

## Ćwiczenie 3++ Spektrometria promieniowania gamma z licznikiem półprzewodnikowym Ge(Li) – kalibracja energetyczna i wydajnościowa

### Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się

- z metodyką pomiaru aktywności radionuklidów gamma-promieniotwórczych z wykorzystaniem krzywej kalibracji wydajnościowej spektrometru gamma,
- z metodyką wyznaczania krzywej kalibracji wydajnościowej  $\varepsilon(E)$ .

### Program ćwiczenia

1. Zestawić układ pomiarowy
2. Uruchomić, w obecności prowadzącego, spektrometr gamma i program akwizycji i analizy danych
3. Wykonać pomiar widma źródła wzorcowego (źródło zawierające mieszaninę radionuklidów gamma-promieniotwórczych).
4. Przeprowadzić kalibrację energetyczną spektrometru.
5. Przeprowadzić kalibrację wydajnościową spektrometru.
6. Wykonać pomiar widma próbki.
7. Wyznaczyć aktywności radionuklidów obecnych w próbce.
6. Wyłączyć spektrometr i komputer obsługujący tor spektrometryczny.

### Opracowanie wyników

1. Przeprowadzić kalibrację energetyczną spektrometru dla energii powyżej 60 keV.  
- korzystając z atestu źródła, zidentyfikować poszczególne piki występujące w widmie,  
- przeprowadzić „kalibrację energetyczną spektrometru”, tzn. wyznaczyć graficznie zależność energii kwantów gamma  $E$  od numeru kanału na analizatorze spektrometru  $ch$ . Do otrzymanych wyników dopasować zależność liniową.
2. Wyliczyć wydajność spektrometru gamma  $\varepsilon$  dla wybranych linii dla źródła wzorcowego: 392 keV (Sn-113,  $p(E)=0,650$ ), 514 keV (Sr-85,  $p(E)=0,985$ ), 834 keV (Mn-54,  $p(E)=1,00$ ), 1116 keV (Zn-65,  $p(E)=0,502$ ).

Korzystać ze wzoru

$$\varepsilon(E) = \frac{N(E)}{TAp(E)} C_c \quad (1)$$

symbole występujące we wzorze patrz wzór (2).

Należy przyjąć, że poprawka na efekt koincydencyjnego sumowania wynosi 1,00 ( $C_c=1,00$ )

3. Do otrzymanych punktów dopasować, w skali logarytmiczno-logarytmicznej, zależność liniową  $\ln \varepsilon = a \ln E + b$  i wyznaczyć parametry  $a$  i  $b$ . Dopasowanie przeprowadzić dla zakresu energii 200 – 2000 keV.

4. Korzystając z otrzymanej krzywej kalibracji wydajnościowej, wyznaczyć aktywność [Bq/kg] radionuklidu obecnego w badanej próbce.

Korzystać ze wzoru (1); przyjąć poprawki  $C_s$ ,  $C_c$ ,  $C_r$  równe 1,0.

Wartości  $\varepsilon$  wyznaczyć z otrzymanej zależności  $\ln \varepsilon = a \ln E + b$

## 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  $E$ ,

$T$  - 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 pikie fotoelektrycznym (fotopiku) – *full-energy-peak efficiency*, zwana często skrótowno 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  $n(E)$ ,

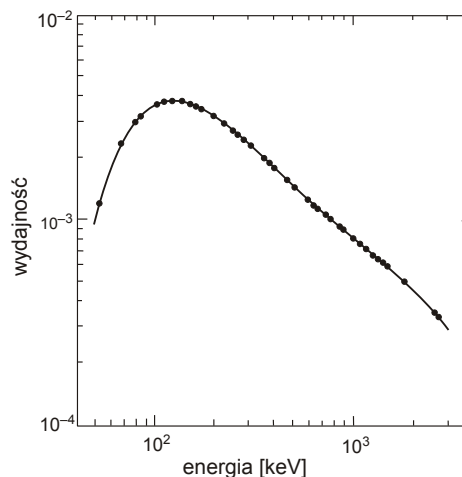
- określenie, ze wzoru 1, na podstawie znajomości aktywności  $A$  źródła kalibracyjnego oraz prawdopodobieństwa emisji  $p(E)$  dla rozpatrywanych fotonów, częstości emisji fotonów  $R(E)$ , a następnie wydajności  $\varepsilon(E)$  dla rozpatrywanej energii  $E$ ,
- powtórzenie wymienionych czynności 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). Została ona wyznaczona dla detektora Ge o objętości  $114 \text{ cm}^3$ , dla źródła punktowego oddalonego od detektora o 16 cm. 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  $90 \div 130 \text{ keV}$ . 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  $114 \text{ cm}^3$ , dla źródła punktowego oddalonego od detektora o 16 cm (Wickham 1991) - skala logarytmiczno-logarytmiczna.

## Opracowanie wyników – wskazówki szczegółowe

### 0. Atest źródła – opis

Źródło kalibracyjne stanowi mieszaninę radionuklidów. Atest źródła zawiera następujące informacje:

Górna tabela.

spis nuklidów obecnych w źródle i ich aktywność; wartości dopisane ręcznie to aktywności na dzień zajęć laboratoryjnych tj. 14 stycznia 2012.(1szy termin), 28 stycznia 2012.(2gi termin)

Dolna tabela

Dla każdego nuklidu podane są: półokres rozpadu  $T_{1/2}$  patrz wykład, energia emitowanych kwantów  $E$  i ich intensywności  $p(E)$

### 1. Przeprowadzić kalibrację energetyczną spektrometru

a. korzystając z atestu źródła, zidentyfikować poszczególne piki występujące w widmie źródła wzorcowego

Widoczne piki:

- spektrometr z detektorem HPGe (nowy, przy krótszej ścianie laboratorium) - 60, 88, 122, 136, 320, 392, 514, 662, 834, 1116, 1173, 1332 keV

- spektrometr z detektorem Ge(Li) (stary, przy dłuższej ścianie laboratorium, przylegającej do korytarza) - 88, 122, 320, 392, 514, 662, 834, 1116, 1173, 1332 keV

b. przeprowadzić „kalibrację energetyczną spektrometru”, tzn. wyznaczyć graficznie zależność energii kwantów gamma  $E$  od numeru kanału na analizatorze spektrometru  $ch$ . Oś OX numer kanału  $ch$ , oś OY energia  $E$  [keV]

Dopasować do punktów prostą  $E = a * ch + b$ . Przedstawić tabelkę z wynikami i wykres.

### 2. Wyliczyć wydajność spektrometru gamma $\varepsilon$ dla wybranych linii dla źródła wzorcowego:

392 keV (Sn-113,  $p(E)=0,650$ ), 514 keV (Sr-85,  $p(E)=0,985$ ), 834 keV (Mn-54,  $p(E)=1,00$ ), 1116 keV (Zn-65,  $p(E)=0,502$ ).

Należy korzystać ze wzoru

$$\varepsilon(E) = \frac{N(E)}{TAp(E)} C_c \quad (1)$$

symbole występujące we wzorze

$N(E)$  - liczba zliczeń (*area*) odczytana z widma wzorca,

$T$  - czas pomiaru wzorca,

$A$  - aktywność poszczególnych nuklidów we wzorcu na dzień pomiaru- patrz atest źródła wzorcowego - wartości dopisane ręcznie,

$p(E)$  - prawdopodobieństwo (dla danego nuklidu) emisji kwantów gamma o energii  $E$ , por. dolna tabela atestu - kolumna o tytule intensywność [%]

$p(E)$  jest to prawdopodobieństwo emisji fotonu o danej energii na jeden rozpad rozpatrywanego nuklidu - np. prawdopodobieństwo emisji w czasie rozpadu jądra Am-241, fotonu o energii 60 keV wynosi 0,3578,

Należy przyjąć, że wartość poprawki na efekt koincydencyjnego sumowania wynosi 1,00 ( $C_c=1.00$ )

### 3. Do otrzymanych punktów **dopasować, w skali logarytmiczno-logarytmicznej, zależność liniową $\ln \varepsilon = a \ln E + b$**

- dla każdej z rozpatrywanych energii wyliczyć logarytmy naturalne  $\ln E$  i  $\ln \varepsilon$

- stworzyć wykres  $\ln \varepsilon$  ( $\log E$ ); os OX  $\ln E$ ; os OY  $\ln \varepsilon$

- do otrzymanych wartości dopasować prostą; będzie to poszukiwana zależność – prosta  
 $\ln \varepsilon = a \ln E + b$

Dopasowanie przeprowadzić dla zakresu energii 200 – 2000 keV.

Przedstawić wykres i tabelkę z wynikami.

4. Korzystając z otrzymanej krzywej kalibracji wydajnościowej, **wyznaczyć aktywność [Bq/kg] nuklidów obecnych w próbce**

a. Zanalizować widmo próbki – zidentyfikować (na podstawie energii, odpowiadającej pikom obecnych w widmie) nuklidy obecne w próbce.

Jak Państwo stwierdzili w czasie laboratorium jest to Cs-137.

b. Wyliczyć wydajność spektrometru dla energii fotonów emitowanej przez Cs-137 (662 keV)

- wyliczyć  $\log(E) = \log(662)$ ,

- z opracowanego w pkt 3 wykresu  $\ln \varepsilon(\ln E)$ , wyznaczyć  $\log \varepsilon$ ,

- wyliczyć  $\varepsilon$ .

c. Wyznaczyć aktywność Cs-137 obecnego w próbce

Skorzystać ze wzoru

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

symbole występujące we wzorze patrz wzór (2).

$N(E)$  - liczba zliczeń (*area*) dla pików 662 keV, odczytana z widma próbki,

$T$  - czas pomiaru próbki,

$\varepsilon$  - wydajność spektrometru dla rozpatrywanej energii – w tym przypadku dla 662 keV,

$p(E)$  - prawdopodobieństwo emisji kwantów gamma o energii  $E$ , w tym przypadku 0,85.

Korzystać ze wzoru; przyjąć poprawki  $C_s, C_c, C_r$  równe 1,0.

Otrzymamy w ten sposób całkowitą aktywność Cs-137 w próbce.

5. Oblicz aktywność właściwą Cs-137 w próbce w Bq/kg

– masa próbek odpowiednio IAEA152 – 85,9g, IAEA154 – 74,5g.



**Narodowe Centrum Badań Jądrowych**  
**Ośrodek Radioizotopów POLATOM**  
**Laboratorium Wzorców Radioaktywności**

ul. Andrzeja Sołtana 7, 05-400 Otwock  
tel: 22 718 07 18 fax: 22 718 03 50 e-mail: metrologia@polatom.pl

**ŚWIADECTWO WZORCOWANIA**

Data wydania: 29 listopada 2011

Nr świadectwa: BW/Z-62/81/11

Strona: 1/2

<b>PRZEDMIOT WZORCOWANIA</b>	Źródło promieniotwórcze
<b>TYP ŹRÓDŁA</b>	Źródło objętościowe multigamma
<b>PODSTAWOWY RADIONUKLID</b>	Mieszanina radionuklidów
<b>NUMER ŹRÓDŁA</b>	81/11
<b>ZGLASZAJĄCY</b>	Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica Wydział Fizyki i Informatyki Stosowanej al. Mickiewicza 30 30-059 Kraków
<b>METODA WZORCOWANIA</b>	Procedura Pomiarowa BW-PP-2 „Pomiar aktywności promieniotwórczej radionuklidów metodą $4\pi(LS)\text{-}\gamma$ koincydencji i antykoincydencji”, wyd. 5 z dn. 10.11.2008 Procedura Pomiarowa BW-PP-8 „Pomiar aktywności promieniotwórczej za pomocą spektrometru scyntylacyjnego WALLAC 1411”, wyd. 5 z dn. 10.11.2008 Instrukcja BW-I-15 „Ważenie roztworów radioaktywnych za pomocą wagi firmy Mettler MT5”, wyd. 4 z dn. 10.11.2008
<b>WARUNKI ŚRODOWISKOWE</b>	Temperatura (20,9 + 21,3) °C Ciśnienie atmosferyczne (1008,0 + 1010,0) hPa
<b>DATA WYKONANIA WZORCOWANIA</b>	18 listopada 2011
<b>SPÓJNOŚĆ POMIAROWA</b>	Wyniki wzorcowania zostały odniesione do Państwowego Wzorca Jednostki Miary Aktywności Promieniotwórczej Radionuklidów w Polsce utrzymywanego w Narodowym Centrum Badań Jądrowych, Ośrodku Radioizotopów POLATOM, poprzez zastosowanie układu $4\pi(LS)\text{-}\gamma$ koincydencji i antykoincydencji i spektrometru scyntylacyjnego WALLAC 1411, nr fabr. 4110029.
<b>WYNIKI WZORCOWANIA</b>	Podano na stronie 2 niniejszego świadectwa wraz z wartościami niepewności pomiaru.
<b>NIEPEWNOŚĆ POMIARU</b>	Niepewność pomiaru została określona zgodnie z dokumentem EA-4/02. Podane wartości niepewności stanowią niepewności rozszerzone przy poziomie ufności ok. 95 % i współczynniku rozszerzenia $k = 2$ .

LABORATORIUM WZORCÓW RADIOAKTYWNOŚCI

*T. Dziel*  
mgr inż. Tomasz Dziel

Niniejsze świadectwo może być okazywane lub kopiowane tylko w całości.

**WYNIKI WZORCOWANIA**

Wyniki przeprowadzonego wzorcowania przedstawiono poniżej:

Radionuklid	Aktywność [Bq]	Data referencyjna
<sup>241</sup> Am	966 966 ± 17 966	1 grudnia 2011 godz. 12:00 CSE
<sup>109</sup> Cd	3489 3728 ± 83 3417	
<sup>57</sup> Co	184 206 ± 3 478	
<sup>51</sup> Cr	1255 3774 ± 77 884	
<sup>113</sup> Sn	575 749 ± 17 528	
<sup>85</sup> Sr	322 535 ± 8 277	
<sup>137</sup> Cs	729 721 ± 20 728	
<sup>54</sup> Mn	1054 1262 ± 21 1022	
<sup>65</sup> Zn	1855 2102 ± 33 1783	
<sup>60</sup> Co	1551 2025 ± 29 1581	

**INFORMACJE DODATKOWE**

Wymiary części aktywnej

objętość: 120 cm<sup>3</sup>

Charakterystyka części aktywnej

roztwór promieniotwórczy rozproszony w żywicy epoksydowej

Gęstość matrycy

1,15 g/cm<sup>3</sup>↑  
Aktywność  
MA 14/1/12PULFYN  
nr 28/1/12**DANE JĄDROWE**

radionuklid	okres półrozpadu	emitowane fotony	
		energia [MeV]	intensywność [%]
<sup>241</sup> Am	432,6 ± 0,6 lat	0,026	2,31
		0,060	35,78
<sup>109</sup> Cd	461,4 ± 1,2 dni	0,088	3,63
		0,014	9,15
<sup>57</sup> Co	271,80 ± 0,05 dni	0,122	85,51
		0,136	10,71
		0,320	9,87
<sup>51</sup> Cr	27,703 ± 0,003 dni	0,255	2,11
		0,392	64,97
<sup>113</sup> Sn	115,09 ± 0,03 dni	0,514	98,50
<sup>85</sup> Sr	64,850 ± 0,007 dni	0,662	84,99
<sup>137</sup> Cs	30,05 ± 0,08 lat	0,835	99,97
<sup>54</sup> Mn	312,13 ± 0,03 dni	1,116	50,22
<sup>65</sup> Zn	244,01 ± 0,09 dni	1,173	99,85
		1,332	99,98
<sup>60</sup> Co	5,2710 ± 0,0008 lat		

Sprawdził(a):

.....Kukula...  
.....Kukula...  
.....Kukula...