

A3. Identifikace prvků na základě jejich charakteristického rentgenového záření.

D. Nosek, M. Krtilčka

24. října 2003

1 Úvod

Při deexcitaci vzbuzeného stavu atomového obalu vzniká rentgenové záření. Protože toto záření je charakteristické pro daný prvek, lze určením jeho energie a intenzity provést kvalitativní i kvantitativní analýzu zkoumaného materiálu.

Atomový obal lze excitovat různými způsoby. Tak zvaná rentgenová–fluorescenční metoda používaná v tomto experimentálním uspořádání využívá interakci γ –kvant s elektrony atomového obalu. Díky fotoelektrickému efektu jsou z atomového obalu vyraženy elektrony, atomový obal je excitován a v procesu deexcitace lze pozorovat rentgenové záření charakteristické pro zkoumaný prvek. Jinou metodou je PIXE, jež spočívá v ozáření materiálu nabitými částicemi, které při průchodu látkou excitují a ionizují atomový obal.

K excitaci atomového obalu dceřinného jádra dochází i při radioaktivní přeměně atomového jádra. Například při tak zvaném K–záchytnu je elektron z atomového obalu absorbován v jádře, kde pak proběhne inverzní β^+ přechod (schematicky $e^- + p \rightarrow n + \nu$). V jiném případě je samo dceřinné jádro po prodělaném rozpadu vzbuzené a může být elektromagneticky deexcitováno tak, že je uvolněn konverzní elektron z K–slupky. V obou případech pak rentgenové záření z excitovaného atomového obalu, které doprovází radioaktivní rozpad známého mateřského jádra, vypovídá o typu rozpadu. Identifikace typu radioaktivního rozpadu podle charakteristického rentgenového záření se však v praxi využívá velmi zřídka.

V daném experimentu jsou měřena γ –spektra, která vzniknou při ozáření různých vzorků γ –zářením z radioaktivního zdroje. Podle energií rentgenových přechodů pak lze identifikovat materiál vzorku a kvantitativně určit i jeho složení. Intenzita charakteristického rentgenového záření závisí na geometrii experimentu, na vlastnostech detektoru, tloušťce zkoumaného vzorku, na jeho složení a na intenzitě budícího záření. Citlivost metody velmi silně závisí na energetickém rozlišení spektrometru.

V současné době vynikající polovodičové γ –spektrometry mají v oblasti energií 1–10 keV energetické rozlišení 140–250 eV. Taková experimentální uspořádání slouží pro povrchovou analýzu materiálu. Povrchem se v tomto případě rozumí dolet nabitých částic v materiálu při excitaci nabitými částicemi nebo 2–3 polotloušťky pro charakteristické rentgenové záření při excitaci zářením γ . Vynikající experimentální vybavení umožňuje zjistit příměs stopových prvků o koncentraci ne horší než 10^{-6} .

2 Experimentální uspořádání

Je použita rentgenová–fluorescenční metoda. Jako zdroj záření γ je používán α –zářič ^{241}Am . Nejintenzivnější γ –linka doprovázející α –rozpad ^{241}Am je linka o energii 59.5 keV z rozpadu vzbuzeného stavu v dceřinném atomovém jádře ^{237}Np . Při rozpadu ^{241}Am jsou navíc pozorovány rentgenové fotony L série v oblasti energií 10–20 keV pocházející z atomového obalu dceřinného jádra ^{237}Np .

Kalibrační a současně budící radioizotop ^{241}Am je uložen v držáku nad detektorem, kam se umísťují i měřené vzorky různých materiálů. Charakteristické rentgenové záření je detekováno polovodičovým spektrometrem, který je složen z germaniového detektoru s beryliovým oknem, naboje citlivého předzesilovače, lineárního zesilovače, vysokonapěťového zdroje a kanálového konvertoru na bázi PC–počítače. Na detektoru je přiloženo napětí 70 V.

Energetické rozlišení použitého γ –spetrometru je $\text{FWHM} \approx 0.9 \text{ keV}$ v oblasti energií 5–60 keV. Vzhledem k tomuto špatnému rozlišení a vzhledem k tomu, že detektor je uzavřen tlustým beryliovým okénkem, je registrace záření o energiím $E_\gamma < 4 \text{ keV}$ nemožná. Proto identifikace prvků s protonovým číslem $Z < 20$ není prakticky možná a celá analýza je zatížena značnou nepřesností.

3 Postup měření

Kalibrace γ –spektrometru je provedena přímo při experimentu s pomocí α –zářiče ^{241}Am . Postupně jsou měřena rentgenová spektra různých materiálů, jsou zpracována a s pomocí přiložené tabulky s hodnotami energií charakteristického rentgenového záření je identifikován materiál vzorku, popřípadě i jeho složení. Na závěr je změřeno rentgenové spektrum doprovázející radioaktivní rozpad některého radioizotopu. Dobu expozice při jednotlivých měřeních je třeba volit tak, aby výtěžek měření byl zatížen chybou menší než 3%.

4 Zpracování

Z naměřených hodnot je třeba sestavit závislost výtěžku na protonovém čísle prvku. Pomocí této závislosti je pak určeno relativní zastoupení jednotlivých elementů jednoho ze vzorků. Zdůvodněte rozdílную nutnou dobu expozice při identifikaci prvků s různým protonovým číslem Z , za předpokladu, že při měření má být dosaženo srovnatelné chyby výtěžku.

5 Aparatura a pomůcky

- Polovodičový spektrometr s germaniovým detektorem.
- Kalibrační γ –zářič ^{241}Am .
- Radioaktivní zářiče ^{137}Ba a ^{152}Eu .
- Sada vozků.
- Tabulka energií charakteristického rentgenového záření.
- Atlas γ –spekter.

Reference

- [1] I.Úlehla, M.Suk, Z.Trka, Atomy, jádra, částice, Akademia Praha 1990