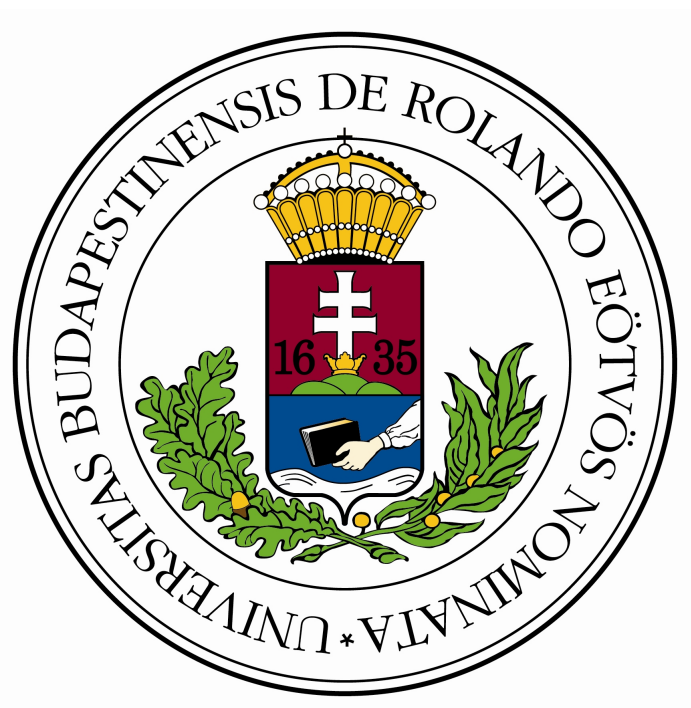


# Modern fizika labor - 9. RFA

Szakállas Nikolett, Zsigmond István, Fera László

Február 27, 2019



## Rövid mérési leírás

Ezen mérés alkalmával egy analitikai eljárást, röntgenfluoreszcencia analízist (RFA) alkalmaztunk különböző összetételű minták alkotóelemeinek a meghatározásához [1]. Az élet számos területén elterjedt és alkalmazott módszer rendkívüli előnye, hogy nem károsítja a mintát. Az hogy, különösebb kompromisszumok nélkül használható tette lehetővé hogy, mára a régészetben is rutin eljárásként használják. A mérés elején, mint elsőszámú mérési feladat, a rendszert ismert összetételű, azaz ismert energiájú csúcsok felhasználásával kalibráljuk, majd meghatározzuk a  $K_\alpha$  vonalára a rendszer felbontóképességét, igazoljuk a Moseley-törvényt, és végül következnek az ismeretlen minták főbb elemeinek a meghatározása.

## Elméleti bevezető

Az általunk felhasznált eljárás elméleti háttere, hogy az atomok körül az elektronok meghatározott energiájú pályákon helyezkednek el. Ha egy külsőbb pályán lévő elektron „átugrik” egy alacsonyabb energiaszintű pályára akkor a szintek közti energiakülönbséget elektromágneses sugárzás formájában adja le. Az így keletkezett röntgensugárzás energiája az egyes atomokra jól elkülöníthető, ezért hívjuk karakterisztikus röntgensugárzásnak. A jelenség létrehozásához egy röntgengenerátort használtunk fel azaz, röntgen fotonokat juttatunk a vizsgálandó mintákba. A beérkező sugárzás több jelenséget is indukálhat, melyeket figyelembe kell vennünk mérésünk során. Első esetben a beérkező fotonok eltávolíthatják az atom egyik elektronját, így a lehetőség megteremtődik, hogy egy magasabb energiájú elektron „ugorjon” egyet és kibocsássa a karakterisztikus röntgen fotont, melyet mérni szeretnénk. Előfordulhat, hogy a gerjesztési energia úgy kerül leadásra, hogy egy vegyértékelektron hagyja el az atomot. Ezeket nevezzük Auger-elektronoknak, melyeket ezen mérési összeállítással nem tudunk detektálni. Amennyiben létrejön az elektron ugrása akkor a kibocsájtott fotonnal a következők történhetnek, míg eljut a detektorig: elnyelődhet a minta anyagában vagy egy másik atom elektronját üti ki, így megint egy karakterisztikus röntgen foton jön létre, melyet a detektorunkkal mérhetünk. Összességében ezt a két folyamatot hívjuk mátrixhatásnak. Előfordulhat, hogy az anyagba jutatott röntgen foton Compton-szóródik a mintában, és ezeket detektáljuk. A mért adatokat ábrázolva, ők egy jellegzetesen kiszélesedett csúcs formájában jelennek meg. A harmadik jelenség, amit még megfigyelhetünk az, amikor a beérkező foton, rugalmasan szóródik a minták bármely atomján.

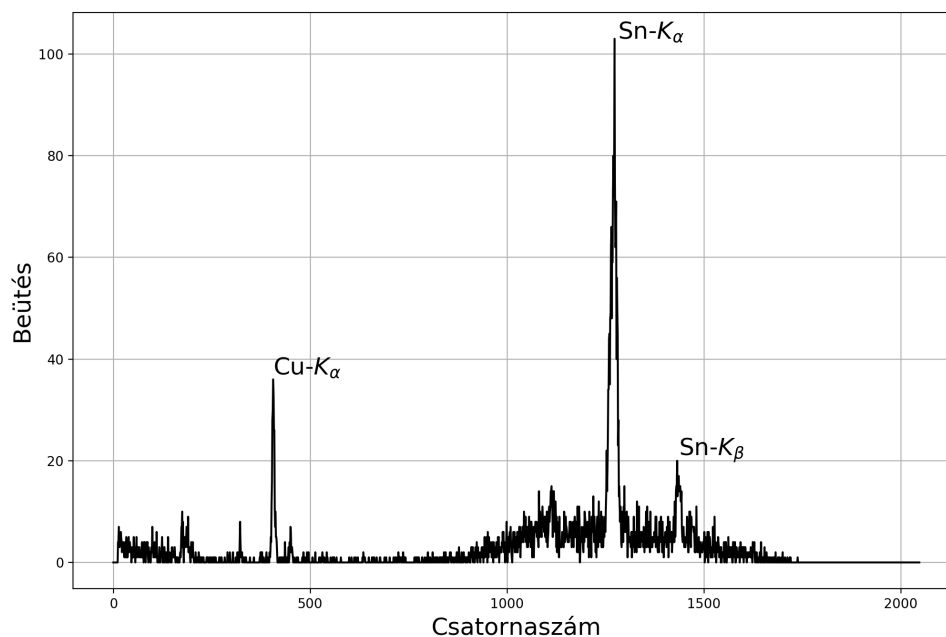
## Mérési összeállítás

A jelenség létrehozását jelen a mérés során röntgensugárzással értük el. Ehhez pedig egy röntgen generátort használtunk. A vizsgálandó mintákat a sugárforrás fölé helyezzük, a mintatartó dobozt lezárjuk. A detektor szintén a minta alatt a sugárforrás mellett helyezkedik el. A generátort gyorsítófeszültségét 10 és 50 kV, az áramát pedig 5 és 200 uA között tudtuk állítani. A mérés során a feszültséget 35 kV-on tartottuk. A mérés során egy félvezető detektort használtunk (SDD). A detektálás során is két folyamat lehetséges. Az egyik mikor az érkező foton fotoeffektussal detektálódik (fotoeffektál, nyelvújítás yay!) ekkor annak teljes energiája arra fordítódik hogy a félvezetőben elektron-lyuk párok keletkezzenek. A másik lehetőség hogy Compton-effektussal detektálódjanak. Ez elhanyagolható mennyiségű az előbbihez képest. Az elektron-lyuk párokat, záró irányú feszültséggel terelődnek ki az elektródra. A detektálás során a jelek még egy jelformálón is áthaladnak így a leadott energia az amplitúdóval lesz arányos. A mérés végeredménye egy egész szám, melyet egy amplitúdó analízátorral állítunk elő. Ez lesz az úgynevezett csatornaszám. Természetesen a kiértékelés szoftveres úton történik.

## A rendszer energiakalibrációja

Ez volt az első mérési feladat, melyet ismert anyag összetételű minták felhasználásával kalibráltunk. Ezek réz és az ón voltak. Mind a kettőnél jól lekülöníthet a réz  $K_\alpha$  és az ón  $K_\beta$  vonala, így ezzel

jól tudtuk kalibrálni az összeállítást.



1. ábra. A kalibrációs spektrum

Elem	Átmenet	Csatornaszám
Sn	$K_{\alpha}$	1282
Sn	$K_{\beta}$	1436
Cu	$K_{\alpha}$	406

A mért pontokra illesztett egyenes:

$$E(x) = Bx + A = 0.0198394 \cdot x + 0.00641917 \text{ keV}, \quad (1)$$

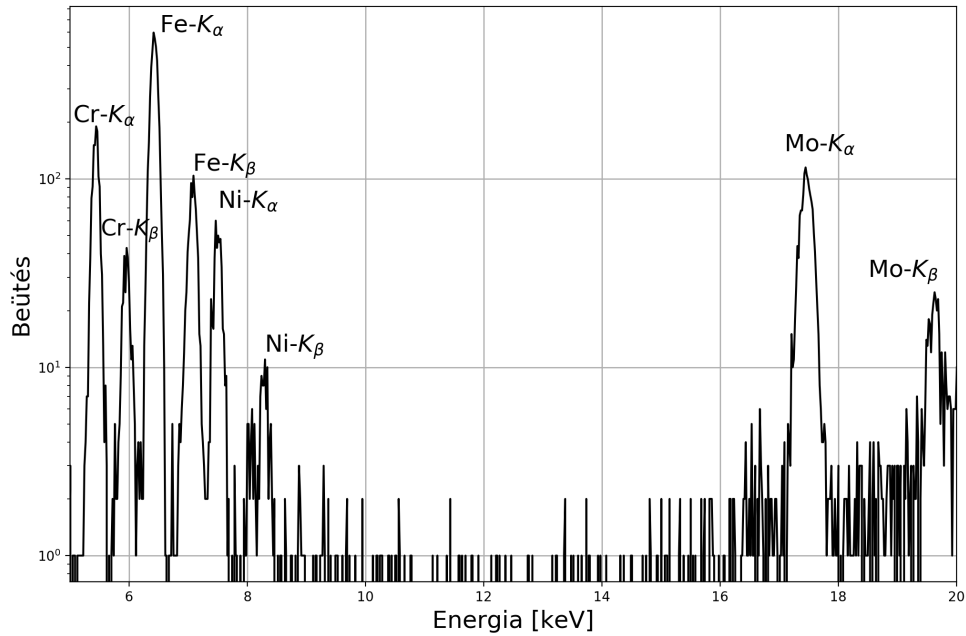
ahol  $x$  a csatornaszám.

### A rendszer felbontóképességének meghatározása

Adott energiájú fotonok a detektorban nem mindig azonos nagyságú jelet keltenek, a megmért csatornaszám egy tartományon belül normáloszlás szerint változik, melynek  $\sigma$ -paramétere jellemzi a detektor energia-felbontóképességét.

A gyakorlatban a vas  $K_{\alpha}$  vonalának energiában vett félértékszélességét tekintjük energiafelbontásnak.

$$\Delta E = 2.36 \cdot \sigma \quad (2)$$



2. ábra. A rendszer energiafelbontó képessége Fe- $K_{\alpha}$  vonalakra

A rendszer felbontóképességére:  $E_{fel} = 0.13688$  keV adódott. Ahol a félértékszélesség a Vas  $K_{\alpha}$  vonalára 0.058 és ez szorozódott a 2.36-os faktorral.

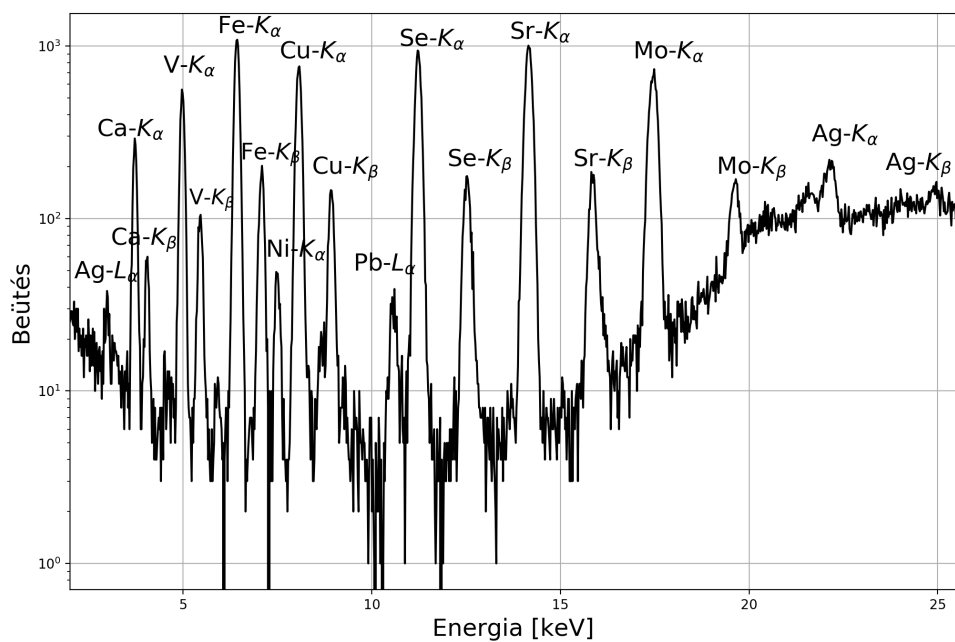
### Ismeretlen mintát alkotó anyagok azonosítása

Ebben a részben a mérőberendezéshez mellékelt ismeretlen anyagösszetételű fémlap vizsgáltunk. A kevert mintát 5 percig mértük. A 3. ábra és a táblázat mutatja a mérési adatokat, illetve, hogy az egyes csúcsok mely elemek vonalai lehetnek.

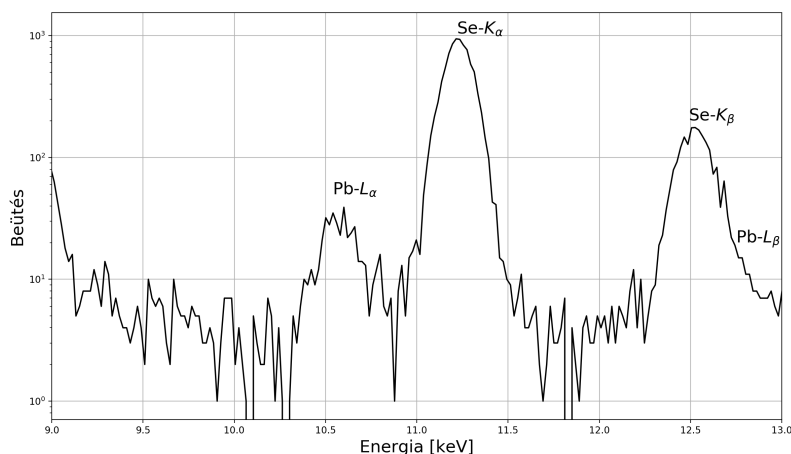
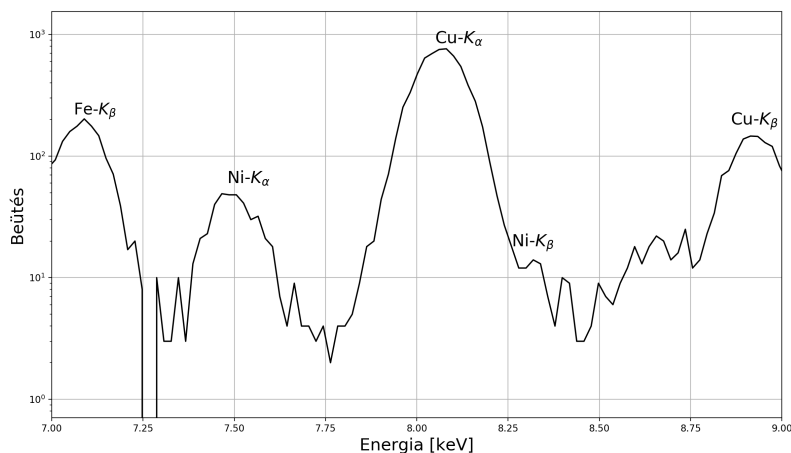
Körülbelül 10 megkülönböztethető elemet tartalmaz, melyből mindet sikerült beazonosítani a  $K_{\alpha}$  és  $K_{\beta}$  csúcsok alapján.

A Nikkel  $K_{\beta}$  vonalát nem sikerült megtalálni, vélhetően átfedés miatt, hasonlóan az Ólom esetén, ahol csak az  $L_{\alpha}$  vonalat sikerült detektálni. Összehasonlítva az irodalmi értékekkel [2] a következő táblázat tartalmazza a kapott eredményeket:

Elem	Átmenet	Energia [keV]	$E_{irodalmi}$ [keV]
Ca	$K_\alpha$	$3.71 \pm 0.019$	3.691
Ca	$K_\beta$	$4.07 \pm 0.058$	4.012
Va	$K_\alpha$	$4.96 \pm 0.008$	4.952
Va	$K_\beta$	$5.44 \pm 0.013$	5.427
Fe	$K_\alpha$	$6.41 \pm 0.007$	6.403
Fe	$K_\beta$	$7.06 \pm 0.003$	7.057
Ni	$K_\alpha$	$7.48 \pm 0.003$	7.477
Cu	$K_\alpha$	$8.05 \pm 0.003$	8.047
Cu	$K_\beta$	$8.91 \pm 0.006$	8.904
Se	$K_\alpha$	$11.22 \pm 0.001$	11.221
Se	$K_\beta$	$12.49 \pm 0.005$	12.495
Sr	$K_\alpha$	$14.15 \pm 0.014$	14.164
Sr	$K_\beta$	$15.83 \pm 0.004$	15.834
Mo	$K_\alpha$	$17.42 \pm 0.058$	17.478
Mo	$K_\beta$	$19.63 \pm 0.023$	19.607
Ag	$K_\alpha$	$22.15 \pm 0.012$	22.162
Ag	$K_\beta$	$24.94 \pm 0.002$	24.942
Pb	$L_\alpha$	$10.54 \pm 0.009$	10.549
Ag	$L_\alpha$	$2.96 \pm 0.024$	2.984



3. ábra. Ismeretlen mintáról vett energiaspektrum



4. ábra. Ismeretlen mintáról vett kinagyított energiaspektrum. Felső ábrán kivehetőek a Nikkel, alsó ábrán pedig az Ólom átmeneteinek csúcsai

### Moseley-törvény konstansainak meghatározása

A karakterisztikus röntgenfotonok energiáit először Henry Moseley határozta meg. Kísérleteiben a kisugárzott fotonok frekvenciáinak gyökét rendelte az adott anyagok tömegszámához, és a különböző energiátmenetekre közelítőleg egyeneseket kapott. A kapcsolatot leíró empirikus formula a következő alakot öltötte:

$$E_X = h\nu = A(Z - B)^2$$

ahol

$$A = -E_0\left(\frac{1}{m^2} - \frac{1}{n^2}\right)$$

és

$$B = Z - Z_{eff}$$

a leábrnyékolás mértéke.

A Moseley-törvényből gyököt vonva meghatározhatók a benne szereplő A és B együtthatók.

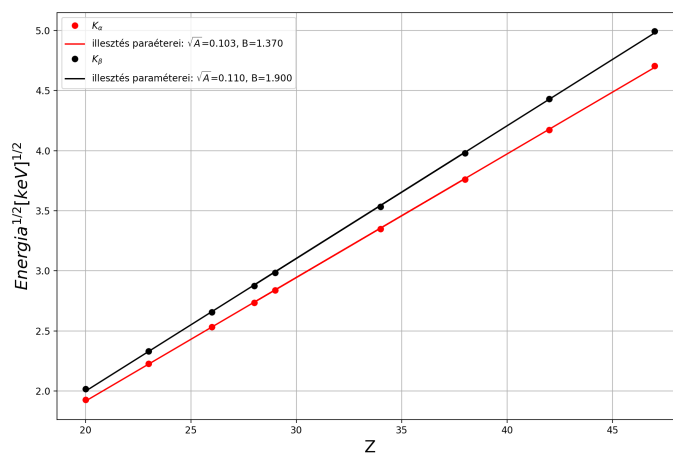
Ehhez ábrázoltuk a mért energiákat a rendszám függvényében, és az  $f(x) = m \cdot x + b$  egyenletű egyenest illesztettünk rá. A Moseley-törvény együtthatóit az illesztett egyenes meredekségéből és tengelymetszetéből számolhatjuk a következőképpen:

$$A = m^2, B = \frac{-b}{m} \quad (3)$$

Az A és B konstansok értékei az egyes karakterisztikus vonalakra különbözőek, ezért külön illesztettünk a  $K_\alpha$ ,  $K_\beta$ ,  $L_\alpha$ ,  $L_\beta$  és  $L_\gamma$  csúcsok értékeire, majd minden esetben kiszámoltuk az együtthatókat. Jelen fejezetben  $K_\alpha$  és  $K_\beta$  csúcsokra illesztettünk, ugyanezt  $L_\alpha$ ,  $L_\beta$  és  $L_\gamma$  csúcsok egy későbbi fejezetben tesszük meg. Ezeket az értékeket táblázatba is foglaltuk:

Átmenet	$\sqrt{A}$ [keV]	B
$K_\alpha$	$0.103 \pm 0.0003$	$1.370 \pm 0.0937$
$K_\beta$	$0.110 \pm 0.0004$	$1.900 \pm 0.1229$

A linearizált Moseley-törvényre vett illesztéseket a következő ábra mutatja:

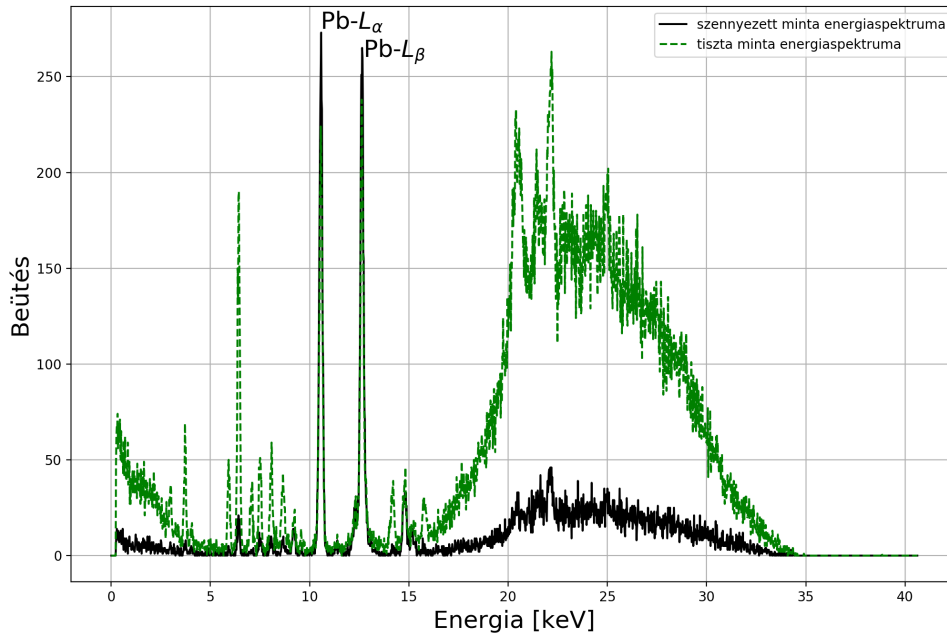


5. ábra. Moseley-törvény igazolásához készített  $K_\alpha$  és  $K_\beta$  illesztések.

Ez alapján elismerhető, hogy a Moseley-törvény valóban hitelesen adja vissza az energiaátmenetek és a rendszámok közötti kapcsolatot.

## Szennyezett és tiszta minta ólomtartalmának meghatározása

A mérés motivációja környezeti nehézfém-szennyezettségének megállapítása talajban/vízben. Összehasonlítva egy tiszta és ólomszennyezett mintát a következő mérési eredményre jutottunk, melyet a következő ábra demonstrál:



6. ábra. Tiszta és szennyezett mintákról vett összenormált energiaspektrum

Mindkét minta esetén jól láthatóan kiemelkednek az ólom  $L_\alpha$  és  $L_\beta$  vonalai. A tiszta mintát 5 percig, míg a szennyezettet 1 percig mértük, és ennek ellenére az ólom  $L_\alpha$  és  $L_\beta$  vonalai majdnem ugyanazon szintig kiemelkednek minimális eltéréssel. Következtetésként elmondhatjuk, hogy a módszer alkalmas a szennyezettség mértékének vizsgálatára.

Szennyezett minta:

Elem	Átmenet	Energia[keV]	$E_{irodalmi}$ [keV]
Pb	$L_\alpha$	$10.5674 \pm 0.0184$	10.549
Pb	$L_\beta$	$12.637 \pm 0.026$	12.611

Tiszta minta:

Elem	Átmenet	Energia[keV]	$E_{irodalmi}$ [keV]
Pb	$L_\alpha$	$10.5676 \pm 0.0186$	10.549
Pb	$L_\beta$	$12.636 \pm 0.025$	12.611

## Moseley-törvény konstansainak meghatározása L-vonalakra

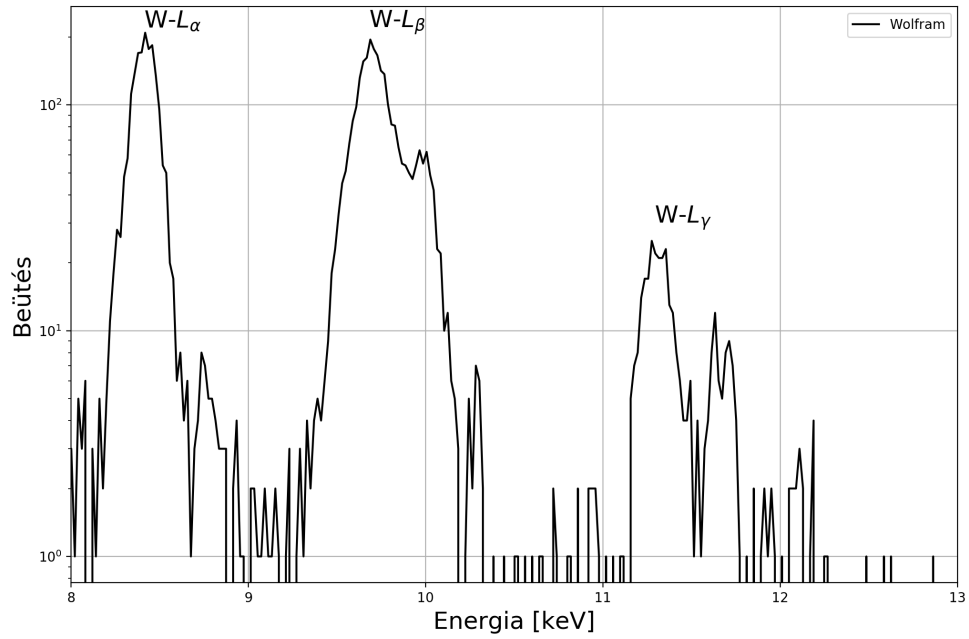
Egy korábbi fejezetben beláttuk a Moseley-törvény hitelességét  $K_\alpha$  és  $K_\beta$  átmenetekre. Ebben a fejezetben ugyanezt végezzük el, csak a Bizmut, Wolfram és Ólom  $L_\alpha$ ,  $L_\beta$  és  $L_\gamma$  átmeneteire. Az eljárás ugyanúgy zajlott, mint a korábbi fejezetben. A különböző anyagokhoz tartozó átmenetek értékeit a következő táblázatok foglalják össze:



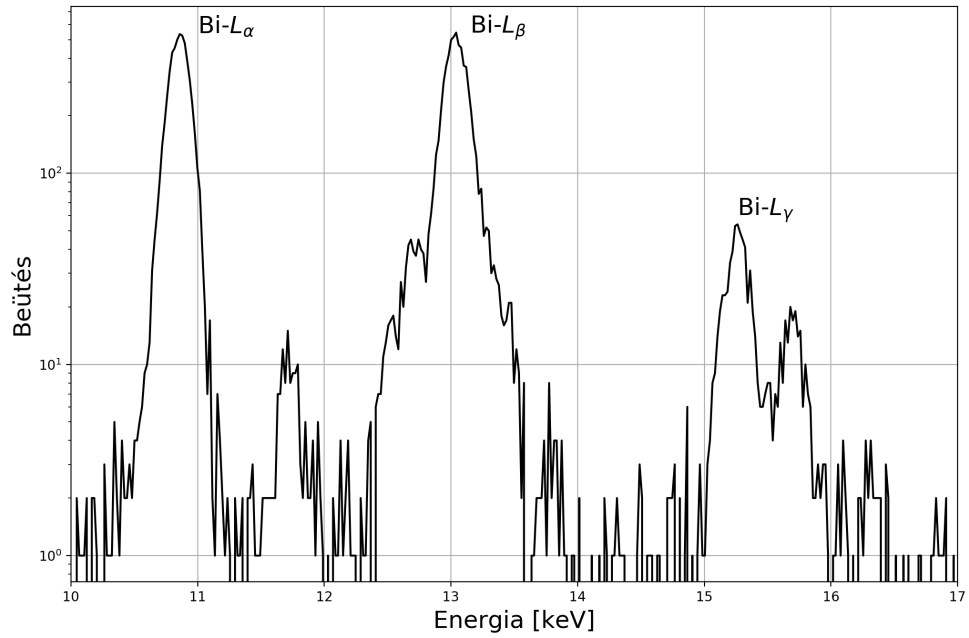
Elem	Átmenet	Energia[keV]	$E_{i\text{rodalmi}}$ [keV]
Bi	$L_{\alpha}$	$10.84 \pm 0.004$	10.836
Bi	$L_{\beta}$	$13.03 \pm 0.009$	13.021
Bi	$L_{\gamma}$	$15.26 \pm 0.016$	15.244

Elem	Átmenet	Energia[keV]	$E_{i\text{rodalmi}}$ [keV]
W	$L_{\alpha}$	$8.41 \pm 0.014$	8.396
W	$L_{\beta}$	$9.69 \pm 0.02$	9.670
W	$L_{\gamma}$	$11.29 \pm 0.007$	11.283

Átmenet	$\sqrt{A}$ [keV]	B
$L_{\alpha}$	$0.043 \pm 0.0002$	$7.325 \pm 0.405$
$L_{\beta}$	$0.056 \pm 0.00115$	$18.329 \pm 1.266$
$L_{\gamma}$	0.061	18.649

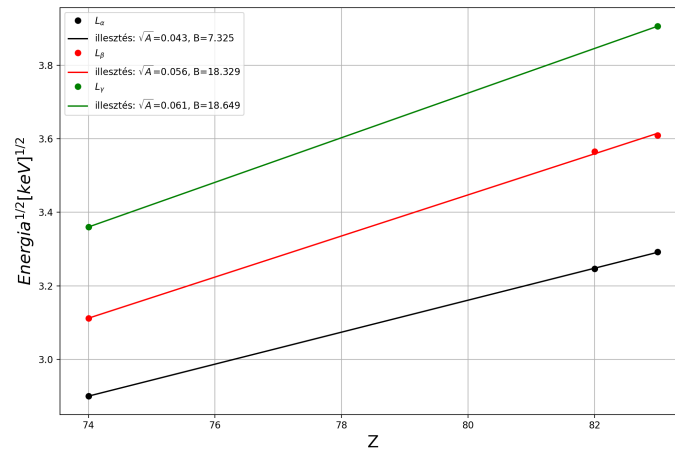


7. ábra. Wolfram mintáról vett energiaspektrum



8. ábra. Bizmut mintáról vett energiaspektrum

A Moseley-törvény igazolásához elvégzett illesztések:



9. ábra. Moseley-törvény igazolásához készített  $L_\alpha$ ,  $L_\beta$  és  $L_\gamma$  illesztések.

Ezek alapján kimondhatjuk, hogy a Moseley-törvény ezen anyagok L-átmeneteire is hitelesnek bizonyul.

## Diszkusszió

Mérésünk során megismertünk egy olyan roncsolásmentes anyagvizsgálati módszert, melynek segítségével gyakorlatilag bármilyen használati tárgy összetételét meg tudjuk határozni. Ez nagyon hasznos lehet a mindennapi életünk során, például ha bizonytalanok vagyunk abban, hogy átverték-e ékszervásárlás során, vagy hogy kimutassunk egy talajbeli nehézfém-szennyezést, ami környezetvédelmileg lehet érdekes. A mérés további fizikai haszna, hogy igazoltuk a Moseley-törvényt, mely a karakterisztikus röntgensugárzás energiája és a rendszám között teremt kapcsolatot.

## Hivatkozások

- [1] Mérésleírás  
<http://wigner.elte.hu/koltai/labor/parts/modern9.pdf>
- [2] Félértékszélesség:  
[https://en.wikipedia.org/wiki/Full\\_width\\_at\\_half\\_maximum?fbclid=IwAR1LFV5rRizXNtgWjG39onuK0cf46VaHLD0AVz8xFw-q4](https://en.wikipedia.org/wiki/Full_width_at_half_maximum?fbclid=IwAR1LFV5rRizXNtgWjG39onuK0cf46VaHLD0AVz8xFw-q4)