

## Identifizierung und Aktivitätsbestimmung an schwach radioaktiven Proben

### Versuchsziele

- Bestimmung der Nachweiswahrscheinlichkeit des Szintillationszählers mit Kalibrierpräparaten für verschiedene  $\gamma$ -Energien.
- Aufnahme eines  $\gamma$ -Spektrums einer schwach radioaktiven Probe.
- Identifizierung der radioaktiven Bestandteile in der Probe und Bestimmung der Aktivitäten.

### Grundlagen

Zur Aktivitätsbestimmung an einer schwach radioaktiven Probe mit einem Szintillationszähler wird die Probe häufig in einen Marinelli-Becher gefüllt (siehe Fig. 1). Er umschließt den Szintillatorkristall nahezu vollständig und gewährleistet eine wohl definierte Messgeometrie.

Durch Vergleich mit dem  $\gamma$ -Spektrum eines Kalibrierpräparates gleicher Messgeometrie kann die Aktivität der Probe unmittelbar berechnet werden. Dabei ist zu beachten, dass die Nachweiswahrscheinlichkeit des Szintillationszählers von der  $\gamma$ -Energie abhängt, also je nach  $\gamma$ -Energie ein geeignetes Kalibrierpräparat zu wählen ist.

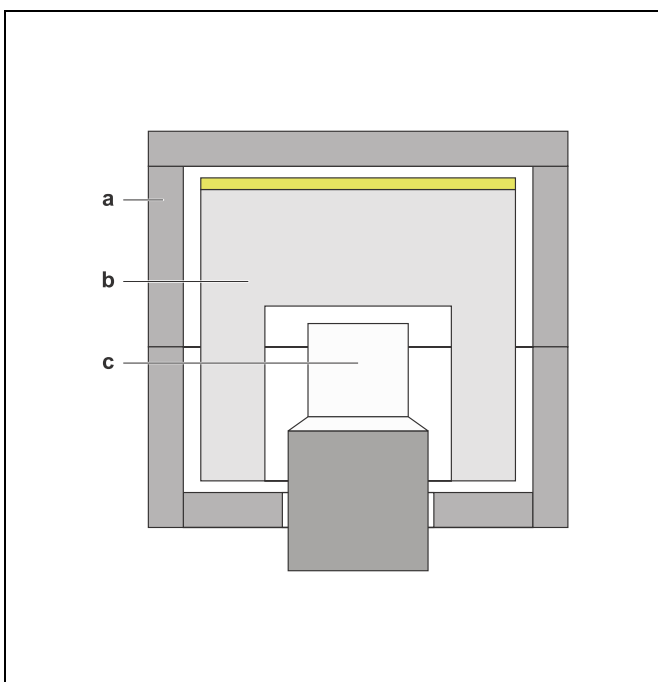
Bei der Aufzeichnung der  $\gamma$ -Spektren macht sich störender Untergrund bemerkbar, zu dessen Reduktion eine Bleiabschirmung um die Messanordnung eingesetzt wird.

Zur Untersuchung mit dem Szintillationszähler sind neben z. B. uran- oder thoriumhaltigem Gestein auch zahlreiche organische Substanzen geeignet, die Radionuklide einlagern:

- Das Radionuklid Kalium-40 ist in fast allen natürlichen Materialien und Lebensmitteln enthalten. Ein Gramm des nicht radioaktiven Mineralstoffs Kalium enthält eine Beimischung von  $120 \mu\text{g}$  K-40. Daraus entsteht eine Aktivität von ca. 30 Bq.
- Als Altlast oberirdischer Kernwaffentests oder z. B. des Reaktorunfalls in Tschernobyl, Ukraine, wurde das Radionuklid Cäsium-137 nach Freisetzungen in die Atmosphäre durch Regenfälle ausgewaschen und kontaminierte die Böden, um dort von Pflanzen oder Pilzen aufgenommen zu werden. Der Maronenpilz (*xerocomus badius*) entnimmt seine Nährstoffe den obersten Bodenschichten und ist damit dem Angebot an oberflächlich abgelagertem Cs-137 in erhöhtem Maße ausgesetzt.
- Der im Amazonasgebiet wachsende Paranussbaum (*bertolletia excelsa*) absorbiert über sein großflächig ausge-dehtes Wurzelsystem in einem besonderen Prozess größere Mengen Barium. Da Radium von Barium chemisch nur schwer zu unterscheiden ist, nimmt er gleichzeitig das zur U-238-Zerfallsreihe gehörende Radionuklid Ra-226 auf, das sich auch in den Nüssen einlagert.

Fig. 1 Messanordnung mit einem Szintillationszähler zur Aktivitätsbestimmung an schwach radioaktiven Proben.

- a Bleiabschirmung
- b Marinelli-Becher mit Probe
- c Szintillationszähler



**Geräte**

1 Kalibrierpräparat 137 Cs . . . . .	559 885
1 Szintillationszähler . . . . .	559 901
1 Hochspannungsnetzgerät 1,5 kV . . . . .	521 68
1 Szintillations-Abschirmung . . . . .	559 89
2 Marinelli-Becher . . . . .	559 88
1 VKA-CASSY . . . . .	529 780
1 MS-DOS-Connector L . . . . .	524 001
oder aus . . . . .	524 007
4 Kaliumchlorid 250 g . . . . .	672 521

*zusätzlich erforderlich:*

1 PC mit MS-DOS ab 3.0

**Aufbau**

Der Versuchsaufbau ist in Fig. 2 dargestellt.

**Mechanischer Aufbau:**

- Photovervielfacher-Anschlüsse des Szintillationszählers in die Detektor-Sockel-Buchse des VKA-CASSY stecken.
- Szintillations-Abschirmung symmetrisch um den Szintillationszähler auf dem VKA-CASSY aufbauen.

**Anschluss des VKA-CASSY:**

- VKA-CASSY über Hochspannungskabel mit dem Hochspannungs-Netzgerät und über Flachbandkabel mit dem MS-DOS-Connector L verbinden.
- VKA-CASSY einschalten, um die Verstärkerstufe zu aktivieren.

**Durchführung****a) Kaliumchloridprobe als Kalibrierpräparat:**

- 1000 g Kaliumchlorid in Marinelli-Becher füllen; dabei größere Salzkumpen zerkleinern.
- Marinelli-Becher in der Szintillations-Abschirmung über den Szintillationszähler stellen und Abschirmung mit Deckel verschließen.
- Programm „VKA“ starten.
- Im Hauptmenü „Einstellungen“ wählen:  
Auflösung = 8 Bit (256 Kanäle)  
Liniendiagramm (mit <CR> bestätigen)  
Messzeit = 3600 s
- Im Hauptmenü „Messung aufnehmen“ wählen:  
Spektrum wählen = Spektrum 1
- Im Messbildschirm mit <F1> die Messung starten.
- Spannung  $U_{PM}$  langsam bis etwa 650 V steigern und überprüfen, ob sich das Spektrum möglichst über alle Kanäle verteilt.
- Mit <Strg + C> alte Messwerte löschen und mit <F1> neue Messung starten.
- Nach Ablauf der Messzeit im Hauptmenü zur „Grafischen Auswertung“ umschalten, mit <F9> den Grafikkursor und mit <+> die Anzeige der Kanäle einschalten.
- Mit <Shift + Tab> (Cursor läuft nach links) und mit <Tab> (Cursor läuft nach rechts) den Cursor links neben den Gesamtabsorptions-Peak setzen und mit <Strg + ←> die linke Integrationsgrenze festsetzen, anschließend Cursor rechts neben den Gesamtabsorptions-Peak setzen und mit <Strg + > rechte Integrationsgrenze festsetzen.
- Mit <F5> Integrationsbereich hervorheben und integrale Zählrate mit <Alt + F5> anzeigen lassen und notieren.

**b) Kalibrierpräparat Cs-137**

- Mit Kaliumchlorid gefüllten Marinelli-Becher gegen Kalibrierpräparat Cs-137 austauschen.
- Messzeit auf 600 s reduzieren.
- Mit <Strg + C> alte Messwerte löschen und mit <F1> neue Messung starten.
- Nach Ablauf der Messzeit neue Integrationsgrenzen passend zum Gesamtabsorptions-Peak festsetzen und integrale Zählrate bestimmen.

**Sicherheitshinweise**

Beim Umgang mit radioaktiven Präparaten sind länderspezifische Auflagen zu beachten, in der Bundesrepublik Deutschland z.B. die Strahlenschutzverordnung (StrlSchV). Die im Versuch verwandten radioaktiven Stoffe sind nach StrlSchV für den Unterricht an Schulen bauartzugelassen. Da sie ionisierende Strahlung erzeugen, müssen beim Umgang dennoch folgende Sicherheitsregeln befolgt werden:

- Präparat vor dem Zugriff Unbefugter schützen.
- Vor Benutzung Präparat auf Unversehrtheit überprüfen.
- Zur *Abschirmung* Präparat im Schutzbehälter aufbewahren.
- Zur Gewährleistung einer *möglichst kurzen Expositionszeit* und einer *möglichst geringen Aktivität* Präparat nur zur Durchführung des Experiments aus dem Schutzbehälter nehmen.
- Zur Sicherstellung eines *möglichst großen Abstandes* Präparat nur am oberen Ende des Metallhalters anfassen und möglichst weit vom Körper entfernt halten.

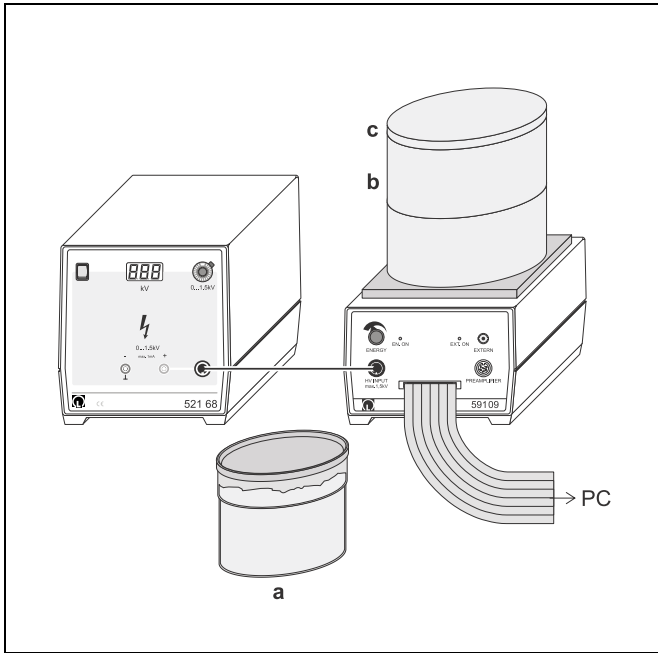


Fig. 2 Versuchsaufbau zur Aktivitätsbestimmung an schwach radioaktiven Proben.

**c) schwach radioaktive Probe:**

- Probensubstanz gleichmäßig verteilt in zweiten Marinelli-Becher füllen.
- Kalibrierpräparat Cs-137 durch gefüllten Marinelli-Becher ersetzen.
- Messzeit wieder auf 3600 s erhöhen.
- Mit <Strg + C> alte Messwerte löschen und mit <F1> neue Messung starten.
- Nach Ablauf der Messzeit  $\gamma$ -Linien mit denen der beiden zuvor gemessenen Spektren vergleichen und integrale Zählrate in den Gesamtabsorptions-Peaks bestimmen.

**d) Untergrund-Messung:**

- Marinelli-Becher entfernen.
- Mit <Strg + C> alte Messwerte löschen und mit <F1> neue Messung starten.
- Nach Ablauf der Messzeit  $\gamma$ -Linien mit denen der beiden zuvor gemessenen Spektren vergleichen und integrale Zählrate in den Gesamtabsorptions-Peaks bestimmen.

**Messbeispiel**

Tab. 1: Integrale Zählraten in den Gesamtabsorptions-Peaks.

Probe	Messzeit	$k$ : 91–112 $E_\gamma$ : 662 keV (Cs-137)	$k$ : 185–210 $E_\gamma$ : 1461 keV (K-40)
Kaliumchlorid ( $m = 1000$ g)	3600 s	-	22002
Kalibrierpräparat Cs-137	600 s	20796	-
Maronenpilze * ( $m = 120$ g)	3600 s	54084	1313
Labor- untergrund	3600 s	3022	1182

\* nach dem Reaktorunfall in Tschernobyl in Norddeutschland gesammelt und getrocknet.

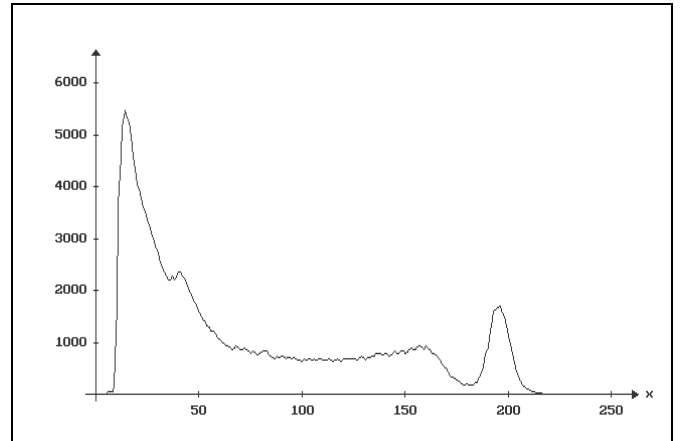


Fig. 3  $\gamma$ -Spektrum der Kaliumchloridprobe.

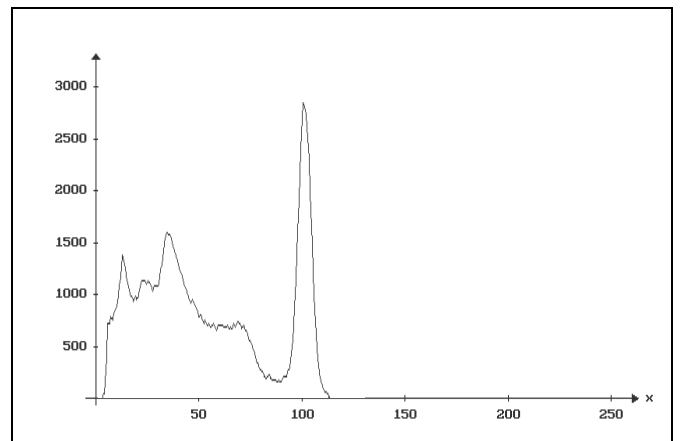


Fig. 4  $\gamma$ -Spektrum des Kalibrierpräparates Cs-137.

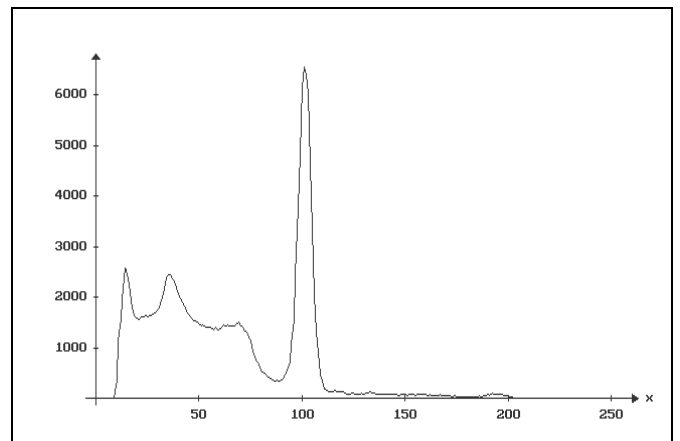


Fig. 5  $\gamma$ -Spektrum von Maronenpilzen \*.

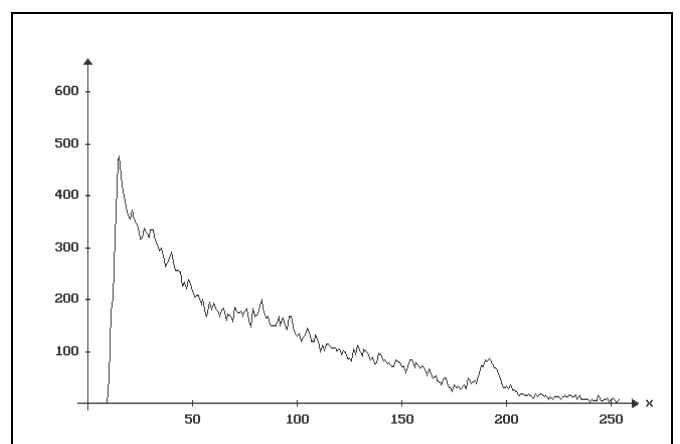


Fig. 6  $\gamma$ -Spektrum des Laboruntergrundes.

## Auswertung

## a) Kalibrierung des Szintillationszählers:

a1) Kaliumchloridprobe (1000 g):

Bestimmung der Zahl  $N$  und der Aktivität  $A$  der K-40-Atome:

Molekülgewicht von KCl:  $M = 74,55 \frac{\text{g}}{\text{Mol}}$

Avogadro-Zahl:  $N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \frac{1}{\text{Mol}}$

relativer Anteil von K-40:  $r = 0,012 \%$

Halbwertszeit von K-40:  $T_{1/2} = 1,28 \cdot 10^9 \text{a}$

Damit berechnet man:

$$N = \frac{1000 \text{ g}}{M} \cdot N_A \cdot r = 9,69 \cdot 10^{20}, A = \frac{N \cdot \ln 2}{t_{1/2}} = 16,7 \text{ kBq}$$

Bestimmung des Kalibrierfaktors:

K-40-Zählrate ohne Untergrund:  $R = 5,8 \text{ s}^{-1}$

Kalibrierfaktor (bei  $E_\gamma = 1461 \text{ keV}$ ):  $k_K = \frac{A}{R} = 2880 \frac{\text{Bq}}{\text{s}^{-1}}$

a2) Kalibrierpräparat Cs-137:

Bestimmung der Aktivität  $A$  zum Zeitpunkt der Messung:

Aktivität zum Zeitpunkt 0:  $A(0) = 5,24 \text{ kBq}$

Halbwertszeit von Cs-137:  $T_{1/2} = 30,17 \text{ a}$

Alter der Präparates:  $t = 30 \text{ d} = 0,08 \text{ a}$

Damit berechnet man:

$$A(t) = A(0) \cdot e^{-\ln 2 \cdot \frac{t}{T_{1/2}}} = 5,23 \text{ kBq}$$

Bestimmung des Kalibrierfaktors:

Cs-137-Zählrate ohne Untergrund:  $R = 33,8 \text{ s}^{-1}$

Kalibrierfaktor (bei  $E_\gamma = 662 \text{ keV}$ ):  $k_{\text{Cs}} = \frac{A}{R} = 155 \frac{\text{Bq}}{\text{s}^{-1}}$

b) Analyse der Maronenpilze ( $m = 120 \text{ g}$ ):b1) Radionuklid Cs-137 ( $E_\gamma = 662 \text{ keV}$ ):

Cs-137-Zählrate ohne Untergrund:  $R = 14,2 \text{ s}^{-1}$

Cs-137-Aktivität der Probe:  $A = R \cdot k_{\text{Cs}} = 2200 \text{ Bq}$

spezifische Cs-137-Aktivität:  $\frac{A}{m} = 18 \frac{\text{Bq}}{\text{g}}$

b2) Radionuklid K-40 ( $E_\gamma = 1461 \text{ keV}$ ):

K-40-Zählrate ohne Untergrund:  $R = 0,036 \text{ s}^{-1}$

K-40-Aktivität der Probe:  $A = R \cdot k_K = 100 \text{ Bq}$

spezifische K-40-Aktivität:  $\frac{A}{m} = 0,87 \frac{\text{Bq}}{\text{g}}$

b3) Berechnung des Kaliumgehaltes der Probe:

Atomgewicht von Kalium:  $39,01 \frac{\text{g}}{\text{Mol}}$

Kaliumanteil von 1000 g KCl:  $523 \text{ g}$

K-40-Aktivität (s. unter a)):  $16,7 \text{ kBq}$

spezifische K-40-Aktivität:  $\frac{A}{m} = 32 \frac{\text{Bq}}{\text{g}}$

Daraus berechnet man:

Kaliumgehalt der Probe: 
$$\frac{0,87 \frac{\text{Bq}}{\text{g}}}{32 \frac{\text{Bq}}{\text{g}}} = \frac{2,7 \text{ g}}{100 \text{ g}}$$

## Ergebnis

Mit einem kalibrierten Szintillationszähler können die radioaktiven Bestandteile in einer Probe identifiziert und deren Aktivitäten bestimmt werden.

Zur Kalibrierung der Nachweiswahrscheinlichkeit des Szintillationszählers ist ein Präparat mit einer wohl definierten Messgeometrie erforderlich. Die Nachweiswahrscheinlichkeit ist energieabhängig.