

Univerzita Palackého v Olomouci
Přírodovědecká fakulta
Katedra experimentální fyziky

DIPLOMOVÁ PRÁCE

**Pozitron elektronová anihilace – spektroskopie
dopplerovského rozšíření**



Autor:	Bc. Michaela Boháčová
Studijní obor:	Nanotechnologie
Forma studia:	Prezenční
Vedoucí práce:	Prof. RNDr. Miroslav Mašláň, CSc.
Termín odevzdání práce:	7. 5. 2023

Prohlašuji, že jsem předloženou diplomovou práci vypracovala samostatně pod vedením Prof. RNDr. Miroslava Mašláně, CSc. a že jsem použila zdrojů, které cituji a uvádím v seznamu použitých zdrojů.

V Olomouci

.....

Podpis

Ráda bych poděkovala svému vedoucímu prof. RNDr. Miroslavovi Mašláňovi, CSc. za odborné vedení a konzultování diplomové práce a za veškerý čas, který této práci věnoval.

Bibliografická identifikace:

Jméno a příjmení autora

Bc. Michaela Boháčová

Název práce

Pozitron elektronová anihilace – spektroskopie dopplerovského rozšíření

Typ práce

Diplomová

Pracoviště

Katedra experimentální fyziky

Vedoucí práce

Prof. RNDr. Miroslav Mašláň, CSc.

Rok obhajoby práce

2023

Abstrakt

Tato diplomová práce se zabývá pozitron elektronovou anihilační spektroskopií dopplerovského rozšíření v koincidenčním měření a měření bez koincidence. První část je věnována teoretickému základu pozitronové fyziky – historii pozitronu, interakcím pozitronů s látkou, a především základům pozitronové anihilační spektroskopie. Praktická část je věnována především porovnání obou přístupů měření (koincidenčního a bez koincidence) na několika vybraných vzorcích. Pomocí spektroskopie je zkoumána prvková závislost, vliv defektů a v neposlední řadě porovnávané měření na vzorku nerezavé oceli CL20ES. Závěrem jsou shrnuty výsledky a poznatky této diplomové práce.

Klíčová slova

pozitron, spektroskopie, anihilace, S parametr, W parametr, koincidence

Počet stran

73

Počet příloh

0

Jazyk

Český

Bibliographical identification:

Autor's first name and surname	Bc. Michaela Boháčová
Title	Positron-electron annihilation – doppler broadening spectroscopy
Type of thesis	Master
Department	Department of Experimental Physics
Supervisor	Prof. RNDr. Miroslav Mašláň, CSc.
The year of presentation	2023
Abstract	<p>This diploma thesis deals with positron electron annihilation spectroscopy of doppler broadening in coincidence and non-coincidence measurements. The first part is devoted to the theoretical basis of positron physics - the history of the positron, interactions of positrons with matter, and above all the basics of positron annihilation spectroscopy. The practical part is mainly devoted to the comparison of both measurement approaches (coincidence and non-coincidence) on several selected samples. Using spectroscopy, elemental dependence, the influence of defects are investigated and, last but not least, we compare measurements on a sample of stainless steel CL20ES. In conclusion, the results and findings of this diploma thesis are summarized.</p>
Keywords	positron, spectroscopy, annihilation, S parameter, W parameter, coincidence
Number of pages	73
Number of appendices	0
Language	Czech

Obsah

ÚVOD	7
TEORETICKÁ ČÁST	8
1 POZITRON VE FYZICE PEVNÝCH LÁTEK	8
1.1 HISTORIE POZITRONU.....	8
1.1.1 <i>Teoretická předpověď</i>	9
1.1.2 <i>Diracovo moře</i>	11
1.1.3 <i>Experimentální objev</i>	12
1.2 ZDROJE POZITRONŮ	14
1.2.1 <i>Kosmické záření</i>	14
1.2.2 <i>β^+ rozpad</i>	14
1.2.3 <i>Radioaktivní zářiče</i>	15
1.2.4 <i>Výroba páru elektron-pozitron</i>	16
1.2.5 <i>Pozitronové svazky</i>	17
2 INTERAKCE POZITRONŮ S LÁTKOU	19
2.1 IMPLANTACE A TERMALIZACE POZITRONU	19
2.2 ANIHILACE POZITRONU.....	21
2.3 DVOUFOTONOVÁ ANIHILACE	21
2.4 MĚŘENÍ DOBY ŽIVOTA POZITRONŮ	23
2.5 ANALÝZA ANIHILAČNÍHO ZÁŘENÍ.....	24
2.6 POZITRONOVÁ ANIHILAČNÍ SPEKTROSKOPIE.....	26
2.6.1 <i>Měření úhlových korelací</i>	26
2.6.2 <i>Měření doby života</i>	27
2.6.3 <i>Dopplerovské rozšíření (DBS)</i>	28
2.6.4 <i>Koincidenční měření (CDB)</i>	30
PRAKTICKÁ ČÁST	31
3 EXPERIMENTÁLNÍ ZAŘÍZENÍ	31
3.1 NASTAVENÍ PARAMETRU KOINCIDENCE A KALIBRACE	32
4 PRVNÍ TESTOVACÍ MĚŘENÍ.....	35
5 MĚŘENÍ NA VYBRANÝCH KOVECH	37
5.1 PRVKOVÁ ZÁVISLOST	37
6 VLIV DEFECTŮ	42
6.1 MĚĎ.....	42
6.2 TITAN	44
6.3 HLINÍK	46
6.4 OLOVO.....	47
7 OCEL CL20 ES.....	49
7.1 ČASOVÁ ZÁVISLOST DOBY ŽÍHÁNÍ NA DEFEKTY	49
7.2 OCEL CL20ES VLIV MECHANICKÉHO OPRACOVÁNÍ.....	55
7.3 OCEL CL20ES ŽÍHÁNÍ RŮZNĚ OPRACOVANÝCH POVRCHŮ.....	60
ZÁVĚR.....	65
SEZNAM OBRÁZKŮ:.....	67
SEZNAM TABULEK:.....	70
REFERENCE	71

Úvod

Pozitron elektronová spektroskopie je vhodnou metodou pro zkoumání defektů v pevných látkách, proto je tato metoda hojně využívána ve fyzice pevných látek a v materiálovém výzkumu pro identifikaci defektů. Pomocí této metody je možno charakterizovat defekty na atomární úrovni, a to s výhodou nedestruktivního přístupu, není třeba ani předchozí úpravy zkoumaného vzorku. Ke studiu defektů se využívá emitovaného anihilačního záření, které vzniká při anihilaci protonu s elektronem v pevné látce. Při pozorování zjišťujeme především dobu života pozitronu, dopplerovský posun a energii anihilačních fotonů. Přičemž doba života pozitronu je určena lokální elektronovou hustotou v místě defektů.

Přiblížení interakcí pozitronů s látkou se věnuje teoretická část této práce. Kde je také objasněna i samotná anihilace pozitronů s elektronem a doba života pozitronu. Bude zde specifikována pozitronová anihilační spektroskopie, ve které se následně zaměříme přímo na dopplerovské rozšíření, kterému se věnuje i praktická část práce.

Cílem diplomové práce je porovnání koincidenčního měření a měření bez koincidence pozitron elektronové anihilační spektroskopie dopplerovského rozšíření. V experimentální části bude představena měřicí aparatura a skupiny měření na různých vzorcích, pomocí kterých bude snaha porovnat oba přístupy měření.

Teoretická část

1 Pozitron ve fyzice pevných látek

Fyzika pozitronu se zabývá interakcí nízkoenergetických pozitronů s hmotou. Existenci pozitronu předpověděl Dirac a následně ji ověřil Anderson před více než 70 lety. Zrod a rychlý počáteční rozvoj pozitronové fyziky nastal počátkem 50. let 20. století, kdy bylo zjištěno, že vlastnosti kvantového elektrodynamického anihilačního procesu téměř zcela závisí na stavu systému pozitron-elektron v hmotě. Během poslední dekády se obor začal silně rozrůstat a rozšiřovat. Důvodem rychlého růstu by mohla být skutečnost, že pozitrony poskytují jedinečné informace o široké škále problémů ve fyzice kondenzovaných látek. K popularitě pozitronových studií přispívá také levné experimentální zařízení, které je dnes běžně komerčně dostupné. [1]

1.1 Historie pozitronu

První zmínky o pozitronu se datují do roku 1930, kdy Paul Dirac ve své rovnici postuloval pozitron jako antičástici elektronu, představil ji světu na základě teoretických výpočtů. Až následně v roce 1932 Carl D. Anderson detekoval tuto antičástici experimentálně v mlžné komoře při fotografování stop kosmického záření. A poté byla uznána jako antičástice elektronu. [1]

Jakožto antičástice elektronu, mají tyto dvě částice stejné některé fyzikální vlastnosti, jak je patrné z Tabulka 1. Konkrétně se jedná o klidovou hmotnost a spin, ale mají navzájem opačný náboj, což má za následek, že pozitron vykazuje kladný magnetický moment. Obecně řečeno, jedná se o kladně nabitou antičástici elektronu, který sám bývá označován „ e^+ “, proto je pozitron symbolizován „ e^+ “. [2]

Doba života e^+ je ve vakuu delší, než $2 \cdot 10^{21}$ s, z tohoto důvodu ji lze považovat za stabilní částici. Avšak po implantaci do hmoty vede přítomnost elektronů k drastickému snížení doby života pozitronů. [2]

Tabulka 1: Základní charakteristiky elektronu a pozitronu [3].

	<i>klidová hmotnost [kg]</i>	<i>elektrický náboj [C]</i>	<i>spin</i>	<i>střední doba života</i>
<i>elektron</i>	$9,109 \cdot 10^{-31}$ (511 keV/c ²)	$-1,602 \cdot 10^{-19}$	½	Stabilní
<i>pozitron</i>	$9,109 \cdot 10^{-31}$ (511 keV/c ²)	$+1,602 \cdot 10^{-19}$	½	Stabilní

1.1.1 Teoretická předpověď

V roce 1928 britský fyzik Paul Dirac sestavil rovnici, která kombinovala kvantovou teorii a speciální teorii relativity, aby popsal chování elektronu pohybujícího se relativistickou rychlostí. Rovnice by umožnila zacházet s atomy způsobem konzistentním s Einsteinovou teorií relativity. Avšak rovnice představovala problém, Diracova rovnice může mít dvě řešení, jedno pro elektron s kladnou energií a jedno pro elektron se zápornou energií. Ale klasická fyzika říká, že energie částice musí být vždy kladné číslo. Dirac interpretoval rovnici tak, že pro každou částici existuje odpovídající antičástice, totožná s částicí, ale s opačným nábojem. Pro elektron by měl existovat „antielektron“ identický ve všech směrech, ale s kladným elektrickým nábojem. [4]

Vlnová Schrödingerova rovnice pro volnou hmotnou částici je definována následovně:

$$\left[-\frac{\hbar^2}{2m} \nabla^2 + V \right] \Psi = i\hbar \frac{\partial \Psi}{\partial t}, \quad (1)$$

kde ∇^2 je Laplacián v kartézských souřadnicích, Ψ je vlnová funkce, V je potenciál, \hbar je Planckova konstanta a m je hmotnost částice. Tato rovnice byla snadno použitelná a poskytovala celkovou energii a vlnovou funkci jakéhokoli kvantového stavu. Tím se stala nejdůležitějším parametrem v kvantové mechanice. Zároveň ale vzniká problém, kdy tato rovnice zanedbává některé faktory, jako například ovlivnění potenciálu elektron – elektronovým odpuzováním, nebo relativistické elektrony obíhající kolem jádra. Proto bylo zapotřebí pro synchronizaci kvantové mechaniky a relativity zavedení nové rovnice. [4]

Prvním pokusem zkombinování relativity a kvantové mechaniky byla Klein - Gordonova rovnice. Ta je výsledkem převzetí relativistické energie a provedení

substituce pro operátory hybnosti a energie a jejich klasické protějšky. Klasický Hamiltonián představuje energii částice, což znamená, že operátor na levé straně nahoře může být vhodnou náhradou za energii E . Ze speciální teorie relativity je celková energie částice dána vztahem $E^2 = p^2c^2 + m^2c^4$, kde p je hybnost. Nahrazením hybnosti jejím operátorem dostaneme Klein - Gordonovu rovnici ve znění:

$$\frac{1}{c^2} \frac{\partial^2}{\partial t^2} \Psi - \nabla^2 \Psi + \frac{m^2 c^2}{\hbar^2} \Psi = 0. \quad (2)$$

Zatímco tato vlnová rovnice si zachovává Lorentzovu invarianci, z pohledu Diracovy transformační teorie má ale zásadní nedostatek: Schrödingerova rovnice je v časové derivaci prvního řádu, Klein - Gordonova rovnice je druhého řádu. To znamenalo, že interpretace transformační teorie, kterou Dirac vyvinul, nelze aplikovat v plné obecnosti na Klein - Gordonovu rovnici, protože vývoj systému již nebyl specifikován v jednom okamžiku. [5]

Dirac, přesvědčen o platnosti teorie transformace, se pustil do nalezení relativistické vlnové rovnice pro elektron, která by vyhovovala těmto požadavkům a souhlasila s Klein - Gordonovou rovnicí. Protože rovnice, kterou hledal, by byla prvního řádu času, tj. lineární v nulté složce 4-vektorové hybnosti p_0 , vzal relativistickou symetrii, která naznačovala, že musí být také lineární ve vektoru hybnosti pro p_r , kde $r = 1,2,3$. To znamenalo, že odpovídající rovnice by byla linearizovaná verze Klein - Gordonovy rovnice, která by pak vznikla převzetím (Minkowského) součinu lineární rovnice se sebou samým. [5]

Volně řečeno, taková rovnice by byla druhou odmocninou Klein - Gordonovy rovnice. Takže, absorbováním faktorů c do p_0 , má následně vlnová rovnice tvar, [5]

$$(p_0 + \alpha_1 p_1 + \alpha_2 p_2 + \alpha_3 p_3 + \alpha_4 mc) \Psi = 0. \quad (3)$$

Přesto, že byly čtyři koeficienty zpočátku neznámé, požadavek konzistence s Klein - Gordonovou rovnicí byl dostačující omezující podmínkou, proto že všechny křížové členy zahrnující více, než jednu hybnost p_r se musí vyrušit, zatím co jsou umocněny s kvadrátem k jedničce. Což znamená, [5]

$$\alpha_\mu^2 = 1, \quad (4)$$

$$\alpha_\mu \alpha_\nu + \alpha_\nu \alpha_\mu = 0, \text{ pro } \mu \neq \nu. \quad (5)$$

Selhání komutativnosti projevené těmito vztahy znamenalo, že koeficienty α_μ nemohou být obyčejná čísla (c -čísla v Diracově jazyce). Dirac si však všiml, že Pauliho spinové matice 2×2 měly přesně tyto vlastnosti, i když by sloužily pouze k linearizaci vlnové rovnice. Problém byl vyřešen, když si Dirac uvědomil, že matice 4×4 by umožnily reprezentaci algebraických vztahů daných právě podmínkami α_μ . Při řešení našel Dirac rovnici právě ve tvaru, která by mohla být zapsána pomocí Hamiltonova operátoru, a mohlo by být ukázáno, že zachovává Lorentzovu invarianci Klein - Gordonovy rovnice. Tedy Diracova rovnice (zde bez elektromagnetického potenciálu) může být zapsána jako: [5]

$$i \hbar \frac{\partial}{\partial t} \Psi = \hat{H}_d, \quad (6)$$

$$\hat{H}_d = c \alpha \cdot \nabla + \alpha_4 m c^2. \quad (7)$$

Avšak výklad z hlediska teorie transformace nebyl zcela přesný. Zatímco Schrödingerova rovnice platí pro jedno-vlnovou funkci, matice 4×4 objevující se v Diracově rovnici znamenala, že nepředstavuje jedinou vlnovou funkci Ψ , ale vektor 4 vlnových funkcí, $\Psi_n(x, t)$. Dvě z nich stačily k vysvětlení známých vlastností elektronů s opačným spinem, ale zůstaly dvě, které odpovídají dvěma řešením (s opačným spinem) a s negativní energií. [5]

Tato vlastnost vychází z klasického výrazu pro relativistickou energii,

$$E = \pm \sqrt{p^2 c^2 + m^2 c^4}, \quad (8)$$

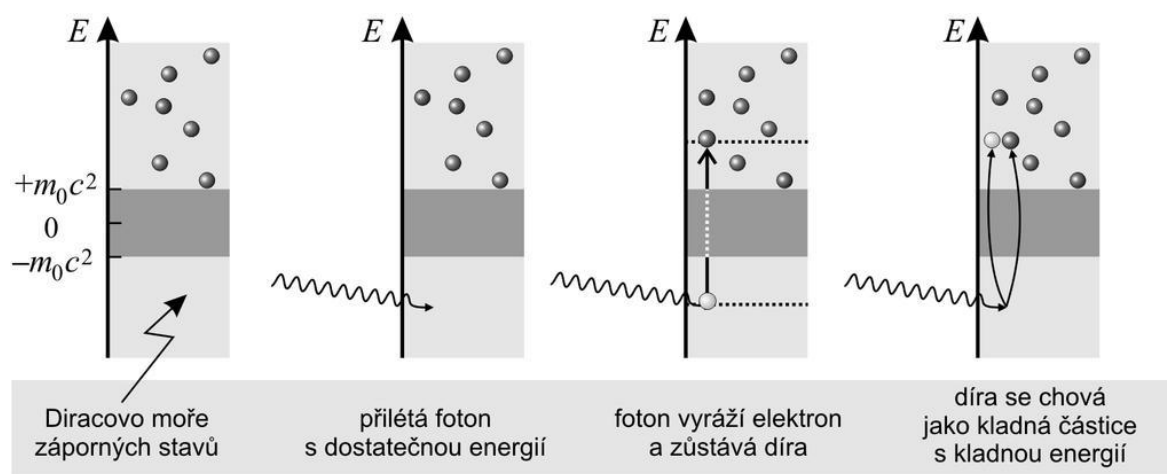
který předpokládá pozitivní i negativní řešení pro danou hmotnost a hybnost. [5]

1.1.2 Diracovo moře

V každé relativistické kvantové teorii pole se nutně objevují řešení jak pro pozitivní, tak negativní energie částic. Tyto dva druhy řešení dávaly překážku, při konstrukci druhých kvantovaných teorií. Jak je známo, tato překážka byla napůl vyřešena P. A. M. Diracem, který vyřešil tento problém pro případ fermionů. Zavádí pojem „moře negativní energie“, tedy tzv. „Diracovo moře“ znázorněné na Obrázek 1, které se díky Pauliho vylučovacímu principu skládá ze stavů zcela zaplněných jednou částicí s negativní energií. [6]

Stav vakua fermionů je identifikován jako takový, kdy veškerá řešení pro pozitivní energie jsou prázdná a všechna řešení pro negativní energie jsou zcela zaplněna, tvoří tak *Diracovo moře*. Dále interpretoval díru v *Diracově moři* jako antičástici. Nicméně jeho metoda přecházející do druhé kvantované teorie není použitelná pro teorie bosonů z důvodu absence Pauliho principu, takže může existovat nekonečný počet částic v každém negativním energetickém stavu. Proto nelze správně definovat zcela vyplněné záporné energetické stavy pro bosony. [6]

Netřeba dodávat, že moderní postup druhého kvantování fermionů i bosonů je dobře zavedený bez použití metody Diracova moře pro fermiony.



Obrázek 1: Diracovo moře [7].

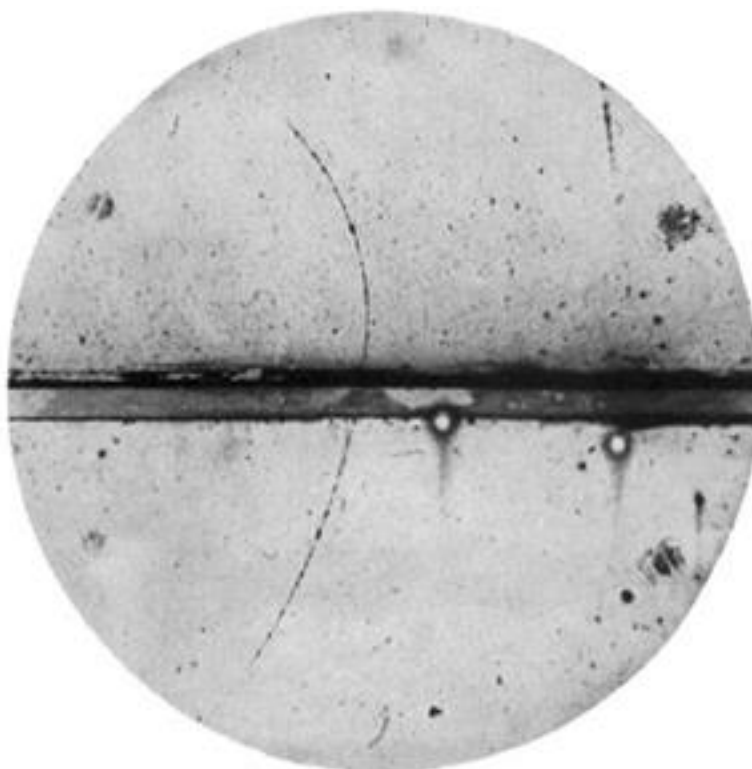
1.1.3 Experimentální objev

Carl D. Anderson v rámci svého studia vysokoenergetických částic sestrojil vlastní vylepšenou verzi mlžné komory. Oproti těm předchozím obsahovala píšť, díky kterému v ní mohl velmi rychle klesnout tlak. V komoře použil směs vody a alkoholu. V takto sestavené komoře získal mnohem lepší fotografie, než jeho kolegové. Svou komoru umístil do magnetického pole, které způsobilo, že se dráhy ionizujících částic ohýbaly do kruhových drah. Změřením zakřivení těchto drah mohl vypočítat hybnost částic a určit znaménko náboje. [8]

Výsledné fotografie odhalily, že kosmické záření produkovalo spršky kladně i záporně nabitých částic. Kladné náboje však nemohly být protony, jak by se dalo očekávat, protože poloměr dráhy by specifikoval protonovou brzdovou dráhu mnohem kratší, než jaká byla pozorována. Nastala hypotéza, že se jedná o elektrony putující opačným směrem. Tuto

myšlenku se Anderson pokusil ověřit umístěním olověné desky do komory. Po projití částice deskou, by se vynořily částice z druhé strany s nižší energií, než když začaly vstupovat do desky, takže se dal odvodit směr pohybu. [8]

V srpnu 1932 zaznamenal Anderson historickou fotografii kladně nabitého elektronu (nyní známého jako pozitron) procházejícího olověnou deskou v mlžné komoře, jak je znázorněno na Obrázek 2. Byla to kladně nabitá částice a směřovala nahoru. [8]



Obrázek 2: Fotografie pozitronu pořízená Andersonem. [8]

Přes počáteční skepticismus vědecké komunity byl andersonův výsledek potvrzen následující rok a vědci dospěli k závěru, že pozitron byl jedním z páru kladných a záporných elektronů produkovaných při přeměně gama záření na hmotu. [8]

1.2 Zdroje pozitronů

V každém experimentu, ve kterém jsou použity pozitrony je třeba brát do úvahy jejich zdroj. S ohledem na několik faktorů, jako jsou náklady a složitost výroby, se v materiálovém výzkumu používají tři různé zdroje: 1) emitující radioaktivní izotopy, 2) urychlovač produkující pozitrony párovou výrobou, 3) pozitronové svazky. Každý z těchto zdrojů bude blíže rozebrán v této kapitole.

1.2.1 Kosmické záření

Přirozeným zdrojem pozitronů je kosmické záření. Kosmické záření je tvořeno částicemi s vysokou energií, které se pohybují vesmírem téměř rychlostí světla. Většina tohoto záření je tvořena atomovými jádry, přičemž nejrozšířenější jsou protony (vodíková jádra), ale byla registrována také jádra těžkých prvků, jako na příklad olovo. V kosmickém záření však najdeme i další subatomární částice, pro příklad neutrony, elektrony, neutrina a samozřejmě pozitrony. [9]

Avšak malá fluence pozitronů přicházejících z kosmického záření prakticky vylučuje jejich využití pro realizaci experimentů a tím i jejich využití v materiálovém výzkumu.

1.2.2 β^+ rozpad

V malých laboratorních zdrojích jsou pozitrony obvykle produkovány prostřednictvím β^+ rozpadu radioaktivních nuklidů, jako je ^{22}Na , ^{58}Co a ^{64}Cu . Tím se proton v atomovém jádře rozpadne na neutron, pozitron e^+ a elektronové neutrino ν_e . Obecně lze tento proces vyjádřit následující rovnicí pro počáteční nuklid X , s protony Z a hmotnostním číslem A :



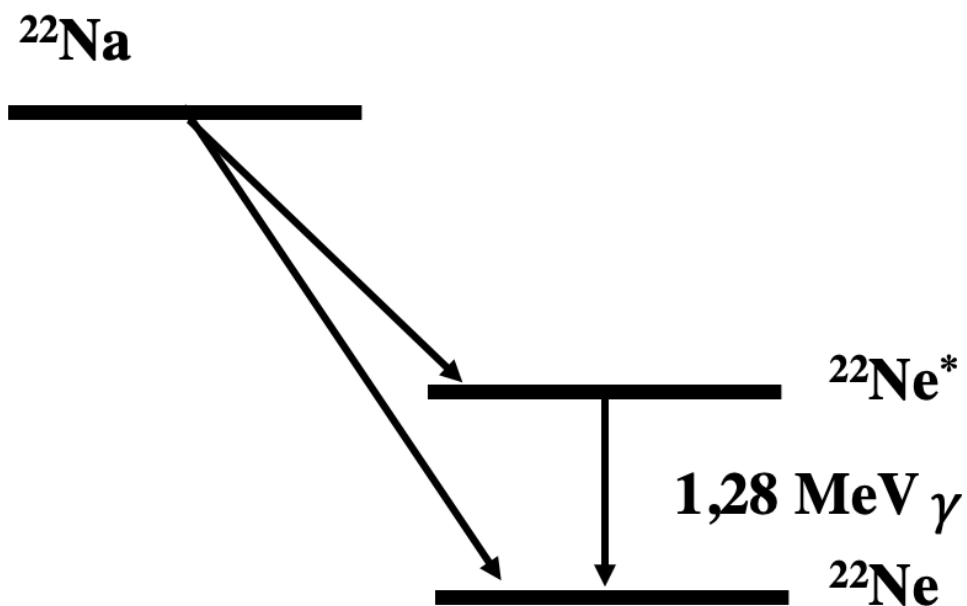
Z výše uvedeného vyplývá, že nuklid se rozpadne na tři částice. V důsledku zákona zachování hybnosti mají emitované pozitrony spojité energetické spektrum analogické elektronům produkováným při rozpadu β^- . [2]

1.2.3 Radioaktivní zářiče

Pro laboratorní experimenty v malém měřítku vyžadující intenzivní pozitronové paprsky jsou radioaktivní zdroje jedinou proveditelnou možností. Důležitý parametr, který je třeba zvážit při výběru vhodného izotopu pro zdroj pozitronů je poločas rozpadu. Jsou preferovány izotopy s dlouhým poločasem rozpadu, protože není třeba je vyměňovat tak často, což minimalizuje radiační zátěž při manipulaci. Příklady nejpoužívanějších zdrojů pozitronů i s jejich základními charakteristikami jsou uvedeny v Tabulka 2. [10]

Dva zářiče s nejdelším poločasem rozpadu jsou ^{22}Na (2,6 roku) a ^{58}Co (71 dní). Velmi atraktivní jsou pro laboratorní použití pozitronové zdroje vyrobené z ^{22}Na , protože ^{22}Na kombinuje dlouhý poločas s vysokou emisí pozitronů ($f(\beta^+) = 90\%$). [10]

Jeden z protonů v ^{22}Na emituje pozitron a stává se neutronem, přičemž ^{22}Na se transformuje do excitovaného stavu $^{22}\text{Ne}^*$. Tento nuklid znázorněný na Obrázek 3 není stabilní a emituje foton o energii 1,28 MeV do základního stavu jen o 3 ps později. Protože tato doba je zanedbatelná, ve srovnání s dobou života pozitronů v materiálu (větší než 100 ps), je fotonová emise považována za současnou s pozitronovou emisí. [11]



Obrázek 3: Schéma rozpadu sodíku na neon [11].

Tabulka 2: Nejpoužívanější zdroje pozitronů [12].

<i>Izotop</i>	<i>Poločas rozpadu</i>	<i>Výstup pozitronů [%]</i>	<i>Maximální energie pozitronů [MeV]</i>	<i>Energie sekundárního záření gama [MeV]</i>
^{13}N	9,96 minut	100	1,20	-
^{15}O	123 sekund	100	1,74	-
^{18}F	110 minut	97	0,63	-
^{19}Ne	17,4 sekund	100	2,22	-
^{22}Na	2,6 let	90	0,54	1,27
^{26}Al	$8 \cdot 10^5$ let	85	1,17	1,81
^{44}Ti	47 let	94	1,47	1,16
^{58}Co	71 dní	15	0,47	0,81
^{57}Ni	36 hodin	46	0,85	1,37
^{68}Ge	275 dní	88	1,90	1,08
^{89}Zr	79 hodin	22	0,9	-

1.2.4 Výroba páru elektron-pozitron

Pozitronové zdroje vyšších intenzit, které nejsou omezeny vlastní absorpcí ve zdroji, využívají principu párové výroby. Základním principem této metody je přeměna energie na hmotnost podle Einsteinovy rovnice

$$E = mc^2. \quad (10)$$

K vytvoření elektron-pozitronového páru je zapotřebí minimální energie fotonu dvojnásobku klidové energie elektronu, tj. [2]

$$E_{\gamma, \min} = 2 \cdot m_e \cdot c^2 = 2 \cdot 511 \text{ keV} = 1022 \text{ keV}. \quad (11)$$

Kvůli zachování hybnosti probíhá tvorba páru pouze v Coulombově poli jiné nabitě částice jako v blízkosti jádra X s vysokým atomovým číslem Z . Vznik páru lze tedy popsat pomocí následující reakce:

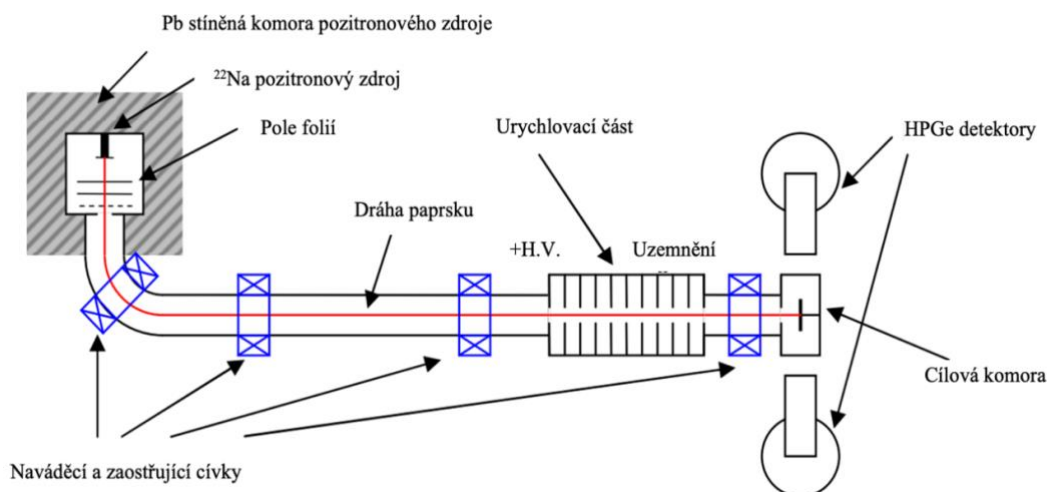


Pokud je dopadající γ -energie vyšší než minimální energie potřebná pro vytvoření páru, přebytečná energie se převede na kinetickou energii produktů zúčastněného jádra konvertoru. [2]

Tento postup je spíše teoretický, v materiálovém výzkumu se nevyužívá.

1.2.5 Pozitronové svazky

Zařízení, které nám umožňuje výrobu „pomalých pozitronových svazků“ se skládá ze zdroje primárních pozitronů (energetické pozitrony), moderátoru, vysokovakuového vedení paprsku, urychlovače a cílové komory. Schematicky jsou zobrazeny tyto základní segmenty pomalého pozitronového svazku určeného pro materiálový výzkum na Obrázek 4. [13]



Obrázek 4: Schématické znázornění magneticky vedeného svazku pomalých pozitronů s proměnnou energií [13].

V malém laboratorním zařízení se opět jeví jako vhodný zdroj energetických pozitronů radioizotop ^{22}Na . Vyzařované pozitrony radioaktivními jádry vstupují do moderátoru, ve kterém se zpomalují na tepelnou energii. Moderátor je obvykle tvořen polem tenkých fólií vyrobených z materiálu, který mění energii pozitronů, jako je např. wolfram nebo platina. Tepelné pozitrony spontánně opouštějí moderátor s energiemi několika eV a jsou přemísťovány do vstupního otvoru vysokovakuového vedení paprsku. Jen malý zlomek pozitronů dojde až do apertury, a proto jsou v této metodě potřeba silnější zdroje pozitronů. Pozitrony o nižších energiích jsou pak elektromagneticky vedeny systémem elektronové

optiky přes linie paprsku směrem k cílové komoře. Stejně tak se oddělují pozitrony vyšších energií a zmizí ve stěnách vakuového vedení. Na konci linie paprsku procházejí pozitrony vysokonapěťovou urychlovací jednotkou, kde přijímají zvolenou energii (typicky v intervalu od 10 *eV* do 50 *keV*). Nakonec jsou pozitrony zaměřené na cíl, kterým je zkoumaný materiál. [13]

Využití pozitronů o různé energii umožňuje hloubkově selektivní studium materiálu.

2 Interakce pozitronů s látkou

Setkání elektronu (e^-) a jeho antičásticí pozitronu (e^+) vede k procesu anihilace. Dvojice $e^+ - e^-$ se přeměňuje na energii elektromagnetického pole, přičemž jsou emitovány fotony záření gama. Anihilační proces však neprobíhá okamžitě a pozitron je ve hmotě přítomen po určitou dobu po vniku, po tuto dobu se vyskytuje v několika fázích. [14]

Na začátku je do vzorku implantován pozitron (e^+). Dále, protože pozitron má hybnost i náboj, interaguje s ionty, elektrony a dokonce i fonony. Tato fáze se nazývá termalizace a trvá několik *ps*. Elastické a neelastické rozptyly mají za následek ztrátu energie a informace o počátečním směru pohybu. Na konci termalizace je pozitron v termodynamické rovnováze s prostředím a má energii termických vibrací asi 25 *meV*. Od tohoto okamžiku začíná fáze tzv. difúze, po které život pozitronu končí procesem zvaným anihilace s náhodným elektronem. V 99,7 % případů se jedná o proces anihilace na dva fotony záření gama. Možnost anihilace na třech nebo více fotonech existuje, ale jen s velmi malou pravděpodobností. Je důležité připomenout, že proces anihilace probíhá především s valenčními elektrony, protože pozitron se nachází kvůli svému elektrickému náboji v intersticiálních polohách. Pravděpodobnost interakce s atomovým jádrem je velmi malá. [14]

2.1 Implantace a termalizace pozitronu

Pokud je do pevné látky implantován pozitron o energii několika *keV*, ztrácí svou energii kvůli interakci s materiálem. Před dosažením tepelné rovnováhy proniká materiálem až do průměrné hloubky z , která je závislá na počáteční energii E pozitronu. S klesající energií se pozitron účastní několika ionizačních procesů, tvorby excitonů a interakcí pozitronových fononů, dokud nedosáhne termodynamické rovnováhy. Celý proces se nazývá termalizace. Využití pozitronů ke studiu povrchových vrstev vyžaduje kvantitativní popis profilu implantace, jedná se o hloubkovou distribuci pozitronů před difúzí. [15]

Tato hloubková distribuce pozitronů je dobře aproximována Machovovou funkcí (13) se střední hloubkou implantace z :

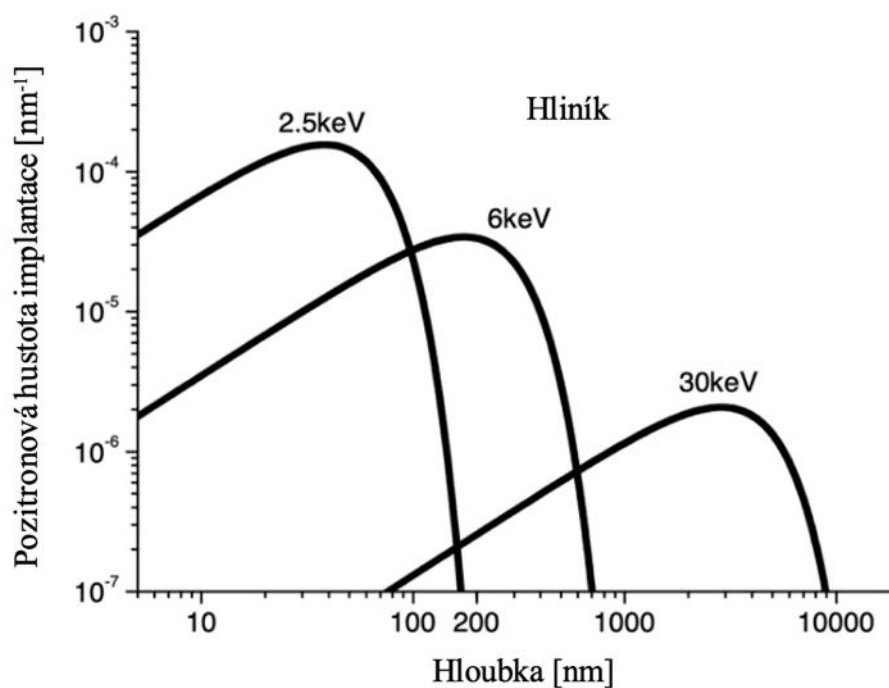
$$z = AE^n, \quad (13)$$

kde A a n jsou materiálové konstanty. Příklady těchto konstant jsou uvedeny v Tabulka 3. [15]

Tabulka 3: Parametry Machovy funkce [16].

<i>Materiál</i>	$A[\mu\text{g}/\text{cm}^2\text{keV}^{-n}]$	n
<i>N₂</i>	3,3	1,71
<i>Al</i>	2,64 – 3,7	1,55 – 1,67
<i>Cu</i>	3,78 – 5,0	1,52 – 1,61
<i>Au</i>	6,58 – 10,6	1,31 – 1,49
<i>Si</i>	3,3	1,69
<i>Ge</i>	4,3	1,60
<i>Ag</i>	3,98	1,57

Vzorové profily implantace různých energií pozitronů o různých energiích v hliníku jsou uvedeny na Obrázek 5. Implantační křivky ukazují, že povrchové vrstvy v hloubkovém rozsahu do 10 μm lze selektivně studovat. [15]



Obrázek 5: Implantační profily pozitronů v čistém hliníku [15].

2.2 Anihilace pozitronu

K anihilaci elektronu a pozitronu dochází, když se srazí záporně nabitý elektron a kladně nabitý pozitron. Když nízkoenergetický elektron anihiluje s nízkoenergetickým pozitronem, může produkovat pouze dva nebo více fotonů (gama záření). Produkce pouze jednoho fotonu je velice nepravděpodobná z důvodu zachování hybnosti a celkové energie. Vznik další částice není možný, protože obě částice (elektron-pozitron) dohromady nenesou dostatek hmotnostní energie k výrobě těžších částic. Když se elektron a pozitron srazí, anihilují, což má za následek úplnou přeměnu jejich klidové hmoty na čistou energii (podle vzorce $E = mc^2$) ve formě dvou opačně směřovaných gama paprsků (fotonů) o energii $0,511 \text{ MeV}$. [17]

2.3 Dvoufotonová anihilace

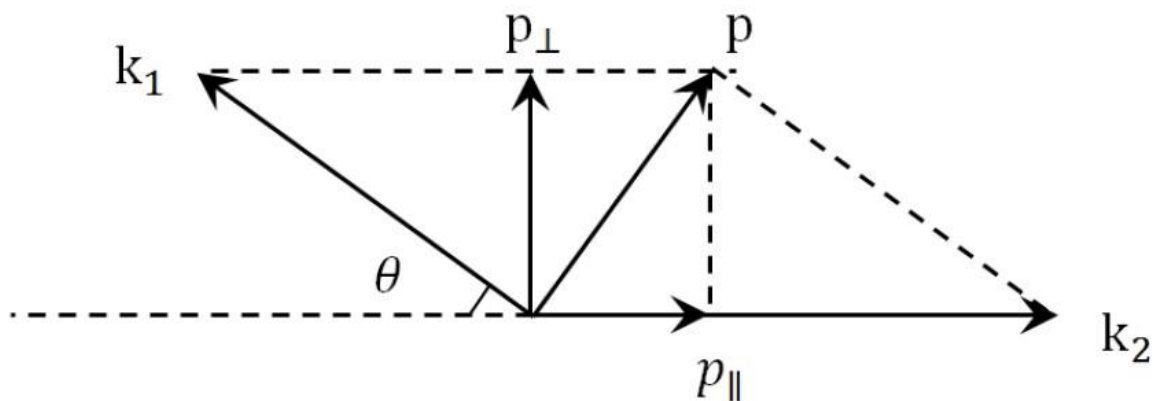
Elektromagnetická interakce mezi elektrony a pozitrony umožňují anihilaci e^+ a e^- párů, ve které může být celková energie anihilačního páru převedena na kvanta elektromagnetického pole (fotony). Hlavním výsledkem této reakce je dvoufotonová anihilace, [18]

$$e^+ + e^- \rightarrow \gamma_1 + \gamma_2. \quad (14)$$

Zachování energie a hybnosti ve výše zmíněném procesu je znázorněno na Obrázek 6. Z pohledu těžiště $e^+ - e^-$ páru, energie obou anihilačních fotonů se rovnají klidové energii elektronu (pozitronu), která se řídí známou rovnicí

$$E_0 = m_0 c^2, \quad (15)$$

a dva fotony jsou emitovány v přesně opačných směrech. [19]



Obrázek 6: Rozložení hybnosti při dvoufotonové anihilaci [19].

Při dvoufotonové anihilaci má zákon zachování energie a zákon zachování hybnosti následující tvar:

$$\mathbf{k}_1 + \mathbf{k}_2 = \mathbf{p} = m\mathbf{v}, \quad (16)$$

$$k_1 c + k_2 c = E = 2mc^2, \quad (17)$$

kde \mathbf{k}_1 a \mathbf{k}_2 jsou hybnosti fotonů anihilačního záření gama,

$$m = \frac{m_0}{\sqrt{1 - \frac{v^2}{c^2}}}, \quad (18)$$

kde m_0 je klidová hmotnost elektronu (pozitronu), v je rychlost pohybu těžiště elektron - pozitronového páru. [19]

Při dvoufotonové anihilaci nepohybujícího se elektron – pozitronového páru ($v = 0$) je úhel rozletu dvou fotonů anihilačního záření gama 180° a energie každého fotonu je $0,511 \text{ MeV}$. V případě $v \neq 0$ je úhel mezi dvěma fotony anihilačního záření gama $180^\circ \pm \theta$ a energie anihilačních fotonů je $0,511 \text{ MeV} \pm \Delta E$. [19]

Jelikož hybnost elektron - pozitronového páru je o hodně menší jak $m_0 c$, je úhel θ dán vztahem:

$$\theta = \frac{p_\perp}{m_0 c}, \quad (19)$$

a změna energie anihilačního fotonu (Dopplerův posun) je pak dána vztahem:

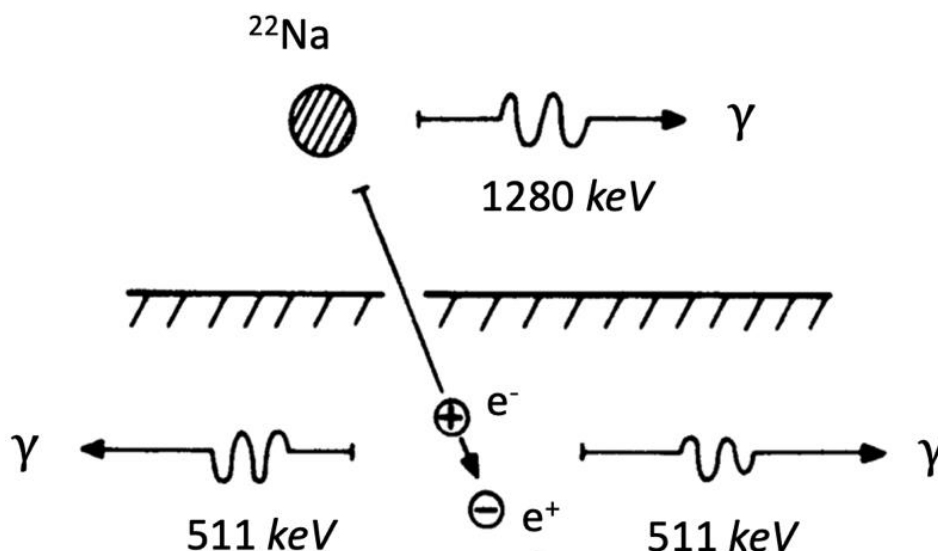
$$\Delta E_\gamma = \frac{p_\parallel c}{2}, \quad (20)$$

kde p_{\perp} a p_{\parallel} jsou kolmá a podélná složka hybnosti \mathbf{p} . Samotným měřením úhlu θ nebo ΔE_{γ} může být určena hybnost anihilujícího elektron - pozitronového páru. [19]

2.4 Měření doby života pozitronů

Konvenční pozitronový zdroj při měření doby života je ^{22}Na . Jak je znázorněno na Obrázek 7, emise pozitronů je doprovázena vhodným startovacím signálem, fotonem o energii $1,28 \text{ MeV}$ z deexcitace dceřiného jádra ^{22}Ne . [1]

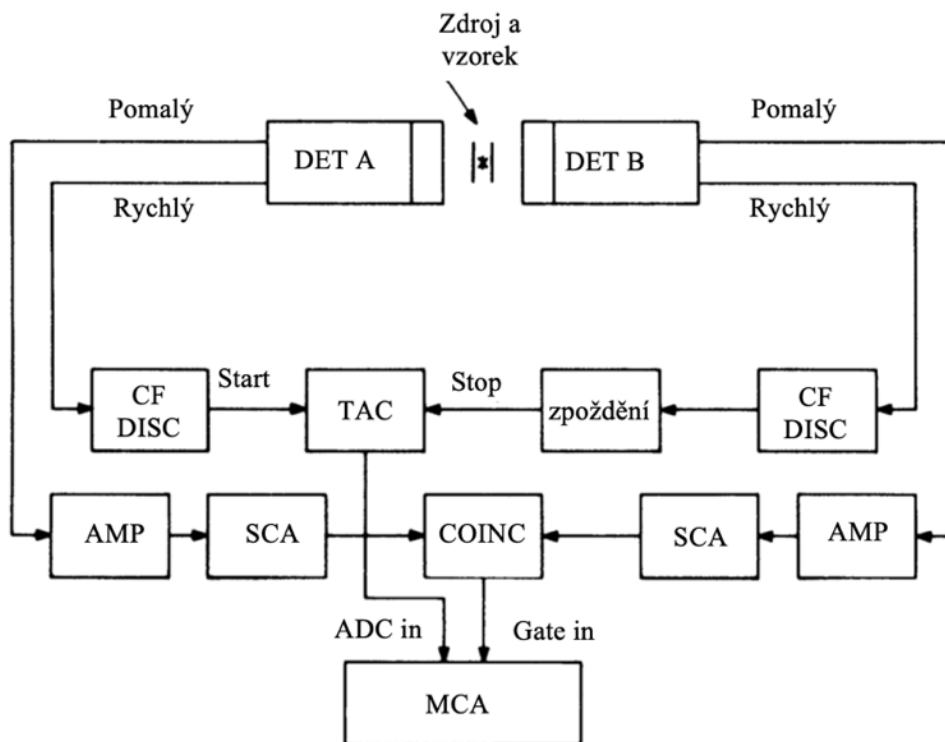
V materiálu vzorku anihilují pozitrony z radioaktivního izotopu ^{22}Na . Doba života pozitronů je určena z časové prodlevy mezi vznikem gama ($1,28 \text{ MeV}$) a dvěma anihilačními kvanty. Hybnost elektron - pozitronového páru se měří jako úhlová odchylka mezi dvěma kvanty 511 keV nebo jako Dopplerův posun v energii anihilačního záření. [1]



Obrázek 7: Anihilace pozitronů z radioaktivního izotopu ^{22}Na , [1].

Spektrometr pro měření doby života pozitronu je schematicky znázorněn na Obrázek 8. Jedná se o rychlý a pomalý koincidenční systém běžně používaný v jaderné spektroskopii. Detektory se skládají z rychlých scintilátorů spojených s rychlými fotonásobiči. Energetická okna jednokanálových analyzátorů (SCA) v pomalých kanálech jsou nastavena na registraci anihilačních fotonů (DET B) a fotonů záření gama o energii 1274 keV (DET A). Rychlé signály z anod fotonásobičů jsou přiváděny do časových diskriminátorů (CF DISC) pro vytváření časových signálů. Ty jsou pak vedeny do převodníku „čas – amplituda“ (TAC),

jehož výstup je úměrný časovému intervalu mezi signály start (doba vzniku pozitronů, registrace fotonu o energii 1,28 MeV) a stop (doba anihilace, registrace anihilačního fotonu o energii 511 keV). Výstupní pulsy z časového převodníku na amplitudu jsou pak přenášeny do vícekanálového analyzátoru (MCA) přes lineární hradlo řízené koincencemi v pomalém kanálu, tj. výstupní pulsy jsou akceptovány pouze v případě, že odpovídající signály start a stop mají správné energetické hodnoty určené okny jednodokálových analyzátorů (SCA). [1]



Obrázek 8: Schematické zobrazení rychlého a pomalého koincidenčního systému pro měření doby života pozitronů [1].

2.5 Analýza anihilačního záření

Pro pozitronovou anihilační spektroskopii je třeba analyzovat anihilační záření k získání informací o místě samotné anihilace. Pro termalizované pozitrony je účinný průřez anihilace dán vztahem:

$$\sigma = \frac{\pi r_0^2 c}{v}. \quad (21)$$

Pravděpodobnost anihilace je pak tedy dán vztahem:

$$\lambda = \sigma v n_e = \pi r_0^2 c n_e, \quad (22)$$

kde r_0 je poloměr elektronu, v rychlost pozitronu a n_e je elektronová hustota. V důsledku předchozího vztahu, je zřejmé, že doba života pozitronu dána jako:

$$\tau = \frac{1}{\lambda} \quad (23)$$

je nepřímo úměrná elektronové hustotě n_e v místě pozitronu a je nezávislá na rychlosti pozitronu. [15]

Díky tomuto vztahu, doba života pozitronů přímo odráží elektronovou hustotu v místě anihilace. To umožňuje detekovat a rozlišovat monovakance, shluky vakancí nebo dokonce dislokace dekonvolucí spekter životnosti pozitronů. [15]

Anihilací pozitronů může být odhalena nejen elektronová hustota, ale také hybnost elektronů, která ovlivňuje emitované záření. V systému těžiště anihilačního elektronového pozitronového páru je 2γ rozpad uskutečněn v přesné 180° geometrii s přesně stejnou energií fotonu mc^2 . Příčný moment hybnosti p_t elektronového pozitronového páru způsobuje odchylku emisního úhlu, kterou lze přesně získat jeho měřením – *Angular Correlation of Annihilation Radiation* (ACAR). Podélná složka hybnosti p_l indukují Dopplerův posun energie emitovaných fotonů, který je zaznamenán v Dopplerově rozšiřující spektroskopii (DBS). [15]

ACAR a DBS metody měří rozložení hybnosti elektronů v místě anihilace. Hybnost termalizovaného pozitronu lze většinou zanedbat.

Výhodou ACAR je, že úhlová korelace může být měřena s principiálně libovolnou přesností pomocí detektorů s prostorovým rozlišením, pokud lze sestavu postavit dostatečně velkou. Proto se s výhodou používá pro studium elektronů s nízkou hybností, tj. ve vodivém pásu kovu. Avšak vzhledem k velmi malému prostorovému úhlu detektorů je detekční účinnost ACAR relativně nízká. DBS může měřit s mnohem větším prostorovým úhlem s vysokou účinností detektoru a je proto vhodnější pro detekci vzácných anihilačních událostí, tj. s elektrony vnitřních elektronových orbitalů. [15]

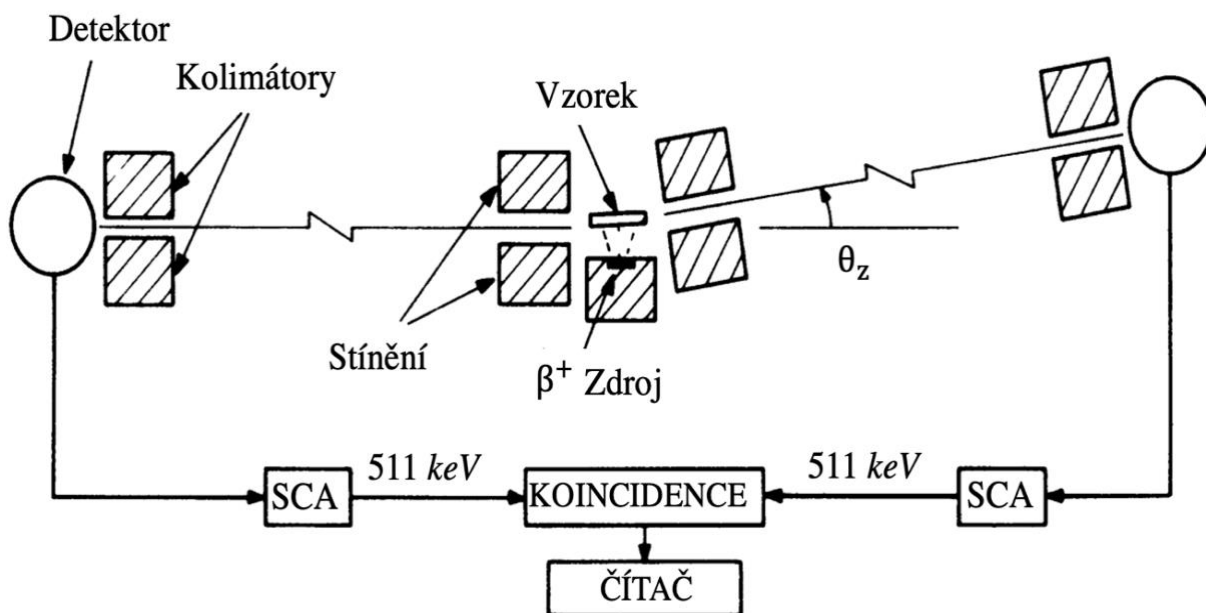
2.6 Pozitronová anihilační spektroskopie

Pozitronová anihilační spektroskopie (PAS) byla zavedena počátkem 70. let 20. století jako laboratorní metoda s vysokou citlivostí pro měření a rozlišení mezi tepelně generovanými jednoduchými a dvojími vakancemi v čistých kovech. Odtud byl PAS vyvinut pro zkoumání mnoha druhů defektů v kovech, polovodičích, keramice a polymerech. Nedávno bylo prokázáno, že PAS je schopen nedestruktivně analyzovat vrstvené struktury až do cca $2 \mu\text{m}$ a dokonce určit chemické vlastnosti nejvzdálenější povrchové vrstvy, nedetekovatelné žádnou jinou spektroskopickou metodou. Na rozdíl od mnoha jiných metod materiálové analýzy neovlivňují pozitronovou spektroskopii vnitřní napětí nebo textury. [20]

2.6.1 Měření úhlových korelací

Úhlová korelace 2γ -anihilačních fotonů je měřena typickým systémem popsáným na Obrázek 9. Zdrojem pozitronů je obvykle ^{22}Na , ^{64}Cu nebo ^{58}Co s aktivitou 10 mCi - 1 Ci . Pozitrony ze zdroje pronikají do vzorku, kde anihilují. Anihilační fotony jsou detekovány shodně scintilačními čítači NaI, které jsou stíněny od zdroje. Olovené kolimátory před detektory definují instrumentální úhlové rozlišení, které je typicky menší než 1 mrad . Vzhledem k malým úhlovým odchylkám, které mají být měřeny, je vzdálenost mezi detektory několik metrů.[1]

Pro dosažení adekvátních četností jsou detektory a štěrby vzdáleny ve směru x tak daleko, jak je to možné. Jednokanálové analyzátoři (SCA) jsou naladěny na fotony o energii 511 keV a zařízení jednoduše počítá koincidenční impulsy. Sběr dat pro úhlovou korelační křivku s dobrou statistikou obvykle vyžaduje počítání po dobu několika dnů.[1]



Obrázek 9: Metoda měření úhlových korelací [1].

2.6.2 Měření doby života

Rychlost anihilace pozitronů λ (reciproká hodnota střední doby života pozitronů τ) je úměrná hustotě elektronů n_e v místě anihilace a řídí se vzorcem:

$$\lambda \approx \pi r_0^2 c n_e, \quad (24)$$

kde c je rychlost světla a r_0 elektronový poloměr. [14]

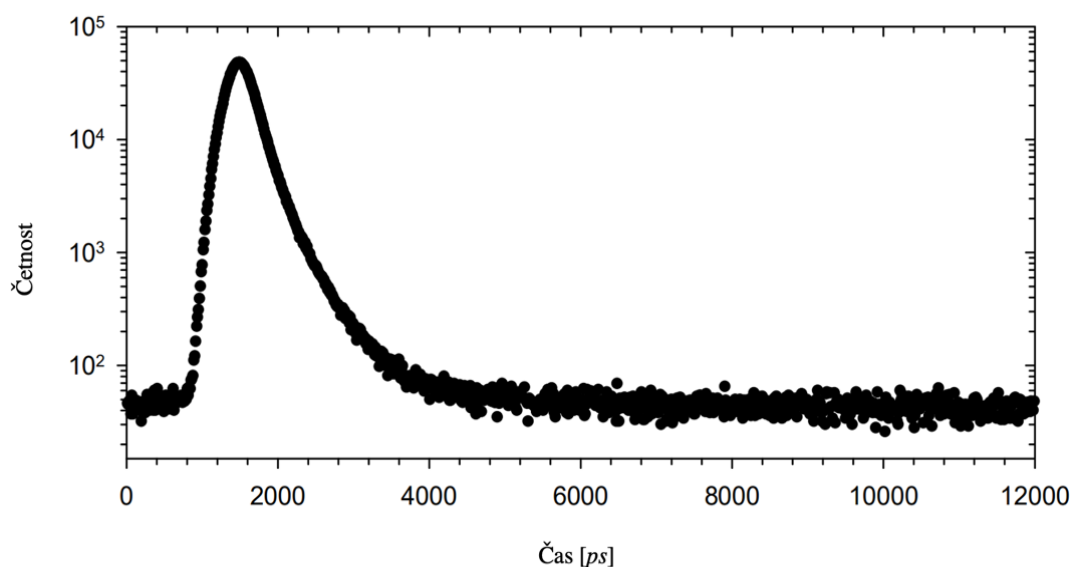
Hustota elektronů uvnitř mikro defektů, volných prostorů, pórů atd. je nižší ve srovnání s oblastí mimo nich. Tedy podle výše uvedeného vzorce (24) je střední doba života pozitronů v defektu delší. Například v čistém železe pozitron anihilující v nedefektované struktuře žije asi 110 ps, zatímco zachycený pozitron žije 175 ps. Navíc můžeme říct, čím delší doba života, tím větší je objem samotné pasti. [14]

Měření pozitronových složek doby života v materiálu nám umožňuje detekovat vady, jejich velikost a koncentraci. Jako výsledek tohoto měření lze získat spektrum. Jedná se o celkový součet exponenciálních rozdělení určených střední dobou života pozitronů v příslušných stavech $\tau_i = 1/\lambda_i$. Počet impulzů N v jednotlivých kanálech je konvolucí těchto distribucí s prostorovou rozlišovací funkcí $g(t)$ spektrometru ve tvaru jednoduché nebo dvojitě Gaussovy funkce:

$$N(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} dt' g(t - t' - \Delta t_0) \sum_{i=1}^n \frac{I_i}{\tau_i} \exp\left(-\frac{t'}{\tau_i}\right), \quad (25)$$

kde I_i je složka intenzity odpovídající τ_i , zatímco Δt_0 je malý posun nuly na časové ose v časovém spektru. [14]

Analýza výsledků měření zahrnuje stanovení hodnot τ_i a jeho intenzitu I_i pro dvě, tři, a dokonce i čtyři složky. Na Obrázek 10 je příklad takového spektra. Fyzikálně zajímavé informace leží v pravé v části exponenciálního rozpadu. [14]

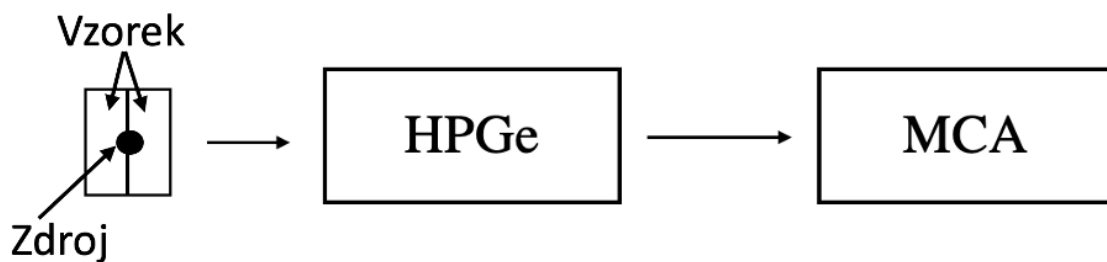


Obrázek 10: Typické spektrum pro čisté železo [14].

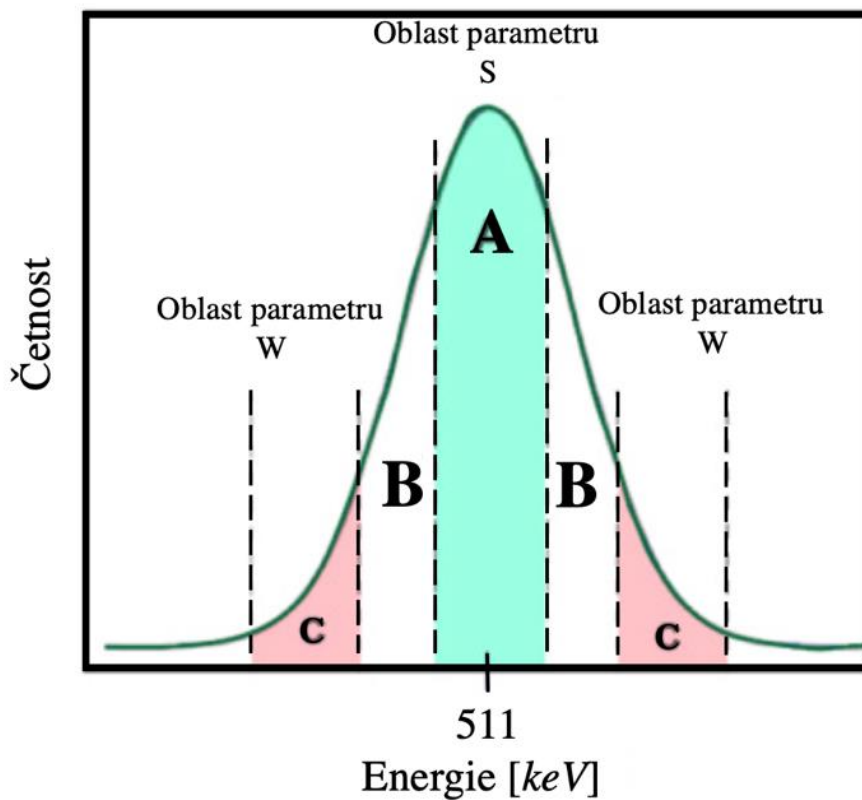
2.6.3 Dopplerovské rozšíření (DBS)

DBS používá k měření energie anihilačních fotonů a záznamu o 511 keV detektor s vysokým energetickým rozlišením, typicky se jedná o Ge-detektor s vysokou čistotou. Schéma takového zapojení je znázorněno na Obrázek 11. Parametry tvaru spektrální čáry S (parametr pro tvar píku) a W (parametr pro křídlo píku), známé jako parametry defektu, se často používají k vyhodnocení měření. S a W parametry jsou definovány v Obrázek 12. Parametr S odráží pozitronovou anihilační frakci s elektrony s nízkou hybností (valenční elektrony) a parametr W odráží pozitronovou anihilační frakci s elektrony vnitřních elektronových orbitalů. Vzhledem k tomu, že záchyt pozitronů v defektech vede k vysoké pravděpodobnosti anihilace s valenčními elektrony, je zvýšení S jednoznačnou indikací

zvýšení obsahu defektu v mřížce. Zatímco DBS neposkytuje přímou informaci o velikosti defektů, kvalitativní informace o změně struktury defektů lze předpovědět z S-W grafu. [21]



Obrázek 11: Schéma pro nekoincidenční měření.



Obrázek 12: Definice S a W parametrů [21].

Příčemž parametry S a W se vypočítají:

$$S = \frac{A}{A+B+C} \quad (26)$$

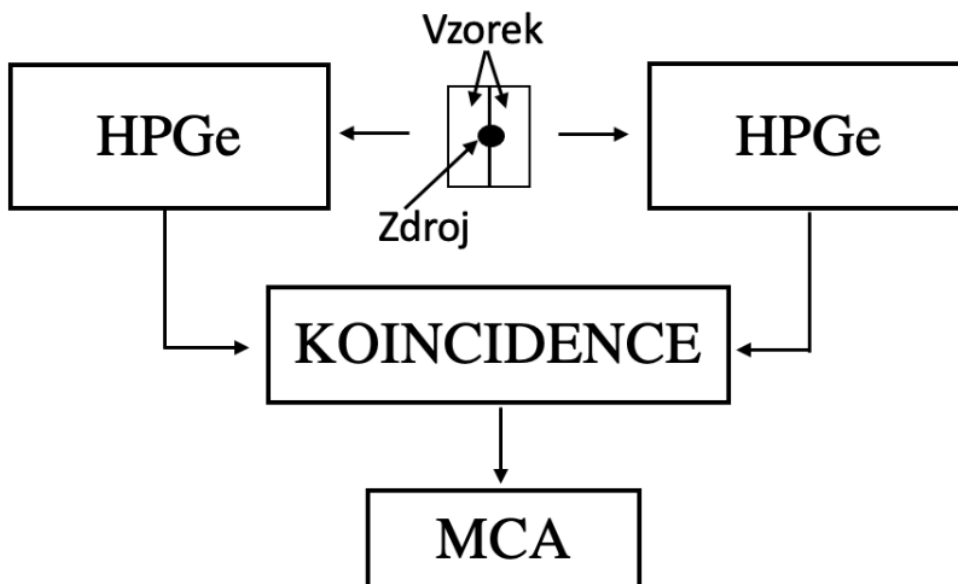
$$W = \frac{C}{A+B+C} \quad (27)$$

2.6.4 Koincidenční měření (CDB)

V CDB jsou detekovány dva anihilační fotony v koincidence, čímž se ve srovnání s DBS pozadí snižuje na velmi nízkou úroveň (při použití dvou HPGe detektorů cca 1000). Takto nízká úroveň umožňuje detekci a analýzu anihilací pozitronů s vnitřními elektrony, které nejsou ovlivněny krystalovým polem, a tak si zachovávají chemickou identitu svých prvků. Z tohoto důvodu se ukázalo, že CDB umožňuje identifikaci chemických prostředí kolem defektů a je mocným nástrojem pro studium segregace nečistot v ozářených materiálech. V CDB je energie jednoho fotonu $(511 + dE)$ keV a energie druhého fotonu měřená v koincidence je $(511 - dE)$, kde dE je Dopplerův posun. Součet energií dvou fotonů se rovná dvojnásobku energie klidové hmoty a odráží energetické rozlišení spektrometru. Zatímco rozdíl mezi energiemi dvou fotonů se rovná dvojnásobku Dopplerova posuvu. [2]

CDB měření jsou často prezentována v poměrové křivce, což je distribuce hybnosti elektronů vzorku extrahované z naměřeného píku 511 keV normalizovaná na distribuci hybnosti elektronů reference. Oblast vysoké hybnosti křivky je charakteristická pro prvky prostřednictvím anihilace pozitronů s elektrony hlubokých elektronových slupek. [2]

Schéma takového zapojení je znázorněno na Obrázek 13.



Obrázek 13: Schéma pro koincidenční měření.

Praktická část

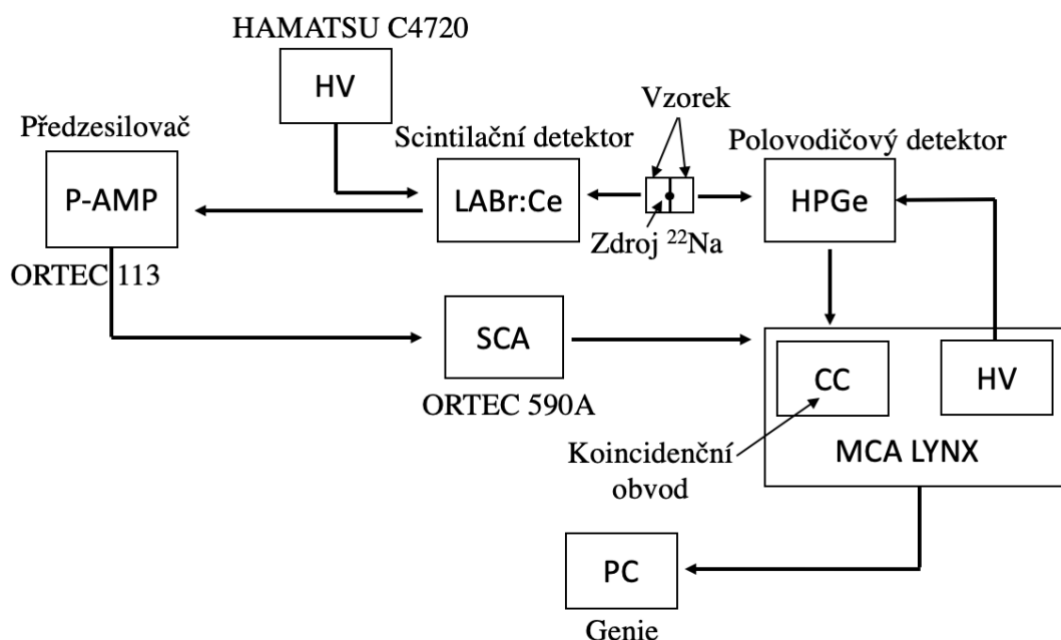
Tato kapitola je věnována několika experimentům, které byly realizovány v rámci diplomové práce. Úvodem bude představeno zařízení sestavené pro veškerá provedená měření. Ve zbylé části budou popsány jednotlivé experimenty.

3 Experimentální zařízení

Pro provedení experimentu byla sestavena měřící aparatura znázorněná na Obrázek 14. Základní částí experimentu je zdroj-zářič, pro účely této práce byl využit ^{22}Na , který je umístěn mezi dvěma totožnými zkoumanými vzorky.

Celé měřící zařízení lze využít ve dvou módech – nekoincidenční, kde využíváme jen část experimentálního zařízení, a koincidenční, kde využijeme všechny části. K dispozici máme scintilační (LABr:Ce) a polovodičový (HPGe) detektor. Koincidenční signály ze scintilačního detektoru jsou vybírány jednocanálovým analyzátozem – SCA. Systém MCA LYNX, pak umožňuje koincidenční měření. Signály z polovodičového detektoru jsou detekovány v koincidenci se signály ze scintilačního detektoru.

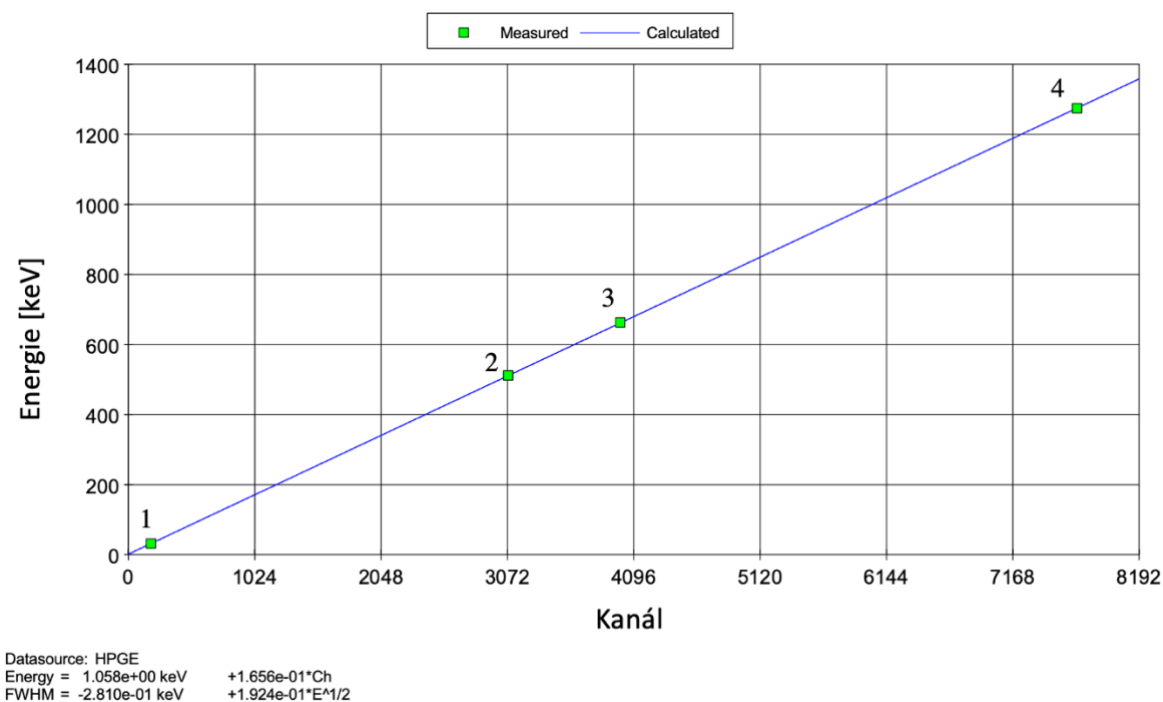
Celý měřící řetězec vede do počítačové jednotky, ve které je použitý software Genie – zde je provedena mnohokanálová amplitudová analýza.



Obrázek 14: Schéma zapojení experimentu.

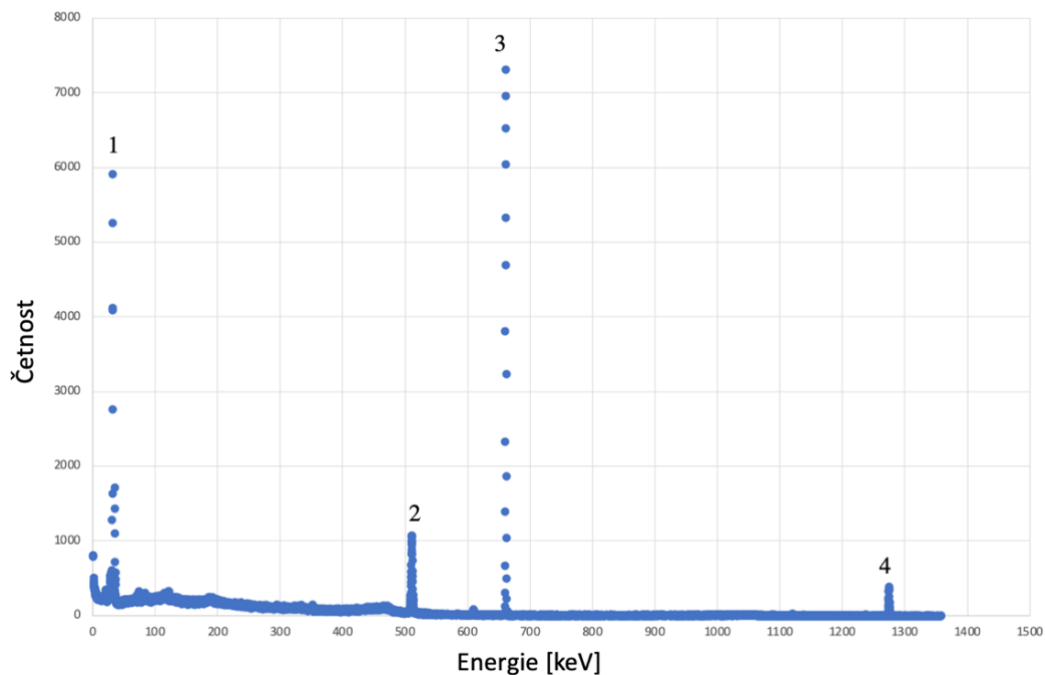
3.1 Nastavení parametru koincidence a kalibrace

Před samotným měřením je třeba změřit spektrum ^{22}Na pomocí scintilačního detektoru. Zároveň musí být udělána kalibrace energetické osy. Pro kalibraci byly zvoleny zářiče ^{22}Na a ^{137}Cs , graf kalibrace energetické osy jsme schopni získat přímo z měřicího přístroje tak, jak je znázorněn na Obrázek 15.



Obrázek 15: Graf kalibrace energetické osy.

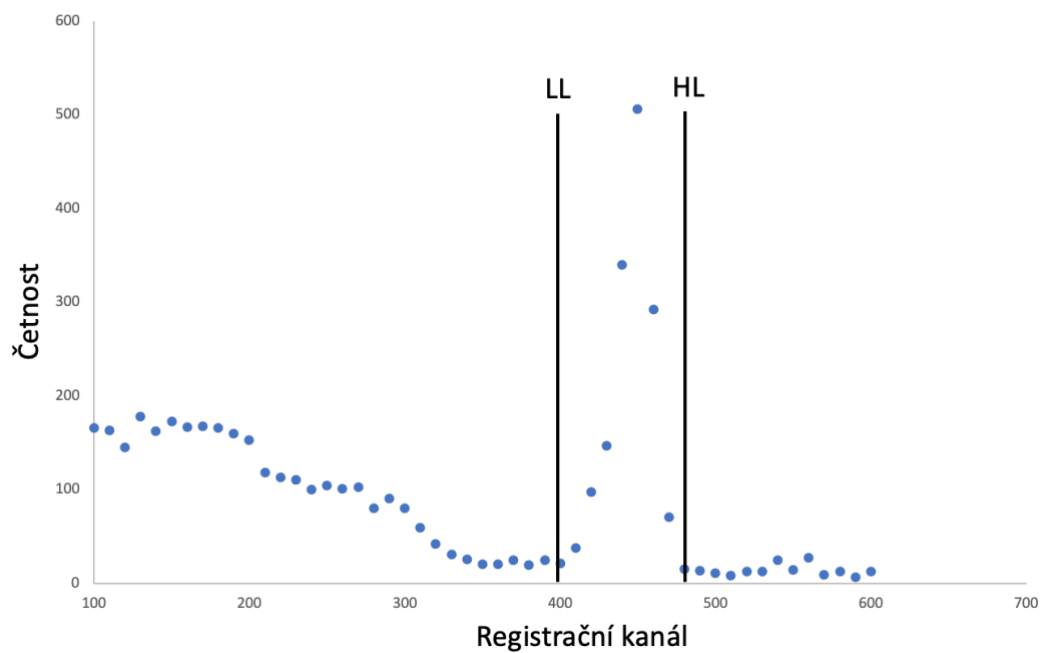
Na Obrázek 15 jsou vyznačeny 4 body. Bod 1 odpovídá charakteristickému záření ^{137}Ba , energie v tomto bodu je rovna 31 keV. Bod 2 o energii 551 keV značí ^{22}Na , bod 3 je roven 662 keV a bod 4 s energií 1275 keV odpovídá γ -záření Na. Tyto body jsou také vyznačeny v Obrázek 16, kde je kalibrační křivka převedena na energie. Maxima této křivky odpovídají vyznačeným bodům v Obrázek 15.



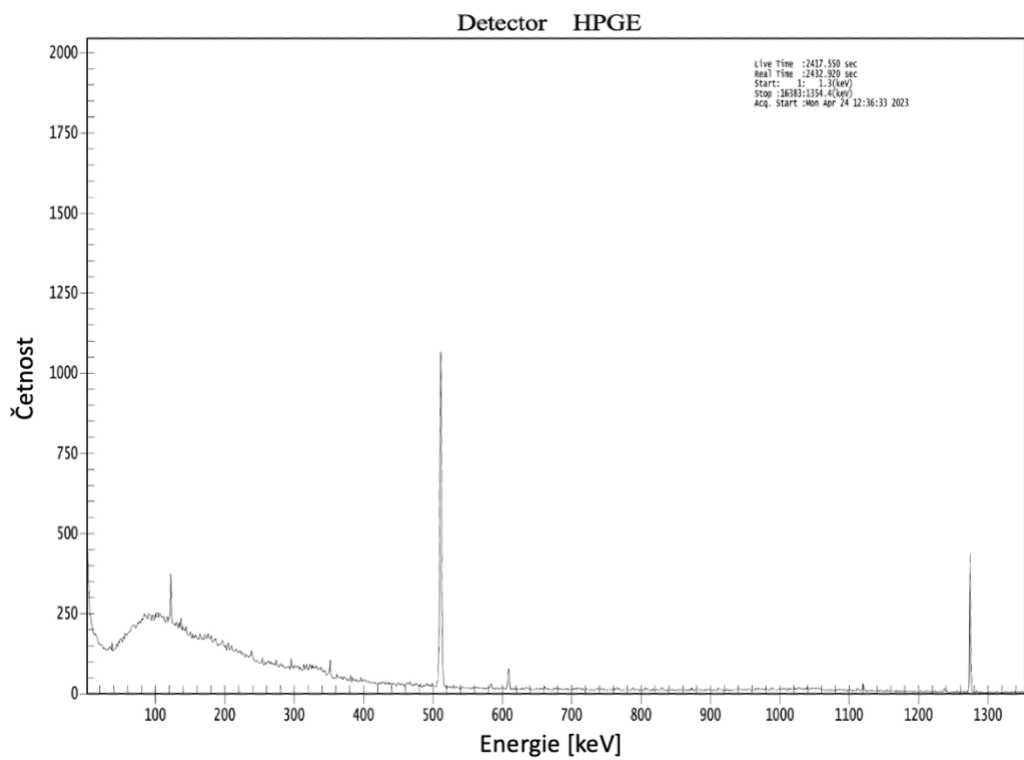
Obrázek 16: Graf kalibrační křivky převedený na energie – Bod 1- charakteristické záření ^{137}Ba - 31 keV, Bod 2 - ^{22}Na - energie 511 keV, Bod 3 - 662 keV a Bod 4 - γ -záření Na - energie 1275 keV.

Diskrétní hladiny jednobáňového analyzátoru SCA byly vybrány v souladu s Obrázek 17. Tyto hladiny označujeme „LL“ - *low level* s hodnotou 400 a „HL“ - *high level* pro kterou byla přiřazena hodnota 480. Signály v tomto intervalu odpovídají detekovaným anihilačním fotonům.

Výsledné koincidenční spektrum anihilačních fotonů bylo zaznamenáváno prostřednictvím použitého softwaru Genie, tak jak je možno vidět na Obrázek 18.



Obrázek 17: Spektrum ^{22}Na ze scintilačního detektoru.



Obrázek 18: Spektrum ^{22}Na z polovodičového detektoru (výstup Genie).

4 První testovací měření

Pro první testovací měření byla zvolena jako vzorek nerezavějící ocel 316 L. Jedná se o druh kovové slitiny – nerezové oceli, která je austenitická, obsahuje chrom, nikl a molybden, díky nimž je odolná vůči korozi. Nerezová ocel 316L je vysoce odolným typem nerezové oceli, protože vlastnosti niklu a chromu ve vysokých koncentracích pomáhají předcházet štěrbinové a důlkové korozi. Je zároveň velmi odolná vůči chemickým nečistotám a kyselým roztokům, jako jsou bromidy, kyselina sírová a chloridy. [22]

Celkem se na tomto vzoru uskutečnilo 6 měření. Měřilo se koincidenční anihilační spektrum, každé měření probíhalo po jinou dobu – do předem zadané statistiky (sumární počet impulzů pod křivkou). Výsledkem tohoto měření bylo stanovení parametrů S a W , které jsou dle statistiky zaznačeny do Tabulka 4. Z tabulky i obrázků níže, lze pozorovat, že se vzrůstající statistikou, se chyby měření pro oba parametry snižují.

Tabulka 4: Hodnoty pro parametry S a W .

<i>statistika</i>	W	ΔW	S	ΔS
10000	0,150	0,005	0,422	0,010
20000	0,148	0,004	0,424	0,008
40000	0,148	0,003	0,422	0,005
160000	0,153	0,001	0,411	0,003
175000	0,147	0,001	0,418	0,003
232000	0,147	0,001	0,419	0,002

V tabulce je zaznamenána i chyba měření, která se vypočítá pomocí vzorce:

$$\Delta S = \left(\frac{\sqrt{N_A}}{N_A} + \frac{\sqrt{N_{A_S}}}{N_{A_S}} \right) \cdot S, \quad (28)$$

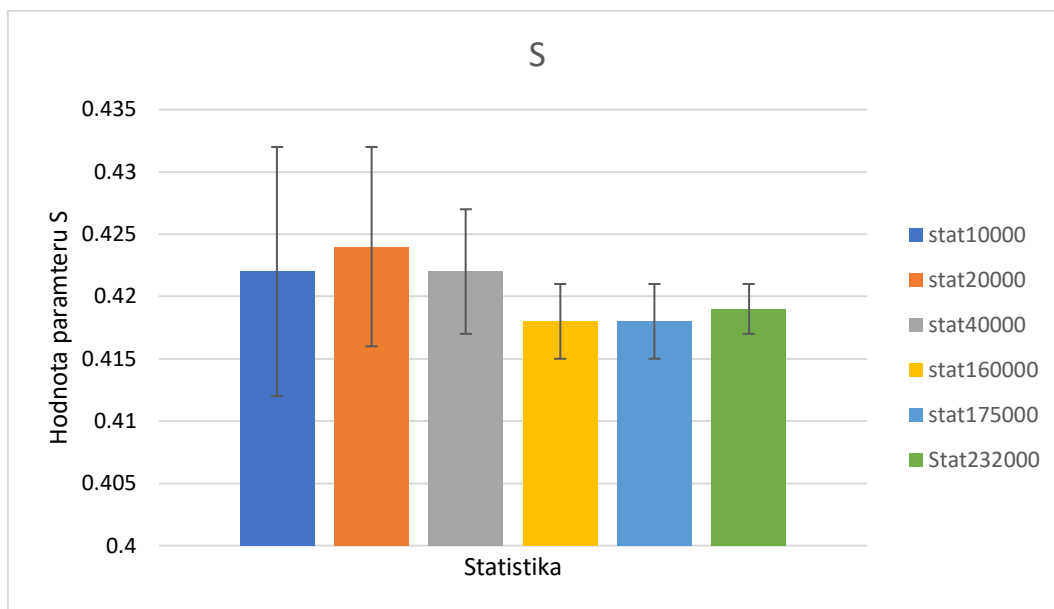
$$S = \frac{A}{A_S}, \quad (29)$$

$$A = \frac{\sqrt{N_A}}{N_A}, \quad A_S = \frac{\sqrt{N_{A_S}}}{N_{A_S}}. \quad (30)$$

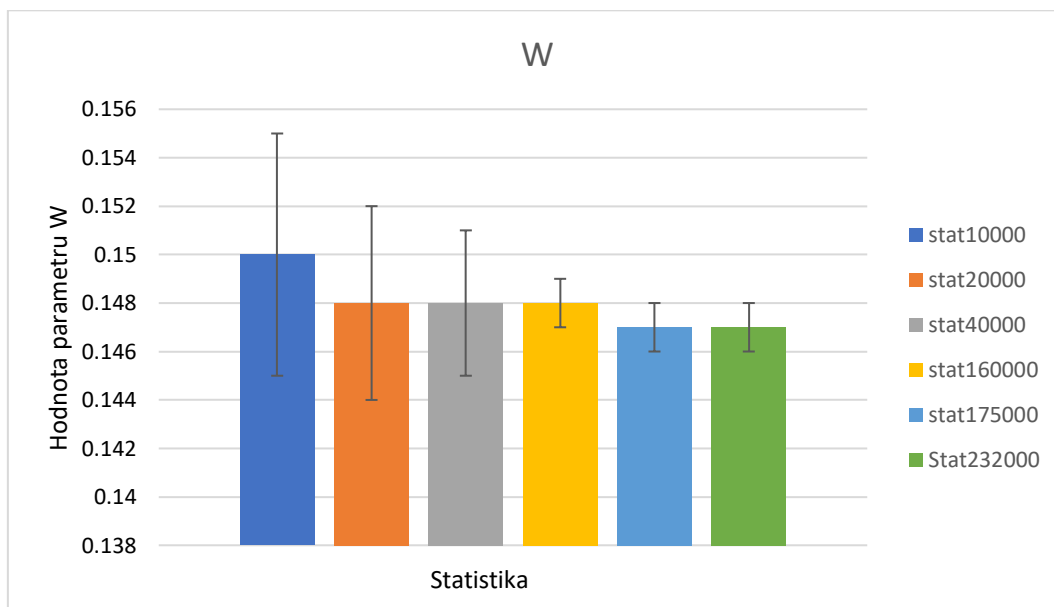
Chyba měření pro parametr W se vypočítá analogicky:

$$\Delta W = \left(\frac{\sqrt{N_A}}{N_A} + \frac{\sqrt{N_{AW}}}{N_{AW}} \right) \cdot W. \quad (31)$$

Hodnoty parametrů S a W jsou také graficky znázorněny na Obrázek 19 a Obrázek 20 i s vypočítanými odchylkami měření. Jak bylo zmíněno výše, je možno pozorovat snižování chyby měření při zvyšování statistiky do které bylo měření prováděno.



Obrázek 19: Grafické znázornění hodnot parametru S a chyby měření.



Obrázek 20: Grafické znázornění hodnot parametru W a chyby měření.

5 Měření na vybraných kovech

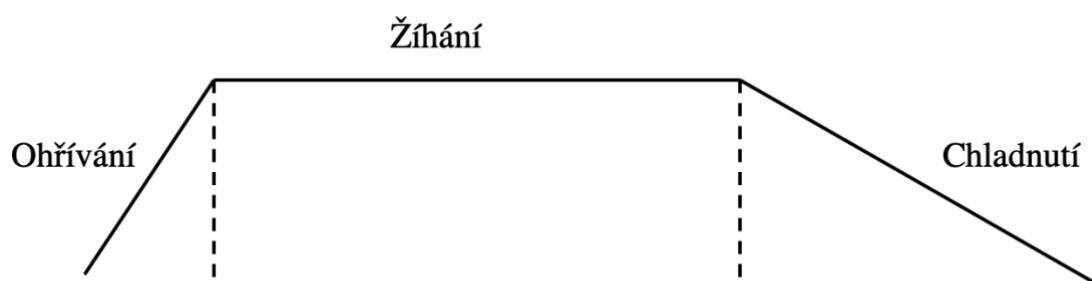
5.1 Prvková závislost

Variace tvaru dopplerovsky rozšířeného spektra v důsledku rozložení hybnosti jádro - elektron různých prvků je v následující kapitole znázorněno pomocí anihilační čáry pro několik případů „bez defektů“. Vzorků „bez defektů“ jsme se snažili dosáhnout žiháním většiny použitých vzorků – žihání probíhalo dle Obrázek 21. Pro účely měření byly vybírány kovy s co nejvyšší čistotou (čistota cca 99,9 %) vytvarované do tvaru pásků. Kovy, které byly použity pro toto měření jsou zaznamenány Tabulka 5.

Tabulka 5: Vzorky pro znázornění prvkové závislosti.

<i>Prvek</i>	<i>S</i>	<i>W</i>
<i>W</i>	$0,520 \pm 0,002$	$0,192 \pm 0,001$
<i>Nb</i>	$0,516 \pm 0,002$	$0,195 \pm 0,001$
<i>Ta</i>	$0,511 \pm 0,002$	$0,201 \pm 0,001$
<i>Mo</i>	$0,502 \pm 0,002$	$0,210 \pm 0,001$
<i>Cu</i>	$0,488 \pm 0,002$	$0,234 \pm 0,001$
<i>Ti</i>	$0,520 \pm 0,002$	$0,191 \pm 0,001$
<i>Al</i>	$0,551 \pm 0,002$	$0,157 \pm 0,001$
<i>Pb</i>	$0,549 \pm 0,003$	$0,167 \pm 0,001$
<i>Fe</i>	$0,513 \pm 0,001$	$0,203 \pm 0,001$

Žihání bylo prováděno v trubkové peci v argonové atmosféře. Ohřívání pece trvalo 30 minut, následné žihání bylo po dobu 1 až 2 hodin a poté se nechala pec volně zchladnout při mírném přetlaku argonu. Tento proces je naznačen na Obrázek 21.



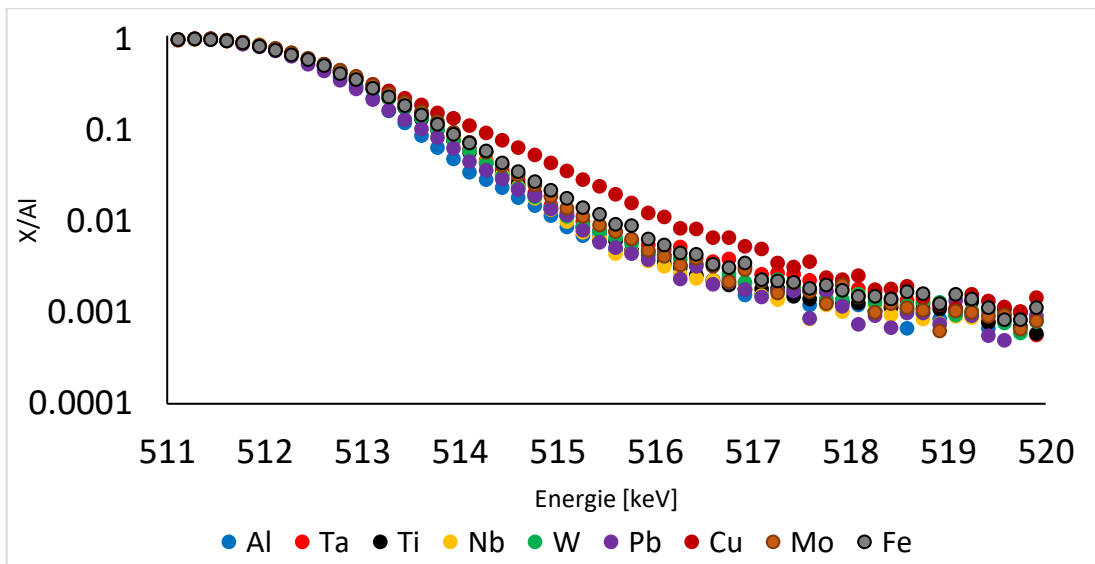
Obrázek 21: Schéma průběhu žihání.

Teploty žhání jednotlivých vzorků byly voleny v závislosti na teplotě tání daného vzorku. Teploty žhání i teploty tání jsou zaznačeny v Tabulka 6.

Tabulka 6: Teploty žhání a teploty tání vzorků. [23]

<i>Vzorek</i>	<i>Teplota žhání (°C)</i>	<i>Doba žhání (hodin)</i>	<i>Teplota tání (°C)</i>
<i>Fe</i>	900	2	1538
<i>Al</i>	500	1	660
<i>Ti</i>	850	2	1670
<i>Cu</i>	850	2	1084
<i>Pb</i>	250	1	327
<i>Mo</i>	1100	2	2623
<i>Nb</i>	1100	2	2469
<i>W</i>	1100	2	3400

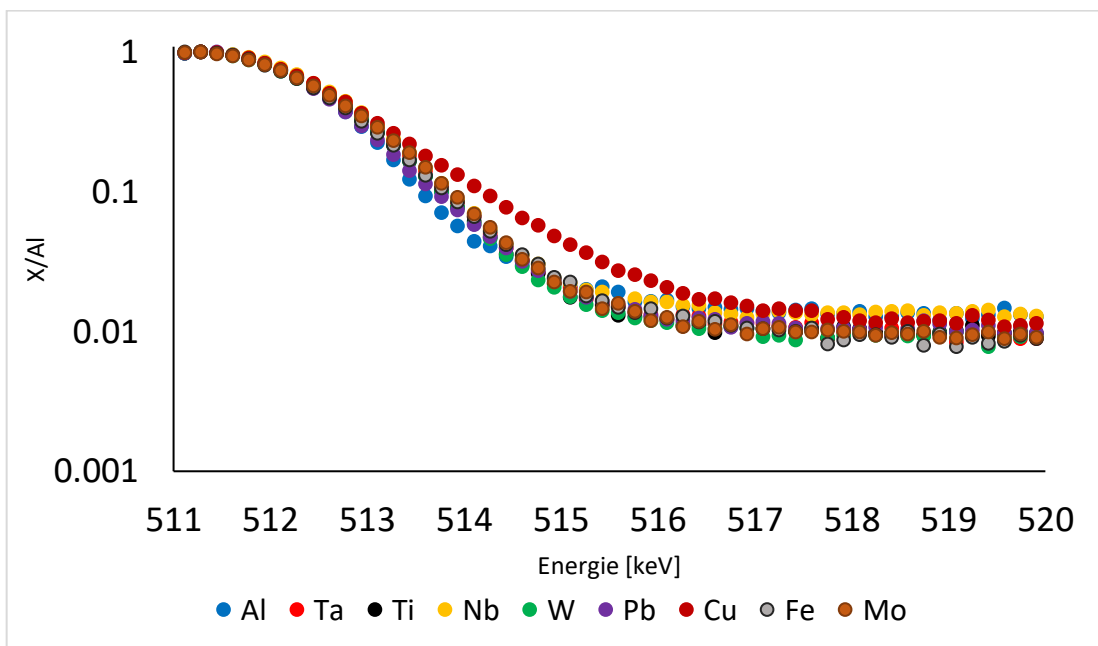
Na Obrázek 22 a Obrázek 23 je zobrazena pouze pravá strana píku, aby se eliminoval vliv vysoké úrovně pozadí pro energie menší jak 511 keV , způsobené neúplným sběrem náboje v Ge - detektoru. Fotony pocházející z třífotonového rozpadu pozitronia a jsou dalším důvodem, proč neanalyzovat nízkoenergetickou stranu píku. Intenzity v zájmovém intervalu se liší o několik řádů a jsou zvláště malé při energiích odpovídajících anihilaci jádro - elektron, tj. nad přibližně 513 keV . Pro zdůraznění malých změn jsou intenzity škálovány tak, že se počty při dané energii vydělí hodnotami referenčního prvku. Pro Obrázek 22 a Obrázek 23 byl jako referenční prvek zvolen „čistý Al“. Před stanovením poměru se obě spektra normalizují na maximum odpovídající energii 511 keV . Dále budou takovéto normalizované a škálované grafy nazývány „poměrové křivky“. Tyto křivky se liší nejen amplitudou, ale také polohami vrcholů a celkovým tvarem. Samotná amplituda typicky nemůže být základem pro rozpoznávání atomů, protože u systémů s více komponentami bude záviset na části anihilace s dalšími prvky přítomnými ve vzorku. [24]



Obrázek 22: Prvková závislost – koincidenční měření – logaritmické měřítko.

Obrázek 23 je analogický s Obrázek 22 avšak s tím rozdílem, že zde bylo měření prováděno v nekoincidenčním režimu. Je možné si všimnout drobných rozdílů – např. na Obrázek 22 lze lépe rozpoznat Pb (označené fialovou barvou), které na Obrázek 23 - v nekoincidenčním režimu splývá s ostatními vzorky.

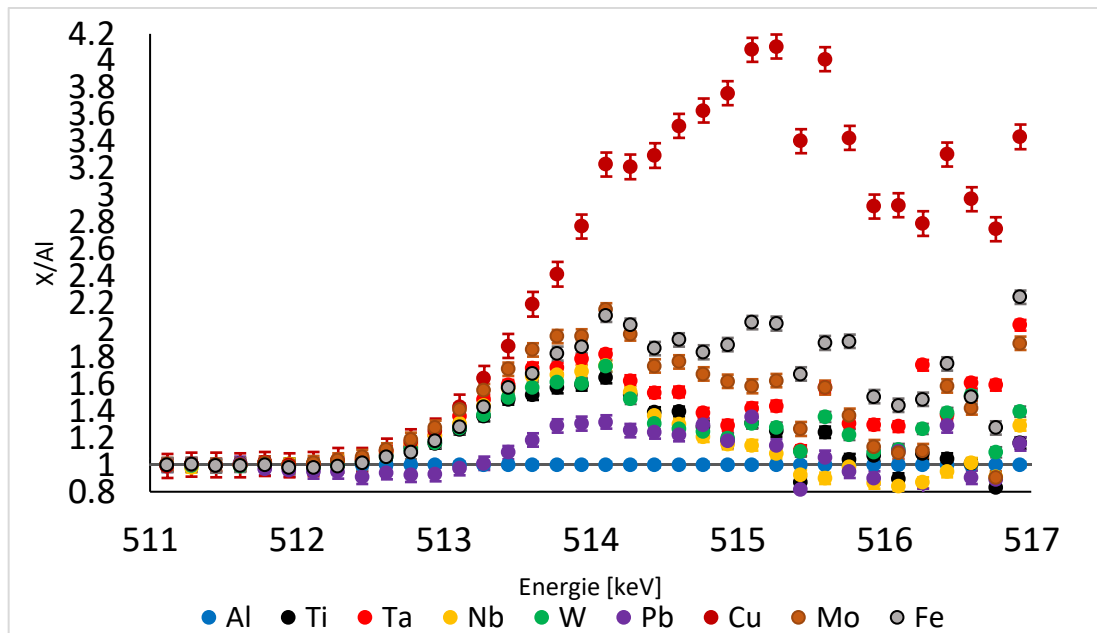
Koincidenční měření můžeme dle literatury [24, 25] označit za úspěšné, jelikož i autoři článku [24] dochází k velice podobným výsledkům, jak je patrné z Obrázku 3a ve zmíněné literatuře. Obdobně i autoři článku [25] na Obrázku 2, Obrázku 3 a Obrázku 4 prezentují podobné výsledky, které byly naměřeny při této práci.



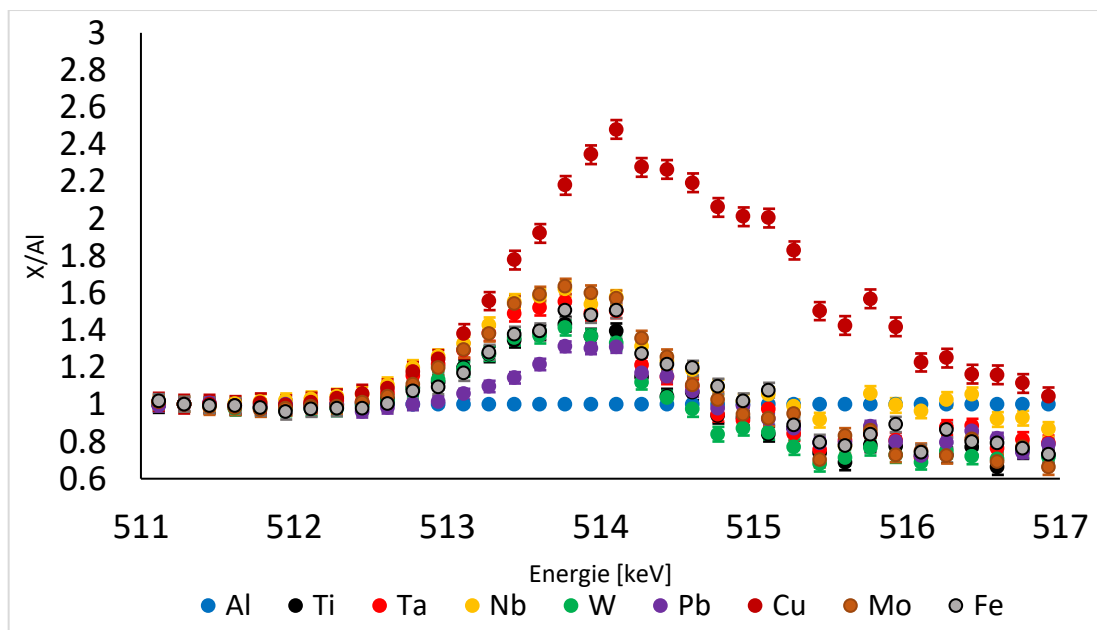
Obrázek 23: Prvková závislost – nekoincidenční měření – logaritmická osa.

Obrázek 24 znázorňuje odchylky poměrových křivek pro různé prvky. Ve většině případů poskytuje tvar křivek jedinečnou identifikaci prvku; viz např. Cu a Pb. Může se však stát, že rozložení hybností vnitřních elektronů dvou odlišných prvků je v rozsahu hodnot hybností testovaných v této práci nerozeznatelné. Potom jsou příslušné poměrové křivky totožné. To je případ Nb a W, které se odlišují pouze konfigurací vodivostního a valenčního pásma, tj. distribucí nízkých hybností. [24]

Obdobně jako v předchozím případě, i zde je uvedeno stejné měření i v nekoincidenčním režimu, jehož výsledky jsou znázorněny na Obrázek 25.



Obrázek 24: Prvková závislost – koincidenční měření.



Obrázek 25: Prvková závislost – nekoincidenční měření

Je patrné, že největší rozdíl mezi koincidenčním a nekoincidenčním měření lze pozorovat na železe (šedá barva) avšak obecně lze říct, že v koincidenčním měření jsou křivky lépe rozlišitelné oproti nekoincidenčnímu měření, kde křivky téměř splývají. I v tomto případě můžeme koincidenční měření porovnávat s literaturou [24, 25]. Nejlépe lze naměřené výsledky porovnat dle mědi, autoři článků mají křivku pro měď vysoko, tak jako jsou uvedeny v této práci. Lze předpokládat, že je to způsobeno postavením jednotlivých prvků v periodické soustavě prvků. K tomuto závěru lze dojít pozorováním křivek Ti, Nb, W. Jedná se o prvky, které jsou v periodické soustavě prvků postaveny blízko sebe a zde jejich křivky téměř splývají.

6 Vliv defektů

Na několika vzorcích, zaznamenaných v Tabulka 7 byl pozorován vliv defektů v daném vzorku. Jako vzorky „bez defektů“ jsou označeny ty, které byly vyžihány dle Obrázek 21.

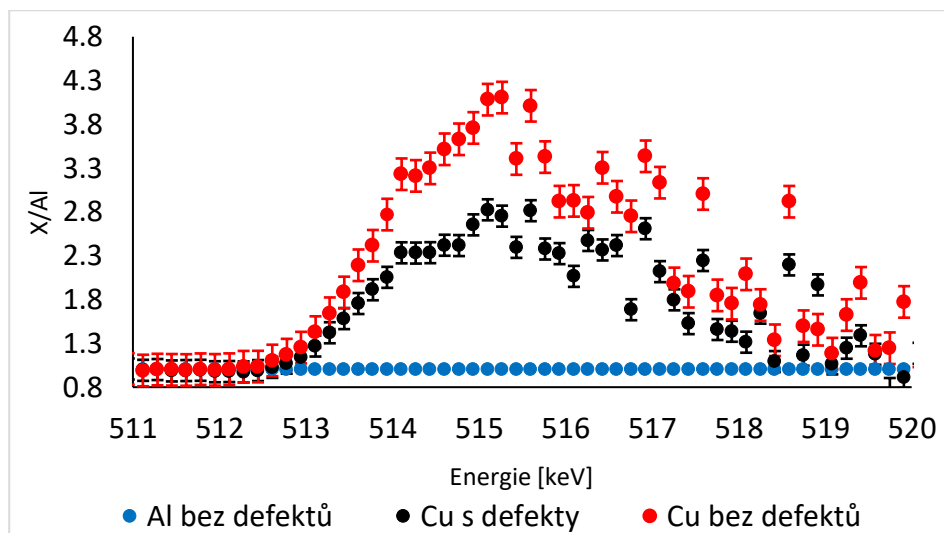
Tabulka 7: Vzorky na kterých byl zkoumaný vliv defektů.

<i>Vzorek</i>	<i>S</i>	<i>W</i>
<i>Ti</i>	$0,524 \pm 0,002$	$0,190 \pm 0,001$
<i>Pb</i>	$0,547 \pm 0,002$	$0,168 \pm 0,001$
<i>Cu</i>	$0,488 \pm 0,002$	$0,234 \pm 0,001$
<i>Al</i>	$0,551 \pm 0,002$	$0,157 \pm 0,001$

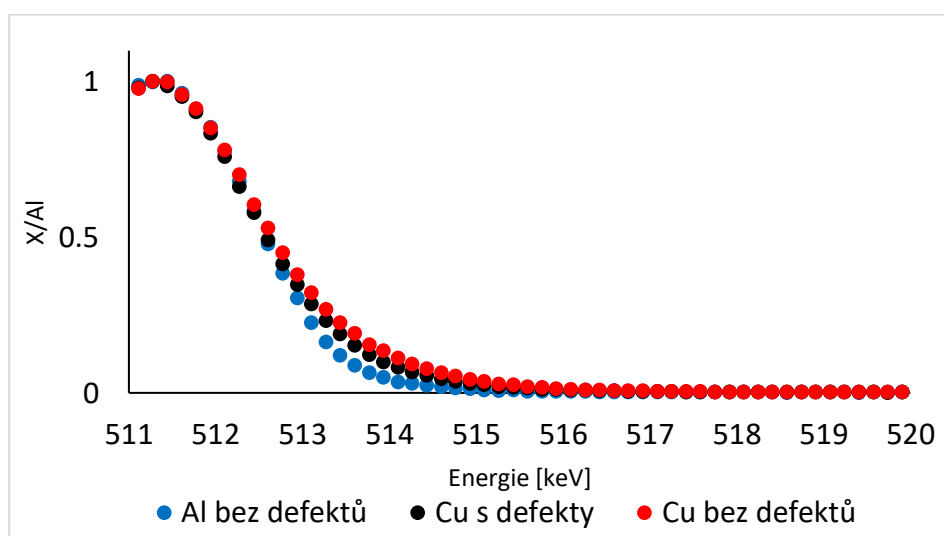
Každý ze vzorků bude v následujících několika podkapitolách zpracován do 3 grafů, na kterých je ukázán patrný rozdíl mezi vzorkem vyžiháným – „bez defektů“ a vzorkem s defekty. Všechny grafy jsou normované na Al bez defektů. Vertikální osa grafů je popsána „X/Al“, kde X je myšleno naměřenými hodnotami daného prvku, Al jsou hodnoty vyžihaného Al.

6.1 Měď

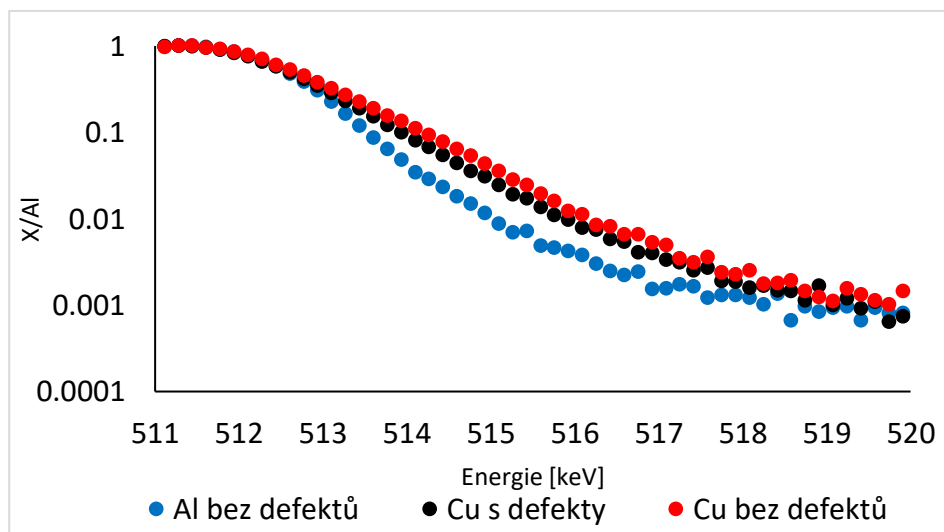
Z níže uvedených obrázků – Obrázek 26, Obrázek 27, Obrázek 28 vyplývá, že žiháním byl tento vzorek zbaven defektů. Nejlépe je tento jev pozorovatelný na Obrázek 26 kde vidíme, že křivka „bez defektů“ je mnohem vyšší, než křivka s defekty. Toto můžeme pozorovat i na dalších obrázcích, avšak ne tak zřetelně. Na Obrázek 27 lze vidět pravou část píku, na kterém křivky téměř splývají, z tohoto důvodu jsme se rozhodli pro viditelnější rozdíly uvádět křivky i v logaritmickém měřítku, tak jak je možno vidět na Obrázek 28. Kde opět vidíme, že křivka „bez defektů“ je vyšší, než ta s defekty.



Obrázek 26: Cu s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů.



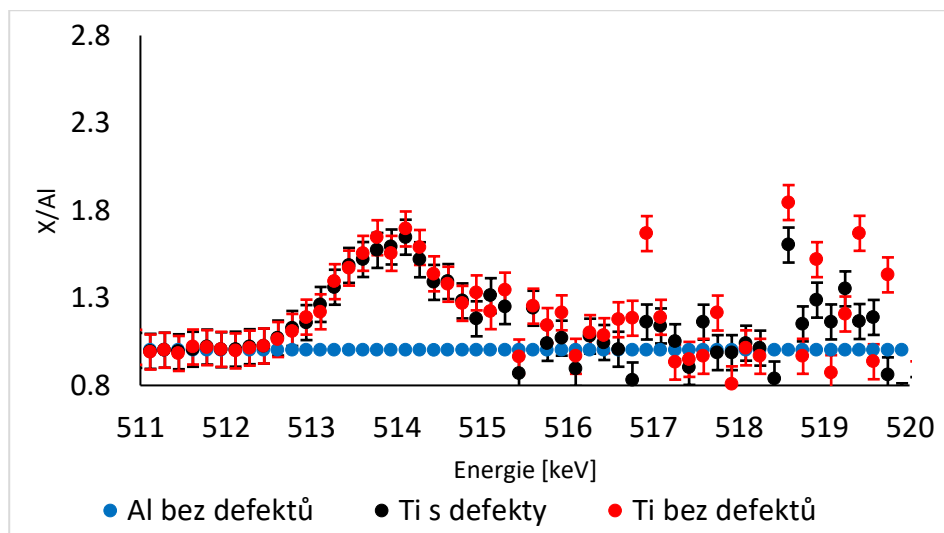
Obrázek 27: Cu s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů – pravá část píku.



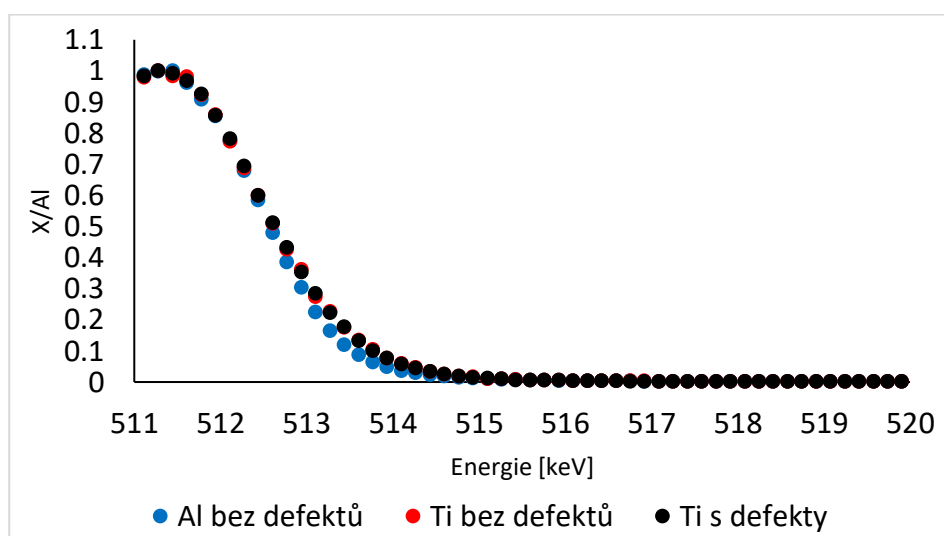
Obrázek 28: Cu s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů – logaritmická osa.

6.2 Titan

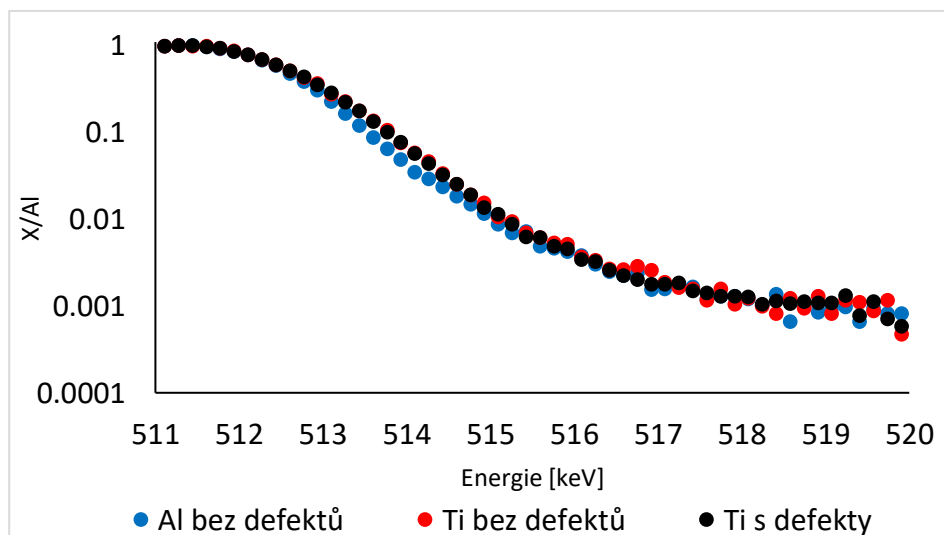
Z následujících obrázků – Obrázek 29, Obrázek 30, Obrázek 31 není patrné, že by nastal zřetelný rozdíl mezi vzorky vyžíhanými a ne vyžíhanými. To lze usuzovat z níže uvedených obrázků, na kterých můžeme vidět, že křivky se prakticky překrývají. Domníváme se, že teplota žíhání vzorku nebyla dostatečná pro odstranění defektů. Teplota tání Titanu je 1 670 °C [23] přičemž vzorek byl žíhán při teplotě 850 °C. Domníváme se tedy, že teplota žáhání nebyla dostatečná pro odstranění defektů ve vzorku.



Obrázek 29: Ti s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů.



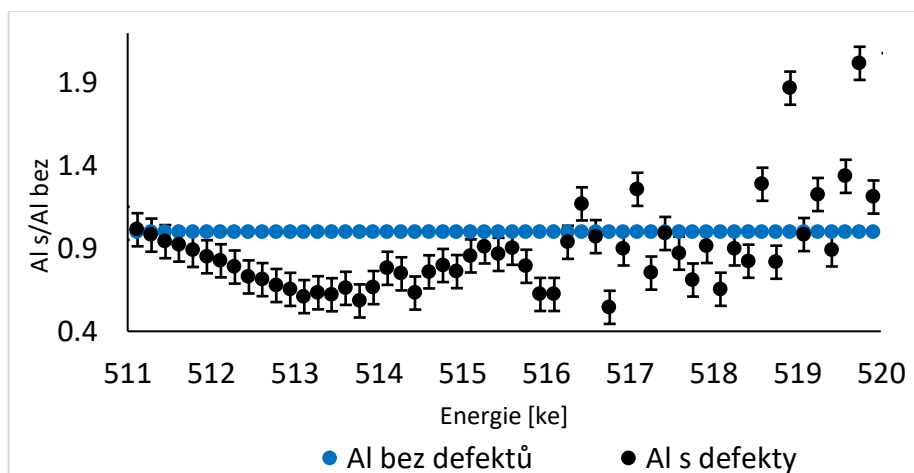
Obrázek 30: Ti s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů – pravá část píku.



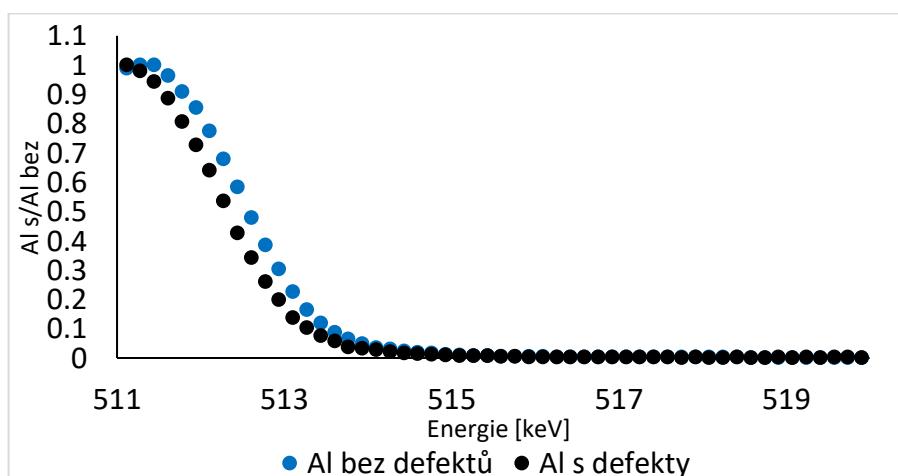
Obrázek 31: Ti s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů – logaritmická osa.

6.3 Hliník

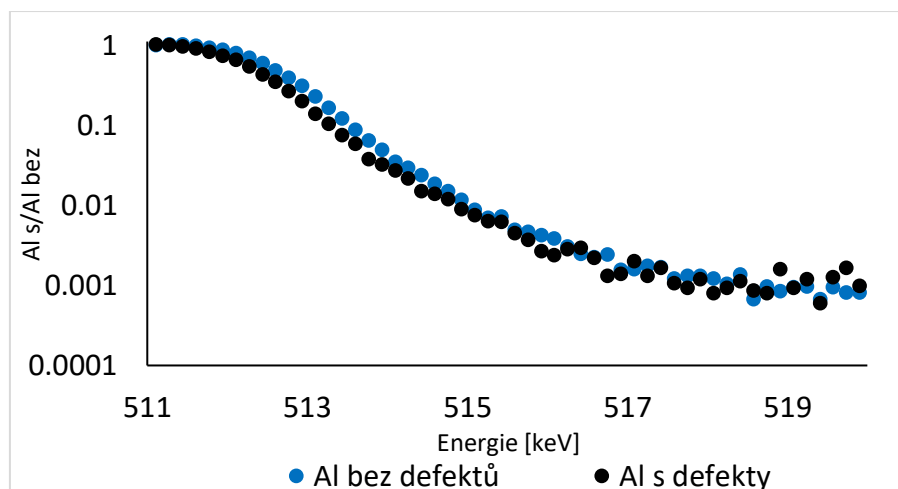
Na následujících obrázcích - Obrázek 32, Obrázek 33 a Obrázek 34 je znázorněn vliv žíhání na defekty v hliníku. Ze všech 3 zmíněných obrázků je patrné, že žíháním byly defekty odstraněny. Křivka bez defektů (modrá) je výš, než křivka s defekty (černá).



Obrázek 32: Al bez defektů a s defekty.



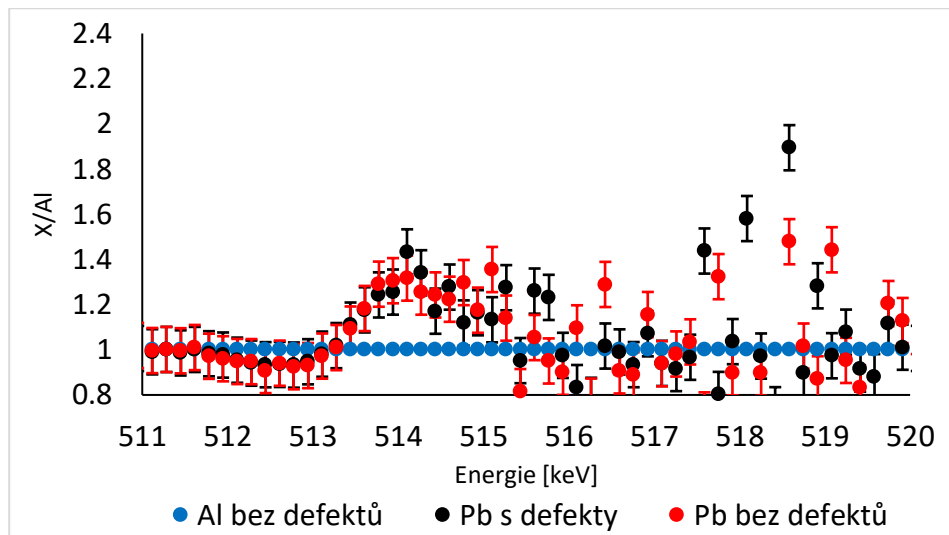
Obrázek 33: Al bez defektů a s defekty – pravá část píku.



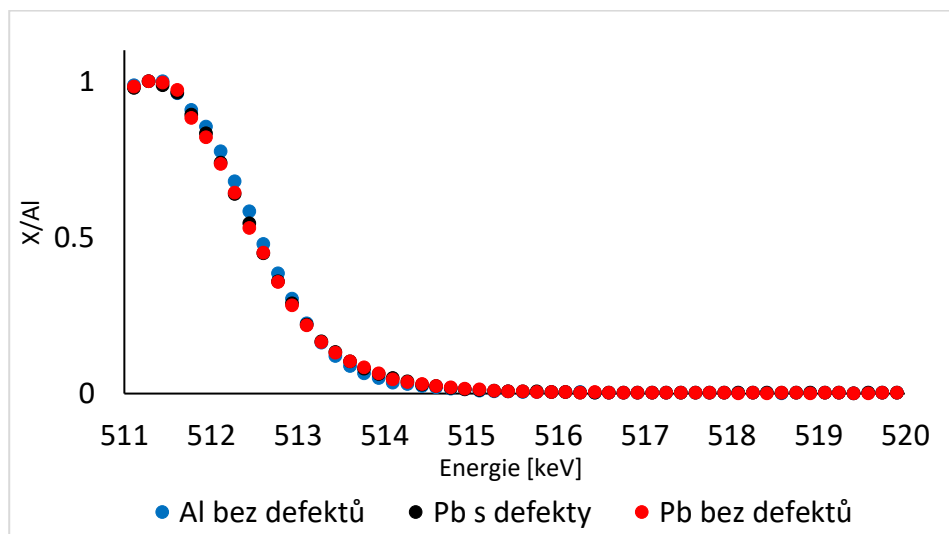
Obrázek 34: Al bez defektů a s defekty – logaritmická osa.

6.4 Olovo

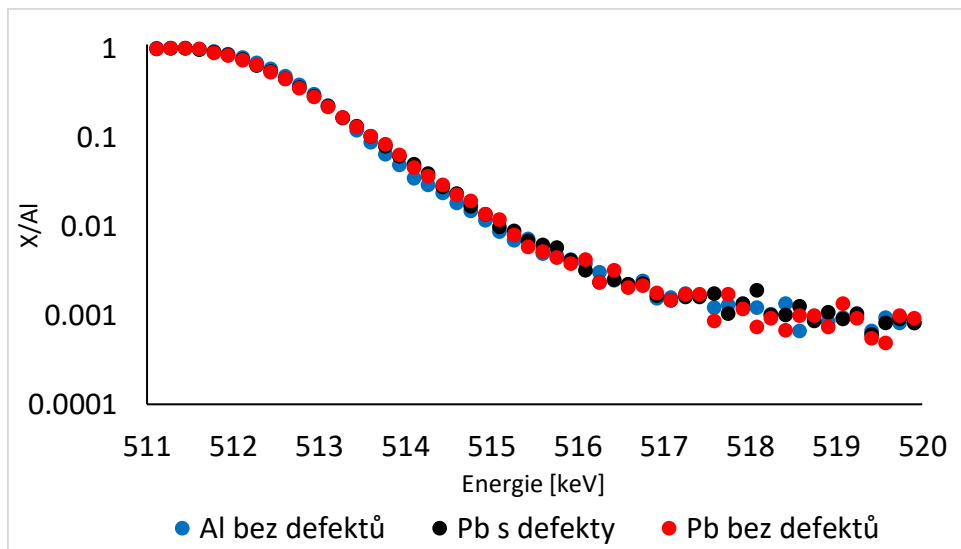
Na následujících obrázcích - Obrázek 35, Obrázek 36 a Obrázek 37 jsme pozorovali vliv žíhání na defekty v olovu. Avšak z níže uvedených obrázků není patrné, že by byly žíháním defekty odstraněny. Na obrázcích je možno vidět, že křivky pro Pb s defekty i Pb bez defektů jsou totožné. Tento jev nastal i v kapitole 6.2 Titan, kde jsme si neodstranění defektů odůvodnili vysokým bodem tání, oproti teplotě žíhání. Toto u olova říct nelze, olovo má bod tání 327 °C, žíhání bylo prováděno při 2250 °C. V tomto případě si nejsme jisti, z jakého důvodu nedošlo k odstranění defektů. Také je možné, že vzorek olova byl bezdefektní.



Obrázek 35: Pb s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů.



Obrázek 36: Pb s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů – pravá část píku.



Obrázek 37: Pb s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů – logaritmická osa.

7 Ocel CL20 ES

Nerezový prášek označený Concept Laser CL20ES je komerčně dostupný, jedná se o austenitickou nerezovou ocel s chemickým složením ekvivalentním s nerezovou ocelí 316L. CL20ES je nízkouhlíková nerezová ocel vhodná pro svařování a následné tepelné zpracování díky své odolnosti vůči senzibilizaci. Chemické složení prášku CL20ES je uvedeno v Tabulka 8. [26]

Tabulka 8: Složení oceli CL20ES a komerční oceli 316L [26].

<i>Hmot. %</i>	<i>Fe</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Mo</i>	<i>Mn</i>	<i>Si</i>	<i>P</i>	<i>S</i>	<i>C</i>
CL20ES	Zůstatek	16,5-	10-	2-	0-	0-	0-	0-	0-
		18,5	13	2,25	2	1	0,045	0,03	0,03
316L	Zůstatek	16-	10-	2-	0-	0-	0,-	0-	0-
		18	14	3	2	0,075	045	0,03	0,03

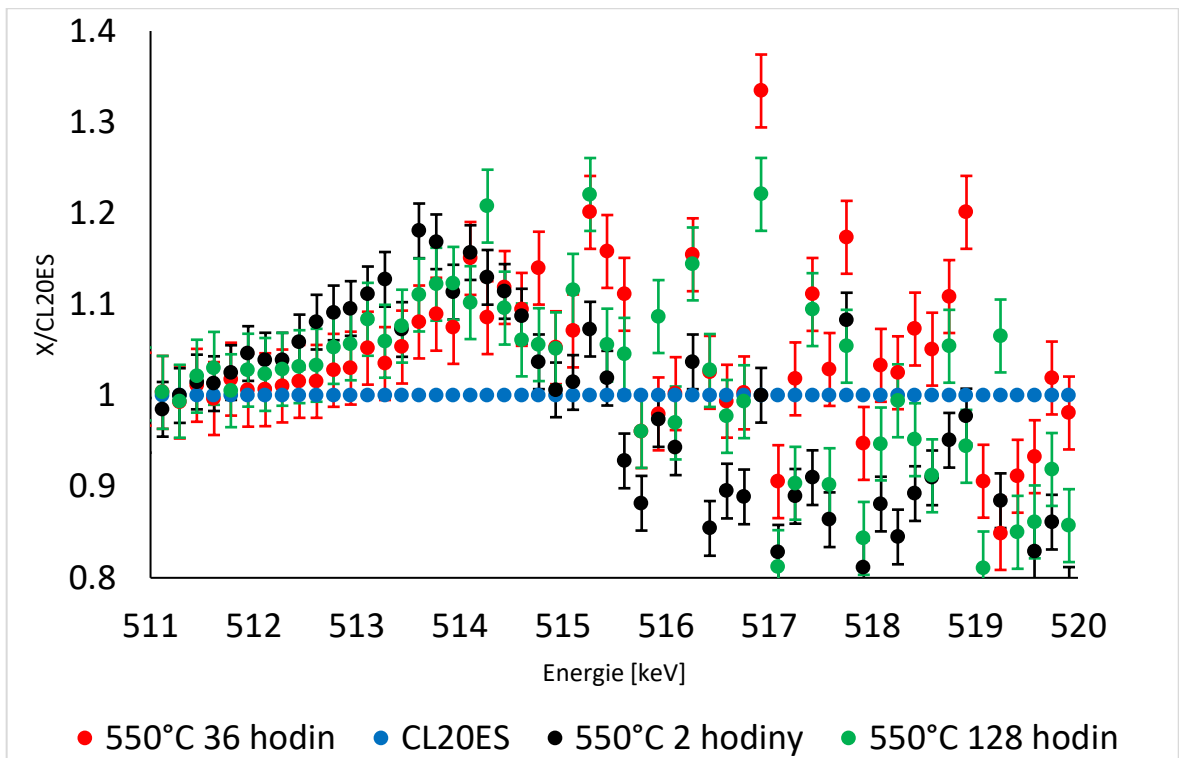
7.1 Časová závislost doby žíhání na defekty

Již v předchozí kapitole bylo ukázáno, že žíháním se vzorky zbaví defektů. Pro názornější výsledky jsme zvolili jeden materiál - Ocel CL20ES, který jsme žíhali po různou dobu. V této kapitole je ukázán vliv délky doby žíhání vzorku na jeho vnitřní defekty. Ocel CL20 ES jsme žíhali při 550 °C po dobu 2 *hodin*, 36 *hodin* a 128 *hodin*. Na následujících obrázcích 38 – 45 je ukázáno, že čím déle se vzorek žíhá, tím méně obsahuje defektů.

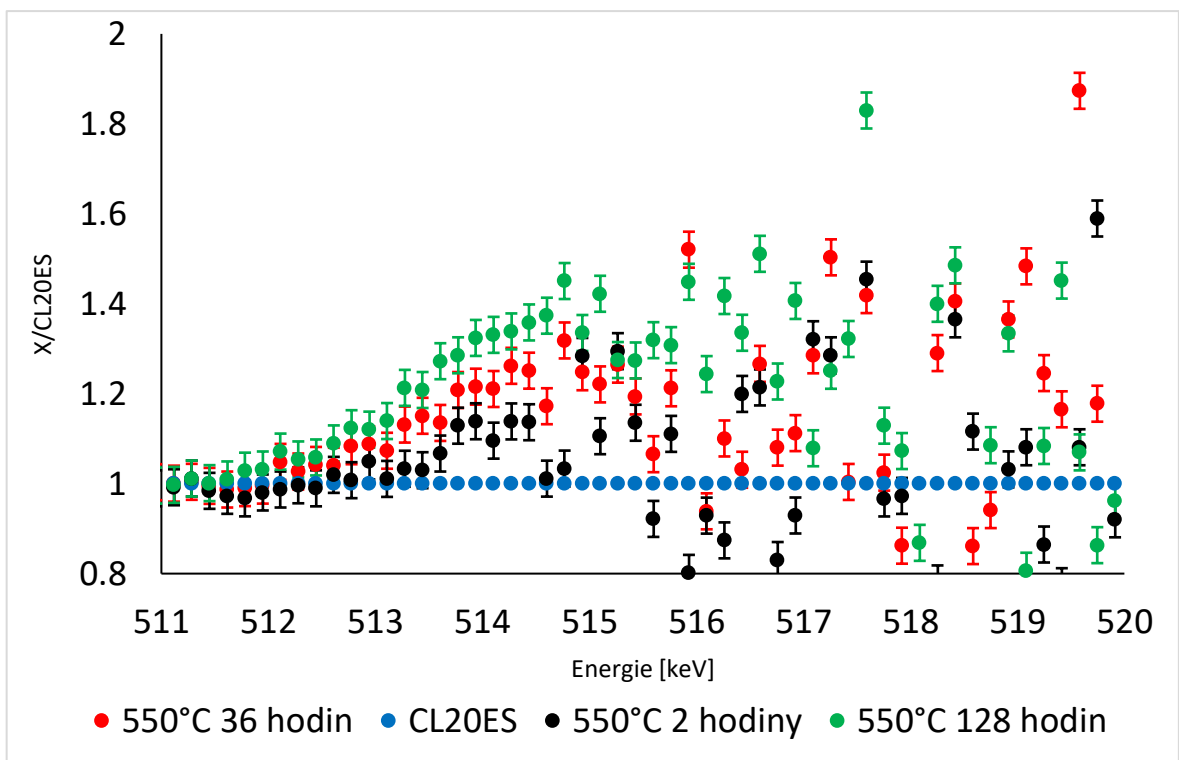
Pro lepší porovnání výsledků z obou měření je vždy ukázána dvojice obrázků, na nichž je stejný graf – jednou se jedná o výsledky z koincidenčního měření a jednou nekoincidenčního měření.

Na Obrázek 38 a Obrázek 39 lze pozorovat křivky z měření časové závislosti. Je dobře viditelné, že výsledky z měření v nekoincidenčním měření v rámci chyby splývají, avšak při měření v koincidenční, se přímky oddělí a můžeme tedy říct, že čím déle ocel žíháme, tím více se zbavuje vnitřních defektů.

Na níže uvedených grafech můžeme sledovat i chyby měření, pozorováním můžeme vyhodnotit, že měření v koincidenční má menší chybu měření než měření bez koincidence.

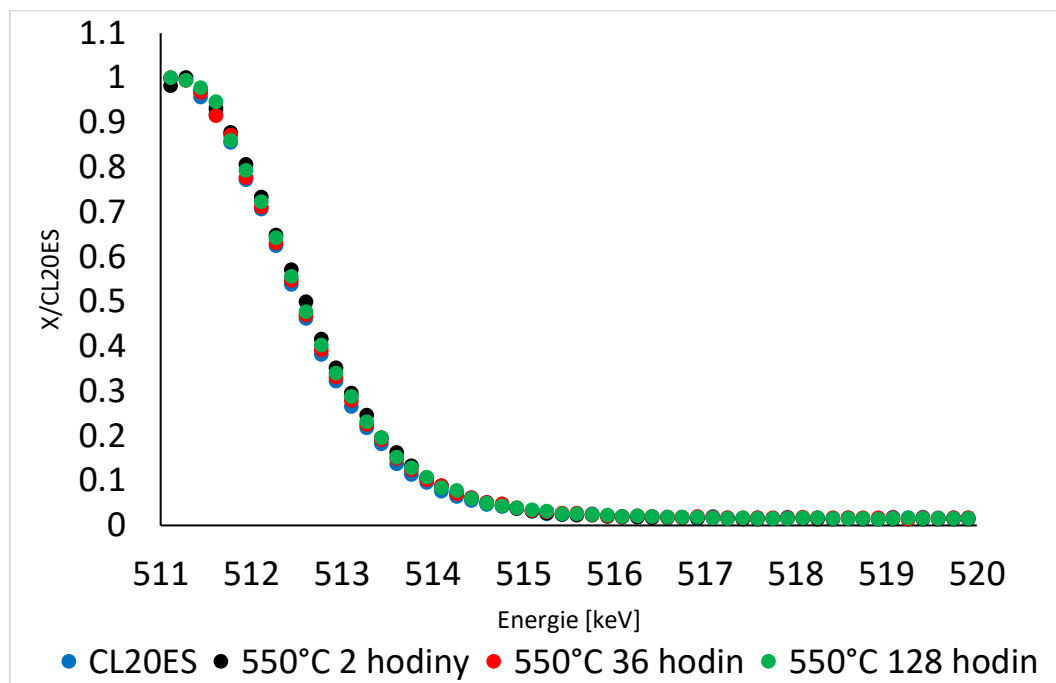


Obrázek 38: Časová závislost doby žíhání na defekty v CL20 ES – nekoincidenční měření.

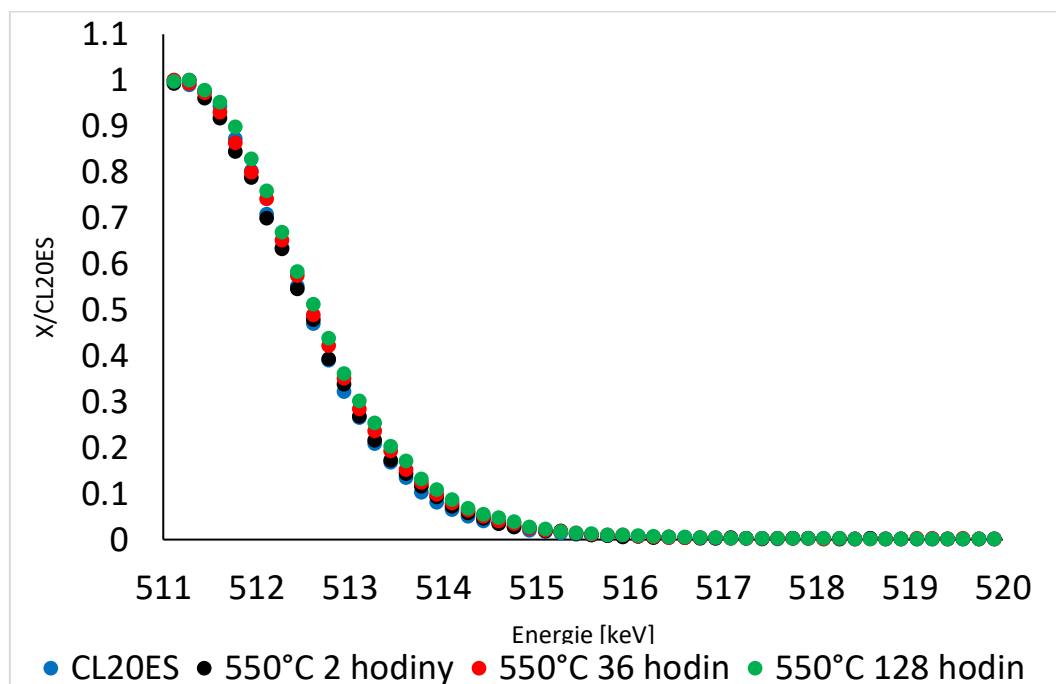


Obrázek 39: Časová závislost doby žíhání na defekty v CL20 ES – koincidenční měření.

Na Obrázek 40 a Obrázek 41 můžeme vidět pravou část píku. Ale není dobře viditelný rozdíl mezi koincidenčním a nekoincidenčním měřením. Při důkladném pozorování je možno vidět, že na Obrázek 41 jsou křivky alespoň kousek posunuté oproti Obrázek 40, kde opravdu splývají. Z tohoto důvodu je lepší uvádět výsledky v logaritmickém měřítku, jak je možno vidět na Obrázek 42 a Obrázek 43.

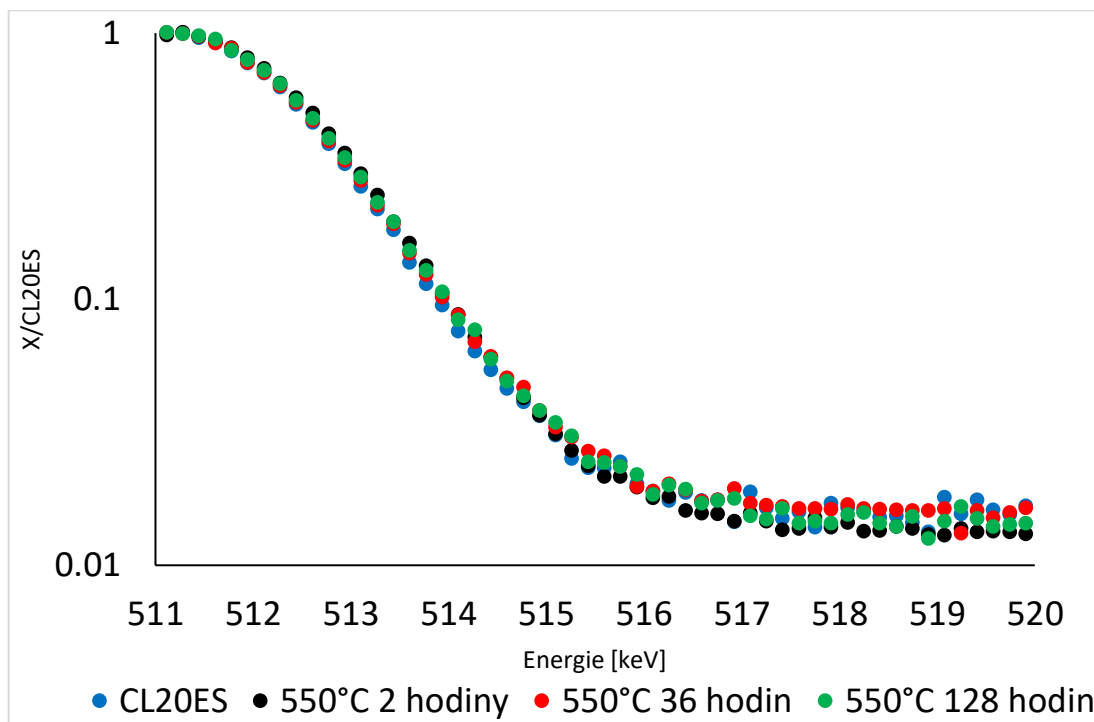


Obrázek 40: Časová závislost doby žhánění na defekty v CL20 ES – nekoincidenční měření – pravá část píku.

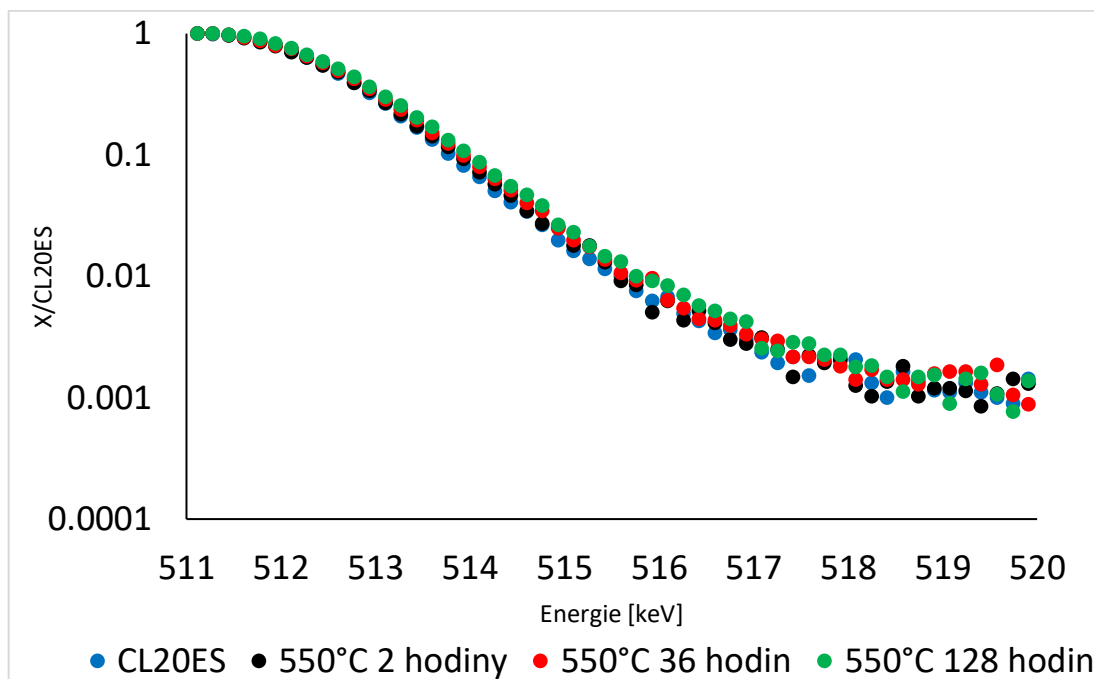


Obrázek 41: Časová závislost doby žhánění na defekty v CL20 ES – koincidenční měření – pravá část píku.

Na Obrázek 42 a Obrázek 43 jsou znázorněny křivky v logaritmickém měřítku. Jak již bylo zmíněno výše, tento postup jsme volili pro lepší znázornění výsledků, avšak v tomto případě ani znázornění křivek v logaritmickém měřítku neukazuje jednoznačné výsledky. I s touto skutečností však lze říct, že při bližším pozorování vidíme na Obrázek 43 lepší rozdělení křivek, než na Obrázek 42 kde splývají.

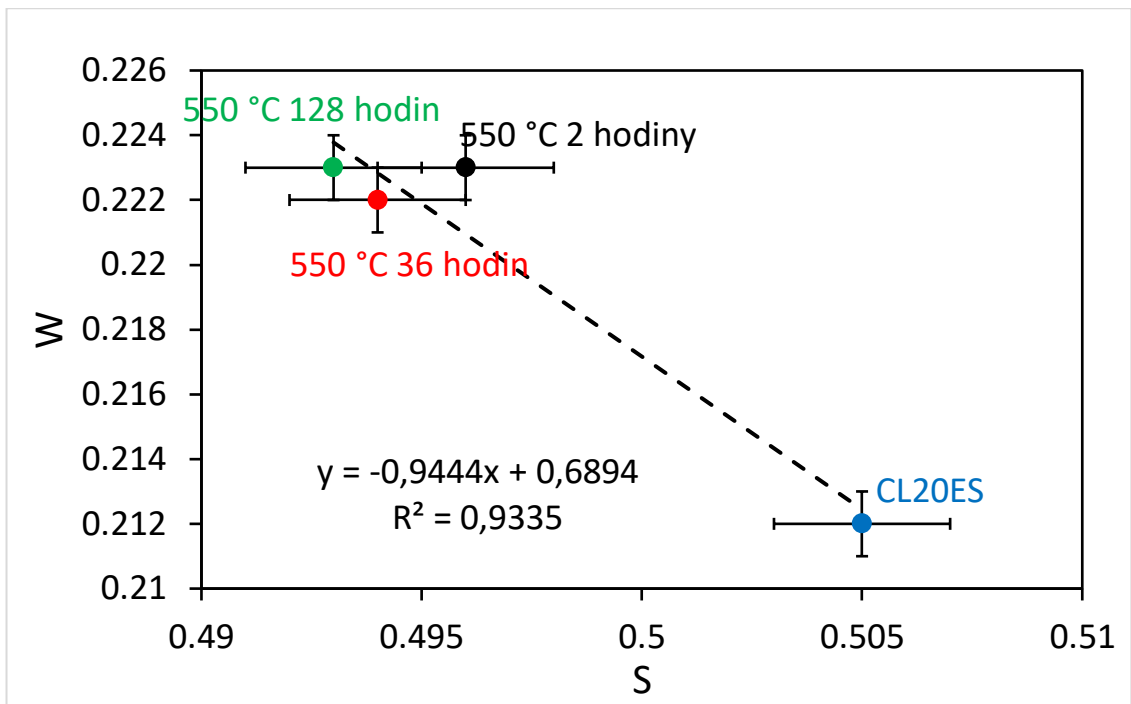


Obrázek 42: Časová závislost doby žhání na defekty v CL20 ES – nekoincidenční měření – logaritmická osa.

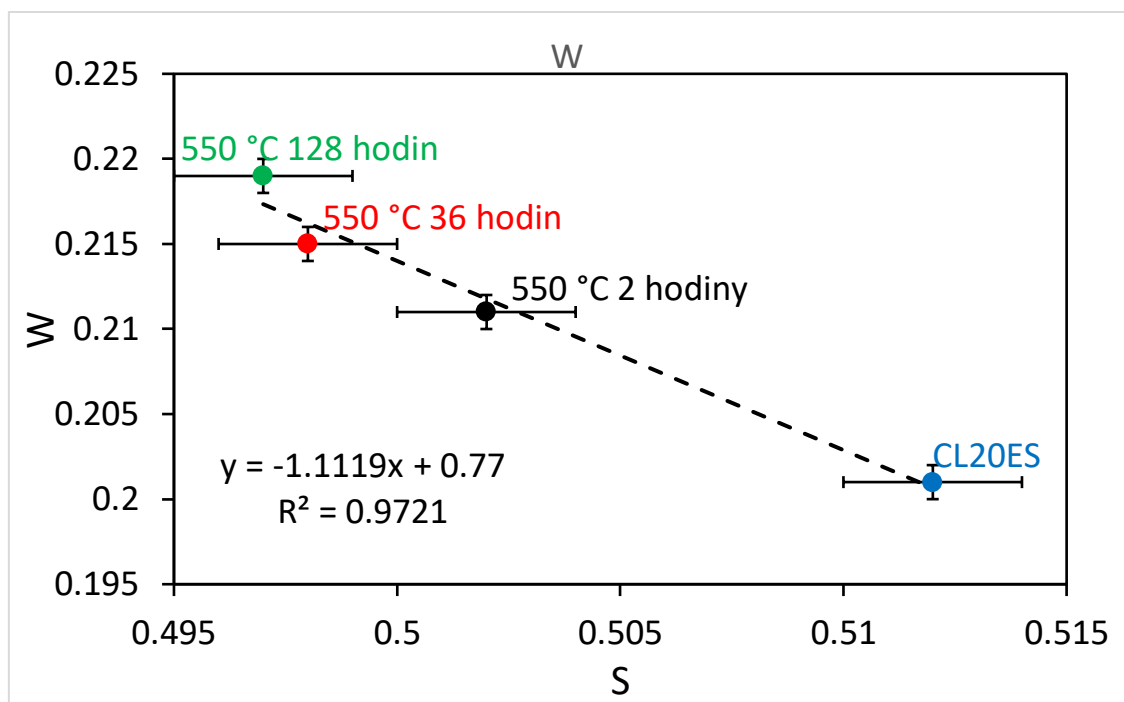


Obrázek 43: Časová závislost doby žhání na defekty v CL20 ES – koincidenční měření – logaritmická osa.

Již v úvodu této práce bylo zmíněno, že výsledky měření budou, mimo jiné, hodnoceny a porovnávány pomocí S a W parametrů. V teoretické části této práce bylo vysvětleno, co parametry S a W popisují, na začátku praktické části bylo provedeno měření, pomocí kterého bylo dokázáno, že se zvyšující se statistikou měření se zlepšují i hodnoty parametrů S a W. Zde bude pomocí S a W parametrů hodnoceno měření v koincidenci a bez koincidence tak, jak je to znázorněno na Obrázek 44 a Obrázek 45. Opět lze pozorovat, že na Obrázek 44 výsledky v rámci chyby téměř splývají, oproti tomu, na Obrázek 45 vidíme zřetelně rozlišené výsledky. V obou níže uvedených obrázcích jsou uvedeny i hodnoty koeficientu R, dle kterého lze říct, že vliv doby žihání na vnitřní defekty tohoto vzorku má v koincidenčním téměř lineární závislost.



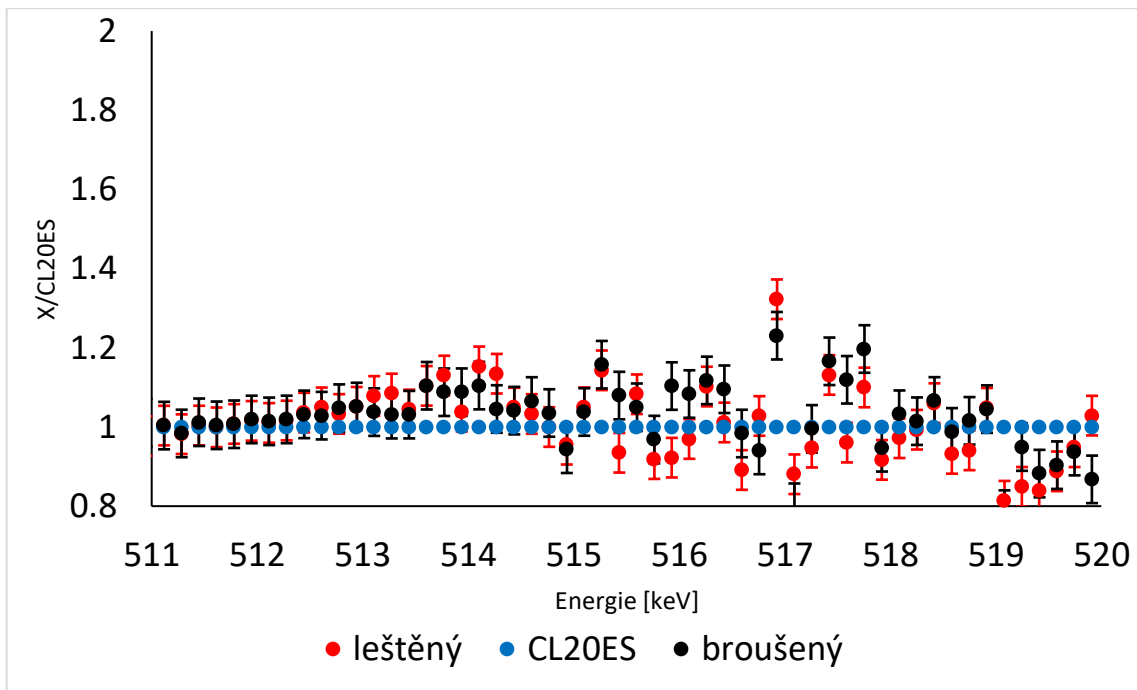
Obrázek 44: Vliv žíhání v čase – nekoincidenční měření – S a W parametry.



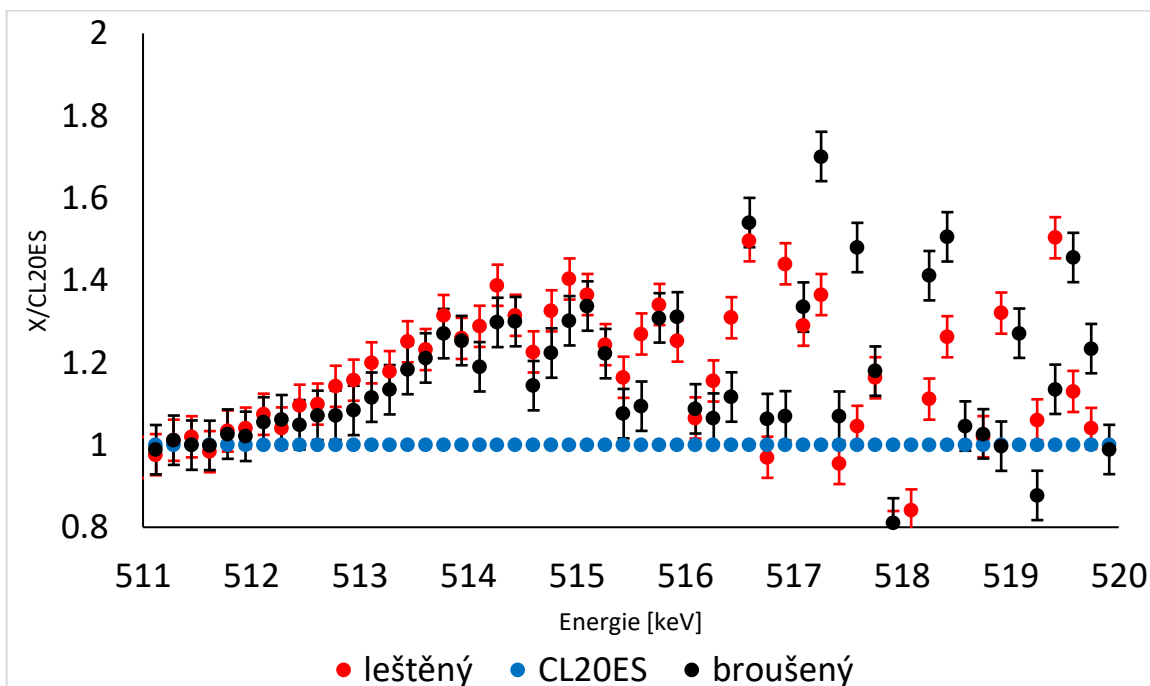
Obrázek 45: Vliv žíhání v čase – koincidenční měření – parametry S a W.

7.2 Ocel CL20ES vliv mechanického opracování

Na Obrázek 46 a Obrázek 47 je možno pozorovat vliv mechanického opracování na defekty. Je zřejmé, že broušením i leštěním vzorek přišel o část svých defektů. Avšak tento jev lze pozorovat až z Obrázek 47, na předchozím obrázku křivky splývají. Na Obrázek 47 lze dokonce pozorovat, že když byl vzorek vyleštěný měl méně defektů, než neopracovaný, avšak následným broušením byly defekty do vzorku přidány.

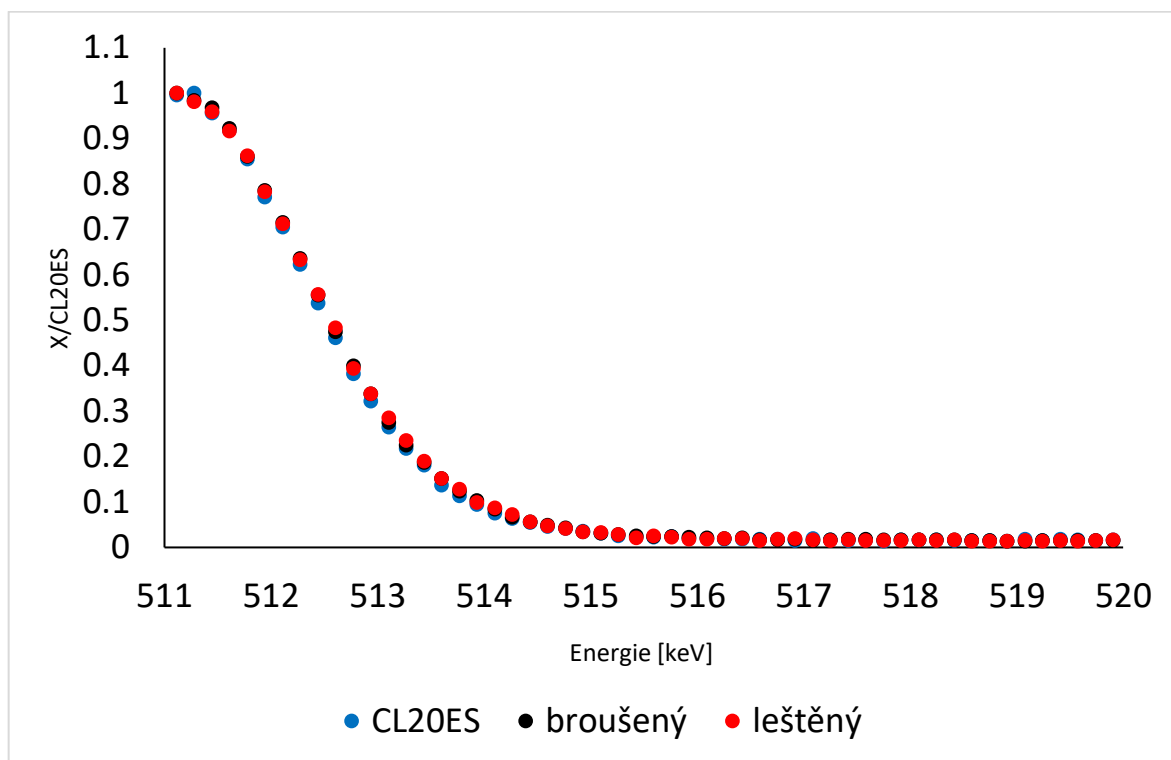


Obrázek 46: Vliv mechanického opracování – nekoincidenční měření.

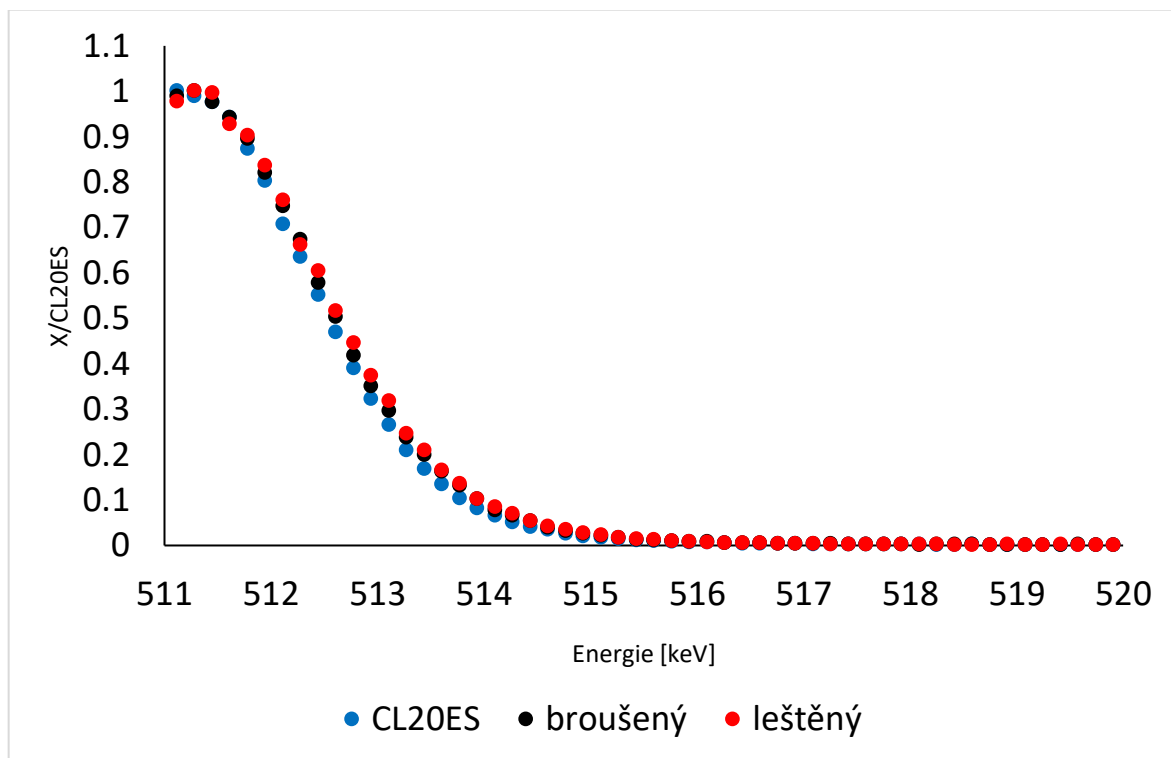


Obrázek 47: Vliv mechanického opracování – koincidenční měření.

Na Obrázek 48 a Obrázek 49 lze pozorovat pravou část píku. Avšak vidíme, že v obou případech křivky splývají, v Obrázek 49 lze pozorovat alespoň mírné oddělení výsledků opracovaného vzorku od původního ale v Obrázek 48 nikoli.

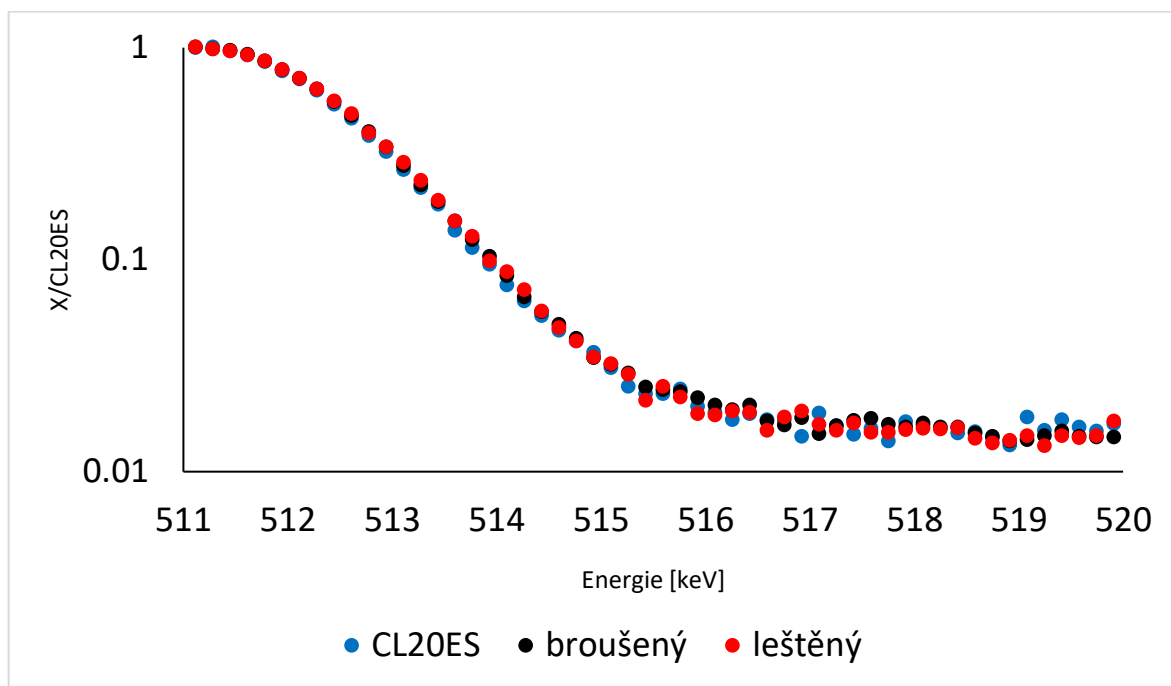


Obrázek 48: Vliv mechanického opracování – nekoincidenční měření – pravá část píku.

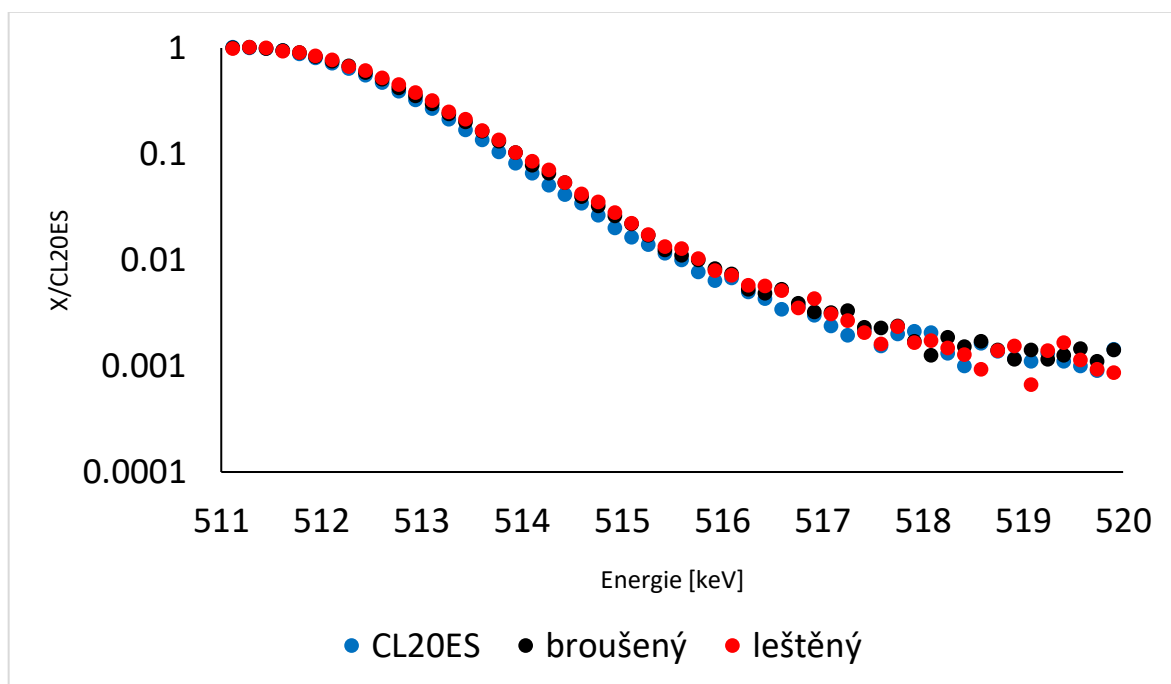


Obrázek 49: Vliv mechanického opracování – koincidenční měření – pravá část píku.

V předchozích případech jsme volili logaritmickou osu pro lepší znázornění posunutí křivek pro koincidenční a nekoincidenční měření, avšak na Obrázek 50 a Obrázek 51 toto posunutí pozorovat nelze. Stejně jako u dvojice Obrázek 48 a Obrázek 49 můžeme při bližším zkoumání pozorovat alespoň oddělení křivek pro opracovaný vzorek oproti neopracovanému. Z tohoto vyplývá, že nejlépe můžeme hodnotit rozdíl přístupu měření dle Obrázek 52 a Obrázek 53.

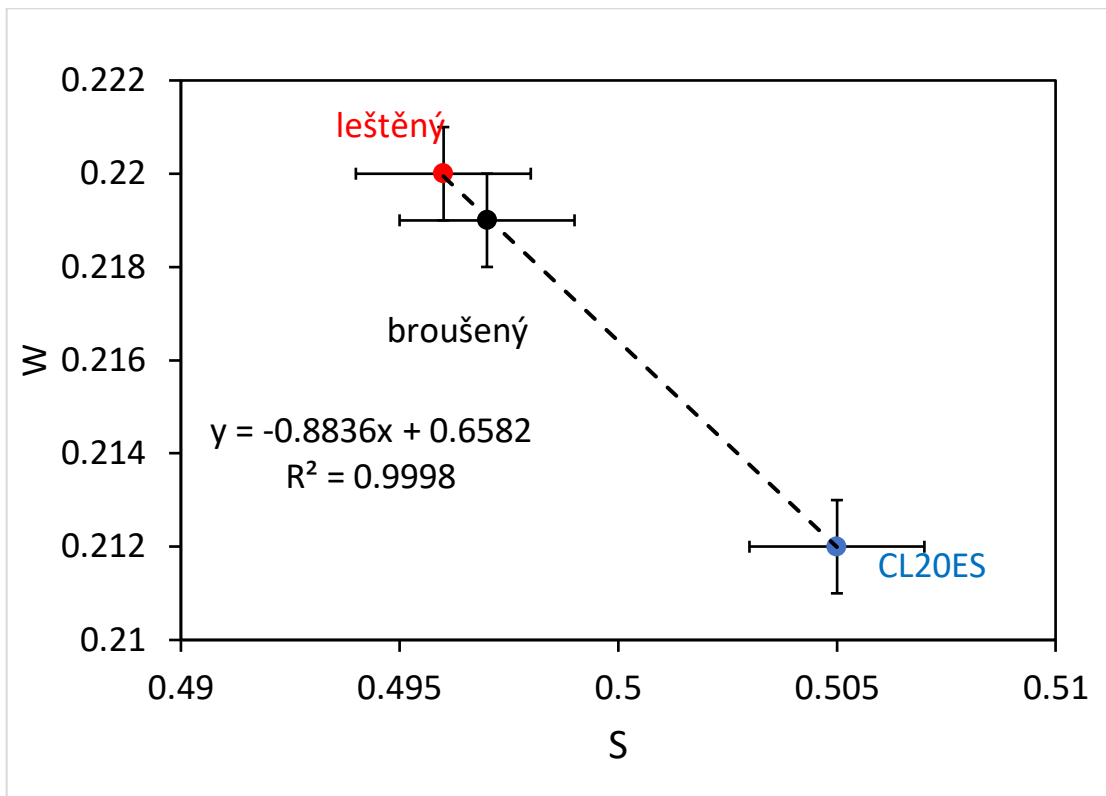


Obrázek 50: Vliv mechanického opracování – nekoincidenční měření – logaritmická osa.

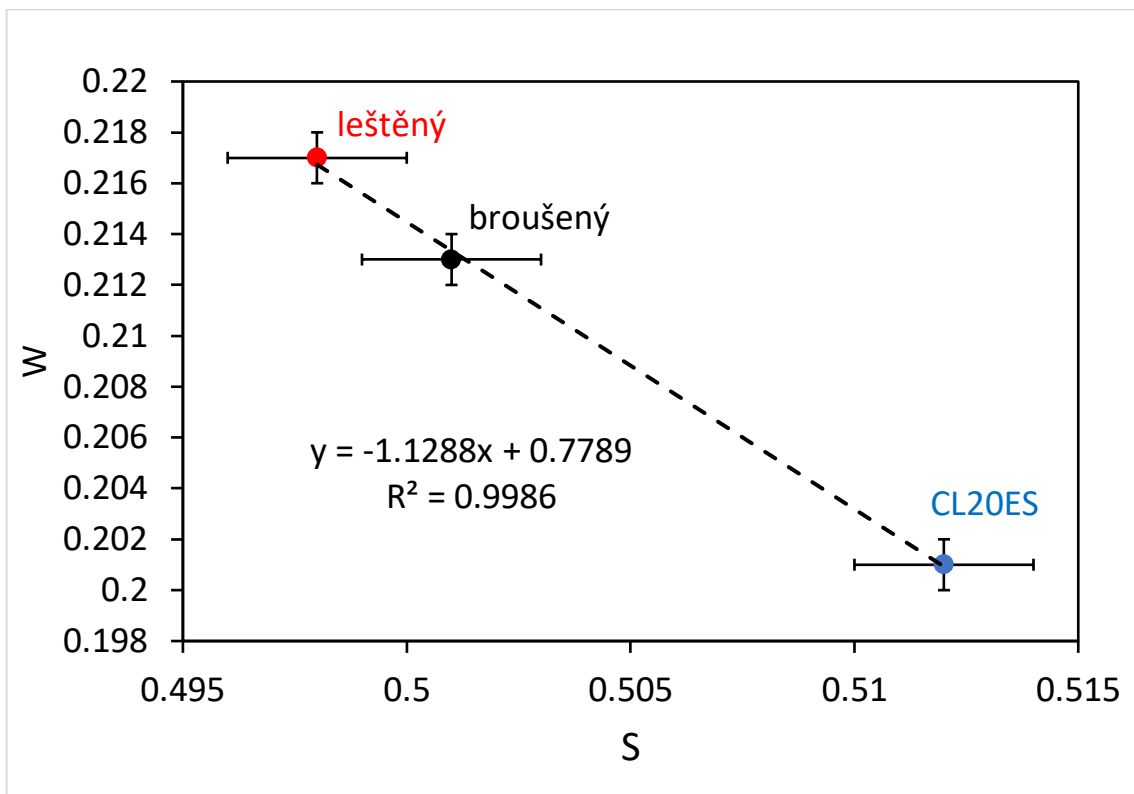


Obrázek 51: Vliv mechanického opracování – koincidenční měření – logaritmická osa.

Z Obrázek 52 a Obrázek 53 je patrné, že výsledky z nekoincidenčního měření pro opracované povrchy vychází v rámci chyby téměř totožně. Při koincidenčním měření vidíme oddělení výsledků měření a dokonce, opět, můžeme vidět téměř lineární závislost. Avšak je třeba si uvědomit, že vzorek byl nejdříve leštěný a následně broušený. Tudíž se potvrzuje závěr, který byl pozorován již u dvojice Obrázek 46 a Obrázek 47, kde jsme konstatovali, že během broušení se do vzorku dostaly defekty oproti leštění, kde byly defekty alespoň z části odstraněny.



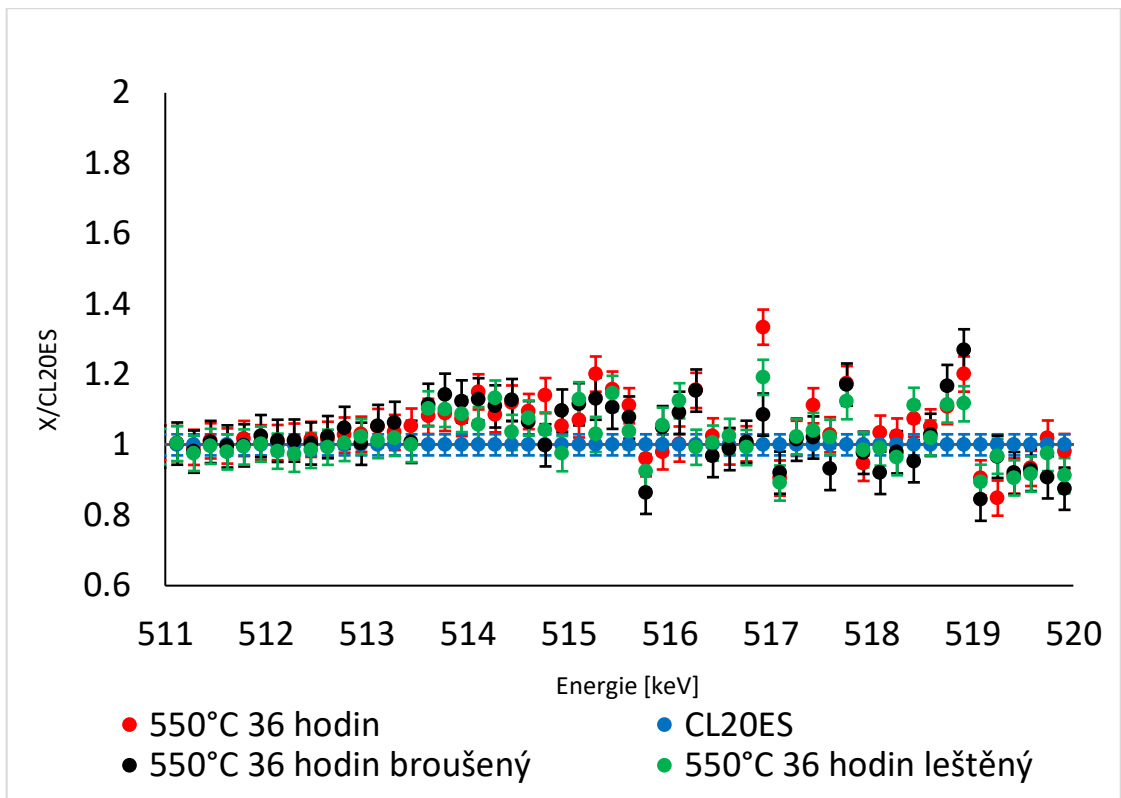
Obrázek 52: Vliv mechanického opracování – nekoincidenční měření – S a W parametry.



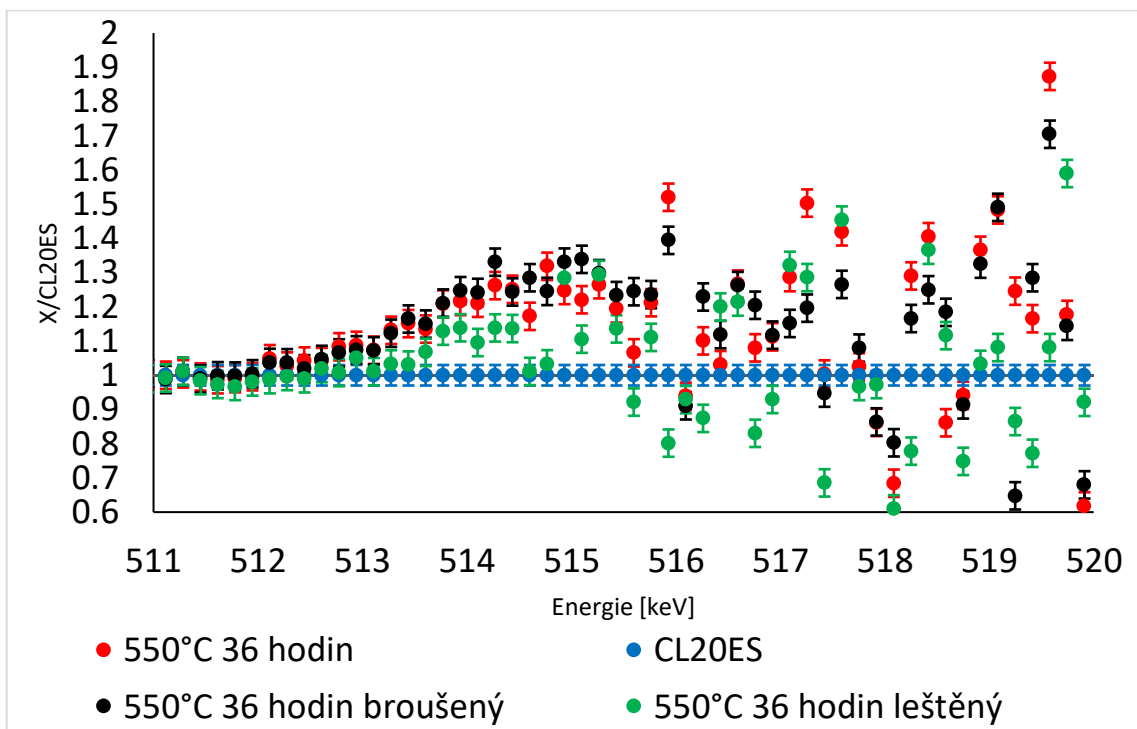
Obrázek 53: Vliv mechanického opracování – koincidenční měření – S a W parametry.

7.3 Ocel CL20ES Žihání různě opracovaných povrchů

Na Obrázek 54 a Obrázek 55 lze pozorovat vliv žiháných různě opracovaných vzorků na vnitřní defekty. Obdobně, jako u většiny předchozích měření, lze říci, že při měření bez koincidence křivky téměř splývají, a to dokonce i s křivkou pro CL20ES (modrá) na kterou se všechny výsledky normují. Při měření v koincidenci lze pozorovat alespoň částečné posunutí a rozlišení jednotlivých křivek. Z pozorování Obrázek 55 lze dokonce říct, že oproti měření v předchozí kapitole, kde dle výsledků, během broušení vznikly na vzorku defekty, v tomto případě lze označit broušený vyžiháný vzorek (černá) jako nejvíce zbavený defektů oproti ostatním vzorkům. Naproti tomu, během leštění defekty vznikly.

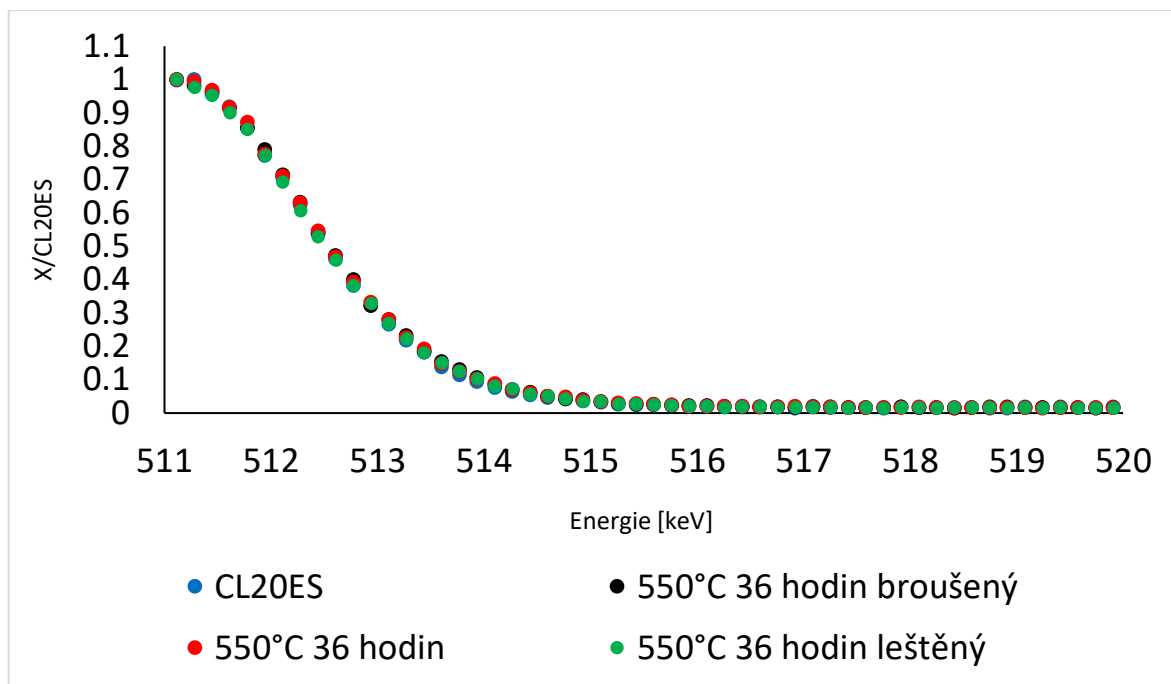


Obrázek 54: Žihání různě opracovaných povrchů – nekoincidenční měření.

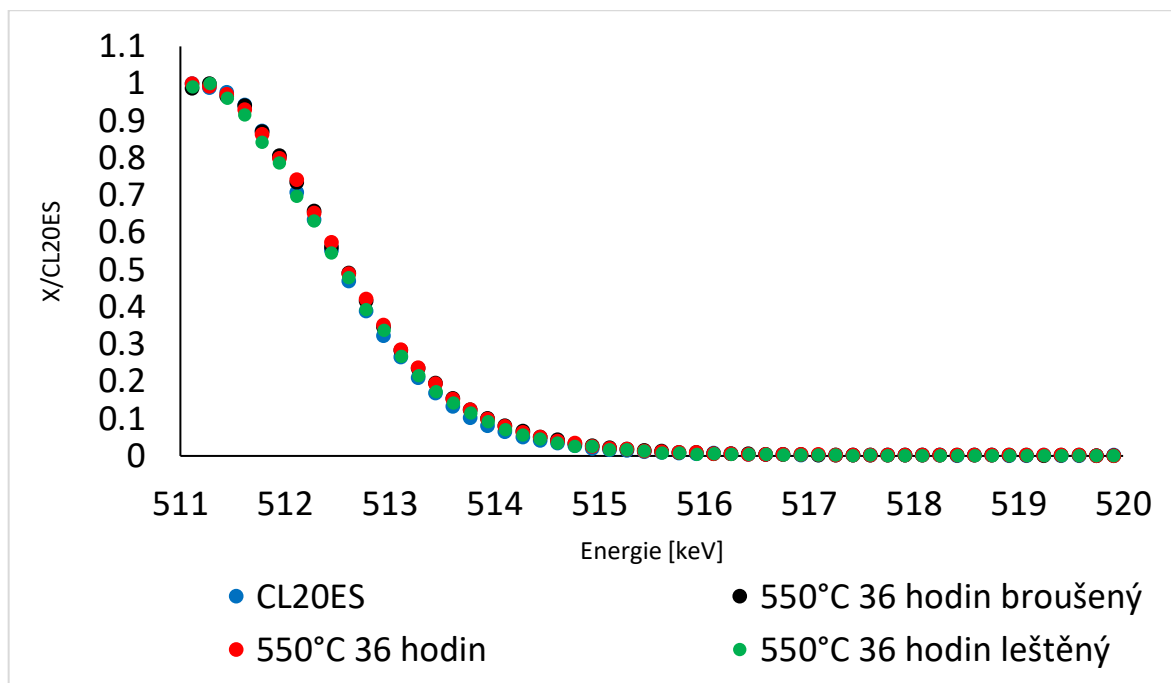


Obrázek 55: Žihání různě opracovaných povrchů – koincidenční měření.

Na Obrázek 56 a Obrázek 57, stejně jako u ostatních obrázků znázorňujících pravou část píku, z této sady měření, nevidíme žádné zásadní rozdíly v obou případech měření. Tentokrát nepozorujeme ani posunutí křivek pro výsledky v koincidenčním měření pro vzorky opracované oproti neopracovanému.

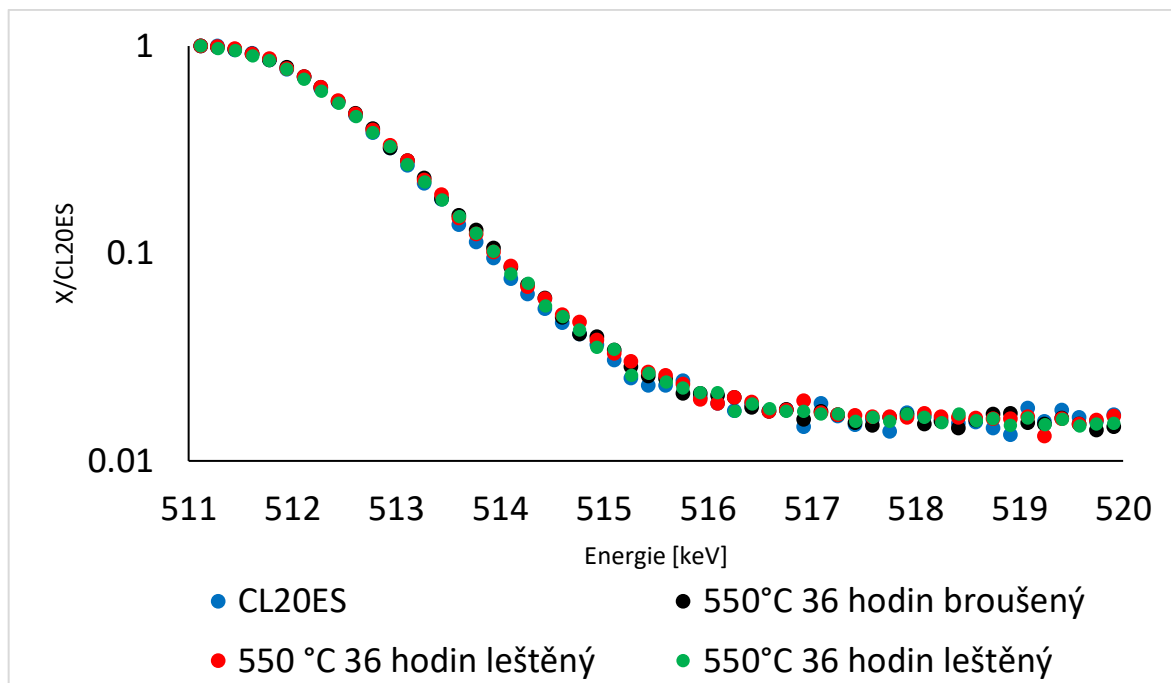


Obrázek 56: CL20ES leštný/broušený – žíhaný – nekoincidenční měření – pravá část píku.

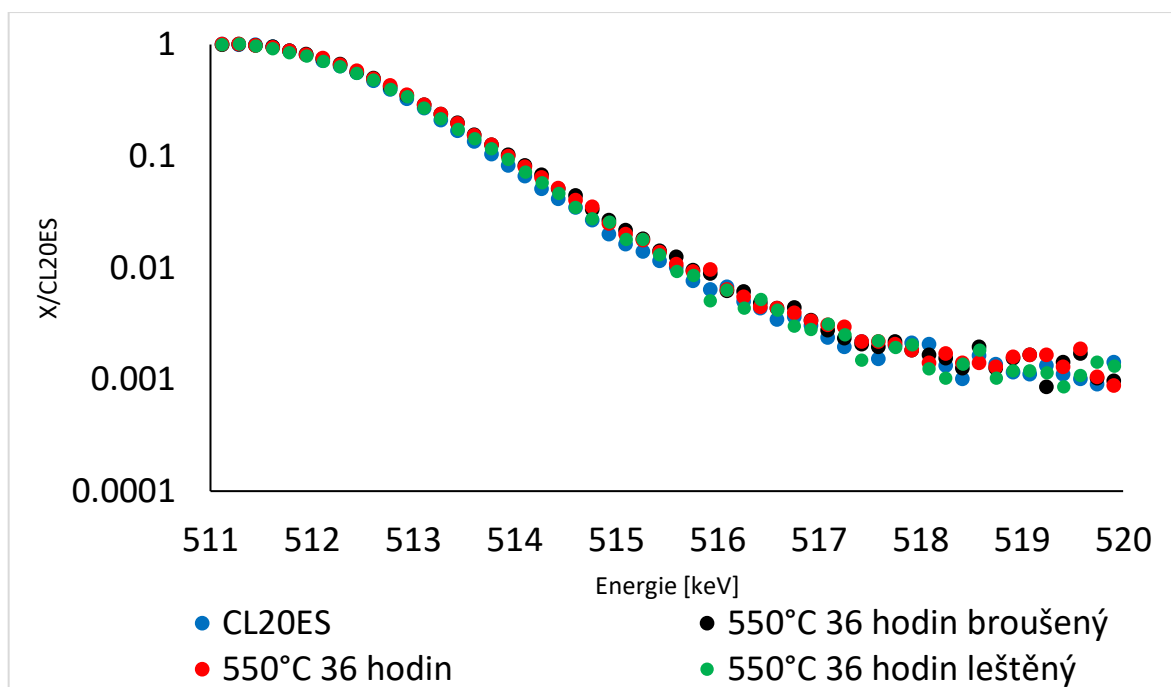


Obrázek 57: CL20ES leštný/broušený – žíhaný – koincidenční měření – pravá část píku.

Na Obrázek 58 a Obrázek 59 díky logaritmické ose lze pozorovat alespoň částečné oddělení křivek pro opracované vzorky oproti původnímu CL20ES, ale ani v tomto případě, stejně jako u dvojice Obrázek 56 a Obrázek 57, se nejedná o velký rozdíl ve výsledcích při změně přístupu k měření.

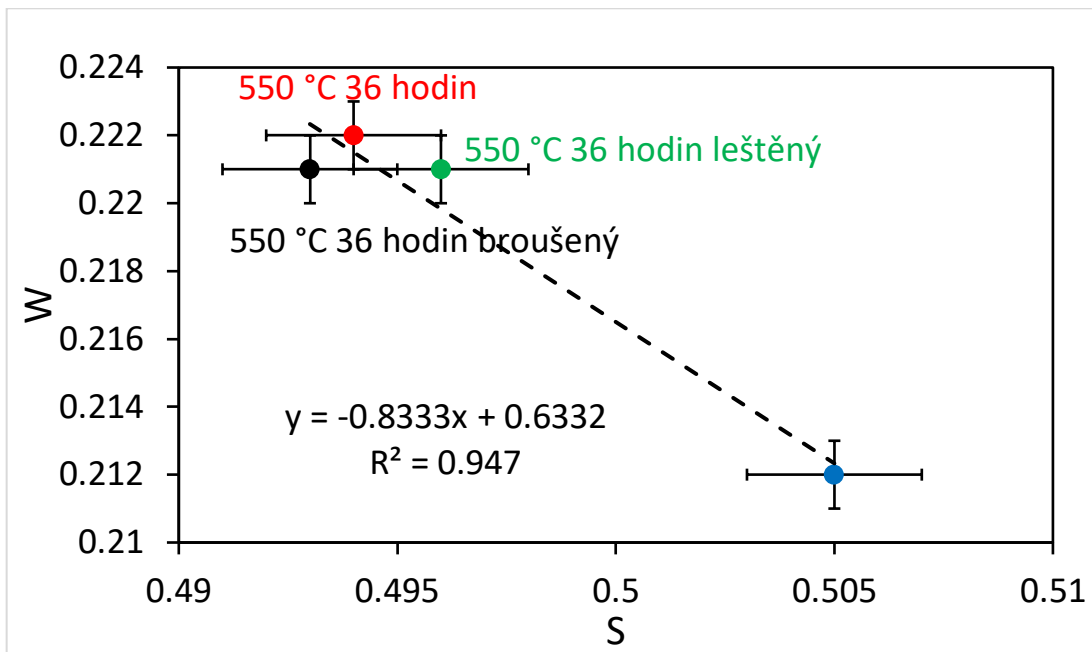


Obrázek 58: CL20ES leštěný/broušený – žíhaný – nekoincidenční měření – logaritmická osa.

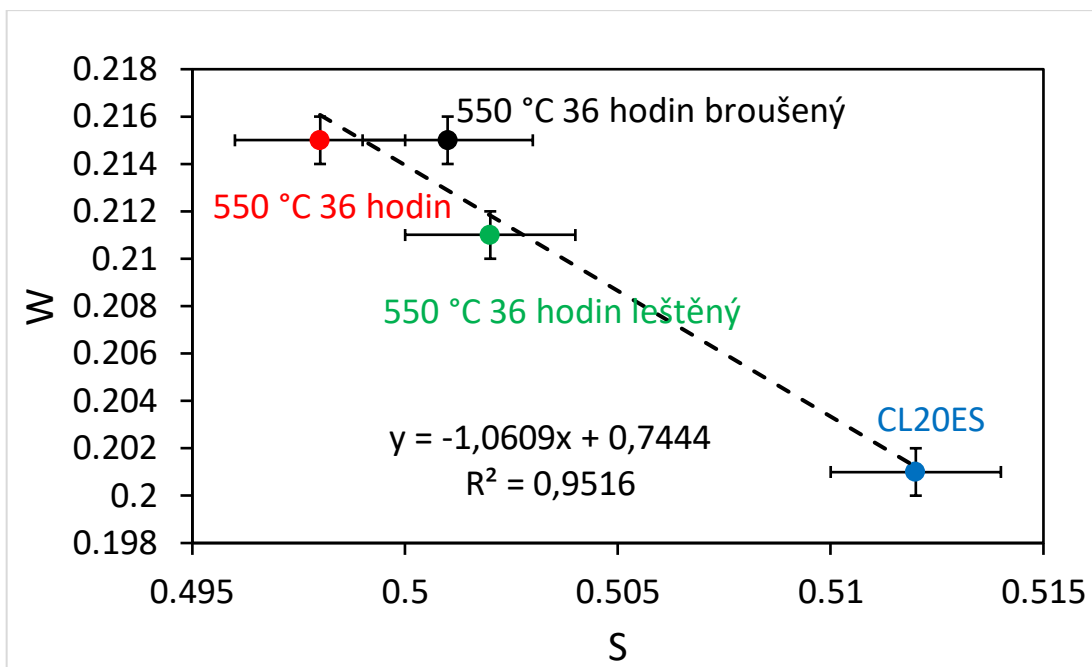


Obrázek 59: CL20ES leštěný/broušený – žíhaný – koincidenční měření – logaritmická osa.

Na Obrázek 60 a Obrázek 61 je možno vidět porovnání výsledků koincidenčního měření a měření bez koincidence pomocí parametrů S a W. Lze říct, že při měření bez koincidence jsou výsledky všech opracovaných povrchů totožné, čemuž odpovídají i předchozí výsledky z této kapitoly. Oproti tomu, při měření v koincidence, se jednotlivé výsledky oddělují – především pak pro žíhaný a leštěný vzorek.



Obrázek 60: CL20ES leštěný/broušený – žíhaný – nekoincidenční měření – S a W parametry.



Obrázek 61: CL20ES leštěný/broušený – žíhaný – koincidenční měření – S a W parametry.

Závěr

Tato diplomová práce se zabývala pozitron elektronovou spektroskopí dopplerovského rozšíření. Teoretická část se věnovala vymezením základních pojmů, jako přiblížení samotného pozitronu, od objevení přes zdroje až po interakci pozitronů s látkou. Byla objasněna implantace a termalizace pozitronu, anihilace pozitronu a především pozitronová anihilační spektroskopie. Největší důraz byl kladen na objasnění dopplerovského rozšíření (DBS), koincidenčního měření (CDB) a vytyčení S a W parametrů pomocí kterých jsme následně v experimentální části, mimo jiné, vyhodnocovali výsledky.

V experimentální části se provedlo několik sad měření. Cílem práce bylo porovnat koincidenční a nekoincidenční měření, z tohoto důvodu všechna měření byla provedena v obou režimech. Pro tento účel byla zvolena sada vzorků, jednalo se o kovy, s co nevyšší čistotou (cca 99,9 %). Jako první byla snaha dokázat fakt, že čím delší je čas měření – a tedy získáme lepší statistiku, tím nižší je chyba měření pro S a W parametry. Toto měření bylo provedeno na nerezavějící oceli 316L a na Obrázek 19 a Obrázek 20 je dokázáno, že tomu tak opravdu je. Následně probíhaly sady měření na vybraných vzorcích, kde bylo cílem dokázat, že lze pozorovat prvkovou závislost, která je lépe pozorovatelná v koincidenčním měření. Pomocí grafů jsme ukázali, že koincidenční měření dává lepší výsledky, než nekoincidenční a s odkazem na studovanou literaturu bylo dokázáno, že je možno pozorovat prvkovou závislost studovaných vzorků. Na několika vybraných vzorcích byl ukázán vliv defektů. Jako vzorky bez defektů byly označeny ty vzorky, které byly před měřením vyžihány v trubkové peci. Tato sada měření byla provedena na 4 vzorcích přitom u 2 z nich je zřejmý rozdíl ve vyžiháném a ne vyžiháném vzorku a v měření v koincidenci a bez koincidence – jak je možno vidět na obrázcích 26 - 37. Na jednom vzorku nebyl pozorovaný rozdíl na vyžiháném a ne vyžiháném vzorku, přisuzujeme to tomu, jelikož se jednalo o titan, který má příliš vysoký bod tání, že žihání nezpůsobilo dostatečnou pozorovatelnou změnu. Druhý vzorek u kterého nebyl pozorovaný rozdíl bylo olovo, zde můžeme pouze předpokládat, že se jednalo o bezdefektní vzorek.

Poslední skupina měření byla provedena na nerezavějící oceli CL20ES, na které byl ukázán vliv doby žihání na defekty, vliv různě opracovaných povrchů a na závěr vliv různě opracovaných vyžiháných vzorků. Výsledky těchto měření byly stejně jako v předchozích případech ukázány na sérii grafů (obrázky 38 – 61). Výsledkem každého měření byl prokazatelný rozdíl v měření v koincidenci a bez koincidence. Měření bez koincidence mělo

převážně příliš velkou chybu měření, která bránila v jednoznačnosti výsledků. Měření v koincidenci oproti tomu přineslo téměř ve všech případech průkazné výsledky.

Při vyhodnocování vlivu defektů se ukázalo jako výhodnější využívat metodu S a W parametrů, respektive S-W grafů. Tato metoda poskytuje průkaznější výsledky než přímé porovnávání tvaru spektrálních čar anihilačních fotonů.

Seznam obrázků:

Obrázek 1: Diracovo moře [7].	12
Obrázek 2: Fotografie pozitronu pořizená Andersonem. [8]	13
Obrázek 3: Schéma rozpadu sodíku na neon [11].	15
Obrázek 4: Schématické znázornění magneticky vedeného svazku pomalých pozitronů s proměnnou energií [13].	17
Obrázek 5: Implantační profily pozitronů v čistém hliníku [15].	20
Obrázek 6: Rozložení hybnosti při dvoufotonové anihilaci [19].	22
Obrázek 7: Anihilace pozitronů z radioaktivního izotopu ^{22}Na , [1].	23
Obrázek 8: Schematické zobrazení rychlého a pomalého koincidenčního systému pro měření doby života pozitronů [1].	24
Obrázek 9: Metoda měření úhlových korelací [1].	27
Obrázek 10: Typické spektrum pro čisté železo [14].	28
Obrázek 11: Schéma pro nekoincidenční měření.	29
Obrázek 12: Definice S a W parametrů [21].	29
Obrázek 13: Schéma pro koincidenční měření.	30
Obrázek 14: Schéma zapojení experimentu.	31
Obrázek 15: Graf kalibrace energetické osy.	32
Obrázek 16: Graf kalibrační křivky převedený na energie – Bod 1- charakteristické záření ^{137}Ba - 31 keV, Bod 2 - ^{22}Na - energie 551 keV, Bod 3 - 662 keV a Bod 4 - γ -záření Na - energie 1275 keV.	33
Obrázek 17: Spektrum ^{22}Na ze scintilačního detektoru.	34
Obrázek 18: Spektrum ^{22}Na z polovodičového detektoru (výstup Genie).	34
Obrázek 19: Grafické znázornění hodnot parametru S a chyby měření.	36
Obrázek 20: Grafické znázornění hodnot parametru W a chyby měření.	36
Obrázek 21: Schéma průběhu žíhání.	37
Obrázek 22: Prvková závislost – koincidenční měření – logaritmické měřítko.	39
Obrázek 23: Prvková závislost – nekoincidenční měření – logaritmická osa.	39
Obrázek 24: Prvková závislost – koincidenční měření.	40
Obrázek 25: Prvková závislost – nekoincidenční měření.	40
Obrázek 26: Cu s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů.	43
Obrázek 27: Cu s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů – pravá část píku.	43
Obrázek 28: Cu s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů – logaritmická osa.	43

Obrázek 29: Ti s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů.	45
Obrázek 30: Ti s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů – pravá část píku. .	45
Obrázek 31: Ti s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů – logaritmická osa.	45
Obrázek 32: Al bez defektů a s defekty.	46
Obrázek 33: Al bez defektů a s defekty – pravá část píku.	46
Obrázek 34: Al bez defektů a s defekty – logaritmická osa.	46
Obrázek 35: Pb s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů.	48
Obrázek 36: Pb s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů – pravá část píku. .	48
Obrázek 37: Pb s defekty a bez defektů normované na Al bez defektů – logaritmická osa.	48
Obrázek 38: Časová závislost doby žihání na defekty v CL20 ES – nekoincidenční měření.	50
Obrázek 39: Časová závislost doby žihání na defekty v CL20 ES – koincidenční měření.	50
Obrázek 40: Časová závislost doby žihání na defekty v CL20 ES – nekoincidenční měření – pravá část píku.	51
Obrázek 41: Časová závislost doby žihání na defekty v CL20 ES – koincidenční měření – pravá část píku.	51
Obrázek 42: Časová závislost doby žihání na defekty v CL20 ES – nekoincidenční měření – logaritmická osa.	52
Obrázek 43: Časová závislost doby žihání na defekty v CL20 ES – koincidenční měření – logaritmická osa.	52
Obrázek 44: Vliv žihání v čase – nekoincidenční měření – S a W parametry.	54
Obrázek 45: Vliv žihání v čase – koincidenční měření – parametry S a W.	54
Obrázek 46: Vliv mechanického opracování – nekoincidenční měření.	55
Obrázek 47: Vliv mechanického opracování – koincidenční měření.	55
Obrázek 48: Vliv mechanického opracování – nekoincidenční měření – pravá část píku. .	56
Obrázek 49: Vliv mechanického opracování – koincidenční měření – pravá část píku.	56
Obrázek 50: Vliv mechanického opracování – nekoincidenční měření – logaritmická osa.	57
Obrázek 51: Vliv mechanického opracování – koincidenční měření – logaritmická osa. .	57
Obrázek 52: Vliv mechanického opracování – nekoincidenční měření – S a W parametry.	59
Obrázek 53: Vliv mechanického opracování – koincidenční měření – S a W parametry. .	59
Obrázek 54: Žihání různě opracovaných povrchů – nekoincidenční měření.	61

Obrázek 55: Žíhání různě opracovaných povrchů – koincidenční měření.	61
Obrázek 56: CL20ES leštěný/broušený – žíhaný – nekoincidenční měření – pravá část píku.	62
Obrázek 57: CL20ES leštěný/broušený – žíhaný – koincidenční měření – pravá část píku.	62
Obrázek 58: CL20ES leštěný/broušený – žíhaný – nekoincidenční měření – logaritmická osa.	63
Obrázek 59: CL20ES leštěný/broušený – žíhaný – koincidenční měření – logaritmická osa.	63
Obrázek 60: CL20ES leštěný/broušený – žíhaný – nekoincidenční měření – S a W parametry.	64
Obrázek 61: CL20ES leštěný/broušený – žíhaný – koincidenční měření – S a W parametry.	64

Seznam tabulek:

Tabulka 1: Základní charakteristiky elektronu a pozitronu [3].	9
Tabulka 2: Nejpoužívanější zdroje pozitronů [12].	16
Tabulka 3: Parametry Machovy funkce [16].	20
Tabulka 4: Hodnoty pro parametry S a W.	35
Tabulka 5: Vzorky pro znázornění prvkové závislosti.	37
Tabulka 6: Teploty žhání a teploty tání vzorků. [23]	38
Tabulka 7: Vzorky na kterých byl zkoumaný vliv defektů.	42
Tabulka 8: Složení oceli CL20ES a komerční oceli 316L [26].	49

Reference

- [1] HAUTOJÄRVI, P.: *Positrons in Solids*. Berlin 1979.
- [2] GIGL, T. M.: *New Brightness Enhanced Positron Microbeam for Spatially Resolved Doppler Broadening Spectroscopy at NEPOMUC*. Mnichov 2018.
- [3] *Pozitron – Wikipedie*.
In: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Pozitron> [cit. 10.11.2022].
- [4] *Discovering the positron*. [online].
In: <https://timeline.web.cern.ch/timeline-header/142> [cit. 10.11.2022].
- [5] PASHBY, T: *Dirac's Prediction of the Positron: A Case Study for the Current Realism Debate*. In: *Perspectives on Science*, roč. 2012, č. 20/4, s. 440-475.
- [6] HABARA, Y. – NAGATANI, Y. – NIELSEN, H.B. – NINOMIYA, M.: *Dirac Sea and Hole Theory for Bosons: A New Formulation of Quantum Field Theories*. In: *International Journal of Modern Physics A*, roč. 2006, č. 23/8, s. 2733-2769.
- [7] KULHÁNEK, Petr: *Vybrané kapitoly z teoretické fyziky*. Praha 2016.
- [8] *This Month in Physics History*. [online].
In: <https://www.aps.org/publications/apsnews/200408/history.cfm> [cit. 10.11.2022].
- [9] *Cosmic Rays*. [online].
In: https://imagine.gsfc.nasa.gov/science/toolbox/cosmic_rays1.html [cit. 10.11.2022].
- [10] STEIGER, T.D. – STEHR, J. – GRIFFIN, H.C. – ROGERS, J.H. – SKALSEY, J.V.H.: *Development of intense, long-lived positron sources*. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, roč. 1990, č. 299/1-3, s. 255-260.
- [11] YU, Y.: *Positron Annihilation Lifetime Spectroscopy Studies of Amorphous and Crystalline Molecular Materials*. Halle-Wittenberg 2011.

- [12] CHEHAB, R.: *Positron sources*. In: Laboratoire de l'Accélérateur Linéaire, roč. 1989, č. 2/7, s. 1-36. In:
https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/_Public/26/001/26001457.pdf?fbclid=IwAR1DvdT07omLslofnujXu9i7pzA7y40zOPBYVV3eZcp3lc6zq4yJoi-J4KI
- [13] PROCHÁZKA, Ivan – ČÍŽEK, Jakub – BRAUER, Gerhard – ANWAND, Wolfgang: *Slow-Positron Implantation Spectroscopy in Nanoscience*. In: NANO'07, Brno 2009. In:
https://physics.mff.cuni.cz/kfnt/pas/files/publications/2009/papers/Prochazka_Nanocon2009_70_2009.pdf
- [14] HORODEK, P. - KHIEM, L.H. - SIEMEK, K. – TUYEN, L.A. - KOBETS, A.G.: *Positron Annihilation Spectroscopy in Material studies*. In: Communications in Physics, roč. 2009, č. 29/4, s. 501-510.
- [15] PIKART, Pilip: *Advances in Coincident Doppler Broadening Spectroscopy: Element Selective Studies on Metallic Nanolayers with Monoenergetic Positrons*. München 2012.
- [16] PUSKA, M.J. – NIEMINEN, R.M.: *Theory of positrons in solids and on solid surfaces*. In: Reviews of Modern Physics, roč. 1994, č. 66/3, s. 841–897.
- [17] *Positron Annihilation*. [online].
In:<https://www.nuclear-power.com/nuclear-power/reactor-physics/atomic-nuclear-physics/fundamental-particles/beta-particle/positron-annihilation-2/> [cit. 23.11.2022].
- [18] PROCHÁZKA, I.: *Positron Annihilation Spectroscopy*. In: Materials Structure , roč. 2001, č. 8/2, s. 55-60.
- [19] GRAFUTIN, V.I. – PROKOP'EV, E.P.: *Positron annihilation spectroscopy in materials structure studies*. In: Physics-Uspekhi, roč. 2002, č. 45/1, s. 59-74.
- [20] DLUBEK, G. – MEYENDORF, N.: *Pozitronová anihilační spektroskopie (PAS)*. In: Nondestructive Materials Characterization. Berlin 2004, s. 374-411.
- [21] SELIM, F.A.: *Positron annihilation spectroscopy of defects in nuclear and irradiated materials*. In: Materials Characterization, roč. 2001, č. 174, č. 1-16.

- [22] *What is 316L Stainless Steel? Definition from Corrosionpedia.* [online].
In: <https://www.corrosionpedia.com/definition/6499/316l-stainless-steel> [cit. 03.04.2023].
- [23] *Bod tání kovu.* [online].
In: <https://eprehledy.cz/bod-tani-teplota-tani-kovu.php> [cit. 30.04.2023].
- [24] SZAPALA, S. - ASOKA-KUMARA, P. - NIELSEN, B. - PENG, J.P. - HAYAKAWA, S. - LYNN, K.G. - GOSSMANN, H.: *Defect identification using the core-electron contribution in Doppler-broadening spectroscopy of positron-annihilation radiation.* In: *Physical Review B*, roč. 1996, č. 54/7, s. 4722-4731.
- [25] BRUSA, R.S. - DENG, W. - KARWASZ, G.P. - ZECCA, A.: *Doppler-broadening measurements of positron annihilation with high-momentum electrons in pure elements.* In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, roč. 2002, č. 194, s. 519-531.
- [26] PITRMURC, Z. - ŠIMOTA, J. - BERÁNEK, J. - MIKEŠ, P. - ANDRONOV, V. - SOMMER, J. - HOLEŠOVSKÝ, F.: *Mechanical and Microstructural Anisotropy of Laser Powder Bed Fusion 316L Stainless Steel.* In: *Materials*, roč. 2022, č. 1, s. 1-21.