Martin Beránek, 3.F

Úloha A3 – Identifikace prvků na základě jejich charakteristického röntgenového záření

Pracovní úkol:

1. Proveďte energetickou kalibraci γ-spektrometru pomocí α-zářiče ^{241}Am.
2. Určete materiál několika vzorků.
3. Stanovte závislost účinnosti výtěžku röntgenového záření na atomovém čísle elementu v daném experimentálním uspořádání.
4. Určete relativní zastoupení prvků v jednom ze vzorků.
5. Na základě röntgenového záření identifikujte radioaktivní vzorek a stanovte typ pozorovaného rozpadu.

Teorie: Elektrony v elektronovém obalu atomu se mohou vyskytovat pouze v diskrétních kvantových stavech. Každému stavu přísluší určitá energie daná typem atomu. Elektrony patří mezi fermiony, takže v základním stavu jsou obsazeny všechny nejnižší energetické hladiny. Pokud nějakým způsobem odstraníme z obalu jeden elektron, obsadí tento stav elektron z některého z vyšších stavů. Při tomto přeskoku je vyzářen foton s energií odpovídající energetickému rozdílu těchto dvou hladin. Vazebné energie elektronů na vyšších hladinách jsou řádově jednotky až desítky elektronvoltů. Přechody na těchto hladinách tedy generují viditelné a ultrafialové záření. Naopak vazebné energie elektronů blízko jádra jsou o několik řádů vyšší a přechody na těchto hladinách generují fotony s energií řádově desítek kilo elektronvoltů. Tyto fotony patří do röntgenového záření.

V této úloze jsou měřena právě röntgenová elektronová spektra. K získání tohoto záření je potřeba uvolnit nejnižší elektronové hladiny v atomu. To je možné několika způsoby.

Ionizace atomu röntgenovým zářením. Dostatečně energetické röntgenová záření může zcela uvolnit elektron z K orbitalu (případně L orbitalu) atomu. Vzniklá díra je zaplněna elektrony z vyšších orbitalů a je vyzářen γ-foton s charakteristickou energií.

K-záchyt vnitřního elektronu. V tomto případě dojde k jaderné reakci $e^- + p \to n + \nu$. Při tom se uvolní místo v K orbitalu a vyzáří se foton charakteristický pro dceřinné jádro.

Deexcitace samotného jádra. Po jaderné přeměně může být excitováno samo dceřiné jádro a při jeho deexcitaci se opět emituje γ-záření.

V první části této úlohy byla měřena spektra atomů excitovaných γ-zářením vzniklým při rozpadu ^{241}Am. Rozsah použitého spektrometru (přibližně 5–70 keV) spolu s energií γ-záření americia vymezuje prvky, které je možno detekovat. Tuto aparaturu nelze použít pro detekci prvků lehčích než přibližně vanad, protože u nich jsou už i čáry K série mimo rozsah spektrometru. Naopak u těžších prvků (od ytterbia výše) už energie γ-záření nestačí na uvolnění elektronu z K hladiny a je možné pozorovat pouze čáry příslušející přechodům na L hladiny.

V druhé části úlohy bylo proměřeno záření neznámého radioaktivního materiálu. Naměřené spektrum by mělo odpovídat dceřinému prvku vzniklému při rozpadu.

Měření: Pro kalibraci spektrometru jsme použil známé spektrum doprovázející rozpad americia. Kalibraci jsem provedl podle intenzivní čáry odpovídající energii 59,5 keV a podle vybrané čáry z L spektra dceřiného prvku ^{237}Np o energii 13,9 keV. Naměřené spektrum je znázorněno v grafu 1.

Dále jsme měřil spektrum **vzorku č. 1**. Výsledek je vidět v grafu 2. Mimo čáry patřící rozpadu americia a mimo comptonovsky rozptýlených fotonů o energiích kolem 50 keV je vidět peak kolem hodnoty 8 keV. Po proložení křivkou normálního rozdělení (to umí přímo měřící program) vychází střední hodnota 8,37 keV. Tomu odpovídá energie K_α přechodu u **mědi**. Podle tabulek je to 8,04 keV (rozdíl energií K_{α_1} a K_{α_2} je mnohem menší než šířka peaku, takže je nemá smysl rozlišovat.

Spektrum záření **vzorku č. 2** je znázorněno v grafu 3. Zde jsou dobře patrné dvě čáry odpovídající přechodům K_α (1 i 2) a K_β (v tomto rozlišení opět všechny typy dohromady). Energie těchto čar jsou 25,33 keV a 28,74 keV (stejně jako u předchozího vzorku jde o střední hodnoty spočítané programem). Tyto energie nejlépe odpovídají tabulkovým hodnotám pro **cín** ($K_\alpha = 25{,}2$ keV a $K_\beta = 28{,}6$ keV – tyto hodnoty jsou průměrem energií, které spadají pod příslušný peak).

Další **vzorek (č. 3)** vytvořil spektrum zobrazené v grafu 4. Opět jsou vidět dva peaky odpovídající α a β přechodům na hladinu K. Střední hodnoty peaků jsou 20,29 keV a 23,01 keV. Tyto hodnoty dobře odpovídají spektru **rhodia** (podle tabulek $K_\alpha = 20{,}1$ keV a $K_\beta = 22{,}9$ keV).

U **vzorku číslo 4** jsme naměřil spektrum, jaké je zobrazeno v grafu 5. Jsou vidět tři peaky v energiích mezi 10 a 20 keV. Už pohledem na vzorek nebylo těžké odhadnout, že se jedná o **olovo**. Podle tabulkových hodnot vazebných energií je vidět, že fotony ze zářiče nemohou vyrazit elektrony z K vrstvy (vazebná energie je 88 keV), takže je možné pozorovat pouze spektrum vzniklé přeskoky na L hladiny. Dvě čáry se mi podařilo ztotožnit s příslušnými tabulkovými hodnotami (naměřené střední hodnoty 10,88 keV a 12,90 keV, přičemž průměr tabulkových hodnot je $L_\alpha = 10{,}5$ keV a $L_\beta = 12{,}6$ keV). Třetí peak má střední hodnotu poněkud vyšší, než by vycházelo z tabulkových hodnot. Vazebná energie na K hladině je vždy nižší než 16 keV a tento peak má střední hodnotu zřetelně vyšší.

Poslední měřený **vzorek (č. 5)** je slitina více kovů. Spektrum je v grafu 6. Podařilo se mi identifikovat dvě výrazné čáry, které podle tabulek patří **stříbru**. Další čára odpovídá energii K_α přeskoku u **molybdenu**. Ve spektru se ještě dala spíše tušit než změřit čára o energii kolem 5 keV. Tato čára by mohla patřit **titanu nebo vanadu**, ale protože se mi ji nepodařilo pořádně proměřit, nebudu se jí v dalších kvantitativních úvahách zabývat.

Pro určení kvantitativního složení této slitiny budu potřebovat odhadnout, jak závisí počet přechodů za sekundu na protonovém čísle prvku. K tomuto účelu si vypíšu integrály přes K_α peaky u dříve provedených měření. Tyto hodnoty jsou v tabulce 1.

prvek	Cu	Rh	Sn
Z	29	45	50
K_α [s^{-1}]	5,00	5,38	10,82

Tabulka 1 – závislost intenzity K_α přechodu na protonovém čísle

Vzhledem k malému počtu hodnot na ně lze napasovat téměř libovolnou závislost. Ovšem výhodou je, že protonové číslo stříbra je 47 a protonové číslo molybdenu 42. Takže hodnoty z tabulky nemusím extrapolovat mimo rozsah. Naměřené hodnoty jsou zobrazeny v grafu 7 spolu s odhadovanou závislostí.

Naměřený integrál K_α záření stříbra ve vzorku 5 je 4,32 fotonů/s. Intenzita záření ze stejného přeskoku v molybdenu je 1,10 fotonů/s. Po započtení odhadovaného poměru podle grafu 7 (tj. 6,5 : 5,25) vychází odhad poměru množství stříbra ku množství molybdenu ve vzorku 5 jako

$$m_{\mathrm{Ag}} : m_{\mathrm{Mo}} \doteq 1 : 3\,.$$

Nakonec jsme měřil γ-záření neznámého radioaktivního zářiče. Výsledky jsou uvedeny v grafu 8. Dvě výrazné čáry jednoznačně patří cesiu. Protože přesně odpovídají přeskokům K_α a K_β, usuzuji, že radioaktivní přeměna, která ve vzorku probíhá je K-záchyt. Při něm se uvolní místo ve spodním orbitalu a emituje se přesně takovéto záření. Vzhledem k nepřítomnosti dalších čar usuzuji, že vzniklý izotop cesia je stabilní, tedy ^{133}Cs. K-záchyt probíhá podle rovnice zapsané výše, takže původní izotop musí mít stejné nukleonové číslo a o jedna vyšší protonové. Tedy ve vzorku dochází k radioaktivní přeměně $^{133}\mathrm{Ba} \rightarrow (^{133}\mathrm{Cs})^- + \nu$.

Diskuze: Z kvalitativního hlediska vychází naměřená spektra velmi dobře. Podle intenzity šumu na pozadí (viditelné ve všech grafech) lze usuzovat, že zesilovač spektrometru není úplně lineární a nízkoenergetické fotony zaznamenává více než vysokoenergetické. Řídící program proloží označeným peakem křivku normálního rozdělení a vypíše střední hodnotu. Tento postup je zcela korektní pro lineární zesilovač a konstantní intenzitu šumu. V případě měřené úlohy ovšem výše zmíněná charakteristika aparatury způsobí deformaci gaussovské křivky a při fitování vyjde trochu větší hodnota, než je skutečný střed peaku. To se týká hlavně fotonů s nižší energií, kde je zkreslení hodně výrazné. Naměřené hodnoty skutečně vychází poněkud vyšší než tabulkové (obzvlášť u mědi). Další chyby může působit záření americia, které proniká i přímo do detektoru. To je intenzivní peak na energii 59,5 keV, který ovšem ničemu nepřekáží, a pak další záření příslušející přeskokům v neptuniu. Tyto fotony už mají obdobnou energii jako záření zkoumaných vzorků, takže mohou působit jisté odchylky.

Při určování kvantitativního složení vzorku jsme vycházel z hodně málo hodnot. Závislost výtěžku na protonovém čísle navíc nemám podloženou žádnou teorií, takže tento výsledek je určitě zatížen velkou chybou. Navíc se lze jen dohadovat kolik fotonů v čáře Molybdenu patří spíš záření neptunia (viz graf 1).

Závěr: U vzorků 1–4 jsme určil prvek, ze kterým jsou tvořeny a výsledky na základě röntgenového spektra odpovídají tomu, co lze odhadnout z vizuálního zkoumání vzorku. Zjištěné závěry jsou uvedeny v tabulce 2.

Vzorek č.	1	2	3	4
Prvek	Cu	Sn	Rh	Pb

Tabulka 2 – výsledky zkoumání vzorků 1–4

Vzorek č. 5 je slitina, ve které jsem určil obsah stříbra a molybdenu. Domnívám se, že ještě obsahuje titan nebo vanad, ale vzhledem k přesnosti měření to nelze objektivně potvrdit. Stříbro a molybden jsou ve slitině zastoupeny v přibližném poměru $3:1$.

Neznámý zářič jsme určil jako baryový izotop s nukleonovým číslem 133, který se K-záchytem mění na stabilní cesium 133.

Literatura:

[1] Brož, Voskovec, Valouch: Fyzikální a matematické tabulky, SNTL, Praha 1980
[2] D. Nosek, M. Krtička: text k úloze A3, 2001
[3] Tabulky röntgenových spekter atomů (k dispozici v praktiku u úlohy)