

Herstellung einer Lutetium-Kalium Mischprobe für die LuKa-Kalibrierung von Anlagen zur Gamma-Spektrometrie

Bernd Laquai, 28.12.2021

Eine sorgfältige Bestimmung der Detektor-Effizienz ist die Voraussetzung, dass man mit einer Gamma-Spektroskopie-Anlage auch eine Spektrometrie erreichen kann. Eine Gamma-Spektrometrie hat oft zum Ziel, die Aktivität einer unbekannt Probe zu bestimmen /1/. Die übliche Vorgehensweise im professionellen Bereich ist, dass mit Hilfe möglichst vieler Radionuklide in verschiedenen Kalibrierstandards, der Energiebereich, in dem unbekannte Proben mit ihren Gamma-Emissionen liegen können, möglichst vollständig abgedeckt ist. Damit kann dann die Detektor-Effizienz einer beliebigen Probe mit unbekannter Aktivität durch Interpolation zwischen den Linien der Kalibrierstandards bestimmt werden und aus der Zählrate unter der Peak-Fläche schließlich die Aktivität bestimmt werden. Dabei kommen im professionellen Bereich oft auch Misch-Kalibrierproben zum Einsatz, die mehrere Radionuklide zur Kalibrierung enthalten. Der Vorteil dabei ist, dass die Geometrie des Probenbehälters für die darin enthaltenen Radionuklide sowie die Probenmatrix, in der sie eingebettet sind, identisch sind. Wenn dann die übrigen Parameter, welche die Zählrate beeinflussen, wie beispielsweise der Probenabstand zum Detektor auch identisch bleiben, dann kann man den theoretischen Voraussetzungen, die bei der Berechnung der Detektor-Effizienz unterstellt sind, sehr nahekommen.

Wie in /1/ beschrieben, bieten sich für den Citizen Science Bereich vor allem die Radionuklide Lu176, und K40 als Kalibrierstandards an, welche im natürlichen Lutetiumoxid bzw. im Kaliumchlorid enthalten sind. Da aber bei einer typischen NaI-Detektor-Effizienz die Zählraten bei gleicher Aktivität sehr unterschiedlich sind, müssen umgekehrt auch unterschiedliche Mengen verwendet werden um ähnliche Zählraten zu erreichen. Damit variiert vor allem die Geometrie des Probenbehälters, welche sich stärker bemerkbar macht, als z.B. die Variation der Probenmatrix im Falle von chemisch reinem Lu₂O₃ bzw. KCl. Daher bietet es sich an, beide Substanzen zu mischen um eine einheitliche Geometrie des Probengefäßes für den Misch-Kalibrierstandard zu erreichen.

Einen solchen Lutetium-Kalium Misch-Kalibrierstandard kann man sich leicht selbst herstellen. Dazu besorgt man sich 10g chemisch reines Lutetium(III)oxid (Chemikalienhandel) und 100g Kaliumchlorid (z.B. aus der Apotheke). Da Kaliumchlorid hygroskopisch ist (und zu einem gewissen Maß auch Lu₂O₃), sollte es bei geringer Luftfeuchte gut getrocknet sein und man sollte Verklumpungen in einem Mörser auflösen, so dass es in einheitlicher Korngröße vorliegt. Danach kann das KCl und das Lu₂O₃ miteinander gemischt werden. Es sollte dabei durch intensives Vermengen eine möglichst homogene Mischung erreicht werden.

Das Probengefäß sollte so gewählt werden, dass es die Stirnfläche des Detektors zu etwa 80-90% abdeckt und das Gefäß dabei möglichst flach ist. Zudem sollten die typischen Probenmengen späterer Proben mit unbekannter Aktivität auch gut in das Gefäß passen. Ein Schraubdeckel, der das Gefäß möglichst luftdicht verschließt ist auf Grund der Hygroskopizität ebenfalls ratsam. Das Gefäß sollte dünnwandig sein und aus einem Material mit geringer Dichte bestehen, so dass die Gamma-Strahlung möglich wenig absorbiert wird.

Für ein einen NaI Detektor mit 2.5“ Durchmesser bietet sich ein Gefäß an, das von der Drogeriemarktkette DM als Verpackung für kostengünstige Kosmetik Pads verwendet wird (Balea, Mizellen Augen-Make-Up Entferner Pads, ölfrei). Dieses Gefäß kann die 100g KCl und 10g Lu₂O₃, so aufnehmen, dass noch etwa 5mm Luft bis zur Dosenoberkante frei bleiben. Dieser Raum kann dazu verwendet werden, die Probe luftdicht abzuschließen. Dazu wird aus einer Kunststoffolie (z.B. Schnellhefter) eine kreisförmige Abdeckscheibe ausgeschnitten, welche die Probenmischung möglichst gut abdeckt. Der

verbleibende Spalt zwischen Abdeckscheibe und Dosenwand wird mit einer Silikonfuge verschlossen. Zusätzlich kann noch ein wasserfester Klebstoff in das Schraubgewinde des Deckels gegeben werden, bevor dieser aufgeschraubt wird (siehe Abb. 1 und Abb. 2a-c).

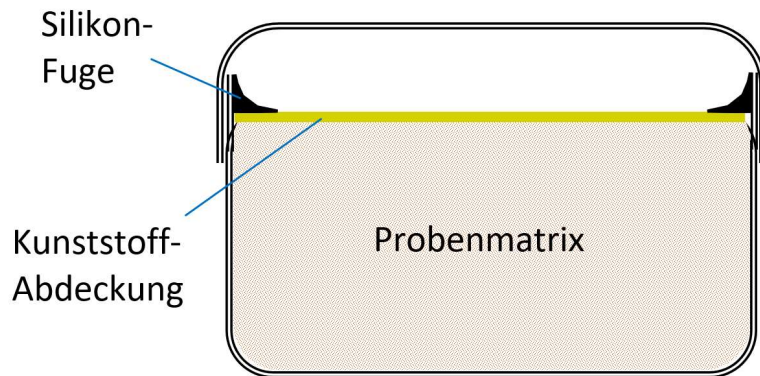


Abb. 1: Schematischer Schnitt durch die LuKa-Misch-Kalibrierprobe



Abb. 2a: Herstellung der Mischprobe, Mischung aus 100g KCl und 10g Lu_2O_3 im Balea Probengefäß



Abb. 2b: Herstellung der Mischprobe, Abdeckung der Mischung mit einer dünnen Kreisscheibe aus Kunststoffolie



Abb. 2c: Herstellung der Mischprobe, luftdichter Verschluss der Folienabdeckung mit einer Silikonfuge zur Dosenwand hin

Diese „LuKa“ Misch-Kalibrierprobe kann nun direkt auf die Stirnfläche des Detektors aufgesetzt werden, ähnlich wie später die Probe mit unbekannter Aktivität, wenn diese in vergleichbarer Matrix und mit ähnlicher Vorgehensweise in ein solches Gefäß abgefüllt wird.

Abb. 3. Zeigt das Gamma-Spektrum der Mischprobe mit den markierten Peakflächen der für die Kalibrierung relevanten Lu176 Linien bei 202keV und 308keV sowie der K40-Linie bei 1460keV.

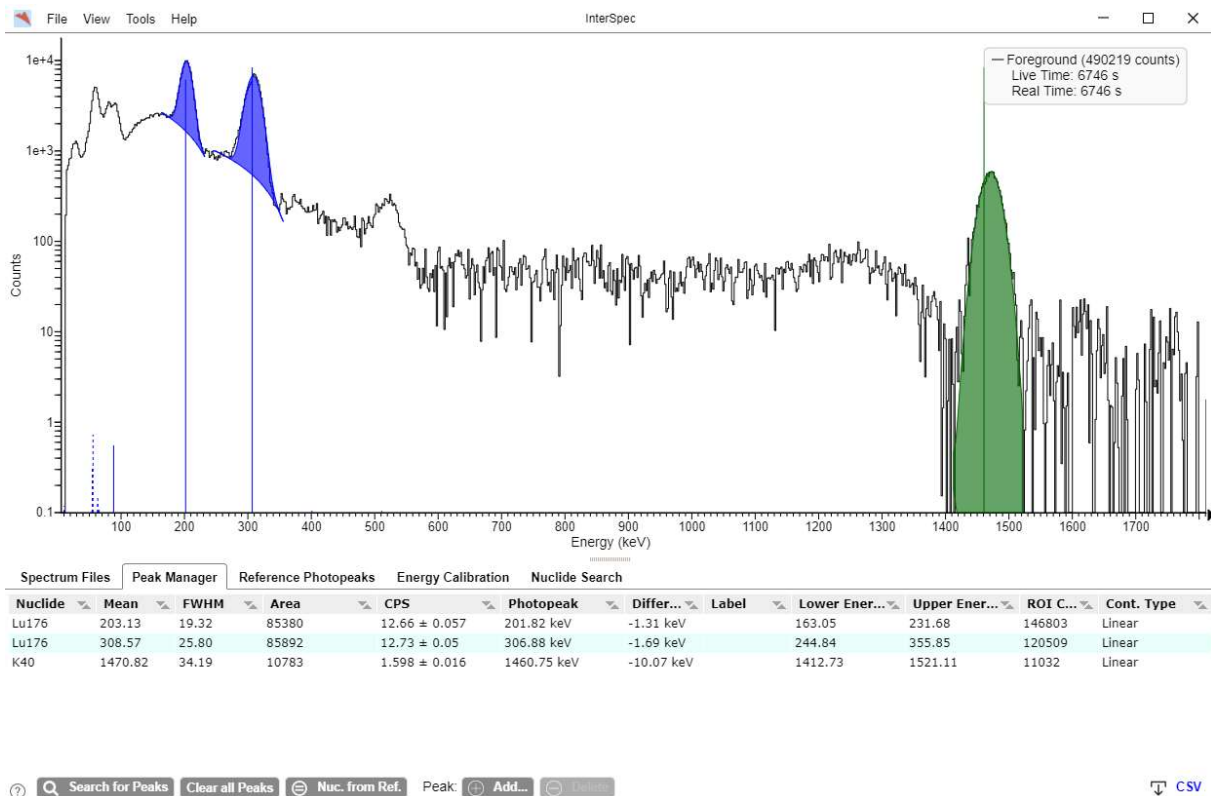


Abb. 3: Bestimmung der Peakflächen im Spektrum der LuKa-Mischprobe mit Hilfe des Programms InterSpec

Daraus kann nach dem in /1/ beschriebenen Verfahren eine quadratische Kurve in die doppelt-logarithmische Darstellung der Detektor-Effizienz eingepasst werden und so eine kontinuierliche Funktion der Detektor-Effizienz gewonnen werden (Tabelle 1).

Menge Lu2O3	spez. Akt. Lu2O3	Bq Lu2O3	Menge KCl	spez. Akt. KCl	Bq KCl
10	45.2	452	100	16.03	1603

E(keV)	202.82	306.88	1460.75
cps Real	12.66	12.73	1.598
Igamma	78.0%	93.6%	10.7%
cps Ideal	352.56	423.072	170.880
Effizienz	3.59%	3.01%	0.94%
log(E)	5.312	5.726	7.287
log(Effizienz)	-3.327	-3.504	-4.672

quadFit	c2	c1	c0
RGP (Linest)	-0.163124655	1.373767287	6.02116614

Tabelle 1: Berechnung der Detektor Effizienz aus der „LuKa“-Misch-Kalibrierprobe (siehe /1/)

Diese Werte stellen auf Grund der einheitlichen Probengeometrie eine bessere Approximation dar, als wenn zwei Einzelproben mit Lu2O3 und KCl in unterschiedlichen Gefäßen verwendet werden.



Abb. 4: Mit der Kalibrierung gewonnene Detektor Effizienz Funktion eines 2.5“ NaI Detektors

Mit Hilfe der so gewonnen Detektor-Effizienzkurve kann nun durch Interpolation die Detektor Effizienz z.B. für die 662keV-Linie des Cs137 berechnet werden und zur Aktivitätsbestimmung der unbekannt Aktivität von Cs137-haltigen Proben benutzt werden. Die Berechnung der Aktivität einer Probe aus 48g getrockneten Pfifferlingen (Frischgewicht 500g) bzw. einer Probe von 96g Hirschgraben-Erde aus Karlsruhe ist in Tabelle 2 gezeigt.

Effizienz- und Aktivitätsabschätzung								
Probe	cpsCs137	E_Cs137	pCs137	ln(E)	Effizienz	Aktiv. Cs137 Bq	Gewicht g	Bq/kg
Hirschgraben Erde	2.433	661.657	85.1%	6.494747	0.01869	152.971	96	1593.443
Pfifferlinge	1.074	661.657	85.1%	6.494747	0.01869	67.526	500	135.0516

Sensitivität der Gamma-Spektrometrie-Anlage für Cs137	
Bq Cs137	cpsCs137
100	1.591

Tabelle: 2 Berechnung der unbekannt Aktivität von Cs137-haltigen Proben

Tabelle 2 zeigt zudem noch die Sensitivität der Anlage in cps pro 100Bq Cs137, welche direkt aus der Effizienz durch Multiplikation mit der Gamma-Intensität der 662keV Linie des Cs137 (85.1%) und der Aktivität von 100Bq folgt.

Literatur

/1/ Bernd Laquai, Die LuKa-Kal, eine Kalibrierung zur einfachen Aktivitätsabschätzung in der Citizen-Science Gamma-Spektroskopie

<http://opengeiger.de/LuKa-Kal.pdf>

/2/ Bernd Laquai, Bestimmung der Detektor-Effizienz und Aktivitätsabschätzung mit Interspec

<http://opengeiger.de/InterspecDRFdoku.pdf>