

Rentgenfluorescenční analýza

T. Kulatá

Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, Břehová 7, 115 19 Praha 1
terezakulata@centrum.cz

Abstrakt

Cílem experimentování bylo vyzkoušet si metodu rentgenfluorescenční analýzy na známých vzorcích a poté analyzovat neznámé předměty. Nejprve bylo provedeno měření známých standardů mosazi a bronzu, pak se analyzovaly mosazné části českých mincí – jejich složení odpovídalo deklarovaným hodnotám, dále historické mince s již známým složením. U neznámých předmětů šlo o plastický kryt mobilu, kde byl objeven titan použitý k dosažení bílé barvy, stříbrný prsten, v němž se stříbro potvrdilo, a hodinky, kde se stříbro také předpokládalo, ale objeveno bylo pouze železo a chrom. Výsledky práce byly prezentovány na mnoha místech a vzbudily zájem vědeckých pracovišť.

1 Úvod

Rentgenfluorescenční analýza je nedestruktivní metoda, pomocí které lze analyzovat materiál po chemické stránce a zjistit jeho prvkové složení. Jediné omezení je dostatečná energie fotonů vybuzených v materiálu primárním zářením, proto nelze použít pro H a He, dále pro prvky s protonovým číslem nižším než 20 – to jediné v prostředí vakua. Není vhodná pro analýzu organických materiálů. Zkoumaný předmět je ozařován primárním ionizujícím zářením, jehož zdrojem mohou být radionuklidy či rentgenka. Částice záření, konkrétně fotony, vyrazí elektron z některé vnitřní slupky obalu atomu ve vzorku. Dojde k přechodu elektronu z vyšší hladiny na uprázdněné místo, přičemž se vyzáří energie odpovídající hladinám, mezi kterými se elektron přemístil. Tato energie je uvolněna ve formě fotonu, který dopadá do detektoru, kde je tento impuls vyhodnocen. Může jít například o scintilační či polovodičový detektor. Využívá se tedy fotoelektrický jev. Výstupním zařízením celé aparatury je počítač, který po počáteční energetické kalibraci zaznamenává impulsy přímo do grafu závislosti počtu impulsů na energii. Z energie lze usuzovat na to, o který prvek jde, protože u každého dochází k přechodu elektronů mezi určitými hladinami, z počtu impulsů potom na množství daného prvku ve vzorku. Rentgenfluorescenční analýza je žádoucí metoda v případě, kdy se jedná o analýzu cenných předmětů, protože při ní není třeba odebírat vzorky – to mohou být například umělecká díla a jiné historické památky.

2 Experimentální uspořádání

V tomto případě šlo o aparaturu, která se skládala z rentgenky jako zdroje primárního záření a z polovodičového detektoru typu Si/Li. Výhodou rentgenky je minimální doprovodné záření, které např. při použití radionuklidů vzniká v důsledku nekoherentního Comptonova rozptylu. Další výhodou je úzký svazek vysílaných částic (zde konkrétně 1 mm^2), takže tok fotonů je dostatečně intenzivní a doba měření je 5 – 10 min, navíc se dají na vzorku dobře zaměřit detaily. Její nevýhodou je potřeba vysokého napětí a tedy objemnost celé aparatury.

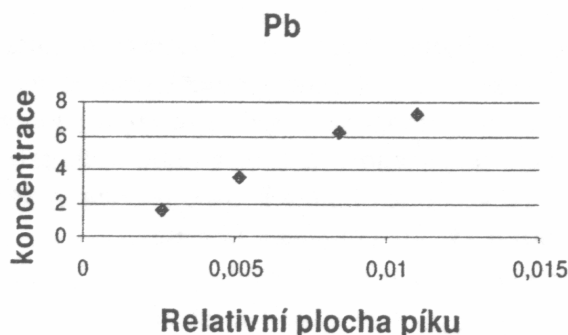
Narozdíl od radionuklidových zářičů s ní tedy nelze měřit v terénu. Polovodičový detektor Si/Li funguje na principu krátkodobého zvýšení proudu při průchodu fotonu ze vzorku oblastí P/N přechodu, kde se ionizací vytvoří pár elektron – díra. Je v porovnání s ostatními účinný, rychlý a má dobré rozlišení.

3 Výsledky

Nejprve byla provedena energetická kalibrace pomocí známých prvků Ca, Br a HgO. Potom byly měřeny kalibrační standardy mosazi a bronzu. Pro prvky objevené v bronzu byly sestaveny kalibrační křivky, jejichž průběh byl více méně lineární (jako např. na obr. 2), až na měď, jejíž relativní obsah ve vzorcích zůstával stejný, zatímco u ostatních prvků se měnil. Dále bylo měřeno složení české dvacetikoruny a mosazného středu padesátikoruny a výsledky byly srovnány s hodnotami deklarovanými Českou národní bankou (viz obr. 1).

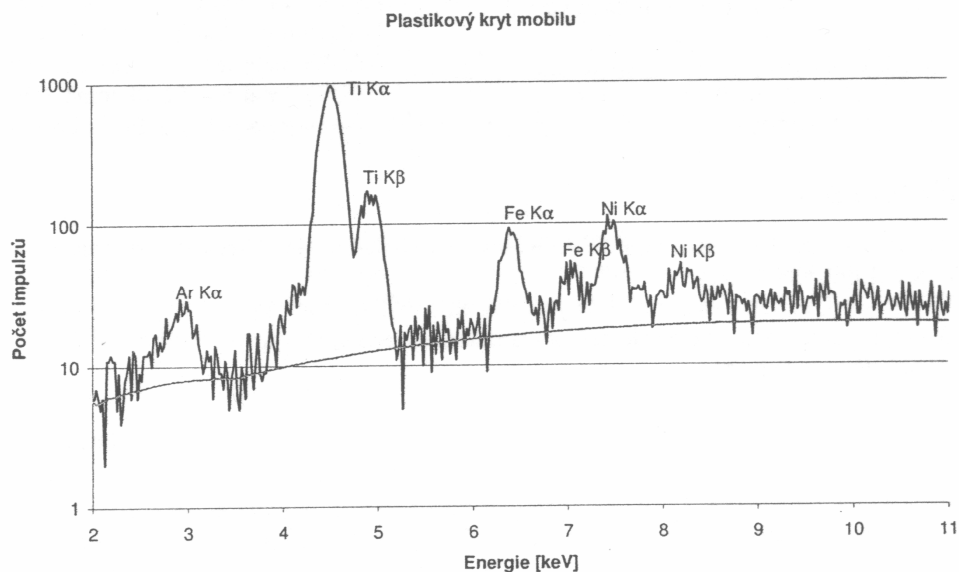
	deklarované hodnoty		naměřené hodnoty	
	Cu	Zn	Cu	Zn
50 Kč střed	75	25	78,2	21,8
20 Kč	75	25	77,2	22,8

Obr. 1: Srovnání deklarovaných a naměřených hodnot u českých mincí

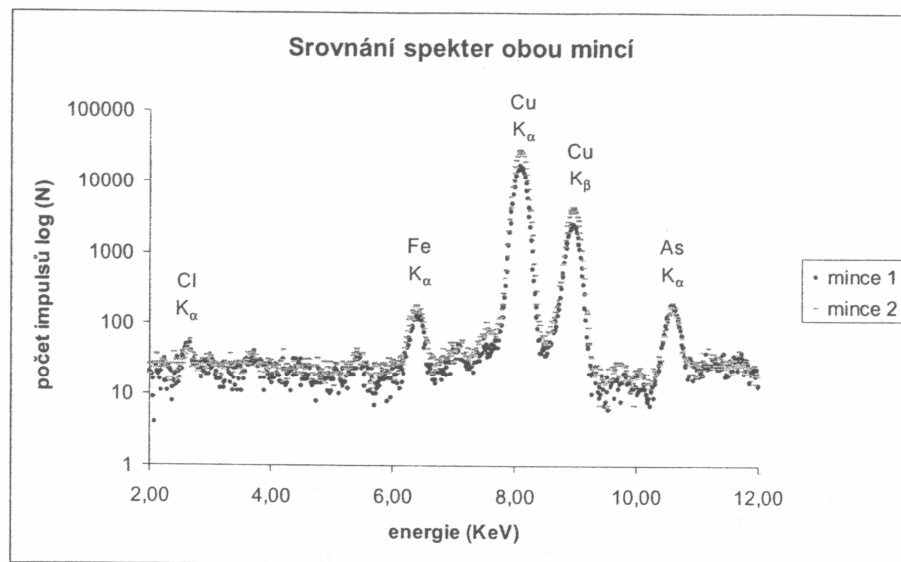


Obr. 2: Kalibrační křivka olova

Dále se analyzovaly stříbrné mince z 19. století obsahující stříbro, měď a železo. Pak se přistoupilo k analýze neznámých předmětů. Šlo o plastický kryt mobilu, který obsahoval titan používaný k dosažení bílé barvy, a kancelářský papír, obsahující vápník používaný taktéž k bělení. Nakonec to byly hodinky a prsten, u kterých se předpokládalo, že jsou stříbrné. Stříbro se však potvrdilo jen u prstenu, hodinky obsahovaly železo a chrom, šlo tedy o pochromované železo nebo ocel, či o slitinu těchto dvou kovů.



Obr. 3: Plastikový kryt mobilu



Obr. 4: Srovnání spekter dvou historických mincí

V průběhu pokusů bylo třeba počítat s nežádoucími vlivy prostředí, které zkreslovaly výsledky. Byl to matricový jev, Comptonův rozptyl, nehomogenita vzorků a vliv atmosféry, která zeslabuje signál a zvyšuje pozadí.

4 Shrnutí

Metodou rentgenfluorescenční analýzy bylo úspěšně zjištěno prvkové složení známých i neznámých předmětů. Výsledky byly zpracovány v práci „Jak experimentovat? Rentgenfluorescenční analýza“, která chce upozornit na nedostatek praktických pokusů na středních školách. Byla prezentována v celostátním kole SOČ, v rámci fyzikálního semináře

na FJFI ČVUT v Praze a na pozvání Nadačního fondu Jaroslava Heyrovského i na AV ČR.

Poděkování

Poděkování patří FJFI ČVUT, v jejíž dozimetrické laboratoři tyto pokusy proběhly v rámci Fyzikálního týdne 2006.

Reference:

- [1] L. MUSÍLEK, *Ionizující záření v archeometrii a dějinách umění*, In: *Moderní směry ve fyzice*, ARSCI, Praha, 2003, str. 32-47
- [2] T. ČECHÁK, *Radionuklidová rentgenfluorescenční analýza*, In: *Moderní směry ve fyzice*, ARSCI, Praha, 2003, str. 48-56
- [3] I. KOPECKÁ, V. NEJEDLÝ, *Průzkum historických materiálů – Analytické metody pro restaurování a památkovou péči*, Grada Publishing, Praha, 2005