

Modern Fizika Labor

Fizika BSc

A mérés dátuma: 2011. szept. 27.	A mérés száma és címe: 9. RTG-fluoreszcencia	Értékelés:
A beadás dátuma: 2011. okt. 11.	A mérést végezte: Domokos Zoltán Szőke Kálmán Benjamin	

1. Bevezetés

1.1. A mérés célja

A mérés során különböző minták anyagi összetételét mértük meg röntgen-fluoreszcencia analízissel. Az anyagok alkotó elemeit határoztuk meg, és egy falevél-mintában lévő ólom koncentrációját. A mérések alapján kiszámítható volt a berendezés felbontóképessége, majd az eredményeket a Moseley-törvény szerinti elméleti elvárásokkal összehasonlítottuk.

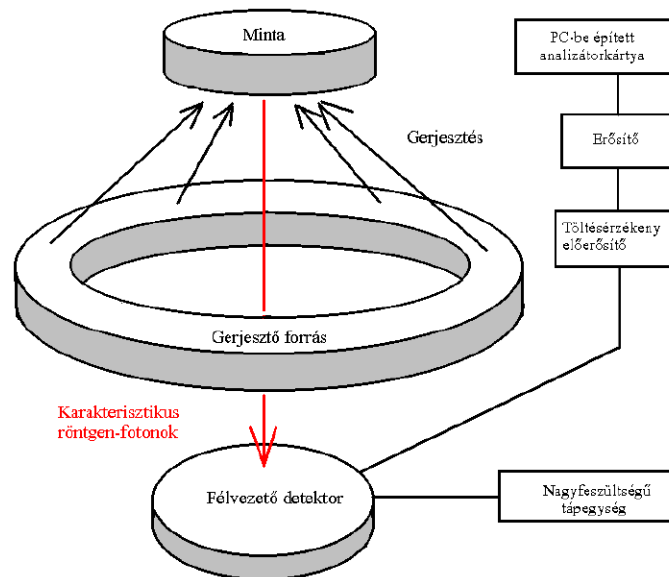
1.2. A mérés leírása

A röntgen-fluoreszcencia analízis mérésnél a minta atomjainak belső elektronhéjairól egy-egy elektront röntgen-sugárzás során kiütünk a helyéről. Így a keletkező lyukba egy magasabb energiaszintről belép egy elektron, és a két szint közötti energiakülönbségnek megfelelő energiájú foton lép ki a mintából. Ebből az energiaértékből meghatározhatóak a különböző elemek, ezért a neve karakterisztikus röntgensugárzás. Moseley-törvénye szerint a kisugárzott foton energiája a rendszám négyzetével arányos. A fotonok energiájának mérése csak a minta minőségi analízisére alkalmas. Egy másik mennyiséggel az intenzitással a koncentrációra is becslést lehet adni. A minta ismeretlen koncentrációja az ismert koncentrációjú anyaggal való összehasonlítás után már meghatározható. Ebben az esetben fontos, hogy a viszonyítási alapnak használt anyag összetétele hasonló legyen az ismeretlenéhez.

1.3. A mérési összeállítás

A mintát a gyűrű alakú amerícium sugárforrás fölé, egy vékony fóliára kellett helyezni. Csak a lefelé kilépő fotonok detektálására van lehetőség, ebben a gyűrű alak segít az ábrán látható elrendezéssel. A detektor megfelelő hűtését egy folyékony nitrogént tároló tartály biztosítja, hogy a termikus zaj minél kevésbé legyen megfigyelhető a mérés során. A berillium ablakos Si(Li) félvezető detektor egy 500V-os egyenfeszültségű tápegységre van kapcsolva, így abban töltéeloszlás jön létre. A beérkező röntgen-fotonok az energiájukkal arányos töltést hoznak létre fotoeffektussal, ezek a detektorban egy μs hosszú áram impulzust okoznak, amit

mi a műszerrel beütésnek mérünk. Ezeknek az impulzusoknak szükség van még erősítésre, ezért egy $100 \cdot 6.1$ -es erősítés után a jel egy amplitúdó-analizátorba jut, mely a különböző energiájú vagyis amplitúdójú impulzusokat 1024 csatornába osztja szét. A PC-n leolvasható spektrumon azoknál a csatornáknál látunk csúcsokat, amely energiákon kimagaslóan sok beütés érkezett. A csatornaszám és az energia nem egyenlő egymással, de lineáris összefüggés van közöttük, aminek a pontos meghatározásához kalibrációra volt szükség. A mérés közben sugárzással szembeni védelmet ólom-üveglap biztosította. A gerjesztő forrást csak tükörből volt szabad vizsgálni, és a mintát is csak csipesszel lehetett ráhelyezni a mintatartóra.



1. ábra. Mérőberendezés

1.4. vizsgált minták

- kevert minta - 10mm átmérőjű, barna korong
- ón - ezüst színű fémdarab
- mangán - sötétszürke nagyobb fémdarab
- falevél (P) 250 μ g ólomtartalommal - 10mm átmérőjű, barna korong
- falevél (t) ismeretlen ólomtartalommal - 10mm átmérőjű, barna korong
- bizmut - fémdarab
- wolfram - fémdarab
- 200Ft-os érme
- világító műanyag

1.5. Kalibráció

Azért hogy a vízszintes tengelyen ne a csatornaszám, hanem energiaértékek legyenek láthatóak, szükség van egy kalibrációs mérésre. Az A/D konvertert ón és mangán mintával kalibráltuk. A két minta spektrumából a K_α átmeneteihez tartozó csúcsok csatornaszámát mértük meg, és a táblázatban megtalálható energiaértékekkel párosítottuk. Ezekre a pontokra illesztett egyenes a kalibrációs egyenes.

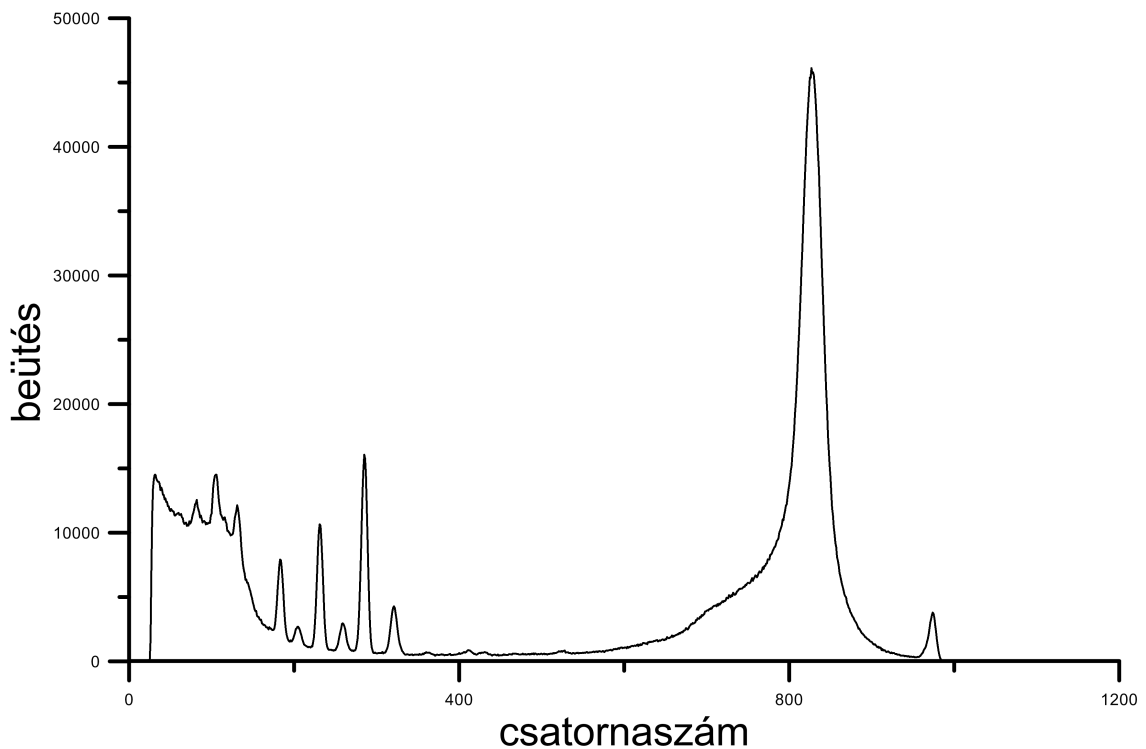
Minta	Csatornaszám	K_α [eV]
mangán	96	5898
ón	412	25270

$$E [eV] = 61.3037 [eV/n] \cdot cs.sz. + 12.8354 [eV]$$

2. Kiértékelés

2.1. Vonalak azonosítása, kiértékelés

A spektrumban a minket érdeklő csúcsok valamilyen eloszlást mutatnak. Ezeket Gauss-görbéknek gondoljuk a kiértékelő-programmal. A kiértékelés során a program végigméri a spektrumot a megadott tartományon. A mérés során a program azokat a csúcsokat keresi és rögzíti amikre jó közelítéssel Gauss-görbét lehet illeszteni. Ahoz hogy ezt a felismerje, a görbék átlagos félérték-szélességét kell meghatározni, amit a kalibrációs görbéknél mért félérték-szélességek átlagából számoltunk. Az átlagos félérték-szélesség felére a mérés során 3.5 csatornát számoltunk. A kimeneti adatfájlban egy táblázatot kaptunk a programtól .pea kiterjesztésben, amiben az elfogadott a görbék sorszáma, a helye hibával, szórása, görbék alatti terület és a korrigált terület hibával szerepelt. Az adatfájlból a minta összetételét a csúcsok energiáiból lehetett meghatározni az energiatáblázat segítségével.



2. ábra. Kevert minta mért spektruma

2.2. Félértékszélesség, felbontóképesség

A mérőrendszer felbontóképességét a vas K_α vonalának energiájánál mért félérték-szélesség határozza meg eV-ban. A kevert mintánál a vas K_α vonalánál a szórás 3.13 volt. A félérték-szélesség ennek a kétszerese ami, 6.26 csatorna. A kalibrációs egyenletből meghatározható az alábbi energia, ami a rendszer felbontóképességét adja meg.

$$E [eV] = 61.3037 [eV/n] \cdot 6.26 + 12.8354 [eV] \approx 396.6 [eV]$$

2.3. Falevélminta ólomtartalmának meghatározása

Az ismeretlen ólom tartalmat egy referenciának szolgáló mintából (P) tudtuk meghatározni. Az ismeretlen ólomtartalmú mintánál (t) az ólomra jellemző gauss görbék alatti területek (T) aránya megegyezik a mintákra vonatkozó $m \cdot t \cdot x$ szorzatok arányával. (m minta tömege, t mérési idő, x koncentráció) A két minta tömege megegyezett, ezért a mérési időkből és a görbék alatti területekből, az ismeretlen koncentráció meghatározható volt. A referencia minta $x_P = 250 \mu g$ tömegű ólmot tartalmazott, így az alábbi egyenletekből az ismeretlenét megtudtuk határozni.

$$\frac{T_t}{T_P} = \frac{x_t \cdot t_t}{(x_t + x_P) \cdot t_P}$$

$$x_t = \frac{T_t \cdot x_P \cdot t_P}{T_P \cdot t_t - T_t \cdot t_P}$$

P minta	t minta	mért idő
$T_{P\alpha} = 5693 \pm 142$	$T_{t\alpha} = 2153 \pm 128$	$t_P = 180s$
$T_{P\beta} = 3824 \pm 96$	$T_{t\beta} = 2988 \pm 121$	$t_t = 2280s$

3. ábra. Az ólom L_α és L_β vonalainak értékére mért területek

$$x_{t\alpha} = 1.2 \pm 0.1 \cdot 10^{-5}g$$

$$x_{t\beta} = 1.6 \pm 0.3 \cdot 10^{-5}g$$

$$\bar{x}_t = 1.4 \pm 0.2 \cdot 10^{-5}g$$

2.4. Moseley-törvény

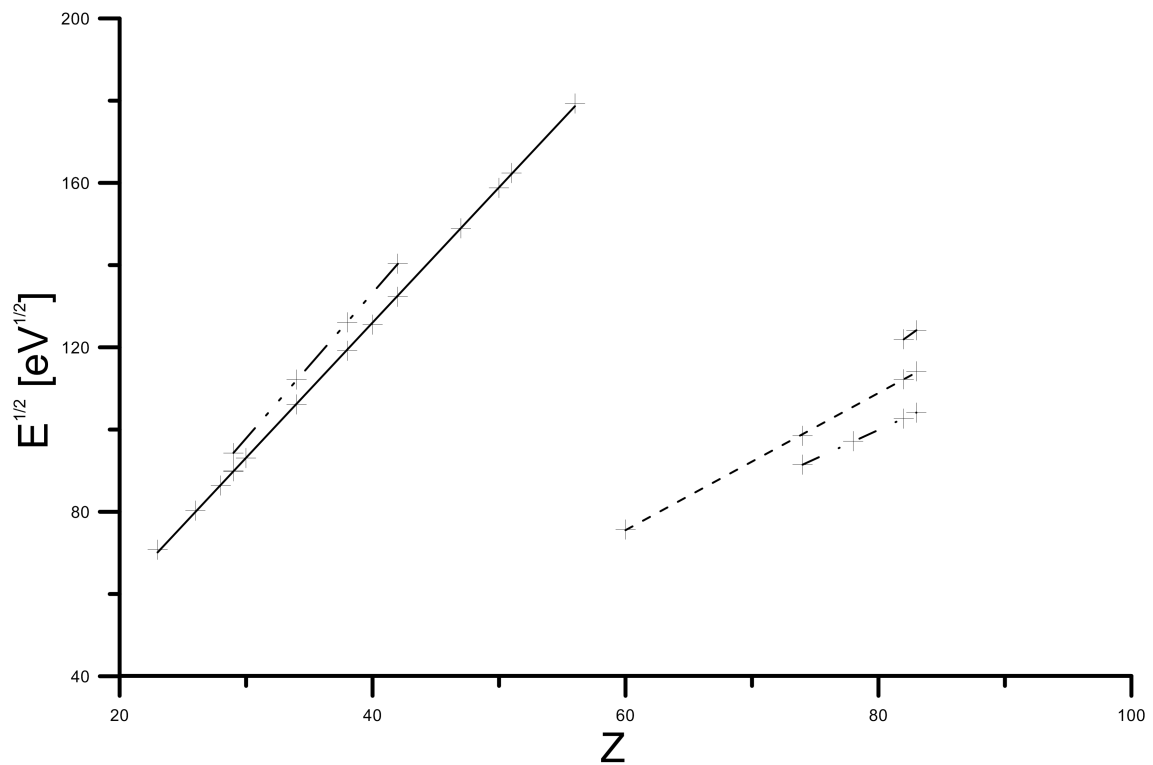
A törvény szerint az elemekre jellemző karakterisztikus röntgen-fotonok energiája az alábbi egyenletből számolható, itt Z a rendszám, A és B az állandók.

$$E [eV] = A [eV] \cdot (Z - B)^2$$

A B állandó azért szerepel az egyenletben, mert a belsőbb héjra ugró elektronra nem csak az atommag pozitív töltése hat, hanem a többi héjon elhelyezkedő elektronok töltése is. Átrendezés után az egyenlet lineáris lesz. A különböző elemekhez tartozó energiaszintek gyökét a rendszám függvényében ábrázolva, és ezekre egyenest illesztve, a meredekségéből, és a tengelymetszetéből az A és B meghatározhatóak az átmenetekre.

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

Átmenetek	A [eV]	B
K_α	10.81 ± 0.01	1.6 ± 0.3
K_β	12.51 ± 0.02	2.3 ± 0.4
L_α	1.98 ± 0.01	9.0 ± 0.6
L_β	2.78 ± 0.03	14 ± 1
L_γ	4.835	26.542



4. ábra. Energia gyöke a rendszám függvényében

A meghatározott állandókból, lehetőség van tetszőleges rendszámú elem tetszőleges átmenetéhez tartozó energia kiszámítására. Igaz a táblázatban K_α -tól a L_γ átmenetig egyre rosszabb eredménnyel. Amint látható a táblázatban a hiba egyre nagyobb, mert egyre kevesebb mért értékekre illesztettünk, a L_γ átmenetnél a legrosszabb az illesztés, mert itt csak két adatpontra tudtunk illeszteni.

3. A vizsgált minták táblázata, vonalak azonosítása

3.1. Kevert minta

i	Csatorna	Szórás	Terület	Energia [eV]	Korrigált ter.	Átm.	Elem
1	81.51 ± 0.229	3.97	19827 ± 1489	5010.00 ± 14.05	19877 ± 855	K_α	Va
2	104.88 ± 0.099	3.13	32129 ± 1246	6442.21 ± 6.07	32175 ± 827	K_α	Fe
3	131.60 ± 0.091	3.26	31299 ± 1006	8080.32 ± 5.60	31359 ± 751	K_α	Cu
4	183.47 ± 0.036	3.21	48817 ± 532	11260.18 ± 2.19	48876 ± 467	K_α	Se
5	204.90 ± 0.218	5.06	31469 ± 3412	12574.24 ± 13.39	31300 ± 1070	K_β	Se
6	231.27 ± 0.022	3.40	85195 ± 499	14190.77 ± 1.34	85242 ± 482	K_α	Sr
7	259.10 ± 0.071	3.93	23024 ± 493	15896.90 ± 4.36	23154 ± 326	K_β	Sr
8	285.15 ± 0.016	3.56	139868 ± 594	17493.82 ± 1.01	140019 ± 579	K_α	Mo
9	321.05 ± 0.044	3.93	35609 ± 382	19694.21 ± 2.72	35699 ± 335	K_β	Mo
10	361.68 ± 0.503	3.69	1766 ± 300	22184.90 ± 30.85	1801 ± 189	K_α	Ag
11	411.03 ± 0.434	3.97	2861 ± 422	25210.74 ± 26.58	2918 ± 324	K_α	Sn
12	430.09 ± 0.524	3.97	1736 ± 345	26379.25 ± 32.15	1770 ± 293	K_α	Sb
13	524.32 ± 0.555	5.47	2892 ± 330	32155.84 ± 34.02	2949 ± 235	K_α	Ba

3.2. Bizmut

i	Csatorna	Szórás	Terület	Energia [eV]	Korrigált ter.	Átm.	Elem
1	153.79 ± 0.459	3.07	601 ± 136	9440.62 ± 28.16	617 ± 73	L_α	Pt
2	176.69 ± 0.040	3.19	14643 ± 154	10844.33 ± 2.47	14728 ± 179	L_α	Bi
3	212.26 ± 0.039	3.77	23533 ± 211	13025.06 ± 2.39	23622 ± 228	L_β	Bi
4	251.22 ± 0.142	5.01	3315 ± 79	15413.32 ± 8.71	3529 ± 90	L_γ	Bi

3.3. Wolfram

i	Csatorna	Szórás	Terület	Energia [eV]	Korrigált ter.	Átm.	Elem
1	136.15 ± 0.126	2.61	1408 ± 58	8359.31 ± 7.75	1434 ± 62	L_α	W
2	158.05 ± 0.106	3.61	2904 ± 68	9701.87 ± 6.47	3031 ± 83	L_β	W

3.4. Falevélminta (P)

i	Csatorna	Szórás	Terület	Energia [eV]	Korrigált ter.	Átm.	Elem
1	171.78 ± 0.093	2.81	2454 ± 58	10543.73 ± 5.68	5693 ± 142	L_α	Pb
2	205.25 ± 0.103	3.62	3752 ± 93	12595.23 ± 6.33	3824 ± 96	L_β	Pb
3	242.39 ± 0.338	4.40	733 ± 50	14872.14 ± 20.71	795 ± 49	L_γ	Pb

3.5. Falevélminta (t)

i	Csatorna	Szórás	Terület	Energia [eV]	Korrigált ter.	Átm.	Elem
1	171.57 ± 0.194	2.79	2111 ± 153	10530.82 ± 11.91	2153 ± 128	L_α	Pb
2	205.53 ± 0.173	3.43	2938 ± 150	12612.55 ± 10.59	2988 ± 121	L_β	Pb
3	239.93 ± 1.495	2.00	149 ± 181	14721.43 ± 91.64	154 ± 105	L_γ	Pb
4	256.84 ± 1.106	2.69	289 ± 182	15758.00 ± 67.81	294 ± 90	K_α	Zr

3.6. 200 Ft-os érme

i	Csatorna	Szórás	Terület	Energia [eV]	Korrigált ter.	Átm.	Elem
1	121.57 ± 0.086	3.15	7208 ± 142	7465.60 ± 5.26	7222 ± 135	K_α	Ni
2	131.39 ± 0.032	3.15	30108 ± 227	8067.59 ± 1.96	30167 ± 260	K_α	Cu
3	144.79 ± 0.106	3.15	2300 ± 76	8888.83 ± 6.51	2304 ± 75	K_β	Cu

3.7. Világító műanyag

i	Csatorna	Szórás	Terület	Energia [eV]	Korrigált ter.	Átm.	Elem
1	93.22 ± 0.142	2.79	2001 ± 72	5727.70 ± 8.73	8315 ± 273	L_β	Nd
2	140.99 ± 0.078	2.79	6673 ± 132	8656.09 ± 4.79	27727 ± 363	K_α	Zn
3	156.68 ± 3.458	4.79	5306 ± 14083	9618.01 ± 212.01	4633 ± 3379	K_β	Zn
4	230.42 ± 0.819	1.46	65 ± 32	14138.38 ± 50.23	84 ± 43	K_α	Sr
5	255.95 ± 2.761	5.28	181 ± 148	15703.81 ± 169.24	216 ± 67	K_β	Sr
6	283.05 ± 1.463	2.33	77 ± 56	17364.97 ± 89.69	95 ± 43	K_α	Mo
7	321.40 ± 77.952	14.06	1616 ± 34200	19715.91 ± 4778.76	1177 ± 394	K_β	Mo
8	358.80 ± 4.765	5.94	262 ± 519	22008.85 ± 292.10	282 ± 155	K_α	Ag
9	411.14 ± 1.456	2.95	131 ± 74	25217.53 ± 89.24	145 ± 54	K_β	Ag
10	523.49 ± 0.037	4.70	47140 ± 338	32104.54 ± 2.25	47849 ± 329	K_α	Ba
11	593.63 ± 0.078	3.11	6579 ± 130	36404.39 ± 4.77	7022 ± 151	K_β	Ba

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés	2
1.1. A mérés célja	2
1.2. A mérés leírása	2
1.3. A mérési összeállítás	2
1.4. vizsgált minták	4
1.5. Kalibráció	4
2. Kiértékelés	5
2.1. Vonalak azonosítása, kiértékelés	5
2.2. Félértékszélesség, felbontóképesség	6
2.3. Falevélminta ólomtartalmának meghatározása	6
2.4. Moseley-törvény	7
3. A vizsgált minták táblázata, vonalak azonosítása	9
3.1. Kevert minta	9
3.2. Bizmut	9
3.3. Wolfram	9
3.4. Falevélminta (P)	10
3.5. Falevélminta (t)	10
3.6. 200 Ft-os érme	10
3.7. Világító műanyag	11

Hivatkozások

- [1] Modern fizikai laboratórium, ELTE Eötvös Kiadó, Budapest, 1995
- [2] Kísérleti atomfizika, ELTE Eötvös Kiadó, Budapest, 1998
- [3] Jegyzet: <http://wigner.elte.hu/koltai/labor/parts/9jegyzet.pdf>
- [4] Jegyzet: <http://wigner.elte.hu/koltai/labor/parts/F1jegyzet.pdf>
- [5] Energiatáblázat: <http://atomfizika.elte.hu/kornyfizlab/ml/rfa-en.htm>