

Z22 - BADANIE SKŁADU SUBSTANCJI STAŁYCH I CIEKŁYCH METODĄ RENTGENOWSKIEJ SPEKTROSKOPII FLUORESCENCYJNEJ

II Pracownia Fizyczna

Wydział Fizyki, Astronomii i Informatyki Stosowanej, Uniwersytet Jagielloński

Eksperyment obejmuje zastosowanie rentgenowskiej spektroskopii fluorescencyjnej do analizy składu pierwiastkowego próbek stałych (proszków i próbek litych) oraz cieczy. Ćwiczenie wykonywane jest na spektrometrze rentgenowskim z dyspersją energii MiniPal4 (PANalytical) wyposażonym w lampę rentgenowską z anodą Rh. W wersji podstawowej prowadzona jest analiza jakościowa składu chemicznego (pierwiastkowego) monet oraz sproszkowanych skorupek jaj ptasich. W czasie zajęć student przygotowuje próbki, dokonuje pomiaru widm XRF i na podstawie wyznaczonych energii maksimum promieniowania charakterystycznego identyfikuje pierwiastki obecne w badanych próbkach. Ze względu na to, że zarówno polsko- jak i angielska literatura, na różnych poziomach zaawansowania, jest łatwo dostępna ćwiczenie to jednocześnie stwarza studentom możliwość stawiania pierwszych kroków lub rozwijania swoich umiejętności w szybkim i skutecznym gromadzeniu informacji na zadany temat.

Zagadnienia do przestudiowania

- Otrzymywanie i charakterystyka promieniowania rentgenowskiego:
 - promieniowanie rentgenowskie i jego źródła,
 - lampy rentgenowskie, widmo promieniowania (widmo ciągłe, widmo charakterystyczne).
- Oddziaływanie promieniowania rentgenowskiego z materią.
- Rentgenowska spektroskopia fluorescencyjna (XRF):
 - fluorescencja rentgenowska, wydajność fluorescencji rentgenowskiej
 - widmo XRF i jego składowe
 - spektrometry XRF (budowa, zasada działania)
 - jakościowa i ilościowa analiza składu chemicznego za pomocą XRF
- Elementy dozymetrii i przepisy BHP obowiązujące przy pracy z promieniowaniem rentgenowskim.

Zadania obliczeniowe

Oblicz wartość krótkofalowej granicy długości fali ciągłego widma promieniowania lampy rentgenowskiej zasilanej napięciem $U = 15$ kV.

Aparatura i materiały

Spektrometr rentgenowski (Rys.1) z dyspersją energii MiniPal4 (PANalytical), waga analityczna, pipety i szkło laboratoryjne.

Program ćwiczenia

W wersji podstawowej określany jest skład pierwiastkowy wybranych monet oraz sproszkowanych skorupek jaj ptasich (z wykorzystaniem dostępnych w pracowni programów, zarówno komercyjnych jak i niekomercyjnych). Ćwiczenie może być prowadzone nie tylko w wersji podstawowej. Student może zrealizować własny program badawczy (po wcześniejszym przedyskutowaniu go z opiekunem ćwiczenia) lub realizować program zmodyfikowany, zaproponowanych przez opiekuna ćwiczenia.

Pamiętaj o dokonaniu wpisu w dzienniku pracy aparatury.

W czasie pracy prowadź szczegółowe notatki w swoim zeszycie laboratoryjnym i notatniku elektronicznym, tak by można było odtworzyć wszystkie kroki i wartości parametrów przeprowadzanych eksperymentów

Opracowanie wyników

- Korzystając z dostępnego w pracowni oprogramowania należy dokonać identyfikacji pierwiastków obecnych w próbce/próbkach stałych.
- Wykonać wykresy uzyskanych widm tak, aby widoczne były wszystkie interesujące aspekty danego widma. Opisać zaobserwowane piki podając pierwiastek i oznaczenie przejścia (np. $FeK\alpha$).
- W przypadku wykonywania ilościowej analizy roztworów należy wykonać krzywą kalibracyjną z pomiarów intensywności wybranego piku dla serii przygotowanych roztworów wzorcowych.
- Uzyskane wyniki porównać z danymi dostępnymi z innych źródeł (np. stron internetowych odpowiednich mennic).



Rysunek 1: Stanowisko pomiarowe

Przygotowując raport końcowy z ćwiczenia (sprawozdanie) proszę pamiętać o: uzasadnieniu przyjętych metod opracowania wyników, dyskusji zgodności uzyskanych wyników z danymi literaturowymi (w tym przypadku proszę pamiętać o podaniu źródła) lub przewidywaniami oraz napisaniu abstraktu (streszczenia) i podsumowania. Zalecane jest przygotowanie sprawozdania według szablonu załączonego w materiałach dostępnych po zalogowaniu.

Literatura

- [1] D. Halliday, R. Resnick, J. Walker, *Podstawy fizyki*, tom 5, Wydawnictwo Naukowe PWN, W-wa 2003.
- [2] L.V. Azaroff, *Spektroskopia promieniowania rentgenowskiego*, PWN, W-wa 1980.
- [3] Z.Bojarski, E.Łągiewka, *Materiały do ćwiczeń z rentgenowskiej analizy strukturalnej*, (do wypożyczenia w IIPF, z szafki w F-2-13): Zeszyt 1 (szczególnie rozdział 4 o BHP)
- [4] Materiały na stronie internetowej Pracowni dostępne po zalogowaniu