

Zusammenfassung

Dieser Versuch dient der Identifikation einer zu untersuchenden Probe. Dies geschieht durch Bestrahlung der Probe mit einer radioaktiven Quelle.

*Subject headings:* aktivität, aktivierung, compton-e?ekt, photoe?ekt, paarbildung

1. EINLEITUNG

1.1. Prinzip der Aktivierungsanalyse

Die Aktivierungsanalyse ist ein Nachweisverfahren für sehr geringe Stoffmengen verschiedener Elemente. Prinzipiell bestrahlt man die Probe, bzw. ihre Atomkerne, um sie energetisch anzuregen. Dies geschieht meistens durch Beschuss mit:

- $\gamma$ -Strahlung
- Elektronenstrahlen
- geladenen Teilchen (z.B. Protonen, Deuteronen)
- Neutronen

1.2. Aktivität und Aktivierung

1.2.1. Aktivität

Die Aktivität gibt an, wieviele Zerfälle pro Zeiteinheit stattfinden.

$$C(t) = \frac{dN}{dt}$$

$C(t)$  ist dabei die Aktivität,  $\gamma$  die Zerfallskonstante und  $B(t)$  die Zahl der zur Zeit  $t$  noch vorhandenen Radionukleide.

1.2.2. Aktivierung

Die Aktivierung bezeichnet den Vorgang der Kernanregung, bei dem der Kern zu einem radioaktiven Nuklid reagiert. Da die aktivierten Atome wieder zerfallen, gibt man die Aktivierungsrate  $C_\infty$  an. Sie gibt an wieviele Kerne des Ausgangsmaterials pro Probe und Zeit bei konstanter Bestrahlung aktiviert werden.

1.2.3. Zusammenhang der Größen

Während der Strahlung gilt:

$$\frac{dB}{dt} = C_\infty - \lambda \cdot B(t)$$

Diese Differentialgleichung wird mit folgendem Ansatz gelöst:

$$B(t) = \frac{C_\infty}{\lambda} \cdot (1 - e^{-\lambda t}) \Rightarrow C(t) = C_\infty(1 - e^{-\lambda t})$$

Da nach der Bestrahlung  $t > t_B$  keine radioaktive Nukleide mehr erzeugt werden ( $C_\infty = 0$ ), gilt:

$$\frac{dB(t)}{dt} = -\lambda \cdot B(t)$$

mit der Lösung

$$B(t) = B(t_B) \cdot e^{-\lambda(t-t_B)}$$

<sup>1</sup> Student (Dipl. Phys.) - Department of Physics - University Erlangen-Nuremberg, Schlossplatz 1, 91054, Germany [tamas.gal@physik.stud.uni-erlangen.de](mailto:tamas.gal@physik.stud.uni-erlangen.de)

<sup>2</sup> Student (Dipl. Phys.) - Department of Physics - University Erlangen-Nuremberg, Schlossplatz 1, 91054, Germany [daniel.paulus@physik.stud.uni-erlangen.de](mailto:daniel.paulus@physik.stud.uni-erlangen.de)

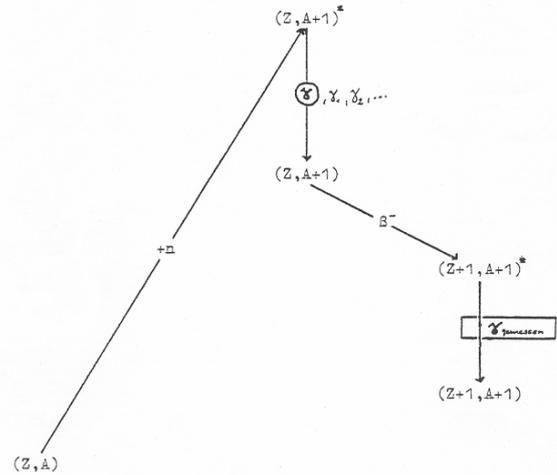
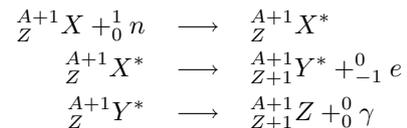


FIG. 1.— Schema der  $(\eta, \gamma)$ -Reaktion

1.3. Schema und Vorteile der  $(\eta, \gamma)$ -Reaktion

Bei der  $(\eta, \gamma)$ -Reaktion trifft ein thermisches Neutron auf einen Kern  $X$ . Dieser wird dadurch energetisch angeregt und geht durch Aussendung eines  $\gamma$ -Quants in einen nicht stabilen Zustand über, der durch einen  $\beta^-$ -Zerfall wiederum in einen angeregten Kern übergeht. Dieser regt sich wiederum durch eine spontane Emission eines  $\gamma$ -Quants ab. Die beschriebene Reaktion kann folgendermaßen aussehen:



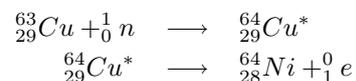
Siehe auch Fig. 1. Die Vorteile dieser Reaktion sind:

- keine Beschädigung der Probe
- keine Coulombabstoßung, wodurch die Eindringtiefe größer als bei anderer Bestrahlung ist und auch eine Analyse dicker Proben möglich ist
- nur Kernreaktion eines Types.

1.4. Reaktionsablauf bei der Aktivierung von Kupfer und Vanadium

1.4.1. Kupfer

In natürlichem Kupfer sind zwei verschiedenen Isotope enthalten, zu 30.9%  ${}^{63}_{29}\text{Cu}$  und zu 69.1%  ${}^{65}_{29}\text{Cu}$ . Das leichtere Kupfer zerfällt nach Anregung durch das Neutron mit einer Halbwertszeit von 12.8 h in einem  $\beta^-$ -Strahler.



Das schwere Kupfer ist ein  $\beta^-$ -Strahler und zerfällt mit einer Halbwertszeit von 5.1 min zu Zink ( ${}^{66}_{30}\text{Zn}$ ). Die Energiedifferenz zwischen dem angeregten und dem  ${}^{66}_{30}\text{Zn}$  entspricht der Energie eines ausgesendeten  $\gamma$ -Quants (1.039 MeV).

#### 1.4.2. Vanadium

Vanadium geht durch den Beschuss mit thermischen Neutronen in den angeregten Zustand  ${}^{52}_{23}\text{V}^*$  über und zerfällt anschließend durch  $\beta^-$  und  $\gamma$ -Zerfälle zu  ${}^{52}_{23}\text{Cr}^*$ . Anschließend wird ein  $\gamma$ -Quant der Energie 1.434 MeV emittiert.

### 1.5. $\gamma$ -Spektroskopie an Halbleiterdetektoren

#### 1.5.1. Wechselwirkung von $\gamma$ -Strahlung mit Materie

Es existieren drei verschiedene Arten der Wechselwirkung. Die Art der Wechselwirkung hängt von der Energie der  $\gamma$ -Quants ab.

#### COMPTON-EFFEKT

Als Compton-Effekt bezeichnet man die Änderung der Wellenlänge eines Photons bei der Streuung an einem freien Elementarteilchen, z.B. einem Elektron. Die Wellenlänge wird hierbei unabhängig vom Streumaterial um den Wert um  $\Delta\lambda$  vergrößert. Es gilt:

$$\Delta\lambda = \lambda_c(1 - \cos\theta)$$

mit  $\theta$  als Streuwinkel und

$$\lambda_c = \frac{h}{m_0c} = 2.43 \cdot 10^{-12} \text{ m}$$

bezeichnet die Comptonwellenlänge.

Die Wellenlängenverschiebung ist maximal bei einem Streuwinkel von  $\theta = 180^\circ$ . Der Compton-Effekt ist bei mittleren  $\gamma$ -Energien bis ca. 10 MeV der dominante Prozess für die Wechselwirkung mit Materie (siehe Fig. 2).

#### PHOTOEFFEKT

Beim Photoeffekt werden Elektronen eines Materials durch einfallenden Photonen ausreichender Energie freigesetzt. Die Photonenenergie  $\hbar\omega$  muss hierbei über der Austrittsarbeit  $W_A$  der Elektronen liegen. Wegen der Energieerhaltung gilt:

$$E_{kin} = \hbar\omega - W_A - E_{bind}$$

Wobei  $E_{kin}$  die kinetische Energie des ausgetretenen Elektrons,  $W_A$  die eben erwähnte Austrittsarbeit und  $E_{bind}$  die Bindungsenergie bezeichnet. Der Photoeffekt tritt insbesondere bei geringen  $\gamma$ -Quants auf und verliert mit zunehmender Energie an Bedeutung (siehe Fig. 3).

#### PAARBILDUNG

Bei genügend hoher Energie kann das  $\gamma$ -Quant im Coulombfeld des Atomkerns absorbiert werden und dadurch die Emission eines Elektron-Positron-Paares stimulieren. Diese Art der Wechselwirkung überwiegt bei sehr hohen Energien ( $\approx 10 \text{ MeV}$ ), da die Ruheenergien von Elektron und Positron  $E_0 = 1.022 \text{ MeV}$  hoch ist. Aufgrund der Energie- und Impulserhaltung kann dieser Vorgang nur in der Umgebung von Kernen stattfinden (siehe Fig. ref:paarbildung).

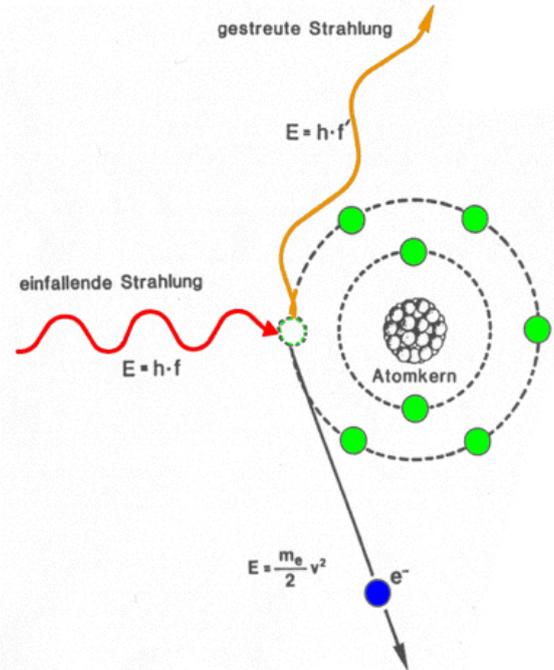


FIG. 2.— Compton-Effekt

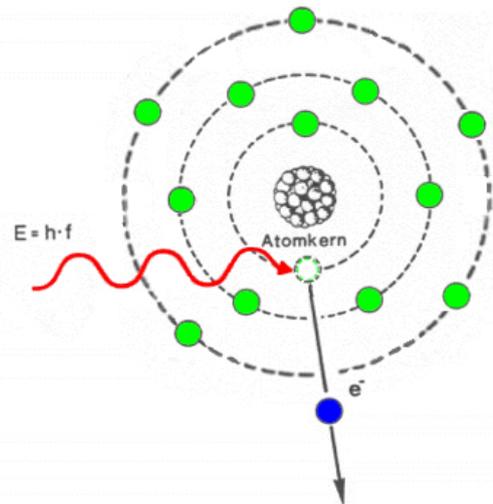


FIG. 3.— Photoeffekt

#### 1.5.2. Absorptionsgesetz

Radioaktive Strahlung, besonders  $\gamma$ -Strahlung, kann so gut wie jedes Material durchdringen. Wie sehr eine Strahlung abgeschwächt wird, hängt von der Art sowie der Atomart und Dichte der Atome des Absorbers ab. Dringt ein  $\gamma$ -Strahl in eine Probe ein, so wird die Intensität des Strahls in Abhängigkeit von Eindringtiefe durch das Lambert-Beereschen-Gesetz beschrieben:

$$I(x) = I_0^{-\mu x}$$

wobei  $\mu$  der lineare Absorptionskoeffizient ist. Dieser hängt von den schon erwähnten Größen ab und berechnet sich aus der Atomdichte  $n$  und dem Wirkungsquerschnitt  $\sigma$ . Da die Streuung unterschiedliche Ursachen ha-

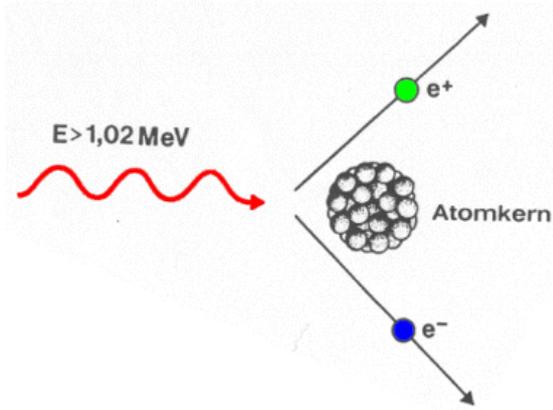


FIG. 4.— Paarbildung

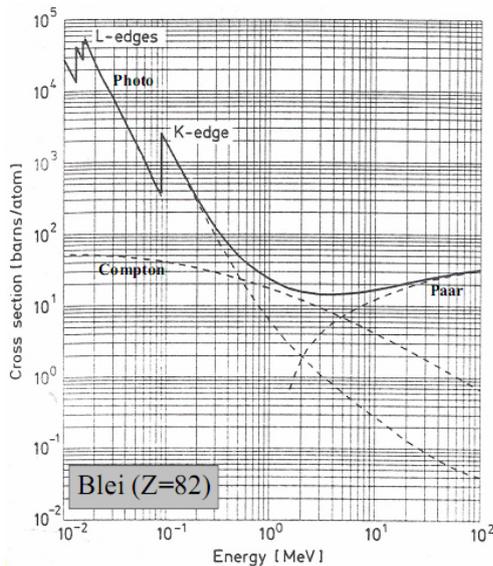


FIG. 5.— Messung des  $\gamma$ -Emissionsspektrums bei Blei

$$\mu = n(\sigma_{Compton} + \sigma_{Photoeffekt} + \sigma_{Paarbildung})$$

Für Blei betrachtet man Fig. 5

### 1.5.3. Nachweiselektronik

Der Halbleiter Detektor ist ein p-n-Dioden-Array und wird in Sperrrichtung betrieben (siehe Fig. 6). Wenn ein  $\gamma$ -Quant einfällt, entsteht ein Elektron-Loch-Paar, welches innerhalb der Raumladungszone zu einem Stromfluß führt. Die Breite der Raumladungszone ist beim Halbleiter stark temperaturabhängig und somit kann durch Kühlung das Rauschen deutlich reduziert werden. Da der Festkörper im Vergleich zum Gas eine höhere Dichte hat, können schnelle Teilchen besser abgebremst werden und man hat somit eine bessere Nachweiseffektivität. Aufgrund der kürzeren Sammelzeit der Ladungsträger reagiert der Halbleiter schneller als Gas, welches auch öfter als Detektor verwendet wird. Weil der Energieverlust pro Ladungsträger zehnmal geringer ist als im Gas, ist die Energieauflösung besser.

### 1.6. Skizze und Beschreibung des Aktivierungsplatzes und der Messtechnik im Versuch

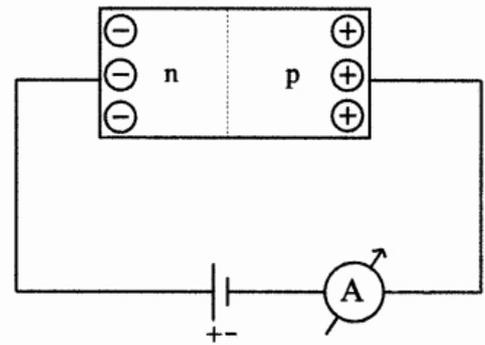


FIG. 6.— p-n-Halbleiter

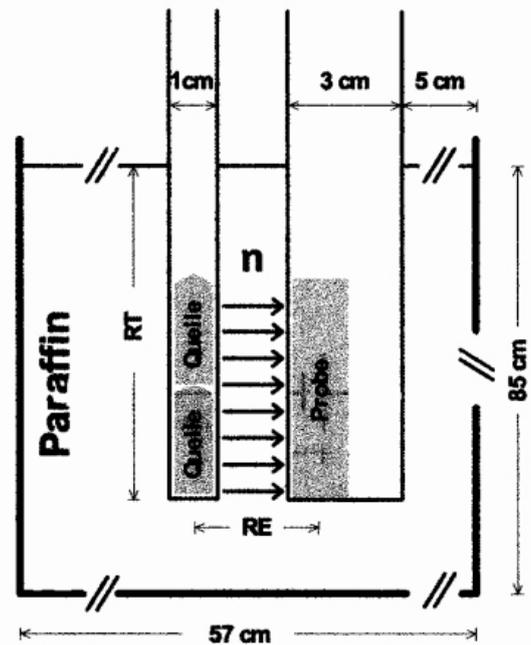


FIG. 7.— Anordnung des Aktivierungsplatzes

Die für die Aktivierung benötigten Neutronen stammen aus einer  $^{252}\text{Cf}$ -Spaltquelle. Weil sie nach ihrer Emission kinetische Energien um den  $\text{MeV}$ -Bereich besitzen, welche für die Aktivierung zu groß sind, werden sie vor dem Erreichen der Probe durch einen Moderator (im Versuch: Paraffin) geschickt (siehe Fig. 7). Die Neutronen stoßen mit den Paraffinmolekülen zusammen und verlieren dadurch Energie.

In der Probe werden nun die oben beschriebenen Reaktionen induziert. Die entstehenden  $\gamma$ -Quanten treffen nun auf den Halbleiterdetektor, wodurch ein Spannungssignal entsteht, welches zuerst durch den Vor- und Hauptverstärker (VV, HV) läuft. Dies ist notwendig, damit der Linear Gate Stretcher (LGS) genug Signal erhält um es in ein Rechtecksignal umzuwandeln, das im Vielkanalanalysator (VKA) gezählt und in den PC geleitet wird, um die Daten auszuwerten (siehe Fig. 8).

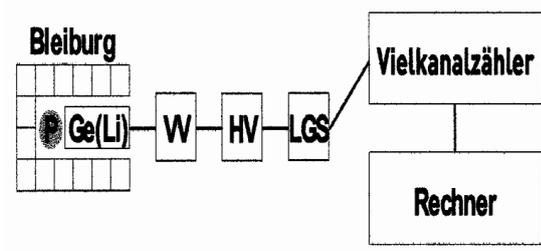


FIG. 8.— Signalverarbeitung

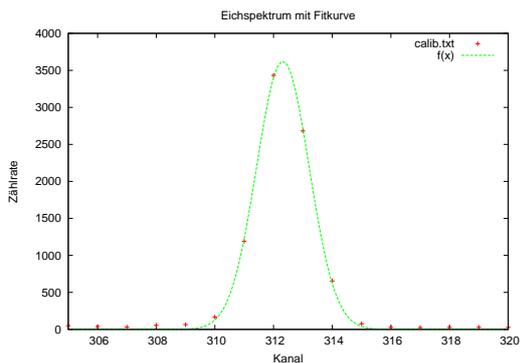


FIG. 9.— Zählrate um den Kanal 312 mit Fitkurve

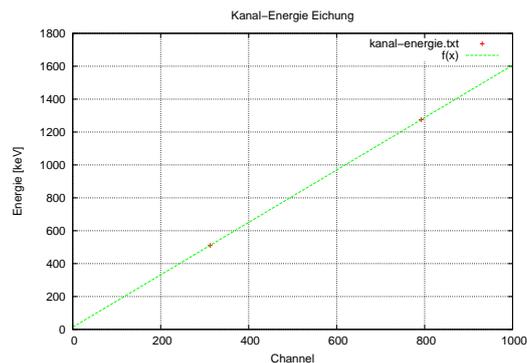


FIG. 10.— Gerade zur Umrechnung von Kanal zu Energie

## 2. AUSWERTUNG

### 2.1. Eichgerade

In den durchgeführten Messungen soll der Kupfergehalt verschiedener Münzen, sowie der Vanadiumgehalt von Drehstahl bestimmt werden. Zuerst muss hierzu aber der Detektor kalibriert werden, um die Energie der  $\gamma$ -Quanten zu ermitteln, das bedeutet es muss eine Beziehung zwischen den Kanälen des Analysators und der Energie der Teilchen hergestellt werden. Hierzu wurde eine  $^{22}\text{Na}$ -Quelle als Referenzprobe in die Messapparatur eingelegt, da deren Gammapeaks bekannt sind,  $511\text{keV}$  und  $1275\text{keV}$ . Um die Lage der Peaks zu bestimmen, wurde in der Nähe der Peaks (Kanal:  $\approx 312$ ;  $\approx 793$ ) eine Gauß-Kurve mit der Formel

$$f(x) = a \cdot e^{-\frac{(x-x_0)^2}{\sigma^2}}$$

gefitet.

Hierbei ist  $a$  die Höhe,  $x_0$  der Ort und  $\sigma$  die Breite des Peaks. Betrachtet man den ersten Peak der Natrium-Quelle ( $511\text{keV}$ ) erhält man die Graphik in Fig. 9.

Für die Natrium-Quelle ergeben sich daraus folgende Werte:

Energie [keV]	Kanal	Breite
511	$312,32 \pm 0,010$	$1,27 \pm 0,015$
1275	$792,54 \pm 0,011$	$1,04 \pm 0,017$

Aus den Peaks lässt sich nun eine Fitgerade mit der Formel

$$f(x) = m \cdot x + t$$

erstellen, mit der man jedem Kanal eine Energie zuteilen kann. Die Gerade ist in Fig. 10 dargestellt.

Man erhält folgende Parameter:

$$m = 1,593$$

$$t = 13,56$$

### 2.2. Hintergrundrauschen

Um die Auswirkungen der Bleiabschirmung zu ermitteln, wurden zwei Spektren aufgenommen, zum Einen mit offener (siehe Fig. 11) und zum Anderen mit geschlossener Apparatur (siehe Fig. 12).

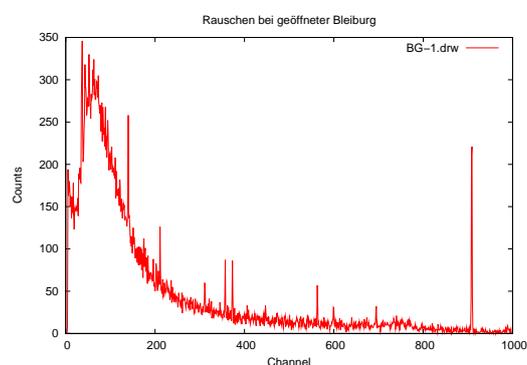


FIG. 11.— Rauschen bei geöffneter Apparatur

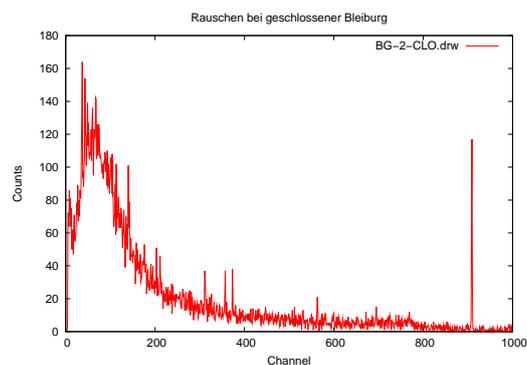


FIG. 12.— Rauschen bei geschlossener Apparatur

Beide Messungen schauen sehr ähnlich aus, unterscheiden sich jedoch in der Anzahl der Counts. Um die Wirksamkeit der Bleiabschirmung zu berechnen, summiert man einfach alle Zählraten auf. Es ergibt sich folgendes Ergebnis:

$$\frac{N_{Pb}}{N_{offen}} = \frac{21008}{47803} = 0,4395$$

Dies bedeutet, dass 44% der Strahlung hindurchgeht und

56% absorbiert werden.

Allerdings muss beachtet werden, dass die Bleiburg nicht ganz geöffnet wurde, sondern nur zur Hälfte, wodurch sich die Absorptionsrate um einige Prozent verringert.

Eine direkte Beziehung zwischen der Energie und der Absorption ist nicht feststellbar, jedoch nimmt die Absorption mit steigender Energie ab.

Betrachtet man beide Messungen genauer, fällt bei Kanal 909 ein großer Peak auf. Dies entspricht dem radioaktiven Isotop  $^{40}\text{K}$  (Kalium), welches im Baubeton von Gebäudewänden vorkommt.

### 2.3. Aktivierung und Messung des Spektrums einer Kupfernornprobe

Für die erste Untersuchung wurde eine Kupferprobe mit der Masse 84,15g 15 Minuten mit einer Californiumquelle bestrahlt und anschließend die Aktivität gemessen. Hiernach sind zwei Peaks zu erwarten, zum einen durch den  $\beta^+$ -Zerfall bei 511keV und zum anderen, der in der Vorbereitung erwähnte Wert bei 1039keV.

Fitten wir nun die im vorigen Abschnitt definierte Gauß-Kurve bei den beiden Peaks in die Messdaten ergeben sich folgende Werte:

Energie [keV]	Zählrate
511	$59,7 \pm 5,97$
1039	$27,3 \pm 2,93$

Summiert man beide Werte, erhält man eine Zählrate von  $N_{Cu} = 87,0 \pm 7,10$ . Mit Hilfe dieser Zählrate kann nun die geringste noch messbare Menge an Kupfer bestimmt werden.

Der durchschnittliche Untergrund, der aus den Fitparametern bestimmt werden kann, liegt etwa bei 9 Counts. Dies bedeutet, dass eine zu untersuchende Probe mehr als diese 9 Counts enthalten muss, um Kupfer nachzuweisen.

Daraus folgt, dass eine Probe ähnlicher Masse mindestens:

$$M_{min}(Cu) = \frac{M_{Cu}}{N_{Cu}} \cdot N_{Probe} = 9,67 \text{ g}$$

enthalten muss.

#### 2.3.1. Statistischer Fehler

Als statistischen Fehler bezeichnet man die Abweichung des Mittelwerts einer Stichprobe vom Erwartungswert. Da hier nur eine Messung vorliegt, kann der Fehler nur durch die Bestimmung der Zählrate hervorgerufen werden. Er entsteht durch die Abweichung der Fitparameter.

#### 2.3.2. Systematische Fehler

Systematische Fehler sind durch die Unvollkommenheit der Messgeräte sowie durch nicht steuerbare äussere Einflüsse bestimmt.

Folgende Fehler treten bei diesem Versuch auf:

- unterschiedliche Aktivierungs- und Meßzeiten
- verschiedene geometrische Ausrichtungen
- Schwankungen bei der Strahlung der Californiumquelle

## 2.4. Aktivierung und Messung der Spektren von 50 Pf-Münzen und 20 Cent-Münzen

### 2.4.1. 50 Pf-Münzen

Um den Kupfergehalt der Münzen zu ermitteln, werden die Peaks im Bereich von 511keV und 1039keV untersucht. Die Masse der Münzen beträgt 69,69g. Es ergeben sich folgende Parameter:

Energie [keV]	Zählrate
511	$41,4 \pm 4,45$
1039	$17,8 \pm 3,30$

Die Zählrate beträgt also:

$$59,2 \pm 7,75$$

Den Kupfergehalt erhält man nun mit folgender Formel:

$$M_{50pf} = \frac{N_{50pf}}{N_{Cu}} \cdot M_{Cu}$$

Es ergibt sich ein Wert von:

$$M_{50pf} = (57,26 \pm 8,833)g$$

Der relative Kupfergehalt  $n$  berechnet sich dann wie folgt:

$$n_{50pf} = \frac{M_{50pf}}{m_{50pf}} = (82,16 \pm 15,42)\%$$

Ein Fehler von 15,42% ist natürlich sehr groß, was vermutlich an der schwachen Cf-Quelle liegt und daher die Zählrate nur knapp über dem Untergrund befindet, was automatisch zu großen Fehlern beim Fitten führt.

### 2.4.2. 20 Cent-Münzen

Der Vorgang bei dieser Messung ist analog zu der im vorigen Kapitel. Die 20 Cent-Münzen hatten ein Gewicht von 132,0 g. Es ergeben sich durch das Fitten folgende Parameter:

Energie [keV]	Zählrate
511	$61,13 \pm 9,531$
1039	$16,94 \pm 3,181$

Daraus ergibt sich eine Zählrate von:

$$N_{20C} = 78,07 \pm 12,712$$

Der Kupferanteil in Gramm beträgt danach:

$$M_{20c} = (75,51 \pm 13,753)g$$

Nun kann der relative Kupfergehalt bestimmt werden:

$$n_{20C} = (57,20 \pm 10,42)\%$$

## 2.5. Aktivierung und Messung des Spektrums einer Vanadiumprobe

Betrachtet man das Spektrum des aktivierten Vanadiums mit dem der geschlossenen Kalibration, fällt ein deutlicher Peak bei Kanal 892. Dies entspricht einer Energie von 1434 keV Die Masse der Vanadiumprobe beträgt 16,53g. Die Zählrate ergibt folgende Werte:

Energie [keV]	Zählrate
1434	$66,51 \pm 2,734$

Da der Peak hier deutlich schärfer und höher ist als bei den Kupfergehalt-Messungen, fällt der Fehler beim Fitten dadurch auch dementsprechend geringer aus. Desweiteren ist das Rauschen bei höheren Energien geringer als bei niedrigeren, was auch zu dem geringeren Fehler führt.

Nun kann auch für Vanadium die geringste noch nachweisbare Menge abgeschätzt werden.

Das Untergrundrauschen der Kalibration in der Nähe des Vanadiumpeaks ergibt ca. 2 Counts, d.h. die geringste Vanadiummenge muss die Zählrate größer als zweie sein.

Daraus folgt, dass die geringste noch nachzuweisende Menge an Vanadium

$$M_{\min(V)} = 0,49g$$

beträgt.

### 2.6. Bestimmung des Vanadiumsgehaltes bei Drehstahl

Um den Vanadiumgehalt des Drehstahls zu erhalten, wurde analog zu den Rechnungen zum Kupfergehalt vorgegangen. Die Masse des Drehstahls beträgt  $m_{dreh} = 26,45 g$ .

Energie [keV]	Zählrate
1434	$19.57 \pm 1,903$

Der Vanadiumgehalt der Drehstahlprobe, wird dann folgendermaßen berechnet:

$$M_{Dreh} = \frac{N_{Dreh}}{N_V} \cdot M_V = 3,40 \pm 0,331 g$$

Der relative Vanadiumgehalt ist demnach:

$$n_{Dreh} = 12,85 \pm 1,251\%$$

Der Fehler ist hier natürlich auch viel geringer als bei den Kupfermessungen, da der errechnete Wert durch Fehlerfortpflanzung aus dem Fehler der Zählrate entsteht, der ja wie beschrieben kleiner ausfällt.

### 2.7. Bestimmung der Halbwertszeit von Vanadium ( $^{52}V$ )

Um die Halbwertszeit von Vanadium zu bestimmen, wurde der Vielkanal-Analysator (VKA) im Multichannel-Scaling-Mode (MCS) betrieben. Hierbei wird der VKA durch ein Synchronisationssignal gestartet und misst nur bei einer bestimmten Energie die Zählrate, in unserem Fall 1434 keV, dem Peak der Vanadiumquelle. Die Messzeit für eine solche Teilmessung beträgt 10 s. Um die Halbwertszeit zu berechnen wird das Zerfallsgesetz benötigt:

$$N(t) = N_0 \cdot e^{-\lambda t}$$

Man müsste also in der Messung einen exponentiellen Verlauf der Zählrate gegenüber der Messzeit beobachten. Da die Exponentialkurve allerdings nach oben verschoben ist, wurde zusätzlich noch einmal der Untergrund aufgezeichnet um das Rauschen von den Messdaten abziehen.

Um einen Mittelwert des Rauschens zu bestimmen, wurde eine Funktion  $f_1(x) = t$  in die Messdaten gefittet. Der Fit ergab:

$$N_{Rausch} = 19,76 \pm 0,6563$$

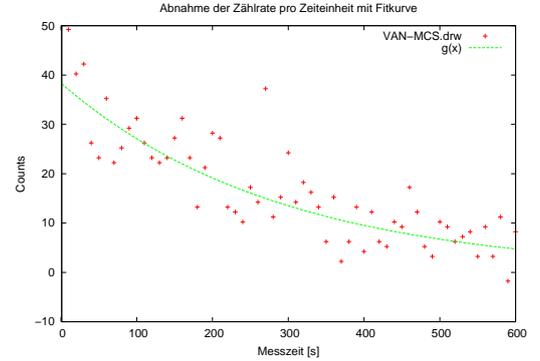


FIG. 13.— Zählrate in Abhängigkeit der Zeit, mit Fitkurve zur bestimmung der Halbwertszeit

Die Standardabweichung beträgt hierbei: 4,59

Nun wurde eine Funktion  $f_2(x)$  an die Messpunkte der Vanadium-Quelle angepasst (siehe Fig. 13), wobei der Wert  $\lambda$  schon den Umrechnungsfaktor 10 berücksichtigt, der durch die Messdauer von 10 s entsteht.

$$f(x) = a \cdot e^{-\lambda t}$$

Folgende Parameter werden durch das Fitten bestimmt:

$$a = 38,37 \pm 1,2656$$

$$\lambda = 0,00348 \pm 0,000343$$

Aus diesen Werten wird die Halbwertszeit dann folgendermaßen bestimmt:

$$\begin{aligned} N(T_{\frac{1}{2}}) &= \frac{1}{2} \cdot N_0 \\ \frac{1}{2} \cdot N_0 &= e^{-\lambda T_{\frac{1}{2}}} \\ \ln 2 &= \lambda T_{\frac{1}{2}} \\ \Rightarrow T_{\frac{1}{2}} &= \frac{\ln 2}{\lambda} \end{aligned}$$

Bei unserer Messung erhalten wir eine Halbwertszeit von:

$$T_{\frac{1}{2}} = 199,18 \pm 19,632 s$$

Verglichen mit dem Literaturwert von  $T_{\frac{1}{2}} = 202,46s$  ist dies eine sehr gut gelungene Messung. Der Fehler von ca. 10% resultiert aus der Fitkurve und könnte durch eine längere Messung verbessert werden.

## REFERENCES

- [1]Ch. Kittel, Einführung in die Festkörperphysik, Kapitel 8
- [2]H. Ibach / H. Lüth, Festkörperphysik, Kapitel 12