

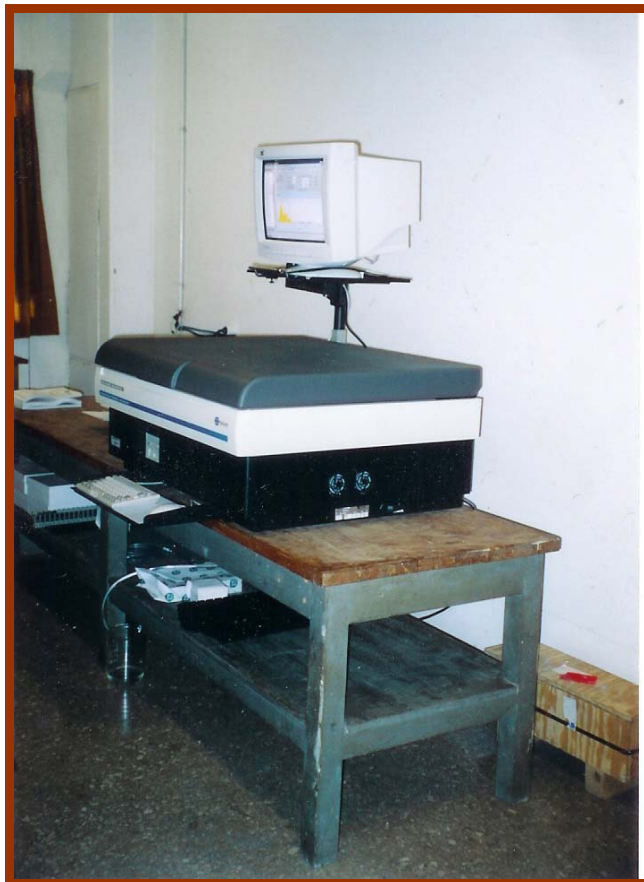
# SPEKTROMETRIA CIEKŁOSCYNTRYLACYJNA

Metoda detekcji promieniowania jądrowego ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ )

Konwersja energii promieniowania jądrowego na promieniowanie w zakresie widzialnym.

## Zalety metody:

- Geometria  $4\pi$
- Duża wydajność detekcji dla promieniowania  $\alpha$  i  $\beta$
- Niski próg wykrywalności (pomiar niskotłowe)



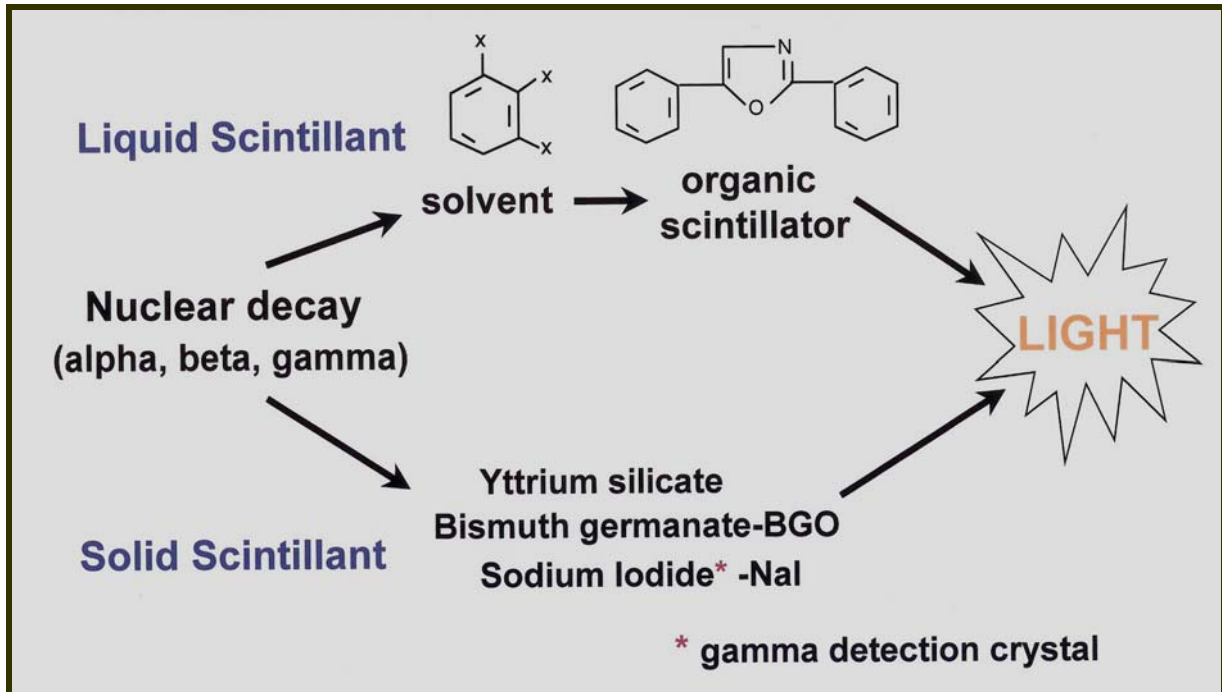
Najczęściej mierzone radioizotopy:

Commonly Used Radioisotopes		
Isotope	Energy ( $E_{\max}$ ) keV	Applications
$^3\text{H}$	18.6	metabolism
$^{14}\text{C}$	156	metabolism
$^{35}\text{S}$	167	protein labeling, molecular biology
$^{32}\text{P}$	1,709	molecular biology
$^{33}\text{P}$	248	molecular biology
$^{125}\text{I}$	35	protein labeling

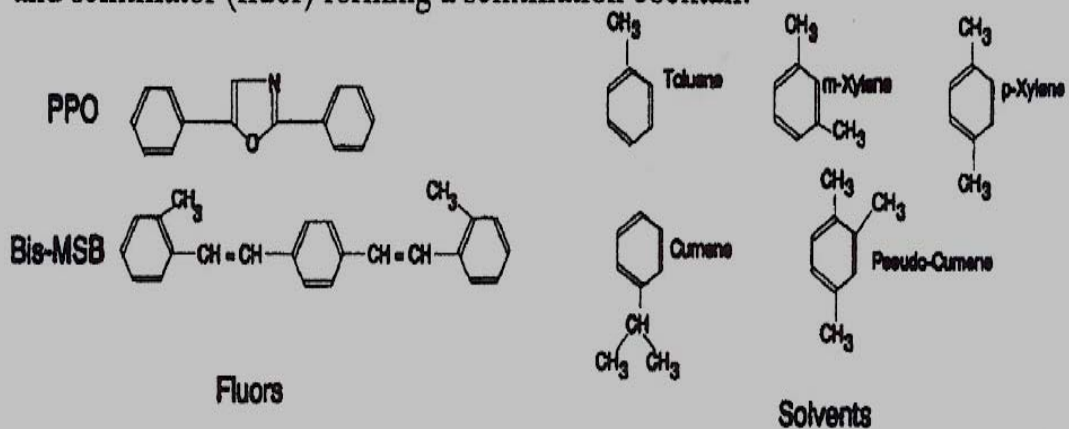
Proces pomiarowy:

Promieniowanie jonizujące wzbudza molekuly **rozpuszczalnika** które z kolei przekazują energię do molekuł **scyntylatora**, a te oddają ją w postaci promieniowania w zakresie widzialnym. Promieniowanie świetlne jest przetwarzane przez fotopowielacz na fotoelektrony które są wzmacniane i rejestrowane jako impuls napięciowy. Wielkość impulsu jest proporcjonalna do energii rejestrowanego promieniowania jonizującego.

Schemat ideowy metody scyntylacyjnej detekcji promieniowania jądrowego:



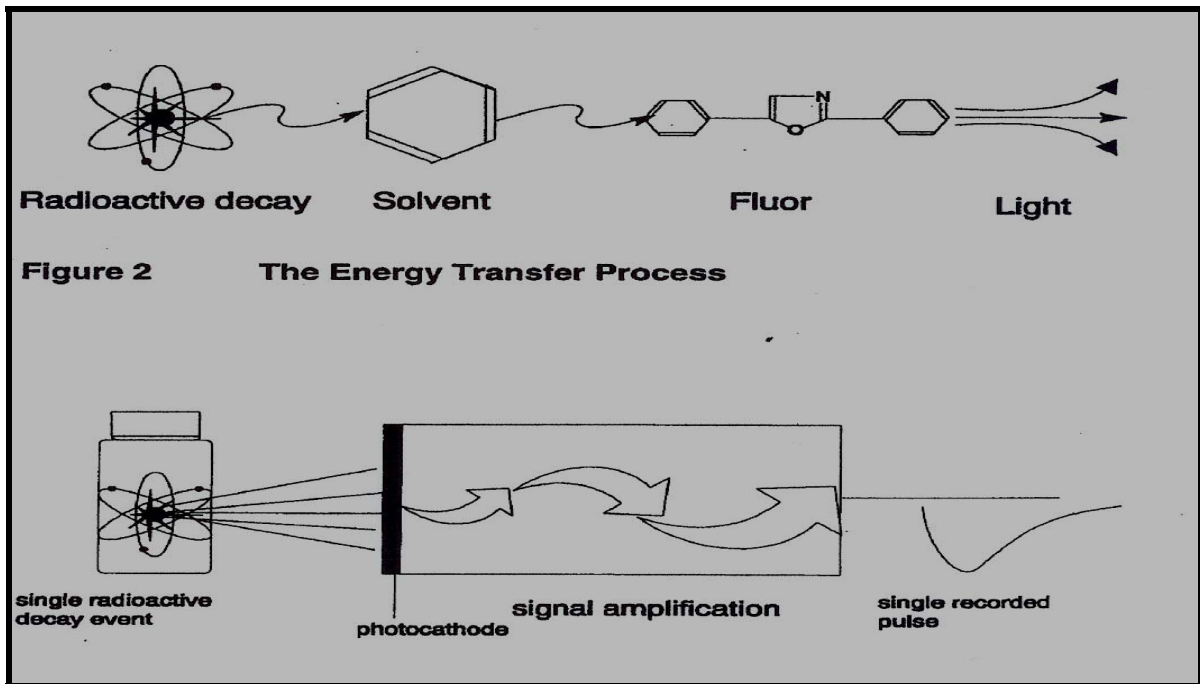
A liquid scintillation sample consists of an active material mixed with a solvent and scintillator (fluor) forming a scintillation cocktail.



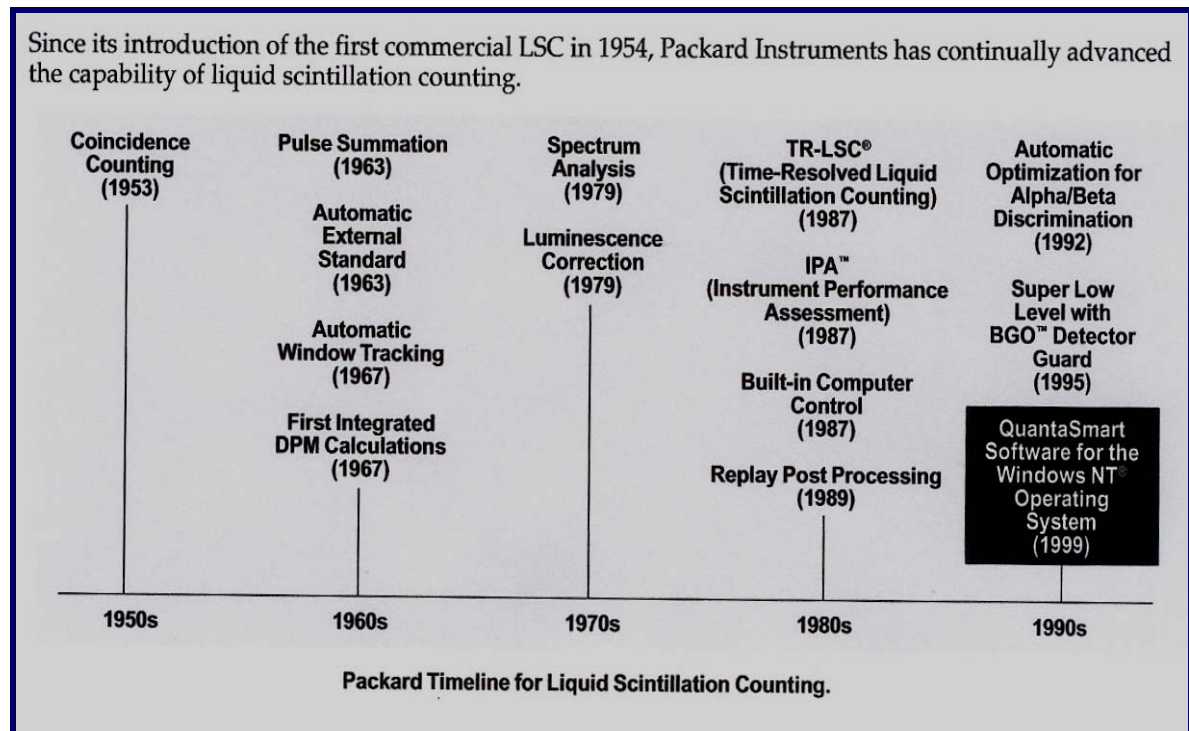
PPO = 2,5-diphenyloxazole

Bis-MSB = p-bis-(O-methylstyryl)-benzene

**Figure 1 Typical fluors and solvents in a scintillation cocktail**



## Rozwój technologii – historycznie:



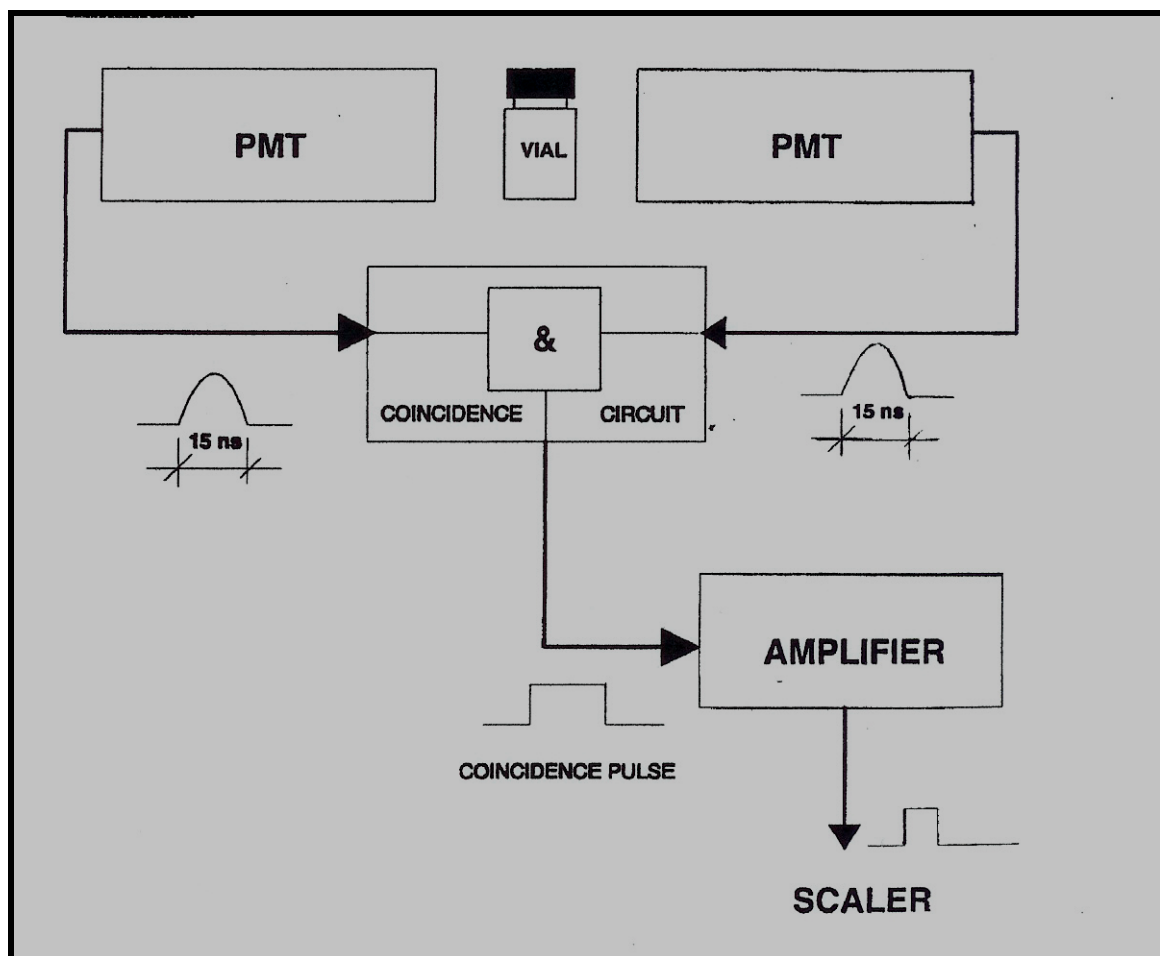
Rozwój technologii realizował trzy zasadnicze cele:

- Wzrost uniwersalności metody (różne typy próbek)
- Redukcja tła (pomiar środowiskowe)
- Wzrost wydajności detekcji

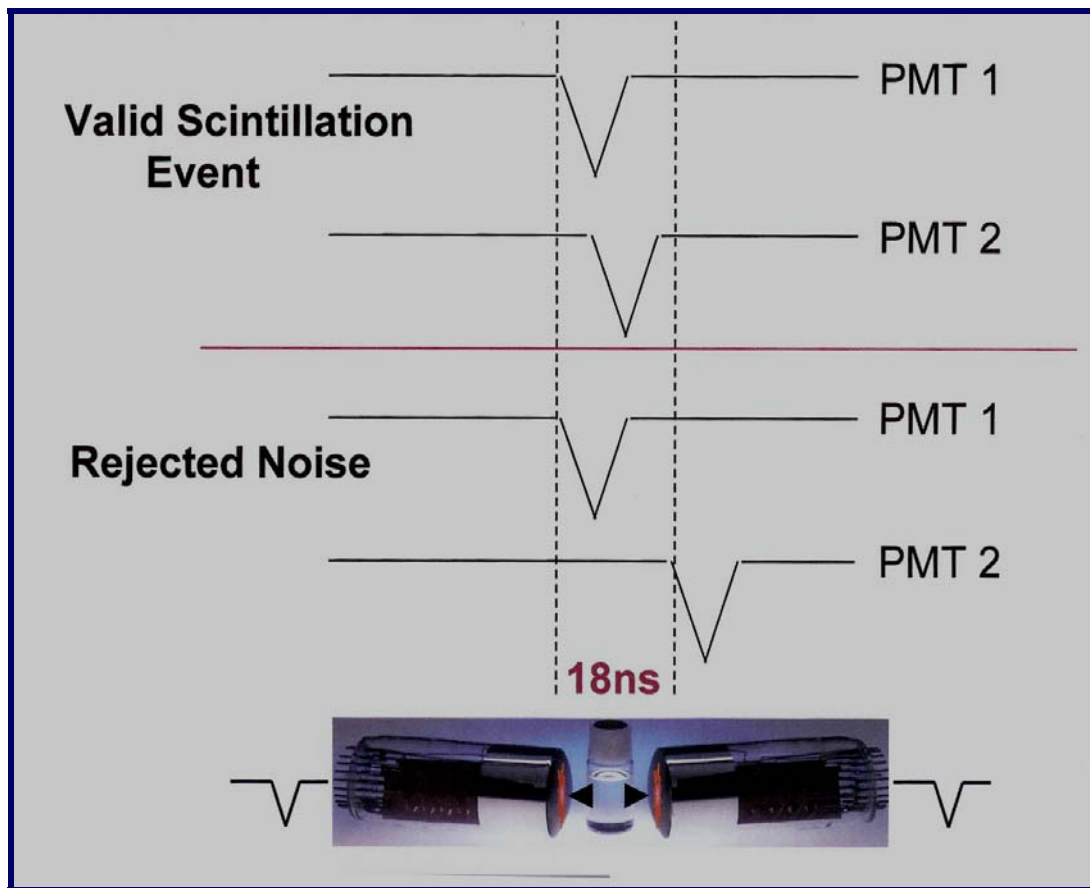
### Systemy redukcji tła:

- Osłona materiałowa (bierna)
- Detekcja impulsów w koincydencji
- Indywidualna analiza kształtu impulsu
- Osłona czynna

### Zasada pomiaru koincydencyjnego:





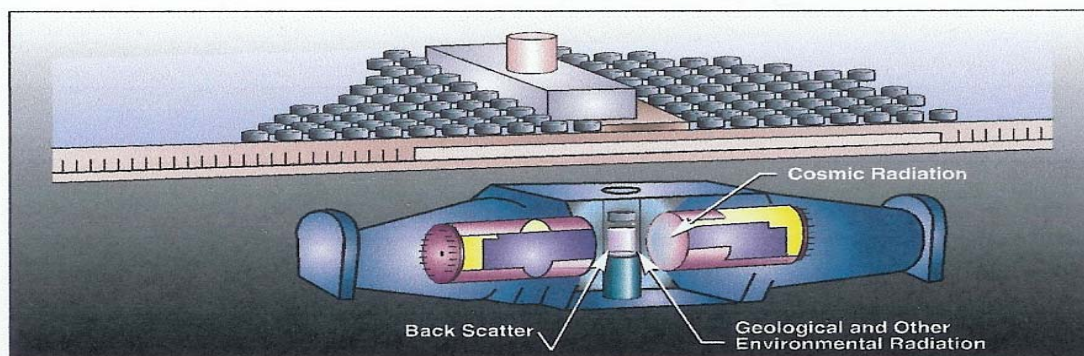


Rezultat:

Redukcja tła pochodzącego od szumów termicznych fotopowielaczy.

Ośłona materiałowa:

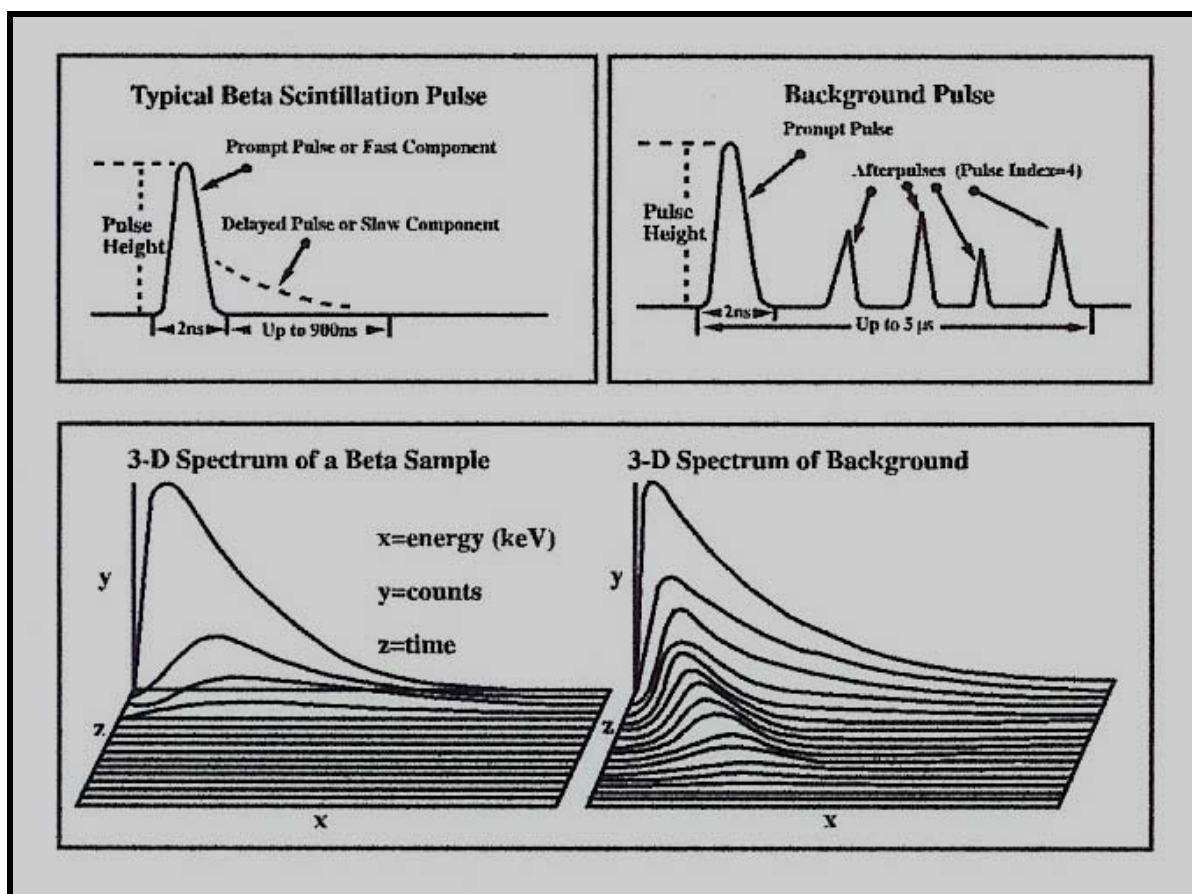
W spektrometrach niskotłowych wykonana ze starego ołowiu.



## Indywidualna analiza kształtu impulsu:

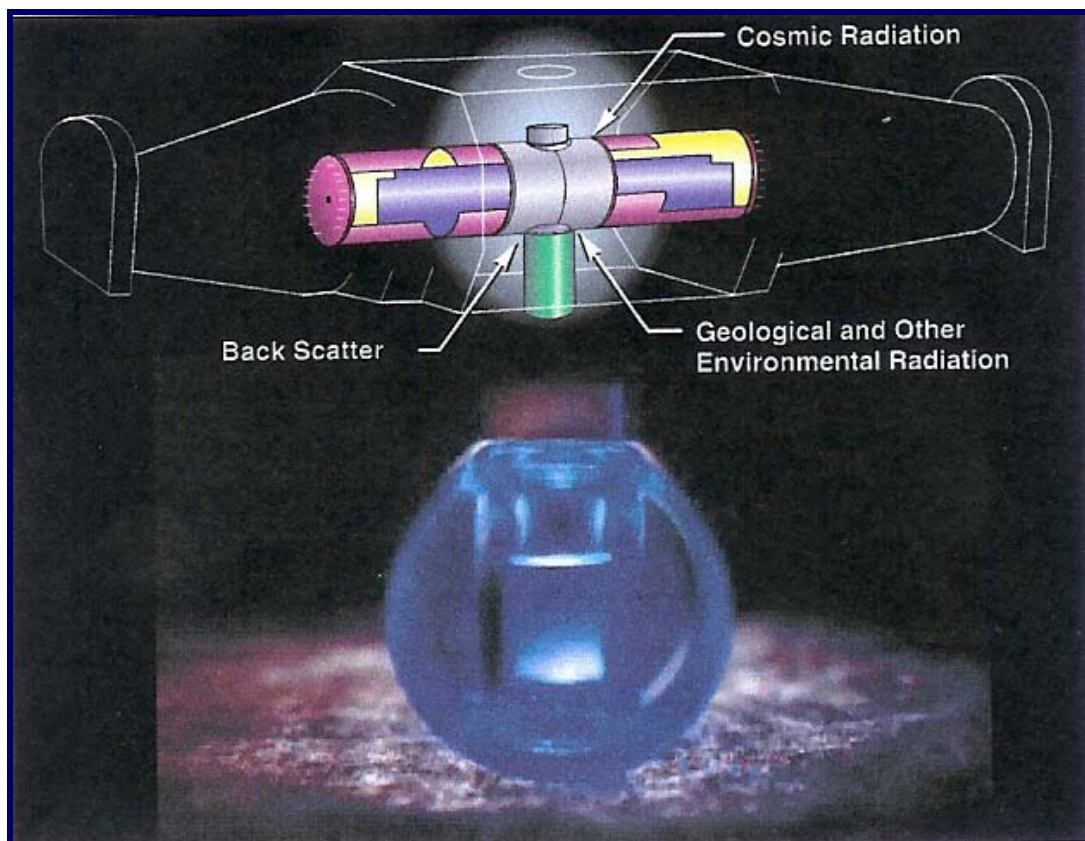
Impulsy odpowiadające rozpadom  $\beta$  w mierzonym medium (detekcja cząstki  $\beta$ ) oraz impulsy tła posiadają składową szybką. Ta składowa jest rejestrowana przez typowe układy koincydencyjne w spektrometrach scyntylacyjnych. Większości impulsów tła towarzyszy kilka opóźnionych impulsów wtórnych (afterpulse) które nie są rejestrowane w klasycznych systemach spektrometrycznych. Te impulsy wtórne stosowane są w spektrometrii niskotłowej do rozróżniania i dyskryminacji impulsów tła od impulsów pochodzących od rejestrowanego promieniowania  $\beta$ .

## Zasada 3-wymiarowej analizy impulsów:



## Ostona czynna:

W spektrometrach przeznaczonych do pomiarów niskotłowych promieniowania  $\beta$   $^3\text{H}$  oraz  $^{14}\text{C}$  stosuje się dodatkowo ostonę czynną z BGO (Bismuth Germanium Oxide) która produkuje odpowiednią liczbę impulsów wtórnych również dla niskiego zakresu energetycznego. W innych rozwiązaniach spektrometrów niskotłowych (Quantulus) stosuje się dodatkową aktywną ostonę antykoincydencyjną otaczającą komorę pomiarową.



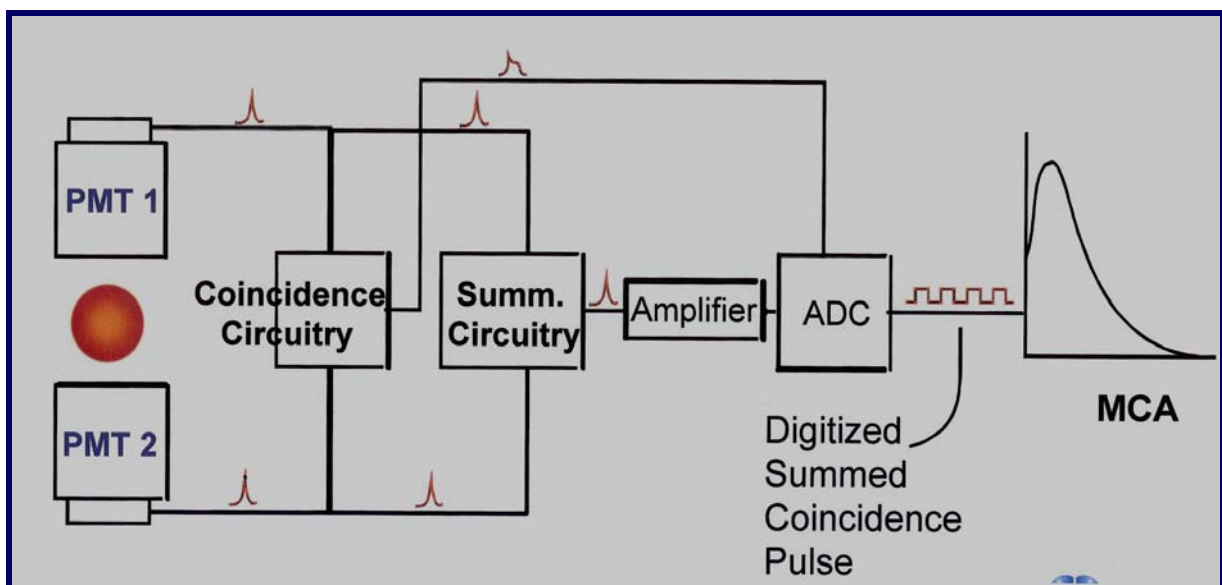


## Efekt 3-wymiarowej analizy impulsów:

Effect of TR-LSC Discrimination on Background, Efficiency, and E <sup>2</sup> /B									
<sup>3</sup> H performance*: 8 mL water; 12 mL Ultima Gold LLT; <sup>3</sup> H (0-18.6) keV region.					<sup>14</sup> C performance** comparison of ultra low level and super low level count modes with and without BGO vial holders. 4 gm benzene in 7 mL glass vials with brass caps. Optimized windows.				
Amount of TR-LSC Discrimination	Vial Type	% <sup>3</sup> H Efficiency	Background		Count Mode	Vial Holder	% <sup>14</sup> C Efficiency	Background	
			CPM	E <sup>2</sup> /B				CPM	E <sup>2</sup> /B
None	Glass	34.2	22.3	52	Ultra Low Level	None	67.20	1.63	2,770
Normal	Glass	33.8	17.8	64	Super Low Level	None	63.00	0.41	9,680
Low Activity	Glass	33.9	12.8	90	Super Low Level	BGO	61.40	0.24	15,708
Ultra Low Level	Glass	29.4	6.2	139					
Super Low Level	Glass	26.7	2.8	255					
None	Plastic	33.7	11.1	102					
Normal	Plastic	33.9	11.1	104					
Low Activity	Plastic	33.4	10.2	109					
Ultra Low Level	Plastic	28.7	4.9	168					
Super Low Level	Plastic	27.7	2.0	384					

*\*Data acquired at Scottish Universities Research and Reactor Center, East Kilbride, Scotland and at Packard Instrument Company, Meriden, CT U.S.A.*  
*\*\*Data acquired at Scottish Universities Research and Reactor Center, East Kilbride, Scotland.*

## Schemat ideowy spektrometru CS:



W procesie pomiarowym generalnie:

**DPM  $\neq$  CPM**

Wynika to z następujących czynników:

- Gaszenie impulsów
- Nakładanie się widm
- Luminescencja
- Wyładowania statyczne

Również:

- Zmiany objętości scyntylatora
- Próbki heterogeniczne
- Tło

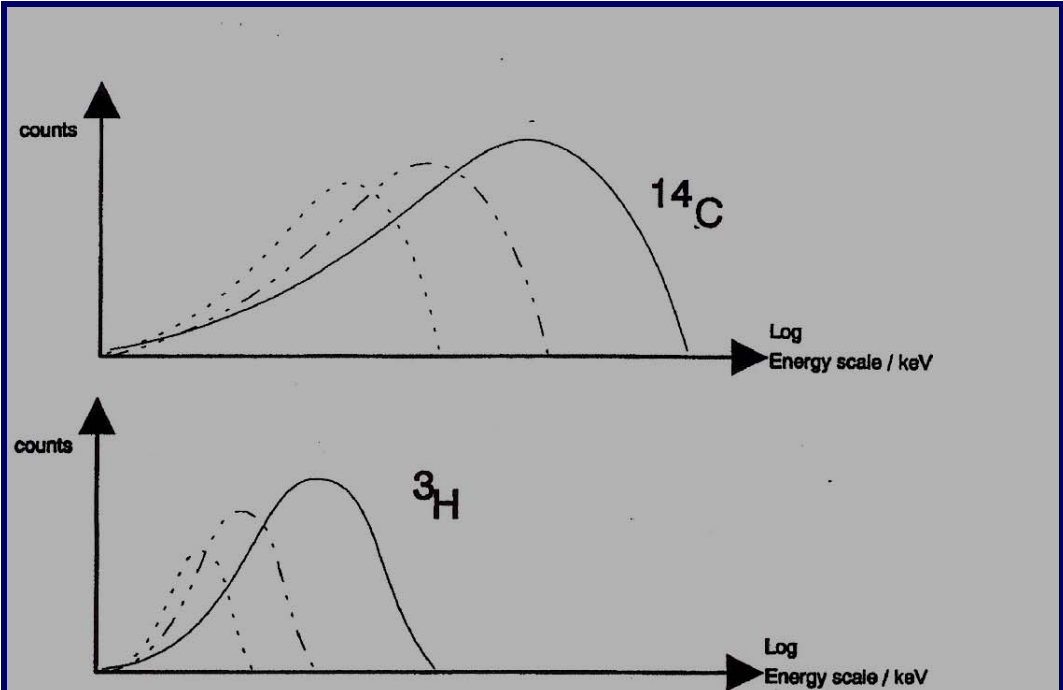
### Efekt gaszenia

Liczba fotonów wyprodukowana w wyniku pojedynczego rozpadu  $\beta$  jest proporcjonalna do energii cząstek  $\beta$ . Liczba fotoelektronów wyprodukowanych na fotokatodzie fotopowielacza jest proporcjonalna do liczby padających na nią fotonów:

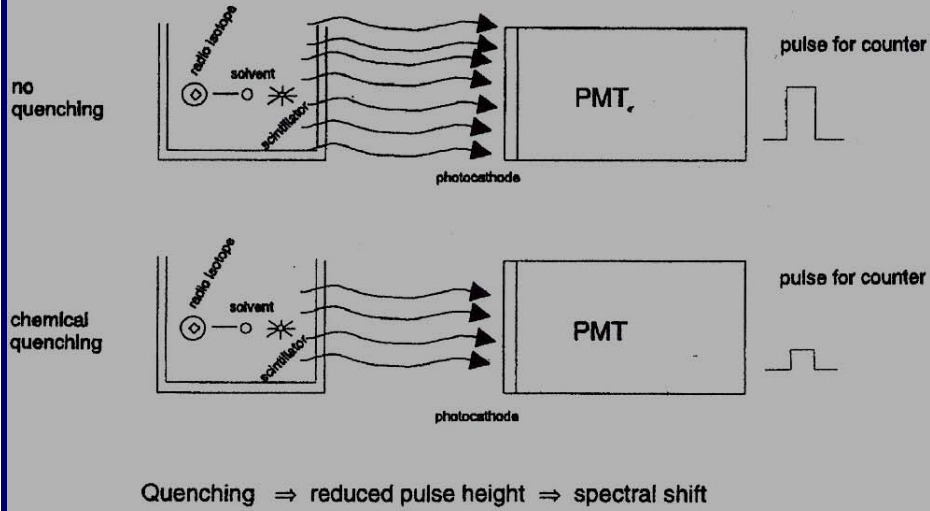
- ok. 30 fotonów na pojedynczy rozpad  ${}^3\text{H}$  ( $E_{\text{max}} = 18.3 \text{ keV}$ );
- ok. 300 fotonów na pojedynczy rozpad  ${}^{14}\text{C}$  ( $E_{\text{max}} = 155 \text{ keV}$ )

Stąd, wysokość impulsu wyprodukowanego przez fotopowielacz jest proporcjonalna do energii rejestrowanego promieniowania  $\beta$

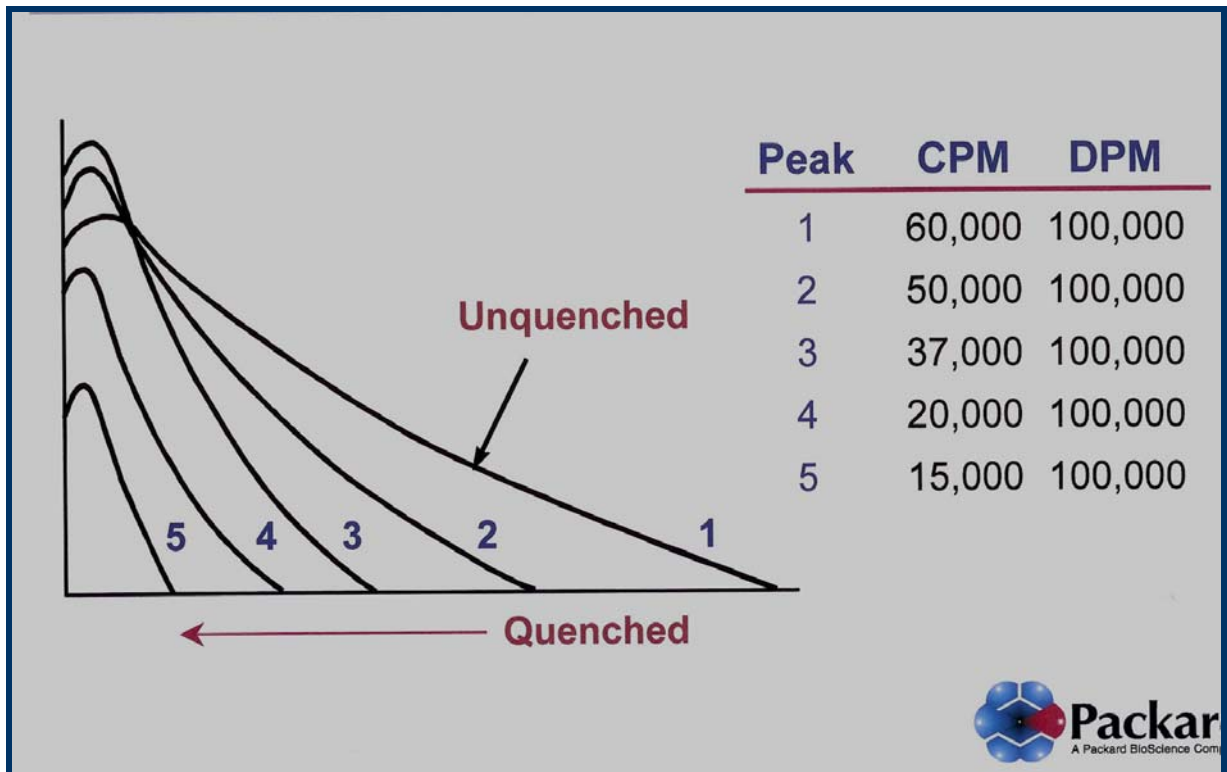
Efekt gaszenia powoduje przesunięcie widma energetycznego rejestrowanych cząstek w kierunku niższych energii oraz zmniejszenie liczby rejestrowanych impulsów.



**Figure 7** Effect of quenching on 2 commonly measured nuclides' spectra

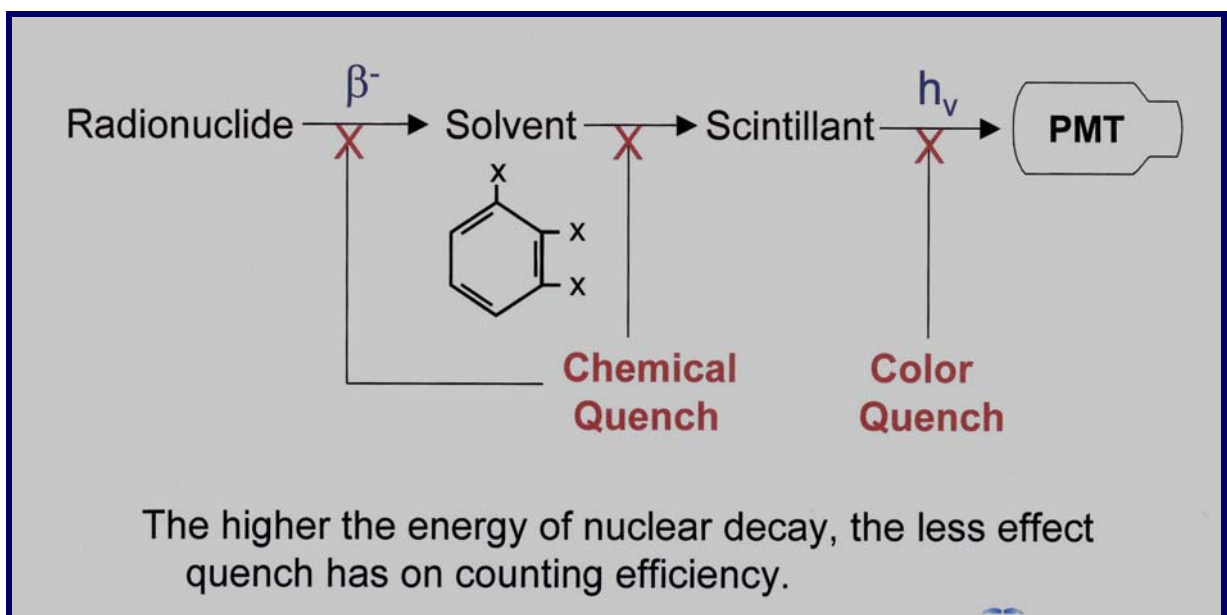


**Figure 8** Effect of quenching on pulse height



### Rodzaje gaszenia:

- gaszenie chemiczne
- gaszenie kolorem
- gaszenie fizyczne



### Gaszenie chemiczne:

Jest spowodowane głównie obecnością zanieczyszczeń elektroujemnych absorbujących elektrony. Stąd energia wzbudzonych elektronów rozpuszczalnika jest tracona bezpromieniście.

### Gaszenie kolorem:

Absorpcja światła w czasie transmisji fotonów ze scyntylatora do fotopowielacza.

### Gaszenie fizyczne:

Gaszenie spowodowane fizyczną naturą próbki (np. rozpraszanie i absorpcja bezpromienista na cząsteczkach próbki – np. detekcja  $^3\text{H}$  w wodzie)

## Metody konwersji CPM → DPM

$$\text{DPM} = \frac{\text{CPM}_{\text{NETTO}}}{\text{Wydajność detekcji}}$$

Wydajność detekcji jest zmienna (zależy od natury próbki, kompozycji mieszaniny scyntylacyjnej, itp.)

### Metody określania wydajności detekcji:

#### 1. Metoda wewnętrznego standardu

Równoległe do mierzonych próbek przygotowujemy identyczne próbki zawierające znaną aktywność mierzonego izotopu. Wariant tej metody polega na ponownym pomiarze próbki po dodaniu do niej określonej aktywności mierzonego izotopu:



$$\%EFF = \frac{CPM_{S+P} - CPM_P}{DMP_S}$$

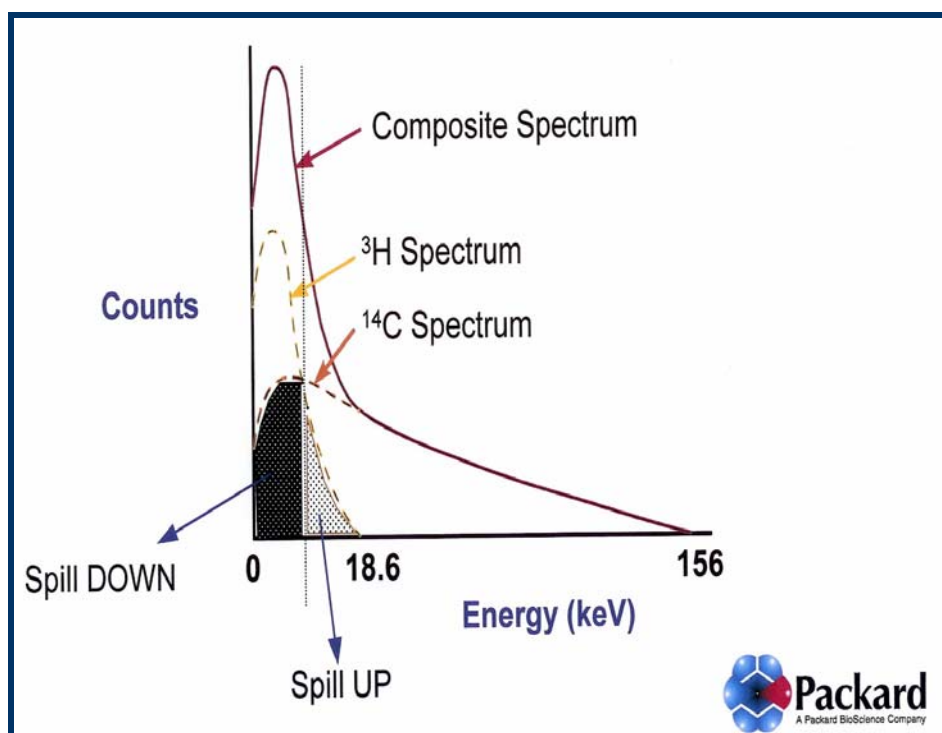
## 2. Metoda krzywej gaszenia

Przygotowanie serii próbek o znanej, stałej aktywności mierzonego izotopu, ze zmienną ilością czynnika gaszącego.

## 3. Metoda zewnętrznego standardu ( $^{133}\text{Ba}$ , $E_{\text{MAX}} = 384 \text{ keV}$ )

Rozpraszanie komptonowskiego promieniowania  $\gamma$  ze Źródła zewnętrznego na materiale próbki (spektrum energetyczne) silnie zależy od typu i wielkości efektu gaszenia.

## Nakładanie się widm (dual label)

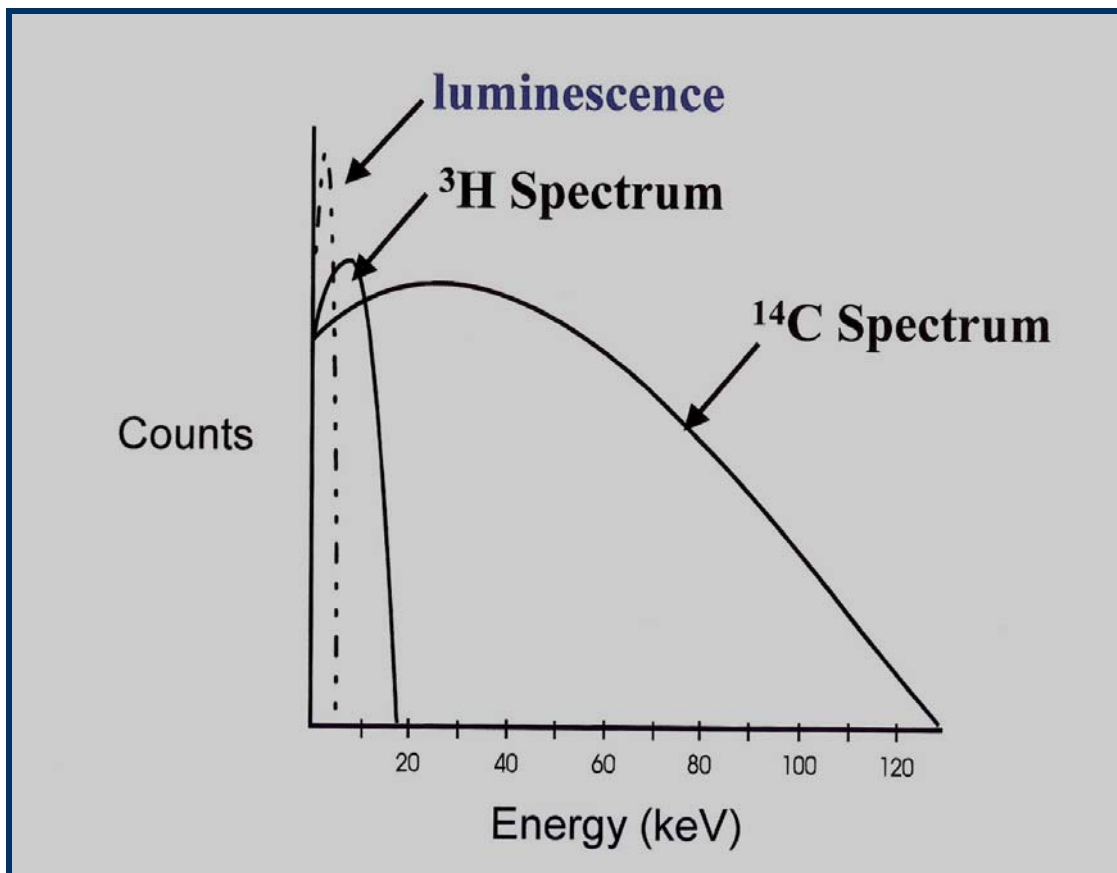


## Luminescencja

Jest spowodowana przez:

- Reakcje chemiczne pomiędzy próbką o wysokim pH i mieszaniną scyntylicyjną (chemiluminescencja)  
Zanika stosunkowo wolno i występuje przy stosunkowo wysokich częstościach zliczeń (> 100000 cpm)
- Oddziaływanie promieniowania UV z mieszaniną scyntylicyjną bądź z materiałem naczynka pomiarowego (fotoluminescencja)

Oba rodzaje luminescencji dostarczają fotonów w zakresie między 0 a 4 keV.



Składniki tła:

- Tło instrumentalne (zakres niskich energii) - 10 %
- Sprzężenie fotopowielaczy (crosstalk) (zakres niskich i wysokich energii) - 25 %
- Naczyńka szklane i front PMT (zakres wysokich i niskich energii) - 35 %
- Mieszanka scyntylacyjna - 30 %

**Spektrometr CS – jeden z najbardziej uniwersalnych przyrządów do pomiaru promieniowania  $\alpha$  i  $\beta$  !**

