

Ćwiczenie 14.

Rentgenowska analiza fluorescencyjna.

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z:

- podstawami rentgenowskiej analizy fluorescencyjnej z dyspersją energii – metodą instrumentalną, umożliwiającą szybkie oznaczanie zawartości różnych pierwiastków w badanym materiale,
- działaniem licznika proporcjonalnego, będącego typowym detektorem promieniowania X.

Wykonanie ćwiczenia

1. Zestawić układ pomiarowy (por. rys. 1). składający się z następujących elementów: licznika proporcjonalnego z przedwzmacniaczem, zasilacza wysokiego napięcia, wzmacniacza liniowego, analizatora wielokanałowego oraz oscyloskopu.

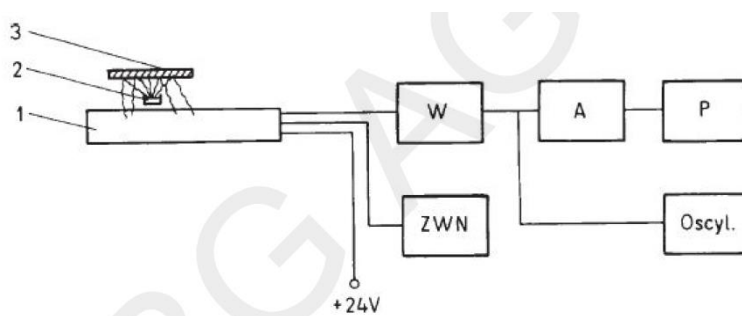
Źródło promieniotwórcze umieszcza w głowicy pomiarowej prowadzący ćwiczenia.

2. Zapoznać się z układem pomiarowym i konstrukcją głowicy pomiarowej zawierającej licznik proporcjonalny i źródło promieniowania pierwotnego (wzbudzającego atomy próbki) Pu-238 o aktywności 10 mCi.

Zaznajomić się ze schematem rozpadu źródła Pu-238 oraz z rodzajem i energią promieniowania emitowanego przez to źródło (por skrypt: rys 1.2 i tab. 1.5).

Zapoznać się z analizatorem wielokanałowym Tukan, współpracującym z głowicą i oprogramowaniem obsługującym analizator.

3. Ustawić napięcie pracy licznika, zgodnie z wartością podaną na aparaturze.



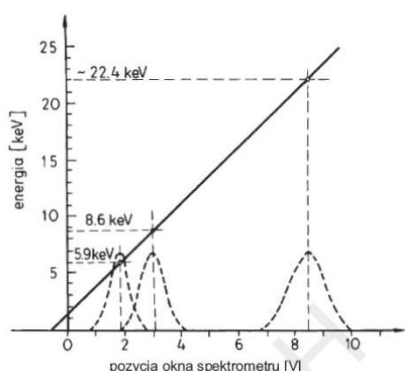
Rys. 1. Schemat blokowy zestawu pomiarowego: 1 – licznik proporcjonalny z przedwzmacniaczem, 2 – źródło promieniowania X (Pu-238), 3 – płytkę Cu, Fe lub Pb, W – wzmacniacz liniowy, ZWN – zasilacz wysokiego napięcia, A – analizator jednokanałowy, P – przelicznik

4. Wyznaczyć widmo różniczkowe promieniowania charakterystycznego X atomów wzbudzanych w płytkach Fe, Cu, Pb, przez promieniowanie pochodzące ze źródła Pu-238.

Zapisać widma w formacie analizatora (*.wdm) i wygenerować plik zawierający informacje o widmie w formacie tekstowym (Plik -> Export ASCII); powstały plik *.dat zawiera zliczenia w poszczególnych kanałach analizatora wielokanałowego.

Odnosić położenie pików głównych (wyrażone w kanałach analizatora), odpowiadających energiom promieniowania charakterystycznego, emitowanego przez materiał próbki. Piki te odpowiadają liniom promieniowania charakterystycznego Fe, Cu i Pb, odpowiednio: Fe K_{α} , Cu K_{α} , Pb L_{α} i Pb L_{β} . Korzystając z odpowiednich tablic (np. tabl. 3.2 w skrypcie) określić energie tych linii.

5. Korzystając z programu analizy danych Tukan przeprowadzić kalibrację energetyczną spektrometru, czyli wyznaczyć zależność pomiędzy energią rejestrowanych fotonów a numerem kanału analizatora (por. rys. 2). Zanotować współczynniki otrzymanej krzywej kalibracji.
6. Wyznaczyć widmo różniczkowe promieniowania charakterystycznego X atomów wzbudzanych w nieznanej płytce metalowej. Określić energię promieniowania charakterystycznego, emitowanego przez próbkę. Korzystając z odpowiednich tablic (np. tablica 3.2 w skrypcie) zidentyfikować pierwiastek obecny w próbce.
7. Wyznaczyć widmo różniczkowe promieniowania charakterystycznego X atomów, wzbudzanych, w zalanych żywicą, próbkach wzorcowych o znanych koncentracjach żelaza Fe. Pomiar przeprowadzić dla próbek wzorcowych zawierających odpowiednio 2% Fe, 8% Fe i 11% Fe oraz dla próbek o nieznanej zawartości tego pierwiastka.
Wyznaczyć „wielkość” pików Fe K_{α} dla mierzonych wzorców/próbek. Może to być pole pod pikiem (pozycja „netto” w opisie próbki) bądź liczba zliczeń w zadanym oknie analizatora, odpowiadającym pikowi Fe K_{α} („pole całkowite”).
8. Wyznaczyć widmo różniczkowe promieniowania charakterystycznego X atomów, wzbudzanych, w zalanych żywicą, próbkach o zadanej koncentracji żelaza Fe (np. 5%) i różnych koncentracjach ołowiu.



Rys. 2 Przykład kalibracji energetycznej spektrometru promieniowania X przy użyciu 3 źródeł fotonów o energiach: 5,9 keV (źródło Fe-55), 8,6 keV (promieniowanie charakterystyczne cynku Zn K_{α}) oraz 22,4 keV (źródło Cd-109).

Opracowanie wyników

1. Narysować widma różniczkowe otrzymane w pkt. 3. Zinterpretować piki widoczne na widmach: pik główny (pełnej absorpcji), pik ucieczki.
2. Na podstawie otrzymanych wyników wyznaczyć krzywą kalibracji energetycznej spektrometru, czyli zależność pomiędzy energią rejestrowanych fotonów a numerem kanału analizatora; przedstawić tę krzywą graficznie i wyznaczyć jej postać analityczną (por. rys. 2).
3. Korzystając z otrzymanej krzywej kalibracji energetycznej określić energię fotonów, odpowiadających pikowi ucieczki i zidentyfikować na tej podstawie gaz wypełniający licznik proporcjonalny.
Określić energetyczną zdolność rozdzielczą (FWHM) stosowanego licznika dla pików Fe K_{α} . Porównać otrzymaną w typową energetyczną zdolność rozdzielczą dla liczników proporcjonalnych (por. np. DzK 1995, Rys. 5.19)
4. Zidentyfikować pierwiastek obecny w nieznanej próbce.

6. Wyznaczyć krzywą cechowania metody, przedstawiającą zależność, dla próbek wzorcowych, między częstością zliczeń w pikie Fe K_{α} a zawartością żelaza.
7. Na podstawie częstości zliczeń dla nieznanych próbek i krzywej cechowania wyznaczyć zawartość żelaza Fe w tych próbkach.
8. Porównać „wielkość” piku Fe K_{α} dla próbek o znanej koncentracji żelaza Fe (np. 5%) i różnych koncentracjach ołowiu. Wyjaśnić zaobserwowaną różnicę, związana z tzw. efektu matrycy w analizie fluorescencyjnej (por. np. Dz 1991).

Rozszerzona wersja ćwiczenia

Ćwiczenie 2. Badanie licznika proporcjonalnego.

Wykonanie ćwiczenia

1. Ustawić napięcie pracy licznika, zgodnie z wartością podaną na aparaturze.
2. Zaobserwować wpływ wielkości wzmocnienia wzmacniacza liniowego na wysokość impulsu i wpływ wartości stałej czasowej filtru wzmacniacza na kształt impulsu.
3. Wyznaczyć zależność współczynnika wzmocnienia gazowego od napięcia zasilania
 - a) odczytać wzmocnienie wzmacniacza dla roboczego napięcia pracy licznika U_0 i zadanej wysokości impulsu, np. 2V (wzmocnienie jest iloczynem wartości wzmocnienia, ustawionych przy pomocy skokowej i ciągłej regulacji tego parametru),
 - b) zmniejszyć napięcie pracy licznika (np. o 40 V) i tak zmienić wzmocnienie wzmacniacza by wysokość impulsu pozostała taka sama,
 - c) powtarzać tę operację dla coraz niższego napięcia zasilania, aż do napięcia, przy którym impulsy nie są już widoczne (około 1200 V).

Opracowanie wyników

1. Narysować kształt impulsu dla różnych wartości wzmocnienia wzmacniacza i dla różnych wartości stałej czasowej wzmacniacza.
2. Wykreślić zależność współczynnika wzmocnienia gazowego licznika proporcjonalnego od napięcia zasilania U .

Wzmocnienie gazowe można wyznaczyć ze wzoru:

$$W_{\text{gazowe}}(U) = W_{\text{gazowe}}(U_0) \frac{W_{\text{wzm}}(U_0)}{W_{\text{wzm}}(U)}$$

gdzie:

$W_{\text{gazowe}}(U)$ – wzmocnienie gazowe, dla napięcia zasilania U ,

$W_{\text{gazowe}}(U_0)$ – wzmocnienie gazowe dla napięcia pracy U_0 (wartość podaje prowadzący zajęcia),

$W_{\text{wzm}}(U_0)$ – wzmocnienie wzmacniacza, dla napięcia pracy U_0 ,

$W_{\text{wzm}}(U)$ – wzmocnienie wzmacniacza dla napięcia U .

Literatura:

DzK 1995 Dziunikowski B., Kalita S.J., – Ćwiczenia laboratoryjne z jądrowych metod pomiarowych, Wydawnictwa AGH, Kraków 1995.

dostępne na <http://winntbg.bg.agh.edu.pl/skrypty3/0364/dziunikowski-kalita.pdf>

Dz 1991 Dziunikowski B., Radiometryczne metody analizy chemicznej, Wyd. Naukowo-Techniczne, Warszawa 1991