



Ciekłoscentylacyjna spektrometria promieniowania β

Pawłowski Przemysław

Fizyka techniczna /srodowiska

sem. VIII

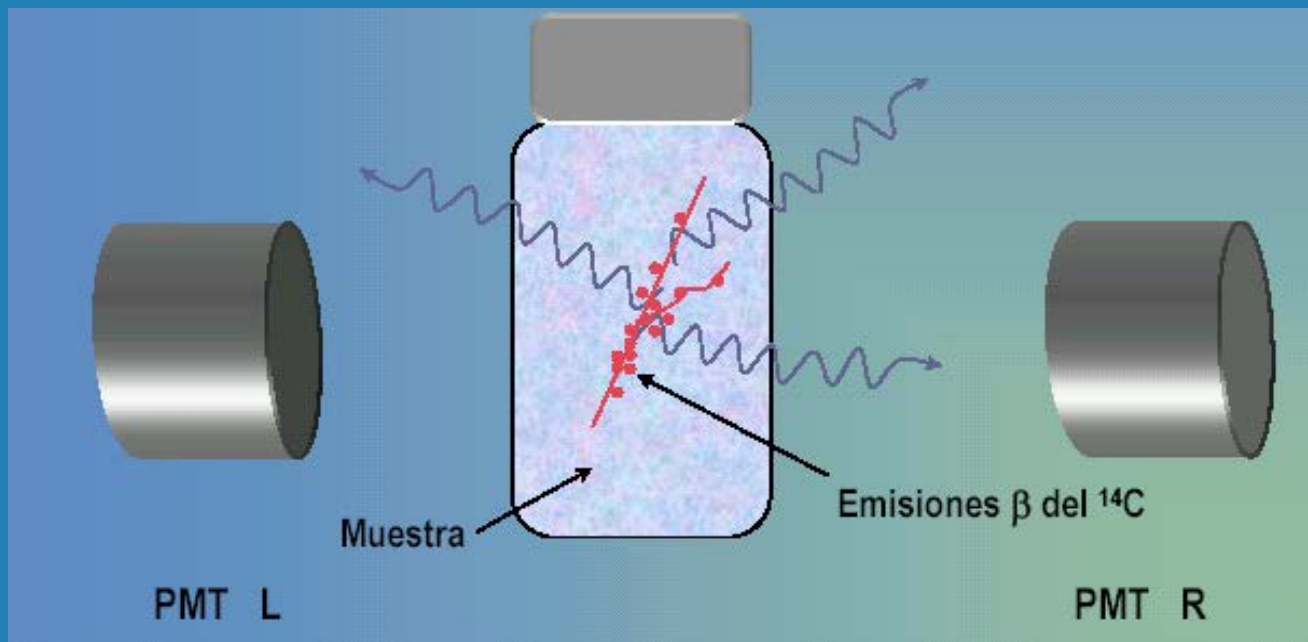
WPROWADZENIE

Aktualnie na świecie stosowane są trzy różne techniki wyznaczania koncentracji ^{14}C w celu datowania metodą radiowęglowa. Dwie z nich (technika gazowych liczników proporcjonalnych oraz technika ciekłoscyntylacyjna) wykorzystują metody detekcji promieniowania jądrowego powstałego ns rozpadu niestabilnego jądra izotopu ^{14}C , trzecia natomiast wykorzystuje akceleratorową spektrometrię mas (AMS)

Prace nad zastosowaniem metody radiowęglowej w Polsce rozpoczęte zostały przez Mościckiego na Uniwersytecie Poznańskim na początku lat 50, natomiast rutynowe pomiary koncentracji ^{14}C w celu datowania zostały rozpoczęte na Politechnice Śląskiej w Gliwicach w latach 70. Początkowo do pomiarów koncentracji wykorzystywano liczniki proporcjonalne o różnych parametrach użytkowych, pracujące w różnych konfiguracjach sprzętowych. W latach 80 technika liczników proporcjonalnych była najczęściej stosowaną metodą w pomiarach naturalnych aktywności radiowęglu.

Pod koniec 1994 roku dzięki grantowi Międzynarodowej Agencji Energii Atomowej w Wiedniu Laboratorium C - 14 Zakładu Zastosowań Radioizotopów Instytutu Fizyki Politechniki Śląskiej stało się posiadaczem ciekłoscyntylacyjnego spektrometru promieniowania β Qantulus 1220, który obecnie jest chętnie używany we wszystkich laboratoriach radiowęglowych pracujących w oparciu o technikę ciekłych scyntylatorów.

- Ω Detekcja promieniowania metodą ciekłoscyntylacyjną została zapoczątkowana w latach 50 przez Reynoldsa, Harrisona i Salwiniego, którzy rozpoczęli badanie własności scyntylacyjnych cieczy wykorzystując do tego celu licznik scyntylacyjny wyposażony w dwa naprzeciwległe fotopowielacze pracujące w koincydencji. Pomiedzy fotopowielacze wstawiono próbkę badanej cieczy i rejestrowano błyski światła powodowane przechodzeniem przez nią cząstek promieniowania. Pierwsze pomiary aktywności ^{14}C metodą ciekłoscyntylacyjną przeprowadzono w Los Alamos w 1958 r. Dla umieszczonych w wodzie preparatów biomedycznych zmieszanych ze scyntylatorem - tzw. metoda „internal sample counting” w której badana próbka jest umieszczona w naczyniu pomiarowym lub sama jest składnikiem koktajlu scyntylacyjnego. Obecnie metoda ta jest szeroko stosowana w rejestracji niskoenergetycznego promieniowania β .



W licznikach scyntylacyjnych promieniowania jądrowego zbudowane są w oparciu o dwa podstawowe zjawiska fizyczne: scyntylacje oraz zjawisko fotoelektryczne zewnętrzne. Pierwsze z nich daje możliwość detekcji cząstek promieniowania jonizującego, drugie natomiast zamienia energię świetlną wyprodukowaną w procesie scyntylacji na impuls prądu elektrycznego, który po poddaniu obróbce jest rejestrowany. Powstający w scyntylacji błysk światła jest efektem przejścia atomu ze stanu wzbudzonego do podstawowego, poprzez emisję kwantu światła. Atomy wzbudzone mogą przejść do stanu podstawowego poprzez

fluorescencję - tzn po czasie określonym przez prawdopodobieństwo przejść spontanicznych pomiędzy odpowiednimi stanami energetycznymi

fosforescencję - gdy odbywa się ono przez stan o energii wyższej od stanu wzbudzonego (z pochłonięciem energii) gdyż bezpośrednie przejście do stanu podstawowego jest wzbronione - zachodzi stan metatrwały

W większości liczników scyntylacyjnych wykorzystywana jest fluorescencja. Cechą kwalifikującą materiał scyntylacyjny do pracy w liczniku jest czas trwania błysku światła - powinien być mniejszy niż 10^{-8} s. Zależność natężenia promieniowania od czasu opisuje zależność:

$$I = I_0 e^{-\frac{t}{\tau}}$$

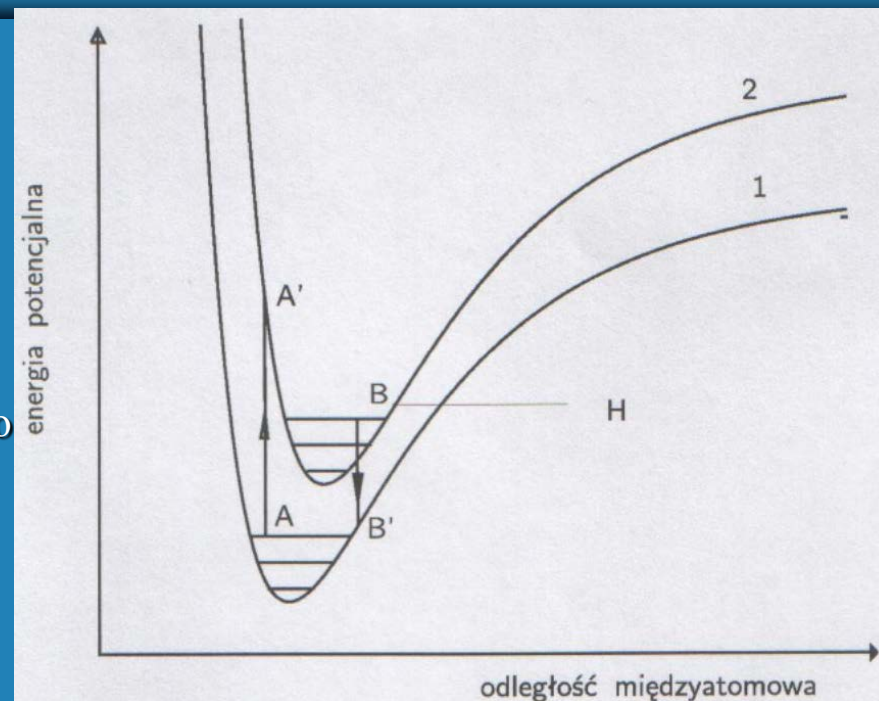
T - czas jaki upłynął od rozpoczęcia emisji światła

τ - czas wyświecania

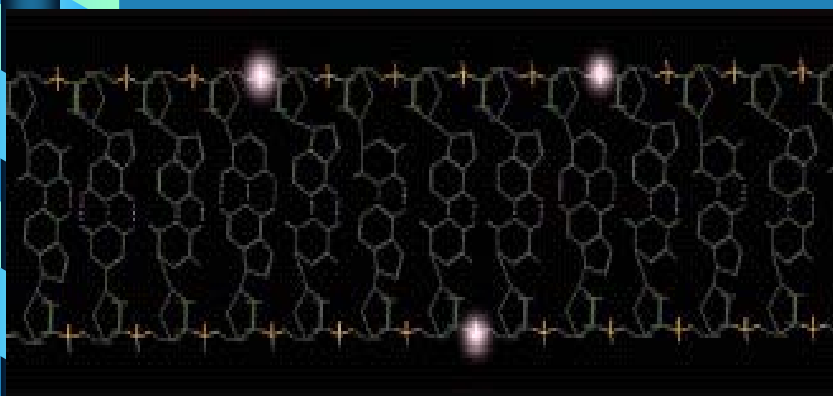
I_0 - natężenie promieniowania w chwili początkowej

MECHANIZM POWSTAWANIA FLUORESCENCJI W KRYSZTAŁACH ORGANICZNYCH

Krzywa 1 przedstawia energię potencjalną cząsteczki posiadającej wszystkie elektrony w stanie podstawowym. Krzywa nr 2 obrazuje energię cząsteczki której elektrony są w stanie wzbudzonym. Poziome linie oznaczają energie stanów drgających. Jeżeli cząstka znajdowała się w stanie podstawowym gdy w scyntylatorze znajdowała się cząsteczka jonizująca wówczas prawdopodobne jest przejście (AA') cząsteczki kryształu do stanu wzbudzenia elektronowego na skutek jej oddziaływania z promieniowaniem jonizującym, po czym następuje spadek energii do wartości odpowiadającej stanowi B, a nadwyżka energii zostaje przekazana sieci krystalicznej. Ze stanu B cząstka może powrócić do stanu podstawowego (BB') emitując promieniowanie świetlne (fluorescencja) Może się też zdarzyć że cząstka przejdzie bezpośrednio ze stanu wzbudzonego do podstawowego na poziomie H (gdzie krzywe obu stanów są najbliżej). Jeżeli poziom A' będzie przewyższał energią wiązania cząsteczki nastąpi jej dysocjacja.



MECHANIZM POWSTAWANIA SCYNTYLACJI W KOKTAJLU SCYNTYLACYJNYM



Ciekłe scyntylatory organiczne są roztworami stałych scyntylatorów organicznych w rozpuszczalnikach organicznych. Wzbudzenie wywołane w rozpuszczalniku przez jonizację przenosi się do substancji rozpuszczonej, gdzie następuje zjawisko scyntylacji.

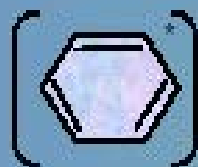
Koktajl scyntylacyjny składa się z trzech składników: próbki zawierającej radioizotop, którego aktywność jest wyznaczana, rozpuszczalnika, oraz scyntylatora. Proces scyntylacji stanowi zamianę części energii kinetycznej cząstki promieniowania jonizującego na energię kwantu światła (fotonu) o długości fali odpowiadającej nadfioletowi. Cząstka promieniowania β ulega spowolnieniu (lub zahamowaniu) na skutek oddziaływań z cząsteczkami koktajlu scyntylacyjnego. Przekazana w ten sposób energia powoduje wzbudzenie cząstek rozpuszczalnika, które z kolei jest przekazywane pomiędzy nimi aż do napotkania cząsteczki scyntylatora. Cząstka scyntylatora po otrzymaniu energii od cząstki rozpuszczalnika może przejść do stanu podstawowego, emitując kwant promieniowania ultrafioletowego.

Liczba powstałych kwantów promieniowania ultrafioletowego (fotonów) jest proporcjonalna do energii niesionej przez cząstkę promieniowania jonizującego . Scyntylator musi być tak dobrany by wydajność fluorescencji była większa od 90 % Rozkład długości fal emitowanych przez scyntylator powinien odpowiadać zakresowi długości fal które powodują powstanie impulsu w stosowanym fotopowielaczu . Do najczęściej stosowanych rozpuszczalników zalicza się benzen, toluen oraz wodę. Dla benzenu i toluenu najczęściej stosowanymi scyntylatorami są PPO+POPOP, butyl-PBD, BI BUQ , oraz tzw przesuwacz widma bis - MSB, którego zadaniem jest dopasowanie widma długości fal fotonów powstałych podczas scyntylacji do zakresu największej czułości fotopowielacza. Do wody dodaje się scyntylatory: Optiphase HiSafe3, LumaGel, PicoGold, PicoFluor > Koktajl scyntylacyjny powinien pozostawać stabilny w czasie pomiaru - tzn scyntylator w postaci ciała stałego nie może się wytrącać z rozpuszczalnika a scyntylatory w postaci ciekłej nie powinny tworzyć dwóch odrębnych faz z rozpuszczalnikiem.

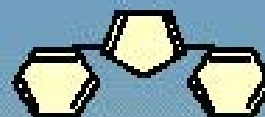
Elemento radiactivo
(^{14}C)



Molécula de
Disolvente



Molécula de
soluto



$h\nu$







LÍQUIDO DE CENTELLEO Y VIAL

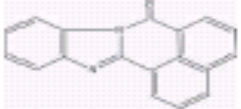


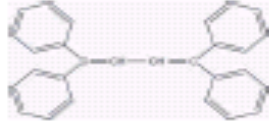
Scyntylator powinien być tak dobrany do rozpuszczalnika aby zminimalizować możliwość wystąpienia gaszenia scyntylacji. Polega ono na pochłonięciu części energii niesionej przez fotony przez niektóre zanieczyszczenia zawarte w rozpuszczalniku (np tlen) Gaszenie wpływa na przesuwanie się widma amplitudowego rejestrowanych impulsów w stronę niższych energii. W pomiarach koncentracji radiowęgla w próbkach pobranych ze środowiska naturalnego jako rozpuszczalnik stosuje się benzen uzyskiwany na drodze syntezy węgla pochodzącego z badanej próbki . Poszczególne próbki są zanieczyszczone różnymi pierwiastkami (zw chemicznymi,) a otrzymywany z nich benzen nie jest tej samej czystości. Czystość benzenu ma istotny wpływ na intensywność procesu gaszenia.



Primary Scintillators

Scintillator	Structure	Emission Wavelength
Butyl PBD 2-[4-biphenyl]-5-[4-tert-butyl-phenyl]-1,3,4-oxadiazole Order No. SFC-20		363nm
Naphthalene Order No. SFC-40		322nm
PPO 2,5-diphenyloxazole Order No. SFC-10		357nm
p-Terphenyl Order No. SFC-50		340nm

Secondary Scintillators

BBQ (7H-benzimidazo[2,1-a]benz[de]isoquinoline-7-one) Order No. SFC-13		477nm
Bis-MSB (1,4-bis[2-methylstyryl]-benzene) Order No. SFC-90		420nm
POPOP (1,4-bis[5-phenyloxazol-2-yl]benzene) Order No. SFC-80		410nm
TPB (1,1,4,4-tetraphenyl-1,3-butadiene) Order No. SFC-15		455nm

Naczyńka pomiarowe

Zadaniem naczynka pomiarowego jest przechowanie koktajlu scyntylicyjnego podczas pomiaru. Naczynie pomiarowe powinna cechować dobrą przezroczystość w zakresie długości fali promieniowania e/m emitowanego w trakcie scyntytacji. Materiał naczynka powinien zawierać jak najmniejszą domieszkę izotopów promieniotwórczych, zwłaszcza ^{40}K oraz ^{226}Ra oraz nie powinien wykazywać efektu pamięci. Efekt pamięci polega na tym iż naczynko po wypełnieniu próbką o wysokiej aktywności a następnie próbką tła nie zawierającą badanego radioizotopu charakteryzuje się spadkiem rejestrowanej prędkości zliczeń dla kolejnych wypełnień naczynka próbką tła. Materiał z którego wykonywane są naczynka powinien być odporny na działanie koktajlu scyntylicyjnego (brak rozpuszczania i wymiany jonowej między materiałem naczynia a koktajlem). Ogólnie naczynka pomiarowe można podzielić na jednorazowego i wielorazowego użytku





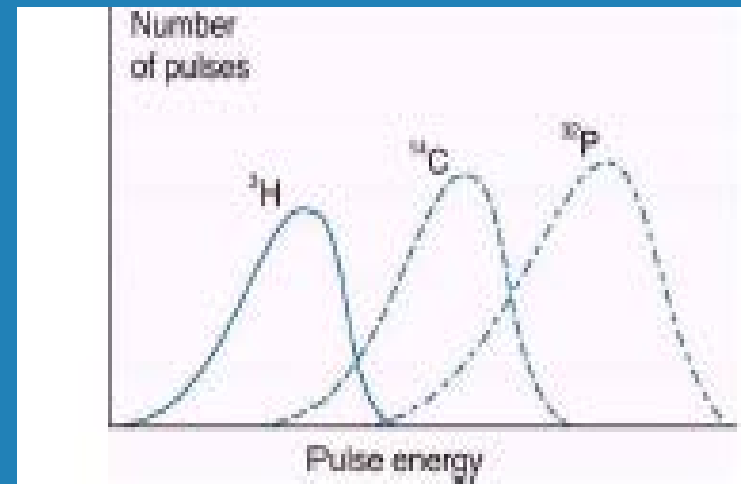
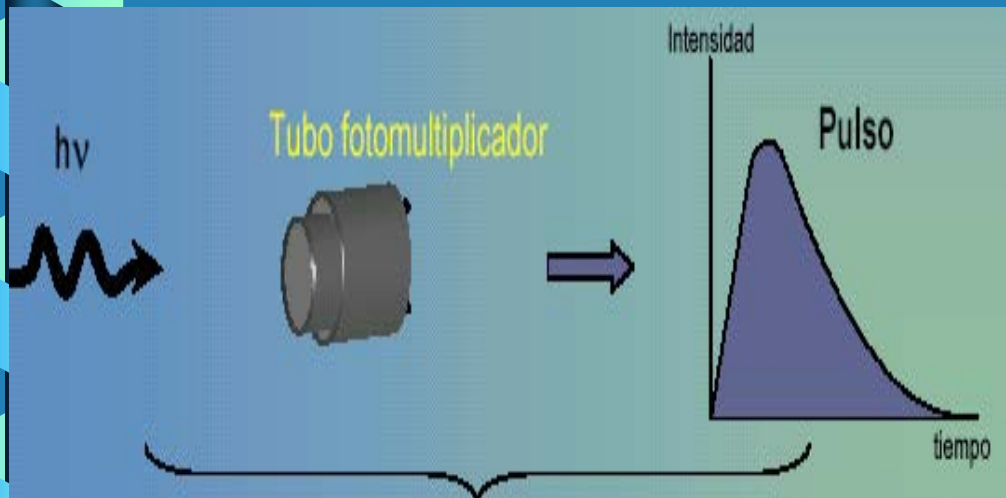
Naczynia wielorazowe wykonuje się z materiałów o skrajnie wysokiej czystości, o idealnie dobranych parametrach optycznych i chemicznych, takich jak teflon, delrin, nylon oraz syntetyczne szkło kwarcowe.

Charakteryzują się one bardzo niskim tłem i wysoka ceną (kilkaset \$ za szt)

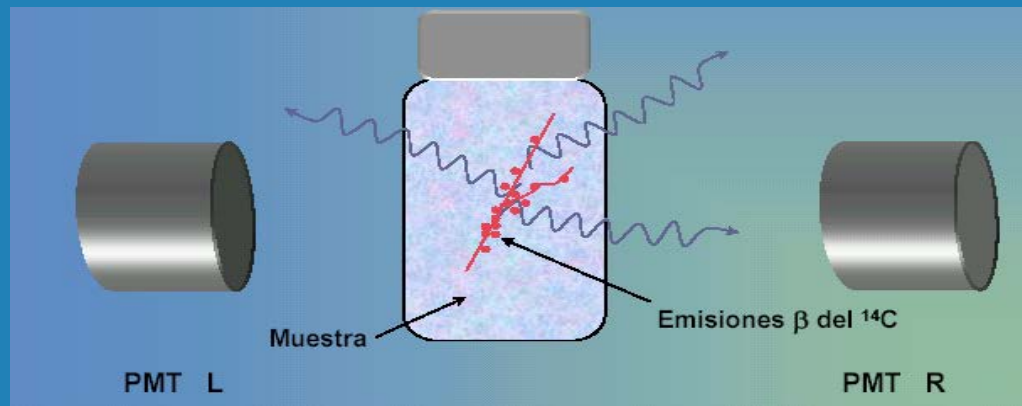
Naczynia jednorazowe wykonuje się ze szkła o niskiej koncentracji ^{40}K , polipropylenu lub polietylenu. Niektóre naczynka z tworzyw sztucznych posiadają wyściółkę z teflonu która zwiększa ich odporność na działanie koktajlu scyntylacyjnego, lecz posiadają wyższy poziom tła. Naczynka pomiarowe dostępne są w pojemnościach 0.3, 0.8, 3, 6, 7, 10, 15, 20, i 22 ml. Przy czym wielkość naczyń powinna być dostosowana do wielkości próbki. Zewnętrzne wymiary naczynek do pomiarów scyntylacyjnych zostały ujednoczone zgodnie z wymogami International Electrical Commission. Naczynka o większych gabarytach wymagają użycia adapterów umożliwiających używanie ich w standardowych urządzeniach pomiarowych, przy czym powinny być one montowane powyżej lustra cieczy celem zmniejszenia przesłuchów między fotopowielaczami

CIĘKŁOSCYNTRYLACYJNE SPEKTROMETRY PROMIENIOWANIA β

W pomiarach skrajnie niskich radioaktywności izotopów emitujących niskoenergetyczne promieniowanie β wykorzystywane są spektrometry ciekłoscyntrylacyjne. Ilość fotonów emitowanych w trakcie scyntrylacji jest proporcjonalna do energii cząstki β która wywołała tę scyntrylację. Amplituda impulsu rejestrowanego za fotopowielaczem jest proporcjonalna do liczby fotonów uderzających w fotokatodę fotopowielacza, zatem widmo amplitud rejestrowanych impulsów odpowiada widmu energetycznemu (zależność numeru kanału od energii). Ze względu na stosowanie różnych kombinacji układów wzmacniaczy i dyskryminatorów otrzymywane widma amplitudowe posiadają postać liniową lub logarytmiczną która jest częściej stosowana przy pomiarach widm energetycznych cząstek β pochodzących z rozpadów ^3H i ^{14}C ze względu na asymetrię wierzchołków widm. Postać logarytmiczna daje także możliwość łatwej analizy widma w zakresie od 1 keV do 2 MeV w jednym oknie pomiarowym.



W spektrometrach ciekłoscyntylacyjnych rejestracja scyntylacji odbywa się przy pomocy jednego lub dwu fotopowielaczy. Metoda dwóch fotopowielaczy polega na rejestracji przez dwa naprzeciwległe umieszczone fotopowielacze fotonów emitowanych podczas scyntylacji z naczynia z próbką umieszczoną pomiędzy nimi. Analizie poddane zostają impulsy elektryczne pojawiające się na obu fotopowielaczach w odstępie czasu mniejszym niż czas koincydencji wynoszący ok. 20 ns. Metoda ta pozwala na znaczną redukcję tej części tła która jest spowodowana prądem ciemnym fotopowielaczy, lecz jednocześnie wymaga idealnego dopasowania fotopowielaczy pod względem ich charakterystyk, oraz precyzyjnego nałożenia widm z obu fotopowielaczy. Analizie poddany zostaje impuls stanowiący sumę impulsów z obu fotopowielaczy. Spektrometry ciekłoscyntylacyjne budowane w oparciu o metodę jednego fotopowielacza posiadają możliwość łatwego wykorzystania jednej osłony antykoincydencyjnej dla jednoczesnej rejestracji widm kilku próbek. Każda z próbek posiada swój niezależny układ rejestracji składający się z fotopowielacza, zasilacza, przedwzmacniacza, analizatora amplitud oraz układu antykoincydencyjnego ze wspólną osłoną. Spektrometry takie wymagają zastosowania skrajnie niskoszumowych fotopowielaczy.



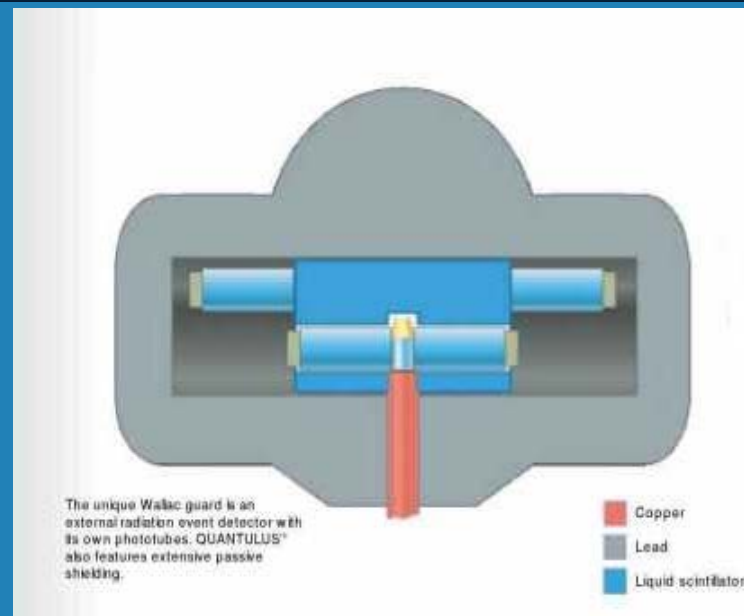
Redukcja tła

Tło (bieg własny) spektrometru jest to szybkość zliczeń rejestrowana gdy w komorze pomiarowej znajduje się próbka o zerowej koncentracji badanego radioizotopu i identycznych własnościach fizyczno- chemicznych jak pozostałe próbki zawierające badany radioizotop. Detekcja naturalnych radioaktywności izotopów β promieniotwórczych wymaga użycia urządzeń o bardzo niskim biegu własnym. Tło każdego typu spektrometru jest poddawane wnikliwej analizie , na podstawie której eliminuje się wszelkie możliwe jego składniki Podstawowe źródła tła występujące we wszystkich typach spektrometrów scyntylicyjnych promieniowania β nie związane z czystością radioizotopową próbki tła to:

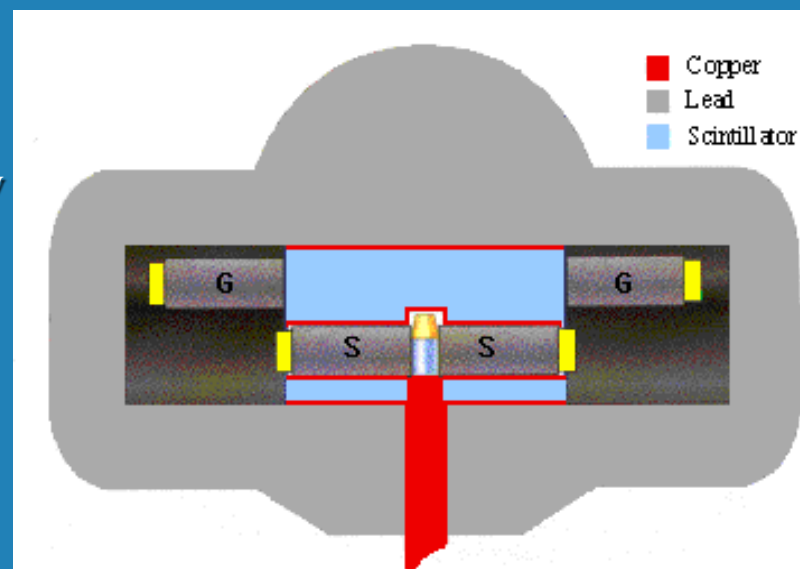
- Ω Zanieczyszczenia radioizotopowe materiałów konstrukcyjnych spektrometru i naczyń pomiarowych
- Ω promieniowanie kosmiczne
- Ω naturalne i sztuczne izotopy promieniotwórcze znajdujące się w otoczeniu spektrometru
- Ω chemiluminescencja
- Ω prąd ciemny fotopowielaczy
- Ω impulsy wtórne pojawiające się w fotopowielaczu po rejestracji scyntytacji
- Ω przesłuchy optyczne pomiędzy fotopowielaczami
- Ω przesłuchy elektroniczne pomiędzy kanałami detekcji
- Ω zakłócenia e/m z sieci energetycznej zasilającej spektrometr oraz mające źródło w urządzeniach elektronicznych spektrometru
- Ω wyładowania elektryczne zachodzące n/s rozładowywania ładunku elektrostatycznego pojawiającego się na ściankach naczyń pomiarowych

Osłona materiałowa i antykoincydencyjna

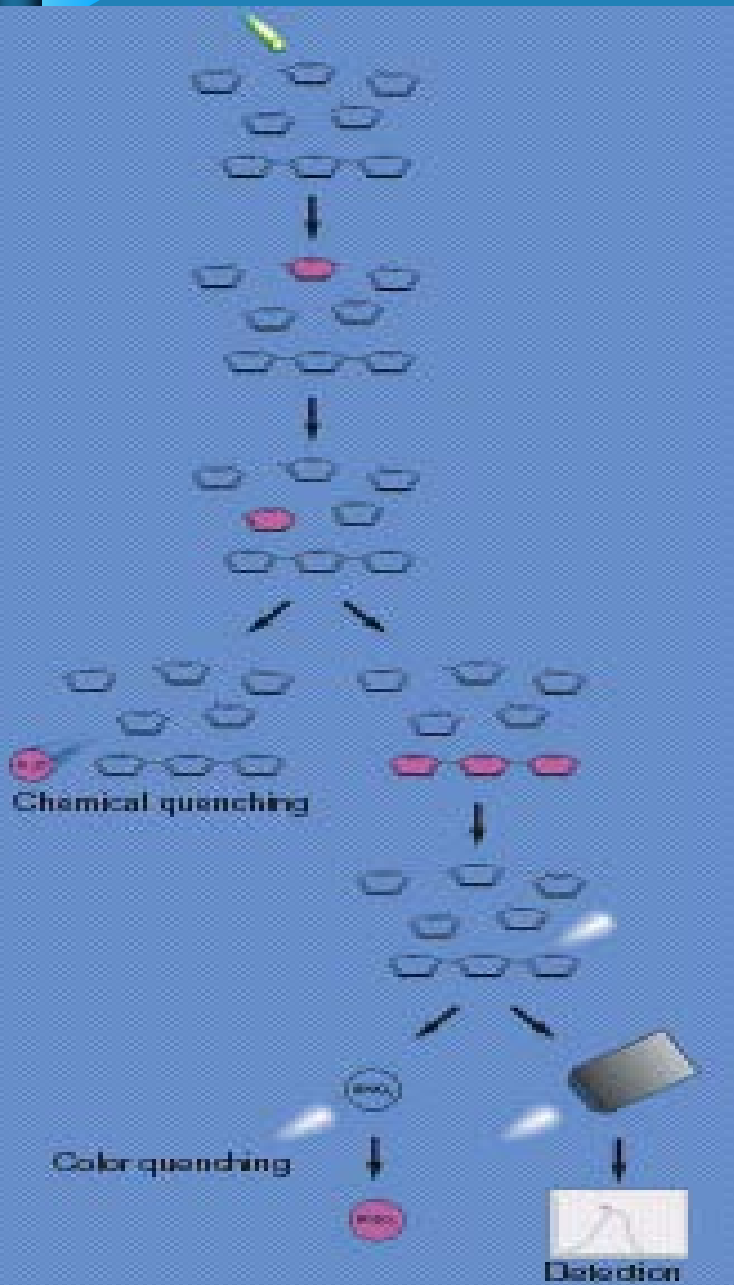
Podstawowym elementem powodującym redukcję tła spektrometrów jest osłona materiałowa (tzw. pasywna). Osłony pasywne wykonywane są z czystego radiochemicznego ołowiu (ołowiu starego geologicznie), często uzupełnionego o warstwy innych materiałów (parafiny, kadmu i miedzi). Obecnie stosowane scyntylacyjne spektrometry promieniowania β posiadają profilowaną osłonę pasywną. Kształt profilu warstwy wokół komory pomiarowej jest uwarunkowany zależnością natężenia składowej miękkiej promieniowania kosmicznego od kąta padania tego promieniowania. Warstwa ołowiana redukuje także część tła promieniowania γ emitowanego przez naturalne i sztuczne izotopy promieniotwórcze znajdujące się w otoczeniu spektrometru. Warstwy kadmu i parafiny eliminują tło wywołane przez neutrony niskoenergetyczne i termiczne. Warstwa miedziana pochłania promieniowanie rentgenowskie powstające na skutek zjawiska fluorescencji rentgenowskiej w warstwie ołowiu i kadmu



Zadaniem osłony antykoincydencyjnej jest redukcja tej części promieniowania kosmicznego która nie została pochłonięta przez osłonę materiałową. Idea działania osłony antykoincydencyjnej polega na tym iż próbkę wraz z częścią lub całym detektorem promieniowania umieszcza się wewnątrz innego licznika promieniowania. Każdy impuls pojawiający się jednocześnie, lub w bardzo krótkim odstępie czasu na liczniku osłonnym oraz detektorze jest odrzucany z dalszej analizy przez układy logiczne. Zakłada się iż źródłem prawie wszystkich takich zdarzeń jest promieniowanie kosmiczne lub wysokoenergetyczne promieniowanie γ wchodzące w skład tła detektora. Najczęściej wykorzystywanymi licznikami osłonnym są wieloanodowe liczniki GM o różnych kształtach (zazwyczaj walcowe lub płaskie), zespoły wielu sprzężonych elektronicznie liczników GM, liczniki ciekłoscyntylacyjne wyposażone w kilka fotopowielaczy, liczniki scyntylacyjne zbudowane w oparciu o kryształy scyntylacyjne z wydrążonym wewnątrz jednym lub kilkoma otworami na detektory pomiarowe, czy też liczniki scyntylacyjne zbudowane w oparciu o scyntylatory plastikowe



Elektroniczne systemy redukcji tła



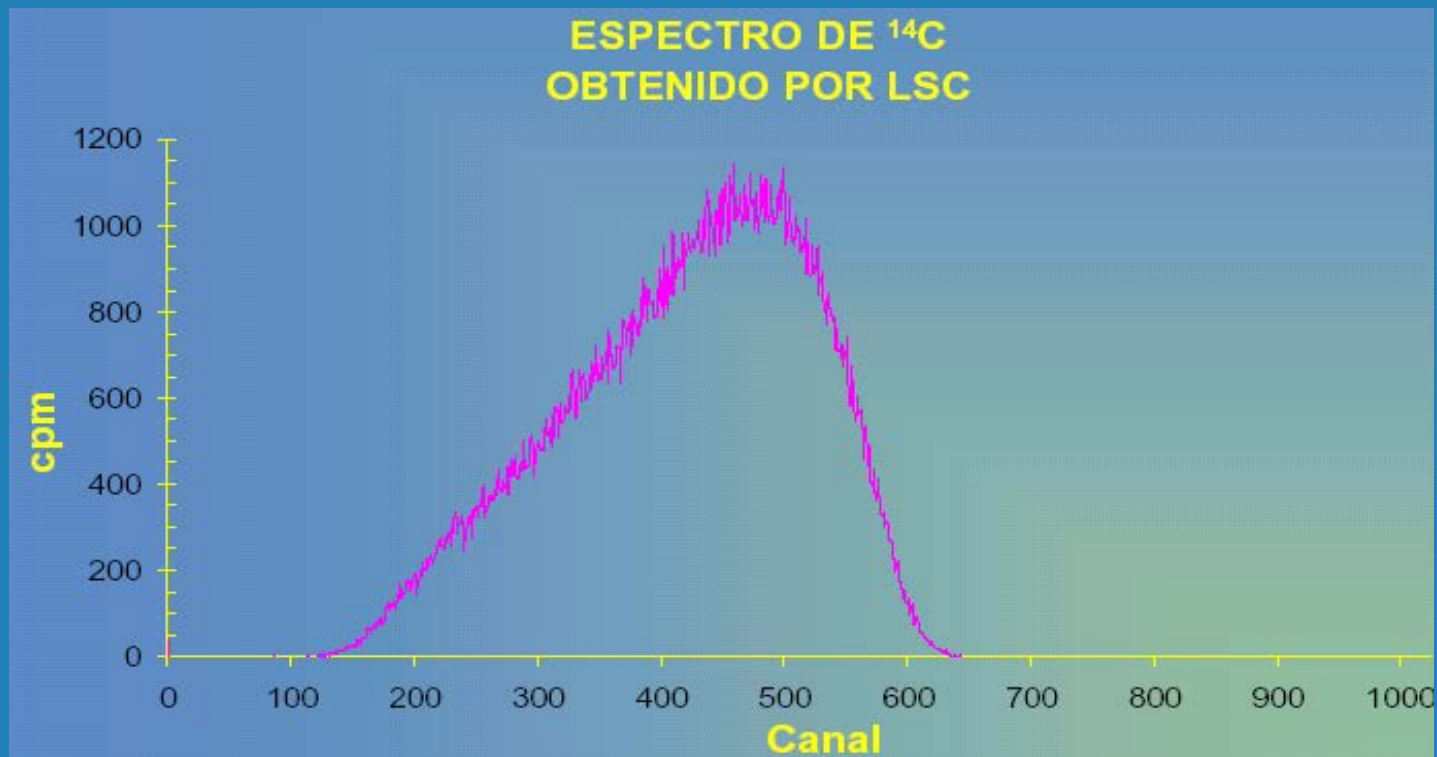
Wiele spektrometrów wyposażonych jest w elektroniczne systemy redukcji tła. W niektórych przypadkach np. w spektrometrach scyntylacyjnych promieniowania β przeznaczonych do pomiarów niskich radioaktywności system elektronicznej analizy impulsów zastępuje osłonę antykoincydencyjną. System BCC analizuje kształt impulsów oraz bada występujące po nim impulsy wtórne. Impulsy pochodzące od tła cechują się tym iż główny impuls jest bardzo szybki, po czym występuje szereg impulsów wtórnych, podczas gdy impulsom wywołanym przez cząstki β towarzyszy kilka impulsów wtórnych. Umożliwia to ich rozróżnienie na drodze elektronicznej. Stosuje się też komorę pomiarową wyłożoną warstwą scyntylatora o długim czasie fosforescencji, co powoduje powstawanie dodatkowych impulsów wtórnych znacznie opóźnionych w czasie. Impulsy te są rejestrowane podczas rejestracji impulsu od tła, co zwiększa możliwość elektr. rozróżnienia impulsów tła od impulsów rozpadu. Inne układy redukcji tła pozwalają na odrzucenie zakłóceń e/m, oraz impulsów pochodzących od chemiluminescencji i od zjawiska Czerenkowa, występującego w przednich ściankach fotopowielaczy. W spektrometrach pracujących w układzie dwu fotopowielaczy elektroniczne układy koincydencyjne zmniejszają wkład prądu ciemnego

NISKOTŁOWY SPEKTROMETR SCYNTYLACYJNY PROMIENIOWANIA β QUANTULUS 1220

Spektrometr Quantulus 1220 jest przeznaczony przede wszystkim do pomiarów koncentracji ^{14}C oraz ^3H . Za pomocą spektrometru można uzyskać widmo energetyczne dla cząstek β o energiach niewiele większych od zera do 2 MeV, oraz widma cząstek α o energiach od 2 do 4 MeV. W konstrukcji spektrometru wykorzystano wszystkie istotne rozwiązania konstrukcyjne, włącznie z systemem osłon antykoincydencyjnych, wielokanałową analizą amplitud i czasu narastania impulsów i osłoną materiałową wykonaną z materiałów o szczególnie niskiej radioaktywności. Spektrometr ten posiada rozbudowane oprogramowanie umożliwiające realizację pomiarów koncentracji m.in trytu, radiowęgla, oraz innych radioizotopów, np. radonu. Quantulus 1220 wykorzystuje technikę wieloparametrycznej i wielokanałowej detekcji promieniowania α i β . Cechą charakterystyczną tego spektrometru jest ultraniskie tło uzyskane poprzez zastosowanie aktywnej i pasywnej osłony oraz elektroniczną redukcję szumów i impulsów powstających w ściankach fotopowielaczy.



Widma amplitud impulsów uzyskane dla ^{14}C i ^3H są przetwarzane za pomocą mikrokomputera, a następnie opracowywane w zewnętrznym komputerze przy wykorzystaniu specjalnego oprogramowania. Istnieje możliwość rejestracji 4 różnych widm energetycznych w 1024 kanałach. Pomiary aktywności ^{14}C przeprowadzone do celów datowania radiowęglowego mogą być przeprowadzone z dokładnością od 0,2% do 10%. Dokładność ta zależy od geometrii i rodzaju naczynka pomiarowego, czasu trwania pomiaru oraz optymalizacji parametrów pomiarowych. W przypadku spektrometru Quantulus została zastosowana metoda „całkowitej optymalizacji” wszystkich czynników mających wpływ na poziom tła spektrometru oraz stabilność pomiarów.



Uzyskanie najwyższej precyzji i najlepszych warunków pomiaru wymaga zastosowania następujących warunków pracy spektrometru:

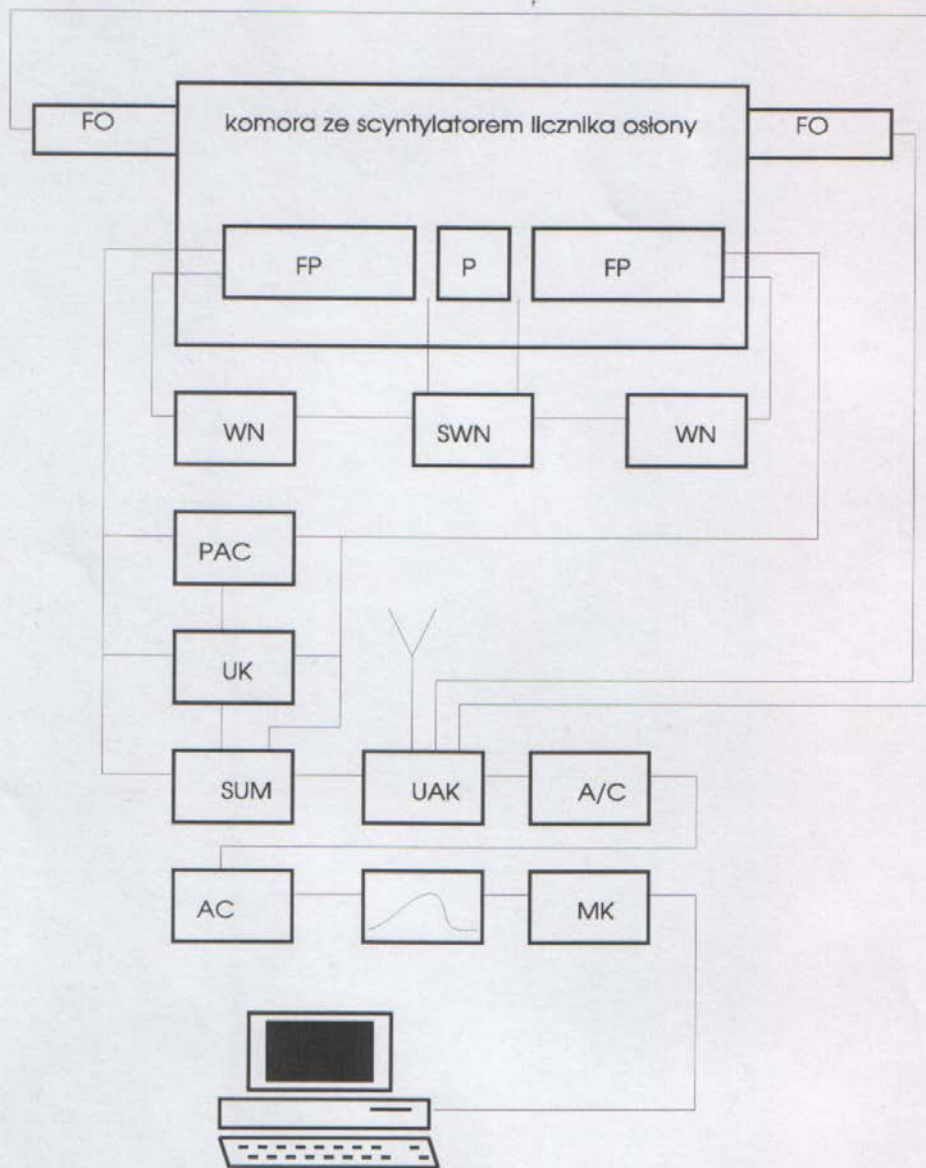
- Ω cyklicznej metody pomiaru polegającej na quasi- równoczesnym pomiarze próbki, wzorca i tła
- Ω stosowania próbek benzenu o wysokiej czystości
- Ω odpowiedniego rodzaju naczynka pomiarowego
- Ω dobrania najlepszego scyntyлятора i optymalnego składu koktajlu
- Ω elektronicznej redukcji tła
- Ω osłon materiałowych i antykoincydencyjnych
- Ω odpowiedniego wyboru okna pomiarowego

Spektrometr Quantulus został zbudowany w celu zastosowania do pomiarów naturalnych koncentracji ^3H oraz ^{14}C na podstawie rejestracji widma energetycznego promieniowania β .

Pozwala on uzyskać tło stanowiące 1% szybkości zliczeń pochodzącej od wzorca współczesnej biosfery przy wydajności rejestracji równej 75%. W skład spektrometru Quantulus 1220 wchodzi następujące elementy składowe :

- Ω osłona redukująca tło
- Ω wielokanałowy analizator amplitudy impulsów
- Ω analizator kształtu impulsów
- Ω komparator amplitudy impulsów
- Ω naczynka pomiarowe

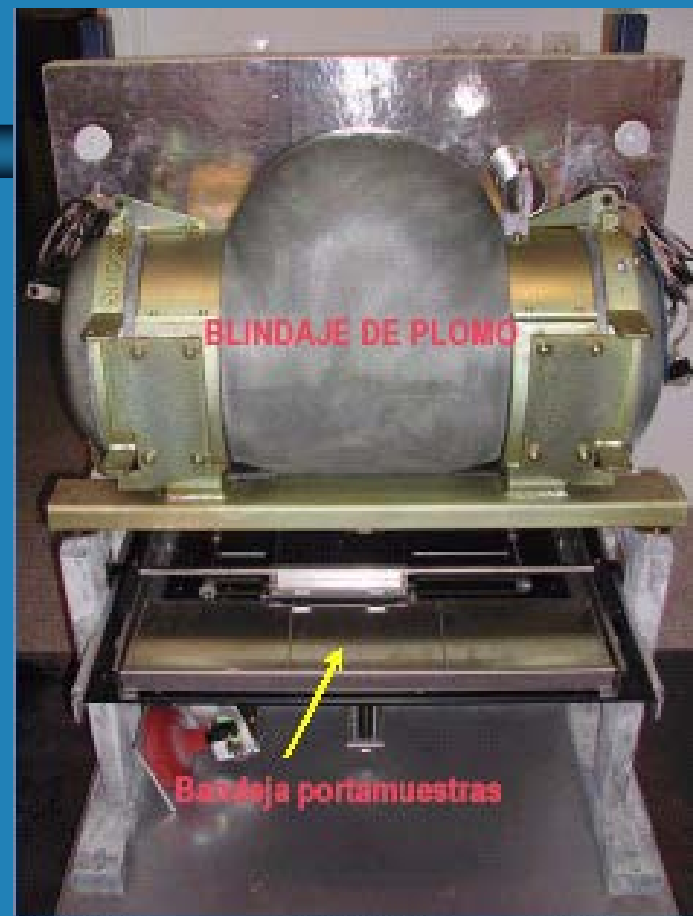
Wysoka dokładność pomiarów uwarunkowana jest minimalnym tłem pomiarowym oraz stabilnością wszystkich parametrów urządzenia w trakcie pomiaru. Niskie tło spektrometru uzyskano przez zastosowanie pasywnej osłony materiałowej, aktywnej osłony antykoincydencyjnej oraz elektronicznej redukcji szumów i impulsów powstałych w ściankach fotopowielaczy.



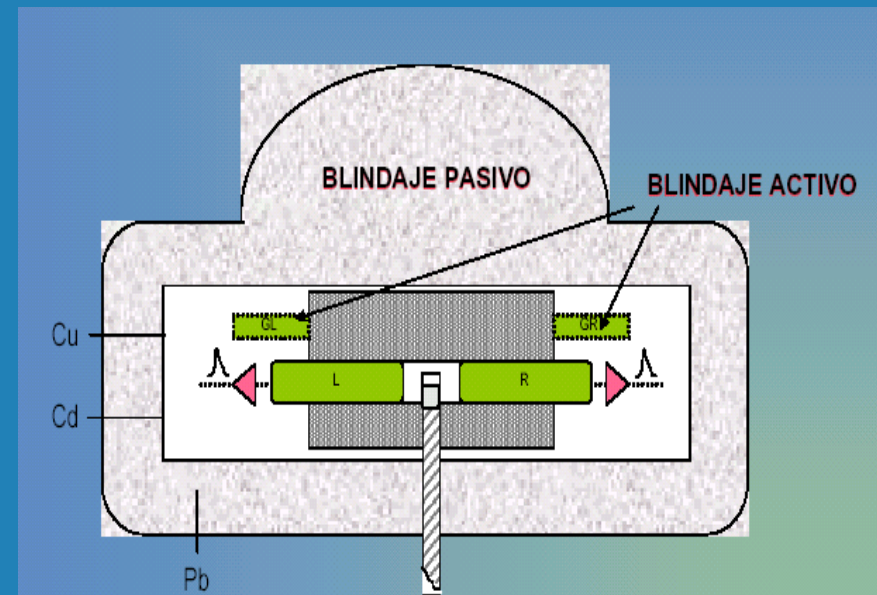
Rys. 3. Uproszczony schemat ideowy niskotłowego spektrometru ciekłoscyntylacyjnego Quantulus 1220. P-próbka, FP-fotopowielacze spektrometru, FO-fotopowielacze osłony antykoincydencyjnej, WN-zasilacze wysokiego napięcia, SWN-układ stabilizacji wysokiego napięcia, PAC- komparator amplitud, UK-układ koincydencyjny, SUM-sumator impulsów, UAK-układ antykoincydencyjny, A/C-przetwornik analogowo-cyfrowy, AC-analizator cyfrowy, MK-integralny mikrokomputer zarządzający spektrometrem

Ostony redukujące tło

Pasywna osłona materiałowa składa się z asymetrycznej osłony ołowianej, warstwy miedzi otaczającej kanał wprowadzenia naczynka pomiarowego z próbką do komory licznika oraz osłony kadmowej z miedzi wykonana jest również obudowa osłony aktywnej. Osłona ołowiana waży ok. 630 kg, natomiast jej grubość jest rozmaita w różnych kierunkach zwna kątowy rozkład promieniowania kosmicznego. Najgrubsza warstwa Pb znajduje się powyżej komory pomiarowej (20cm), natomiast w innych kierunkach waha się od 7 do 11 cm co wystarcza do tłumienia promieniowania γ znajdującego się w otoczeniu urządzenia. Spektrometr jest również wyposażony w osłonę kadmową efektywnie absorbującą neutrony termiczne oraz niskoenergetyczne. Osłona ta pochłania również promieniowanie X wytwarzane w ołowiu w wyniku fluorescencji rentgenowskiej. Promieniowanie X pochodzące z warstwy kadmowej, oraz ołowianej jest pochłaniane przez miedzianą osłonę licznika pomiarowego.



Aktywna osłona antykoincydencyjna spektrometru jest zbudowana z licznika scyntylacyjnego i dwóch fotopowielaczy umieszczonych naprzeciwlegle. Scyntylator jest umieszczony w cylindrycznym miedzianym zbiorniku. Osłona aktywna służy do detekcji wysokoenergetycznego promieniowania γ oraz składowej twardej promieniowania kosmicznego. Jeżeli impuls zostanie zarejestrowany jednocześnie przez detektor cząstek β oraz detektor osłony antykoincydencyjnej, to zakłada się iż pochodzi on od promieniowania kosmicznego lub promieniowania γ tła. Impulsy takie są odrzucane przez układy logiczne i nie wpływają na szybkość zliczeń tła detektora cząstek β . Fotopowielacze detektora promieniowania β znajdują się wewnątrz osłony aktywnej.

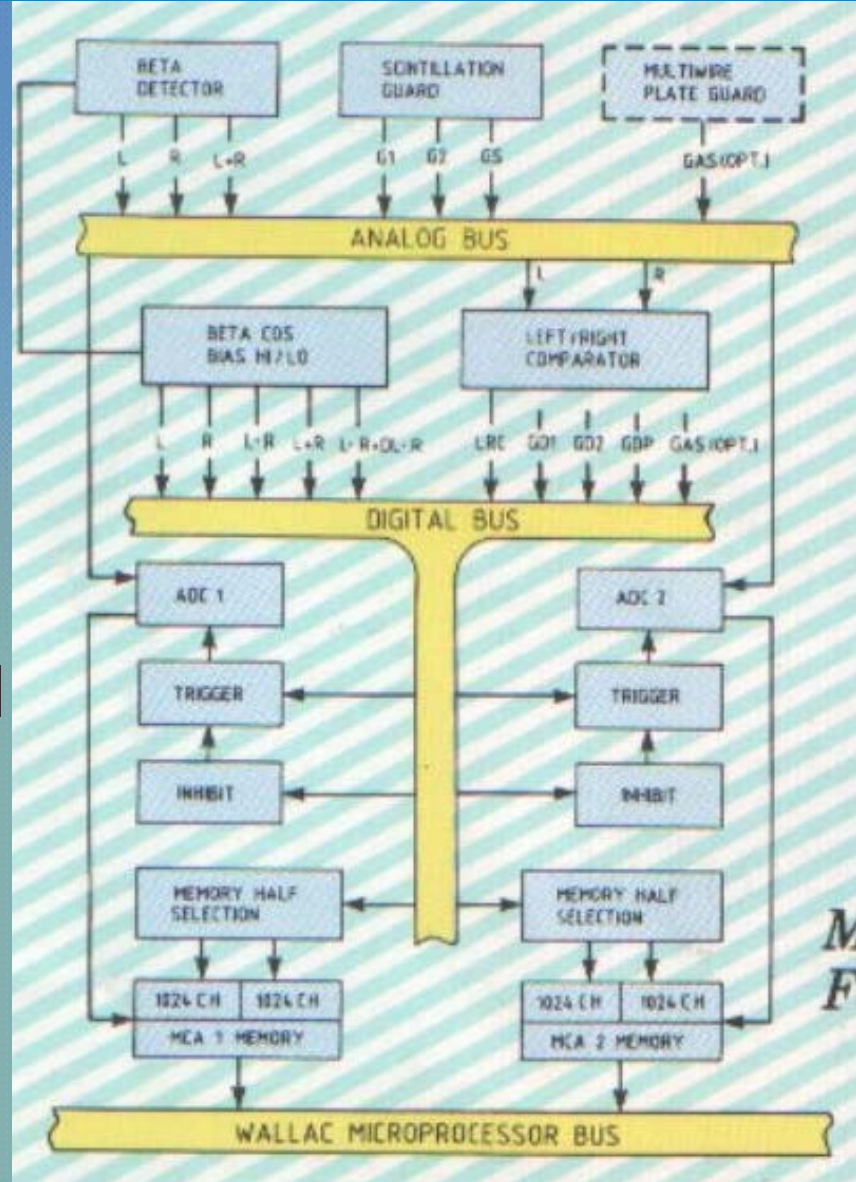
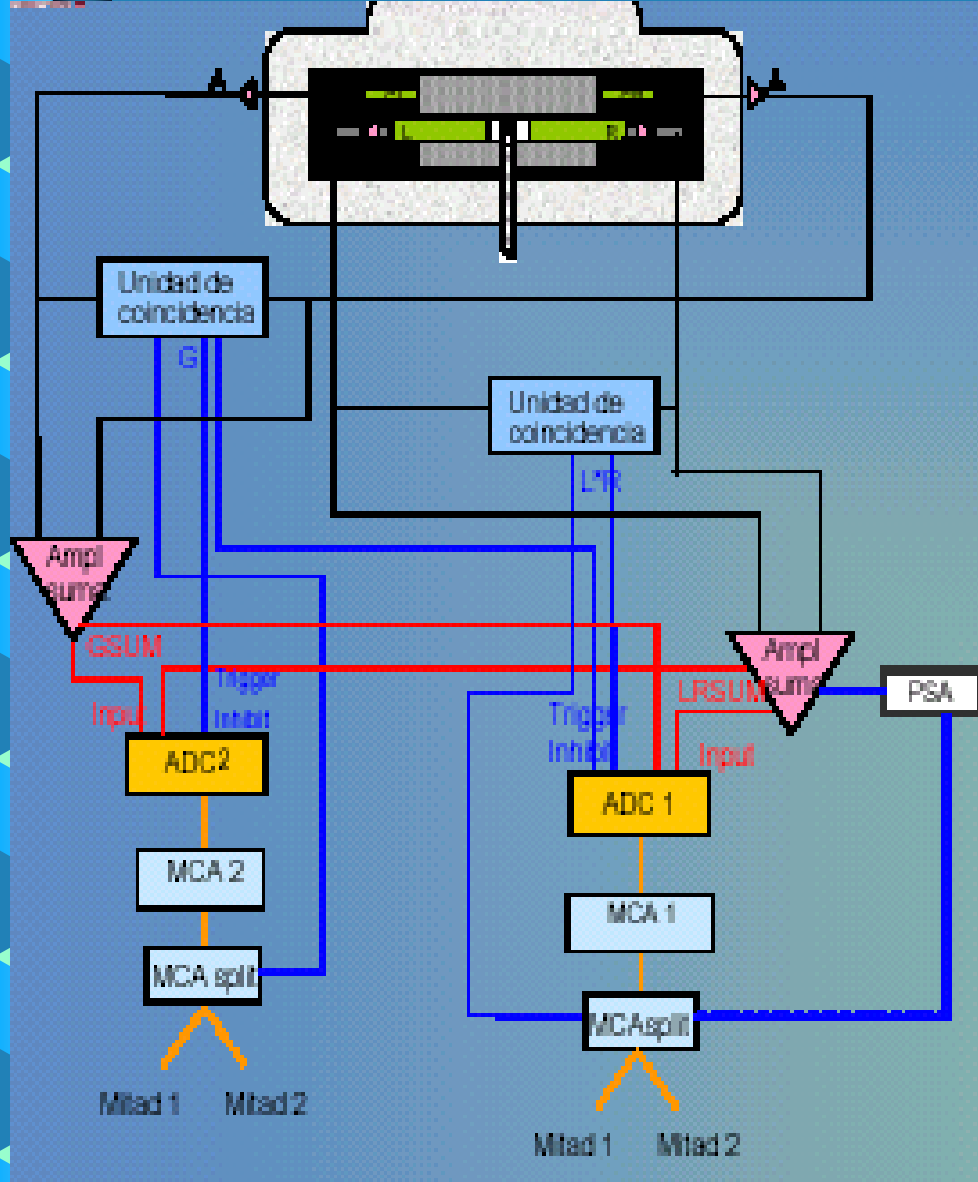


Układy elektronicznej redukcji szumów

Włączanie i wyłączanie różnych urządzeń elektrycznych znajdujących się w pobliżu spektrometru może powodować powstawanie zakłóceń przejawiających się w postaci fałszywych impulsów. Spektrometr Quantulus posiada układ elektroniczny wykrywający tego typu zakłócenia oraz zakłócenia e/m o częstotliwości radiowej i blokujący pomiar w czasie trwania zakłócenia.

Podczas wprowadzania naczynka z próbką do komory pomiarowej licznika mogą pojawić się wyładowanie elektryczne związane z powstawaniem ładunku elektrostatycznego na ściankach naczynia. Układ zmieniający próbki jest tak skonstruowany aby tarcie między naczynkami, podstawą tacy i układem zmieniającym było minimalne. Do neutralizacji powstałego ładunku elektrostatycznego służy jonizator (emitujący jony obu znaków). Dalsza redukcja tła spektrometru w przypadku rejestracji widm pochodzących od izotopów β promieniotwórczych o maksymalnej energii cząstek > 20 keV jest możliwa poprzez zastosowanie dyskryminatora „high - low coincidence bias”. Układ ten jest wykorzystywany przy pomiarach aktywności ^{14}C , natomiast przy pomiarach koncentracji trytu powinien być wyłączony. Umożliwia on również zmianę progu dyskryminacji układu koincydencji w przypadku badań widm izotopów beta promieniotwórczych o wysokiej energii cząstek β . Jeżeli któryś z impulsów pochodzących z fotopowielaczy jest mniejszy od zadanego progu dyskryminacji to układ koincydencji wysyła sygnał o jej braku nawet jeżeli na drugim fotopowielaczu wystąpił impuls o amplitudzie większej niż próg dyskryminacji. Zadany czas koincydencji wynosi 20 ns.

Komparator amplitudy impulsów porównuje amplitudy sygnałów z prawego i lewego fotopowielacza detektora cząstek β . Jeżeli stosunek amplitud nie mieści się w zadanym przedziale to impulsy są odrzucane. Istnieje możliwość programowego ustawienia 256 wartości przedziału akceptowalności stosunku amplitud.



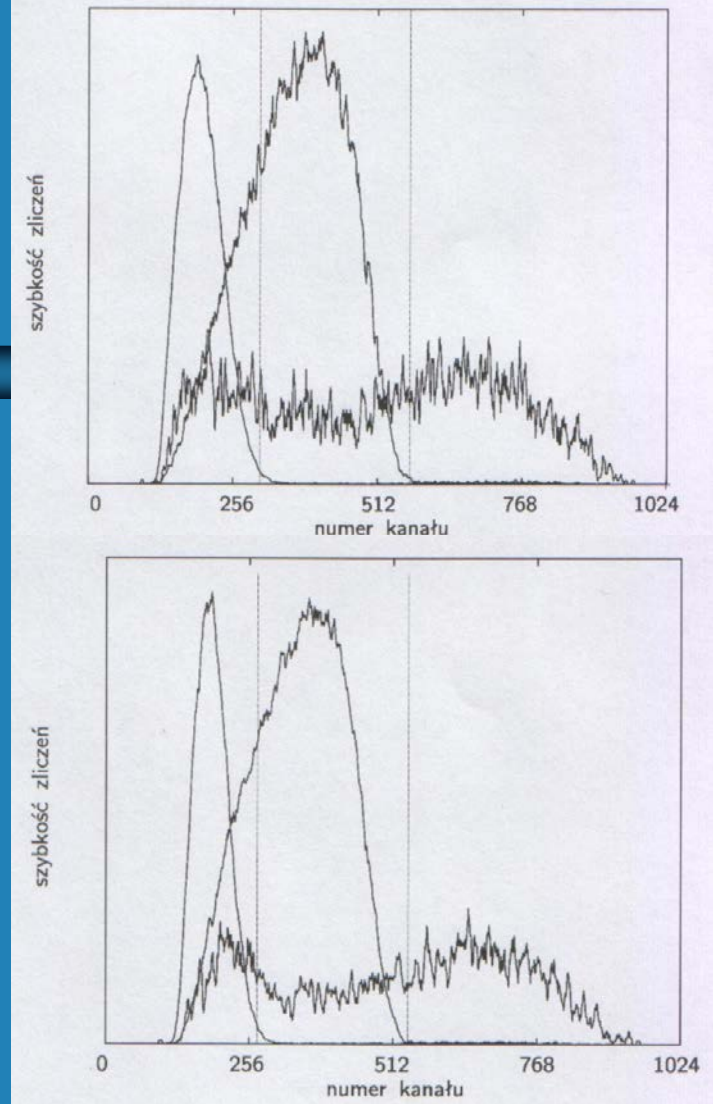
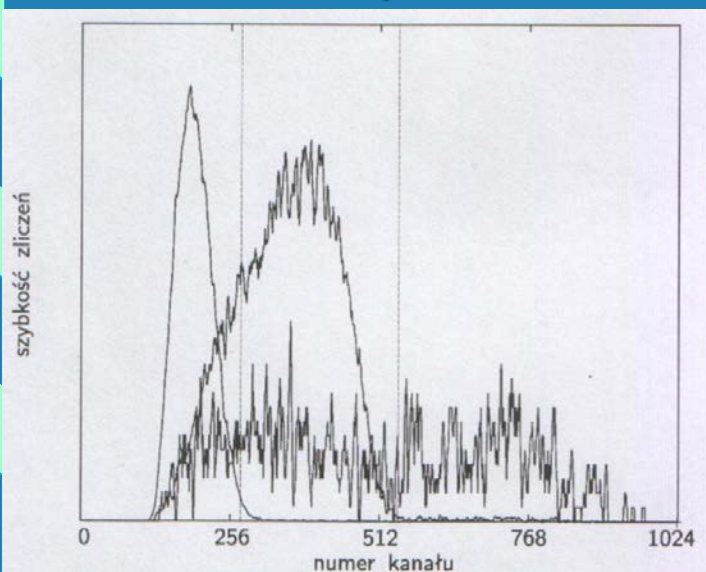
Schemat układów elektronicznej redukcji szumów oraz algorytm procedury pomiarowej

Rejestracja widma energetycznego cząstek β

Wykonywane pomiarów skrajnie niskich radioaktywności dla małych próbek pochodzących ze środowiska naturalnego wymaga zastosowania bardzo długich czasów pomiaru. Podczas pomiarów trwających kilka lub kilkanaście dni należy kontrolować wszystkie elementy mogące zmienić wydajność detekcji, np. natężenia promieniowania kosmicznego, ewentualna obecność radonu w próbce, zmiany temperatury otoczenia, skuteczność osłon, termiczne szумы fotopowielaczy. Do kontroli powyższych czynników jest wykorzystywana odpowiednia technologia oparta na wielokrotnie programowanych wielokanałowych analizatorach. Quantulus 1220 posiada dwa analizatory, przy czym każdy z nich zawiera 2×1024 kanały, natomiast zakres energii rejestrowanych β cząstek wynosi od 0 do 2 MeV. Analizatory mogą pracować w bezkierunkowym trybie pracy lub rejestrować widma w 8 oddzielnych oknach pomiarowych, które następnie są zapisywane na twardym dysku. Oprogramowanie komputera PC podłączonego do spektrometru pozwala także na statystyczną analizę wyników pomiarów, jak również na obliczanie wieku radiowęglowego, aktywności względnej i bezwzględnej, oraz wydajności detekcji. Do istotnych wad oprogramowania należy zaliczyć brak poprawki na efekt gaszenia scyntytacji. Rejestracja widma energetycznego:

Rozpad β zachodzący w próbce powoduje powstanie scyntytacji wewnątrz naczynia pomiarowego, a scyntytacji obserwowana przez dwa naprzeciwległe fotopowielacze pomiarowe zostaje w nich zamieniona na impulsy cyfrowe i zapisane w odpowiedniej części pamięci mikrokomputera wbudowanego w spektrometr.

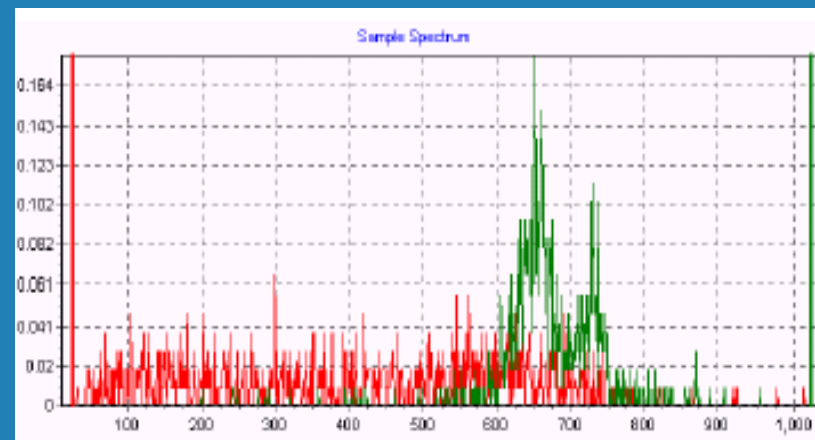
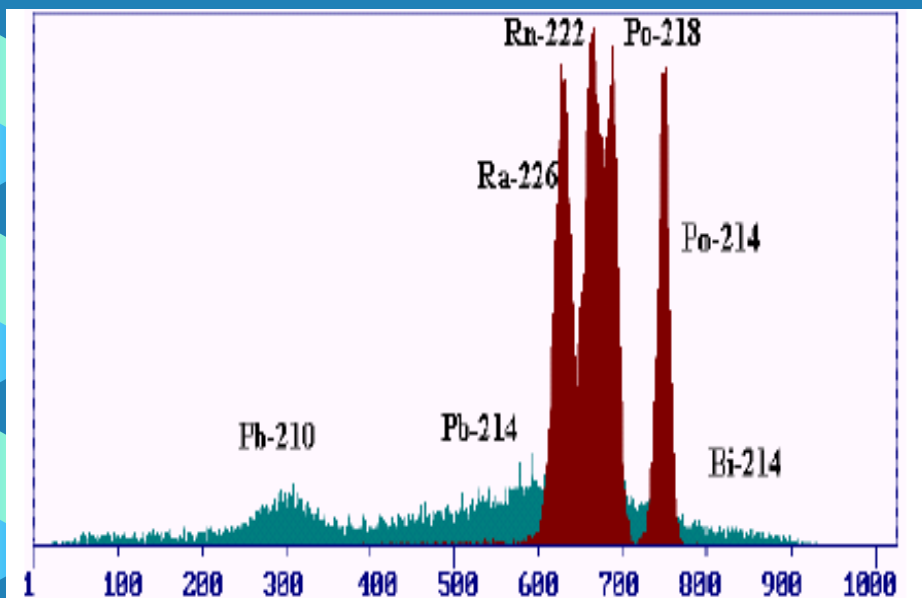
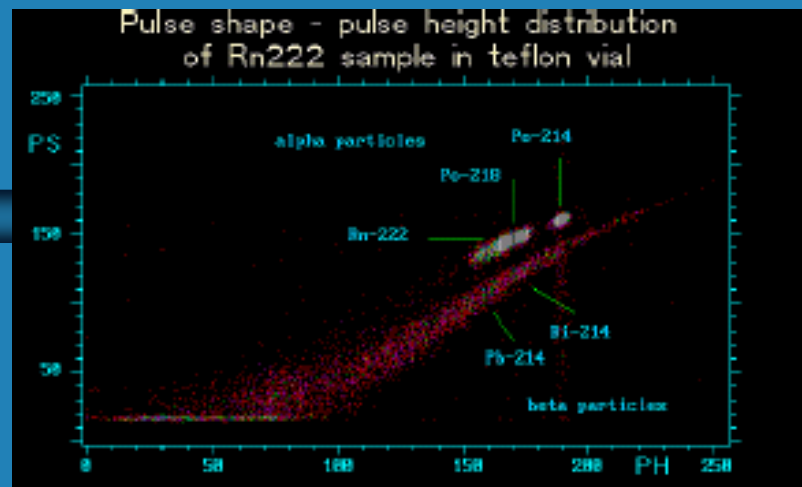
Pamięć przydzielona impulsom rejestrowanym przez fotopowielacz podzielona jest na dwie części zawierające po 1024 komórki. W jednej części zapisywane zostają impulsy odrzucone przez układ antykoincydencji z impulsami osłony aktywnej oraz układ PAC porównujący amplitudy impulsów pojawiających się jednocześnie na lewym i prawym fotopowielaczu i odrzucający impulsy dla których wartość bezwzględna różnicy amplitud nie mieści się w zadanym przedziale. W drugiej części zapisywane są impulsy nie odrzucone przez pow. układy oraz impulsy z układu antykoincydencji z zakłóceniami e/m o częstotliwości radiowej.



Szerokość okna pomiarowego dla geometrii naczyń i 2ml 3ml i 0.8 ml. Skala szybkości dla każdego z przedstawionych widm jest inna.

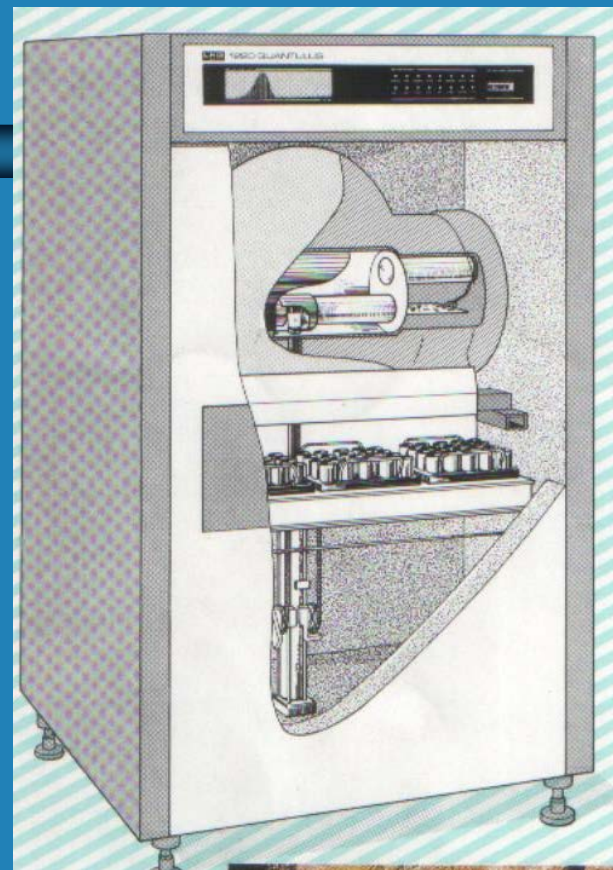
Analiza kształtu impulsów (PSA)

Analiza kształtu impulsów realizowana przez układ PSA jest przeprowadzana w celu separacji widm promieniowania α i β pochodzących od próbki zawierającej izotopy emitujące zarówno cząstki α jak i β . System PSA zapewnia dobrą redukcję tła z prawie 100% wydajnością dla pomiarów promieniowania α . Poniżej przedstawiono rozseparowane widmo dla próbki radonu w roztworze wodnym umieszczonej w naczynku teflonowym.



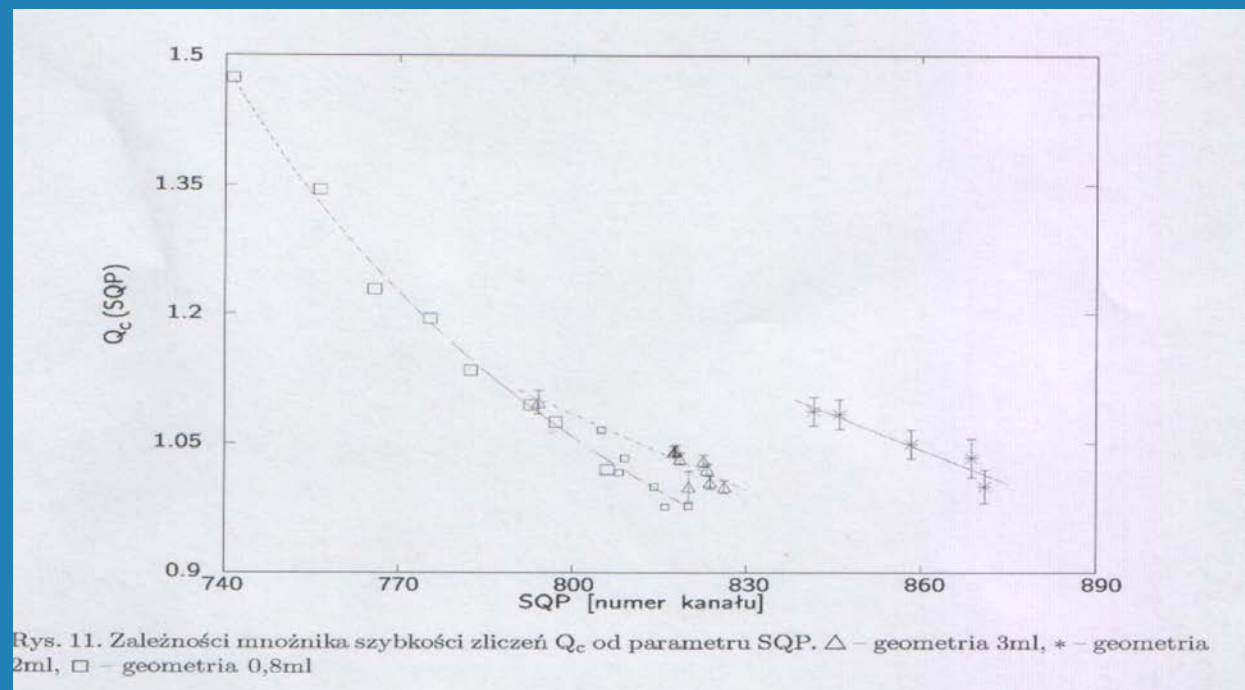
Automatyczny zmieniacz próbek

Fiolki pomiarowe z koktajlami scyntylacyjnymi są umieszczone w matrycach. W spektrometrze znajdują się 3 matryce 4x5 o pojemności 20 naczynek. Tace z naczyńkami są umieszczone z przodu urządzenia, poniżej osłon pasywnej i aktywnej. Kolejność w jakiej próbki będą umieszczane w liczniku nie jest z góry narzucona i może być dowolnie ustalona podobnie jak czas pomiaru dla danego koktajlu scyntylacyjnego. Naczynko z próbką jest wielokrotnie umieszczane w komorze detektora promieniowania β ponieważ pomiary przebiegają cyklicznie. Próbki są transportowane do komory pomiarowej w ustalonej kolejności. Po zakończeniu pierwszego cyklu rozpoczyna się kolejny aż do momentu zakończenia pomiarów. W jednym cyklu pomiarowym powinno się znajdować kilka próbek przeznaczonych do badań oraz próbki tła i wzorca aktywnego. Kilkadziesiątminutowy pomiar każdej próbki z pomiarem wzorca i próbki tła w jednym cyklu pozwala na precyzyjną kontrolę stabilności pracy urządzenia. Wymiana naczynek w komorze detektora jest przeprowadzana automatycznie, przy czym na czas wymiany wyłączane jest napięcie zasilające fotopowielacz. Po wprowadzeniu naczynia do komory włączane są jonizatory które rozładują el. scianki adapterów



Kontrola czystości próbek Wyznaczanie współczynnika gaszenia (SQP)

SQP (Spectrum Quenching Parameter) jest ważnym parametrem kontrolnym stosowanym podczas pomiaru. Parametr ten jest numerem kanału, powyżej którego znajduje się 1% widma elektronów Comptonowskich powstałych ns. rozpraszania promieniowania γ pochodzącego z zewnętrznego źródła ^{226}Ra . Źródło to przemieszczane jest pneumatycznie w pobliże naczynia pomiarowego na czas wyznaczania SQP. Wartość parametru SQP jest wskaźnikiem czystości próbki oraz występującego w niej zjawiska gaszenia scyntytacji.



BIBLIOGRAFIA

- Ω Jacek Pawlyta - *Zmiany koncentracji izotopu ^{14}C w latach 1964-1990 w laminowanym osadzie jeziora Gościąż* - rozprawa doktorska Politechnika Śląska 1999
- Ω <http://www.c14dating.com/quant.html>
- Ω http://www.ehs.psu.edu/radprot/LSC_Theory2.pdf
- Ω <http://www.amcrys-h.com/liquids.htm>