

Röntgenanalitika

Röntgenradiológia, Komputertomográfia (CT)

Röntgenfluoreszcencia (XRF)

Röntgenkristallográfia

Röntgendiffrakció (XRD)

A röntgensugárzás

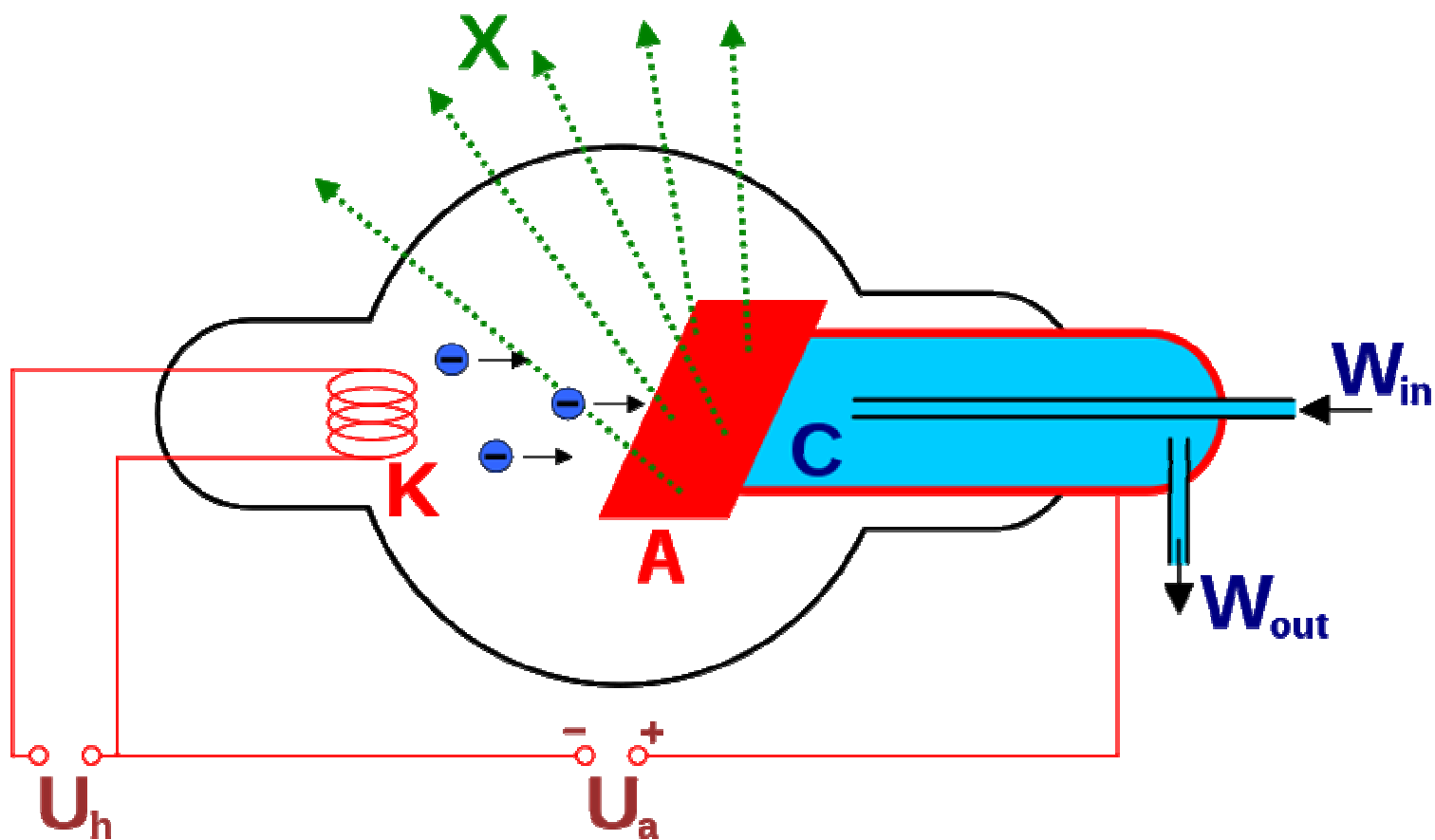
- Felfedezése (1895, W. K. Röntgen, katódsugárcső, ZnS-os ernyő, X-[ismeretlen]-sugárzás, X-ray, Röntgen-Strahlung)
- Elektromágneses, nagy energiájú és nagy áthatoló képességű sugárzás.

Jellemzői:

- Energiája: $E=h\cdot\nu=h\cdot c/\lambda$ 0,125 – 125 keV
- Hullámhossza: 0,01-10 nm
- Csoportosítása: folytonos (fékezési) sugárzás
karakterisztikus sugárzás

A röntgensugárzás előállítása

- Izzókatódos röntgencső



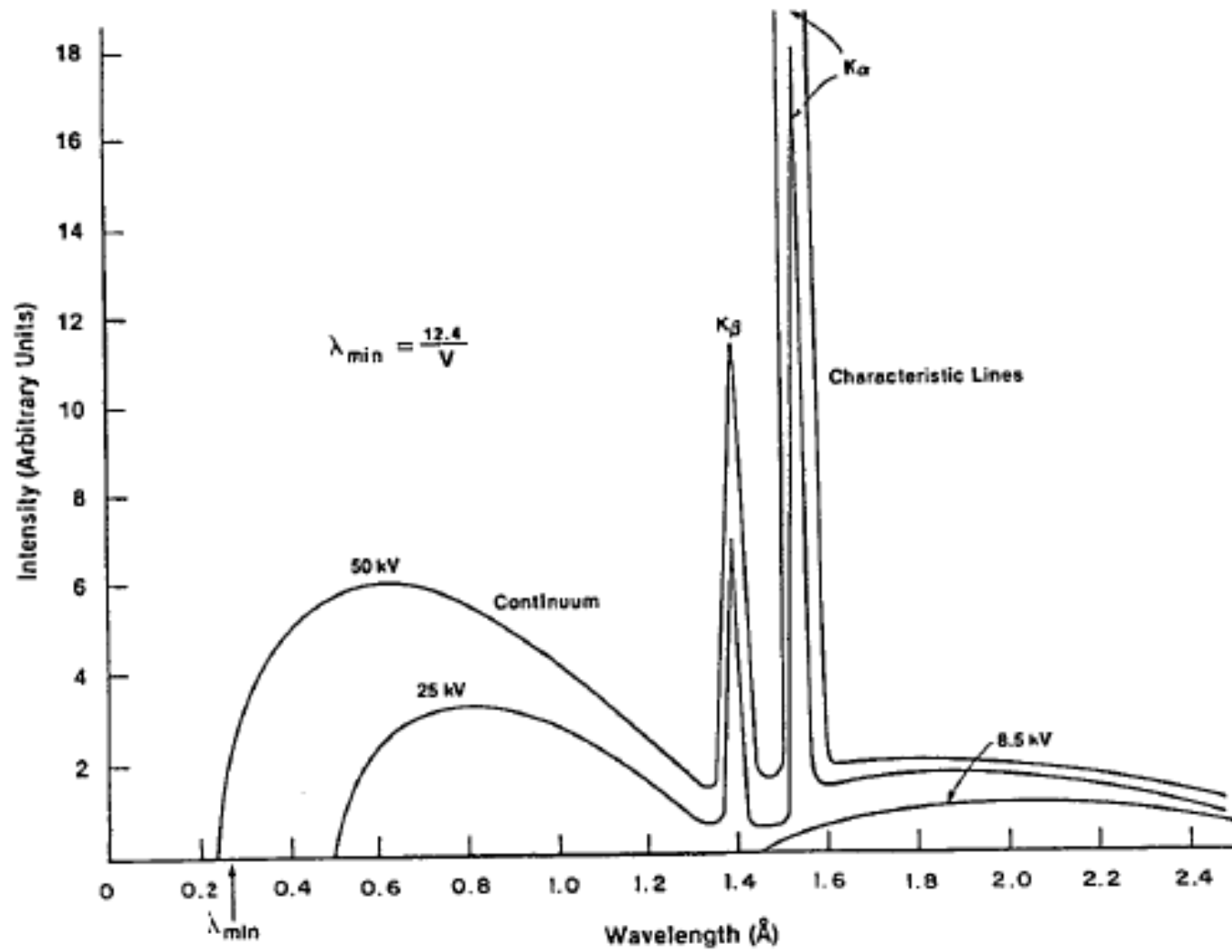


Figure 1.1. Continuous and characteristic radiation for copper.

A röntgensugárzás kölcsönhatása az anyaggal

- Abszorpció
- Fotoelektromos hatás (pl. Fluoreszcencia)
- Szórás (koherens, inoherens)
- ...

1. Abszorpció (elnyelődés)

- x , rétegvastagság,
- ρ , sűrűség,
- μ_m , tömegabszorpciós tényező

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu_m \rho x}$$

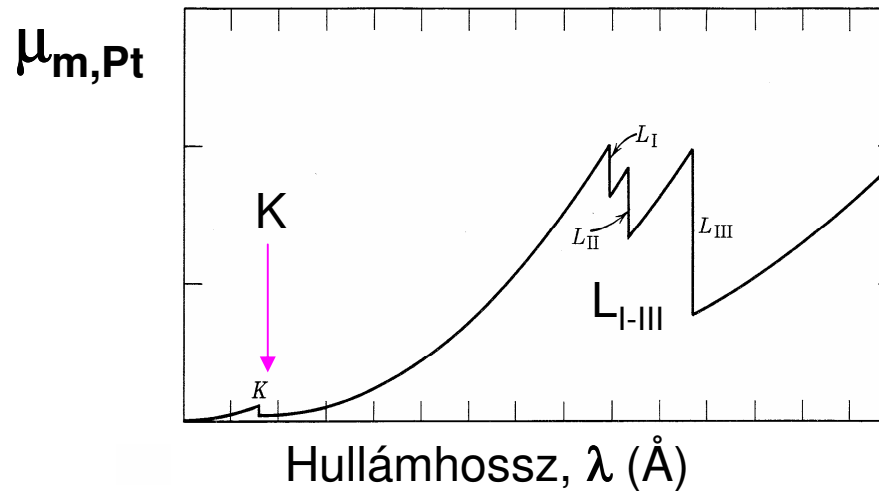
- A μ_m rendszám (Z) és hullámhossz (λ) függése:
 - N_A , Avogadro szám,
 - A , atomtömeg

$$\mu_m = k Z^4 \lambda^3 \frac{N_A}{A} \approx Z^3 \lambda^3$$

- Keverésekre, vegyületekre:
 - Az átlagos $\mu_{m,T}$:
 - w_i , atomi tömegtörtek

$$\mu_{m,T} = \sum_{i=1}^n \mu_{m,i} w_i$$

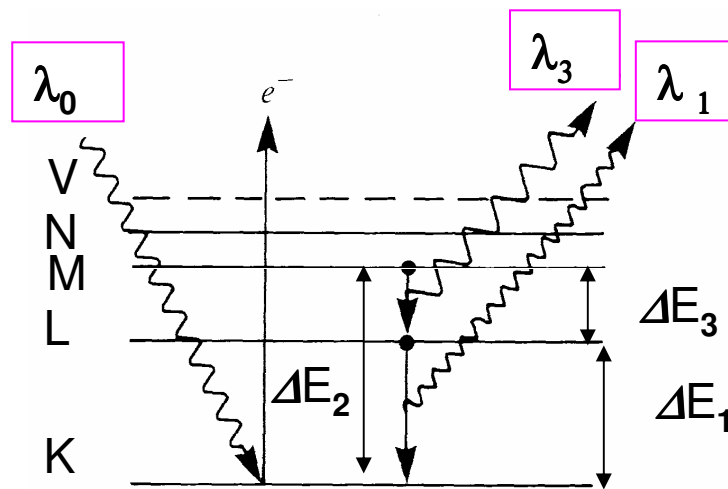
1. Abszorpció (elnyelődés)



- Abszorpciós élek: **K-**, **L_I-**, **L_{II}-**, **L_{III}-**, **M_{I-V}**, **N_{I-VII}**, ... stb.
 - Ugrásszerűen változik a μ_m .
 - Belső (atomtörzsi) ionizáció játszódik le.
 - A lezárt atomhéjak elektronkötési energiájára, energiaszintjeire következtethetünk.

2. Fluoreszcencia

$\Delta E \rightarrow E = h \cdot c / \lambda$ emissziója.



Az emittált karakterisztikus sugárzások jellemzőek az adott elemre.

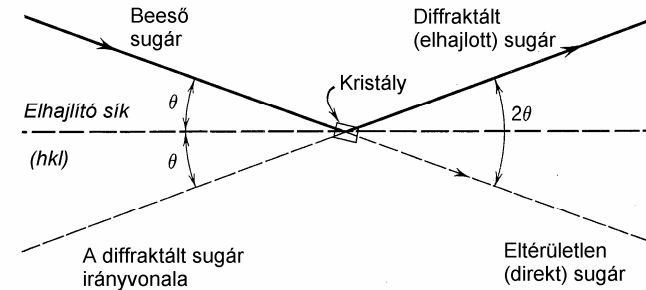
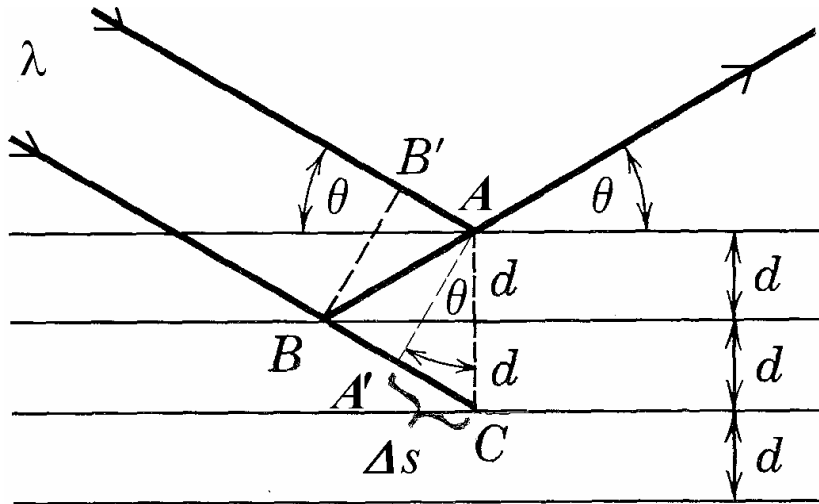
Stabilizálódás $E_i = h\nu_i = \Delta E_i$ röntgenfotonsorozat karakterisztikus röntgensugárzás kibocsátásával

- Karakterisztikus röntgenvonalak

- Nagy rendszámú elemek több karakterisztikus vonalat emittálnak;
- $\lambda_0 < \lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, \dots$ emittált röntgensugarak (fluoreszcencia);
- A lezárt atomhéjak energiaszintjeinek különbségeire következtethetünk.

3. Diffrakció (koherens szórás)

- Diffrakció (hullámok elhajlása és interferenciája) alapfeltétele: $\lambda_{\text{rtg}} \sim d_{\text{rác}}s$



Bragg-egyenlet:

$$\Delta s = (n)\lambda = 2d \sin \theta$$

- A periodikusan ismétlődő, hosszútávú rendet mutató kristályrácson erősítés csak kitüntetett irányokban jelentkezik, egyéb irányokban teljes kioltás tapasztalható. Az erősítés geometriai feltételét a Bragg-egyenlet adja meg (az interferáló hullámok útkülönbsége egyezzen meg azok hullámhosszának egészszámú többszörösével):

- $\Delta s = 2 \cdot d \cdot \sin \theta = (n) \cdot \lambda$

- λ , a röntgensugarak hullámhossza (Å),
- $n = 1, 2, 3, \dots$, kis egészszám (ált. $n=1$ -nek tekintjük),
- d , az elhajlást okozó síksereg jellegzetes rácssíktávolsága (Å),
- θ , a röntgensugár szöge

Röntgenpordiffrakció

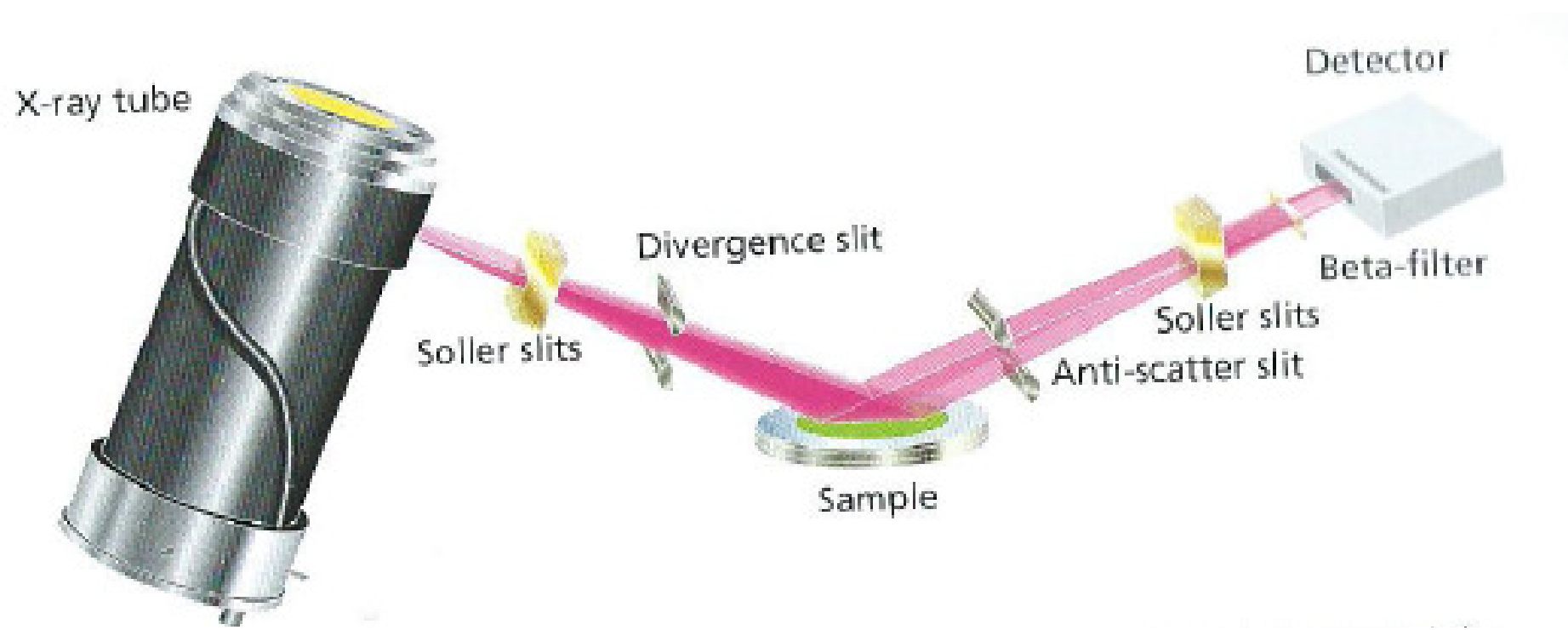
Pordiffrakciós kép: d_i ($2\theta_i$) - I_{rel} (= $100 I_i/I_{100\%}$) adatpár-sorozat

A pordiffrakciós kép minden kristályos fázisra egyedileg jellemző (bár hasonló szerkezeteknél hasonlóak lehetnek)

- Az egyes kristályos anyagok (vegyületek, elemek) minőségük szerint azonosíthatók (kristályos fázisok, pl. módosulatok, eltérő oxidációs fokú oxidok, eltérő savanyúságú sók, vesekövek azonosítása);
- A kristályos fázisok keverékekben is megtartják önálló diffrakciós képüket → röntgendiffrakciós fázisanalízis (XRD), azonosítás szilárd keverékekben;

Röntgenpordiffrakció

- Fázisösszetétel minőségi és mennyiségi meghatározása.
- Röntgendiffraktométer részei:
 - Röntgenső (Cu, Cr, Mo... anód), generátor;
 - Rések: Soller-rés, divergencia rés;
 - Mintatartó;
 - Goniométer;
 - Rések: vevőrés, Soller-rés, szórást csökkentő rés;
 - Monokromátor;
 - Detektor (proporcionális, szcintillációs, szilárdtest)



X-ray tube

Detector

Soller slits

Divergence slit

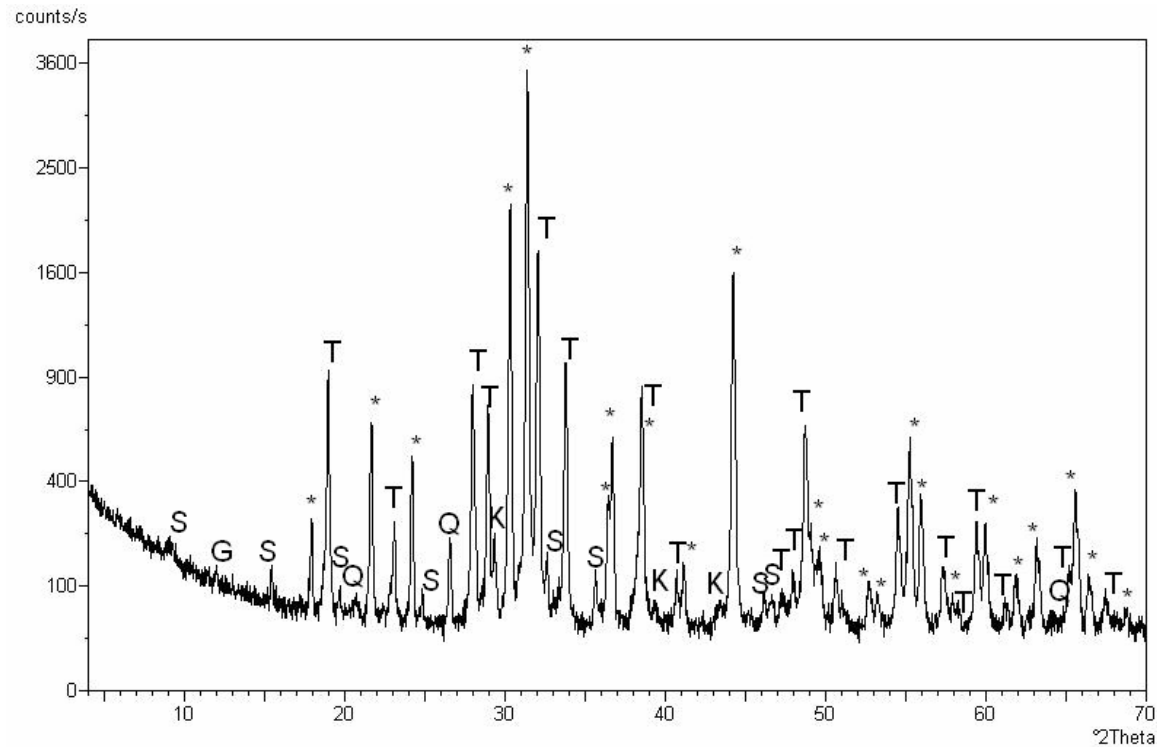
Beta-filter

Soller slits

Anti-scatter slit

Sample

Röntgenporodiffrakció



A SZHELY 1. minta röntgendiffrakciós felvétele (*-glaserit PDF20-928, T-thenardit PDF36-397, Q-kvarc PDF33-1161, K-kalcit PDF5-586, S-szingenit PDF28-739, G-gipsz PDF33-311)

Röntgen-kártya

33-1161

★

SiO_2	$d\text{\AA}$	Int	hkl	$d\text{\AA}$	Int	hkl
Silicon Oxide	4.257	22	100	1.1532	1	311
Quartz, syn	3.342	100	101	1.1405	<1	204
	2.457	8	110	1.1143	<1	303
	2.282	8	102	1.0813	2	312
	2.237	4	111	1.0635	<1	400
Rad. $\text{CuK}\alpha_1$ λ 1.540598 Filter Mono. d-sp Diff. Cut off Int. Diffractometer $1/\lambda_m$ 3.6 Ref. <i>Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr.</i> 23, 18 61 (1981)	2.127	6	200	1.0476	1	105
	1.9792	4	201	1.0438	<1	401
	1.8179	14	112	1.0347	<1	214
Sys. Hexagonal S.G. $P3_121$ (154)	1.8021	<1	003	1.0150	1	223
a 4.9133(2) b c 5.4053(4) A C 1.1001	1.6719	4	202	0.9898	1	402
α β γ Z 3 mp	1.6591	2	103	0.9873	1	313
Ref. <i>Ibid.</i>	1.6082	<1	210	0.9783	<1	304
D_s 2.65 D_m 2.66 SS/POM F ₅₀ -77(013,21)	1.5418	9	211	0.9762	1	320
α β 1.544 γ 1.553 Sign + 2V	1.4536	1	113	0.9636	<1	205
Ref. Swanson, Fayat, <i>Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ.</i> 539, 3 24 (1954)	1.4189	<1	300			
Color Colorless	1.3820	6	212			
Pattern taken at 25 C. Sample from the Glass Section at NBS, Gaithersburg, Maryland, USA, ground single-crystals of optical quality. Pattern reviewed by Hulzer, J., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA, <i>ACTA Cryst. B</i> (1990). Agrees well with experimental and calculated patterns. O_2Si type. Quartz group. Also called: silica. Also called: low quartz. Silicon used as internal standard PSC: hP9. To replace 5-490 and validated by calculated pattern. Plus 6 additional reflections to 0.9089.	1.3752	7	203			
	1.3718	8	301			
	1.2880	2	104			
	1.2558	2	302			
	1.2285	1	220			
	1.1999	2	213			
	1.1978	1	221			
	1.1843	3	114			
	1.1804	3	110			

Röntgenspektrometria

- Elemi összetétel minőségi és mennyiségi meghatározása.
- Típusai: szekvenciális, szimultán
hullámhossz-, energia-diszperzív
- Röntgenspektrométer részei:
 - Röntgenső (pl. Rh anód);
 - Mintatartó;
 - Jelfelbontó egység (analizáló kristály);
 - Detektor (proporcionális, szcintillációs, szilárdtest).

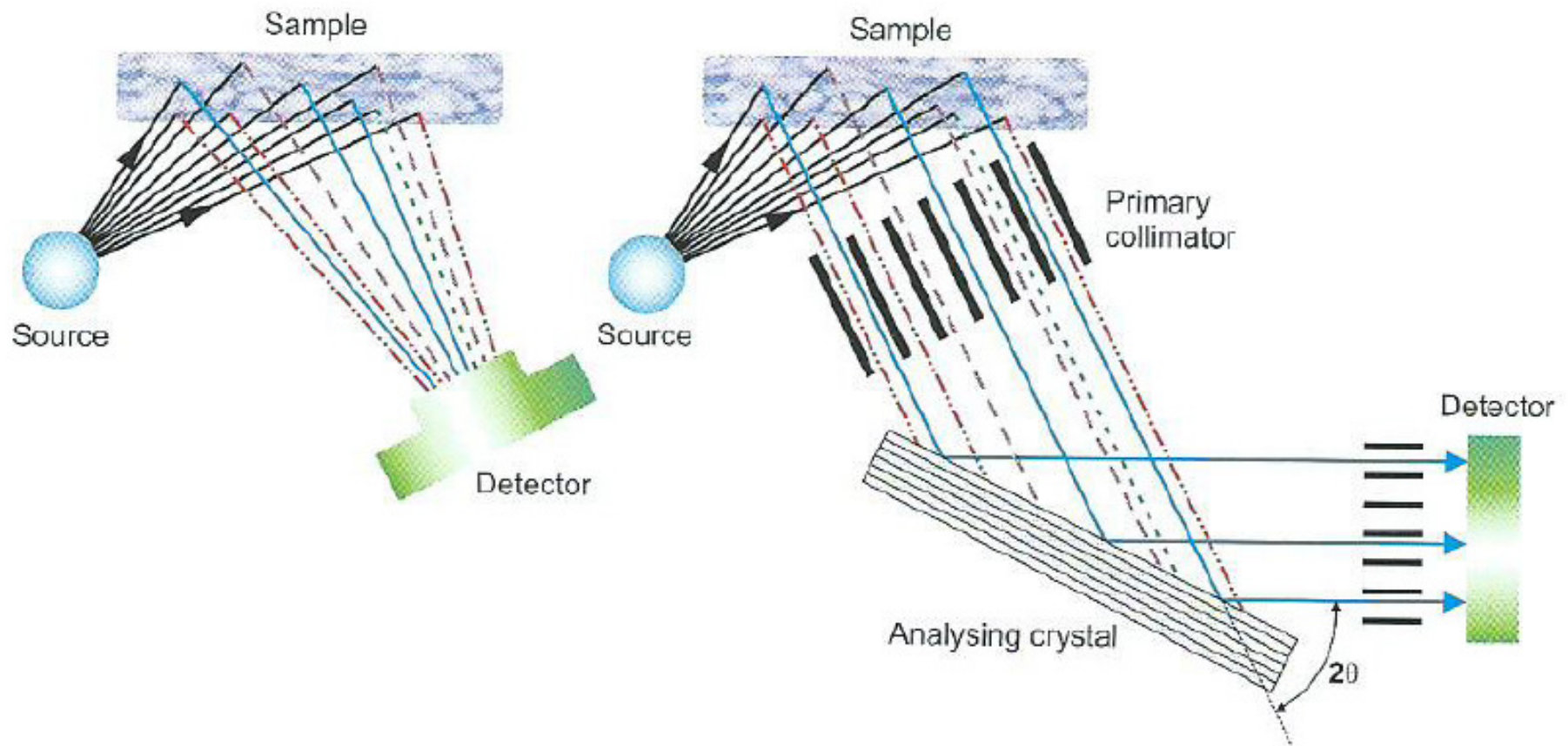
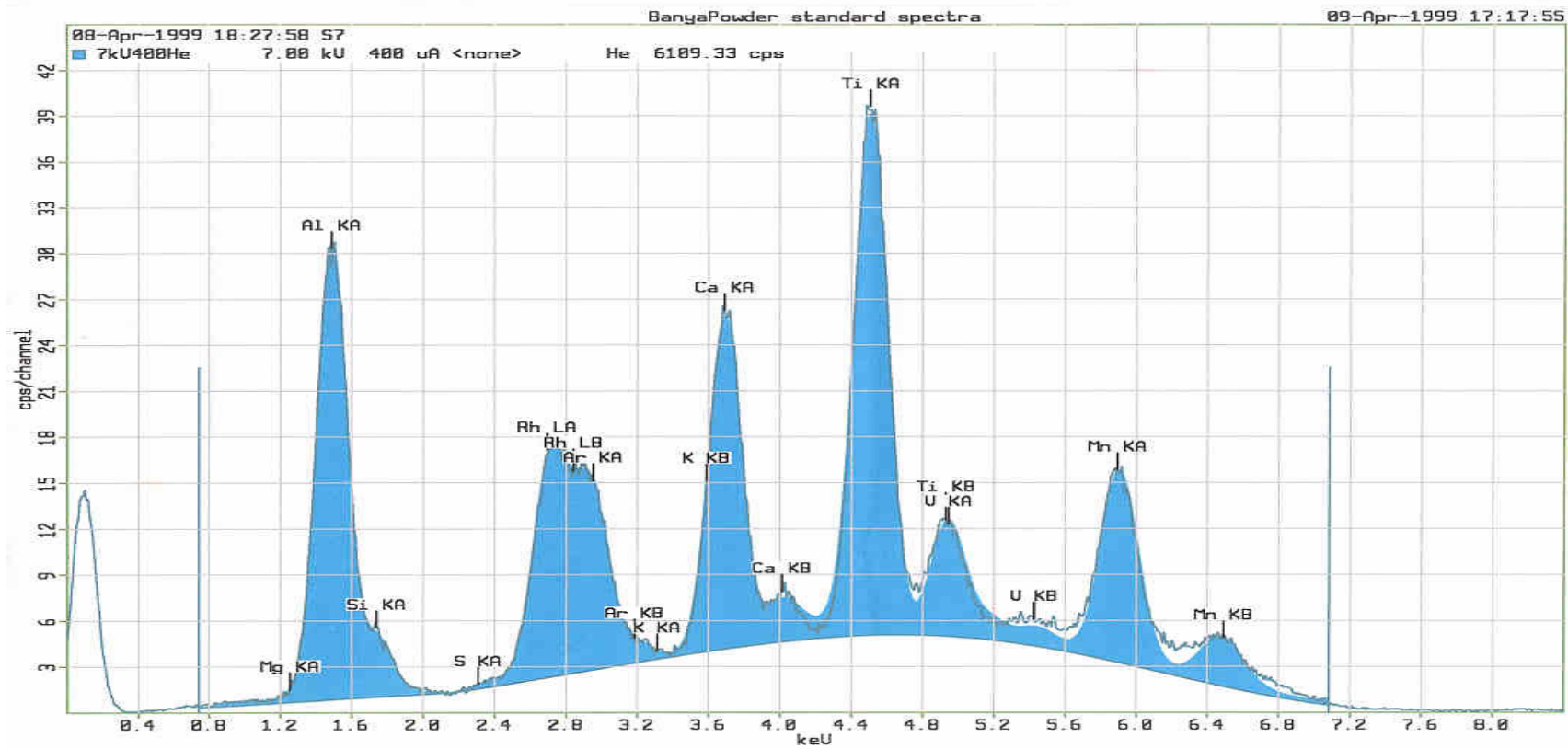


Figure 16. Basic designs of EDXRF and WDXRF spectrometers

Röntgenspektrometria



Tipikus ED-XRFS spektrumrészlet (bauxit minta)