

UNIVERZITA KARLOVA

ZÁKLADNÍ FYZIKÁLNÍ PRAKTIKUM

FYZIKÁLNÍ PRAKTIKUM IV.
PRO OBOR OBECNÁ FYZIKA

**III. Identifikácia prvkov
na základe ich charakteristického
rentgenového žiarenia**

Autor:
Samuel KOČIŠČÁK

8. decembra 2017

1 Pracovné úlohy

1. Vykonaajte energetickú kalibráciu gama-spektrometra pomocou alfa-žiariča ^{241}Am .
2. Určite materiál niekoľkých vzoriek.
3. Stanovte závislosť účinnosti výťažku rentgenového žiarenia na atómovom čísle v danom experimentálnom usporiadaní.
4. Určite relatívne zastúpenie prvkov v jednej zo vzoriek.
5. Na základe rentgenového žiarenia identifikujte rádioaktívnu vzorku a stanovte typ pozorovaného rozpadu.

2 Teoretická časť

Deexcitácia vzbudeného atómového obalu je sprevádzaná emisiou fotónu. Rozlišujeme deexcitácie (prechody) typu K,L,M... označované podľa vrstvy, v ktorej v excitovanom stave obalu chýbal elektrón. V tomto značení k písmenu K,L,M... pridávame ešte grécke písmeno $\alpha, \beta, \gamma, \dots$ čo značí, o koľko hladín klesol elektrón, ktorý vakanciu v danej vrstve zaplnil. Je jasné, že najenergetickejšie sú K-prechody s vysokými gréckymi písmenami.

Stav elektrónového obalu možno vzbudiť napríklad ožiarovaním vzorky rentgenovým žiarením, ktoré vďaka fotoelektrickému javu vybijie elektrón z nízkej vrstvy obalu atómu vzorky.

2.1 Pomerné zloženie zliatiny

Nech je vzorka zliatinou dvoch materiálov s pomerným zastúpením p_1 , resp. p_2 , pričom $p_1 + p_2 = 1$. Nech pri meraní trvajúcom $t_{zliatina}$ zaznamenáme N_1 fotónov z relaxácie obalu prvého prvku a N_2 fotónov z relaxácie obalu druhého prvku. Prítomnosť jednotlivým zložkám aktivitu (charakteristických fotónov) $A_1 = N_1/T_{zliatina}$ a $A_2 = N_2/T_{zliatina}$. Pri meraní trvajúcom t_1 čistého prvku 1 sme namerali N_1^* charakteristických fotónov ($A_1^* = N_1^*/t_1$) a pri meraní trvajúcom t_2 čistého prvku 2 sme namerali N_2^* charakteristických fotónov ($A_2^* = N_2^*/t_2$). Predpokladajme, že výťažok zo zliatiny je lineárny vzhľadom na výťažky z jednotlivých zložiek. Potom platí vzťah:

$$\frac{A_1}{A_2} = \frac{N_1}{N_2} = \frac{A_1^* p_1}{A_2^* p_2} \quad (1)$$

a pomerné zastúpenie p_1 prvku 1 v zliatine je teda

$$p_1 = \frac{1}{1 + \frac{A_1^* A_2}{A_2^* A_1}} = \frac{1}{1 + \frac{N_1^* N_2 t_2}{N_2^* N_1 t_1}}, \quad (2)$$

pričom jeho takto určená hodnota je zaťažená chybou σ_{p_1} podľa vzťahu

$$\sigma_{p_1}^2 = p_1^4 \left(\frac{N_1^* N_2 t_2}{N_2^* N_1 t_1} \right)^2 \left(\left(\frac{\sigma_{N_1}}{N_1} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_{N_2}}{N_2} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_{N_1^*}}{N_1^*} \right)^2 + \left(\frac{\sigma_{N_2^*}}{N_2^*} \right)^2 \right), \quad (3)$$

kde σ_{N_1} , σ_{N_2} , $\sigma_{N_1^*}$ a $\sigma_{N_2^*}$ sú chyby určenia jednotlivých veličín.

2.2 Závislosť výťažku na protónovom čísle

Podľa [In] platí pre pravdepodobnosť σ fotoelektrického javu závislosť

$$\sigma \frac{Z^n}{E^3}, \quad (4)$$

kde Z je protónové číslo atómu ožarovanej vzorky, E je energia dopadajúceho fotónu a n je číslo medzi 3 a 4.

3 Výsledky merania

Meranie prebehlo v priestoroch základného fyzikálneho praktika pri izbových podmienkach. Na meranie sme použili polovodičový (germániový) tekutým dusíkom chladený detektor cez A/D prevodník pripojený k počítaču.

3.1 Kalibrácia

Na kalibráciu sme použili vzorku ^{241}Am a priložené gama spektrum tejto vzorky. Táto vzorka má niekoľko výrazných singletných peakov žiarenia z deexcitácie dcérskeho jadra ^{237}Np . Na kalibráciu sme použili 3 peaky: 59,5 keV, 26,35 keV a 13,95 keV. Kalibrácia je trojparametrická, keďže všetky 3 kalibračné body zobrazila persne samé na seba. Aby sme odhadli, aká presná kalibrácia je, určili sme polohy niekoľkých iných peakov v spektre ^{241}Am . Najväčšiu odchýlku od správne hodnoty, 0,3 keV, sme zaznamenali pri peaku so skutočnou polohou 17,8 keV. V blízkom okolí kalibračných bodov bola chyba v podstate nulová. Považujeme chybu 0,3 keV za systematickú chybu vnesenú prístrojom.

3.2 Určenie neznámych prvkov

Pokúsili sme sa určiť zloženie 8 neznámych materiálov. Každý sme ožiarili gama fotónmi z ^{241}Am a merali sme spektrum žiarenia, ktoré z materiálu vychádzalo. Merali sme intergrálne, každú vzorku po istú dobu t , pričom sme prestali merať až v momente, keď chyba určenia plochy fitom pod najvýraznejším charakteristickým peakom klesla pod 3%. Na určenie prvku, ktorý je zdrojom žiarenia (a teda ktorý meriame) sme použili priloženú tabuľku charakteristických emisných atómových spektier. Výsledky merania sú znázornené v tabuľke 1. Za nepresnosť určenia polôh vrcholov peakov považujeme súčet 0,3 keV a $FWHM/2,355$, kde $FWHM$ peaku udal softvér a 2,355 je pomer σ a $FWHM$ pre gaussovský peak.

Tabuľka 1: Určenie neznámeho prvku vo vzorke

vzorka	peak 1 [keV]	peak 2 [keV]	prvok	char 1 [keV]	char 2 [keV]
1	$8,2 \pm 0,7$	–	$_{29}\text{Cu}$	8,0	8,9 – 9,0
2	$25,3 \pm 0,7$	$28,6 \pm 0,6$	$_{50}\text{Sn}$	25,0 – 25,3	28,4 – 29,1
3	$20,2 \pm 0,7$	$22,8 \pm 0,7$	$_{45}\text{Rh}$	20,1 – 20,2	22,7 – 23,2
4	$10,6 \pm 0,6$	$12,7 \pm 0,6$	$_{82}\text{Pb}$	10,4 – 10,6 [*]	12,6 – 12,8 [*]
6	$15,8 \pm 0,6$	$17,8 \pm 0,4$	$_{40}\text{Zr}$	15,7 – 15,8	17,7 – 18,0
9	$17,5 \pm 0,7$	$19,8 \pm 0,6$	$_{42}\text{Mo}$	17,4 – 17,5	19,6 – 20,0
11	$23,2 \pm 0,7$	$26,2 \pm 0,7$	$_{48}\text{Cd}$	23,0 – 23,2	26,1 – 26,6
(12)	$6,9 \pm 0,8$	–	$_{26}\text{Fe}$	6,4	7,1

Pri hodnotách charakteristických energií olova sú hviezdičky, keďže tieto hodnoty sa od všetkých ostatných líšia. Pre všetky prvky okrem olova je v stĺpci "char 1" hodnota zodpovedajúca prechodu $K\alpha$ a v stĺpci "char 2" prechodu $K\beta$. Keďže olovo má vysoký náboj jadra, prechody medzi jeho vrstvami sú energetickejšie a prechody $K\alpha$ a $K\beta$ sú mimo rozsahu. V stĺpci "char 1" má olovo hodnotu $L\alpha$ a v stĺpci "char 2" hodnotu $L\beta$, keďže práve tieto sme zjavne pozorovali. To, že sa jedná o K prechody nejakého ľahšieho prvku sme vylúčili jednoducho, namerané hodnoty nezodpovedajú hodnotám žiadneho ľahšieho prvku.

Pre meď sme v spektre nevedeli rozlíšiť dva peaky, ale iba jeden, v ktorom sú oba zliate. To je spôsobené ich malou vzdialenosťou a slabou rozlišovacou schopnosťou prístroja.

Vzorka číslo 12 je v zátvorke, pretože sme to, že ide o železo určili len veľmi približne, rozlíšenie peakov pre železo je ešte horšie, ako pre meď. To, že ide o železo sme vlastne spoznali najmä podľa hrdze na povrchu vzorky.

Z tabuľky charakteristických spektier, ktorú sme pri identifikácii použili, ale aj z tabuľky 1 je zjavná tendencia, že atóm s vyšším nábojom v jadre má K prechody s vyššou energiou.

3.3 Závislosť výťažku na atómovom čísle

Aby sme určili závislosť fotoelektrického výťažku na protónovom čísle, fitovali závislosť časovej hustoty A fotónov emitovaných zo vzorky na protónovom čísle Z prvku parametrickou funkciou predpisu (podľa 4):

$$A = aZ^b, \quad (5)$$

kde b sme požadovali medzi 3 a 4. Časovú hustotu A sme určili ako $A = N/t$, kde t je čas merania a N je počet charakteristických fotónov prislúchajúcich prechodu, alebo tiež plocha pod Gaussovským peakom určená softvérom. A sme určili pre najvýznamnejší peak ($K\alpha$) každej vzorky z tabuľky 1 okrem olova (nepozorovali sme K , ale L prechody) a železa (veľmi nepresné meranie, vrátane sa k tejto voľbe v diskusii). Pre meď sme museli hodnotu plochy pod peakom $K\alpha$ odhadnúť – keďže peaky sa zliali, poznáme len celkovú plochu oboch peakov. Pozorujeme však, že pomer plochy

III. Identifikácia prvkov na základe ich charakteristického rentgenového žiarenia

pod peakom $K\alpha$ ku celkovej ploche $K\alpha + K\beta$ ostáva približne zachovaný. Presnejšie, tento pomer je pre vzorky 2, 3, 6, 9 a 11 priemerne 0,85, predpokladáme teda, že je rovnaký aj pre meď a teda, že poloha pod peakom $K\alpha$ meďi je 0,85-násobkom plochy, ktorú (zliatemu) peaku meďi softvér priradil.

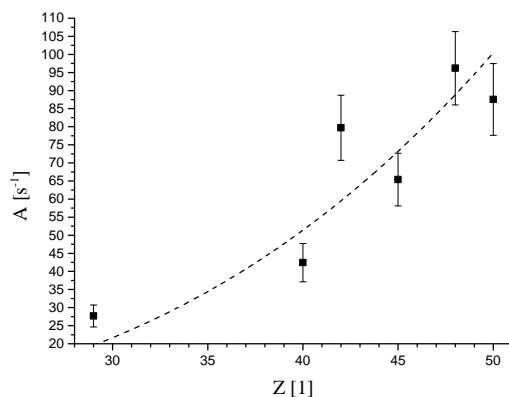
Softvér udával chybu určenia počtu fotónov prislúchajúcich peaku, no my sme sa ju rozhodli zväčšiť o 1/10 celkového počtu fotónov v peaku, k tejto voľbe sa vrátíme v diskusii. Pre meď volíme 1/10 z celkovej plochy peaku, ako ju určil softvér. Chybu aktivity A sme určili na priamo prenesenú relatívnu chybu plochy peaku N .

V tabuľke ?? uvádzame časovú hustotu výťažku A a jej chybu doloženú z výťažku a času tak, ako je popísané v dvoch predchádzajúcich odstavcoch, v závislosti na atómovom čísle Z . Hodnoty výťažku N a času merania t možno nájsť v prílohe.

Tabuľka 2: Závislosť aktivity A na atómovom čísle Z

vzorka	prvok	A [s^{-1}]	σ_A [s^{-1}]
1	${}_{29}\text{Cu}$	28	3
2	${}_{50}\text{Sn}$	88	10
3	${}_{45}\text{Rh}$	65	7
6	${}_{40}\text{Zr}$	42	5
9	${}_{42}\text{Mo}$	80	9
11	${}_{48}\text{Cd}$	96	10

Parametrickou funkciou predpisu 5 fitovaná nameraná závislosť $A = f(Z)$ z tabuľky 2 je zakreslená v grafe na obrázku 1.



Obr. 1: Graf závislosti časovej hustoty výťažku (aktivity) na atómovom čísle prvku

Parametre fitu z grafu na obrázku 1 podľa vzťahu 5 sú $a = 8,03 \times 10^{-1} s^{-1}$, $b = 3$. Paramter b bol obmedzený pevnou podmienkou na interval $3 < b < 4$ a chyba

parametra a pre nás nebude podstatná, za nepresnosť určenia A pre striebro budeme považovať priemer nepresností určenia aktivít dvoch okolitých prvkov, teda 8 s^{-1} .

Keďže poznáme parametre fitu, určíme $A(Z = 47) = 83(7)\text{ s}^{-1}$.

3.4 Určenie zloženia neznámych zliatin

Merali sme spektrum výťažku z dvoch neznámych zliatin, podľa tabuľky energií K a L prechodov sme vzorku číslo 5 identifikovali ako zliatinu $_{47}\text{Ag}$ a $_{29}\text{Cu}$ a vzorku číslo 13 ako zliatinu $_{50}\text{Sn}$ a $_{82}\text{Pb}$.

Použitím vzťahov 2 a 3 a výsledkov minulej stati sme určili pomerné zastúpenie striebra vo vzorke č. 5 na $p_{\text{Ag}} = 0,96(2)$ a pomerné zastúpenie cínu vo vzorke č. 13 na $p_{\text{Sn}} = 0,39(6)$.

3.5 Identifikácia neznámeho gama žiariča

V spektre neznámeho žiariča sme pozorovali dva výrazné peaky neďaleko od seba: $30,9(4)\text{ keV}$ a $35,1(4)\text{ keV}$. Tieto peaky podľa priloženej tabuľky zodpovedajú $K\alpha$ a $K\beta$ prechodom $_{55}\text{Cs}$. Keďže charakteristické žiarenie pochádza z preskupenia elektrónového oblaku pri zmene náboja jadra, $_{55}\text{Cs}$ je zjavne dcérsym prvkom.

$_{55}\text{Cs}$ mohol vzniknúť beta rozpadom (zvýšením alebo znížením Z o 1) alebo alfa rozpadom (znížením Z o 2). Materským jadrom je teda $_{56}\text{Ba}$, $_{57}\text{La}$ alebo $_{54}\text{Xe}$.

Žiadny z bežných izotopov $_{57}\text{La}$ sa nerozpadá^[La] alfa rozpadom.

$_{54}\text{Xe}$ je^[Xe] vzácny plyn a vzorka bola zjavne tuhá.

$^{133}_{56}\text{Ba}$ za rozpadá K-záchyтом, čomu zodpovedá zníženie atómového čísla o 1. Zdroj bol teda pravdepodobne $^{133}_{56}\text{Ba}$.

4 Diskusia výsledkov

Našu hypotézu, že peak medi sú vlastne 2 zliate peaky podpruje fakt, že jeho FWHM je väčšie, ako FWHM ostatných peakov. Nevidno to síce v tabuľke 1, keďže FWHM je reypočítané na σ , ale vidno to v originálnych dátach. Túto hypotézu podporuje aj to, že vrchol peaku je medzi očakávanou hodnotou $K\alpha$ a $K\beta$, približne zachovávajúc trend $A_{K\alpha} = 0,85 * A_{K\alpha} + A_{K\beta}$.

Meranie spektra železa bolo značne nepresné, počas merania mal gaussovský fit problémy skonvergovať, preskakoval medzi dvomi módmi fitu, pričom jeden bol uveriteľný a druhý úplne mimo. Ten uveriteľný sme uviedli v tabuľke 1, no určite ide o degenerovaný stav, ako v prípade medi. Navyše si nemôžeme byť istí ani jeho presnou polohou, ani plochou, najmä kvôli veľmi nízkemu výťažku, keďže podľa [In] výťažok rastie s treťou až štvrtou mocninou Z . Metóda pre peaky s vrcholom na energii 3 keV a nižšej už nie je použiteľná.

Pri spracovaní sme umelo zväčšili chybu plochy pod peakom, keďže chyba do-počítaná automaticky nevie správne zohľadniť pozadie peaku. PRedpokladá lineárnu závislosť pozadia medzi sedlami peaku, čo je len veľmi hrubým priblížením. Chyba 10 % sme odhadli na základe pomeru medzi pozadím na okolí peaku a plochou peaku.

Určenie chyby interpolovaného bodu (napríklad na základe fitu okolitých bodov, ako v našom prípade) je všeobecne zložité. Z grafu 1 ale vidno, že fit sa približne triafa na okraj chybových úsečiek, teda máme celkom správnu predstavu o skokoch v závislosti. Ak by v graf ebol bod striebra presne na čiare fitu, chybové úsečky by siahali zhruba po hodnoty v okolitých meranách bodoch.

Vzťah 2, ktorý sme použili na určenie pomeru zložiek v zliatine, je lineárny vzhľadom na objem kovov v zliatine. Platil by správne, ak by bol testovaný pliešok zlepený z dvoch plieškov z čistého kovu. Keďže výťažok vôbec nie je lineárny vzhľadom na zloženie kovu, hustota nie je lineárna vzhľadom na zloženie, rovnako ako mnoho ďalších parametrov, pomer nie je ani hmotnostným ani molárnym zlomkom, iba v priblížení podobných hustôt všetkých kovov dáva približnú predstavu o zložení.

To, že pri prechode na ${}_{55}\text{Cs}$ (úloha s neznámym žiaričom) ide o K -záchyt možno spoznať aj podľa relatívne vysokej energie emitovaného gama, $80,8(4)$ keV, čo je typické pre K -prechody.

5 Záver

Pomocou žiariča ${}^{241}\text{Am}$ a za znalosti jeho spektra sme okalibrovali polovodičový detektor, podarilo sa nám odhadnúť presnosť kalibrácie, ktorá bola pre meranie dostatočná.

Podarilo sa nám určiť materiál 7 kovových vzoriek a zloženie 2 zliatin dvoch kovov. Pritom sme určili závislosť výťažku na atómovom čísle Z a dopočítali predpokladaný výťažok pre striebro.

Identifikovali sme neznámy žiarič a typ rozpadu, ktorý podstupuje na základe charakteristického žiarenia dcérskeho atómu.

6 Zoznam použitej literatúry

- [St] Kolektív ZFP KVOF MFF UK. *Študijný text k meraniu: Identifikace prvků na základě jejich charakteristického rentgenového záření*. [cit. 2017-11-17]. URL: <http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/_media/zadani/texty/txt_403.pdf>.
- [In] Davisson, C. M. (1965). Interaction of gamma-radiation with matter. Alpha-, Beta- and Gamma-ray Spectroscopy: Volume 1., p.37.
- [La] Kolektív WIKIMEDIA project. *Wikipedia: Lanthanum* [cit. 2017-11-20]. URL: <<https://en.wikipedia.org/wiki/Lanthanum>>.
- [Ba] Kolektív WIKIMEDIA project. *Wikipedia: Barium* [cit. 2017-11-20]. URL: <<https://en.wikipedia.org/wiki/Barium>>.
- [Xe] Kolektív WIKIMEDIA project. *Wikipedia: Xenon* [cit. 2017-11-20]. URL: <<https://en.wikipedia.org/wiki/Xenon>>.