

Oddělení fyzikálních praktik při Kabinetu výuky obecné fyziky MFF UK

PRAKTIKUM ...

Úloha č.

Název:

Pracoval: stud. skup. dne

Odevzdal dne:

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

Posuzoval: dne

Pracovní úkoly

1. Proved'te 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 Teoretická část

1.1 Charakteristiké rentgenové záření

Při deexcitaci vzbuzeného stavu atomového obalu vzniká rentgenové záření. Protože stavba atomového obalu je specifická pro každý prvek, i toto rentgenové záření je pro každý z nich charakteristické a nezaměnitelné. Díky tomu lze pomocí jeho analýzy kvalitativně i kvantitativně zkoumat vybraný materiál.

1.2 Rentgenová-fluorescenční metoda

Tzv. rentgenová-fluorescenční metoda využívá interakce γ -kvant s elektrony atomového obalu. γ -kvantum o dostatečně velké energii může vyrazit elektron ze spodních en. vrstev., čímž je obal excitován. Uvolněné místo po chvíli zaujme některý z elektronů z vyšších vrstev, což je doprovázeno uvolněním odpovídajícího rozdílu energií (pozorované rentgenové záření) a obal je deexcitován.

Podle hladin, mezi kterými k přechodu elektronů dochází, rozeznáváme jejich různé druhy.

- K série - pád na nejnižší hladinu, K_α z druhé, K_β z třetí hladiny (doplněné ještě o mag. čísla elektronů)
- L série - pád na druhou hladinu, L_α z třetí, L_β z čtvrté hladiny (doplněné ještě o mag. čísla elektronů)
- M série atd.

Přičemž nejintenzivněji dochází k prvním dvěma K_α a K_β .

1.3 Excitace radioaktivní přeměnou

K excitaci at. obalu dceřinného jádra dochází i při radioaktivní přeměně jádra. Při tzv. K-záchytu je elektron z nejbližší slupky absorbován v jádře, kde proběhne incerní β^+ přechod $e^- + p \rightarrow n + \nu_e$. Stejně tak i jádro může být po rozpadu vzbuzené a elektromagneticky se deexcitovat tak, že se uvolní konverzní elektron z K-slupky [1].

1.4 Relativní zastoupení prvků ve slitině

K určení relativního zastoupení prvků η v dvouprvkové slitině platí následující vztahy

$$\frac{\omega_1^{(0)} \eta_1}{\omega_2^{(0)} \eta_2} = \frac{\omega_1}{\omega_2}, \quad (1)$$

$$\eta_1 + \eta_2 = 1, \quad (2)$$

kde ω je výtěžek daného prvku ve slitině, $\omega^{(0)}$ jeho výtěžek v chemicky čistém kovu.

1.5 Aparatura a uspořádání

Jako zdroj γ -záření je používán α -zářič ^{241}Am s nejintenzivnější γ -linkou doprovázející α -rozpad o energii 59.5 keV z rozpadu vzbuzeného stavu v dceřinném jádře ^{237}Np . Navíc jsou pozorovány rentgenové fotony L série v oblasti 10-20 keV pocházející z at. obalu ^{237}Np .

Energetické rozlišení použitého γ -spektrometru je FWHM ≈ 0.9 keV v oblasti 5-60 keV. Vzhledem k tomuto špatnému rozlišení a tomu, že je detektor uzavřen za tlustým beryliovým okénkem, je registrace záření energie menší než 4 keV nemožná (prvky s protonovým číslem $Z < 20$).

2 Výsledky měření

2.1 Kalibrace aparatury

Nejprve jsem pomocí zářiče ^{241}Am kalibroval použitý spektrometr. Ve spektru jsem našel hlavní čáru o energii 59.5 keV a několik peaků odpovídající L přechodům (část 1.5), z nichž jsem vybral ten nejintenzivnější asi 17.8 keV a izolovaný 26.4 keV. Těžiště ostatních peaků je díky malému rozlišení ovlivněno okolními (peaky se slévají).

2.2 Určení materiálu vzorků

Přiložené vzorky nechávám ozařovat svrchu γ zářením z rozpadu ^{241}Am a v horizontální rovině detekuji charakteristické rentgenové záření. Výsledky v tabulce 1.

vz.	E [keV]	FWHM [keV]	N	t [s]	ω [s^{-1}]	% Err	př.	prvek	K_{α_1}	K_{β_1}	L_{α_1}	L_{β_1}
1	8.98	1.80	8495 ± 211	538.5	16.52	2.48	K	$_{29}\text{Cu}$	8.048	8.905	--	--
2	25.15	1.73	12104 ± 181	300.76	42.39	1.50	K_{α}	$_{50}\text{Sn}$	25.272	--	--	--
	28.54	1.07	2378 ± 131	...	8.42	5.5	K_{β}	...	--	28.491	--	--
3	20.34	1.66	9434 ± 184	390.74	25.44	1.95	K_{α}	$_{45}\text{Rh}$	20.073	--	--	--
	23.02	0.68	667 ± 88	...	1.80	13.19	K_{β}	...	--	22.723	--	--
4	12.23	3.49	4259 ± 165	254.80	17.65	3.87	L	$_{82}\text{Pb}$	--	--	10.555	12.618
5	22.05	1.87	15773 ± 261	784.12	21.29	1.65	K	$_{47}\text{Ag}$	22.163	24.943	--	--
	9.12	1.64	1579 ± 128	...	2.30	8.11	K	$_{29}\text{Cu}$	8.048	8.905	--	--
6	16.22	2.42	7516 ± 152	170.88	46.82	2.02	K	$_{40}\text{Zr}$	15.770	17.662	--	--
8	24.11	1.70	6758 ± 143	221.78	30.42	2.18	K_{α}	$_{49}\text{In}$	24.209	--	--	--
	27.42	0.78	478 ± 67	...	2.28	14.02	K_{β}	...	--	27.275	--	--
9	17.69	2.18	10290 ± 173	192.20	57.27	1.68	K	$_{42}\text{Mo}$	17.479	19.960	--	--
11	23.07	1.88	6758 ± 143	159.14	44.87	2.12	K_{α}	$_{48}\text{Cd}$	22.163	--	--	--
	25.91	0.92	438 ± 59	...	2.91	13.47	K_{β}	...	--	24.943	--	--
12	sotva znatelný peak asi okolo 7-8 keV naložen na pozadí						K	$_{26}\text{Fe}$	6.404	7.058	--	--
13	12.11	3.69	10386 ± 259	607.98	18.12	2.49	L	$_{82}\text{Pb}$	--	--	10.555	12.618
	24.97	1.89	9265 ± 181	...	16.16	1.95	K_{α}	$_{50}\text{Sn}$	25.272	--	--	--
	28.44	1.37	1122 ± 102	...	1.96	9.09	K_{β}	...	--	28.491	--	--

Tabulka 1: Číslo vzorku, pozorované peaky o energiích E , jejich pološířka, počet zaznamenaných událostí N , doba měření t , výtěžek ω , relativní chyba, identifikovaný přechod a prvek určený podle přiloženého atlasu char. záření, tabelizované energie přechodů K_{α} , K_{β} , L_{α} , L_{β} pro magnetické číslo 1 podle [2] v keV. V případě, že u přechodu není specifikován index, značí to, že v pozorovaném spektru byly odpovídající peaky slité dohromady a nebylo možno je od sebe odlišit.

2.3 Závislost výtěžku K_{α} na protonovém čísle Z

Pro vynesení zkoumání závislosti jsem vybral vzorky č. 1, 2, 3, 6, 8, 9 a 11 (nelze zahrnout vzorek olova, neboť se jedná o L přechody). U těch, u kterých v pozorovaném spektru nebyly rozlišitelné přechody K_{α} od K_{β} bylo ještě nutno přepočítat celkový pozorovaný výtěžek série K na výtěžek K_{α} , což jsem učinil podle [2] z tabelované závislosti K_{β}/K_{α} faktorem 0.85 pro $_{29}\text{Cu}$ (vzorek 1) a 0.81 pro $_{40}\text{Zr}$ a $_{42}\text{Mo}$ (vzorky 6 a 9), viz. tabulka 2.

vzorek	Z	ω [s^{-1}]	$\omega_{K_{\alpha}}$ [s^{-1}]
1	29	16.52 ± 0.41	14.04 ± 0.35
6	40	46.82 ± 0.95	37.92 ± 0.77
9	42	57.27 ± 0.96	46.39 ± 0.78
3	45	--	25.44 ± 0.50
11	48	--	44.87 ± 0.95
8	49	--	30.42 ± 0.66
2	50	--	42.39 ± 0.64

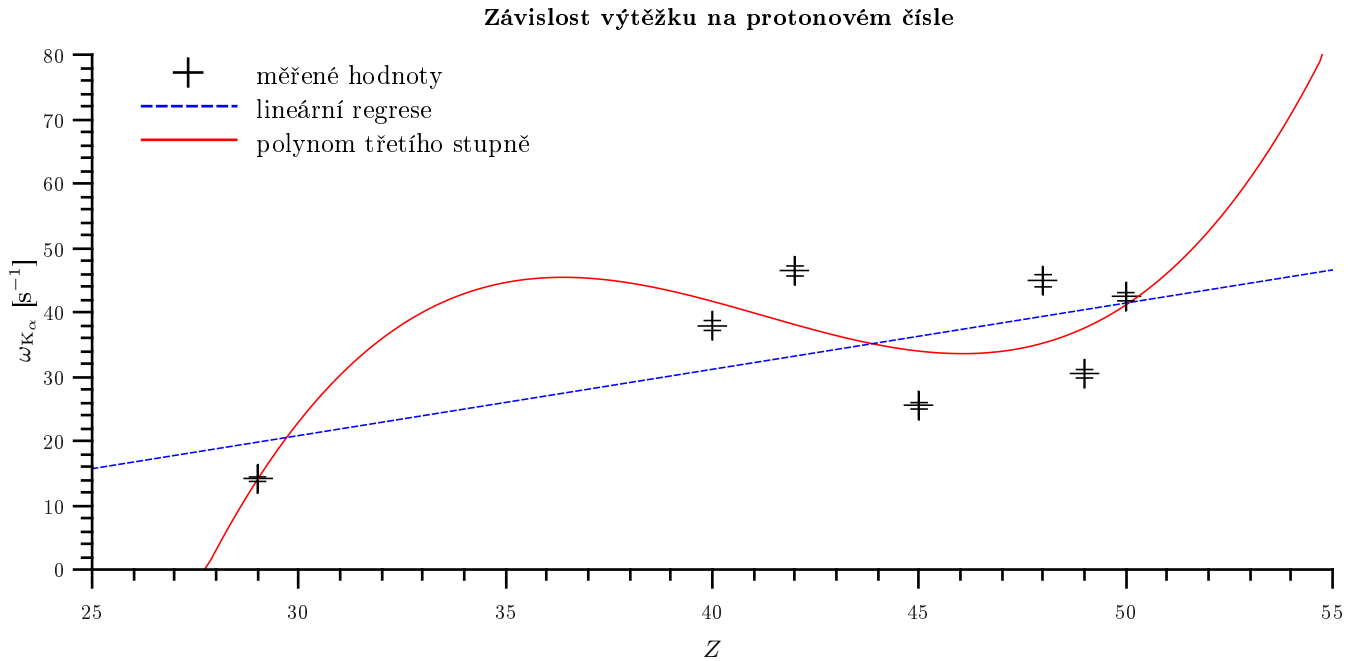
Tabulka 2: Číslo vzorku, protonové číslo Z , naměřený výtěžek K série ω , výtěžek z K_{α} přechodu $\omega_{K_{\alpha}}$.

Závislost je vynesena v grafu na obr. 1. Proložena lin. fcí předpisu $\omega_{K_\alpha} = AZ + B$, kde

$$A = (1.0 \pm 0.5) \text{ s}^{-1}, \quad B = (-10 \pm 25) \text{ s}^{-1}$$

a pro ilustraci ještě polynomem třetího řádu $\omega_{K_\alpha} = a_3 Z^3 + a_2 Z^2 + a_1 Z + a_0$, kde

$$a_3 = (-2.6 \pm 2.9) \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}, \quad a_2 = (-3.3 \pm 3.5) \text{ s}^{-1}, \quad a_1 = (1.3 \pm 1.4) \times 10^2 \text{ s}^{-1}, \quad a_0 = (-1.8 \pm 1.8) \times 10^3 \text{ s}^{-1}.$$



Obr. 1: Graf závislosti výtěžku z přechodu K_α na protonovém čísle Z .

2.4 Relativní zastoupení prvků ve slitině

Za použití závislosti výtěžku z K_α přechodu na protonovém čísle teď mohou určit relativní zastoupení prvků ve slitině vzorku č. 5. Tzn. spočtu výtěžek z čistého kovu, vzhledem k obrovským relativním chybám koeficientů A a B ale pouze řádově pro stříbro, čistý výtěžek mědi z K_α beru z tabulky 2

$$\omega_{\text{Ag}}^{(0)} \approx 37 \text{ s}^{-1}, \quad \omega_{\text{Cu}}^{(0)} \approx 14 \text{ s}^{-1}.$$

Protože naměřený výtěžek ve slitině vzorku 5 je opět včetně výtěžku z přechodu K_β , koriguji ho. Dle [2] pro ${}_{47}\text{Ag}$ faktorem 0.78 a pro ${}_{29}\text{Cu}$ faktorem 0.85. Poté poměr zastoupení jednotlivých kovů ve slitině vychází zhruba

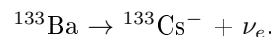
$$\eta_{\text{Ag}} : \eta_{\text{Cu}} \approx 3 : 1,$$

tedy

$$\eta_{\text{Ag}} \approx 75\%, \quad \eta_{\text{Cu}} \approx 25\%.$$

2.5 Identifikace radioaktivního vzorku

Analýzou spektra neznámého radioaktivního vzorku byly nalezeny dva hlavní peaky (tabulka 3). Ty dle středních energií odpovídají K-sérii Cs. Podle několika vedlejších menších peaků, které byly přisouzeny procesu deexcitace jádra po rozpadu, pak bylo rozpoznáno dceřinné jádro ${}^{133}\text{Cs}$, což odpovídá zářiči ${}^{133}\text{Ba}$. Ve vzorku dochází ke K-záchytu:



E [keV]	FWHM [keV]	N	ω [s ⁻¹]	t [s]
30.25	2.15	112006 ± 564	658.5 ± 3.3	211.18
34.53	1.82	15686 ± 291	92.2 ± 1.7	...

Tabulka 3: Charakteristika hlavních peaků ve spektru z radioaktivního rozpadu neznámého vzorku.

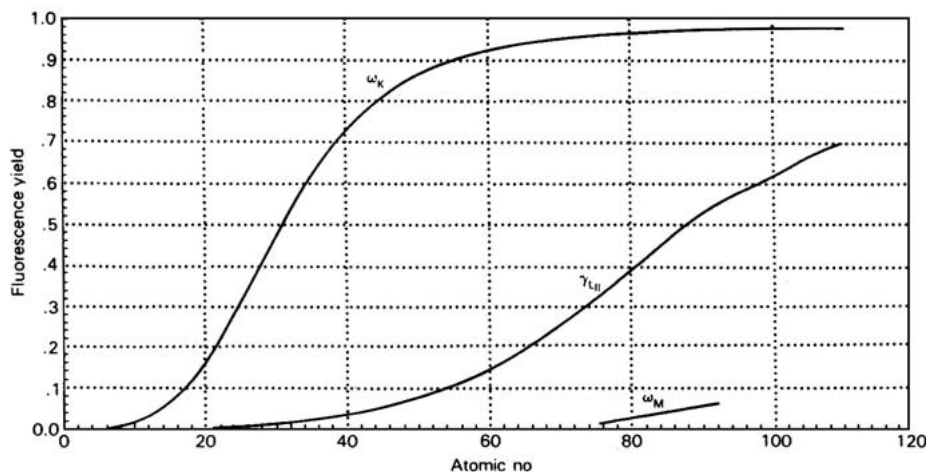
3 Diskuse výsledků

Největší systematická chyba je způsobena kalibrací. Jak je vidět už z tabulky 1 např. mědi, kterýžto materiál byl určen pouhým pohledem na vzorek a jejíž charakteristické rentgenové záření by se dle [2] mělo nacházet někde u 8.2-8.4 keV, bylo naměřeno spektrum s maximem ve skoro 9 keV. V souvislosti s rozlišením spektrometru asi 0.9 keV je to sice pochopitelné, nicméně energie charakteristických záření blízkých prvků se leckdy neliší ani o 1 keV. Proto jsem při určování materiálů bral v potaz lehké posunutí kalibrace (± 1 keV, skutečná energie byla většinou o něco menší) a postupoval jsem metodou vylučování, tedy pokud je pro prvek z tabulky naměřená hodnota příliš malá a pro jiný příliš velká, pak ten hledaný se nachází mezi nimi. Např. u vzorku č. 5 není jasné, zda příměsí stříbra je spíše Cu nebo Zn, vzhledem k výše uvedenému a k faktu, že meď se jako příměs stříbra používá standartně, jsem se přiklonil k mědi.

Zkoumání vzorků i měření výtěžku je také ovlivněno rozptýleným γ -zářením, obzvláště pro prvky, jejichž spektrum má peaky v oblasti peaků spektra doprovázejícího rozpad použitého zdroje, americia (nejvíce okolo 18 až 26 keV). Záření se však rozptýluje na každém ze vzorků jinak, není tedy snadné (resp. já nevím jak) se tohoto vlivu univerzálně zbavit. Střední energie pozorovaných peaků je shora omezena nejintenzivnější použitou čarou 59.5 keV. Při určení materiálu vzorku č. 5 bylo rozhodující, že peak okolo cca 12 keV měl pološířku 3.49 keV a vzhledem k době měření podstatně nižší intenzitu než u ostatních vzorků. To naznačuje, že detekované záření nebylo z přechodu K, jehož spektrum je daleko ostřejší a intenzivnější, ale z L (to má širší interval energií). K přechody u ^{82}Pb pozorovat nelze, neboť odpovídající emitovaná energie 70 keV (opět [2]).

Měření taktéž relativizuje fakt, že ve vzorcích by se (teoreticky) mohly nacházet další stopové příměsy, jejichž energie charakteristického spektra se nachází někde u spodní hranice rozsahu spektrometru (4-7 keV) (Ti, Fe, Co, Ni apod.).

Při určování výtěžku (a rel. zastoupení) z přechodu K_α u prvků, v jejichž spektru nebylo možno rozlišit dva peaky (K_α a K_β), jsem celkový naměřený výtěžek přepočítával pomocí grafu závislosti K_β/K_α na protonovém čísle, který je k nalezení v [2]. Na obr. 2 je pro porovnání graf závislosti rel. výtěžku na protonovém čísle (taktéž z [2]). Z něj i z grafu na obr. 1 je evidentní, že předpoklad lineární závislosti výtěžku na prot. čísle je příliš silný. Tomu odpovídají i velké relativní chyby koeficientů proložené fce na obr. 1. Její následné použití při zjišťování rel. zastoupení prvků ve slitině sebou samozřejmě nese obrovskou neurčitost. Proto je výsledek udáván pouze přibližně.



Obr. 2: Graf závislosti relativního výtěžku z přechodu K (ω_K), M (ω_M) a L (γ_L) na protonovém čísle.

Ve spektru neznámého radioaktivního vzorku byly zřetelně pozorovatelné peaky příslušející K_α i K_β přechodům v Cs.

4 Závěr

Z charakteristického spektra rentgenového záření byl určen materiál několika vzorků, viz. tabulka 1.

V daném experimentálním uspořádání byla zpracována závislost výtěžku na protonovém čísle materiálu, viz. tabulka 2 a graf na obr. 1.

Pomocí zjištěné závislosti bylo řádově spočteno relativní zastoupení Cu a Ag ve slitině

$$\eta_{\text{Ag}} \approx 75\%, \quad \eta_{\text{Cu}} \approx 15\%.$$

Na základě naměřeného spektra rentgenového záření byl určen radioaktivní vzorek ^{133}Ba a K-záchyt jako druh pozorovaného rozpadu.

Výsledky byly zpracovány a grafy sestrojeny pomocí programu *QtiPlot 0.9.8.4*.

Reference

- [1] Nosek D., Krtilčka J.: Identifikace prvků na základě jejich charakteristického rentgenového záření, http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/txt_403.pdf, 2003
- [2] Kaye & Laby: Tables of Physical & Chemical Constants, National Physical Laboratory, <http://www.kayelaby.npl.co.uk/toc/>, 2012