

Φασματοσκοπία ακτίνων X φθορισμού

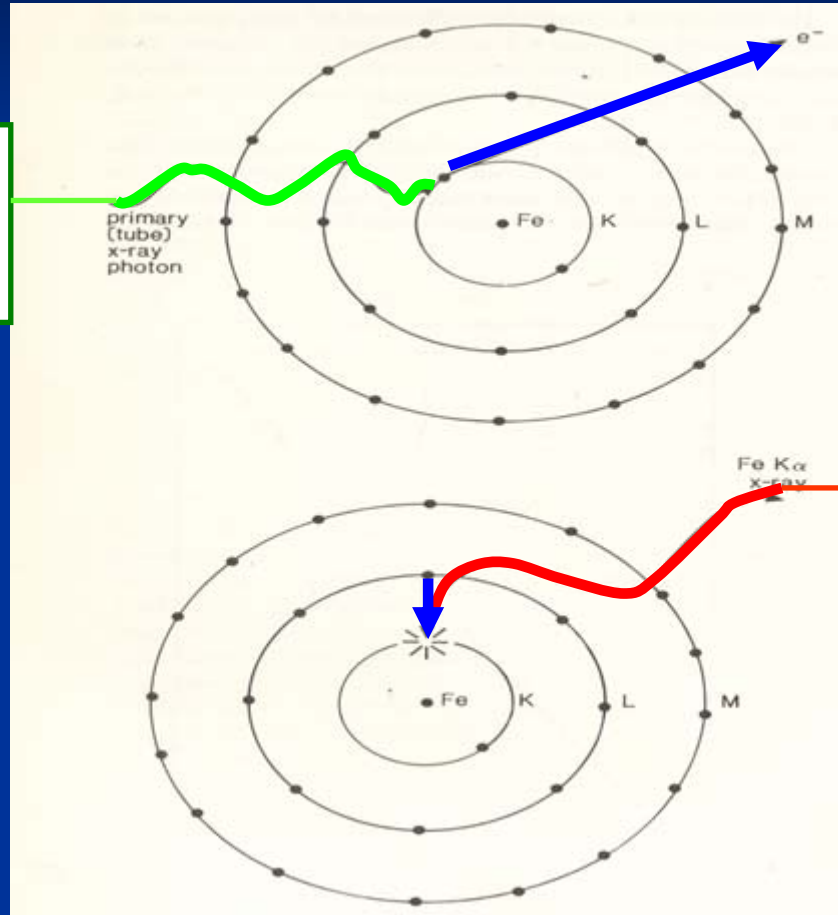
- Αποτελεί μια από τις βασικές αναλυτικές μεθόδους γεωλογικού υλικού
- Μη καταστρεπτική μέθοδος
- Πολυστοιχειακή
- Οι ακτίνες – X αποτελούν μέρος του ηλεκτρομαγνητικού φάσματος. Το μήκος κύματός τους αλληλοκαλύπτεται με την ακτινοβολία–γ και τις μικρού μήκους κύματος υπεριώδεις ακτίνες. ($\lambda=0.1-100\text{\AA}$, $1\text{\AA} = 10^{-10}\text{m}$).

Ιδιότητες ακτίνων X

- Προκαλούν φθορισμό ορισμένων σωμάτων
- Προσβάλλουν τη φωτογραφική πλάκα
- Προκαλούν ισχυρό ιονισμό των αερίων
- Δεν μεταφέρουν ηλεκτρικό φορτίο
- Προκαλούν το φωτοηλεκτρικό φαινόμενο
- Επιδρούν στα κύτταρα των οργανισμών
- Έχουν μεγάλη διεισδυτική ικανότητα
- Απορρόφηση των ακτίνων X αυξάνει με την αύξηση του ατομικού βάρους του στοιχείου.

Φωτοηλεκτρικό φαινόμενο

“Βομβαρδιζουμε”
με κατάλληλη
ακτινοβολία



▶ $K\alpha, K\beta$

▶ $L\alpha, L\beta$

Μετρούμενη
ακτινοβολία

Moseley's Law
 $1/\lambda = k(Z - \sigma)$

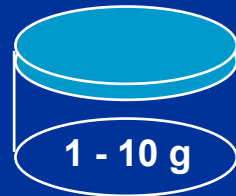
Προετοιμασία δείγματος



Πέτρωμα



Λειοτριβηση
(κάτω απο 75 μm)

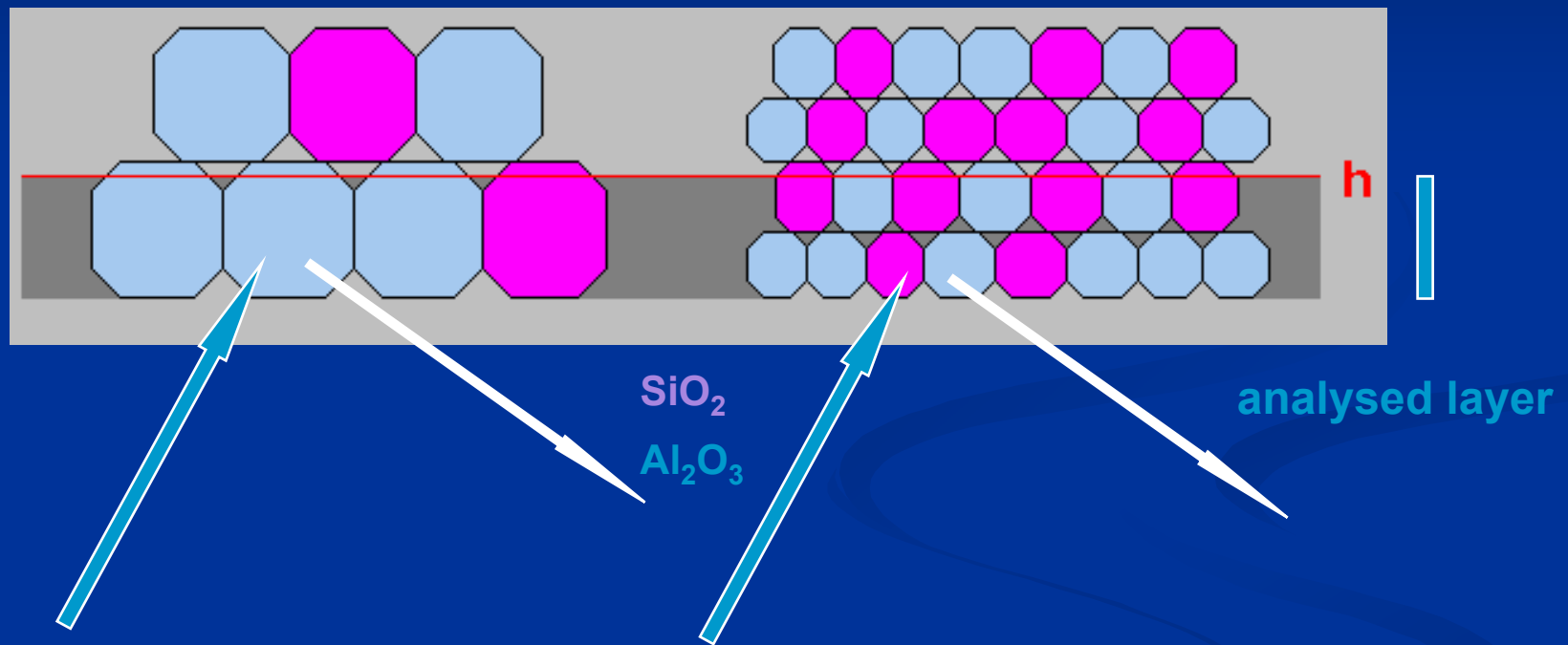


Κατασκευή δισκίων με εφαρμογή πίεσης ή κατασκευή δισκίων γυαλιού με σύντηξη (950-1100°C)

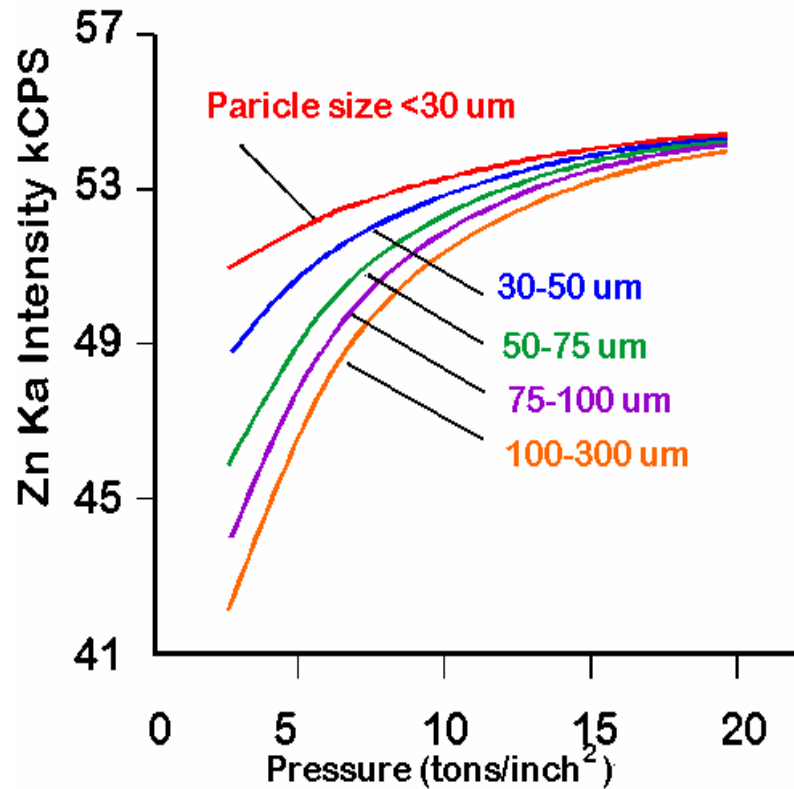


Μέτρηση

Επίδραση μεγέθους ιόντων

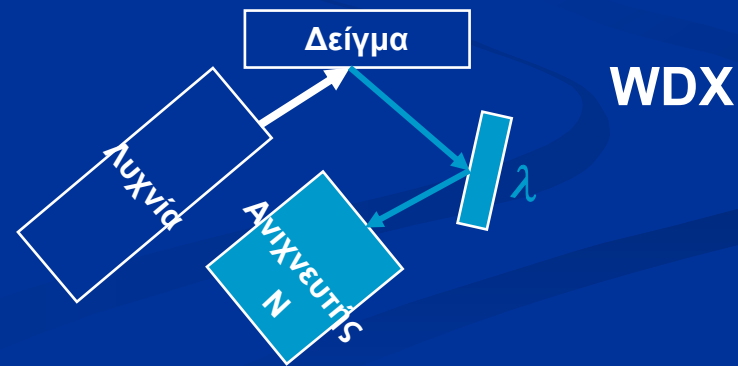
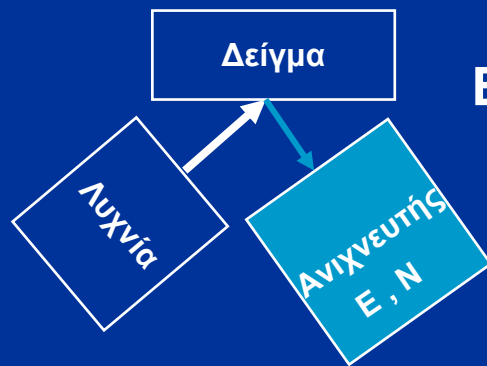


Επίδραση του μεγέθους κόκκων και της πίεσης για την παρασιευή του δείγματος

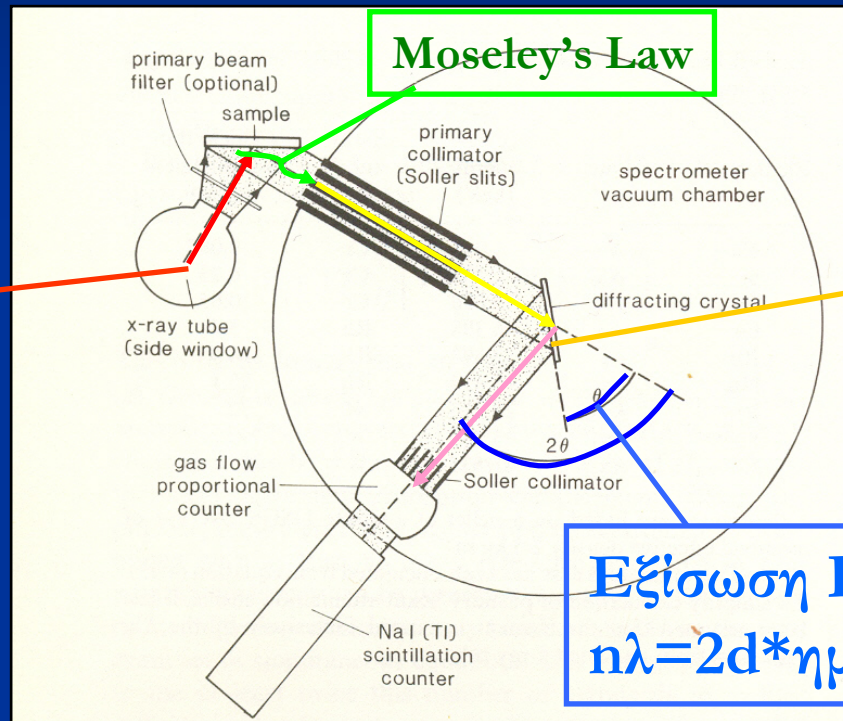


Όργανα μέτρησης

- Ανάλυση με διαχωρισμό του μήκους κύματος ακτινοβολίας (Wavelength dispersive spectrometry WDX)
- Ανάλυση με διαχωρισμό της ενέργειας της ακτινοβολίας (Energy dispersive spectrometry EDS)



Διάταξη περιθλασιμετρίας φθορισμού ακτίνων χ



Moseley's Law

Sc, Cr, Mo,
Rh, Au, Ag,
W.

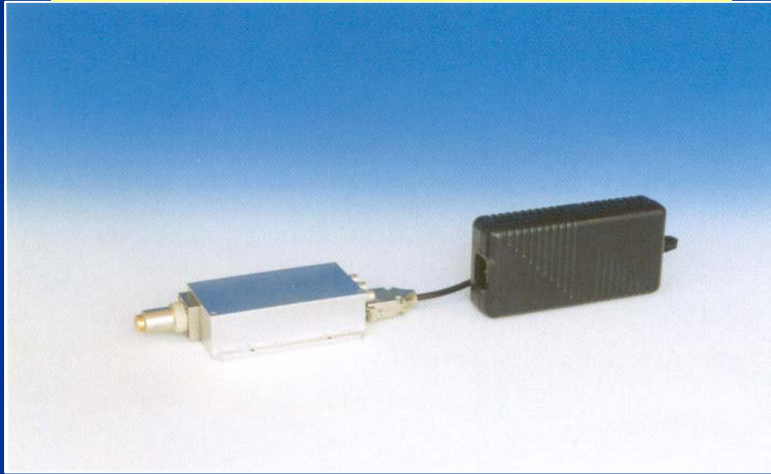
LiF200, LiF100,
LiF110, Ge, PET, TAP

Εξίσωση Bragg
 $n\lambda = 2d \cdot \eta \mu \theta$

Διαχωρισμός της πολυχρωματικής ακτινοβολίας
ανάλογα τη γωνία πρόσπτωσης

Ανιχνευτής πυριτίου «εμβολιασμένος» λιθίου (Si(Li))

Silicon Drift Detector (SDD)

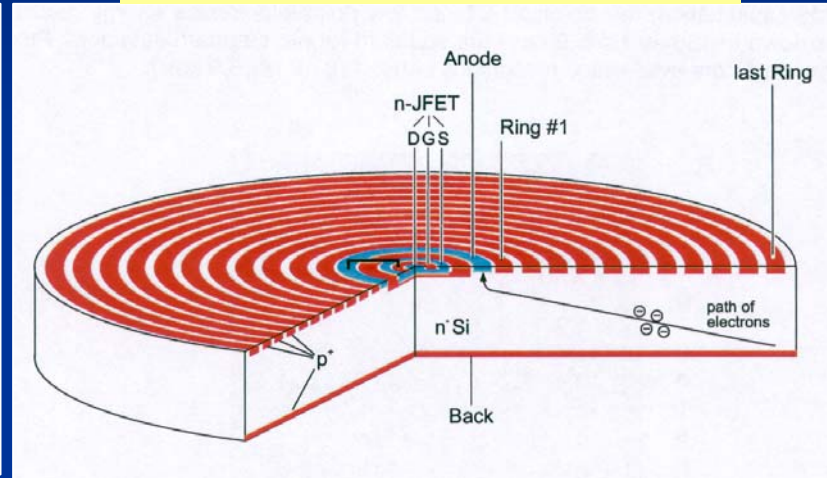


$$n = E/e$$

n = αριθμός ηλεκτρονίων

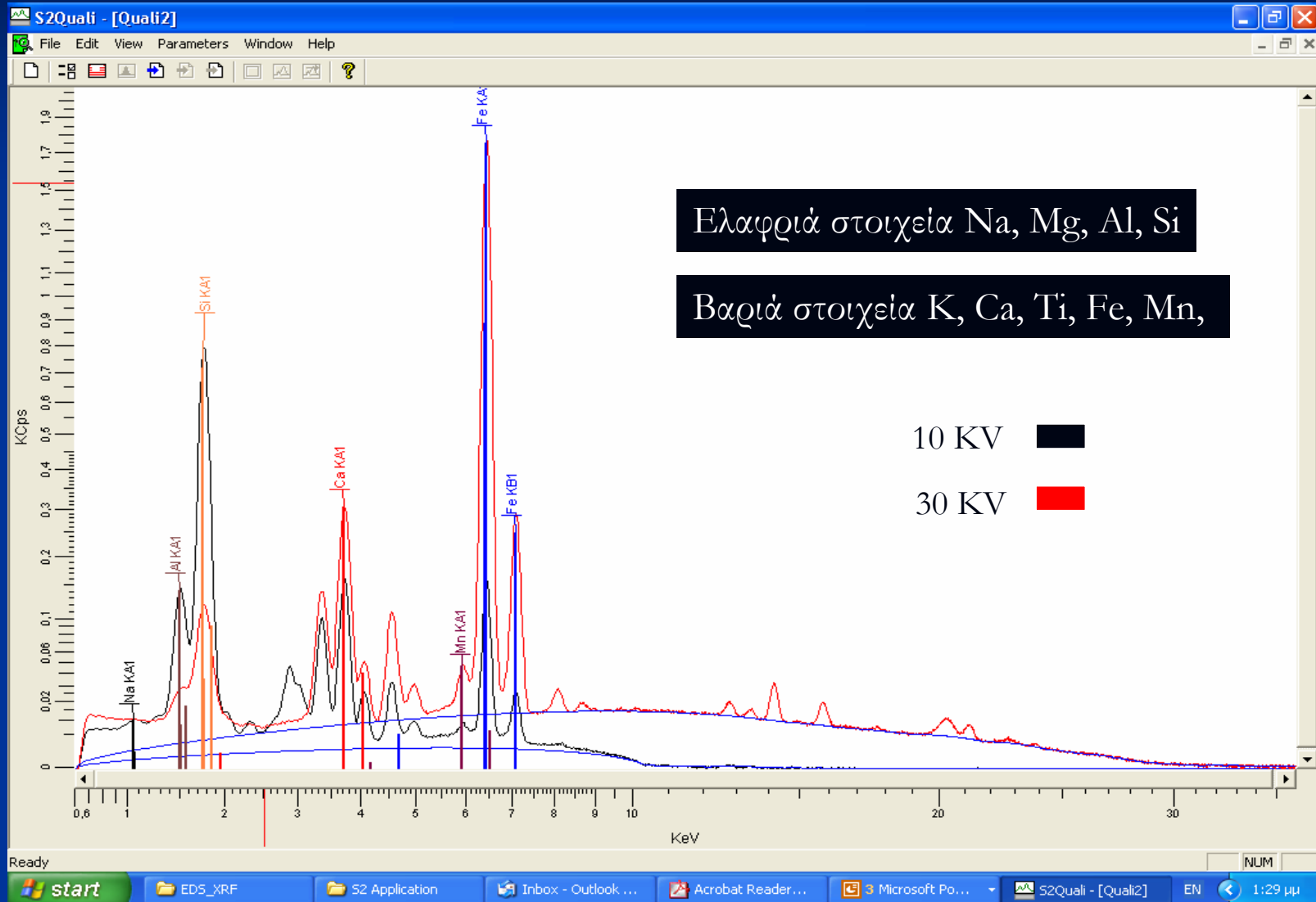
e = ενέργεια ηλεκτρονίων 3,8

Principle of the SDD

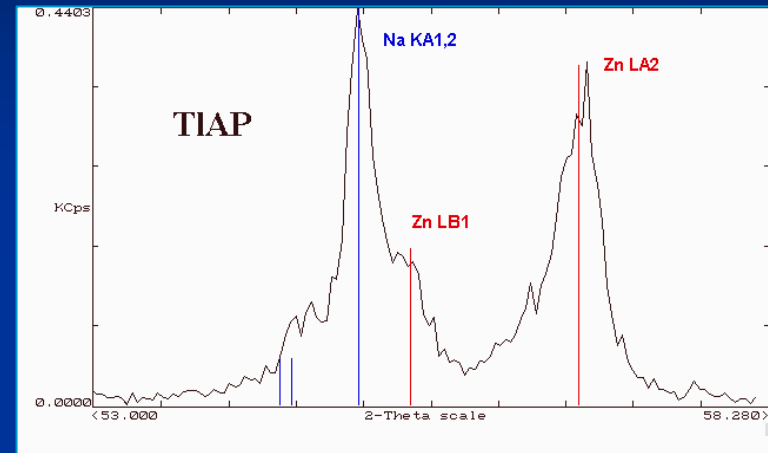
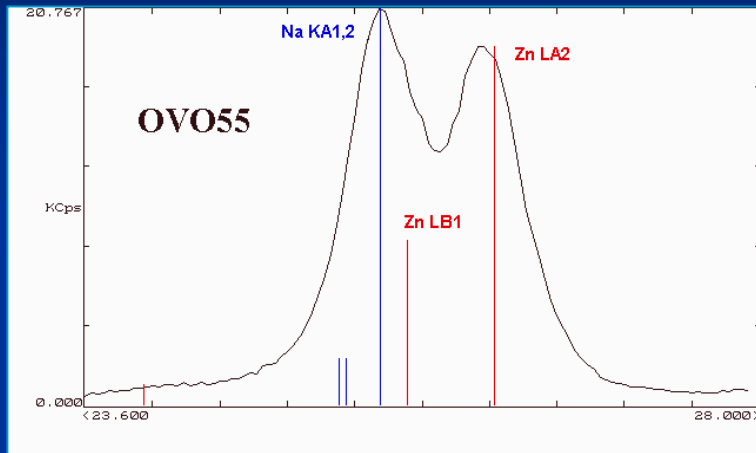


Κύριο χαρακτηριστικό του ανιχνευτή είναι:
Η ταυτόχρονη δημιουργία ηλεκτρικών σημάτων
ανάλογων των ενεργειών ακτίνων X που
προσπίπτουν στο κρύσταλλο.

Φάσμα ακτίνων-Χ



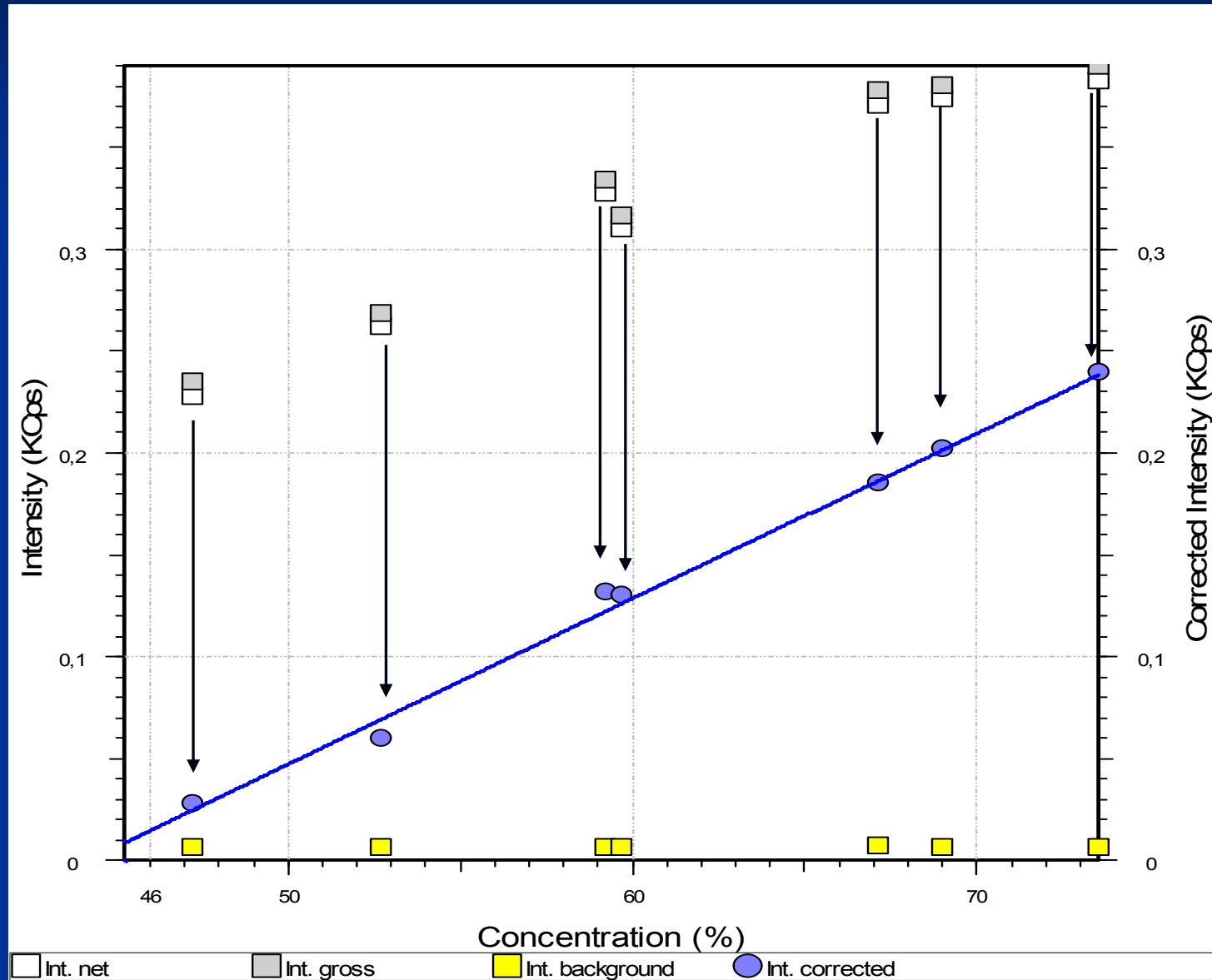
Αλληλεπικαλύψεις-Διακριτική ικανότητα κρυστάλλου



crystal type	2d-value [nm]	2Θ(EI 1) [deg]	2Θ(EI 2) [deg]	Difference [deg]
LiF(220)	0,2848	107,11 (Cr)	123,17 (V)	16,06
LiF(200)	0,4028	69,34 (Cr)	76,92 (V)	7,58
Ge	0,653	110,69 (S)	141,03 (P)	30,34
PET	0,874	75,85 (S)	89,56 (P)	13,71

$$\frac{d\Theta}{d\lambda} = \frac{n}{2d \cos \Theta}$$

Καμπύλη αναφοράς : διορθώσεις απορρόφησης μάζας και επικαλύψεων



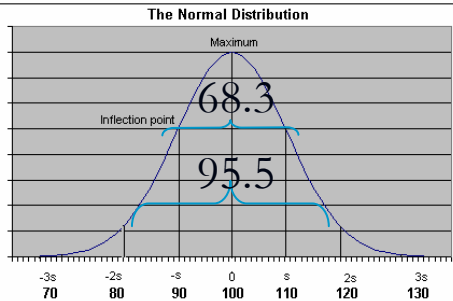
ΣΤΑΤΙΣΤΙΚΗ ΚΡΟΥΣΕΩΝ ΑΚΤΙΝΩΝ-X

$$\sigma = \sqrt{N}$$

σχετική διακύμανση

$$\varepsilon = \frac{\sqrt{N}}{N} = \frac{1}{\sqrt{N}} = \frac{1}{\sqrt{R \cdot T}}$$

R=counts/sec. T= χρόνος σε sec.



$$\varepsilon\% = \frac{100}{\sqrt{N}} \quad \acute{\eta} \quad \frac{100}{\sqrt{R \cdot T}}$$

$$\sigma_R = \sqrt{\frac{R}{T}}$$

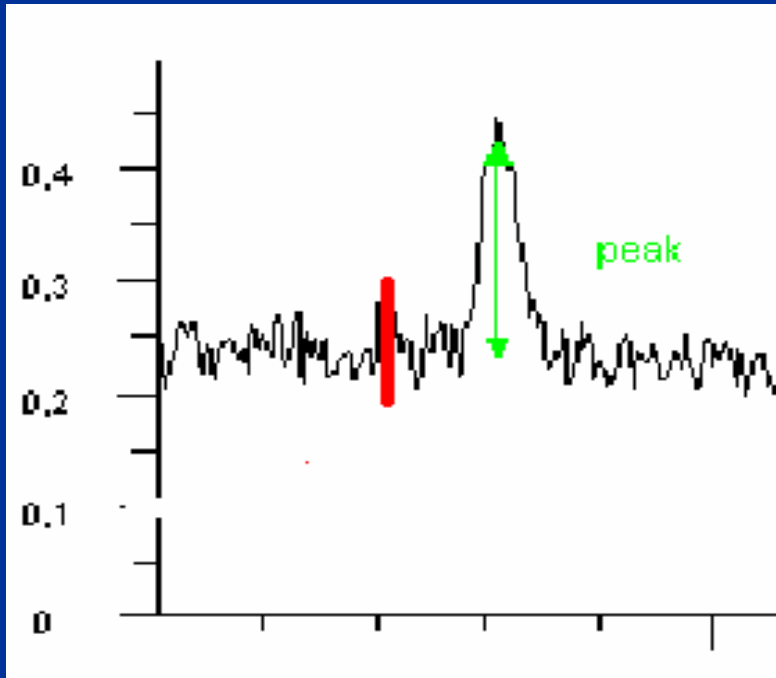
R=100 cps

T (sec)	1	4	10	40	100	400
$\varepsilon\%$	10	5	3.17	1.58	1	0.5

Όριο ανίχνευσης

$$(R_p - R_b) \geq 2\sigma(R_b)$$

Μία ένταση ακτίνων-x είναι χαρακτηριστική όταν, η «καθαρή» ένταση είναι τρεις φορές μεγαλύτερη από από την ένταση θορύβου του υποβάθρου



$$R_p - R_b \geq 3\sigma \quad (1)$$

$$\sigma = \sqrt{N} \quad (2)$$

$$N = \frac{R_b}{T_b} \quad (3)$$

$$m = \text{cps} / \text{ppm} \quad (4)$$

$$L.D.L = \frac{3}{m} \sqrt{\frac{R_b}{T_b}}$$

Σύγκριση μεταξύ EDS-WDS

Μέθοδος	Μειονεκτήματα	Πλεονεκτήματα
EDS	<p>1. Υψηλός θόρυβος, μικρός λόγος P/Bgr= υψηλό όριο ανίχνευσης</p> <p>2. Χαμηλή διακριτική ικανότητα λόγω αλληλοκάλυψης καμπυλών</p>	Ταυτόχρονη μέτρηση στοιχείων
WDS	Διαδοχική μέτρηση στοιχείων που συνεπάγεται μεγάλο χρόνο μέτρησης	<p>1. Χαμηλός θόρυβος, υψηλός λόγος P/Bgr= χαμηλό όριο ανίχνευσης</p> <p>2. Υψηλή διακριτική ικανότητα με χρήση κατάλληλου αναλυτή κρυστάλλου</p>