

Ćwiczenie nr 1

Oznaczanie składu substancji metodą niskorozdzielczej analizy fluorescencyjnej



POLITECHNIKA WARSZAWSKA

Wydział Fizyki, 2009 r.

I Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest:

- Zapoznanie się ze zjawiskiem fluorescencji rentgenowskiej a w szczególności z możliwością wykorzystania tego zjawiska do oznaczania składu substancji.
- Poznanie budowy i działania prostego analizatora fluorescencyjnego.
- Poznanie na kilku przykładach możliwości pomiarowych tego przyrządu.

Przed przystąpieniem do wykonania ćwiczeń należy zapoznać się z następującymi zagadnieniami:

- Zjawisko fluorescencji rentgenowskiej (XRF)
- Stan wzbudzenia atomu.
- Sposoby wprowadzania pierwiastków w stan wzbudzenia.
- Cechy charakterystyczne promieniowania fluorescencyjnego.
- Detekcja promieniowania fluorescencyjnego.
- Rodzaje detektorów ich wydajność i zdolność rozdzielcza.

II Zapoznanie się z budową i obsługą Analizatora Fluorescencyjnego AF-30.

Analizator fluorescencyjny AF-30 przeznaczony jest do przeprowadzania analizy próbek na zawartość konkretnego pierwiastka lub jego związku w próbkach po uprzednim wyskalowaniu przyrządu na zestawie znanych próbek odpowiadających zmienności badanego pierwiastka i matrycy w zakresie występującym w mierzonych elementach. Warunkiem pomiaru danego pierwiastka jest możliwość wzbudzenia przez promieniowanie źródła promieniowania charakterystycznego tego pierwiastka i detekcji tegoż promieniowania. Dla rozwiązania konkretnego problemu pomiarowego dobiera się więc odpowiednio źródło wzbudzające (o energii przewyższającej krawędź absorpcji badanego pierwiastka) oraz rodzaj detektora (licznik proporcjonalny z wypełnieniem Ar, Xe lub Kr). Obecnie w przyrządzie umieszczone są: źródło Cd-109 oraz licznik proporcjonalny PX-Ar wypełniony argonem. Próbki mierzone tym przyrządem mogą być sypkie, płynne lub stałe (o określonych, tych samych wymiarach).

Po otwarciu pokrywy górnej i bocznej analizatora można zapoznać się z konstrukcją przyrządu, zwłaszcza z geometrią pomiaru (źródło, próbka, detektor). Korzystając z instrukcji obsługi AF-30 zapoznać się z głównym MENU analizatora i

obsługą klawiatury. Obejrzeć istniejące w pamięci analizatora widma zdjęte przez poprzednich użytkowników przyrządu wywołując je z pamięci na ekran wyświetlacza (główne MENU, przycisk 1- analizator, Menu ANALIZATORA, przycisk 7- WYŚWIETLANIE WIDMA, ustawienie strzałką numeru widma, wciśnięcie przycisku R- uruchom). Jeżeli w pamięci nie ma zapamiętanych widm, włożyć w miejsce pomiaru naczynko z przykładową próbką i próbować zdjąć widmo promieniowania wstecznego tej próbki. Metodą kolejnych pomiarów dobrać właściwy czas pomiaru i skalę pionową częstości zliczeń tak aby wykres widma na skali był gładki i czytelny. Dla zdjętego widma próbować wyznaczyć okna pomiarowe obejmujące poszczególne piki widma (instrukcja obsługi, rozdział 2.2 p.10 – obróbka widm).

III Zmierzenie charakterystyki energetycznej Analizatora AF-30.

1. Z Głównego Menu analizatora wybrać przyciskiem 1- Analizator, ustawić czas pomiaru 30 s (przyciskiem 2- Acquisition time), skalę Y na 1000.
2. Na płytę górną analizatora wkładać kolejno próbki wzorców: Ti, Fe Cu, Pb, Zr i Mo. Zmierzyć widma tych wzorców dla każdego wyznaczając (przesuwem kursora) środek pików P.
3. Odczytać z tablic energie promieniowania charakterystycznego E mierzonych pierwiastków. Sporządzić wykres $P = f(E)$
4. Dla skrajnych pierwiastków wyznaczyć zdolność rozdzielczą układu pomiarowego.

IV Pomiar składu stopów żelazo-chrom.

1. Usunąć z pamięci analizatora wszystkie zapamiętane widma (przycisk 9, następnie U).
2. Na płytkę szufladki położyć kadmową diafragmę o średnicy otworu 36mm. Położyć centrycznie na diafragmie próbkę badanego stopu. Ustawić czas pomiaru 300s. Zmierzyć widmo próbki. Zanotować skład próbki i numer widma.
3. Zmierzyć kolejno w tych samych warunkach widma pozostałych pięciu próbek stopów Fe-Cr.
4. Wykonać transmisję widm do komputera. W tym celu należy kablem RS232 połączyć gniazdo na płycie tylnej Analizatora AF-30 z gniazdem komputera IBM PC. Uruchomić na komputerze Hyper-Terminal. Wybrać z MENU analizatora

Transmisję danych przyciskiem 8, wybrać numer kopiowanego widma przyciskiem N oraz zapoczątkować transmisję danych przyciskiem R (run). Wyświetlane kolumnowo dane przenieść do pojedynczej kolumny w oknie EXCELA lub jako wektor kolumnowy zapisać w MATLABIE. W ten sposób przekopiować dane wszystkich sześciu widm.

- Obejrzyć widma na wspólnym wykresie. Jeżeli istnieje taka potrzeba wygładzić je. Ze względu na niską zdolność rozdzielczą licznika proporcjonalnego piki żelaza i chromu nakładają się. Należy więc starannie wyznaczyć okna pomiarowe dla Cr i Fe, szczególnie próg górny chromu, który jest jednocześnie progiem dolnym dla żelaza.
- Obliczyć sumy zliczeń N_{Cr} i N_{Fe} w wybranych oknach i sporządzić wykresy:
 - $N_{Cr} = f(C_{Cr})$
 - $N_{Fe} = f(C_{Fe})$
- Odnajdując z tablic współczynniki pochłaniania chromu i żelaza dla promieniowania o energii 5,4 keV (K_{α} Cr) oraz 6,4 keV (K_{α} Fe) przeanalizować różnice w kształtach krzywych $N_{Cr} = f(C_{Cr})$ oraz $N_{Fe} = f(C_{Fe})$.

Obecnie matematyczne programy komputerowe umożliwiają dekonwolucję nakładających się widm i pozwalają wyskalować przyrządy dla podobnych jak powyższe zagadnień pomiarowych z większą dokładnością. Komputery umożliwiają również dokonywanie rekaliibracji przyrządów po zmianie ich parametrów (starzenie źródła, detektora itp.) na dużo mniejszej liczbie próbek wzorcowych niż typowe skalowanie wykonywane przez wytwórcę przyrządu.

V Oznaczanie zawartości ołowiu w stopach Cyna – Ołów.

Zastosowane w przyrządzie źródło Cd-109 o energii promieniowania 22 keV może wzbudzić w stopie Sn-Pb tylko promieniowanie serii L ołowiu.

- Zmierzyć widmo wzorca 100% Pb. Pomiar wykonać umieszczając wzorec w aluminiowym naczynku z plastikowym stelażem dna podtrzymującym próbkę.
- Wybrać i ustawić progi dolny i górny obejmujące cały pik promieniowania serii L (alfa i beta) ołowiu. Zapisać te progi do okna $\Sigma 1$ sumującego zliczenia między ustawionymi progami (patrz Instrukcja obsługi AF-30 punkt 2.1.1 str. 17, 18)

3. Zmierzyć wszystkie dostępne wzorce zapisując zawartość ołowiu C_{Pb} i liczbę zliczeń w oknie ołowiu N_{Pb} .
4. Wykreślić zależność sumy zliczeń w oknie ołowiu od stężenia ołowiu w próbkach.
 - $N_{Pb} = f(C_{Pb})$

Porównać otrzymany wykres z podobnym $N_{Pb} = f(C_{Pb})$ wykonanym na tych samych wzorcach w ćwiczeniu nr. 1. Zastanowić się dlaczego kształt zależności zliczeń w oknie ołowiu w funkcji stężenia ołowiu w stopie Sn-Pb różni się tak znacznie?

VI. Literatura uzupełniająca.

1. Bohdan Dziunikowski. *Podstawy rentgenowskiej radioizotopowej analizy fluorescencyjnej*. Skrypty uczelniane AGH Nr 680, Kraków 1979r.
2. Bohdan Dziunikowski. *Energy dispersive X-Ray Fluorescence Analysis*. PWN, Warszawa 1989r.