

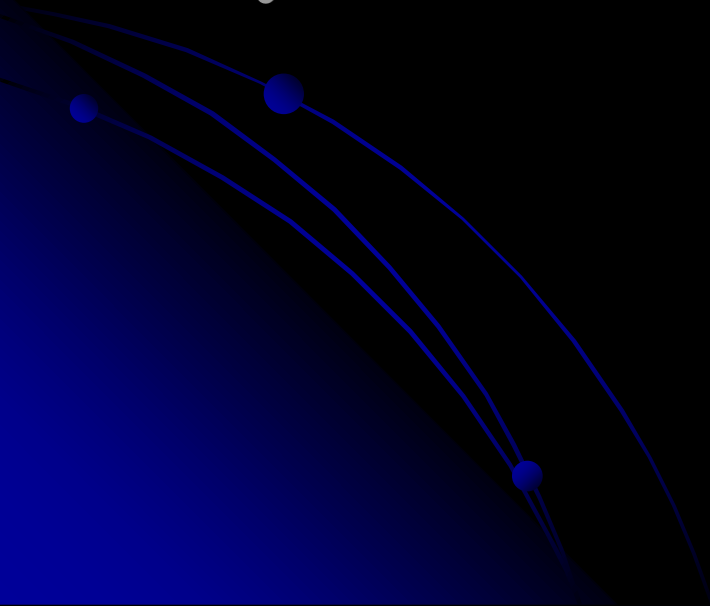
JEM 414 / JEM 440 MİNERAL TANIMA YÖNTEMLERİ DERSİ

9. HAFTA

Arş. Gör. Dr. Kıymet DENİZ

XRF

(X-Işınları Flüoresans Spektrometresi)





X-IŞINLARI FLORESANS SPEKTROMETRESİ (XRF)

X-ışınları floresans spektrometresi ile;

- Si, Al, Ti, Mn, Mg...gibi ana element oksitleri % ağırlık cinsinden (MnO, MgO...)
- Rb, Ba, Sr gibi eser elementleri,
- Cr, Ni, Co, Cu ve Zn gibi geçiş metallerini,
- La, Ce, Pr, Nd...gibi nadir toprak elementlerini ppm düzeyinde analiz edilir.

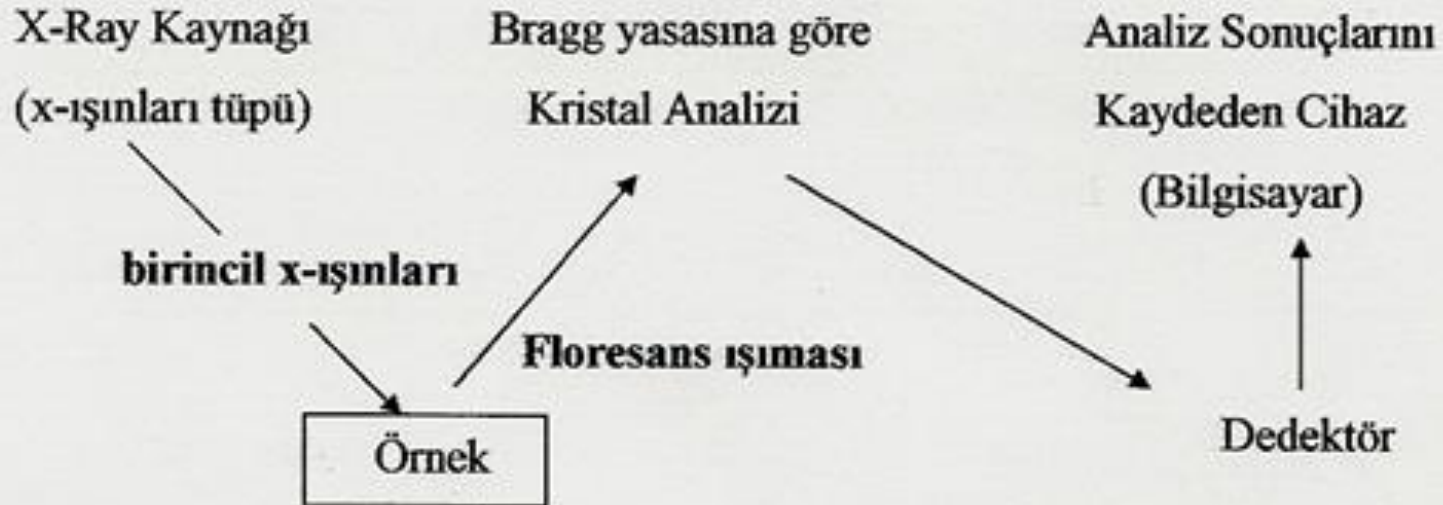
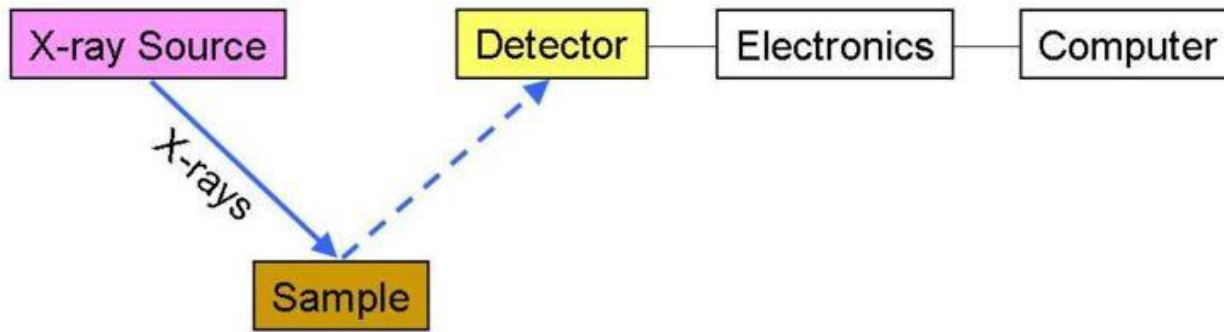
Atom numarası 9 ile 92 arasında olan elementlerin kantitatif analizini yapar. Atom numarası 9'un altındaki elementleri inceleyemez. Kimyasal bağ derecesinde yeterince hassas değildir. XRF genelde 50kV ve 50 mA'de çalışır.

ÖRNEK HAZIRLANMASI

Bu yöntemde analiz edilecek örnek kırma, öğütme işlemleriyle pudra haline getirilir. Eser element analizlerinde örnek çeşitli bağlayıcı malzemelerle birlikte (örneğin polivinil prolidin) hidrolik pres altında sıkıştırılarak pres-pastil halinde analize hazır hale getirilir. Ana element analizleri için ise örneğe bir miktar lityum tetra borat ilave edilir. Normal kül fırını veya 1000°C nin üzerindeki alevde platin krozelerde eritilerek inci denilen camsı bir preparat elde edilir. Ve özel kabına konularak analize hazır hale getirilir. Analiz yaklaşık 1 dakikada tamamlanır.







Bragg Kanunu: $n\lambda = 2d\sin\theta$

n = kırınım sayısı

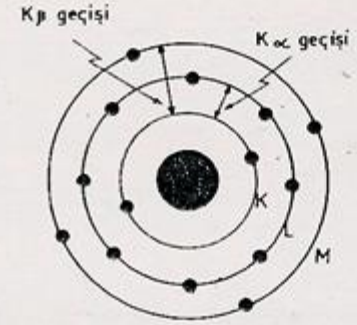
λ = dalga boyu

d = masefe

θ = x-ışınlarının örneğe uygulanma açısı.

XRF spektrometresinin önemli üniteleri ve işlevleri:

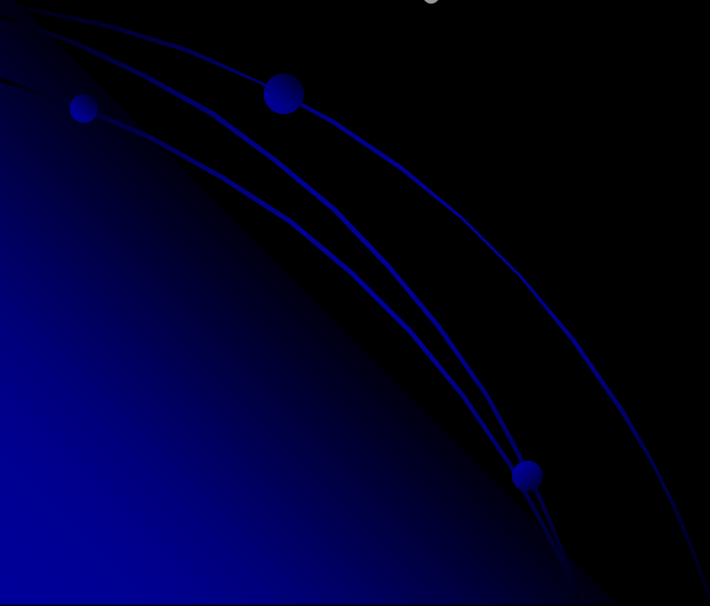
- 1. X-ışınları tüpü:** Birincil X-ışınlarının elde edilmesi amacıyla kullanılır. Bu tüplerde elde edilen birincil X-ışınları spektrumu uygun filtreler yardımıyla filtrelenerek, sadece $K\alpha$ dalga boyuna sahip X-ışını ayrılır ve analiz edilecek örnek üzerine gönderilerek atomların uyarılması ve bu atomların ikincil floresans X-ışınları yayması sağlanmış olur.
- 2. Kapalı Devre Su Soğutma Ünitesi:** X-ışınları tüpünden birincil X-ışınları elde edilmesi sırasında, x-ışınları tüpünün çok yüksek sıcaklığa maruz kalmasından dolayı devamlı soğutulması gerekmektedir. Bu nedenle distile su kullanılarak kapalı devre halinde soğutma elde edilmesine yarayan bir ünite dir.
- 3. Örnek Odası:** Birincil X-ışınları bombardımanına tutulacak olan örneğin konulduğu kurşundan yapılmış olan ve yüksek vakum altında muhafaza edilen bir ünite dir.
- 4. Floresans X-ışınlarının analiz edildiği Analizör Ünitesi:** Birincil X-ışınlarıyla vakum altında bombardıman edilen örneğin uyarılması sonucunda örnek atomlarının yaydığı floresans X-ışınlarının dalga boyunun ölçüldüğü kısımdır.



Yoğun X-ışını bombardımanıyla uyarılmış bir silisyum atomu. Si $K\alpha$ Floresans ışınması K-L, Si $K\beta$ ışınması K-M enerji düzeyleri arasındaki elektron geçişinden oluşmaktadır.

μ -XRF

(Mikro X-Işınları Flüoresans Spektrometresi)





X-LabPro Routine Dialog - [Point Scan]

File Edit View Tools Recalibration Video Window Help

Smp. Pos/Meas.: 1/- Voltage [kV]: 0,00 Maximum Time [s]: 0 Rel. Dead Time [%]: 0,0 Impulse Rate [cps]: 0 Zero Peak Rate [cps]: 0
 Pressure [Pa]: - Current [mA]: 0,00 Remaining Time [s]: 0 Elec.-R.-HWV [eV]: 0,0 Peak Time [μs]: 0,0 Energy Range [keV]: 0,0

1 MIDEX-M

Sample Name: Point Scan [New]

Method: 7216-1p

Job: 2006_w04

Pointscan Coordinates

[X] Delete

[X] Delete All

Spectra Video Element Mapping

Point Scan Line Scan Mapping

Test [Left Arrow] Next [Right Arrow] Start [Play]

Abort [Up Arrow] Standby [Lightning Bolt] Pause [Two Vertical Bars]

Measurement

Evaluation

Direct Print

Standby

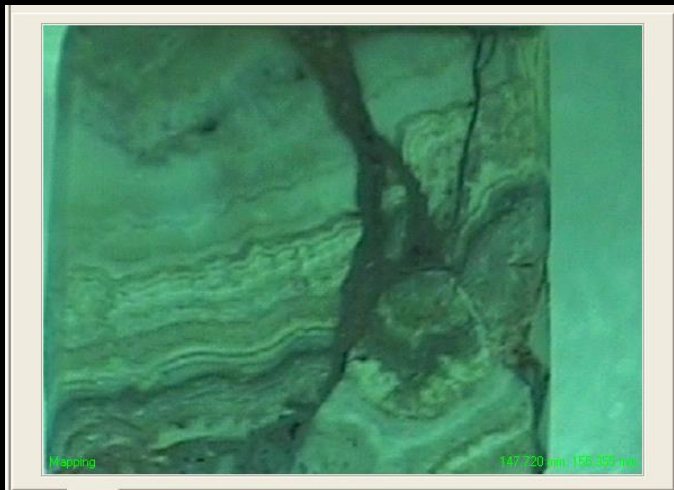
23.01.2006 19:36:52 X-LabPro Routine Dialog connected to X-LabPro ComServer.

23.01.2006 19:36:52 Licensed user: Ankara Universitesi

23.01.2006 19:37:01 Instrument detected: Midex M (EK0112)

Ready

start X-LabPro Routine Dial... TR Connected 19:39



Na Mg Al

Si K Ca

Rb Sr Y

Spectra Video Element Mapping

