

## Ćwiczenie 3 + 22. Spektrometr promieniowania gamma z licznikiem półprzewodnikowym HPGe. Oznaczanie zawartości manganu metodą aktywacyjną

### Cel ćwiczenia

- Zapoznanie się z działaniem i obsługą detektora półprzewodnikowego HPGe, analizatora wielokanałowego i podstawami spektrometrii promieniowania gamma.
- Zapoznanie się z oddziaływaniem neutronów z materią, w szczególności z reakcjami stanowiącymi podstawę analizy aktywacyjnej oraz z podstawami analizy aktywacyjnej.

### Wykonanie ćwiczenia

1. Przeprowadzić aktywację próbek zawierających mangan: 3 próbki wzorcowe + 1 próbkę o nieznannej zawartości manganu. Aktywację poprzedzić określeniem czasu aktywacji, na podstawie tablic danych jądrowych i wzoru na aktywność nuklidów wzbudzonych w czasie aktywacji (por. DzK 1995 ćw. 21):

$$A(t) = n \sigma V \Psi [1 - \exp(-\lambda t_a)] \exp(-\lambda t_s)$$

gdzie:

$N$  - liczba jąder w 1 cm<sup>3</sup>,

$\sigma$  - makroskopowy przekrój czynny na aktywację, wyrażony w barnach,

$V$  - objętość próbki [cm<sup>3</sup>],

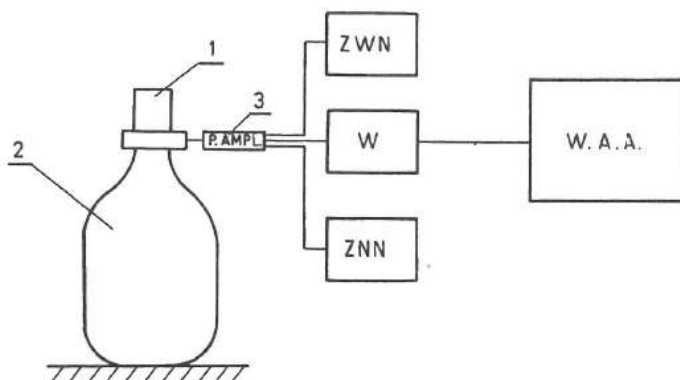
$\Psi$  - gęstość strumienia neutronów [n/(cm<sup>2</sup> s)],

$\lambda$  - stała rozpadu analizowanego nuklidu [s],

$t_a, t_s$  - odpowiednio czas aktywacji i czas studzenia próbki [s].

2. Zapoznać się ze spektrometrem promieniowania gamma, zawierającym detektor półprzewodnikowy HPGe w ołowianym domku pomiarowym, elektronikę toru spektrometrycznego, analizator wielokanałowy oraz program akwizycji i analizy danych Genie-2000. Uruchomić, w obecności prowadzącego, spektrometr.

Uruchomić program akwizycji i analizy danych. Zapoznać się z działaniem programu Genie-2000.



Rys. 3.1. Schemat blokowy spektrometru z detektorem półprzewodnikowym: 1 – detektor HPGe firmy Canberra o wydajności około 40%, 2 – naczynie Dewara, 3 – przedwzmacniacz ładunkowy, W - wzmacniacz, ZWN – zasilacz wysokiego napięcia, ZNN - zasilacz niskiego napięcia. Detektor HPGe znajduje się w ołowianym „domku” osłonnym o grubości ścianek 10cm.

3. Wyznaczyć widma promieniowania gamma następujących źródeł wzorcowych/radionuklidów:

Am-241, Ba-133, Na-22, Cs-137, Co-60.

Zapisać widma zarówno w formacie analizatora (\*.cnf) jak i w formacie tekstowym (\*.tka).

Korzystając z programu Genie-2000 przeprowadzić, dla każdego źródła, analizę widma tj. określenie lokalizacji pików i ich parametrów (środek pik, szerokość połowkowa FWHM, pole pik netto etc.).

Odnotować położenie pików głównych, odpowiadających głównym energiom promieniowania gamma, emitowanego przez źródło (por. DzK 1995 tab. 1.2), szerokość połówkową pików FWHM [keV] oraz ich pole netto.

Powyższą analizę można prowadzić ręcznie bądź korzystając z procedur przeszukiwania widma programu Genie 2000. W tym drugim przypadku efektem przeszukiwania widma jest plik \*.rpt, zawierający pełną charakterystykę pików obecnych w widmie.

4. Na podstawie otrzymanych wyników, korzystając z odpowiedniej funkcji programu Genie-2000, przeprowadzić kalibrację energetyczną spektrometru, czyli wyznaczyć zależność energii promieniowania  $E$  od numeru kanału analizatora  $ch$ . Zanotować współczynniki krzywej kalibracji.

5. Przeprowadzić pomiar nieznanej próbki. Określić energie promieniowania gamma, emitowane przez próbkę. Korzystając z baz danych jądrowych zidentyfikować nuklid obecny w nieznanej próbce.

<http://www.lnhb.fr/nuclear-data/nuclear-data-table/>

<http://nucleardata.nuclear.lu.se/toi/nucSearch.asp>

<http://www.lnhb.fr/nuclear-data/module-lara/>

6. W obecności prowadzącego wyjąć próbki zawierające Mn z pojemnika aktywacyjnego i odnotować godzinę tej operacji. Uwaga: ponieważ czas aktywacji jest dla wszystkich próbek taki sam, opracowując wyniki pomiarów należy uwzględniać tylko czasy ich studzenia.

7. Wykonać pomiar widm zaktywowanych próbek w następującej kolejności: próbka nieznana, próbki wzorcowe w porządku wzrastającej zawartości manganu. Odnotować godzinę rozpoczęcia każdego pomiaru. W miarę wolnego czasu zmierzyć tło spektrometru.

Zawartości manganu w próbkach wzorcowych:

próbka Nr 1 – 1,140 g; próbka nr 2 – 0,530 g; próbka nr 3 – 0,142 g.

## Opracowanie wyników

1. Narysować schematy rozpadu badanych radionuklidów (przykładowa literatura: skrypt – ref. [1],

<http://www.lnhb.fr/nuclear-data/nuclear-data-table/>

2. Przedstawić graficznie, otrzymane w pkt. 3 wyniki kalibracji energetycznej, tj. wyznaczyć graficznie zależność energii promieniowania gamma  $E$  od numeru kanału spektrometru  $ch$ . Oś OX numer kanału  $ch$ , oś OY energia  $E$  [keV]. Wyznaczyć tzw. zero analizatora, czyli energię odpowiadającą kanałowi 0.

3. Narysować widma mierzonych radionuklidów Am-241, Ba-133, Cs-137 i Co-60 i zidentyfikować występujące piki i inne charakterystyczne fragmenty widma (np. kontinuum komptonowskie). Na osi OX nanieść energię promieniowania gamma, a nie numer kanału.

Dla widma Cs-137 zaznaczyć miejsce występowania tzw. krawędzi komptonowskiej, odpowiadającej rozproszeniu fotonów do tyłu. Energia  $h\nu$  fotonów rozproszonych w wyniku zjawiska Comptona zależy od energii pierwotnej  $h\nu_0$  i kąta rozproszenia  $\varphi$

$$h\nu = \frac{h\nu_0}{1 + \frac{h\nu_0}{m_0c^2}(1 - \cos\varphi)}.$$

Tak więc przy wstecznym rozproszeniu ( $\varphi=180^\circ$ ) maksymalna energia przekazana elektronowi (odpowiadająca krawędzi komptonowskiej) wyniesie  $h\nu_0 - h\nu$ , czyli:

$$E_{\text{krawędz kompt}} = h\nu_0 - \frac{h\nu_0}{1 + 2\frac{h\nu_0}{m_0c^2}} = \frac{2(h\nu_0)^2}{2(h\nu_0) + m_0c^2}.$$

4. Określić energetyczną zdolność rozdzielczą (szerokość połówkową piku) dla następujących linii w widmie źródeł spektrometrycznych (wzorcowych): Ba-133 (356 keV), Cs-137 (662 keV), Na-22 (1275 keV), Co-60 (1332 keV). W przypadku jednego wybranego piku wykonać analizę ręcznie, w pozostałych przypadkach korzystać z otrzymanych w pkt. 3 wyników analizy widma.

Przedstawić graficznie zależność energetycznej zdolności rozdzielczej od energii.

Porównać otrzymaną zdolność rozdzielczą spektrometru dla linii 1333 keV Co-60 z nominalną, podaną przez producenta, zdolnością rozdzielczą stosowanego detektora wynoszącą około 2,0 keV.

5. Narysować na jednym wykresie widmo Co-60 otrzymane przy pomocy licznika HPGe i detektora scyntylacyjnego NaI(Tl) (por. DzK 1995 - ćwiczenie 4). Na osi OX nanieść energię promieniowania gamma. Porównać otrzymane widma oraz szerokość połówkową dla linii 1333 keV Co-60 oraz skomentować różnice.

6. Wyliczyć wydajność spektrometru gamma  $\varepsilon(E)$  dla następujących linii źródeł spektrometrycznych (wzorcowych): 356 keV (Ba-133), 662 keV (Cs-137), 1275 (Na-22).

Korzystać ze wzoru:

$$\varepsilon(E) = \frac{N(E)}{TA p(E)} C_s C_c \dots$$

gdzie:

$E$  – rozpatrywana energia kwantów, emitowanych przez analizowany nuklid,

$N$  - liczba zliczeń netto (po odjęciu tła) w fotopiku odpowiadającym energii  $E$  (w omawianym ćwiczeniu tło jest pomijalne), Wielkość ta jest równa polu pod analizowanym pikiem („Area” w programie Genie)

$T$  - czas pomiaru,

$A$  – aktywność źródła na dzień pomiaru,

$p(E)$  – prawdopodobieństwo emisji kwantów gamma o energii  $E$ , na jeden rozpad tego radionuklidu (por. DzK 1995 tab. 1.2),

$C_s, C_c \dots$  - współczynniki poprawkowe, m.in.:  $C_s$  - na samoabsorpcję promieniowania w próbce,  $C_c$  - na koincydencyjne sumowanie. Należy przyjąć, że wartość tych poprawek wynosi 1,00.

7. Opracować krzywą kalibracji wydajnościowej, tj. zależność wydajności spektrometru  $\varepsilon$  od energii promieniowania gamma  $E$ . Krzywą przedstawić (por. ostatnie akapity dodatku) jako zależność  $\ln \varepsilon$  od  $\ln E$ . Do otrzymanych punktów dopasować zależność liniową  $\ln \varepsilon = a \ln E + b$  i wyznaczyć parametry  $a$  i  $b$ . Dopasowanie przeprowadzić dla zakresu energii 200 – 2000 keV.

8. Zidentyfikować radionuklid obecny w poddanych aktywacji neutronowej próbkach zawierających mangan i określić jego pochodzenie (skorzystać z wiedzy na temat naturalnych izotopów Mn oraz reakcji jądrowych zachodzących w czasie aktywacji). Zestawić w postaci tabeli energie promieniowania gamma: zidentyfikowane w widmie i tabelaryczne (emitowane przez nuklid obecny w próbce).

9. Wyznaczyć krzywą cechowania metody, przedstawiającą zależność, dla próbek wzorcowych, między częstością zliczeń w pikie a zawartością manganu w próbce, wyrażoną w gramach. Uwzględnić różny czas studzenia poszczególnych próbek (na przykład przeliczając częstość zliczeń dla wszystkich próbek na chwilę wyjęcia próbek z pojemnika aktywacyjnego).

10. Na podstawie krzywej cechowania i częstości zliczeń w pikie dla nieznanej próbki wyznaczyć masę manganu w tej próbce. Uwzględnić czas studzenia próbki.

11. Korzystając z otrzymanej krzywej kalibracji wydajnościowej, wyznaczyć aktywność [Bq] radionuklidu obecnego we wskazanej przez prowadzącego, poddanej aktywacji próbce. Korzystać ze wzoru:

$$A = \frac{N(E)}{T \varepsilon(E) p(E)} C_s C_c C_r \dots$$

Przyjąć poprawki  $C_s, C_c$  równe 1,0. Wartości  $\varepsilon$  wyznaczyć z otrzymanej zależności  $\ln \varepsilon = a \ln E + b$ . Skorzystać z wyników uzyskanych w punkcie 8 Opracowania wyników.

Przyjąć upraszczające, że geometria pomiaru źródeł spektrometrycznych, dla której dokonano kalibracji spektrometru, jest taka sama jak geometria pomiaru zaktywowanych próbek, zawierających mangan.

### Ćwiczenie 3. Spektrometr promieniowania gamma z licznikiem półprzewodnikowym HPGe - Dodatek.

#### Wydajność spektrometru gamma.

#### Pomiary aktywności radionuklidów w próbce metoda spektrometrii gamma

W metodzie spektrometrii gamma, aktywność nuklidu w próbce wyznacza się korzystając ze wzoru:

$$A = \frac{N(E)}{T \varepsilon(E) p(E)} C_s C_c C_r \dots \quad (1)$$

gdzie:

$E$  – rozpatrywana energia kwantów, emitowanych przez ten nuklid,

$N$  - liczba zliczeń netto (po odjęciu tła) w fotopiku odpowiadającym energii  $E$  („Area” w programie Genie),

$T$  - czas pomiaru,

$\varepsilon(E)$  - wydajność spektrometru dla energii  $E$ ,

$p(E)$  – prawdopodobieństwo emisji kwantów gamma o energii  $E$ , na jeden rozpad tego radionuklidu,

$C_s, C_c, C_r \dots$  - współczynniki poprawkowe, m.in.:  $C_s$  - na samoabsorpcję promieniowania w próbce,  $C_c$  - na koincydencyjne sumowanie,  $C_r$  - na efekty związane z wysoką częstością zliczeń.

Jak wynika ze wzoru 1, głównym parametrem spektrometru, koniecznym do wyznaczenia aktywności jest zależność wydajności układu od energii  $\varepsilon(E)$ . Wyznaczanie tej wielkości, zwane kalibracją wydajnościową spektrometru, umożliwia więc pomiar aktywności praktycznie każdego radionuklidu emitującego promieniowanie gamma.

Wydajność  $\varepsilon$  spektrometru w piku fotoelektrycznym (fotopiku) – *full-energy-peak efficiency*, zwana często skrótowo wydajnością spektrometru lub wydajnością definiuje się jako stosunek liczby fotonów rejestrowanych przez spektrometr w fotopiku odpowiadającym danej energii do liczby fotonów o tej energii, emitowanych przez próbkę

$$\varepsilon(E) = \frac{n(E)}{R(E)} = \frac{n(E)}{A p(E)} \quad (2)$$

gdzie:

$n(E)$  - częstość zliczeń w fotopiku odpowiadającym energii  $E$ ,

$R(E)$  - częstość emisji fotonów o energii  $E$  z badanej próbki,

$A$  – aktywność, obecnego w próbce radionuklidu, emitującego fotony o energii  $E$ ,

$p(E)$  – prawdopodobieństwo emisji, na rozpad, fotonów gamma o energii  $E$ , dla tego radionuklidu.

Tak zdefiniowana wielkość uwzględnia wszystkie parametry mające wpływ na wydajność spektrometru: wydajność wewnętrzną detektora, geometrię pomiaru (kąt bryłowy), samoabsorpcję w próbce, absorpcję w obudowie detektora etc.

Wielkością charakteryzującą dany spektrometr, dla danej geometrii pomiarowej, jest zależność jego wydajności od energii  $\varepsilon(E)$ .

Standardowo kalibracja spektrometru (wyznaczenie zależności wydajności od energii) dla danej geometrii pomiaru przebiega w następujących etapach:

- pomiar widma źródła kalibracyjnego; geometria pomiaru powinna odpowiadać geometrii pomiaru próbki, zaś źródło powinno mieć znaną aktywność i emitować promieniowanie gamma z interesującego nas przedziału energii,

- określenie, dla widma źródła kalibracyjnego, pola pod interesującym nas pikiem, a następnie odpowiadającej mu częstości zliczeń  $n(E)$ ,

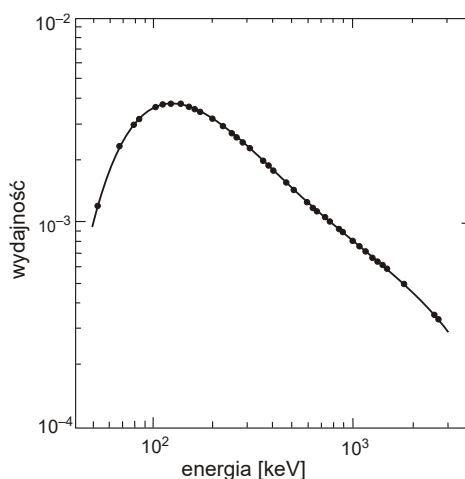
- określenie, ze wzoru 1, na podstawie znajomości aktywności  $A$  źródła kalibracyjnego oraz prawdopodobieństwa emisji  $p(E)$  dla rozpatrywanych fotonów, częstości emisji fotonów  $R(E)$ , a następnie wydajności  $\varepsilon(E)$  dla rozpatrywanej energii  $E$ ,
- powtórzenie wymienionych czynności dla innych energii fotonów, używając innych linii tego samego źródła kalibracyjnego lub innych źródeł kalibracyjnych,
- dopasowanie, do otrzymanych w ten sposób kilku lub kilkunastu (niekiedy kilkudziesięciu) punktów doświadczalnych, odpowiedniej funkcji; tym samym otrzymuje się ciągłą zależność wydajności od energii fotonów.

Rys. 1 przedstawia, w skali logarytmicznej, przykładową krzywą zależności wydajności od energii  $\varepsilon(E)$  (zwaną też krzywą kalibracji). Dla niskich energii wydajność rośnie z energią, aż do osiągnięcia wartości maksymalnej, której położenie zależy od parametrów detektora i źródła i zwykle odpowiada energii z przedziału 90÷130 keV. Powyżej tej energii wydajność spektrometru szybko spada ze wzrostem energii. Dla rozpatrywanego spektrometru wydajność: dla energii fotonów 60 keV wynosi 0,13%, dla 130 keV - 0,38% (wartość maksymalna wydajności), zaś dla 2600 keV - 0,038% (10 razy mniej niż wartość maksymalna). W uproszczeniu można stwierdzić, że dla niskich energii wartość wydajności determinują przede wszystkim samoabsorpcja w próbce oraz absorpcja w obudowie i warstwie martwej detektora, natomiast dla wysokich energii samoabsorpcja w próbce i droga swobodna fotonu w detektorze.

Istnieje kilka sposobów graficznej prezentacji zależności wydajności od energii. Pierwszy, to przedstawienie jej w skali liniowej. Ze względu na szeroki zakres zmienności zarówno  $\varepsilon$  jak i  $E$  jest on mało przejrzysty i nie jest stosowany. Najczęściej omawianą zależność prezentuje się w skali logarytmiczno-logarytmicznej (rys. 1) W tej skali rysunek jest przejrzysty, a dla energii pomiędzy 200 a 2000 keV zależność jest zbliżona do liniowej

$$\log \varepsilon = a_0 - a_1 \log(E/E_0),$$

niemniej bardzo trudno ocenić różnice między krzywą a punktami doświadczalnymi.



**Rys. 1.** Zależność  $\varepsilon(E)$  wydajności w fotopiku od energii dla detektora Ge o objętości 114 cm<sup>3</sup>, dla źródła punkowego oddalonego od detektora o 16 cm (Wickham 1991) - skala logarytmiczno-logarytmiczna