

R3

BADANIE SKŁADU SUBSTANCJI STAŁYCH I CIEKŁYCH METODĄ RENTGENOWSKIEJ SPEKTROSKOPII FLUORESCENCYJNEJ (XRF)

CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z podstawami rentgenowskiej spektroskopii fluorescencyjnej oraz określenie składu pierwiastkowego wybranych substancji stałych i ciekłych.

APARATURA I PRZYRZĄDY

- Spektrometr rentgenowski z dyspersją energii MiniPal4 (PANalytical)
- Waga analityczna
- Pipety i szkło laboratoryjne

PROGRAM ĆWICZENIA

W wersji podstawowej określany jest skład pierwiastkowy wybranych monet oraz badane są wodne roztwory CuSO_4 o różnych stężeniach. Na podstawie pomiarów wykonanych dla roztworów sporządzana jest krzywa kalibracyjna. 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.

ZAGADNIENIA DO PRZYGOTOWANIA

1. Otrzymywanie i charakterystyka promieniowania rentgenowskiego:
 - widmo promieniowania rentgenowskiego (widmo ciągłe, widmo charakterystyczne).
 - lampy rentgenowskie.
2. Oddziaływanie promieniowania rentgenowskiego z materią.
3. Rentgenowska spektroskopia fluorescencyjna (XRF):
 - fluorescencja rentgenowska, efekt Augera, rozpraszanie Comptona
 - prawo Moseley'a
 - wydajność fluorescencji rentgenowskiej
 - widmo XRF i jego składowe
 - spektrometry XRF, analiza jakościowa i ilościowa
4. Elementy dozymetrii i przepisy BHP obowiązujące przy pracy z promieniowaniem rentgenowskim.

Literatura:

Załączone materiały oraz dowolne podręczniki z zakresu fizyki ciała stałego (w tym metod eksperymentalnych) i źródła internetowe, na przykład:

- L.V. Azaroff, *Spektroskopia promieniowania rentgenowskiego*, PWN, Warszawa 1980
- K. Janssens, *X-ray based methods of analysis*,
http://webhost.ua.ac.be/mitac4/ndbook_ch4.pdf
- D. Gosseau, *Principles of XRF spectrometry*,
http://users.skynet.be/xray_corner/xtb/index.html

PRZEBIEG EKSPERYMENTU

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

1. Przedyskutować program ćwiczenia z asystentem. Następnie, korzystając z dostępnej przy stanowisku pomiarowym instrukcji, wykonać pomiar dla wybranej monety i/lub innej próbki stałej i dokonać analizy uzyskanego widma.
2. Przygotować kilka (5-7) roztworów wodnych CuSO_4 o znanych stężeniach i wykonać pomiary widm XRF.

Pamiętaj o dokonaniu odpowiedniego wpisu w dzienniku pracy aparatury

WSKAZÓWKI DO OPRACOWANIA WYNIKÓW POMIARÓW

1. Korzystając z dostępnego w pracowni oprogramowania firmowego dokonać identyfikacji pierwiastków obecnych w próbce/próbkach stałych.
2. Na podstawie wyników uzyskanych dla roztworów o różnych stężeniach sporządzić krzywą kalibracyjną.

Przygotowując raport końcowy z ćwiczenia (sprawozdanie) proszę pamiętać o:

- uzasadnieniu przyjętych metod opracowania wyników,
- dyskusji zgodności uzyskanych wyników z przewidywaniami lub dostępnymi danymi literaturowymi (w tym przypadku proszę pamiętać o podaniu źródła),
- napisaniu abstraktu (streszczenia).

Zalecane jest przygotowanie sprawozdania według załączonego szablonu.