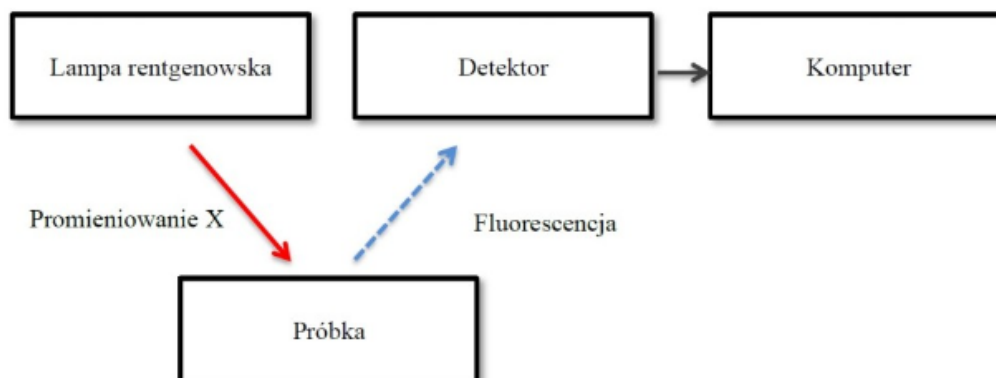
 <b>AGH</b>	<b>Akademia Górniczo-Hutnicza w Krakowie Wydział FiIS Fizyka techniczna</b>	<b>Zespół 2:</b> 1.Kulig Mateusz 2.Ryś Przemysław
<b>Laboratorium Technik Jądrowych</b>		
Rok akademicki: 2022/2023	Semestr V	Grupa: 3
Temat ćwiczenia:  Rentgenowska analiza fluorescencyjna		
Data wykonania ćwiczenia 17.11.2022	Data oddania sprawozdania 01.12.2022	Ocena

## 1 Wstęp teoretyczny

Rentgenowska analiza fluorescencyjna jest to metoda spektralnej analizy polega na wtórnej emisji promieniowania X z materii wzbudzonej poprzez bombardowanie wysokoenergetycznym promieniowaniem tego typu. Zjawisko to jest szeroko wykorzystywane w elementarnej analizie, a w szczególności w badaniach wyrobów metalowych, ceramicznych, szklanych oraz materiałów budowlanych. Każdy pierwiastek zawarty w analizowanej próbce, na skutek wzbudzenia promieniowaniem rentgenowskim emituje charakterystyczne dla siebie widmo. Jest ono podstawą do analizy jakościowej oraz ilościowej składu chemicznego próbki. Metoda XRF (X-Ray Fluorescence) ma szczególne znaczenie w przypadku analizy warstwy przypowierzchniowej. Pod wpływem naświetlania próbki promieniowaniem rentgenowskim dochodzi do wybicia elektronów znajdujących się na wewnętrznych powłokach elektronowych. Powstałe dziury elektronowe zapełniane są przez elektrony z wyższych powłok. Towarzyszy temu emisja promieniowania rentgenowskiego o charakterystycznej dla danego pierwiastka energii. Analiza prowadzona jest przy zastosowaniu spektrometru fluorescencji rentgenowskiej, którego schemat budowy przedstawia poniższy rysunek:



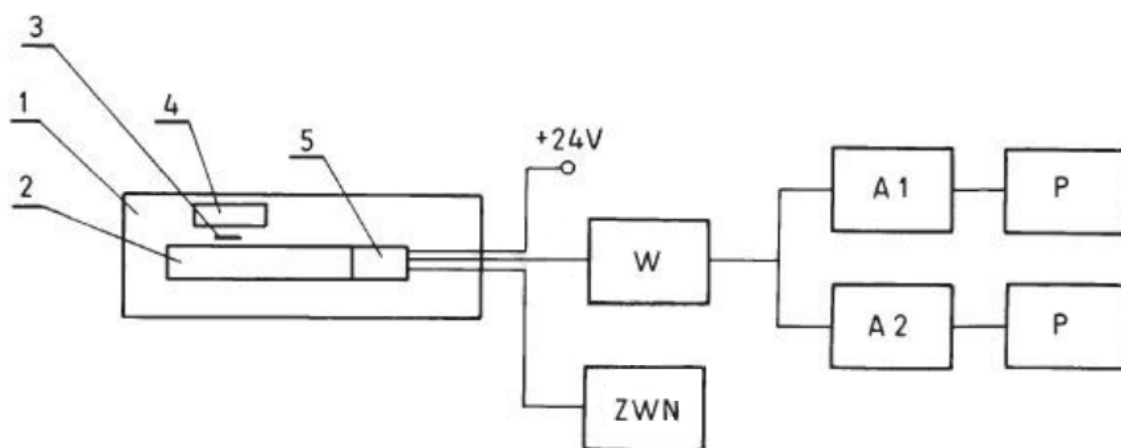
Rys. 1: Uproszczony schemat budowy spektrometru

## 2 Aparatura

W skład aparatury wchodziły następujące przyrządy:

- głowica pomiarowa - numer 1
- Licznik proporcjonalny- numer 2

- źródło promieniowania - numer 3
- próbka - numer 4
- przedwzmacniacz - numer 5
- Wzmacniacz liniowy - W
- Przelicznik - P
- Zasilacz wysokiego napięcia - ZWN
- analizatory jednostkowe - A1, A2



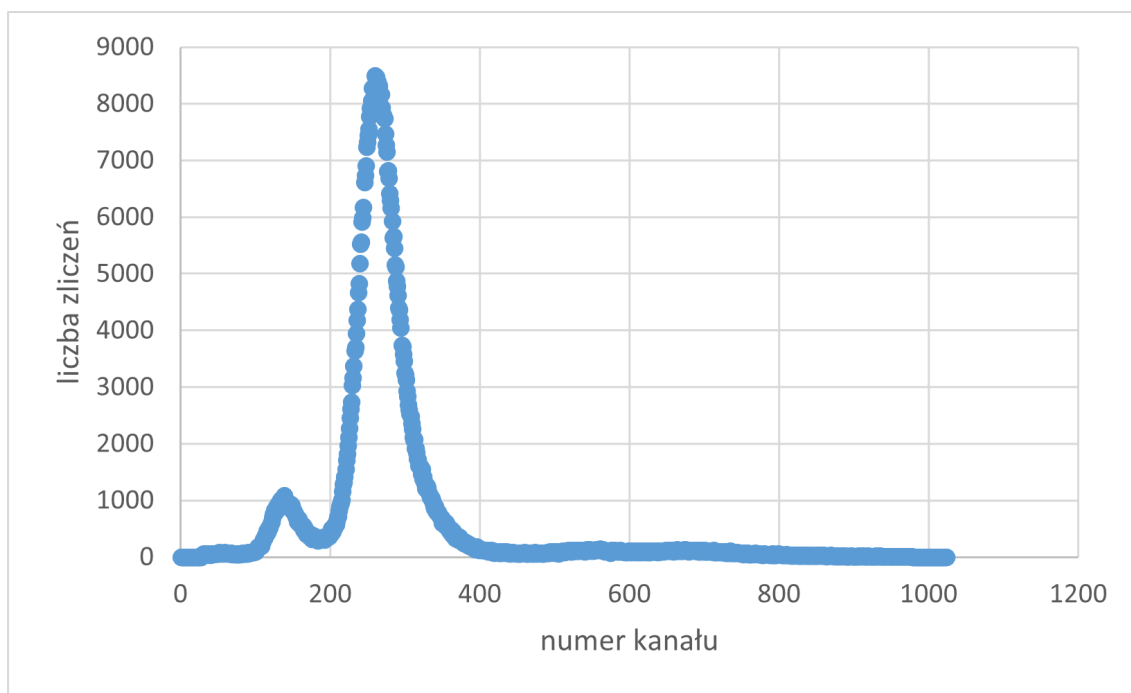
Rys. 2: Głowica pomiarowa i schemat blokowy zestawu pomiarowego

## 3 Analiza danych

### 3.1 Kalibracja

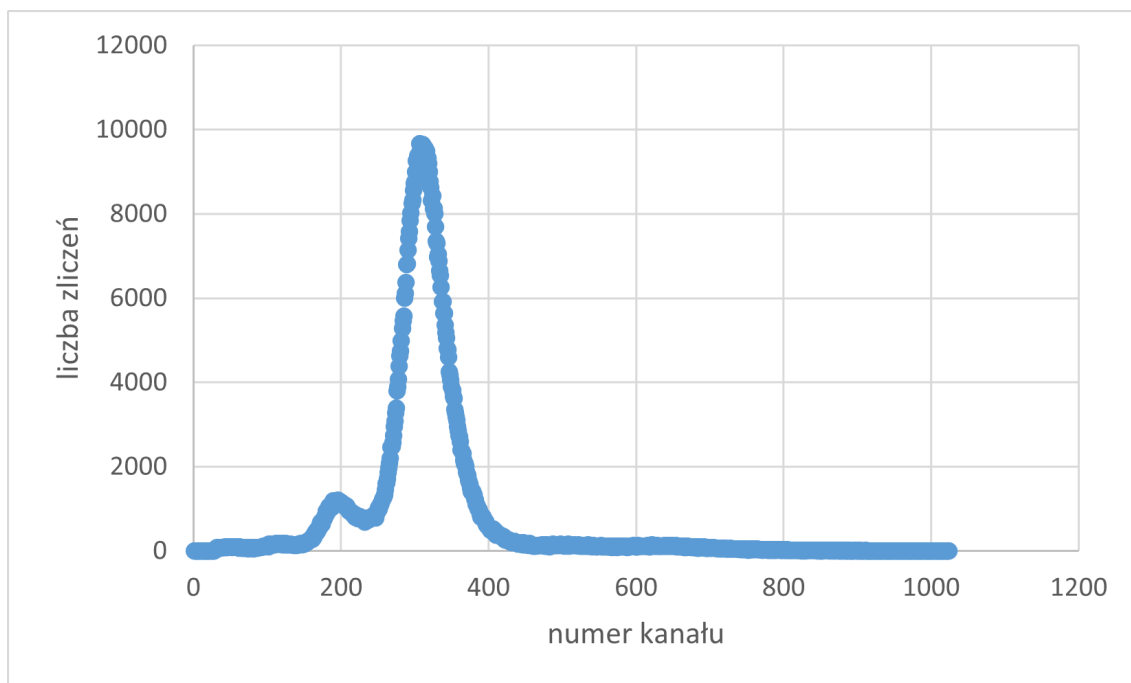
W celu wyznaczenia krzywej cechowania zmierzaliśmy widma różniczkowe dla żelaza miedzi i ołowiu, gdzie każdy z pomiarów trwał 200 [s].

Widmo różniczkowe dla żelaza zostało przedstawione na rysunku 3. Maksimum pików głównego występuje kanału 263,12, jego szerokość połówkowa to 56,04, a pole pod pikiem wynosi 523743. Maksimum pików ucieczki występuje dla kanału 137,03.



Rys. 3: Widmo różniczkowe dla żelaza.

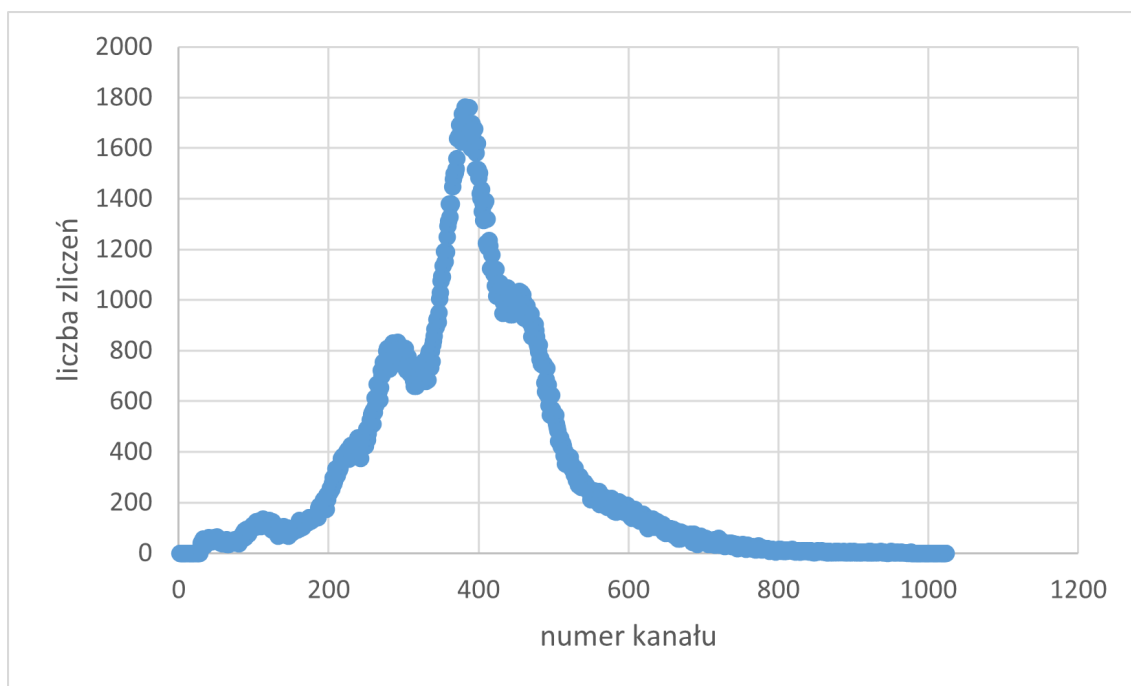
Widmo różniczkowe dla miedzi zostało przedstawione na rysunku 4. Maksimum pików głównego występuje dla kanału 311,15, jego szerokość połówkowa to 60,21, a pole pod pikiem wynosi 591458. Maksimum pików ucieczki występuje dla kanału 191,66.



Rys. 4: Widmo różniczkowe dla miedzi.

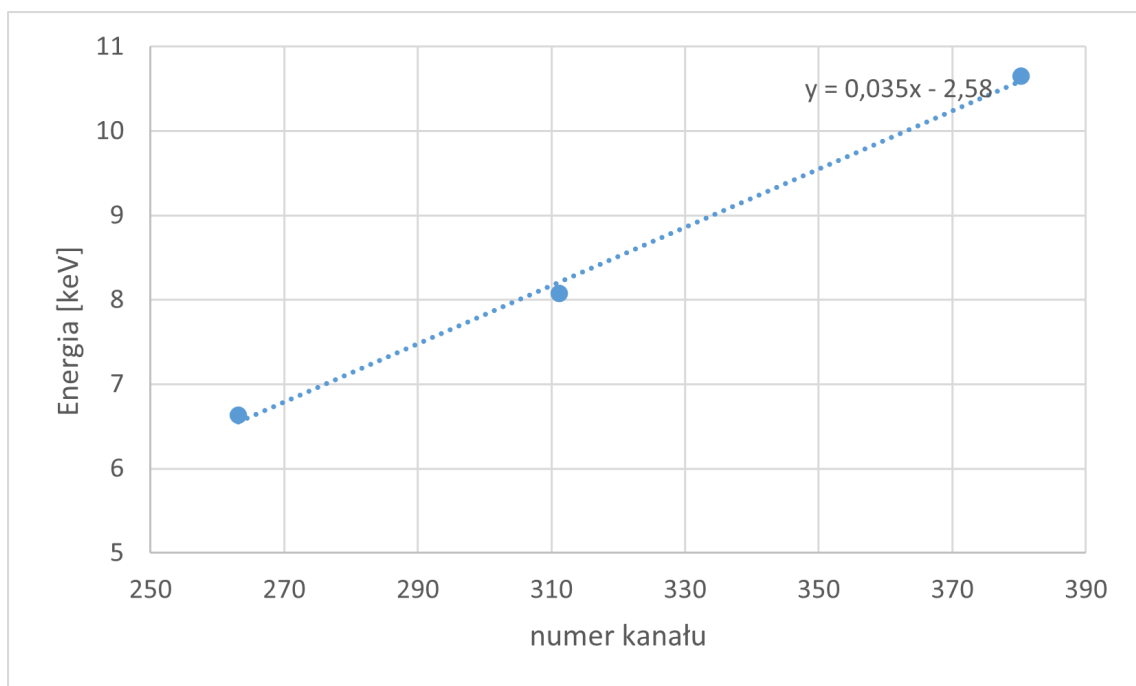
Widmo różniczkowe dla ołowiu zostało przedstawione na rysunku 5. Maksimum pików głównego występuje dla kanału

380,31, jego szerokość połówkowa to 46,78, a pole pod pikiem wynosi 44015. Maksimum pików ucieczki występuje dla kanału 281,53.



Rys. 5: Widmo różniczkowe dla ołowiu.

Za pomocą zebranych danych oraz programu komputerowego wyznaczyliśmy krzywą kalibracji energetycznej spektrometru przedstawioną na wykresie 6. Zależność energii od numeru kanału została przedstawiona w tabeli 1. Jej współczynniki to  $a = 0,035$  oraz  $b = -2,58$ .



Rys. 6: Zależność energii od numeru kanału

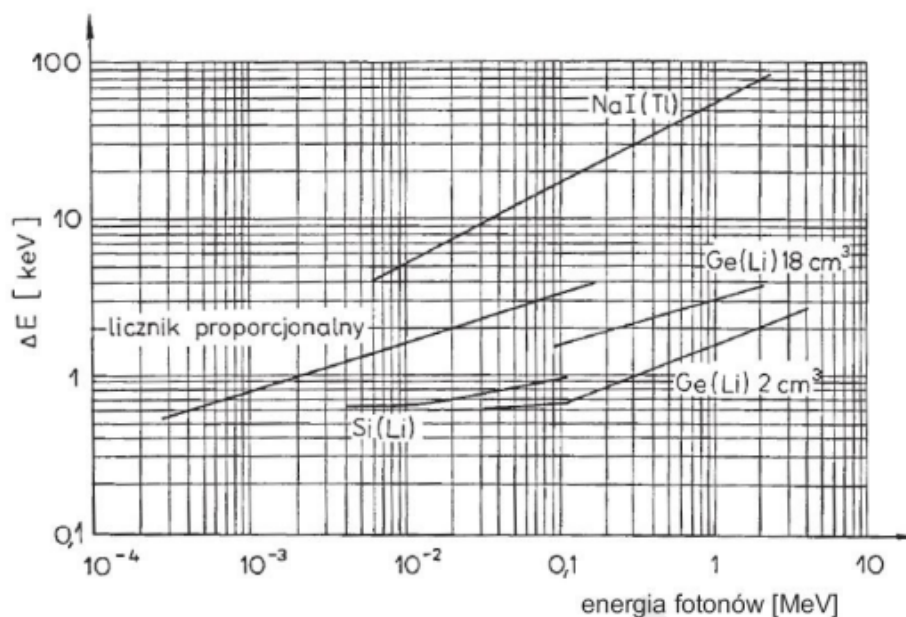
Tab. 1: Wartości energii dla danego kanału.

pierwiastek	numer kanału	energia
żelazo	263,12	6,63
miedź	311,15	8,08
ołów	380,31	10,65

### 3.2 Wykorzystywanie metody

Dzięki kalibracji mogliśmy wyznaczyć z jakiego pierwiastka została wykonana blaszka. Zmierzone widmo różniczkowe zostało pokazane na rysunku 13. Wyznaczona przez nas energia wynosi 7,31[keV] i jest ona zbliżona do energii niklu, którego energia odczytana z tablic wynosi 7,477[keV], zatem płytka została wykonana prawdopodobnie z niklu.

Korzystając z szerokości połówkowej, która wynosiła 1,62[keV], możemy zauważyć, że jest to zdolność rozdzielcza typowa dla liczników proporcjonalnych dla występującej w doświadczeniu energii fotonów, której wartość tablicowa dla energii fotonów 7,31[keV] wynosi 1,6[keV]. Wykres przedstawiający zdolności rozdzielcze liczników z którego korzystaliśmy wykonując porównanie przedstawia rysunek 7.



Rys. 7: Zdolności rozdzielcze liczników.

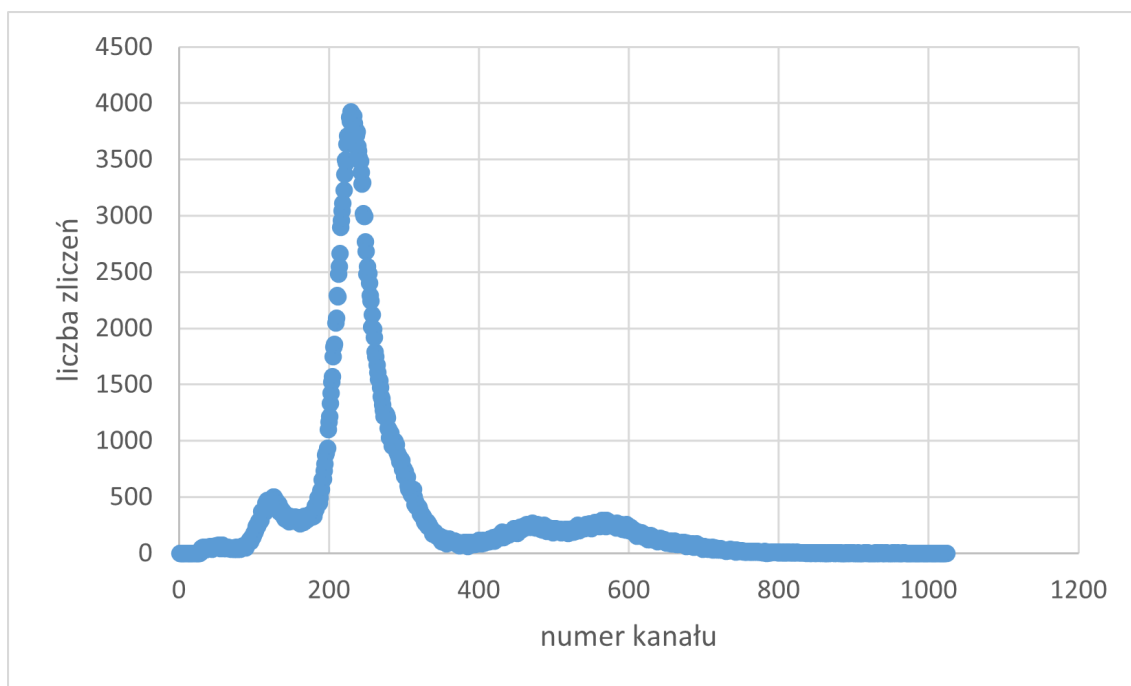
Różnica pomiędzy energią pików głównego, a energią pików ucieczki wynosi  $\Delta E = 7,4 - 4,1 = 3,3[\text{keV}]$ . Możemy zatem przypuszczać, że gazem zawartym w detektorze był argon, którego energia odczytana z tablic wynosi  $3,203[\text{keV}]$ . Następnie dokonaliśmy pomiarów dla próbek zawierających 2% (rysunek 8), 8% (rysunek 9) oraz 11% (rysunek 10). Pola pod pikami głównymi wynosiły odpowiednio 216865, 262888, 287086. Na podstawie tych pomiarów wyznaczyliśmy krzywą cechowania przedstawioną na rysunku 11. Jest to funkcja liniowa zadana wzorem

$$y = 778350x + 201129.$$

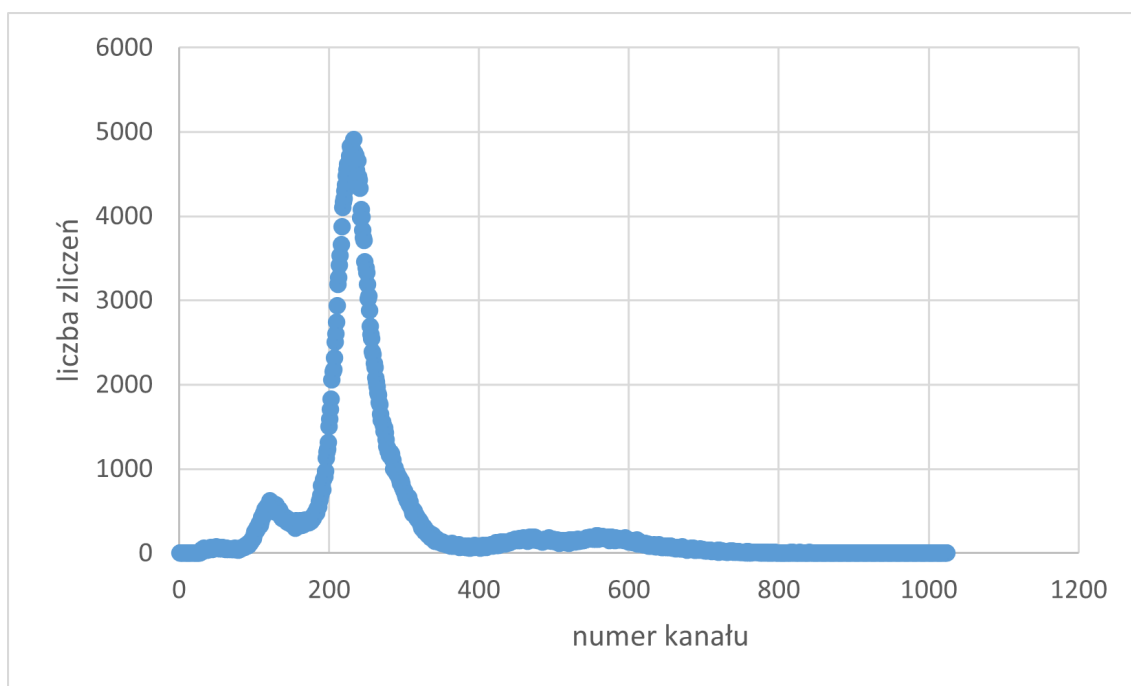
Dokonaliśmy pomiaru dla żywicy o nieznannej zawartości żelaza i otrzymaliśmy widmo różniczkowe przedstawione na rysunku 12. Pole pod pikiem głównym w tym przypadku wynosi 262749. Korzystając z analitycznej formuły na krzywą cechowania możemy wyznaczyć zawartość żelaza w próbce

$$X = \frac{262749 - 201129}{778350} = 0,079$$

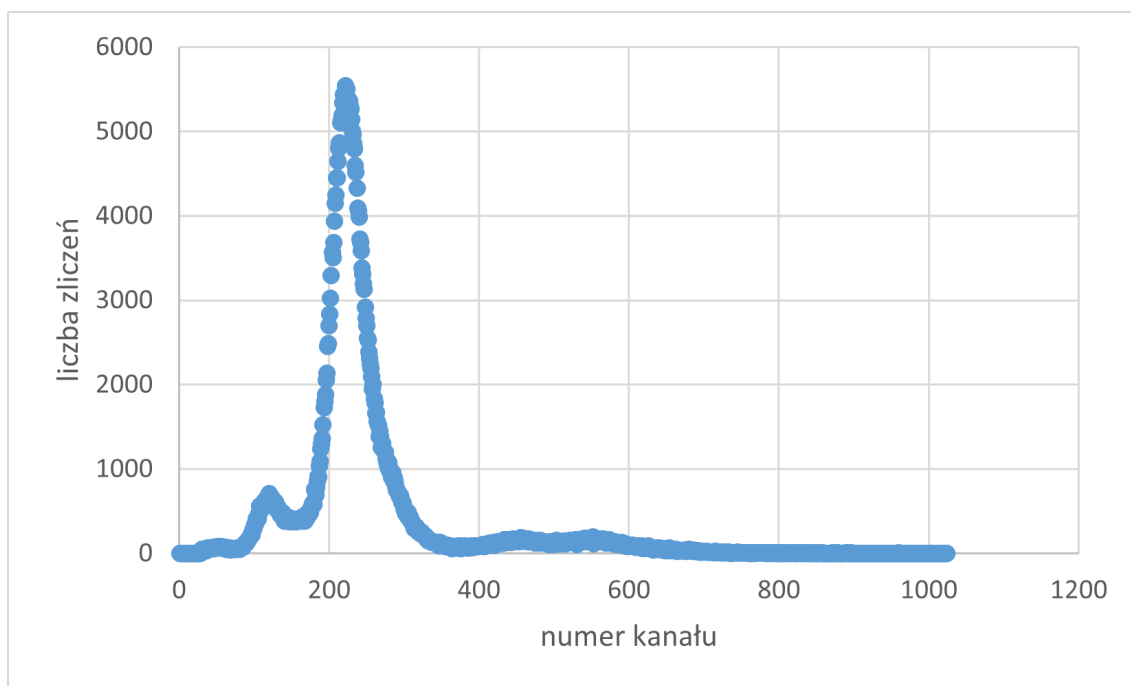
zatem zawartość żelaza w nieznannej próbce to około 7,9%.



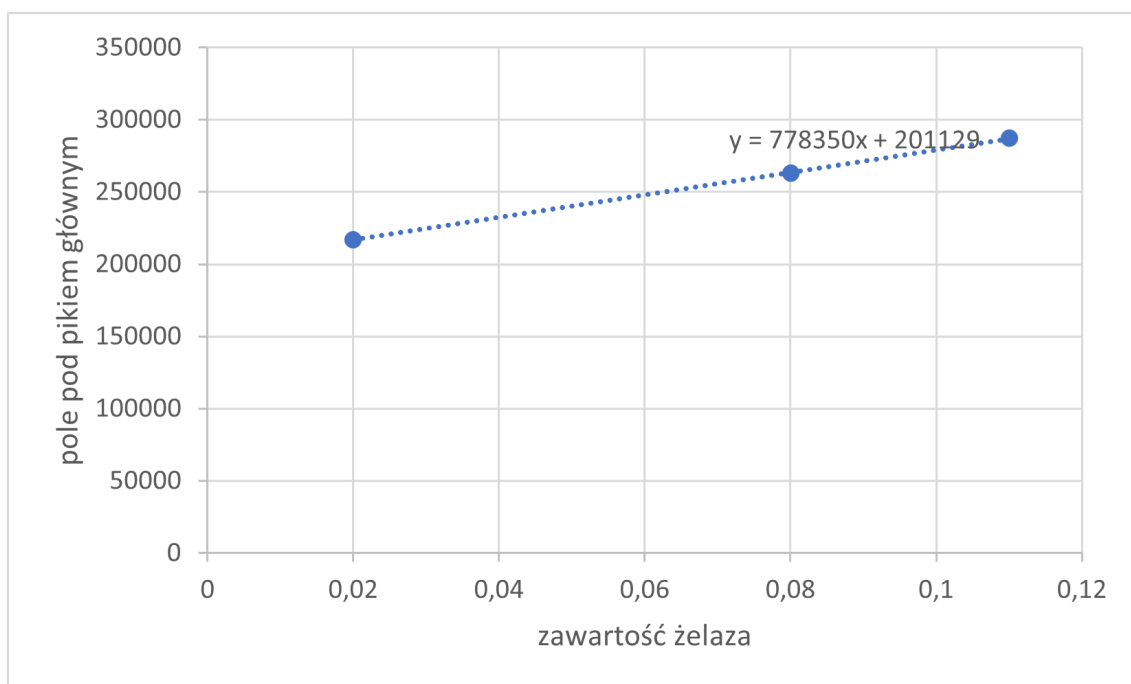
Rys. 8: Widmo różniczkowe dla żywicy zawierającej 2% żelaza.



Rys. 9: Widmo różniczkowe dla żywicy zawierającej 8% żelaza.

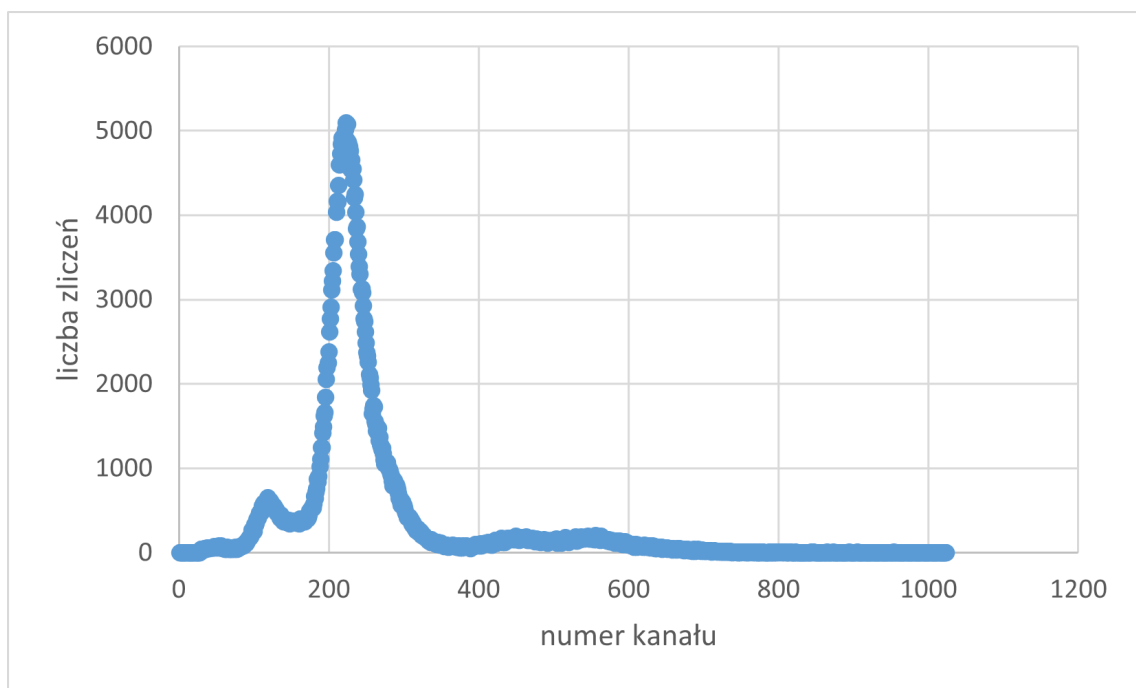


Rys. 10: Widmo różniczkowe dla żywicy zawierającej 11% żelaza.

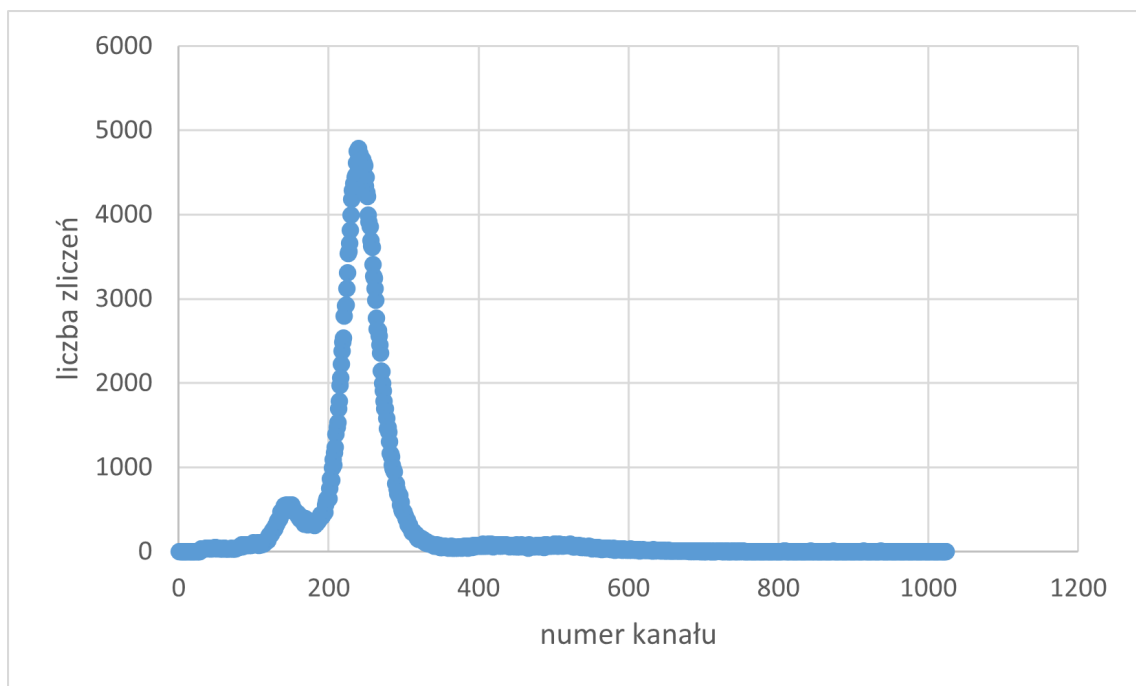


Rys. 11: Krzywa cechowania przedstawiającą zależność, dla próbek wzorcowych, między częstością zliczeń w pikie Fe  $K_{\alpha}$  a zawartością żelaza.





Rys. 12: Widmo różniczkowe dla żywicy zawierającej nieznana ilość żelaza.



Rys. 13: Widmo różniczkowe dla blaszki z nieznanego pierwiastka.