטוגרמה 2: מספר הפולסים שנקלטו מפיסת Ni כפונקציה של מספר הערוץ. ב- X מסומנים המקסימום אשר זוהו כקווי הפליטה.

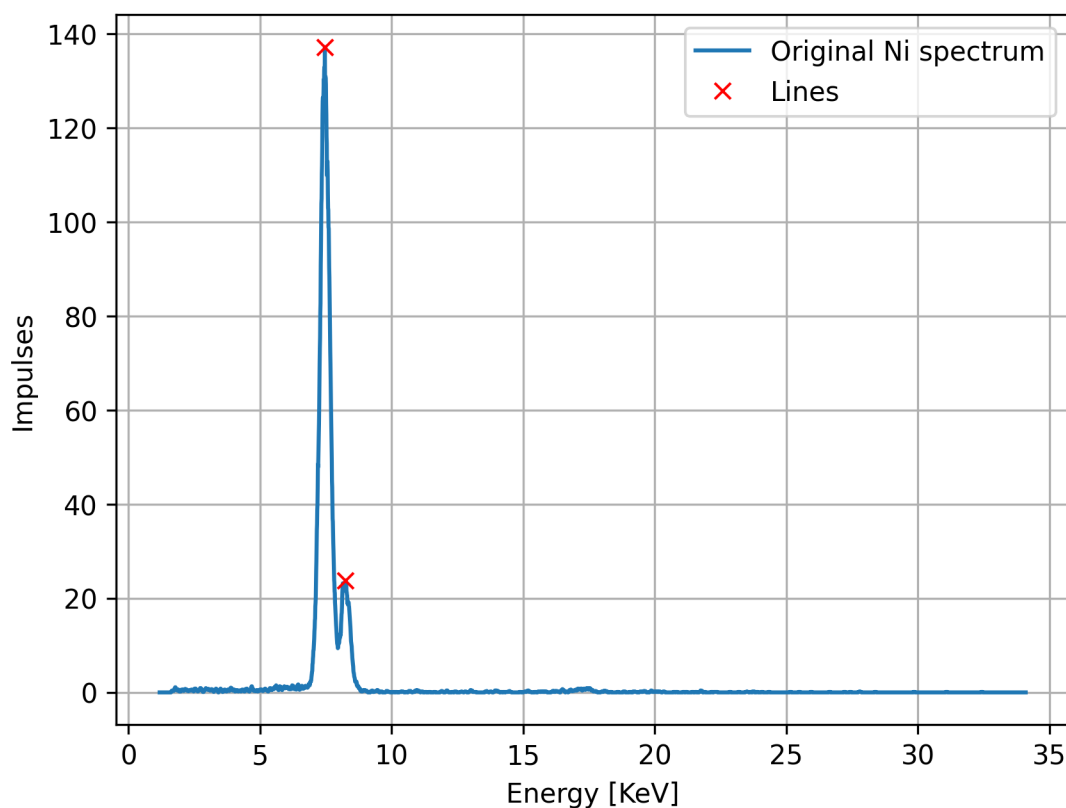
בדומה לדוגמית הקודמת ניתן לזהות שני קווי פליטה דיסקרטים מובהקים. במקרה זה אין את קרינה העצירה היות ובמקרה זה מקור הקרינה הוא פוטונים אשר לא מבצעים אינטרקציה חשמלית.

לאחר התאמת הערוצים לאנרגיות וביצוע רגרסיה לפי נוסחא (1) התקבלה הרגרסיה הבאה:



גרף 1: אנרגיה כפונקציה של מספר הערוץ. הנקודות הכחולות הן הנקודות שנמדדו והקו הכתום מייצג את ההתאמה הלינארית.

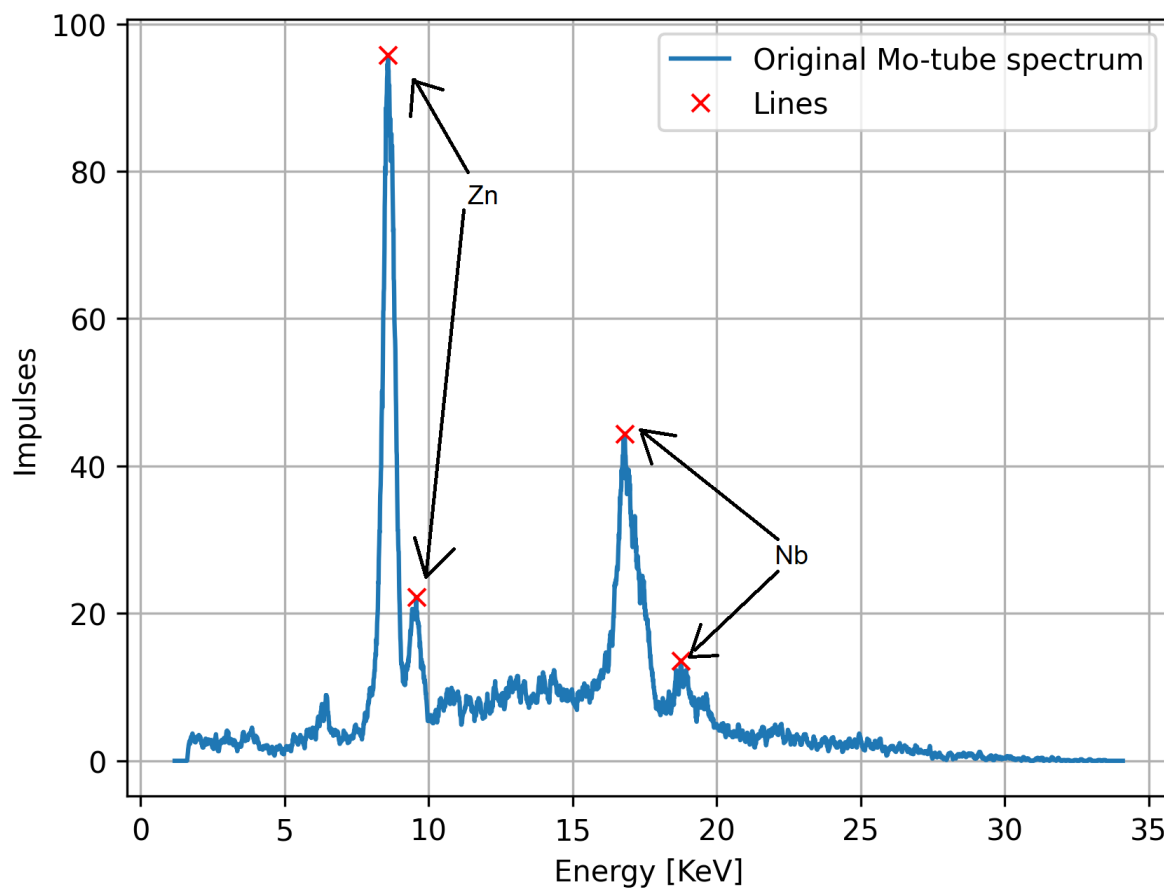
ניתן לשים לב איכותית שיש התאמה לינארית טובה מאוד ומבחינה כמותית מתקיים $R^2 = 0.99996$ כלומר בקירוב מצויין קיים קשר לינארי בין מספר הערוץ לאנרגיה. בשלב זה ניתן להעזר במקדמי הקשר הלינארי שמצאנו בשביל להציג את הספקטראות (ספקטרום ברבים) כפונקציה של האנרגיה, לדוגמה עבור Ni :



היסטוגרמה 3: מספר הפולסים שנקלטו מפיסת Ni כפונקציה של האנרגיה. ב X מסומנים המקסימום אשר זוהו כקווי הפליטה.

זיהוי חומרים:

בשלב זה לקחנו שני חומרים וביצענו להם מדידה, בעזרת הרגרסיה זיהינו את האנרגיה של קווי הפליטה שלהם ובעזרת קווי הפליטה אפיינו את החומרים - חיפשנו במקורות (2,3) אחר חומרים עם קווי פליטה באנרגיות המתאימות בעלות עוצמה גבוהה שעבורם כל הקווים בעלי עוצמה גבוהה נצפים במדידה. חומרים אלו הוחזקו בתא על ידי זרוע. בשביל לא לבלבל בין החומרים אשר מרכיבים את הזרוע ואת האובייקט הנמדד, ראשית מדדנו וזיהינו את קווי הפליטה של הזרוע. התקבלה ההיסטוגרמה הבאה:

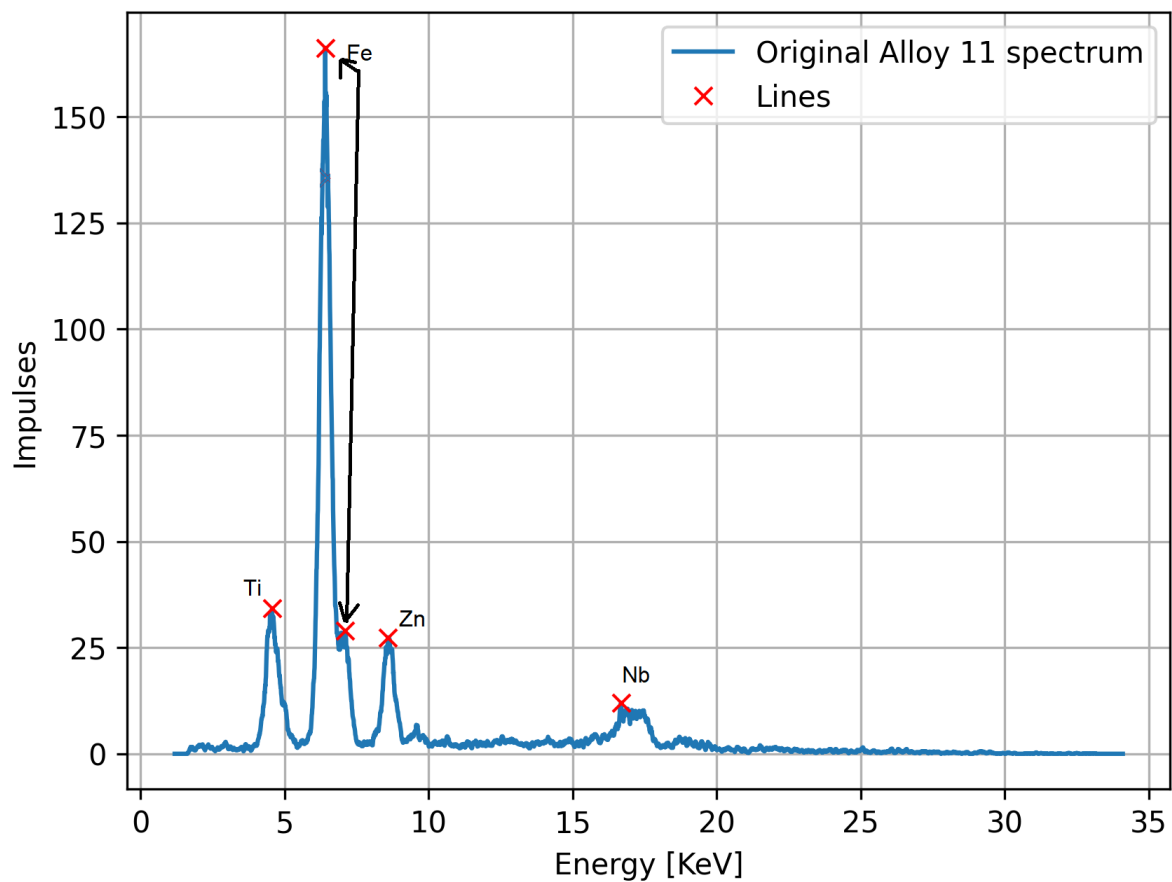


היסטוגרמה 4: מספר הפולסים שנקלטו מזרוע המתקן כפונקציה של האנרגיה. ב- X מסומנים המקסימום אשר זוהו כקווי הפליטה.

מתוך קווים אלו זיהינו את היסודות Zn, Nb .

נציין שבהמשך נזהה את יסודות האלו ונגיד שהם שייכים לזרוע אך אם הקריסטל מכיל את יסודות אלו גם כן לא נדע להבחין בכך.

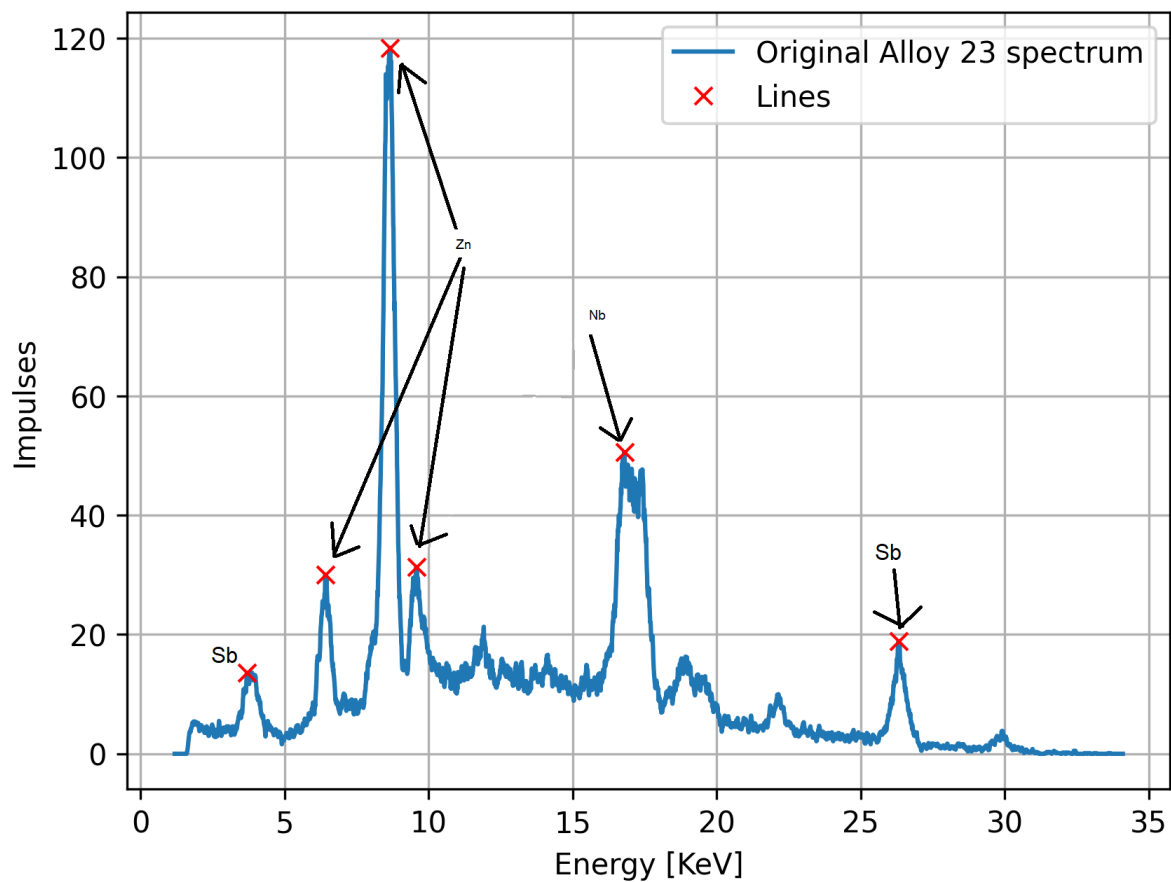
לאחר מכן, מדדנו את דגימה 11, התקבלה ההיסטוגרמה הבאה:



היסטוגרמה 5: מספר הפולסים שנקלטו מדוגמית 11 כפונקציה של האנרגיה. ב- X מסומנים המקסימום אשר זוהו כקווי הפליטה.

את שני הקווים הימניים זיהינו כמתאימים ליסודות של הזרוע ומשאר הקווים זיהינו את Ti, Fe . ואומנם החומר שנמדד הייתה דגימה של $FeTiO_3$. לא הייתה באפשרותנו לזהות את החמצן היות וקווי הפליטה שלו אינם בטווח המדידה שביצענו.

לאחר מכן, מדדנו את דגימה 23, התקבלה ההיסטוגרמה הבאה:



היסטוגרמה 6: מספר הפולסים שנקלטו מדוגמית 23 כפונקציה של האנרגיה. ב- X מסומנים המקסימום אשר זוהו כקווי הפליטה.

בדומה למדידה הקודמת גם במקרה זה ארבעת הקווים האמצעים נובעים מיסודות המרכיבים את זרוע. את הקו הימני והשמאלי ביותר ניתן לשייך לאחד ל- Sb ואומנם החומר שנמדד הייתה דגימה של Sb_2S_3 . לא הייתה באפשרותנו לזהות את S היות וקווי הפליטה שלו אינם בטווח המדידה שביצענו.

דיון בתוצאות

בחלקו הראשון של הניסוי מצאנו התאמה מאוד טובה של קשר לינארי בין מספר הערוץ לכמות האנרגיה, הן מבחינה איכותית והן מבחינה כמותית ($R^2 = 0.99996$), דבר המעיד על כך שההנחה של היצרן לקשר לינארי אכן מוצדקת. בשלב השני בו זיהינו חומרים בעזרת זיהוי קווי הפליטה שלהם הצלחנו לזהות באופן מוצלח את שניים מתוך שלושת החומרים בדגימה 11 - זיהינו את Fe, Ti כאשר הדגימה הייתה של $FeTiO_3$ וכאמור את קווי הפליטה של O_3 לא הייתה אפשרות לזהות בשיטה זאת היות שהאנרגיה שלהם נמוכה מדי. עבור דגימה 23 הצלחנו גם כן לזהות את היסוד Sb כאשר הדוגמית הייתה של Sb_2S_3 . גם כאן לא הייתה אפשרות לזהות את S היות וקווי הפליטה שלו בעלי אנרגיה נמוכה מדי.

מסקנות

מסקנה ראשונה היא שבהתאם לטענת היצרן יש קשר לינארי בקירוב מצוין בין מספר הערוץ לכמות האנרגיה שמייצג ערוץ זה. קשר זה מעיד על כך שאפשר עם שגיאה קטנה מאוד לזהות את הספקטרום האנרגטי של קרני ה- X של חומרים שונים בעזרת המכשיר בו השתשמנו.

במהלך זיהוי החומרים ראינו זיהוי מוצלח עבור שתי הדגימות 11, 23 (זיהינו את כל החומרים שיכולנו מבחינה אנרגטית באופן חד-משמעי).

במהלך הזיהוי ביצענו מדידה של הזרוע האוחזת את הדגימה בשביל לזהות את החומרים המרכיבים אותה ולסנן אותם מתוצאות את הדגימות שמדדנו, שיטה זו עבדה באופן מוצלח יחסית היות והצלחנו לזהות קווים שנבעו מהזרוע במדידת הדגימות ומבלי שיטה זו היינו עלולים לזהות אותם כחלק מהדגימה. עם זאת, אם הדגימות היו חולקות חומרים עם הזרוע, לא הייתה באפשרותנו להבחין בכך.

מסקנה מכך היא לבדוק אפשרות לשימוש בזרוע המורכבת מחומרים אשר ספקטרום קרני ה- X שלהם אינו בטווח המדידה של הגלאי, בצורה זו הזרוע תהיה "שקופה" ונדע שכל קווי הספקטרום שייכים לאוביקט הנמדד.

מקורות מידע

- (1) תדריך $X - ray$.
- (2) טבלת $X - ray$ Emission Lines מהמודל.
- (3) $X - ray$ data Booklet מהמודל.

נספח

- הנוסחא בה השתמשנו לחישוב השגיאות הנגררות בניסוי:

$$\delta F = \sqrt{\left(\frac{\partial F}{\partial x} \delta x\right)^2 + \left(\frac{\partial F}{\partial y} \delta y\right)^2 + \dots}$$

כאשר $\delta x, \delta y, \dots$ הן השגיאות של x, y, \dots ו- δF היא השגיאה הנגררת של F , שהיא פונקציה של המשתנים x, y, \dots .

- הנוסחא בה השתמשנו לחישוב השגיאה היחסית בין הערכים המדודים לתיאורטיים בניסוי:

$$\xi_{rel \ err} = \frac{\delta v}{v} \cdot 100\%$$