

Ćwiczenie 14 Rentgenowska analiza fluorescencyjna

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z podstawami rentgenowskiej analizy fluorescencyjnej.

Przygotowanie teoretyczne

- promieniowanie fluorescencyjne, skrypt Pracowni, rozdz. 3.3.2, 3.3.3, tabela 3.2,
- gazowe detektory cząstek jonizujących - skrypt Pracowni, rozdz. 5.2.1 str. 62 i 63 (plus ew. 64-65),
- instrukcja ćwiczenia 14 - skrypt Pracowni.

Program ćwiczenia

1. Zestawić układ pomiarowy.
2. Uruchomić, w obecności prowadzącego licznik proporcjonalny i program akwizycji i analizy danych Tukan. Umieścić w zestawie źródło promieniotwórcze Pu-239.
3. Przeprowadzić pomiar promieniowania fluorescencyjnego dla płytek Fe, Cu, Pb (czas pomiaru 100s). Zapisać widma (Plik-> Zapisz jako) w formacie analizatora (*.wdm) i „wyeksportować” (Plik -> Eksportuj) w formacie tekstowym ASCII (*.dat). Dla każdej płytki określić kanał analizatora odpowiadający głównej linii w widmie. Głównej linii w widmie odpowiada energia fotonów odpowiednio: płytka Fe – linia K_{α} żelaza, płytka Cu – linia K_{α} miedzi, płytka Pb - linia L_{α} i L_{β} ołowiu. (por tab. 3.2 skryptu) uwaga: linie $K_{\alpha 1}$ i $K_{\alpha 2}$ oraz $L_{\alpha 1}$ i $L_{\alpha 2}$ odpowiadają bardzo zbliżonym energiom (por tab. 3.2), wobec tego można przyjąć, że $E(K_{\alpha}) = E(K_{\alpha 1})$ i $E(L_{\alpha}) = E(L_{\alpha 1})$.
4. a. Przeprowadzić „kalibrację energetyczną spektrometru”, przy użyciu promieniowania fluorescencyjnego (charakterystycznego) atomów Fe, Cu, Pb wzbudzanych w odpowiednich płytkach (por. pkt 2), tzn. wyznaczyć graficznie zależność energii promieniowania gamma E od numeru kanału analizatora ch . Oś OX - numer kanału ch , oś OY - energia E [keV]. Dopasować do punktów prostą $E = a * ch + b$. (por. rys 14.2 w skrypcie). Przedstawić tabelkę z wynikami i wykres.
b. Dla tych samych danych przeprowadzić kalibrację energetyczną spektrometru, korzystając z programu Tukan. Odczytać z programu i zapisać formułę opisującą zależność $E(ch)$.
5. Ustawić okno analizatora na główny pik w widmie żelaza Fe, w oknie tym będą zliczane impulsy pochodzące od serii K_{α} żelaza (tzw. okno Fe K_{α}). Okno analizatora określa położenie markerów widocznych na ekranie analizatora.
6. Przeprowadzić pomiar promieniowania fluorescencyjnego dla próbek o znanej zawartości żelaza (odpowiednio 2%, 8%, 11%). Zapisać widma w obu formatach. Po każdym pomiarze (czas pomiaru około 300s) zapisywać liczbę zliczeń w oknie analizatora ustawionym w punkcie 5 (pozycja „Pole całkowite” w dolnym polu okna analizatora).
7. Na podstawie pomiarów dla próbek o znanej zawartości Fe wykonać krzywą cechowania metody tzn. zależność pomiędzy zawartością Fe [%] (os OX) a liczbą zliczeń w oknie Fe K_{α} (os OY). Do punktów pomiarowych dopasować prostą $y = a * x + b$.

8. Przeprowadzić pomiar promieniowania fluorescencyjnego od próbki o nieznannej zawartości żelaza.

9. Na podstawie wyznaczonej w pkt. 7 krzywej cechowania (zależności liczby zliczeń od zawartości Fe) i pomiaru wyznaczyć zawartość Fe w próbce o nieznannej zawartości tego pierwiastka. Zawartość Fe wyznaczyć graficznie i analitycznie – z formuły wyznaczonej w pkt. 7.