

# DIPLOMARBEIT

## ENTWICKLUNG UND VALIDIERUNG EINER ANALYSESOFTWARE ZUR GAMMASPEKTROSKOPIE

ausgeführt am  
ATOMINSTITUT  
der Technischen Universität Wien

in Kooperation mit der  
SEIBERSDORF LABOR GMBH  
2444 Seibersdorf

unter der Anleitung von  
Ao. Univ.-Prof. DI Dr. Christina Strelj  
DI Dr. Thales Schröttner (Seibersdorf Labor GmbH)

durch  
Patrik Thuiner  
Hofbauergasse 1/28  
1120 Wien

WIEN, AM 10. MAI 2012



## Kurzfassung

Auf Basis der in den 1980ern durch die Seibersdorf Labor GmbH entwickelten *Lebensmittelsonde LMS-1* zur Erfassung der Aktivität in Lebensmitteln sollte ein Messsystem mit zeitgemäßer Elektronik und vollautomatischer Auswertesoftware entwickelt werden. Vorgabe für die Entwicklung der Software der *Lebensmittel- und Materialsonde LMS-3* war, dass eine Erfassung und Bewertung der Messwerte auch durch Laien ermöglicht werden soll. Hierzu sollen nach Eingabe der Messparameter bei laufender Messung automatisch Korrekturen für Material und Beschaffenheit der zu vermessenden Probe angewandt werden und eine Interpretation der Ergebnisse durch die Software erfolgen. Außerdem sollten im Rahmen einer automatischen Qualitätssicherung Protokolle zur Fehlerdiagnose erstellt und schwerwiegende Fehlbedienungen durch den Benutzer verhindert werden.

Die entwickelte Software erlaubt es dem Benutzer, routinemäßige Messungen von geringer Dauer, aber auch Langzeitmessungen durchzuführen. Das System setzt die Messung auch dann fort, nachdem die Verbindung zum PC getrennt wurde. Aufgrund der durch die Software ausgeführten Bewertung der in der Probe enthaltenen Aktivitätskonzentrationen und dem damit verbundenen automatischen Abbruch der Messung, kann die Messzeit verringert werden.

Um Fehler durch den Benutzer zu vermeiden wurden Algorithmen implementiert, die eine fortlaufende Qualitätssicherung des Messsystem durchführen. Infolge der Überprüfung wird auch eine periodische Nachkalibrierung des Systems mithilfe eines Cs-137-Kalibrierstandards durchgeführt. Die Ergebnisse werden laufend protokolliert und können bei geringen Abweichungen zur Ferndiagnose und Fehlerkorrektur verwendet werden; bei zu starken Abweichungen blockiert das System automatisch den weiteren Messvorgang.

Es wurden 9 identische Messsysteme gebaut. Für alle Systeme wurden manuelle Energiekalibrierung sowie manuelle und simulierte Ausbeutekalibrierung durchgeführt. Durch Vermessung mehrerer Referenzproben wurde gezeigt, dass eine gemeinsame Kalibrierung für die gesamte Baureihe verwendet werden kann. Die im System implementierten automatischen Korrekturen und Bewertungsalgorithmen wurden durch Vermessung von Referenzproben und Simulation validiert.



## Abstract

The aim of this work was the upgrade an existing dosimetry system - *Lebensmittelsonde LMS-1* for monitoring activity in foodstuffs, developed in the 1980s by Seibersdorf Laboratories GmbH - including the development of a genuine software package. The software of the *Lebensmittel- und Materialsonde LMS-3* should allow its users a correct acquisition and evaluation of data, even if they do not have a scientific background. Therefore the software should apply corrections for the measured material and give an interpretation of the results. Additionally an automatic quality management routine should collect data und minimize operating errors.

The LMS-3 software allows short- and long-time measurements even if the connection with the PC was lost. Due to interpretation and automatic termination of the measurement the measurement time can be reduced.

To reduce operating errors an automatic quality measurement routine was established. System recalibration by means of a Cs-137 standard is performed during these check-ups. Results are recorded and can be used for remote diagnostics and troubleshooting. In case of severe faults the system shuts down automatically.

9 individual measurement systems have been built. All were energy calibrated manually and efficiency calibrated manually and by simulation. It was shown by measurement of reference samples that a common calibration for all systems is usable. The algorithms for correction and interpretation of sample data was validated with reference samples and by simulations.



# Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei all jenen bedanken, deren Mithilfe zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben:

Frau **Univ. Prof. DI Dr. Christina Streli** danke ich herzlich für die Betreuung der Diplomarbeit.

Besonderer Dank gilt Herrn **DI Dr. Thales Schröttner** für das Zustandekommen und die Betreuung der Diplomarbeit.

Bei allen MitarbeiterInnen der Abteilung **Radiation Safety and Applications** der Seibersdorf Labor GmbH möchte ich mich für das angenehme Arbeitsklima bedanken. Mein Dank gilt insbesondere

Herrn **DI (FH) Markus Wolf** für seine fortwährende Unterstützung in allen LabVIEW betreffenden Belangen,

Herrn **Martin Kopecky** für die Mithilfe beim Aufbau des Messsystems,

Herrn **DI Jakob Feichtinger** für die zur Validierung verwendeten Referenzwerte sowie

Herrn **DI Friedrich Röhrbacher** für die Vielzahl konstruktiver Gespräche, die ich mit ihm führen durfte.

Mein größter Dank gilt meiner gesamten **Familie**, allen voran meinen Eltern **Margit und Reinhold**, denen ich sehr viel mehr als nur dieses Studium zu verdanken habe.

Zuletzt möchte ich mich bei allen Angehörigen der **Fachschaft Technische Physik** an der TU Wien bedanken, die mir nicht erst im vergangenen Jahr eine wichtige Stütze waren und immer noch sind.



# Inhaltsverzeichnis

<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>ii</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>iii</b>
<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Motivation</b>	<b>2</b>
2.1. Lebensmitteldosimetrie . . . . .	2
2.2. Versionsgeschichte . . . . .	2
2.2.1. LMS-1 . . . . .	2
2.2.2. LMS-2 . . . . .	2
2.2.3. LMS-3 . . . . .	2
2.3. Unterschiede zu existierenden Geräten . . . . .	3
<b>3. Theorie</b>	<b>4</b>
3.1. Das Bohrsche Atommodell . . . . .	4
3.2. Radioaktiver Zerfall . . . . .	4
3.2.1. Zerfallsgesetz . . . . .	5
3.2.2. Gleichgewicht zwischen Mutter- und Tochterkernen . . . . .	5
3.3. Gammastrahlung . . . . .	7
3.3.1. Wechselwirkung von Gammastrahlung mit Materie . . . . .	7
3.3.2. Schwächung von Gammastrahlung . . . . .	9
3.3.3. Wechselwirkungen mit dem Detektor . . . . .	10
3.3.4. Wechselwirkungen mit der Abschirmung . . . . .	11
3.4. Natürliche Radioaktivität . . . . .	12
<b>4. Hardware</b>	<b>15</b>
4.1. Szintillationsdetektor . . . . .	15
4.2. Sekundärelektronenvervielfacher . . . . .	16
4.3. Marinellibecher . . . . .	16
4.4. Halbleiterdetektoren . . . . .	17
4.5. Parameter und Kenngrößen des Messsystems . . . . .	18
4.5.1. Shaping Time . . . . .	18
4.5.2. Gain . . . . .	18
4.5.3. Pole-Zero Cancellation . . . . .	19
4.5.4. Halbwertsbreite und Auflösung . . . . .	20

<b>5. Instrumentierung</b>	<b>21</b>
5.1. Verwendete Software . . . . .	21
5.1.1. WinSPEC for Automation . . . . .	21
5.1.2. InterWinner . . . . .	21
5.1.3. Genie™2000 . . . . .	22
5.1.4. LabSOCS™ . . . . .	22
5.1.5. LabVIEW . . . . .	22
5.2. Aufbau . . . . .	23
5.3. Vorbereitung . . . . .	23
5.3.1. Einstellen von Flat Top und Shaping Time . . . . .	24
5.3.2. Einstellen von Hochspannung und Fine Gain . . . . .	25
5.3.3. Funktionstest und Zusammenbau . . . . .	26
<b>6. Energiekalibrierung</b>	<b>28</b>
6.1. Polynome 2. Ordnung . . . . .	29
6.2. Polynome 3. Ordnung . . . . .	30
6.3. Generische Kalibrierung . . . . .	31
<b>7. Ausbeutekalibrierung</b>	<b>35</b>
7.1. Herstellung des Kalibrierstandards . . . . .	35
7.2. Vorbereitende Messungen . . . . .	35
7.3. Experimentelle Kalibrierung . . . . .	35
7.4. LabSOCS™-Kalibrierung . . . . .	37
7.5. Dichtekorrektur . . . . .	38
7.6. Füllhöhenkorrektur . . . . .	39
7.7. Linienkorrektur . . . . .	40
<b>8. Software</b>	<b>43</b>
8.1. Messung . . . . .	44
8.1.1. Region of Interest (ROI) . . . . .	44
8.1.2. Peak integration . . . . .	44
8.1.3. Nachweisgrenzen . . . . .	47
8.1.4. Korrekturen . . . . .	48
8.1.5. Auswertung . . . . .	48
8.2. Qualitätsmanagement . . . . .	50
8.2.1. Hintergrundmessung . . . . .	50
8.2.2. Energiekalibrierung . . . . .	51
8.2.3. FWHM . . . . .	52
8.2.4. cps Limit . . . . .	52
8.3. SQ-Transformation . . . . .	53
8.3.1. Grundlagen . . . . .	53
8.3.2. Herleitung . . . . .	53
8.4. Weiterverarbeitung der Daten . . . . .	54
8.4.1. Spektrum . . . . .	54

8.4.2. Messbericht und Alarmdatenbank . . . . .	56
<b>9. Validierung</b>	<b>57</b>
9.1. Referenzproben . . . . .	57
9.1.1. Th-232 . . . . .	57
9.1.2. U-238 . . . . .	59
9.2. Validierung anderer Proben . . . . .	61
9.3. Temperaturdrift . . . . .	61
9.3.1. Langzeitmessungen . . . . .	61
9.3.2. Klimakammer . . . . .	62
<b>10. Conclusio</b>	<b>64</b>
<b>A. Zertifikate</b>	<b>65</b>
<b>B. Messbericht</b>	<b>67</b>
<b>C. Bedienungsanleitung der Lebensmittelsonde und Materialsonde LMS-3 (Auszug)</b>	<b>68</b>



# Abbildungsverzeichnis

3.1.	Bohrsches Atommodell . . . . .	4
3.2.	Abklingkurve in linearer und logarithmischer Darstellung [10] . . . . .	5
3.3.	Relative Aktivität von Mutter- und Tochternuklid . . . . .	6
3.4.	Wirkungsquerschnitte einzelner Wechselwirkungen [10] . . . . .	7
3.5.	Photoeffekt . . . . .	8
3.6.	Comptonstreuung und daraus resultierendes Spektrum [14] . . . . .	8
3.7.	Paarbildung [14] . . . . .	9
3.8.	Beer-Lambertsches Gesetz und Streuproblematik . . . . .	9
3.9.	Wechselwirkungsprozesse in einem „realen“ Detektor . . . . .	10
3.10.	Spektrum von Cs-137 und Al-28 [14] . . . . .	11
3.11.	Natürliche Zerfallsreihen [10] . . . . .	13
4.1.	Querschnitt und Wirkungsweise eines Szintillationszählrohres . . . . .	15
4.2.	Geometrie eines Marinellibeckers [14] . . . . .	17
4.3.	Vergleich der Spektren der Probe W2 mittels NaI- und HPGe-Detektor . . . . .	18
4.4.	Gain [14] . . . . .	19
4.5.	Signal vor und nach Pole-Zero Cancellation [18] . . . . .	19
4.6.	Auflösung eines Detektors [18] . . . . .	20
4.7.	Unterscheidung zweier Peaks in Abhängigkeit der Halbwertsbreite [14] . . . . .	20
5.1.	LabVIEW Blockdiagramme . . . . .	23
5.2.	Blockschaltbild der Lebensmittelsonde inkl. PC . . . . .	24
5.3.	Lebensmittelsonde LMS-3 . . . . .	25
5.4.	Abhängigkeit der Halbwertsbreite von Hochspannung und Fine Gain . . . . .	26
5.5.	(Teil-)Spektren in Abhängigkeit von Hochspannung und Fine Gain . . . . .	27
6.1.	Spektrum der Probenlösung M1 und M2 auf SN102 . . . . .	29
6.2.	Vergleich zwischen Kanalnummer und Energie . . . . .	31
6.3.	Abweichung von generischer Kalibrierung im Kanal 512 . . . . .	32
6.4.	Abweichung von generischer Kalibrierung im Kanal 1024 . . . . .	33
6.5.	Abweichung von generischer Kalibrierung im Kanal 2048 . . . . .	34
6.6.	Abweichung von der generischen Kalibrierung (3 Detektoren) . . . . .	34
7.1.	Anordnung der Detektoren während der Messung von M1 und M2 . . . . .	37
7.2.	Einfluss des Hintergrundes auf das Spektrum . . . . .	41
7.3.	Ausbeutevergleich zwischen Experiment und LabSOCS <sup>TM</sup> -Simulation . . . . .	41
7.4.	Dichtekorrektur für (a) Th-232 und (b) U-238 . . . . .	42

7.5.	Füllhöhenkorrektur für (a) U-238 und (b) Th-232 . . . . .	42
8.1.	Graphische Benutzeroberfläche der LMS-3-Software . . . . .	43
8.2.	Vergleich zwischen Peak Integration in Szintillator- und Halbleiter-Spektren [14] . . . . .	45
8.3.	Berechnung der Peakfläche mittels Kanälen des Backgrounds [14] . . . . .	46
8.4.	Peakflächenberechnung ohne / mit Verschiebung der Hintergrundkanäle . . . . .	46
8.5.	Erklärung zu $L_C$ und $L_D$ [14] . . . . .	47
8.6.	Messzeitkorrektur [14] . . . . .	49
8.7.	Beurteilung der Messwerte . . . . .	49
8.8.	Ablauf der Energiekalibrierung . . . . .	51
8.9.	Programmfenster der Energiekalibrierung . . . . .	52
8.10.	Spektrum der Probe M1 bei SQ-Transformation . . . . .	55
9.1.	Spektren der Referenzproben auf HPGe-Detektor . . . . .	58
9.2.	Spektren der Referenzproben auf Detektor SN101 . . . . .	58
9.3.	Gemessener Th-232-Gehalt - Aktivitätskonzentration . . . . .	59
9.4.	Gemessener U-238-Gehalt - Aktivitätskonzentration . . . . .	60
9.5.	Zusammenhang zwischen Fine Gain und Temperatur . . . . .	62
9.6.	Zusammenhang zwischen Drift des Kanals und Temperatur . . . . .	63
A.1.	Zertifikat der Referenzlösung A . . . . .	65
A.2.	Zertifikat der Referenzlösung B . . . . .	66
B.1.	Messbericht der Referenzprobe W8 . . . . .	67

# Tabellenverzeichnis

2.1. Vergleich zwischen gängigen Dosimetriesystemen (Auszug) . . . . .	3
3.1. Markanteste Gammaemissionen der NORM-Nuklide [8], Th-227 aus [14] .	14
5.1. Auflösung des Cs-137 Peaks auf Kanal 450 . . . . .	26
5.2. Startkonfiguration der einzelnen Lebensmittelsonden . . . . .	27
6.1. Zur Energiekalibrierung verwendete Nuklide und zugeordnete Energien .	28
6.2. Exemplarische Energiekalibrierung anhand des Gerätes SN102 . . . . .	30
6.3. Gemessene Kalibrierfaktoren 2. Ordnung . . . . .	30
6.4. Gemessene Kalibrierfaktoren 3. Ordnung . . . . .	30
6.5. Auf $c_1 = 1,47$ normierte Kalibrierfaktoren 2. Ordnung . . . . .	32
6.6. Auf $c_1 = 1,47$ normierte Kalibrierfaktoren 3. Ordnung . . . . .	33
7.1. Gammaemission des Kalibrierstandards M1 . . . . .	36
7.2. Gammaemission des Kalibrierstandards M2 . . . . .	36
7.3. Ausbeutevergleich zwischen Experiment und LabSOCS <sup>TM</sup> -Simulation . .	36
7.4. Massen und Volumina der verwendeten Referenzproben . . . . .	38
7.5. Simulation der Dichteabhängigkeit der Ausbeute . . . . .	39
8.1. Auswirkung der Kalibrierkoeffizienten und Transformation . . . . .	55
9.1. Aktivitäten der 9 Referenzproben nach verschiedenen Verfahren . . . . .	57
9.2. Gemessener Th-232-Gehalt - Aktivitätskonzentration und Fehler in [Bq/kg]	59
9.3. Gemessener U-238-Gehalt - Aktivitätskonzentration und Fehler in [Bq/kg]	60



# 1. Einleitung

NaI(Tl)-Detektoren finden gerade in der routinemäßigen Messung von Gammastrahlung breite Anwendung.

Im Rahmen dieser Diplomarbeit soll ein bereits bestehendes Messgerät zur Bestimmung der Aktivität in Lebensmitteln (Lebensmittelsonde LMS-2) umgerüstet und mit einer zeitgemäßen Hardware und vollautomatischen Auswertesoftware ausgestattet werden (Lebensmittelsonde LMS-3). Die Programmierung einer auch durch Laien zu bedienenden Benutzeroberfläche soll insbesondere Personen ohne fundierter Ausbildung im Gebiet der Strahlenphysik im Allgemeinen und Gammaspektroskopie im Speziellen die Bewertung der in Proben enthaltenen Aktivitätskonzentrationen ermöglichen. Hierzu werden sowohl Berechnungen als auch Interpretationen der Messwerte nach Vorgaben der Seibersdorf Labor GmbH durch die Software ausgeführt.

## 2. Motivation

### 2.1. Lebensmitteldosimetrie

Gerade durch den nuklearen Zwischenfall in Fukushima [11] sind umfassender Strahlenschutz und die mögliche Kontamination von Lebensmitteln wieder ins öffentliche Bewusstsein gerückt. Die Nachfrage nach Messgeräten, insbesondere von mobilen Geräten, konnte ein starkes Wachstum verzeichnen.

### 2.2. Versionsgeschichte

#### 2.2.1. LMS-1

Nach dem Reaktorunfall in Tschernobyl wuchs die Nachfrage nach Geräten zur Bestimmung der Aktivität in Lebensmitteln. Im damaligen österreichischen Forschungszentrum Seibersdorf wurde die *Lebensmittelsonde LMS-1* entwickelt. Sie verfügte über 3 einzelne Diskriminatoren und konnte die Aktivitätskonzentration (in Bq/l) der Nuklide Cs-137/Cs-134, I-131, Te-132, Ru-103 sowie Ka-40 bestimmen. Nach jeder Messung musste der Hintergrund nach einer Leerwertmessung subtrahiert werden.

#### 2.2.2. LMS-2

Die *Lebensmittelsonde LMS-2* stellte eine Weiterentwicklung der LMS-1 dar. Die drei analogen Diskriminatoren wurden durch einen analogen Vielkanalanalysator ersetzt. Der Absatz der LMS-2 war gering, da die Nachfrage nach Messgeräten einige Jahre nach Tschernobyl sehr stark zurückging.

#### 2.2.3. LMS-3

Der nächste Schritt in der Weiterentwicklung des Systems ist die aktuelle *Lebensmittel- und Materialsonde LMS-3*. Hierbei findet ein digitaler Vielkanalanalysator (MCA) Verwendung. Die Berechnung, Bewertung und Ausgabe erfolgt im Gegensatz zu den Vorgängern durch die mitgelieferte Software auf einem mittels USB verbundenen PC.

## 2.3. Unterschiede zu existierenden Geräten

Ein Teil der derzeit auf dem Markt verfügbaren Geräte zur Bestimmung der Aktivitäten in Lebensmitteln ist für die Verwendung von NaI(Tl)-Szintillationszählern mit der für Schüttgut üblichen Marinelli-Geometrie optimiert [12][26] oder bietet sie als mögliche Option an [3]. Während ein Teil der Geräte nicht für den Einsatz mit PCs oder Notebooks vorgesehen ist, sind insbesondere die Geräte von Ortec [26] und Canberra [3] mit zum Teil komplexer Auswertesoftware ausgestattet.

	Marinelli-Geometrie	PC-Unterstützung	Alarmgrenzen	Mobil
FoodGuard-1 NaI(Tl) Foodstuffs Monitor [26] ORTEC	11	Ja	Ja	
Gamma Spectrometer LB 2045 [2] Berthold Technologies		Opt		Ja
Becquerel-Monitor LB 200 [1] Berthold Technologies				Ja
RaDonna [12] Gammadata Instrument	11	Ja		Rad
FoodScreen Radiological Rood Screening System [3] Canberra	11	Ja		Rad
Lebensmittelsonde LMS3 [29] Seibersdorf Laboratories	$\frac{1}{2}$ 1	Ja	Ja	Ja

Tabelle 2.1.: Vergleich zwischen gängigen Dosimetriesystemen (Auszug)

Einer der angestrebten Vorteile gegenüber anderen Geräten ist die Kalibrierung der Geräte und Festlegung der Grenzwerte durch den Hersteller erfolgen zu lassen und somit eine Minimierung an Fehlerquellen vorzunehmen.

# 3. Theorie

## 3.1. Das Bohrsche Atommodell

Während das Bohrsche Atommodell den Aufbau der Atome nicht vollständig erklären kann ist es trotzdem für das Verständnis der in dieser Diplomarbeit ausgearbeiteten theoretischen Grundzulagen ausreichend.

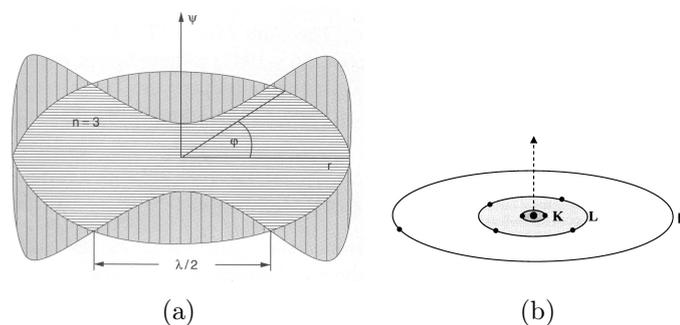


Abbildung 3.1.: Quantisierungsbedingung [9] und Veranschaulichung des Bohrschen Atommodells [19]

Gemäß der von Niels Bohr geäußerten Postulate bewegen sich Elektronen auf diskreten Bahnen bestimmter Energie  $E_N$  um ihren gemeinsamen Schwerpunkt mit dem Atomkern. Beim Übergang von einer Elektronenbahn höherer zu einer niedrigerer Energie wird die freiwerdende Energie als Strahlung emittiert. Nach klassischen Vorstellungen würden sich in Kreisbahnen bewegende Elektronen ihre Energie ständig in Form von Strahlung abgeben und somit in den Kern stürzen. Die Elektronenradien ergeben sich durch das Gleichgewicht von Zentripetal- und Coulombkraft und könnten nach klassischer Theorie jeden beliebigen Radius einnehmen, solange diese Bedingung erfüllt ist.

Im Bohrschen Atommodell wird eine Quantisierungsbedingung für die Bahnradien eingeführt: unter Zuhilfenahme des Welle-Teilchen-Dualismus werden die Elektronen als stehende Welle beschrieben, die sich lediglich auf Kreisbahnen bewegen können, deren Umfang einem ganzzahligen Vielfachen der de-Broglie-Wellenlänge entspricht.[9]

## 3.2. Radioaktiver Zerfall

Atomkerne können unter Emission von Teilchen ( $\alpha$ ,  $\beta^+$ ,  $\beta^-$ , n) oder Spaltung in andere Kerne umgewandelt werden. Nach dieser Umwandlung bleiben die Kerne meist in einem

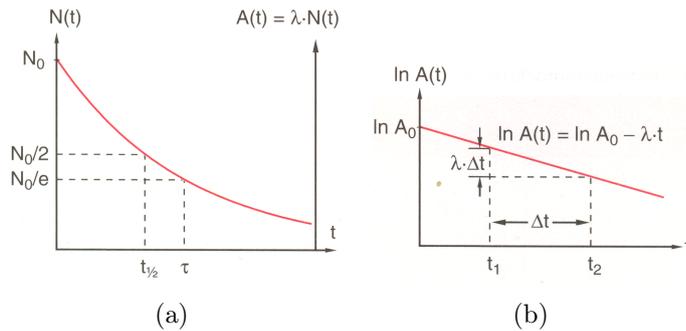


Abbildung 3.2.: Abklingkurve in linearer und logarithmischer Darstellung [10]

instabilen Zustand zurück, aus dem sie durch Aussenden eines Gammaquants  $h\nu$  in einen energetisch tiefer liegenden Endzustand übergehen können.

### 3.2.1. Zerfallsgesetz

Die als Zerfälle pro Zeiteinheit definierte Aktivität einer Quelle ist gemäß

$$A = -dN/dt = \lambda N \quad (3.1)$$

direkt proportional zur Anzahl der Kerne in dieser. Unter Annahme von  $N_0$  Teilchen zum Zeitpunkt  $t = 0$  liefert die integrale Formulierung des Zerfallsgesetzes

$$N_t = N_0 e^{-\lambda t} \quad (3.2)$$

die Anzahl der Teilchen zum Zeitpunkt  $t$ , wobei die nuklidspezifische Zerfallskonstante  $\lambda = \ln 2 / t_{1/2}$  mit der Halbwertszeit  $t_{1/2}$  Anwendung findet. Die Zerfallskonstante  $\lambda$  lässt sich aus der Steigung der Abklingkurve (siehe Abb. 3.3) mittels  $\ln A_t = \ln A_0 - \lambda t$  bestimmen. Durch die direkte Proportionalität zwischen Anzahl der Atome und Aktivität eines Nuklids kann das Zerfallsgesetz (3.2) auch über

$$A_t = A_0 e^{-\lambda t} \quad (3.3)$$

ausgedrückt werden [10].

### 3.2.2. Gleichgewicht zwischen Mutter- und Tochterkernen

Mit fortschreitender Zeit nimmt die Aktivität eines Nuklids gemäß (3.3) immer weiter ab. Durch die Umwandlung des Kerns kann es bei unterschiedlichen Halbwertszeiten von Mutter- und Tochterkern allerdings zu einem Anstieg der Aktivität des Nuklidgeschmises kommen.

Durch Berücksichtigung der Neubildung von Tochterkernen nach Zerfall des Mutterkerns kann das Zerfallsgesetz erweitert werden zu

$$A_T = A_{E,0} [e^{\lambda_E t} - e^{-\lambda_T t}] \frac{\lambda_T}{\lambda_T - \lambda_M} + A_{T,0} e^{-\lambda_T t} \quad (3.4)$$

Kommen zu Beginn der Messung nur Kerne des Mutternuklids vor (z.B. nach chemischer Separation), so ist der Term  $A_{T,0} e^{-\lambda_T t}$  Null. Die Aktivität des Nuklidgemisches ergibt sich in Abhängigkeit der Halbwertszeiten von Mutter- und Tochternuklid. Hierbei werden 3 Fälle unterschieden:

- Die Nuklide befinden sich nach etwa 10 Halbwertszeiten des Mutternuklids im **ausgeglichenen Gleichgewicht**, wenn die Halbwertszeit des Mutternuklids größer als jene des Tochternuklids ist. Nach diesem Zeitraum zerfallen Mutter- und Tochternuklid mit der Halbwertszeit der Mutter (siehe Abb. 3.3a).
- Beim **sekulären Gleichgewicht** ist die Halbwertszeit des Tochternuklids vernachlässigbar gegenüber jener des Mutternuklids. Die Aktivität des Tochternuklids entspricht jener des Mutternuklids, womit sich die Aktivität des Nuklidgemisches verdoppelt (siehe Abb. 3.3b). Bei mehreren Töchtern mit vernachlässigbaren Halbwertszeiten kommt es zur entsprechenden Vervielfachung der Aktivität.
- Zu **keinem Gleichgewicht** kommt es, falls die Halbwertszeit der Mutter geringer als jene der Tochter ist. In diesem Fall zerfällt das Mutternuklid vollständig und die Zerfallskurve entspricht jener des Tochternuklids (siehe Abb. 3.3c).

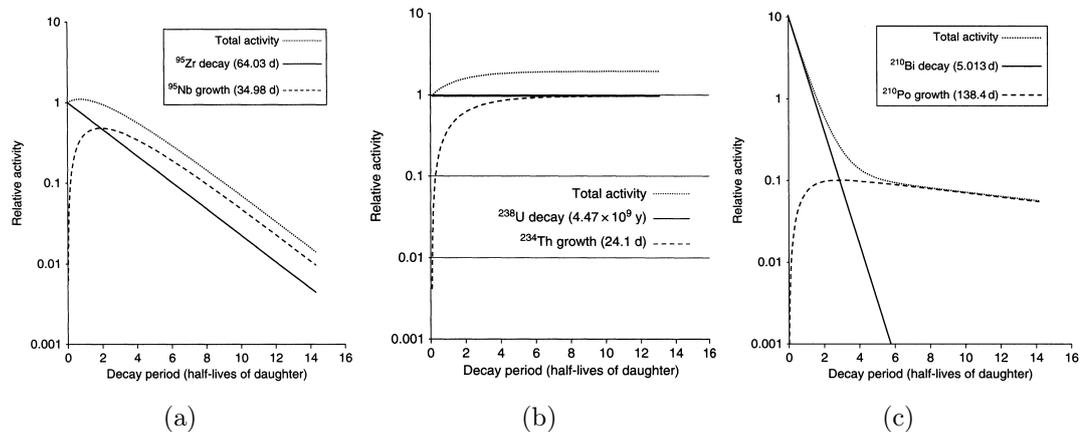


Abbildung 3.3.: Relative Aktivität von Mutter- und Tochternuklid bei (a) größerer, (b) viel größerer sowie bei (c) geringerer Halbwertszeit des Mutternuklids [14]

## 3.3. Gammastrahlung

### 3.3.1. Wechselwirkung von Gammastrahlung mit Materie

Im Gegensatz zur Detektion geladener Teilchen, wie sie im Zuge von  $\alpha$ - oder  $\beta$ -Zerfall emittiert werden, kann Gammastrahlung nur durch indirekte Wechselwirkung nachgewiesen werden (siehe auch Kapitel 4).

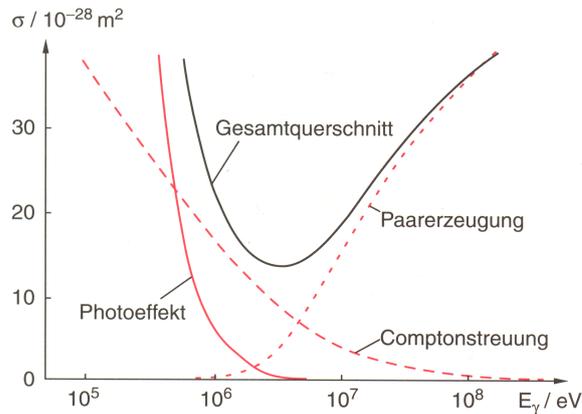


Abbildung 3.4.: Wirkungsquerschnitte für verschiedene Wechselwirkungen für Pb ( $Z=82$ ) [10]

#### Photoeffekt

Beim Photoeffekt kommt es zur Interaktion des einfallenden Gammaquants mit einem gebundenen Elektron der Atomhülle. Das Gammaquant wird vollständig absorbiert und - falls die Energie größer als die Bindungsenergie des Elektrons ist - ein Elektron emittiert. Die kinetische Energie des Elektrons  $E_e = E_\gamma - E_b$  ist die um die Bindungsenergie  $E_b$  verminderte Gammaenergie  $E_\gamma$  (Abb. 3.5a). Das Atom selbst wird in einem angeregten Zustand zurückgelassen.

Nachdem ein Elektron aus einer höheren Schale in die freiwerdende Stelle fällt, wird die daraus resultierende Energiedifferenz in Form eines Photons abgegeben. Dieses Photon kann nun wiederum ein Hüllenelektron aus einer Schale schlagen (Auger-Effekt) oder verlässt als charakteristische Röntgenstrahlung das Atom (Abb. 3.5b). Die freiwerdende Röntgenstrahlung kann wiederum von benachbarten Atomen absorbiert werden, wo es wieder zur Emission von Strahlung kommt, usf.

Der Großteil der Gammaenergie wird vom emittierten Photoelektron und eventuell ein oder mehreren Photoelektronen vermindertener Energie aus Nachfolgeprozessen getragen, deren Energie - insofern kein Elektron den Detektor verlässt - jener der einfallenden Gammastrahlung entspricht (full energy peak). [14][18]

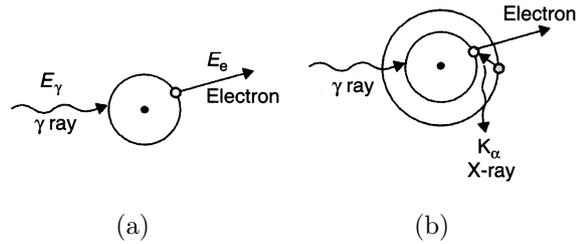


Abbildung 3.5.: Photoeffekt mit Emission eines Photoelektrons (a) und charakteristischer Röntgenstrahlung (b) [14]

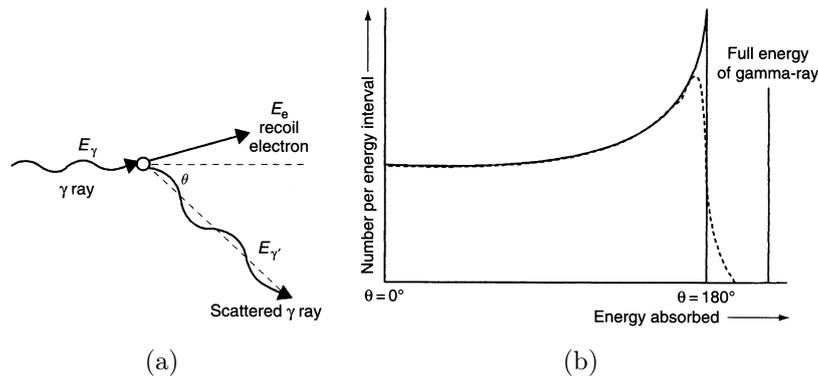


Abbildung 3.6.: Comptonstreuung und daraus resultierendes Spektrum [14]

## Comptonstreuung

Bei der Comptonstreuung wird die einfallende Gammastrahlung an einem Hüllenelektron gestreut. Die Energieverteilung von Rückstoßelektron und gestreuter Gammastrahlung ist gemäß Gleichung (3.5) vom Streuwinkel  $\theta$  abhängig (siehe Abb. 3.6a). Für einen Winkel von  $\theta = 0^\circ$  wird fast keine Energie auf das Elektron übertragen und vom Detektor erfasst. Im anderen Extrem von  $\theta = 180^\circ$  wird die Gammastrahlung zur Gänze übergeben und ein Maximum detektiert (Compton-Kante); in jedem Fall wird nie die gesamte Energie vom Detektor erfasst.

$$E_e = E_\gamma \left( 1 - \frac{1}{1 + E_\gamma(1 - \cos\theta)/m_0c^2} \right) \quad (3.5)$$

Erfolgt die Streuung an inneren Schalen, so sind die Bindungsenergien der Elektronen nicht mehr zu vernachlässigen, was sich in einer Verschmierung der Comptonkante bemerkbar macht (siehe Abb. 3.6 b). [14]

## Paarbildung

Bei der Wechselwirkung eines hochenergetischen Gammaquants mit dem Coulombfeld des Atomkerns kann es zur Bildung eines Elektron-Positron-Paares kommen. Hierzu muss

die Energie des Quants mindestens der Ruheenergie der beiden Teilchen von jeweils 511 keV entsprechen, weshalb der Effekt erst bei einer Energie von 1,022 MeV auftritt (siehe Abb. 3.4). Mit sinkender kinetischer Energie des Positrons steigt die Wahrscheinlichkeit, dass es mit einem weiteren Elektron rekombiniert. Bei diesem Prozess werden zwei Photonen mit einer Energie von 511 keV in entgegengesetzte Richtung freigesetzt (siehe Abb. 3.7).

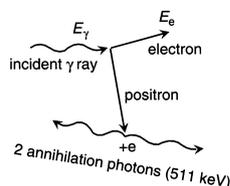


Abbildung 3.7.: Paarbildung [14]

### 3.3.2. Schwächung von Gammastrahlung

Durch die zuvor besprochenen Wechselwirkungen kommt es zur Abschwächung der in Materie eindringenden Gammastrahlung, indem diese infolge von Paarbildung oder Photoeffekt absorbiert oder durch Streuung aus der Bahn gelenkt wird. Der lineare Schwächungskoeffizient  $\mu$  ist hierbei die Wahrscheinlichkeit, dass ein Gammaquant aus dem Strahl entfernt wird. Er ergibt sich aus der Summe der Wechselwirkungswahrscheinlichkeiten für Photoabsorption  $\mu_{Ph}$ , Comptonstreuung  $\mu_{CS}$  sowie Paarbildung  $\mu_{PP}$  pro Weglänge im Absorbermaterial zu

$$\mu = \mu_{Ph} + \mu_{CS} + \mu_{PP} \quad (3.6)$$

Die exponentielle Schwächung beim Durchgang durch Material der Dicke  $t$  kann gemäß dem Beer-Lambertschen Gesetz als Verhältnis von transmittierter zu einfallender Intensität ausgedrückt werden (siehe Abb. 3.8a):

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu t} \quad (3.7)$$

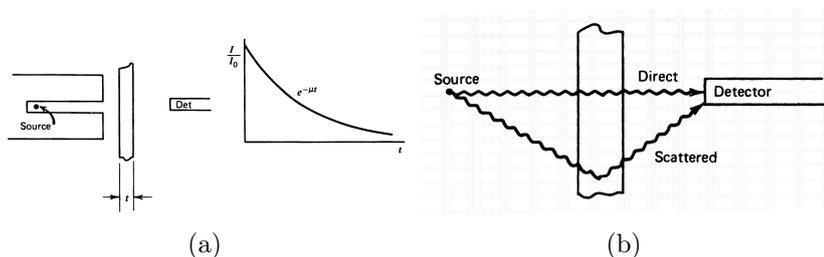


Abbildung 3.8.: Veranschaulichung des Beer-Lambertschen Gesetzes (a) und der Streuproblematik (b) [18]

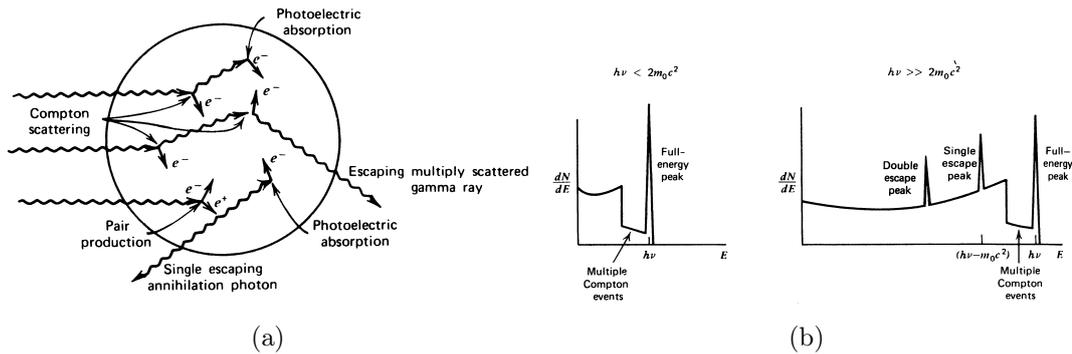


Abbildung 3.9.: Wechselwirkungsprozesse in einem „realen“ Detektor und daraus resultierendes Spektrum [18]

Der lineare Schwächungskoeffizient ist abhängig vom verwendeten Absorbermaterial, weswegen die Angabe des Massenschwächungskoeffizienten  $\mu/\rho$  üblich ist. Gleichung (3.7) ist für kollimierte Strahlen gültig. Für unkollimierte Strahlen kann es zur Streuung in der Abschirmung und zur Erhöhung der vom Detektor registrierten Intensität kommen (siehe Abb. 3.8b). Um diesen als Pile-up bekannten Effekt zu berücksichtigen wird Gleichung (3.7) durch einen empirischen Faktor  $B$  korrigiert [14][18]:

$$\frac{I}{I_0} = B \cdot e^{-\mu t} \quad (3.8)$$

### 3.3.3. Wechselwirkungen mit dem Detektor

Der Nachweis von Gammastrahlung erfolgt über die bei den verschiedenen Wechselwirkungsprozessen erzeugten Sekundärelektronen. Das im Detektor erzeugte Signal ist somit nicht nur abhängig von der Energie des Photons sondern auch vom Absorbermaterial sowie dem Streuwinkel.

Da die Energie eines Gammaquants nicht zwingend in einem einzigen Wechselwirkungsprozess abgegeben wird, wirkt sich auch die Position der Wechselwirkung und jene der nachfolgenden Prozesse auf das Detektorsignal aus.

Bei einem unendlich großen Detektor würde die Energie der einfallenden Gammastrahlung unabhängig von der Art der Wechselwirkung vollständig absorbiert werden. Im Falle des Photoeffekts wird die Energie vollständig auf das Photoelektron übertragen. Im Zuge von ein oder mehreren Streuprozessen wird die Energie auf Rückstoßelektronen übertragen. Ist die verbleibende Energie des Gammaquants gering genug, kommt es unweigerlich zur Photoabsorption und damit zur Übertragung der Restenergie auf ein Photoelektron. Unabhängig von der Anzahl der zuvor stattfindenden Streuprozesse wird die Energie des einfallenden Quants vollständig vom Detektor registriert.

Bei der Paarerzeugung wird die Energie der einfallenden Strahlung zuerst zu gleichen Teilen auf Elektron und Positron aufgeteilt. Diese geben ihre Energie an das Detektor-

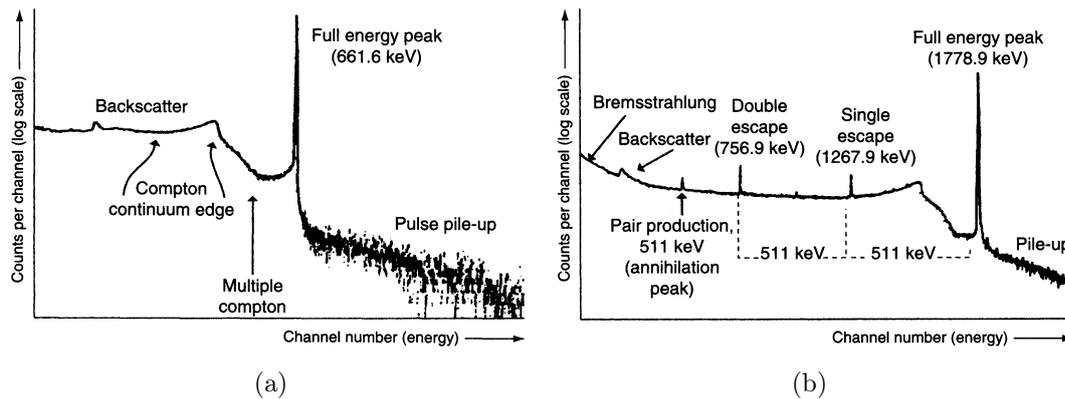


Abbildung 3.10.: Spektrum von (a) Cs-137 und (b) Al-28 mit Beiträgen der einzelnen Wechselwirkungen [14]

material ab, bis das Positron durch Rekombination mit einem Elektron zwei Photonen mit 511 keV abgibt, deren Energie ebenfalls in einer Folge von Comptonstreuung und Photoeffekt auf den Detektor übertragen wird.

In realen Detektoren mit endlichen Ausmaßen wird die Gammastrahlung nur infolge des Photoeffekts in jedem Fall vollständig absorbiert. Es kann zwar auch nach Comptoneffekt und Paarbildung eine vollständige Absorption erfolgen, mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit werden aber Photonen den Detektor verlassen, wodurch ein Teil der Energie nicht registriert wird.

Verlässt infolge der Paarerzeugung und darauffolgenden Rekombination des Positrons mit einem Elektron ein Vernichtungsphoton den Detektor, so ist die registrierte Energie um 511 keV geringer als jene der einfallenden Strahlung (single escape peak). Verlassen beide Photonen den Detektor, so ist die Energie um 1022 keV verringert (double escape peak).

Liegt die anfänglich registrierte Energie in der Nähe der Comptonkante, so kann infolge weiterer Streuprozesse mehr Energie abgegeben werden, wodurch die registrierte Energie der einfallenden Strahlung zwischen Comptonkante und Full energy peak liegt. [14]

Eine Darstellung der Zusammensetzung zweier typischer Gammaspektren ist Abb. 3.10 zu entnehmen.

### 3.3.4. Wechselwirkungen mit der Abschirmung

Durch die den Detektor und das Probenmaterial umgebende Abschirmung wird nicht nur die Hintergrundstrahlung reduziert, es kann infolge der Wechselwirkungen mit der Abschirmung auch zu Beiträgen im Spektrum kommen, die nicht mit Peaks verwechselt werden dürfen (siehe wiederum Abb. 3.10b):

- Infolge des Photoeffekts können durch den Mantel charakteristische **Röntgenstrahlen** emittiert werden. Die Energie der Röntgenstrahlung kann durch ent-

sprechend gewählte Abschirmungsmaterialien so weit reduziert werden, dass sie für Gammaskopie nicht mehr relevant sind.

- Durch Comptonstreuung kann Strahlung in den Detektor zurückgestreut werden. Die Energie und damit die Lage des **Rückstreupeaks** ist wiederum abhängig vom Streuwinkel.
- Kommt es in der Abschirmung zur Paarbildung, kann - aufgrund der entgegengesetzten Emissionsrichtungen - eines der beiden Vernichtungsphotonen vom Detektor wahrgenommen werden. Der daraus resultierende **Vernichtungspeak** liegt bei 511 keV.
- Emittiert die Quelle auch Betastrahlung, so kommt es durch die Abbremsung der Elektronen im Coulombfeld des Schirmmaterials zur Emission von **Bremsstrahlung**, die dem niederenergetischen Teil des Gammaskopie überlagert ist.

### 3.4. Natürliche Radioaktivität

Im Gegensatz zur durch Kernreaktionen induzierten (künstlichen) Radioaktivität gibt es in der Natur vorkommende Elemente, die ohne äußere Einwirkungen zerfallen (natürliche Radioaktivität). Die natürlich vorkommenden radioaktiven Elemente (NORM, Naturally Occuring Radioactive Material) lassen sich in 4 Zerfallsketten gliedern, die nach denen in der Natur noch vorkommenden langlebigsten Isotopen benannt sind und in stabilen Bleisotopen enden (siehe Abb. 3.11).

Während die Uran-Radium-, Uran-Actinium- und Thorium-Reihe noch natürlich vorkommen, können die Elemente der Neptunium-Reihe nur noch künstlich erzeugt werden. [10]

Aufgrund der hohen Vorkommen von K-40 und Be-7 in Umweltproben werden auch diese manchmal zu den NORM-Nukliden gezählt [14][19].

Das natürlich vorkommenden Uran besteht aus den 3 langlebigen Isotopen U-238, U-234 (Uran-Radium-Reihe) und U-235 (Uran-Actinium-Reihe); Thorium hingegen aus einem einzelnen Isotop Th-232 (Thorium-Reihe).

Da nicht jedes Nuklid dieser Zerfallsketten auch Gammastrahlung emittiert, kann nur ein Teil davon mittels Gammaskopie gemessen werden. Durch Kenntnis der Gammaenergien und Emissionswahrscheinlichkeiten der einzelnen Nuklide kann - sofern sich die Zerfälle und Nachbildung im Gleichgewicht befinden (siehe Kap. 3.2.2) - eine Aussage über die Aktivität des Ausgangsnuklids getätigt werden. Gemäß Tabelle 3.1 kann U-235 direkt bestimmt werden, U-238 und Th-232 jedoch nur durch Messung ihrer Tochternuklide.[14][10]

Bei der getrennten Bestimmung von U-238 und Th-232 kommt es zur Überlagerung

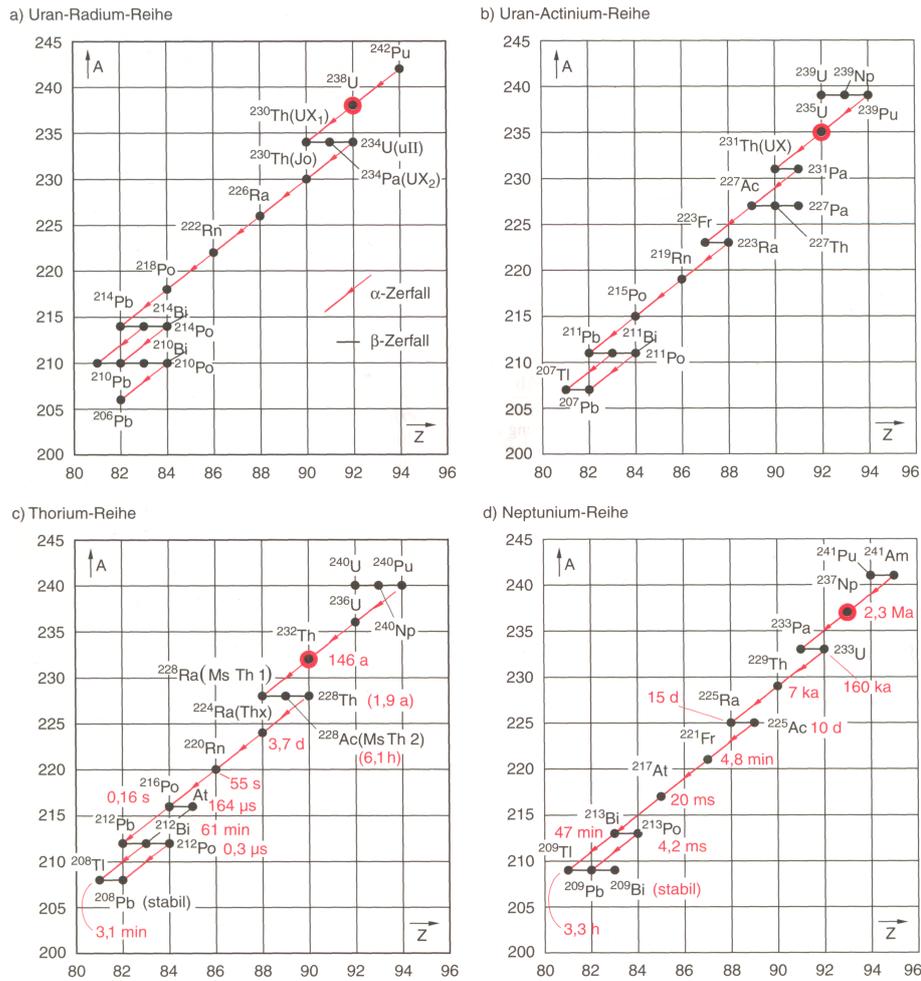


Abbildung 3.11.: Natürliche Zerfallsreihen [10]

von Linien der Tochternuklide (z.B. Bi-214 und Ta-208), weswegen die Aktivitäten entsprechend korrigiert werden müssen (siehe Kap. 7.7).

Reihe	Nuklid	$T_{1/2}$	$E[\text{keV}]$	$P_\gamma[\%]$	
U-235	U-235	704 (1) $10^6$ a	143,77	10,94 (6)	
			163,36	5,08 (3)	
			185,72	57 (3)	
			205,32	5,02 (3)	
	Th-227	18,718 d	235,96	12,6 (6)	
			256,23	6,8 (4)	
	Ra-223	11,43 (3) d	154,21	5,84 (13)	
			269,46	14,23 (32)	
			323,87	4,06 (8)	
	Rn-219	3,98 (3) s	271,23	11,07 (22)	
			401,81	6,75 (22)	
	U-238	U-238	4,468 (5) $10^9$ a	49,55	0,0697 (26)
				63,3	3,75 (8)
Th-234		24,10 (3) d	92,38	2,18 (19)	
			92,8	2,15 (19)	
			258,23	0,0738 (8)	
Pa-234m		1,159 (11) min	742,81	0,094 (3)	
			766,36	0,323 (4)	
			1001,03	0,847 (8)	
			186,21	3,555 (19)	
Ra-226		1600 (7) a	242	7,268 (22)	
Pb-214		26,916 (44) min	295,22	18,414 (36)	
			351,93	35,6 (7)	
			609,31	45,49 (19)	
Bi-214		19,8 (1) min	1120,29	14,91 (3)	
			1238,11	5,831 (14)	
			1764,49	15,31 (5)	
			2204,21	4,913 (23)	
Pb-210		22,23 (12) a	46,54	4,252 (40)	
Th-232		Th-232	14,02 (6) $10^9$ a	63,81	0,259 (15)
				338,32	11,4 (4)
		Ac-228	6,15 (3) h	463	4,45 (24)
				911,2	26,2 (8)
				964,79	4,99 (17)
	968,96			15,9 (5)	
	Pb-212	10,64 (1) h	238,63	43,6 (5)	
			300,09	3,18 (14)	
	Bi-212	60,54 (6) min	727,33	6,65 (4)	
	Tl-208	3,058 (6) min	510,74	22,5 (2)	
			583,19	85 (3)	
			860,53	12,4 (1)	
			2614,51	99,755 (4)	

Tabelle 3.1.: Markanteste Gammaemissionen der NORM-Nuklide [8], Th-227 aus [14]

# 4. Hardware

## 4.1. Szintillationsdetektor

In einen Szintillationsdetektor einfallende Strahlung kann bei genügend hoher Energie Atome und Moleküle des Szintillatorkristalls ionisieren. Die hierbei erzeugten Primärelektronen können wiederum Sekundärelektronen in das Leiterband anheben, die beim Zurückfallen in das Valenzband elektromagnetische Strahlung abgeben, die durch einen Sekundärelektronenvervielfacher registriert werden (siehe Abb. 4.1). Die Höhe des optischen Impulses sollte hierbei proportional zur Energie der einfallenden Strahlung sein.

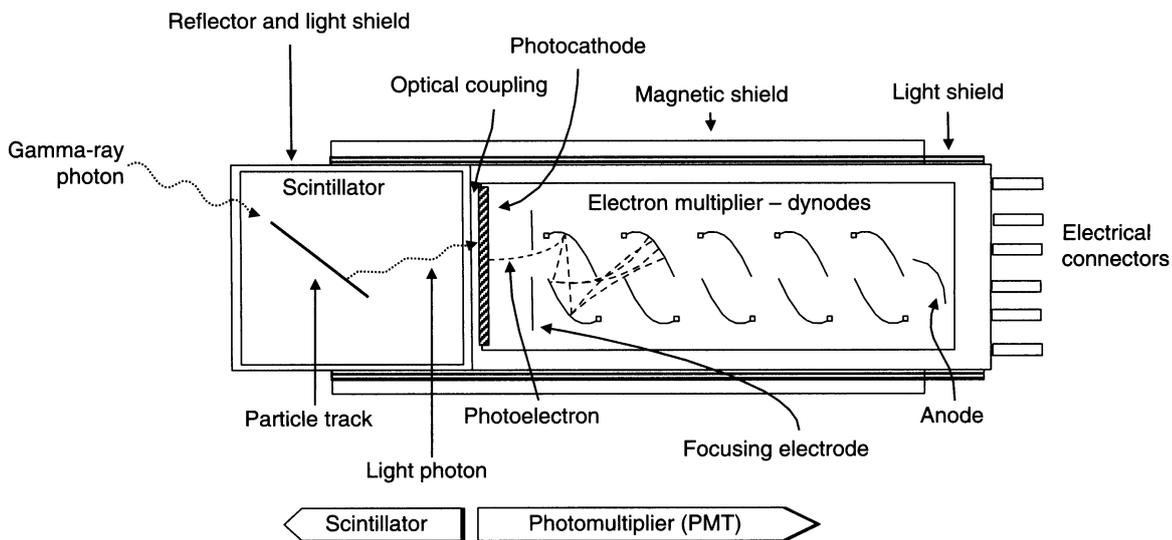


Abbildung 4.1.: Querschnitt und Wirkungsweise eines Szintillationszählrohres mit Sekundär-Elektronenvervielfacher (PMT) [14]

Die bei der Verwendung von NaI als Detektormaterial entstehenden Lichtblitze sind durch die Höhe des Valenzbandes außerhalb des sichtbaren Bereichs. Um eine geringere Wellenlänge zu ermöglichen werden diese Detektoren mit einem materialabhängigen Aktivator dotiert. Durch die hierdurch entstehenden Kristalldefekte werden zusätzlich Energieniveaus im ursprünglich verbotenen Bereich zwischen Valenz- und Leiterband geschaffen, die von Elektronen und Elektronenlöchern bevölkert werden können. Fällt nun ein Elektron vom angeregten Zustand des Aktivators zurück in dessen Grundzustand, so ist die Energie des ausgesandten Photons geringer und damit die Wellenlänge

im sichtbaren Bereich.

Im Fall von NaI findet Thallium als Aktivator Verwendung, was durch die Kurzschreibweise NaI(Tl) ausgedrückt wird. Im weiteren Verlauf dieser Arbeit wird auf den Zusatz (Tl) verzichtet.

Durch die Verwendung von NaI als Detektormaterial ergeben sich einige Nachteile. Üblicherweise besteht kein linearer Zusammenhang zwischen angesprochenem Kanal des MCA und der Energie des gemessenen Teilchens, was durch eine entsprechende Kalibrierung (siehe Kap. 6) ausgeglichen werden kann. Typisch für NaI-Detektoren ist auch, dass die Breite der Peaks proportional zur Energie ist, was sich in einer Aufweitung der Peaks im höherenergetischen Bereich des Spektrums und einer entsprechend geringeren Auflösung bemerkbar macht. Schlussendlich ist der Kristall selbst empfindlich gegenüber thermischen Beanspruchungen (siehe Kap. 9.3), was wiederum durch eine entsprechende vollautomatische Kalibrierung und Nachjustierung des Gerätes kompensiert werden kann (siehe Kap. 6 und 8.2.2) [14][18].

## 4.2. Sekundärelektronenvervielfacher

Der grundsätzliche Aufbau eines Sekundärelektronenvervielfachers ist in Abb. 4.1 angeführt.

Das vom Szintillatorkristall emittierte Photon trifft auf eine lichtempfindliche Fläche (Photokathode) und regt diese zur Emission eines Photoelektrons an. Dieses wird durch eine Fokussierelektrode auf eine Serie von Elektronenvervielfachern (Dynoden) fokussiert. In jeder Stufe von Dynoden wird die Anzahl der einfallenden Elektronen vervielfacht, wodurch es zu einer Verstärkung des Eingangssignals kommt. Die Elektronen werden schließlich auf einer Anode gesammelt und über eine entsprechende Schnittstelle auf das Messsystem übertragen.

Die in der Photokathode erzeugten Photoelektronen müssen über ausreichend Energie verfügen, um sich von dieser zu lösen. Zusätzlich kommt es lediglich bei 20-30% der einfallenden Photonen zur Emission eines Photoelektrons. Mit einer bei NaI benötigten Minimalenergie von 26 eV zur Emission eines Photons ergibt sich eine notwendige Gammaenergie von etwa 100 eV, um ein Primärsignal zu erzeugen (im Gegensatz zu 2,96 eV in HPGe-Detektoren) [14].

## 4.3. Marinellibecher

Durch das Platzieren einer Punktquelle direkt an und konzentrisch zur Oberseite des Detektors wäre verständlicherweise die beste Ausbeute zu erzielen. Sowohl durch Vergrößerung des Abstandes vom Detektor sowie die dezentrale Platzierung der Probe wird die Ausbeute verringert. Beides tritt üblicherweise konstruktionsbedingt durch das Einbetten des Detektors in ein Gehäuse (siehe Abb. 4.1) auf.

Bei der Vermessung realer Proben größerer Ausdehnung kommt es je nach Abstand

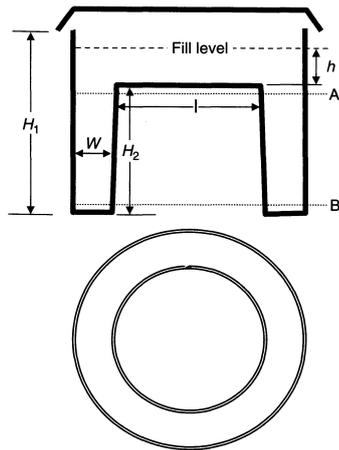


Abbildung 4.2.: Geometrie eines Marinellibechers [14]

der Proben und deren Geometrie zu unterschiedlich starken Abschwächungs- und/oder Abschirmungseffekten. Bedingt durch die Form des Detektorkristalls (üblicherweise ein Zylinder mit identischem Durchmesser und Höhe) wäre die beste Ausbeute durch die Verwendung eines Hohlzylinders mit aufgesetzter Halbkugel zu erzielen [14]. Da diese Geometrie insbesondere für Schüttgut und Flüssigkeiten nicht realisierbar ist, wird in der Praxis auf wiederverwendbare Marinellibecher zurückgegriffen. Dieser hat die Form eines Zylinders mit Hohlraum in der Unterseite, um ihn direkt auf den Detektor aufsetzen zu können (siehe Abb. 4.2).

Empfohlen wird, den Marinellibecher bis zu einer Höhe über der Endkappe des Detektors zu füllen, die dem Radius des Zylinderrings entspricht. Bei größeren Füllhöhen kommt es zu Abschirmungseffekten, deren Korrektur in Kapitel 7.6 näher beschrieben wird [14].

## 4.4. Halbleiterdetektoren

In Halbleiterdetektoren werden nach Anregung durch Photonen Elektronen vom Valenz- in das Leitungsband gehoben. Diese Elektronen werden an der Anode, die entstehenden positiv geladenen Löcher an der Kathode gesammelt. Das entstehende Signal ist proportional zur Energie der einfallenden Strahlung und kann wiederum ausgewertet werden.

Bei Szintillationsdetektoren, bei denen es sich um Isolatoren handelt, werden etwa 10 eV benötigt, um ein Elektron vom Valenz- in das Leitungsband zu heben. Bedingt durch den geringeren Abstand zwischen Valenz- und Leitungsband ist die notwendige Energie in Halbleitern geringer, üblicherweise in der Größenordnung von 1 eV. Die daraus resultierende höhere Energieauflösung ist ein Vorteil von Halbleiterdetektoren.

Ein Nachteil von Halbleiterdetektoren ist, dass die Leitfähigkeit stark abhängig von äußeren Einflüssen wie Temperatur und Erschütterungen ist, worauf bei der Instrumentierung (z.B. durch Kühlung mit flüssigem Stickstoff) geachtet werden muss. Nachdem die Leitfähigkeit des Detektormaterials mit der Fehlerfreiheit desselben zunimmt, müs-

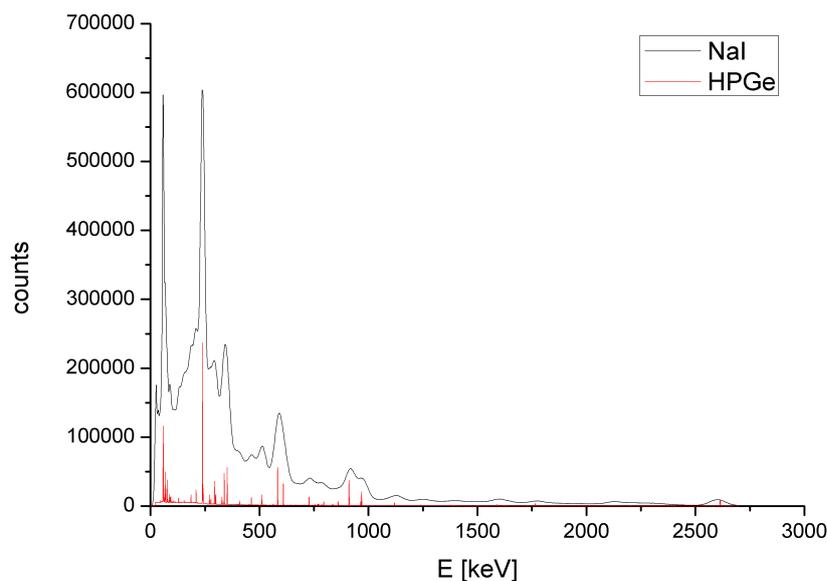


Abbildung 4.3.: Vergleich der Spektren der Probe W2 (siehe Kap. 9.1) mittels NaI- und HPGe-Detektor. Die Counts stehen durch die unterschiedlichen Messzeiten in keiner direkten Relation zueinander.

sen die Detektorkristalle mit entsprechender Reinheit hergestellt werden. Die meisten kommerziell verfügbaren Detektoren werden aus hochreinem Germanium (HPGe) gefertigt.

Ein mittels NaI- sowie HPGe-Detektor aufgenommenes Spektrum ist in Abb. 4.3 gegenübergestellt [14].

## 4.5. Parameter und Kenngrößen des Messsystems

### 4.5.1. Shaping Time

Über die shaping time wird die Integrationszeit des Vorverstärkers gesteuert. Die Amplitude des eingehenden Impulses wird bei Erreichen des Maximalwertes oder nach Ablauf der shaping time registriert und ein verstärkter Ausgangsimpuls generiert. Bei zu groß gewählter shaping time kommt es zu einer erhöhten Totzeit des Verstärkers. Ist sie zu gering so wird nicht das Maximum der Amplitude erfasst [18].

### 4.5.2. Gain

Der Gain kann vereinfacht als das Verhältnis von Eingangs- zu Ausgangssignal des Vorverstärkers unter gleichen Bedingungen (z.B. Spannung oder Verstärkungsfaktor) angesehen werden. Das Verhältnis wird durch die Pulshöhe  $H_d$  bestimmt, ab der ein einfallender

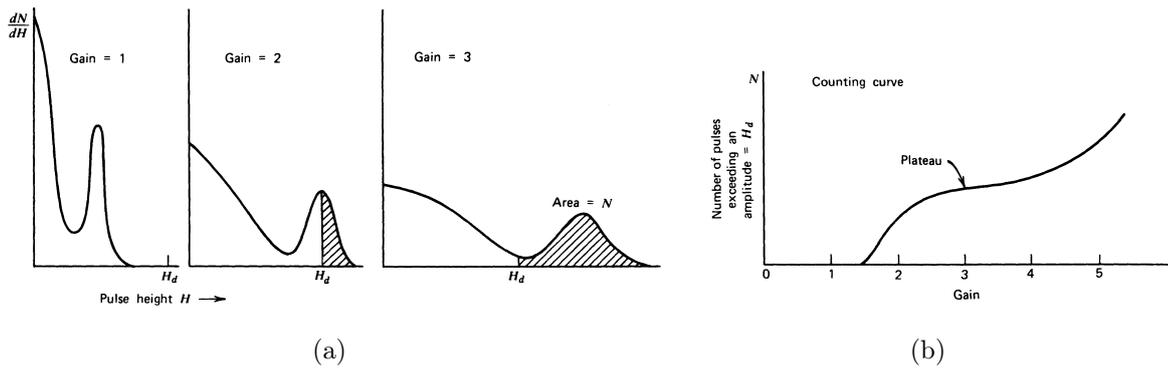


Abbildung 4.4.: Gain [14]

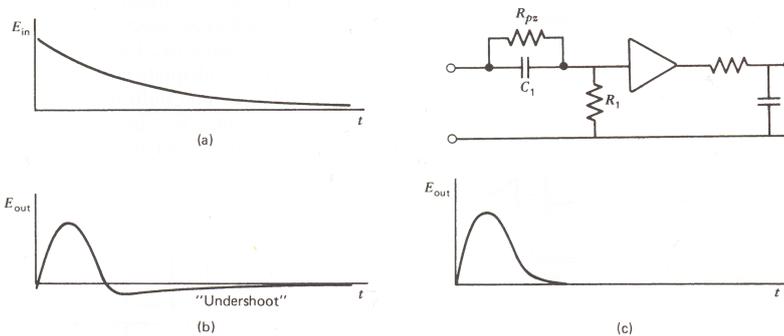


Abbildung 4.5.: Signal vor und nach Pole-Zero Cancellation [18]

des Signal in einen elektrischen Puls umgewandelt wird. Wird eine bestimmte Pulshöhe nicht überschritten, so kommt es zu keiner Zählung des einfallenden Teilchens (siehe Abb. 4.4a mit Gain = 1).

Es ist ratsam, den Gain so zu wählen, dass eine Änderung nur geringe Auswirkungen auf die Anzahl der registrierten Teilchen hat (siehe Abb. 4.4b). Änderungen des Gain können bewusst durch Variation der Spannung oder durch Umweltbedingungen wie Temperaturänderungen oder Erschütterungen hervorgerufen werden (siehe hierzu auch Kap. 5.3.2 und 9.3) [18].

### 4.5.3. Pole-Zero Cancellation

Die Pole-Zero Cancellation (PZC) muss ausgeführt werden, falls Impulse keine Stufenfunktionen sondern ein mit einer Zeitkonstante  $\tau$  abfallendes Signal erzeugen. Es kommt somit am Ausgang zu einem Puls, der kurzzeitig unter Null fällt und erst nach einiger Zeit zu Null zurückkehrt (siehe Abb. 4.5). Wird bis zu diesem Zeitpunkt erneut ein Puls registriert, so ist dessen Höhe fehlerbehaftet. Um diesen Fehler auszugleichen muss mittels Elektronik oder Transferfunktion eine Pole-Zero Cancellation durchgeführt werden [18].

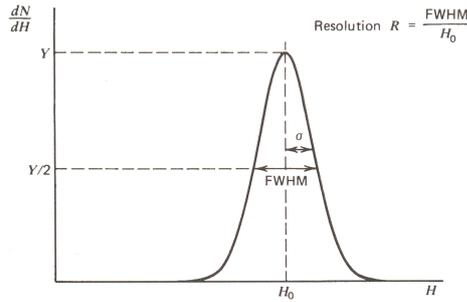


Abbildung 4.6.: Auflösung eines Detektors [18]

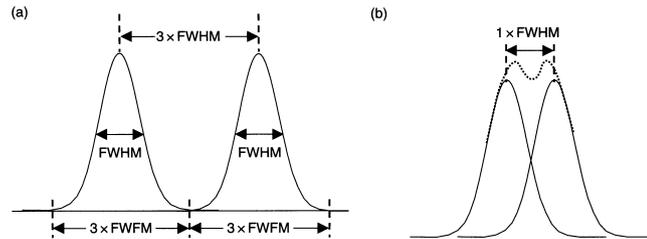


Abbildung 4.7.: Unterscheidung zweier Peaks in Abhängigkeit der Halbwertsbreite [14]

#### 4.5.4. Halbwertsbreite und Auflösung

Die Halbwertsbreite (Full Width at Half Maximum, FWHM) ist die Breite eines Peaks auf Höhe der halben Amplitude. Über die Halbwertsbreite ist auch die Auflösung des Detektors mit

$$R = \frac{FWHM}{H_0} \quad (4.1)$$

als Verhältnis von Halbwertsbreite zu Peakposition definiert. Sowohl Halbwertsbreite als auch Auflösung sind nicht über das gesamte Spektrum konstant; für NaI-Detektoren treten im hochenergetischen Bereich größere Halbwertsbreiten auf, wodurch sich trotz der höheren Energie eine geringere Auflösung ergibt.

Abhängig von der Halbwertsbreite der Peaks und der Auflösung des Detektors im betroffenen Energiebereich können gerade knapp nebeneinanderliegende Peaks nicht mehr aufgelöst werden. Ab 3 Halbwertsbreiten sind die Peaks zu 100% separierbar (siehe Abb. 4.7) [14][18].

# 5. Instrumentierung

## 5.1. Verwendete Software

Für die Überprüfung der Hardware, Aufnahme von Referenzspektren und Auswertung und Validierung der Messdaten wurde verschiedene Software verwendet.

Sämtliche in diesem Kapitel durchgeführten Messungen wurden mittels WinSpec for Automation [31] durchgeführt. Da diese Software speziell für den verwendeten MCA gefertigt wurde, ist gerade die Einstellung der Parameter vor dem Zusammenbau der Lebensmittelsonden und dem Erstellen der Software vereinfacht. Auch während und gerade zu Beginn der Arbeiten an der Software fand WinSpec vermehrt Anwendung, um die Probleme bei der Ansteuerung der Hardware zu verstehen und zu bewältigen. Die Aufnahme der Spektren der Probenstandards zur Kalibrierung der Detektoren wurde ebenfalls mit WinSpec durchgeführt, die eigentliche Kalibrierung wurde mit anderen Programmen durchgeführt.

Zur Energiekalibrierung (siehe Kap. 6) wurde Genie<sup>TM</sup>2000 [4] verwendet, für die Ausbeutekalibrierung wurde auf Genie<sup>TM</sup>2000 und LabSOCS<sup>TM</sup>[5] sowie InterWinner [16] zurückgegriffen.

### 5.1.1. WinSPEC for Automation

WinSPEC for Automation [31] ist ein Gammaskopie-Softwarepaket der Firma GBS Elektronik. Es ist auf die Verwendung mit dem Vielkanalanalysator MCA527-OEM [23] optimiert, der in der LMS-3 eingebaut wurde.

Mit WinSPEC kann der MCA gesteuert und einzelne Parameter eingestellt werden. Neben der Aufnahme von Spektren sind einfache Energiekalibrierungen und Datenauswertungen möglich.

### 5.1.2. InterWinner

InterWinner [16] ist das im deutschen Sprachraum meistverwendete Programm zur Aufnahme und Analyse von Gammaskopie-Spektren. Neben der Auswertung von Daten kann es auch zur Steuerung der Hardware verwendet werden. Es findet sowohl in Kombination mit Halbleiter- als Szintillationsdetektoren Anwendung und unterstützt Geräte einer Vielzahl verschiedener Anbieter.

### 5.1.3. Genie™2000

CANBERRAs Genie™2000 [4] ist ein Softwarepaket zur Messung, Anzeige und Auswertung von Gamma- und Alphaspektren. Es dient sowohl für Routine- als auch Spezialmessungen mit verschiedenen Detektortypen. Die Software bietet eine Vielzahl von Algorithmen, unter anderem zur Energie- sowie Ausbeutekalibrierung und Identifikation von Nukliden mittels Nukliddatenbanken. Eine Anpassung an individuelle Bedürfnisse ist durch eine implementierte Programmierumgebung möglich.

### 5.1.4. LabSOCS™

LabSOCS™ (**L**aboratory **S**ourceless **C**alibration **S**oftware) [5] ist eine Software zur mathematischen Ausbeutekalibrierung. Es unterstützt eine Vielzahl von Detektortypen und -geometrien, kann aber auch durch das Erstellen eigener Geometrien an den verwendeten Aufbau angepasst werden.

### 5.1.5. LabVIEW

Die Implementierung der Software der Lebensmittelsonde LMS-3 wurde mit der Programmiersprache LabVIEW [13] von National Instruments durchgeführt. LabVIEW steht für **L**aboratory **V**irtual **I**nstrumentation **E**ngineering **W**orkbench. Bei LabVIEW handelt es sich um eine grafische Programmiersprache. Im Gegensatz zu gebräuchlichen Code-basierten Programmiersprachen, bei der die komplette Beschreibung der Algorithmen und Benutzeroberflächen in Form von strukturiertem Code erfolgt, wird die Programmierung in LabVIEW in Form von Flussdiagrammen durchgeführt.

Ein LabVIEW-Programm (virtuelles Instrument, *VI*) besteht aus 2 Komponenten: der grafischen Benutzeroberfläche (Frontpanel) und der Programmierumgebung (Blockdiagramm). Im dem Benutzer angezeigten *Frontpanel* werden Anzeige- und Steuerelemente angeordnet. Diese sind aus einer Vielzahl von bereits definierten Elementen wählbar, die aber auch individuell angepasst werden können (z.B. Temperaturanzeigen oder Oszilloskope). Im *Blockdiagramm* erfolgt die Programmierung der Software. Hierzu werden die automatisch generierten Gegenstücke der Anzeige- und Steuerelemente mit Programmelementen wie z.B. Schleifen, Auswahlanweisungen und Sequenzen „verdrahtet“. Durch die Verwendung von Unterprogrammen (Sub-VIs) können auch bereits definierte Funktionen (vergleichbar den Bibliotheken anderer Programmiersprachen) verwendet werden. Ausschnitte aus zwei Blockdiagrammen der LMS-3 sind in Abb. 5.1 zu sehen.

Ein großer Vorteil von LabVIEW ist die graphische Benutzeroberfläche: durch den Aufbau aus miteinander verschachtelten Blöcken erfolgt die Programmierung intuitiv und ist innerhalb kurzer Zeit zu erlernen. Bei größeren Programmen wird die Lesbarkeit des Quelltextes stark vermindert, was durch die konsequente Verwendung von Sub-VIs nur bedingt behoben werden kann. Anders als bei Code-basierten Programmiersprachen ist

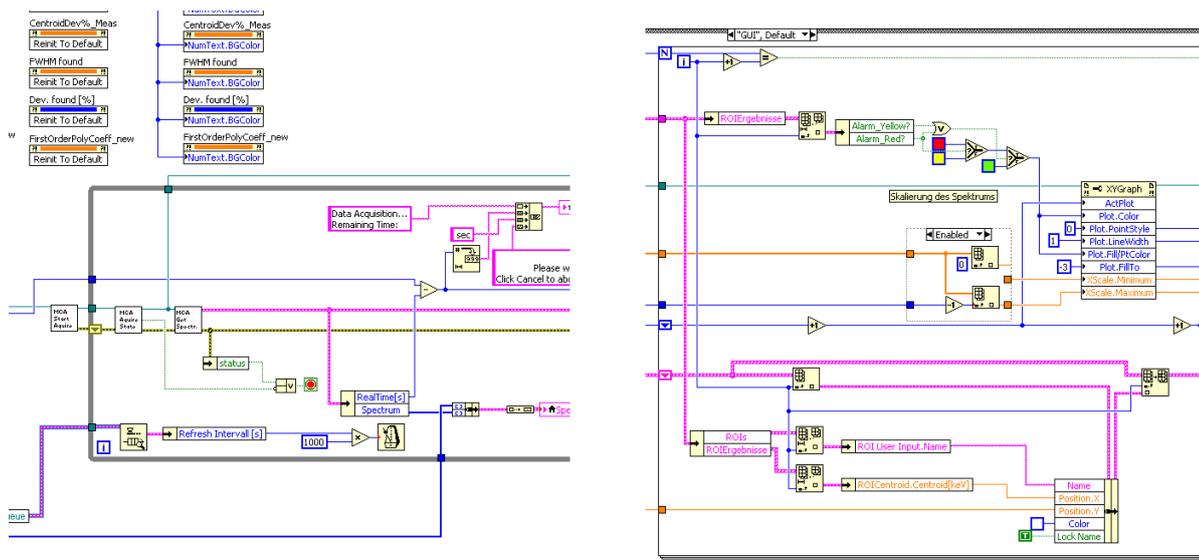


Abbildung 5.1.: Ausschnitte aus zwei Blockdiagrammen der LMS-3

keine separate Beschreibung der Benutzeroberfläche notwendig; diese wird automatisch durch die entsprechenden Blöcke definiert und muss nur noch angeordnet werden. Insbesondere bei Veränderungen von VIs wird ein Nachteil von LabVIEW ersichtlich: bei Neustrukturierung einzelner Programmteile werden die Verbindungen dieser zum Rest des Programmes entweder gekappt oder über das gesamte Blockdiagramm gestreckt; eine mühsame Neuordnung kann auch durch Verwendung von Sub-VIs nur bedingt verhindert werden.

## 5.2. Aufbau

Die Lebensmittelsonde LMS-3 besteht aus 2 Komponenten: der eigentlichen Sonde, bestehend aus Szintillationszähler, Photomultiplier und Elektronik in einem stabilen Stahlgehäuse, sowie einem mit der Sonde verbundenen PC oder Notebook, auf dem die Auswertesoftware ausgeführt wird (siehe Abb. 5.2).

Im Gehäusesockel sind Vorverstärker (CS-AMP), Analog-Digital-Konverter (ADC) und digitaler Signalprozessor (DSP) vollständig im MCA527-OEM untergebracht und mit dem Hochspannungsmodul verbunden (siehe Abb. 5.3). Auf dem Sockel befinden sich Szintillator (Scint.) und Photomultiplier (PMT) in einer Bleiabschirmung, die Platz für einen 0,5 Liter Marinellibecker bietet.

## 5.3. Vorbereitung

Alle Vorbereitungsmessungen wurden unter Zuhilfenahme des MCA527L [22] anstelle des OEM-Prints ausgeführt. Der Szintillator wurde mit der Base verbunden und auf dieser manuell Course Gain auf das Maximum und der Focus so genau wie möglich auf

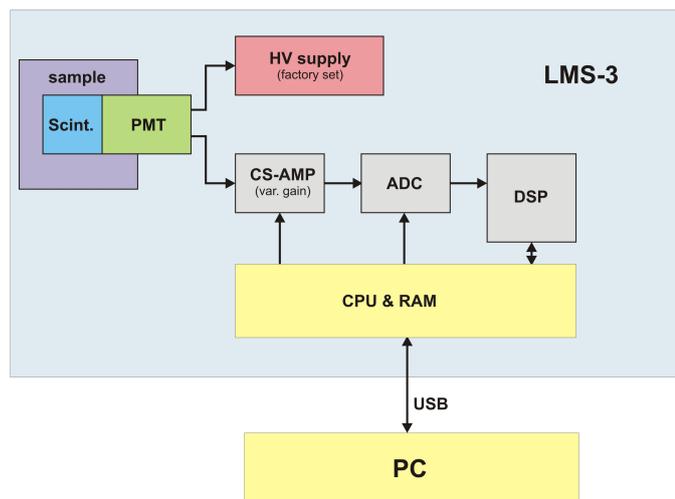


Abbildung 5.2.: Blockschaltbild der Lebensmittelsonde inkl. PC

die Mitte eingestellt. Der MCA wurde gemäß Anleitung zuerst mit dem Detektor und anschließend mit dem PC verbunden. Die Messungen wurden mittels WinSPEC durchgeführt.

Einzelmessungen der Geräte mittels OEM-Print und deren Einstellungen bei der Fertigung sind in Kapitel 5.3.3 zu finden.

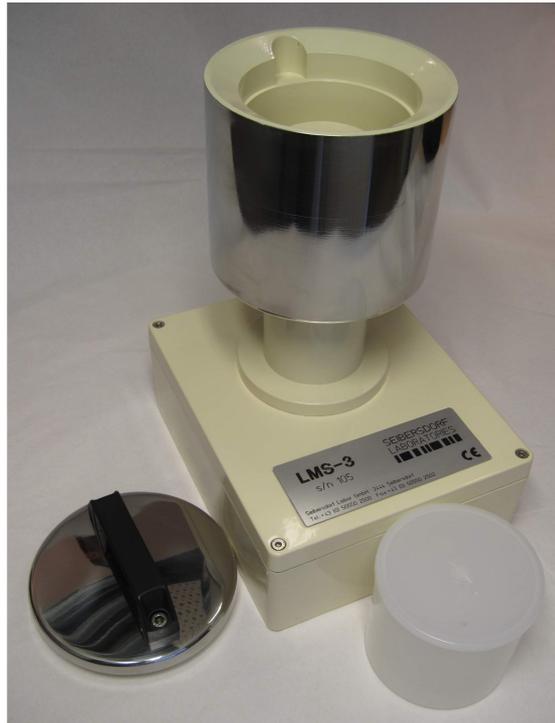
### 5.3.1. Einstellen von Flat Top und Shaping Time

Zuerst mussten Shaping Time und Flat Top Time (beide manuell) und Pole-Zero Cancellation (automatisch durch WinSPEC) eingestellt werden. Laut Hersteller sollte der verwendete MCA527-OEM mit einer Einstellung von 0,2 ms und 1,6 ms für Flat Top bzw. Shaping Time die besten Resultate erzielen. Zur Gewährleistung dieser Aussage wurden Spektren eines Cs-137-Kalibrierstandards aufgenommen und die Halbwertsbreite des Peaks bestimmt. Nachdem die Einstellung der Hochspannung erst im nächsten Schritt erfolgen sollte, wurde der Detektor vorübergehend mit 730 V (Standardkonfiguration des LMS-1) betrieben. Die Shaping Time wurde von 0,1 ms bis 2,0 ms sowie die Flat Top Time von 0,2 ms bis 1,6 ms variiert (siehe Tab. 5.1) und für jede Einstellung eine Pole-Zero Cancellation durchgeführt. Um das Verhalten des Detektors weiter zu untersuchen wurde zusätzlich für eine Shaping Time von 1,6 ms die Flat Top Time bis 5 ms untersucht. Für die in der Tabelle mit X markierten Konfigurationen konnten die Peaks nicht aufgelöst werden. Leere Zellen wurden nicht vermessen.

Für die Variation der Flat Top Time ergibt sich ein Mittelwert von 6,0% mit einem Fehler von 0,9%, für die Variation der Shaping Time 6,0% mit 0,9% Fehler. Für alle vermessenen Konfigurationen ergibt sich mit einer mittleren Auflösung von 6,1% und einem Fehler von 1,5%, dass die vom Hersteller vorgeschlagene Konfiguration ohne Bedenken



(a)



(b)

Abbildung 5.3.: (a) Die Lebensmittelsonde LMS-3 - im Vordergrund der Deckel der Bleiabschirmung und ein geschlossener Marinellibecher, (b) Innenleben der Lebensmittelsonde LMS-3: der MCA-527 OEM (rechts oben) mit USB-Port, die Spannungsversorgung (darunter) sowie die Anschlüsse für Hochspannung und Signal (links unten)

verwendet werden kann.

Während der Aufnahme der Messwerte wurde ein Zusammenhang zwischen eingestellter Shaping Time und PZC beobachtet. Nachdem dieser nicht bestehen sollte, wurde der Fehler bei der Software vermutet. Nach Rücksprache mit GBS Elektronik konnte dieser verifiziert und nach Veröffentlichung einer neuen Firmwareversion behoben werden.

### 5.3.2. Einstellen von Hochspannung und Fine Gain

Es sollte der Cs-137 Peak von 662 keV auf den Kanal 450 zentriert werden, insofern auf dieser Position eine Halbwertsbreite von unter 6% erreicht werden kann. Abb. 5.4 zeigt, dass durch höhere Spannung zwar eine Verbesserung der Auflösung erzielt werden kann, allerdings wird hierdurch bereits der Cs-137 Peak so weit verschoben, dass höhere Energien nicht mehr im Spektrum dargestellt werden können. Um eine Verschiebung zu niedrigeren Kanälen zu bewirken ist der Fine Gain anzupassen, der allerdings durch die Hardware auf einen Bereich von 0,5 bis 6,5 beschränkt ist.

	shaping time [ms]										
	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,4	1,6	1,8	2,0
flat top time [ms]	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
0,1	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X
0,2	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	6,18
0,3	X	X	X	X	X	X	X	X	6,28	6,25	6,21
0,4	X	X	X	X	X	X	X	6,14	6,10	6,11	
0,5	X	X	X	X	X	X	6,27	6,13			
0,6	X	X	X	X	X	6,12	6,07				
0,7	X	X	X	X	X	6,17	6,09				
0,8	X	X	X	X	6,07						
0,9	X	X	X	6,12	6,04						
1,0	X	X	X	6,08							
1,1	X	X	6,08								
1,2	X	X	6,19								
1,3	X	6,00	6,03								
1,4	X	5,95									
1,5	6,10	6,10									
1,6	6,09	5,95	5,93	6,05	5,96	6,04	6,01	5,99	6,05	5,96	5,98
2,0		6,00									
4,0		6,05									
5,0		6,01									

Tabelle 5.1.: Auflösung des Cs-137 Peaks auf Kanal 450 in Abhängigkeit von Shaping Time und Flat Top Time

Spannung [V]	Fine Gain	FWHM [chn]	R [%]
450	6,5	8,67	10,98
475	6,5	11,95	10,09
500	6,5	14,56	8,27
525	6,5	17,70	6,89
550	6,5	23,28	6,43
600	2,0	13,24	6,20
650	2,0	23,53	6,08
700	2,0	40,52	5,98
750	1,0	33,41	5,97
800	0,7	37,29	5,94
850	0,5	41,42	5,97
900	0,5	61,33	5,87
950	0,5	87,84	5,73

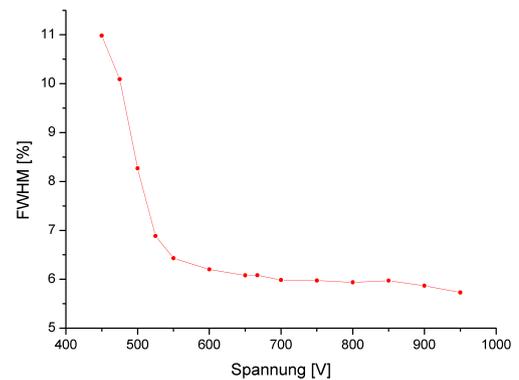


Abbildung 5.4.: Abhängigkeit der Halbwertsbreite des Cs-137 Peaks bei 662 keV von Hochspannung und Fine Gain. Für die Fertigung der Geräte werden Hochspannungen zwischen 700V und 800V verwendet.

Wie in den Abb. 8.4 ersichtlich ist, müssen für die korrekte Einstellung sowohl Hochspannung als auch Fine Gain separat variiert werden. Mittels einer Hochspannung von 780 V und Fine Gain 1,0 wurde der Peak auf dem gewünschten Kanal zentriert.

### 5.3.3. Funktionstest und Zusammenbau

Vor dem Zusammenbau wurde für jedes Gerät der MCA sowie die Hochspannungsversorgung getestet. Hierzu wurde der MCA mit dem PC verbunden und nach erfolgreicher Geräteerkennung mittels WinSPEC ein Spektrum aufgenommen. Nach erfolgreicher Messung wurden die Komponenten in das Gehäuse eingeklebt (siehe Abb. 5.3). Die Stromversorgung wurde mittels USB-Port und Netzgerät überprüft. Zuletzt wurde

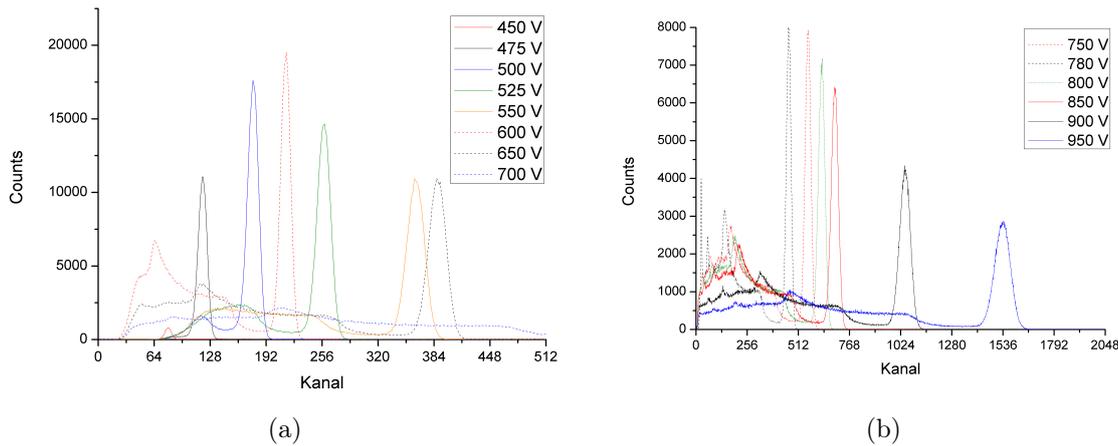


Abbildung 5.5.: (Teil-)Spektren in Abhängigkeit von Hochspannung und Fine Gain  
 (a) Fine Gain von 6.5 (durchgehend) bzw. 2.0 (strichliert)  
 (b) Fine Gain von 0.5 (durchgehend), 0.7 (punktiert) bzw. 1.0 (strichliert)

mittels WinSPEC die Pole-Zero Cancellation vorgenommen und die Spannungsversorgung des Gerätes manuell so eingestellt, dass der Centroid des Cs-137 Peaks etwa auf Kanal 450 liegt. Hierzu wurde die Hochspannung während laufender Messung eingestellt und schließlich unter Anpassung des Fine Gain mittels einer Messung über 600 s die Position des Peaks verifiziert. Eine genaue Einstellung war wegen des temperaturabhängigen Drifts (siehe 9.3) nicht vorgesehen. Die Startkonfigurationen der einzelnen Geräte sind in Tabelle zusammengefasst.

Kennung	U [V]	PZ [mV]	Fine Gain	R [%]	Centroid [chn]
SN101	810	1736	0.94	6.10	453
SN102	780	1776	1.00	6.82	451
SN103	805	1781	0.98	6.55	449
SN104	715	1606	1.01	6.41	450
SN105	780	1610	0.98	6.90	450
SN106	760	1701	1.00	6.00	450
SN107	820	1726	1.00	6.26	444
SN107C	820	1757	-	7.20	-
SN107S	445	1834	0.80	6.60	432
SN108	785	1649	0.98	6.72	449
SN110	810	1716	0.95	6.10	450

Tabelle 5.2.: Startkonfiguration der einzelnen Lebensmittelsonden

Nachdem die Funktionsfähigkeit der Geräte sichergestellt war, wurden alle Komponenten fixiert und das Gehäuse zusammengeschraubt.

## 6. Energiekalibrierung

Energie- sowie Ausbeutekalibrierung wurden mit einer rückführbaren Standardlösung (siehe Anhang A) durchgeführt; die 10 darin enthaltenen Nuklide und die zugeordneten Energien sind in Tabelle 6.1 zusammengefasst. Zur Kalibrierung wurden alle auflösbaren Peaks verwendet.

Auf die Herstellung der Standardlösung wird bei der Beschreibung der Ausbeutekalibrierung in Kapitel 7 genauer eingegangen.

Nuklid	Am-241	Cd-109	Co-57	Ce-139	Hg-203	Sn-113	Sr-85	Cs-137	Y-88	Co-60	Co-60	Y-88
Energie [keV]	59,54	88,03	122,1	165,9	279,2	391,7	514,0	661,7	898,0	1173,0	1332,0	1836,0

Tabelle 6.1.: Zur Energiekalibrierung verwendete Nuklide und zugeordnete Energien

Das in der Nuklidmischung enthaltene Hg-203 war mit einer Halbwertszeit von 46,6 Tagen zu Beginn der Kalibrierung bereits so weit zerfallen war, dass der Peak mit InterWinner (siehe Kap. 5.1.2) nicht mehr aufgelöst werden konnte. Aus diesem Grund wurde dieses Nuklid bei der Kalibrierung nicht berücksichtigt. Zur Veranschaulichung der Problematik werden in Abb. 6.1 Details des Hg-203 Peaks bei Kanal 158 gezeigt.

Zielsetzung war, alle gefertigten Geräte zu kalibrieren und anhand deren Einzelkalibrierungen eine gemeinsame *generische Kalibrierung* (siehe Kap. 6.3) für alle 9 gefertigten Geräte zu erstellen, falls die jeweiligen Abweichungen von dieser im akzeptablen Rahmen liegen.

Zusätzlich zur Kalibrierung der einzelnen Geräte wurde die Sonde SN107 mit 3 verschiedenen Szintillatoren bestückt und vermessen. Zweck dieser Messungen war herauszufinden, ob die Verwendung von Detektoren anderer Hersteller separate Kalibrierungen benötigt. Zur Unterscheidung werden der Seriennummer SN107 die Suffixe S bzw. C für die Szintillatoren der Firmen Scionix bzw. Canberra nachgestellt.

Eine exemplarische Energiekalibrierung des auf dem Gerät SN102 gemessenen Spektrums in Abb. 6.1 ist Tab. 6.2 zu entnehmen. Die Abweichung von der tatsächlichen Energie der verwendeten Peaks für Polynome 2. und 3. Ordnung (siehe Kap. 6.1 und 6.2) ist ebenfalls angegeben.

Da die Energiekalibrierung und insbesondere die Erstellung der generischen Kalibrierung während der Durchführung laufend angepasst wurde, kann die Gliederung dieses Kapitels keinesfalls als chronologisch angesehen werden. Die Abschnitte zur Kalibrierung mit Polynomen 2. und 3. Ordnung greifen immer wieder auf die im Abschnitt 6.3 erläuterten

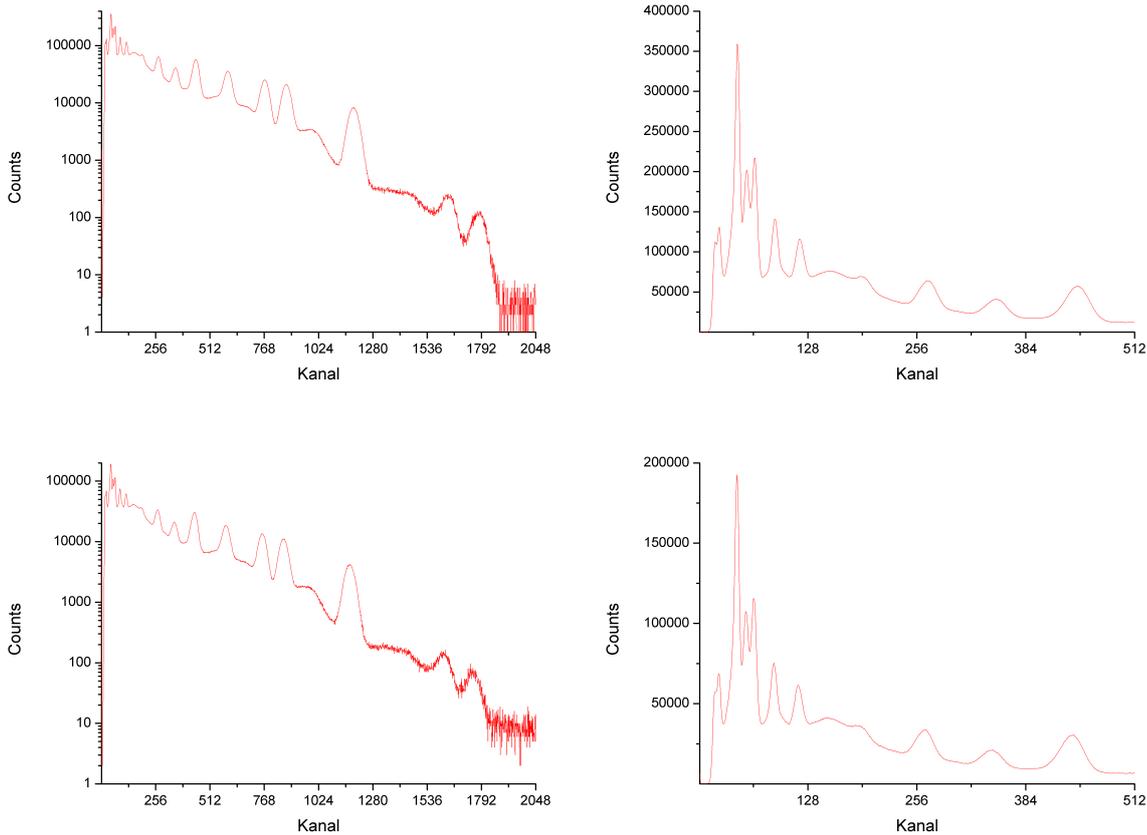


Abbildung 6.1.: Spektrum der Probenlösung M1 (oben) und M2 (unten) über  $2 \cdot 10^4$ s bzw.  $2 \cdot 10^4$ s auf Gerät SN102

terte generische Kalibrierung vor, insbesondere wenn es um Vergleiche zwischen beiden geht.

## 6.1. Polynome 2. Ordnung

Obwohl der Zusammenhang zwischen Energie und Spannung nicht quadratisch sondern linear sein sollte und Nichtlinearitäten nur an den Enden des linearen Bereichs des Verstärkers/ADC auftreten sollten [14, Seite 188], können durch Polynome höherer Ordnung bessere Ergebnisse erzielt werden. Bei der ersten Festlegung der Energiekalibrierung war geplant, die Kanalnummer gemäß (6.1) mittels Polynomen 2. Ordnung in die entsprechenden Gammaenergien (Angabe in keV) umzurechnen, wobei  $K$  die Kanalnummer und  $c_0$ ,  $c_1$  und  $c_2$  die Kalibrierkonstanten sind.

$$E = c_0 + c_1 \cdot K + c_2 \cdot K^2 \quad (6.1)$$

Während der Berechnung der Abweichungen wurde versuchsweise parallel eine Kali-

Nuklid	Energie [keV]	Kanal	FWHM [keV]	Abweichung [keV]	
				2.O.	3.O.
Am-241	59,54	45,16	5,28	-4	-1,8
	74,2	55,93	-	-2,4	-0,7
Cd-109	88,03	65,48	7,26	-1,8	-0,5
Co-57	122,06	89,22	7,75	0,1	0,3
Ce-139	165,86	118,62	9,42	0,8	-0,1
Hg-203	279,2				
Sn-113	391,69	268,84	21,1	3,3	-0,5
Sr-85	514,01	349,01	23,83	3,4	-0,5
Cs-137	661,66	444,8	32,2	2,6	-0,3
Y-88	898,04	596,34	38,39	-0,4	0
Co-60	1173,23	771,16	21,39	-4,6	0,7
Co-60	1332,49	872,71	32,81	-5,5	2,3
Y-88	1836,05	1189,15	24,26	-11,7	-1,5
Summe	2505,72	1634,95	48,36	29,8	11,1
Summe	2734,09	1781,67	60,85	38,2	-3

Tabelle 6.2.: Exemplarische Energiekalibrierung anhand des Gerätes SN102

brierung 3. Ordnung (siehe Kap. 6.2) berechnet und festgestellt, dass die Abweichungen bei dieser geringer sind (siehe Tabelle 6.2). Aus diesem Grund wurde die Berechnung der generischen Kalibrierung zuerst ausgehend von den in Tabelle 6.4 ermittelten Werten als Polynom 3. Ordnung (siehe Gleichung (6.2)) ermittelt und schließlich für die bereits berechneten Kalibrierungen für 6 Geräte mittels Polynomen 2. Ordnung (siehe Tabelle 6.3). Nachdem sich herausgestellt hat, dass mittels Polynomen 3. Ordnung bessere Ergebnisse erzielt werden wurde auf die Ermittlung der fehlenden Kalibrierungen 2. Ordnung verzichtet.

	SN101	SN102	SN103	SN104	SN105	SN106	SN107	SN107C	SN107S	SN108	SN110
$c_0$	-13,00	-12,70	-14,60	-11,20	-	-	-11,60	-11,10	-	-	-12,90
$c_1$	1,41	1,51	1,51	1,48	-	-	1,70	1,46	-	-	1,43
$c_2$	1,12E-05	3,10E-05	5,90E-06	3,55E-05	-	-	3,30E-05	1,27E-05	-	-	1,58E-05

Tabelle 6.3.: Gemessene Kalibrierfaktoren der einzelnen Geräte in 2. Ordnung

## 6.2. Polynome 3. Ordnung

Wie bereits erläutert wurde die Energiekalibrierung auch unter Zuhilfenahme von Polynomen 3. Ordnung mittels

$$E = c_0 + c_1 \cdot K + c_2 \cdot K^2 + c_3 \cdot K^3 \quad (6.2)$$

durchgeführt. Die Angabe der Energie erfolgt wiederum in *keV*.

	SN101	SN102	SN103	SN104	SN105	SN106	SN107	SN107C	SN107S	SN108	SN110
$c_0$	-8,27	-7,86	-8,25	-6,41	-6,98	-6,97	-7,13	-6,88	-8,35	-6,67	-7,27
$c_1$	1,36	1,45	1,43	1,42	1,46	1,44	1,64	1,4	1,51	1,39	1,37
$c_2$	1,16	1,59	1,38	1,50	1,54	1,37	1,62	1,22	0,88	1,28	1,19
$c_3$	-3,96	-6,02	-5,42	-5,48	-5,56	-4,98	-7,00	-4,67	-3,54	-4,38	-4,11

Tabelle 6.4.: Gemessene Kalibrierfaktoren der einzelnen Geräte in 3. Ordnung —  $c_2$  mit  $10^{-4}$  und  $c_3$  mit  $10^{-8}$  skaliert

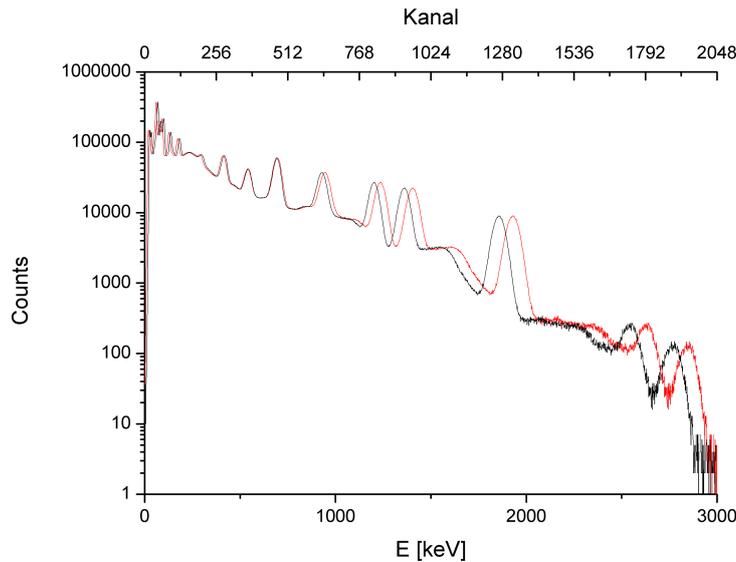


Abbildung 6.2.: Vergleich zwischen Kanalnummer (schwarz) und Energie (rot) mittels generischer Kalibrierung

Für diese Kalibrierung ergibt sich zwar im niederenergetischen Bereich eine höhere Abweichung als mit Polynomen 2. Ordnung, allerdings sind die Schwankungen der Abweichungen über das gesamte Spektrum konstanter und somit für eine generische Kalibrierung aller Detektoren zu bevorzugen (siehe Abbildungen 6.3, 6.4 und 6.5).

Die Kalibrierungen der einzelnen Geräte sind Tabelle 6.4 zu entnehmen.

### 6.3. Generische Kalibrierung

Eine generische Kalibrierung für alle Detektoren ist nur möglich, wenn zuvor mittels Gain-Einstellung eine Justierung des Cs-137-Peaks bei 662 keV auf Kanal 450 erfolgt. Da die Messungen der Standards M1 und M2 bereits erfolgten, bevor der Algorithmus der Gain-Justierung (siehe Kap. 8.2.2) implementiert war, kommt es zwischen den aufgenommenen Spektren zu teils starken Abweichungen. Infolge der langen Dauer der Kalibriermessungen (jeweils 20.000 s bzw. 80.000 s für M1 bzw. M2) war eine Wiederholung dieser nicht zielführend.

Um eine einheitliche Energiekalibrierung zu erreichen, mussten die Energiekoeffizienten normiert werden.

Durch die Rekalibrierung ergibt sich eine Verschiebung der Counts von Kanal K auf einen zu ermittelnden Kanal J. Die Form der Energiekalibrierung gemäß Gleichung (6.2) wird beibehalten und ergibt sich somit zu

$$E = d_0 + d_1 \cdot J + d_2 \cdot J^2 + d_3 \cdot J^3 \quad (6.3)$$

wobei  $d_0 = c_0$  gilt, da hierbei keine Verschiebung stattfindet. Die Berechnung für

Kennung	Energie [keV]	Abw [keV]	Abw [%]
SN101	742,77	2,53	0,34
SN102	747,68	2,38	0,32
SN103	739,51	5,79	0,78
SN104	750,57	5,27	0,70
SN107	747,58	2,28	0,30
SN107C	744,90	0,40	0,05
SN110	744,10	1,20	0,16
Kennung	Energie [keV]	Abw [keV]	Abw [%]
SN101	773,28	2,69	0,35
SN102	779,23	3,26	0,42
SN103	774,65	1,32	0,17
SN104	780,09	4,12	0,53
SN105	779,02	3,05	0,39
SN106	775,87	0,10	0,01
SN107	772,94	3,03	0,39
SN107C	773,58	2,39	0,31
SN107S	761,67	14,30	1,88
SN108	776,61	0,64	0,08
SN110	774,46	1,51	0,19

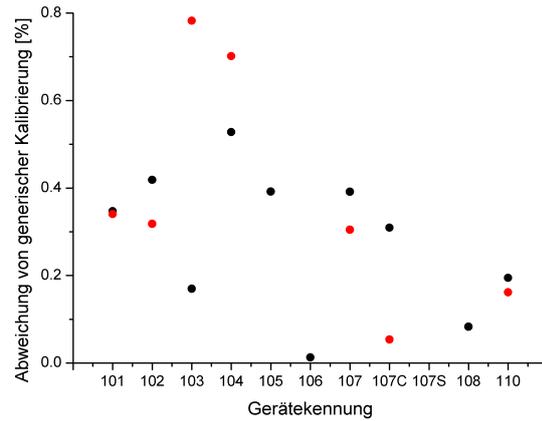


Abbildung 6.3.: Vergleich zwischen Kalibrierungen 2. (oben, rot) und 3. Ordnung (unten, schwarz) von generischer Kalibrierung im Kanal 512 — SN107S außerhalb der Skala

die Kalibrierung mit Polynomen 2. Ordnung erfolgt analog dem in diesem Abschnitt erläuterten Prinzip.

Die Counts im Kanal, der durch  $d_1 J$  angesprochen wird, soll jenen in  $c_1 K$  entsprechen. Hieraus ergibt sich für den Kalibrierfaktor  $d_1$

$$d_1 = c_1 \cdot \frac{K}{J} \quad (6.4)$$

Äquivalent berechnen sich die Energien der Polynome höherer Ordnungen. Nach Normierung aller Spektren auf dieselbe Konstante  $c_1 = d_1$  können die Umrechnungen mittels  $d_1$  ausgedrückt werden. Unter Verallgemeinerung der Formel (6.4) ergeben sich die anderen Umrechnungsfaktoren zu

$$d_i = c_i \cdot \left(\frac{K}{J}\right)^i = c_i \cdot \left(\frac{d_1}{c_1}\right)^i \quad (6.5)$$

In den Tabellen 6.5 und 6.6 sind die auf  $c_1 = 1,47$  normierten Kalibrierfaktoren  $c_i$  aufgelistet.

	SN101	SN102	SN103	SN104	SN105	SN106	SN107	SN107C	SN107S	SN108	SN110
$c_0$	-13,00	-12,70	-14,60	-11,20	-	-	-11,60	-11,10	-	-	-12,90
$c_2$	1,21E-05	2,94E-05	5,58E-06	3,50E-05	-	-	2,48E-05	1,30E-05	-	-	1,67E-05

Tabelle 6.5.: Auf  $c_1 = 1,47$  normierte Kalibrierfaktoren 2. Ordnung

Durch Bildung des Mittelwertes der in Tabelle 6.5 berechneten Werte (ausgenommen jener des Detektors SN107S) ergibt sich die generische Kalibrierung mit Polynom 2. Ordnung zu

$$E = -12,5 + 1,47 \cdot K + 1,95 \cdot 10^{-5} \cdot K^2 \quad (6.6)$$

Kennung	Energie [keV]	Abw [keV]	Abw [%]
SN101	1504,90	8,38	0,56
SN102	1523,45	10,17	0,67
SN103	1496,54	16,73	1,12
SN104	1530,71	17,43	1,14
SN107	1519,69	6,41	0,42
SN107C	1507,74	5,54	0,37
SN110	1509,90	3,38	0,22
Kennung	Energie [keV]	Abw [keV]	Abw [%]
SN101	1585,61	5,36	0,34
SN102	1601,27	10,30	0,64
SN103	1586,76	4,21	0,27
SN104	1601,87	10,90	0,68
SN105	1601,14	10,17	0,64
SN106	1590,73	0,23	0,01
SN107	1580,68	10,28	0,65
SN107C	1580,76	10,21	0,65
SN107S	1548,99	41,98	2,71
SN108	1593,47	2,50	0,16
SN110	1586,89	4,08	0,26

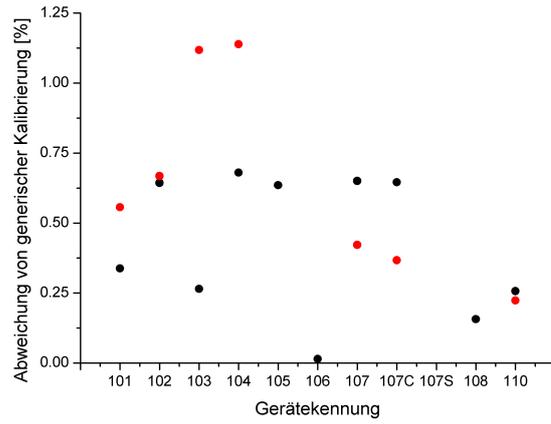


Abbildung 6.4.: Vergleich zwischen Kalibrierungen 2. (oben, rot) und 3. Ordnung (unten, schwarz) von generischer Kalibrierung im Kanal 1024 — SN107S außerhalb der Skala

	SN101	SN102	SN103	SN104	SN105	SN106	SN107	SN107C	SN107S	SN108	SN110
$c_0$	-8,27	-7,86	-8,25	-6,41	-6,98	-6,97	-7,13	-6,88	-8,35	-6,67	-7,27
$c_2$	1,36	1,64	1,45	1,60	1,56	1,42	1,31	1,34	0,83	1,43	1,37
$c_3$	-5,04	-6,32	-5,84	-6,04	-5,70	-5,28	-5,06	-5,38	-3,25	-5,16	-5,12

Tabelle 6.6.: Auf  $c_1 = 1,47$  normierte Kalibrierfaktoren 3. Ordnung —  $c_2$  mit  $10^{-4}$  und  $c_3$  mit  $10^{-8}$  skaliert

sowie mit den Werten in Tabelle 6.6 (wiederum ausgenommen Detektor SN107S) in 3. Ordnung zu

$$E = -7,3 + 1,47 \cdot K + 1,45 \cdot 10^{-4} \cdot K^2 - 5,5 \cdot 10^{-8} \cdot K^3 \quad (6.7)$$

Kennung	Energie [keV]	Abw [keV]	Abw [%]
SN101	3048,12	31,77	1,04
SN102	3121,24	41,36	1,33
SN103	3019,38	60,50	2,00
SN104	3145,98	66,10	2,10
SN107	3102,84	22,95	0,74
SN107C	3053,81	26,07	0,85
SN110	3067,82	12,07	0,39
Kennung	Energie [keV]	Abw [keV]	Abw [%]
SN101	3140,27	1,28	0,04
SN102	3146,46	7,47	0,24
SN103	3110,62	28,37	0,91
SN104	3156,71	17,72	0,56
SN105	3170,09	31,10	0,98
SN106	3146,31	7,33	0,23
SN107	3116,10	22,89	0,73
SN107C	3101,88	37,10	1,20
SN107S	3070,70	68,29	2,22
SN108	3161,66	22,67	0,72
SN110	3139,08	0,10	0,00

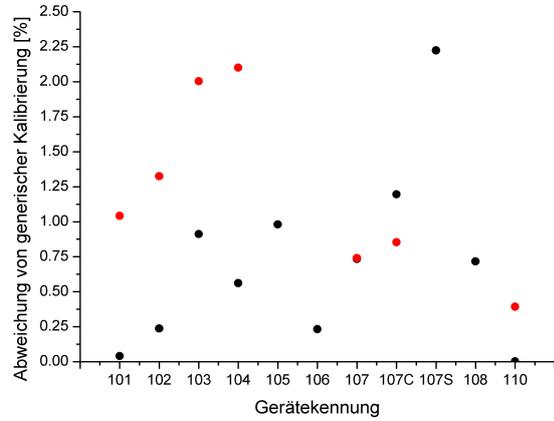
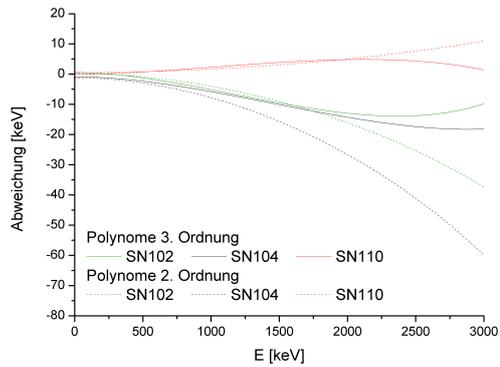
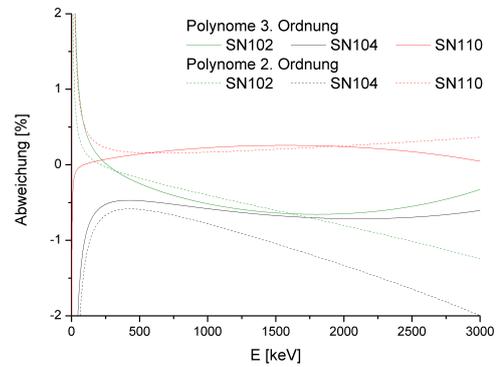


Abbildung 6.5.: Vergleich zwischen Kalibrierungen 2. (oben, rot) und 3. Ordnung (unten, schwarz) von generischer Kalibrierung im Kanal 2048 — SN107S außerhalb der Skala



(a)



(b)

Abbildung 6.6.: Abweichung von der generischen Kalibrierung - exemplarisch für 3 Detektoren

# 7. Ausbeutekalibrierung

## 7.1. Herstellung des Kalibrierstandards

Wie bereits in Kapitel 6 erläutert, wurden 2 Kalibrierquellen angefertigt. Hierzu wurden aus den in 4 molarer HCl gelösten Nukliden (siehe A) in mehreren Schritten Proben hergestellt.

Zuerst wurde gemäß Anleitung eine inaktive Trägerlösung gleicher Elementzusammensetzung mittels 60 ml 0,4 molarer HCl und destilliertem Wasser auf 1200 ml verdünnt. Unter Zuhilfenahme einer Analysenwaage mit  $10\mu\text{g}$  Genauigkeit wurden 1,5658 g bzw. 0,206 g der Referenzlösung in 2 Marinellibecher pipettiert und mit der Trägerlösung auf das Nennvolumen von 500 ml aufgefüllt (Kalibrierstandard M1 und M2). Die Marinellibecher wurden aus Strahlenschutzaspekten heißverklebt und zusätzlich mit handelsüblicher Frischhaltefolie versiegelt. Die berechneten Gammaemissionen zum Zeitpunkt der Vermessung sind in den Tabellen 7.1 und 7.2 angegeben.

## 7.2. Vorbereitende Messungen

Da die Vermessung der einzelnen Standards auf allen Geräten über eine Dauer von  $2 \cdot 10^4$  s im Fall M1 bzw. über  $8 \cdot 10^4$  s für die Probe M2 auf 9 Einzelgeräten teilweise parallel erfolgen musste, wurde zuerst die Beeinflussung des Hintergrundes durch Proben in anderen Detektoren überprüft (siehe Abb. 7.2). Hierzu wurde der Standard M1 im Gerät SN102 platziert und mit den Geräten SN103 und SN104 über jeweils 10.000 s ein Hintergrundspektrum aufgenommen, danach wurde die Messung ohne Standard wiederholt.

Nachdem auf eine Entfernung von 1,5 m keine Auswirkungen feststellbar waren, wurden die Lebensmittelsonden entsprechend im Raum verteilt, dass bei gleichzeitiger Messung dieser Sicherheitsabstand immer eingehalten werden konnte (siehe Abb. 7.1).

## 7.3. Experimentelle Kalibrierung

Die experimentelle Kalibrierung wurde durch Auswertung der Gammaspektren aus den Kalibrierstandards M1 und M2 mittels Genie<sup>TM</sup>2000 (siehe Kap. 5.1.3) durchgeführt. Zwei Beispielspektren sind Abb. 6.1 zu entnehmen, die Ausbeuten für die Detektoren SN101 und SN107 sind in Tabelle 7.3 aufgelistet.

Nuklid	E [keV]	$\gamma/s$ [1/g]	$W_{emi}$ [%]	$t_{1/2}$ [d]	$\gamma/s$	$\gamma/s$
		01.04.2011			01.04.2011	01.09.2011
Am-241	59,54	1132	35,9	157850	1772,4	1771,3
Cd-109	88,03	629	3,65	462,1	984,9	786,4
Co-57	122,1	532	85,68	271,83	833,0	568,2
Ce-139	165,9	690	79,87	137,66	1080,4	507,6
Hg-203	279,2	1943	81,48	46,603	3042,3	326,8
Sn-113	391,7	2111	64,89	115,09	3305,3	1339,3
Sr-85	514	3965	99,29	64,849	6208,2	1249,3
Cs-137	661,7	2394	85,2	10999,87	3748,4	3713,1
Y-88	898	6182	94,1	106,63	9679,5	3650,8
Co-60	1173	3397	99,89	1925,23	5318,9	5039,2
Co-60	1332	3402	99,983	1925,23	5326,7	5046,6
Y-88	1836	6539	99,36	106,63	10238,4	3861,6

Tabelle 7.1.: Gammaemission des Kalibrierstandards M1

Nuklid	E [keV]	$\gamma/s$ [1/g]	$W_{emi}$ [%]	$t_{1/2}$ [d]	$\gamma/s$	$\gamma/s$
		01.04.2011			01.04.2011	01.09.2011
Am-241	59,54	1132	35,9	157850	233,2	233,0
Cd-109	88,03	629	3,65	462,1	129,6	103,5
Co-57	122,1	532	85,68	271,83	109,6	74,8
Ce-139	165,9	690	79,87	137,66	142,1	66,8
Hg-203	279,2	1943	81,48	46,603	400,3	43,0
Sn-113	391,7	2111	64,89	115,09	434,9	176,2
Sr-85	514	3965	99,29	64,849	816,8	164,4
Cs-137	661,7	2394	85,2	10999,87	493,2	488,5
Y-88	898	6182	94,1	106,63	1273,5	480,3
Co-60	1173	3397	99,89	1925,23	699,8	663,0
Co-60	1332	3402	99,983	1925,23	700,8	664,0
Y-88	1836	6539	99,36	106,63	1347,0	508,1

Tabelle 7.2.: Gammaemission des Kalibrierstandards M2

Nuklid	Energy [keV]	Efficiency [%]			
		Canberra	Bicron	LabSOCS <sup>TM</sup> <sub>wb</sub>	LabSOCS <sup>TM</sup> <sub>nb</sub>
Am-241	59.54	5.83	6.29	4.19	4.65
Cd-109	88.03	7.12	7.44	5.29	5.56
Co-57	122.06	6.08	5.98	5.69	6.35
Ce-139	165.86	4.79	5.06	5.64	6.59
Sn-113	391.70	2.93	3.01	3.30	3.62
Sr-85	514.00	2.29	2.34	2.49	2.71
Cs-137	661.66	1.86	1.87	1.89	2.03
Y-88	898.04	1.48	1.46	1.39	1.48
Co-60	1173.23	0.91	0.88	1.08	1.15
Co-60	1332.49	0.77	0.83	0.96	1.01
Y-88	1836.05	0.62	0.58	0.72	0.76
Sum	2500.00		0.40	0.51	0.53

Tabelle 7.3.: Ausbeutevergleich zwischen Experiment (durchgeföhrt mit Detektoren von Canberra und Bicron) und LabSOCS<sup>TM</sup>-Simulation (unter und ohne Annahme eines Marinellibechers)

Wie bereits im Kapitel 6 erläutert, kam es bereits bei der Energiekalibrierung zu starken Abweichung des Detektors SN107S, weshalb bei der Ausbeutekalibrierung auf eine Durchführung der Routine mit diesem Detektor verzichtet wurde. Für den Detektor SN107C wurde eine Kalibrierung durchgeführt und diese mit jener des Detektors SN101 verglichen. Es kam vor allem im niederenergetischen Bereich zu geringeren Ausbeuten, was die Entscheidung, die bereits bewährten Detektoren von Bicron zu verwenden weiter begünstigt.

Problematisch an der Kalibrierung war vor allem, dass Genie<sup>TM</sup>2000 (siehe Kap. 5.1.3) für die Verwendung von HPGe-Detektoren optimiert ist. Es kam bereits bei der Energiekalibrierung zu starken Abweichungen im niederenergetischen Bereich, die durch manuelle Anpassung und Optimierung ausgeglichen werden mussten. Die für HPGe-Detektoren einfach durchzuführende (Ausbeute-)Kalibrierung mittels voreingestellter Routinen konnte nicht durchgeführt werden. Insbesondere bei der Bestimmung der Peakflächen kam es immer wieder zu starken Abweichungen, die in einer fehlenden Kalibrierung für bestimmte Energiebereiche resultieren. Die in Tabelle 7.3 dargestellte Kalibrierung für den Detektor SN107C mit fehlender Ausbeutekalibrierung für den Summenpeak bei 2500 keV stellt eine dieser Kalibrierungen dar, die trotz mehrfacher Wiederholungen nicht zur vollen Zufriedenheit durchgeführt werden konnten. Da es sich allerdings lediglich um eine Vergleichskalibrierung handelt und der Detektor in der Endfertigung nicht verwendet wird, wurde die Kalibrierung abgebrochen und die in der Tabelle gelisteten Werte als bestmöglich zu erreichendes Resultat angenommen.

## 7.4. LabSOCS<sup>TM</sup>-Kalibrierung

Zusätzlich zur experimentellen Kalibrierung wurde eine simulierte Kalibrierung mittels LabSOCS<sup>TM</sup> (siehe Kap. 5.1.4) durchgeführt. Ziel dieser Versuche war bei hinreichend geringen Abweichungen zwischen experimenteller und simulierter Ausbeute für zukünftig zu fertigende Detektoren auf die berechneten Werte zurückgreifen zu können und

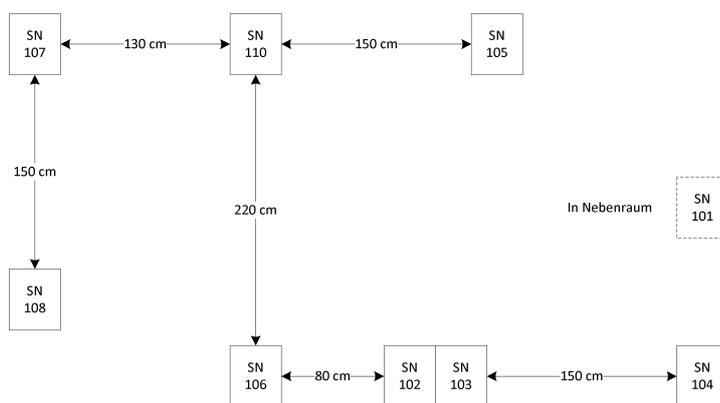


Abbildung 7.1.: Anordnung der Detektoren während der Messung von M1 und M2

somit Kosten zu sparen.

In beiden Kalibrierungen wurde eine Marinelligeometrie angenommen, jedoch einmal zu Demonstrationszwecken auf die Verwendung des Marinelli verzichtet. Ohne die Abschirmung durch die Seitenwände des Marinellibeckers kommt es verständlicherweise zu einer erhöhten Ausbeute gegenüber der Simulation ohne Behälter (siehe Abb. 7.3).

Durch die verminderte Ausbeute im niederenergetischen sowie die erhöhte Ausbeute im hochenergetischen Bereich kann die simulierte Kalibrierung nicht für das gesamte Spektrum verwendet werden.

## 7.5. Dichtekorrektur

Um eine Abhängigkeit der Ausbeute von der Dichte der zu vermessenden Probe festzustellen wurden mittels der in Kapitel 7.4 verwendeten Marinelligeometrie mit Behälter eine Simulation mit verschiedenen Probenmaterialien durchgeführt.

Bezeichnung	Masse [g]	Volumen [ml]	Dichte [ $g/cm^3$ ]
W1	1000	350	2,86
W2	952	350	2,72
W3	1246	350	3,56
W4	279	350	0,80
W5	995	350	2,84
W6	363	280	1,30
W7	398	350	1,14
W8	316	350	0,90
W9	1155	350	3,30

Tabelle 7.4.: Massen und Volumina der verwendeten Referenzproben

In Tabelle 7.4 sind die Dichten der zur Validierung (siehe Kap. 9.1) der Software verwendeten Referenzproben angegeben. Mittels LabSOCS<sup>TM</sup> wurden die Ausbeuten simuliert und mittels linearem Fit der experimentellen Daten zwischen 500 keV und 2500 keV verglichen. Hierbei ergab sich, dass die simulierten Ausbeuten höher lagen als die gemessenen. Durch Korrektur der simulierten Werte um 5% und 10% nach unten konnten genau die ermittelten Ausbeuten erreicht werden.

Die bekannten Dichten der Kalibrierstandards wurden übernommen und mit Werten zwischen 0,7 g/ml und 4,0 g/ml ergänzt. Aus vermessenen Proben sowie der LabSOCS<sup>TM</sup>-Simulation stammende Werte sind in Tabelle 7.5 als experimentell (*exp*) gekennzeichnet, die Ausgleichsgerade durch (*fit*).

Nach Bilden einer Ausgleichsgeraden konnten Funktionen für die Abhängigkeit der Ausbeute von der Dichte der Probe ermittelt werden (siehe (7.1) und (7.2)). Durch Multiplikation mit den Faktoren 4,46 bzw. 3,564 kann die Ausbeute in [cps/kBq] umgerechnet werden (siehe auch die entsprechenden Werte in Tabelle 7.5).

$$\begin{aligned}\varepsilon[\%] &= 2,328 - 0,130 \cdot \rho \\ \varepsilon[\text{cps/kBq}] &= 10,383 - 0,580 \cdot \rho\end{aligned}\tag{7.1}$$

$$\begin{aligned}\varepsilon[\%] &= 0,497 - 0,014 \cdot \rho \\ \varepsilon[\text{cps/kBq}] &= 1,772 - 0,049 \cdot \rho\end{aligned}\tag{7.2}$$

Probe	$\rho$ [g/ml]	609 keV			2614 keV		
		$E(\rho)_{exp}$ [%]	$E(\rho)_{fit}$ [%]	$E(\rho)_{fit}$ [keV]	$E(\rho)_{exp}$ [%]	$E(\rho)_{fit}$ [%]	$E(\rho)_{fit}$ [keV]
W4	0,70	2,238	2,237	100,188	0,488	0,488	575,427
	0,80	2,225	2,224	100,766	0,486	0,486	577,079
W8	0,90	2,227	2,211	100,691	0,486	0,485	576,998
	0,90	2,211	2,211	101,414	0,485	0,485	578,807
W7	1,04	2,195	2,193	102,167	0,483	0,483	581,008
	1,14	2,182	2,180	102,741	0,482	0,482	582,719
W6	1,30	2,153	2,159	104,143	0,479	0,479	585,710
	1,50	2,127	2,133	105,400	0,476	0,477	589,104
	1,75	2,096	2,100	106,982	0,473	0,473	593,361
	2,00	2,065	2,068	108,578	0,469	0,470	597,637
	2,25	2,035	2,035	110,187	0,466	0,466	601,930
	2,50	2,005	2,003	111,810	0,463	0,463	606,241
W2	2,72	1,956	1,974	114,604	0,459	0,460	610,987
	2,84	1,951	1,959	114,904	0,458	0,458	612,800
W1	2,86	1,949	1,956	115,062	0,458	0,458	613,119
	3,00	1,948	1,938	115,097	0,456	0,456	614,920
W5	3,20	1,926	1,912	116,427	0,454	0,453	618,411
	3,30	1,895	1,899	118,320	0,452	0,452	620,940
W3	3,56	1,859	1,865	120,587	0,448	0,448	625,860
	3,70	1,850	1,847	121,199	0,447	0,446	628,166
	4,00	1,817	1,808	123,370	0,443	0,442	633,553

Tabelle 7.5.: Simulation der Dichteabhängigkeit der Ausbeute für die Linien bei 609 keV und 2614 keV – vermessene Ausbeuten unter Angabe der Probenbezeichnung

## 7.6. Füllhöhenkorrektur

Nach der Simulation der Dichteabhängigkeit wurde mittels LabSOCS<sup>TM</sup> eine mögliche Abhängigkeit der Ausbeute von der Füllhöhe des Marinellibebers simuliert. Wie in Kap. 4.3 erläutert liegt der Vorteil der Marinelligeometrie in der Umschließung des Detektors mit Probenmaterial. Durch eine Verminderung der Füllhöhe unter die Kante des Detektors kommt es zu starken Abweichungen der Ausbeute vom Sollwert, was in LabSOCS<sup>TM</sup> durch einen Minimalwert von 250ml für die Volumensimulation berücksichtigt wird. Die verwendeten Marinellibeber fassen 500 ml an Probenvolumen, die Referenzproben sind bis auf W6 mit 350ml gefüllt.

Ausgehend von Tabelle 7.4 wurde Material der Dichte  $\rho = 1 \text{ g/cm}^3$  sowie  $\rho = 3 \text{ g/cm}^3$  simuliert. Deren Ausbeute und der daraus errechnete Mittelwert sind in Abb. 7.5 dargestellt. Die Achsen geben jeweils die relative Abweichung von einem Nennvolumen von 350 ml und die Ausbeute bei diesem wieder.

Um eine Abhängigkeit der Ausbeute von der Füllhöhe durch Abschirmeffekte zu ermitteln wurden Polynome 2. Ordnung durch die Mittelwerte der Ausbeute gefittet. Zu Vergleichszwecken wurde ein linearer Fit durch jene Punkte gelegt, die einer Füllhöhe über dem Nennwert von 350 ml entsprechen. Wie in Abb. 7.5 ersichtlich ist, kommt es in diesem Bereich nur zu Abweichungen vom zuvor erstellten Polynom, die innerhalb der Fehlergrenzen der Referenzproben liegen. Ausgehend von diesem Ergebnis und aufgrund der einfacheren Implementierung wurde zur Erstellung der Füllhöhenkorrektur auf eine lineare Abhängigkeit zurückgegriffen:

$$d\varepsilon = \frac{\varepsilon - \varepsilon_{ref}}{\varepsilon_{ref}} \quad (7.3)$$

$$dV = \frac{V - V_{ref}}{V_{ref}} \quad (7.4)$$

$$d\varepsilon = dV \cdot V_{slope}$$

$$\varepsilon = \varepsilon_{ref} \cdot (1 + d\varepsilon) = \varepsilon_{ref} \cdot \left(1 + \frac{V - V_{ref}}{V_{ref}} \cdot V_{slope}\right) \quad (7.5)$$

Die Korrektur (7.5) wird nur für größere Volumina als das Nennvolumen der Referenzen angewandt, da es bei verminderten Füllhöhen zu keinen nennenswerten Abweichungen von der Nennausbeute kommt.

## 7.7. Linienkorrektur

Wie in Kapitel 3.4 erklärt kommt es bei der Messung von U-238 oder Th-232 aufgrund der anderen Nuklide in der Zerfallsreihe zur Emission einer Vielzahl von Linien, die nicht nur die Zuordnung zu einzelnen Elementen erschweren, sondern aufgrund von Überlagerungen auch die Peakhöhe und Halbwertsbreite verfälschen können.

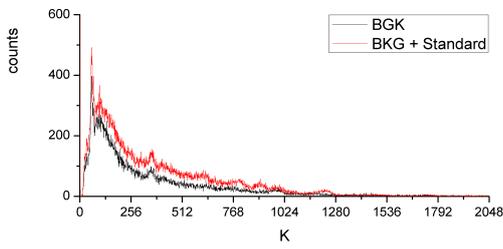
Zur Bestimmung des Th-232 wird die 2615 keV-Linie von Tl-208 verwendet. Diese wird nicht durch andere Linien überlagert. Das zur Bestimmung des U-238-Gehaltes gemessene Bi-214 wird über die charakteristische Linie bei 609 keV gemessen. Dieses wird teilweise durch die 583 keV-Linie von Ta-208, einem Tochternuklid des Th-232 überlagert. Die Peakfläche muss deshalb nach Anwendung der anderen Korrekturen noch zusätzlich nach unten korrigiert werden.

Die Ausbeute ergibt sich unter Verwendung eines Korrekturfaktors  $K_{linie}[cps/cps]$  allgemein zu

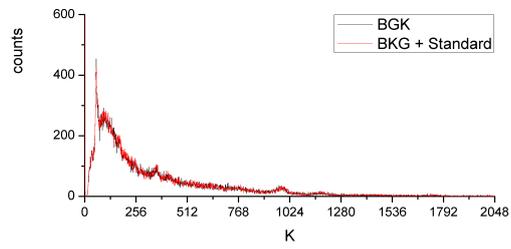
$$\varepsilon = \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_2} \cdot K_{linie} \quad (7.6)$$

wobei  $\varepsilon_1$  die Ausbeute der überlagernden und  $\varepsilon_2$  jene der überlagerten Linie in  $[cps/kBq]$  darstellt.

Der Korrekturfaktor wurde mittels LabSOCS<sup>TM</sup>-Simulation auf  $K_{linie} = 0,68$  festgelegt.



(a)



(b)

Abbildung 7.2.: Einfluss des Hintergrundes auf das Spektrum bei Vermessung des Standards M1 in (a) benachbartem und (b) 1,5 m Entfernung platziertem Gerät

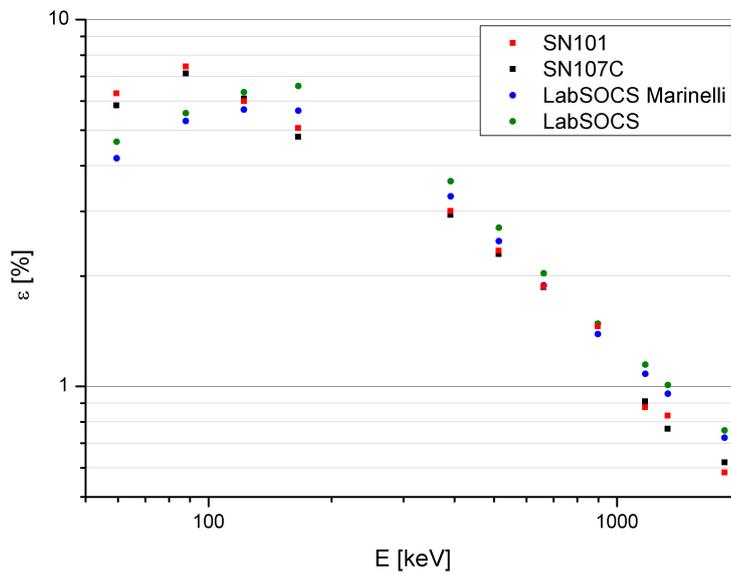
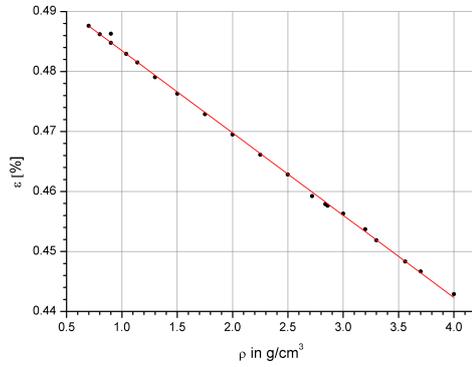
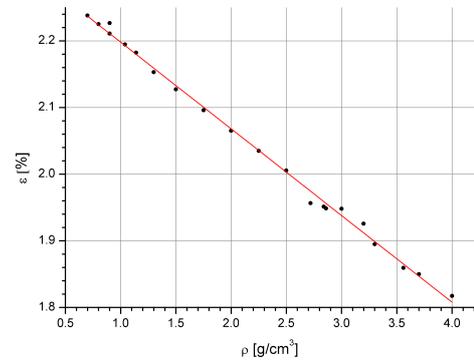


Abbildung 7.3.: Ausbeutevergleich zwischen Experiment und LabSOCS<sup>TM</sup>-Simulation

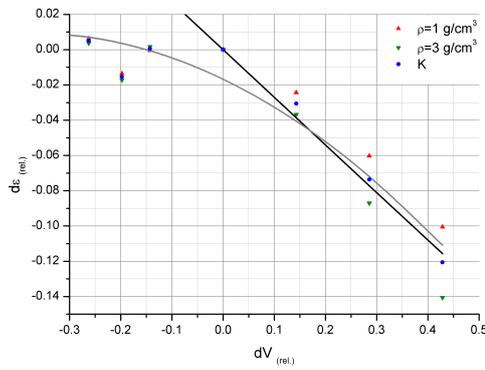


(a)

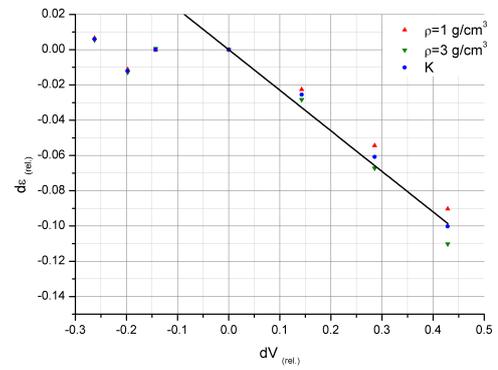


(b)

Abbildung 7.4.: Dichtekorrektur für (a) Th-232 und (b) U-238



(a)



(b)

Abbildung 7.5.: Füllhöhenkorrektur für (a) U-238 und (b) Th-232

## 8. Software

Die graphische Benutzeroberfläche (GUI) der LMS-3-Software ist in Abb. 8.1 zu sehen.

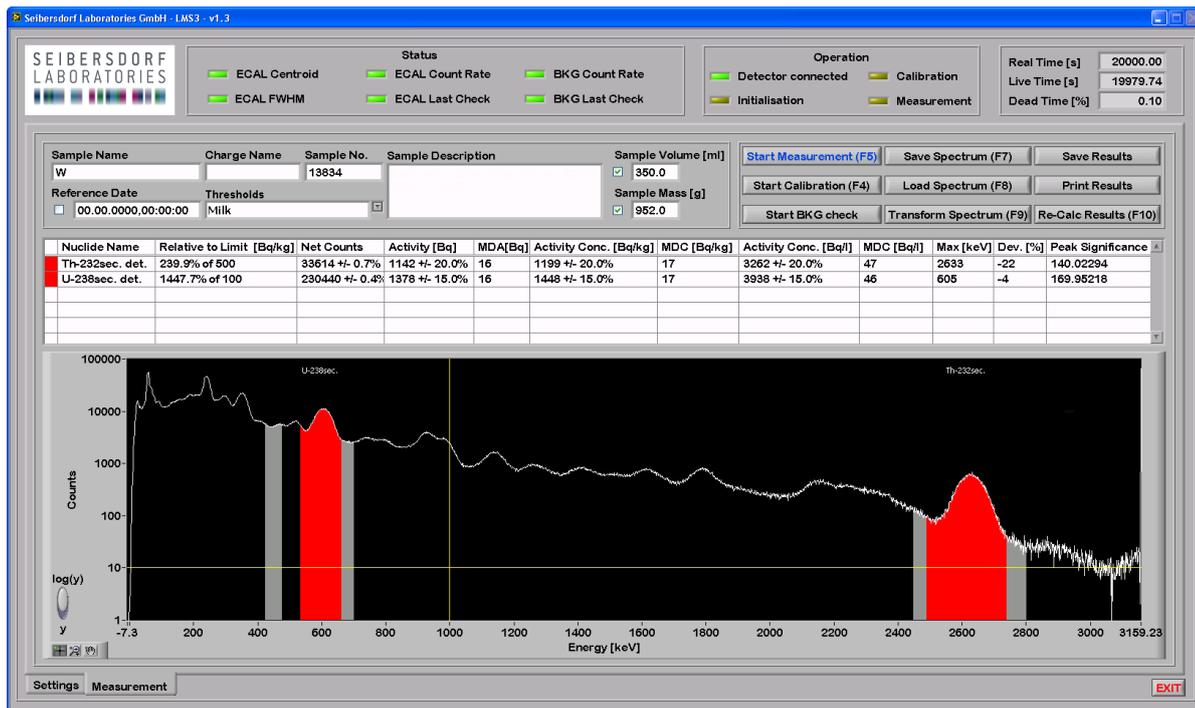


Abbildung 8.1.: Graphische Benutzeroberfläche der LMS-3-Software

Der Kopf des GUI gibt dem Benutzer Auskunft über den *Status* des Detektors (siehe hierzu die Erläuterungen zum kontinuierlichen Qualitätsmanagement in Kapitel 8.2), den aktuell ausgeführten Arbeitsschritt - *Operation* - sowie die Messzeiten der laufenden oder letzten abgeschlossenen Messung.

Außer den Informationen der zu vermessenden Probe (z.B. Bezeichnung, Charge, Entnahmedatum, Masse oder Volumen) können auch voreingestellte Grenzwerte (Thresholds) für verschiedene Lebensmittel, Rohstoffe, etc. angegeben werden. Daneben befinden sich die Schaltflächen zur Steuerung der verschiedenen Routinen (z.B. Messen, Kalibrieren, Speichern oder Laden).

In der Ergebnistabelle werden für jede ROI alle wesentlichen Messwerte aufgelistet (siehe hierzu das folgende Kapitel über die Messung der Proben), darunter wird das derzeit aufgenommene Spektrum angezeigt.

Auf eine ausführliche Beschreibung der verschiedenen Programmteile und deren Quelltexte wird an dieser Stelle verzichtet und stattdessen die Hauptkomponenten der Software und die ihnen zugrundeliegenden Abläufe beschrieben. Für einen detaillierten Einblick in die Steuerung der Software durch den Benutzer sei auf den entsprechenden Auszug aus der *Bedienungsanleitung der Lebensmittel- und Materialsonde LMS-3* in Anhang C verwiesen.

## 8.1. Messung

### 8.1.1. Region of Interest (ROI)

Im Gegensatz zu zum Teil komplexen Peak Search Algorithmen, bei denen Peaks identifiziert und mittels Datenbanken den entsprechenden Nukliden zugeordnet werden, wird bei der Verwendung von ROIs manuell festgelegt, in welchen Energiebereichen Peaks eines zu messenden Nuklids auftreten. Sollte hierbei ein Nuklid über mehrere markante Peaks verfügen (z.B. Co-60), so ist einer davon zur Messung festzulegen.

Kommt es zu keiner nennenswerten Veränderung der Peakposition durch Gain drift (siehe Kapitel 9.3) so kann die ROI bei der Kalibrierung festgelegt und für alle Messungen verwendet werden.

### 8.1.2. Peak integration

Um die Aktivität der einzelnen Nuklide zu bestimmen, muss zuerst die Peakfläche der full-energy peaks ermittelt werden. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass die Peaks üblicherweise auf einem Kontinuum sitzen und somit zusätzlich zur Integration über die Kanäle der entsprechenden ROI der Hintergrund ermittelt werden muss.

Die beiden am häufigsten zur Anwendung kommenden Arten der Peakflächenintegration sind die Covell-Methode und die sogenannten total peak area-Methode [14].

- Bei der **Covell-Methode** wird der höchste Kanal im gewünschten Peak ermittelt und eine fixe Anzahl von Kanälen zu beiden Seiten dieses Maximums zum Peak gezählt und somit zur Auswertung der Peakfläche herangezogen. Ein Nachteil dieser Methode ist, dass oft nicht der ganze Peak ausgewertet wird, was allerdings durch die Verwendung der selben Breite für alle Proben kompensiert werden kann. Die Beschränkung auf einen bestimmten Bereich des Peaks minimiert allerdings Überlappungseffekte durch benachbarte Peaks. Diese Methode kommt insbesondere bei Detektoren niedriger Auflösung zur Anwendung.
- Die **total peak area Methode** erweitert den auszuwertenden Bereich bis auf den Hintergrund des Spektrums, was eine Verwendung hochauflösender Detektoren nötig macht.

Ein Vergleich der beiden Methoden ist in Abb. 8.2 zu sehen.

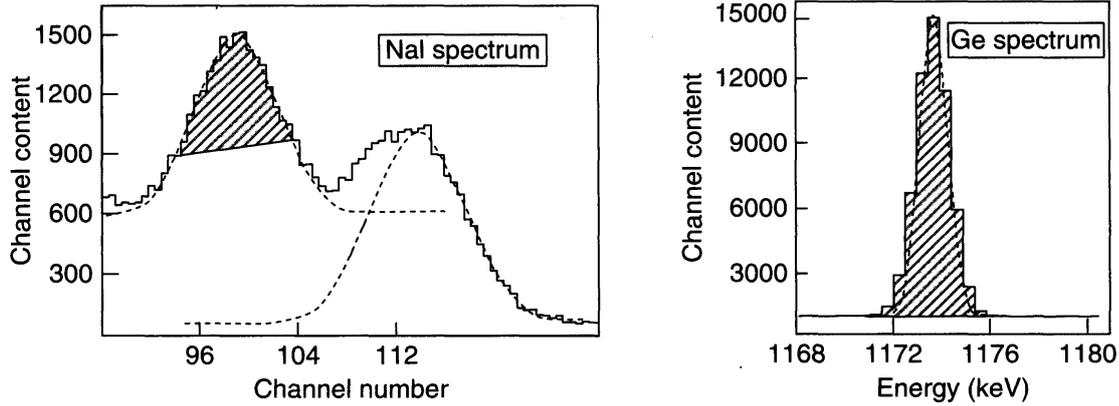


Abbildung 8.2.: Vergleich zwischen Peak Integration in Szintillator- und Halbleiter-Spektren [14]

Ohne separate Messung kann nicht exakt bestimmt werden, welche Beiträge der einzelnen Kanäle zum Peak oder Hintergrund zu zählen sind. Bei der Covell-Methode wird davon ausgegangen, dass das Trapez unter dem Peak vollständig dem Hintergrund zuzuordnen ist (siehe Abb. 8.2a). Um eine bessere Abschätzung des Hintergrundes zu ermöglichen, kann die Anzahl der Hintergrundkanäle zu beiden Seiten der ROI erhöht und der Mittelwert der Counts zur Berechnung herangezogen werden.

Die Nettopeakfläche ergibt sich unter Verwendung von  $m$  Kanälen zu beiden Seiten der ROI mit unterer und oberer Grenze  $L$  bzw.  $U$  (siehe auch Abb.8.3) zu

$$A = \sum_U^{i=L} C_i - n \left( \sum_{L-1}^{i=L-m} C_i + \sum_{U+m}^{i=U+1} C_i \right) / 2m \quad (8.1)$$

mit einer Unsicherheit von

$$\sigma_A = \sum_U^{i=L} C_i + n^2 \left( \sum_{L-1}^{i=L-m} C_i + \sum_{U+m}^{i=U+1} C_i \right) / 4m^2 \quad (8.2)$$

Um die Unsicherheit zu reduzieren kann die Anzahl der Kanäle zur Berechnung des Hintergrundes erhöht werden. Der Effekt auf die Unsicherheit nimmt mit zunehmender Hintergrundbreite ab. Außerdem ist zu berücksichtigen, dass durch die Lage benachbarter Peaks eine Erhöhung der Kanalanzahl zur Berechnung des Hintergrundes beschränkt wird. Sollten trotzdem Peaks im Hintergrund auftreten, sind deren Auswirkungen durch zusätzliche Korrekturen zu vermindern. Üblicherweise erfolgt dies durch eine separate Hintergrundmessung ohne Probe. Eine Auflage bei der Konstruktion des Gerätes war allerdings, eine Bestimmung des Hintergrundes mittels Leerwertmessung wie bei der LMS-1 (siehe Kapitel 2.2.1) zu vermeiden. Um diese Problematik zu umgehen wurde die Option eingeführt, die Hintergrundkanäle nicht direkt an die ROI anzuschließen sondern eine gewisse Anzahl von Kanälen Abstand zu halten.

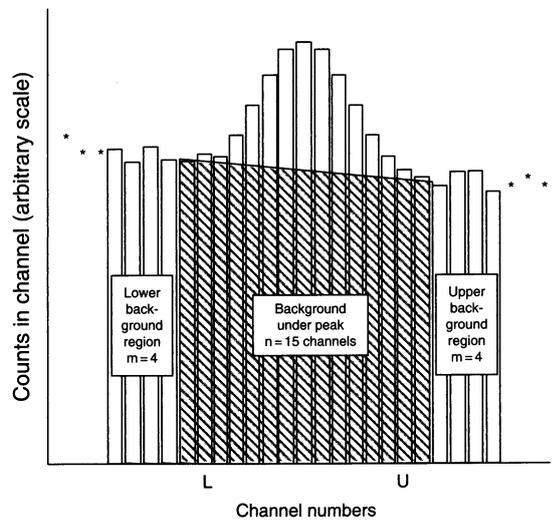


Abbildung 8.3.: Berechnung der Peakfläche mittels Kanälen des Backgrounds [14]

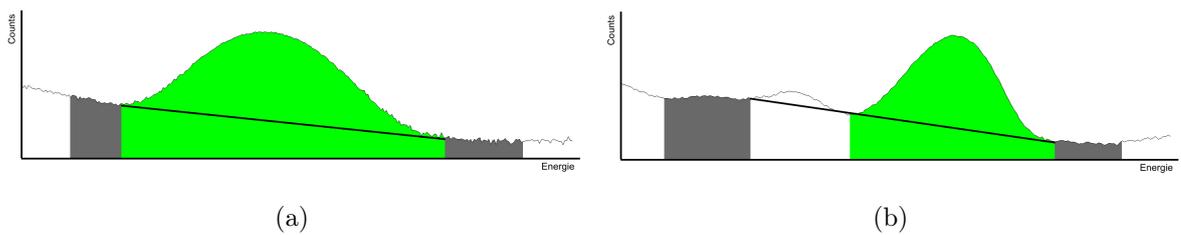


Abbildung 8.4.: Peakflächenberechnung (a) ohne und (b) mit Verschiebung der Hintergrundkanäle - Gerade zu Anschauungszwecken nachträglich eingefügt

### 8.1.3. Nachweisgrenzen

Um zu entscheiden, ob ein Signal zum Rauschen des Hintergrundes oder zur Fläche und somit zur Aktivität des entsprechenden Peaks bzw. Nuklids gezählt werden muss sind verschiedene Kriterien einzuhalten [7].

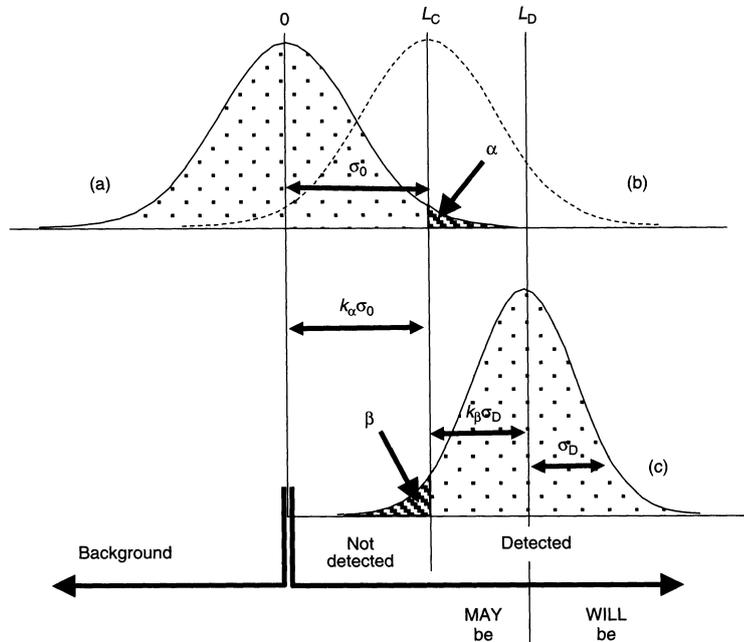


Abbildung 8.5.: Erklärung zu  $L_C$  und  $L_D$  [14]

- Die **Erkennungsgrenze**  $L_C$  (Critical Limit) klärt die Frage, ob ein detektiertes Signal überhaupt ein reales und damit statistisch signifikantes Signal darstellt oder der Unsicherheit („Rauschen“) des Hintergrundes zuzuordnen ist. In Abb. 8.5 wird angenommen, dass bei wiederholter Messung von nicht radioaktiven Proben deren Nettozählwerte gemäß einer Gaußschen Glockenkurve um den Nullwert verteilt sind. Es ist somit zu entscheiden, welche dieser Werte tatsächlich Null bzw. einen positiven Wert liefern. Für ein 95%iges Konfidenzintervall ergibt sich

$$L_C = 2,33 \cdot \sqrt{B} \quad (8.3)$$

- Die **Nachweisgrenze**  $L_D$  (Detection Limit) stellt sicher, dass ein detektiertes Signal mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit einen realen Messwert darstellt und somit nicht irrtümlich Leerwertmessungen als Peak detektiert werden. Unter erneuter Anwendung einer 95%igen Sicherheit folgt die Currie-Gleichung

$$L_D = 2,71 + 4,65 \cdot \sqrt{B} \quad (8.4)$$

- Die bei  $L_D$  **minimal feststellbare Aktivität MDA** (Minimum detectable activity) eines Detektors sagt aus, wie sicher es ist, diese zu detektieren. Die Definitionen der MDA sind oft voneinander abweichend [14]. Als Aktivitätslimit definiert findet sie normiert auf cps (Counts pro Sekunde) über

$$MDA = \frac{LD}{\varepsilon t_L \gamma f} \quad (8.5)$$

unter Verwendung von Live Time  $t_L$ , Emissionswahrscheinlichkeit  $\gamma$ , Ausbeute  $\varepsilon$  und Summationskorrekturen  $f$  Anwendung in der Software.

#### 8.1.4. Korrekturen

Zusätzlich zu den bei der Ausbeutekalibrierung angesprochen Korrekturen (Kapitel 7) finden noch folgende Korrekturen während der Messung Anwendung:

##### Zerfallskorrektur

Analog zum Zerfallsgesetz (3.2) ergibt sich die Zählrate  $R_0$  zum Referenzzeitpunkt unter Verwendung der Zerfallskonstante  $\lambda$  und der Zählrate  $R_t$  zum Zeitpunkt der Messung zu

$$R_0 = R_t e^{\lambda t} \quad (8.6)$$

Soll also die Aktivität zum Zeitpunkt der Probenentnahme ermittelt werden so ist eine entsprechende Korrektur unumgänglich. Wird hingegen lediglich überprüft, ob die Probe zum Zeitpunkt der Messung alle Grenzwerte erfüllt (wie es zum Beispiel die Frage „Darf ich diese Nahrungsmittel zum jetzigen Zeitpunkt in den Handel bringen?“ fordert) kann auf die Zerfallskorrektur verzichtet werden.

##### Messzeitkorrektur

Gerade für kurzlebige Nuklide ist insbesondere bei längeren Messungen eine weitere Korrektur der Zählraten erforderlich. Wie in Abb. 8.6 dargestellt ist, erfolgt

$$R_t = R_M \frac{\lambda \Delta t}{1 - e^{-\lambda \Delta t}} \quad (8.7)$$

mit den Zählraten  $R_t$  und  $R_M$  beim Start bzw. während der Messung.

#### 8.1.5. Auswertung

Es wird automatisch für jede ROI die Aktivität des entsprechenden Nuklids sowie die MDA ermittelt. Die Berechnung der Aktivität erfolgt analog zu Gleichung (8.5) unter Verwendung der Counts  $C_N$  in der Nettofläche mittels

$$A = \frac{C_N}{\varepsilon t_L \gamma f} \quad (8.8)$$

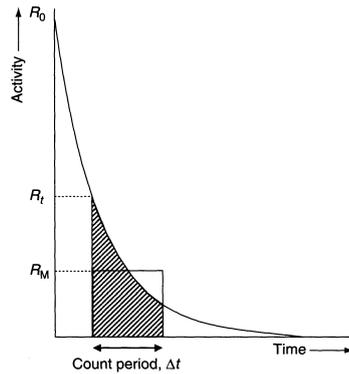


Abbildung 8.6.: Messzeitkorrektur [14]

Sind Masse bzw. Volumen angegeben, werden entsprechend die Aktivitätskonzentration sowie die minimal feststellbare Konzentration MDC berechnet.

Wie in Kapitel 2.3 erläutert, verwendet die LMS-3 eine eigens entworfene Kategorisierung der Messwerte, um die Messzeiten gering zu halten und eine Bewertung der Ergebnisse auch für Laien zu erleichtern.

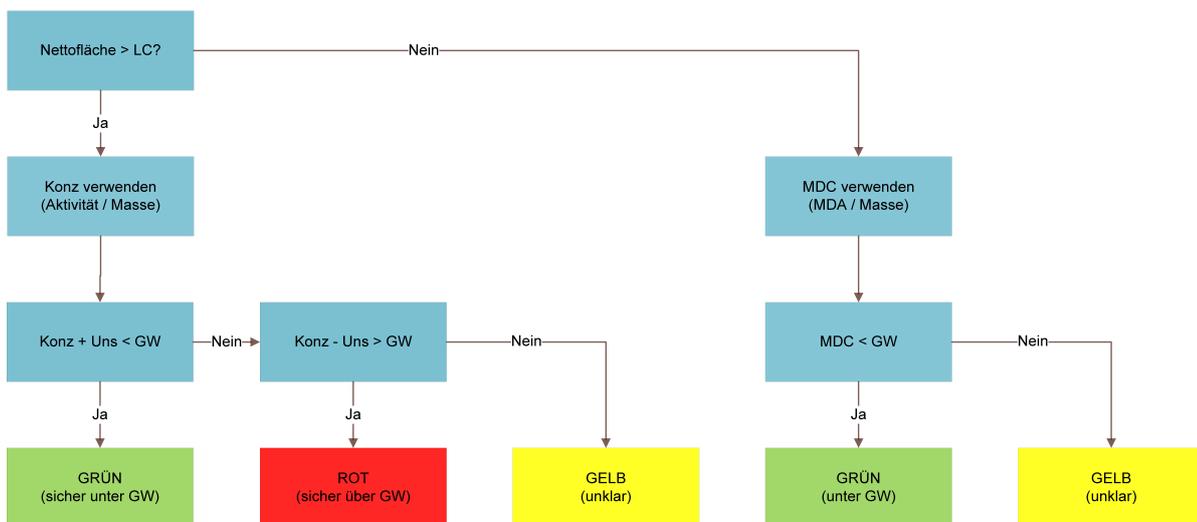


Abbildung 8.7.: Beurteilung der Messwerte

Gemäß Abb. 8.7 wird durch die Höhe der Nettozählrate festgelegt, ob die Einhaltung der Grenzwerte über Aktivität oder MDA erfolgt.

- Die **Aktivitätskonzentration** wird verwendet, falls die Nettozählrate  $L_C$  übersteigt. Sollte die Konzentration trotz Unsicherheit unter dem Grenzwert liegen, so kann die Probe für das entsprechende Nuklid als sicher eingestuft werden, was dem Benutzer durch eine grüne Kennzeichnung vermittelt wird.

Liegt die Konzentration nach Abzug der Unsicherheit über dem Grenzwert, so ist die Probe als unsicher (rot) zu klassifizieren. Ist keine der beiden Bedingungen erfüllt, so ist eine längere Messdauer oder eine Vermessung mittels hochauflösenderem Detektor notwendig.

- Sollte die Nettozählrate unter  $L_C$  liegen, so findet die **MDA** Anwendung. Liegt die MDC unter dem vorgegebenen Grenzwert, so kann die Probe freigegeben werden (grün), andernfalls ist eine genaue Beurteilung nicht möglich (gelb).

Zur Minimierung der Messzeit wurden 2 Optionen eingebaut:

- Wurde **zumindest ein Nuklid** als unsicher eingestuft, so wird die Messung beendet. Da z.B. das Lebensmittel nicht für den Verzehr freigegeben werden kann ist eine Fortsetzung der Messung hinfällig. Falls durch den Benutzer gewünscht kann die Messung noch bis zum Erreichen einer bestimmten Unsicherheit für das entsprechende Nuklid fortgeführt werden.
- Sollten **alle Nuklide** als sicher klassifiziert werden, so wird die Messung ebenfalls - mit Option zur Fortführung bis zum Erreichen der festgelegten Unsicherheit bei allen Nukliden - abgebrochen.

Da die Grenzwerte in Bq/kg bzw. in Bq/l angegeben werden kann die Beurteilung der Ergebnisse nur bei Angabe von Probenmasse bzw. Probenmasse und Probenvolumen erfolgen. Es ist auch ohne Angabe eine Messung zur Aktivitätsbestimmung möglich, allerdings wird dadurch einer der Vorteile gegenüber anderen Geräten ausgeschalten.

## 8.2. Qualitätsmanagement

### 8.2.1. Hintergrundmessung

Üblicherweise sollte durch die Verwendung mehrerer separater Marinellibecher (siehe die Beschreibungen zur Marinelli-Geometrie in Kap. 4.3) eine Kontamination der Probenkammer vermieden werden. Um die Wahrscheinlichkeit einer unbemerkten Kontamination gering zu halten werden in regelmäßigen Abständen automatische Hintergrundmessungen durchgeführt und die Zählraten im gesamten Spektrum sowie in den ROIs der für den Benutzer relevanten Nuklide überprüft. Die Zählraten sind wiederum Zerfalls- und Messzeitkorrigiert (siehe Kap. 8.1.4). Sollten die Zählraten die festgelegten Grenzwerte übersteigen, so kann von einer Kontamination ausgegangen werden; die Funktionen der Software werden beschränkt und der Benutzer zur Reinigung der Messkammer aufgefordert. Erst durch eine neue Hintergrundmessung kann die Software mit vollem Funktionsumfang freigegeben werden.

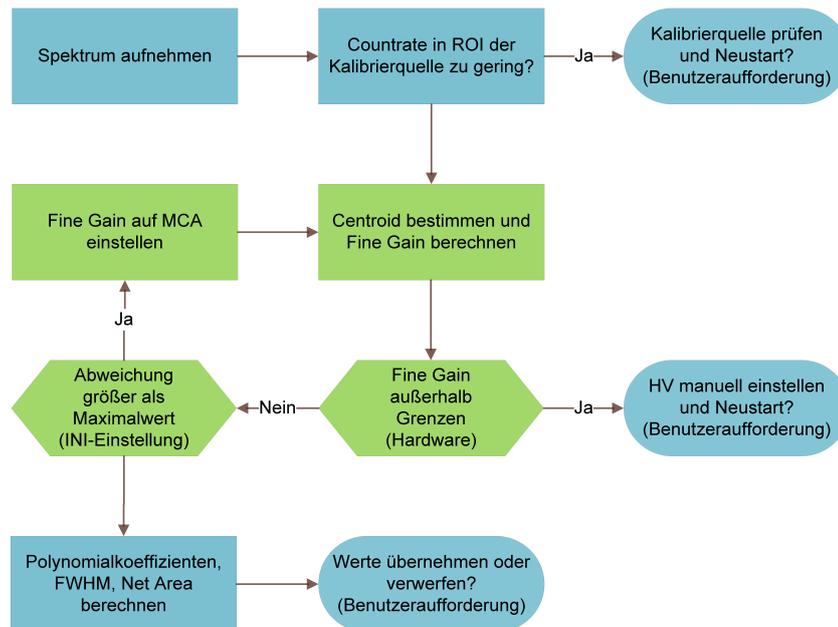


Abbildung 8.8.: Ablauf der Energiekalibrierung

## 8.2.2. Energiekalibrierung

Wie in Kapitel 6 erläutert verwendet die LMS-3 Polynome 3. Ordnung zur Umrechnung der Kanäle in Energien. Um Abweichungen von dieser Kalibrierung (z.B. durch temperaturbedingten Drift, siehe hierzu Kap. 9.3) bestmöglich zu kompensieren wird der Faktor  $c_1$  in (6.2) unter Zuhilfenahme einer Cs-137-Kalibrierquelle neu bestimmt. Der Ablauf der Kalibrieroutine ist in Abb. 8.8 grafisch dargestellt.

Nach Aufnahme des Spektrums wird ermittelt, ob die Zählrate im gesamten Spektrum und der ROI des Cs-137-Peaks innerhalb der Grenzen liegt. Hierdurch werden folgende mögliche Fehlerquellen ausgeschaltet:

1. Der Benutzer hat vergessen, die Kalibrierquelle im Detektor zu platzieren (ROI-Zählrate zu gering).
2. Die Quelle des Benutzers ist zu alt (ROI-Zählrate zu gering).
3. Es wird eine eigene Cs-Quelle, ein anderes Nuklid oder Mischnuklid verwendet (ROI-Zählrate zu hoch/gering, Gesamtzählrate zu hoch).
4. Es befinden sich noch andere Quellen in Reichweite des Detektors (Gesamtzählrate zu hoch).

Die Zählraten sind wiederum Zerfalls- und Messzeitkorrigiert (siehe 8.1.4). Das Referenzdatum zur Zerfallskorrektur entspricht dem Herstellungsdatum der Quelle. Sollten alle Zählraten innerhalb der Grenzen liegen, wird die Routine fortgesetzt, andernfalls sind Problembeseitigung und Neustart erforderlich.

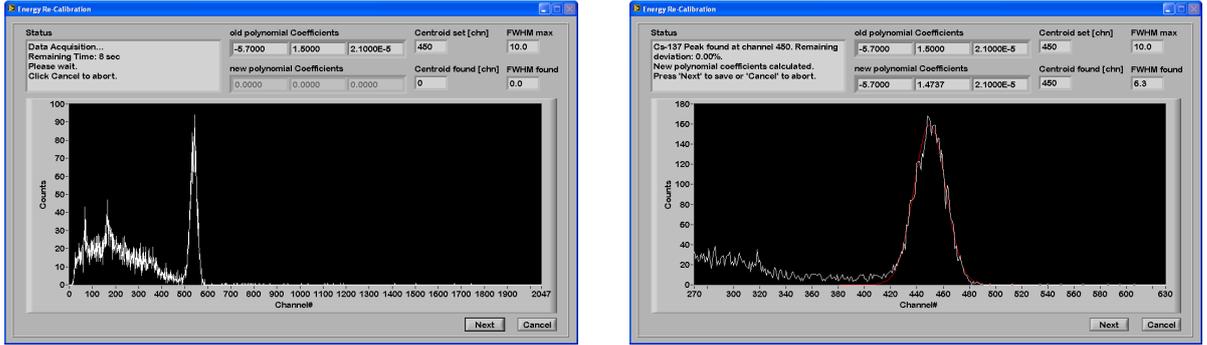


Abbildung 8.9.: Programmfenster bei (a) laufender und (b) abgeschlossener Kalibrierung

Es wird eine Gausskurve durch den Cs-Peak gefittet und dessen Mittelpunkt  $K_{ist}$  gemäß Formel (8.9) zur Berechnung des Fine Gain  $FG_{neu}$  herangezogen. Der Cs-Peak bei einer Energie von  $E_{Soll} = 662 \text{ keV}$  soll bei Kanal  $K_{soll} = 450$  liegen. Sollte der neue Fine Gain innerhalb der durch die Hardware beschränkten Grenzen  $5000 < FG_{neu} < 65000$  liegen und die Abweichung vom Sollwert nicht größer als 1% betragen, so wird der neue Wert übernommen und die Routine beendet. Bei zu hoher Abweichung wird die in Abb. 8.8 grün hinterlegte Routine durchgeführt, bis die Abweichung innerhalb der eingestellten Toleranz liegt.

$$FG_{neu} = \frac{K_{soll}}{K_{ist}} \cdot FG_{ist} \quad (8.9)$$

Nach der Einstellung des Fine Gain werden die Halbwertsbreite und Nettozählrate der Gausskurve ermittelt und gespeichert. Der neue Polynomialkoeffizient  $c_1$  ergibt sich durch Umformen der Formel (6.2) zu

$$c_1 = \frac{E_{Soll} - (c_0 + c_2 \cdot K_{ist}^2 + c_3 \cdot K_{ist}^3)}{K_{ist}} \quad (8.10)$$

### 8.2.3. FWHM

Wie bereits angeführt wird mit jeder Energiekalibrierung auch die Halbwertsbreite des Cs-Peaks bei  $E = 662 \text{ keV}$  ermittelt. Sollte die die Halbwertsbreite den festgelegten Grenzwert übersteigen, so ist davon auszugehen, dass der Detektor ersetzt werden muss.

### 8.2.4. cps Limit

Die Nettozählrate (in Counts pro Sekunde) gibt Auskunft über das Alter des Kalibrierstandards (siehe Kap. 3.2). Da für den Fit der Gausskurve der größte Peak im Spektrum herangezogen wird, gilt es zu verhindern, dass der Cs-Peaks schwächer als der Hintergrund im niederenergetischen Bereich ist. Sollte die Nettozählrate den festgelegten Grenzwert unterschreiten, so wird dem Benutzer empfohlen, den Kalibrierstandard zu ersetzen.

## 8.3. SQ-Transformation

### 8.3.1. Grundlagen

Wie in Kap. 4.1 besprochen ergibt sich durch die Verwendung von NaI-Detektoren eine Energieabhängigkeit der Halbwertsbreite. Im niederenergetischen Bereich ist sie verhältnismäßig schmaler als im hochenergetischen Teil des Spektrums. Bedingt durch die große Halbwertsbreite kommt es zu einer verringerten Auflösung der Peaks gegenüber jenen geringerer Energien (siehe Kap. 8.1.3).

Berkeley Nucleonics Corporation hat mit der Quadratic Compression Conversion (QCC) ein Verfahren entwickelt, um die Halbwertsbreite über das gesamte Spektrum konstant zu halten [27] [30].

Während mittels QCC die Kanalbreite des ADC an die entsprechende Energie angepasst wird, um eine kontinuierliche Halbwertsbreite zu erhalten, erfolgt die in der LMS-3-Software verwendete SQ(*square root*)-Transformation in Abhängigkeit der Wurzel der Kanäle.

Bei der SQ-Transformation wird jeder Kanal in Abhängigkeit der Auflösung in eine nach oben beschränkte Anzahl virtueller Kanäle aufgespalten. Die Counts der Kanäle werden auf diese virtuellen Kanäle aufgeteilt, durch die Transformation entstehende Lücken im Spektrum werden durch den Transformationsalgorithmus ausgeglichen, wobei die Zählstatistik über das gesamte Spektrum erhalten bleibt. Durch das Füllen der Lücken erscheint das Spektrum gegenüber einem mittels QCC transformierten glatter, außerdem kommt es nicht zu extremen Nichtlinearitäten, die mittels Energiekalibrierung ausgeglichen werden müssen.

Das Verfahren kann für jedes Spektrum und unabhängig von der Anzahl der Kanäle implementiert werden.

### 8.3.2. Herleitung

Mit einer Auflösung von 8% des Peaks bei 662 keV bzw. Kanal 450 ergibt sich eine Abhängigkeit der Halbwertsbreite

$$FWHM_{(E)} = \frac{52.96}{\sqrt{662}} \cdot \sqrt{E_{[keV]}} \quad (8.11)$$

$$FWHM_{(K)} = \frac{36}{\sqrt{450}} \cdot \sqrt{E_{[chn]}} = \alpha\sqrt{K} \quad (8.12)$$

Um die Halbwertsbreite energieunabhängig zu machen muss die zur Transformation  $J = T_{(K)}$  inverse Funktion  $K = T_{(J)}^{-1}$  gefunden werden. In Gleichung (8.12) eingesetzt ergibt dies

$$FWHM_{(J)} = \alpha\sqrt{T_{(J)}^{-1}} \quad (8.13)$$

Nach der Transformation soll die Halbwertsbreite konstant sein, deswegen

$$\frac{d}{dJ}FWHM_{(J)} = \frac{d}{dJ}\alpha\sqrt{T_{(J)}^{-1}} = const. \quad (8.14)$$

Die Funktion  $T_{(J)}^{-1} = \beta J^2$  erfüllt diese Bedingung und ergibt mit der Randbedingung  $T_{(2048)}^{-1} = 2048$  die Transformationsfunktion

$$J = \sqrt{2048} \cdot \sqrt{K} \quad (8.15)$$

Durch die Transformation ergeben sich Löcher im Spektrum, deren Breite durch

$$\frac{d}{dK}J_{(K)} = \frac{d}{dK}\sqrt{2048} \cdot \sqrt{K} = \frac{\sqrt{2048}}{2\sqrt{K}} \quad (8.16)$$

abgeschätzt werden können. Diese Lücken werden durch den Transformationsalgorithmus gefüllt.

Die Energiekalibrierung mittels Polynom 3. Ordnung lautet nach Glg. (6.2)

$$E_{(K)[keV]} = c_0 + c_1 \cdot K + c_2 \cdot K^2 + c_3 \cdot K^3 \quad (8.17)$$

Für eine Transformation ohne Reduzierung der virtuellen Kanäle mit  $J = K = 2048$  ergibt sich die Energiekalibrierung mit  $K = \frac{J^2}{2048}$  zu einem Polynom 6. Ordnung:

$$E_{(J)[keV]} = c_{0,J} + c_{2,J} \cdot J^2 + c_{4,J} \cdot J^4 + c_{6,J} \cdot J^6 \quad (8.18)$$

mit den Transformationskonstanten

$$c_{0,J} = c_0, \quad c_{2,J} = \frac{c_1}{2048}, \quad c_{4,J} = \frac{c_2}{2048^2}, \quad c_{6,J} = \frac{c_3}{2048^3} \quad (8.19)$$

Die Reduzierung der virtuellen Kanäle auf  $J = 512$  ergibt eine Änderung der Transformationskonstanten auf

$$c_{0,J} = c_0, \quad c_{2,J} = c_1 \cdot \frac{4^2}{2048} = \frac{c_1}{2^7}, \quad c_{4,J} = \frac{c_2}{2^{14}}, \quad c_{6,J} = \frac{c_3}{2^{21}} \quad (8.20)$$

In Tab. 8.1 sind Transformationen generischer Kalibrierkoeffizienten von Kanal  $K = 2048$  des gemessenen Spektrums auf den virtuellen Kanal  $J = 2048$  bzw.  $J = 512$  dargestellt. Die Umrechnung des Kanals auf die zugeordnete Energie ist für alle 3 Umrechnungen identisch und ergibt sich nach Gleichung (6.2) zu  $E_{K=2048} = E_{J=512} = 3138.99$ . Die Transformation des Spektrums ist für 512 transformierte Kanäle in Abb. 8.10 dargestellt.

## 8.4. Weiterverarbeitung der Daten

### 8.4.1. Spektrum

Gemäß National Institute of Standards and Technology ist das derzeit angestrebte Format zur Speicherung von strahlenschutzbezogenen Daten der ANSI N42.42 Standard.

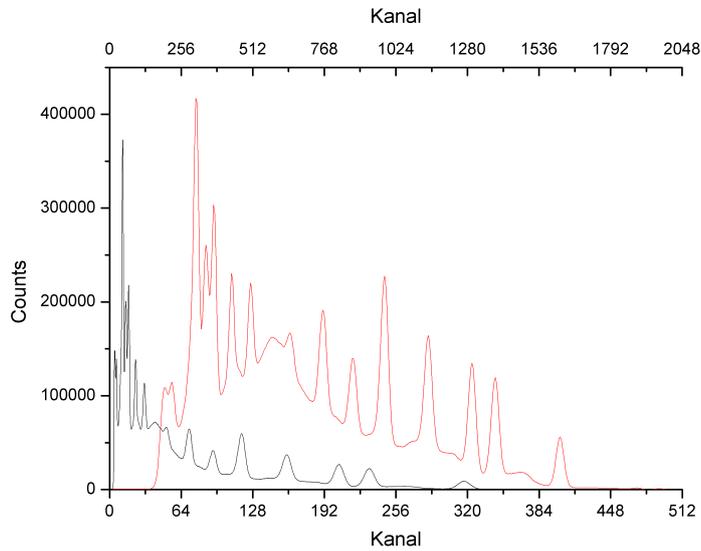


Abbildung 8.10.: Spektrum der Probe M1 vor (schwarz) und nach (rot) der Konvertierung mittels SQ-Transformation

Energiekalibrierung	Transformation		Verschiebung [keV]	
	K = 2048	J = 2048		J = 512
$c_0$	-7,3	$c_{0,J}$ -7,3	-7,3	
$c_1$	1,47E+00	$c_{2,J}$ 7,18E-04	1,15E-02	3,01E+03
$c_2$	1,45E-04	$c_{4,J}$ 3,46E-11	8,85E-09	6,08E+02
$c_3$	-5,50E-08	$c_{6,J}$ -6,40E-18	-2,62E-14	-4,72E+02

Tabelle 8.1.: Auswirkung der Kalibrierkoeffizienten auf Kanal 2048 des aufgenommenen Spektrums für generische Koeffizienten und Transformation auf 2048 bzw. 512 Kanäle

Dieses Format instrumentalisiert das bereits im World Wide Web verwendete XML-Format, das eine Weiterverarbeitung mittels Software, aber im Notfall auch Lesbarkeit durch Benutzer ohne weitere Auswertung ermöglicht [24].

Die Verwendung dieses Formats wurde auch für die LMS-3 in Erwägung gezogen, schlussendlich aber durch das Format IEC 1455 [6] abgelöst. Dieses bereits zurückgezogene Speicherformat findet in vielen Laboratorien noch Verwendung und ist auch mit anderen Softwarelösungen kompatibel die in den Seibersdorf Laboratories Anwendung finden. Mittels der Konvertierungssoftware Cambio [20] kann das IEC-Format in jedes beliebige andere Format konvertiert werden.

Grundsätzlich werden nur Teile des Speicherformaten ausgeschöpft, da zwecks einfacherer Handhabung der Software ein Großteil der Einstellungen (Nukliddaten, Kalibrierungen, etc.) herstellerseitig durchgeführt und permanent in den Systemeinstellungen gespeichert werden. Es werden für jedes Spektrum lediglich die Messparameter (Zeitpunkt der Messung und Probenentnahme, Masse und Volumen, Energiekalibrierung) sowie das Spektrum gespeichert, die Beurteilung der Messwerte werden seitens der Software durchgeführt.

Beim Laden alter Spektren werden diese wiederum automatisch ausgewertet und dem Benutzer mitsamt Nuklidlisten und eventueller Grenzwertüberschreitungen angezeigt.

#### **8.4.2. Messbericht und Alarmdatenbank**

Zur Protokollierung der Daten können zusätzlich Messberichte erstellt werden. Diese finden Platz auf einer A4-Seite und enthalten neben den Probenparametern eine Tabelle aller vermessenen Nuklide sowie das Spektrum der Probe (siehe Anhang B).

Zusätzlich zu den nicht automatisch generierten Berichten werden im Hintergrund alle mit der Lebensmittelsonde erfassten Grenzwertüberschreitungen protokolliert. Hierzu werden sie in tabellierter Form und chronologisch sortiert in einer csv-Datei gespeichert.

# 9. Validierung

## 9.1. Referenzproben

Die Validierung der Analysesoftware der LMS-3 erfolgte durch Vermessung von 9 Referenzproben und Bestimmung des U-238 und Th-232-Gehaltes auf Detektor SN101 über eine Messdauer von  $10^5$ s.

Die Proben wurden einer Auftragsstudie aus dem Jahr 2008 entnommen. In dieser wurden für jede Probe in mehreren Messreihen getrennt die Konzentrationen von U-238 und Th-232 mittels HPGe-Detektoren sowie ICPMS ermittelt und aus diesen ein validierter Referenzwert ermittelt. Die Daten sind in Tabelle 9.1 aufgeschlüsselt. Die mittels NaI- und HPGe-Detektor aufgenommen Spektren sind in den Abb. 9.1 und 9.2 dargestellt.

Bezeichnung	Validierte Ref.			HPGe			ICPMS		
	$A_{Summe}$ [Bq/kg]	$A_{U-238}$ [Bq/kg]	$A_{Th-232}$ [Bq/kg]	$A_{Summe}$ [Bq/kg]	$A_{U-238}$ [Bq/kg]	$A_{Th-232}$ [Bq/kg]	$A_{Summe}$ [Bq/kg]	$A_{U-238}$ [Bq/kg]	$A_{Th-232}$ [Bq/kg]
W1	1589	744	845	1397	662	735	1768	834	934
W2	2239	970	1269	2186	936	1250	2205	946	1259
W3	4230	1155	3075	4000	1050	2950	3913	1071	2842
W4	5102	2224	2878	4640	1970	2670	5411	2366	3045
W5	644	270	374	600	250	350	655	286	369
W6	1402	1021	381	1280	925	355	1465	1108	357
W7	2445	1180	1265	1397	662	735	1768	834	934
W8	1086	464	622	930	400	530	1070	461	609
W9	837	613	224	745	530	215	928	697	231

Tabelle 9.1.: Aktivitäten der 9 Referenzproben nach verschiedenen Verfahren

### 9.1.1. Th-232

Es wurden für alle Proben die Aktivitätskonzentrationen von Th-232 mit und ohne Dichtekorrektur bestimmt. Die Ergebnisse der Messungen sind mit einem Fehler von 20% in Tabelle 9.3 angegeben und in Abbildung 9.3 dem validierten Referenzwert gegenübergestellt.

Die Aktivitätskonzentration von Th-232 liegt für die vermessenen Proben unterhalb der Referenzwerte, jedoch innerhalb der Fehlergrenzen. Wie zu erwarten ergibt sich für dichtekorrigierte Werte eine Erhöhung der Aktivitätskonzentration in Abhängigkeit der Dichte. Für die Proben W4 und W8 mit einer geringeren Dichte als  $1 \text{ g/cm}^3$  ergibt sich prozentuell eine geringere Erhöhung als für die Standards W1, W3, W5 und W9, die im Bereich um  $3 \text{ g/cm}^3$  liegen. Die dichtekorrigierten Werte liegen ebenfalls innerhalb der Fehlergrenzen, jedoch näher an den vorgegebenen Referenzwerten.

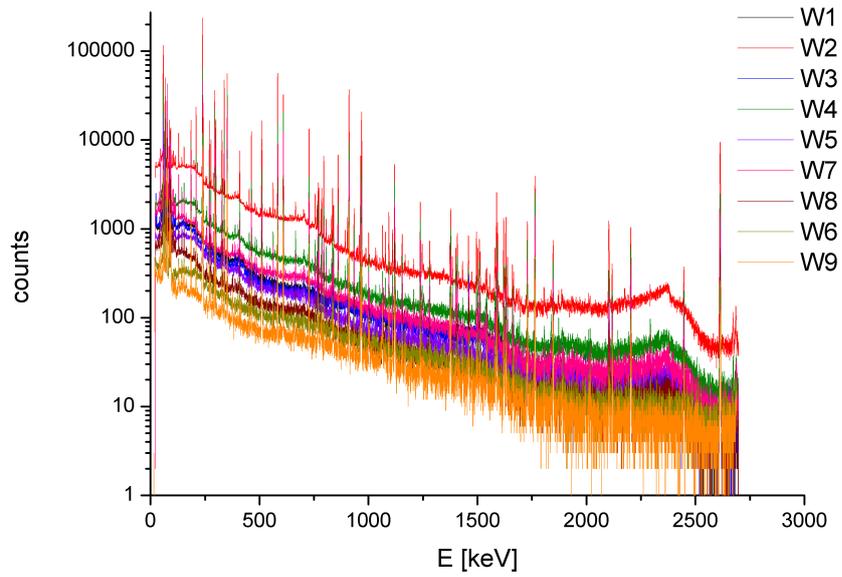


Abbildung 9.1.: Spektren der Referenzproben auf HPGe-Detektor über  $10^5 s$

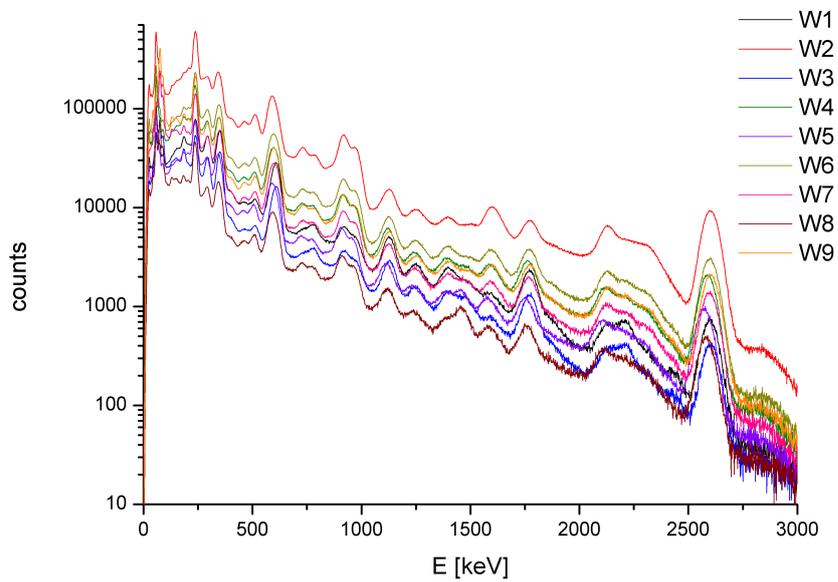


Abbildung 9.2.: Spektren der Referenzproben auf Detektor SN101 über  $10^5 s$

Probe	Dichtekorrigiert		Nicht dichtekorrigiert	
	Akt.konz.	Fehler	Akt.konz.	Fehler
W1	755,36	151,07	695,82	139,16
W2	1158,37	231,67	1071,45	214,29
W3	2842,84	568,57	2563,65	512,73
W4	2520,33	504,07	2464,90	492,98
W5	351,10	70,22	323,56	64,71
W6	343,61	68,72	331,32	66,26
W7	1174,16	234,83	1137,32	227,46
W8	518,63	103,73	505,71	101,14
W9	202,39	40,48	183,97	36,79

Tabelle 9.2.: Gemessener Th-232-Gehalt - Aktivitätskonzentration und Fehler in [Bq/kg]

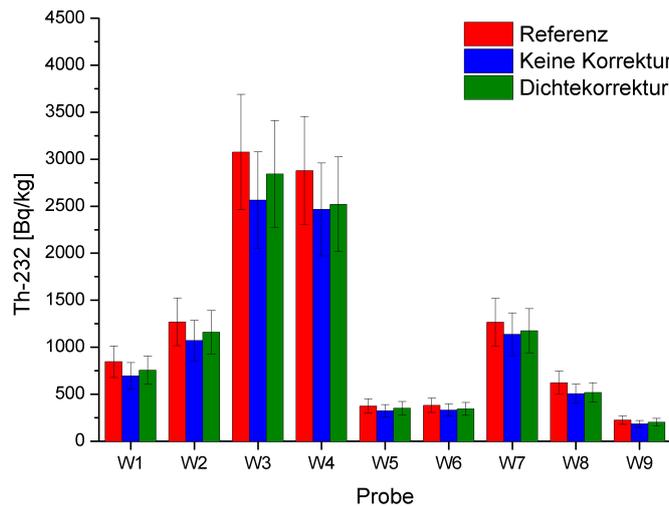


Abbildung 9.3.: Gemessener Th-232-Gehalt - Aktivitätskonzentration

Die Bestimmung der Aktivität und deren Konzentration ist somit für Th-232 validiert. Auch die simulierte Dichtekalibrierung konnte durch die Messungen bestätigt werden.

### 9.1.2. U-238

Für U-238 wurden alle Proben vermessen und die Aktivitätskonzentrationen unter und ohne Anwendung der Dichtekorrektur bestimmt. Zusätzlich wurden die Aktivitätskonzentrationen jeweils mit und ohne Korrektur der überlagernden Linien aus den Tochternukliden von Th-232 bestimmt. Die Ergebnisse der Messungen sind mit einem Fehler von 15% in Tabelle 9.3 angegeben und den Referenzwerten in Abbildung 9.4 gegenübergestellt.

Die bereits angesprochene Erhöhung der Messwerte durch Anwendung der Dichtekorrektur erfolgt in gleichem Ausmaß auch für die Aktivitätskonzentrationen des U-238. Werden die Ergebnisse linienkorrigiert, so ergibt sich eine Reduzierung der Aktivitätskonzentration in Abhängigkeit der Peakfläche.

Die Aktivitätskonzentrationen von U-238 liegen ohne Anwendung von Korrekturen für die Proben W6 und W9 unterhalb der Referenzwerte, für die anderen 7 Proben darüber.

Probe	Linienkorrigiert				Nichte linienkorrigiert			
	Dichtekorrigiert		Nicht dichtekorrigiert		Dichtekorrigiert		Nicht dichtekorrigiert	
	Akt.konz.	Fehler	Akt.konz.	Fehler	Akt.konz.	Fehler	Akt.konz.	Fehler
W1	933,66	140,05	788,15	118,22	981,11	147,17	824,53	123,68
W2	1360,52	204,08	1158,88	173,83	1432,56	214,88	1214,90	182,24
W3	2220,10	333,02	1795,45	269,32	2408,43	361,26	1929,49	289,42
W4	3284,84	492,73	3141,61	471,24	3422,90	513,43	3270,48	490,57
W5	373,16	55,97	315,51	47,33	395,19	59,28	332,43	49,86
W6	1034,13	155,12	959,92	143,99	1053,54	158,03	977,24	146,59
W7	1625,04	243,76	1523,86	228,58	1690,72	253,61	1583,32	237,50
W8	563,04	84,46	535,36	80,30	591,64	88,75	561,80	84,27
W9	610,57	91,59	499,12	74,87	623,71	93,56	508,74	76,31

Tabelle 9.3.: Gemessener U-238-Gehalt - Aktivitätskonzentration und Fehler in [Bq/kg]

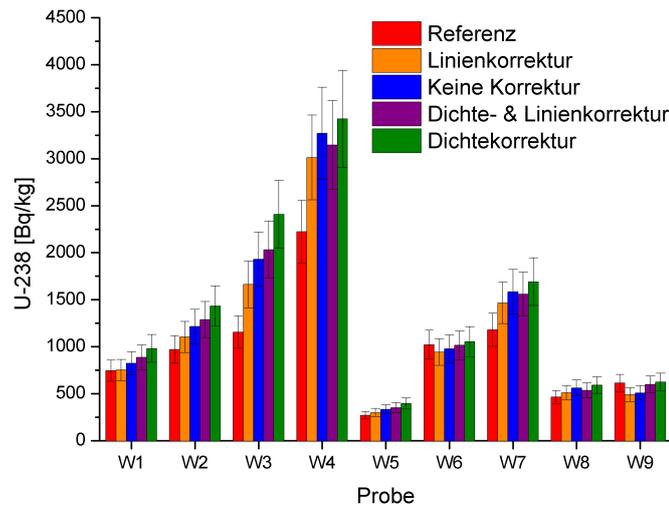


Abbildung 9.4.: Gemessener U-238-Gehalt - Aktivitätskonzentration

Für die Proben W3 und W4 kommt es bereits ohne Korrekturen zu einer Überschätzung der Aktivitätskonzentration, die über der Fehlertoleranz von 15% liegt. Auch nach der Linienkorrektur können die Fehlergrenzen für beide Proben nicht erreicht werden. Die dichtekorrigierten Werte der Proben W1, W6, W8 und W9 liegen auch nach der aus der Korrektur resultierenden Erhöhung weiterhin innerhalb der Fehlergrenzen. Die Werte der Proben W2, W5 und W7 sind für eine reine Dichtekorrektur nicht mehr im akzeptablen Rahmen.

Durch eine zusätzliche Anwendung der Linienkorrektur nach der Dichtekorrektur werden die Messwerte aller Proben außer W3 und W4 so weit reduziert, dass sie die Referenzwerte erfüllen. Die Linienkorrektur ist somit validiert.

Da es sich beim Referenzmaterial um Erze und deren Rückstände nach chemischer Separation von Wolfram handelt dürfte die Überschreitung der Referenzwerte bei den Proben W3 und W4 auf ein fehlendes Gleichgewicht der Nuklide (siehe Kap. 3.2.2) zurückzuführen sein.

## 9.2. Validierung anderer Proben

Die Validierung der Linien- und Dichtekorrektur erfolgte mittels LabSOCS<sup>TM</sup>-Simulation an den für die Auswertung der verwendeten Referenzproben gültigen Energiebereichen. Eine Validierung für andere Nuklide erfordert durch die Vielzahl an Veränderlichen im Versuchsaufbau (Energiebereich der zu vermessenden Linien, Füllhöhe des Marinellibeckers, Dichte des Probenmaterials, etc.) eine Erhöhung des Arbeitsaufwandes, der insbesondere auch durch die Arbeitsvorschriften im Umgang mit radioaktiven Stoffen nicht gerechtfertigt erscheint.

## 9.3. Temperaturdrift

### 9.3.1. Langzeitmessungen

Zur Überprüfung der Temperaturabhängigkeit des Fine Gain wurden die Temperaturen der Geräte SN102, SN103, SN104 und SN106 mittels Pt100-Sensoren überwacht. Um Temperaturen und Fine Gain der Detektoren automatisch zu protokollieren wurde ein 4-kanaliges Datenerfassungsmodul [25] mit speziell diesem Zweck angepassten Komponenten der LMS-3-Software verwendet. Konstruktionsbedingt konnten die Temperaturfühler zwar im Messvolumen, allerdings lediglich an der Außenseite zwischen Marinellibecker und Bleiabschirmung angebracht werden. Außerdem konnten die einzelnen Geräte aufgrund der geringen Kabellänge der Temperaturfühler und der örtlichen Beschränkungen nur im Abstand von 50 cm zueinander platziert werden, wodurch stärkere Temperaturschwankungen (z.B. durch Positionierung neben einer nicht verblendeten Glasfront) verhindert wurden. Durch Messungen zu unterschiedlichen Tageszeiten konnten jedoch Temperaturunterschiede von bis zu 7°C erzielt werden.

Als Quelle wurden für alle Sonden K-40 verwendet, dessen Gammaemission bei 1460,82 keV zur Berechnung des Fine Gain herangezogen wurde. Im Gegensatz zur automatischen Nachjustierung des Fine Gain (siehe Kap. 8.2.2) wurde dieser während der Messreihe nur aufgezeichnet. Gemäß Gleichung (8.9) ergibt sich unter Verwendung von Energien anstelle von Kanälen der Fine Gain zu

$$FG_{neu} = \frac{E_{soll}}{E_{ist}} \cdot FG_{ist} \quad (9.1)$$

Die Messreihen wurden über einen Zeitraum von 30 Tagen durchgeführt, wobei die Messungen alle 6 Stunden - beginnend um 4:00 Uhr - gestartet und nach einer Messdauer von 120 s ausgewertet und protokolliert wurden. Zum Ablauf der Auswertung sei wiederum auf Kap. 8.2.2 verwiesen.

Die Messreihe des Detektors SN106 wurde nach 13 Tagen abgebrochen, da das Gerät für die zusätzlich erfolgte Messreihe in einer Klimakammer (siehe Kapitel 9.3.2) umgerüstet werden musste.

Wie in Abb. 9.5 zu sehen ist, folgt der Verlauf des Fine Gain dem erwarteten indirekten Zusammenhang zwischen Detektor-Temperatur und Gain.

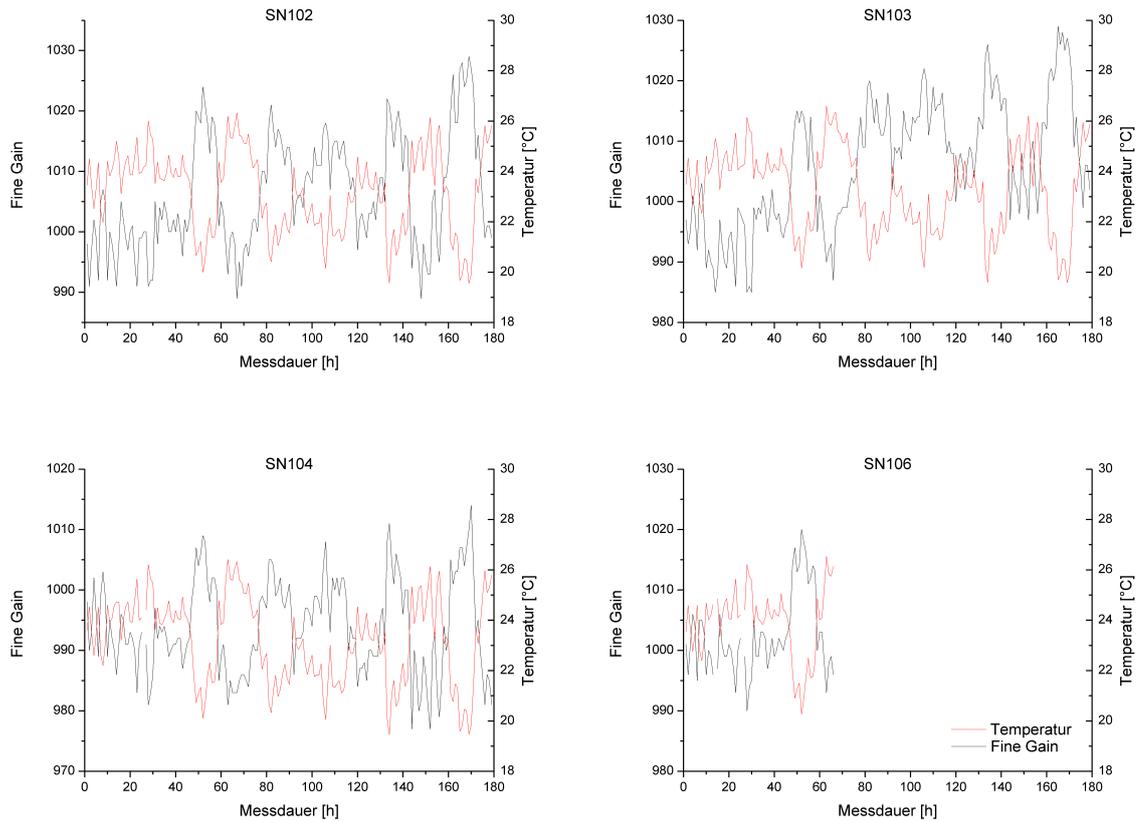


Abbildung 9.5.: Zusammenhang zwischen Fine Gain und Temperatur, gemessen über 30 Tage (Detektoren SN102, SN103 und SN104) und 13 Tage (Detektor SN106)

### 9.3.2. Klimakammer

Zusätzlich zur Langzeitmessung bei Betriebstemperatur wurde das Verhalten des Detektors bei Temperaturen zwischen  $0^{\circ}\text{C}$  und  $40^{\circ}\text{C}$  sowie das Ansprechverhalten auf starke Temperaturänderung untersucht. Die Messung wurde wiederum mit K-40 in einer Klimakammer über einen Zeitraum von 400 h durchgeführt.

Hierzu wurde zusätzlich zum während der Langzeitmessung verwendeten Temperaturfühler ein weiterer an der Außenseite der Bleiabschirmung, sowie der interne Temperatursensor des MCA verwendet.

Wie in Abb. 9.6 ersichtlich ist, kommt es mit einer Erhöhung der Temperatur zu einer Verschiebung des Kaliumpeaks zu niedrigeren Kanälen. Zusätzlich ist der erwartete Drift über längere Messzeiten deutlich zu erkennen. Dieser nimmt allerdings merklich mit steigender Temperatur ab (siehe Abb. 9.6 rechts unten), was bei einer regulären Betriebstemperatur zwischen  $20^{\circ}\text{C}$  und  $30^{\circ}\text{C}$  zu einer sehr geringen Verschiebung führt, die allerdings durch die fortlaufende Nachjustierung des Gain ausgeglichen werden kann.

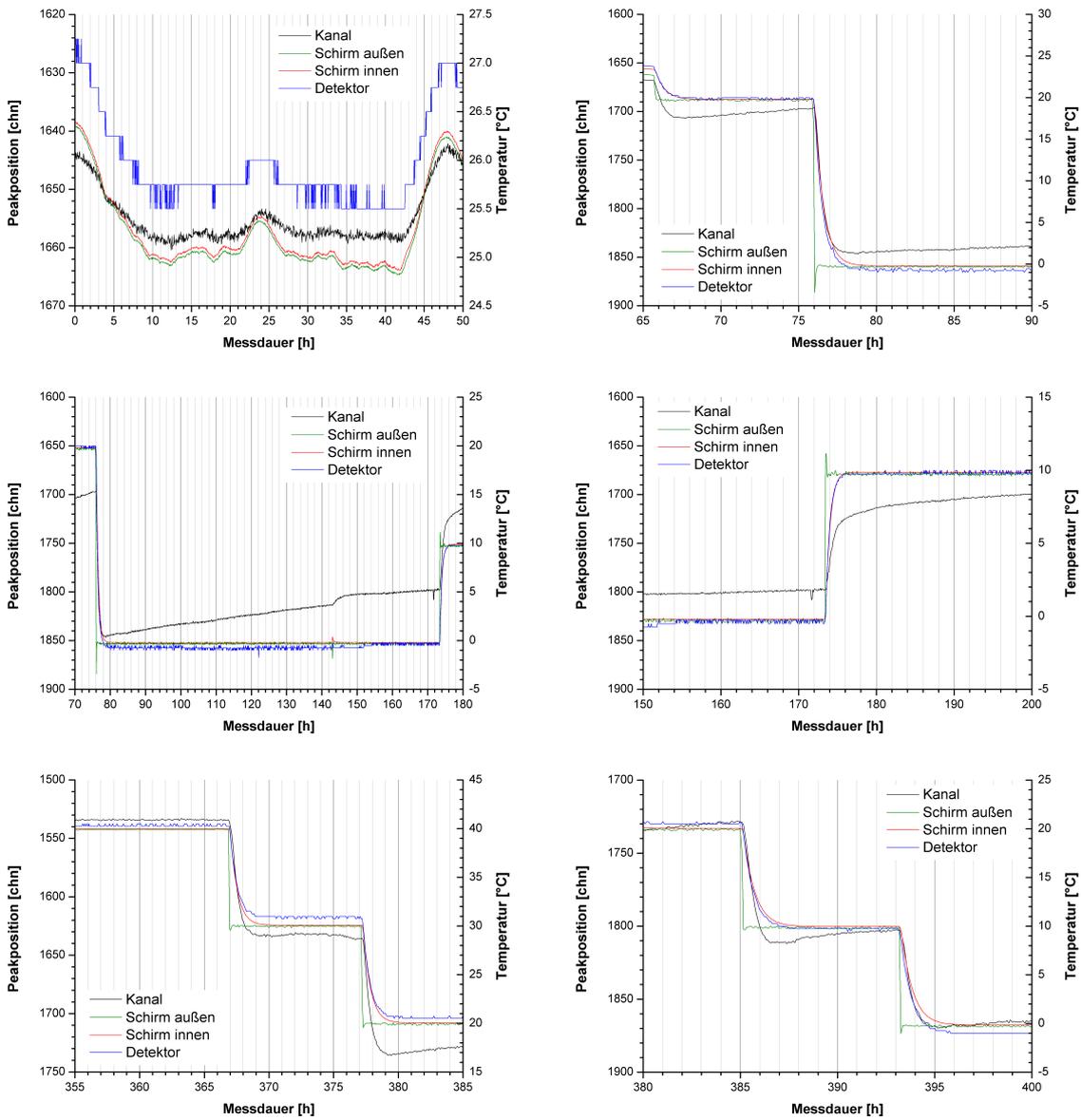


Abbildung 9.6.: Zusammenhang zwischen Drift des Kanals und Temperatur

Im Intervall von 200 bis 350 Stunden kam es zur Registrierung der von anderen Arbeitsgruppen verwendeten Prüfquellen, deren markante Peaks anstelle des Kalium-Peaks aufgezeichnet wurden.

## 10. Conclusio

Die Aufgabe, ein veraltetes Messsystem mit zeitgemäßer Hardware und Software auszustatten und eine leicht zu bedienende Auswertesoftware dafür zu erstellen, wurde erfüllt. Das System wurde validiert und Kundenwünschen entsprechend angepasst. Es wurde bewiesen, dass das System nicht nur zur Auswertung von Lebensmitteln geeignet ist, sondern auch Spezialfälle wie die Messung uranhaltiger Erze bewältigen kann.

Sämtliche hier präsentierten Messungen und Validierungen wurden vorrangig für den Spezialfall der Aktivitätsbestimmung uranhaltiger Erze vorgenommen. Die Algorithmen und deren Parameter sind mit hinreichender Genauigkeit für die Messung einer Vielzahl von Nukliden gültig, können aber für andere Aufgaben (Lebensmitteldosimetrie, Wassergütebestimmung, etc.) noch weiter angepasst und auch verbessert werden.

Sowohl Hard- als auch Software können Kundenwünschen entsprechend modifiziert werden. Es ergeben sich eine Vielzahl von Möglichkeiten, wie z.B. das Ansprechen anderer Schnittstellen oder das Hinzufügen neuer Messparameter und -routinen. Nachdem der experimentelle Teil der Diplomarbeit abgeschlossen und die Verantwortung an der Lebensmittelsonde abgegeben wurde, konnten in den letzten zwei Monaten wiederum konstruktive Beiträge zur weiteren Verbesserung der Software formuliert werden. Auch seitens der Kunden gab es bereits erste Rückmeldungen, wie die Software an die speziellen Tätigkeitsbereiche angepasst werden kann.

# A. Zertifikate

**Certificate of calibration of mixed radionuclide gamma-ray reference solution**

UKAS ACCREDITED CALIBRATION LABORATORY No. 0146

ISSUED FOR: **GE Healthcare Limited**  
 Calibration Laboratory  
 White Lion Road  
 Buckinghamshire  
 HP7 9LL

ISSUED FOR: **Eckert and Ziegler**  
 Grieselweg 1  
 Germany

Product code: **QC148**      Solution number: **RL16143**

**Description**

This mixed radionuclide gamma-ray reference standard consists of a solution in 4M HCl of the ten radionuclides listed below.

**Measurement Reference time: 1200 GMT on 1 April 2011**

**Mass of solution: 5.3952 grams**

Parent radionuclide	Activity (Bq)	Mass (µg)	Expanded uncertainty	Calibration start date	Calibration finish date
Americium-241	59.54	1132	± 0.8 %	26/09/2007	26/09/2007
Caesium-137	88.03	629	± 0.7 %	02/03/2010	02/03/2010
Cobalt-60	122.1	532	± 0.7 %	27/08/2009	27/08/2009
Cerium-139	165.9	690	± 0.1 %	06/01/2011	06/01/2011
Mercury-203	279.2	1343	± 0.2 %	14/03/2011	14/03/2011
Th-232	391.7	2111	± 0.1 %	15/02/2010	15/02/2010
Strontium-90	514.0	3955	± 0.2 %	03/02/2011	08/02/2011
Cesium-137	661.7	2394	± 0.8 %	18/05/2010	18/05/2010
Yttrium-88	898.0	6182	± 0.1 %	05/01/2011	05/01/2011
Cobalt-60	1173	3397	± 0.8 %	16/04/2008	16/04/2008
Cobalt-60	1132	3402	± 0.1 %	16/04/2008	16/04/2008
Yttrium-88	1685	6539	± 0.1 %	05/01/2011	05/01/2011

The calibration date is provided for added information only, and must not be confused with the reference date. It is the reference date that must be used in all calculations relating to the values of activity.

**Approved Signatory**  
  
**Date of issue** 15<sup>th</sup> April 2011  
 GE Healthcare

**Certificate of calibration of mixed radionuclide gamma-ray reference solution**

UKAS ACCREDITED CALIBRATION LABORATORY No. 0146

ISSUED FOR: **GE Healthcare Limited**  
 Calibration Laboratory  
 White Lion Road  
 Buckinghamshire  
 HP7 9LL

ISSUED FOR: **Eckert and Ziegler**  
 Grieselweg 1  
 Germany

Product code: **QC148**      Solution number: **RL16143**

**Description**

This mixed radionuclide gamma-ray reference standard consists of a solution in 4M HCl of the ten radionuclides listed below.

**Measurement Reference time: 1200 GMT on 1 April 2011**

**Mass of solution: 5.3952 grams**

Parent radionuclide	Activity (Bq)	Mass (µg)	Expanded uncertainty	Calibration start date	Calibration finish date
Americium-241	59.54	1132	± 0.8 %	26/09/2007	26/09/2007
Caesium-137	88.03	629	± 0.7 %	02/03/2010	02/03/2010
Cobalt-60	122.1	532	± 0.7 %	27/08/2009	27/08/2009
Cerium-139	165.9	690	± 0.1 %	06/01/2011	06/01/2011
Mercury-203	279.2	1343	± 0.2 %	14/03/2011	14/03/2011
Th-232	391.7	2111	± 0.1 %	15/02/2010	15/02/2010
Strontium-90	514.0	3955	± 0.2 %	03/02/2011	08/02/2011
Cesium-137	661.7	2394	± 0.8 %	18/05/2010	18/05/2010
Yttrium-88	898.0	6182	± 0.1 %	05/01/2011	05/01/2011
Cobalt-60	1173	3397	± 0.8 %	16/04/2008	16/04/2008
Cobalt-60	1132	3402	± 0.1 %	16/04/2008	16/04/2008
Yttrium-88	1685	6539	± 0.1 %	05/01/2011	05/01/2011

The calibration date is provided for added information only, and must not be confused with the reference date. It is the reference date that must be used in all calculations relating to the values of activity.

**Approved Signatory**  
  
**Date of issue** 15<sup>th</sup> April 2011  
 GE Healthcare

**Certificate of calibration of mixed radionuclide gamma-ray reference solution**

UKAS ACCREDITED CALIBRATION LABORATORY No. 0146

ISSUED FOR: **GE Healthcare Limited**  
 Calibration Laboratory  
 White Lion Road  
 Buckinghamshire  
 HP7 9LL

ISSUED FOR: **Eckert and Ziegler**  
 Grieselweg 1  
 Germany

Product code: **QC148**      Solution number: **RL16143**

**Description**

This mixed radionuclide gamma-ray reference standard consists of a solution in 4M HCl of the ten radionuclides listed below.

**Measurement Reference time: 1200 GMT on 1 April 2011**

**Mass of solution: 5.3952 grams**

Parent radionuclide	Activity (Bq)	Mass (µg)	Expanded uncertainty	Calibration start date	Calibration finish date
Americium-241	59.54	1132	± 0.8 %	26/09/2007	26/09/2007
Caesium-137	88.03	629	± 0.7 %	02/03/2010	02/03/2010
Cobalt-60	122.1	532	± 0.7 %	27/08/2009	27/08/2009
Cerium-139	165.9	690	± 0.1 %	06/01/2011	06/01/2011
Mercury-203	279.2	1343	± 0.2 %	14/03/2011	14/03/2011
Th-232	391.7	2111	± 0.1 %	15/02/2010	15/02/2010
Strontium-90	514.0	3955	± 0.2 %	03/02/2011	08/02/2011
Cesium-137	661.7	2394	± 0.8 %	18/05/2010	18/05/2010
Yttrium-88	898.0	6182	± 0.1 %	05/01/2011	05/01/2011
Cobalt-60	1173	3397	± 0.8 %	16/04/2008	16/04/2008
Cobalt-60	1132	3402	± 0.1 %	16/04/2008	16/04/2008
Yttrium-88	1685	6539	± 0.1 %	05/01/2011	05/01/2011

The calibration date is provided for added information only, and must not be confused with the reference date. It is the reference date that must be used in all calculations relating to the values of activity.

**Approved Signatory**  
  
**Date of issue** 15<sup>th</sup> April 2011  
 GE Healthcare

**Certificate of calibration of mixed radionuclide gamma-ray reference solution**

UKAS ACCREDITED CALIBRATION LABORATORY No. 0146

**Radionuclide:** At the reference time the solution also contained the following radionuclides/impurities:

Cadmium-113m	equal to 49(22) becquerels (1.3(6) nancuries)	per gram.
Indium-114m	equal to 0.22(10) becquerels (5.9(25) picocuries)	per gram.
Neptunium-235	equal to 1.5(8) becquerels (4.1(18) picocuries)	per gram.
Rubidium-84	equal to 0.48(99) becquerels (13(3) picocuries)	per gram.
Rubidium-86	equal to 0.97(17) becquerels (2(6) picocuries)	per gram.
Strontium-89	equal to 3.4(9) becquerels (92(25) picocuries)	per gram.
Nickel-63	equal to 0.1(83) becquerels (14(86) picocuries)	per gram.

Other radionuclides less than 0.0003% of the total activity.

**Chemical Composition:** The carrier concentration is normally 25(µg) of the corresponding stable isotopes (except Americium-241, which is carrier free).

**Physical Data:** Density: 1.055 grams per ml at 20°C

**Remarks:** This product meets the quality assurance requirements for achieving traceability to NIST as defined in ANSI M42.22-1995.

**Expression of Uncertainties:** Nuclear data quoted on this certificate are taken from the Joint Evaluated Nuclear Data File (JENDL-4.0). The uncertainty associated with the mass of the solution is ± 0.02 % and is included in the expanded uncertainty. All radionuclides contained in the solution have been calibrated using either absolute or secondary techniques.

**Expression of Uncertainties:** The reported expanded uncertainty is based on a standard uncertainty multiplied by a coverage factor  $k = 2.00$ , which for a distribution with  $\nu = \infty$  effective degrees of freedom corresponds to a coverage probability of approximately 95 %. The uncertainty evaluation has been carried out in accordance with UKAS requirements.

Unless indicated, all other uncertainties are expressed at the confidence level associated with one standard uncertainty.

The format used for the uncertainties in the values of radionuclide purity is illustrated in the following examples:

6.5(21)	=	6.5 ± 2.1
6.54(21)	=	6.54 ± 0.21
6.543(21)	=	6.543 ± 0.021

Page 2 of 2 pages

Abbildung A.1.: Zertifikat der Referenzlösung A

Certificate of calibration of mixed radionuclide gamma-ray reference solution *2011 19943*

ISSUED FOR: **Erkert und Ziegler**  
Nucleic Acid Laboratory  
White Lion Road  
Amersham  
Buckinghamshire  
HP7 9LL



Certificate of calibration of mixed radionuclide gamma-ray reference solution *2011 19943*

UKAS ACCREDITED CALIBRATION LABORATORY No. 0146

**Radionuclide:** At the reference time the solution also contained the following radionuclide impurities

Cadmium-113m	equal to 49221 becquerels (1.36) picocuries	per gram
Sulphur-35	equal to 0.2210 becquerels (5.925) picocuries	per gram
Radium-226	equal to 1.102 becquerels (3.016) picocuries	per gram
Radium-228	equal to 0.9721 becquerels (2.65) picocuries	per gram
Strontium-89	equal to 3.499 becquerels (92.25) picocuries	per gram
Nickel-63	equal to 0.183 becquerels (4.86) picocuries	per gram

Other radionuclides less than 0.0003% of the total activity.

**Measurement and accuracy**

Reference time: **1200 GMT on 1 April 2011**

Parent radionuclide	Gamma-ray half-life (days)	Gamma-rays per gram	Combined uncertainty	Expanded uncertainty	Calibration start date	Calibration finish date
Americium-241	59.54	1132	+0.1%	+0.8%	25/09/2007	25/09/2007
Cadmium-109	88.03	629	+0.3%	+2.9%	02/03/2010	02/03/2010
Cobalt-57	12.21	532	+0.1%	+0.7%	27/08/2009	27/08/2009
Cesium-139	165.9	690	+0.1%	+0.8%	06/07/2011	06/07/2011
Mercury-203	279.2	1042	+0.2%	+0.8%	14/03/2011	14/03/2011
Th-113	391.7	2111	+0.1%	+2.0%	15/02/2010	15/02/2010
Strontium-85	514.0	3865	+0.2%	+0.7%	03/02/2011	08/02/2011
Cesium-137	661.7	2394	+0.1%	+0.8%	18/05/2010	18/05/2010
Yttrium-88	898.0	6182	+0.1%	+0.9%	05/07/2011	05/07/2011
Cobalt-60	1173	3397	+0.1%	+0.8%	16/04/2008	16/04/2008
Cobalt-60	1332	3602	+0.1%	+0.8%	16/04/2008	16/04/2008
Yttrium-88	1836	6539	+0.1%	+0.8%	05/07/2011	05/07/2011

The calibration date is provided for added information only, and must not be confused with the reference date. It is the reference date that must be used in all calculations relating to the source of activity.

Approved Signatory

Date of issue

GE Healthcare



B.D. Singleton

Page 1 of 2 pages

This certificate is issued in accordance with the laboratory accreditation requirements of the United Kingdom Accreditation Service. It provides traceability of measurement to recognised national standards, and to units of measurement used on the International System of Units (SI). It is issued in accordance with the requirements of the certificate only, not the radionuclides or other materials in the source, unless approved by the issuing laboratory.

**Chemical Composition**  
Purity

**Physical Data**  
Density: 1.065 grams per ml at 20°C

**Remarks**  
This product meets the quality assurance requirements for achieving traceability to NIST, as defined in ANSI N42.2C-1995.

Nuclear data quoted on this certificate are taken from the Joint Evaluated Fission and Fusion Project, Version 3.1. The uncertainty associated with the mass of the solution is ± 0.002 % and is included in the expanded uncertainty. All radionuclides contained in the solution have been calibrated using either absolute or secondary techniques.

**Expression of Uncertainties**  
The reported expanded uncertainty is based on a standard uncertainty multiplied by a coverage factor  $k = 2.0$ . The uncertainty associated with the mass of the solution is ± 0.002 % and is included in the expanded uncertainty. The uncertainty associated with the mass of the solution is ± 0.002 % and is included in the expanded uncertainty. The uncertainty associated with the mass of the solution is ± 0.002 % and is included in the expanded uncertainty. The uncertainty associated with the mass of the solution is ± 0.002 % and is included in the expanded uncertainty.

The format used for the uncertainties in the value of radionuclides purity is illustrated in the following examples:  
6.51 ± 2.1  
6.54 ± 0.21  
6.53(21) = 6.53 ± 0.021

Page 2 of 2 pages

Abbildung A.2.: Zertifikat der Referenzlösung B

# B. Messbericht

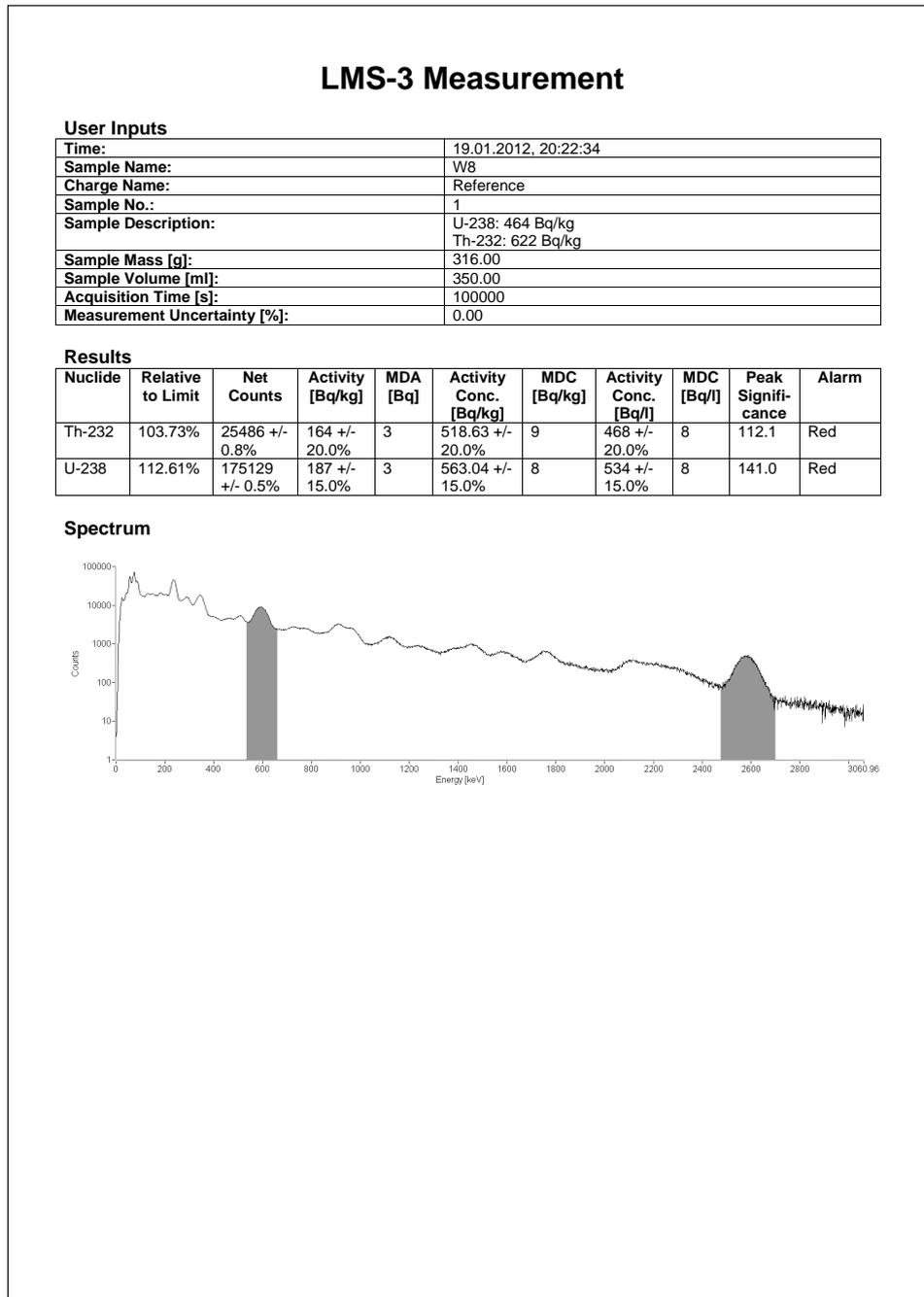


Abbildung B.1.: Messbericht der Referenzprobe W8

## C. Bedienungsanleitung der Lebensmittelsonde und Materialsonde LMS-3 (Auszug)

## 10 Bedienung der Software

### 10.1 Lebensmittelsonde LMS-3 mit dem Personalcomputer verbinden

Vor der Inbetriebnahme der Lebensmittelsonde ist diese über das mitgelieferte USB-Kabel mit dem Personalcomputer zu verbinden (siehe Kapitel 8.1 „Installation“).

▲ *Hinweis: Sollten Sie die Messungen über ein Notebook ohne externe Stromversorgung vornehmen bzw. nur über einen Low Power (100 mA) USB-Anschluss verfügen, verwenden Sie das mitgelieferte Netzteil der Lebensmittelsonde LMS-3.*

### 10.2 Programmstart

Starten Sie die Software der Lebensmittelsonde über das Icon LMS-3.

Nach dem Start der Software wird die Lebensmittelsonde initialisiert. Um diesen Prozess anzuzeigen, leuchtet die Kontrollleuchte *Initialisation* gelb auf. Während dieses Vorgangs sind alle Steuerelemente des Hauptfensters deaktiviert. Die Kontrollleuchten zur Funktion des Gerätes leuchten bis zum Ende des Initialisierungsprozesses rot.



Abbildung 8: Kontrollleuchten.

Die Software versucht beim Start, eine Verbindung mit der angeschlossenen Lebensmittelsonde LMS-3 über den festgelegten COM-Port herzustellen (der Treiber stellt den USB-Anschluss als COM zur Verfügung). Sollte an diesem kein Gerät erkannt werden, wird automatisch nach einem Gerät auf einem anderen Anschluss gesucht. Kann weiterhin kein Gerät gefunden werden, überprüfen Sie bitte die Verbindung zwischen LMS-3 und PC (siehe Kapitel 11 "Fehlersuche").

Nachdem die Verbindung hergestellt wurde, ändert die Kontrollleuchte ihre Farbe auf Grün, die Kontrollleuchte *Initialisation* erlischt.

### 10.3 Benutzeroberfläche

Die Benutzeroberfläche ist in 3 Segmente aufgeteilt:

- Der Kopf beinhaltet optische Anzeigen zur Funktion der Hardware und Software sowie zum Fortschritt der aktuellen Messung.
- Über die Benutzereingabe können sämtliche Daten der aktuellen Messung angegeben werden. Daneben befinden sich Buttons zum Starten und Stoppen der Messung, der Kalibrierung sowie zur Weiterverarbeitung der

erfolgten Messungen.

- Die Ergebnisse der Messung werden in Tabellen-Form und als Spektrum mit einigen Zusatzinformationen ausgegeben.



Abbildung 9: Grafische Benutzeroberfläche

#### 10.4 Kontrollleuchten und ihre Funktionen

Die Software LMS-3 verfügt über Kontrollleuchten im Kopf der Benutzeroberfläche, die Auskunft über die korrekte Funktion der Hard- und Software sowie über den derzeit ausgeführten Arbeitsschritt geben.

Im linken Bereich zeigen 6 Leuchten in den Farben Grün (korrekte Funktion) und Rot (Fehler) die Funktionsfähigkeit der Software an. Die rechts davon angeordneten gelben Kontrollleuchten geben den aktuellen Vorgang wieder, indem das entsprechende Kästchen aufleuchtet und nach Beenden des Vorganges wieder erlischt.



Abbildung 10: Kontrollleuchten für eine laufende Messung.

Die Kontrollleuchten im Detail sind:

#### Status

- ECAL Centroid  
Gibt Auskunft über die Einhaltung der Kalibrierintervalle. Sollte die letzte Kalibrierung zu lange zurückliegen, wird das Fenster *Energy Re-Calibration* aufgerufen und die erneute Kalibrierung gestartet.  
Sollte die bei Überschreiten des Kalibrierintervalls erzwungene Kalibrierung der Lebensmittelsonde abgebrochen werden, leuchtet die Anzeige rot, bis über den Button *Start Calibration* die Kalibrierung manuell aufgerufen und vollständig durchgeführt wurde. Bei Abbruch einer manuellen Kalibrierung vor Ablauf des Kalibrierintervalls bleibt die Leuchte weiterhin grün.
- ECAL FWHM  
Zeigt, ob die Halbwertsbreite (FWHM, Full width half maximum) des Kalibrier-Peaks innerhalb der Toleranz liegt. Sollte dies nicht der Fall sein, ist möglicherweise ein Austausch der Hardware erforderlich.  
**▲ HINWEIS:** *Sollte die Energiekalibrierung ungültig sein, so wird automatisch auch die Halbwertsbreite als fehlerhaft angenommen.*
- ECAL Count Rate  
Zeigt, ob die zuletzt durchgeführte Energiekalibrierung mit einer passenden Kalibrierquelle durchgeführt wurde.
- ECAL Last Check  
Zeigt an, ob eine erneute Rekalibrierung notwendig ist
- BKG Count Rate  
Zeigt, ob eine Kontamination der Messzelle vorliegt.
- BKG Last Check  
Zeigt an, ob ein erneuter Hintergrund-Check notwendig ist

#### Operation

- Initialisation  
Nach dem Start der Software wird die Lebensmittelsonde initialisiert. Um diesen Prozess anzuzeigen, leuchtet diese Kontrollleuchte auf.
- Calibration  
Bei Überschreiten des Kalibrierintervalls oder nach manuellem Aufruf der Kalibrierung leuchtet diese Kontrolllampe gelb auf und das Fenster für die Energiekalibrierung wird aufgerufen. Nach Beenden der Kalibrierung erlischt die Leuchte.
- Measurement  
Während des Messvorgangs (nach Betätigen der Schaltfläche *Start Measurement*) leuchtet dieses Feld gelb auf. Gleichzeitig sind sämtliche andere Benutzereingaben deaktiviert.
- Detector Connected  
Gibt an, ob eine Verbindung mit der Lebensmittelsonde LMS-3 besteht.

Gleichzeitig wird der Anschluss der Verbindung unter *Connected to* angezeigt. Bei einem Verbindungsfehler werden gleichzeitig alle Eingabefelder und Buttons des Hauptfensters deaktiviert. Es ist aber möglich, eine Verbindung über den Button *Connect* aufzubauen, nachdem eventuelle Fehler behoben wurden.

Neben den Kontrollleuchten wird während der Messung die Zeit angezeigt.

- Real Time [s]  
Die bereits verstrichene Zeit der Messung. Die Software zählt bei 0 beginnend bis zur eingestellten *Acquisition time [s]*. Wurde die Messung zuvor abgebrochen, kann sie wiederaufgenommen werden, der Timer setzt die Zählung beim zuletzt gespeicherten Wert fort. Erst bei Start einer neuen Messung wird die *Real Time* auf null zurückgesetzt.
- Live Time [s]  
Die um die hardwarebedingte Totzeit (Dead time) reduzierte *Real Time*.
- Dead Time [%]  
Die relative Totzeit des Detektors in %.

## 10.5 Benutzereingaben

Abbildung 11: Fenster für Benutzereingaben

Sample

- Sample Name, Lot Name, Sample Number  
Die Eingabe der Probenbezeichnung über 3 individuelle Felder erlaubt auch bei größeren Messreihen die eindeutige Identifikation der Probe. Sample

Name ist verpflichtend auszufüllen, eine oder beide der weiteren Eingabefelder sind optional oder verpflichtend zu beschreiben (Einstellungen in INI-Datei).

*HINWEIS: Für Sample Name sind max. 64, für Charge Name und Sample No. maximal 32 Zeichen erlaubt.*

- Sample Description

Eine genauere Beschreibung der Probe. Die Eingabe von Zeilenumbrüchen ist erlaubt.

*HINWEIS: Es sind max. 64 Zeichen erlaubt.*

- Sample Volume [ml]

Das Probenvolumen in Millilitern wird zur Berechnung der Aktivitätskonzentration verwendet. Der maximal erlaubte Wert ist durch die verwendeten Marinellibecher auf 500 ml beschränkt. Um die Vorteile der Detektorgeometrie voll zu nutzen, sollte das verwendete Probenvolumen etwa im Bereich von 350 – 500 ml liegen. Im Bereich um 350 ml ist die Abhängigkeit von der Füllhöhe am geringsten.

**▲ WICHTIG:** Eine Aktivitäts-Konzentration wird nur berechnet, wenn das Häkchen vor dem Eingabefeld gesetzt wurde

- Sample Mass [g]

Die Probenmasse in Gramm wird zur Berechnung der Aktivitätskonzentration verwendet.

**▲ WICHTIG:** Eine Aktivitäts-Konzentration wird nur berechnet, wenn das Häkchen vor dem Eingabefeld gesetzt wurde!

- Threshold

Auswahl einer der voreingestellten Grenzwerte

- Reference Date

Dient zur Berücksichtigung des radioaktiven Zerfalls zwischen Entnahme der Probe und Beginn der Messung. Falls die Angabe eines Referenzdatums fehlt, wird lediglich die Zerfallskorrektur während der Messung berechnet.

Datum und Uhrzeit der Probenentnahme müssen im Format

<DD.MM.YYYY, hh:mm:ss> angegeben werden. Die korrekte Eingabe beinhaltet eine zweistellige Tages- und Monatsangabe mit führender Null, jeweils gefolgt von einem Punkt, danach die vierstellige Jahreszahl. Durch ein Komma getrennt (ohne Leerzeichen!) folgt die Angabe der Zeit durch zweistellige Zahlen für Stunde, Minute und Sekunde im 24-Stunden-Format mit führender Null, getrennt durch einen Doppelpunkt.

Beispiele für Eingaben:

17.03.2011,13:37:00	korrekte Eingabe
13.5.2011,11:55	Fehler: fehlende führende Null (Monat), fehlende Sekunden

Bei fehlerhafter Eingabe versucht die Software, diese auszubessern (z.B. Hinzufügen führender Nullen, Setzen von Nullwerten für Sekunden). Falls

dies nicht möglich ist, wird die aktuelle Systemzeit eingetragen und der Benutzer zur erneuten Eingabe aufgefordert.

*WICHTIG: Der eingetragene Wert wird nur berücksichtigt, falls das Häkchen vor dem Eingabefeld gesetzt wurde!*

- Acquisition Time [s]  
Die Messzeit (real time) in Sekunden. Die tatsächlich gemessene Zeit (live time) hängt von der Totzeit des Detektors ab.  
*HINWEIS: Die Messzeit darf nicht unterhalb der in der INI-Datei festgelegten Mindestmesszeit liegen. Ist dies der Fall, wird sie automatisch auf die Mindestmesszeit angehoben.*
- Uncertainty Limit [%]  
Die Unsicherheit der Messung, bei deren Erreichen das Ergebnis als hinreichend genau angenommen und die Messung abgebrochen wird, insofern die Option dazu gewählt wurde.

Die folgenden Abbruchbedingungen werden nur berücksichtigt wenn im Feld *Sample mass [g]* die Masse der zu untersuchenden Probe angegeben und das Häkchen davor gesetzt wurde. Sind diese nicht aktiviert, wird die Messung bis zum Ende der eingestellten *Acquisition Time [s]* ausgeführt.

- Stop if any nuclide above limit  
Die Messung wird abgebrochen, sobald eines der zu untersuchenden Nuklide sicher (unter Berücksichtigung der Unsicherheit) den Grenzwert übersteigt.
- Stop if all nuclides below limit  
Die Messung wird abgebrochen, sobald alle Nuklide sicher (unter Berücksichtigung der Unsicherheit) unterhalb des jeweiligen Grenzwertes liegen.

Die beiden letzten Abbruchbedingungen haben nur Gültigkeit, insofern eine der beiden oben angeführten Bedingungen gewählt wurde.

- Stop if uncertainty of one nuclide small enough  
Wurde *Stop if any nuclide small enough* gewählt, so kann die Messung durch Auswahl dieser Option fortgeführt werden, bis die eingestellte Unsicherheit erreicht wurde.
- Stop if uncertainty of all nuclides small enough  
Wurde *Stop if all nuclides small enough* gewählt, so kann die Messung durch Auswahl dieser Option fortgeführt werden, bis die eingestellte Unsicherheit erreicht wurde.

## 10.6 Measurement

Die Messeinstellungen beinhalten die Messzeit und die zu erreichende Unsicherheit, bei deren Unterschreiten die Messung vorzeitig abgebrochen wird.

Presets	
Aquisition Time [s] 100	<input checked="" type="checkbox"/> Stop if any nuclide above limit
	<input checked="" type="checkbox"/> Stop if all nuclides below limit
Uncertainty Limit [%] 5.0	<input type="checkbox"/> Stop if uncertainty of one nuclide small enough
	<input type="checkbox"/> Stop if uncertainties of all nuclides small enough

Abbildung 12: Abbruchbedingungen für Messung.

### 10.7 Steuer-Schaltflächen

Neben der Eingabe der Probandaten sind 9 Schaltflächen angebracht, mit deren Hilfe der Benutzer Messungen starten oder weiterverarbeiten kann.

Die Schaltflächen zum Speichern oder Drucken der Ergebnisse sind beim Programmstart deaktiviert. Nach der ersten Messung kann der Benutzer das Spektrum und die Ergebnisse der Messung speichern oder drucken. Hierbei ist es egal, ob die Messung vorzeitig (vom Benutzer oder bei Über/Unterschreiten der Grenzwerte) abgebrochen wurde oder vollständig abgelaufen ist.

Start Measurement (F5)	Save Spectrum (F7)	Save Results
Start Calibration (F4)	Load Spectrum (F8)	Print Results
Start BKG check	Transform Spectrum (F9)	Re-Calc Results (F10)

Abbildung 13: Steuer-Schaltflächen

- Start Calibration (F4)  
Öffnet das Fenster Energy Re-Calibration.  
*Nähere Informationen finden Sie im Abschnitt 10.10 auf Seite 38*
- Start Measurement / Stop Measurement (F5)  
Startet bzw. stoppt die Messung.  
*Nähere Informationen finden Sie im Abschnitt 0 auf Seite 40.*
- Start BKG check  
Öffnet das Fenster Background-Check
- Save Spectrum (F7)  
Die Messung wird im internationalen Standard der IEC 1455 als ASCII-Datei gespeichert. Der Speicherort kann vom Benutzer individuell festgelegt werden. Für jedes Spektrum werden 2 Dateien angelegt: in der Datei mit der Endung *.iec* wird das aktuelle Spektrum gespeichert, bei der Datei mit der Endung *.iec2* handelt es sich um eine Kopie der aktuellen INI-Datei.

- Load Spectrum (F8)  
Lädt ein zuvor gespeichertes Spektrum mit den Einstellungen der aktuellen INI-Datei.
- Transform Spectrum (F9)  
Transformiert das Spektrum mittels SQ-Transformation
- Re-Calc Results (F10)  
Startet die Auswertung des aktuellen Spektrums nach einer Änderung der Grenzwerteinstellungen.
- Save Results  
Die Ergebnisse der Messung werden in einer CSV-Datei im festgelegten Protokollpfad gespeichert.
- Print Results  
Es wird ein Formblatt mit den Ergebnissen der Messung sowie dem aufgenommenen Spektrum erstellt und an den Standarddrucker geschickt.

## 10.8 Messergebnisse

In der Tabelle werden laufend die Ergebnisse der aktuellen Messung berechnet und ausgegeben. Die Werte werden je nach Programmeinstellungen im Sekundentakt oder langsamer aktualisiert. Pro Zeile werden die Messdaten eines Nuklids ausgegeben.

ROI Name	Energy Range [keV]	Peak Max [keV]	Centroid Dev. [%]	Net Counts	Activity [Bq]	MDA[Bq]	Activity Concentr. [Bq/kg]	MDC [Bq/kg]	Activity Concentr. [Bq/l]	MDC [Bq/l]
Cs-137	595 - 725	660	0	1159 +/- 3.4%	3540 +/- 10.6%	360	3540 +/- 10.6%	360	7081 +/- 10.6%	720
Co-60	1030 - 1230	1147	-17	10195 +/- 1.4%	6676 +/- 10.1%	216	6676 +/- 10.1%	216	13351 +/- 10.1%	431
I-131	330 - 400	330	12	0 +/- Inf%	< MDA	246	< MDC	246	< MDC	492

Abbildung 14: Messergebnisse.

- Alarm (erste Spalte ohne Namen)  
Ampelanzeige der Alarmschwelle für das gewählte Nuklid. Zunächst zeigt die Ampel gelb, weil noch keine eindeutige Aussage möglich ist, nach ausreichender Messzeit wechselt die Ampel auf rot oder grün.
- Nuclide Name  
Der Name des gewählten Nuklids in der Form Elementname-Ordnungszahl. Sollte das Nuklid in der Probe nachgewiesen werden (siehe *Peak Significance* in der Auflistung der Spalten) wird dies durch den Zusatz *det.* nach der Ordnungszahl angezeigt.
- Relative to Limit [Bq/kg]  
Abweichung vom eingestellten Grenzwert.
- Net Counts  
Die Nettozählrate im gewählten ROI.

*HINWEIS: Sollte die Nettozählrate Null sein, so werden für das entsprechende Nuklid keine Werte ausgegeben.*

- Activity [Bq]  
Sollte die Aktivität unter der minimal detektierbaren Aktivität (MDA) liegen, wird kein Wert sondern <MDA angezeigt.
- MDA [Bq]  
Durch die Lebensmittelsonde minimal detektierbare Aktivität (Nachweisgrenze).
- Activity Concentration [Bq/kg]  
Sollte die Aktivitätskonzentration unter der minimal detektierbaren Konzentration (MDC) liegen, wird kein Wert sondern <MDC angezeigt.  
*HINWEIS: Sollte bei den Benutzereingaben kein gültiger Wert für die Sample Mass [g] eingetragen bzw. das Häkchen bei den Benutzereingaben nicht gesetzt worden sein, so bleibt dieses Feld leer.*
- MDC [Bq/kg]  
Durch die Lebensmittelsonde minimal detektierbare Aktivitätskonzentration.

*HINWEIS: Sollte bei den Benutzereingaben kein gültiger Wert für die Sample Mass [g] eingetragen bzw. das Häkchen bei den Benutzereingaben nicht gesetzt worden sein, so bleibt dieses Feld leer.*

- Activity Concentration [Bq/l]  
Sollte die Aktivitätskonzentration unter der minimal detektierbaren Konzentration (MDC) liegen, wird kein Wert sondern <MDC angezeigt.  
*HINWEIS: Sollte bei den Benutzereingaben kein gültiger Wert für das Sample Volume [ml] eingetragen bzw. das Häkchen bei den Benutzereingaben nicht gesetzt worden sein, so bleibt dieses Feld leer.*
- MDC [Bq/l]  
Durch die Lebensmittelsonde minimal detektierbare Aktivitätskonzentration.

*HINWEIS: Sollte bei den Benutzereingaben kein gültiger Wert für das Sample Volume [ml] eingetragen bzw. das Häkchen bei den Benutzereingaben nicht gesetzt worden sein, so bleibt dieses Feld leer.*

- Max [keV] und Dev. [%]  
Maximum in der gewählten ROI und Abweichung vom Mittelpunkt. Diese Angaben dienen als zusätzliche Information zur Gültigkeit und Güte der Energiekalibrierung. Ist kein Peak sichtbar, so kann die Abweichung 50% und mehr betragen, insbesondere falls die gewählte ROI in einem stark steigenden oder fallenden Bereich der natürlichen Hintergrundstrahlung liegt.
- Peak Significance  
Relatives Verhältnis von Messwert zur Erkennungsgrenze. Sollte die Peak Significance gleich 1 oder größer sein, so wurde das entsprechende Nuklid in der Probe nachgewiesen.

## 10.9 Spektrum

Im Gammaskpektrum werden die gezählten Impulse über der Energie der entsprechenden Gammaquanten aufgetragen. Während sich die Achse *Counts* fortlaufend mit steigendem Wert ändert ist die Achse *Energy [keV]* auf den Energiebereich 0 bis 3000 keV fixiert.

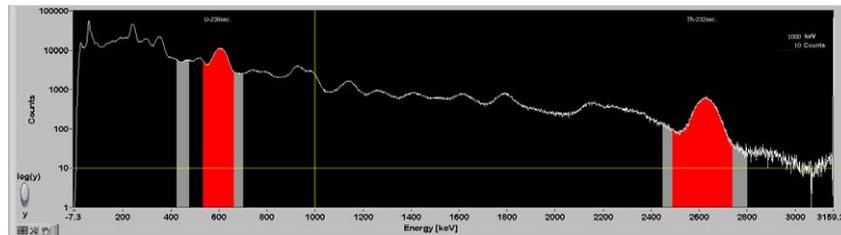


Abbildung 15: typisches Spektrum

Zur leichteren Veranschaulichung der gemessenen Elemente werden die gewählten ROIs entsprechend ihrer aktuellen Alarmschwellen (rot, gelb oder grün) eingefärbt. Zusätzlich wird das entsprechende Element in der Form Elementsymbol-Ordnungszahl (z.B. Cs-137) über dem Graphen angegeben. Der Bereich zur Untergrund-Berechnung wird grau dargestellt.

Das Spektrum wird, wie auch die Ergebnisse der Messung, entsprechend den Einstellungen im Sekundentakt oder langsamer aktualisiert. Die ROIs, Alarmschwellen und Elementnamen werden ebenfalls in entsprechenden Intervallen neu ausgegeben.



Abbildung 16: Schalter zum Umschalten der Skalierung der y-Achse.

Mittels des Schalters  $y\text{-log}(y)$  kann das Spektrum auf eine halblogarithmische Anzeige umgestellt werden, um auch kleinere Peaks optisch hervorzuheben. Durch erneutes Betätigen des Schalters kehrt das Spektrum zur ursprünglichen Ansicht zurück.

## 10.10 Einstellungen

- Disconnect / Connect

Nachdem eine Verbindung mit der Lebensmittelsonde hergestellt und das Gerät initialisiert wurde, kann diese Verbindung durch Betätigen der Schaltfläche *Disconnect* unterbrochen werden. Der Text der Schaltfläche wird auf *Connect* geändert und erlaubt eine erneute Verbindung mit der Lebensmittelsonde.

Um die fehlende Verbindung mit dem Gerät anzuzeigen leuchtet *Detector Connected* rot auf und *Connected To* zeigt den Text „not connected“ an. Sämtliche bereits initialisierte Einstellungen (z.B. Energiekalibrierung) behalten weiterhin ihre Gültigkeit.

Besteht keine Verbindung zum Detektor, so sind alle Schaltflächen und Eingabelemente außer *Connect* und *Exit* deaktiviert.

## 10.11 Kalibrierung

Nach Betätigen der Schaltfläche *Start Calibration* wird das Fenster *Energy Re-Calibration* geöffnet.

Im oberen Bereich des Fensters befindet sich die Statusanzeige, gefolgt von den aus der INI-Datei ausgelesenen Werten (1. Zeile) der Kalibrierkoeffizienten und Peakdaten sowie den nach der Kalibrierung neu berechneten bzw. gefunden Werten (2. Zeile).

Darunter sind die Anzeige des Spektrums sowie die Schaltflächen zur Steuerung der Kalibrierung angeordnet.

Der Benutzer wird aufgefordert, eine Cs-137 Kalibrierquelle in das Messvolumen einzubringen und die Schaltfläche *Next* zu betätigen.

*Please place the calibration source in the measurement chamber and click Next.*

Durch Betätigen von *Cancel* kann die Kalibrierung abgebrochen und das Fenster geschlossen werden.

Nach Drücken von *Next* läuft die Kalibrierung in 2 Schritten ab, die ohne weitere Benutzereingaben ausgeführt werden. Die Kalibrierung kann jederzeit mit der Schaltfläche *Cancel* abgebrochen werden.

Vor der eigentlichen Energiekalibrierung wird der *Fine Gain* eingestellt, indem der Centroid des Cs-137-Peaks auf den Kanal 450 verschoben wird. Da für diesen Schritt keine Zuordnung von Kanalnummer zu Energie notwendig ist, werden im Graphen die Counts über der Kanalnummer aufgetragen. Dem Benutzer wird dies durch die veränderte Bezeichnung der X-Achse mit *Channel Number* angezeigt.

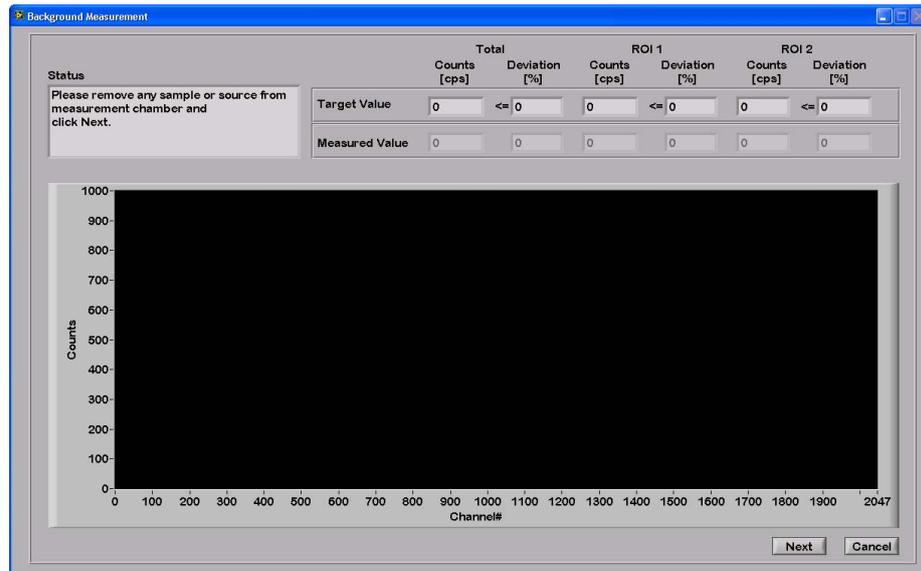


Abbildung 17: Fenster zur Energiekalibrierung.

Es wird für 60 s das Spektrum der Kalibrierquelle aufgezeichnet. Nach Aufnahme des Spektrums wird der *Centroid* des Cs-137 Peaks bestimmt, indem eine Gauß-Kurve in den gefundenen Peak eingepasst wird. Der Kanal des somit berechneten *Centroid* wird anschließend durch Variation des *Fine Gain* auf den Kanal 450 verschoben.

Cs-137 peak found at channel 460 instead of channel 450.  
Fine gain modified to 10222.

Nach erfolgreicher Berechnung des *Fine Gain* folgt eine Wartezeit von 10 Sekunden, in der dem Benutzer der neue Wert angezeigt wird. Danach wird automatisch der zweite Schritt der Kalibrierung gestartet.

Die X-Achse des Graphen zeigt nun *Energy [keV]* anstelle von *Channel Number*. Das Spektrum der Kalibrierquelle wird erneut aufgenommen und wiederum der *Centroid* bestimmt. Zusätzlich wird auch die *FWHM* des gefundenen Peaks berechnet.

Nach erfolgter Messung werden die neu berechneten Werte ausgegeben und die Gaußkurve im Spektrum angezeigt.

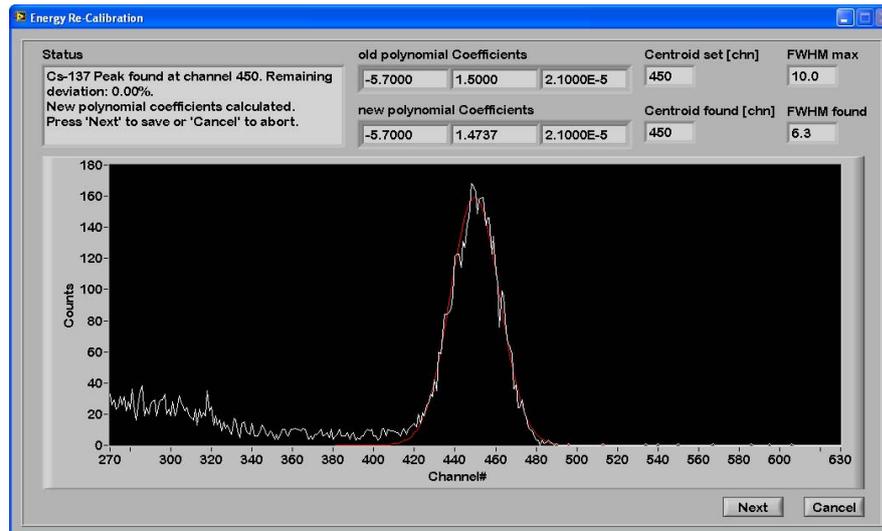


Abbildung 18: Least Square Fit des Gauß Peak.

Die neuen Werte können durch Betätigen von *Next* übernommen oder mittels *Cancel* verworfen werden. Das Fenster wird geschlossen.

### 10.12 Background Check

Während der Überprüfung der Kontamination wird die Zählrate des gesamten Spektrums sowie der Energiebereiche für jedes zu vermessende Nuklid überprüft.

Liegt keine Kontamination vor, so wird die Zählrate grün hinterlegt. Bei Kontamination der Messzelle wird der betroffene Bereich (Gesamtspektrum oder einzelne ROI) entsprechend rot markiert und der Benutzer zur Reinigung der Messzelle und erneuter Überprüfung aufgefordert.

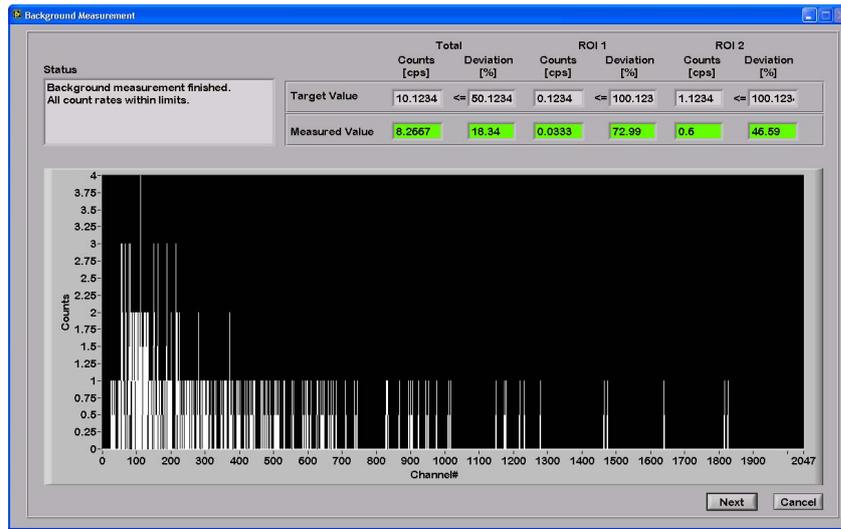


Abbildung 19: Erfolgreicher Background Check.

### 10.13 Messung

Die Messung wird über den Button *Start Measurement* gestartet.

Sollte zuvor bereits eine Messung vollständig abgelaufen sein, kann diese optional mit denselben Einstellungen wiederaufgenommen und zeitlich unbegrenzt weiter ausgeführt werden. Im erscheinenden Statusfenster ist hierzu die Option *Resume* zu wählen. Die Messung kann danach nur manuell durch den Benutzer mittels des Buttons *Stop Measurement* abgebrochen werden.

Soll eine neue Messung gestartet werden, muss der Button *New* betätigt werden.

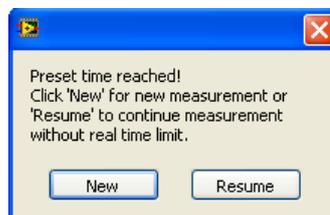


Abbildung 19: Abfrage zum Neustart bzw. Fortsetzung der Messung

Sollte die zuvor ausgeführte Messung durch den Benutzer abgebrochen worden sein, kann sie wieder aufgenommen werden. Ein entsprechendes Fenster fordert

den Benutzer auf, durch Drücken des Buttons *New* eine neue Messung zu starten bzw. die alte Messung mit der zuvor eingestellten *Acquisition Time* fortzusetzen. Hierzu ist der Button *Resume* zu betätigen.

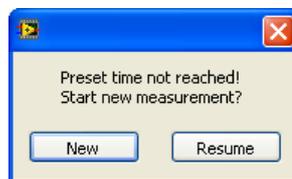


Abbildung 20: Abfrage zum Neustart einer Messung, wenn sie bereits läuft.

Wird die erste Messung nach Programmstart oder eine neue Messung durch Drücken des Buttons *New* gestartet, so werden die Benutzereingaben zur Kontrolle nochmals in einem Fenster angezeigt. Es werden hierbei die Werte aus dem Hauptfenster übernommen. Gelb hinterlegte Felder zeigen verpflichtende Eingaben an. Sie können entweder verändert oder gleich gelassen werden.

The image shows a window titled "Measurement" with a blue title bar. It contains several input fields and checkboxes. The "Sample" section includes: "Sample Name" (Test Sample), "Reference Date" (10.01.1985,13:58:01), "Sample Volume [ml]" (350.0), and "Sample Mass [g]" (1000.0). The "Lot Name" section includes: "Lot Name" (Charge) and "Sample Number" (001). The "Sample Description" field contains the text "Sample description for the purpose of explanation". The "Thresholds" dropdown menu is set to "Milk". The "Presets" section includes: "Acquisition Time [s]" (100), "Uncertainty Limit [%]" (5.0), and four checkboxes: "Stop if any nuclide above limit" (checked), "Stop if all nuclides below limit" (checked), "Stop if uncertainty of one nuclide small enough" (unchecked), and "Stop if uncertainties of all nuclides small enough" (unchecked). At the bottom are "Start measurement" and "Cancel" buttons.

Abbildung 21: Eingabefenster zum Starten einer Messung

Bestimmte Eingabefelder (z.B. *Reference Date*) werden bei Bedarf gelöscht und verlangen eine Neueingabe. Sie sind ebenfalls gelb hinterlegt, es müssen jedoch vor Start der Messung Werte angegeben werden.

*Hinweis:*

Die Konfiguration dieser Eingabefelder erfolgt in der *INI-Datei*.

Durch Betätigen der Schaltfläche *Start measurement* wird der eigentliche Messvorgang gestartet. Zuvor werden die Eingaben nochmals überprüft. Falsch ausgefüllte Felder werden rot hinterlegt und verlangen eine Korrektur.

Mit Betätigen der Schaltfläche *Cancel* werden die Benutzereingaben aus dem Speicher entfernt und die Messung abgebrochen. Bei erneutem Aufrufen der Messung werden wiederum die Werte aus dem Hauptfenster übernommen.



Abbildung 22: Hauptfenster mit laufender Messung

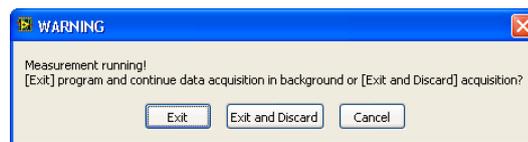
Die Messung läuft, bis die *Real Time* die durch *Acquisition Time* festgelegte Zeit erreicht oder die Unsicherheit für alle gesuchten Elemente unterschritten wird. Während der Messung werden laufend *Real Time*, *Live Time* und *Dead Time* angezeigt. (siehe 10.5 Benutzereingaben auf Seite 31ff).

Gleichzeitig werden sämtliche Ergebnisse tabelliert ausgegeben (siehe 10.8 Messergebnisse auf Seite 35) und im Spektrum mittels Ampelkennzeichnung visualisiert (siehe 10.9 Spektrum auf Seite 37).

#### 10.14 Software beenden

Durch Betätigen der Schaltfläche *Exit* wird die Software beendet.

Sollte noch eine Messung laufen, kann diese nach Beenden der Software fortgeführt werden. In diesem Fall wird beim nächsten Start der Software abgefragt, ob die letzte laufende Messung fortgesetzt oder verworfen werden soll.



**Abbildung 23:** Abfrage zum Beenden der laufenden Messung



**Abbildung 24:** Abfrage zum Fortsetzen der laufenden Messung

Es werden automatisch alle Parameter der INI-Datei durch die aktuell im Speicher befindlichen überschrieben. Etwaige Änderungen (z.B. durch die Energiekalibrierung) sowie die Benutzereingaben der letzten durchgeführten Messung werden ebenfalls gespeichert.

# Literaturverzeichnis

- [1] BERTHOLD TECHNOLOGIES: *Becquerel-Monitor LB 200*. – URL [http://www.berthold.com/en/system/asset/lb\\_200\\_05-2004\\_81297pr2\\_rev02.pdf](http://www.berthold.com/en/system/asset/lb_200_05-2004_81297pr2_rev02.pdf). – Zugriffsdatum: 13.04.2012
- [2] BERTHOLD TECHNOLOGIES: *Gamma Spectrometer LB 2045*. – URL [http://www.berthold.com/en/system/asset/lb\\_2045\\_07-2004\\_42353pr2\\_rev00.pdf](http://www.berthold.com/en/system/asset/lb_2045_07-2004_42353pr2_rev00.pdf). – Zugriffsdatum: 13.04.2012
- [3] CANBERRA: *FoodScreen<sup>TM</sup> Radiological Food Screening System*. – URL <http://www.canberra.com/pdf/Products/FoodScreen-SS-C39444.pdf>. – Zugriffsdatum: 13.04.2012
- [4] CANBERRA: *Genie<sup>TM</sup>2000 Applications Software*. – URL <http://www.canberra.com/products/831.asp>. – Zugriffsdatum: 21.04.2012
- [5] CANBERRA: *LabSOCS<sup>TM</sup>, Laboratory Sourceless Calibration Software*. – URL <http://www.canberra.com/products/839.asp>. – Zugriffsdatum: 21.04.2012
- [6] COMMISSION ELECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE: *Nuclear instrumentation - MCA histogram data interchange format for nuclear spectroscopy*. 1995. – Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale, Genève, Suisse
- [7] CURRIE, Lloyd A.: Limits for Qualitative Detection and Quantitative Determination: Application to Radiochemistry. In: *Anal. Chem.* 40, 586-593 (1968)
- [8] LABORATOIRE NATIONAL HENRI BECQUEREL: *Table de Radionucléides*. – URL [http://www.nucleide.org./DDEP\\_WG/DDEPdata.htm](http://www.nucleide.org./DDEP_WG/DDEPdata.htm). – Zugriffsdatum: 4.7.2011
- [9] DEMTRÖDER, Wolfgang: *Experimentalphysik 3 - Atome, Moleküle und Festkörper*. 3. Springer, 2005. – ISBN 3-540-21473-9
- [10] DEMTRÖDER, Wolfgang: *Experimentalphysik 4 - Kern-, Teilchen- und Astrophysik*. 2. Springer, 2005. – ISBN 3-540-21451-8
- [11] IAEA: *Fukushima Nuclear Accident Update Log*. – URL <http://www.iaea.org/newscenter/news/2011/fukushima110311.html>. – Zugriffsdatum: 14.04.2012
- [12] GAMMADATA INSTRUMENT AB: *RaDonna*. – URL [http://www.gammadata.net/\\_resources/File/Radonna\\_datasheet%20v1.1.pdf](http://www.gammadata.net/_resources/File/Radonna_datasheet%20v1.1.pdf). – Zugriffsdatum: 13.04.2012

- [13] GEORGI, Wolfgang ; METIN, Ergun: *Einführung in LabVIEW*. 4. HANSER FACHBUCHVERLAG, April 2009. – ISBN 978-3446415607
- [14] GILMORE, Gordon: *Practical gamma-ray spectroscopy*. 2. John Wiley & Sons, 2008. – ISBN 978-0470861967
- [15] H. LEEB, M. F. und: *Atom- und Molekülphysik, Vorlesungsskriptum*. Wintersemester 2007/2008. – Atominstitut der Österreichischen Universitäten, Forschungsbereich Kernphysik und Nukleare Astrophysik, TU Wien
- [16] ITECH INSTRUMENTS SAS: *InterWinner*. – URL [http://www.itech-instruments.com/InterWinner\\_E.html](http://www.itech-instruments.com/InterWinner_E.html). – Zugriffsdatum: 21.04.2012
- [17] BUNDESMINISTERIUM FÜR GESUNDHEIT, WIEN: *Grenzwerte für Lebensmittel aus Japan (Bq/kg)*. – URL <http://www.bmg.gv.at/cms/home/attachments/5/7/2/CH1004/CMS1307438332708/lm-grenzwerte-japanverordnung.pdf>. – Zugriffsdatum: 03.04.2012
- [18] KNOLL, Glenn F.: *Radiation detection and measurement*. 3. John Wiley & Sons, 2000. – ISBN 978-0471073383
- [19] KRIEGER, Hanno: *Grundlagen der Strahlungsphysik und des Strahlenschutzes*. 2. B. G. Teubner Verlag / GWV Fachverlage GmbH, Wiesbaden, 2007. – ISBN 978-3-8351-0199-9
- [20] LASCHE, George P.: *Cambio File Translation Application*. – URL [http://www.nucleonica.com/wiki/index.php?title=Help:Cambio\\_File\\_Converter](http://www.nucleonica.com/wiki/index.php?title=Help:Cambio_File_Converter). – Zugriffsdatum: 23.04.2012
- [21] GBS ELEKTRONIK: *MCA527 Benutzerhandbuch*. – URL [http://www.gbs-elektronik.de/fileadmin/download/manuals/MCA527\\_Manual\\_2012\\_01\\_03.pdf](http://www.gbs-elektronik.de/fileadmin/download/manuals/MCA527_Manual_2012_01_03.pdf). – Zugriffsdatum: 4.2.2012
- [22] GBS ELEKTRONIK: *MCA527-DMMCA Datenblatt*. – URL [http://www.gbs-elektronik.de/fileadmin/download/datasheets/mca527\\_datasheet.pdf](http://www.gbs-elektronik.de/fileadmin/download/datasheets/mca527_datasheet.pdf). – Zugriffsdatum: 4.7.2011
- [23] GBS ELEKTRONIK: *MCA527-OEM Datenblatt*. – URL [http://www.gbs-elektronik.de/fileadmin/download/datasheets/mca527OEM\\_datasheet.pdf](http://www.gbs-elektronik.de/fileadmin/download/datasheets/mca527OEM_datasheet.pdf). – Zugriffsdatum: 4.7.2011
- [24] NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY: *ANSI N42.42: Data format standard for radiation detectors used for Homeland Security*. – URL <http://physics.nist.gov/Divisions/Div846/Gp4/ANSIN4242/xml.html>. – Zugriffsdatum: 03.04.2012
- [25] OMEGA ENGINEERING, INC.: *PT-104 Datenerfassungsmodul für Pt-Fühler*. – URL <http://www.omega.de/pdf/specs/np348.pdf>. – Zugriffsdatum: 03.11.2011

- [26] ORTEC: *FoodGuard-1 NaI(Tl) Foodstuffs Monitor*. – URL <http://www.ortec-online.com/download/FoodGuard-1.pdf>. – Zugriffsdatum: 13.04.2012
- [27] BERKELEY NUCLEONICS CORPORATION: *Advantages of Quadratic Compression Conversion (QCC) patented technology of the SAM 940*. – URL [http://www.berkeleynucleonics.com/resources/QCC\\_Advantages.pdf](http://www.berkeleynucleonics.com/resources/QCC_Advantages.pdf). – Zugriffsdatum: 25.9.2011
- [28] SAINT-GOBAIN CERAMICS & PLASTICS, INC.: *Scintillation Products - Bases, Voltage Dividers, Preamplifiers*. – URL <http://www.detectors.saint-gobain.com/uploadedFiles/SGdetectors/Documents/Electronics/Voltage-Divider-Legacy-design.pdf>. – Zugriffsdatum: 13.04.2012
- [29] SEIBERSDORF LABORATORIES GMBH: *Lebensmittelsonde LMS-3*. – URL [http://www.seibersdorf-laboratories.at/fileadmin/uploads/Produktblatt\\_LR\\_LMS3\\_052011\\_de\\_web.pdf](http://www.seibersdorf-laboratories.at/fileadmin/uploads/Produktblatt_LR_LMS3_052011_de_web.pdf). – Zugriffsdatum: 13.04.2012
- [30] WILLIAM H. HARDY, II: *Analog to digital conversion technique for spectroscopy, U.S. Patent 5,608,222*. – URL <http://www.google.com/patents/US5608222>. – Zugriffsdatum: 25.9.2011
- [31] GBS ELEKTRONIK: *WinSPEC for Automation 2.0*. – URL <http://www.gbs-elektronik.de/downloads/nach-kategorien/software>. – Zugriffsdatum: 4.7.2011