

Espectroscopía de fluorescencia de rayos X cualitativa en metales - ley de Moseley



Física

La Física Moderna

Física de Rayos-X



Nivel de dificultad

difícil



Tamaño del grupo

2



Tiempo de preparación

45+ minutos



Tiempo de ejecución

45+ minutos

This content can also be found online at:

<http://localhost:1337/c/63432c9597f74b0003d952e0>

PHYWE

Información para el profesor

Aplicación

PHYWE

Montaje

La mayoría de las aplicaciones de los rayos X se basan en su capacidad para atravesar la materia. Como esta capacidad depende de la densidad de la materia, es posible obtener imágenes del interior de los objetos e incluso de las personas. Esto tiene un amplio uso en campos como la medicina o la seguridad.

Información adicional para el profesor (1/2)

PHYWE



Conocimiento previo

Los conocimientos previos necesarios para este experimento se encuentran en la sección de principio.



Principio

Varias muestras metálicas se someten a rayos X policromáticos. La energía de la radiación de fluorescencia resultante se analiza con la ayuda de un detector semiconductor y un analizador multicanal. Se determina la energía de las líneas de rayos X características correspondientes y el diagrama de Moseley resultante se utiliza para determinar la frecuencia de Rydberg y las constantes de apantallamiento.

Información adicional para el profesor (2/2)

PHYWE



Objetivo

El objetivo de este experimento es llegar a investigar los espectros de la radiación de fluorescencia.



Tareas

1. Calibrar el detector de energía semiconductor con la ayuda de la radiación característica del tubo de rayos X de tungsteno.
2. Registrar los espectros de la radiación de fluorescencia que generan las muestras de metal.
3. Determinar los valores energéticos de la característica correspondiente K_{α} - y K_{β} -líneas.
4. Determinar la frecuencia de Rydberg y las constantes de cribado con la ayuda de los diagramas de Moseley resultantes.

Principio (1/3)

PHYWE

Cuando los rayos X interactúan con la materia, pierden energía debido a la dispersión Compton, la producción de pares y los efectos fotoeléctricos. En el rango de energía del que se dispone en este experimento, el efecto fotoeléctrico es el más importante. Esto significa que en el átomo en una de las capas inferiores se expulsa un electrón debido a la energía del fotón absorbido.

El espacio ahora libre es ocupado por un electrón de una de las capas superiores. La energía que se produce durante este proceso puede utilizarse para la expulsión de otro electrón de una de las capas superiores (efecto Auger) o para la generación de un fotón (radiación de fluorescencia). En una primera aproximación, los electrones no implicados se consideran fijos durante estos procesos. Su influencia se tiene en cuenta mediante la introducción de la llamada constante de apantallamiento σ que reduce el efecto de la carga nuclear.

Si se desprecian los efectos relativistas y de acoplamiento espín-órbita, la energía de enlace E_n de un electrón en la n -ésima capa de un átomo puede describirse de forma aproximada mediante el modelo del átomo de Bohr:

Principio (2/3)

PHYWE

Con la introducción de la frecuencia de Rydberg

$$R = \frac{m_e e^4}{8\epsilon_0^2 h^3} \quad (1)$$

$$\text{conduce a } E_n = -R \cdot h(Z - \sigma)^2 \frac{1}{n^2} \quad (2)$$

La constante de apantallamiento depende de la ubicación del electrón excitado y de la configuración de los demás electrones. Debido a la migración de un electrón de n_2 a n_1 ($n_2 > n_1$) y de acuerdo con (2), la energía de la radiación liberada es

$$E_n = -R \cdot h \left(\frac{(Z - \sigma_{n_1})^2}{n_1^2} - \frac{(Z - \sigma_{n_2})^2}{n_2^2} \right) \quad (3)$$

Masa del electrón $m_e = 9.109 \cdot 10^{-31}$ kg

Cargo elemental $e = 1.602 \cdot 10^{-19}$ C

Constante de Planck $h = 6,6256 \cdot 10^{-34}$ Js

Permitancia $\epsilon = 8.854 \cdot 10^{-12}$ C²/Nm²

Número atómico Z

Constante de cribado σ

Número principal cuántico n

Principio (3/3)

PHYWE

En lugar de dos constantes de cribado para la migración de n_2 a n_1 una constante media de cribado $\sigma_{1,2}$ se introduce. Como resultado, (3) se simplifica a:

$$E_n = -R \cdot h(Z - \sigma_{1,2})^2 \left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right) \quad (4)$$

Si \sqrt{E} en función de Z , se obtiene el llamado diagrama de Moseley. Con $n_2 = 2$ y $n_1 = 1$ (característica K_α -línea), (4) lleva a:

$$\sqrt{E} = \frac{\sqrt{3}}{2} \sqrt{Rh} \cdot Z - \frac{\sqrt{3}}{2} \sqrt{Rh \cdot \sigma_{2,1}} \quad (5)$$

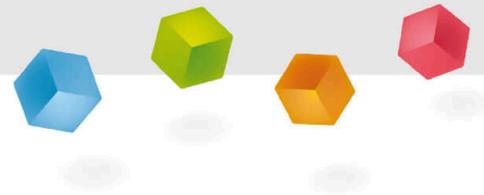
En consecuencia, se aplica lo siguiente a partir de la migración de n_3 a n_1 con una constante media de cribado $\sigma_{3,1}$ (característica K_β -línea):

$$\sqrt{E} = \frac{\sqrt{8}}{2} \sqrt{Rh} \cdot Z - \frac{\sqrt{8}}{2} \sqrt{Rh \cdot \sigma_{3,1}} \quad (6)$$

Material

Posición	Material	Artículo No.	Cantidad
1	XR 4.0 Unidad de rayos X, 35 kV	09057-99	1
2	XR 4.0 X-ray goniometro	09057-10	1
3	X-ray Módulo enchufable con tubo de rayos X de cobre (Cu)	09057-51	1
4	XR 4.0 Set de Extensión Análisis de Materiales con Rayos X	09165-88	1

PHYWE



Montaje y ejecución

Montaje (1/2)

PHYWE

- Enroscar el anillo adaptador en el tubo de entrada del detector de energía y conectar los cables de señal y de alimentación a los puertos correspondientes del detector con la ayuda de los conectores en ángulo recto.
- Conectar los cables de señal y de alimentación a los puertos correspondientes de la cámara de experimentación del equipo de rayos X. En la figura 1, el puerto para el cable de señal está marcado en rojo y el puerto para el cable de alimentación está marcado en verde. Conectar los puertos X RED externos de la unidad de rayos X (ver la figura 2) al analizador multicanal (MCA). Conectar el cable de señal al puerto "Input" y el cable de alimentación al puerto "X-Ray Energy Det." del MCA.



Fig. 1: Conectores en la cámara de experimentación



Fig. 2: Conexión del analizador multicanal

Montaje (2/2)

PHYWE

- Fijar el detector de energía en el soporte del brazo giratorio del goniómetro. Colocar los dos cables con la longitud suficiente para que el goniómetro pueda girar libremente en todo su recorrido. Conectar el analizador multicanal y el ordenador con ayuda del cable USB.
- Insertar el tubo del diafragma con la apertura de 2 mm.
- Llevar el bloque goniométrico y el detector a sus respectivas posiciones finales a la izquierda. Llevar el detector a la posición de 90° en el modo de acoplamiento 1:2

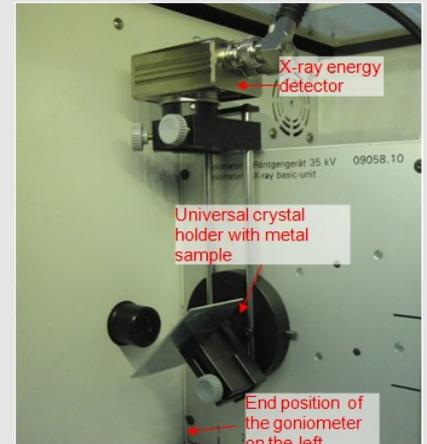


Fig. 3: Montaje del goniómetro

Ejecución (1/4)

PHYWE

- Llevar el bloque del goniómetro y el detector a sus respectivas posiciones finales de la derecha.
- Introducir el tubo con la abertura de 1 mm en el tubo de salida del tubo de rayos X.
- Con la unidad de rayos X encendida y la puerta cerrada, llevar el detector a la posición 0°. A continuación, desplazar el detector unas décimas de grado fuera de la posición cero para reducir la tasa total.
- Datos de funcionamiento del tubo de rayos X de tungsteno: Seleccionar una tensión anódica $U_A = 25$ kV y una corriente anódica $I_A = 0,02$ mA y confirmar estos valores pulsando el botón "Enter".
- Encender la radiación X

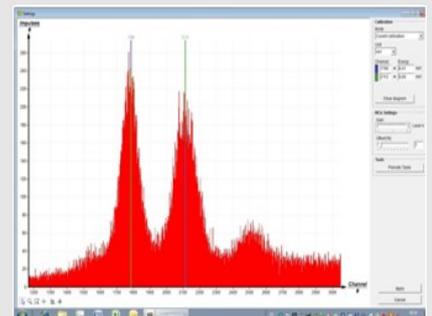


Fig. 4: Calibración del analizador multicanal

Ejecución (2/4)

PHYWE

- En el programa MEASURE, seleccionar "Analizador multicanal" en "Gauge". A continuación, seleccionar "Ajustes y calibración". Tras pulsar el botón "Calibrar", se puede medir un espectro. La tasa de recuento debe ser < 300 c/s. Ajustes de calibración de energía: - Calibración de 2 puntos, - Unidad = keV, Ganancia = 2 - Ajustar el offset de forma que se supriman las señales de ruido de baja energía (normalmente basta con unos pocos porcentajes), Ver Fig 4.
- Tiempo de medición: 5 minutos. Utilizar el temporizador de la unidad de rayos X.
- Hacer que las dos líneas de calibración coloreadas sean congruentes con los centros de las dos líneas de rayos X características. Los valores energéticos correspondientes (ver, por ejemplo, P2544705) $E(L_3M_5/L_3M_4) = 8,41\text{keV}$ y $E(L_2N_4) = 9,69\text{keV}$ se introducen en los campos correspondientes, según el color. (Nota: Dado que una separación de las líneas L_3M_4 y L_3M_5 líneas no es posible, el valor medio de ambas líneas se introduce como la energía de la línea).
- Poner un nombre a la calibración y guardarla.

Ejecución (3/4)

PHYWE

Tarea 2: Registro del espectro

- Introducir el tubo con la abertura de 2 mm.
- Llevar el bloque goniométrico y el detector a sus respectivas posiciones finales a la izquierda. Llevar el detector a la posición de 90° en el modo de acoplamiento 1:2.
- Introducir la muestra de metal con el soporte universal de cristales (muestra a 45°).
- Datos de funcionamiento del tubo de rayos X de molibdeno: Ajustar la tensión del ánodo $U_A = 35\text{ kV}$ y una corriente anódica para que la tasa de recuento sea ≤ 300 c/s.
- Tiempo de medición: 3 minutos (utilizar el temporizador de la unidad de rayos X).

Ejecución (4/4)

PHYWE

Tarea 3: Resultados de las curvas de medición

- Para determinar la energía de la línea, pasar de la visualización de barras a la visualización de curvas. Para ello, hacer clic en "Opciones de visualización" y luego en "Interpolación y líneas rectas".
- Ampliar la sección de la línea correspondiente con la ayuda de la función de zoom 
- A continuación, seleccionar la sección de curvas con Abrir la ventana "Ajuste de funciones A  continuación, seleccionar "Distribución normal escalada" y confirmar. 
- Encontrar el centro de la línea de la distribución normal con "Análisis de picos" o determinarlo con la función "Encuesta" 

PHYWE



Resultados

Tarea 2

PHYWE

Registrar los espectros de la radiación de fluorescencia que generan las muestras de metal.

La Fig. 5 muestra los espectros de fluorescencia de diferentes metales.

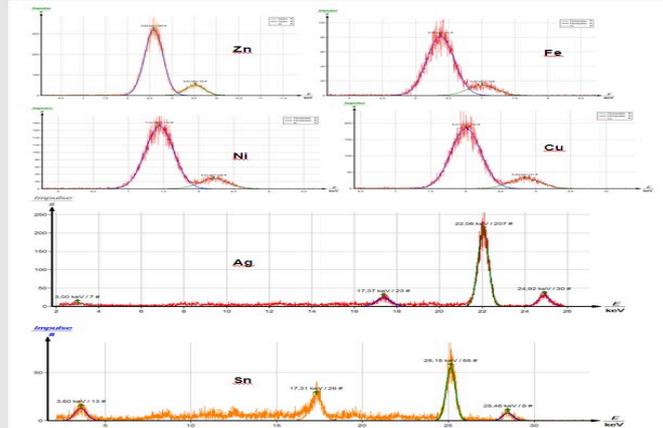


Fig. 5: Espectros de fluorescencia de varios metales

Tarea 3

PHYWE

A	B	C	D	E	F
Elemento	Z	$E(K_{\alpha})$ exp. [keV]	$E(K_{\beta})$ exp. [keV]	$E(K_{\alpha})$ lit. [keV]	$E(K_{\beta})$ lit. [keV]
Fe	26	6.39	7,03	6,397	7,056
Ni	28	7.47	8,26	7,474	8,265
Cu	29	8.04	8,90	8,039	8,905
Zn	30	8.63	9,57	8,627	9,572
Mo*	42	17.38	19,56	17,427	19,608
Ag	47	22.07	24,91	22,076	24,942
Sn	50	25.15	28,46		

* El espectro de Mo se obtuvo mediante el análisis de la radiación primaria del tubo de rayos X de Mo y no está causado, por tanto, por ninguna de las muestras de metal

Determinar los valores energéticos de la característica correspondiente K_{α} - y K_{β} -líneas.

Los resultados de los espectros se recogen en la tabla. Las columnas C y D incluyen los valores energéticos de la característica K_{α} - y K_{β} -líneas que se obtuvieron a partir de los espectros que se muestran en la Figura 6. Para comparar, las columnas E y F muestran la literatura correspondiente, con el valor medio del K_{α_1} - y K_{α_2} -líneas como la energía del K_{α} -línea.

Tarea 4

PHYWE

Determinar la frecuencia de Rydberg y las constantes de cribado con la ayuda de los diagramas de Moseley resultantes.

La figura 6 muestra las líneas de Moseley para la característica K_α y K_β líneas. R se puede calcular con los gradientes de las líneas de regresión que se añadieron.

El gradiente de la línea de regresión del K_α -líneas se define de la siguiente manera:

$$m = \frac{\sqrt{3Rh}}{2}$$

La transformación da:

$$m^2 = \frac{4Rh}{4}$$

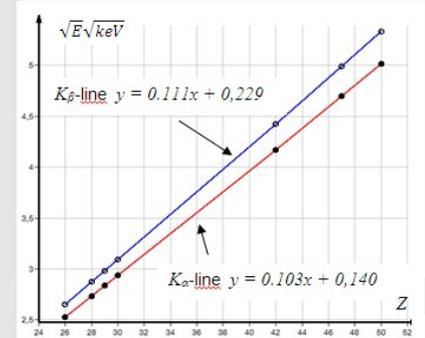


Abb. 6: Líneas de Moseley del K_α - y K_β -líneas

Tarea 4 (parte 2)

PHYWE

Introducir el valor de la pendiente del K_α La línea Moseley y la transferencia de keV a J. Así:

$$R = 3.41 \cdot 10^{15} \text{ s}^{-1}$$

Con $Z = 0$ y $Rh = 13,6 \text{ eV}$, las intercepciones de las correspondientes líneas de Moseley conducen a: $\sigma_{2,1} \approx 1,5$ y $\sigma_{3,1} \approx 2,2$.

Los valores de las constantes de apantallamiento que se determinaron con la ayuda del modelo del átomo de Bohr sólo tienen una validez limitada, ya que cálculos más detallados (Hartree) muestran que la distribución de la densidad de carga radial de algunos electrones, por ejemplo del electrón 3p, tiene un máximo secundario cerca del núcleo. No obstante, es plausible que $\sigma_{2,1} > 1$ y $\sigma_{3,1} > \sigma_{2,1}$. ya que durante el K_α proceso, el electrón 1s restante y además también los electrones 2s no implicados apantallan la carga nuclear, mientras que durante el K_β transición todos los electrones del nivel L tienen un efecto de apantallamiento adicional.