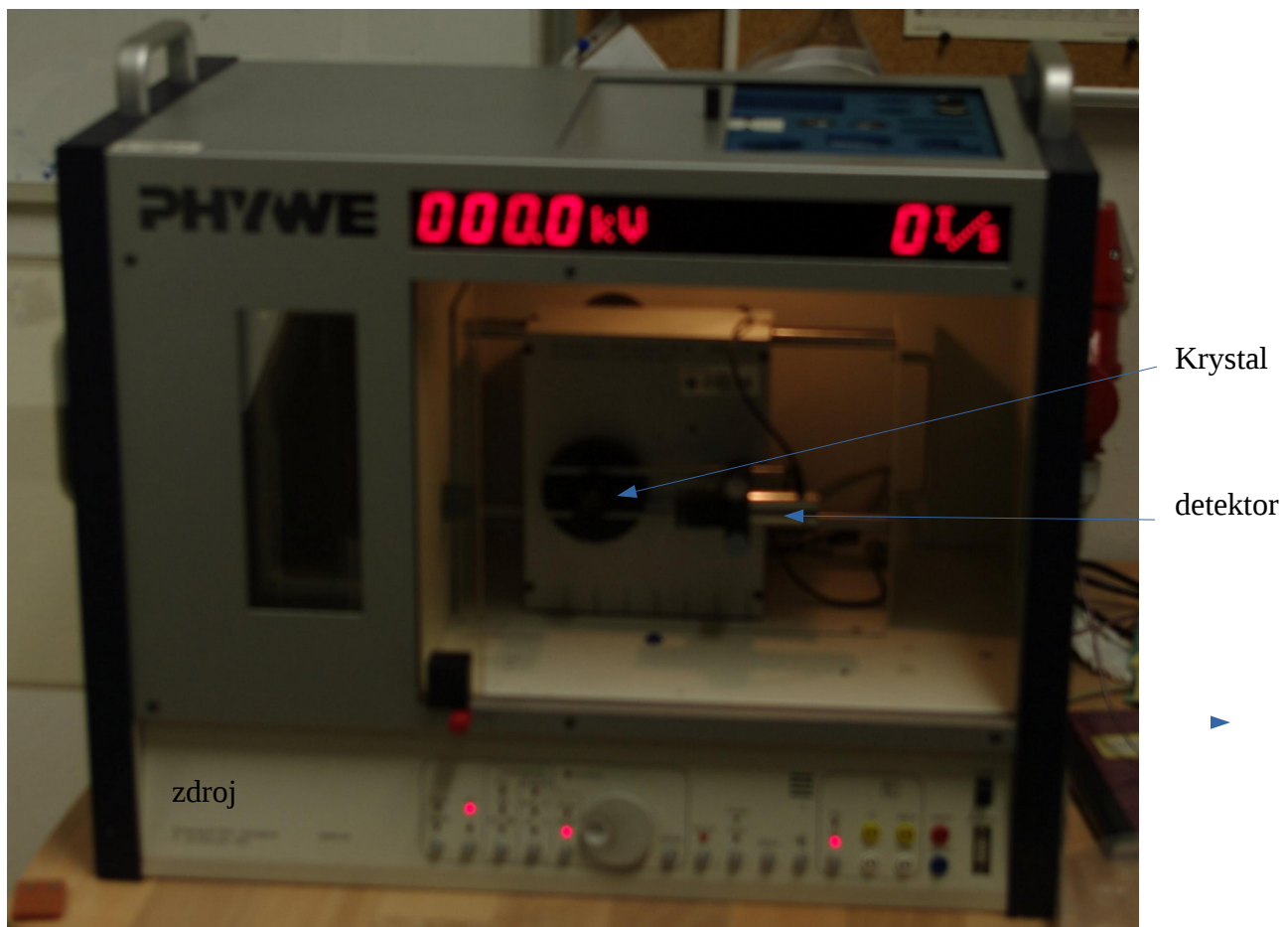


Určení chemického složení pomocí rentgenové fluorescence

Změřili jste spektrum rentgenového záření měděné rentgenky pomocí difrakce na krystalu LiF. Měřena byla úhlová závislost difraktované intenzity na monokrystalu s orientací (001). Difrakční úhel můžeme snadno přepočítat na vlnovou délku pomocí Braggovy rovnice, kam dosadíme mezivzrostnou vzdálenost $d=2,014 \text{ \AA}$, která odpovídá difrakci druhého řádu tedy 002, na kubickém plošně centrovaném krystalu LiF s mřížovým parametrem $a=4,028 \text{ \AA}$.

Přiloženy jsou dva soubory s naměřenými závislostmi difraktované intenzity záření z měděné rentgenky: bez filtru a s niklovým filtrem. Přepočtete z úhlové závislosti do závislosti na vlnové délce. Určete vlnové délky $K\alpha$ a $K\beta$ čáry. Podělením intenzity naměřené s filtrem intenzitou bez filtru získáme závislost propustnosti niklové fólie na vlnové délce. Určete polohu absorpční hrany niklu. Kterou spektrální čáru mědi niklový filtr absorbuje více a kterou méně?

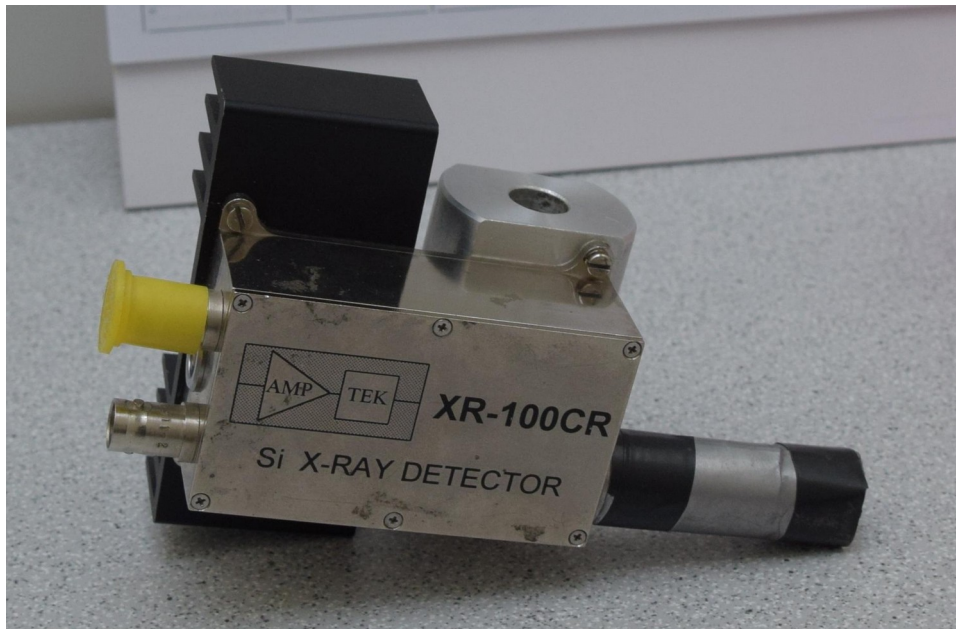


Obr. 1: Uspořádání pro měření spektra rtg záření

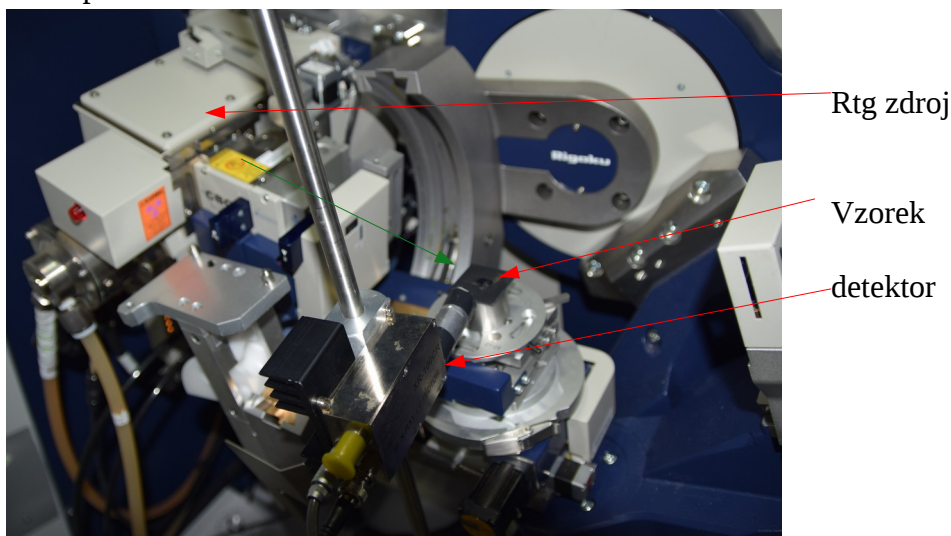
Dále jsou přiložena fluorescenční spektra naměřená pomocí polovodičového energiově disperzního detektoru. Jednak je přiloženo referenční fluorescenční spektrum měděné fólie a pak Vašeho vzorku. Referenční spektrum použijeme ke kalibraci energiové škály. V souboru je jeden sloupec dat – intenzita v závislosti na energii fotonu. Energie fotonu je přímo úměrná číslu řádku souboru podle vztahu $E=a+bn$, kde a a b jsou kalibrační parametry zařízení (v jednotkách energie – například eV) a n pořadí řádku. Dva parametry můžeme snadno určit kalibrací ze dvou spektrálních čar, k čemuž použijeme čáry

$K\alpha$ a $K\beta$ mědi ze souboru Cu. Takto získanou kalibrací můžeme přepočíst soubor s naším neznámým vyorkem do energiové škály a získat energie charakteristických čar chemických prvků obsažených v daném vzorku. Tabulku energií charakterických čar příkládám taktěž: table2-2.pdf.

V našem experimentálním uspořádání byla k excitaci použita molybdenová rentgenka a proto je horní mez detekovatelných spektrálních čar asi 16 keV (hlubší hladiny nelze molybdenovým zářením excitovat). Pro těžké prvky je možné místo K čar detekovat čary série L. Vždy by ve spektru měly být přítomné dvojice čar příslušného prvku $K\alpha$ a $K\beta$, případně $L\alpha$ a $L\beta$ – není možné aby jedna z dvojice čar chyběla. Rozlišení detektoru je asi 200 eV, menší rozdíly nejsou rozlišitelné. Spektrální čary s energií menší než 2 až 3 keV jsou velmi silně absorbovány ve vzduchu, již na několika centimetrech a v našem experimentu nejsou prakticky detekovatelné. Proto je možné, že ve Vašem vzorku nedetekujete lehký prvek, který je však přítomen. Například v KCl by byl rtg fluorescencí detekován je draslík K a nikoli chlor. V takovém případě je třeba porovnání s práškovou difrakcí.



Obr. 2: Energiově disperzní detektor.



Obr. 3: Energiově disperzní detektor v difraktometru.