

Количественный рентгенофлуоресцентный анализ растворов



Физика

Современная физика

Природа рентгеновского излучения и его применение



Уровень сложности

твёрдый



Размер группы

2



Время подготовки

45+ Минут



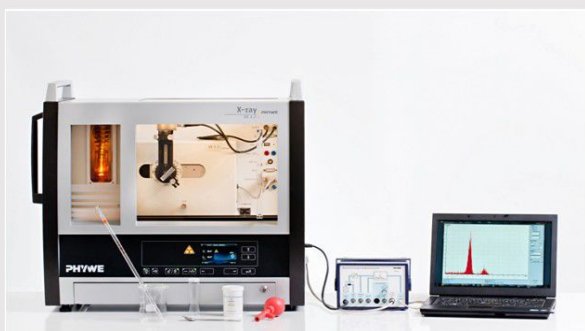
Время выполнения

45+ Минут

PHYWE
excellence in science

Общая информация

Описание

PHYWE
excellence in science

Экспериментальная установка

Большинство применений рентгеновских лучей основано на их способности проходить сквозь вещество. Поскольку эта способность зависит от плотности вещества, становится возможным получение изображений внутренних частей объектов и даже людей. Это находит широкое применение в таких областях, как медицина или безопасность.

Дополнительная информация (1/2)

PHYWE
excellence in science

Предварительные

знания



Предварительные знания, необходимые для этого эксперимента, приведены в разделе "Теория"

Принцип



Различные растворы с известной концентрацией элементов подвергаются полихроматическому рентгеновскому излучению. Энергия и интенсивность возникающего флуоресцентного излучения растворенных элементов анализируются с помощью полупроводникового детектора и многоканального анализатора. Для определения концентрации неизвестных элементов в растворах проводится калибровка. Для этого известные концентрации элементов в калибровочном растворе наносят на график в зависимости от соответствующих интенсивностей флуоресценции растворенных элементов

Дополнительная информация (2/2)

PHYWE
excellence in science

Обучение

цель



Задачи

Цель этого эксперимента - исследовать спектры флуоресцентного излучения.

1. Откалибруйте детектор энергии с помощью характеристического излучения вольфрамовой рентгеновской трубки.
2. Запишите спектры флуоресценции растворов бромида калия с различными уровнями концентрации.
3. Определите на основе спектров интенсивность характеристического излучения брома.
4. Создайте калибровочную функцию, основанную на значениях концентрации, а также интенсивности соответствующего флуоресцентного излучения.

Инструкции по технике безопасности



При работе с химическими веществами следует надевать соответствующие защитные перчатки, защитные очки и подходящую одежду.

Подробные инструкции по технике безопасности приведены в приложении.

Теория

Рентгенофлуоресцентный анализ используют для определения элементов и уровней их концентрации в жидкостях. Метод может быть применен, например, для определения уровня концентрации тяжелых металлов в сточных водах. Чтобы определить концентрацию элементов в образце с помощью рентгенофлуоресцентного анализа, сначала необходимо провести качественный анализ. При определении линий флуоресценции следует учитывать, что релаксации, следующие за процессом первичной ионизации, возникают только в том случае, если они удовлетворяют квантово-механическим правилам отбора $\Delta j = 0, \pm 1$ и $\Delta l = \pm 1$ (j = полный угловой момент, l = орбитальный угловой момент). Следует отметить, что каждый элемент имеет группы рентгеновских линий, имеющие определенное соотношение интенсивности. Если рассмотреть теперь конкретную линию как K_{α} -линию элемента, то должна быть возможность обнаружить соответствующую K_{β} -линию в правильном соотношении интенсивности при условии, что она не перекрывается линией другого элемента. Когда линии были присвоены элементам, то по их интенсивности можно сделать выводы о концентрации элементов. В целом, матричные эффекты затрудняют прямое определение концентрации, поскольку флуоресцентное излучение, стимулированное первичным излучением, зависит не только от концентрации элемента, но и от комбинации элементов. Например, если изменить растворитель, то интенсивность флуоресценции анализируемого элемента может отличаться, даже если его концентрация одинакова.

Оборудование

Позиция	Материал	Пункт No.	Количество
1	XR 4.0 X-ray Базовая рентгеновская установка, 35 кВ	09057-99	1
2	XR 4.0 X-ray Гониометр для рентгеновской установки, 35 кВ	09057-10	1
3	XR4 Съёмная рентгеновская трубка Plug-in Cu tube	09057-51	1
4	XR 4.0 X-ray Рентгеновский анализ материалов, расширение	09165-88	1
5	Бромид калия, 100 г	30258-10	1

PHYWE
excellence in science



Подготовка и выполнение работы

Подготовка (1/2)

PHYWE
excellence in science

- Навинтите переходное кольцо на входную трубку детектора энергии и подключите сигнальный и питающий кабели к соответствующим портам детектора с помощью угловых штекеров.
- Подключите сигнальный и питающий кабели к соответствующим портам в экспериментальной камере рентгеновской установки. На рис.1 порт для сигнального кабеля обозначен красным цветом, а порт для кабеля питания - зеленым. Подключите внешние порты X RED рентгеновской установки (см. рис. 2) к многоканальному анализатору (MCA). Подключите сигнальный кабель к порту "Вход", а питающий кабель - к порту "Детектор энергии рентгеновского излучения" MCA.

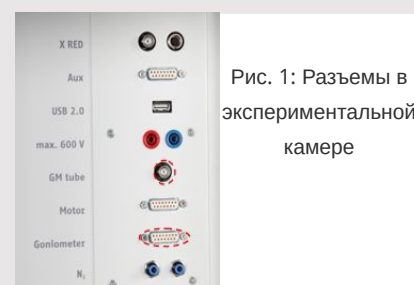


Рис. 1: Разъемы в экспериментальной камере



Рис. 2: Подключение многоканального анализатора

Подготовка (2/2)

PHYWE
excellence in science

- Закрепите детектор энергии в держателе поворотного кронштейна гониометра. Проложите два кабеля достаточной длины, чтобы гониометр можно было свободно поворачивать во всем диапазоне.
- Соедините многоканальный анализатор и компьютер с помощью USB-кабеля.
- Вставьте трубку с 2-мм отверстием.
- Переместите блок гониометра и детектор в соответствующие крайние положения слева. Установите детектор в положение 90° в режиме связи 1: 2 (рис. 3).

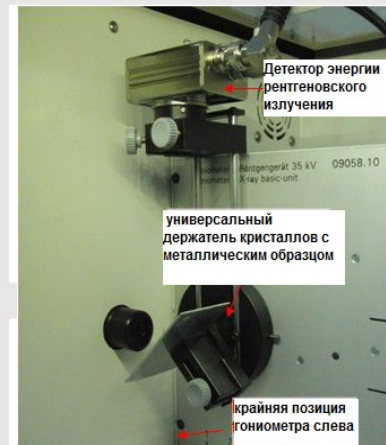


Рис. 3: Установка гониометра

Выполнение работы (1/5)

PHYWE
excellence in science

- Переместите блок гониометра и детектор в соответствующие крайние положения справа.
- Вставьте трубку с отверстием 1 мм в отверстие перед рентгеновской трубкой.
- Включите рентгеновскую установку и заблокируйте дверцу, переведите детектор в положение 0° . Затем сместите детектор на несколько десятых градуса из нулевого положения, чтобы уменьшить общую скорость.
- Рабочие характеристики вольфрамовой или медной рентгеновской трубки: Выберите анодное напряжение $U_A = 25 \text{ кВ}$ и анодный ток $I_A = 0,02 \text{ мА}$ и подтвердите эти значения нажатием кнопки "Enter".
- Включить рентгеновское излучение

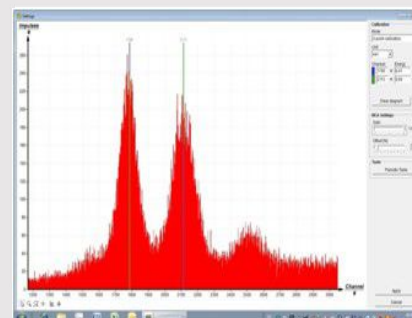


Рис. 4: калибровка многоканального анализатора

Выполнение работы (2/5)



- В программе MEASURE выберите "Многоканальный анализатор" в разделе "Датчик". Затем выберите "Настройки и калибровка". После нажатия кнопки "Калибровка" можно измерить спектр. Скорость счета должна быть < 300 имп/с. Настройки калибровки по энергии: - калибровка по 2 точкам, - единица измерения = кэВ, усиление = 2 - установите смещение так, чтобы подавить низкоэнергетические сигналы шума (обычно достаточно нескольких процентов), см. рис. 6.
- Время измерения: 5 минут. Используйте таймер рентгеновской установки.
- Сделайте две цветные калибровочные линии совпадающими с центрами линий двух характеристических рентгеновских линий. Соответствующие значения энергии (см., например, P2544705) $E(L_3M_5/L_3M_4) = 8,41 \text{ кэВ}$ и $E(L_2N_4) = 9,69 \text{ кэВ}$ вводятся в соответствующие поля, в зависимости от цвета. (Примечание: Поскольку разделение линий L_3M_4 и L_3M_5 не представляется возможным, в качестве энергии линии вводится среднее значение обеих линий).
- Назовите и сохраните калибровку.

Выполнение работы (3/5)



Подготовка пробы

Для проведения двух серий измерений необходимо приготовить два исходных раствора с разными начальными концентрациями. Для этого добавьте около 10 г KBr в 100 мл воды и около 65 г KBr в еще 100 мл воды. Взвешенные отдельно порции бромид калия поместите в мензурки, предварительно наполненные 100 мл воды. Перемешайте стеклянной палочкой, чтобы полностью растворить бромид калия.

Теперь приготовьте разбавленные растворы на основе исходного раствора 1. Чтобы приготовить определенным образом 10 мл, используйте одну пипетку для воды и одну для раствора (прикрепляйте шарик пипетки поочередно). Пипетки откалиброваны для подачи. Залейте обе жидкости в пробирку с защелкивающейся крышкой. Важно тщательно перемешать новый раствор. Затем заполните пластиковые кюветы смешанными растворами на 3/4. Для второй серии измерений растворы с меньшей концентрацией должны быть приготовлены таким же образом, только на этот раз на основе исходного раствора 2.

Выполнение работы (4/5)

Запись спектра

- Вставьте трубку с отверстием 2 мм.
- Переместите блок гониометра и детектор в соответствующие крайние положения слева. Установите детектор в положение 90° в режиме сопряжения 1:2.
- Вставьте металлический образец с помощью универсального держателя кристаллов (образец под углом 45°).
- Рабочие характеристики молибденовой или медной рентгеновской трубки: отрегулируйте анодное напряжение $U_A = 35 \text{ kV}$ и анодный ток такой, что скорость счета составляет $\leq 200 \text{ имп/с}$.
- Время измерения: 10 минут (используйте таймер рентгеновской установки).

Выполнение работы (5/5)

Оценка кривых измерения

- Чтобы определить энергию линии, переключитесь с отображения полос на отображение кривых. Для этого нажмите "Параметры отображения", а затем "Интерполяция и прямые линии".
- Увеличить соответствующий участок линии с помощью функции масштабирования 
- Затем выберите участок кривой с помощью  Откройте окно "Полгонка функции", выберите "Масштабированное нормальное распределение" и подтвердите 
- Найдите центр тяжести линии нормального распределения с помощью функции "Анализ пиков"  или определите его с помощью функции "Обзор" 



Оценка

Задание 2

На рис. 5 показан спектр флуоресценции водного раствора бромида калия. На основе характеристических линий флуоресценции бромида калия на рис. 6 показан метод оценки этих кривых.

В таблице 1 приведено сравнение экспериментальных значений энергии линий и соответствующих табличных значений.

Линии 1 ($E = 7,5$ кэВ) и 2 ($E = 8,1$ кэВ) обусловлены никелем и медью. Рассеянное первичное излучение вызывает флуоресцентное излучение на материалах корпуса детектора. Это флуоресцентное излучение также обнаруживается детектором. Линия 5 ($E = 16,7$ кэВ) может быть отнесена к рассеянному Комптоном первичному K_{α} -излучению. Энергия характеристического флуоресцентного излучения калия близка к пределу чувствительности детекторов энергии, поэтому его невозможно идентифицировать в данном эксперименте из-за низкого уровня концентрации.

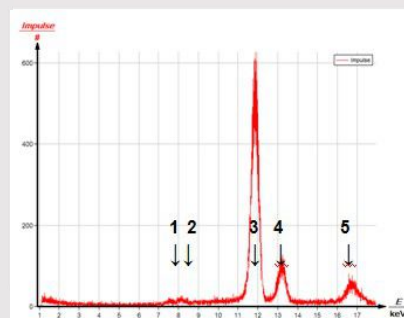


Рис. 5: Спектр флуоресценции раствора бромида калия

Задание 2 (часть 2)

PHYWE
 excellence in science

 Линия $E_{\text{экс}}$, кэВ $E_{\text{табл}}$, кэВ

3- K_{α}	11.90	11.92
4- K_{β}	13.26	13.29

Таблица 1: Энергия
линий
флуоресценции
брома

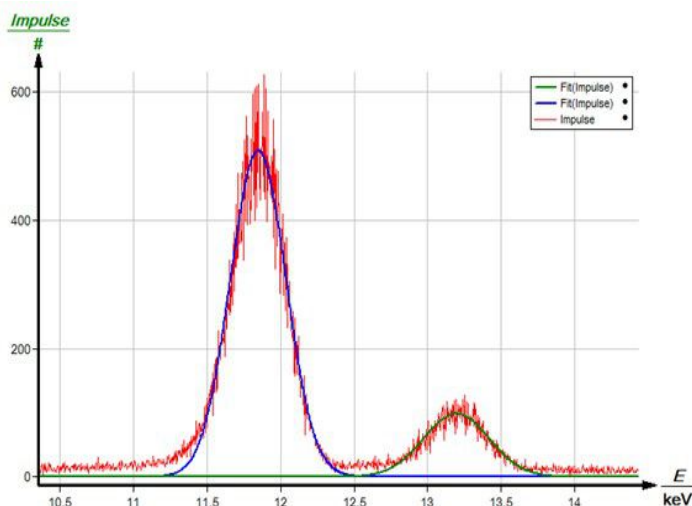


Рис. 6: Увеличенное изображение с подобранным нормальным распределением K_{α} - и K_{β} -линий брома.

Задание 3

PHYWE
 excellence in science

На рисунке 7 показан линейный ход интенсивности K_{α} -линии брома в зависимости от концентрации брома (с учетом фона) для не слишком сильно концентрированного раствора (измерение с исходным раствором 1). Теперь эту калибровку можно использовать для определения концентрации брома в других растворах брома. Нельзя считать, что эта калибровочная функция может быть использована для всех уровней концентрации. Как показывает оценка соответствующего измерения с насыщенным исходным раствором 2 (рис. 8), функции калибровки применимы к жидкостям только в ограниченной степени. В случае сильно насыщенных растворов линейная связь между интенсивностью и концентрацией нарушается матричными эффектами.

Рис. 7:
Калибровочная
функция
раствора KBr
низкой
концентрации

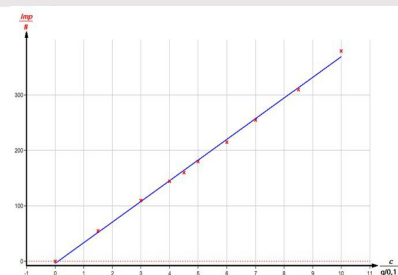
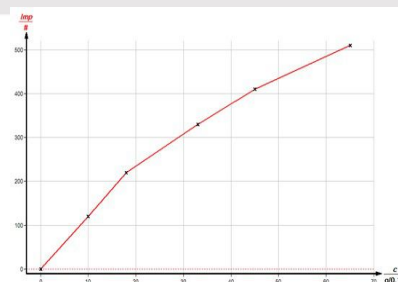


Рис. 8:
Калибровочная
функция раствора
 KBr высокой
концентрации





Приложение

Информация о безопасности

Символ опасности, сигнальное слово	Краткая характеристика опасности	Меры предосторожности
Бромид калия (KBr)		
	H315: Вызывает раздражение кожи	
	H319: Вызывает серьезное раздражение глаз	P261: Избегайте вдыхания пыли / дыма / газа / тумана / паров / аэрозолей.
	H335: Может вызвать раздражение	P305 + P351 + P338: При попадании в глаза: осторожно промыть глаза водой в течение нескольких минут. Снимите контактные линзы, если они есть, и это легко сделать. Продолжайте промывание