

Röntgensugárzás keltése, ill. keletkezése

- **Alapelvei:**

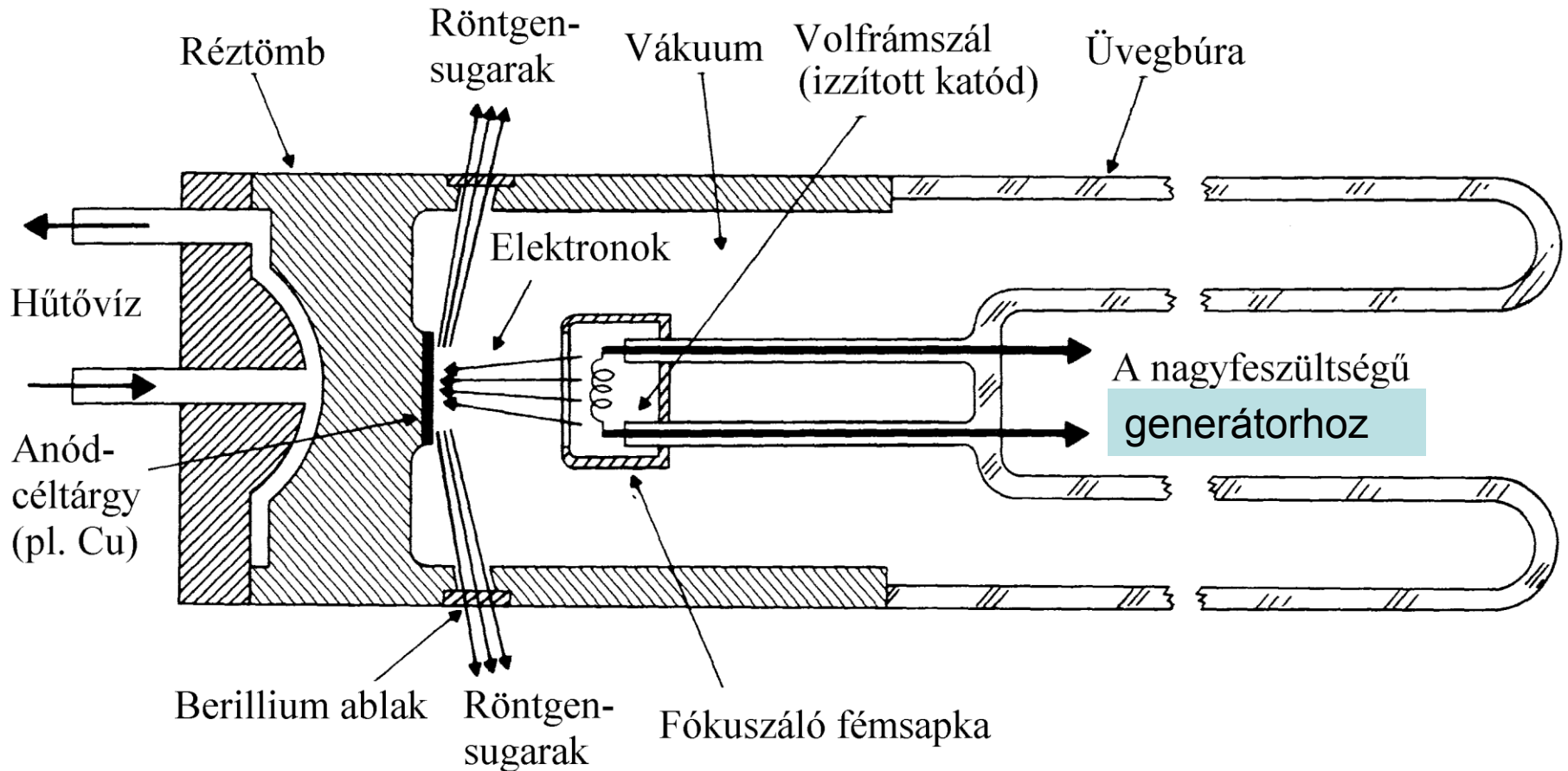
- 1.) igennagy sebességre gyorsított töltött részecskék (pl. elektronok) mozgásállapotának megváltoztatásával (lassításával vagy körpályára kényszerítésével). A klasszikus fizika (Maxwell) szerint ekkor EMH-t sugároz ki.
- 2.) ugyancsak igennagy sebességre gyorsított bombázó részecskékkel előidézett belső ionizációt követő stabilizálódás során előálló karakterisztikus sugárzásként.

- **Megvalósításai:**

- 1a) Szinkrotronban körpályán tartva (Synchrotron Radiation) :
 - Koharens, diszkrét monokromatikus sugárzás vagy
 - Folytonos, ill. különböző tartományokban generálható
 - Nagy és változtatható intenzitású sugárzás
- 1b) Röntgensőben (hagyományos katódsugárcsőben)
 - Folytonos fékezési sugárzás (Bremsstrahlung)
- 2) Hagyományosan röntgensőben (katódsugárcsőben)

A röntgenső felépítése

- Anód (tiszta fém) szerint; $U_{gy} = 5-100 \text{ kV}$

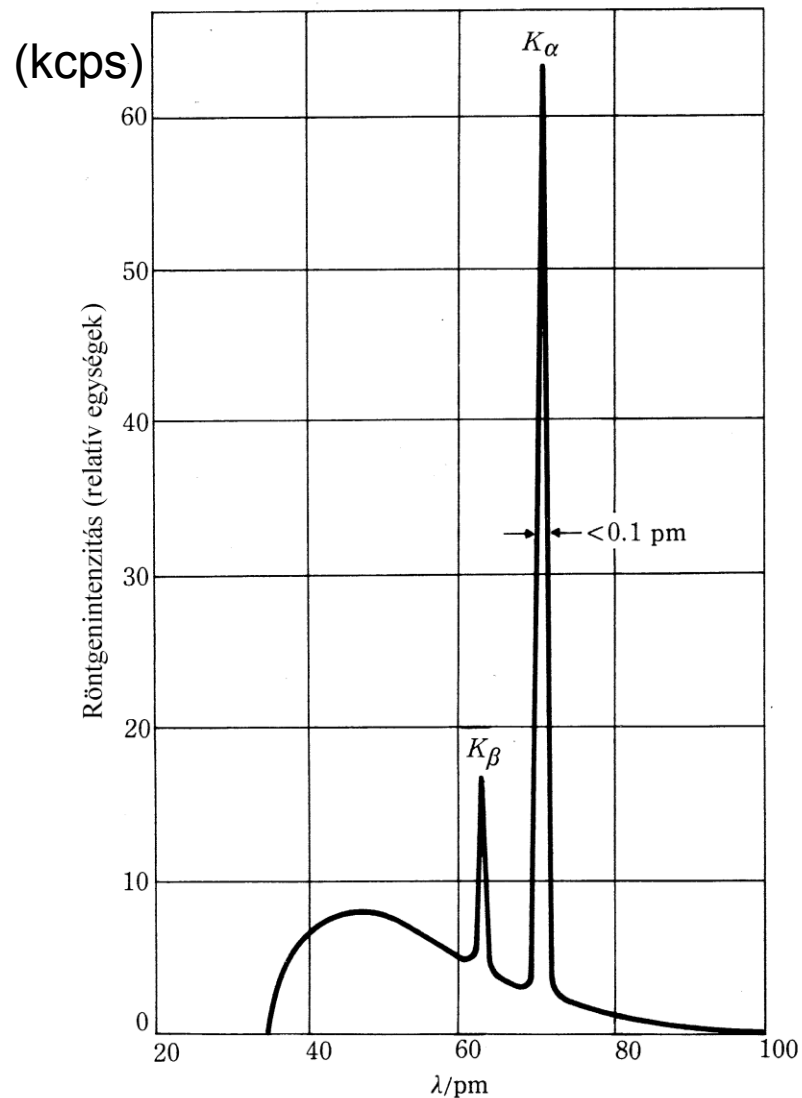
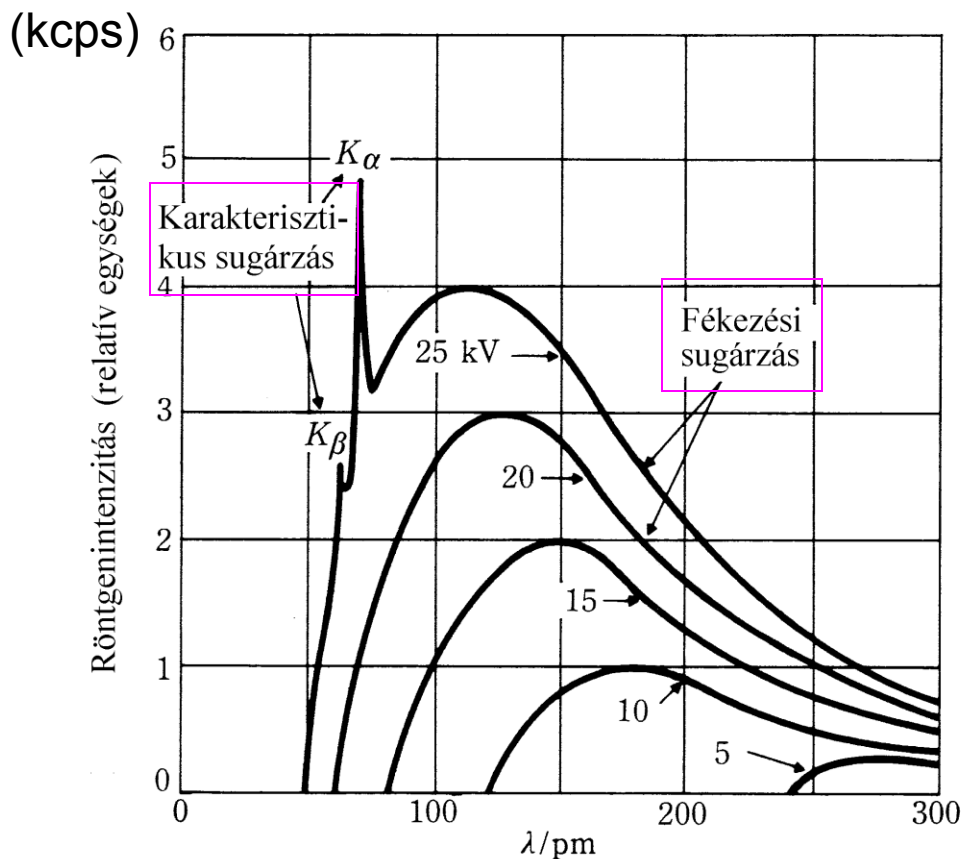


A röntgensövek spektruma

- Mo-anódú cső; $U_{gy} = 5-25, 35 \text{ kV}$

- $\lambda_{min}(\text{Å}) = 12,393/U_{gy}(\text{kV})$

- $Int_{folyt,max} \sim U_{gy}^2 I_{cső} Z_{anód}$



Karakterisztikus röntgenvonalak

- Elnevezése a belső ionizációt szenvedő héj szerint:

– K-vonalak :

$K_{\alpha,(1,2)}$ ($L_{II-III} \rightarrow K$);

K_{β} ($M_{I-V} \rightarrow K$)

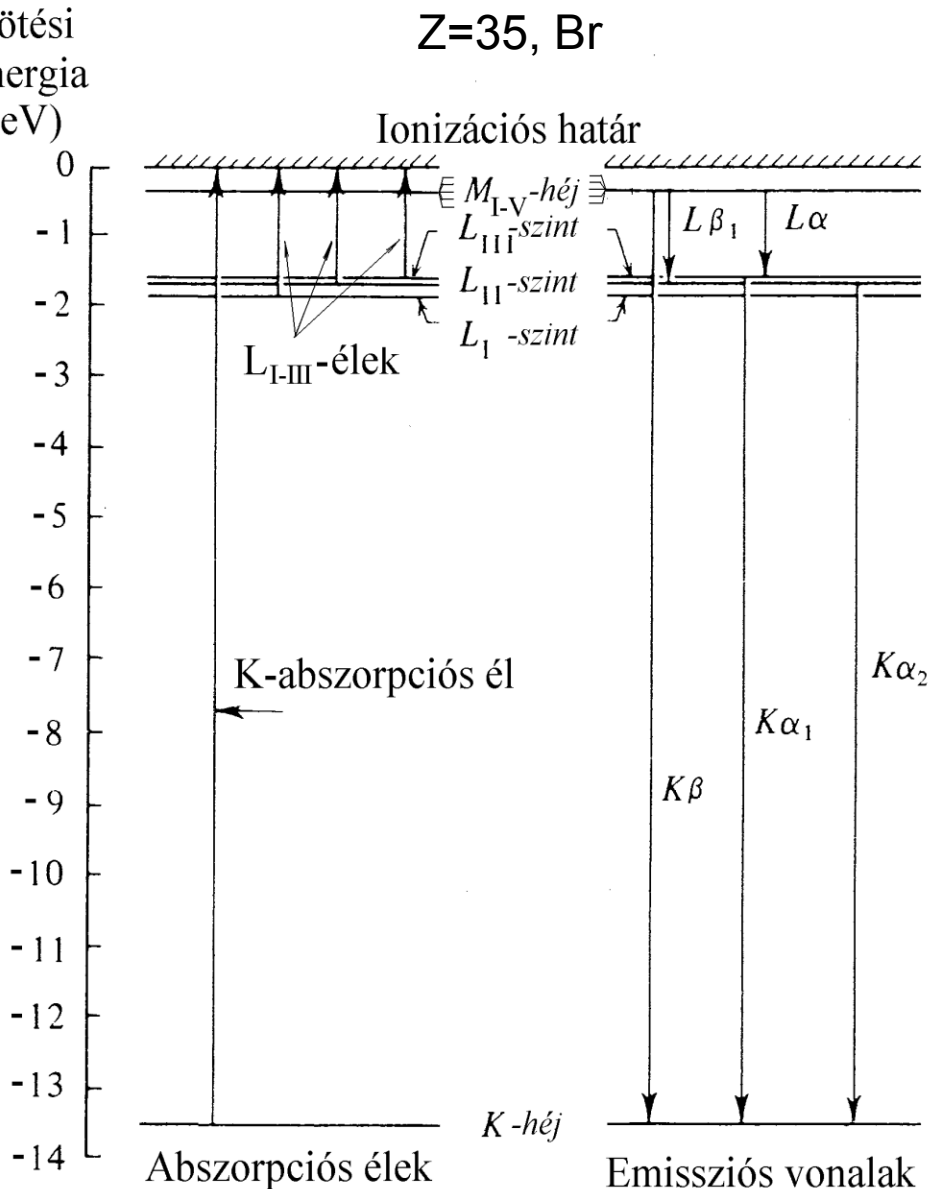
– L-vonalak :

$L_{\alpha,\beta,\gamma,..}$ ($M_{I-V} \rightarrow L_{I-III}$);

– M-vonalak :

$M_{\alpha,\beta,\gamma,..}$ ($N_{I-VII} \rightarrow M_{I-V}$);

Kötési energia (keV)

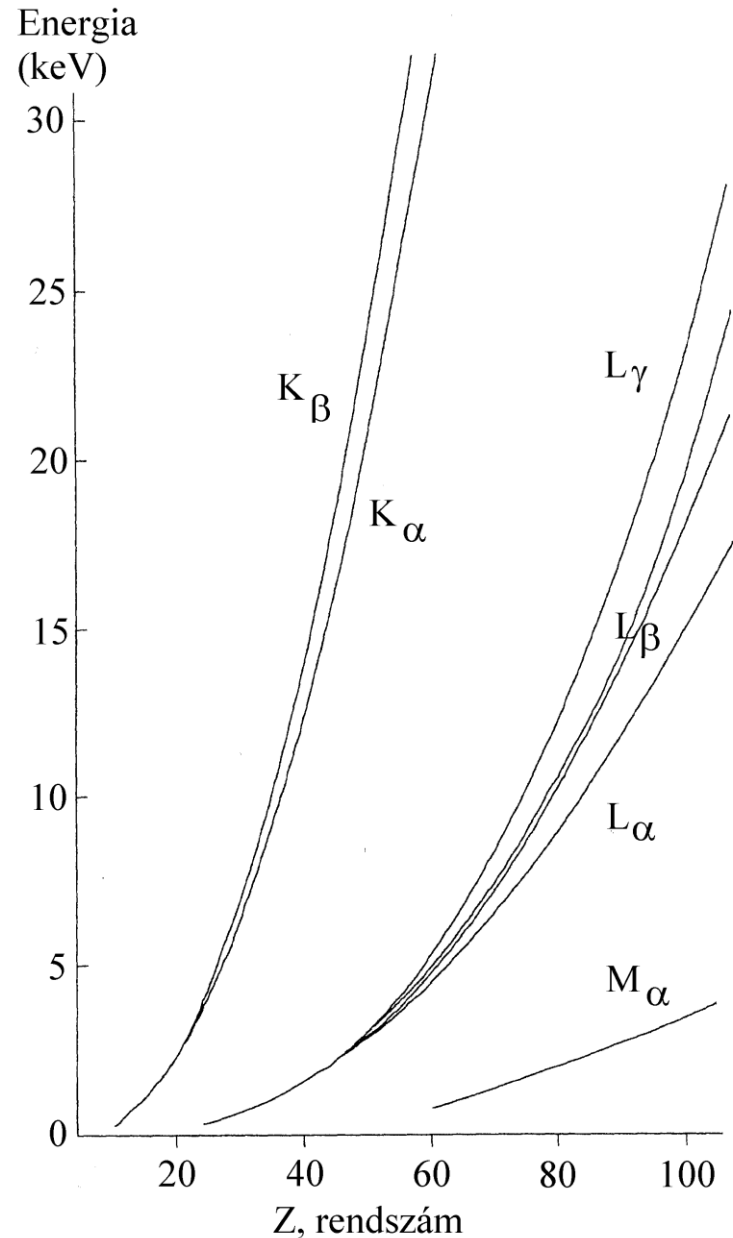


Karakterisztikus röntgenvonalak

- Vonalenergiák
(parabolikus)
rendszámfüggése:
Moseley törvénye (1911)

$$\Delta E = E_{X\text{-ray}} = h \nu = h \frac{c}{\lambda} =$$
$$= h R (Z - \sigma)^2 \left(\frac{1}{n_2^2} - \frac{1}{n_1^2} \right)$$

- n_1, n_2 főkvantumszámok
- $\sigma \sim 1, n_2=1$ (K-héj)
- R , Rydberg állandó

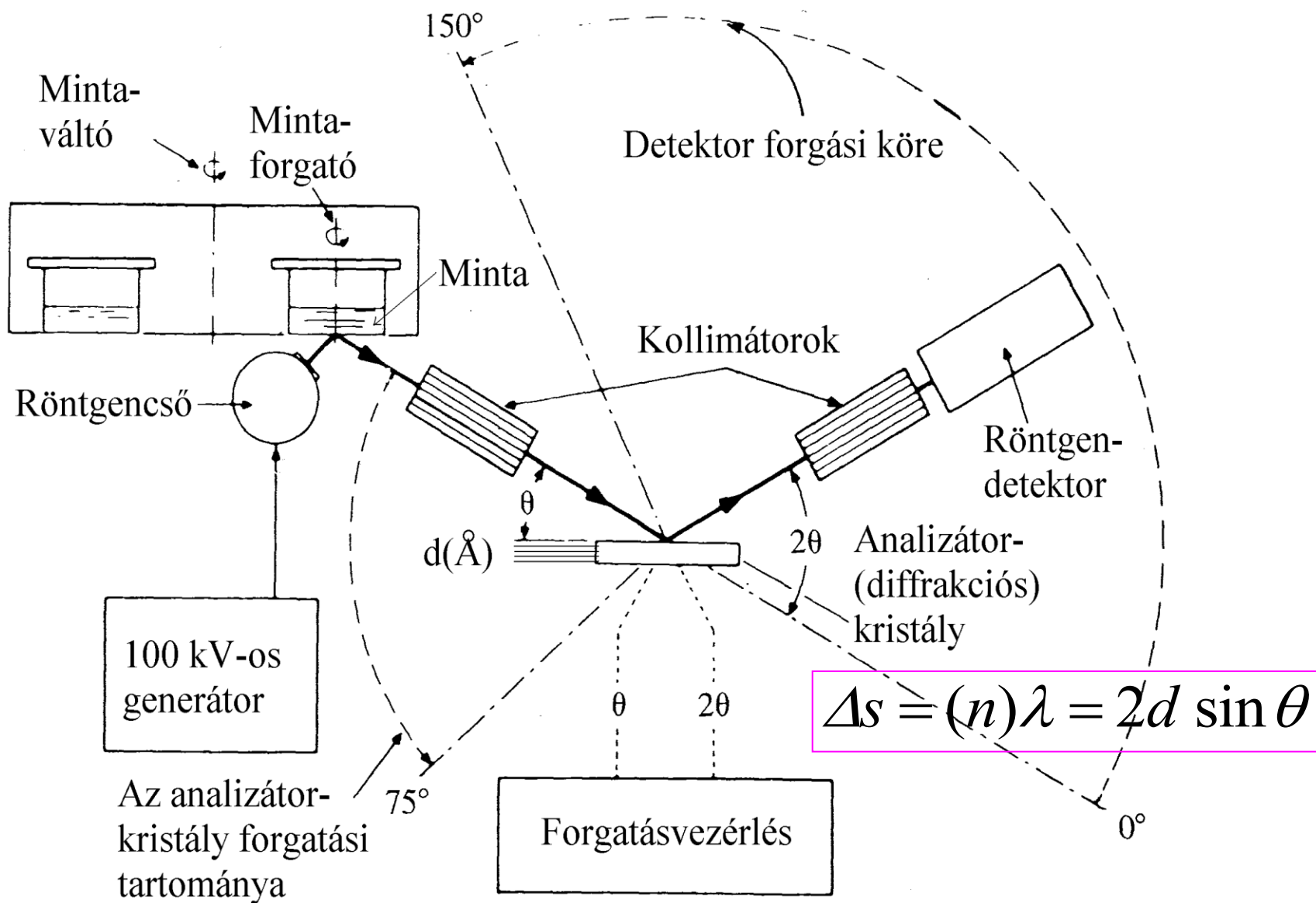


Röntgenfluoreszcenciás (XRF) módszerek csoportosítása

- **Sugárforrások** növekvő intenzitása szerint
 - Rádioaktív γ -sugárzó izotóp (monokrom.sugár)
 - Röntgencsővel (folytonos és karakterisztikus)
 - Szinkrotron-sugárzással (SR nagy intenzitás)
- A karakterisztikus sugárzás **detektálási módja** szerint
 - **Hullámhossz** szerint felbontva és mérve (**WD**)
 - **Energia** szerint felbontva és mérve az intenzitásokat (**ED**)

$$E = h \nu = h \frac{c}{\lambda} = h R (Z - \sigma)^2 \left(\frac{1}{n_2^2} - \frac{1}{n_1^2} \right)$$

Hullámhossz-diszperzív (WD) röntgenfluoreszcenciás (XRF) elemző

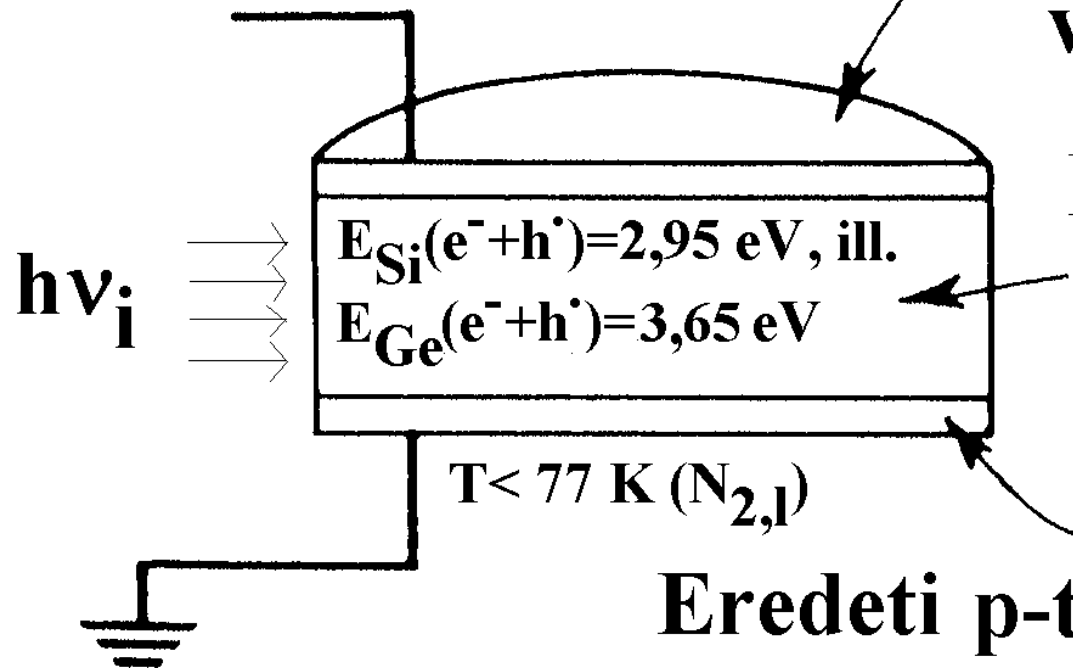


Energia-diszperzív (ED) röntgendetektor ED-XRF elemzőhöz

- Fotonenergiával arányos nagyságú jelet adó detektorok:

- Szcintillációs detektor ($\Delta Z = 8-10$, $\Delta E = 500$ eV);
- Proporciónális detektor ($\Delta Z = 4-6$, $\Delta E = 20-30$ eV);
- Si(Li)-detektor ($N_{2,l}$) ($\Delta Z = 1-2$, $\Delta E = 3-4$ eV)

+ 700-1000 V



Litiumban gazdag

**n-típusú Si-
vagy Ge-réteg**

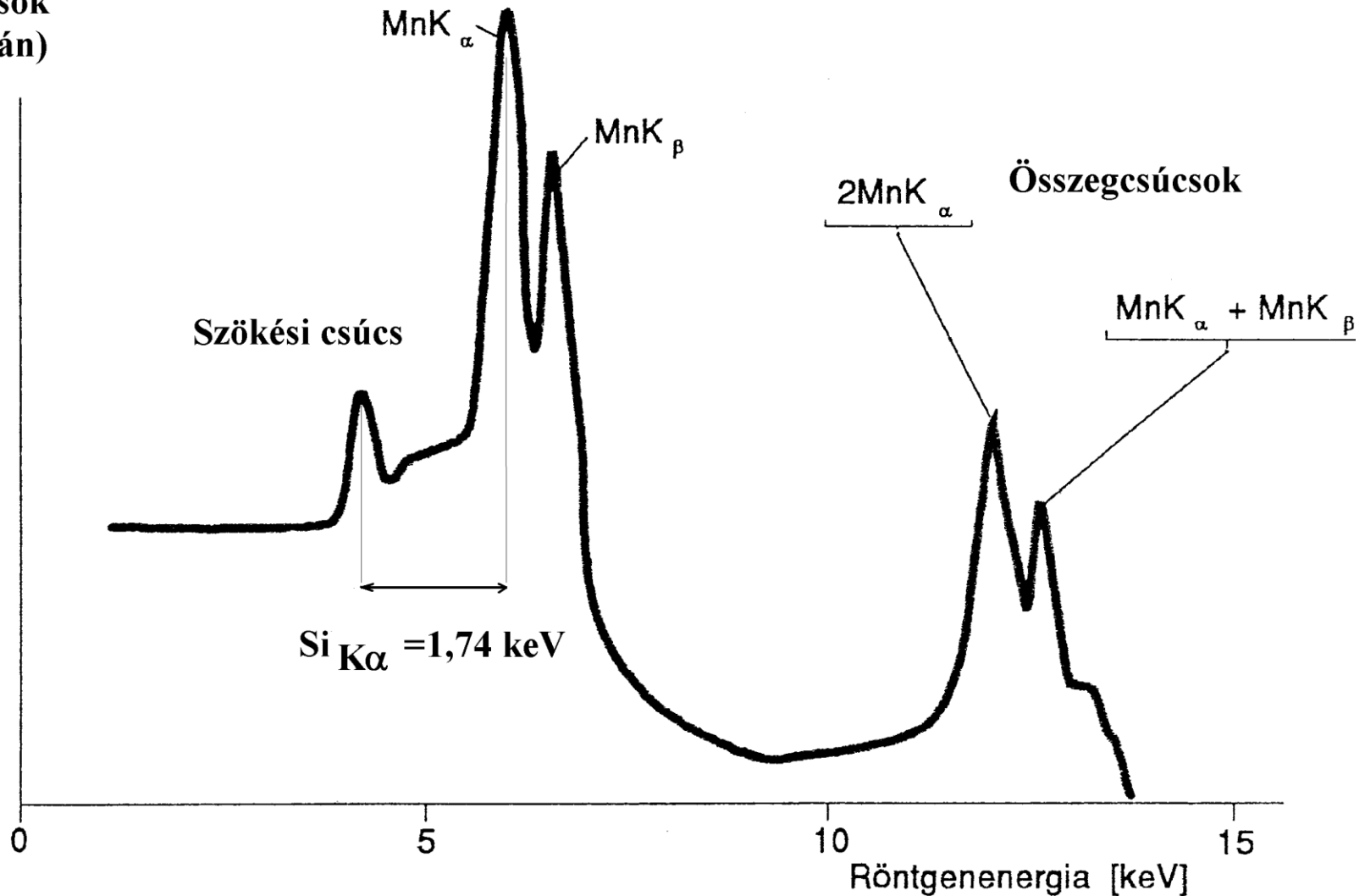
**Elektron-(e⁻) és
lyuk-(h[·])mentes
kiürített réteg**

Eredeti p-típusú Si, ill. Ge

Energia-diszperzív (ED) röntgendetektor ED-XRF elemzőhöz

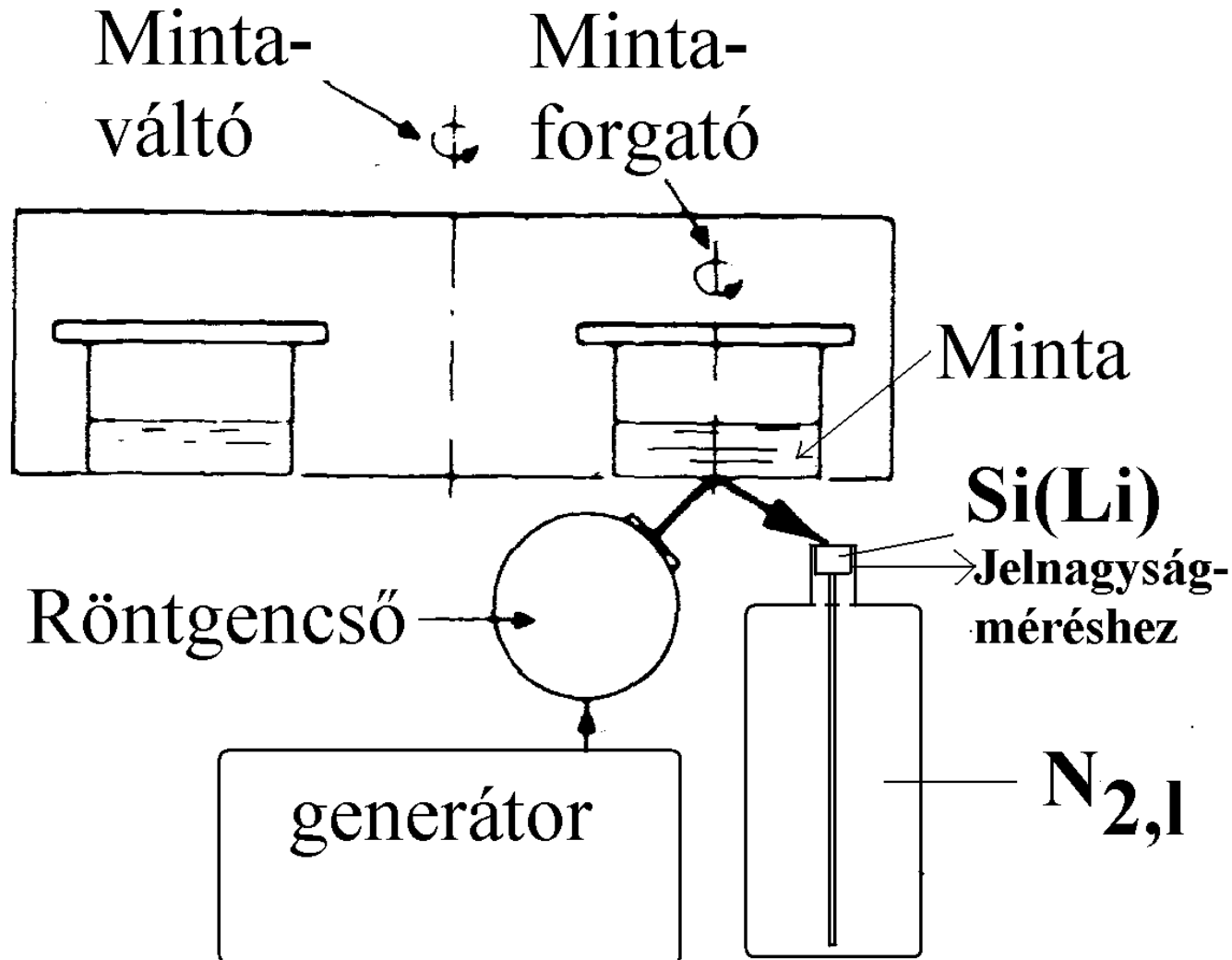
- Si(Li)-detektor ($N_{2,1}$) válaszspektruma (pl. Mn-cső sugárzásra)

Impulzusok
(log skálán)

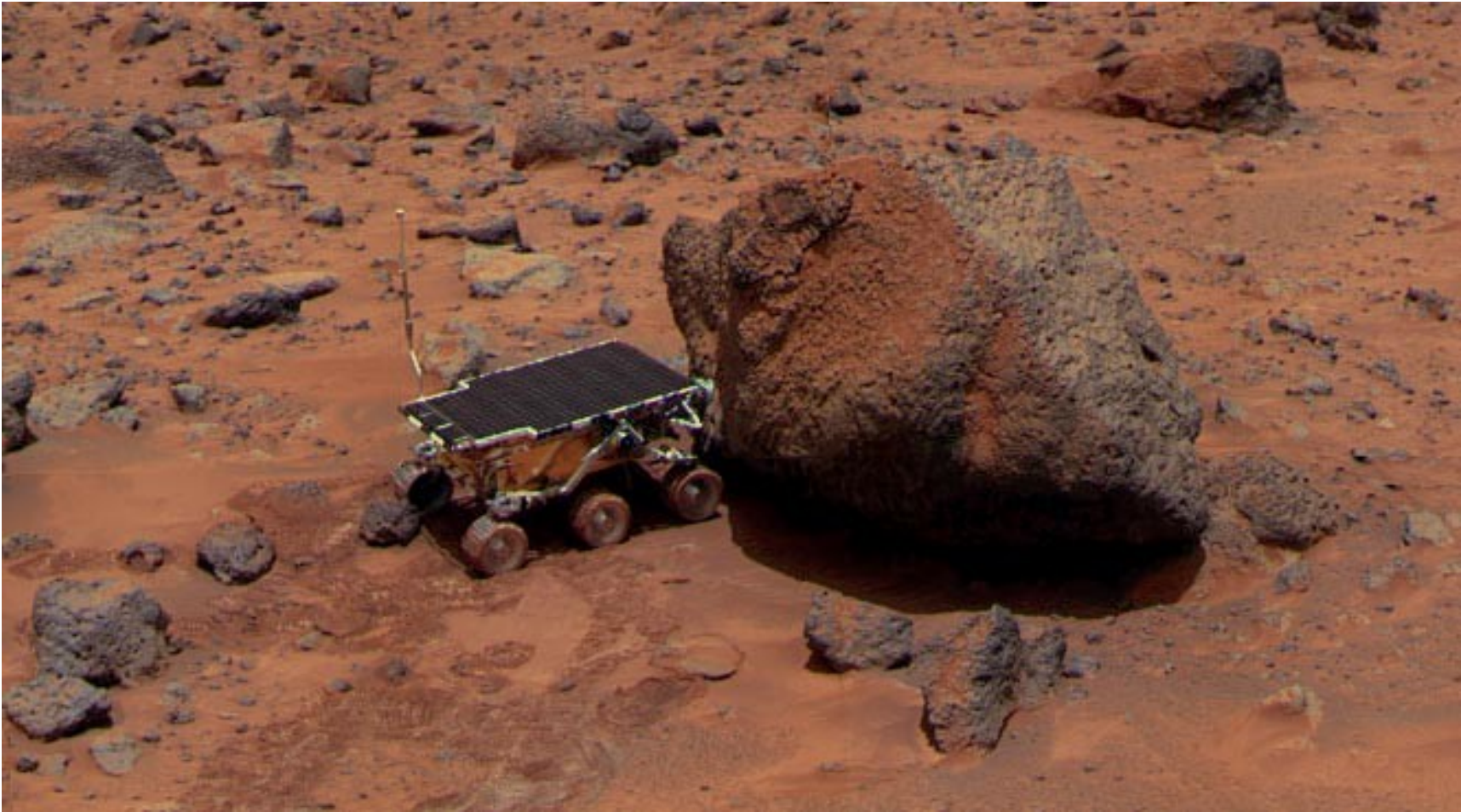


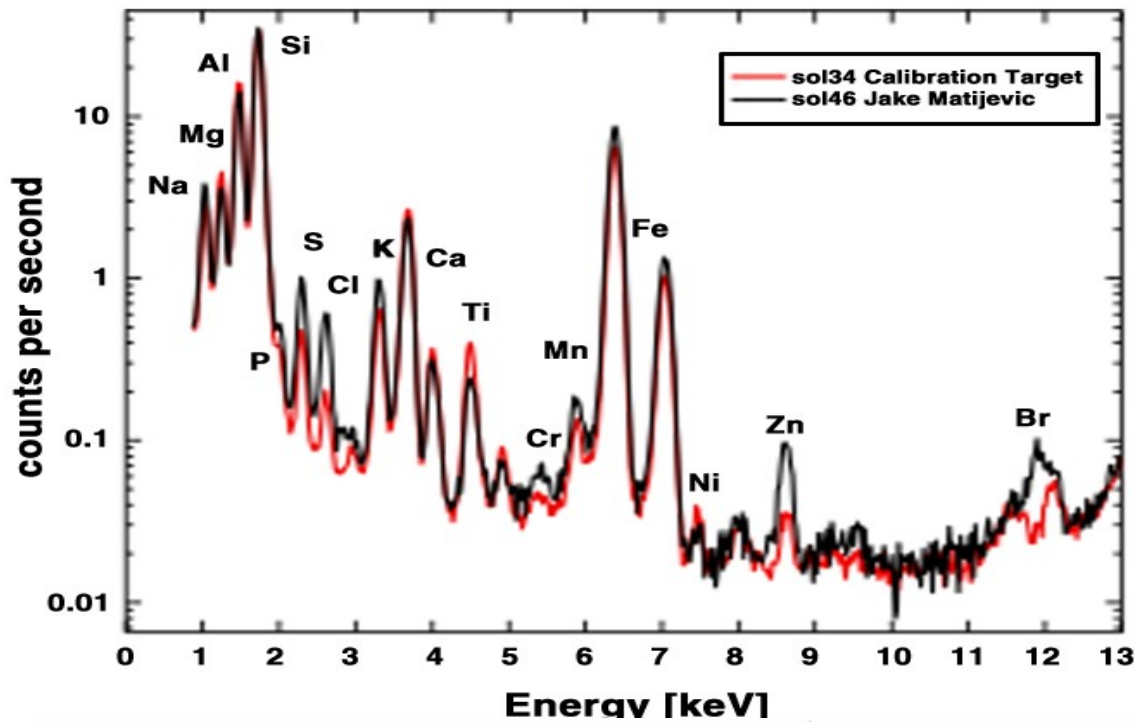
Energia-diszperzív röntgenfluoreszcenciás ED-XRF elemző

- Si(Li)-detektoros ($N_{2,l}$) hordozható készülék

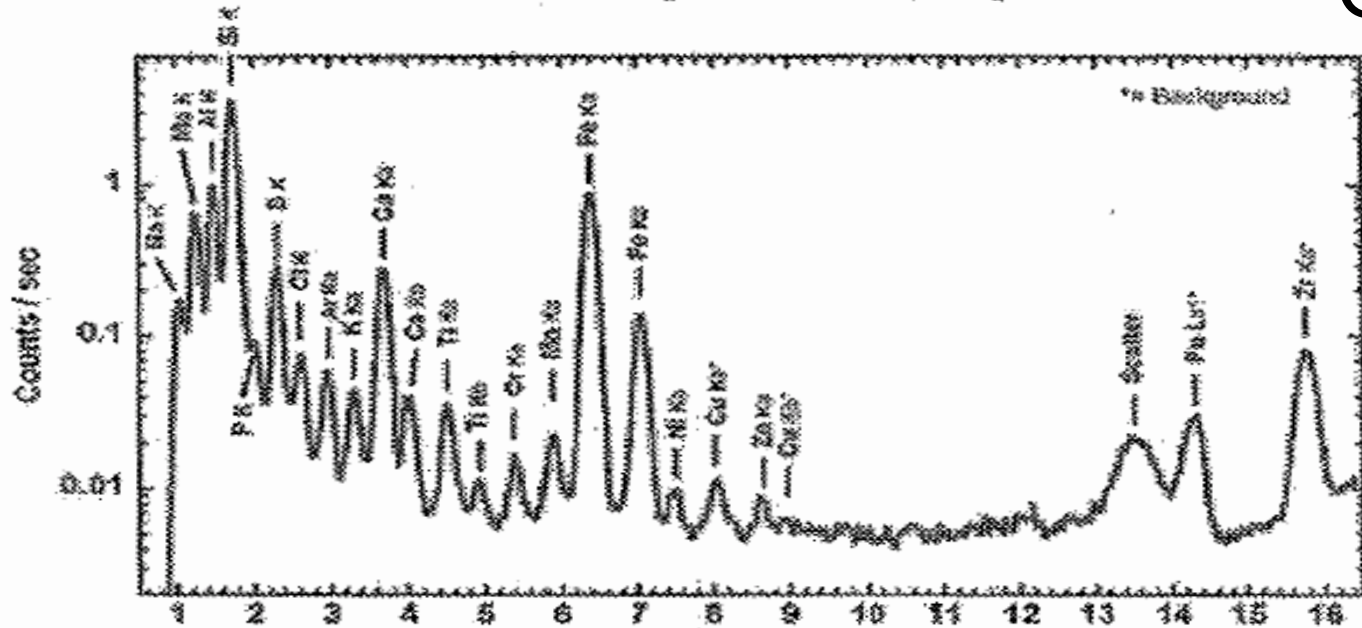


Sojourner-APXS-Mars-1997





MER-A Spirit APXS X-Ray



PIXE,
 α (He^{2+}) -
 APXS -ED-
 detektorral
 (Sojourner/
 Spirit/
 Opportunity
 /Curiosity
 Mars-
 szondán)

A röntgenfluoreszcenciás elemzés lehetőségei

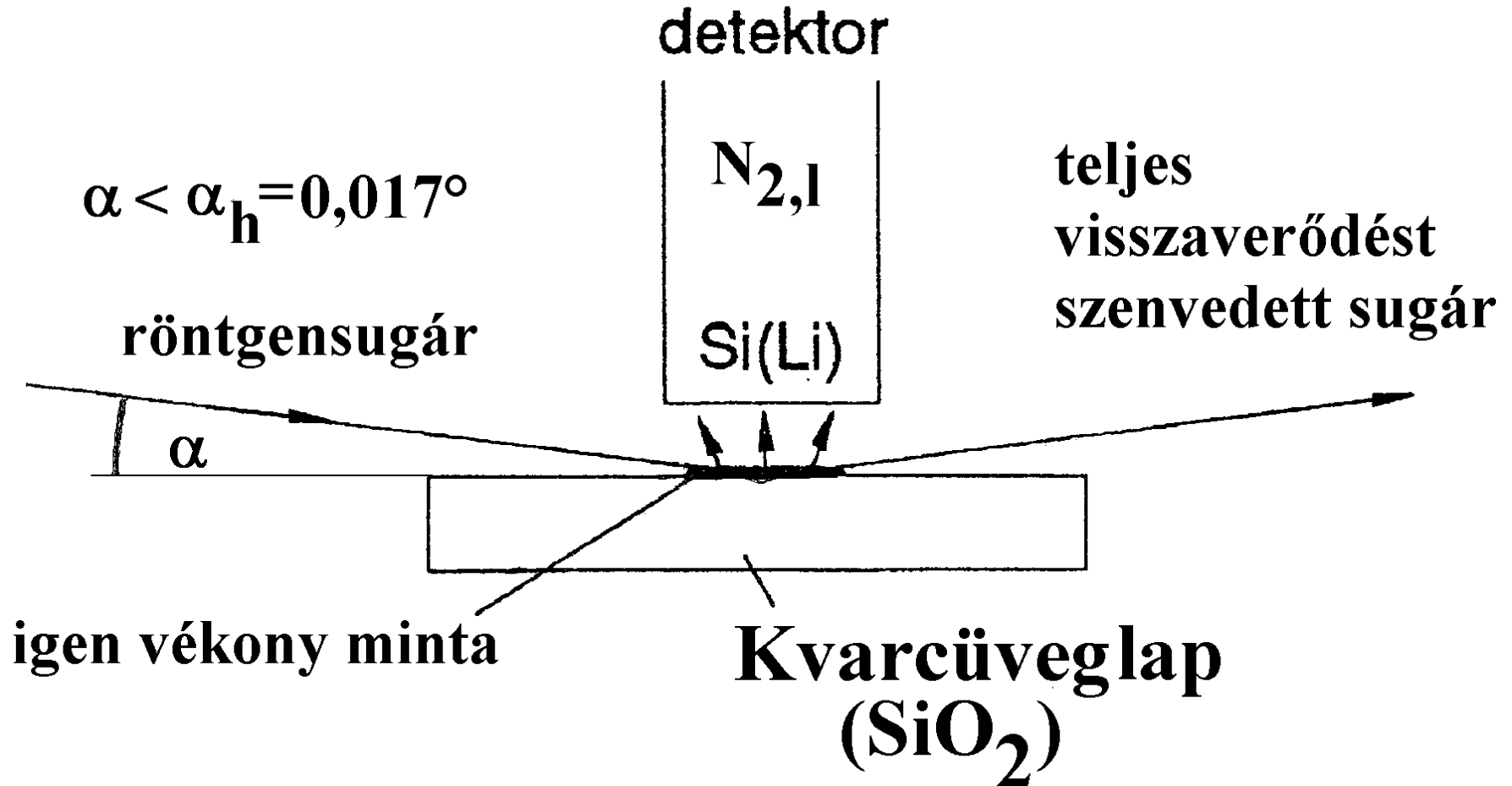
- Szilárd és folyékony halmazállapotú minták elemezhetők;
- Elemi összetételi információ (minőségi és mennyiségi elemzés):
 - B (Z=5) -- Na (Z=11) vákuumban vagy He-ban
 - Na (Z=11) -- U (Z=92) -- levegőben mérhető.
- Fő-, mellék- és nyomnyi (>1 ppm) komponensek is elemezhetők (LLD \leftrightarrow mérési idő);
- Különösen, ha nincs szelektív „nedvesanalitikai” módszer a birtokunkba:
 - Nb, Ta, Na, ritkaföldfémek
- Szimultán sokelemes analízis, automatizálva, pl. analizátor-kristály-váltogatással, ill. ED-detektorral felszerelve

Mátrixhatások a röntgenfluoreszcenciás elemzésnél

- Fluoreszcens abszorpció:
 - Folyadék mintáknál (oldás: $H_{(17)}Cl$ és $H_{2(16)}SO_4$ -nél jobb a H_2O , HNO_3)
 - Szilárd mintáknál az őrlöttségi fok, a szemcseméret, a tömörítettség, a sűrűség azonos legyen a kalibrációs mintákkal + **hígítás (keményítőpor, lítium-karbonát, gumi-arábikum, borax)**
 - Hígítással csökken a zavaró mátrix elem koncentrációja, de a mérendő jel értéke is!
 - Belső standard használata (a mérendő elemre és a belső standardre azonos legyen a zavaró mátrix elem hatása)
 - A zavaró elem abszorpciós élének egyazon oldalára esenek a mérendő és a belső standard mérő vonalai, hogy hasonló mérvű abszorpciót szenvedjenek.
- Fluoreszcens intenzitásnövekedés(!):
 - Egy mátrix elem karakterisztikus sugárzása pótlólagosan gerjesztheti a mérendő elemet (nagyobb jelet mérünk a vártnál)
 - A belső standard és a mérendő elemek abszorpciós élének azonos oldalaira essen a zavaró elem zavaró karakterisztikus sugárzása
 - ZAF iteratív korrekciós számítások

Mátrixhatásmentes nyomelemzés teljes-reflexiós röntgenfluoreszcenciás (TR-XRF) elemzéssel

Kvarcüveglapon a teljes visszaverődés határszöge alatti esetben:
Detektor nagyon közel helyezhető, nem jut bele az eredeti sugárból;
Igen vékonyrétegben nagyon kicsi a mátrixzavarások lehetősége.
Nagyon kis anyagmennyiségek és koncentrációk mérhetők (pl. esővíz)



Mikrofókuszálású/mikrokollimálású röntgensöves berendezések

Újabban: A röntgensugárzást becsatolva egy kvarcüvegszál(nyaláb)hoz a teljes reflexiós szögeknél kisebb szögek alatt, így reflektálódik (vezetődik, fókuszálódik) a röntgensugárzás :

- mikro-porröntgendiffrakció;
- mikrofókuszált/mikrokollimált XRF;
- egykristály-röntgendiffrakciós felvételekhez.

Egyébként régebben

- megfelelően (parabolikusan, elliptikusan) görbített felületet beborító (parányi sík)monokromátorok segítségével, (nagyon drága jószágok)