

C2: WYKORZYSTANIE DETEKTORA PÓLPRZEWODNIKOWEGO W POMIARACH PROMIENIOWANIA

Wykonanie ćwiczenia

Ćwiczenie będzie odbywało się z użyciem detektora germanowego technologii HPGe (high purity germanium lub hyperpure germanium). Jest to detektor półprzewodnikowy, którego głównym elementem jest złącze p-n spolaryzowane zaporowego w skład, którego wchodzi kryształ germanu, który jest częścią czynną detektora służąca do detekcji promieniowania. Promieniowanie gamma generuje (wynik efektów fotoelektrycznego, Comptona lub kreacji par) powstanie w detektorze par elektron (w paśmie przewodnictwa)-dodatnio naładowana dziura, obecność nośników ładunku w paśmie przewodnictwa rejestrowana jest jako przepływ ładunku, którego wartość zależy od energii, jaką kwant gamma stracił (zdeponował) w materiale detektora i która została zużyta na jonizację (wprowadzenie nośników ładunków do pasma przewodnictwa).

Wykorzystanie detektora do celów analitycznych wymaga przeliczenia wygenerowanego przez promieniowanie ładunku na jednostki energii. Jednym z pierwszym etapów pracy musi być, więc kalibracja energetyczna układu detektora pozwalająca na pomiar energii rejestrowanego promieniowania. Analiza jakościowa może być wtedy przeprowadzona na podstawie stabelaryzowanych wartości energii promieniowania gamma dla poszczególnych izotopów (przykładowa tabela na końcu instrukcji).

1. Kalibracja układu do detekcji promieniowania gamma

Celem tej części ćwiczenia jest ustawienie optymalnych parametrów pracy detektora oraz dokonanie kalibracji energetycznej. Dobór wzmocnienia wzmacniacza liniowego pozwala na zoptymalizowanie skali energetycznej, tak, aby możliwe było zarejestrowanie fotopików wszystkich badanych izotopów. Z drugiej strony, wzmocnienie musi zostać dobrane tak, aby uzyskać jak największą rozdzielczość energetyczną obserwowanego widma. Dobór odpowiedniego wzmocnienia dokonany zostanie na podstawie widm rejestrowanych dla izotopów generujących wysokoenergetyczne promieniowanie gamma. Wybór użytego izotopu dokonany zostanie na podstawie tablic energetycznych.

Po ustaleniu optymalnej wartości wzmocnienia dokonana zostanie kalibracja energetyczna układu. Zarejestrowanie widma dla znanych izotopów (np. Na²² i Mn⁵⁴), czas rejestracji widma musi być dobrany tak, aby sygnały (fotopiki) były łatwo wyróżnialne z tła a ich kształt był na tyle dobrze wykształcony, aby z dobrą dokładnością dało się odczytać położenie ich wierzchołka na skali energetycznej. Po zarejestrowaniu widma (zalecane zapisanie pliku na dysk) dalsza kalibracja odbywa się z wykorzystaniem programu GENIE-2000. Na górnym pasku należy wybrać „Calibrate” a następnie „Energy only calibration” Jest to kalibracja wyłącznie energetyczna (niekalibrowana jest wydajność zliczania) pozwalająca na przejście pomiędzy numerem kanału analizatora wielokanałowego (8x1024 kanałów) a energią badanego promieniowania gamma. Następnie po otwarciu okna do kalibracji należy kolejno ustawiać kursor na położeniach fotopików wykorzystywanych do kalibracji (opcja „Cursor”) i przypisywać poszczególnym położeniom kursora (kanałom) tabelaryczne wartości energii dla odpowiednich fotopików pochodzących od odpowiednich izotopów. Klawisz „Show” pozwala na wyświetlenie uzyskanej krzywej kalibracyjnej: punkty kalibracyjne powinny układać się na prostej (liniowa zależność we współrzędnych nr kanału-energia) z jak najmniejszym rozrzutem a prosta powinna przechodzić jak najbliżej początku układu współrzędnych. W przypadku znacznego rozrzutu punktów eksperymentalnych wokół prostej należy powtórzyć kalibrację, jedną z przyczyn może być zbyt krótki czas akwizycji widma prowadzący do niedokładnego odczytu numerów kanałów fotopików. Dokonaną kalibrację należy zapisać („Store”) i należy ją odczytywać („Calibrate” → „Load”) po każdym uruchomieniu detektora.

2. Analiza jakościowa próbek zawierających nieznanne izotopy.

Umieścić wybrane próbki gamma-promieniotwórcze na detektorze. Rozpocząć akwizycję widma (klawisz „Start” po uprzednim skasowaniu poprzednich widm (klawisz „Clear”). Czas rejestracji widma zależy od aktywności badanej próbki. Widmo nadające się do wiarygodnej analizy powinno charakteryzować się wyraźnie widocznymi i dobrze wykształconymi fotopikami (wysoki stosunek ilości zliczeń pik/tło). Koniec zbierania widma następuje wtedy, gdy fotoniki są na tyle wyraźne, iż można odczytać ich energię oraz oszacować intensywność. Uzyskane widmo należy zapisać na dysku, wraz z widmem automatycznie zapisywana jest kalibracja energetyczna użyta w trakcie jego rejestracji. Analizowane będą widma zawierające zarówno pojedyncze izotopy gamma-promieniotwórcze jak również mieszaniny kilku izotopów.

Analiza widma

- określić ile sygnałów charakterystycznych (pików) można wyróżnić na widmie.
- odczytać i zapisać energię poszczególnych sygnałów. Energię odczytuje się najeżdżając się kursorem na badany sygnał, wartość energii dla danego położenia kursora wyświetlana jest w lewym górnym rogu ekranu, tuż nad panelem z widmem. Cursor powinien zostać ustawiony dokładnie na wierzchołku pików i w tym celu dobrze jest z korzystać z możliwości powiększenia widma (klawisz oznaczony lupą na górnym pasku).
- oszacować względne intensywności sygnałów charakterystycznych. Można tego dokonać poprzez wizualną ocenę stosunku wielkości badanych sygnałów lub poprzez porównanie ilości zliczeń w maksimum sygnałów bądź porównanie ich powierzchni. We wszystkich tych przypadkach należy pamiętać o uwzględnieniu części widma pochodzącej od tła. W przypadku analizy na podstawie ilości zliczeń i pola powierzchni sygnału wkład pochodzący od tła można obliczyć poprzez wyznaczenie ilości zliczeń i scalkowanego pola powierzchni pochodzących od tła. Z reguły jednak wystarcza wizualne oszacowanie stosunku intensywności sygnałów. Nie jest tutaj wymagana wysoka dokładność, wystarczające jest podanie stosunku sygnałów np. rzędu 1:2 lub 1:3.
- analiza jakościowa. Każdemu odczytanemu sygnałowi przypisujemy odpowiedni izotop poprzez porównanie jego energii z danymi literaturowymi dostarczonymi do ćwiczenia. Poszukujemy izotopu o energii najbliższej zmierzonej wartości (błąd kalibracji). W przypadku izotopów, dla których obserwujemy więcej niż jeden fotopik (emisja kwantów γ o różnych energiach) potwierdzeniem poprawności analizy jest odnalezienie na widmie wszystkich najważniejszych sygnałów podanych w tablicach - należy tu zwrócić uwagę na ich intensywności gdyż sygnały o małej intensywności mogą się słabo wyróżniać spośród szumów. Jeżeli w najbliższym sąsiedztwie zmierzonej energii badanego sygnału (przedział ok. 5 keV) w tablicach znajduje się kilka izotopów weryfikacji analizy dokonuje się poprzez porównanie odczytanej z tablic ilości sygnałów dla poszczególnych izotopów z ilością sygnałów widocznych na widmie z uwzględnieniem odpowiednich intensywności. Warto zaznaczyć, że podane w załączonej tablicy izotopy są nietrwałe i, z wyjątkiem izotopów metastabilnych, podane promieniowanie gamma jest emitowane przez jądra powstałe z rozpadu podanych w tablicach izotopów.

W analizie jakościowej promieniowania często wykorzystuje się zjawisko równowagi promieniotwórczej, która nie ma nic wspólnego z klasyczną równowagą chemiczną, czyli procesem odwracalnym. Wyobraźmy sobie sytuację, gdy izotop macierzysty, czyli ten, który chcemy oznaczać, rozpada się do izotopu potomnego, który też jest nietrwały. Jeżeli okres półrozpadu izotopu macierzystego jest wystarczająco długi w stosunku do okresu półrozpadu izotopu potomnego, to po wystarczająco długim czasie szybkości tworzenia i rozpadu tego ostatniego stają się równe (równowaga wiekowa) i można izotop potomny wykorzystać do oznaczania zawartości izotopu macierzystego. Przykładowo, Cs137 (okres półrozpadu 30 lat) rozpada się do Ba137m (okres półrozpadu ok. 2.6 min), który przechodząc do stanu podstawowego emituje promieniowanie γ o energii 661.6 keV. Ba137m powstaje wyłącznie z rozpadu Cs137. Wynika stąd, że Ba137m jest zawsze i wszędzie tam gdzie jest Cs137, o ile tylko baru nie usuwa z próbki. Z drugiej strony, ze względu na bardzo krótki okres półrozpadu Ba137m, izotop ten, gdy jest

odseparowany od Cs137 i nie jest na bieżąco produkowany z rozpadu tego ostatniego, bardzo szybko wygasa i szansa znalezienia w próbce Ba137m bez obecności Cs137 może zostać uznana za znikomą. Oznacza to, że promieniowanie γ emitowane przez Ba137m może zostać wykorzystane do identyfikacji i oznaczenia ilościowego Cs137. Energie promieniowania γ podane w tabeli zamieszczonej na końcu opisu zostały przypisane izotopom macierzystym, które za pomocą pomiaru tego właśnie promieniowania chcemy identyfikować, chociaż należy pamiętać, że bezpośrednio promieniowanie γ może być emitowane przez izotop potomny, a nie macierzysty.

Jednym z badanych widm będzie widmo promieniowania γ otoczenia (tło naturalne). Rejestrowane jest ono jako widma tła naturalnego nieobecności próbek w układzie pomiarowym. Poza analizą γ -promieniotwórczych izotopów dających wkład do tego widma, będzie ono również wykorzystywane przy analizie pozostałych widm i identyfikacji możliwych sygnałów pochodzących od tła. Przedyskutowane zostanie pochodzenie izotopów wykrytych i zidentyfikowanych w widmie.

3. Analiza jakościowa i ilościowa izotopu γ promieniotwórczego w nieznannej próbce.

Analizowane będą próbki stałe, zawierające naturalne izotopy promieniotwórcze. Odważyć podaną przez osobę prowadzącą ćwiczenie ilość badanej substancji. Umieścić próbkę na detektorze i dokonać analizy jakościowej w taki sam sposób jak w punkcie 1. Po dokonaniu analizy jakościowej wybrać odpowiedni sygnał charakterystyczny (fotopik) do dalszej analizy ilościowej. Należy zapisać czas akwizycji potrzebny do uzyskania dobrze wykształconego widma. Obliczyć pole sygnału całkując go z poprawką na tło.

Wykonanie krzywej kalibracyjnej

Znając wynik analizy ilościowej dobrać odpowiedni wzorzec (np. związek zawierający sól oznaczanego izotopu). Odważyć masę wzorca porównywalną z masą badanej próbki. Zarejestrować widmo dla wzorca dla takiego samego czasu akwizycji jak dla badanej próbki. Obliczyć pole powierzchni sygnału w ten sam sposób jak dla badanej próbki. Następnie wykonać dodatkowe pomiary dla wzorca dla rosnących i malejących mas. Ilość punktów pomiarowych wykonanych dla wzorca (różne masy wzorca) powinna być wystarczająca do wykonania wiarygodnej krzywej kalibracyjnej we współrzędnych powierzchnia sygnału-masa wzorca. Z krzywej kalibracyjnej odczytać zawartość badanego izotopu w badanej próbce. W przypadku, gdy oznaczany izotop obecny jest także w tle naturalnym należy również zarejestrować odpowiednie widmo dla tła w celu korekcji wyników uzyskanych dla badanej próbki i wzorców.

Wymagania

Rodzaje rozpadów promieniotwórczych, modele budowy jądra atomowego, podstawowe cząstki elementarne, przekrój czynny w reakcjach jądrowych, w tym także na reakcje z udziałem neutronów, czynniki determinujące trwałość jąder atomowych, podstawowe wiadomości z zakresu teorii pasmowej ciała stałego, podstawowe wiadomości o półprzewodnikach.

Przykładowa tablica nuklidów wykorzystywana w analizie widm promieniowania gamma.

(Intensywność względna oznacza jakim procentowi rozpadów danego izotopu (beta, alfa itp.) towarzyszy emisja promieniowania gamma o podanej energii.)

IZOTOP	ENERGIA (keV)	INTENSYWNOŚĆ WZGLĘDNA	OKRES PÓŁROZPADU	JEDNOSTKI OKRESU
--------	------------------	--------------------------	---------------------	---------------------

Pb210	46.52	0.04	22.30	Lat
Am241	59.54	0.36	433.30	Lat
Th234	63.29	0.04	24.10	Dni
Pb212	74.81	0.11	10.64	godz.
Pb212	77.11	0.18	10.64	godz.
Ra223	81.07	0.15	11.43	Dni
Ra223	83.79	0.25	11.43	Dni
Pb212	87.19	0.06	10.64	godz.
Cd109	88.03	0.04	1.24	Lat
U235	93.35	0.06	$7.0 \cdot 10^8$	Lat
Pa234	94.65	0.16	6.70	godz.
Pa234	98.43	0.25	6.70	godz.
Pa234	111.03	0.09	6.70	godz.
Co57	122.11	0.86	270.00	Dni
Ce144	133.54	0.11	284.90	Dni
Co57	136.47	0.11	270.00	Dni
U235	143.79	0.11	$7.0 \cdot 10^8$	Lat
Pa234	152.69	0.07	6.70	godz.
U235	163.34	0.05	$7.0 \cdot 10^8$	Lat
U235	185.74	0.53	$7.0 \cdot 10^8$	Lat
Ra226	186.11	0.03	1600.0	lat
U235	205.33	0.05	$7.0 \cdot 10^8$	lat
Pa234	226.63	0.06	6.70	godz.
Pb212	238.58	0.44	10.64	godz.
Ra224	240.76	0.04	3.66	dni
Pb214	241.92	0.07	26.80	min.
Ac228	270.26	0.04	6.13	godz.
Tl208	277.28	0.07	3.05	min.
Pb214	295.09	0.19	26.80	min.
Ac228	338.42	0.12	6.13	godz.
Pb214	351.87	0.37	26.80	min.
I131	364.48	0.82	8.02	dni
Sb125	427.89	0.30	1008.1	dni
Ac228	463.10	0.05	6.13	godz.
Be7	477.61	0.10	53.29	dni
Tl208	510.61	0.22	3.05	min.
Na22	511.00	1.80	2.60	lat
Ru106	511.85	0.20	372.60	dni
Sr85	513.98	1.00	65.19	dni
Cs134	569.32	0.15	754.20	dni
Pa234	569.47	0.11	6.70	godz.
Tl208	583.02	0.86	3.05	min.

Sb125	600.56	0.18	1008.1	dni
Sb124	602.73	0.98	60.20	dni
Cs134	604.70	0.98	754.20	dni
Bi214	609.31	0.46	19.90	min.
Ru106	621.84	0.10	372.60	dni
Sb125	635.95	0.11	1008.1	dni
Ag110m	657.75	0.95	249.79	dni
Cs137	661.64	0.85	30.19	lat
Ag110m	706.68	0.17	249.79	dni
Sb124	722.78	0.11	60.20	dni
Bi212	727.25	0.07	1.01	godz.
Pa234	733.22	0.09	6.70	godz.
Ag110m	763.93	0.22	249.79	dni
Bi214	768.35	0.05	19.90	min.
Ac228	794.79	0.05	6.13	godz.
Cs134	795.85	0.85	754.20	dni
Mn54	834.84	1.00	312.50	dni
Tl208	860.30	0.12	3.05	min.
Pa234	880.53	0.09	6.70	godz.
Pa234	883.24	0.12	6.70	godz.
Ag110m	884.67	0.73	249.79	dni
Ac228	911.16	0.29	6.13	godz.
Pa234	925.66	0.11	6.70	godz.
Pa234	926.71	0.09	6.70	godz.
Ag110m	937.48	0.35	249.79	dni
Pa234	947.02	0.08	6.70	godz.
Ac228	968.97	0.17	6.13	godz.
Bi214	1120.27	0.15	19.90	min.
Co60	1173.21	1.00	5.26	lat
Bi214	1238.11	0.06	19.90	min.
Na22	1274.53	1.00	950.40	dni
Co60	1332.46	1.00	5.26	lat
Bi214	1377.66	0.04	19.90	min.
Ag110m	1384.27	0.25	249.79	dni
K40	1460.85	0.11	$1.3 \cdot 10^9$	lat
Ac228	1588.23	0.04	6.13	godz.
Sb124	1690.98	0.48	60.20	dni
Bi214	1764.49	0.16	19.90	min.
Bi214	2204.09	0.05	19.90	min.
Co60	2505.67	0.02	5.26	lat
Tl208	2614.35	1.00	3.05	min.