Univerzita Palackého v Olomouci

Přírodovědecká fakulta

Katedra experimentální fyziky

Nanotechnologie



Bakalářská práce

Charakterizace detekčních ztrát a jejich

optimalizace v ⁵⁷Fe Mössbauerově spektroskopii

Vypracovala: Sabina Malecová

Vedoucí práce: Mgr. Petr Novák, Ph.D.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem předloženou práci vypracovala samostatně pod vedením Mgr. Petra Nováka, Ph.D. a že jsem užila zdrojů, které cituji a uvádím v seznamu použitých zdrojů.

V Olomouci dne:

Podpis autora:

Poděkování

Ráda bych poděkovala vedoucímu práce Mgr. Petru Novákovi, Ph.D. za cenné rady a informace při psaní práce a za mnoho hodin strávených v laboratoři. Dále bych ráda poděkovala Mgr. Milanu Vůjtkovi, Ph.D. za seznámení a vysvětlení ovládání naprašovačky, pomocí které probíhala příprava vzorků. V neposlední řadě bych ráda poděkovala Mgr. Vlastimilu Vrbovi a Mgr. Josefu Koppovi za cenné připomínky během psaní práce. Také bych ráda poděkovala rodině za podporu během psaní práce.

Bibliografická identifikace:

Jméno a příjmení autora:	Sabina Malecová				
Název práce:	Charakterizace detekčních ztrát a jejich				
	optimalizace v 57Fe Mössbauerově spektroskopii				
Typ práce:	Bakalářská				
Pracoviště:	Katedra experimentální fyziky				
Vedoucí práce:	Mgr. Petr Novák, Ph.D.				
Rok obhajoby práce:	2018				
Abstrakt:	Cílem práce bylo charakterizovat ztráty užitečného				
	gama záření vlivem absorpce gama záření v látce				
	a navrhnout případná vylepšení. Nejprve byly				
	určeny prvky v detekční trase, které pohlcují část				
	užitečného gama záření. Jedná se o vstupní				
	aperturu detektoru, zabalení a fixaci vzorku.				
	U všech prvků byl změřen podíl absorbovaného				
	gama záření. V práci jsou následně navržena nová				
	řešení počítající s materiály s nižší absorpcí záření				
	gama. Aplikace navrhovaných řešení povede				
	k zefektivnění měření na Mössbauerově				
	spektrometru.				
Klíčová slova:	Mössbauerova spektrometrie, kapton, absorpce				
	gama záření v látce				
Počet stran:	41				
Počet příloh:	3				
Jazyk:	Český				

Bibliografic identification

Author's first name and surname:	Sabina Malecová			
Title:	Characterization of detection losses and their			
	optimization in 57Fe Mössbauer spectroscopy			
Type of thesis:	Bachelor			
Department:	Department of Experimental Physics			
Supervisor:	Mgr. Petr Novák, Ph.D.			
The years of presentation:	2018			
Abstract:	The aim of this thesis was to characterize the			
	losses of useful gamma radiation due to			
	absorption in materials. Firstly, all absorbing			
	elements in the trajectory of the gamma radiation			
	were determined. These are detector input			
	aperture, packing and fixation of the sample. The			
	ratio of absorbed gamma radiation was measured			
	for all the elements. New solutions using materials			
	with lower absorption of gamma radiation are			
	suggested in the thesis. Application of the			
	suggested improvements would lead to higher			
	effectivity of Mössbauer spectroscopy			
	measurements.			
Keywords:	Mössbauer specrtoscopy, kapton, absorption of			
	gamma radiation in the substance			
Number of pages:	41			
Number of appendices:	3			
Languages:	Czech			

Obsah

1.	Úvo	d7	7
2.	Mös	sbauerova spektroskopie	3
3.	Dete	ektory gama záření pro MS 12	2
3	.1.	Plynový detektor	2
3	.2.	Scintilační detektor 14	1
3	.3.	Polovodičový detektor	5
4.	Amp	plitudová analýza17	7
4	.1.	Jednokanálová analýza17	7
4	.2.	Mnohokanálová analýza18	3
5.	Met	ody přípravy a charakterizace tenkých vrstev19	9
5	.1.	Naprašování tenkých vrstev19	9
6.	Abso	prpční vlastnosti materiálu 21	1
6	.1.	Experimentální uspořádání 21	1
6	.2.	Měření jednotlivých materiálů 22	2
6	.3.	Měření používaných materiálů 23	3
6	.4.	Měření nových materiálů 24	1
7.	Náv	rh na uchycení vzorku pro MS 29	9
8.	Závě	ér	1
Pou	žitá li	teratura	5
Přílo	ohy:		7

1. Úvod

Tato bakalářská práce je zaměřena na charakterizaci detekčních ztrát užitečného gama záření v Mössbauerově spektroskopii. K těmto ztrátám dochází vlivem absorpce gama záření v látce. Během práce se také seznámíme s dalšími typy detektorů záření gama jako je scintilační, plynový a polovodičový detektor. Poté bude popsán proces nanášení tenkých vrstev a zaměříme se na absorpční vlastnosti materiálů použitých v trase svazku. Dále bude popsána sestava pro analýzu absorpce záření gama.

V trase záření Mössbauerova spektrometru se nachází několik technologických prvků (plastová kapsle, vážící papírek, parafilm a černý papír, popřípadě hliníková folie). Pro měření bude využito experimentální uspořádání zářič, absorbér, detektor a čítač.

Práce je zaměřena především na uchycení vzorku v kapsli a vstupní aperturu detektoru. Tyto prvky zajišťují pevné a jednoduché zajištění vzorku a zamezují vstupu viditelného záření do detektoru.

Vzorky pro Mössbauerovu spektroskopii jsou většinou práškového typu, a proto je nutné je zafixovat. K tomu se využívá vážící papírek a parafilm. Následně se vzorek vkládá do kapsle, aby byl zajištěn ve stálé poloze.

Pro experimenty byl využit scintilační detektor s NaI:Tl krystalem a zářičem ⁵⁷Co. Pomocí tohoto detektoru bude studována absorpce užitečného gama záření v těchto materiálech. Následně budou navrženy vhodnější materiály pro zefektivnění měření využívající Mössbauerův spektrometr.

Cílem bakalářské práce je charakterizovat ztráty signálu a vybrat materiály s vhodnějšími vlastnostmi jak pro vstupní aperturu, tak pro fixaci studovaného materiálu. Pro vstupní aperturu budeme hledat materiál s minimální absorpcí gama záření a vysokou odrazivostí viditelného záření. Dále je kladen důraz na mechanické vlastnosti materiálu (např. pevnost a stálost materiálu). Pro fixaci studovaného materiálu se pokusíme o to, aby se v detekční trase nacházelo co nejméně materiálu a tím se snížila nežádoucí absorpce gama záření v látce.

2. Mössbauerova spektroskopie

Mössbauerova spektroskopie je založena na jevu objeveném Rudolfem Mössbauerem v roce 1958. Podstatou tohoto jevu je bezodrazová absorpce nebo emise gama záření atomových jader pevných látek, kdy se energie vzniklá zpětným rázem předá krystalu, ve kterém je vázáno vyzařující jádro. Energie ze zpětného rázu je zanedbatelná a prakticky veškerá energie je emitovanou energií záření gama. Mössbauerův jev je možné pozorovat pouze na jádrech isotopů, které přechází z excitovaného do základního stavu přímým přechodem gama. [1], [4]

Měření v předkládané práci jsou prováděna na izotopu ⁵⁷Fe Tento izotop se běžně vyskytuje v železo obsahujících materiálech. V tab. 1 je zobrazen procentuální podíl izotopů, které jsou stabilní a vyskytují se v železe. Obsah isotopu ⁵⁷Fe v přírodním železe je 2,2 %. Je také možné železo obsahující materiály tímto isotopem obohacovat. Železo je využíváno pro výrobu většiny základních technických prostředků používaných člověkem, např. oceli a litiny. Dále se železo využívá pro vytváření různých sloučeniny a v neposlední řadě je také velmi významným biogenním prvkem, v organismu. Navíc má výborné magnetické vlastnosti. Z těchto důvodů se Mössbauerova spektroskopie zaměřená na tento isotop stala velmi rozšířenou. [16]

Izotop	Výskyt [%]	Poločas rozpadu		
⁵⁴ Fe	5,80	3,1 · 10 ²² let		
⁵⁶ Fe	91,72	Stabilní s 30 neutrony		
⁵⁷ Fe	2,20	Stabilní s 31 neutrony		
⁵⁸ Fe	0,28	Stabilní s 32 neutrony		

Tab. 1: Čtyři izotopy obsažené v přírodním železe (převzato [16])

Zdrojem gama záření pro Mössbauerovu spektroskopii ⁵⁷Fe je ⁵⁷Co, tento isotop přechází záchytem elektronu z ⁵⁷Co na ⁵⁷Fe. Isotop železa se po přeměně nachází v excitovaném stavu. Poté ⁵⁷Fe vyzáří fotony o energii 14,4 keV s 10 % pravděpodobností a s 90 % pravděpodobností svoji energii předá elektronovému obalu, toto je doprovázeno výletem elektronu z K slupky, na jehož místo může přejít elektron z L slupky, což je doprovázeno rentgenovým zářením a může dojít k dalším emisím elektronů z vyšších slupek. Toto je zobrazeno na obr. 1. Detekce různých typů

sekundárních záření dovoluje provádět měření Mössbauerových spekter z povrchových vrstev o různé tloušťce. [10]



Obr. 1: Přechod excitovaného jádra ⁵⁷Fe do základního stavu (převzato z [10]).

V Mössbauerově spektroskopii se nejčastěji využívá metody transmisní (obr. 2), která je mimo jiné závislá na Dopplerově jevu. Dopplerův jev vzniká nenulovou vzájemnou rychlostí vysílače a přijímače a popisuje změnu frekvence a vlnové délky přijímaného oproti vysílanému signálu. Pohybující se zářič obsahuje excitovaná jádra, která přechází do základního stavu. V závislosti na rychlosti se vlivem zmíněného Dopplerova jevu mění vyzářená energie emitovaných fotonů záření gama. Emitované záření dopadá na absorbér a je absorbováno, případně projde do detektoru. Využití má pro přesné měření malých změn energií v jádrech, atomech a krystalech. [2], [3]



Obr. 2: Schéma transmisního Mössbauerova spektrometru (převzato z [2]).

Na obr. 2 je znázorněno schéma transmisního Mössbauerova spektrometru. Signál z detektoru je dále zpracováván pomocí elektroniky a výsledkem měření je Mössbauerovské spektrum, které vyjadřuje závislost relativní transmise záření gama na dopplerovské rychlosti. Mössbauerovo spektrum popisuje elektromagnetické interakce s okolními elektrony a ionty. Tyto interakce se nazývají hyperjemné a jsou příčinou změny atomových i jaderných energetických hladin. Veličiny získané z těchto spekter jsou závislé na elektronové struktuře látky a na vlastnostech jádra. To umožňuje aplikace v jaderné fyzice, chemii a biofyzice. [1], [2]

Hyperjemné interakce můžeme rozdělit na monopolní interakce, kvadrupólové interakce a magnetické dipólové interakce.

Monopolní interakce je coulombovskou interakcí mezi protony a s-elektrony. Popisuje valenční, spinový stav a vlastnosti chemické vazby (např. její kovalentnost a elektronegativitu).

Kvadrupólová interakce je interakcí mezi kvadrupólovým momentem jádra a nehomogenním elektrickým polem. To vyvolává kvadrupólové štěpení. Pomocí této interakce zjišťujeme lokální symetrii okolí mössbauerovského jádra, valenční, spinový stav a charakter chemické vazby.

Magnetická dipólová interakce je interakcí mezi magnetickým dipólovým momentem jádra a magnetickým polem, takto vzniká hyperjemné magnetické pole. Tato interakce podává informace o magnetickém chování a teplotě magnetických přechodů. [2]

Mössbauerovou spektroskopií je možné měřit ve velkém teplotním rozsahu. Z tohoto důvodu je nutné pro dosažení vysokých nebo nízkých teplot zařadit do měřicí sestavy buď vysokoteplotní pec nebo nízkoteplotní kryostat. Na tyto komponenty má Mössbauerova spektroskopie specifické požadavky. Těmi jsou: rychlé ohřátí nebo

zchlazení na danou teplotu, stabilita teploty v čase, minimální teplotní gradient na vzorku, přesnost měření teploty, propouštění gama záření dostatečné intenzity. Další požadavek na experimentální sestavu je možnost předání mechanického pohybu zářiči nebo absorbéru. Popřípadě je možné, že vyžadujeme rozdílnou teplotu zářiče a absorbéru. [10]

Pro získávání nízkých teplot se využívá převážně následujících metod. Přímé ponoření vzorku do chladícího media, kontaktní chlazení vzorku a chlazení vzorku proudem chladného plynu. Pro přímé ponoření vzorku je nutné, aby předpokládaná teplota ochlazení vzorku byla stejná jako chladícího media. Při kontaktním chlazení vzorku je vzorek umístěn v držáku a druhý konec držáku je v kontaktu s chladícím mediem. Dochází k výměně tepla mezi vzorkem a držákem a regulovat je můžeme pomocí teploty držáku. U chlazení vzorku proudem chladného plynu je vzorek v přímém kontaktu s chladným plynem. Teplotu vzorku je možné regulovat pomocí rychlosti proudu a teploty plynu. Touto metodou je možné zmenšit teplotní gradient, který pro Mössbauerovu spektroskopii není vhodný. Tyto metody získávání nízkých teplot je možné také kombinovat. [5], [6], [10]

Pro dosažení vysokých teplot se využívá elektro ohřev. Pro různé druhy vzorků se komory mohou plnit plynem nebo se evakuují. Převážně pro teploty 400-700 °C se komory plní vzácnými plyny nebo dusíkem. Pro teploty vyšší se využívá evakuovaných komor. [6], [10]

Z pohledu stávající práce je nutné se zaměřit na materiály, které jsou odolné proti vysokým i nízkým teplotám a zároveň nebudou absorbovat užitečné gama záření.

3. Detektory gama záření pro MS

Gama záření můžeme detekovat různými fyzikálními metodami za využití přístrojové techniky. Pomocí různých typů detektorů zjišťujeme vlastnosti záření gama. Postupně si uvedeme několik základních typů detektorů, které mohou být využity pro měření v Mössbauerově spektroskopii se zaměřením na jejich konstrukční vlastnosti, parametry a využití. Text v kapitole následuje zdroje [7], [8], [9].

3.1. Plynový detektor

Konstrukčně nejjednodušší typ elektronického detektoru ionizačního záření. Jedná se o ionizační komoru, která využívá ionizační účinky na látku. Ionizační komora je tvořena katodou vyplněnou inertním chemicky stabilním plynem a napnutou anodou uvnitř. Jako plynová náplň je zpravidla použit argon, krypton nebo xenon. Mezi katodou a anodou bývá napětí o velikosti stovek až tisíců voltů. Bez přítomnosti záření soustavou neprochází proud z důvodu nevodivosti plynu. Po průchodu ionizujícího záření se vyrazí z atomů plynu elektrony a vytváří se kladné ionty. Elektrony vlivem elektrického pole jsou přitahovány k anodě a ionty se začnou přesouvat ke katodě. V této chvíli obvodem začne protékat slabý elektrický proud. Tento proud, který vznikl mezi elektrodami je přímo úměrný intenzitě ionizujícího záření a uvádí se v jednotkách intenzity záření nebo dávkového příkonu. Tímto způsobem je možné převést neviditelné ionizující záření na detekovatelnou velikost elektrického proudu, který prochází obvodem ionizační komory. Na obr. 3. je fungování plynového detektoru schématicky znázorněno. Nedokonalost této soustavy spočívá v tom, že proud, který protéká ionizační komorou je slabý, a tedy i ionizační komora má nízkou citlivost. Výhodné je však tuto soustavu využít pro detekci vysokých intenzit ionizujícího záření, kde je stále zajištěna lineární závislost proudu. Ionizační komora má tedy dobrou linearitu odezvy na intenzitu ionizačního záření v širokém rozsahu. Z tohoto důvodu je možné využít tyto detektory pro měření rozložení intenzity ve svazcích záření v radioterapii a své nejčastější využití má v dozimetrii. V Mössbauerově spektrometrii je využíván při měření v magnetickém poli.

Speciálním typem plynových detektorů je Geiger – Müllerův detektor. Jedná se o ionizační, vzduchotěsně uzavřenou komoru, naplněnou plynem o tlaku nižším, než je tlak atmosférický. Elektrody jsou zapojené k elektrickému obvodu o napětí

většinou od 600 V do 1000 V v tzv. Geigerově režimu. Geigerův režim se používá pro získání vysokých zisků řádově 10⁵-10⁶. V tomto režimu se využívá napětí, které je těsně nad hranicí průrazového napětí. A spustí se lavinová reakce. Po vniknutí fotonů ionizujicího záření nastane v plynu ionizace a to způsobí, že se elektrony budou pohybovat k anodě a kationty ke katodě. Elektrony mají v plynu takovou kinetickou energii, že jsou schopny vyrazit z atomů plynu další elektrony. Je to způsobeno tím, že je plyn buďto zředěný nebo je v obvodu nízké napětí, proto mají elektrony tzv. střední volnou dráhu dlouhou a získají kinetickou energii dostatečně velkou pro vyrážení sekundárních elektronů. Každý primární elektron vyrazí až 10¹⁰ sekundárních elektronů. Při této reakci vznikne v prostoru mezi elektrodami samovolný výboj. V této chvíli projde obvodem silný proudový impuls, čímž vznikne i na pracovním odporu vysoký napěťový impuls, který je veden za pomocí kondenzátoru k elektronické jednotce. A převedením na elektronický impuls byly fotony ionizujícího záření detekováno. Během výboje nelze detekovat další částice, a proto se jej snažíme co nejdříve přerušit, jedná se o tzv. mrtvou dobu detektoru. Pro přerušení výboje potřebujeme snížit napětí v obvodu, aby se snížila produkce sekundárních elektronů. To se uskuteční úbytkem napětí na vysokém pracovním odporu. Dále je třeba do plynové náplně přidat zhášecí látku, aby se absorbovaly fotony UV záření a nedocházelo k vyrážení dalších elektronů z katody. Geiger-Müllerův detektor je vhodnější pro detekci záření α , kdy se jeho účinnost blíží ke 100 %. Pro záření y je jeho účinnost velmi nízká, toto záření projde plynem bez interakce a jsou detekovány až tehdy, kdy interaguje se stěnami detekční trubice. Jeho účinnost se pohybuje mezi (0,1-10) %. I přesto jsou, ale Geiger – Müllerovy detektory významné pro jadernou a radiační fyziku. Dnes jsou Geiger – Müllerovy detektory používány především pro jednoduchost při méně náročnějších měřeních. Pro měření, která si vyžadují mnohem větší přesnost byly nahrazeny detektory scintilačními a polovodičovými.



Obr. 3: Schéma ionizační komory (převzato z [8]).

3.2. Scintilační detektor

Scintilační detektor je zařízení, které detekuje ionizační záření. Je založen na vlastnostech některých látek reagovat scintilacemi na pohlcení fotonů ionizujícího záření, které jsou registrovány na fotonásobiči. Fotonásobič je složen z fotokatody, dynod a anody. Za pomocí ionizujícího záření se z krystalu vyzáří fotony viditelného záření, které dopadají na fotokatodu, kde za působení fotoelektrického jevu vyrazí několik elektronů. Ty jsou přitahován k první dynodě a při dopadu vyrazí 2 nebo více sekundárních elektronů, které jsou přitahovány k následující dynodě a celý proces se znovu opakuje. Na dynodách je postupně zvyšováno napětí v řádu 100 V. Tímto způsobem se postupně zvyšuje počet elektronů a na anodu dopadne kolem 10⁵-10⁸ elektronů, které vyvolají dobře měřitelný elektrický impuls. Impuls je veden dále na zesilovač a elektroniku k dalšímu zpracování. Schéma scintilačního detektoru je zobrazeno na obr. 4. Jeho využití je například v dozimetrii, nukleární medicíně pro měření radioaktivity především tzv. radiofarmak, aktivity biologických materiálů nebo v našem případě Mössbauerově spektroskopii. Základními fyzikálními parametry, které charakterizují scintilační materiál jsou konverzní účinnost, což je podíl využité energie k energii do procesu vstupující, udává se v procentech. Dalším parametrem je luminiscenční spektrum to popisuje vlnovou délku emitovaného spektra. Scintilační dosvit, tedy doba trvání scintilace. Jedná se o parametr, který se podílí na rychlosti scintilační detekce, může navyšovat mrtvou dobu detektoru. Hustota scintilačního materiálu je důležitý parametr právě v oblasti detekce γ-záření. Energetické rozlišení je schopnost rozlišit dva fotony γ-zářením s blízkými hodnotami energie. Vnitřní rozlišení závisí na světelném výtěžku scintilátoru a na nelinearitě scintilační odezvy pro různé energie elektronů. Příznivé vlastnosti scintilačního detektoru jsou krátká mrtvá doba a vysoká detekční účinnost.

Scintilátory dělíme na anorganické a organické. Organické scintilátory jsou vhodné k detekci alfa a beta záření. Jedná se například o naftalen, který emituje scintilační záření o velmi krátké době záblesku. Důležitou organickou scintilační látkou je antharacen, který se používá pro porovnávání vlastností všech ostatních scintilačních krystalů. Tyto materiály si zachovávají vlastnosti i po rozpuštění v organických rozpouštědlech. Pro anorganické krystaly, kterými detekujeme záření γ, se nejčastěji používá jodid sodný aktivovaný thaliem (Nal(TI)). Pro obecnou detekci záření γ se používají válcové scintilační krystaly o průměru 2-7 cm a výšky 2-8 cm. Pro detekci měkkého záření γ použijeme tenké krystaly o tloušťce 1-5 mm s tenkým aluminiovým okénkem. Pomocí tloušťky krystalu lze řídit citlivost na konkrétní energie.

V Mössbauerově spektroskopii se používají velmi tenké krystaly pro eliminaci energii 122 keV. Scintilátor je umístěn v světlotěsném pouzdře. Fotony ze scintilačních záblesků jsou emitován do všech směrů, proto jsou vnitřní stěny pouzdra opatřeny reflexní vrstvou, která odráží fotony na fotokatodu fotonásobiče. Aby se předešlo ztrátám, které by mohly vzniknout mezi scintilátorem a fotonásobičem je tento prostor vyplněn světlovodným materiálem.



Obr. 4: Schéma scintilačního detektoru (převzato z [8]).

3.3. Polovodičový detektor

Mechanický princip fungování polovodičových detektorů a ionizační komory je podobný, ale pro polovodičové detektory nevolíme plyn, ale vhodný polovodičový materiál.

Polovodičový detektor má v závěrném směru velký odpor, a proto neprotéká obvodem žádný proud. Pokud do vrstvy bez volných nosičů náboje vniknou fotony ionizujícího záření, elektrony přeskočí do vodivého pásma a vzniknou zde elektron – děrové páry. Elektrony se budou pohybovat k anodě a elektrickým obvodem projde proudový impuls, na odporu dojde k úbytku napětí a kondenzátor přivede elektrický impuls na předzesilovač. Amplituda impulsu na výstupu zesilovače je přímo úměrná energii detekovaného náboje. Pro vyhodnocování impulsů je stejně jako u scintilačních a plynových detektorů vhodná amplitudová analýza. Schéma polovodičového detektoru je zobrazeno na obr. 5. Polovodičové detektory pro záření v mají až 30krát lepší energetickou rozlišovací schopnost než scintilační detektory. Oproti scintilačním detektorům však mají delší mrtvou dobu. Další zásadnější negativní vlastností je, že polovodičové detektory je nutné chladit na teplotu kapalného dusíku. Z důvodu potlačení šumu a snížení závěrného proudu. Pokud chceme detektor využívat pro nízké energie je třeba chladit i předzesilovač. Polovodičové detektory mají využití všude, kde je zapotřebí vysoké energetické rozlišovací schopnosti např. v oblasti neutronové aktivační analýzy, rentgen – fluorescenční analýzy, při zjišťování radionuklidů v ekologii nebo pro měření radionuklidové čistoty preparátů.



Obr. 5: Schéma polovodičového detektoru (převzato z [8]).

4. Amplitudová analýza

Text v kapitole následuje zdroje [10], [11], [12].

Amplitudový analyzátor je elektronický obvod, který propouští pouze ty impulsy, jejichž energie leží v nastavitelném rozmezí mezi horní a dolní diskriminační hladinou (diskriminační okno). Toto rozmezí je také možné nazývat kanál. Amplitudový analyzátor se skládá ze dvou diskriminátorů. První diskriminátor je nastaven na hodnotu dolní hladiny a druhý na horní. Zaznamenán bude pouze impuls, který má hodnotu vyšší než dolní hladina a nižší než horní diskriminační hladina. Pokud přijde impuls, který má hodnotu nižší, než je hodnota dolní hladiny, nebo pokud má hodnotu vyšší, než je hodnota horní hladiny nebude registrován. Princip fungování je zobrazen na obr. 6a.

Nastavení těchto hladin probíhá buďto digitálně, případně pomocí potenciometrů. Amplitudový analyzátor je možné použít jako čítač v případě nastavení základní úrovně v oblasti fotopíku a kolem něj vytvořit interval. Impulsy jsou zaregistrovány v čítači a naměřený počet impulsů je úměrný počtu impulsů detekovaného záření.

Pro amplitudovou analýzu se používají dva druhy zařízení: jednokanálový a mnohokanálový analyzátor v PHA módu. V následujících odstavcích budou tyto dva typy popsány.

4.1. Jednokanálová analýza

Jednokanálový analyzátor (zkratka SCA pochází z anglického single channel analysis) je zařízení, které vybírá impulsy v závislosti na amplitudě. Někdy se taky nazývá diferenciální diskriminátor. Skládá se ze dvou komparátorů a logického hradla, dále může obsahovat čítač pulzů a komunikační rozhraní, případně vypisuje počet čítaných detekcí na displej. Schéma možného zapojení zobrazuje obr. 6b.

Takové měření je časově náročné, protože jsou pulzy detekovány samostatně v každém měřeném diskriminačním okně. Z tohoto důvodu narůstá doba měření.

4.2. Mnohokanálová analýza

Multikanálový analyzátor (MCA z anglického multi channel analysis) je zařízení, kterým je možné měřit rozložení amplitud vstupních signálů složených z impulsů. Slouží k rekonstrukci periodických signálů, korelační analýze a k měření amplitudových rozdělení impulsů. Sestava je složena z paměti, aritmetického registru a adresovaného registru. Pokud přijde platný pulz v daném intervalu amplitud, je zvolena příslušná adresa a aritmetická jednotka přičte jedničku do buňky v paměti platného pulzu o dané amplitudě. V paměti analyzátoru vzniká energetické spektrum, kde adresa je úměrná energii záření a její hodnota představuje počet detekcí. Po vykreslení grafu získáme histogram detekovaných amplitud.

Pro amplitudovou analýzu se využívá mnohokanálový analyzátor v PHA režimu, který nahradil pomalou jednokanálovou analýzu. V tomto režimu je možné, aby byly impulsy sčítány a tříděny do jednotlivých kanálů. Amplituda příchozího analogového signálu je analogově-digitálním převodníkem převedena na číslo. Digitální hodnota je využita jako adresa paměti místa (odpovídající danému kanálu), do které je aritmetickým registrem přičtena jednička. Opakováním je možné vytvořit histogram, který zobrazuje počet detekovaných částic o dané amplitudě (kanálu). Využívá se v analýze experimentálně změřených spekter.



Obr. 6: a) Princip fungování diferenciálního diskriminátoru. b) Schéma zapojení diferenciálního diskriminátoru (převzato z [10]).

5. Metody přípravy a charakterizace tenkých vrstev

Text v kapitole následuje zdroje [13], [14].

Tenké vrstvy nanesené na podkladový materiál s dobrými mechanickými vlastnostmi, jako je jeho pružnost a pevnost, mohou tyto vlastnosti doplnit o další jako je odrazivost. Aby tohoto dosáhl původní materiál, je zapotřebí mnohem větší vrstva. Absorpce gama záření je exponenciálně závislá na tloušťce materiálu, tj. pokud snížíme tloušťku materiálu můžeme zvýšit počet prošlých gama fotonů. Při naprašování je největší výhodou, že si tloušťku vrstvy můžeme zvolit a vybrat takovou, která bude nejlépe vyhovovat našim požadavkům.

Dobrým příkladem může být hliník. Nyní se v Mössbauerově spektroskopii pro zamezení vniknutí viditelného záření využívá hliníková folie o tloušťce vrstvy 0,1 mm případně černý papír o tloušťce vrstvy 0,5 mm. Pokud však hliník naprášíme na jinou folii, která má dobré mechanické vlastnosti a lépe propouští gama záření, je možné tuto vrstvu snížit. Tímto je možné zamezit vstupu viditelného záření a detekovat gama záření s co nejmenšími ztrátami.

5.1. Naprašování tenkých vrstev

Tenké vrstvy je možné vytvářet pomocí naprašovačky několika způsoby: reaktivním naprašováním, iontovým naprašováním a magnetronovým naprašováním. Reaktivní naprašování se využívá převážně pro vytváření vrstev nitridů, oxidů a karbidů. Další způsob tvorby tenkých vrstev je iontové naprašování (ion beam sputtering). K ionizaci využíváme ionty plynů (například: argon, kyslík). Plyn přivedeme do iontového zdroje, žhavící katoda dodá plynu elektrony. Poté dojde ke srážkám elektronů s molekulami plynu a k ionizaci. Při dostatečné ionizaci dojde k výboji mezi katodou a anodou a vytvoří se nízkotlaký oblouk. Plasma se extrahuje jako svazek iontů a je fokusována buď elektrostaticky nebo magneticky na terčík, kde vytrhává atomy a molekuly a ty jsou rozprašovány do okolí. Pro přípravu našich vzorků byla použita naprašovačka Quorum Q150T es, v režimu magnetronového naprašování (magnetron sputtering). Jedná se o zdokonalenou technologii klasického naprašování. Po dodání energie magnetronu nabijeme terčík záporným napětím. Mezi terčem a substrátem se vytvoří magnetické pole a elektrony z plazmatu se pohybují po šroubovici směrem k terčíku,

který je zároveň katodou. Tím je zajištěno, že se výrazně prodlouží dráha a zvyšuje se pravděpodobnost ionizace dalších atomů v plynu. To způsobuje, že je možné udržet výboj při nižším tlaku, který má pozitivní vliv na čistotu vrstvy, a nižší napětí. Ionty dopadají na povrch terče a v případě že je energie iontů vyšší, než povrchová vazebná energie dojde k uvolnění částic, které jsou po šroubovici vedeny na substrát.

Jako transparentní materiál byly zvoleny různé druhy fólií, z nichž se nejlépe osvědčila fólie kaptonová, což plyne z porovnání absorpčních vlastností fólií, které jsou popsány v kapitole 6.4. Kaptonová folie (příloha A) vynikala nejen z hlediska nízké absorpce gama záření, ale také její mechanické vlastnosti byly nejlepší, kdy i při nízké tloušťce Z kaptonové fólie je velmi pevná. byl vystřižen čtverec 30 mm \times 30 mm a pomocí lepící pásky byl upevněn na pracovní plochu. Do hlavy byl umístěn vhodný terčík. Při nanášení vrstvy bylo pracovní plochou rotováno pro homogennější vrstvu substrátu. Mimo pracovní plochu byla vrstva slabší, ale v našem případě to bylo mimo zkoumanou oblast a nemělo to vliv na experimenty. Při naprašování byl jako pracovní plyn použit argon. Následně bylo provedeno nastavení vloženého materiálu a zvolena tloušťka naprášené vrstvy. Poté byla naprašovačka spuštěna. Naprašovačka uvnitř vytvořila vakuum a odprášila část terčíku na krytku, aby byla odstraněna případná zoxidovaná vrstva terčíku a následně provedla naprášení požadované vrstvy. Po naprášení se tlak uvnitř opět vyrovnal a bylo možné odklopit hlavu naprašovačky a vyjmout hotovou povrstvenou folii. Pro aplikaci takto připravených materiálů v detektorech je vhodné z důvodu ochrany před případným poškozením naprášit vrstvu z obou stran.

6. Absorpční vlastnosti materiálu

Text v kapitole následuje zdroje [15], [17], [18].

Absorpční vlastnosti materiálů jsou dány třemi jevy. Jedná se o Comptonův rozptyl, fotoefekt a tvorbu elektron-pozitronových párů. Při Comptonově rozptylu interaguje primární foton s volným nebo slabě vázaným elektronem. Další jev je fotoefekt, kdy se všechna energie fotonu předá elektronu z atomového obalu, který je tímto vytržen z orbity. Poslední jev, který je důležitý pro absorpční vlastnosti materiálu je tvorba elektron-pozitronových párů. Tento jev vzniká interakcí fotonu s elektrickým polem elektronu. Jev se uskuteční pouze za působení velkých energiích γ záření. Všechna energie fotonu je transformována na klidovou energii elektronu a pozitronu, kinetickou energii jejich pohybu a na energii předanou jádru nebo elektronu, v jejichž elektrickém poli dochází ke vzniku elektron-pozitronového páru. V důsledku těchto jevů se záření při průchodu látkou zeslabuje.

6.1. Experimentální uspořádání

Pro experiment byl využit zářič ⁵⁷Co s aktivitou 0,016 GBq, označení zářiče MCo7.524/38.08 a scintilační detektor se scintilačním krystalem NaI:TI. Jako čítací jednotka byl využit mnohokanálový analyzátor Easy-MCA (Ortec) v režimu PHA, který umožňuje pozorovat spektrum dopadajícího záření v reálném čase, dále je možné určit mrtvou dobu detektoru. Doba prodlevy je od 100 ns do 1300 s, velikost paměti je 65 536 kanálů a rychlost počítání vstupů do 150 MHz. Na obr. 7 je zobrazeno schéma experimentálního uspořádání.



Obr. 7: Schéma experimentální sestavy.

Při měření je zásadní, aby po celou dobu byla dodržena stejná vzdálenost mezi zářičem a detektorem. Popřípadě s nimi jinak nebylo pohnuto. Poté je třeba zvolit dobu měření takovou, aby mohla být statistika vyhodnocena s dostatečnou přesností.

6.2. Měření jednotlivých materiálů

Pro měření jednotlivých materiálů je naprosto klíčové precizní nastavení detektoru. Prvním krokem je nastavení detektoru a identifikace fotopíku pro gama fotony o energii 14,4 keV. Ověření, zda se jedná o tento fotopík je prováděno pomocí hliníkového a měděného filtru, který se vkládá mezi zářič a detektor. Nejprve detektorem změříme spektrum zářiče bez filtru. Naměřená data jsou vykreslena v obr. 8 modrou křivkou. Byly detekovány oba píky (6,4; 14,4) včetně šumu v přední části histogramu. Poté byla opět provedena mnohokanálová analýza za stejný časový úsek s hliníkovou folii o tloušťce 0,1 mm. Nyní na vykresleném histogramu vidíme, že byl odstíněn pík o energii 6,4 keV (obr. 8). Postup zopakujeme s vloženým měděným filtrem o tloušťce 0,2 mm, který odstíní fotony o energii jak 6,4 keV, tak 14,4 keV (obr. 8). Toto měření nám potvrzuje správné nalezení oblasti našeho zájmu. Pomocí olova o tloušťce 9,8 mm byly odstíněny i následující fotopíky, čímž získáváme informaci o počtu temných detekcí.



Obr. 8: grafické znázornění histogramu při použití jednotlivých filtrů.

6.3. Měření používaných materiálů

V experimentálním uspořádání Mössbauerova spektrometru se využívají různé druhy materiálů, které částečně pohlcují gama záření a prodlužují tím dobu měření. Například pro odstínění rušivého viditelného záření na vstupní apertuře scintilačních detektorů se využívá černý papír nebo hliníková folie. Dále pro zabalení a fixaci studovaného vzorku se využívá vážící papírek a parafilm. Poté je tento studovaný materiál upevněn do plastové kapsle. Bude dále v textu rozebráno (viz. kap. 7). Tyto prvky absorbují záření a zpomalují čítání měřeného spektra. V následující kapitole tyto prvky budou postupně studovány se zaměřením na útlum gama záření.

V kapitole 5.3. bylo uvedeno, že pomocí olověného stínítka získáme počet temných detekcí. V našem případě byl počet temných detekcí stanoven na 716 countů. Temné detekce vznikají ionizujícím zářením přítomným v daném prostředí, které není způsobeno úmyslným zaváděním zdrojů. Toto záření pochází jak ze zdrojů umělých, tak i přírodních. Patří k nim kosmické záření a radioaktivita prostředí, dále mezi temné detekce řadíme tepelný šum a chyby způsobené elektronikou. Toto záření je vhodné odečíst od celkového počtu detekcí pro vyhodnocení vzniklých ztrát při průchodu zvoleným stínítkem. Materiály jsou přehledně uvedeny v tab. 2.

Materiál	Pohlcené záření [%]		
vážící papírek ¹	0,60 ± 0,06		
parafilm ²	1,2 ± 0,2		
hliníková folie (0,1 mm)	1,53 ± 0,06		
plastová kapsle (příloha A)	12,4 ± 0,6		
černý papír (0,5 mm)	2,47 ± 0,01		

Tab. 2: Přehled materiálů a absorbované záření vyjádřená v procentech.

Z tab. 2 je zřejmé, že během měření přicházíme přibližně o 25 % užitečného signálu v případě že do sestavy zařadíme 9 vrstev vážícího papírku, 2 vrstvy parafilmu, plastovou kapsli pro zafixovaní vzorku a 2 vrstvy černého papíru pro zamezení vstupu viditelných fotonů na vstupní aperturu detektoru. Uvedená absorpce záření v tab. 2 je vždy pro jednu vrstvu daného materiálu. Pro určení absorpce záření černého papíru a jeho odchylky jsme využili pouze vrchol fotopíku gama fotonů o

energii 14,4 keV. To jsme udělali z důvodu, že pík pro gama fotony o energii 14,4 keV se překrývá s píkem gama fotonů o energii 6,3 keV.

Nejistota měření δs byla určena pomocí nejistoty v intervalu σ a ze zákona šíření nejistot pro vypočtenou veličinu ve tvaru

$$\delta s = \sqrt{\left(\frac{N}{N_0^2}\right)^2 \delta N_0^2 + \left(\frac{N_0}{N^2}\right)^2 \delta N^2},\tag{1}$$

kde N je počet detekovaných částic s absorbérem, N_0 je počet detekovaných částic bez absorbéru, $\delta N_0 \ \delta N$ je nejistota měření pro daný počet detekovaných částic určená pomocí σ .

V následující kapitole budou popsány návrhy, jak eliminovat ztráty užitečného gama záření a možnosti zefektivnění práce detektorů.

6.4. Měření nových materiálů

V předchozí kapitole byly zmíněny materiály, které se nyní používají v Mössbauerově spektrometru. Nejvíc užitečného gama záření pohlcuje plastová kapsle pro fixaci vzorku a poté černý papír, který brání vstupu viditelného světla do detektoru. Postupně se pokusíme snížit detekční ztráty u těchto dvou hlavních prvků.

Nejprve jsme se zaměřili na část odstíněni viditelného záření u vstupu do detektoru. Zde je stávajícím materiálem černý papír, který pohltí v jedné vrstvě až 2,5 % záření gama. V tab. 3 jsou zobrazeny materiály, které byly navrženy pro jeho nahrazení. Tyto navržené materiály byly vybrány pro jejich mechanickou odolnost i při malé tloušťce.

Materiál	Pohlcené záření [%]
antistatická folie (SSB) (0,0728 mm)	1,3 ± 0,04
Kapton (0,025 mm)	0,33 ± 0,01
černý papír (0,5 mm)	2,47 ± 0,01

Tab. 3: Přehled materiálů a ztráta záření vyjádřená v procentech.

Z tab. 3 je vidět, že kapton je pro svoji slabou absorpci gama fotonů mnohem vhodnější než původně používaný černý papír.

Z naměřených výsledků vyplývá, že nejvhodnější materiálem z hlediska absorpce gama záření je kaptonová folie pokrytá vrstvou hliníku. Kaptonová folie z dostupných materiálů nejlépe propouštěla gama záření. Pro určení materiálu vhodného pro naprášení na kaptonovou folii jsme zvolili experiment, kdy jsme naprášili na kaptonovou folii vrstvu chromu, zlata, stříbra, titanu a hliníku o tloušťce 50 nm. Poté jsme změřili na UV/ VIS spektrometru propustnost záření. Vybrali jsme vrstvu hliníku jak z důvodu, že dobře propouští záření gama, tak protože oproti ostatním měřeným materiálům nejlépe absorbuje záření z oblasti viditelného spektra (obr. 9). Pomocí těchto materiálů nahradíme černý papír, který pohltil 5 % záření. V následujících kapitolách budeme stanovovat jaká je nejmenší možná tloušťka hliníkové vrstvy, aby byl dostatečně odstíněno viditelné záření.



Obr. 9: Absorpce viditelného záření různými materiály.

Při vyšších vrstvách naprášeného materiálu nedokázal spektrometr UV/VIS Specord¹ prosvítit studované materiály, bylo třeba změřit prošlé viditelné světlo na detektor pomocí jiného zařízení. Pro toto měření byly vytvořeny 3 varianty kaptonová folie 0,025 mm s naprášenou vrstvou hliníku (100 nm, 150 nm a 200 nm) a postupně jsme změřili vstup viditelného záření pomocí scintilačního detektoru množství dopadajícího viditelného záření.

¹ UV/VIS spektrometr specord s600



Obr. 10: Absorbované viditelné záření pro vrstvu hliníku 100 nm, 150 nm a 200 nm.

Na obr. 10 je vidět, že vrstva 200 nm hliníku kopíruje křivku, kdy byl detektor úplně zatemněný. Proto byla vybrána tato vrstva jako nejnižší možná. Pro vrstvu 100 nm Al má pík zcela odlišný tvar z důvodu, že byl detektor přehlcen a docházelo k saturaci. (Obr. 11)



Obr. 11 Saturace detektoru pro 100 nm Al.

Vrstvy hliníku 100 nm, 150 nm a 200 nm nebylo možné z důvodu nízké absorpce gama záření změřit. Pohlcené gama záření těmito třemi vrstvami jsme získali ze vztahu pro výpočet útlumu záření procházejícího materiálem (2).

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\frac{\mu}{\rho}x},\tag{2}$$

kde $\frac{\mu}{\rho}$ je absorpční koeficient, který je charakteristický pro danou látku a energii záření. Pro hliník a energii gama záření 14,4 keV byl stanoven na 0,89 m²/kg. Veličina *x* je definována vztahem $x = d \cdot \bar{\rho}$, kde *d* je tloušťka materiálu v našem případě 100 nm, 150 nm a 200 nm a $\bar{\rho}$ je hustota materiálu pro nás hustota hliník (2700 kg/m⁻³). Po dosazení do vztahu (2) jsme získali hodnotu pohlceného gama záření pro naprášené vrstvy hliníku (tab. 4).

Tab. 4: Vypočtená hodnota pohlceného užitečného gama záření pro vrstvy 100 nm, 150 nm, 200 nm Al.

Tloušťka vrstvy Al [nm]	Pohlcené záření [%]	
100	0,024	
150	0,036	
200	0,048	



Obr. 12: Srovnání absorbovaného gama záření pro černý papír 0,5 mm a kapton 0,025 mm.

V obr. 12 je zobrazeno srovnání absorbovaného gama záření pro kapton a černý papír. Používáním černého papíru jsme přišli až o 5 % užitečného gama záření. Z obr. 12 je viditelné, že kapton pohltil méně užitečného gama záření, a to hlavně v námi využívané oblasti energií 14,4 keV a také neabsorboval fotony o energii 6,3 keV.

Námi navržený materiál obsahuje kaptonovou folii jako substrát a na něj je naprášená vrstva 200 nm hliníku. Z předchozích měření vyplývá, že pro tuto vrstvu do detektoru nebude vnikat viditelné světlo, které by způsobovalo nežádoucí detekce na detektoru a zpomalovalo měření. Z důvodu předejití porušení vrstvy a vstupu viditelného záření na vstupní apertuře detektoru jsme se rozhodli tuto vrstvu nanést z obou stran. A tedy výsledný filtr viditelného světla by měl absorbovat pouze 0,4 % gama záření.

7. Návrh na uchycení vzorku pro MS

Dalšími komponentami Mössbauerova spektrometru na, které se je třeba zaměřit, je fixace vzorku. Kapsle pro upevnění vzorku pohltila největší podíl absorbovaného gama záření 12,4 % (kap. 6.3). Nejvhodnější způsob, jak tento problém řešit je, aby se v detekční trase nacházelo co nejméně materiálu.

Nejprve jsme se zaměřili na zabalení vzorku. Vzorek pro Mössbauerovu spektroskopii se obvykle připravuje do ochranného obalu složeného ze tří částí. První částí je vážící papír² o velikosti přibližně 40 mm × 40 mm, do kterého je vzorek zabalen, aby byl chráněn před vnějšími vlivy a také z důvodu toho, že vzorky pro Mössbauerovu spektroskopii jsou velmi často v našich laboratořích ve formě prášků. Po zabalení vzorku vzniká devět vrstev vážícího papírku. Poté se vzorek balí do parafilmu³, aby byl fixován a opět chráněn před vlhkostí a také pro snadnější manipulaci. Parafilmu jsou pro zafixování vzorku potřeba dvě vrstvy. Poslední částí pro zajištění vzorku je plastová kapsle (příloha B), která zajišťuje správnou polohu vzorku v sestavě spektrometru. Skládá ze dvou kroužků zašroubovaných v rámečku (obr. 14). Postup balení vzorku je zobrazen v obrázcích 13a – 13f.



Obr. 13a





² Vážící papír (Fisherbrand): hmotnost ($45g/m^2$), velikost 100 mm × 100 mm, code: 1062-3813 ³ Parafilm MRM 002 Parafilm M colf cooling laboratory film 50 mm × 75 mm (M/yl) (Romic)

³ Parafilm MPM-992 Parafilm M self sealing laboratory film 50 mm x 75 mm (WxL), (Bemis)



Obr. 13c



Obr. 13d



Obr. 13e



Obr. 13g Obr. 13a–13g: Postup přípravy vzorku.



Obr. 13f



Obr. 14: Plastová kasple

Z důvodu velkého množství vrstev přicházíme zabalením vzorku o 7,6 % gama záření. Proto se je třeba pro optimalizaci ztrát v Mössbauerově spektroskopii zaměřit i na část přípravy vzorku. Pomocí našeho návrhu je možné snížit počet vrstev použitého vážícího papírku¹ na 2 a tím snížit i množství pohlceného gama záření na 1,2 %.

Pro nový způsob zabalení vzorku využijeme vážící papír ve tvaru obdélníku přibližně o stranách délky 30 mm x 40 mm. Do něj vložíme zkoumaný materiál a papír přehneme na polovinu. Následně, aby studovaný materiál zůstal uvnitř a nedošlo k jeho ztrátě přehneme okraje papírku o velikosti asi 3 mm, tak aby přehnutá část nezasahovala do sledované oblasti vzorku. Poté využijeme parafilm o stranách délky 30 mm x 45 mm Opět přehneme okraje parafilmu tak, aby byl zkoumaný materiál fixován, ale aby nezasahoval do sledované oblasti. V obr. 15a – 15f. je tento postup krok po kroku zobrazen.



Obr. 15a



Obr. 15b



Obr. 15c



Obr. 15d



Obr. 15e







Pro stabilní uchycení vzorku se využívá plastová kapsle (obr. 14). Tato kapsle pohlcuje 12,4 % užitečného gama záření. Proto jsme se ji rozhodli nahradit kapslí, která by v detekční trase neměla žádný materiál (příloha C), a oproti původnímu řešení tedy nepohlcuje žádné gama záření. Toto je zobrazeno na obr. 15f.

V obr. 16 je zobrazen model návrhu nové plastové kapsle. Kapsle byla vytisknut na 3D tiskárně Original Prusa i3 MK2. Tato tiskárna umožňuje kusovou výrobu prototypů a dílů za využití technologie FDM (fusion deposition modeling). Jedná se o technologii aditivní a je nejpoužívanější technologií pro 3D tisk. [19]

Princip vytváření tisku technologií FDM spočívá v nanášení tiskového materiálu (tavená struna) po vrstvách, kdy po dokončení tisku vrstvy se vždy posune tisková hlava o jednu vrstvu a zahájí se tisk další vrstvy. [20]



Obr. 16: Model návrhu nové kapsle.

Tisknutí kapsle na 3D tiskárně bylo vybráno pro své nízké náklady na výrobu, další výhodou je poslání modelu a možnost jeho vytisknutí na jakékoli jiné tiskárně. Podrobná dokumentace je součástí práce jako příloha C.

8. Závěr

V této práci byly popsány detekční ztráty užitečného gama záření v Mössbauerově spektroskopii, ke kterým dochází vlivem absorpce gama záření v látce. Vlivem těchto ztrát dochází k nežádoucímu prodlužování měření Mössbauerova spektrometru.

Během práce byly zvolené prvky testovány a bylo vyjádřeno procentuální množství pohlceného gama záření jednotlivých prvků. Pro vstupní aperturu byly stávající prvky nahrazeny materiály s vhodnějšími vlastnostmi a pro fixaci vzorku jsme se rozhodli snížit počet vrstev použitého materiálu na nezbytné minimum.

Dále je v práci popsána sestava využitá pro měření. K experimentu nebylo nutné využívat kompletní Mössbauerův spektrometr, ale pouze sestavu se zářičem, scintilačním detektorem a čítací jednotkou.

Cílem práce bylo charakterizovat detekční ztráty a provést jejich případnou optimalizaci. K detekčním ztrátám dochází na vstupní apertuře detektoru, kdy je nutné zamezit vniku viditelného záření do detektoru. Pro tyto účely se využívají 2 vrstvy černého papíru, které pohltily 5 % gama záření. Nahradili jsme jej kaptonovou folií s 200 nm hliníku naprášeného z obou stran, aby se snížila pravděpodobnost poškození vrstvy a vniku viditelného záření do detektoru. Tento výsledný prvek, který bychom chtěli začít využívat pro Mössbauerovu spektroskopii pohltil pouze 0,4 % užitečného gama záření. Také měl nižší absorpci v oblasti energií 6,3 keV a 14,4 keV, která je pro Mössbauerovu spektroskopii využívána.

Dále k detekčním ztrátám dochází v oblasti fixace vzorku. Pro vzorek je nutné, aby byl fixován a chráněn před vnějšími vlivy. Pro přípravu vzorku se využívají 2 vrstvy parafilmu a 9 vrstev vážícího papírku. Pohlcené gama záření při zabalení je 7,6 %. Poté je zabalený vzorek fixován v plastové kapsli, která pohltila 12,4 % užitečného gama záření. Rozhodli jsme se vzorek balit do 2 vrstev parafilmu a 2 vrstev vážícího papírku, kdy při těchto použitých vrstvách materiálů je pohlcené gama záření sníženo na 3,6 %. Plastovou kapsli pro fixaci vzorku jsme nahradili kapslí novou, která v detekční trase nemá žádný materiál. Celkovou absorpci užitečného gama záření jsme z 25 % snížili na 4 %. Z předchozích odstavců vyplývá, že oba cíle práce byly splněny.

Použitá literatura

[1] PROCHÁZKA, Vít. *Neobvyklá Mössbauerova spektroskopie*. Olomouc: Univerzita Palackého v Olomouci, 2014. ISBN 978-80-244-4011-8.

[2] MACHALA, Libor. Základy Mössbauerovy spektroskopie [online]. Olomouc [cit.
 2017-11-06]. Dostupné z:
 https://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/mbas-z.pdf

 [3] In: Wikipedia: the free encyclopedia [online]. San Francisco (CA): Wikimedia
 Foundation, 2001- [cit.2018-10-02]. Dostupné z: https://cs.wikipedia.org/wiki/Doppler%C5%AFv_jev

[4] ULLMANN, Vojtěch. Jaderná a radiační fyzika. Ostrava: Ostravská univerzita v Ostravě, Fakulta zdravotnických studií, 2009. ISBN 978-80-7368-669-7.

[5] NOVAK, Petr, Jiri PECHOUSEK, Ondrej MALINA, Jakub NAVARIK a Libor MACHALA. Liquid nitrogen cryostat for the low-temperature Mössbauer spectra measurements [online]. In: 2014, s. 67-71 [cit. 2018-02-19]. DOI: 10.1063/1.4898612. Dostupné z: http://aip.scitation.org/doi/abs/10.1063/1.4898612

[6] PECHOUŠEK, J., D. JANČÍK, J. FRYDRYCH, J. NAVAŘÍK a P. NOVÁK. Setup of Mössbauer spectrometers at RCPTM [online]. In: . 2012, s. 186-193 [cit. 2018-05-14].
 DOI: 10.1063/1.4759489. Dostupné z: http://aip.scitation.org/doi/abs/10.1063/1.4759489

 [7] REICHL, Jaroslav a Martin VŠETIČKA. Encyklopedie fyziky: Plynový ionizační detektor [online]. [cit. 2017-19-11]. Dostupné z: http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/848-plynovy-ionizacni-detektor#

[8] ULLMANN, Vojtěch. Jaderná fyzika a fyzika ionizujícího záření: Detekce a spektrometrie ionizujícího záření[online]. [cit. 2017-05-12]. Dostupné z: http://astronuklfyzika.cz/DetekceSpektrometrie.htm

[9] REICHL, Jaroslav a Martin VŠETIČKA. Encyklopedie fyziky: Scintilační detektory [online].
 [cit. 2017-11].
 Dostupné z: http://fyzika.jreichl.com/main.article/view/854-scintilacni-detektory

[10] MAŠLÁŇ, Miroslav. *Mössbauerova spektroskopie*. Olomouc: Univerzita Palackého, 1992. ISBN 80–7067–269-2.

[11] THE MULTICHANNEL ANALYZER [online]. [cit. 2018-03-12]. Dostupné z: http://www.astro.uwo.ca/~jlandstr/p359/writeup/mca.pdf

[12] A. Stejskal, Tvarová filtrace signálu v detekci jaderného záření, 2017

[13] Naprašování tenkých vrstev [online]. [cit. 2017-10-12]. Dostupné z: http://www.odbornecasopisy.cz/elektro/casopis/tema/naprasovani-tenkych-vrstev--14441

[14] *lontové, reaktivní, magnetronové naprašování* [online]. [cit. 2017-10-6]. Dostupné z:https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010359/04_naprasov%C3%A1n%C3%AD.pdf?redirect ed

[15] MAŠLÁŇ, Miroslav, Libor MACHALA a Jiří TUČEK. *Praktikum z atomové a jaderné fyziky*. Olomouc: Univerzita Palackého, 2005.

[16] In: Wikipedia: the free encyclopedia [online]. San Francisco (CA): Wikimedia
Foundation, 2001- [cit. 2018-03-08]. Dostupné z: https://cs.wikipedia.org/wiki/%C5%BDelezo

[17] Ortec-Ametek: EASY-MCS Multichannel Scaler [online]. 2015 [cit. 2018-04-10].
 Dostupné z: https://www.ortec-online.com/products/electronics/counters-timers-rate-meter-and-multichannel-scaling-mcs/easy-mcs

[18] In: Wikipedia: the free encyclopedia [online]. San Francisco (CA): Wikimedia
 Foundation, 2001- [cit. 2018-03-21]. Dostupné z: https://en.wikipedia.org/wiki/Background radiation

[19] PRŮŠA, Josef. *Josef Průša: o 3D tisku* [online]. [cit. 2018-04-22]. Dostupné z: https://josefprusa.cz/o-3d-tisku/

[20] ABC 3D: 3D TISK, PRINCIPY, TECHNOLOGIE [online]. [cit. 2018-04-10]. Dostupné z: https://www.abc3d.cz/o-3d-tisku-neprehlednete/115-3d-tisk-principy-technologie

Přílohy:

Příloha A: Kapton

Příloha B: Výkres stávající plastové kapsle

Příloha C: Výkres nového návrhu plastové kapsle

Příloha A:

DuPont[™] Kapton[®] HN general-purpose film has been used successfully in applications at temperatures as low as -269°C (-452°F) and as high as 400°C (752°F). HN film can be laminated, metallized, punched, formed or adhesive coated. Kapton[®] HN is the recommended choice for applications that require an all-polyimide film with an excellent balance of properties over a wide range of temperatures.

Applications

- Mechanical parts
- Electronic parts
- Electrical Insulation
- Pressure sensitive tape
- Fiber optics cable
- Insulation blankets
- Insulation tubing
- Automotive diaphragms sensors and manifolds
- Etching
- Shims

Product Specifications

Kapton[®] HN is manufactured, slit and packaged according to the product specifications listed in H-38479, Bulletin GS-96-7.

Certification

Kapton[®] HN meets ASTM D-5213 (type 1, item A) and IPC 4202/1 requirements.

		1 mil	2 mil	3 mil	5 mil	
Property	Unit	25µm	50µm	75µm	125µm	Test Method

Table 1: Physical Properties of Kapton® HN at 23 °C (73°F)

Temperature Range, °C, (°F)	ppm/°C
30-100 (86-212)	17
100-200 (212-392)	32
200-300 (392-572)	40
300-400 (572-752)	44
30-400 (86-752)	34

Table 2: Thermal Coefficient of Expansion, Kapton[®] HN Film, 25 μm (1 mil), Thermally

Exposed

Příloha B:





Příloha C:



