

Rentgenowska spektroskopia fluorescencyjna jako metoda badania składu pierwiastkowego próbek

Bernadetta Pasternak

opiekun naukowy: dr Teresa Jaworska-Gołąb



Wydział Fizyki, Astronomii i Informatyki Stosowanej UJ

Motywacja

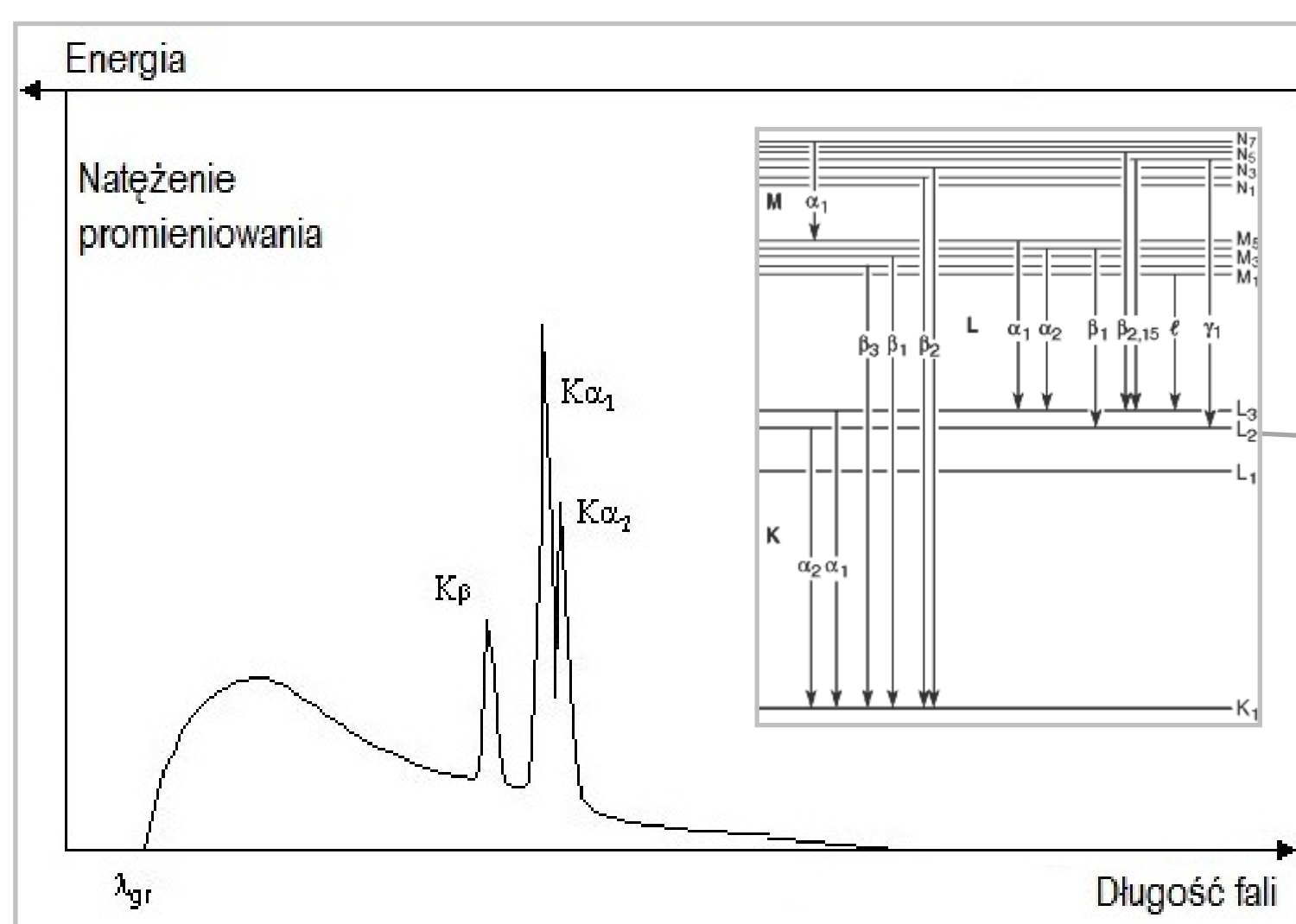
Rentgenowska spektroskopia fluorescencyjna (XRF) jest techniką, która pozwala na jakościową i ilościową analizę składu pierwiastkowego próbki. Wykonanie pomiaru jest możliwe w sposób szybki i nieniszczący, dlatego metoda ta znajduje zastosowanie w badaniach naukowych oraz innych dziedzinach,

jak np. ochrona środowiska, geologia, konserwacja dzieł sztuki, kryminalistyka, metalurgia [1].

Celem eksperymentu było wykorzystanie metody XRF do określania i porównania składu pierwiastkowego, różniących się wizualnie, sproszkowanych skorup jaj kurzych.

Podstawy fluorescencji rentgenowskiej

Podczas naświetlania próbki promieniowaniem rentgenowskim z wewnętrznych powłok elektronowych wybijane są elektrony. Powstają dziury elektronowe, które są zapełniane elektronami z wyższych powłok. Towarzyszy temu emisja promieniowania X o energii charakterystycznej dla danego pierwiastka, na podstawie czego jest on identyfikowany. Skład ilościowy określany jest za pomocą pomiaru intensywności linii charakterystycznych dla danego pierwiastka [1-3].



Rys.1. Widmo promieniowania ciągłego i charakterystycznego [4], we wstawce schemat powstawania linii emisyjnych [5].

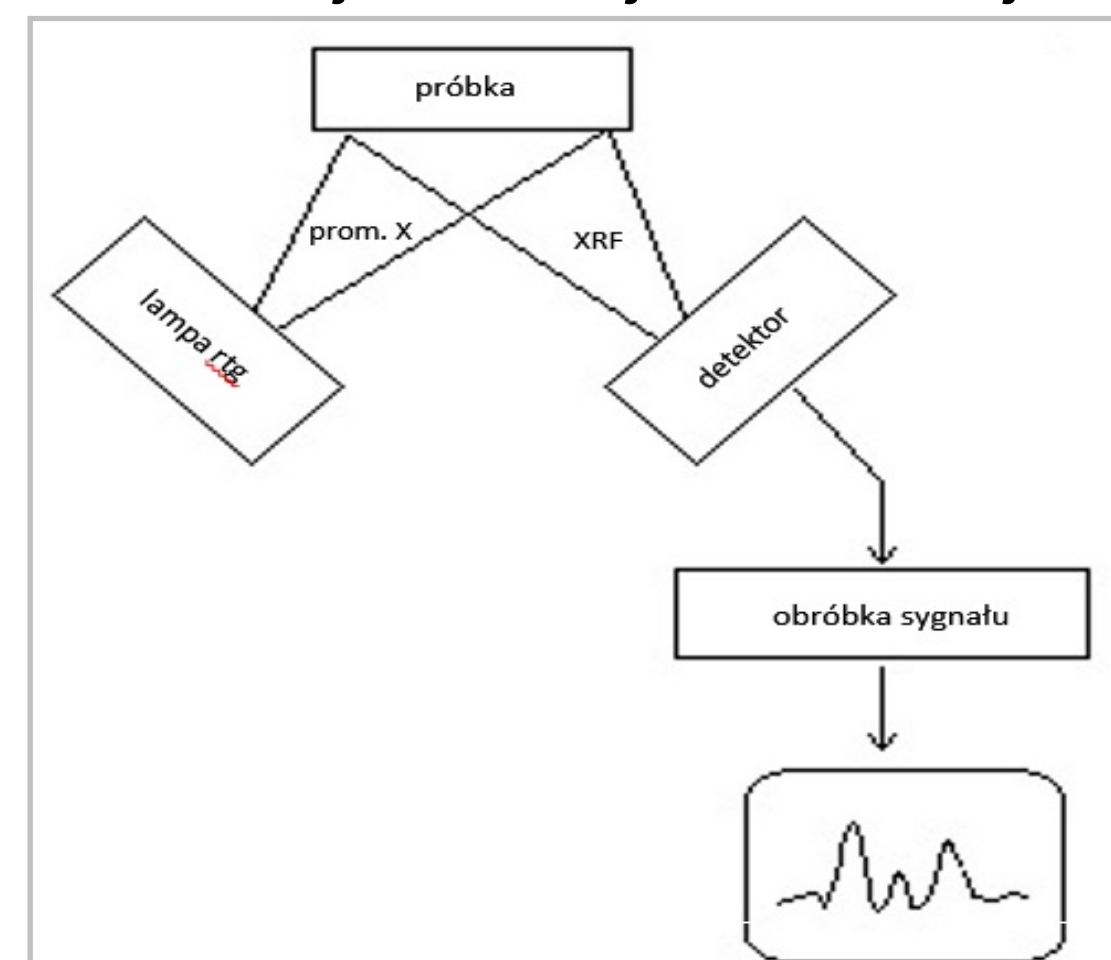
Układ pomiarowy i badane próbki



Rys.2. Próbkki skorup jaj kurzych umieszczone w spektrometrze.

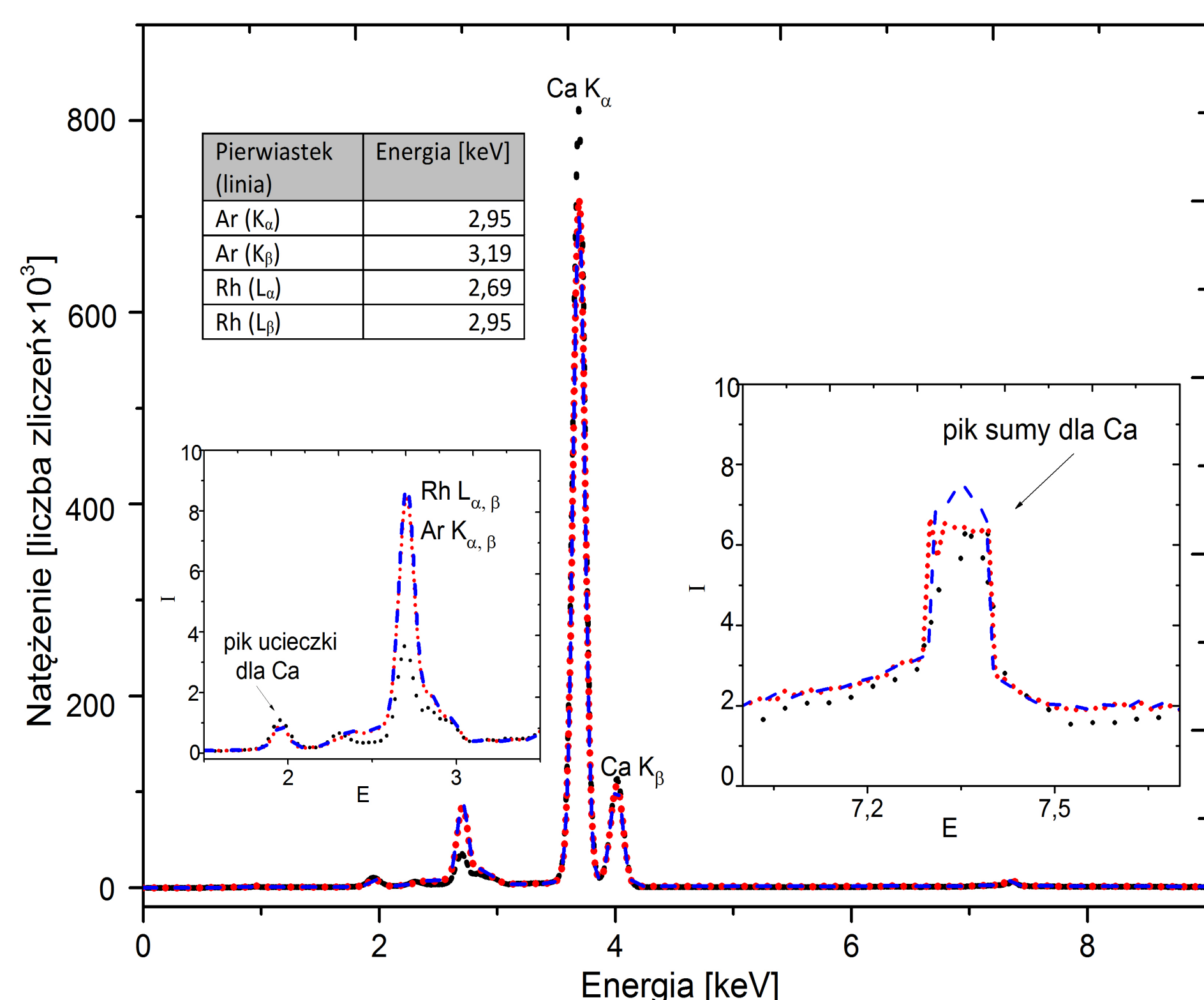
Pomiary wykonano używając spektrometru rentgenowskiego z dyspersją energii MiniPal4 (PANalytical) z lampą rodową, w powietrzu, bez filtra.

Badano jakie pierwiastki występują w skorupach jaj kurzych różniących się zabarwieniem. Pomiary prowadzone były dla trzech próbek: białej, beżowej i niebieskiej.



Rys.3. Schemat spektrometru EDXRF.

Analiza składu pierwiastkowego skorup jaj kurzych



Rys.4. Widma XRF sproszkowanych skorup jaj kurzych o różnym zabarwieniu.

--- biała skorupa

Pierwiastek (linia)	Natężenie [%]	Energia [keV]
Ca (K α)	100	3,69
Ca (K β)	14	4,02

..... beżowa skorupa

Pierwiastek (linia)	Natężenie [%]	Energia [keV]
Ca (K α)	88	3,69
Ca (K β)	14	4,00

--- niebieska skorupa

Pierwiastek (linia)	Natężenie [%]	Energia [keV]
Ca (K α)	86	3,69
Ca (K β)	13	4,01

Wartości tablicowe linii emisyjnych [5]:

Pierwiastek (linia)	Energia [keV]
Ca (K α)	3,69
Ca (K β)	4,01

Analizując zebrane widma XRF (rys.5) obecność rodu (promieniowanie charakterystyczne lampy rentgenowskiej z anodą Rh) oraz argonu (pomiar prowadzone były w powietrzu; zawartość Ar ok. 9340 ppm [6]), nieistotną z punktu widzenia składu próbki, eliminuje się na wstępnym etapie opracowania danych. Głównym składnikiem wszystkich badanych próbek jest wapń: identyfikujemy nie tylko linie CaK α i CaK β , ale też związane z nimi piki sumy i ucieczki. Na podstawie pomiarów przeprowadzonych w ramach ćwiczenia (w powietrzu i bez filtrów) nie możemy stwierdzić, że wapń jest jedynym składnikiem skorupek jaj kurzych.

Zabarwienie jaj ptasich związane jest głównie z zawartością porfiry (brązowe), biliwerdyny (zielonkawe-niebieskie) i związków pochodnych [7,8], w których skład wchodzi węgiel, azot i wodór – nie wykrywalne używanym w ćwiczeniu spektrometrem.

Literatura

- [1] M. West, A. T. Ellis, P. J. Potts, Ch. Strel, Ch. Vanhoof, D. Wegrzynek, P. Wobrauschek, *Atomic spectrometry update X-ray fluorescence spectrometry*, J. Anal. At. Spectrom., 25 (2010)1503-1545. DOI: 10.1039/c005501h.
- [2] Bojarski Z., Łągiewka E., *Materiały do ćwiczeń z rentgenowskiej analizy strukturalnej* (zeszyt 1), UŚ, Katowice 1982, s. 16- 40.
- [3] *Nieniszcząca analiza pierwiastkowa. Analiza cieczy i ciał stałych z użyciem fluorescencji rentgenowskiej z rozpraszaniem energii*, Wydział Chemii UJ, Zespół Kinetiki Reakcji Heterogenicznych, Analiza instrumentalna LABORATORIUM, <http://kinecat.pl/wp-content/uploads/2012/12/9.pdf>, dostęp maj 2016.
- [4] <http://if.pw.edu.pl/experiment/rentgen/page/2>; dostęp kwiecień 2016.
- [5] http://xdb.lbl.gov/Section1/Sec_1-2.html; dostęp maj 2016.
- [6] <https://pl.wikipedia.org/wiki/Powietrze>; dostęp maj 2016.
- [7] <http://www.papugi.dt.pl/kury/KolorySkorupek.asp>; dostęp maj 2016.
- [8] *Porfiry i pochodne* w: I. Żak, *Chemia medyczna*, Śląska Akademia Medyczna, Katowice 2001, <http://biochigen.slam.katowice.pl/podrecznik/17.pdf>; dostęp maj 2016.