

**ČESKÉ VYSOKÉ  
UČENÍ TECHNICKÉ  
V PRAZE**

**FAKULTA  
BIOMEDICÍNSKÉHO  
INŽENÝRSTVÍ**



**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

**2017**

**JANA  
BLAŽKOVÁ**



**ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE**  
**FAKULTA BIOMEDICÍNSKÉHO INŽENÝRSTVÍ**  
Katedra biomedicínské techniky

---

**Ovládání optické uzávěrky při časově  
rozlišené spektroskopii scintilátorů**

**Optical shutter control for time-resolved  
spectroscopy of scintillators**

Bakalářská práce

Studijní program: Biomedicínská a klinická technika

Studijní obor: Biomedicínský technik

Autor bakalářské práce: Jana Blažková

Vedoucí bakalářské práce: Ing. Dalibor Pánek, Ph.D.

---

**Kladno 2017**

Katedra biomedicínské techniky

Akademický rok: 2016/2017

## Z a d á n í   b a k a l á ř s k é   p r á c e

Student: **Jana Blažková**  
Obor: Biomedicínský technik  
Téma: **Ovládání optické uzávěrky při časově rozlišené spektroskopii scintilátorů**  
Téma anglicky: Optical shutter control for time-resolved spectroscopy of scintillators

Z á s a d y   p r o   v y p r a c o v á n í :

Cílem práce je rozšíření programového vybavení pro ovládání experimentu a sběr dat při časově rozlišené spektroskopii scintilátorů. Navrhněte a realizujte elektromechanickou uzávěrku pro měření signálu pozadí. Vytvořte nový programový modul pro ovládání uzávěrky umožňující nastavení periody pro zavření/otevření závěrky a začleňte jej do stávajícího programu pro řízení experimentu. Dále navrhněte a vytvořte nový systém pro zadávání nastavení osciloskopu (časové a amplitudové škály, offset a zpoždění) a zaveďte průběžné zobrazení naměřených dat během experimentu. Systém experimentálně ověřte pro měření dohasínání vybraného scintilátoru a výsledky měření vyhodnoťte.

Seznam odborné literatury:

- [1] M. Nikl, Scintillation detectors for x-rays, Measurement Science and Technology, ročník 17, číslo 4, 2006, R37-R54 s., doi:10.1088/0957-0233/17/4/R01  
[2] P. Bruza, V. Fidler, M. Nikl, Table-top instrumentation for time-resolved luminescence spectroscopy of solids excited by nanosecond pulse of soft X-ray source and/or UV laser, Journal of Instrumentation, ročník 6, číslo 09, 2011, P09007 s., doi:10.1088/1748-0221/6/09/P09007  
[3] M. Nikl, V. Babin, J. Pejchal, V. V. Laguta, M. Buryi, J. A. Mares, K. Kamada, S. Kurosawa, A. Yoshikawa, D. Panek, T. Parkman, P. Bruza, K. Mann, M. Müller, The Stable Ce<sup>4+</sup> Center: A New Tool to Optimize Ce-Doped Oxide Scintillators, IEEE TRANSACTIONS ON NUCLEAR SCIENCE, ročník 63, číslo 2, 2016, Duben, 433-438 s.

Zadání platné do: 11.09.2018

Vedoucí: Ing. Dalibor Pánek, Ph.D.

Konzultant: Ing. Tomáš Parkman

  
vedoucí katedry / pracoviště

  
děkan

V Kladně dne 20.02.2017

## **PROHLÁŠENÍ**

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci s názvem „Ovládání optické uzávěrky při časově rozlišené spektroskopii scintilátorů“ vypracovala samostatně a použila k tomu úplný výčet citací použitých pramenů, které uvádím v seznamu přiloženém k bakalářské práci.

Nemám závažný důvod proti užití tohoto školního díla ve smyslu §60 Zákona č.121/2000 Sb., o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon).

V Kladně .....

.....

Jana Blažková

## **PODĚKOVÁNÍ**

Ráda bych poděkovala Ing. Daliboru Pánkovi, Ph. D za odborné vedení bakalářské práce a za veškerý čas věnovaný konzultacím. Poděkování také patří Ing. Tomáši Parkmanovi za jeho ochotu.

### **Abstrakt:**

Tato práce se zabývá instrumentálním rozvojem časově rozlišené spektroskopie excitované měkkým rentgenovým zářením, což je unikátní metoda charakterizace scintilátorů vyvinutá na FBMI. Cílem této práce je implementace elektromechanické uzávěrky pro automatické měření signálu pozadí, vytvoření nového systému pro zadávání nastavení osciloskopu a vytvoření průběžného zobrazování měřených dat. Byl proto vytvořen nový program v prostředí LabVIEW pro řízení experimentu. Byla tak umožněna volba počtu měření signálu a pozadí a následnými matematickými operacemi bylo dosaženo zmenšení chyby měření. Pomocí vytvořeného programu byl měřen dosvit scintilátoru LuAG:Ce při excitaci UV dusíkovým laserem a při excitaci měkkým rentgenovým zářením.

### **Klíčová slova:**

Scintilátor, spektroskopie, luminiscence, měkké rentgenové záření

**Abstract:**

This project deals with instrumental development of time-resolved spectroscopy excited by soft X-ray, which is a unique method for the characterization of scintillators developed at Faculty of Biomedical Engineering – CTU in Prague. The aim of this paper is to implement electromechanical shutter for automatic measurement of background signal, to create a new setting system for the oscilloscope and to create system that allows to observe data during measurement. A new software was created in LabVIEW for controlling the experiment. The new software made it possible to change the number of measurements of the luminescence signal and the background signal. It also applies some mathematical operations, which reduce inaccuracy of the measurement. Using the created program decay curves of LuAG:Ce scintillator were measured under the excitation of nitrogen laser and soft X-ray radiation.

**Key words:**

Scintillator, spectroscopy, luminescence, soft X-ray

# Obsah

Seznam symbolů a zkratek .....	9
1 Úvod .....	10
1.1 Motivace a cíle práce.....	10
2 Teorie.....	12
2.1 Scintilační proces .....	12
2.1.1 Konverze .....	13
2.1.2 Transport .....	14
2.1.3 Luminiscence.....	14
2.2 Charakteristiky scintilátorů .....	15
2.3 Metody charakterizace scintilátorů .....	16
2.3.1 Fotoluminiscenční spektroskopie.....	16
2.3.2 Časově rozlišená spektroskopie.....	16
2.3.3 Stacionární spektroskopie.....	17
2.3.4 Teplotně závislá spektroskopie .....	17
2.3.5 Radioluminiscenční spektroskopie.....	18
2.4 Aplikace scintilátorů .....	18
3 Experimentální uspořádání a postup měření.....	19
3.1 Experimentální uspořádání s excitací měkkým rentgenovým zářením.....	19
3.1.1 Zdroj měkkého rentgenového záření.....	20
3.1.2 Vzorek .....	20
3.1.3 Optická uzávěrka.....	20
3.1.4 Fotonásobič .....	21
3.1.5 Zesilovač .....	21
3.1.6 Osciloskop.....	22
3.2 Experimentální uspořádání s excitací dusíkovým laserem .....	22



3.3	Postup měření .....	23
4	Software pro automatizaci měření .....	24
4.1	Front panel.....	25
4.2	Block diagram .....	27
4.2.1	Příprava parametrů .....	27
4.2.2	Osciloskop .....	29
4.2.3	Nastavení rozsahů.....	29
4.2.4	Optická uzávěrka .....	30
4.2.5	Graf jednotlivých cyklů.....	30
4.2.6	Výsledný graf .....	32
4.2.7	Ukládání dat .....	32
4.3	Zpracování dat.....	33
5	Výsledky .....	35
5.1	Měření s excitací měkkým rentgenovým zářením .....	35
5.2	Měření s excitací dusíkovým laserem .....	37
6	Diskuze .....	40
7	Závěr .....	42
	Seznam použité literatury .....	43
	Příloha A: Grafy dosvitů a reziduí .....	46

# Seznam symbolů a zkratk

## Seznam symbolů

Symbol	Jednotka	Význam
$E_{\max}$	eV	Maximální energie elektronů
$f$	Hz	Frekvence dopadajícího záření
$f_m$	Hz	Mezní frekvence látky
$h$	J·s	Planckova konstanta
$\lambda$	m	Vlnová délka
$m_{ec}$	kg	Klidová hmotnost elektronu
$\tau$	s	Doba dohasínání
$t$	s	Čas
$A$	V	Amplituda
$I$	-	Intenzita

## Seznam zkratk

Zkratka	Význam
SXR	Měkké rentgenové záření (Soft X-ray)
IRF	Funkce přístrojové odezvy (Instrument response function)
FWHM	Šířka peaku v polovině výšky (Full Width Half Maximum)
TCSPC	Časově korelované počítání jednotlivých fotonů (Time Correlated Single Photon Counting)
PMT	Fotonásobič (Photomultiplier tube)

# 1 Úvod

Roku 1895 německý vědec Wilhelm Conrad Röntgen pozoroval a popsal záření dnes známé jako rentgenové. Jedná se o lidským okem neviditelné elektromagnetické záření s vlnovou délkou 1 pm až 10 nm. Rentgenové záření našlo své využití hlavně v lékařském snímkování díky schopnosti průniku lidským tělem. Využívá se především k zobrazení kostí a zubů. Jedním z prvních detektorů byl fotografický film, který ale nebyl dostatečně efektivní. Ke zvýšení účinnosti detekce se začaly používat fosfory a scintilátory. Začaly se tedy využívat vlastnosti scintilátorů, kdy po dopadu rentgenového záření na scintilátor dochází k emisi fotonů ve viditelné oblasti, které jsou následně registrovány konvenčním detektorem. Vzhledem k rozmanitým požadavkům na vlastnosti scintilátorů diktované nově vznikajícími detekčními metodami v medicíně i jiných oborech jsou neustále vyvíjeny nové scintilační materiály. [1]

V této práci se zabývám časově rozlišenou spektroskopií, což je jedna z charakterizačních metod scintilátorů, díky které můžeme sledovat průběh signálu luminiscence v čase.

## 1.1 Motivace a cíle práce

Cílem práce je vytvoření nového softwarového modulu do již stávajícího, který byl vytvořen k ovládní měření časově rozlišené spektroskopie scintilátorů [2]. Vzhledem k potřebě měření nejen samotného signálu ale také signálu pozadí kvůli potlačení parazitního signálu, je do měřicí aparatury implementována optická uzávěrka, která je automaticky ovládána programem.

Dosud byla střída měření signálu luminiscence a signálu pozadí 1:1. Vzhledem k tomu, že průběh signálu pozadí je daleko stabilnější než průběh signálu luminiscence, není potřeba zaznamenávat stejný počet obou průběhů. Proto je cílem této práce vytvoření možnosti nastavení střídy. Díky tomuto nastavení bude možné zkrátit celkovou dobu měření a také bude umožněno použití vyšší excitační frekvence. Frekvence otevírání optické uzávěrky musí být maximálně 2 Hz, ale díky možnosti nastavení střídy se může frekvence otevírání uzávěrky lišit od frekvence excitační a doba měření tak může být opět zkrácena.

Dalším cílem je vytvoření nového systému zadávání parametrů jednotlivých rozsahů, ve kterých probíhá měření. Dříve musel uživatel před spuštěním měření ručně zapisovat vždy čtyři parametry v exponenciálním tvaru pro každý rozsah. Zadávání tedy bylo poměrně zdouhavé, a proto bude v této práci předveden nový systém nabízející uživateli dvě možnosti nastavení parametrů rozsahu, které tento proces urychlí a zjednoduší.

Aby mohl uživatel v průběhu měření kontrolovat měřené průběhy, je dalším cílem vytvoření průběžného zobrazování upravených dat v grafech. Vytvoří se tak možnost kontroly jednotlivých měřených cyklů a sledování případného odchýlení od běžného průběhu. Dále bude v průběhu měření postupně vykreslována výsledná křivka ze všech měřených rozsahů, která bude zobrazovat konečný výsledek měření.

Nakonec bude pomocí vytvořeného programu měřen dosvit scintilátoru na dvou různých experimentálních uspořádáních a měřená data budou vyhodnocena. Budou tak předvedeny výhody vytvořeného programu.

## 2 Teorie

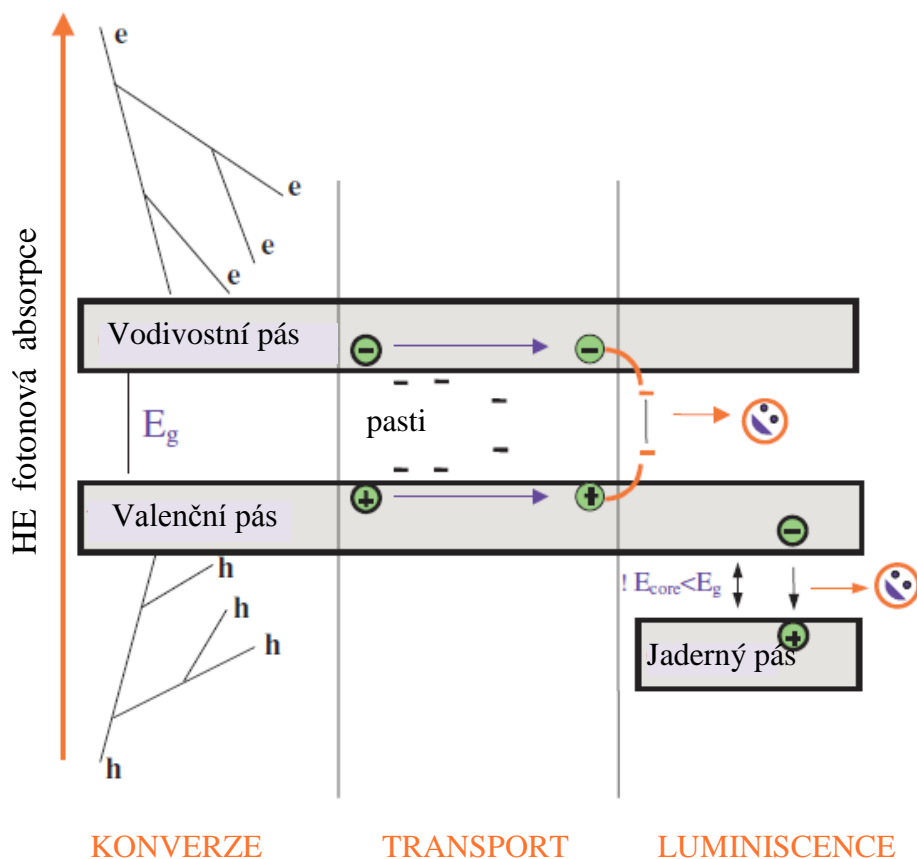
Spektroskopie je metoda zabývající se interakcí elektromagnetického záření s materiálem, tedy absorpcí záření, emisí záření a fluorescencí a fosforescencí. Studuje spektra a jejich vlastnosti. U scintilátorů je často sledována závislost intenzity záření na vlnové délce záření.

Luminiscence pevných látek znamená přebytek elektromagnetického záření, které látka vysílá nad zářením rovnovážným. Látce tedy musí být dodána energie a podle způsobu jejího dodání rozlišujeme různé typy luminiscence. Je to například elektroluminiscence, která je buzena elektrickým proudem, nebo třeba triboluminiscence buzena třením. Dalším typem je fotoluminiscence, která je buzena viditelným světlem, nebo UV. Radioluminiscence je způsobena ozářením materiálu ionizujícím zářením. Při ozáření scintilátoru ionizujícím zářením probíhá proces scintilace, který je detailněji popsán v podkapitole 2.1. [3].

Scintilátor je materiál, který při excitaci ionizujícím zářením vykazuje luminiscenci ve viditelné či UV oblasti. Absorbovaná energie ionizujícího záření (gama záření, neutrony, ionty, rentgenové záření...) se tedy převádí na energii fotonů s nižší energií. Poměr energie vyzářených fotonů k absorbované energii záření vyjadřuje konverzní účinnost scintilátoru.

### 2.1 Scintilační proces

Scintilační proces lze popsat v několika krocích, a to konverze, transport a luminiscence. Je nutné ale dodat, že jednotlivé fáze nejsou přesně oddělené, ale navzájem se časově překrývají. Na obrázku 2.1 je tento proces naznačen a o jeho jednotlivých fázích pojednávají následující odstavce 2.1.1–2.1.3.



Obrázek 2.1: Scintilační mechanismus rozdělený do tří fází: konverze, transportu a luminescence, které jsou popsány v textu níže. [1]

### 2.1.1 Konverze

Prvním krokem je absorpce ionizujícího záření, které je označováno jako excitační. Interakce vysokoenergetického fotonu s maticí scintilátoru zahrnuje fotoelektrický efekt a Comptonův rozptyl, při kterých jsou vytvořené elektron-děrové páry. Oba jevy jsou vysvětleny v následujících odstavcích.

#### Fotoelektrický efekt

Fotoelektrický efekt je jev, při němž dochází k absorpci elektromagnetického záření látkou a následné emisi elektronu. S rostoucí intenzitou záření roste počet uvolněných elektronů a jejich energie závisí na frekvenci použitého záření. Rozlišujeme dva typy fotoefektu, a to vnější a vnitřní. V prvním případě jsou elektrony uvolňovány z povrchu materiálu a v druhém případě jsou elektrony uvolňovány uvnitř materiálu. Zda k fotoefektu u daného materiálu dojde, rozhoduje mezní frekvence, která je charakteristická pro každou látku. Pokud je frekvence dopadajícího záření větší než mezní

frekvence, dojde k fotoemisi elektronů o energii nula až  $E_{max}$ :

$$E_{max} = h(f - f_m), \quad (2.1)$$

kde  $E_{max}$  je maximální energie elektronů,  $h$  je Planckova konstanta o hodnotě  $6,626 \cdot 10^{-34}$  J·s,  $f$  je frekvence dopadajícího záření a  $f_m$  je mezní frekvence dané látky. [4]

### Comptonův rozptyl

Ke Comptonovu rozptylu dochází v případě, že s atomy daného materiálu interaguje vysokoenergetické záření, to znamená řádově několik keV, tedy rentgenové, nebo gama záření. Při střetu fotonu s elektronem dochází k vychýlení elektronu ze své dráhy. Foton při tom ztrácí část energie a pokračuje jako rozptýlené světlo o větší vlnové délce, než byla původní vlnová délka záření. Jedná se tudíž o neelastický rozptyl. Čím více energie předá foton elektronu, tím méně se odchýlí jeho směr pohybu od pohybu původního fotonu. Tento jev popisuje Comptonova rovnice:

$$\Delta\lambda = \frac{h}{m_e \cdot c} (1 - \cos\theta), \quad (2.2)$$

kde  $\Delta\lambda$  je rozdíl vlnové délky rozptýleného fotonu a vlnové délky původního fotonu,  $h$  je Planckova konstanta,  $m_e$  je klidová hmotnost elektronu,  $c$  je rychlost světla a  $\theta$  je úhel rozptylu. [4]

### 2.1.2 Transport

Druhým krokem scintilačního procesu po vytvoření párů elektron a díra je jejich transport. Při přesouvání elektronů a děr materiálem může docházet k jejich opakujícímu se zachytávání v defektech materiálu, a tím ke zpoždění luminiscenční fáze. Dochází také k nezářivé rekombinaci, která snižuje výtěžek scintilace. Zpoždění způsobené zachytáváním nosičů náboje je řízeno především energetickou hloubkou pastí a okolní teplotou. Výskyt těchto pastí v materiálu je závislý na výrobních technologiích, a proto je zkoumání těchto defektů důležité pro vývoj nových scintilačních materiálů. [1]

### 2.1.3 Luminiscence

Poslední fáze scintilačního procesu je luminiscence. Elektrony a díry jsou postupně zachytávány v luminiscenčních centrech a následně dochází k jejich radiální rekombinaci, při které je vyzářeno viditelné světlo, které může být dále registrováno konvenčním fotodetektorem.

## 2.2 Charakteristiky scintilátorů

Nejdůležitějšími parametry scintilátorů jsou: [1]

- Světelný výtěžek
- Rychlost ztráty energie při pronikání záření (stopping power)
- Doba dohasínání
- Překryv mezi luminiscenčním spektrem scintilátoru a spektrální oblastí fotodetektoru
- Chemická a radiační stabilita
- Energetické rozlišení – linearita světelné odpovědi s dopadající rentgenovou/gama fotonovou energií

Světelný výtěžek označuje počet viditelných fotonů generovaných scintilátorem v důsledku absorpce fotonu s vysokou energií (rtg/gama) a obvykle je udáván ve fotonech/keV.

Rychlost ztráty energie při pronikání záření představuje útlumový koeficient materiálu a je definována jako úbytek energie záření na jednotku délky. Závisí na materiálové hustotě a efektivním atomovém čísle. Čím vyšší bude útlumový koeficient, tím více bude dopadající záření absorbováno v materiálu. Tento parametr je zvláště důležitý při výběru vhodné tloušťky materiálu.

Doba dohasínání je ovlivněna transportní fází scintilátoru. V ideálním případě by měla být scintilační odezva definována pouze dosvitem luminiscenčních center, avšak vady materiálu často značně snižují rychlost a účinnost scintilační odezvy, jak už bylo zmíněno v odstavci 2.1.2. Čas dosvitu je typicky v desítkách nanosekund až milisekund, avšak nejrychlejší emisní přechody můžou být až subnanosekundové. V nejjednodušším případě exponenciálního dosvitu platí:

$$I(t) \sim e^{-\frac{t}{\tau}}, \quad (2.3)$$

kde  $I(t)$  je emisní intenzita,  $t$  je čas a  $\tau$  je čas dosvitu. [1]

Při měření na delší časové škále je však dohasínání luminiscence scintilátoru často složeno z více exponenciálních komponent, tj.:

$$I(t) = \sum_{i=1}^n A_i e^{-\frac{t}{\tau_i}}, \quad (2.4)$$

kde  $A_i$  je amplituda  $i$ -té komponenty a  $\tau_i$  příslušná doba života. [5]

Někdy má dohasínání i neexponenciální, mocninnou závislost, což bývá prisuzováno efektu tunelování náboje. [6]



Spektrální shoda mezi emisním spektrem luminiscence scintilátoru a spektrálním rozsahem fotodetektoru je přirozeně důležitým požadavkem pro účinnou detekci viditelných fotonů generovaných scintilátorem.

Chemická i radiační stabilita označuje stálost parametrů materiálu v průběhu měření a zajišťuje tak možnost jeho opakování. Zkoumání chemické stability se zaměřuje například na hygroskopicitu materiálu, která je v některých případech limitujícím faktorem. Zkoumání radiační stability se zaměřuje na změny vlastností materiálu indukovaných ozářeními.

Linearita světelné odpovědi s dopadající rentgenovou/gama fotonovou energií je velmi důležitým požadavkem například v lékařském zobrazování. Pokud by nebyla linearita splněna, mohlo by docházet ke stejné absorpci rentgenového záření ve dvou různých typech tkáně a následně k chybnému zobrazení pozorovaného objektu. Nelinearita může být například způsobena rozdílnou konverzní účinností fotoelektrického a Comptonova jevu a zvyšuje se s rostoucí energií dopadajícího záření.

[1]

## **2.3 Metody charakterizace scintilátorů**

V této sekci jsou uvedeny nejčastěji používané metody charakterizace nových scintilačních materiálů.

### **2.3.1 Fotoluminiscenční spektroskopie**

Jednou z těchto metod je fotoluminiscenční spektroskopie. Je založená na excitaci elektronu ve scintilačním materiálu elektromagnetickým zářením, tedy fotonem. Většinou jde o viditelné záření, nebo UV. Při excitaci fotonem přechází elektron do vyšší energetické vrstvy a při jeho návratu zpět je vyzářen foton o delší vlnové délce, než byla vlnová délka původního fotonu. Fotoluminiscenční spektroskopie může být stacionární i časově rozlišená o čemž pojednávají následující podkapitoly.

Fotoluminiscenční spektroskopie může být použita například pro měření luminiscenční kinetiky scintilátorů, měření spekter, nebo teplotní závislosti doby života.

[3]

### **2.3.2 Časově rozlišená spektroskopie**

Časově rozlišené spektroskopické metody nám dávají možnost sledování časového průběhu procesu ve scintilátoru. Uspořádání měřící soustavy, která byla pro tuto metodu použita, je zobrazeno a popsáno v kapitole 3. Čas dosvitu luminiscence je jedním

z důležitých charakteristik scintilačního materiálu. Jak již bylo uvedeno v podkapitolách 2.1.2 a 2.2, celý proces může být značně zpožděn a degradován kvůli vadám materiálu. Studium defektů scintilátoru se zabývá například článek [6], kde jsou pomocí tepelně stimulované luminiscence studovány defekty  $\text{Gd}_2\text{Si}_2\text{O}_7:\text{Ce}$ . Je zde měřeno UV excitační a emisní spektrum a jsou sledovány a měřeny parametry pastí.

Pro měření s vysokým časovým rozlišením se často používá metoda TCSPC = časově korelované čítání jednotlivých fotonů. Je při ní prováděna opakující se excitace krátkými (~ns) světelnými pulzy generované například polovodičovým laserem, nebo vysokoenergetickými fotony (rtg) stochasticky emitované zářičem. Intenzita excitačního světla je snížena natolik, aby bylo dosaženo detekce maximálně jednoho fotonu v každém cyklu a mohl tak být měřen čas mezi excitací a emisí fotonu v jednotlivých cyklech. Po velkém počtu excitačních cyklů je z intervalů mezi excitací a detekcí fotonu luminiscence sestaven histogram (četnost vs. interval), který odpovídá časovému průběhu luminiscence. Tato metoda, ačkoliv je poměrně přesná, může být použita pro měření kratších (< 100 ns – 1 us) složek dohasínání, nicméně pro měření pomalejších procesů je prakticky nepoužitelná. [7]

### 2.3.3 Stacionární spektroskopie

Stacionární luminiscenční spektroskopie je vhodná pro měření emisních a excitačních spekter. Emisní spektrum je relativní počet fotonů emitovaných scintilátorem v závislosti na vlnové délce záření. Excitační spektrum je závislost intenzity emise na excitační vlnové délce. Měření probíhá s použitím dvou monochromátorů. Excitační záření před ozáření vzorku projde prvním monochromátorem, aby mohla být zvolena vlnová délka excitace. Záření emitované ze scintilátoru prochází druhým monochromátorem, kde je zvolena vlnová délka luminiscence.

### 2.3.4 Teplotně závislá spektroskopie

Teplotně závislá spektroskopie využívá závislosti času dosvitu emitujícího záření scintilátoru na teplotě. Článek [8] se zabývá teplotně závislou spektroskopií Ce dopovaných  $\text{Cs}_3\text{LaCl}_6$  a  $\text{Cs}_3\text{LaBr}_6$  scintilátorů. Výsledek studie ukázal u nedopovaných scintilátorů výrazný pokles intenzity fotoluminiscence s nárůstem teploty. Naopak u Ce dopovaných scintilátorů byla pozorována výborná teplotní stabilita v širokém teplotním rozsahu od 40 K do 500 K. Často používaná metoda termoluminiscence je měření za nízkých teplot. Tím se zabývá například článek [9], ve kterém byl k měření použit scintilátor CsI.

### **2.3.5 Radioluminiscenční spektroskopie**

Další charakterizační metodou je radioluminiscenční spektroskopie, při které na vzorek scintilátoru dopadá ionizující záření, které způsobí luminiscenci. Excitačním zdrojem bývá nejčastěji rentgenka.

## **2.4 Aplikace scintilátorů**

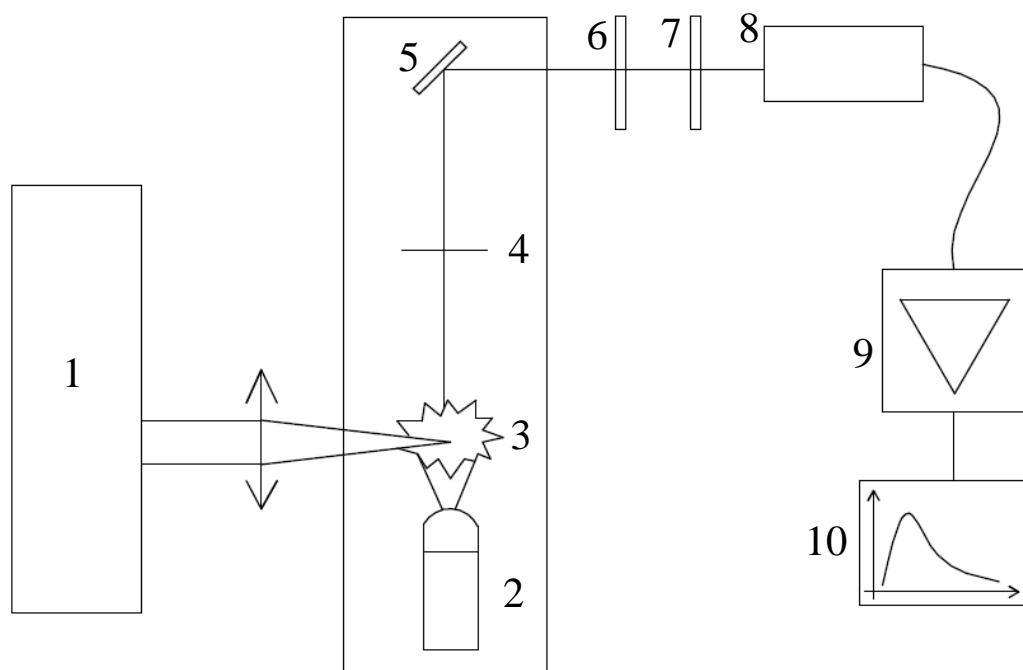
Scintilátory jsou používány v mnoha oblastech. Jsou to například zdravotnické zobrazovací systémy, které podle typu zobrazování dělíme na statické, do kterých patří obecná a dentální radiografie a mamografie, a na dynamické, do kterých patří CT a skiaskopie. Další oblastí je defektoskopie, která je schopná odhalit vady v materiálu bez jeho poškození, 2-D zobrazování s vysokým rozlišením, a radioastronomie, která pomocí radiových vln zkoumá vesmírné objekty. Dále můžou být zmíněny například částicové experimenty, radiační ochrana a mnoho dalších. [1; 10]

### 3 Experimentální uspořádání a postup měření

Na FBMI byla vyvinuta metoda pro měření časově rozlišené luminiscenční spektroskopie pro charakterizaci nových scintilačních materiálů [5]. Pro měření byla v této práci použita dvě různá experimentální uspořádání. První s excitací scintilátoru měkkým rentgenovým zářením a druhé s excitací dusíkovým laserem. Experimentální uspořádání s dusíkovým laserem je experimentálně méně náročné, a proto bylo použito především v počáteční fázi testování programu a dále na něm byla demonstrována použitelnost programu pro vyšší opakovací frekvence. Jednotlivé části obou uspořádání budou popsány v této kapitole.

#### 3.1 Experimentální uspořádání s excitací měkkým rentgenovým zářením

Pro měření časově rozlišené spektroskopie scintilátoru s excitací měkkým rentgenovým zářením používáme aparaturu, která je zobrazena na obrázku 3.1. Jako excitační zdroj je používáno měkké rentgenové záření, které je vytvořeno plazmou. Světlo vyzářené ze vzorku scintilátoru je vedeno přes filtr, fotonásobič a zesilovač. Výsledný signál je zobrazen na osciloskopu. Jednotlivé části aparatury jsou popsány v podkapitolách níže.



Obrázek 3.1: Měřicí soustava: 1 – Nd:YAG laser, 2 – tryska s argonem, 3 – plazma, 4 – Ti filtr, 5 – vzorek scintilátoru, 6 – band-pass filtr, 7 – uzávěrka, 8 – fotonásobič, 9 – zesilovač, 10 - osciloskop

### 3.1.1 Zdroj měkkého rentgenového záření

Měkké rentgenové záření je vytvořeno pomocí plazmy. Pro její vytvoření je použit Nd:YAG laser (Innolas Spitlight 600). Jedná se o pevnolátkový laser s energií 700 mJ a 7 ns FWHM. Opakující se frekvence laseru je 2 Hz a jeho vlnová délka je 1064 nm. Vysokotlaký piezoelektrický ventil vstříkne přes kónické wolframové trysky plyn argonu o tlaku 10 bar do zacíleného infračerveného paprsku Nd:YAG laseru, což vytvoří takzvaný gas-puff target source. Paprsek je zafokusován na bod o velikosti cca 60  $\mu\text{m}$  a je vytvořeno plazma. Po počátečním zahřívání plazmatu v důsledku absorpce laserového záření následuje expanze a chladnutí plazmatu, přičemž dochází k zářivé rekombinaci na široké škále vlnových délek (SXR – NIR). Emitované záření je filtrováno titanovým filtrem, který zajišťuje průchod pouze měkkého rentgenového záření s energií 230-450 eV, které bude dále excitovat vzorek. Výsledkem jsou tedy generované krátké (~5ns) SXR pulzy. Vysokorychlostní XUV fotodioda monitoruje XUV záření a její signál je dále používán jako trigger. [5; 12]

### 3.1.2 Vzorek

Vzorek scintilátoru i vytvořená plazma jsou umístěny ve vakuované komoře, z důvodu silného útlumu měkkého rentgenového záření ve vzduchu. Tlak v komoře je  $10^{-4}$  mbar. Při dopadu měkkého rentgenového záření na scintilátor probíhá scintilační proces, který je popsán v podkapitole 2.1.

### 3.1.3 Optická uzávěrka

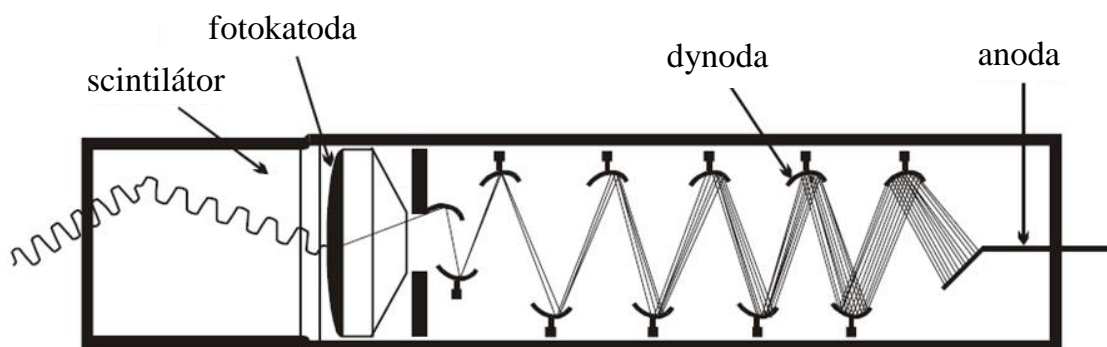
Optická uzávěrka je umístěna v měřicí soustavě před fotodetektořem. Na obrázku 3.1 je označena číslem 7 a slouží k měření signálu pozadí. Signál pozadí je měřen zejména z důvodu redukce chyb, tedy možnosti odečtení pozadí od výsledného signálu.

V soustavě byla použita uzávěrka Thorlabs SH1/M, která je ovládána pomocí programu popsaného v kapitole 4. Ovládání uzávěrky probíhá prostřednictvím zařízení NI DAQ USB-6009. [13; 14]

Uzávěrka je v průběhu měření otevírána a zavírána. Pokud je uzávěrka otevřená, emitované záření ze vzorku scintilátoru je registrováno fotonásobičem. Pokud je uzávěrka zavřená, je detekován signál pozadí, tj. parazitní signál sestávající zejména z RF oscilací produkovaných výbojkami IR laseru a offsetu zesilovače. V průběhu měření je tedy několikrát měřeno emitované záření ze scintilátoru, které obsahuje i signál pozadí a také je několikrát měřen samotný signál pozadí. Po dokončení měření je od naměřeného signálu scintilátoru signál pozadí odečten.

### 3.1.4 Fotonásobič

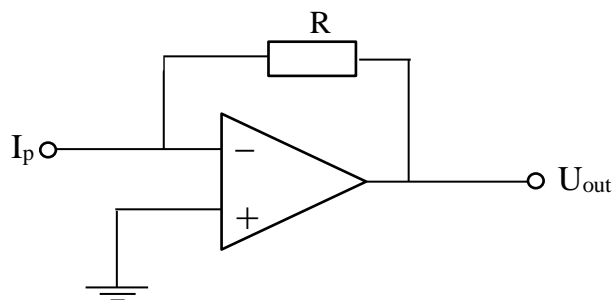
Emitované záření ze scintilátoru je vedeno na fotokatodu fotonásobiče, kde se v důsledku fotoelektrického jevu vyzáří elektrony. Ty dále pokračují na dynody, kde jsou urychlovány elektrickým napětím. Každá další dynoda má větší kladný potenciál než předchozí. Urychlené elektrony při dopadu na dynodu vyvolávají sekundární emisi, tedy emisi většího počtu elektronů. Znásobený počet elektronů je urychlován k další dynodě. Po průchodu všemi dynodami dopadá zesílený proud elektronů na anodu. Uvnitř fotonásobiče je udržováno vakuum. Díky fotonásobiči tak můžeme zesílit i velmi slabé záření scintilátoru. Princip fotonásobiče je naznačen na obrázku 3.2. Pro naše měření byl použit fotonásobič R7056 Hamamatsu se spektrální odezvou 185-650 nm. [15]



Obrázek 3.2: Schéma fotonásobiče [16]

### 3.1.5 Zesilovač

Z fotonásobiče signál pokračuje na zesilovač, který slouží k zesílení signálu. Na obrázku 3.1 je zobrazen pod číslem 9. V měřicí aparatuře je použit transimpedanční zesilovač, jehož zesílení je dáno rezistorem  $R$  a má hodnotu  $-2700$ . Jeho obecné schéma je na obrázku 3.3.



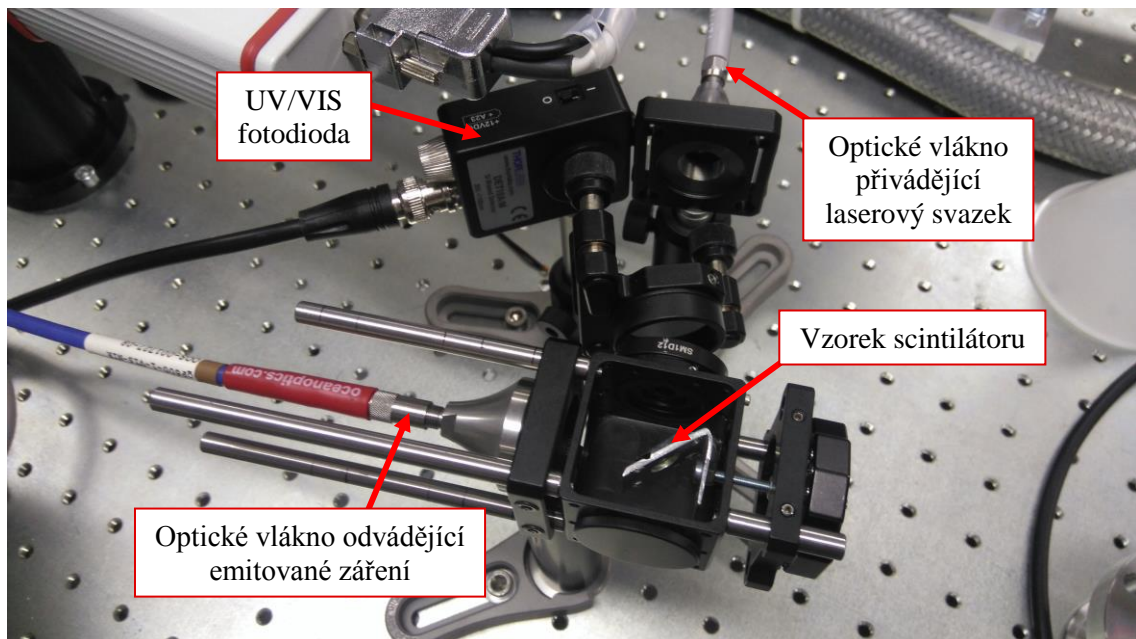
Obrázek 3.3: Schéma transimpedančního zesilovače

### 3.1.6 Osciloskop

Digitální osciloskop slouží k zaznamenání měřeného signálu. Osciloskop je přes USB rozhraní připojen k počítači, který nastavuje měřicí rozsah osciloskopu a ukládá naměřené průběhy. Popis toho programu je v kapitole 4. K měření byl použit digitální osciloskop Agilent Technologies InfiniiVision DSO7104A 1 GHz se vzorkovací frekvencí 4 GSa/s. [17]

## 3.2 Experimentální uspořádání s excitací dusíkovým laserem

Při excitaci scintilátoru dusíkovým laserem je část experimentálního uspořádání stejná jako při excitaci měkkým rentgenovým zářením. V měřicí soustavě zůstává filtr, optická uzávěrka, fotonásobič, zesilovač a osciloskop (Obrázek 3.1: čísla 6-10). Vzorek scintilátoru již není umístěn ve vakuované komoře. Signál z laseru je veden optickým vláknem na scintilátor a emitované záření ze scintilátoru je vedeno optickým vláknem k optické uzávěrce. Fotografie upořádání této části aparatury je na obrázku 3.4.



Obrázek 3.4: Fotografie umístění vzorku při excitaci dusíkovým laserem

V soustavě byla použita UV/VIS fotodioda Thorlabs DET10A/M jejíž detekční rozsah je 200–1100 nm. Fotodioda slouží jako trigger, tedy ke spuštění záznamu průběhu. [18]

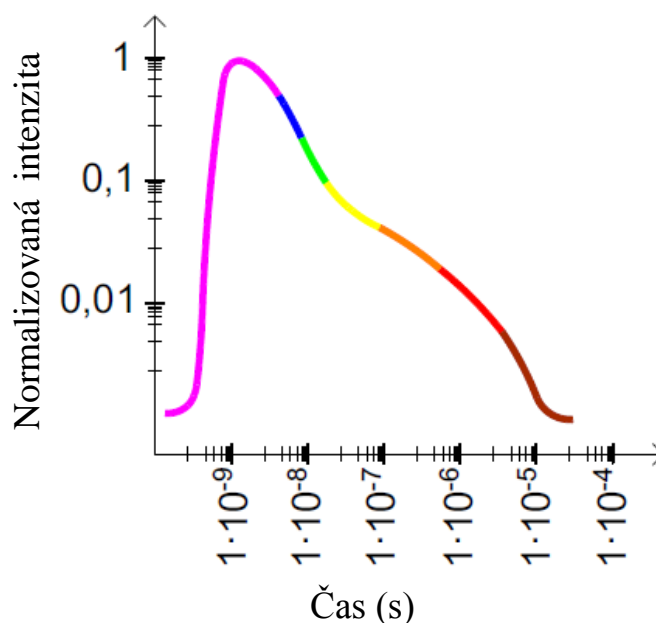
Pro excitaci byl použit dusíkový laser MNL 100 (LTB Lasertechnik Berlin), který je ovládán počítačem pomocí programu Marathon Control. Vlnová délka laseru je

337,1 nm. Laser pracuje v pulzním režimu s nastavitelnou opakovací frekvencí od 1 Hz do 30 Hz a s šířkou pulzu 3 ns. [19; 20]

### 3.3 Postup měření

Při měření časově rozlišené spektroskopie v naší laboratoři je používána metoda měření v několika rozsazích. Důvod použití několika rozsahů spočívá v potřebě zaznamenat velmi rychlé procesy, které probíhají v rámci nanosekund a zároveň v potřebě zaznamenat celý průběh křivky, tedy procesy, které probíhají až v rámci milisekund. Pokud bychom použili pouze jeden rozsah, tedy pouze tisíc vzorků, došlo by ke zkreslení celé křivky vzhledem k nedostatečnému počtu vzorků pro krátké časy. Na obrázku 3.5 značí každá barva křivky jeden použitý rozsah.

Před spuštěním měření si uživatel v programu nastaví parametry jednotlivých rozsahů, které jsou pak automaticky používány v průběhu měření. Program je popisován v následující kapitole 4. V průběhu měření je tedy na osciloskopu vždy nastaven jeden rozsah, provede se zvolený počet měření, a následně je rozsah změněn na další předem navolený a provede se znovu stejný počet měření. To se provede pro všechny zvolené rozsahy. Nakonec jsou křivky z jednotlivých rozsahů vykresleny do jednoho grafu a zobrazí nám tak celý průběh signálu.



Obrázek 3.5: Barevné znázornění jednotlivých rozsahů ve výsledné křivce [5]



## 4 Software pro automatizaci měření

Experiment popisovaný v předchozích podkapitolách je řízen programem napsaným v prostředí LabView 2016 (*Laboratory Virtual Instruments Engineering Workbench*). LabView bylo vyvinuto společností *National Instruments*. Je to grafický programovací jazyk, který je používán především pro testovací, měřicí a řídicí aplikace. V LabView je využíván princip toku dat k určení posloupnosti vykonávání jednotlivých funkcí. Pořadí je určeno vodiči, kterými jsou navzájem spojovány funkční bloky a dále dostupností všech vstupních dat. Každý program neboli *VI (Virtual Instrument)* se skládá ze dvou oken, a to *Front panel* a *Block diagram*. *Front panel* je uživatelské rozhraní aplikace, které obsahuje vstupní a výstupní parametry. *Block diagram* obsahuje vlastní algoritmus programu. [21; 22]

Program slouží především k automatickému nastavování jednotlivých rozsahů, ve kterých je signál měřen, ovládání optické uzávěrky v průběhu měření a výslednému ukládání naměřených a zpracovaných dat. Výhody automatizace spočívají hlavně v usnadnění a v celkovém urychlení procesu měření a tím větší stabilitě systému.

Mým hlavním cílem bylo vytvoření programu pro automatické ovládání uzávěrky v průběhu měření. Doposud se neustále střídalo otevření a zavření uzávěrky pro každý měřený průběh. Frekvence jejího otevírání a zavírání byla tedy poměrně velká. Proto vznikl požadavek na možnost změny frekvence uzávěrky. To znamená možnost volby, pro kolik měření zůstane uzávěrka otevřená a následně pro kolik měření zůstane zavřená. Díky této změně může být prováděno měření i s vyšší excitační frekvencí než 2 Hz, která byla doteď používána. Otevírání uzávěrky může být dále udržováno na frekvenci 2 Hz, nebo nižší, ale přitom lze měřit s vyšší excitační frekvencí, například 10 Hz, což měření velmi urychlí.

Dalšími úkoly bylo vytvoření zobrazování průběžných grafů. Z původního programu zůstal ve *Front panelu* graf zobrazující průběh signálu z diody. Nově byly vytvořeny dva grafy zobrazující již upravená měřená data umožňující sledovat průběh měření, nebo případná odchýlení jednotlivých měřených cyklů.

Dále bylo provedeno zjednodušení zadávání parametrů rozsahů před začátkem měření. V původním programu musel uživatel zadávat ke každému rozsahu čtyři parametry, a to napětí, čas, napěťový offset a časové zpoždění. Zadávání navíc probíhalo ručním zapisováním čísel v exponenciálním tvaru, což bylo velice zdoluhavé a také docházelo často k zadání chybných hodnot. Byly proto na místo toho vytvořeny dvě možnosti zadávání parametrů rozsahů. Uživatel může buďto nahrát tabulku rozsahů z textového souboru, nebo použít tabulku ve *Front panelu*, kde si zvolí v rozbalovací nabídce ke každému rozsahu napětí a čas. Napěťový offset a časové zpoždění jsou z těchto rozsahů automaticky dopočítány.

Do původního programu byly tedy přidány zcela nové části a většina původního programu musela být vzhledem k těmto změnám upravena. O programu pojednávají následující podkapitoly

## 4.1 Front panel

Na obrázku 4.1 je zobrazen Front panel, se kterým komunikuje uživatel při měření. Před spuštěním měření uživatel zadá potřebné parametry a v průběhu měření zde může kontrolovat měřená data. Na obrázku 4.2 je pro porovnání zobrazen Front panel původního programu.

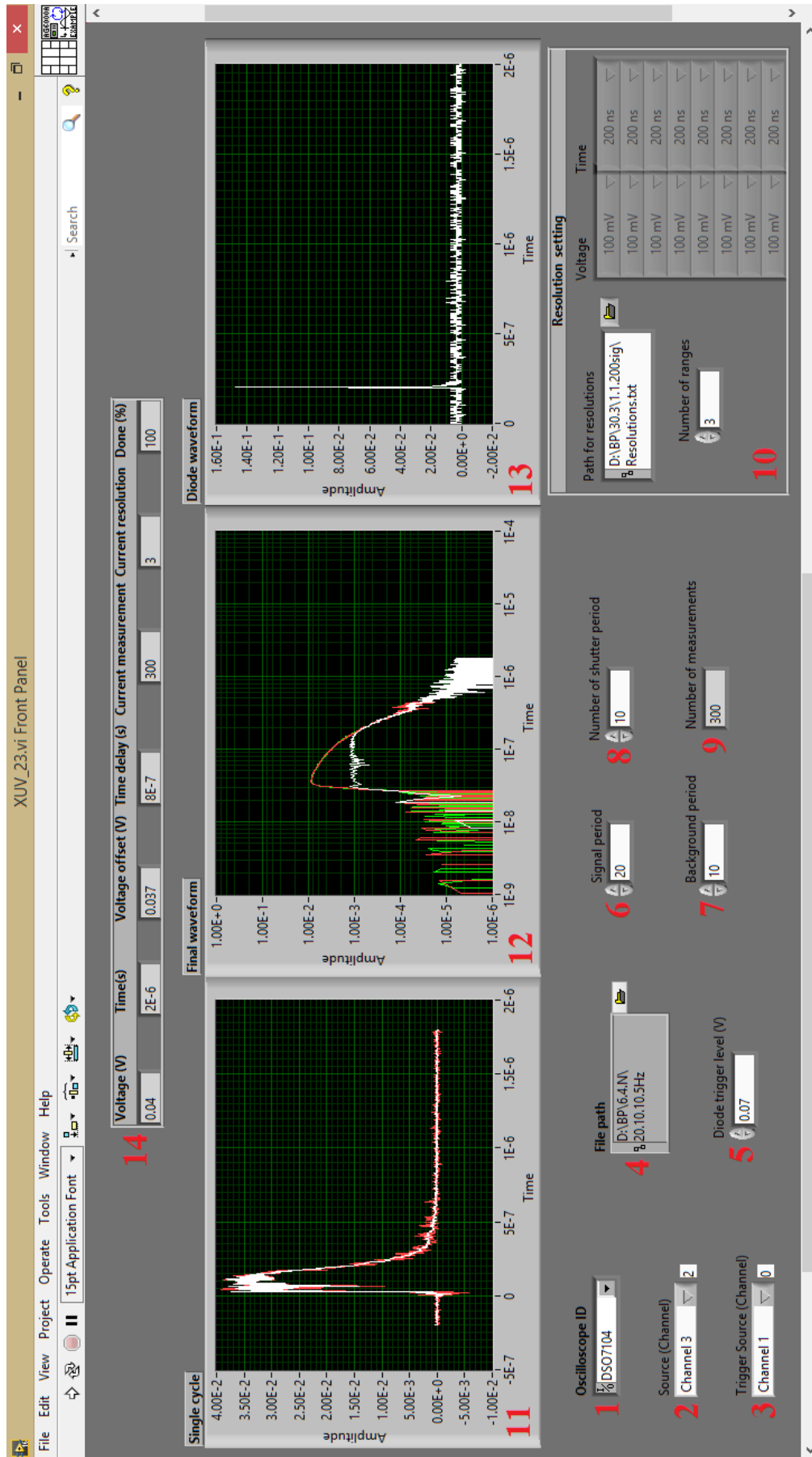
Parametr s číslem 1 slouží pro identifikaci osciloskopu. V parametrech 2 a 3 je volen kanál pro signál a pro trigger. Do pole označeného číslem 4 uživatel zadá cestu souboru, kam se naměřená data mají uložit. V poli č. 5 je hodnota prahového napětí, které sepne záznam průběhu, tj. trigger level.

Parametry s čísly 6, 7 a 8 určují poměr a počet měření signálu a pozadí. Číslo 6 s názvem *Signal period* udává kolikrát bude měřen signál při otevřené uzávěrci. Poté bude měřeno pozadí v počtu zadaném v parametru 7 s názvem *Background period*. Tento cyklus bude opakován v počtu zadaném v parametru 8 s označením *Number of shutter period*. Z těchto tří parametrů je automaticky dopočítán parametr s číslem 9 *Number of measurement*, který určuje celkový počet měření v každém rozsahu a je to tedy součet parametrů 6 a 7 vynásobený parametrem 8.

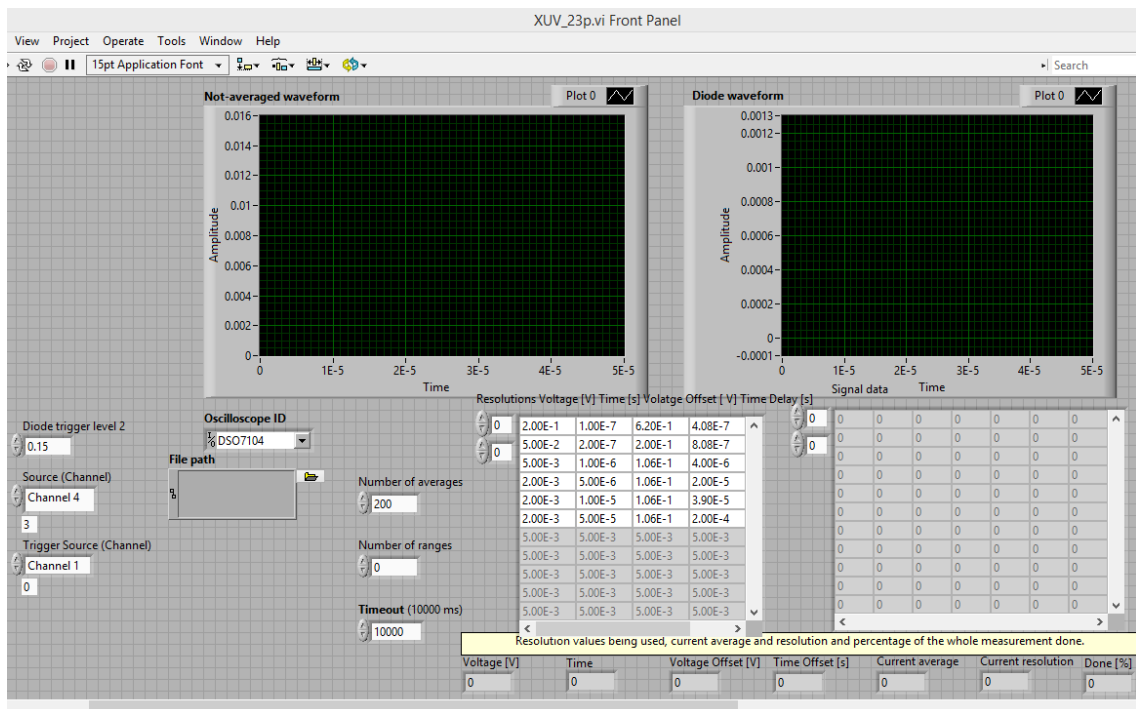
Číslo 10 označuje nastavení rozsahů. Uživatel může buďto nahrát matici rozsahů z textového souboru, nebo zvolit parametry rozsahů v rozbalovacích nabídkách dvousloupcové matice, kde je voleno napětí a čas. Napěťový offset a časové zpoždění jsou automaticky přiřazeny. Dále uživatel zvolí počet řádků, tedy rozsahů, pro které má být provedeno měření.

Graf s číslem 11 zobrazuje dvě křivky. První křivka je vypočtená z momentálně doměřeného cyklu a druhá křivka je průměr ze všech zaznamenaných křivek v probíhajícímu cyklu. Graf s číslem 12 zobrazuje výsledné křivky z jednotlivých rozsahů. Po každém dokončeném rozsahu se do grafu připiše jedna křivka zprůměrovaná ze všech měření v daném rozsahu a s odečteným pozadím. Podrobnější vysvětlení grafů 11 a 12 je v podkapitole 4.2.5. Graf s číslem 13 zobrazuje průběh signálu z diody.

Číslo 14 označuje několik hodnot, které vypovídají o aktuálním stavu měření, tedy o momentálně měřeném rozsahu, počtu již provedených měření v daném rozsahu a procentuální vyjádření provedených měření z celkového počtu měření.



Obrázek 4.1: Front panel programu



Obrázek 4.2: Ukázka Front panelu původního programu [2]

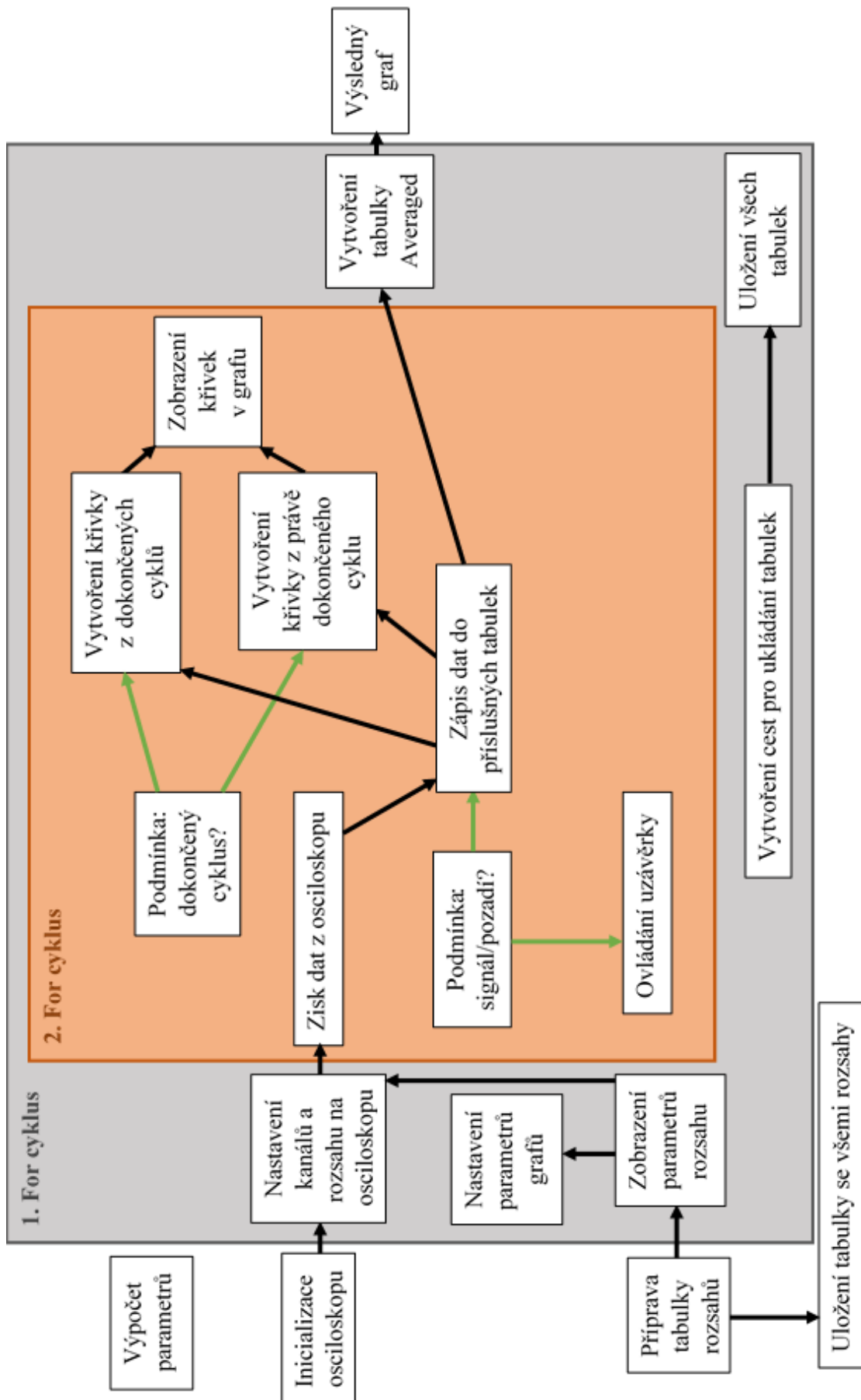
## 4.2 Block diagram

V této podkapitole bude popsán samotný program pomocí jeho zjednodušeného schématu, které je na obrázku 4.3. Každý blok schématu označuje vždy určitou funkční část programu. Některé bloky jsou propojeny černými šipkami pro znázornění toku dat. Zelené šipky označují, pro které bloky je použita daná podmínka. Dále jsou zde znázorněny dva hlavní for cykly programu. V následujícím textu budou jednotlivé části popisovány. Části programu, které zůstaly původní a téměř nezměněny představují pouze tři bloky, a to *Inicializace osciloskopu*, *Nastavení kanálů a rozsahu na osciloskopu* a *Získání dat z osciloskopu*. Tyto bloky budou jen stručně zmíněny, vybrané části budou popsány podrobně.

### 4.2.1 Příprava parametrů

Jedna iterace *prvního for cyklu* znamená jeden rozsah. Každá iterace vloženého *druhého for cyklu* znamená jedno měření, tedy jeden naměřený průběh z diody a jeden průběh signálu, nebo pozadí, podle splněné podmínky.

První blok s označením *Výpočet parametrů* označuje prvotní výpočty, které program provádí a připravuje tak vstupní parametry pro další operace. Ze zadaných parametrů ve *Front panelu* vypočítá například celkový počet měření v každém rozsahu, což odpovídá počtu iterací *druhého for cyklu*.



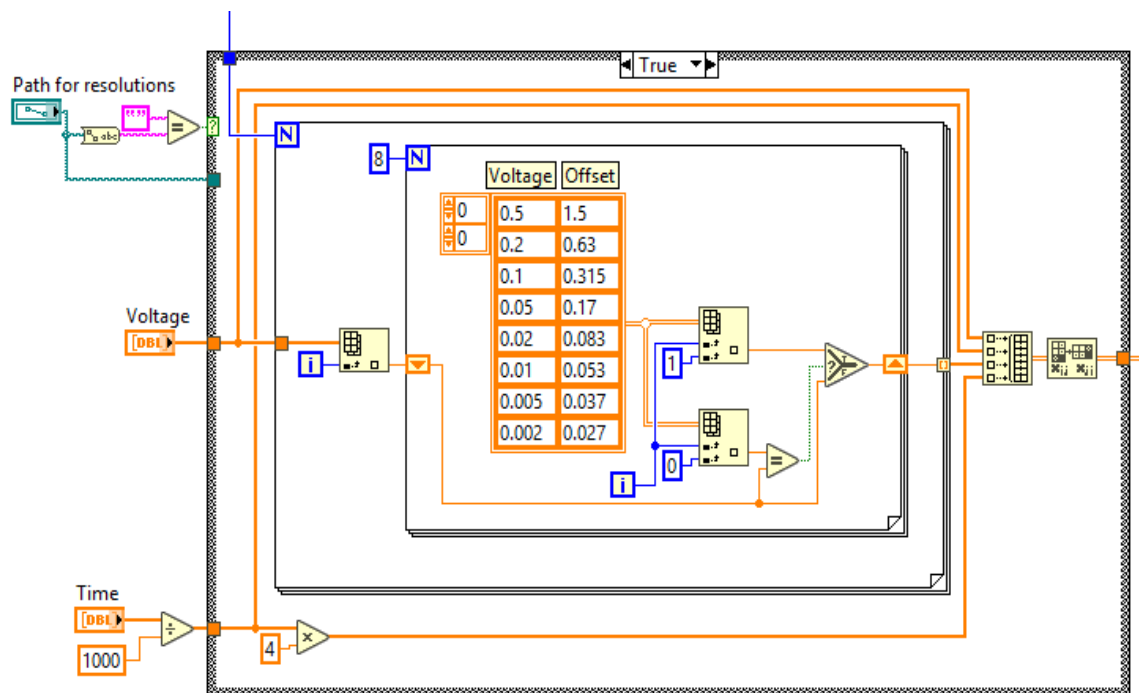
Obrázek 4.3: Zjednodušené schéma programu

## 4.2.2 Osciloskop

V bloku *Inicializace osciloskopu* probíhá spojení osciloskopu s programem. Dále proběhne blok *Nastavení kanálů a rozsahu na osciloskopu*, který vždy nově nastaví parametry rozsahu pro každou iteraci *prvního for cyklu*. Následuje *Získání dat z osciloskopu*, kde je při každé iteraci *druhého for cyklu* získán jeden průběh z každého kanálu osciloskopu. Pouze tyto tři bloky zůstaly funkčně nezměněny z původního programu. Proběhlo zde jen pár drobných úprav.

## 4.2.3 Nastavení rozsahů

Reálný vzhled bloku *Příprava tabulky rozsahů* je zobrazen na obrázku 4.4. Pomocí struktury case a splněné podmínky jsou buďto použity hodnoty rozsahů ze souboru, nebo z matice ve front panelu. Pokud je pole pro zadání cesty souboru vyplněné, použije se daný soubor a provede se pouze konverze na pole datového typu double. To je výhodné v případě potřeby provedení měření ve stejných rozsazích, ve kterých bylo měření již dříve provedeno. Soubor obsahuje čtyři sloupce, a to sloupce pro napětí, čas, napěťový offset a časové zpoždění (ve voltech a sekundách).



Obrázek 4.4: Příprava tabulky rozsahů

Pokud je pole pro zadání cesty souboru prázdné, použijí se hodnoty rozsahů zvolené v rozbalovacích nabídkách dvousloupcové matice ve Front panelu. Ta obsahuje pouze hodnoty napětí a času. Napěťový offset je k jednotlivým hodnotám napětí přiřazován dle

tabulky (obrázek 4.4), která byla vytvořena na základě zkušenosti a známých potřeb měření. Časové zpoždění je dopočítáno jako čtyřnásobek zvoleného času. Jednotlivé hodnoty jsou poté uloženy do tabulky ve sloupcovém pořadí napětí, čas, napěťový offset a časové zpoždění. Poté blok *Uložení tabulky se všemi rozsahy* uloží tabulku rozsahů do zvolené cesty souboru pod názvem Resolutions.txt.

Blok *Zobrazení parametrů rozsahu* vybere z připravené tabulky rozsahů jeden řádek obsahující parametry jednoho rozsahu. Podle toho kolikátá iterace *prvního for cyklu* bude vykonávána, tolikátý řádek bude vybrán. Parametry rozsahu jsou poté zobrazeny ve *Front panelu* v průběhu měření (viz obr. 4.1, č. 14) a dále jsou vstupními parametry bloku *Nastavení kanálů a rozsahu osciloskopu*.

Z parametrů rozsahu jsou dále použity hodnoty pro nastavení stabilizace os grafu. To označuje blok *Nastavení parametrů grafu*. Osy grafu se nastaví vždy pro daný rozsah před prvním provedeným měřením, tedy ještě před první iterací *druhého for cyklu* a jsou tak pevně určeny osy pro všechna měření v daném rozsahu.

#### 4.2.4 Optická uzávěrka

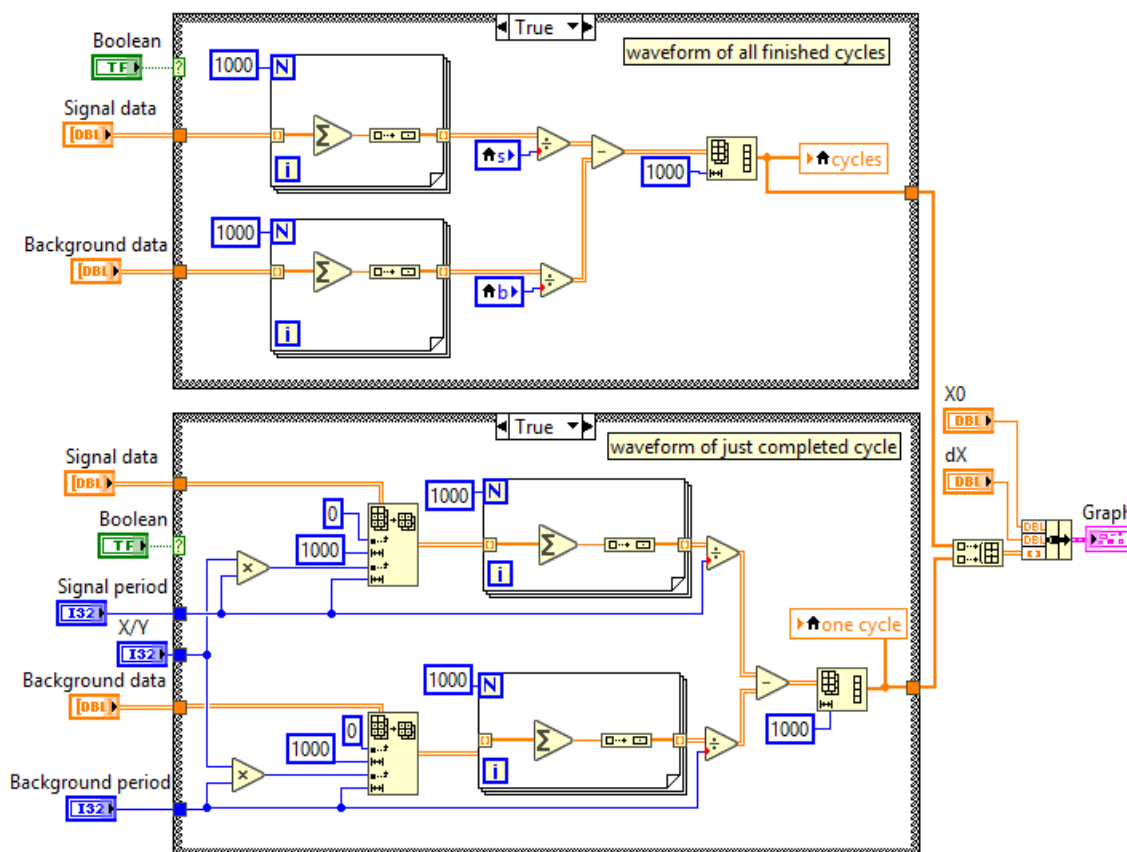
Dostáváme se do *druhého for cyklu*, jehož každá iterace znamená naměřený jeden průběh diody a jeden průběh signálu, nebo pozadí. Pomocí bloku *Podmínka: signál/pozadí?* je rozhodnuto, zda je měřen signál, nebo pozadí a synchronizuje se tak otevírání a zavírání uzávěrky se zápisem dat do příslušných tabulek. Momentální hodnota iterace je vydělena součtem parametrů *Background period* a *Signal period*. Výsledný zbytek dělení je dále porovnáván s hodnotou *Signal period*. Pokud je zbytek menší, probíhá měření s otevřenou uzávěrkou a je měřen signál luminiscence. Pokud je zbytek větší, probíhá měření se zavřenou uzávěrkou a je měřen signál pozadí.

Blok *Ovládání uzávěrky* má na vstupu pouze tuto podmínku, podle které je pomocí NI-DAQ assistant ovládána samotná uzávěrka. Blok *Zápis dat do příslušných tabulek* podle této vstupní podmínky pomocí struktury *case* zapisuje data z osciloskopu do tabulky pro signál, nebo do tabulky pro pozadí. Jeden zápis do tabulky znamená jeden naměřený průběh s tisíci vzorky. Do tabulky se proto uloží vždy jeden sloupec s tisíci řádky. Správná indexace v poli je ošetřena použitím dvou lokálních proměnných. Po každém průběhu struktury *case* je k jedné z nich přičteno číslo jedna v závislosti na splněné podmínce.

#### 4.2.5 Graf jednotlivých cyklů

Blok *Podmínka: dokončený cyklus?* vytváří podmínku pro další dva bloky, které slouží k vybrání určitých dat pro vykreslení křivek v grafu. Podmínka je splněna vždy pouze v momentě dokončeného cyklu. Jeden cyklus označuje provedený zvolený počet

měření signálu a poté zvolený počet měření pozadí (obrázek 4.1 parametry 6 a 7). Momentální hodnota iterace je vydělena součtem parametrů *Background period* a *Signal period*. Výsledný zbytek dělení je porovnáván se součtem parametrů *Background period* a *Signal period* s odečtenou jedničkou. Na této podmínce jsou závislé dva bloky, které na obrázku 4.5 představují dvě struktury case.



Obrázek 4.5: Vytvoření křivek a zobrazení v grafu

Blok *Vytvoření křivky z dokončených cyklů* představuje na obrázku 4.5 horní struktura case. Vstupními daty jsou tabulky signálu a pozadí připravené v bloku *Zápis dat do příslušných tabulek*. Pokud je podmínka splněna, spočítá se průměr ze všech do té doby doměřených průběhů signálu a doměřených průběhů pozadí. To znamená, že se sečtou všechny sloupce v každém řádku a vydělí se počtem sloupců, tedy příslušnou lokální proměnnou. Výsledkem je jeden sloupec, tedy jeden průběh pro signál a jeden pro pozadí. Od hodnot signálu jsou následně odečteny hodnoty pozadí a výsledný sloupec hodnot je vykreslen v grafu. Toto zprůměrování a odečtení pozadí je provedeno vždy před každým zobrazením křivek v grafech 11 a 12 (obrázek 4.1) a také při vytváření tabulky s názvem *Averaged*, která bude blíže popsána níže. Pomocí uložení křivky do lokální proměnné zůstává v grafu v případě nesplněné podmínky vykreslena poslední



vypočítaná křivka. V momentě splnění podmínky se překreslí na nově vypočítanou křivku.

Další blok *Vytvoření křivky z právě dokončeného cyklu* využívá stejné podmínky i stejných vstupních dat jako blok předchozí a představuje ho na obrázku 4.5 dolní struktura case. Dalšími vstupními daty jsou *Signal period* a *Background period* (parametry 6 a 7 obrázek 4.1) a dále parametr s označením X/Y, který je vždy vypočítán jako podíl momentální iterace *druhého for cyklu* a součtu parametrů *Signal period* a *Background period*. Tyto parametry vybírají z tabulek signálu a pozadí vždy pouze hodnoty z právě doměřeného cyklu, se kterými se dále provede zprůměrování a odečtení pozadí. Při splněné podmínce je vypočítána nová křivka a při nesplněné podmínce zůstává v grafu zobrazena poslední vypočítaná křivka.

Blok *Zobrazení křivek v grafu* již pouze přiřadí k oběma křivkám z předchozích dvou bloků x-ové hodnoty a vykreslí je do jednoho grafu (obrázek 4.1 graf s označením 11). Tento graf nám umožňuje sledovat v průběhu měření křivky z jednotlivých cyklů a porovnávat je s křivkou zprůměrovanou ze všech do té doby provedených měření. Můžeme tak pozorovat případné odchýlení jednoho cyklu od běžného průběhu.

#### 4.2.6 Výsledný graf

Další blok vycházející z bloku *Zápis dat do příslušných tabulek* je *Vytvoření tabulky Averaged*. Tento blok se již nachází vně *druhého for cyklu* a probíhá až po jeho dokončení. Jeho funkcí je zprůměrování všech naměřených průběhů signálu a všech naměřených průběhů pozadí z jednoho dokončeného rozsahu a následně odečtení hodnot pozadí od hodnot signálu. Výstupem je jeden sloupec obsahující výsledné hodnoty daného rozsahu, které jsou pomocí bloku *Výsledný graf* vykresleny v grafu. Vykreslená křivka v grafu vždy zůstává a postupně se k ní po každém dokončeném rozsahu přikresluje další křivka. Tento graf (obrázek 4.1 graf 12) zobrazuje hlavní výsledek měření.

#### 4.2.7 Ukládání dat

V každé iteraci *prvního for cyklu* jsou vytvořeny cesty pro ukládání tabulek z daného rozsahu. Tuto funkci plní blok *Vytvoření cest pro ukládání tabulek*. Ke zvolené cestě souboru (obrázek 4.1 parametr 4) se přiřadí číslo iterace s přičtenou jedničkou, což označuje pořadí použitého rozsahu a vytvoří se čtyři cesty pro uložení čtyř tabulek. Ukládá se tabulka se všemi naměřenými průběhy signálu pod názvem Measurement.txt. Dále se uloží tabulka se všemi naměřenými průběhy pozadí pod názvem Background.txt. Tabulka Averaged, jejíž vytvoření popisoval předchozí odstavec, se uloží pod názvem

Averaged.txt a všechny naměřené průběhy z diody se uloží do tabulky s názvem Diode.txt.

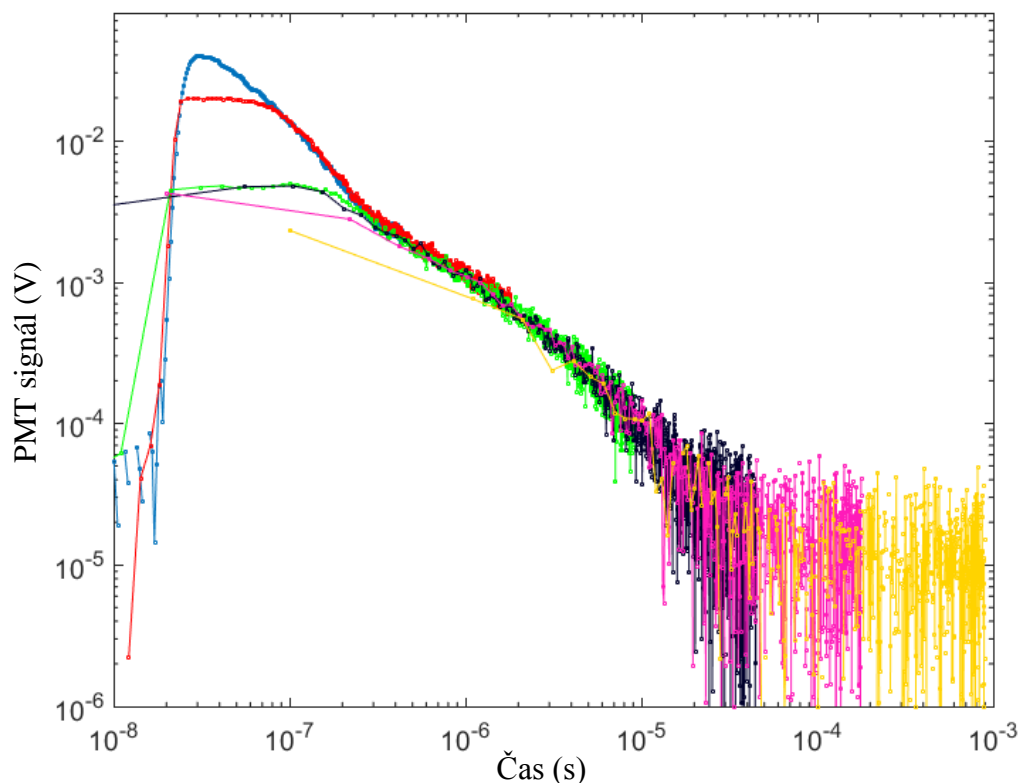
Navazující blok *Uložení všech tabulek* provede vložení časových (x-ových) hodnot do všech tabulek. To znamená, že před všechny sloupce vloží na první místo sloupec s tisíci řádky obsahující hodnoty času. Nakonec uloží jednotlivé tabulky do předpřipravených cest souboru. Pokud bylo například provedeno měření ve dvou rozsazích, najdeme ve zvolené cestě souboru následující soubory: 1. Measurement.txt, 1. Background.txt, 1. Averaged.txt, 1. Diode.txt, 2. Measurement.txt, 2. Background.txt, 2. Averaged.txt, 2. Diode.txt.

### 4.3 Zpracování dat

Po dokončení měření musí být získaná data dále zpracovávána. Program již provedl odečtení pozadí od měřeného signálu a také zprůměrování z několika měření. Tím bylo dosaženo redukce chyb a snížení šumu v signálu. Na měřená data má také vliv IRF (instrument response function), tedy funkce přístrojové odezvy měřící aparatury, která je dána konvolucí časového průběhu excitačního pulzu a odezvy detekční části aparatury. Kromě odstranění vlivu IRF musí být dále data z jednotlivých rozsahů pospojována, abychom získali výslednou křivku dosvitu scintilátoru.

K těmto operacím bylo použito programové prostředí MATLAB od společnosti MathWorks. MATLAB je využíván v mnoha oblastech jako například pro matematické operace, vizualizace, tvorbu aplikací, vědeckou a inženýrskou grafiku, zpracování signálů a modelování a simulace. Pro výsledné zpracování naměřených dat byla použita verze MATLAB R2016a.

Vstupními daty jsou soubory vytvořené programem popisovaným v podkapitole 4.2. Program automaticky nahraje výsledné soubory z každého rozsahu, tedy soubory obsahující v názvu Averaged (vytvoření těchto souborů je popsáno v podkapitole 4.2.6). Následně vykreslí data z jednotlivých rozsahů za sebe a zobrazí tak celý průběh signálu. Příklad takového zobrazení je na obrázku 4.6.



Obrázek 4.6: Dosvit scintilátoru získaný vykreslením jednotlivých rozsahů.  
Každá barva označuje jeden rozsah.

Vzhledem k tomu, že se jednotlivé rozsahy překrývají, musí být upraveny jejich časové škály. Do grafu je dále pro lepší zobrazení přidáno pozadí o hodnotě normalizované intenzity  $10^{-5}$ .

Jako další krok je vytvořen fit. Uživatel si zvolí vhodný počet exponenciál a jejich parametry, tedy amplitudy a doby života, podle kterých je následně fit vypočítán. Program najde nejmenší hodnoty  $\chi^2$ , který je úměrný součtu čtverců odchylek naměřeného průběhu od aproximační funkce. Vliv IRF na naměřená data lze označit jako konvoluci dosvitu scintilátoru a IRF. Aby se dosáhlo odstranění IRF ze signálu, musí být provedena rekonvoluce. Ke každé křivce jsou zobrazena vážená rezidua představující odchylky naměřeného průběhu od vypočtené aproximace.

Výsledné grafy získané programem MATLAB jsou zobrazeny v následující kapitole (obrázek 5.1-5.3) a v příloze A.

## 5 Výsledky

Funkčnost vytvořeného programu byla otestována měřením. Bylo provedeno měření dohasínání scintilátoru s excitací měkkým rentgenovým zářením a dále s excitací dusíkovým laserem s různým nastavením parametrů. V této kapitole budou prezentovány výsledné průběhy dohasínání scintilátoru měřené na obou experimentálních uspořádáních, které byly popsány v podkapitolách 3.1 a 3.2.

K měření byl vždy použit scintilátor LuAG:Ce ( $\text{Lu}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}:\text{Ce}$ , Cerium-doped lutetium aluminum garnet). Tento scintilátor je charakteristický vysokou hustotou  $\rho=6,7 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ , efektivním atomovým číslem  $Z_{\text{eff}}=62,9$  a je poměrně stabilní. [24; 1]

### 5.1 Měření s excitací měkkým rentgenovým zářením

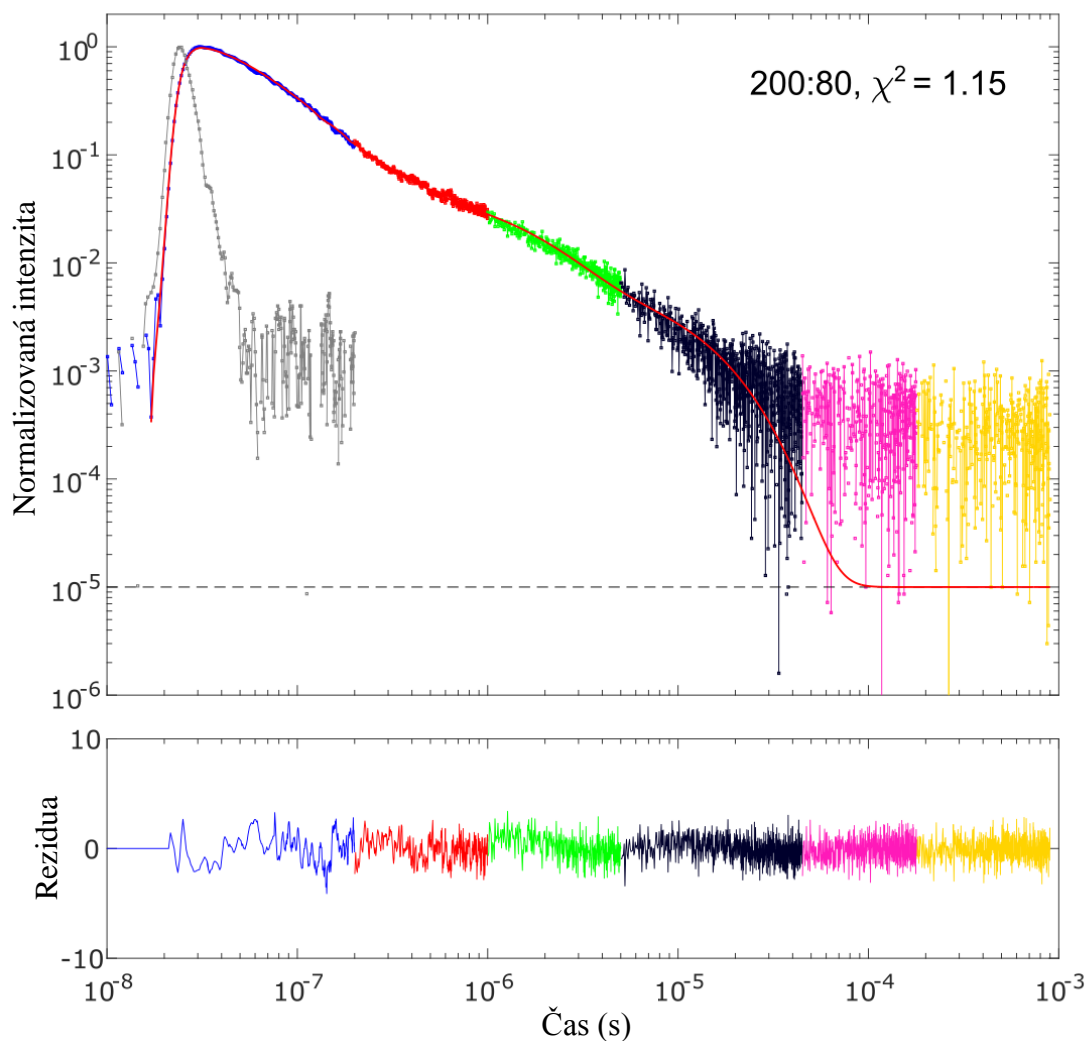
Měření s excitací měkkým rentgenovým zářením bylo provedeno vždy pro šest rozsahů, jejichž parametry jsou zobrazeny v tabulce 5.1. Pro měření byl použit filtr  $500 \pm 40 \text{ nm}$ .

Tabulka 5.1: Použité rozsahy pro měření dohasínání scintilátoru s excitací SXR

Číslo rozsahu	Napětí (V)	Čas (s)	Napětový offset (V)	Časové zpoždění (s)
1	$1.00\cdot 10^{-1}$	$5.00\cdot 10^{-8}$	$3.15\cdot 10^{-1}$	$2.00\cdot 10^{-7}$
2	$2.00\cdot 10^{-2}$	$2.00\cdot 10^{-7}$	$8.40\cdot 10^{-2}$	$8.00\cdot 10^{-7}$
3	$5.00\cdot 10^{-3}$	$1.00\cdot 10^{-6}$	$3.70\cdot 10^{-2}$	$4.00\cdot 10^{-6}$
4	$5.00\cdot 10^{-3}$	$5.00\cdot 10^{-6}$	$3.70\cdot 10^{-2}$	$2.00\cdot 10^{-5}$
5	$5.00\cdot 10^{-3}$	$2.00\cdot 10^{-5}$	$3.70\cdot 10^{-2}$	$8.00\cdot 10^{-5}$
6	$5.00\cdot 10^{-3}$	$1.00\cdot 10^{-4}$	$3.70\cdot 10^{-2}$	$4.00\cdot 10^{-4}$

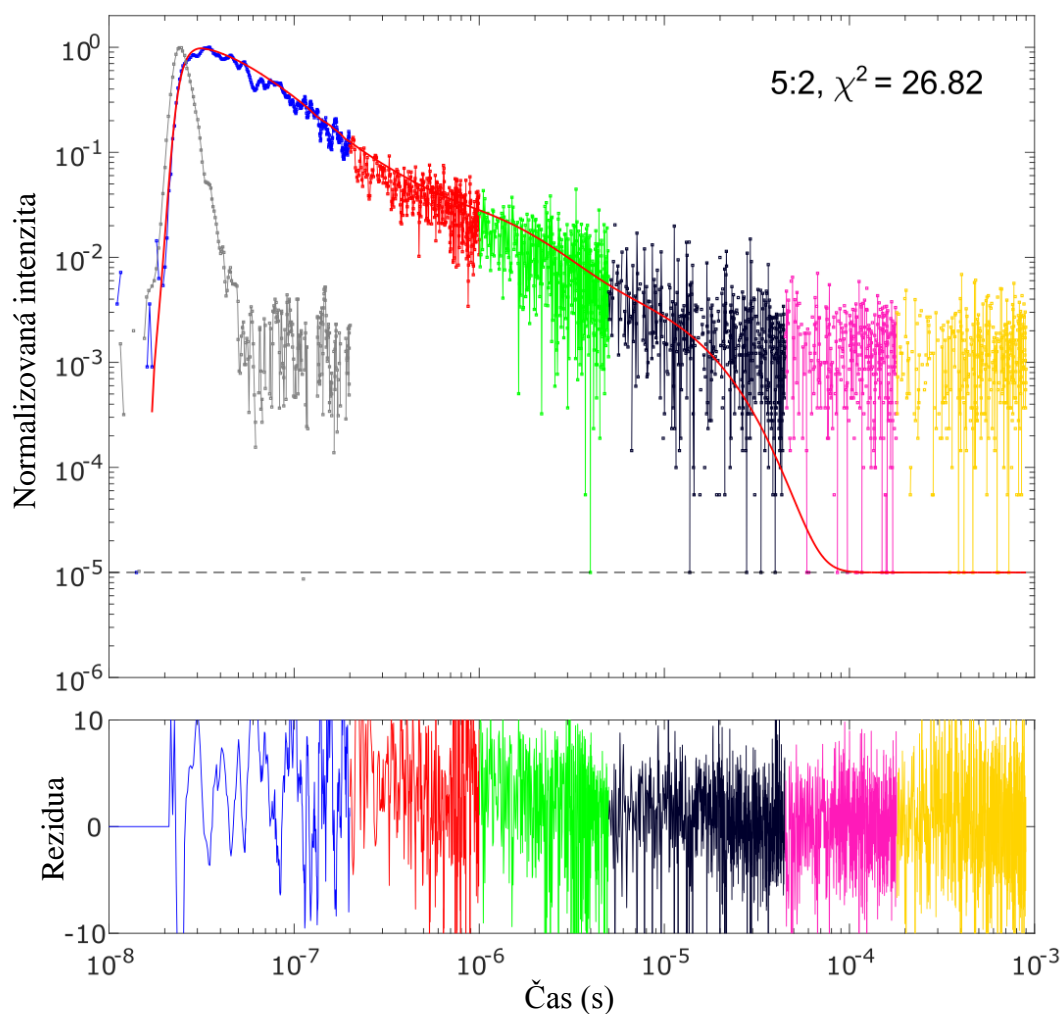
Na obrázku 5.1 je zobrazen průběh dosvitu scintilátoru, který byl měřen při nastaveném poměru parametrů Signal period:Background period = 5:2 a Shutter period = 40. Celkem bylo tedy provedeno 200 měření dosvitu scintilátoru a 80 měření pozadí pro každý ze šesti rozsahů. V dolní části obrázku jsou zobrazena příslušná rezidua. Barevné označení jednotlivých rozsahů v zobrazeném průběhu dosvitu i v zobrazených rezidui odpovídá barevnému označení parametrů rozsahů v tabulce 5.1. Výsledná křivka dohasínání byla aproximována čtyřmi exponenciálami. Červená čára v obr. 5.1

představuje fit, tedy konvoluci modelové funkce – součtu čtyř exponenciál – a IRF prezentované šedou křivkou.



Obrázek 5.1: Dosvit scintilátoru měřený s excitací SXR s poměrem naměřených průběhů a pozadí 200:80.

Dále byly zobrazeny průběhy dosvitu pro menší počet opakování, a to například pro celkový poměr naměřených dosvitů ku pozadí 5:2, což je zobrazeno na obrázku 5.2. Porovnání dalších grafů s různými poměry dosvitu a pozadí je zobrazeno v příloze A.



Obrázek 5.2: Dosvit scintilátoru měřený s excitací SXR s poměrem naměřených průběhů a pozadí 5:2.

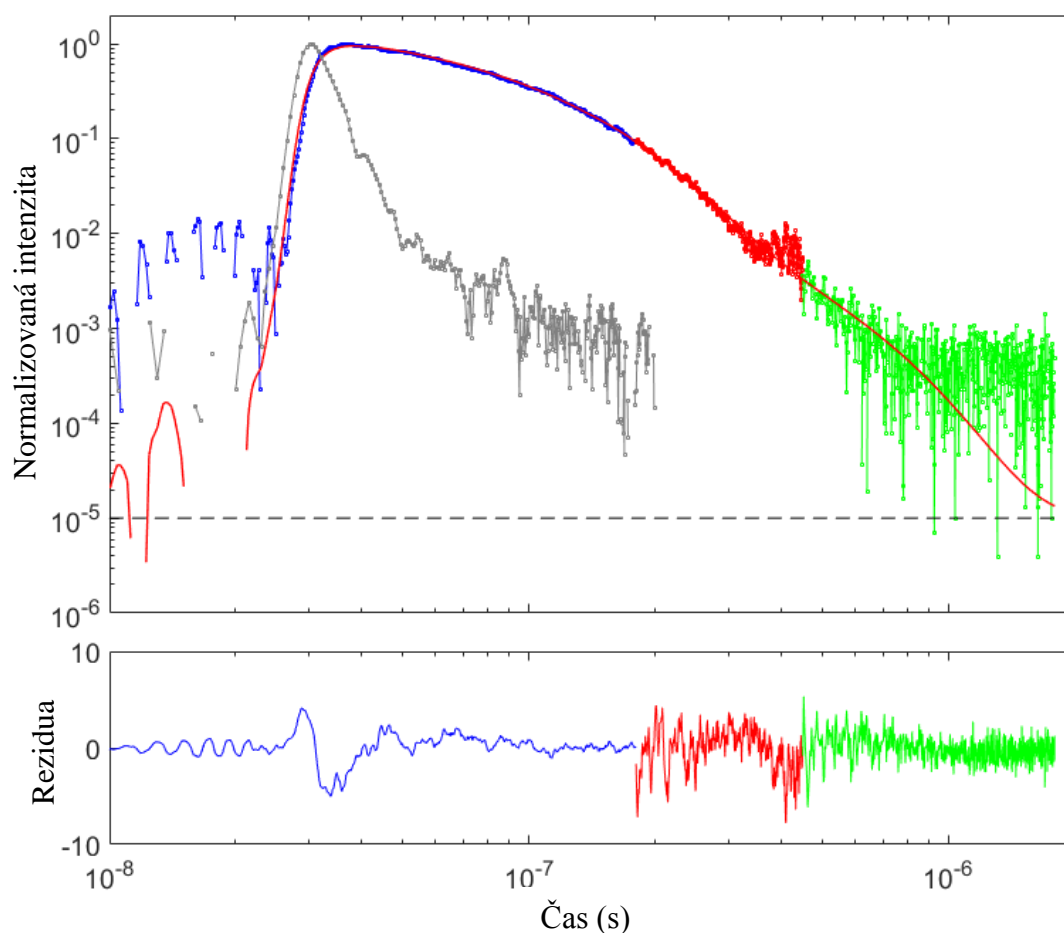
## 5.2 Měření s excitací dusíkovým laserem

Pro měření s excitací dusíkovým laserem byly použity filtry  $530 \pm 10$  nm a  $500 \pm 40$  nm. V uspořádání s dusíkovým laserem byly měřeny dosvity scintilátoru s různou excitační frekvencí laseru. Rozsahy, které byly použity pro všechna měření, jsou zobrazeny v tabulce 5.2.

Tabulka 5.2: Použité rozsahy pro měření  
dohasínání scintilátoru s excitací dusíkovým laserem

Číslo rozsahu	Napětí (V)	Čas (s)	Napěťový offset (V)	Časové zpoždění (s)
1	$1.00 \cdot 10^{-1}$	$2.00 \cdot 10^{-8}$	$3.15 \cdot 10^{-1}$	$8.00 \cdot 10^{-8}$
2	$5.00 \cdot 10^{-2}$	$5.00 \cdot 10^{-8}$	$1.70 \cdot 10^{-1}$	$2.00 \cdot 10^{-7}$
3	$5.00 \cdot 10^{-3}$	$2.00 \cdot 10^{-7}$	$3.70 \cdot 10^{-2}$	$8.00 \cdot 10^{-7}$

Na obrázku 5.3 je zobrazen průběh dohasínání pro nastavenou excitační frekvenci laseru 10 Hz a v dolní části obrázku jsou zobrazena rezidua. Barevné označení jednotlivých rozsahů v průběhu dosvitu i v zobrazených reziduiích odpovídá barevnému označení parametrů rozsahů v tabulce 5.2. Parametry příslušných exponenciál jsou zobrazeny v tabulce 5.3.



Obrázek 5.3: Dohasínání scintilátoru při excitaci dusíkovým laserem s frekvencí 10 Hz.  
Měřeno ve třech rozsazích.

*Tabulka 5.3: Parametry tří-exponenciální funkce aproximované pro dosvit scintilátoru měřený dusíkovým laserem s frekvencí 10 Hz*

n	Amplituda (-)	Doba života (s)
1	$1.19 \cdot 10^0$	$5.38 \cdot 10^{-8}$
2	$2.37 \cdot 10^{-2}$	$1.93 \cdot 10^{-7}$
3	$7.99 \cdot 10^{-5}$	$3.98 \cdot 10^{-7}$

Program nyní umožňuje měření s různým poměrem měřených dosvitů a pozadí, a proto je umožněno použití vyšší excitační frekvence, než dříve používané 2 Hz. V tabulce 5.4 jsou porovnány celkové časy měření pro různě nastavené frekvence s přiřazením zvoleného poměru měřených dosvitů a pozadí. Celkový počet naměřených dosvitů a pozadí pro každou frekvenci byl vždy 200 a 100. Průběh dosvitu při excitační frekvenci 10 Hz je zobrazen na obrázku 5.3 a další průběhy dosvitů při různých excitačních frekvencích jsou zobrazeny v příloze A.

*Tabulka 5.4: Porovnání celkové doby měření při různě zvolených excitačních frekvencích laseru*

Frekvence laseru (Hz)	Dosvit:Pozadí (počet)	Čas (min:s)
2	4:2	07:32
5	20:10	03:02
10	40:20	01:32
20	100:50	00:47



## 6 Diskuze

Pro měření dohasínání scintilátoru byla zvolena dvě různá experimentální uspořádání. Na prvním uspořádání s excitací měkkým rentgenovým zářením byly měřeny dosvity scintilátoru s různě nastaveným počtem opakování. To bylo měřeno z toho důvodu, abychom zjistili, zda se bude s rostoucím počtem opakování snižovat šum ve výsledném signálu. Z naměřených dosvitů (obr. 5.1, 5.2, A.1, A.2) je zřejmé, že při nízkém počtu opakování např. 5:2 je šum příliš velký. Naopak naměřený poměr 200:80 i 150:60 se zdá jako vhodný pro měření. Mezi těmito dvěma poměry je stále pozorovatelný rozdíl v množství šumu, ale další zvyšování počtu opakování vedoucí k výraznému prodloužení celkové doby měření již není žádoucí.

Z porovnání průběhů při nastaveném poměru měření 200:80 a 200:200 (obr. 5.1 a A.2) lze tvrdit, že pro stejnou výslednou kvalitu stačí naměřit menší počet průběhů pozadí, aniž by došlo k patrnému zašumění dat. Časový průběh pozadí je totiž v porovnání se signálem mnohem stabilnější, což je dáno zejména amplitudovou nestabilitou excitačního zdroje i vlastnostmi fotonásobiče. Díky nově upravenému programu je toto měření umožněno a může tak být výrazně zkrácena celková doba měření.

Druhé experimentální uspořádání s excitací dusíkovým laserem bylo zvoleno z důvodu demonstrace použitelnosti vytvořeného programu pro vyšší excitační frekvence. Dalším důvodem byla jeho menší experimentální náročnost, a proto bylo používáno v počátečních fázích testování programu. Díky vytvoření možnosti nastavení frekvence otevírání optické uzávěrky, může být prováděno měření s vyšší excitační frekvencí a tím může být značně urychlen proces měření.

Při porovnání průběhů měřených na obou experimentálních uspořádáních si lze všimnout, že při excitaci dusíkovým laserem je průběh fotoluminiscence mnohem kratší než při excitaci měkkým rentgenovým zářením. To je způsobeno tím, že zde nedochází ke zpoždění v důsledku transportní fáze scintilace.

Zadávání parametrů jednotlivých rozsahů měření dříve probíhalo zapisováním čísel v exponenciálním tvaru, což bylo příliš zdlouhavé. Proto se jako nejlepší řešení zdálo vytvoření možnosti nahrání tabulky s parametry rozsahů z textového souboru. Vzhledem ale k různým potřebám měření, kdy nemůžeme vždy použít stejné parametry a bylo by proto nutné přepisovat hodnoty v textovém souboru, byla vytvořena druhá možnost zadávání. Uživatel si jednotlivé parametry napětí a času navolí v rozbalovací nabídce a napěťový offset a časové zpoždění budou automaticky dopočítány.

Průběžné zobrazování měřených dat bylo zvoleno tak, aby mohl uživatel kontrolovat jednotlivé cykly měření a porovnávat je s ostatními doměřenými cykly. Také vytvoření grafu postupně vykreslujícího celkový výsledek měření ze všech cyklů umožňuje uživateli kontrolu celého procesu měření.

## 7 Závěr

Byl vytvořen program pro automatické ovládání optické uzávěrky v průběhu měření časově rozlišené spektroskopie scintilátorů. Byla vyřešena synchronizace otevírání a zavírání uzávěrky se zápisem dat do příslušných tabulek. Vznikla tak možnost volby střídání měřených signálů a pozadí. Celý proces měření tak může být urychlen například použitím vyšší excitační frekvence, nebo jen nastavením vhodné střídání pro měření. Konečným zprůměrováním a odečtením pozadí bylo dosaženo zmenšení chyby měření a výsledná upravená data jsou ukládána do zvolené cesty souboru.

Pro zadávání parametrů rozsahů před spuštěním měření byl vytvořen nový systém, který nabízí uživateli dvě možnosti. Matice s parametry jednotlivých rozsahů může být nahrána ze souboru, což je výhodné v případě potřeby měření ve stejných rozsazích, jako již bylo dříve měřeno. Další možností je navolení parametrů rozsahů v rozbalovací nabídce, kde si uživatel zvolí pouze napětí a čas ke každému rozsahu a ostatní parametry jsou automaticky přiřazeny.

Pro možnost kontroly signálů v průběhu měření byly vytvořeny grafy zobrazující měřená data již s odečteným pozadím. Uživatel může sledovat porovnání průběhů z jednotlivých cyklů měření se všemi do té doby doměřenými průběhy, což dává uživateli možnost pozorování případného odchýlení určitého cyklu. V dalším grafu jsou postupně vykreslovány výsledné průběhy z jednotlivých rozsahů a zobrazují nám tak konečný výsledek měření.

Pomocí vytvořeného programu bylo měřeno dohasínání scintilátoru LuAG:Ce na dvou experimentálních uspořádáních a to s excitací měkkým rentgenovým zářením a dále s excitací UV dusíkovým laserem. Bylo provedeno měření s různým nastavením střídání a dále s použitím vyšší excitační frekvence, což celý proces měření velmi urychlilo.

## Seznam použité literatury

- [1] M. NIKL, Scintillation detectors for x-rays, *Measurement Science and Technology*, Vol. 17, No. 4, 2006, R37–R54 s, doi:10.1088/0957-0233/17/4/R01
- [2] P. BENEDIKT Time-resolved luminescence spectroscopy of scintillators excited by SXR pulses. Kladno, 2014. Diploma thesis.
- [3] I. PELANT, *Luminiscenční spektroskopie: I. Objemové krystalické polovodiče*. Praha: Academia, 2006. ISBN 80-200-1447-0.
- [4] P. DUB, J. SPOUSTA a J. ZLÁMAL, *Kvantová mechanika*. Brno: ÚFI FSI VUT, 2004.
- [5] P. BRŮŽA, V. FIDLER a M. NIKL, Table-top instrumentation for time-resolved luminescence spectroscopy of solids excited by nanosecond pulse of soft X-ray source and/or UV laser. *Journal of Instrumentation*. 2011(6), 12.
- [6] H. FENG, Optical, scintillation properties and defect study of Gd<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub>:Ce single crystal grown by floating zone method. *Physica B: Condensed Matter*. 2013 (Vol. 411), 114–117.
- [7] M. WAHL, Time-Correlated Single Photon Counting. *PicoQuant GmbH*. 2014, 14.
- [8] H. WEI, Temperature dependence spectroscopic study of Ce-doped Cs<sub>3</sub>LaCl<sub>6</sub> and Cs<sub>3</sub>LaBr<sub>6</sub> scintillators. *Journal of Luminescence*. 2015, (160), 64–70.
- [9] V. B. MIKHAILIK, V. KAPUSTYANYK, V. TSYBULSKYI, V. RUDYK, H. KRAUS, Luminescence and scintillation properties of CsI -- a potential cryogenic scintillator. *Physica Status Solidi*. 2015, 252(4), 804–810. doi: 10.1002/pssb.201451464.
- [10] C. EIJK, Inorganic scintillators in medical imaging. *Institute of physics publishing*. 2002(47), 22.
- [11] S. L. DAVID a I. G. VALAIS, X-ray Luminescence Efficiency of GAGG:Ce Single Crystal Scintillators for use in Tomographic Medical Imaging Systems. *Journal of Physics*. 2015, (637), 4. doi: 10.1088/1742-6596/637/1/012004.
- [12] *SpitLight Standard: SpitLight Standard* [online]. InnoLas Laser, 2015 [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: <http://www.innolas-laser.com/Products/Lamp-Pumped-Lasers/SpitLight-Standard.html>

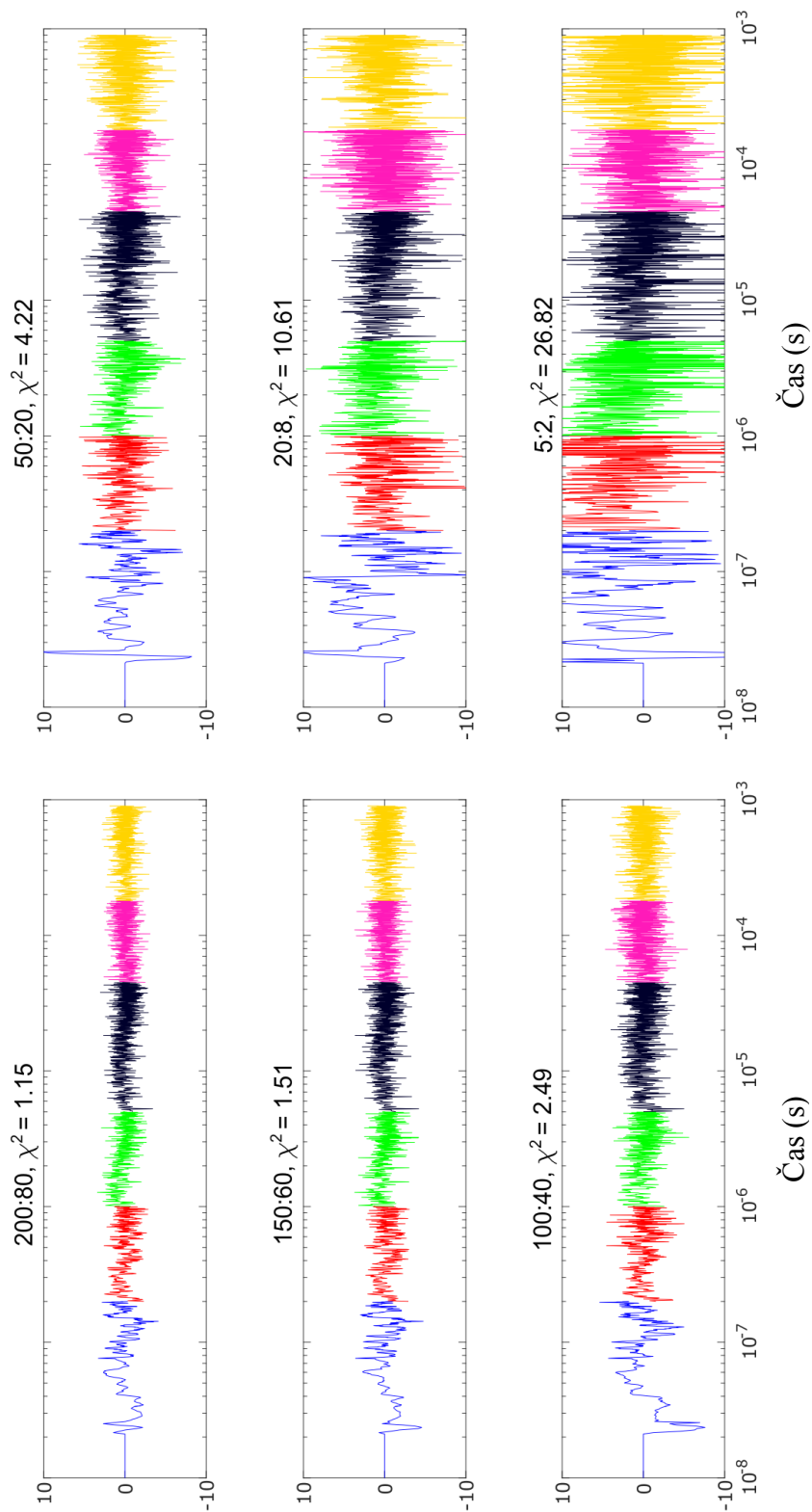
- [13] THORLABS. *SH1 and SH1/M Ø1" Beam Shutter User Guide* [online]. Rev C, 2014 [cit. 2017-04-26]. Dostupné z: [https://www.thorlabs.com/drawings/9c6ec72045bc96c8-B611F481-5056-2306-D930AA41CD6ADC75/SH1\\_M-Manual.pdf](https://www.thorlabs.com/drawings/9c6ec72045bc96c8-B611F481-5056-2306-D930AA41CD6ADC75/SH1_M-Manual.pdf)
- [14] *NI USB-6008/6009 User Guide* [online]. Texas: National Instruments, 2015 [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: <http://www.ni.com/pdf/manuals/371303n.pdf>
- [15] *Hamamatsu: Photomultiplier tube* [online]. Japan: Hamamatsu Photonics K.K., 2010 [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: <https://www.hamamatsu.com/us/en/R7056.html>
- [16] Nuclear Security Science and Policy Institute. In: *Scintillation Detectors* [online]. Texas A&M University College Station: NSSPI, 2016 [cit. 2016-12-26]. Dostupné z: <http://nsspi.tamu.edu/>
- [17] InfiniiVision 7000A Series Oscilloscopes. *Agilent Technologies* [online]. USA, 2012 [cit. 2017-04-29]. Dostupné z: <http://literature.cdn.keysight.com/litweb/pdf/5989-7736EN.pdf?id=1373609>
- [18] THORLABS. *DET10A(/M) Si Biased Detector* [online]. 2014 [cit. 2017-05-13]. Dostupné z: <http://telab.vuse.vanderbilt.edu/docs/specs/DET10A-Manual.pdf>
- [19] *Operatiing Manuall Niitrogen Laser MNL100*. Berlin: LTB Lasertechnik Berlin, 2006.
- [20] *LTB Lasertechnik Berlin* [online]. Berlin: LTB Lasertechnik Berlin [cit. 2017-04-19]. Dostupné z: <http://www.ltb-berlin.de/>
- [21] *Learn LabVIEW: intro to graphical programming in NI LabVIEW* [online]. National Instruments Corporation, 2017 [cit. 2017-04-07]. Dostupné z: <http://www.ni.com/getting-started/labview-basics/>
- [22] J. VLACH, J. HAVLÍČEK, M. Vlach, *Začínáme s LabVIEW*. 1. Praha: Nakladatelství BEN, 2008. ISBN 978-80-7300-245-9.
- [23] NATIONAL INSTRUMENTS CORPORATION. *LabView User manual* 2003 [cit. 2016-12-30]. ISBN 320999E-01. Dostupné z: <http://www.ni.com/pdf/manuals/320999e.pdf>
- [24] Traps and timing characteristics of LuAG:Ce<sup>3+</sup> scintillator. *Physica Status Solidi*. 2000, 181(R10), 3.

[25] M. Nikl, A. Yoshikawa, K. Kamada, K. Nejezchleb, C. R. Stanek, J. A. Mares, K. Blazek, Development of LuAG-based scintillator crystals – A review. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*. 2013, (59), 47-72.

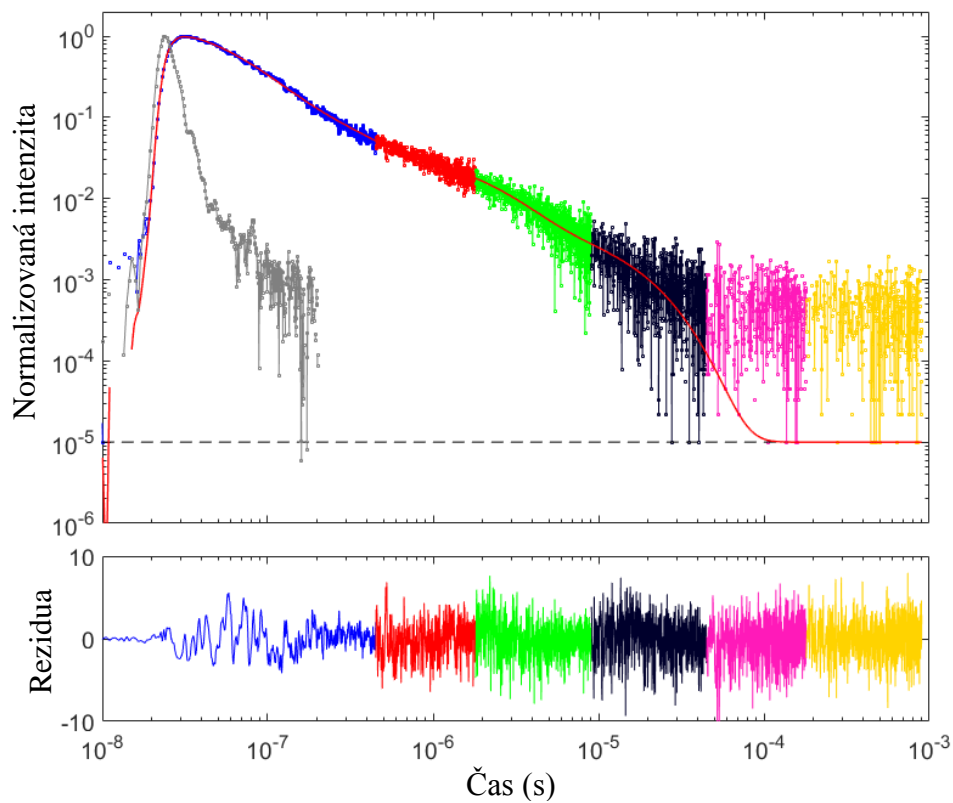
[26] M. Nikl, V. Babin, J. Pejchal, V. V. Laguta, M. Buryi, J. A. Mares, K. Kamada, S. Kurosawa, A. Yoshikawa, D. Panek, T. Parkman, P. Bruza, K. Mann, M. Müller, The Stable Ce<sup>4+</sup> Center: A New Tool to Optimize Ce-Doped Oxide Scintillators, *IEEE TRANSACTIONS ON NUCLEAR SCIENCE*, Vol. 63, No. 2, 2016, April, 433-43

[27] V. YAKOVLEV, Time-resolved spectroscopy of CsI(CO<sub>3</sub>) scintillator. *Journal of Luminescence*. 2016, (173), 34–37.

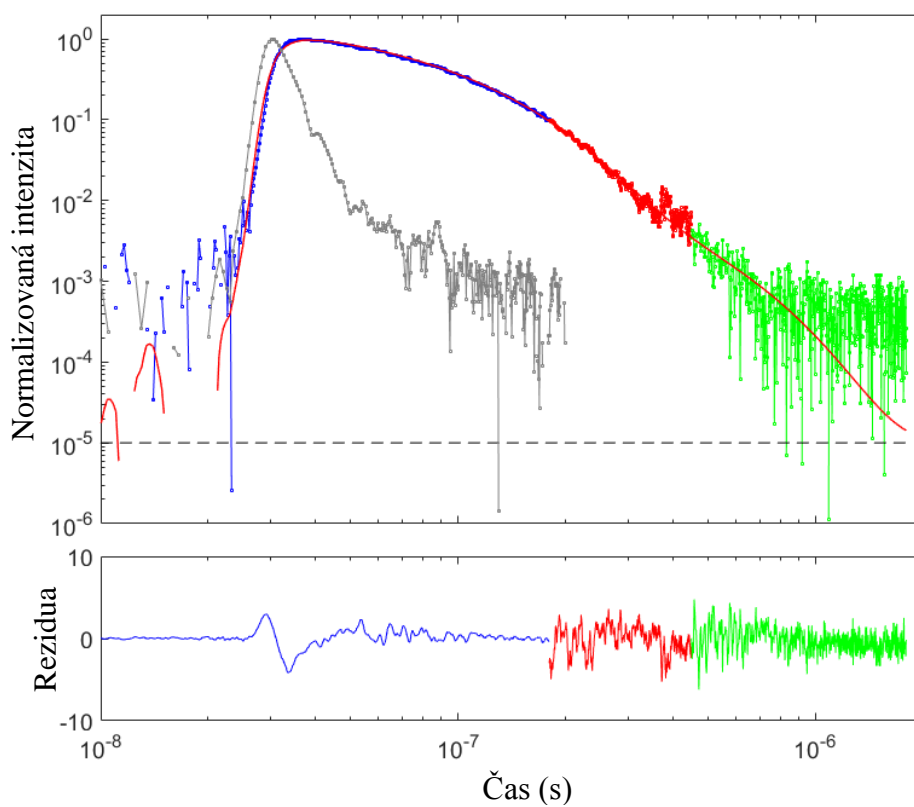
## Příloha A: Grafy dosvitů a reziduí



Obrázek A.1: Porovnání reziduí pro různé poměry naměřených signálu a pozadí při excitaci SXR

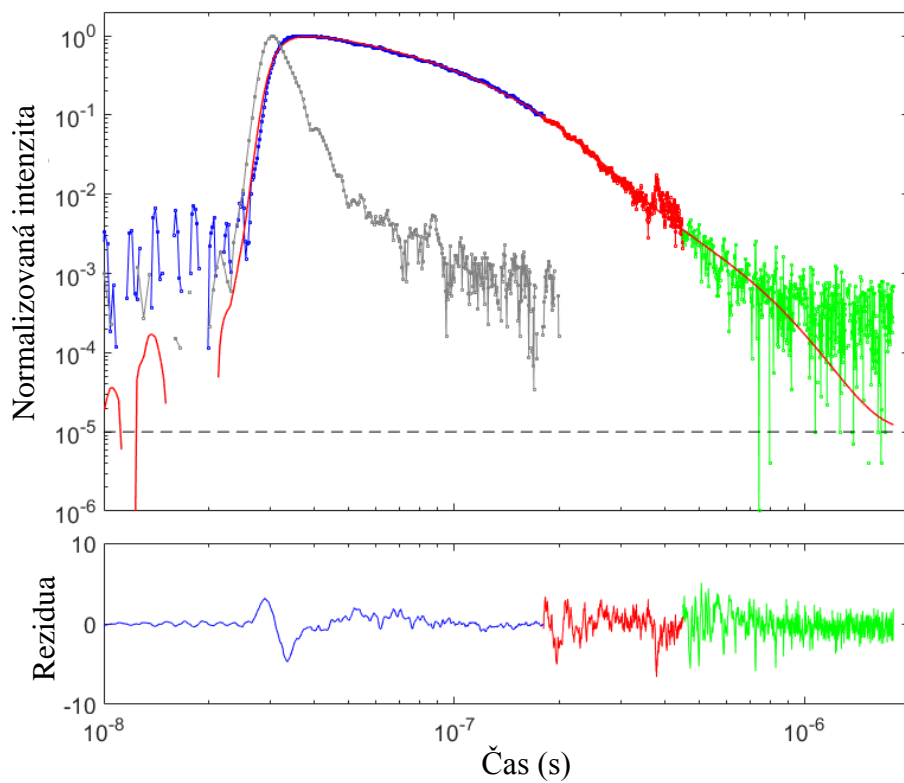


Obrázek A.2: Dohasínání scintilátoru při excitaci SXR v měřeném poměru 1:1 (signálu:pozadí), celkem 200 měřených průběhů.

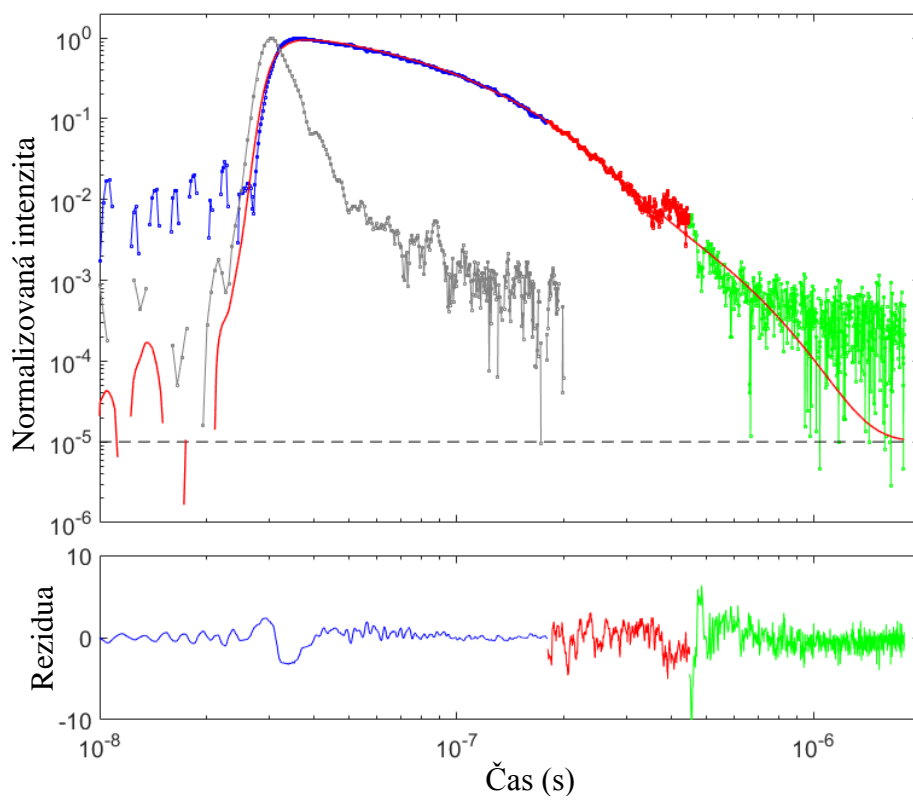


Obrázek A.3: Dohasínání scintilátoru při excitaci dusíkovým laserem s frekvencí 2 Hz.





Obrázek A.4: Dohasínání scintilátoru při excitaci dusíkovým laserem s frekvencí 5 Hz.



Obrázek A.5: Dohasínání scintilátoru při excitaci dusíkovým laserem s frekvencí 20 Hz.