

Rentgenofluorescenční analýza

Petr Koza
Gymnázium Plasy, Plasy
koza.p@seznam.cz

Eva Hrdličková
Gymnázium Šumperk, Šumperk
e.hrdlickova@seznam.cz

Adéla Hrdličková
Gymnázium Šumperk, Šumperk
hrdlickova.adela@seznam.cz

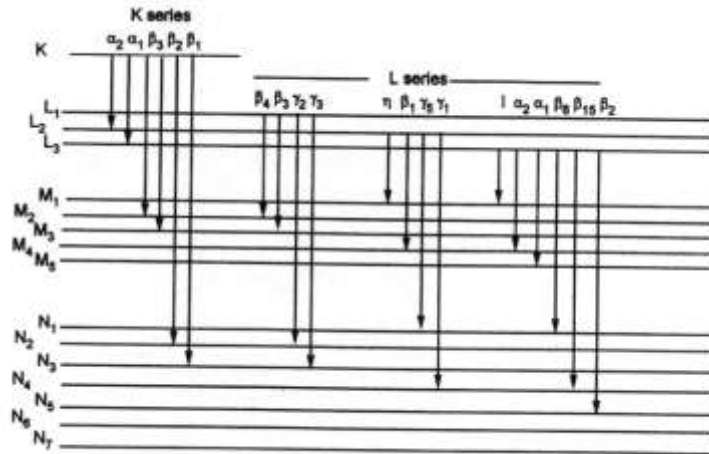
Abstrakt:

Článek je zaměřen na porovnání složení různých druhů mosazi a naší dvacetikoruny. Dále se také zabývá složením modrého barviva z keramického střepu, černého a červeného barviva z pergamenu pravděpodobně Desek zemských.

1 Úvod

Rentgenofluorescenční analýza využívá charakteristické záření vybuze­né rentgenovým zářením. Tento princip je poměrně jednoduchý a rychlý a díky tomu se uplatňuje například při zkoumání památek, historických předmětů a jejich fragmentů. Zde je klíčová i nedestruktivnost metody. Je využívána dále například v geologii, archeometrii, biologii, těžbě a průmyslu.

Rentgenofluorescenční analýza (RFA) je využívána k určení prvkového složení zkoumaných vzorků. V současné době lze detekovat touto metodou pouze prvky s protonovým číslem $Z > 10$; v praxi však $Z > 20$. RFA pracuje na principu fotoefektu, vakance a následného specifického záření každého prvku. Záření je způsobeno přechody elektronů do slupek K a L. Viz obr.1



Obr. 1 – přechody elektronů mezi slupkami el. obalu

2 Teorie

Záření vybuzeé rentgenovým zářením zachycuje křemíkový polovodičový detektor typu PN chlazený dusíkem zapojený v závěrném směru. Vybuzený elektron předá svou energii diodě, vznikne impuls, ten je zaznamenán. Do grafu je zaznamenávána jak energie, tak i počet odpovídajících impulsů.

Zdrojem rentgenového paprsku mohou být radionuklidy (^{238}Pu , ^{55}Fe , ...). Jejich výhodou je relativně nízká cena, lehká manipulace. Naopak nevýhodou je omezený rozsah energií. Jako další zdroj záření může být použita rentgenka nebo synchrotron, jehož negativem je vysoká cena.

Problémem RFA metody je zpětně rozptýlené záření ze zdroje, které zkresluje výsledky. Analýzou zjistíme jen prvkové, nikoli však molekulární a izotopové složení vzorku.

Velkou výhodou je nedestruktivnost, nízká cena, jednoduchá obsluha a univerzálnost. Z těchto důvodů se RFA používá především pro zkoumání historických předmětů.

3 Měření

Naše vzorky jsme vystavili záření radionuklidu ^{238}Pu . Vzniklé impulsy byly měřeny 300s. Energetická kalibrace byla provedena na destičce o známém složení.

Standard E /keV/		
	K_{α}	K_{β}
V	4,96	5,43
Fe	6,403	7,057
Zn	8,638	9,57
AS	10,543	11,75
Br	11,923	15,29
Sr	14,16	15,83

Obr.2. – Kalibrační destička



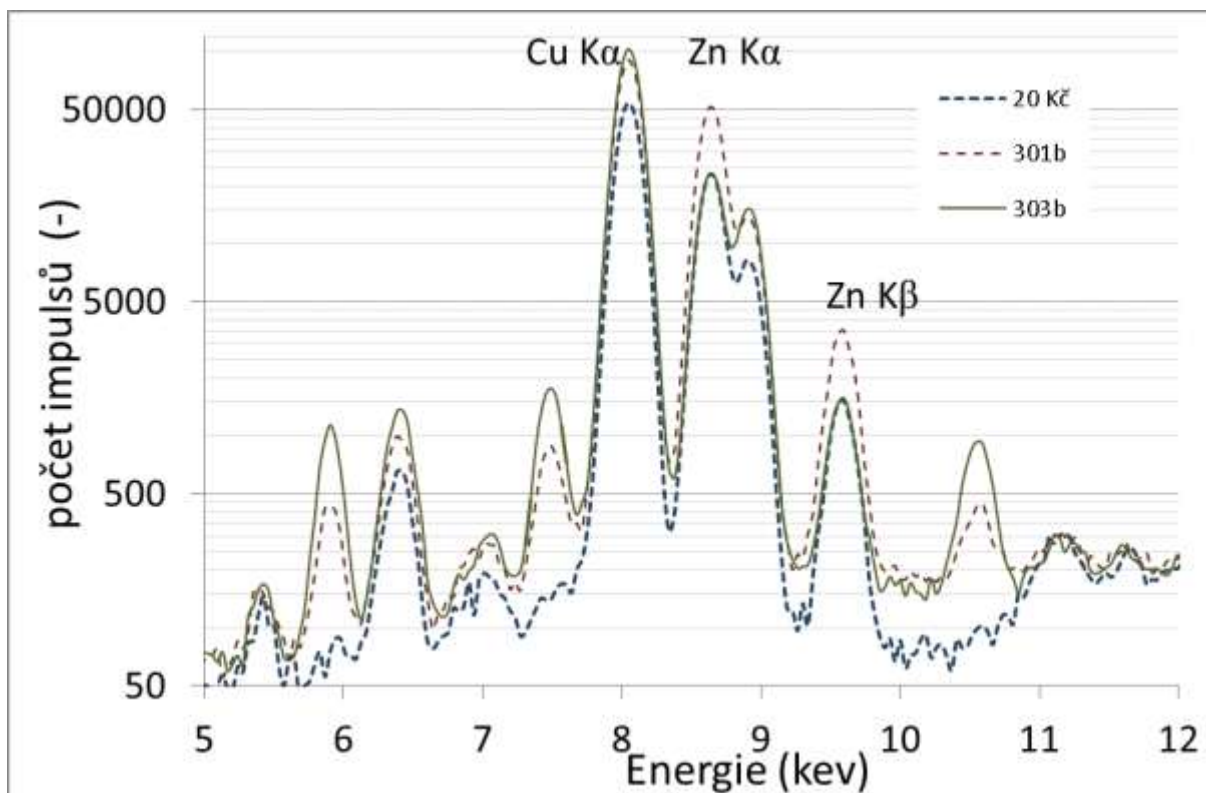
Obr.3. – Měřicí aparatura

3.1 Mosazné standarty a dvacetikoruna

Pomocí RFA analýzy jsme naměřily hodnoty obsahu pro zinek a měď čtyř mosazných standart a dvacetikorunu. Plochy píků jsme zjistily pomocí programu Axel. viz tabulka:

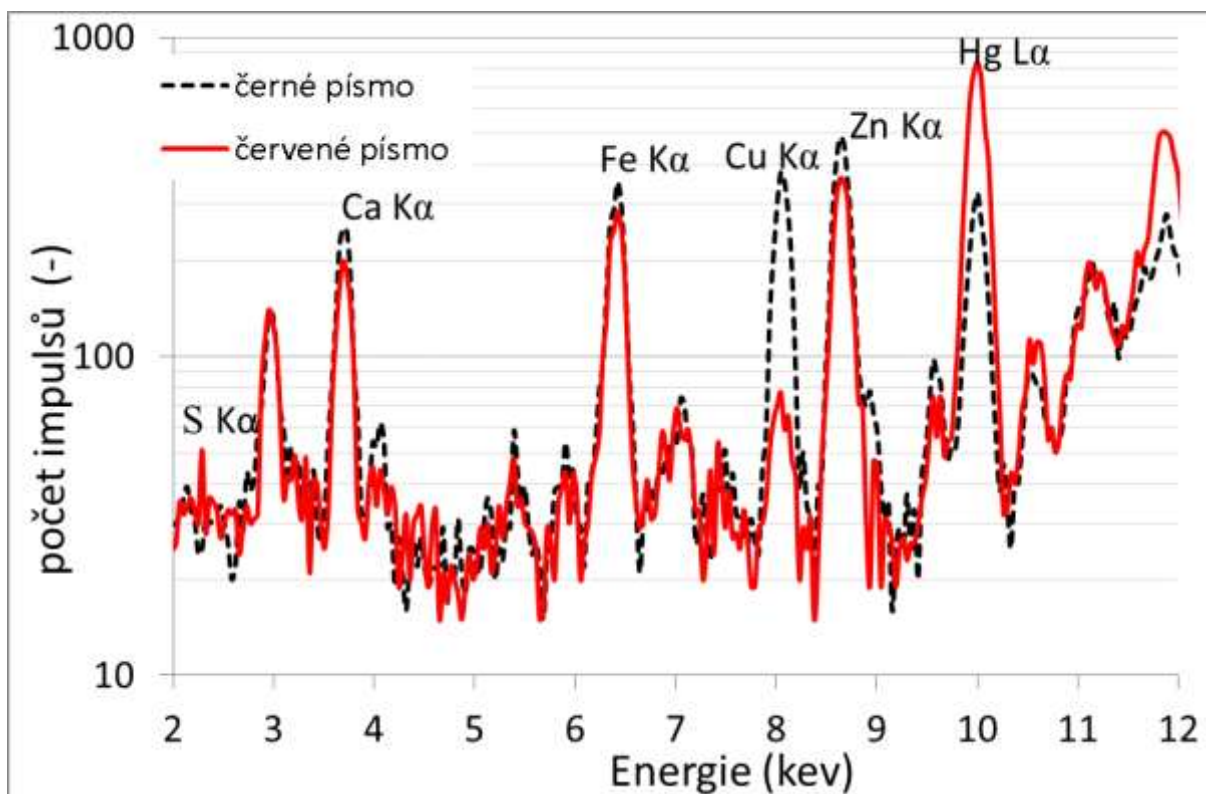
vzorek	plocha Cu	plocha Zn	poměr ploch Cu/Zn	poměr obsahů Cu/Zn	obsah Cu	obsah Zn
300b	438903	376735	1.17	1.46	58.70	40.20
301b	488234	286382	1.70	2.15	66.85	31.15
302b	517411	198281	2.61	3.38	72.75	21.50
303b	553766	128532	4.31	5.43	78.80	14.50
20 Kč	293149	128121	2.29	2.95	74.68	25.32

Pokusily jsem se ověřit poměr obsahu Cu a Zn: náš výsledek – 74,68 : 25,32, a Česká národní banka uvádí poměr 75 : 25 s tolerancí $\pm 1\%$. [4]



Graf 1. – Spektrum naměřené z dvacetikoruny křemíkovým deektorem.

3.2 Inkoust z pergamenu



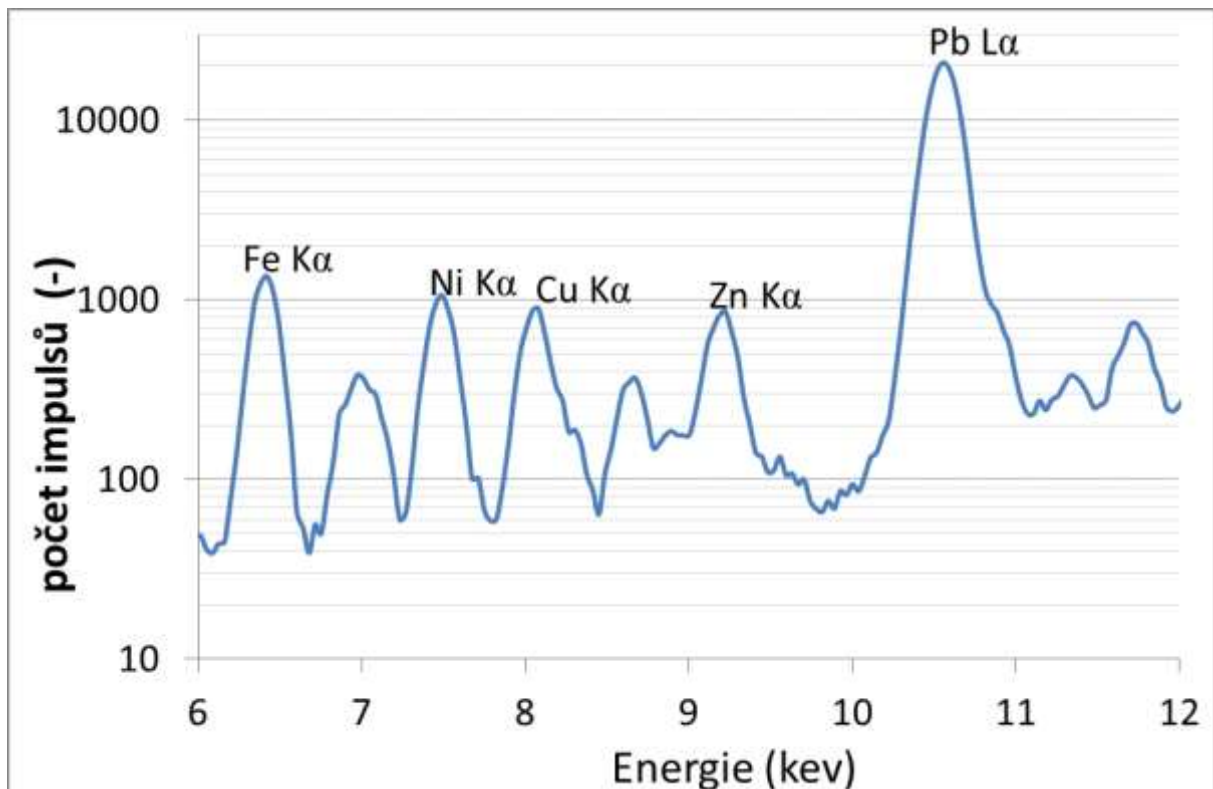
Graf 2. – Rozdíly složení červeného a černého inkoustu na pergamenu.

Jako červené barvivo byla s největší pravděpodobností použita rumělka HgS (sulfid rtuťatý). Černé barvivo obsahuje především měď. A vápník se ve spektru objevil, protože byl nejspíše součástí látky použité k jeho vybělení.



Obr.2- rukopis: Desky zemské (písmeno S je červené)

3.3 Keramický střep z 18. stol



Graf 3. – Spektrum keramického střepu s modrou glazurou



Obr. 3 – Střep

Na tento střep byla pravděpodobně použita barviva: modré – azurit (možno vydedukovat z obsahu mědi) $2\text{CuCO}_3 \cdot \text{Cu}(\text{OH})_2$, bílá barva obsahuje zinkovou bělobu. Glazura obsahovala olovo, což je typické pro danou dobu..

4 Závěr

Při naší práci jsme si vyzkoušeli měření i analýzu získaných dat. Samotné praktické využití RFA není náročné, ale o to složitější je analýza získaných dat.

Složení dvacetikoruny jsme měřili, aby jsem zjistili přesnost RFA. Měli jsem možnost porovnat získané hodnoty s hodnotami, které uvádí ČNB.

Zjištěním složení pigmentů inkoustu na rukopisu, jsme mohli zjistit, že jde pravděpodobně o originál z Desek zemských. Jsou zhruba známé doby, kdy se jaké pigmenty používaly.

Složení barev na střepu také zhruba vypovídá o jeho stáří.

Poděkování

Děkujeme především svým supervizorům Ing. P. Průšovi, Ing.T. Vrbovi a Ing. T. Trojkovi za pomoc při zpracování dat, pomoc při měření a zapůjčení techniky. A také Ing. V. Svobodovi CSc. za realizaci celého Týdne vědy.

Reference:

- [1] PRŮŠA, P.: *Rentgenofluorescenční analýza.ppt*
- [2] PRŮŠA, P.: *Rentgenofluorescenční analýza* Diplomová práce, FJFI ČVUT Praha, 2001
- [3] WIKIPEDIA.CZ, 21.6.2011; Heslo: rumělka
- [4] http://www.cnb.cz/cs/platidla/mince/mince_20czk.html, 21.6.2011