

Röntgenfluoreszcencia analízis

jegyzőkönyv



Mérést végezte:
Gódnény Ákos (JLCS6H)
Koroknai Botond (AT5M0G)

Mérés időpontja:
2023.10.24

Jegyzőkönyv leadásának időpontja:
2023.11.5

Tartalomjegyzék:

1	A mérés célja	2
2	Eszközök	2
3	Elmélet és fontos összefüggések	2
4	Mérési adatok kiértékelése	3
4.1	Kalibráció	3
4.2	Felbontóképesség meghatározása	5
4.3	Ismeretlen minta	6
4.4	Falevelek ólomtartalom arányának meghatározása	7
4.5	Moseley-törvény igazolása	8
5	Diszkusszió	12
6	Forrás	12

1 A mérés célja

A mérés során különböző anyagú minták összetételét szeretnénk volna meghatározni röntgenfluoreszcencia segítségével, melynek nagy előnye, hogy nem roncsolja az anyagot.

2 Eszközök

- számítógép
- különböző minták
- detektor
- röntgengenerátor

3 Elmélet és fontos összefüggések

A röntgenfluoreszcencia analízis során röntgen-sugárzás segítségével kiütünk egy elektront (legnagyobb valószínűséggel) a legbelső/legalsóbb energiájú héjról, ennek hatására egy nagyobb energiájú pályáról egy másik elektron beugrik, és a két pálya közti energia különbséget elektromágneses sugárzás formájában kibocsátja. Mivel ennek a sugárzásnak az energiája és frekvenciája jól elkülöníthető anyagonként, ezért ezt karakterisztikus röntgensugárzásnak nevezzük. A legnevezetesebb átmeneteknek külön elnevezésük is van:

- Mint már említettük a legnagyobb valószínűséggel a legbelső héjról (K) történik a kiütés. Itt a két leggyakoribb átmenet:

- $K_{\alpha} : L \rightarrow K$
- $K_{\beta} : M \rightarrow K$

- Még az L héjról is előszokott fordulni a kiütés, az itteni két legnevezetesebb átmenet:

1. $L_{\alpha} : M \rightarrow L$
2. $L_{\beta} : N \rightarrow L$

A karakterisztikus röntgen sugárzás röntgenfotonjainak energiája a kezdeti és végállapot pályáinak energiakülönbségével egyezik meg. Ha az egész atomot addig ionizáljuk, hogy már csak 1 elektronja maradjon, akkor az elektronpályák energiája:

$$E_n = -\frac{Z^2}{n^2} E_0$$

ahol $E_0 = 13.6 \text{ eV}$, ami a hidrogén ionizációs energiája, n pedig a főkvantumszám.

Ha az atomban több elektron is található, akkor az energiát több tényező is befolyásolja, például az árnyékolás jelensége, elektronok taszítása, finom effektusok. Mivel ezek közül a leárnyékolás a legjelentősebb, az elektronpályák energiájának képlete egy effektív rendszám figyelembevételével módosul.

$$E_x = h\nu = -E_0 \left(\frac{1}{m^2} - \frac{1}{n^2} \right) Z_{eff}^2$$

ahol n a kezdeti és m a végállapotot jelenti.

A Moseley-törvény A karakterisztikus röntgenfotonok energiájának kísérleti úton való meghatározása Henry Moseley nevéhez fűződik. Rájött, hogy a frekvenciák (energiák) gyöke egyenesen arányos az adott atomok rendszámával, mind a K és mind az L vonalak esetén.

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

Ahol $A = -E_0 \left(\frac{1}{m^2} - \frac{1}{n^2} \right)$, B az effektív rendszám és $Z_{eff} = Z - B$ a leárnyékolás mértéke.

A minta összetételének meghatározása - minőségi analízis

A mintában található elemek a kalibrált spektrum energiájának segítségével határozható meg. A feladatunk, hogy a spektrumban csúcs-párokat keressünk, hogy a hozzájuk tartozó energiák segítségével azonosítani tudjuk, milyen anyaghoz tartozhatnak.

Mennyiségi analízis

Az elemkoncentrációt és a mért területet az alábbi kifejezéssel köthetjük össze:

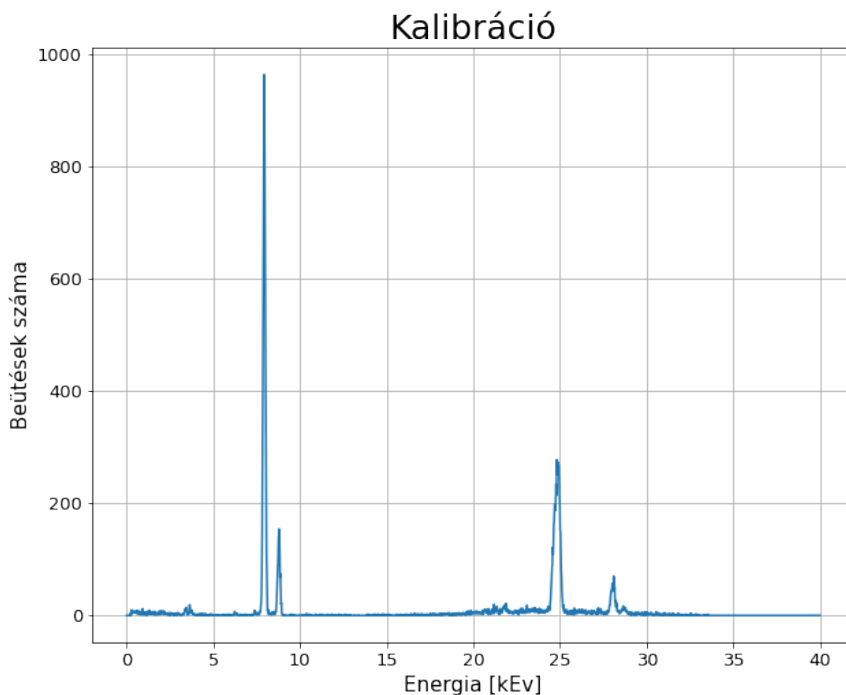
$$T = c \cdot Q \cdot t$$

ahol T a terület, c az elemkoncentráció, t az idő, Q pedig a fennmaradó faktorok (pl: detektor geometriai elhelyezkedése, stb..)

4 Mérési adatok kiértékelése

4.1 Kalibráció

Az első feladatunk a berendezés kalibrálása volt, amit egy ismert minta energiacsúcsainak bevitelével végezhattünk el.



A minta rézet és ónt tartalmazott, és mindkét elem esetén mind a K_α és K_β vonalak tökéletesen kivehetők. A kalibrációhoz azonban csak a réz K_α csúcsát (első csúcs) és az ón K_β csúcsát (utolsó csúcs) használtuk fel.

	csatornaszám	mért E [keV]	irodalmi E [keV]
réz K_α	406.44	8.05	8.047
ón K_β	1435.34	28.48	28.483

A kiértékelő program segítségével elvégeztük az alábbi illesztést:

$$E_x = A + Bx$$

ahol x jelölje a csatornaszámot. A program által kiszámolt paraméterek így:

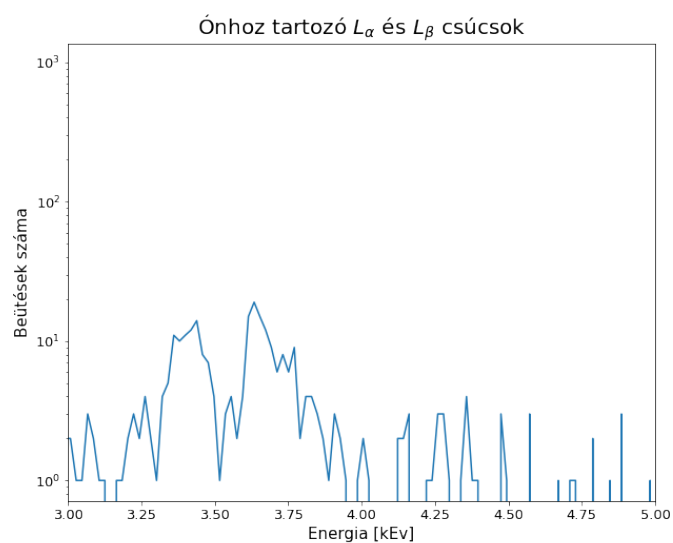
$$A = -0.0257066$$

$$B = 0.019862$$

A kalibrálás során egyéb feljegyzett adataink az ön esetén:

K_α	L_α	L_β
25.30	3.46	3.69

Az L_α és L_β vonalakat csak egy logaritmikus skálázás segítségével lehetett kimutatni.

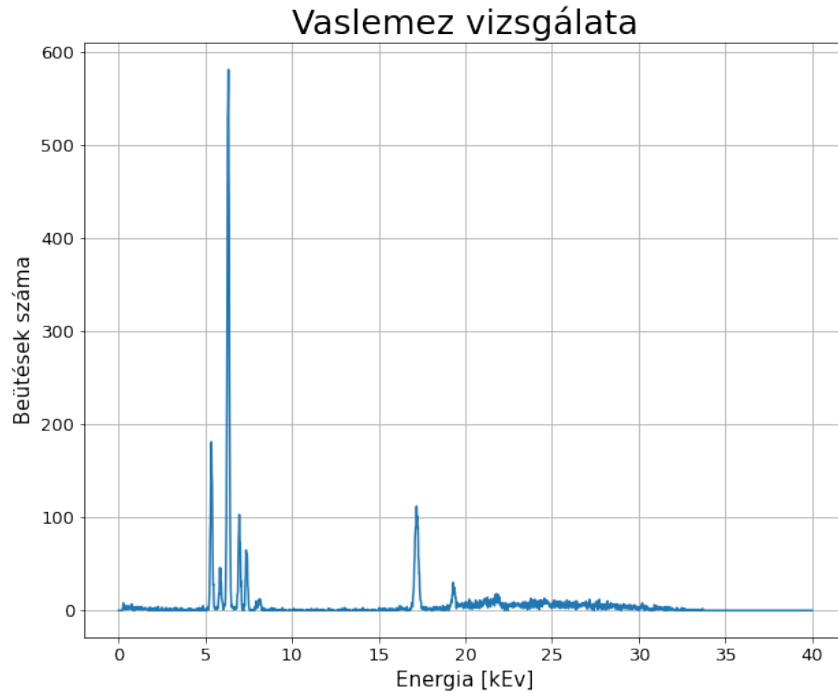


4.2 Felbontóképesség meghatározása

Ezen mérés során a rendszer energiafelbontóképességét szeretnénk volna meghatározni a vas K_α vonalára. A felbontóképesség képlete:

$$\delta = \frac{\sigma}{E}$$

Ahol δ az energiafelbontás, E a csúcs közepének energiája, σ értékére kalibráció után könnyen meghatározható, mert a félértékszélesség $\approx \sigma \cdot 2.4$



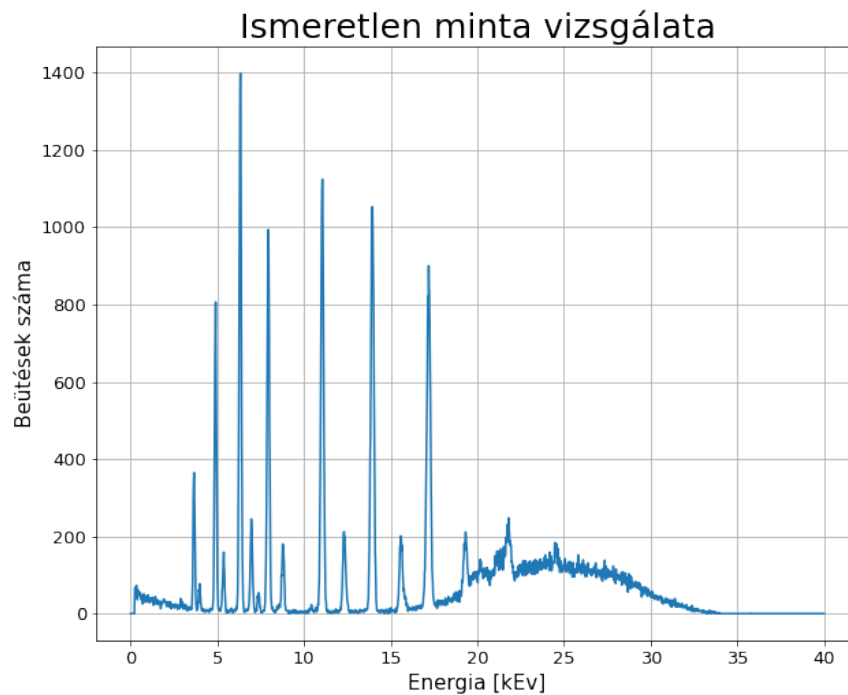
	rendsám	K_α [keV]	K_β [keV]
króm	24	5.41	5.91
vas	26	6.4	7.06
nikkel	28	7.47	8.24
molibdén	42	17.46	19.61

A vas K_α csúcsa 6.4 keV -nál helyezkedik el és a félérték szélessége 0.125 keV . Ezen adatokat a képletbe helyettesítve:

$$\delta = \frac{\sigma}{E} = \frac{\frac{0.125}{2.4}}{6.4} = 0.0081$$

4.3 Ismeretlen minta

Ennél a mérésnél az volt a feladatunk, hogy egy ismeretlen minta összetételét vizsgáljuk.

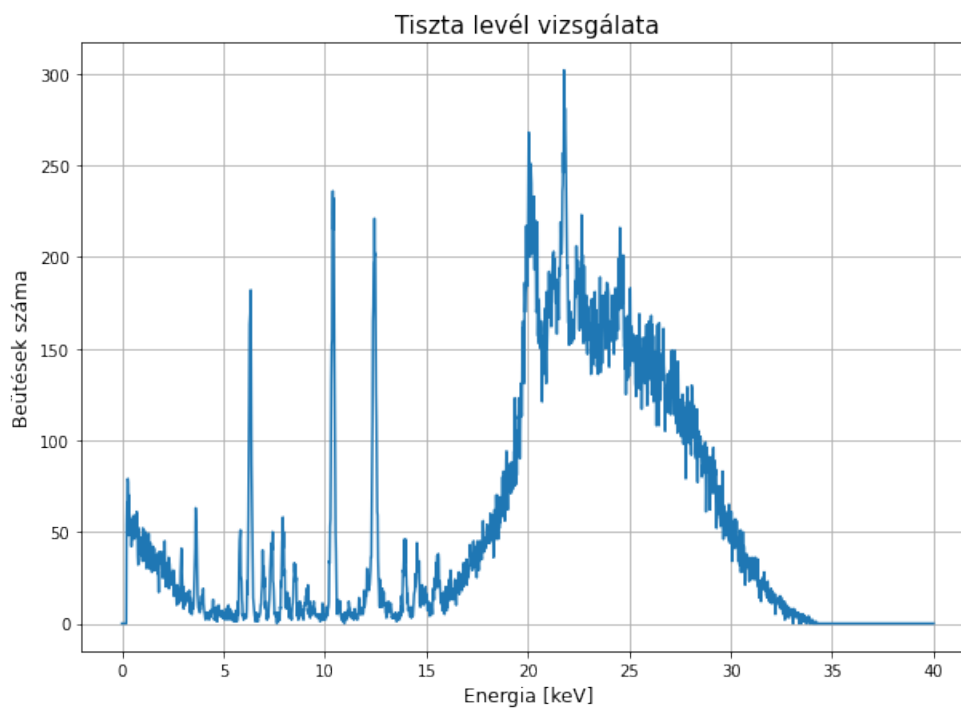


	rendszám	K_{α} [keV]	K_{β} [keV]
kalcium	20	3.69	4
vanádium	23	4.95	5.43
vas	26	6.4	7.06
nikkel	28	7.49	Réz K_{α} fedésében van
réz	29	8.05	8.91
szelén	34	11.22	12.5
stroncium	38	14.15	15.83
molibdén	47	17.45	19.61

	rendszám	L_{α} [keV]	L_{β} [keV]
ólom	82	10.58	szelén K_{β} -ja elfedi

Továbbá az ezüst jelenléte is kimutatható volt még, de mivel ezt a további mérések során is érzékeltük, ezért arra gyanakszunk, hogy a mérőberendezés belső borítása tartalmazhat ezüstöt.

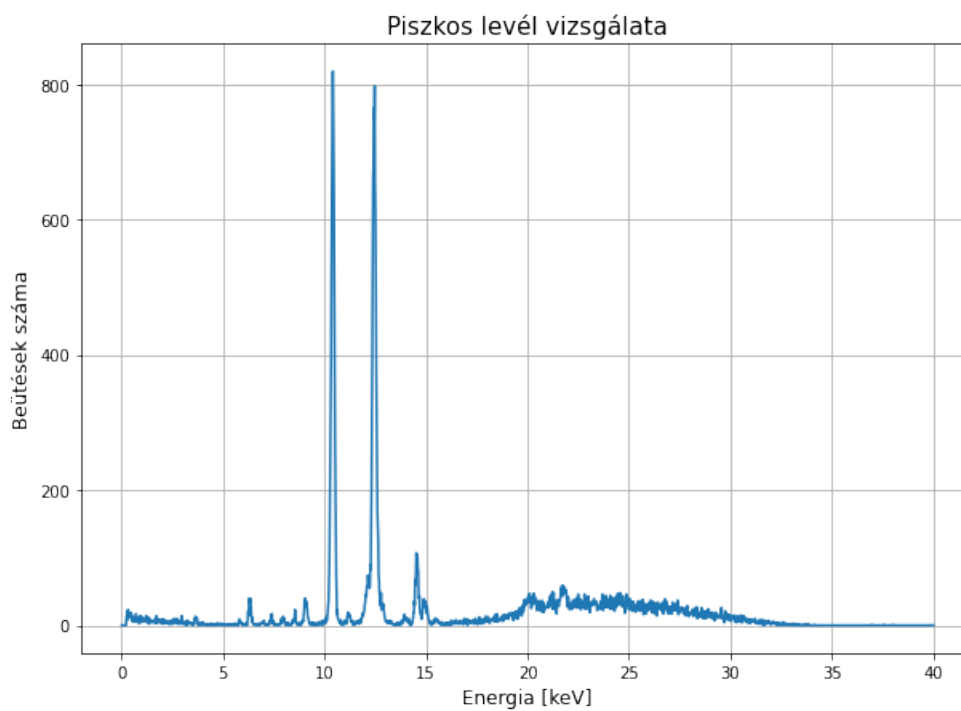
4.4 Falevelek ólomtartalom arányának meghatározása



Tiszta levél esetén:

Ólom	$L_{\alpha}[keV] = 10.55$	$L_{\beta}[keV] = 12.63$	$L_{\gamma}[keV] = 14.79$
Net Area	1705	1733	198
Gross Area	2145	2291	380
Saját illesztés	2168	2388	-

A t mérési idő 300 s volt.



Piszkos levél esetén:

Ólom	$L_{\alpha}[keV] = 10.56$	$L_{\beta}[keV] = 12.62$	$L_{\gamma}[keV] = 14.77$
Net Area	5778	6153	725
Gross Area	7498	8065	1013
Saját illesztés	8399	8683	1289

A t mérési idő 60 s volt.

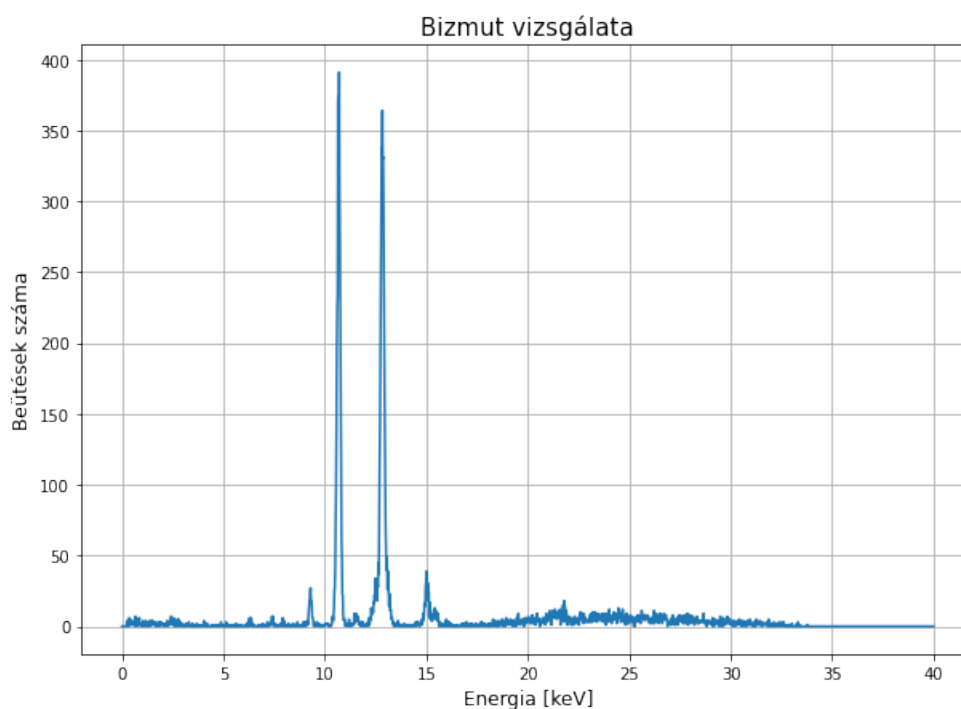
Az tiszta és piszkos levél ólomkoncentrációinak arányát kiszámíthatjuk a $T = c \cdot Q \cdot t$ összefüggés miatt, melyet az alábbi táblázat tartalmaz:

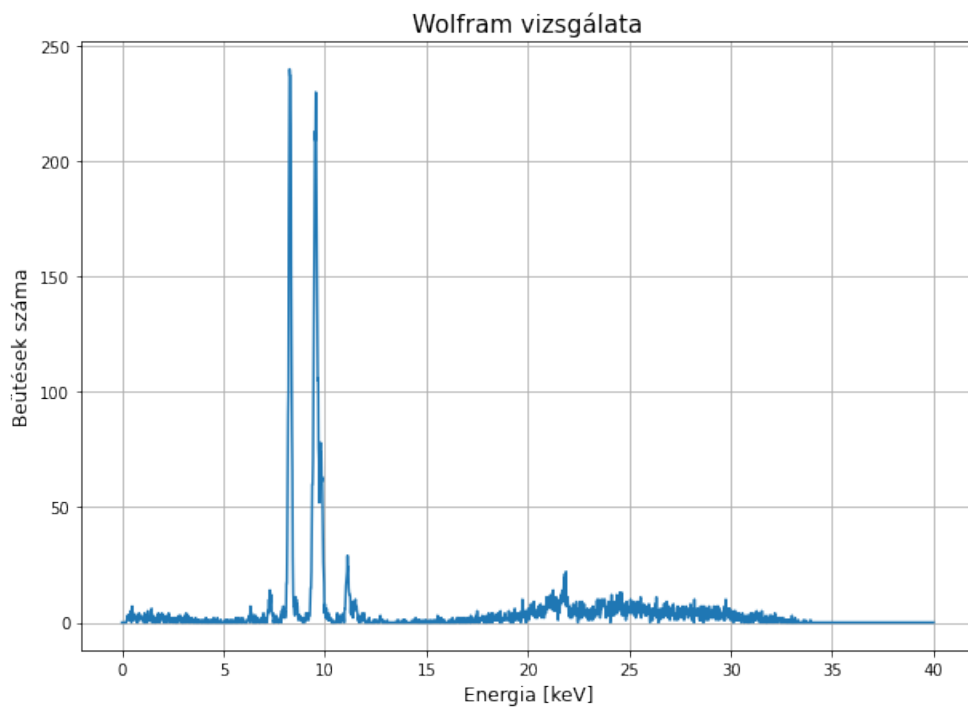
	$c_{\alpha,tiszta}/c_{\alpha,piszkos}$	$c_{\beta,tiszta}/c_{\beta,piszkos}$	$c_{\gamma,tiszta}/c_{\gamma,piszkos}$
Net Area	0.059	0.056	0.055
Gross Area	0.057	0.057	0.075
Saját illesztés	0.052	0.055	-

$$C_{rel} = 0.056 \pm 0.004$$

A két koncentráció L_{γ} vonalánál számolt 'Gross Area' értéket nem vettük figyelembe a nagy eltérés következtében, illetve a tiszta levél L_{γ} vonalára nem sikerült a saját illesztés a zajos mérési eredmény miatt. A hiba a figyelembe vett értékek legnagyobb átlagtól való eltérése.

4.5 Moseley-törvény igazolása





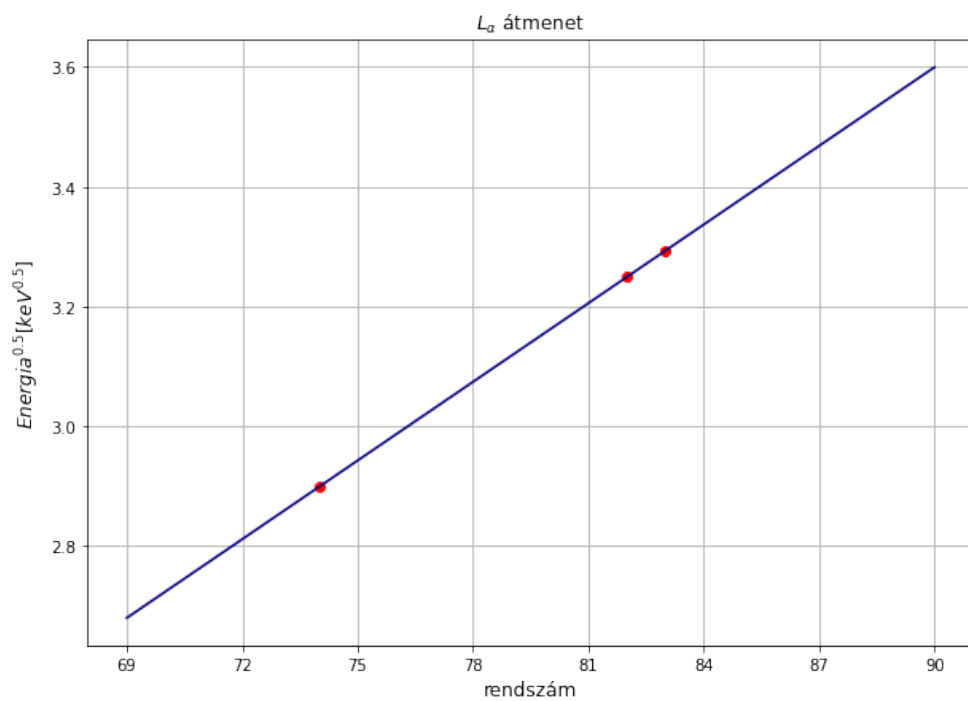
	rendszám	$L_{\alpha}[keV]$	$L_{\beta}[keV]$	$L_{\gamma}[keV]$
wolfrám	74	8.40	9.68	11.28
ólom	82	10.56	12.62	14.78
bizmut	83	10.84	13.02	15.25

	rendszám	$K_{\alpha}[keV]$	$K_{\beta}[keV]$
kálcium	20	3.69	4
vanádium	23	4.95	5.43
vas	26	6.33	-
nikkel	28	7.48	-
réz	29	8.05	8.91
cink	30	8.63	9.5
szelén	34	11.22	12.5
stroncium	38	14.15	15.83

A Moseley-törvényt átalakítva az alábbi egyenlethez jutunk:

$$\sqrt{E(Z)} = Z\sqrt{A} - B\sqrt{A}$$

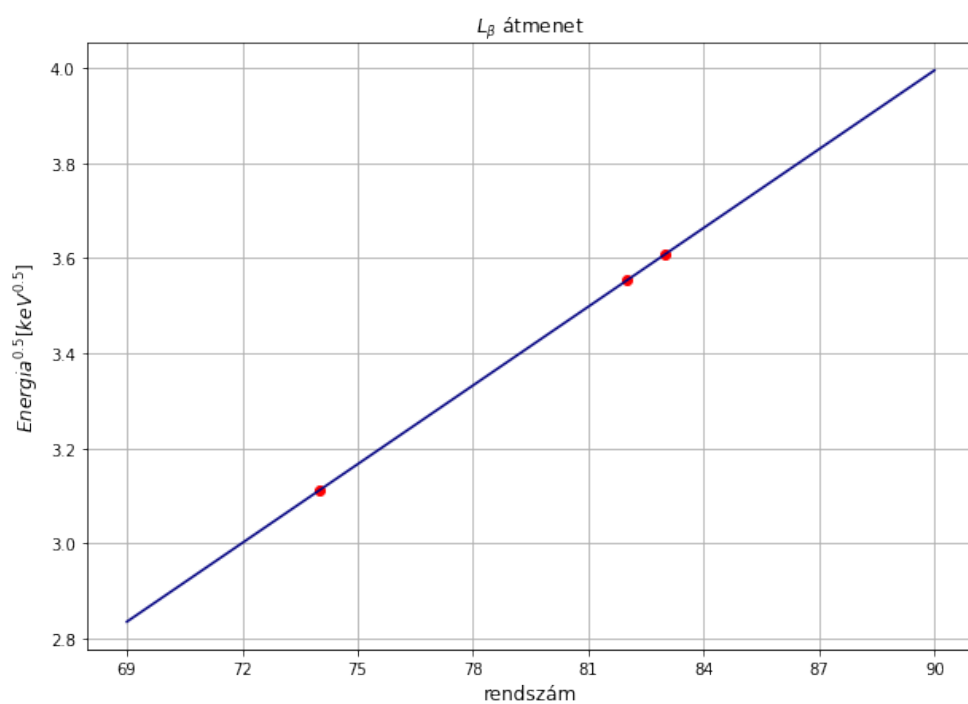
Az egyenlet A és B paramétereire egyenest illeszthetünk, melyek a Mosley-konstansok.



Az illesztett paraméterek:

$$\sqrt{A} = (0.04384 \pm 0.00011)\sqrt{keV}$$

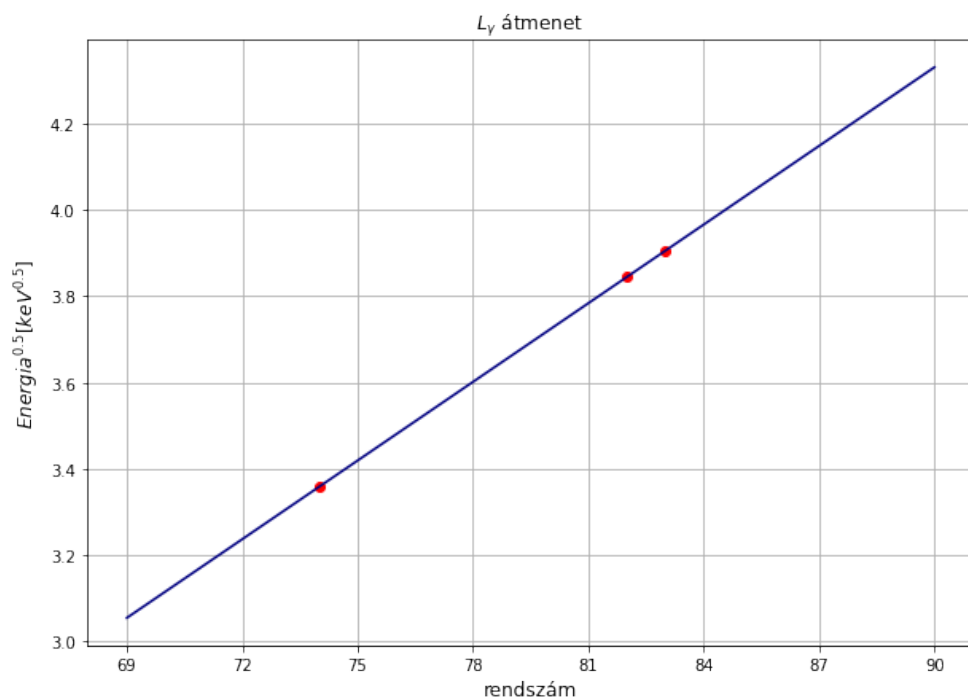
$$B\sqrt{A} = (0.3459 \pm 0.0085)\sqrt{keV}$$



Az illesztett paraméterek:

$$\sqrt{A} = (0.05520 \pm 0.00007)\sqrt{keV}$$

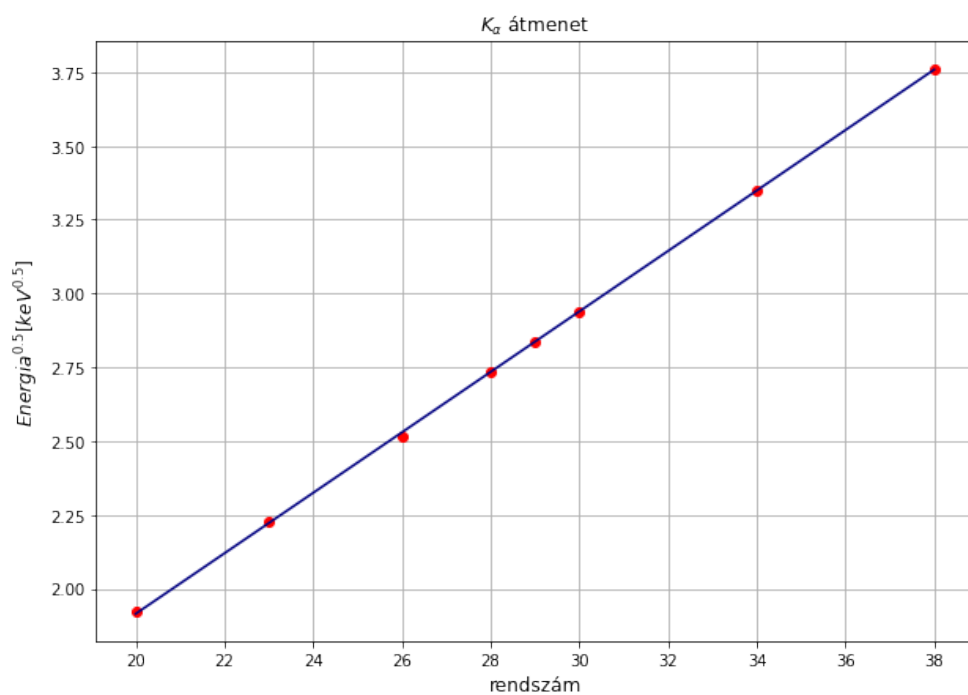
$$B\sqrt{A} = (0.9734 \pm 0.0054)\sqrt{keV}$$



Az illesztett paraméterek:

$$\sqrt{A} = (0.06073 \pm 0.00001)\sqrt{\text{keV}}$$

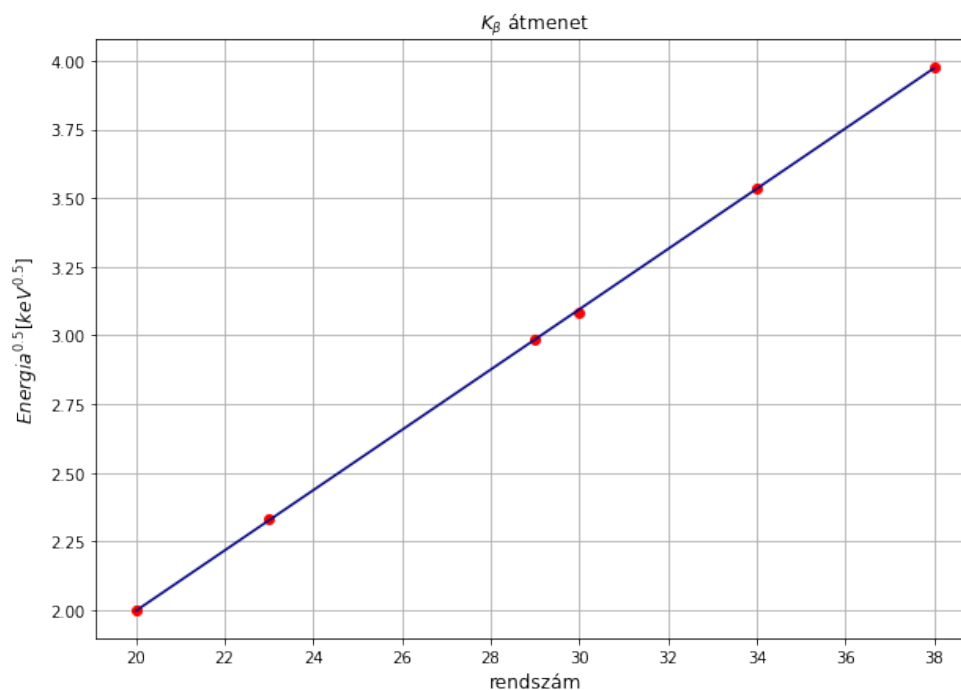
$$B\sqrt{A} = (1.1356 \pm 0.0007)\sqrt{\text{keV}}$$



Az illesztett paraméterek:

$$\sqrt{A} = (0.10242 \pm 0.00041)\sqrt{\text{keV}}$$

$$B\sqrt{A} = (0.134 \pm 0.012)\sqrt{\text{keV}}$$



Az illesztett paraméterek:

$$\sqrt{A} = (0.10976 \pm 0.00049)\sqrt{keV}$$

$$B\sqrt{A} = (0.198 \pm 0.015)\sqrt{keV}$$

A Moseley-konstansok:

	A [eV]	B
L_α	1.92 ± 10^{-5}	7.87 ± 0.19
L_β	3.055 ± 10^{-6}	17.63 ± 0.10
L_γ	3.69 ± 10^{-7}	18.70 ± 0.01
K_α	$10.49 \pm 2 \cdot 10^{-4}$	3.22 ± 0.29
K_β	$12.05 \pm 2 \cdot 10^{-4}$	2.57 ± 0.19

A táblázat elemeiből látszik, hogy A értéke a K vonalaknál nagyobb, tehát nagyobb a kisugárzott energia. B-nél fordított a helyzet, ugyanis a nehezebb elemeknél több elektron is képes a mag töltését leárnyékolni.

A konstans hibája az illesztésből származó hiba négyzete, míg B hibáját az alábbi képlettel számoltuk:

$$\Delta B = \left(\frac{\Delta B \sqrt{A}}{B \sqrt{A}} + \frac{\Delta \sqrt{A}}{\sqrt{A}} \right) \cdot B$$

5 Diszkusszió

Az energiacsúcsaink reálisak, nem térnek el jelentősen az irodalmi értékektől és az egyenesekre is illeszkednek az leolvasott adatok. A Moseley-konstansokat is meg tudtuk határozni, így összességében a mérés sikeresnek tekinthető.

6 Forrás

- Modernfizika laboratóriumi jegyzet: 9. Röntgenfluoreszcencia analízis (Horváth Ákos)