1. Zadání

1. 1. Pracovní úkol

1. Proveďte energetickou kalibraci gama-spektrometru pomocí alfa zářiče ^{241}Am.
2. Určete materiál několika vzorků.
3. Stanovte závislost účinnosti výtěžku rentgenového záření na atomovém čísle elementu v daném experimentálním uspořádání.
4. Určete relativní zastoupení prvků v jednom ze vzorků.
5. Na základě rentgenového záření identifikujte radioaktivní vzorek a stanovte typ pozorovaného rozpadu.

1. 2. Pomůcky

polovodičový spektrometr s germaniovým detektorem, kalibrační α-zářič ^{241}Am, radioaktivní zářič ^{137}Ba, sada vzorků, tabulka energií charakteristického rentgenového záření, atlas γ-spekter

2. Teoretický úvod[1]

2. 1. Rentgenové záření

Rentgenové záření vzniká při deexcitaci vzbuzeného atomového obalu. Existují dva druhy rentgenového záření: brzdné se spojitým spektrem a charakteristické s čárovým spektrem typickým pro daný prvek. Díky charakteristickému záření lze tudíž kvalitativně i kvantitativně určit složení vzorku.
Tzv. rentgenová-fluorescenční metoda využívá interakce gama-kvant s elektrony v atomovém obalu. Díky fotoelektrickému jevu dojde k vyzáření elektronů z některé z vnitřních hladin atomového obalu (nejčastěji z K slupky, u těžších prvků také z L, M atd.), čímž je atomový obal excitován. Při deexcitaci je prázdné místo zaplněno elektronem z vyšší hladiny, což je doprovázeno vyzářením fotonu o energii rovné rozdílu energetických hladin.
Podle hladin, mezi kterými k přechodu dochází, rozlišujeme následující druhy:

- K série: pád na nejnižší hladinu z druhé (K_α) nebo třetí (K_β) hladiny.
- L série: pád na druhou hladinu z třetí (L_α) nebo čtvrté (L_β) hladiny.
- M série: pád na třetí hladinu atd.

Označení ještě bývá doplněno o magnetické číslo elektronu (např. $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$).

2. 2. K-záchyt

Při tzv. K-záchytu je elektron z obalu absorbován v jádře, kde následně proběhne inverzní β^+ přechod ($e^- + p \rightarrow n + \nu$). Po tomto rozpadu může být jádro rovněž vzbuzené a může se deexcitovat tak, že se uvolní elektron z K slupky.

2. 3. Určení relativního zastoupení prvků ve slitině

K určení relativního zastoupení η_A prvku A ve slitině obsahující prvky A a B používáme vztah

$$\eta_A = \frac{1}{1+\frac{W_B}{W_A}\cdot\frac{W_A^0}{W_B^0}}, \qquad (1)$$

kde $W_{A/B}$ je výtěžek prvku A/B ve slitině a $W_{A/B}^0$ je výtěžek čistého prvku A/B.

2. 4. Experimentální uspořádání

Jako zdroj γ-záření používáme α-zářič ^{241}Am s nejintenzivnější linkou doprovázející α-rozpad o energii 59,5 keV z rozpadu vzbuzeného stavu v dceřiném jádře ^{237}Np. Pozorovatelné jsou rovněž fotony L-série v oblasi 10 až 20 keV pocházející z obalu ^{237}Np.
Pro detekci je použit spektrometr s rozlišením 0,9 keV v oblasti 5 – 60 keV.

[1] Napsáno na základě [1]

3. Výsledky měření

3. 1. Kalibrace gama-spektrometru

Kalibrace byla provedena pomocí α-zářiče ^{241}Am. Spektrum jsme nechali načítat po živou dobu $\tau = 627{,}92$ s. Použity byly píky o energiích 13,9 keV, 26,4 keV a 59,5 keV.

3. 2. Určení materiálů vzorků

Vzorky byly ozařovány γ-zářením z rozpadu ^{241}Am a jejich charakteristické rtg-záření detekováno po živou dobu $\tau \doteq 300\ s$. Následně byla vybranými píky pomocí software proložena Gaussova křivka a spočteny její parametry.

Naměřené hodnoty jsou uvedeny v *Tab. 1*. První sloupec udává číslo vzorku. Ve druhém sloupci je uvedena energie E vrcholu píku v keV, ve třetím položířka *FWHM* Gaussova rozdělení. Inzenzita píku (plocha pod proloženým fitem) je uvedena ve sloupci N a její chyba ve sloupci σ_N. Výtěžek w (daný vztahem $w = \frac{N}{\tau}$) je uveden v pátém sloupci a jeho chyba σ_w ve sloupci následujícím. Ve druhé části *Tab. 1* jsou uvedeny tabelované [2] hodnoty energií charakteristických čar, které byly přiřazeny k jednotlivým píkům. U některých spekter mohly splynout píky dvou sérií do jednoho píku. V *Tab. 1* jsou proto uvedeny obě tabelované hodnoty a ve sloupci $\bar{E}$ je spočtena jejich průměrná energie. V posledních dvou sloupcích *Tab. 1* je uveden identifikovaný prvek a jeho atomové číslo *Z*.

Č.	E [keV]	FWHM [keV]	N	σ_N	w [s^{-1}]	σ_w [s^{-1}]	pík 1	E_1 [keV]	pík 2	E_2 [keV]	$\bar{E}$ [keV]	prvek	Z
1	8,57	1,66	10 759	215	32,4	0,6	$K_{\alpha1}$	8,046	$K_{\beta1}$	8,904	8,475	Cu	29
2	25,27	1,74	26731	281	88,7	0,9	$K_{\alpha1}$	25,267	$K_{\alpha2}$	25,04	25,1535	Sn	50
	28,8	1,67	486	183	15	6	$K_{\beta1}$	28,481	$K_{\beta2}$	29,104	28,7925	Sn	50
3	20,17	1,56	16937	293	56	1	$K_{\alpha1}$	20,213	--	--	20,213	Rh	45
	22,91	1,1	1695	193	5,6	0,6	$K_{\beta1}$	22,72	--	--	22,72	Rh	45
8	24,19	1,67	20730	282	69,0	0,9	$K_{\alpha1}$	24,206	--	--	24,206	In	49
	27,54	1,39	3227	179	10,7	0,6	$K_{\beta1}$	27,271	$K_{\beta2}$	27,856	27,5635	In	49
4	10,74	1,16	3127	200	10,4	0,7	$L_{\alpha1}$	10,55	--	--	10,55	Pb	82
	12,97	1,28	2689	293	9	1	$L_{\beta1}$	12,612	--	--	12,612	Pb	82
5	25,2	1,44	2569	200	8,6	0,7	$K_{\alpha1}$	25,267	$K_{\alpha2}$	--	25,267	Sn	50
	--	--	--	--	--	--	$K_{\beta1}$	24,938	$K_{\beta2}$	25,452	25,195	Ag	47
	22,08	1,55	11840	251	39,4	0,8	$K_{\alpha1}$	22,159	$K_{\beta1}$	21,987	22,073	Ag	47
6	15,93	1,93	23118	361	77	1	$K_{\alpha1}$	14,163	$K_{\alpha2}$	15,833	14,998	Y	39
9	17,42	1,4	17513	337	58	1	$K_{\alpha1}$	17,476	$K_{\alpha2}$	17,371	17,4235	Mo	42
	19,77	0,42	58	238	0,2	0,8	$K_{\beta1}$	19,605	$K_{\beta2}$	19,962	19,7835	Mo	42
10	9,1	1,64	9176	235	30,5	0,8	$K_{\alpha1}$	8,637	$K_{\beta1}$	9,57	9,1035	Zn	30
11	23,13	1,61	25812	312	86	1	$K_{\alpha1}$	23,17	--	--	23,17	Cd	48
	26,32	1,7	4229	232	14,1	0,8	$K_{\beta1}$	26,091	$K_{\beta2}$	26,639	26,365	Cd	48
12	7,54	1,1	1117	151	3,7	0,5	$K_{\alpha1}$	6,929	$K_{\beta1}$	7,648	7,2885	Co	27

Tab. 1: Naměřené hodnoty pro určení materiálu vzorků

U vzorku *č. 5* není ze spektra zcela jasné, jestli se jednalo o slitinu prvků Ag a Sn nebo o čisté stříbro (viz *Tab. 1, č. 5*, pík o energii 25,2 keV). Na základě vzhledu se však přikláníme ke slitině.

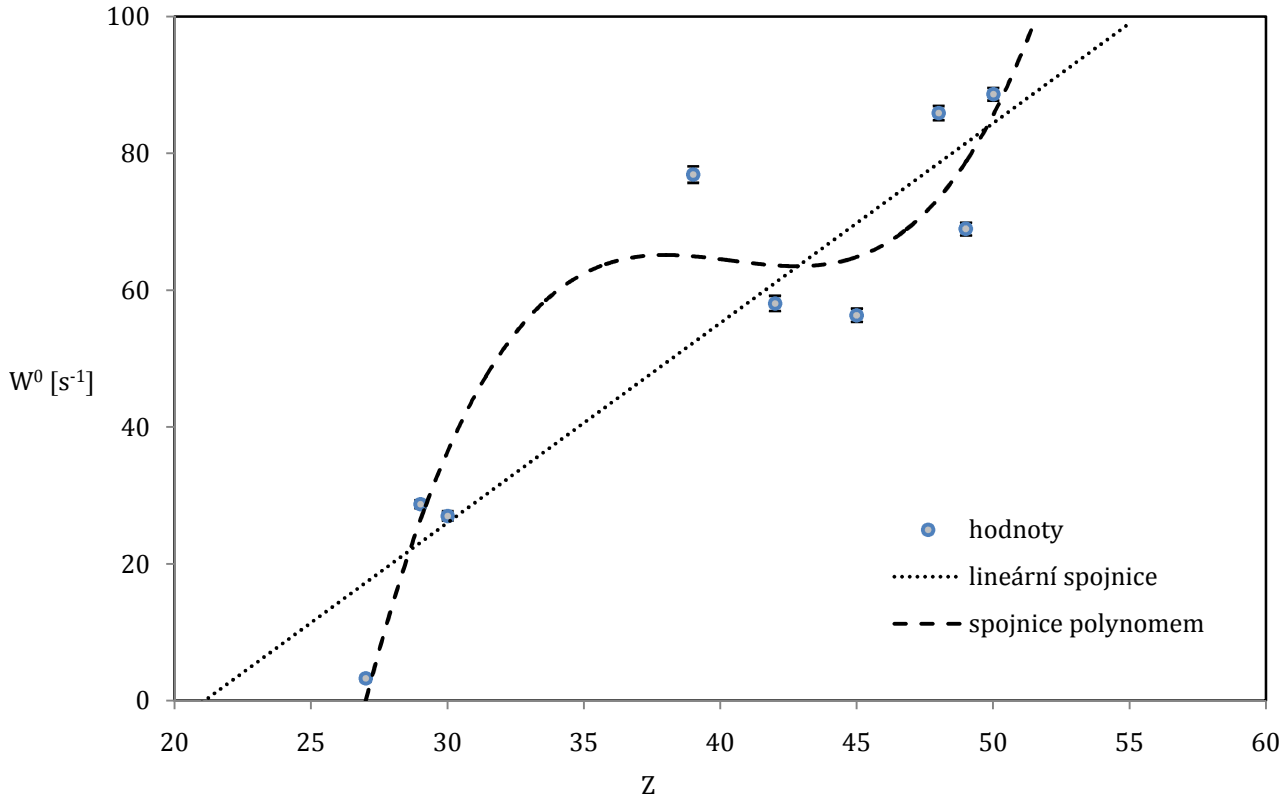
3. 3. Závislost výtěžku na atomovém čísle

Pro závislost výtěžku na atomovém čísle byly využity informace o jednotlivých vzorcích získané v předchozím úkolu. Sestavovali jsme závislost výtěžku K_α čar čistých prvků na atomovém čísle. Nebylo tedy možné použít vzorky *č. 4* (pouze L-série) a *č. 5* (slitina). U vzorků, v jejichž spektru došlo ke splynutí K_α a K_β čar do jednoho píku, bylo nutno celkový výtěžek w vynásobit tabelovanou konstantou C, která udává procentuální zisk výtěžku K_α čar z výtěžku všech K-přechodů. Dle [3] je tato konstanta $C = 0{,}8863$ pro Cu (vzorek *č. 1*), $C = 0{,}8856$ pro Zn (vzorek *č. 10*) a $C = 0{,}8857$ pro Co (vzorek *č. 12*). Takto korigovaný výtěžek značíme W^0. V ostatních případech je výtěžek W^0 roven výtěžku w z *Tab. 1*. Hodnoty použité pro vytvoření závislosti výtěžku K_α čar prvků na atomovém čísle jsou uvedeny v *Tab. 2*. Závislost je vynesena do *Grafu 1* a proložena přímkou o rovnici $W^0 = (2{,}9 \pm 0{,}5)Z - (60 \pm 20)$ a polynomem třetího stupně s rovnicí $W^0 = (0{,}030 \pm 0{,}002)Z^3 - (3{,}6 \pm 0{,}3)Z^2 + (140 \pm 10)Z - (1900 \pm 200)$. Chyby jsou stanoveny metodou nejmenších čtverců dle [4].

č	Z	W_0 [s^{-1}]	σ_{W^0} [s^{-1}]
1	29	28,7	0,6
2	50	88,7	0,9
3	45	56	1,0
8	49	69,0	0,9
6	39	77	1,2
9	42	58	1,1
10	30	27	0,7
11	48	86	1,0
12	27	3,3	0,4

Tab. 2: Závislost výtěžku K_α čar prvků na jejich atomovém čísle Z

Graf 1: Závislost výtěžku záření na atomovém čísle



3. 4. Určení relativního zastoupení prvků ve vzorku č. 5

Relativní zastoupení prvků bylo prováděno pro vzorek *č. 5* (slitina Ag a Sn), jehož spektrum bylo proměřeno ve druhém úkolu. Výpočet byl proveden podle vztahu (1) pro $A = Sn, B = Ag$ a $A = Ag,\ B = Sn$. Za W_{Sn} a W_{Ag} byly dosazeny hodnoty w z *Tab. 1*. Za hodnotu W_{Sn}^{0} byla dosazena hodnota w z *Tab. 1* korigovaná vynásobením konstantou $C = 0{,}8273$ tabelovanou v [3]. Hodnota W_{Ag}^{0} byla spočtena dosazením $Z = 47$ do rovnice lineární regrese spočtené v *úkolu 3*.
Výsledek: $\eta_{Sn} = 0{,}18 \approx 18\ \%, \eta_{Ag} = 0{,}82 \approx 82\ \%$
Chyba je diskutována v *odstavci 4*.

3. 5. Identifikace radioaktivního vzorku

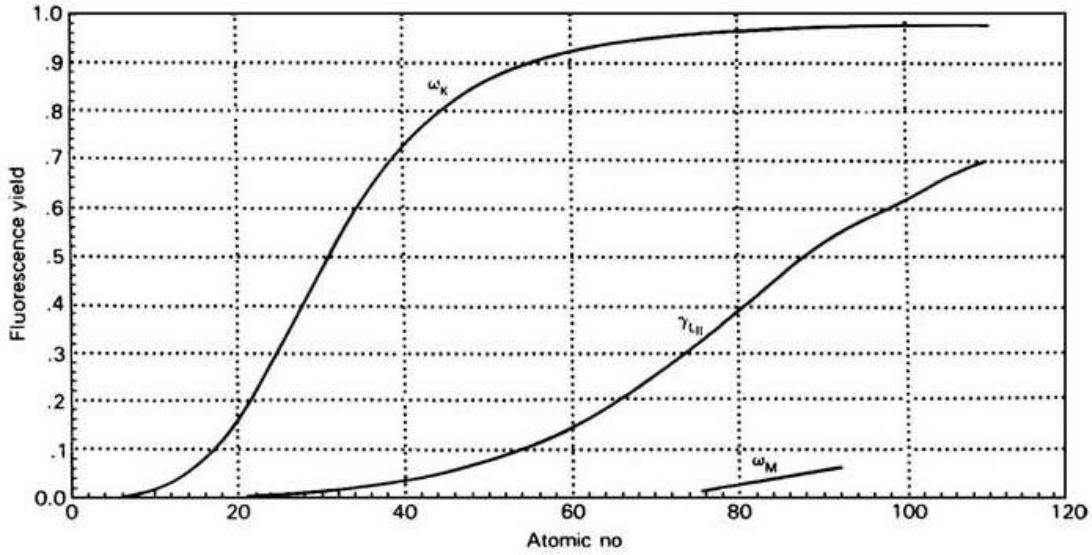
Pro radioaktivní vzorek (se známým nukleonovým číslem $A = 133$) bylo provedeno stejné měření jako při určování materiálu vzorků (viz *odstavec 3. 2.*). Analýzou spektra jsme rozeznali dva píky o energiích $E = 31{,}08\ keV$ a $E = 35{,}62$. Porovnáním s tabulkami [2] jsme zjistili, že se jedná v prvním případě o $K_{\alpha 1}$ čáru cesia ($E = 30{,}97\ keV$) a ve druhém o sloučení čar $K_{\beta 1}$ ($E = 34{,}98\ keV$) a $K_{\beta 2}$ ($E = 35{,}82\ keV$) cesia. Usoudili jsme tedy, že vzorkem byl radioaktivní prvek ^{133}Ba a že v něm docházelo ke K-záchytu: $^{133}Ba \rightarrow {}^{133}Cs + \nu$.

4. Diskuse výsledků

Chyby určení charakteristik spekter závisí především na chybách kalibrace pomocí α-zářiče ^{241}Am. Píky americia se objevovaly také ve spektrech vzorků načítaných při určování jejich složení. Spektrální čáry jednotlivých prvků v okolí čar Am byly proto méně výrazné. Při porovnávání naměřených energií s tabulkami [2] bylo vždy hledáno nejoptimálnější řešení. Nejdříve byly píky s nejnižšími energiemi porovnávány s tabelovanými energiemi K_α přechodů, poté píky s vyššími energiemi s hodnotami energií pro K_β přechody. Byl-li ve spektru pozorován pouze jeden pík, určovali jsme prvek podle hodnoty dané průměrem tabelovaných hodnot pro čáry K_α a K_β. U olova byly naměřeny pouze L-čáry, neboť energie K-čar leží mimo oblast použitého detektoru.

Nakonec se ukázalo, že kvalitativní analýza vzorku prováděná pomocí spekter charakteristického záření je poměrně spolehlivá metoda, neboť například vzorek, který vypadal jako měď, byl určen jako měď. Pouze vzorek *č. 12* byl měřením určen jako kobalt, nicméně koroze kovu naznačovala spíše železo.

Stanovení závislosti výtěžku K_α čar na atomovém čísle *Z* (viz *odstavec 3. 3.*) je pouze orientační, neboť nebylo naměřeno dostatečné množství hodnot. Proložené křivky (přímka a polynom 3. stupně), rovněž nejsou ideální, na což ukazuje *Obr. 1*, na kterém je zakreslena pod označením ω_K teoretické závislost výtěžku na atomovém čísle dle [5]. Rovněž chyby koeficientů rovnic pro proložené křivky jsou velké.



Obr. 1: Teoretická závislost výtěžku záření na atomovém čísle

U výpočtu relativního zastoupení prvků (Sn a Ag) ve vzorku *č. 5* hraje velkou roli chyba výtěžku W_{Ag}^0 stříbra. Tato veličina byla spočtena z lineární regrese závislosti výtěžku na atomovém čísle naměřeném v *odstavci 3. 3.* a její chyba je tudíž velká (asi 50%). Ostatní veličiny potřebné pro výpočet procentuálního složení ze vzorce (1) byly vzaty z *Tab. 1* a jejich relativní chyba je menší než 8%.

Při určování neznámého radioaktivního prvku byly ve spektru jasně viditelné K_α i K_β čáry cesia. Určení tohoto prvku nebylo proto problematické.

5. Závěr

Provedli jsme energetickou kalibraci gama-spektrometru pomocí alfa zářiče ^{241}Am.
Určili jsme materiál jedenácti vzorků pomocí spekter charakteristického rentgenového záření. Identifikované prvky jsou uvedeny v *Tab. 1*.
Stanovili jsme závislost výtěžku rentgenového záření na atomovém čísle. Tato závislost je znázorněna v *Grafu 1*.
Ve vzorku *č. 5* jsme určili relativní zastoupení cínu a stříbra: $\eta_{Sn} = 0{,}18 \approx 18\ \%, \eta_{Ag} = 0{,}82 \approx 82\ \%$.
Na základě rentgenového záření jsme identifikovali radioaktivní vzorek jako ^{133}Ba a typ pozorovaného rozpadu stanovili jako K-záchyt.

6. Seznam použité literatury

[1] Nosek D., Krtička M.: Identifikace prvků na základě jejich charakteristického rentgenového záření, http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/_media/zadani/texty/txt_403.pdf (2013 - platnost odkazu)
[2] Tabulky energií charakteristických čar prvků v laboratoři Fyzikálního praktika IV (2013)
[3] Crawford J., Cohen D., Deherty G., Atnacio A.: Calculated K, L and M-shell X-ray line intensities for hight ion impact on selected targets from Z=6 to 100, http://www.ansto.gov.au/__data/assets/pdf_file/0016/51424/JagodaKLMabRatiosEReportE774-ver3-07Sep11.pdf (2013 - platnost odkazu)
[4] J. Englich: Základy zpracování fyzikálních měření, Praha 2006
[5] Tables of Physical and Chemical Constants, http://www.kayelaby.npl.co.uk/atomic_and_nuclear_physics/4_2/4_2_1.html (2013 - platnost odkazu)

20 bodů