

Tytuł pracy:

Metoda cienkiej warstwy w rentgenowskiej analizie fluorescencyjnej wybranych materiałów przemysłu metali nieżelaznych

Autor:

Mgr inż. Jacek Anyszkiewicz

Streszczenie:

W niniejszej pracy opracowano trzy procedury analityczne ilościowego oznaczania pierwiastków głównych i śladowych w wybranych materiałach pochodzących z przemysłu metali nieżelaznych, przy zastosowaniu fluorescencyjnej spektrometrii rentgenowskiej (XRF). Próbki przygotowywano w postaci cienkiej warstwy aby możliwe było zminimalizowanie efektów matrycowych, głównego źródła błędów w analizie XRF.

W części teoretycznej pracy omówiono podstawy spektrometrii XRF, w tym: oddziaływanie promieniowania rentgenowskiego z materiałą, efekty matrycowe oraz wpływu grubości próbki na natężenie promieniowania fluorescencyjnego. W części literaturowej przeprowadzono przegląd prac, w których oznaczano pierwiastki główne i śladowe w próbkach cienkowarstwowych.

W części doświadczalnej:

- opracowano metody oznaczania głównych składników stopów CuMnNi oraz stopów miedzi fosforowej CuP i miedzi fosforowej z dodatkiem srebra CuPAg. Roztworzone próbki nanoszono na odpowiednio dobrane podłoże, które po wysuszeniu analizowano techniką rentgenowskiej spektrometrii fluorescencyjnej z dyspersją długości fal (WDXRF). Kalibrację przeprowadzono z wykorzystaniem materiałów odniesienia (stopy CuMnNi) oraz próbek syntetycznych (stopy CuPAg);
- opracowano metodę oznaczania pierwiastków śladowych i domieszkowych, stanowiących zanieczyszczenie miedzi. Miedź, będącą matrycą, usuwano elektrolitycznie, a pozostałe pierwiastki zatężano i nanoszono na folię Mylar. Powstała w ten sposób próbka cienkowarstwowa analizowana była techniką rentgenowskiej spektrometrii fluorescencyjnej z dyspersją energii (EDXRF). Do kalibracji zastosowano próbki syntetyczne.

Badania wykazały nierównomierne rozmieszczenie pierwiastków na podłożu, co niekorzystnie wpływało na precyzję i dokładność uzyskiwanych wyników. Zastosowanie wzorca wewnętrznego pozwoliło w znacznym stopniu skorygować efekt niejednorodności próbek i uzyskać wyniki spełniające wymagania przemysłu metali nieżelaznych.

Zastosowanie metody cienkiej warstwy pozwoliło znacznie obniżyć tło spektralne i poprawić stosunek sygnału do tła. Ponadto, przygotowanie próbek cienkich doprowadziło do minimalizacji efektów matrycowych będących jednym z głównych źródeł błędów w analizie XRF. W konsekwencji uzyskano liniową zależność pomiędzy sygnałem a stężeniem analitu (lub jego masą powierzchniową), a zastosowanie metod korekcji efektów matrycowych (parametrów fundamentalnych czy współczynników korekcyjnych) nie było konieczne.

Obliczenia teoretyczne (kryterium Rhodessa) wykazały, że próbki spełniają kryterium próbek cienkich, z wyjątkiem oznaczania fosforu w stopach CuP i CuPAg, który emituje niskoenergetyczne promieniowanie. Badania przeprowadzone metodą emisyjno-transmisyjną wskazały na pewną absorpcję promieniowania charakterystycznego w materiale, z którego wykonane jest podłoże. Jego skład jest jednak niezmienny, dlatego osłabienie promieniowania jest stałe we wszystkich próbkach i można je zaniedbać, jeżeli próbki wzorcowe i próbki badane są nanoszone na takie same podłoże.

Opracowane metody poddano walidacji, a dokładność sprawdzono przy użyciu materiałów rzeczywistych oraz materiałów odniesienia. Uzyskane wyniki spełniają wymagania analiz materiałów pochodzących z przemysłu metali nieżelaznych. Opracowane metody przygotowania próbek są alternatywą dla materiałów, które sprawiają trudności w bezpośredniej analizie XRF.