

Využití radionuklidové rentgenfluorescenční analýzy při studiu památek

N. Hlaváčová, Gymnázium Olomouc, Čajkovského 9
NikolaHlavacova@anubis.cz
P. Vanický, Gymnázium Broumov
Vanicky.P@seznam.cz

Abstrakt:

Radionuklidová rentgenfluorescenční metoda slouží k určení prvkového složení vzorků a jejich porovnání. Metoda je významná tím, že při jejím použití nedochází k poškození měřených vzorků, proto ji můžeme využít ke zkoumání a ověřování pravosti historických památek. Přitom se využívá charakteristického složení materiálů (např. barev) používaných v dané době.

Ze známého složení úlomků cihel z archeologických vykopávek můžeme určit, pocházejí-li ze stejné lokality či nikoliv nebo jiné zajímavosti.

1 Úvod do teorie

Jednou z významných spektrometrických metod je radionuklidová rentgenfluorescenční analýza, která používá charakteristické záření vybuze­né ze vzorku k určení přítomnosti zájmových prvků.

Tato metoda pracuje na principu použití zdroje budícího záření (radionuklidu) a detektoru, který snímá charakteristické záření. Záření dopadající na vzorek je v něm částečně absorbováno, dochází k tzv. fotoefektu, nebo se na vzorku rozptýlí. Při fotoefektu se vyrazí elektron z vnitřní slupky elektronového obalu a volné místo je zaplněno přeskokem elektronu z některé vnější slupky. Při vyrovnávání vazebných energií dojde k vyzařování kvanta energie, kterou snímáme detektorem. Toto záření nazýváme charakteristické rentgenovské záření. Zákon, který objevil H. G. J. Moseley, vyjadřuje závislost mezi energií jednotlivé čáry a protonovým číslem atomu prvku, v jehož elektronovém obalu došlo k fotoefektu. Můžeme ho zapsat ve tvaru:

$$E \cong K (Z - b)^2$$

K, b - konstanty

Z - protonové číslo

E - energie čáry v dané sérii, této sérii odpovídá hodnota K

Ke každému Z atomu prvku je přiřazena energie čáry, která je prvkem emitována. Tyto hodnoty jsou zaneseny v tabulkách. Proto můžeme po změření spektra z energií čar určit jaké prvky jsou ve vzorku zastoupeny.

Jako zdroje záření se nejčastěji používají radionuklidové zdroje ^{55}Fe , ^{238}Pu , ^{109}Cd , ^{241}Am a ^{57}Co . Každý z těchto zdrojů vybuzuje prvky o určitém rozmezí protonových čísel.

Při volbě zdroje požadujeme, aby energie budícího záření ležela nad absorpčním prahem sledovaného prvku. Jestliže je rozdíl těchto energií příliš velký, klesá účinnost buzení.

2 Analýza cihel

Úkol

Naším úkolem bylo zjistit prvkové složení cihel.

Cihla 1- 1. století n. l. z Arca di Ricarda (Terst)

- pochází z uzávěru vodovodního kanálu

Cihla 2- 1. století n. l. z Arca di Ricarda (Terst)

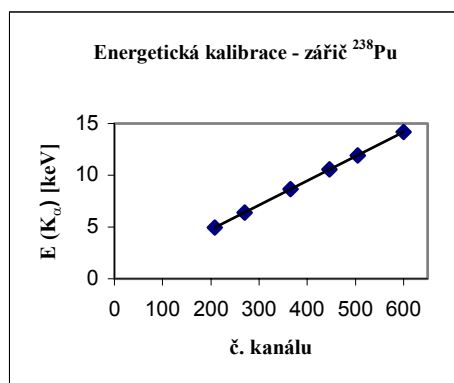
Kalibrace

K měření jsme použili aparaturu sestavenou z mnohokanálového analyzátoru, polovodičového detektoru Si (Li) se zabudovaným předzesilovačem a měřicí hlavicí, spektrometrického zesilovače a osobního počítače. Tuto aparaturu jsme zapojili do zdroje vysokého napětí. Jako zářič jsme použili ^{238}Pu , které emituje primární záření v energetickém intervalu 13 - 21 keV a lze ho využít k buzení charakteristického záření u prvků se Z do 39.

Před samotným měřením bylo nutné provést energetickou kalibraci pomocí kalibrační destičky o známém prvkovém složení. Provedli jsme s ní měření a analyzátor přiřadil jednotlivé píky k jednotlivým kanálům. Neboť jde o známé prvky, u nichž najdeme energii čar v tabulkách, a energie čar je lineárně závislá na kanálech, spočítali jsme kalibrační rovnici, která přiřazuje k jednotlivým kanálům příslušné energie. Sestrojili jsme graf závislosti energie na kanálech, čímž jsme dokázali, že jde o lineární závislost.

$$E = a \cdot CH + c$$

prvek	č. kanálu	E (K_{α}) [keV]
V	208	4,952
Fe	270	6,403
Zn	365	8,638
As	446	10,543
Br	505	11,923
Sr	600	14,164



Kalibrační rovnice:

$$E = 0,023523 \cdot CH + 0,051864 \text{ keV}$$

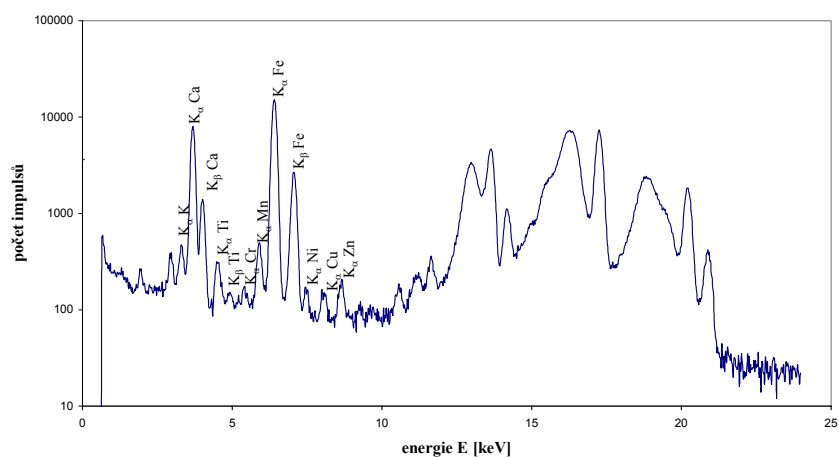
E - energie čáry

CH - č. kanálu

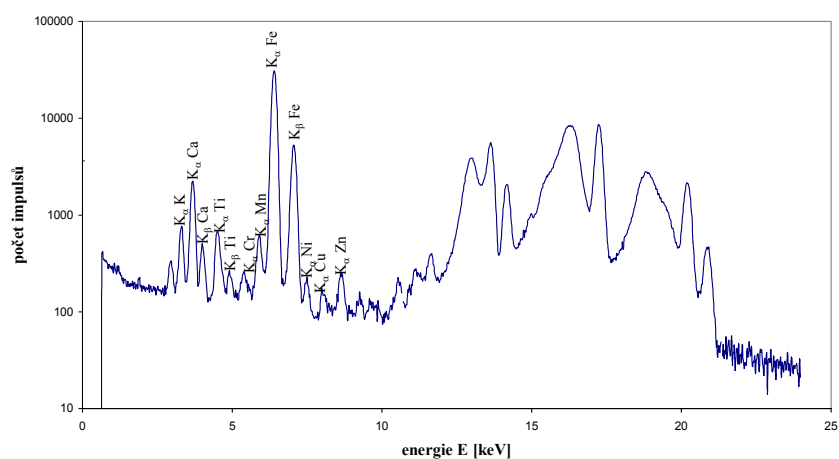
Vlastní měření

Změřili jsme spektra vzorků cihel o neznámém prvkovém složení. Každý vzorek jsme měřili jednu hodinu. Naměřená spektra jsme nahráli do počítače a zpracovali do grafů.

Cihla 1 (osa y v logaritmickém měřítku)



Cihla 2 (osa y v logaritmickém měřítku)



Z energie spektrálních čar jsme určili prvky obsažené ve vzorcích a z plochy píků jsme zjistili jejich poměrné zastoupení.

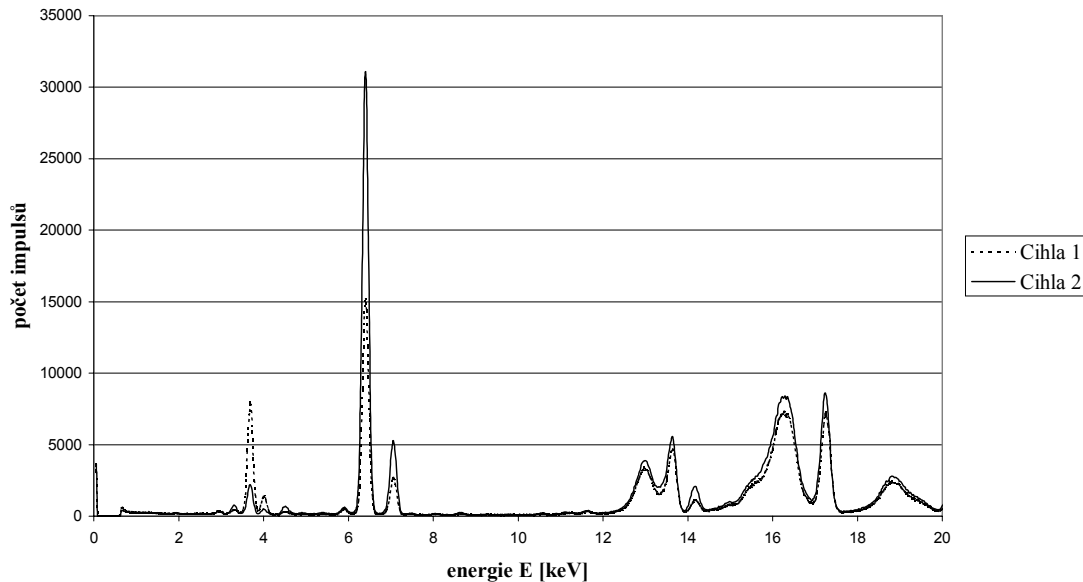
Zastoupení prvků ve vzorcích cihel

Prvek	E [keV]		Plocha píku	
	$K_{\alpha 1}$	$K_{\beta 1}$	cihla 1	cihla 2
K*	3,313	-	4505	6707
Ca	3,691	4,012	66196	21671
Ti	4,51	4,931	5771	10677
Cr*	5,414	-	1818	2875
Mn*	5,898	-	5335	6873
Fe	6,403	7,057	141510	285177
Ni	7,477	8,264	1799	2990
Cu	8,047	8,904	2630	2683
Zn	8,638	9,571	2551	2993

* U těchto prvků nebyly nalezeny píky $K_{\beta 1}$.

Z tabulky vidíme, že poměrné zastoupení prvků určené plochou píků se liší. V obou měřeních jsme zachovali stejné podmínky (detektor, zářič, geometrické podmínky, doba měření), proto můžeme výsledky srovnávat. Pro lepší názornost uvádíme společný graf obou cihel.

Porovnání obou cihel



3 Shrnutí

V obou cihlách převažuje obsah vápníku a železa. V menším množství jsou zde zastoupeny draslík, titan, chrom, mangan, nikl, měď a zinek. První cihla pochází z uzávěru vodovodního kanálu, což také dokazuje větší obsah vápníku. Na rozdíl od druhé cihly má však menší obsah železa.

Z naměřených hodnot by se dala vyčíst i přítomnost argonu, ten však nebyl obsažen ve vzorcích, nýbrž v okolním vzduchu. Také mezi hodnotami 13 - 21 keV můžeme vidět píky, ty jsou způsobeny zpětným rozptylem samotného zářiče, který září právě v tomto intervalu.

Poděkování

Děkujeme RNDr. Lence Černé za všestrannou pomoc při práci na projektu.

Reference:

1. Doc. Ing. Karel Matějka Csc.: *Vybrané analytické metody pro životní prostředí*
2. Prof. Ing. Ladislav Musílek: *Využití ionizujícího záření ve výzkumu*