

**Středoškolská odborná činnost 2006/2007**

obor 02 - fyzika

**Jak experimentovat?  
(Rentgenfluorescenční analýza)**

Autor:

**Tereza Kulatá**

Gymnázium Šternberk, Horní náměstí 5  
785 01 Šternberk, 8. ročník

Konzultant:

**Miroslav Duda**

(Gymnázium Šternberk)

**Šternberk, 2007**

Olomoucký kraj

Prohlašuji tímto, že jsem soutěžní práci vypracovala samostatně pod vedením Mgr. Miroslava Dudy a veškerou použitou literaturu a další informační zdroje včetně internetu jsem uvedla v seznamu literatury.

Ve Šternberku dne 11.2.2007

## **Abstrakt**

Tato práce si klade za cíl seznámit středoškolské studenty s problematikou experimentování, s níž většinou nemají velké zkušenosti. Chce upozornit na to, že praktické pokusy by se ve výuce měly provozovat častěji, protože mohou studenty motivovat k dalšímu studiu přírodních věd a připravit je na jejich budoucí vědeckou činnost.

V textu jsou ve zkratce popsány jednotlivé kroky, které by u žádného experimentu neměly chybět, poté vždy následuje konkrétní postup při průzkumu materiálů metodou rentgenfluorescenční analýzy, takže práce obsahuje i výsledky mých pokusů provedených touto metodou.

# Obsah

1. Úvod.....	4
2. Jak experimentovat?	
2.1 Stanovení cíle.....	6
2.2 Rešerše.....	6
2.3 Teoretická příprava.....	7
2.3.1 <i>Ionizující záření a rentgenfluorescenční analýza</i> .....	7
2.4 Podmínky konkrétního pracoviště.....	13
2.5 Jevy ovlivňující průběh pokusu.....	15
2.6 Vlastní experiment a zpracování výsledků.....	17
2.7 Závěry vyplývající z experimentu.....	22
3. Závěr.....	24
Literatura.....	26
Přílohy.....	27

# 1. ÚVOD

Jak experimentovat? Tuto otázku si pokládá každý středoškolský student zajímavící se o přírodní vědy, ať už o fyziku, chemii či biologii. Většinou se mu však dostane jen teoretické odpovědi. Vypíše si příslušnou kapitolu z učebnice, kde se dozví, jak postupovat a které nástroje použít při měření dřevěného modelu kvádrů pravítkem. Tady pro něj veškerá praktická věda končí.

Ted' samozřejmě přeháním, většina učitelů se snaží do své výuky zavádět příklady z praxe, pokud to jde. Vybavení většiny škol však nevyhovuje požadavkům moderního způsobu vyučování. Tak se stává, že v tzv. praktickém cvičení z chemie či fyziky se řeší početní příklady, v horším případě se probírá teorie. A když už jsou přístroje potřebné k nějakému pokusu k dispozici, ujme se jich raději učitel sám, než aby přišly k úrazu neobratným zacházením.

Každý si dokáže představit, jak na hladině plove korková deska, co se děje, když se houpeme na houpačce, nebo že v zrcadle se vidíme obráceně. Proto pochopit Archimedův zákon, princip mechanického kmitání či zákon odrazu světla není problém. Ale co taková akustika, kvantová fyzika, ionizující záření, jaderná fyzika či astrofyzika? Scházíme se snad někdy v noci, abychom pozorovali hvězdy? Pamatuji si, že „za dob Gabry a Málinky“ z knížek od Amálie Kutinové se to na gymnáziích dělalo. Chápu, že asi těžko můžeme pracovat s radioaktivními nuklidy, proč tedy alespoň nepozorujeme oblohu?

Nazpaměť se dá naučit spousta věcí. Ale něco jiného je vyzkoušet si to sám a na vlastní zodpovědnost. Pozorovat, jak pokus probíhá, přemýšlet nad tím, proč se věci dějí právě takto, a čekat, jak to asi dopadne. To by byla motivace!

Ale to je jen experiment sám o sobě. Co však vede vědce k tomu, že se do nich vůbec pouštějí? Co tím chtějí dokázat? Co všechno je potřeba udělat předem a co potom? To si většina z nás uvědomí až na vysoké škole. Ale kolik z nás se rozhodne studovat právě tuto „nudnou vědu se spoustou pouček, které stejně nemají žádné praktické využití“? Tedy alespoň podle představ průměrného studenta střední školy. A v tom je právě ten problém.

Dnes už neseďme v trávě a nepozorujeme padající jablko, abychom objevili zákon gravitace. Dnes už je pro úspěšný experiment potřeba udělat mnohem víc. Na následujících stránkách se pokusím shrnout průběh celého experimentování, popsat jednotlivé kroky, které je třeba udělat, abychom své bádání přivedli ke zdárnému konci. Tak si ostatní studenti budou moci udělat právě tu potřebnou představu o tom, co věda ve skutečnosti obnáší. Jako model jsem si zvolila svou vlastní zkušenost s průzkumem materiálů metodou

rentgenfluorescenční analýzy. Navazuji na svou práci z loňské středoškolské odborné činnosti, díky které jsem se seznámila s danou metodou a metodami jí příbuznými. Jelikož mě právě rentgenfluorescenční analýza zaujala ze všech metod nejvíce, věnovala jsem se jí hlouběji a nakonec se pokusila o některé vlastní experimenty, jejichž výsledky bych zde chtěla uvést.

At' je tato práce motivací pro mladé zájemce o přírodní vědy a důkazem toho, že i malí lidé by dokázali velké věci, jen kdyby k tomu měli příležitost.

## 2. Jak experimentovat?

### 2.1 Stanovení cíle

Jakmile nás zaujme nějaký problém, chceme ho vyřešit. A pokud to neudělal už někdo před námi, máme možnost to zkusit sami. Musíme si stanovit, co přesně chceme zkoumat, položit si nějakou otázku a rozmyslet si, jakým způsobem na ni nejlépe hledat odpověď. Měli bychom mít představu o tom, k jakému se dopracujeme výsledku, abychom na závěr mohli porovnat, zda jsme skutečně dospěli k očekávanému cíli či nikoli. Jestliže pokus proběhne podle předpokladu, ověřili jsme jím svou teorii. Pokud se skutečnost liší od předpokladu, jsou tu dvě možnosti. Mohli jsme se někde dopustit chyby, kterou se pokusíme odstranit. Pokud jsme si jisti, že k žádné chybě nedošlo, pokus můžeme zopakovat a dojdeme-li i nyní ke stejnému závěru, znamená to, že jsme svou teorii vyvrátili a objevili nový poznatek.

Úkolem experimentování je tedy ověřovat si své teoretické poznatky.

Mě zaujala metoda rentgenfluorescenční analýzy, a to především proto, že pomocí ní lze zkoumat památky a také proto, že se týká ionizujícího záření, které se využívá i v medicíně při radioterapii.

Rozhodla jsem se nejdříve vyzkoušet si, jak tato metoda funguje, a to tak, že použiju známé kalibrační standardy, dále prozkoumám vzorky předmětů, u nichž jsem si jistá jejich složením, a nakonec se pokusím stanovit složení neznámých předmětů, které mám k dispozici. Konkrétně mě zajímalo složení mých kovových hodinek (měla jsem podezření, že by se mohlo jednat o stříbro) a prstenu. Mým cílem tedy bylo ověřit si svůj předpoklad, že oba tyto předměty budou stříbrné.

### 2.2 Rešerše

Jakmile máme jasno v tom, co hodláme udělat, měli bychom si zjistit, čeho v této oblasti bylo dosaženo před námi. K tomu můžeme využít odborné publikace či internet. Jedná-li se o závažný vědecký problém, je tento krok velmi důležitý, neboť nemá smysl snažit se dopátrat nového poznatku, pokud by tento už byl objeven dříve. Musíme si ujasnit, zda hledáme něco zcela nového nebo naopak chceme vyvrátit dřívější postuláty tímto novým

pokusem. V prvním případě je třeba se ujistit, zda naše bádání nebude zbytečné, seznámit se co nejvíce s našimi předchůdci, kteří se zabývali tímtež problémem, a se závěry, ke kterým došli. To nám usnadní začátky, protože už máme na co navazovat. Ve druhém případě musíme důkladně prostudovat teorii, kterou hodláme popírat, abychom se nedopustili chyb z neznalosti.

Já jsem měla v úmyslu zaprvé ověřit si složení předmětů, které byly už prozkoumány přede mnou, ve druhém kroku potom provést svůj vlastní experiment.

Poté, co jsem se seznámila s metodou rentgenfluorescenční analýzy (viz dále), vyhledala jsem si informace potřebné k provedení pokusu. Byly to především tabulky uvádějící hodnoty fluorescenčního záření jednotlivých prvků spolu s jejich protonovými čísly, dále osvědčení o složení kalibračních standardů, konkrétně mosazi a bronzu (viz Přílohy). Zde jsem se spolehla na uvedené hodnoty, které byly ověřeny několika nezávislými metodami - gravimetrie, elektrogravimetrie, AAS, OES - ICP, GD - MS, RFS, OES.

Informovala jsem se také o materiálech, které jsem hodlala použít v první, zkušební části svého pokusu, o jejich stavu a předchozím průzkumu. Jednalo se o historické i současné mince, bronzové a mosazné vzorky, mosazné klíče a umělou hmotu (konkrétně kryt mobilního telefonu). Dále jsem se poradila s odbornými pracovníky ohledně stavu přístrojů, které jsem měla k dispozici.

## **2.3 Teoretická příprava**

Velice důležité je rozumět danému problému a metodě, kterou budeme používat, jak jejím vlastnostem, výhodám, nevýhodám a využitím, tak i konkrétním podmínkám, které ovlivní aplikaci této metody na našem pracovišti.

### *2.3.1 Ionizující záření a rentgenfluorescenční analýza*

Ionizující záření je obecně záření schopné vyvolat ionizaci prostředí, tzn. vznik kladného iontu odtržením jednoho nebo více elektronů od atomu, např. vzájemnými srážkami atomů či molekul, nárazem urychlených částic nebo fotonů. Toto záření vyvolává ionizaci prostředí buď přímo nebo prostřednictvím produktů interakcí s látkou.



Ionizující záření má široké využití, a to zejména v poslední době. Důležité je v lékařství v oboru radiologie, kde se využívají přístroje jako Leksellův gama nůž nebo lineární urychlovače založené právě na vlastnostech ionizujícího záření. Můžeme uvést i prosté rentgenové snímky důležité v diagnostice. Pomocí tohoto záření lze také analyzovat materiál po chemické stránce, a to bez odběru vzorků, čehož se využívá v průzkumu památek. V této oblasti se často zneužívá, například Číňané ozařují porcelán z dynastie Ming, aby se dalším použitím metody termoluminiscence nedalo zjistit, ze kterého období skutečně pochází. Často také povrchy sošek pokrývají keramikou z 15. století a pak celé sošky vydávají za produkty té doby. Ionizující záření může také odhalit nepoctivost výrobců zlatých předmětů, kteří své výrobky žihali amalgamem a pak nebylo znát, zda použili při výrobě všech zlatáků určených k roztavení, či zda si nějaké nechali pro sebe. Také každý člověk dostane za život určitou dávku tohoto záření v závislosti na prostředí, ve kterém se pohybuje, tzv. přírodním pozadí. Normální dávka je 3 - 4 mSv za rok, pokud však například létáme letadlem, radiační zátěž je větší, neboť ve vyšších vrstvách atmosféry je záření intenzivnější. Tak například za 600 letových hodin dostaneme ve výšce 10 km dávku 4 mSv, zatímco ve výšce 12 km je to 7,5 mSv. V letových výškách působí na člověka neutrony a nabitě částice, níže pak protony, elektrony, na zemském povrchu jsou to miony. Dovolená dávka pro člověka, který pracuje se zvýšenou zátěží tímto zářením, je 50 mSv za rok, najednou maximálně 20 mSv.

Dávka je množství energie absorbované v množství látky, má jednotku 1 gray (1Gy = 1J · kg<sup>-1</sup>, odpovídá absolutní energii 1 J na 1 kg). 1Sv = 1J · kg<sup>-1</sup> je jednotka pro efektivní hodnotu energie absorbované v látce vynásobenou koeficienty dle biologického účinku:

$$\Delta E = E_{in} - E_{out} \quad (2.1)$$

$\Delta E$ .....absorbovaná energie

$E_{in}$ .....energie, která vstoupila do látky

$E_{out}$ .....energie, která vystoupila z látky

V dozimetrii se dále používala jednotka 1rad = 10<sup>-2</sup> gray .

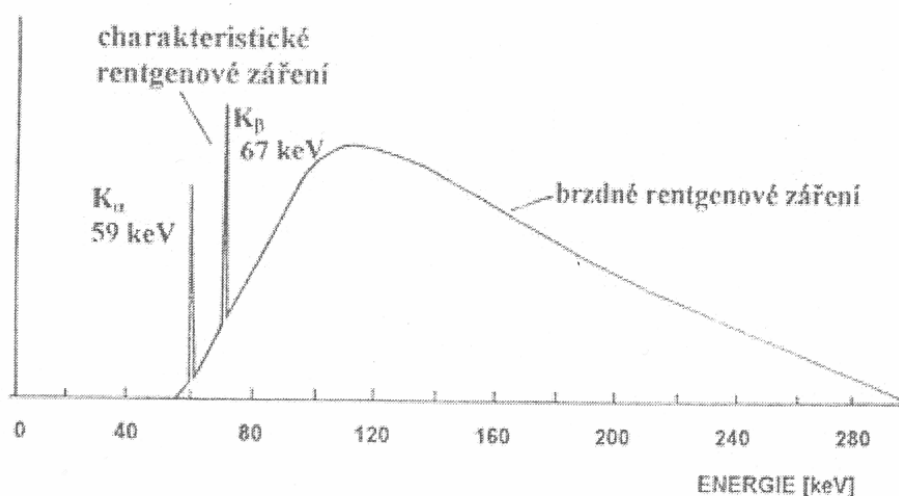
Zdroje ionizujícího záření mohou být přírodní či umělé. Mezi přírodní zdroje patří kosmické záření a přírodní radionuklidy, např. <sup>40</sup>K, <sup>226</sup>Ra, <sup>222</sup>Rn, <sup>238</sup>U.

Do atmosféry Země vstupuje kosmické záření jako tok částic s vysokou energií. Má původ v galaktickém záření, slunečním záření a záření radiačních pásů Země. Skládá se z protonů (85 % ), jader helia (12,5 % ), elektronů a těžších jader prvků od Li po Fe.

V atmosféře probíhají reakce s atomovými jádry za vzniku protonů, neutronů, lehkých jader (deuterium, tritium) a fotonů. Radionuklidy mohou vznikat v těchto reakcích ( $^{14}\text{C}$ ), některé vznikly ve vesmíru ( $^{238}\text{U}$ ) a jsou stále přítomny na Zemi, jiné vznikají v přeměnových řadách ( $^{238}\text{U} \rightarrow ^{226}\text{Ra} \rightarrow ^{222}\text{Rn}$ ).

K umělým zdrojům ionizujícího záření patří rentgenky, umělé radionuklidy, urychlovače či jaderné reaktory.

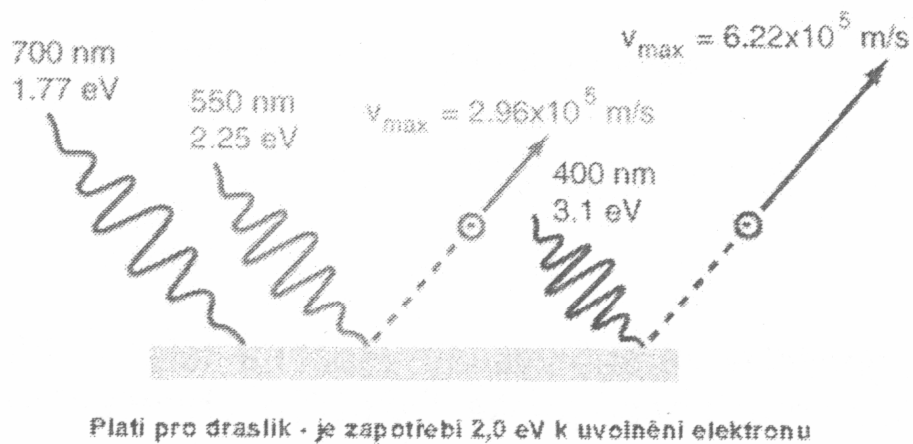
Zdrojem záření, které jsem využívala při své práci byla rentgenka. Je to zařízení, v němž jsou elektrony z katody urychlovány k terčíku na anodě, kde je jejich dopadem buzeno elektromagnetické záření. Existuje záření brzdné a charakteristické. Brzdné záření je využíváno např. při radiodiagnostických vyšetřeních mnohem více než záření charakteristické. Brzdné záření má spojité spektrum (viz obr. 2.1) a vzniká při změně rychlosti pohybu elektronu v elektromagnetickém poli atomů anody. Charakteristické rentgenové záření má čárové spektrum a je emitováno při přechodu elektronu v materiálu anody z excitovaného elektronového obalu atomu na nižší energetickou hladinu. Energie takto emitovaného fotonu je rovna rozdílu energií těchto hladin.



**Obr. 2.1:** Charakteristické a brzdné rentgenové záření

Právě toto charakteristické rentgenové záření je důležité pro můj experiment. Využívá se zde tzv. fotoefekt, který definoval v roce 1905 Albert Einstein. Záření vycházející z rentgenky dopadá na analyzovaný předmět ve formě fotonu. Tento foton vyrazí elektron z vnitřní slupky elektronového obalu atomu, ovšem záření musí mít dostatečně velkou frekvenci - frekvenci vyšší než tzv. mezní frekvence  $f_0$ , aby k tomu došlo. Na uvolněné místo se přemístí elektron z vnější valenční vrstvy atomu, ten má vyšší energii, než měl elektron ve

vnitřní slupce, a cestou svou energii tedy ztrácí. Uvolněná energie ve formě záření, čili vyzářených fotonů, se detekuje na přístrojích.



**Obr. 2.2:** Fotoefekt

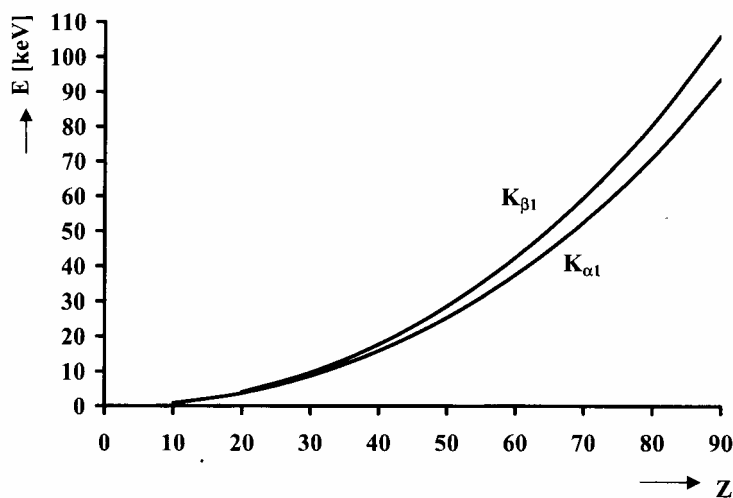
Energie, jak už bylo řečeno, odpovídá rozdílu energií hladin v elektronovém obalu atomu, mezi kterými elektron přechází (tj. ten elektron, který má za úkol zaplnit uprázdňené místo ve vnitřní slupce obalu). U každého prvku dochází k těmto přechodům mezi jinými hladinami v závislosti na protonovém čísle prvku. Podle H.G.M. Moseleyho platí vztah:

$$E = K \cdot (Z - b)^2 \quad (2.2)$$

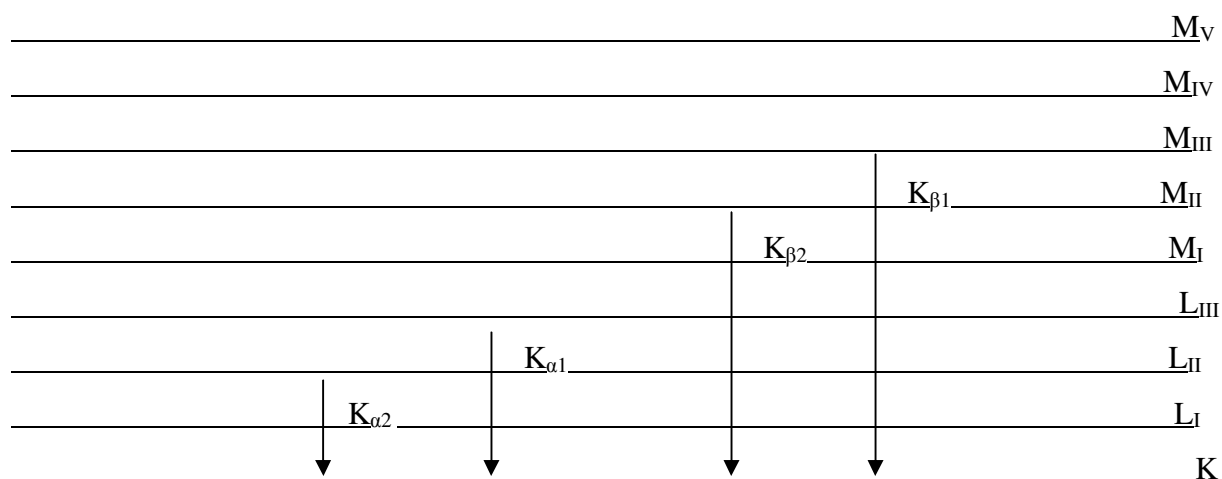
$E$ .....energie odpovídající přeskoku elektronů mezi dvěma hladinami

$K, b$ ....konstanty

$Z$ .....protonové číslo prvku



**Obr. 2.3:** Závislost energie některých čar charakteristického záření na protonovém čísle



**Obr. 2.4:** Schéma hladin v elektronovém oblaku atomu

Podle výše uvedeného vztahu (2.2) mezi uvolněnou energií a protonovým číslem prvku byly sestaveny tabulky hodnot pro konkrétní prvky, kterými jsem se při analýze řídila. Jsou zde uvedeny mimo jiné energie K-prahu,  $K_{\alpha 1}$  a  $K_{\beta 1}$  linií, L-absorpčního prahu (L<sub>I</sub>, L<sub>II</sub>, L<sub>III</sub>) a L-linií ( $L_{\alpha 1}$ ,  $L_{\beta 1}$ ,  $L_{\gamma 1}$ ), které jsou pro analýzu nejvýznamnější (viz Přílohy). V mém případě však postačily jen některé K a L linky, ostatní jsem nebrala v úvahu.

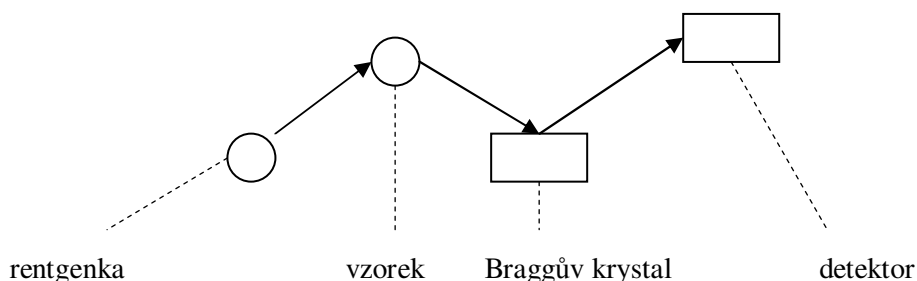
Dalším krokem je detekce této vyzářené energie. Ta probíhá tím způsobem, že částice záření, tedy foton vyzářený při fotoefektu, dopadne na detektor a předá mu část své energie, popřípadě všechnu svou energii. Podle toho, jaké množství energie to je, se potom detektor zachová a vyšle signál do výstupního zařízení.

Existuje mnoho způsobů detekce, já však uvedu pouze ty detektory, které přicházely v úvahu při mém pokusu. Byl to polovodičový detektor či scintilační detektor.

Scintilační detektor je založen na tom, že když některé látky (tzv. scintilátory) pohltí kvanta ionizujícího záření, reagují na ně světelnými záblesky (scintilacemi). Ty se pak registrují elektronicky pomocí fotonásobičů. Velikost výstupního impulsu je přímo úměrná energii dopadajícího záření. V rentgenových přístrojích se už od počátku využíval jako scintilátor ZnS(Ag) - sulfan zinečnatý aktivovaný stříbrem. Pro detekci záření gama se používá NaI(Tl) - jodid sodný aktivovaný thaliem - ve formě monokrystalu. Dále existují kapalně scintilátory, využívané především k měření nízkoenergetického záření beta. Měřená radioaktivní látka se musí přidat přímo do roztoku scintilátoru, nejprve předá svou energii beta záření molekulám rozpouštědla, které ji teprve přenáší ve formě excitační energie na molekuly vlastní scintilační látky. Ty pak při návratu do deexcitovaného stavu emitují fotony viditelného světla, které jsou hledanými světelnými záblesky.

Já jsem však používala druhý typ detektoru, detektor polovodičový. Ve srovnání se scintilačním detektorem má totiž lepší rozlišovací schopnost. Polovodičové detektory jsou založeny na krátkých impulsích elektrického proudu. Detektor je tvořen křemíkem nebo germaniem typu P nebo N, na kterém je vrstva polovodičového materiálu opačného typu. Když vložíme na detektor vysoké napětí a připojíme záporný pól k materiálu P a kladný pól k materiálu N, dojde k tomu, že volné nosiče náboje putují k příslušným elektrodám podle svého náboje. Tím se uvolní prostor PN přechodu, který obsahuje velmi malé množství částic s nábojem, v tomto prostoru je vysoký odpor. Tato oblast je citlivá na částice záření, které když do ní vniknou, vytvoří podél své dráhy ionizací pár elektron-díra. To se projeví krátkodobým zvýšením proudu a tento proudový impuls se převede opět na napěťový.

Dále rozlišujeme dva typy detektorů podle toho, zda reagují na zachycenou energii záření či na jeho vlnovou délku. Prvním typem jsou energiově disperzní detektory (ED), druhým vlnově disperzní (WD). Vlnově disperzní detektory sice mají oproti energiově disperzním lepší rozlišovací schopnost, jsou však méně účinné. Nepoužívá se u nich radionuklidový zdroj, můžeme použít rentgenku. Dochází k tomu, že spektrum záření ze vzorku je rozloženo Braggovým krystalem (krystalové mřížky fluoridu lithného LiF) a energie fotonů je určena úhlem, pod kterým Braggův krystal paprsek rozkládá.



**Obr. 2.5:** Princip vlnově disperzního detektoru

Nevýhodou tohoto zařízení je náročné vyhodnocování kvůli maticovému jevu, nelze měřit detaily.

Ještě bych měla dodat, že je třeba detektor neustále chladit na teplotu kapalného dusíku ( $-197^{\circ}\text{C}$ ). V mém případě šlo o chlazení pomocí Peltierova jevu. Náplň chladicího zařízení vydrží dva dny, což byla doba mého experimentování.

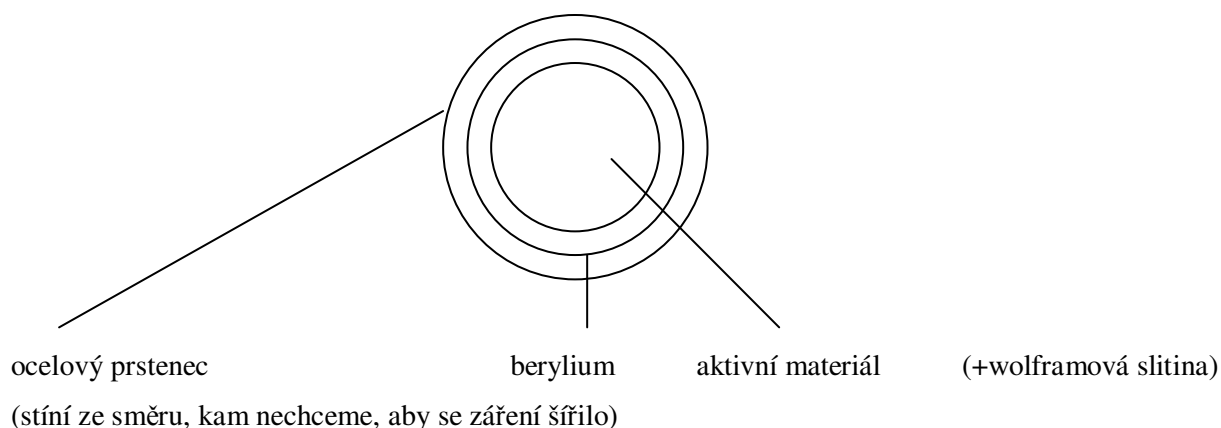
Nakonec je třeba získané výsledky umět vyhodnotit. Výstupním zařízením je počítač s programem, který umí zpracovat informace získané z měřících přístrojů. Musela jsem se s tímto programem seznámit a umět se v něm orientovat.

Nyní jsem v podstatě popsala celý princip rentgenfluorescenční analýzy. Pokud bych měla zhodnotit její využitelnost, můžeme ji použít pro analýzu prvkového složení látky, která obsahuje prvky s protonovým číslem větším než 20. Prvky s nižším protonovým číslem mají tak nízkou energii vybuzených fotonů, že se nedostanou do detektoru. Pokud bychom ovšem pracovali v prostředí vakua, mohlo by být protonové číslo i nižší. Pro prvky H a He nelze tato metoda uplatnit vůbec, a to proto, že u nich není možný přestup elektronů do žádné nižší hladiny. Analyzovat organické materiály nemá smysl, protože všechny obsahují uhlík a vodík, a to často v úplně stejném množství jako jiné, naprosto odlišné sloučeniny.

## **2.4 Podmínky konkrétního pracoviště**

Poté, co jsme se obecně seznámili s metodou, kterou budeme používat, a s tím, jak fungují přístroje k tomu potřebné, bychom se měli zorientovat na svém pracovišti a zjistit podmínky, za kterých svou práci budeme provádět.

Mým pracovištěm byla dozimetrická laboratoř na FJFI ČVUT. Nejprve jsem se seznámila s možnostmi využití různých zdrojů primárního záření. K dispozici jsem měla radionuklidy  $^{55}\text{Fe}$  a  $^{109}\text{Cd}$ . U těchto dvou radionuklidů je velkou nevýhodou jejich životnost - poločas rozpadu železa je dva roky, kadmia pouze jeden rok. Po uplynutí této doby zůstane jen jejich poloviční množství, takže záření je už natolik slabé, že není dostačující pro tento experiment. Pokud bychom použili jako zdroj primárního záření některý radionuklid, využili bychom k ozařování prstencový zářič, který vypadá následovně:



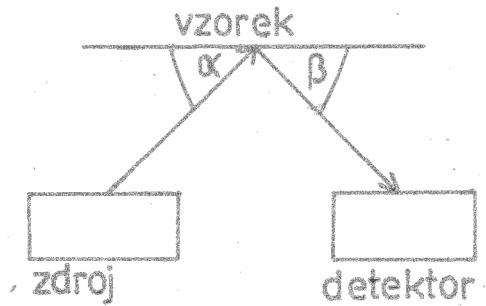
**Obr. 2.6:** Prstencový zářič

Díky tomuto prstencovému zářiči je možno metodu rentgenfluorescenční analýzy uplatnit i v terénu, především proto, že nepotřebujeme příliš vysoké napětí a aparatura pak není objemná. Pokud se ovšem rozhodneme pro tento způsob, nemůžeme měřit detaily, protože svazek paprsků záření je příliš široký a může ozařovat jen větší plochy. Tím pádem také intenzita záření je relativně nízká.

Já jsem svůj experiment prováděla v laboratoři, takže objemnost zařízení, která je zapříčiněna zdrojem vysokého napětí, nebyla překážkou. Také jsem hodlala měřit velmi malé plochy (např. prsten), a proto použití radionuklidového zářiče nepřicházelo v úvahu. Proto jsem jako zdroj primárního záření použila rentgenku. Získala jsem dostatečně úzký svazek, jehož průřez byl konkrétně  $1 \text{ mm}^2$  (i když lze dosáhnout i průřezu o velikosti  $10 \times 10 \text{ } \mu\text{m}$ ). Tok protonů dopadající na analyzovaný předmět byl tedy dostatečně intenzivní. Doba potřebná k měření se pohybovala kolem 5-10 minut, protože za 1 sekundu se dalo zachytit několik desítek tisíc impulsů. Napětí na zdroji mohlo dosáhnout hodnot 0-30 kV a proud 0-100  $\mu\text{A}$ . Zdroj jsem mohla kdykoliv vypnout, což bylo vyhovující vzhledem k tomu, že jsem musela pracovat přerušovaně.

Co se týče detektoru, používala jsem polovodičový detektor Si/Li, jehož výhodou je vysoká účinnost (při 10 kV až 100 %), dobré rozlišení a také rychlost.

Aparatura, kterou jsem používala, vypadala tedy takto:



**Obr. 2.7** Schéma měřicí aparatury

Úhly  $\alpha$  a  $\beta$  jsou tzv. *Braggovy úhly*, úhly dopadu a odrazu paprsků, které se nevztahují k normále roviny, jako je tomu v optice, ale určují odklon paprsku od roviny, na kterou dopadají. Platí Braggův zákon pro difrakci na krystalových rovinách. Při dopadu záření na krystalickou látku jsou paprsky rozptylovány jednotlivými atomy mřížky podle vztahu:

$$n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin \Theta \quad (2.3)$$

$n$ .....celé číslo

$\lambda$ .....vlnová délka primárních částic

$d$ .....mezirovinná vzdálenost

$\Theta$ .....úhel rozptylu (Braggův úhel)

V našem případě platí  $\alpha = \beta = 45^\circ$ . Fotony o energii v řádech jednotek keV vybudí záření v řádu desítek keV, což je energie z vhodného intervalu pro detekci. Můžeme definovat pojem *absorpční práh* či *absorpční hrana*, což je minimální energie potřebná k tomu, aby proběhl fotoefekt. Rozlišujeme K-absorpční práh a L-absorpční práh, energie K-prahu je vyšší, stejně tak energie K-linek je vyšší než L-linek. Na našem detektoru nelze mezi sebou rozlišit energii  $K_{\alpha 1}$  a  $K_{\alpha 2}$  linek, budou se prostě souhrně označovat  $K_{\alpha}$  linky. Při experimentování budu sledovat především K linky a L linky, i když existují i M linky, ale ty nebudu uvažovat, aby se tím měření příliš nekomplikovalo.

## 2.5 Jevy ovlivňující průběh pokusu

Žádný experiment nemůže proběhnout úplně hladce, vždycky je tu řada okolností, které jeho průběh ovlivňují a se kterými musíme počítat. Je nutné se před vlastním měřením o těchto jevech informovat a uvědomovat si jejich vliv během celého měření.



Nejdůležitějším nežádoucím faktorem, který ovlivňuje měření v tomto případě, je tzv. maticový jev. Je způsoben tím, že obsahuje-li například zkoumaný materiál vedle mědi, kterou se pokouším najít, také železo, dojde k tomu, že měď „vybudí“ železo, tím pádem zjistím menší množství mědi a větší množství železa, než odpovídá skutečnosti. Signál, který získám od zkoumaného prvku, tedy závisí nejen na jeho obsahu ve zkoumaném materiálu, ale také na obsahu ostatních prvků, které ho ovlivňují. Pokud například uvažujeme graf závislosti počtu impulsů od cínu na jeho množství v daném materiálu, průběh nebude lineární. Křivka se bude měnit oproti standardu v závislosti na tom, zda daný materiál obsahuje např. vedle Sn také Sb, Fe, Pb nebo W. Další příčinou maticového jevu je tzv. selektivní absorpce, což znamená, že některý materiál absorbuje záření více a lépe, jiný méně.

Maticový jev téměř nevykazují tenké vzorky, jako jsou třeba částičky prachu při měření ovzduší. Já však nezkoumám tenký vzorek, takže maticový jev zde bude působit. Konkrétní tloušťka vzorku však nehraje roli, protože záření stejně pronikne jen do určité hloubky a pak už na tloušťce nezáleží.

Rentgenka naštěstí nevysílá žádné doprovodné záření, které v jiných případech vzniká v důsledku nekoherentního, tzv. Comptonova rozptylu.

Dále bude výsledky ovlivňovat nehomogenita zkoumaného materiálu, a také nežádoucí působení atmosféry, která zeslabuje signál a zvyšuje pozadí (což jsou nežádoucí signály získané v průběhu měření vlivem okolí).

Musím si také uvědomit, že se sice zaměřím jen na energie K linek, popř. L linek, ale ve výstupním grafu se mohou objevit i píky odpovídající energiím M linek. Proto měření nebude stoprocentně přesné, ale pouze orientační.

Možná bych ještě mohla dodat, že při tomto experimentu se jedná o ozařování vzorku fotony, u kterých, stejně jako u elektronů, dojde k maximálnímu předání energie v povrchové vrstvě zkoumaného předmětu. Lze však také ozařovat těžkými nabitými částicemi, jejichž maximum energie je až na konci dráhy. Tyto lze využít například v radioterapii, kde je potřeba ozařovat tkáň uloženou hluboko v lidském těle. Při použití urychlovače na protony (tzv. cyklotron) je dokonce možné posouvat maximum energie do libovolné hloubky. To jsou však už drahé záležitosti a v tomto pokusu plně postačí fotonové ozařování, protože stačí zjistit složení povrchové vrstvy zkoumaného předmětu.

## 2.6 Vlastní experiment a zpracování výsledků

Pokud jsme hotovi se všemi předchozími kroky, můžeme se konečně pustit do vlastního experimentování. Nesmíme však pokus pouze spustit a čekat na výsledek, je třeba průběh pokusu neustále sledovat a podle potřeby zasáhnout. Při zpracovávání výsledků je třeba mít na paměti všechny faktory, které pokus mohly ovlivnit, abychom nakonec z experimentu vyvodili správné závěry.

V mém případě byl postup práce následující: Zkoumaný předmět jsem vložila pod ochranné sklo, které stačilo k tomu, aby pohltilo záření, které nesmělo uniknout do místnosti. Předmět, respektive část předmětu, kterou jsem chtěla ozařovat, jsem nejprve zaměřila laserovým paprskem, a to tak, že dva různé paprsky se musely na předmětu překrýt v témže bodě. U předmětů, jako byly mince nebo kryt mobilu, nebylo těžké zaměřit paprsek na požadovanou plošku, i když je pravda, že jsem se musela vyhnout nerovnostem, tedy znakům vystupujícím z roviny mince, protože na takových místech by obsah jednotlivých prvků nemusel odpovídat jakési střední hodnotě, výsledky by tedy byly zkreslené. Nejtěžší bylo zaměřit hodinky, či dokonce prsten, které měly nepravidelný tvar a navíc plocha, kterou bylo možno zaměřit, byla velmi malá.

Pak jsem sepla zdroj napětí a to jsem postupně zvýšila až na 30 kV, což bylo dovolené maximum. Proud procházející za daného napětí se musel pohybovat kolem 20  $\mu\text{A}$  (nekovové vzorky vyžadovaly proud 50  $\mu\text{A}$ ).

Nakonec jsem provedla měření a pomocí počítačového programu QXAS (Quantitative X-ray Analysis System) jsem zpracovala výsledky.

Nejprve bylo nutné změřit vzorky známých prvků, konkrétně Ca a Br, a pomocí známých energií provést energetickou kalibraci. Pak jsem si ještě správnost kalibrace ověřila změřením vzorku HgO a ukázalo se, že byla správná.

Pokračovala jsem tedy dál, a to měřením známých standard - čtyř vzorků mosazi a čtyř vzorků bronzu - abych si osvojila danou metodu a dovedla se v ní orientovat. Jak je známo, mosaz je slitina mědi se zinkem, přičemž převažuje měď. Bronz je slitina mědi a cínu, popřípadě s příměsí dalších kovů kromě Zn a Ni. Nikl se ovšem ve výsledku většinou objevoval, ale to bylo zapříčiněno vlivem měřících přístrojů, které ho obsahovaly.

V měření mosazných předmětů jsem ještě pokračovala. Nejprve jsem analyzovala českou dvacetikorunu, potom mosazný střed padesátikoruny. Zajímalo mě, nakolik bylo měření přesné, proto jsem výsledek převedla na procentuální zastoupení Cu a Zn ve slitině, které jsem mohla porovnat s hodnotami uváděnými Českou národní bankou. Orientovala jsem se podle píků, které odpovídaly energiím čar mědi a zinku podle tabulek, zjistila počet impulsů získaných od daného prvku a tím i jeho zastoupení ve vzorku. Dále jsem předpokládala, že poměr ploch píků Cu/Zn nebude odpovídat skutečnému poměru jejich koncentrací, protože zinek bude ve slitině buzen s větší účinností než měď vlivem ostatních prvků. Plocha píku Zn tedy bude vzhledem k ploše píku Cu větší, než by odpovídalo skutečnosti. Proto pro náš výpočet zanedbáme vliv ostatních prvků:

$$X = \frac{Cu}{Zn} \dots\dots\dots \text{známý poměr Cu/Zn} \quad (2.4)$$

$$Y = \frac{Cu}{Cu + Zn} \cdot 100 \dots\dots\dots \text{obsah Cu} \quad (2.5)$$

$$Z = \frac{Zn}{Cu + Zn} \cdot 100 \dots\dots\dots \text{obsah Zn} \quad (2.6)$$

$$\frac{1}{Y} = \frac{Zn + Cu}{Cu \cdot 100} = \frac{1}{100} \cdot \left(1 + \frac{Zn}{Cu}\right) = \frac{1}{100} \cdot \left(1 + \frac{1}{X}\right)$$

$$Y = \frac{100}{1 + \frac{1}{X}} \dots\dots\dots \text{vztah pro výpočet obsahu mědi} \quad (2.7)$$

$$\frac{1}{Zn} = \frac{Cu + Zn}{Zn \cdot 100} = \frac{1}{100} \cdot \left(1 + \frac{Cu}{Zn}\right) = \frac{1}{100} \cdot (1 + X)$$

$$Z = \frac{1 + X}{100} \dots\dots\dots \text{vztah pro výpočet obsahu zinku} \quad (2.8)$$

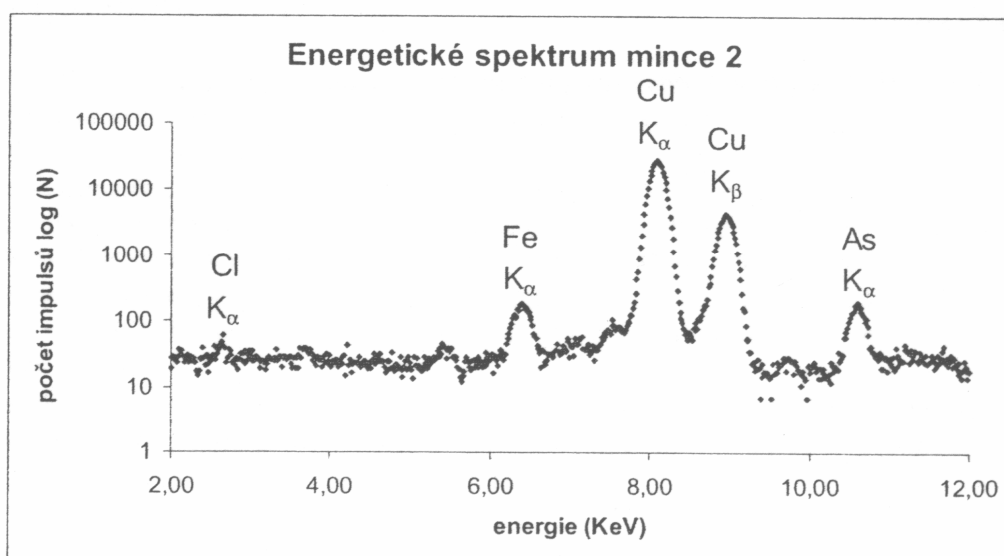
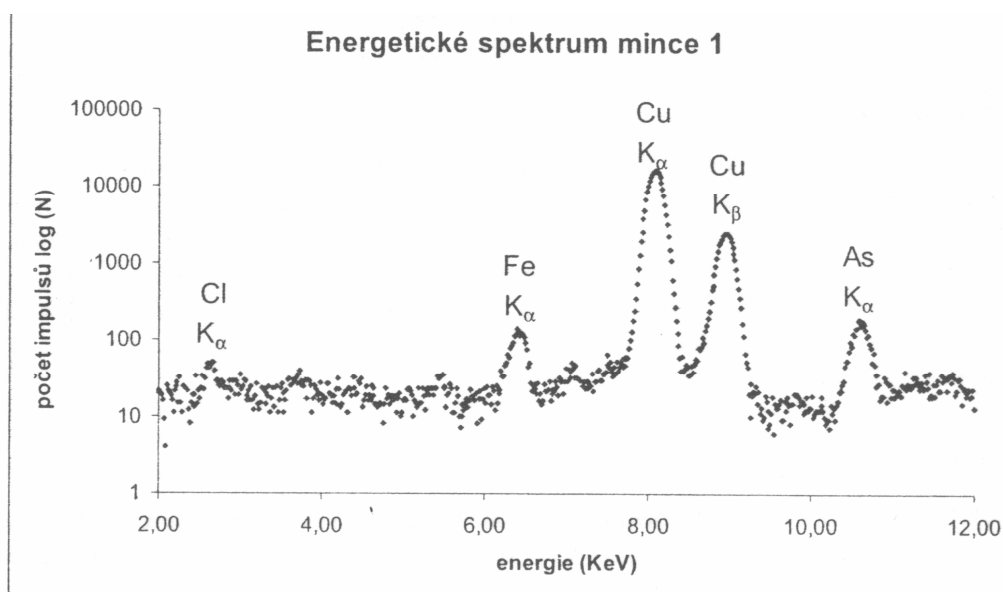
Následující tabulka porovnává získané informace s hodnotami deklarovanými Českou národní bankou a ukazuje, že měření bylo poměrně přesné:

	deklarované hodnoty		naměřené hodnoty	
	Cu	Zn	Cu	Zn
50 Kč střed	75	25	78,2	21,8
20 Kč	75	25	77,2	22,8

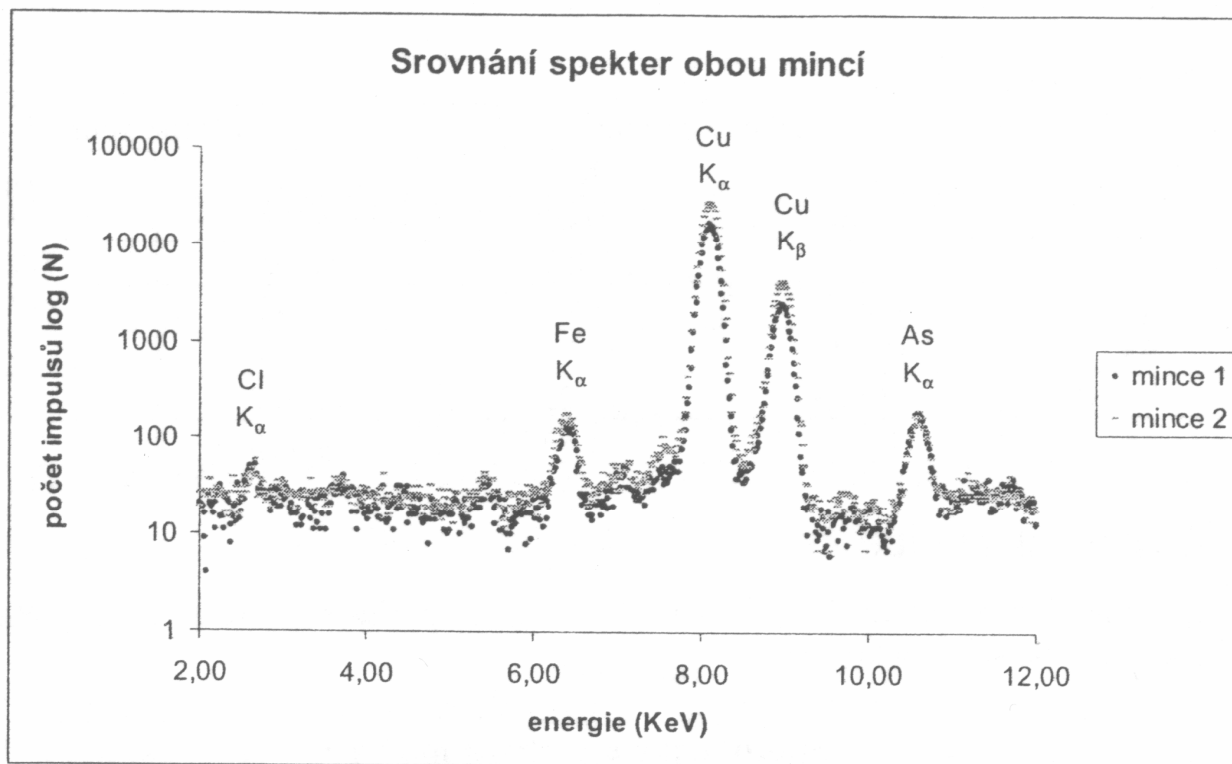
**Obr. 2.8:** Složení současných českých mincí

Ještě jsem také analyzovala mosazný klíč, jehož složení jsem si však nemohla nikde ověřit.

Dalšími analyzovanými předměty byly historické mince. Jednalo se o rakousko-uherský půlkrejcar z roku 1851 a krejcar z roku 1816. Zjistila jsem přítomnost mědi, železa, chloru a arzenu. Mince mají téměř totžné složení. Přítomnost chloru byla zřejmě způsobena uchováváním mincí v obalech. Jinak moje analýza více méně odpovídala předchozí analýze těchto mincí, které jsou uchovávány v archivu FJFI ČVUT. Následující grafy ukazují výsledky měření.



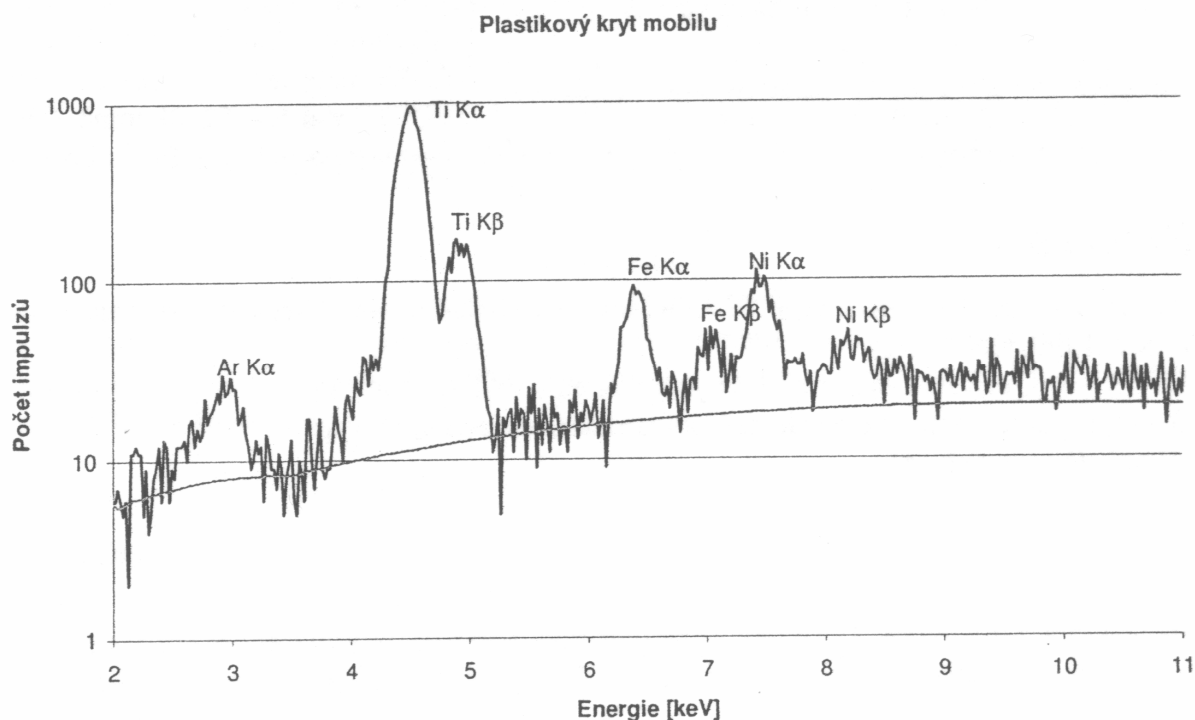
Obr. 2.9: Výsledky měření historických mincí



**Obr. 2.10:** Výsledek měření historických mincí

Analýzovala jsem také stříbrnou minci z dob Marie Terezie. Dominantními prvky tam bylo stříbro a opět měď.

Dále jsem se zabývala analýzou plastického krytu mobilu. Bylo v něm zjištěno velké množství titanu. Překvapilo mě to, ale zjistila jsem, že titan ve formě oxidu titaničitého se přidává k získání bílého zabarvení (kryt měl totiž bílou barvu). Dále jsem zjistila že právě titanová běloba hraje významnou roli při průzkumu památek, protože vedle ní existuje ještě zinková a olověná běloba a podle toho, o kterou z nich se jedná, se dají vyvodit závěry o časovém původu a autorství uměleckého díla. Z malířského hlediska je mezi nimi rozdíl například v jejich krycí mohutnosti, barevném nádechu a vhodnosti použití v různých malířských technikách.

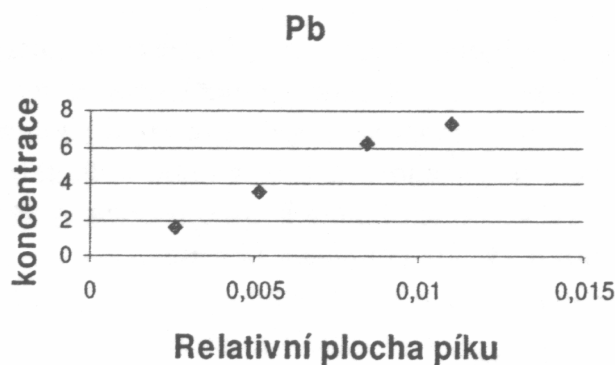


**Obr. 2.11:** Spektrum plastického krytu mobilu

Ještě jsem si například vyzkoušela analýzu kancelářského papíru, kde jsem objevila vápník, který se v technologii výroby papíru používá k jeho bělení.

Posledními analyzovanými předměty byly mé vlastní hodinky a prsten. U obou jsem vzhledem k jejich pořizovací ceně předpokládala, že budou stříbrné. U prstenu se opravdu potvrdilo, že se jedná o stříbro. V hodinkách se však žádné stříbro nevyskytovalo. V získaném spektru dominoval chrom a železo, z čehož jsem usoudila, že jde o pochromované železo nebo ocel, popřípadě o slitinu Fe a Cr.

Dále jsem se zabývala výsledky získanými měřeními různých bronzových vzorků. Jejich složení bylo poměrně různorodé a pro hlavní prvky jsem sestavila kalibrační křivky. Většina křivek měla poměrně hladký průběh, až na měď. Důvodem bylo zřejmě to, že relativní obsah mědi v jednotlivých vzorcích zůstával téměř stejný, zatímco u ostatních prvků se měnil.



**Obr. 2.12:** Závislost plochy píku olova a jeho koncentrace

Při konečném zpracování výsledků jsem musela vhodně reagovat na danou situaci. Bylo potřeba vždy nadefinovat prvky, jejichž přítomností v materiálu jsem si byla jistá. Pokud se ukázalo, že byly nadefinovány špatně a konečný výsledek vůbec neodpovídá očekávání, musely se prvky nadefinovat jinak, některé odstranit, jiné přidat, popřípadě zadat vedle  $K_\alpha$  a  $K_\beta$  linek daného prvku také L linky.

## 2.7 Závěry vyplývající z experimentu

Nakonec se musíme zamyslet nad tím, jaký přínos náš experiment měl, zda se nám podařilo dokázat, co jsme potřebovali. A nejdůležitější ze všeho je, abychom byli schopni výsledky svého bádání prezentovat před ostatními, před kolegy z oboru i před veřejností. Musíme umět sdělit své myšlenky širokému spektru posluchačů, což je často velice obtížné. Ale bez tohoto posledního kroku by naše bádání nemělo vůbec žádný smysl.

Tak tedy, na začátku jsem si stanovila za cíl seznámit se dopodrobna s metodou rentgenfluorescenční analýzy a naučit se ji používat. Na základě toho jsem si pak chtěla ověřit složení svých hodinek a prstenu.

Zjistila jsem, že rentgenfluorescenční analýza má opravdu široké využití, především v oblasti analýzy anorganických materiálů, a to téměř jakýchkoliv. Nejzajímavější je její aplikace při studiu historických památek. Existují také různé způsoby, jak ji aplikovat, a není vždy snadné zvolit správnou aparaturu, která bude pro daný průzkum nejvhodnější.

Co se týká složení dvou údajně stříbrných předmětů, u prstenu se o stříbro skutečně jednalo, což mě potěšilo, neboť vím, že tento dárek měl opravdu vyšší hodnotu, zatímco hodinky stříbrné nebyly. Pro mne to znamená tolik, že nemají zdaleka takovou cenu, jakou jsem předpokládala, takže jsem byla při jejich pořizování oklamána. Ale na druhé straně mě nemusí tolik mrzet, když je poničím či ztratím.



### 3. Závěr

Doufám, že se mi touto prací podařilo dokázat, že učitelé se nemusí obávat svěřit experimentování do rukou svých studentů. A to i v takovém případě, kdy se jedná o opravdu drahé přístroje, jako je tomu třeba u rentgenfluorescenční analýzy. Pokud student předem získá dostatečnou představu o dané problematice a je mu náležitě vysvětleno, o co se jedná, dokáže s přístroji manipulovat z velké části sám, sám také ručit za průběh pokusu a sám z něj vyvodit závěry. Stačí k tomu odborné vedení pouze formou teoretické přípravy a případného zodpovězení dotazů. Pak už se může nechat na studentovi, ať si sám vyřeší problémy, které nastanou v průběhu pokusu, ať si nad nimi sám láme hlavu a pochopí, jak je potřeba pracovat na poli vědy. Odborná pomoc pedagoga při tom může být minimální.

Pro studenta bude velkou motivací, pokud si bude sám moci vyzkoušet přístroje a uvidí, že je v jeho schopnosti vložena jakási důvěra. Pokud tomu tak bude už od začátku jeho vědecké kariéry, v budoucnu se nebude bát nezdaru a nebude zbytečně pochybovat o vlastních schopnostech. Je pro něj důležité uvědomit si, že jeho úsudek má nějakou cenu a že starší a zkušenější kolegové jsou ochotni s ním o tomto názoru diskutovat, i když student třeba nemá pravdu. V takovém případě by se mu nemělo říkat, že se mýlí, a okamžitě mu vysvětlit proč, ale jen mu napovědět, nechat ho nad věcí přemýšlet, v nejlepším případě nechat ho ověřit si pokusem a omylem, proč nemá pravdu. Takto by se podle mého názoru dalo rychle vychovat kvalitní, samostatně uvažující a jednající vědce.

Překážkou pro zavádění praktických experimentů do výuky už na středních školách jsou podle mě dvě věci. Za prvé nedostatek financí na pořizování potřebného vybavení laboratoří a odborných učeben. Tento problém by se možná dal v budoucnu vyřešit spoluprací s Evropskou unií a získáváním dotací pro naše školství. Vzhledem k tomu, že české školství je vedle jiných zemí poměrně kvalitní a má v zahraničí dobrou pověst, mohlo by se podařit získat tuto podporu. Z vlastní zkušenosti vím, že odborná úroveň výuky především přírodních věd na středních školách v západní Evropě, ale i v USA, není zdaleka tak vysoká jako u nás. Přesto jsou jejich školy lépe vybaveny díky lepšímu finančnímu zabezpečení.

Druhým problémem je podle mě nedostatečná hodinová dotace. Množství učiva, které je nutné zvládnout v daném školním roce (alespoň co se týče gymnázií), nedovoluje „plýtvat časem“ a věnovat některé hodiny praktickým ukázkám. Proto je jen zřídka čas provádět i takové experimenty, na které stačí nynější vybavení škol a které by studenti bez problémů zvládali sami.

Jednoduchým řešením nedostatečného vybavení by mohlo být pořádání exkurzí na dostupná odborná pracoviště v okolí školy, kde by studenti byli seznamováni s vědeckým životem v praxi. To by ovšem opět vyžadovalo čas, jednak ze strany těchto odborných pracovišť, jednak obětováním třeba celého vyučovacího dne.

Není však pochyb o tom, že pokud si student provede pokus sám, mnohem lépe pochopí danou problematiku a vše si lépe zapamatuje. A když už ne experiment na vlastní pěst, chtělo by to alespoň zhlédnout jeho demonstraci, kterou by provedl učitel, což by ušetřilo spoustu času. Proto doufám, že se v budoucnu podaří tyto zásadní problémy s experimentováním na středních školách vyřešit.

Já sama jsem si mohla už dvakrát vyzkoušet, jak správně aplikovat rentgenfluorescenční analýzu při výzkumu. Byla mi v práci ponechána potřebná volnost, což mě motivovalo natolik, že jsem měla snahu zorientovat se co nejlépe v této oblasti a podruhé už jsem experimenty prováděla více méně samostatně. Sepsáním své loňské práce „Využití fyziky v archeologii a umění“ a následně této práce letošní jsem tedy rozšířila své znalosti o ionizujícím záření, rentgenfluorescenční analýze a metodách jí příbuzných natolik, že bych se s tímto základem chtěla tomuto oboru věnovat i nadále.

Kromě toho byly obě práce přínosem i pro mnohé mé spolužáky, kteří uvažují o studiu archeologie, pomocných věd historických, restaurování uměleckých památek, ale i medicíny. Přečtením mých prací se seznámili s touto problematikou, která se v celé řadě těchto oborů využívá. Navíc jsem jim k tomu mohla podat i osobní vysvětlení.

## **Poděkování**

Na závěr bych chtěla poděkovat všem, kteří mi umožnili mé experimenty provést a sepsat tuto práci. Děkuji za odbornou pomoc Ing. Petru Průšovi, Fakultě jaderné a fyzikálně inženýrské ČVUT, za finanční podporu Nadačnímu fondu pro podporu teoretické fyziky a nadaci ČEZ a za konzultaci sepsané práce Mgr. Miroslavu Dudovi.

## Literatura

- [1] Konečný, J.: *Radiační fyzika*. České Budějovice, Jihočeská univerzita v Českých Budějovicích, Zdravotně sociální fakulta 2006
- [2] kol. autorů: *Atomová absorpční spektrometrie II Kurz pro pokročilé*. Brno, Spektroskopická společnost Jana Marka Marci 2006
- [3] Kopecká, I., Nejedlý, V.: *Průzkum historických materiálů - Analytické metody pro restaurování a památkovou péči*. Praha, Grada Publishing 2005
- [4] Musílek, L.: *Ionizující záření v archeometrii a dějinách umění*. In: *Moderní směry ve fyzice*. Praha, ARSCI 2003. S. 32-47.
- [5] Čechák, T.: *Radionuklidová rentgenfluorescenční analýza*. In: *Moderní směry ve fyzice*. Praha, ARSCI 2003. S. 48-56.
- [6] Slánský, B.: *Technika malby I*. Praha, Státní nakladatelství krásné literatury, hudby a umění 1953
- [7] kol. autorů: *Encyklopedický slovník*. Praha, Odeon 1993
- [8] Bulín, R., Fartáková, H.: *Využití radionuklidové rentgenfluorescenční analýzy při studiu památek*. In: *Fyzikální týden - sborník příspěvků*. Praha, FJFI ČVUT 2006. S. 102-104.
- [9] Kulatá, T., Bandas, L., Ferda, Z.: *Aplikace rentgenfluorescenční analýzy při studiu památek*. In: *Fyzikální týden - sborník příspěvků*. Praha, FJFI ČVUT 2006. S. 167-170.
- [10] Kulatá, T.: *Využití fyziky v archeologii a umění*. Šternberk 2006
- [11] <http://www.cnb.cz/>
- [12] <http://nucleardata.nuclear.lu.se/nucleardata/toi/nucSearch.asp>

# Přílohy

## Příloha A – Tabulky

Tabulka A – Energie fluorescenčního záření a protonové číslo

Prvek	Z	Hustota (g cm <sup>-3</sup> )	Energie K-prahu (keV)	Energie K-linií (keV)		L-absorpční Práh (keV)			Energie L-linií (keV)			
				K $\alpha_1$	K $\beta_1$	L I	L II	L III	L $\alpha_1$	L $\beta_1$	L $\gamma$	
H	1	0.000090	0.0136									
He	2	0.000178	0.0246									
Li	3	0.53	0.055	0.052								
Be	4	1.84	0.116	0.110								
B	5	2.34	0.192	0.185								
C	6	2.25	0.283	0.282								
N	7	0.00125	0.399	0.932								
O	8	0.00143	0.531	0.523								
F	9	0.00170	0.687	0.677								
Ne	10	0.00090	0.874	0.851								
Na	11	0.97	1.08	1.041	1.067	0.055	0.034	0.034				
Mg	12	1.74	1.303	1.254	1.297	0.063	0.050	0.049				
Al	13	2.70	1.559	1.487	1.553	0.067	0.073	0.072				
Si	14	2.35	1.838	1.740	1.832	0.118	0.099	0.096				
P	15	2.2	2.142	2.015	2.136	0.153	0.129	0.128				
S	16	2.0	2.470	2.308	2.464	0.193	0.164	0.163				
Cl	17	0.00321	2.816	2.622	2.815	0.238	0.203	0.202				
Ar	18	0.00178	3.203	2.957	3.192	0.287	0.247	0.245				
K	19	0.85	3.607	3.313	3.589	0.341	0.297	0.294				
Ca	20	1.54	4.038	3.691	4.012	0.399	0.352	0.349	0.341	0.344		
Sc	21		4.496	4.090	4.460	0.462	0.411	0.406	0.395	0.399		
Ti	22	4.5	4.964	4.510	4.931	0.530	0.460	0.454	0.452	0.458		
V	23	5.69	5.463	4.952	5.427	0.604	0.519	0.512	0.510	0.519		
Cr	24	6.9	5.988	5.414	5.946	0.679	0.583	0.574	0.571	0.581		
Mn	25	7.42	6.537	5.898	6.490	0.762	0.650	0.639	0.636	0.667		
Fe	26	7.9	7.111	6.403	7.057	0.849	0.721	0.708	0.704	0.717		
Co	27	8.71	7.709	6.930	7.649	0.929	0.794	0.779	0.775	0.790		
Ni	28	8.8	8.331	7.477	8.264	1.015	0.871	0.853	0.849	0.866		
Cu	29	8.9	8.980	8.047	8.904	1.100	0.953	0.933	0.928	0.948		
Zn	30	7.1	9.660	8.638	9.571	1.200	1.045	1.022	1.009	1.032		
Ga	31	5.90	10.368	9.251	10.263	1.30	1.134	1.117	1.096	1.122		
Ge	32	5.46	11.103	9.885	10.981	1.42	1.248	1.217	1.186	1.216		
As	33	5.7	11.863	10.543	11.725	1.529	1.359	1.323	1.282	1.317		
Se	34	4.5	12.652	11.221	12.495	1.652	1.473	1.434	1.379	1.419		
Br	35	3.12	13.475	11.923	13.290	1.764	1.599	1.552	1.480	1.526		
Kr	36	0.00371	14.323	12.648	14.112	1.931	1.727	1.675	1.587	1.638		
Rb	37	1.53	15.201	13.394	14.960	2.067	1.866	1.806	1.694	1.752		
Sr	38	2.55	16.106	14.164	15.834	2.221	2.008	1.941	1.806	1.872		
Y	39	5.51	17.037	14.957	16.736	2.369	2.154	2.079	1.922	1.996		
Zr	40	6.44	17.998	15.774	17.666	2.547	2.305	2.220	2.042	2.124	2.302	
Nb	41		18.967	16.614	18.621	2.706	2.467	2.374	2.166	2.257	2.462	
Mo	42	9.0	20.002	17.478	19.607	2.884	2.627	2.523	2.293	2.393	2.623	
Tc	43		21.054	18.410	20.585	3.054	2.795	2.677	2.424	2.538	2.792	
Ru	44	12.1	22.118	19.278	21.655	3.236	2.966	2.837	2.558	2.683	2.964	
Rh	45	12.4	23.224	20.214	22.721	3.419	3.145	3.002	2.696	2.834	3.144	
Pd	46	12.2	24.347	21.175	23.816	3.617	3.329	3.172	2.838	2.990	3.328	
Ag	47	10.5	25.517	22.162	24.942	3.810	3.528	3.352	2.984	3.151	3.519	
Cd	48	8.6	26.712	23.172	26.093	4.019	3.727	3.538	3.133	3.316	3.716	
In	49	7.28	27.928	24.207	27.274	4.237	3.939	3.729	3.287	3.487	3.920	
Sn	50	7.3	29.190	25.270	28.483	4.464	4.157	3.928	3.444	3.662	4.131	
Sb	51	6.7	30.486	26.357	29.723	4.697	4.381	4.132	3.604	3.843	4.347	
Te	52	6.0	31.809	27.471	30.993	4.938	4.613	4.341	3.769	4.029	4.370	
I	53	4.94	33.164	28.610	32.292	5.190	4.856	4.559	3.937	4.220	4.800	
Xe	54	0.00585	34.579	29.802	33.644	5.452	5.104	4.782	4.111	4.422	5.036	
Cs	55	1.87	35.959	30.970	34.984	5.720	5.358	5.011	4.286	4.620	5.280	
Ba	56	3.78	37.410	32.191	36.376	5.995	5.623	5.247	4.467	4.828	5.531	
La	57	6.15	38.931	33.440	37.799	6.283	5.894	5.489	4.651	5.043	5.789	
Ce	58	6.8	40.449	34.717	39.255	6.561	6.165	5.729	4.840	5.262	6.052	

Pr	59	6.48	41.998	36.023	40.746	6.846	6.443	5.968	5.034	5.489	6.322
Nd	60	6.96	43.571	37.359	42.269	7.144	6.727	6.215	5.230	5.722	6.602
Pm	61		45.207	38.649	43.943	7.448	7.018	6.466	5.431	5.956	6.891
Sm	62	7.8	46.846	40.124	45.400	7.754	7.281	6.721	5.636	6.206	7.180
Eu	63		48.515	41.529	47.027	8.069	7.624	6.983	5.846	6.456	7.478
Gd	64		50.229	42.983	48.718	8.393	7.940	7.252	6.059	6.714	7.788
Tb	65		51.998	44.470	50.391	8.724	8.258	7.519	6.275	6.979	8.104
Dy	66		53.789	45.985	52.178	9.083	8.621	7.850	6.495	7.249	8.418
Ho	67		55.615	47.528	53.934	9.411	8.920	8.074	6.720	7.528	8.748
Er	68	4.77	57.483	49.099	55.690	9.776	9.263	8.364	6.948	7.810	9.089
Tm	69		59.335	50.730	57.576	10.144	9.628	8.652	7.181	8.103	9.424
Yb	70		61.303	52.360	59.352	10.486	9.977	8.943	7.414	8.401	9.779
Lu	71		63.304	54.063	61.282	10.867	10.345	9.241	7.654	8.708	10.142
Hf	72		65.313	55.757	63.209	11.264	10.734	9.556	7.898	9.021	10.514
Ta	73	16.6	67.400	57.524	65.210	11.676	11.130	9.876	8.145	9.341	10.892
W	74	18.9	69.508	59.310	67.233	12.090	11.535	10.198	8.396	9.670	11.283
Re	75		71.662	61.131	69.298	12.522	11.955	10.531	8.651	10.008	11.684
Os	76	22.5	73.860	62.991	71.404	12.965	12.383	10.869	8.910	10.354	12.094
Ir	77	22.4	76.097	64.886	73.549	13.413	12.819	11.211	9.173	10.706	12.509
Pt	78	21.4	78.379	66.820	75.736	13.873	13.268	11.559	9.441	11.069	12.939
Au	79	19.3	80.713	68.794	77.968	14.353	13.733	11.919	9.711	11.439	13.379
Hg	80	13.6	83.106	70.821	80.258	14.841	14.212	12.285	9.987	11.823	13.828
Tl	81	11.9	85.517	72.860	82.558	15.346	14.697	12.657	10.266	12.210	14.288
Pb	82	11.3	88.001	74.957	84.922	15.870	15.207	13.044	10.549	12.611	14.762
Bi	83	9.8	90.521	77.097	87.335	16.393	15.716	13.424	10.836	13.021	15.244
Po	84		93.112	79.296	89.809	16.935	16.244	13.817	11.128	13.441	15.740
At	85		95.740	81.525	92.319	17.490	16.784	14.215	11.424	13.873	16.248
Rn	86	0.00973	98.418	83.800	94.877	18.058	17.337	14.618	11.724	14.316	16.768
Fr	87		101.147	86.119	97.483	18.638	17.904	15.028	12.029	14.770	17.301
Ra	88		103.927	88.485	100.14	19.233	18.481	15.442	12.338	15.233	17.845
Ac	89		106.759	90.894	102.85	19.842	19.078	15.865	12.650	15.712	18.405
Th	90	11.5	109.630	93.334	105.59	20.460	19.688	16.296	12.966	16.200	18.977
Pa	91		112.581	95.851	108.41	21.102	20.311	16.731	13.291	16.700	19.559
U	92	18.7	115.591	95.428	111.30	21.753	20.943	17.163	13.613	17.218	20.163
Np	93		118.619	101.01	114.18	22.417	21.596	17.614	13.945	17.740	20.774
Pu	94		121.720	103.65	117.15	23.097	22.262	18.066	14.279	18.278	21.401
Am	95		124.876	106.35	120.16	23.793	22.944	18.525	14.618	18.829	22.042
Cm	96		128.088	109.10	123.24	24.503	23.640	18.990	14.961	19.393	22.699
Bk	97		131.357	111.90	126.36	25.230	24.352	19.461	15.309	19.971	23.370
Cf	98		134.683	114.75	129.54	25.971	25.080	19.938	15.661	20.562	24.056

**Příloha 1:** Energie fluorescenčního záření a protonové číslo

VÚK-Panenské Břežany

Zkušebny a laboratoře

Panenské Břežany, 250 70 Odolena Voda

Tel. 283970511 Fax 283970587

Osvědčení o složení podnikových kalibračních standardů  
č. 021/2004

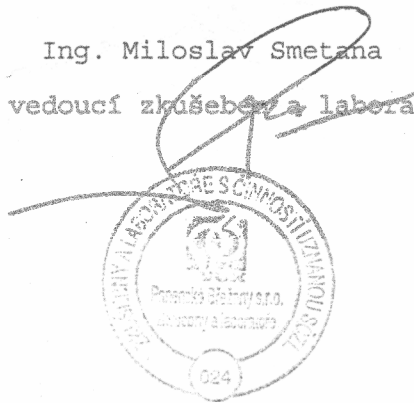
## MOSAZ

vzorek	300B	301B	302B	303B
% Cu	58.70	66.85	72.75	78.80
% Zn	40.20	31.15	21.50	14.50
% Sn	0.25	0.49	1.40	1.98
% Pb	0.26	0.49	1.48	1.96
% Fe	0.10	0.22	0.42	0.51
% Mn	0.15	0.34	1.24	1.06
% Al	0.11	0.02	0.44	0.01
% Ni	0.18	0.36	0.69	1.13
% P	-	-	0.05	-
% As	0.005	0.025	-	-

Standardy jsou vyrobeny polokontinuálním litím a homogenita je ověřena RFS a OES metodou. Chemické složení je stanoveno nejméně třemi nezávislými metodami (gravimetrie, elektrogravimetrie, AAS, OES-ICP, GD-MS, RFS, OES).

Datum vyhotovení osvědčení 6.2.2004

Ing. Miloslav Smetana  
vedoucí zkušebny a laboratoří



VÚK-Panenské Břežany

Zkušebny a laboratoře

Panenské Břežany, 250 70 Odolena Voda

Tel. 283970511 Fax 283970587

Osvědčení o složení podnikových kalibračních standardů  
č. 023/2004

## SnZnPb BRONZ

vzorek	BB1	BB2	BB3	BB4	BB5	BB6	BB7	BB30	BB40	BB70
% Cu	84.82	84.09	80.88	81.32	82.25	83.54	82.24	83.36	82.52	83.91
% Sn	8.10	7.11	3.36	2.58	4.11	5.47	4.92	3.44	2.63	4.90
% Zn	3.90	4.70	6.23	8.11	7.21	5.40	3.26	5.96	8.13	3.35
% Pb	1.55	2.64	6.73	6.14	5.18	3.52	7.31	6.56	5.80	7.44
% Mn	0.081	0.12	0.002	0.020	0.054	0.15	0.011	0.004	0.014	0.006
% Al	0.019	0.032	0.002	0.006	0.015	0.040	0.011	0.015	0.024	0.025
% Fe	0.33	0.28	0.037	0.086	0.14	0.31	0.095	0.060	0.065	0.075
% Si	0.037	0.055	0.004	0.018	0.028	0.083	0.012	0.017	0.022	0.009
% Sb	0.60	0.49	0.052	0.21	0.31	0.62	0.098	-	-	-
% Bi	0.032	0.024	0.002	0.011	0.018	0.041	0.005	0.002	0.009	0.006
% As	0.086	0.12	0.008	0.029	0.051	0.16	0.016	0.007	0.024	0.017
% P	0.055	0.085	0.014	0.030	0.037	0.12	0.016	0.023	0.031	0.010
% Ni	0.061	0.097	2.42	1.20	0.49	0.23	1.73	0.35	0.31	0.11

Standardy jsou vyrobeny polokontinuálními litím a homogenita je ověřena RFS a OES metodou. Chemické složení je stanoveno nejméně třemi nezávislými metodami (gravimetrie, elektrogravimetrie, AAS, OES-ICP, GD-MS, RFS, OES).

Datum vyhotovení osvědčení 6.2.2004

Ing. Miloslav Smetana  
vedoucí zkušeben a laboratoří

