

ĆWICZENIE 9

SPEKTROMETRIA PROMIENIOWANIA GAMMA W ZASTOSOWANIU DO ŹRÓDEŁ O DUŻEJ OBJĘTOŚCI

CEL ĆWICZENIA

- Zapoznanie się z metodą spektrometrii promieniowania gamma
- Zapoznanie się ze sposobem oznaczania potasu w próbkach naturalnych na podstawie pomiaru aktywności ^{40}K

ZAGADNIENIA

- Rodzaje izotopów występujących w środowisku: pierwotne, kosmogeniczne i antropogeniczne
- Budowa i zasada działania licznika scyntylicyjnego, spektrometru promieniowania gamma oraz analizatora amplitudy

ŹRÓDŁA PROMIENIOTWÓRCZE

- Źródła naturalne: chlorek potasu, powierzchniowa warstwa gleby pobrana w okolicach Rąbłowa, świeżo wydobyta skała płonna z hałdy, odpadów kopalnianych z Bogdanki.

APARATURA:

- spektrometr promieniowania gamma w postaci karty PC-ASA 100 (Canberra)
- detektor scyntylicyjny
- program komputerowy Genie-2000 (Canberra)
- ruchomy domek ołowiany

Zakład Radiochemii i Chemii Koloidów
Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie



Fot. 1. Detektor scyntylacyjny w domku osłonowym.



Fot. 2. Naczynie Marinelli zawierające źródło wzorcowe do kalibracji.

Spektrometr promieniowania gamma

Spektrometr promieniowania gamma składa się z detektora scyntylacyjnego (o średnicy kryształu 75 mm) umieszczonego w obudowie wraz z fotopowielaczem i wzmacniaczem. Cały detektor umieszczony jest w ołowianym domku osłonowym i podłączony do karty komputerowej ASA-100 (Canberra) zawierającej zasilacz wysokiego napięcia oraz wielokanałowy analizator amplitudy impulsów. Do obsługi urządzenia i automatycznego wykonywania analiz służy program Genie-2000 (Canberra). Próbkę umieszcza się w komorze pomiarowej w tzw. naczyniu Marinelli.

WSTĘP TEORETYCZNY

Instrukcje do ćwiczeń laboratoryjnych

Izotopy gamma-promieniotwórcze w środowisku naturalnym

W środowisku naturalnym występują izotopy promieniotwórcze tworzące tak zwane tło promieniowania. Ze względu na pochodzenie izotopy te można podzielić na tzw. **izotopy pierwotne**, istniejące od chwili powstania Ziemi, a więc mające okres połowicznego zaniku porównywalny z wiekiem Ziemi, **izotopy kosmogeniczne**, tworzące się w sposób ciągły w atmosferze w wyniku oddziaływania promieniowania kosmicznego na zawarte w niej pierwiastki oraz **izotopy antropogeniczne**, czyli powstałe w wyniku działalności ludzi. Najważniejszymi z izotopów pierwotnych są pierwiastki tworzące naturalne szeregi promieniotwórcze, zaczynające się od ^{238}U , ^{232}Th i ^{235}U , powstające w wyniku kolejnych przemian alfa i beta, którym towarzyszy promieniowanie gamma. Do izotopów pierwotnych zalicza się również ^{40}K ($T_{1/2} = 1,28 \cdot 10^9$ lat) występujący w ilości 0,0117% w naturalnym potasie. Spośród pierwiastków kosmogenicznych (z których najważniejsze to beta promieniotwórcze ^3H i ^{14}C) promieniowanie gamma emituje ^7Be ($T_{1/2} = 53,3$ dnia), tworzący się w stratosferze w wyniku kruszenia cięższych jąder pod wpływem promieniowania kosmicznego. Jego obecność w przyziemnej warstwie atmosfery związana jest z pionowymi ruchami powietrza. Antropogeniczne izotopy promieniotwórcze, emitujące promieniowanie gamma, to głównie ^{137}Cs ($T_{1/2} = 30$ lat), będący produktem reakcji rozczepienia, zachodzących w trakcie próbných wybuchów jądrowych. Próby takie miały miejsce w przeszłości, od drugiej wojny światowej do lat osiemdziesiątych XX wieku, z nasileniem w latach 1963-1964. Wprowadzone do stratosfery izotopy promieniotwórcze opadały stopniowo na powierzchnię Ziemi stanowiąc tzw. globalny opad promieniotwórczy. Katastrofa w Czarnobylu w 1986r. miała również swój udział we wprowadzaniu dodatkowych ilości ^{137}Cs do środowiska. Pojawiły się również izotopy ^{134}Cs ($T_{1/2} = 2,06$ roku), którego obecności, nie da się już stwierdzić metodami radiometrycznymi.

Pomiary spektrometryczne źródeł o dużej objętości

W przypadku źródeł promieniowania o dużej objętości, a szczególnie próbek materiałów naturalnych, w których należy określić stężenie danego izotopu promieniotwórczego, wymagana jest odpowiednia kalibracja spektrometru.

Aby uniknąć wprowadzania wielu poprawek, pozwalających na obliczenie aktywności danego izotopu w próbce na podstawie liczby zliczeń w danym zakresie kanałów

Zakład Radiochemii i Chemii Koloidów
Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie

spektrometru, przeprowadza się tak zwaną kalibrację energetyczną i wydajnościową spektrometru z użyciem standardowego źródła promieniowania o określonej geometrii. Parametry źródła standardowego (rozmiary geometryczne, gęstość materiału, skład chemiczny materiału, sumaryczna aktywność) powinny być zbliżone do tych samych parametrów mierzonej próbki. Źródłem standardowym jest zwykle mieszanina odpowiednich izotopów promieniotwórczych emitujących promieniowanie gamma o określonych energiach, pokrywających cały zakres energetyczny spektrometru.

Kalibracja energetyczna polega na przypisaniu poszczególnym kanałom (w wielokanałowym analizatorze amplitudy impulsów spektrometru odpowiednich wartości energii, co umożliwia analizę jakościową poprzez zlokalizowanie pików na skali energetycznej. Zwykle jest to zależność liniowa (czasem może być krzywą drugiego stopnia) w postaci:

$$E [\text{keV}] = a \cdot \text{Nr kanału} + b \quad (1)$$

gdzie: a - , b – stałe kalibracji

Kalibracja wydajnościowa podaje zależność wydajności detektora od energii, czyli numeru kanału, (co umożliwia analizę ilościową – określenie aktywności danego izotopu w próbce). Aktywność danego izotopu można, więc obliczyć według równania:

$$A[\text{Bq}] = N[\text{cps}] / \eta \cdot w \quad (2)$$

gdzie: N - szybkość zliczania (liczba impulsów na sekundę), η - wydajność detektora przy danej energii określona w wyniku kalibracji wydajnościowej, w - wydajność emisji promieniowania o danej energii przypadająca na jeden rozpad (wartość tabelaryczna)

W wyniku pomiaru próbki otrzymuje się widmo, czyli rozkład energii promieniowania, stanowiący liczbę zliczeń w poszczególnych kanałach o różnych energiach. Analizując położenie poszczególnych pików na skali energetycznej można określić, jakie izotopy gamma promieniotwórcze wchodzi w skład badanej próbki. Możliwe jest to poprzez porównanie obserwowanych energii z wartościami tabelarycznymi lub poprzez wykonanie automatycznej analizy. Pole pod pikiem (N) jest proporcjonalne do aktywności danego izotopu (A).

WYKONANIE ĆWICZENIA

Ćwiczenie polega na pomiarze spektrometrycznym następujących próbek przygotowanych w naczyniach Marinelli o objętości 1000 cm³:

1. chlorek potasu cz.d.a. – 825 g
 2. powierzchniowa warstwa gleby z Rąblowa – 1,11 kg
 3. Skąła płonna z hałdy, odpadów kopalnianych z Bogdanki – 1 kg
- oraz określeniu występujących izotopów na podstawie załączonej tabeli.

Na podstawie pomiaru próbki KCl trzeba obliczyć wydajność pomiaru aktywności ⁴⁰K zawartego w próbce. Biorąc pod uwagę czas połowicznego zaniku tego izotopu ($T_{1/2} = 1,28 \cdot 10^9$ lat) i udział procentowy ⁴⁰K wynoszący 0,0117 % można obliczyć teoretyczną aktywność ⁴⁰K korzystając z poniższych równań:

$$I = \frac{0,693}{T_{1/2}} \quad (3)$$

gdzie: $T_{1/2} = 1,28 \cdot 10^9$ lat

Po podstawieniu czasu połowicznego zaniku według równania (3) można obliczyć wartość λ wynoszącą: $1,717 \cdot 10^{-17}$ [s⁻¹].

Liczba jąder ulegających rozpadowi w masie m izotopu ⁴⁰K wynosi:

$$N = \frac{m}{M} N_A \quad (4)$$

gdzie: m - masa ⁴⁰K [g], M - masa molowa = 40g/mol, N_A = liczba Avogadro = $6,023 \cdot 10^{23}$ atomów/mol

Aktywność, definiowana jako ubytek jąder z czasem, jest równa:

Zakład Radiochemii i Chemii Koloidów
Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie

$$A = \frac{dN}{dt} = I \cdot N \quad [\text{Bq}] \quad (5)$$

Liczba jąder ulegających rozpadowi w próbce o masie m izotopu wynosi więc:

$$N = \frac{m}{40} \cdot 6,023 \cdot 10^{23} \quad (6)$$

Więc aktywność ^{40}K w próbce o masie m wynosi:

$$A = m \cdot 2,585 \cdot 10^5 \quad [\text{Bq}] \quad (7)$$

Masa ^{40}K stanowi 0,0117% masy całego potasu w próbce, a masa potasu to 0,5235 masy całego KCl, więc:

$$A[\text{Bq}] = 2,585 \cdot 10^5 \cdot 1,17 \cdot 10^{-4} \cdot m_{\text{KCl}} \cdot 0,5235 = 15,83 \cdot m_{\text{KCl}} \quad (8)$$

Powyższe równanie pozwala na obliczenie teoretycznej aktywności ^{40}K w próbce KCl o masie m_{KCl} .

Z równania (2) można również obliczyć wydajność detekcji ^{40}K na podstawie pomiaru piku o energii 1460,8 keV. Fotony o tej energii są emitowane z wydajnością 10,65% na jeden rozpad. Podstawiając tę wartość do równania (2) można otrzymać równanie pozwalające na obliczenie wydajności pomiaru ^{40}K :

$$h = \frac{N[\text{cps}]}{A \cdot 0,1065} \quad (9)$$

Uruchomienie spektrometru i wykonanie pomiaru

Zakład Radiochemii i Chemii Koloidów
Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie

Spektrometr uruchamia się poprzez kliknięcie ikony **Gamma Aquisition**. Następnie włącza się detektor klikając po kolei:

FILE – OPEN DATA SOURCE – DETECTOR – DET01 – OPEN

Przed przystąpieniem do pomiaru należy wyświetlić widmo mierzone poprzednio, mające właściwe ustawienia kalibracji energetycznej:

FILE – OPEN DATASOURCE – FILE – WYBRANY PLIK – OPEN

Włączyć napięcie do detektora:

MCA – ADJUST-HVPS (w dolnej części ekranu) – ON (900V) – EXIT

Stan pomiaru:

MCA – Acquire Setup – ustawić czas pomiaru – OK.

MCA – Acquire Start (albo F4)

Zatrzymanie pomiaru:

Po osiągnięciu nastawionego czasu zatrzymanie następuje automatycznie, klawiszem F4 można zatrzymać pomiar w każdej chwili.

Po zatrzymaniu pomiaru należy wypełnić metryczkę próbki podając niezbędne dane (wyświetlane są dane z poprzedniego pomiaru, zawsze trzeba zmienić je na nowe):

EDIT – SAMPLE INFO... – OK

Wykonany pomiar należy zapisać w odpowiednim pliku:

FILE – SAVE AS – NAZWA PLIKU

Zakład Radiochemii i Chemii Koloidów
Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie

WARTOŚCI ENERGII EMITOWANEGO PROMIENIOWANIA GAMMA IZOTOPÓW
WYSTĘPUJĄCYCH W ŚRODOWISKU

Energia [keV]	Intensywność [%]	Izotop	Pochodzenie
46,5	4	Pb-210	Szereg U-238
63,3	3,8	Th-234	Szereg U-238
84,3	1,2	Th-228	Szereg Th-234
92,3	2,7	Th-234	Szereg U-238
92,8	2,7	Th-234	Szereg U-238
186,1	3,3	Ra-226	Szereg U-238
215,8	0,3	Th-228	Szereg Th-234
238,6	43,6	Pb-212	Szereg U-234
240,8	3,9	Ra-224	Szereg Th-234
241,9	7,5	Pb-214	Szereg U-238
295,1	19,2	Pb-214	Szereg U-238
298,1	79	Tl-210	Szereg U-238
300,8	3,3	Pb-212	Szereg Th-234
351,9	37,1	Pb-214	Szereg U-238
477,6	10,4	Be-7	kosmogeniczny
511		anihilacja	
583	86	Tl-208	Szereg Th-234
604,7	97,6	Cs-134	Opad czarnobylski
609,3	46,1	Bi-214	Szereg U-238
661,7	85,2	Cs-137	Opad światowy
727,3	6,7	Bi-212	Szereg Th-234
795,8	85,4	Cs-134	Opad czarnobylski
797,9	99	Ti-210	Szereg U-238
860,3	12	Tl-208	Szereg Th-234
911,2	29	Ac-228	Szereg Th-234
969	17,4	Ac-228	Szereg Th-234
1120,3	15	Bi-214	Szereg U-238
1208	17	Tl-210	Szereg U-238
1314	21	Tl-210	Szereg U-238
1460,8	10,7	K-40	pierwotny
1620,7	1,5	Bi-212	Szereg Th-234
1764,5	15,9	Bi-214	Szereg U-238

OPRACOWANIE WYNIKÓW:

Zakład Radiochemii i Chemii Koloidów
Uniwersytet Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie

- 1) Na podstawie otrzymanych widm należy określić, jakie izotopy gamma promieniotwórcze występują w badanych próbkach.
- 2) Obliczyć wydajność pomiaru aktywności ^{40}K zawartego w próbce KCl na podstawie pomiaru piku o energii 1460,8 keV, aby obliczyć wydajność spektrometru korzystając z równania (9). W tym celu należy:
 - Otworzyć plik zawierający zmierzone widmo ^{40}K np. plik KCl.cnf w folderze CAMFILES
 - Zaznaczyć zakres kanałów Region of Interest (ROI): ustawienie kursora lewy kanał Ctrl-L, prawy kanał Ctrl -R, zaznaczenie całości Insert (obszar zaznacza się na czerwono)
 - Pod widmem w ramce informacyjnej Marker Info (klikając Next lub Prev.) odczytać wartość Area = całkowitą liczbę zliczeń
 - Odczytać czas pomiaru (nad widmem), obliczyć wartość zliczeń na sekundę N [cps]
 - Obliczyć wartość A [Bq] z równania (8).
 - Podstawić otrzymane wartości do równania (9) obliczając w ten sposób wydajność spektrometru gamma.

Literatura uzupełniająca:

1. Radiochemia w ćwiczeniach i zadaniach - praca zbiorowa.
2. A. Hrynkiewicz - Człowiek i promieniowanie jonizujące.
3. W. Gorączko - Radiochemia i ochrona radiologiczna.