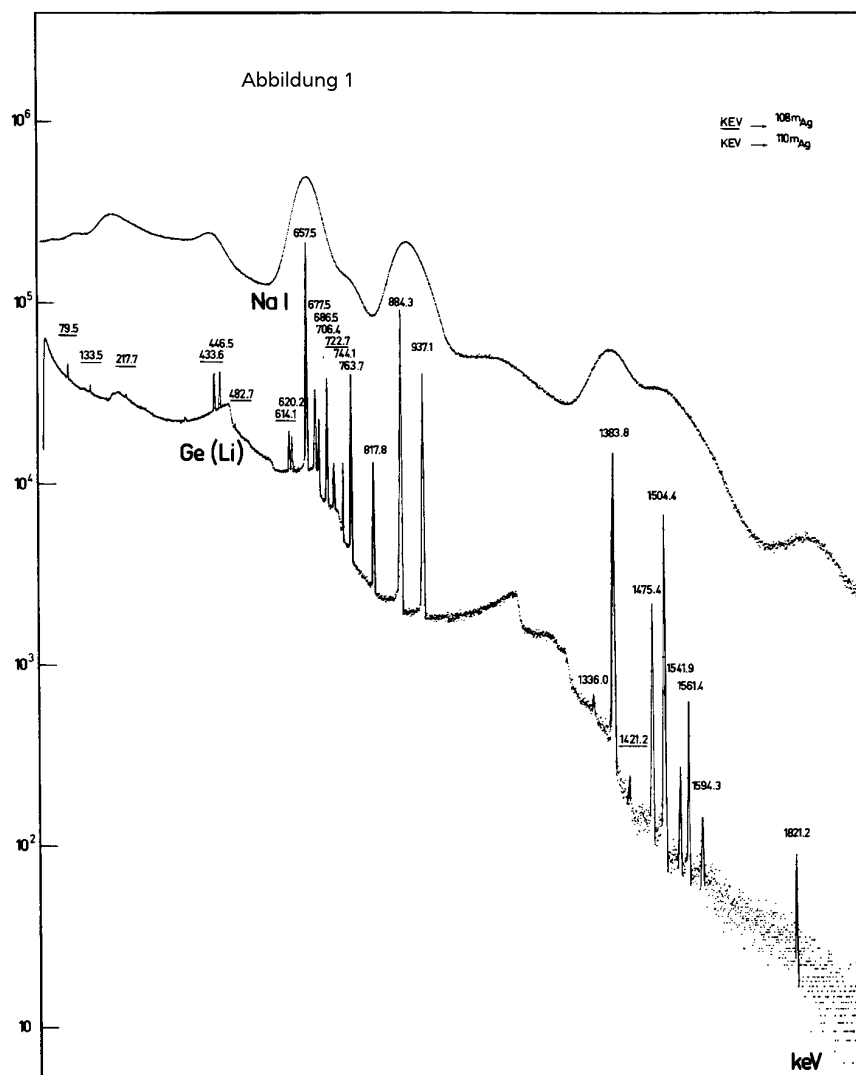
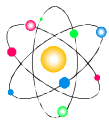
**Versuch 1.12****Hochauflösende Gammaskopie****1. Grundlagen:**

Für gammaskopische Aufgaben wird heute zunehmend der hochauflösende Reinst - Germanium - Detektor eingesetzt. Gegenüber dem Szintillationsdetektor wird eine wesentlich bessere Energieauflösung erzielt, d.h. die Gesamtabsorptionslinien erscheinen im Spektrum nicht als relativ breite Peaks, sondern eher als dünne Linien. Die Energielagen können daher im Vergleich zur Szintillationsspektroskopie wesentlich genauer festgelegt werden. Diesem sehr wichtigen Vorteil steht jedoch ein Nachteil gegenüber: Die Nachweiswahrscheinlichkeit, d.h. die Wahrscheinlichkeit, mit der die Photonen einen Impuls in der Gesamtabsorptionslinie hervorrufen, ist geringer. Trotzdem sind die Eigenschaften eines modernen Germaniumdetektors jedem Szintillationsdetektor weit überlegen.

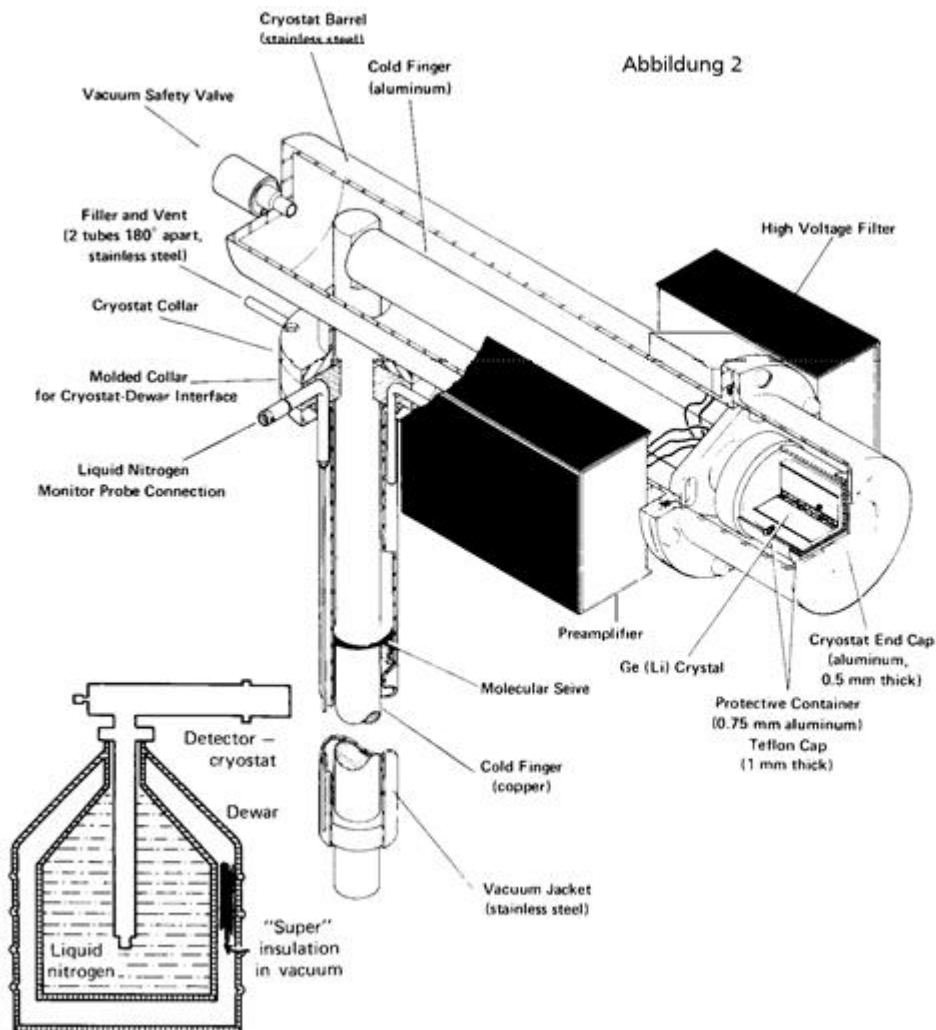
In Abb.1 ist ein Vergleich zwischen einem Natrium Jodid Szintillationsspektrum und einem hochaufgelösten Spektrum eines Ge(Li) Detektors gezeigt. Deutlich ist zu erkennen: Im Spektrum des Germaniumdetektors sind wesentlich mehr Peaks zu finden und daher auch wesentlich mehr Informationen zu entnehmen. Als Strahlenquelle dienten die Nuklide  $^{108m}\text{Ag}$  und  $^{110m}\text{Ag}$ .

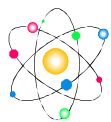




### Aufbau des Germaniumdetektors:

Typisch sind zylindrische Reinst-Germanium-Kristalle von ca. 6 cm Durchmesser und 8 bis 10 cm Höhe. Der Germaniumkristall stellt im Prinzip eine spezielle, großvolumige Diode dar, die in Sperrichtung gepolt ist. Im Ruhezustand fließt daher kein nennenswerter Strom, zumal der Detektor im Betrieb durch flüssigen Stickstoff auf sehr niedrigen Temperaturen gehalten wird. Trifft ein Photon im Innern des Germaniums ein Elektron, wird das freigeschossene Elektron auf kurzer Wegstrecke abgebremst, wobei es eine Ionisationsspur bildet. Die freien Ladungsträger rufen einen Stromimpuls hervor, dessen Amplitude der Energie des Elektrons exakt proportional ist. Dieser Stromimpuls wird verstärkt und in einem Vielkanalanalysator gemessen. Abb.2 zeigt einen Schnitt durch einen Detektorkopf. Die bessere Energieauflösung ergibt sich, da im Germanium pro absorbierte Energie wesentlich mehr freie Elektronen gebildet werden als z.B. im NaJ-Kristall des Szintillationsdetektors. Der hochauflösende Germanium - Detektor wird nicht nur in der Forschung, der Medizin, im Strahlenschutz, der Kerntechnik und im gesamten Bereich des Umweltschutzes eingesetzt. Typische Anwendungen im industriellen Bereich sind: Entwicklung und Qualitätsüberwachung von Reinststoffen in der Halbleitertechnologie, Spurenanalytik sowie in der Verfahrenstechnik On-Line Prozeßüberwachung.





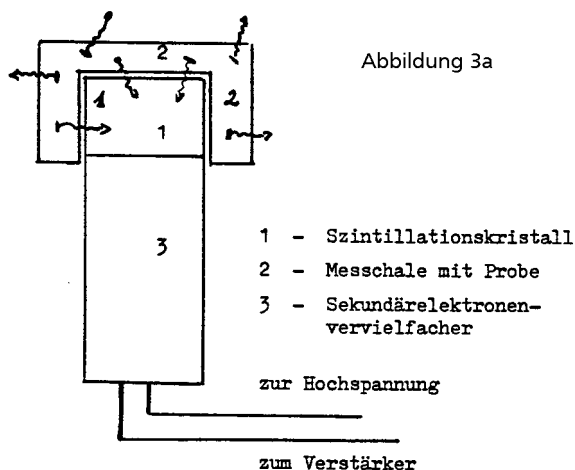
## 2. Versuchsdurchführung:

Der Versuch wird in Gruppen zu maximal 6 Personen durchgeführt, da nur eine Anlage (Kostenpunkt 100 000.- €) zur Verfügung steht. Die Apparatur besteht aus den folgenden wesentlichen Teilen:

1. Reinst - Germanium Detektor mit Vorverstärker
2. Kryostat mit flüssigem Stickstoff
3. Elektronik mit Netzteil, Hochspannung und Verstärker
4. Vielkanalanalysator bzw. NIM Einschubmodul mit max 8k (8192) Kanälen
5. PC Rechnersystem mit Drucker, Plotter etc.
6. Diverse Software zur automatischen Analyse
7. Bleiburg mit mindestens 10 cm Wanddicke aus strahlungsarmen Blei

Zur Funktion des Vielkanalanalysators siehe die Beschreibung von [Versuch 1.8](#). Dieses Gerät gestattet während der Messung die visuelle Betrachtung der entstehenden Strahlenspektren.

Während des Praktikums wird die Aufnahme und die automatische Analyse eines hochaufgelösten Gammaspektrums demonstriert.



Meist werden die zu messenden Proben (Schüttgüter, Flüssigkeiten u.ä.) in sog. Ringschalen mit 250 ml bis zu 1000 ml Inhalt gefüllt, um eine günstige Meßgeometrie (d.h. möglichst nahe am Detektor) zu bekommen. Die Ringschalen werden direkt über den Detektor gestülpt, so daß die von der Probe emittierten Photonen relativ oft direkt in den Germaniumkristall gelangen. Abbildung 3a zeigt den Aufbau. Wegen der geringen Ordnungszahl von Germanium fliegen viele dieser Photonen jedoch ohne Wechselwirkung durch den Detektor hindurch, rufen also keine Impulse im Spektrum hervor. Aus diesem Grund ist die Nachweiswahrscheinlichkeit relativ gering.

## 3. Energiekalibrierung

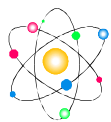
Um das System einsatzfähig zu machen, ist es nötig, eine Energiekalibrierung durchzuführen. Diese gibt den Zusammenhang zwischen den „Kanälen“ des Vielkanalanalysators und der Energie der Strahlung. Ausführlich ist dies für die Szintillationsspektroskopie in [Versuch 1.8](#)

beschrieben. Wegen der hohen Energieauflösung des Germaniumdetektors wird der Messbereich von 0 bis 2000 keV hier in 4096 Intervalle, Kanäle genannt, eingeteilt. Es ergibt sich ein im wesentlichen linearer Zusammenhang zwischen Kanalnummer und Energie. Um jedoch die erreichbare Genauigkeit voll auszuschöpfen, wird zusätzlich ein quadratischer Term mitgenommen. Die Energiekalibrierung erfolgt mit den Nukliden Co-60 (1173, 1332keV), Cs-137 (662keV) Am-241(60keV) und Eu-152.

Die Kalibriergleichung hat die Form:

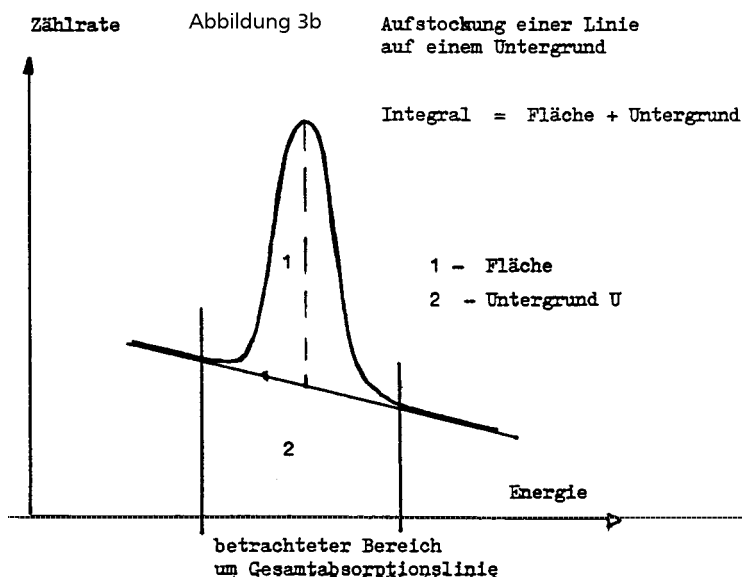
$$W_{\text{Gamma}} = C_0 + C_1 \cdot \text{Kanalnummer} + C_2 \cdot (\text{Kanalnummer})^2$$

$C_0$ ,  $C_1$  und  $C_2$  sind von der Einstellung der Apparatur (Verstärkung der Impulse) abhängige Konstanten.



#### 4. Nachweiswahrscheinlichkeit:

Um nicht nur unbekannte Radionuklide zu identifizieren, sondern auch die in der Probe befindlichen Aktivitäten quantitativ zu bestimmen, muss jeder Detektor nicht nur bezüglich der Energie kalibriert sein, sondern auch hinsichtlich der Nachweiswahrscheinlichkeit NWW. Dies soll am Beispiel von wässrigen Flüssigkeiten erläutert werden, die in der Geometrie "Ein-Liter-Ringschale" gemessen werden sollen. Zuerst wird eine Lösung von genau bekannten Aktivitäten einiger Radionuklide, die mit den von ihnen emittierten Linien den gewünschten Energiebereich (meist 0 - 2000 keV) überdecken, hergestellt (oder gekauft) und genau ein Liter in die Ringschale gebracht. Diese heißt "Kalibrier-Ringschale". Nach ausreichender Meßzeit kann man dann sehen, wieviel Impulse in den einzelnen Gesamtabsorptionslinien der Radionuklide gesammelt wurden. Daraus kann die Nachweiswahrscheinlichkeit NWW als Funktion der Energie der Strahlungen errechnet werden. (In [Versuch 1.13](#) wird die Bestimmung der NWW ausführlicher dargestellt.)



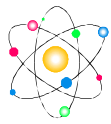
Wie bei der Szintillationspektroskopie bilden die Gesamtabsorptionslinien Glockenkurven, die sich auf einem Untergrund aufstocken, siehe Abb.3b. Man muß also für jeden Peak unterscheiden:

1. die Fläche  $Z$ , dies ist die eigentlich interessierende Zahl der von der jeweiligen Strahlung im Detektor in der Gesamtabsorptionslinie hervorgerufenen Impulse.
2. den Untergrund  $U$ , das ist eine gewisse Anzahl von Impulsen im Untergrundtrapez
3. Die Summe von Untergrund und Fläche heißt Integral  $I$ , und es gilt  $I = U + Z$ .

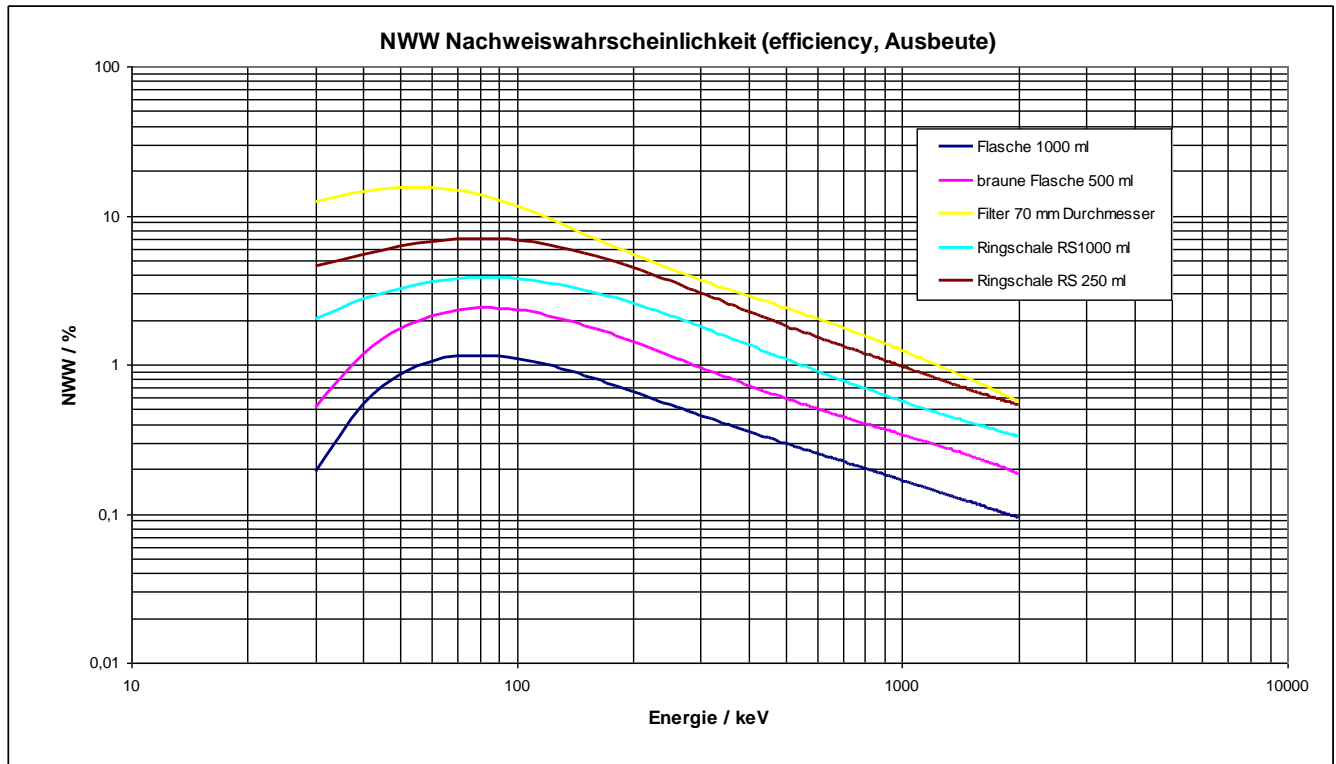
Die Aktivität  $A$  eines Radionuklids in der Kalibrier-Ringschale, die Emissionswahrscheinlichkeit  $p$  einer zugehörigen emittierten Gammastrahlung, die Messzeit  $t$ , die Zahl der registrierten Impulse in der Gesamtabsorptionslinie  $Z$  (genannt Area oder Fläche) und die Nachweiswahrscheinlichkeit NWW stehen in folgender Beziehung:

$$\text{Fläche } Z = A * p * \text{NWW} * t$$

Die Nachweiswahrscheinlichkeit hängt im Wesentlichen von der Messgeometrie und der Energie der Strahlung ab, weniger stark von den Eigenschaften der Probe (Dichte, Feuchtegehalt, mittlere Ordnungszahl) ab. So gelten die in Abbildung 4 dargestellten Kurven, die für wässrige Proben (Dichte  $1,0 \text{ g/cm}^3$ ) erstellt wurde, in guter Näherung für allerlei Proben mit der Dichte bei etwa  $0,8$  bis  $1,4 \text{ g/cm}^3$ .



**Abbildung 4** Nachweiswahrscheinlichkeit NWW als Funktion der Energie für wässrige Flüssigkeiten. Reinstgermaniumdetektor 18% des Isotopenlabores.

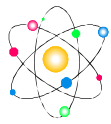


## 5. Bestimmung der spezifischen Aktivität einer Probe:

Die Messergebnisse werden üblicherweise spezifisch angegeben, d.h. in Becquerel pro Kilogramm (Bq/kg) oder Becquerel pro Liter Bq/l. Aus obiger Gleichung folgt:

$$\text{Spezifische Aktivität } a = \frac{A}{m} = \frac{\text{Zahl der Impulse } Z}{p * \text{NWW} * t * m}$$

Bei geringen spezifischen Aktivitäten, wie sie in vielen Umweltproben zu finden sind, werden oft lange Messzeiten bis zu einigen Stunden, bisweilen auch von Tagen benötigt. Aus diesem Grund müssen für die Durchführung des Praktikums einige schon vorher gemessene und abgespeicherte Spektren benutzt werden.



## 6. Aufgaben:

Hinweis: Man beachte bei der Auswertung auch die Ausführungen für [Versuch 1.13](#)

### 6.1 Kalibrierung der Nachweiswahrscheinlichkeit.

Während des Praktikums soll zumindest für einen Energiepunkt die Nachweiswahrscheinlichkeit für die Ein-Liter-Ringschalengeometrie mit Fehler (Vertrauensgrenzen nach DIN 1319, siehe Kapitel 5.3) bestimmt werden, z.B. für die Strahlungsenergie des Radionuklids Cäsium-137 bei  $W_\gamma = 661,6$  keV.

NWW für  $W_\gamma = 661,6$  keV:

Für die Kalibrierung der NWW bei dieser Energie stehen drei 1-Liter-Kalibrierschalen mit den folgenden Cäsium-137- Aktivitäten zur Verfügung:

- Cäsium-137, Aktivität  $A = \text{ca. } 10\,000$  Bq am 01.01.86
- Cäsium-137, Aktivität  $A = \text{ca. } 20\,000$  Bq am 01.01.86
- Cäsium-137, Aktivität  $A = \text{ca. } 30\,000$  Bq am 01.01.86

In den betreffenden Ringschalen ist das aktive Cäsium-137 als Chlorid in destilliertem Wasser gelöst. Die Freigrenze von Cs-137 liegt bei  $5,0 \cdot 10^4$  Bq, es ist daher kein besonderer Strahlenschutz beim Umgang mit den Kalibrierschalen nötig.

Man sammle für jede der verschiedenen zur Verfügung stehenden Kalibrierschalen einen Messwert, der mindestens  $Z = 10\,000$ , das heißt 10 000 registrierte Impulse in der Gesamtabsorptionslinie, enthält. Der Wert für NWW errechnet sich mit Hilfe des bekannten p-Wertes für Cäsium-137:

Emissionswahrscheinlichkeit  $p = 0,8512$ . Durch eine graphische Darstellung  $NWW = f(A)$  zeige man die Unabhängigkeit des Wertes der NWW von der Aktivität.

### 6.2: Messungen.

Jede Gruppe hat die Möglichkeit, eine Probe ihrer Wahl etwa eine Woche vor Durchführung des Praktikums im Labor für Isotopentechnik abzugeben. Die Proben werden dann rechtzeitig vorher mit Messzeiten bis zu einem Tag gemessen, die entstandenen Spektren gespeichert. Die Proben sollten in geeigneter Form vorliegen, d.h. leicht in die Ringschalen einfüllbar sein. Alle Arten von Materialien, z.B. Umwelt- und Lebensmittelproben können hinsichtlich ihres Gehalts an natürlichen und künstlichen Radionukliden analysiert werden. So fällt es - wenn es in einer Probe vorhanden ist - nicht schwer, das künstliche Atomwaffen- und Tschernobyl-Radionuklid Cäsium-137 nachzuweisen. Noch leichter fällt der Nachweis des natürlichen Radionuklids Kalium-40.

#### 6.2.1: Bestimmung der Radionuklide.

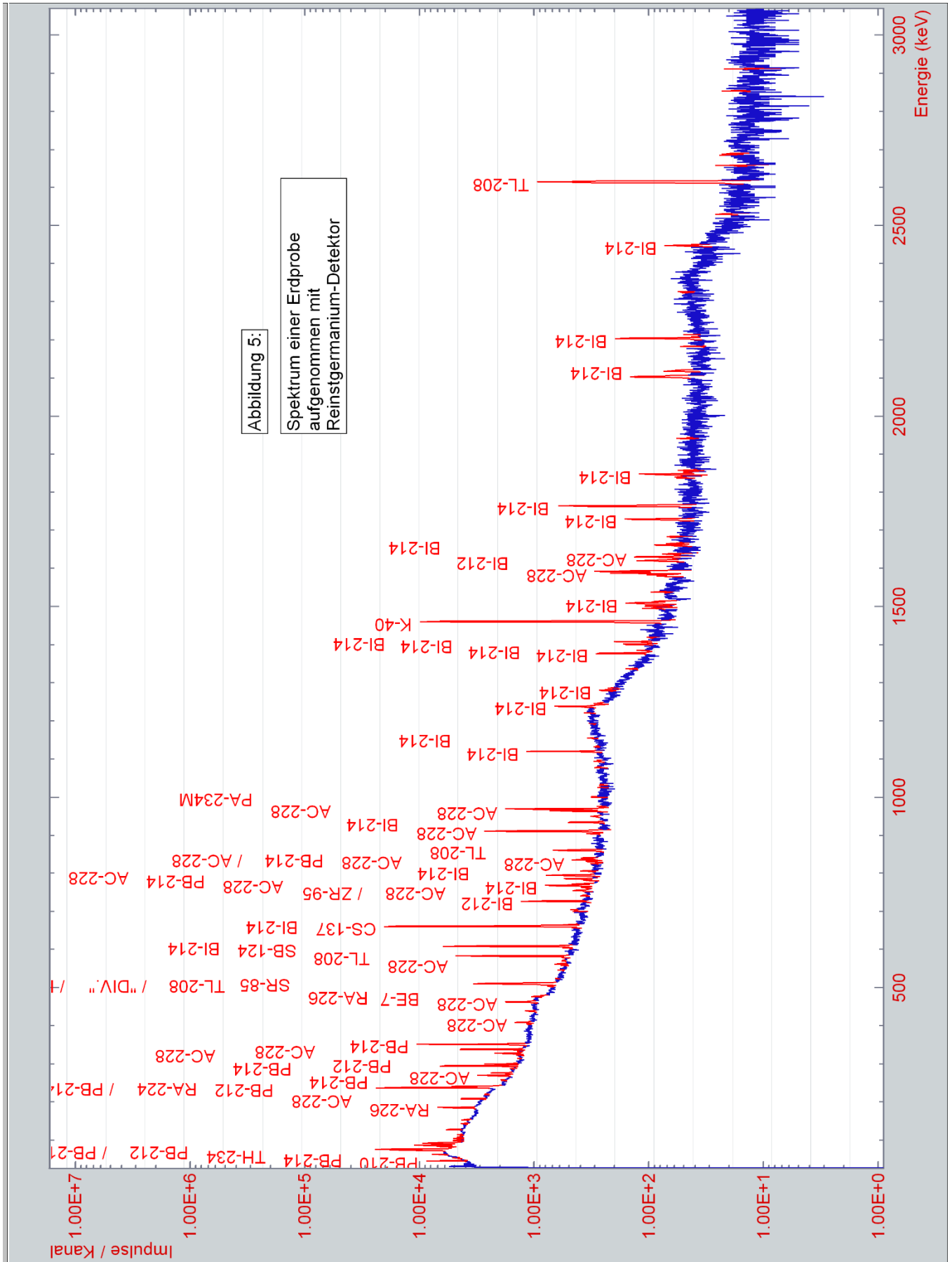
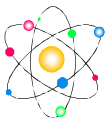
Es sollen die in der Probe nachgewiesenen künstlichen und natürlichen Radionuklide identifiziert werden. Dazu werden die Spektren mit Hilfe des Rechnersystems in Bezug auf die Energien der gefundenen Gesamtabsorptionslinien (Peaks) analysiert. Für jedes Spektrum wird weiterhin eine Graphik (Digitalplotter oder Drucker) ausgegeben.

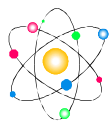
Mit Hilfe einer geeigneten Nuklibibliothek sind alle stärkeren Peaks den Radionukliden zuzuordnen. Alle eindeutig einem Radionuklid zugeordneten Peaks sind auf der Graphik zu kennzeichnen. Als Beispiel kann das Spektrum einer Erdprobe in Abb. 5. dienen. Weiterhin ordne man gefundene natürliche Radionuklide soweit möglich den natürlichen Zerfallsreihen zu.

Hinweis: Wegen der Vielzahl der Peaks zeichnet man am besten eine Kalibriergerade in das Spektrum ein. Man prüfe sorgfältig, ob für jedes Nuklid auch jede im Messbereich liegende stärkere Gesamtabsorptionslinie zu finden ist. Wenn nicht, ist es mit Sicherheit ein anderes Radionuklid.

#### 6.2.2: Bestimmung der spez. Aktivität.

Für jedes eindeutig identifizierte Radionuklid bestimme man anhand der stärksten registrierten Gesamtabsorptionslinie (Peak mit der größten Zahl der registrierten Impulse) die spezifische Aktivität.





### 6.3: Bestimmung des Kaliumgehalts in einer Probe.

Die starke Gammastrahlung des Kalium-40 bei  $W_\gamma = 1461 \text{ keV}$  wird in der Industrie häufig zu Kaliumbestimmungen („Kalimetrie“) benutzt. Beispielhaft soll hier der Kaliumgehalt einer Kaliumsalzlösung bestimmt werden. Dazu wird eine im Praktikum zur Verfügung stehende 1-Liter-Ringschale mit einer Lösung von Kaliumchlorid gemessen. Die Messung sollte solange durchgeführt werden, bis im Kaliumpeak mindestens 1000 Impulse gesammelt sind.

Hinweis: Natürliches Kalium besteht immer aus den Isotopen:

- a). Kalium-39, Isotopenhäufigkeit  $h = 93.260 \%$ , stabil,
- a). Kalium-40, Isotopenhäufigkeit  $h = 0.012 \%$ , radioaktiv,
- a). Kalium-41, Isotopenhäufigkeit  $h = 6.728 \%$ , stabil.

Die Halbwertszeit des Kalium-40 beträgt  $1,28 \cdot 10^9$  Jahre, die Emissionswahrscheinlichkeit  $p=0,107$ . Aus der Gemessenen Zählrate für Kalium-40 wird auf die Aktivität geschlossen, daraus auf die Masse des Kalium-40. Wegen der konstanten Isotopenverhältnisse kann die gesamte Kaliummasse berechnet werden. Man gebe einen Fehler für das Ergebnis an! Die Fehler von  $h$ ,  $p$ ,  $N_{WW}$  etc. können mit einer empirischen Standardabweichung von 1% angesetzt werden.

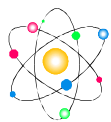
Literatur:

- [Versuch 1.8](#)
- [Versuch 1.13](#)

Tabelle einiger Gamma - Energien in Umweltproben nach Energie geordnet aus PTB Bericht Ra 16/4

Zerfallsreihe	Nuklid Name	Energie in keV	Emissionswahrscheinlichkeit	Unsicherheit
TH-232	BI-L	12,4	0,142	5
TH-232	RA-L	14,3	0,091	13
TH-232	TH-L	15,5	0,41	4
U-235/AC-227	TH-231	25,64	0,146	3
U-238/RA-226	PB-210	<b>46,54</b>	0,0424	4
U-235/AC-227	TH-227	50,13	0,079	9
U-238/RA-226	TH-234	63,28	0,041	7
TH-232	BI-KA2	74,81	0,105	4
U-238/RA-226	BI-KA	76,5	0,163	4
TH-232	BI-KA1	77,11	0,177	6
U-235/AC-227	RN-KA2	81,1	0,150	4
U-235/AC-227	RN-KA1	83,8	0,248	6
U-235/AC-227	TH-231	84,21	0,0671	10
TH-232	BI-KB	87,3	0,081	3
U-238/RA-226	BI-KB	88,3	0,0494	12
U-235/AC-227	RA-KA1	88,5	0,030	3
TH-232	TH-KA2	89,95	0,034	8
U-238/RA-226	TH-234	92,37	0,0242	15
U-238/RA-226	TH-234	92,79	0,0239	15
TH-232	TH-KA1	93,35	0,056	13
U-235/AC-227	RN-KBL	94,6	0,088	3
U-235/AC-227	RN-KB2	97,6	0,028	1
TH-232	TH-KB	106,3	0,027	6
TH-232	AC-228	129,07	0,0245	19
U-235/AC-227	U-235	143,76	0,1096	8
U-235/AC-227	RA-223	144,23	0,0322	8
U-235/AC-227	RA-223	154,21	0,0562	16
U-235/AC-227	U-235	163,33	0,0508	4
U-235/AC-227	U-235	<b>185,72</b>	0,572	5
U-238/RA-226	RA-226	<b>186,10</b>	0,0351	6
U-235/AC-227	U-235	205,31	0,0501	5
TH-232	AC-228	209,25	0,0388	11
U-235/AC-227	TH-227	235,97	0,121	16
TH-232	PB-212	<b>238,63</b>	0,435	4
TH-232	RA-224	<b>240,99</b>	0,0410	5
U-238/RA-226	PB-214	<b>241,98</b>	0,0712	11
U-235/AC-227	TH-227	256,25	0,070	8





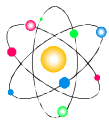
## Radioökologie und Strahlenschutz

Radioökologie und Strahlenschutz  
Maschinenbau und Bioverfahrenstechnik  
Hochschule Hannover

U-235/AC-227	RA-223	269,46	0,137	4
TH-232	AC-228	270,24	0,0343	8
U-235/AC-227	RN-219	271,23	0,108	7
TH-232	TL-208	277,36	0,0230	3
U-238/RA-226	PB-214	<b>295,21</b>	0,1815	22
TH-232	PB-212	300,09	0,0325	3
U-235/AC-227	RA-223	323,87	0,0393	10
TH-232	AC-228	327,98	0,0306	16
U-235/AC-227	TH-227	329,85	0,027	4
U-235/AC-227	RA-223	338,28	0,0279	7
TH-232	AC-228	338,32	0,1125	27
U-235/AC-227	BI-211	<b>351,06</b>	0,1291	11
U-238/RA-226	PB-214	<b>351,92</b>	0,351	4
U-235/AC-227	RN-219	401,81	0,064	4
U-235/AC-227	PB-211	404,85	0,0378	6
TH-232	AC-228	463,01	0,0444	11
keine	Be - 7	<b>477,61</b>	0,1032	4
TH-232	TL-208	510,77	0,0818	10
TH-232	TL-208	<b>583,19</b>	0,306	2
U-238/RA-226	BI-214	<b>609,31</b>	0,446	5
keine	Cs - 137	<b>661,66</b>	0,851	2
TH-232	BI-212	<b>727,33</b>	0,0669	9
U-238/RA-226	BI-214	768,36	0,0476	7
TH-232	AC-228	794,95	0,0434	11
U-235/AC-227	PB-211	832,01	0,0352	6
TH-232	TL-208	860,56	0,0450	4
TH-232	AC-228	<b>911,21</b>	0,266	7
U-238/RA-226	BI-214	934,06	0,0307	4
TH-232	AC-228	964,77	0,0511	13
TH-232	AC-228	968,97	0,162	4
U-238/RA-226	BI-214	1120,29	0,147	2
U-238/RA-226	BI-214	1238,11	0,0578	7
U-238/RA-226	BI-214	1377,67	0,039	1
U-238/RA-226	BI-214	1407,98	0,0240	4
keine	K - 40	<b>1460,81</b>	0,1067	11
TH-232	AC-228	1588,21	0,0327	11
U-238/RA-226	BI-214	1729,60	0,0292	6
U-238/RA-226	BI-214	<b>1764,49</b>	0,151	3

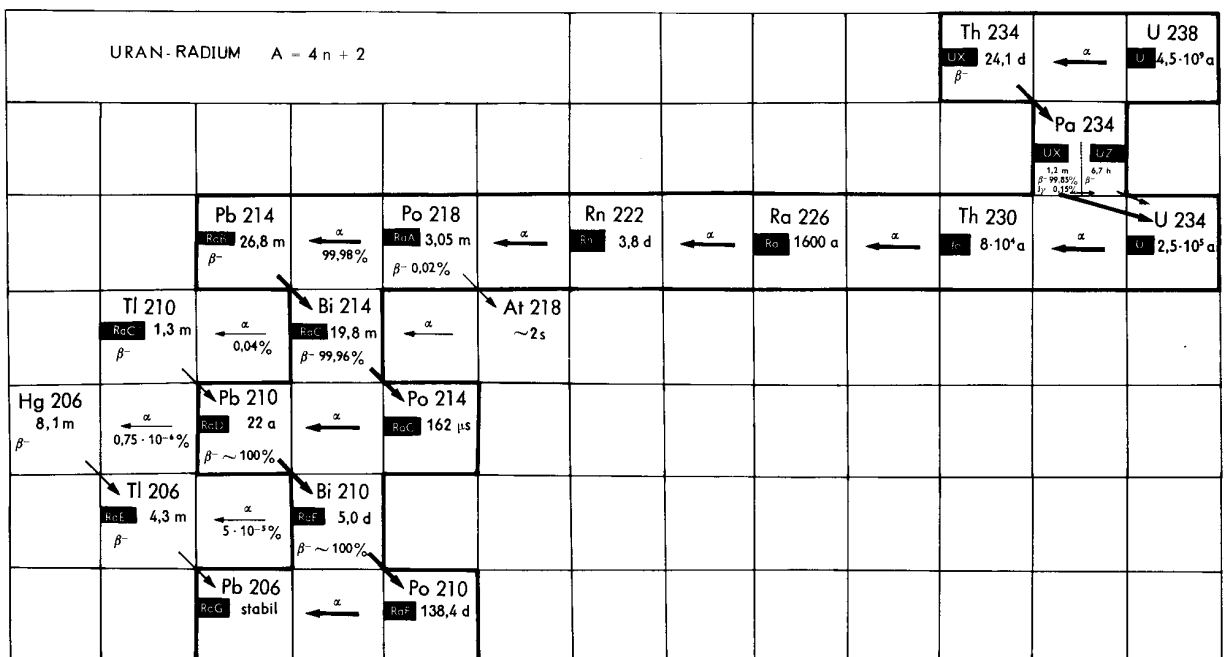
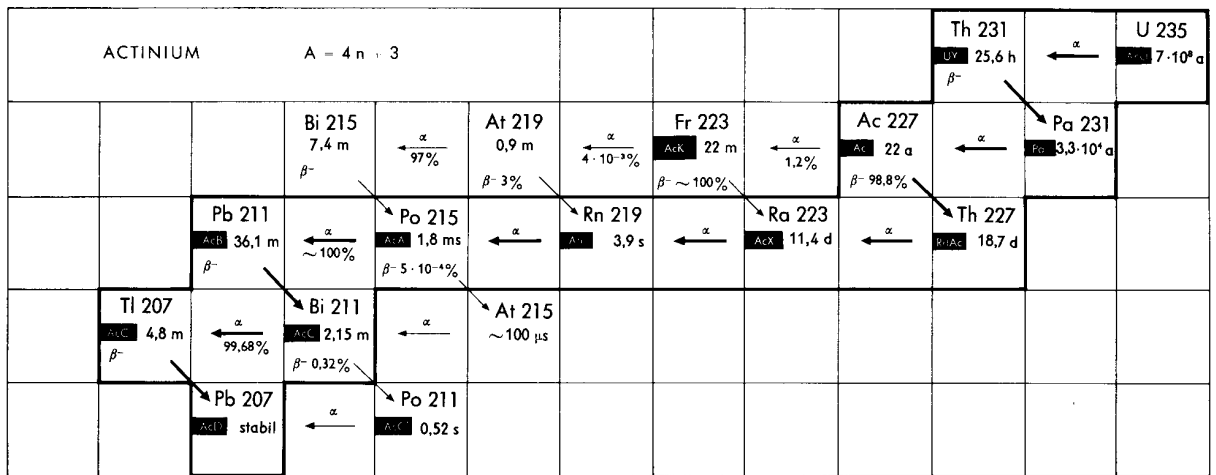
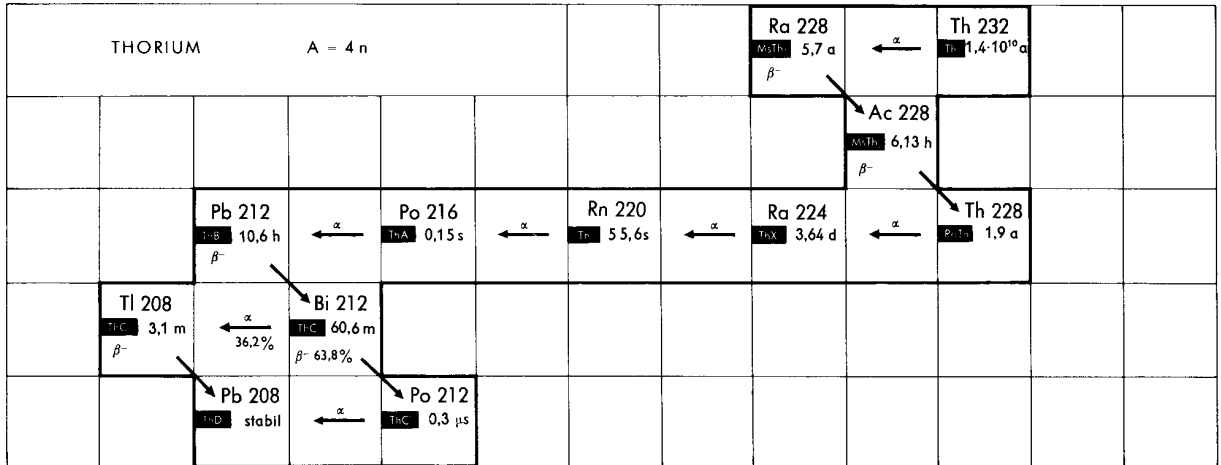
Die Unsicherheiten (einfache Standardabweichung) der Emissionswahrscheinlichkeiten sind in Einheiten der letzten Stelle der zugehörigen Werte angegeben. Die Angabe einer 5 als Unsicherheit für  $p = 0,446$  bedeutet also  $0,446 \pm 0,005$ .

Ausschließlich für den Gebrauch in Vorlesungen  
und Übungen! Für sonstigen Gebrauch sind  
die angegebenen Quellen heranzuziehen



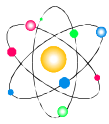
Zerfallsreihen der natürlichen Radionuklide Th-232, U-235, und U-238

Radioökologie und Strahlenschutz  
Maschinenbau und Bioverfahrenstechnik  
Hochschule Hannover



Ausschließlich für den Gebrauch in Vorlesungen  
und Übungen! Für sonstigen Gebrauch sind  
die angegebenen Quellen heranzuziehen

Bemerkung: Diese Darstellungen weichen aus Platzgründen von der in der Nuklidkarte üblichen ab.



## Protokoll zur Probe

Versuch 1.12 Hochauflösende Gamma Spektroskopie

Gruppe Nr.: \_\_\_\_\_

Semester: SS/WS 20\_\_\_\_\_

Probennehmer: \_\_\_\_\_ Name

Ort der Probennahme: \_\_\_\_\_

Ortsbeschreibung: \_\_\_\_\_ z. B. Hof, Wiese, Markt, Wald Dachrinne

Probenmaterial: \_\_\_\_\_

Beginn der Probenahme Datum: \_\_\_\_\_

Uhrzeit: \_\_\_\_\_

Ende der Probenahme Datum: \_\_\_\_\_

Uhrzeit: \_\_\_\_\_

Gewicht der Probe: Brutto: \_\_\_\_\_ g

Tara:  $43 \pm 1$  g

Netto: \_\_\_\_\_ g

**Die v o l l e Weithalsdose einige Tage vor dem Versuchstag zusammen mit dem Protokoll zur Probe abgeben.**