

ООО «Спектр»

МЕТОДИЧЕСКОЕ РУКОВОДСТВО ПО ВЫПОЛНЕНИЮ
ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

КОМПЛЕКС ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ ДЛЯ СТУДЕНТОВ-
ФИЗИКОВ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

**ПОСТРОЕНИЕ ДОЗИМЕТРИЧЕСКОЙ КРИВОЙ С
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АЛАНИНОВЫХ ДОЗИМЕТРОВ НА ЭПР-
СПЕКТРОМЕТРЕ.**

Екатеринбург, 2016г.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

ПОСТРОЕНИЕ ДОЗИМЕТРИЧЕСКОЙ КРИВОЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АЛАНИНОВЫХ ДОЗИМЕТРОВ НА ЭПР-СПЕКТРОМЕТРЕ.

Цель работы: изучить явление ЭПР-спектроскопии как метод количественного анализа радиационных эффектов. Освоить работу с ЭПР-спектрометром, построить простейшую градуировочную кривую.

ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ОПИСАНИЕ.

Применение ЭПР-спектрометра в дозиметрии.

Основы ЭПР-метода. Электронный парамагнитный резонанс (ЭПР) - физическое явление, открытое Е.К. Завойским в 1944 году в Казанском государственном университете. На основе этого явления был развит метод спектроскопии, широко применяемый в настоящее время во многих научных сферах. Суть явления электронного парамагнитного резонанса заключается в резонансном поглощении электромагнитного излучения неспаренными электронами.

Наличие спинового момента у отрицательно заряженного электрона приводит к возникновению электронного магнитного момента μ_e , который пропорционален спину S и определяется выражением:

$$\mu_e = g\beta S$$

В этом выражении g – безразмерная постоянная (так называемый g -фактор электрона) – отношение магнитного момента электрона к его механическому моменту, равное для свободного электрона 2.0023, β - электронный магнетон Бора, $\beta = 9.27400915(26) \times 10^{-24}$ Дж/Тл.

Энергия взаимодействия между электронным магнитным моментом и внешним магнитным полем описывается следующим выражением:

$E_{вз} = -\mu_e B = g\beta S_B$, где S_B – проекция спина на направление магнитного поля.

Рассмотрим случай с одним неспаренным электроном. При наложении постоянного внешнего магнитного поля в соответствии с эффектом Зеемана возникнут два уровня с магнитными квантовыми числами $m_s = \pm 1/2$ с расщеплением $\Delta E = g\beta H$ между ними. Величина расщепления прямо пропорциональна напряженности приложенного магнитного поля и по абсолютной величине в 100-1000 раз меньше, чем энергия теплового

движения kT . Математически отношение заселенностей уровней с $m_s=+1/2$ и $m_s=-1/2$, согласно распределению Больцмана, выражается следующей формулой:

$$N_{=1/2}/N_{-1/2} = e^{-\Delta E/kT} = e^{-g\beta H/kT}$$

Если на электрон, помещенный в постоянное магнитное поле воздействовать электромагнитным излучением СВЧ диапазона с плоскостью поляризации магнитного поля B_1 перпендикулярной плоскости постоянного поля, то при выполнении условия

$$h\nu = g\beta H$$

индуцируются резонансные переходы между двумя уровнями, при которых электрон меняет свое спиновое состояние (иначе говоря, спин переворачивается). Поскольку уровни отличаются заселенностью, то суммарно этот эффект будет выражаться в виде поглощения энергии электромагнитного поля системой. Основной задачей опыта при наблюдении явления ЭПР является точная регистрация поглощаемой электромагнитной энергии.

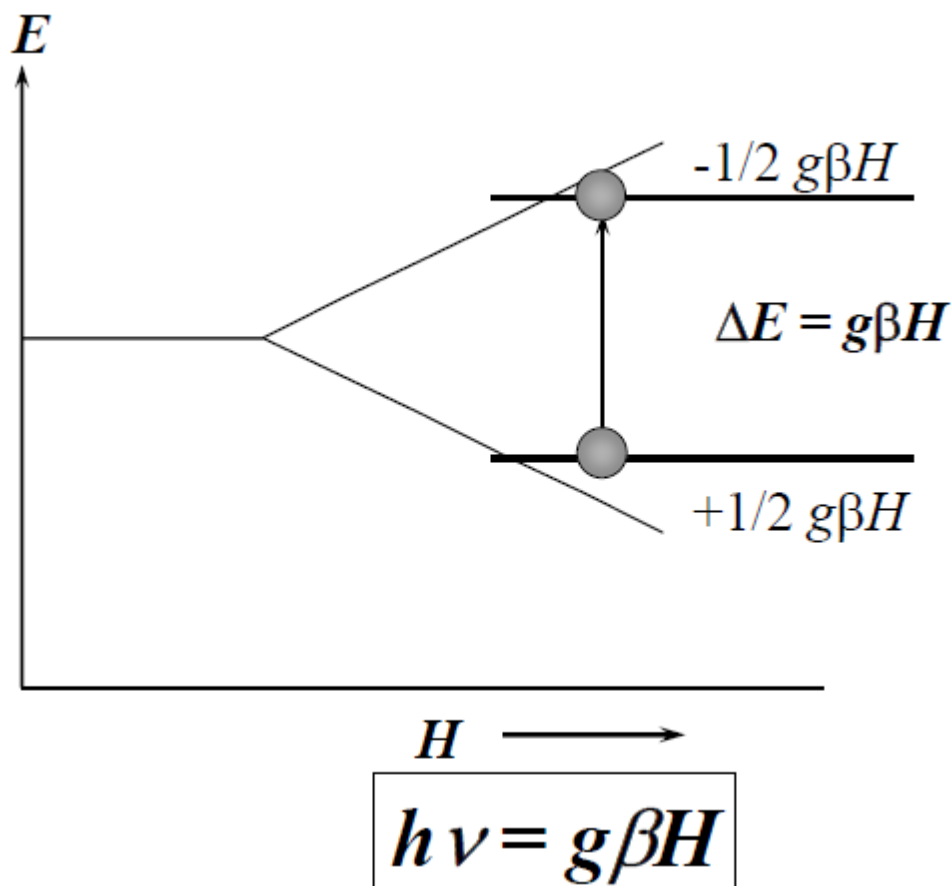


Рисунок 1. Зеемановское расщепление уровней электрона в постоянном магнитном поле.

ЭПР-метод в дозиметрии. В течение длительного времени ЭПР спектроскопия используется как метод количественного анализа радиационных эффектов. Ионизирующее излучение при попадании практически в любые материалы приводит к образованию свободных радикалов, концентрация которых может быть легко определена с помощью ЭПР спектрометра. В настоящее время наибольшее распространение получил метод измерения полученной дозы с помощью аланина.

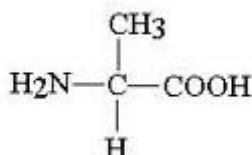


Рисунок 2. Формула аланина.

Аланин (аминопропановая кислота) под действием ионизирующего излучения образует очень стабильный свободный радикал. Аланиновый свободный радикал дает характерный ЭПР-сигнал, интенсивность которого пропорциональна поглощенной дозе, но не зависит от мощности и энергии излучения, а также слабо зависит от температуры и влажности среды. По этой причине аланиновая дозиметрия одинаково подходит для установок, использующих электронное, рентгеновское или гамма-облучение. Аланиновые дозиметры выпускаются в виде пленок или пилюль, в зависимости от специфики применения.

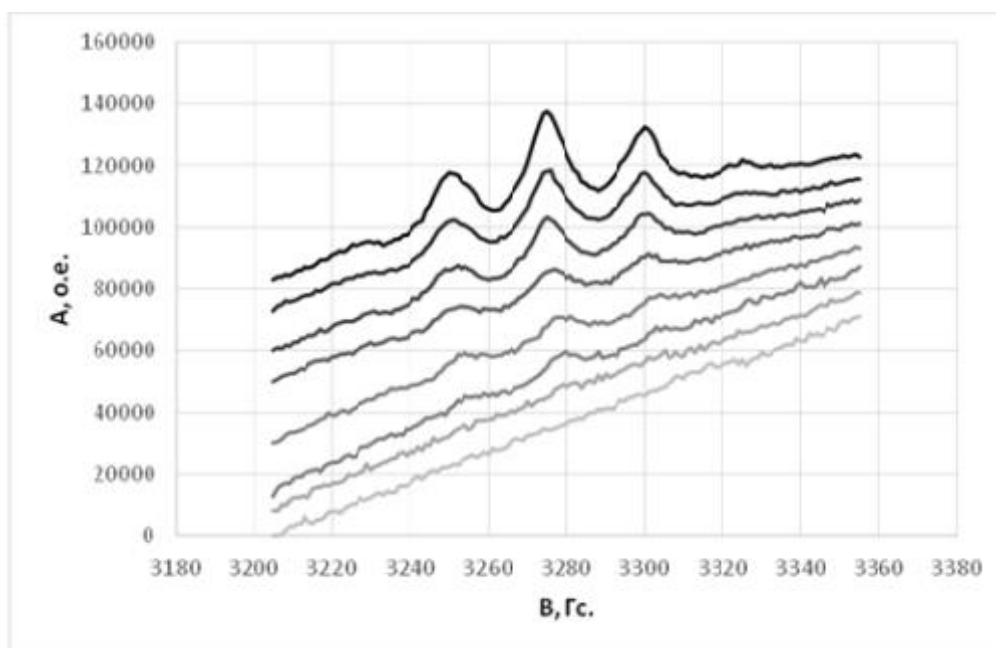


Рисунок 3. Стандартные спектры аланиновых полосок с различными дозами.

Данный метод получил наибольшее распространение для контроля полученной дозы персоналом атомной промышленности и медицинским персоналом. В отличие от метода, использующего рентгеновскую пластину, метод аланиновых пластин более точный и позволяет регистрировать дозу в интервале от 10 Гр до 200 кГр с точностью 1Гр.

Процесс ионизации. Ионизирующее излучение определяется как поток частиц или излучение с определенной энергией, достаточной для выбивания электронов из атомов и молекул. Однако, для полного понимания взаимодействия ионизирующего излучения с веществом важно понимать сам процесс ионизации.

Атомы состоят из ядра, которое включает в себя положительно заряженные частицы (протоны) и не имеющие заряда частицы (нейтроны). Отрицательно заряженные частицы (электроны) вращаются вокруг ядра. Атом электрически нейтрален, имеет равно количество отрицательных и положительных зарядов и, таким образом, равное количество электронов и протонов. Когда ионизирующее излучение взаимодействует с атомами, орбитальные электроны приобретают дополнительную энергию. Эта дополнительная энергия даст возможность некоторым из них преодолеть притяжение ядра, сойти со своих орбит и покинуть атом.

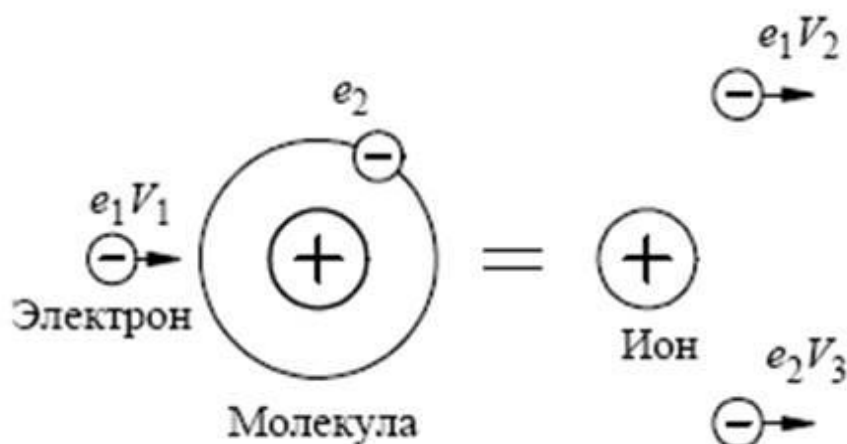


Рисунок 4. Процесс ионизации.

Когда излучение взаимодействует с атомом, возможно, что энергии, которую оно передает атому, будет недостаточно, чтобы вызвать ионизацию. Электрон внутренней электронной оболочки атома может получить энергию, достаточную только для его перехода в возбужденное состояние на более высокий энергетический уровень, но недостаточную для того, чтобы покинуть атом. В этом случае происходит возбуждение. Когда электрон

возвратится на свой первоначальный энергетический уровень, энергия приобретенная атомами поглотителя при возбуждении, будет испущена в виде электромагнитного излучения.

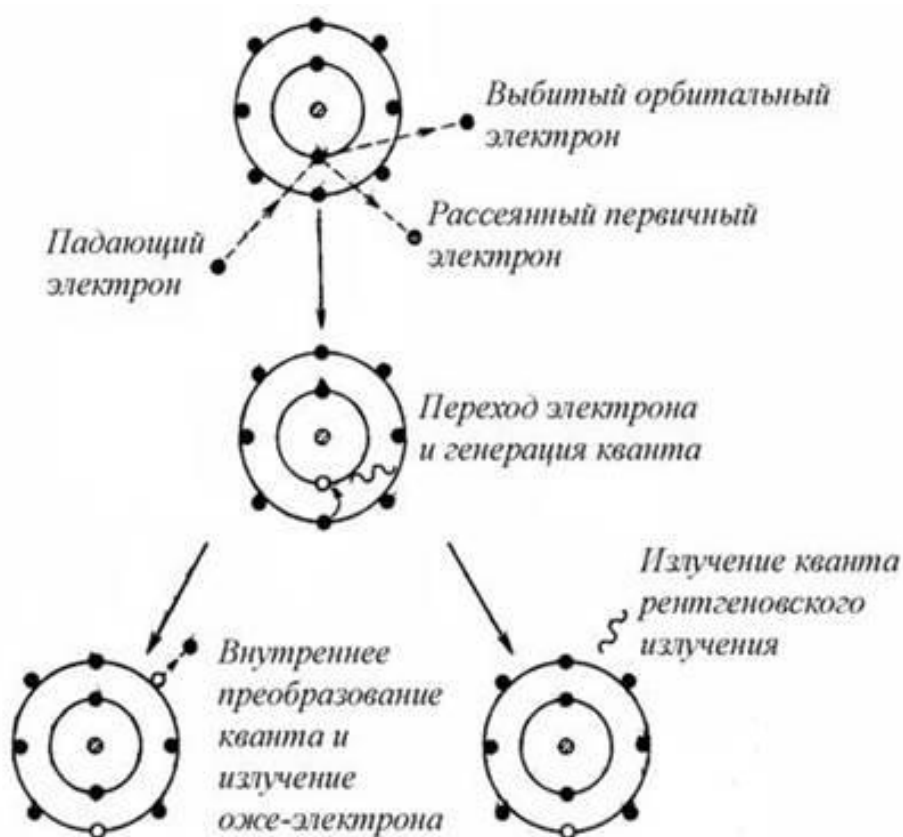


Рисунок 5. Процессы ионизации и возбуждения.

Градуировочная кривая. При использовании аланина в качестве дозиметра для определения дозы поглощенной аланином строится градуировочная кривая – это зависимость амплитуды центрального пика ЭПР-спектра аланина от дозы поглощенного им излучения. Тип излучения и доза обычно указывается на дозиметрах. После построения кривой по образцам с известной поглощенной дозой можно проводить измерения дозы с помощью ЭПР-спектрометра. Для этого снимается спектр аланина облученного неизвестной дозой излучения, находится величина амплитуды его центрального пика и по кривой определяется поглощенная доза. Данный метод широко применяется в качестве сопутствующего при неразрушающем контроле вещества.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ.

Используемые приборы и материалы.

Лабораторная работа состоит из серии повторяющихся экспериментов. Для ее выполнения нам понадобятся:

- Аланиновые полоски, облученные различными дозами в диапазоне от 0 до 8 кГр.
- Стеклоанальные колбы.
- ЭПР-спектрометр Labrador.
- Программное обеспечение для обработки спектров ЭПР-спектрометра Labrador.
- Средства для обработки и построения графиков.

Описание ЭПР-спектрометра. Спектрометр ЭПР предназначен для прямой регистрации параметров спектров ЭПР веществ, имеющих в своем составе свободные радикалы, для технологического контроля состава и структуры вещества в технологических, научных, медицинских и санитарных лабораториях, контроля безопасности продуктов питания, парфюмерных и косметических средств и препаратов.



Рисунок 6. ЭПР-спектрометр Labrador.

Спектрометр ЭПRLabrador обеспечивает работу в следующих условиях эксплуатации:

- температура окружающего воздуха от плюс 10 до плюс 35 °С;
- относительная влажность (верхнее значение) 80 % при температуре плюс 25 °С;
- высота над уровнем моря до 1000 м.

Регистрация сигналов ЭПР основана на мостовом принципе, заключающего в том, что в одно из плеч СВЧ моста включается измерительный СВЧ резонатор, в пучности СВЧ магнитного поля которого, помещается исследуемый образец. В отсутствии сигнала ЭПР СВЧ мост тщательно согласуется, что соответствует минимизации отраженной от измерительного резонатора мощности. При возникновении в исследуемом образце парамагнитного резонанса происходит изменение обеих компонент комплексного коэффициента отражения резонатора, и измерительный мост разбалансируется. Одна из квадратурных компонент отраженного СВЧ сигнала несет информацию о парамагнитном поглощении (сигнал поглощения ЭПР), вторая – информацию о сопряженной с резонансом расстройкой резонатора (сигнал дисперсии ЭПР). Расстройка резонатора, вызванная его вибрацией, температурным изменением размеров резонансной полости, изменением влажности и т.п. вызывают отраженный сигнал СВЧ на той же фазе сигнала дисперсии ЭПР.

Предусмотрена работа СВЧ моста в двух различных режимах:

- режим абсолютной стабилизации частоты 9200 МГц системой фазовой автоподстройки частоты;
- режим автоподстройки частоты по мгновенной частоте измерительного резонатора в окрестности номинального значения 9200 МГц.

В данной работе студентам **настоятельно рекомендуется пользоваться вторым режимом работы.**

Методика выполнения работы.

Перед началом выполнения работы необходимо обязательно проверить безопасность подключения всех проводов ЭПР-спектрометра и персонального компьютера. Убедиться в соответствии помещения нормам противопожарной безопасности и приступить к выполнению работы.

1. Включить питание персонального компьютера и спектрометра Labrador.
2. Запустить спектрометр и компьютер соответствующими кнопками включения.
3. Запустить программное обеспечение Labradorна компьютере.

При запуске откроется главное окно программы.

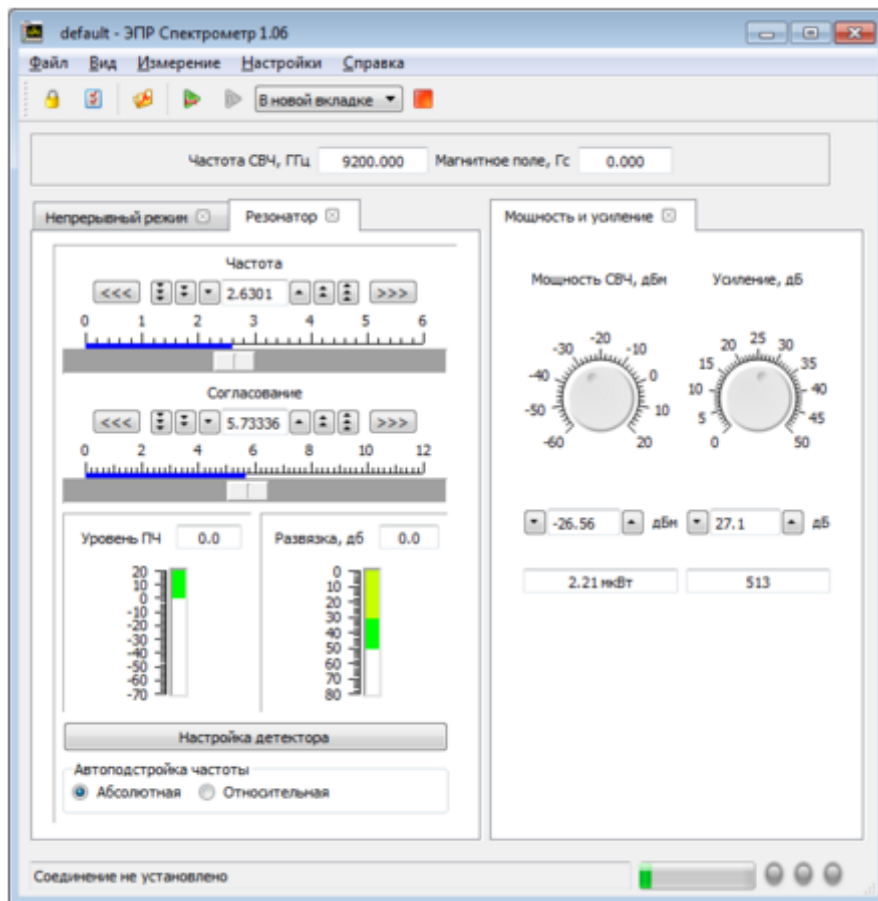


Рисунок 7. Главное окно программы.

4. Далее производится подготовка образца.

Аланиновая полоска с самой большой указанной дозой помещается в стеклянную колбу, так чтобы индикаторная часть была погружена в спектрометр. Для более точного построения кривой в колбу всегда необходимо погружать одинаково ориентированные полоски. Далее колба устанавливается в спектрометр (также с соблюдением правила одинаковой ориентированности).

5. Производится настройка ЭПР-спектрометра.

Для настройки резонатора спектрометра необходимо:

- Установить мощность СВЧ на уровне -30дБм, установить усиление на уровне 13 дБ.
- Установить движковые регуляторы в крайне левое положение. Если производится подстройка уже настроенного резонатора, допускается не устанавливать движковые регуляторы в крайне левое положение.
- Нажать кнопку полуавтоматического поиска резонансной частоты вправо (кнопка с тремя горизонтальными стрелками). Дождаться

остановки по обнаружению минимума уровня ПЧ. Допускается добиться минимума ПЧ грубым изменением (по 1мм) резонансной частоты измерительного резонатора.

- Нажать кнопку полуавтоматического поиска «Критическую» связи измерительного резонатора вправо. Дождаться остановки по обнаружению минимума уровня ПЧ. Допускается добиться минимума ПЧ грубым изменением (по 1мм) «Критической» связи измерительного резонатора.
- Поочередно нажимая кнопки полуавтоматического поиска резонансной частоты и «Критическую» связи влево и вправо. Добиться уровня ПЧ не выше 30дБ. Допускается подстроить вручную небольшими изменениями (по 0,1 или 0,01мм) резонансную частоту и «Критическую» связь резонансной частоты измерительного резонатора и получить минимум уровня ПЧ (Развязки).
- Постепенно увеличивая уровень мощности до 4 дБм добиться уровня развязки 30-80дБ при уровне ПЧ не выше 30дБ.
- Нажать кнопку «Настройка детектора».
- Нажать кнопку «Относительная АПЧ» и убедиться, что Частота СВЧ, ГГц при переключении в режим относительной подстройки частоты осталась в диапазоне 9.190 – 9.210МГц. На этом настройку резонатора можно считать законченной.

Если при переключении в режим относительной подстройки частоты произошел срыв, и частота оказалась за диапазоном допустимых значений, необходимо изменяя уровень мощности СВЧ и повторяя пункты 5-8 добиться устойчивого захвата частоты.

6. Перейти во вкладку непрерывный режим.

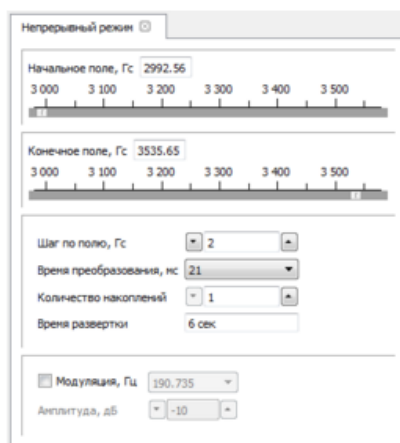


Рисунок 8. Панель непрерывного режима измерения.

Установить следующие значения:

- Начальное поле 3200 Гс;
 - Конечное поле 3350 Гс;
 - Шаг по полю 1 Гс;
 - Время преобразования 42 мс;
 - Количество накоплений 2;
 - Включить режим модуляции.
7. Нажать кнопку «Старт» и произвести запись спектра. С помощью кнопки подбор угла после измерения спектра подобрать угол, выделить график и с помощью правой кнопки мыши сохранить полученные данные.
 8. Повторить пункт 7 5 раз.
 9. Далее повторить пункты 4-8 для всех оставшихся полосок от самой большой дозы к самой маленькой.
 10. По имеющимся данным в пакете MSExcel определить амплитуду центрального пика для каждого измерения. Найти среднее для каждой дозы, рассчитать погрешность.
 11. Построить градуировочную кривую (зависимость дозы от амплитуды центрального пика) и найти формулу полученной кривой.

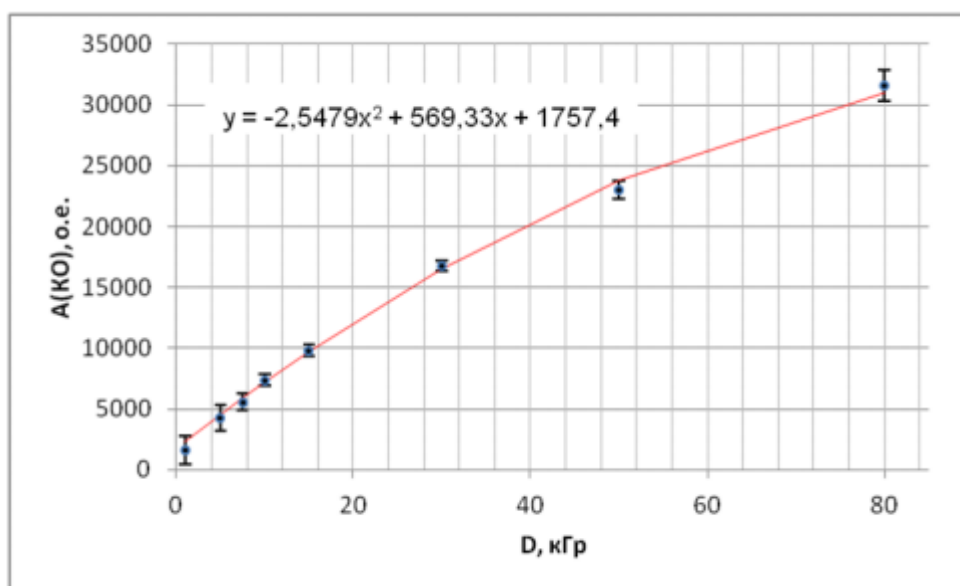


Рисунок 9. Вид стандартной градуировочной кривой.

Внимание: формула, полученная вами, может и даже должна отличаться от представленной на рисунке.

12. После окончания работы выключить все приборы и вынуть сетевую вилку из розетки.

Для проверки правильности построения градуировочной кривой попросите преподавателя выдать вам контрольную облученную полосу и определите поглощенную ей дозу по вашей формуле. Сверьте полученный результат с результатом преподавателя.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ.

1. Опишите эффект Зеемана. Приведите формулу.
2. Чем отличается процесс ионизации от процесса возбуждения?
3. Напишите формулу для энергии при расщеплении и перейдите к отношению заселенности уровней.
4. Напишите формулу аланина.
5. Зачем нужно строить градуировочную кривую?
6. Объясните принцип работы ЭПР-спектрометра Labrador.