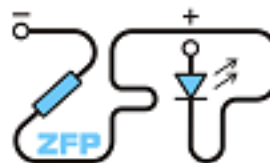


Kabinet výuky obecné fyziky, UK MFF

Fyzikální praktikum IV.



Úloha č. A3

Název úlohy: Identifikace prvků na základě jejich charakteristického rentgenového záření.

Jméno: Obor: FOF

Datum měření: 24. 11. 2014 Datum odevzdání: 1. 12. 2014

Připomínky opravujícího:

	Možný počet bodů	Udělený počet bodů
Práce při měření	0 - 5	5
Teoretická část	0 - 1	1
Výsledky měření	0 - 8	8
Diskuse výsledků	0 - 4	4
Závěr	0 - 1	1
Seznam použité literatury	0 - 1	1
Celkem	max. 20	20

Posuzoval:.....

dne:**5.12.2014**.....

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.

Teoretická část:

Při deexcitaci atomů vzniká rentgenové záření, které je charakteristické pro daný prvek. Spektrální čáry K vznikají při přeskočení elektronu z vyšších slupek na slupku K. Index u označení čáry odpovídá relativnímu číslu slupky, ze které elektron přeskakuje vůči slupce, na kterou přeskakuje. Tento index se značí řeckými písmeny. Například spektrální čára K_α vzniká při přeskočení elektronu ze slupky L na slupku K.

Jádro atomu se může rozpadat 3 základními způsoby: při α rozpadu vzniká heliové jádro a jádro, které má o dva protony a dva neutrony méně než původní jádro. Při β^- rozpadu se neutron v jádře atomu rozpadá na proton a elektron a antineutrino, zatímco při β^+ rozpadu se proton v jádře atomu rozpadá na neutron a elektron. Při β rozpadu tedy vzniká prvek se stejným nukleonovým (hmotnostním) číslem a o 1 větším nebo menším protonovým (atomovým) číslem. Při γ rozpadu se jádro zachovává, dochází pouze k vyzáření fotonu při přechodu v jádře (deexcitaci).

Atom může být excitován vyražením elektronu γ zářením. Elektron z K slupky může být zachycen v jádře atomu (tzv. K-záchyt), kde dojde k inverznímu β^+ přechodu (zachycený elektron interaguje s protonem a vzniká neutron a neutrino). Také dečinné jádro může být po prodělaném rozpadu excitováno a při deexcitaci dojde k vyzáření γ -fotonu, který vyrazí elektron z atomového obalu. Výsledkem K-záchytu tedy je atom se stejným nukleonovým číslem a o 1 menším atomovým číslem.

Pro určení relativního zastoupení prvků ve slitině platí:

$$\frac{n_1^0 w_1}{n_2^0 w_2} = \frac{n_1}{n_2} \quad (1)$$

a

$$w_1 + w_2 = 1, \quad (2)$$

kde w_i je relativní zastoupení i -tého prvku ve slitině, n_i je počet detekovaných přechodů za jednotku času odpovídajících i -tému prvku ve slitině a n_i^0 je počet detekovaných přechodů za jednotku času odpovídajících čistému i -tému prvku. Z těchto dvou rovnic lze odvodit vztah pro relativní zastoupení prvního prvku w_1

$$w_1 = \frac{n_1 n_2^0}{n_2 n_1^0 + n_1 n_2^0}. \quad (3)$$

Chyby vypočtených veličin f z naměřených veličin x_i jsou počítány podle vzorce:

$$\sigma_f = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \sigma_{x_i}^2}. \quad (4)$$

Chyba relativního zastoupení prvku σ_{w_1} ve slitině spočteného ze vzorce (3) tedy je

$$\sigma_{w_1} = \sqrt{\left(\frac{n_2^0 (n_2 n_1^0 + n_1 n_2^0) - n_1 n_2^0 n_2^0}{(n_2 n_1^0 + n_1 n_2^0)^2} \sigma_{n_1} \right)^2 + \left(\frac{n_2^0 (n_2 n_1^0 + n_1 n_2^0) - n_1 n_2^0 n_2^0}{(n_2 n_1^0 + n_1 n_2^0)^2} \sigma_{n_2^0} \right)^2 + \left(\frac{n_2 n_1 n_2^0}{(n_2 n_1^0 + n_1 n_2^0)^2} \sigma_{n_1^0} \right)^2 + \left(\frac{n_1 n_1^0 n_2^0}{(n_2 n_1^0 + n_1 n_2^0)^2} \sigma_{n_1} \right)^2} \quad (5)$$

Výsledky měření:

K vyrážení elektronů z K nebo L slupky byl použit zářič ^{241}Am , který vyzařuje γ -fotony. Nejintenzivnější spektrální čára (o energii 59,5 keV) pochází od deexcitace produktu (^{237}Np) α rozpadu ^{241}Am . Další, méně intenzivní, čáry pocházejí z atomového obalu dceřiného neptunia ^{237}Np , které bylo excitováno γ zářením vydávaným americiem.

Nejprve jsem provedl kalibraci spektrometru pomocí α zářiče ^{241}Am . Jednotlivým peakům jsem přiřadil tabulkové hodnoty energie, které byly zobrazeny v grafu u úlohy. Použil jsem peaky o energiích 13,9 keV, 17,8 keV, 20,8 keV, 26,4 keV a 59,5 keV.

Pak jsem měřil rentgenová spektra jednotlivých vzorků, které byly excitovány γ zářením pomocí zářiče ^{241}Am . Měření bylo prováděno pomocí počítačového programu, který po vyznačení naměřených peaků určil střední energii peaku E , plochu pod peakem (počet detekovaných přechodů za dobu měření t), plochu pod peakem korigovanou na pozadí N a její chybu a výtěžek n (počet přechodů za jednotku času) korigovaný na pozadí. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v tabulce 1.

Naměřené hodnoty energií jsem porovnával s tabulkovými hodnotami a podle toho určoval z jakého prvku se jednotlivé vzorky skládají (vybíral jsem ty prvky, kterému naměřené hodnoty nejlépe odpovídali).

Tabulka 1: Identifikace prvků podle rentgenového záření

vzorek	E [keV]	N	t [s]	n [s^{-1}]	prvek	Z	Tabulkové hodnoty		
1	8,71	$16\,659 \pm 211$	457,90	86,74	Cu	29	$K_{\alpha} = 8,046$	$K_{\beta} = 8,976$	
2	25,30	$43\,042 \pm 285$	496,20	14,73	Sn	50	$K_{\alpha} = 25,1$		
	28,77	$7\,310 \pm 151$		52,06			$K_{\beta 1,3} = 28,4$	$K_{\beta 2} = 29,1$	
3	20,27	$25\,844 \pm 253$	496,40	4,30	Rh	45	$K_{\alpha 1} = 20,213$	$K_{\alpha 2} = 20,070$	
	22,71	$2\,135 \pm 110$		2,96			$K_{\beta 1} = 22,720$	$K_{\beta 2} = 23,169$	$K_{\beta 3} = 22,695$
4	10,78	$1\,426 \pm 107$	481,14	7,29	Pb	82	$L_{\beta} = 10,6$		
	12,95	$3\,506 \pm 147$		19,24			$L_{\alpha} = 12,6$		
6	15,93	$5\,802 \pm 173$	301,58	10,56	Zr	40	$K_{\alpha 1} = 15,772$	$K_{\alpha 2} = 15,688$	
	17,72	$3\,185 \pm 56$		11,73			$K_{\beta 1,3} = 17,6$	$K_{\beta 2} = 17,9$	
8	24,33	$4\,506 \pm 134$	384,12	0,26	In	49	$K_{\alpha} = 24,1$		
	27,45	100 ± 32		49,39			$K_{\beta 1,3} = 27,2$	$K_{\beta 2} = 27,8$	
9	17,58	$17\,454 \pm 239$	353,36	1,65	Mo	42	$K_{\alpha 1} = 17,48$	$K_{\alpha 2} = 17,4$	
	19,72	582 ± 72		40,00			$K_{\beta 1,3} = 19,6$	$K_{\beta 2} = 19,96$	
5	22,17	$13\,523 \pm 180$	338,04	6,56	Ag	47	$K_{\alpha 1} = 22,2$	$K_{\alpha 2} = 22,0$	
	25,09	$2\,217 \pm 102$		2,90			$K_{\beta 1,3} = 24,9$	$K_{\beta 2} = 22,45$	
	8,96	979 ± 95		28,23	Cu	29	$K_{\alpha} = 8,046$	$K_{\beta} = 8,976$	
13	25,31	$14\,151 \pm 184$	501,34	5,30	Sn	50	$K_{\alpha} = 25,1$		
	28,79	$2\,658 \pm 104$		3,11			$K_{\beta 1,3} = 28,4$	$K_{\beta 2} = 29,1$	
	11,00	$1\,557 \pm 105$		8,89	Pb	82	$L_{\beta} = 10,6$		
	13,03	$4\,455 \pm 179$		86,74			$L_{\alpha} = 12,6$		

K identifikaci vzorku č. 4 napomohl jeho vzhled a jeho měkkost. Dalším indikátorem, že se jedná o čáry L a ne K, je to, že čára s větší energií je intenzivnější než ta s nižší (opačně než je tomu u čar K).

Závislost účinnosti výtěžku rentgenového záření na protonovém čísle Z v daném experimentálním uspořádání je zobrazena v grafu 1. Naměřené hodnoty čar K_{α} jsem proložil kvadratickou funkcí $n = aZ^2 + bz + c$.

Parametry fitované funkce jsou:

$$a = (0,21 \pm 0,07) \text{ s}^{-1}$$

$$b = (-14 \pm 6) \text{ s}^{-1}$$

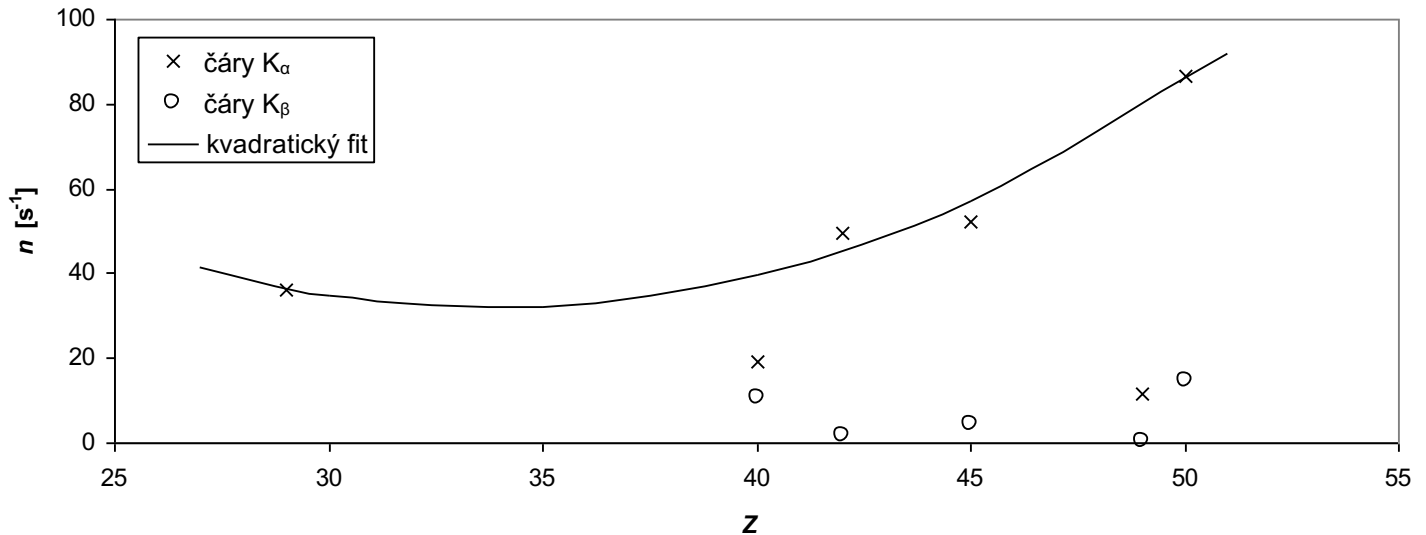
$$c = (2,7 \pm 1,1) \cdot 10^2 \text{ s}^{-1}$$

Rovnice fitu tedy je

$$n = 0,21 \cdot Z^2 - 14 \cdot Z + 270. \quad (6)$$

Do regrese jsem nepoužil body zirkonia ($Z = 40$) a india ($Z = 49$), protože jejich výtěžek je mnohem menší než „sousedních“ prvků. U zirkonia je to způsobeno tím, že oba naměřené peaky byly velmi blízko sebe a program odečetl jako pozadí i to, co do peaku skutečně patřilo.

Graf 1: Závislost výtěžku na protonovém čísle prvků



Relativní zastoupení cínu w_{Sn} ve vzorku 13 jsem spočetl dle vzorce (3), jeho chybu dle vzorce (5). Relativní zastoupení olova w_{Pb} je pak dle vzorce (2) doplněk relativního zastoupení cínu do jedničky a chyba je dle vzorce (4) stejná jako pro relativní zastoupení cínu.

$$w_{Sn} = (0,24 \pm 0,09)$$

$$w_{Pb} = (0,76 \pm 0,09)$$

Výtěžek rentgenového záření pocházejícího z čistého stříbra n_{Ag}^0 jsem spočetl interpolací závislosti výtěžku na protonovém čísle prvků Z . Protonové číslo ($Z = 47$) stříbra jsem tedy dosadil do rovnice fitu (6).

$$n_{Ag}^0 = (67,2 \pm 6,4) \text{ s}^{-1}$$

Relativní zastoupení stříbra w_{Ag} ve vzorku 5 jsem spočetl dle vzorce (3), jeho chybu dle vzorce (5). Relativní zastoupení mědi w_{Cu} je pak dle vzorce (2) doplněk zastoupení stříbra do jedničky a chyba je dle vzorce (4) stejná jako pro relativní zastoupení stříbra.

$$w_{Ag} = (0,88 \pm 0,04)$$

$$w_{Cu} = (0,12 \pm 0,04)$$

Nakonec byl odebrán ^{241}Am zářič a na jeho místo byl dán neznámý radioaktivní vzorek. Byly naměřeny dva peaky o energiích 31,12 a 35,57 keV odpovídající čarám K_{α} a K_{β} cesia. Protože se jedná o K-záchyt (elektron z matčiného atomu byl zachycen v jádře, kde s protonem vytvořil neutron a tato díra v K slupce byla zaplněna elektronem z vyšší slupky vzniklého cesia), zářič je z prvku, který má o jeden proton více, tedy z baria. Další dva méně intenzivní naměřené peaky o energiích 55,65 a 20,86 keV odpovídají situaci, kdy došlo k deexcitaci produktů, tedy cesiu ^{133}Cs .

Diskuze výsledků:

Kvůli špatnému rozlišení spektrometru se peaky u mědi odpovídající čarám K_{α} a K_{β} slily do jednoho peaku. Protože relativní intenzita čáry K_{β} je dle grafu u úlohy 14 %, měla by střední energie být blíže energii odpovídající čáře K_{α} . Naměřená hodnota je však blíže čáře K_{β} . To může být způsobeno horší kalibrací spektrometru pro malé energie, kdy program provádí extrapolaci kalibrace na malé energie. K identifikaci mědi také napomohl její vzhled.

U olova (vzorek č. 4) se naměřené energie úplně neshodují s tabulkovými hodnotami avšak olovo odpovídá naměřeným hodnotám nejlépe. Rozdíl od tabulkových hodnot může být opět způsobeno horší kalibrací pro malé energie a ne zrovna ideálním rozlišením spektrometru. Ostatní vzorky se víceméně blíží tabulkovým hodnotám.

Výtěžky rentgenového záření v závislosti na atomovém čísle leží přibližně na kvadratické funkci (kromě zirkonia a india, jejichž výtěžek je o dost menší). U zirkonia je to způsobeno tím, že jeho peaky byli příliš blízko sebe a jejich části se překrývaly. Program tedy odečetl jako pozadí i to, co pozadím nebylo (plocha i

s pozadím byla 20 410). Navíc nebylo možné pořádně označit oba peaky. Výtěžek molybdenu může být ve skutečnosti menší než naměřená hodnota, neboť do jeho peaku přispívaly i fotony pocházející z radioaktivního zářiče ^{241}Am . Další nepřesnost do měření vznáší různé rozměry vzorků (jeden byl poloviční než ostatní), případně drobné posunutí geometrie při výměnách vzorku. Přesnost určení závislosti by bylo možno zvětšit naměřením přesnějších výtěžků pro větší počet prvků.

Relativní zastoupení prvků ve vzorku 5 je zatíženo poměrně velkou chybou, protože výtěžek čistého stříbra není změřen, ale je určen pouze interpolací.

Absolutní chyba počtu detekovaných fotonů přibližně odpovídá odmocnině z počtu naměřených částic. Program navíc korigoval tuto chybu vzhledem k pozadí. Tato chyba je ale ve skutečnosti u peaků, jejichž konce se překrývají či jsou přičteny k peaku vytvořeného fotony ^{241}Am , zvětšena nepřesnostmi při vyznačování těchto peaků.

Závěr:

Provedl jsem energetickou kalibraci spektrometru pomocí ^{241}Am zářiče.

Pomocí naměřených spekter charakteristického rentgenového záření jsem určil materiál 7 čistých vzorků a dvou slitin. Tyto údaje jsou uvedeny v tabulce 2:

Tabulka 2: Materiál vzorků

vzorek	1	2	3	4	6	8	9	5	13
materiál	Cu	Sn	Rh	Pb	Zr	In	Mo	Ag + Cu	Sn + Pb

Určil jsem závislost výtěžku rentgenového záření na atomovém (protonovém) čísle. Spektrální čáry K_{α} jsem proložil kvadratickou funkcí: $n = 0,21 \cdot Z^2 - 14 \cdot Z + 270$

Určil jsem relativní zastoupení stříbra $w_{Ag} = (0,88 \pm 0,04)$ a mědi $w_{Cu} = (0,12 \pm 0,04)$ ve vzorku 5.

Určil jsem relativní zastoupení cínu $w_{Sn} = (0,24 \pm 0,09)$ a olova $w_{Pb} = (0,76 \pm 0,09)$ ve vzorku 13.

Na základě rentgenového záření jsem určil, že radioaktivní vzorek je barium, ve kterém dochází k inverznímu β^+ přechodu.

Seznam použité literatury:

[1] studijní text k úloze A3

http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/_media/zadani/texty/txt_403.pdf (22.11.2014)