

REFERAT

pentru lucrarea de laborator

Verificarea legii lui Moseley prin fluorescență de raze X

Gheorghe CĂTA-DANIL*

Departamentul de Fizică, Universitatea *POLITEHNICA* din București

1. Scopul lucrării

Lucrarea își propune să familiarizeze studenții cu tehnica măsurării spectrometrice a razelor X, cu producerea lor prin procese de fluorescență induse de radiațiile γ , cu verificarea unei legi fundamentale din fizica atomică - legea lui Moseley. Metoda experimentală utilizată în lucrare este aceea a detecției cu cristal scintilator anorganic și "*analiză de amplitudine multicanal*". **Experimental**, se pune în evidență legea lui Moseley prin măsurarea energiilor $E_{K\alpha}$ pentru diverse materiale (valori Z diferite) iar din curba obținută se determină valoarea constantei Rydberg R .

Cunoștințe anterioare necesare: **Fizică:** noțiuni elementare de fizică atomică (modelul Bohr), fluorescența de raze X, proprietățile radiației fotonice (efectul fotoelectric extern, interacția radiației X cu substanța, unități de măsură utilizate în fizica atomică); **Metodică experimentală:** detectori cu scintilație, spectre energetice produse de detectorii de radiații ionizante, analiza multicanal, lanțuri spectrometrice de fotoni cu detectori scintilatori, incertitudinile (erorile) datelor experimentale, metoda celor mai mici pătrate.

2. Principiul experimentului

Fluorescența de raze X

Razele X sunt fotoni de radiație electromagnetică cu lungime de undă foarte mică (aproximativ între 10 nm și 10 pm) și energie mare (aproximativ între 100 eV și 100 keV). În spectrul electromagnetic, razele X sunt localizate între razele Ultraviolete (UV) și razele Gamma (γ). Razele X pot avea spectre energetice continue (radiație de frânare - bremsstrahlung, radiație de sincrotron etc. [1]) sau discrete (de linii). Una dintre modalitățile de producere a razelor X cu

* Revizia 2016 : S.L. Dr. Liliana PREDA, S.L. Dr. Sorin CIOBANU

spectru discret este prin tranzițiile electronilor între păturile interne ale atomilor. Pentru a avea loc acest proces trebuie ca, în atom, electronii să fie dislocați din păturile interne, producându-se astfel goluri care vor fi ocupate prin tranziții de către electroni din păturile superioare. În urma acestor tranziții se obțin raze X cu un spectru energetic discret, specific elementului chimic căruia îi aparține atomul (*razele X caracteristice*) în competiție cu electronii Auger [2].

Numele de ‘radiații X ’ este în general asociat fotonilor dacă sunt emiși de electroni liberi sau legați. Fotonii emiși direct ca urmare a unor tranziții nucleare se numesc radiatii γ chiar dacă energia lor este în domeniul convențional al radiatiilor X . În această lucrare de laborator electronii de pe păturile atomice interne sunt dislocați în urma interacției prin efect fotoelectric cu fotonii de radiație electromagnetică cu energie foarte mare (fotonii γ de energie 59,5keV) obținuți de la o sursă radioactivă (^{241}Am) prin tranzițiile nucleare între stările lor discrete (vezi anexa 1). **Procesul de emisie a razelor X caracteristice în urma iradierii cu fotoni de energie foarte mare (raze X dure și raze γ) se numește fluorescență de raze X .** Procesul poate fi indus atât fotoni energetici, cât și de particule încărcate cu energie mare care pot și ele să disloce electronii legați de pe păturile atomice interne, declanșând astfel emisia razelor X caracteristice (tehnicele *PIXE*). Fluorescența de raze X este un fenomen utilizat pe scară largă în analizele elementale.

Pentru razele X caracteristice au fost adoptate sisteme de nomenclatură în funcție de păturile atomice între care are loc tranziția care le generează. Cel mai comun sistem de notare al razelor X este prezentat schematic în figurile 1a și b.

Prin majusculile K, L, M, N corespunzătoare respectiv valorilor numărului cuantic principal $n=1,2,3,4$ sunt notate primele 4 nivele atomice (în imaginea simplă a modelului atomic Bohr).

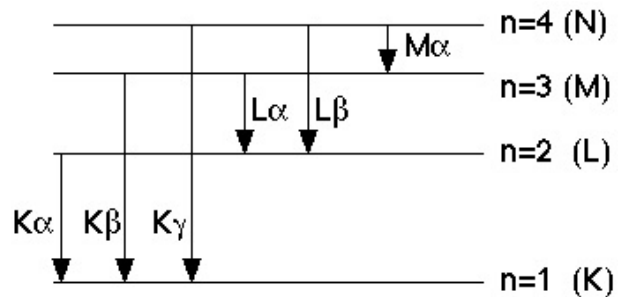
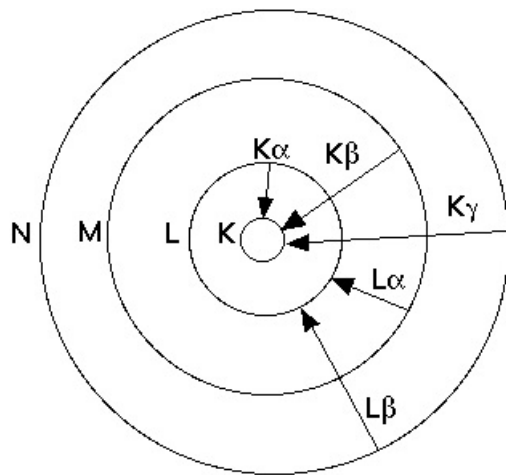


Fig. 1^o: Reprezentarea structurii unui atom conform modelului Bohr

Fig. 1b: Schema simplificată a nivelelor de energie a unui atom în modelul Bohr

Dacă fotonul γ scoate un electron din pătura K, golul care rămâne poate fi umplut prin tranziția unui electron din pătura L rezultând un foton X simbolizat prin K_{α} . Dacă golul este umplut de către un electron din pătura M, se produce un foton X simbolizat prin K_{β} iar dacă este umplut prin tranziția unui electron din pătura N se generează razele X notate prin K_{γ} . Dacă razele X sunt produse prin umplerea unui gol din pătura L se obțin razele X notate cu L_{α} , L_{β} , etc.

Energia razelor X caracteristice este egală cu diferența între energiile nivelelor atomice între care a avut loc tranziția electronică. Spre exemplu energia razelor K_{α} este:

$$E_{K_{\alpha}} = E_L - E_K$$

Ca regulă generală, prin umplerea unui gol de pe un anumit nivel prin tranzițiile electronilor de pe păturile superioare, se obțin raze X cu energii care cresc și intensități care scad rapid, pe măsură ce electronul care umple golul provine dintr-o pătură mai depărtată de pătura în care se află golul. Pentru liniile X din seria K ordinea energiilor și intensităților este

$$E_{K_{\alpha}} < E_{K_{\beta}} < E_{K_{\gamma}} \quad \text{respectiv} \quad I_{K_{\alpha}} \ll I_{K_{\beta}} \ll I_{K_{\gamma}}$$

Din acest motiv linia de fluorescență (picul experimental) care domină spectrele de raze X este K_{α} . Această linie va constitui obiectul determinărilor experimentale din prezenta lucrare de laborator.

Observație: Liniile razelor X au o structură fină datorită structurii corespunzătoare a nivelelor atomice. Pentru observarea acestei structuri trebuie utilizați detectori de înaltă rezoluție (e.g. detectori cu semiconductori). În lucrarea de față se utilizează detectori cu scintilație de tip $NaI(Tl)$ (iodură de sodiu dopată cu taliu) a căror rezoluție energetică nu permite observarea acestei structuri fine.

Legea lui Moseley

Energia de legătură a electronilor din păturile atomice interne crește cu numărul atomic Z (sarcina electrică a nucleului). La fel va crește cu Z și energia razelor X caracteristice, care va fi măsurată în acest experiment. **Dependența energiei razelor X caracteristice de numărul atomic Z a fost studiată sistematic pentru prima dată de fizicianul britanic Henry Moseley (1887-1915).** Această lege a avut un rol deosebit de important în demonstrarea experimentală a teoriei atomice a substanței (modelul Bohr), în ordonarea elementelor sistemului periodic și în prezicerea existenței mai multor elemente chimice necunoscute. Obținută inițial empiric, legea

* Revizia 2016 : S.L. Dr. Liliana PREDA, S.L. Dr. Sorin CIOBANU

lui Moseley stabilește o relație între numărul de undă al radiației emise ($\nu = \frac{1}{\lambda}$) și numărul atomic Z al elementului supus fluorescenței de raze X de forma generală:

$$\nu = R(Z - \sigma)^2 \left(\frac{1}{n^2} - \frac{1}{m^2} \right) \quad (1)$$

în care R este constanta Rydberg, n și m sunt numerele cuantice principale ale nivelelor între care are loc tranziția radiativă a electronului, iar σ este o constantă ce ține cont de ecranarea sarcinii nucleare de către electronii din păturile inferioare ale atomului. Pentru atomi complecși de tipul celor din această lucrare se consideră $\sigma=1$.

Aplicând relația (1) putem determina energia liniei K_α (E_{K_α}), pentru care $n=1$ și $m=2$, a unui atom descris de numărul atomic Z supus unei fluorescențe induse de raze X astfel:

$$E_{K_\alpha} = hc\nu = \frac{3}{4} h cR(Z - 1)^2 \quad (2)$$

în care $h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s} = 4,136 \cdot 10^{-15} \text{ keV}\cdot\text{s}$ este constanta lui Planck, c viteza luminii în vid, iar R este constanta Rydberg.

3. Aranjamentul experimental

Schița instalației experimentale este prezentată în Figura 2:

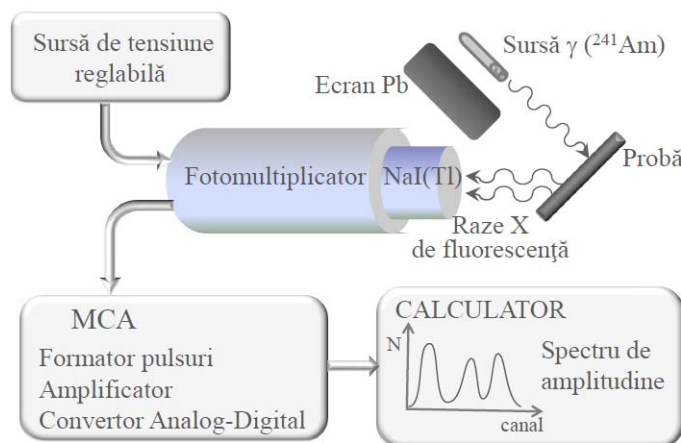


Figura 2: Schema montajului experimental pentru măsurători de fluorescență de raze X

iar fotografia instalației experimentale din laborator este următoarea:



Figura 3: *Fotografia dispozitivului experimental*

4. Procedura de măsurare

Înainte de începerea măsurărilor se vor identifica elementele dispozitivului experimental în conformitate cu figurile 2 și 3 verificându-se că sunt îndeplinite următoarele condiții:

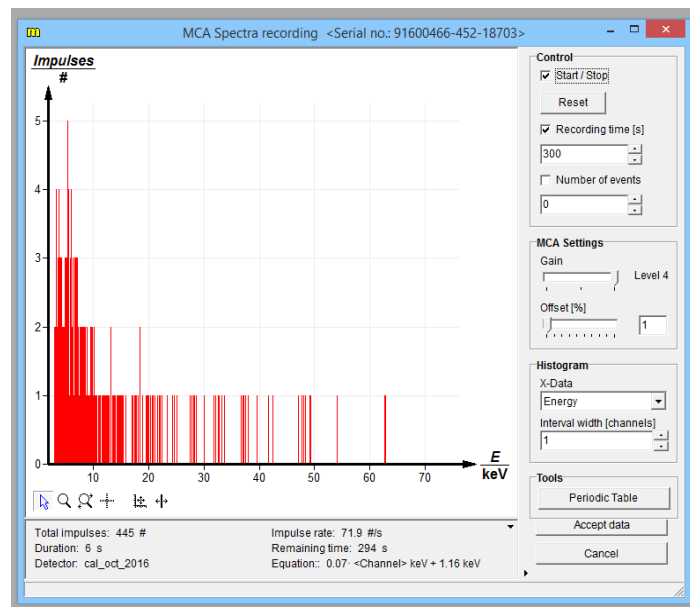


Figura 4.

- cablul de alimentare (în standard NIM) este corect conectat la sursa de tensiune și la fotomultiplicatorul sondei cu scintilație;
- potențiometrul de pe sursa de alimentare este pus la valoarea 2.00
- ieșirea din fotomultiplicator este conectată la intrarea în Analizorul Multicanal;
- -ieșirea din Analizorul Multicanal este conectat printr-un port USB la calculator;
- în calculator este pornit programul "*measure*" în care este selectată opțiunea "*MCA*" (Multi Channel Analyzer);

Procedura de măsură se derulează în următoarele două etape:

Etapa 1: Reglarea amplificării și calibrarea în energie a lanțului spectrometric de fotoni (anasmblul detector-fotomultiplicator- sursă de tensiune-Analizor Multicanal).

Pentru *reglarea amplificării*:

1. Din modul "*measure*" se selectează opțiunea "*Spectra recording*", se apasă butonul "*Continue*" și în fereastra de "Spectra recording" se alege "*Gain*" la "*Level 4*", "*Offset*" la 1% iar ca "x-Data" se alege "*Channel number*". (vezi fig. 4)
2. se plasează în orificiul cărămizii de plumb sursa de ^{241}Am astfel încât rata de numărare în detector să fie mai mică de 1000 counts/s.
3. Se reglează potențiometrul de pe sursa de alimentare a fotomultiplicatorului astfel încât picul cu energia de 59.5 keV din spectru să se deplaseze în partea dreaptă a spectrului (în jurul canalului 3500). **ATENȚIE! Toate aceste setări vor rămâne strict neschimbate de-a lungul întregului experiment !.**
4. Se comandă "*Cancel*" pentru a finaliza reglarea amplificării lanțului spectrometric și a trece la următorul pas.

Pentru a efectua *calibrarea în energie*, se vor înregistra fotonii γ emiși de sursele radioactive de ^{241}Am și ^{137}Cs cu scopul de a găsi corespondența între numărul canalului de amplitudine și energia corespunzătoare a fotonilor X și γ înregistrați.

1. Se activează din nou modul "*measure*" în care se selectează opțiunea "*MCA gauge*" și apoi "*Settings and Calibration*".
2. Apare pe ecran fereastra din figura 4 în care se fixează variabila "*Gain*" la "*Level 4*", "*Offset*" la 1% și "*Mode*" la "*2-point calibration*". În suportul de plumb rămâne fixată sursa de ^{241}Am .

3. Pe spectrul ce se înregistrează, se deplasează unul din cursoarele disponibile pe ecran (cu ajutorul mouse-ului) pe picul cu energia de 59.5 keV caracteristic sursei ^{241}Am și se scrie această energie în câmpul corespunzător.
4. Se îndepărtează sursa de ^{241}Am și se montează pe suportul de probe, sub detector sursa de ^{137}Cs .
5. Cu butonul "*Clear diagram*" se șterge spectrul și se măsoară spectrul sursei de ^{137}Cs apoi se deplasează cel de al doilea cursor pe picul de 32.2 keV caracteristic acestei surse și se scrie energia în câmpul corespunzător.
6. În final se apasă butoanele "*Apply*" apoi "*Save*" și se dă un nume pentru calibrarea făcută. Din acest moment, în grafic, pe axa orizontală va apărea energia (exprimată în keV).

ATENȚIE! Etapele de amplificare și calibrare pot fi sărite dacă se folosește fișierul de calibrare cal oct 2016 la o tensiune de 9,8kV aplicată pe detector.

Etapa 2: Înregistrarea spectrelor de raze X de fluorescență, induse de fotonii γ emiși de sursa radioactivă de ^{241}Am .

1. Se activează din nou modul "*measure*" în care se selectează opțiunea "***MCA gauge***" și apoi "***Settings and Calibration***". Pe ecran apare o fereastră în care se fixează variabila "*Gain*" la "***Level 4***", "*Offset*" la **1%** (vezi figura 4).
2. Se înregistrează un spectru pe o durată de măsură de 400s pentru fondul de radiație. La finalizarea achiziției de date să apasă butonul "***Accept data***" și se salvează fișierul obținut pe directorul student.
3. În orificiul din cărămida de plumb cu rol de protecție se plasează sursa de ^{241}Am (vezi fig. 3). Prin compararea cu spectrul obținut pentru fond, se verifică prin înregistrarea unui spectru că detectorul înregistrează foarte puțini fotoni de la sursa γ .
4. Se montează suportul pentru probe sub detector și în fața sursei astfel încât incidența fluxului de radiații γ de la sursă, pe probă să fie la aproximativ 45° . Pozițiile sursei și al suportului rămân fixe pe parcursul întregii măsurători.
5. Se plasează pe suport proba de analizat astfel încât să fie "văzută" de către fotonii γ emiși de sursa ^{241}Am și de către detector. Pentru probele de BaSO_4 și SnCl_2 timpul de măsură este de 300s, iar pentru cele metalice de 400s.
6. Spectrele măsurate se înregistrează cu funcția "***Accept data***".
7. După fiecare probă se șterge spectrul prin butonul "*Clear diagram*" și se reiau măsurătorile de la punctul 5 pentru toate probele de analizat.

Se vor efectua măsurători ale energiei picului K_{α} pentru probele puse la dispoziție de cadrul didactic, din care cel puțin 3 se vor folosi pentru verificarea legii Moseley și calculul constantei Rydberg, iar una va fi proba necunoscută a cărei compoziție se dorește a fi identificată.

5. Prelucrarea și interpretarea rezultatelor experimentale

Folosind fișierele salvate, se selectează fiecare spectru în parte și se realizează următoarele operații:

1. Din meniul ” *Analysis* ” se selectează și se aplică opțiunea “ *smooth* ” cu pragul de smoothing spre ‘ *strong* ’.
2. Din meniul ” *Analysis* ” se selectează și se aplică opțiunea “ *Peak analysis* ’, tolerance spre ‘ *high* ’. Bifând opțiunea “ *Visualise results* ” se obțin valorile maximelor locale marcate pe grafic.
3. Se identifică în spectru poziția picului dominant (K_{α}) și se citește energia corespunzătoare care se trece în Tabelul 1.

Tabelul 1:

Nr.	Elementul chimic	Număr atomic Z	Energia măsurată $E_{K_{\alpha}}$ [keV]	$(Z - 1)^2$
1				
2				
3				
N				

Utilizând datele din Tabelul 1 și o foaie de calcul excel (sau hârtie milimetrică) se reprezintă grafic legea lui Moseley plasând pe axa orizontală a graficului valorile lui $(Z - 1)^2$ și pe axa verticală energiile $E_{K_{\alpha}}$.

Se interpolează punctele experimentale cu o dreaptă. Precizia cu care punctele experimentale se așează pe această dreaptă este un indicator al validității legii Moseley pentru liniile K_{α} (relația (2)).

Din panta drepte, cunoscând valoarea constantei lui Planck:

$$(h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s} = 4,136 \cdot 10^{-18} \text{ keV}\cdot\text{s})$$

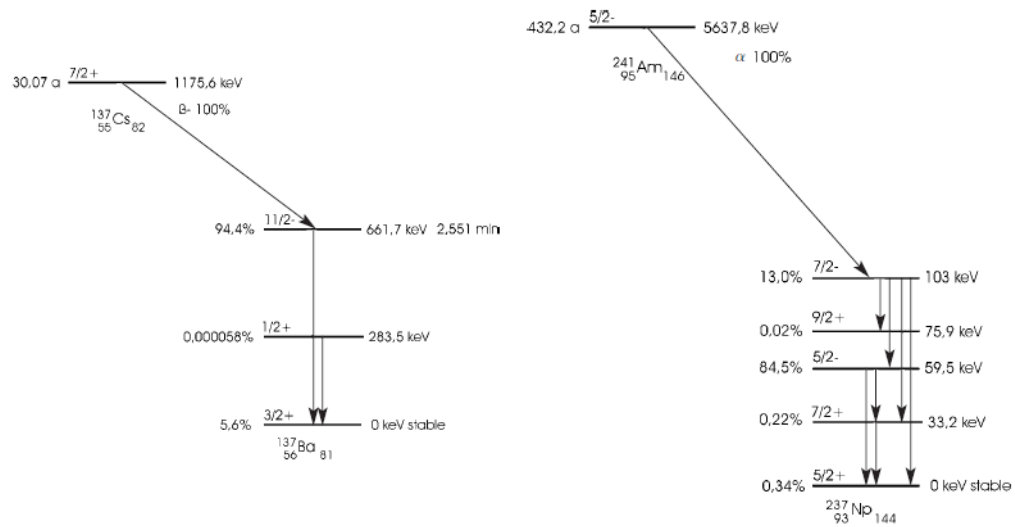
Se determină valoarea constantei Rydberg. Se va estima incertitudinea măsurătorii.

Folosind graficul realizat anterior și valoarea măsurată pentru energia $E_{K\alpha}$ a probei necunoscute (N) se va determina elementul chimic din care este alcătuită această probă. Pentru identificare, se va folosi tabelul periodic al elementelor din anexa 2.

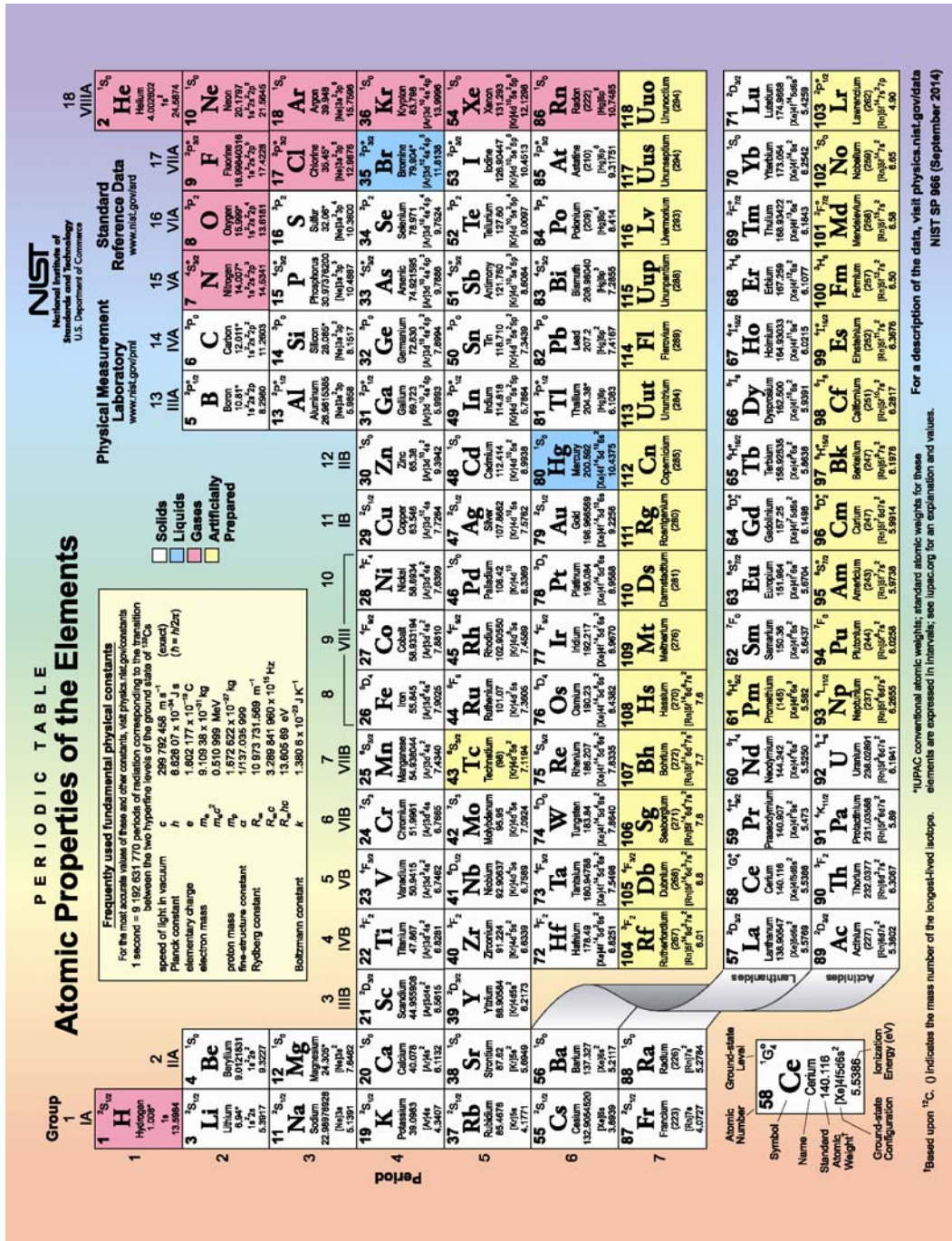
6. Referințe bibliografice

<http://www.phywe.com> , lucrarea: P2524715

Anexa 1: Schemele de dezintegrare ale nucleelor din sursele de $^{137}_{55}\text{Cs}$ și $^{241}_{95}\text{Am}$



Anexa 2: Tabelul periodic al elementelor conform <https://www.nist.gov/pml/periodic-table-elements>



* Revizia 2016 : S.L. Dr. Liliana PREDA, S.L. Dr. Sorin CIOBANU