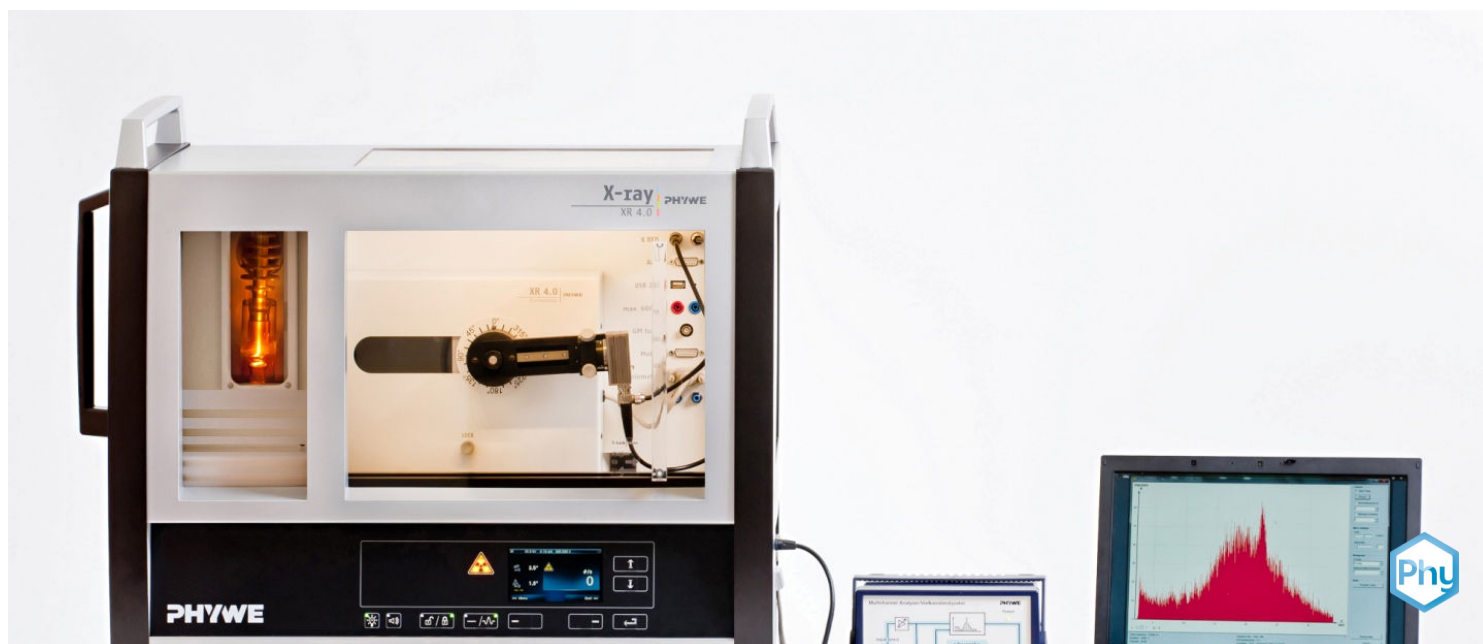


Espectroscopía de fluorescencia de rayos X cualitativa en muestras de polvo



Física

La Física Moderna

Física de Rayos-X



Nivel de dificultad

difícil



Tamaño del grupo

-



Tiempo de preparación

45+ minutos



Tiempo de ejecución

45+ minutos

This content can also be found online at:

<http://localhost:1337/c/63441de55367ca000333207b>

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 para este experimento se encuentran en la sección de principio.



Principio

Varias muestras de polvo 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 correspondientes líneas de fluorescencia de rayos X características. Los elementos de las muestras se identifican comparando las energías de las líneas con los valores correspondientes de la tabla.

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 molibdeno.
2. Registrar los espectros de fluorescencia que producen las muestras.
3. Determinar los valores de energía de las líneas de fluorescencia correspondientes y compararlos con los valores de la literatura para identificar los componentes del polvo.

Instrucciones de seguridad

PHYWE



Cuando se manipulen productos químicos, se deberán utilizar guantes de protección adecuados, gafas de seguridad y ropa apropiada. Consultar el apéndice para obtener instrucciones de seguridad detalladas.

Principio

PHYWE

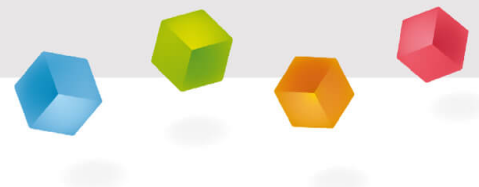
Cuando los rayos X interactúan con la materia, pierden energía. En el rango de energía disponible durante este experimento, el efecto fotoeléctrico juega el papel más importante. Esto significa que en una de las capas inferiores del átomo, un electrón es expulsado debido a la energía del fotón absorbido. 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). Dado que la energía de los niveles energéticos que intervienen en este proceso es específica del átomo, el tipo de átomo emisor puede determinarse en función de la energía de la radiación de fluorescencia.

Para determinar el tipo de átomo, los valores energéticos experimentales se comparan con los valores de la tabla correspondiente (por ejemplo, "Handbook of Chemistry and Physics" - CRC-Press, Inc. USA). Durante la asignación de las líneas de fluorescencia, hay que tener en cuenta que las relajaciones que siguen al proceso de ionización primaria sólo pueden tener lugar si cumplen las reglas de selección cuántica-mecánica $\Delta j = 0, \pm 1$ y $\Delta l = \pm 1$ (j = momento angular total, l = momento angular orbital).

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
5	JGO.QUIMICOS P.ABSORCION D.BORDES	09056-07	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 enchufes 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 la ayuda del cable USB.

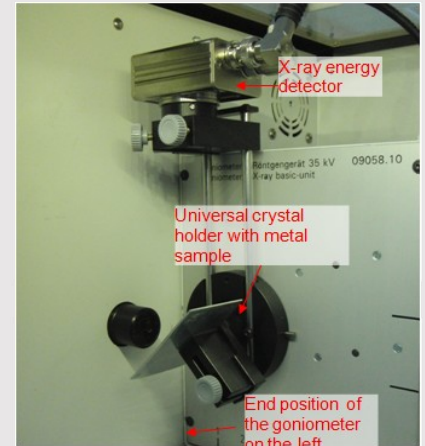


Fig. 3: Montaje del goniómetro

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: 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

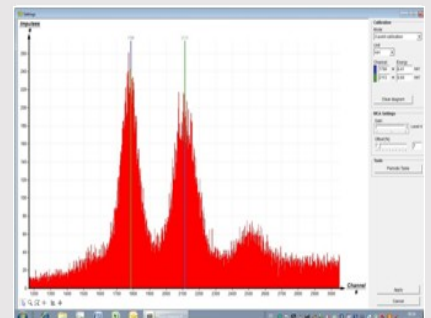


Fig. 4: Calibración del analizador multicanal

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 de energía correspondientes (véase, 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

Grabación 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: Ajustar una tensión anódica $U_A = 35\text{ kV}$ 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).

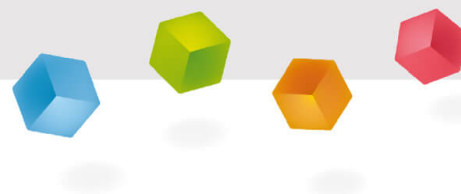
Ejecución (4/4)

PHYWE

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

Resultados (1/4)

PHYWE

Resultados de la K_α y K_β líneas de fluorescencia de los elementos de número atómico $30 < Z < 38$

La figura 5 muestra un resumen de todos los espectros de fluorescencia de los elementos con un número atómico $30 < Z < 38$. Dentro de este grupo de elementos, sólo la característica de alta intensidad K_α y K_β La radiación de fluorescencia puede ser claramente identificada. La energía de la radiación de fluorescencia característica de los elementos de muestra oxígeno y azufre de los compuestos de óxido o sulfato o de potasio están por debajo del límite de sensibilidad del detector de energía y en parte sólo tienen una intensidad muy baja, por lo que no pueden identificarse en este experimento.

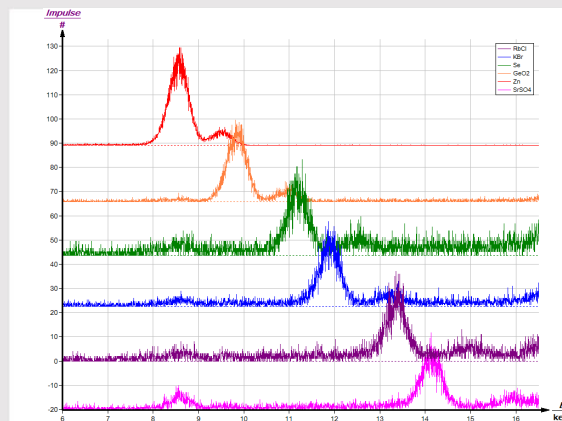


Fig. 5: Representación total de la K_α y K_β líneas de fluorescencia de los elementos con número atómico $30 < Z < 38$.

Resultados (2/4)

PHYWE

La figura 5 muestra claramente que en los números atómicos más altos de los elementos, la energía de las líneas características así como el espaciado energético entre las K_{α_1} y K_{β_2} líneas se incrementa.

La tabla 1 muestra la evaluación de los espectros de la Fig. 5.

Atomic number Z	Element	$E_{\text{exp.}} / \text{keV}$	$E_{\text{lit.}} / \text{keV}$	Transition
30	Zn	8.60 / 9.52	8.64 / 9.57	K_α / K_β
32	Ge	9.86 / 10.95	9.89 / 10.98	K_α / K_β
34	Se	11.19 / 12.46	11.22 / 12.49	K_α / K_β
35	Br	11.88 / 13.24	11.92 / 13.29	K_α / K_β
37	Rb	13.34 / 14.93	13.39 / 14.96	K_α / K_β
38	Sr	14.12 / 15.82	14.16 / 15.83	K_α / K_β

La tabla 1 muestra la evaluación de los espectros de la Fig. 5.

Resultados (3/4)

PHYWE

Resultados de las líneas L de fluorescencia de elementos con un número atómico superior

La figura 6 muestra los espectros de las muestras de polvo con un número atómico superior. La energía de ionización del nivel K de estos elementos está por encima de la energía de excitación disponible de la radiación primaria de 35 keV como máximo. Por ello, en este caso sólo se pueden excitar las líneas de fluorescencia L.

La tabla 2 muestra la evaluación de los espectros de la Fig. 6.

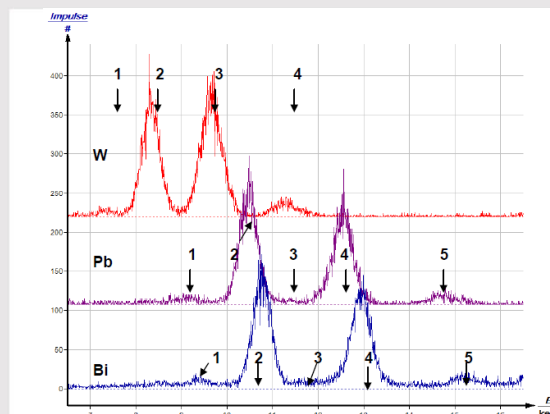


Fig. 6: Líneas de fluorescencia de tungsteno, plomo y bismuto

Resultados (4/4)

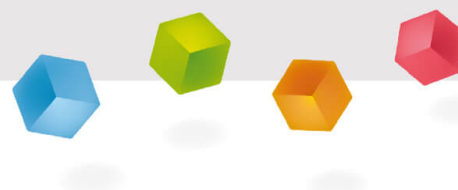
PHYWE

El L_{β_1} Las líneas, ligeramente ensanchadas, incluyen también partes del $L_{\beta_{2,3,4}}$ líneas que son de menor intensidad. La página web L_{γ_1} se vuelve claramente asimétrica hacia el borde de alta energía. Esto se debe a la menor intensidad $L_{\gamma_{2,3}}$ líneas con una energía ligeramente superior. Los espectros del plomo y el bismuto incluyen las líneas adicionales de baja intensidad L_{η} (línea 3). La línea de fluorescencia al final del espectro ($E = 17,36$ keV) está causada por el molibdeno primario K_{α} radiación que se dispersa en las muestras.

Element	Line	E_{exp} / keV	E_{lit} / keV	Transition
W, Z = 74	1	7.40	7.39	$L_{\beta}M_1 - L_I$
	2	8.36	8.35 / 8.42	$L_{\beta}M_{4,5} - L_{\alpha 1,2}$
	3	9.67	9.69	$L_{\beta}M_4 - L_{\beta 1}$
	4	11.26	11.28	$L_{\beta}N_4 - L_{\gamma 1}$
Pb, Z = 82	1	9.15	9.18	$L_{\beta}M_1 - L_I$
	2	10.49	10.45 / 10.55	$L_{\beta}M_{4,5} - L_{\alpha 1,2}$
	3	11.30	11.35	$L_{\beta}M_1 - L_{\eta}$
	4	12.55	12.61	$L_{\beta}M_4 - L_{\beta 1}$
Bi, Z = 83	5	14.73	14.76	$L_{\beta}N_4 - L_{\gamma 1}$
	1	9.36	9.42	$L_{\beta}M_1 - L_I$
	2	10.77	10.73 / 10.83	$L_{\beta}M_{4,5} - L_{\alpha 1,2}$
	3	11.67	11.71	$L_{\beta}M_1 - L_{\eta}$
	4	12.95	13.02	$L_{\beta}M_4 - L_{\beta 1}$
	5	15.20	15.25	$L_{\beta}N_4 - L_{\gamma 1}$

Tabla 2: Elementos de las muestras de polvo con radiación de fluorescencia L

PHYWE



Anexo

Información de seguridad (1/7)

PHYWE

Símbolo de peligro, palabra clave	Declaraciones de peligro	Declaraciones de precaución
Cloruro de rubidio (RbCl)		
-	--	--
Óxido de germanio (IV) (GeO ₂)		
	H302: Nocivo por ingestión H332: Nocivo por inhalación	--

Información de seguridad (2/7)

PHYWE

Símbolo de peligro, palabra clave	Declaraciones de peligro	Declaraciones de precaución
Cloruro de plata (I) (AgCl)		
	H400: Muy tóxico para la vida acuática	P273: Evitar su liberación al medio ambiente.
Zinc		
-	--	--

Información de seguridad (3/7)

PHYWE

Símbolo de peligro, palabra clave	Declaraciones de peligro	Declaraciones de precaución
Selenio		
 	H301: Tóxico si se engrosa Tóxico por inhalación	
	H373: Provoca daños en los órganos por exposición prolongada o repetida	--.
	H413: Puede provocar efectos nocivos duraderos en la vida acuática.	

Información de seguridad (3/7)

PHYWE

Símbolo de peligro, palabra clave	Declaraciones de peligro	Declaraciones de precaución
Selenio		
	H301: Tóxico si se engrosa Tóxico por inhalación H373: Provoca daños en los órganos por exposición prolongada o repetida H413: Puede provocar efectos nocivos duraderos en la vida acuática.	--.

Información de seguridad (4/7)

PHYWE

Símbolo de peligro, palabra clave	Declaraciones de peligro	Declaraciones de precaución
Bromuro de potasio (KBr)		
	H315: Provoca irritación de la piel H319: Provoca irritación ocular grave. H335: Puede causar irritación de las vías respiratorias	P261: Evitar respirar el polvo/el humo/el gas/la niebla/los vapores/el aerosol. P305 + P351 + P338: EN CASO DE ENTRADA EN LOS OJOS: Aclarar con precaución con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si están presentes y es fácil hacerlo. Continuar con el enjuague. .
Sulfato de		

Información de seguridad (5/7)

PHYWE

Símbolo de peligro, palabra clave	Declaraciones de peligro	Declaraciones de precaución
Plomo (IV) óxido (PbO₂)		
	H272: Puede intensificar el fuego; oxidante H302: Nocivo por ingestión H332: Nocivo por inhalación H360: Puede dañar la fertilidad o al feto H373: Provoca daños en los órganos	P201: Obtenga instrucciones especiales antes de su uso. tP220: Mantener/almacenar alejado de ropa/.../materiales combustibles. P273: Evitar la liberación al medio ambiente.

Información de seguridad (6/7)

PHYWE

Símbolo de peligro, palabra clave	Declaraciones de peligro	Declaraciones de precaución
Óxido de tungsteno (IV) (WO₂)		
	H335: Puede causar irritación de las vías respiratorias	--