

Systematische Untersuchungen von TLD-Kristallen an  
einem Thermolumineszenz-Aufbau für das  
kernphysikalische Praktikum

Systematic Investigations on TLD Crystals at a Thermoluminescence Setup  
for the Laboratory Courses in Nuclear Physics

Bachelorarbeit

vorgelegt von

Lukas Leßmann

24.10.2013

Westfälische Wilhelms-Universität Münster

Institut für Kernphysik



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Grundlagen und Anwendung von Thermolumineszenz</b>	<b>3</b>
2.1	Lumineszenz . . . . .	3
2.2	Thermolumineszenz im Bändermodell . . . . .	3
2.3	OTOR-Modell . . . . .	5
2.4	Anwendung in der Dosimetrie . . . . .	6
2.5	Theoretische Beschreibung von Thermolumineszenzpeaks . . . . .	9
<b>3</b>	<b>Experimenteller Aufbau</b>	<b>13</b>
3.1	Der Bestrahlungsapparat . . . . .	13
3.2	Der Messstand . . . . .	14
3.3	Das Messprogramm . . . . .	18
3.4	Methode zur Auswertung von Glühkurven . . . . .	19
<b>4</b>	<b>Automatisierung des Messvorgangs</b>	<b>23</b>
4.1	Das neue Messprogramm . . . . .	23
4.2	Der neue Bestrahlungsapparat . . . . .	26
4.3	Gemessene Spektren verschiedener Kristalle . . . . .	27
4.4	Bandstruktur eines TLD-400 Kristalls via Peak-Shape Methode . . . . .	34
<b>5</b>	<b>Messungen zur Optimierung des Betriebs im Praktikum</b>	<b>39</b>
5.1	Antwortverhalten der verwendeten Kristalle . . . . .	39
5.2	Bestrahlungsrateneinfluss . . . . .	46
5.3	Neutronensensitivität . . . . .	47
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>49</b>
<b>A</b>	<b>Anhang</b>	<b>I</b>
A.1	Anleitung zur Auswertung von Glühkurven via Glowfit . . . . .	I
A.2	Anleitung zur Versuchsdurchführung . . . . .	I
A.3	Glühkurven der Messungen zum Bestrahlungsrateneinfluss . . . . .	III
	<b>Literatur</b>	<b>V</b>





# 1 Einleitung

Durch die Erforschung der Radioaktivität wurden viele Anwendungsmöglichkeiten für radioaktive Strahlung gefunden. Themen wie Atomkraftwerke und die damit verbundenen Risiken spielen eine wichtige Rolle in Politik, Gesellschaft und Wissenschaft. Um Personen, die mit radioaktiver Strahlung arbeiten, zu schützen, hat die Dosimetrie, die Messung von Strahlungsdosen, an Bedeutung gewonnen. In der Personendosimetrie, also der Messung von Strahlungsdosen, die ein Mensch erhalten hat, werden häufig Albedo-Dosimeter verwendet. Diese basieren auf der Thermolumineszenzdosimetrie. Die radioaktive Strahlung regt ein Thermolumineszenzmaterial auf ein metastabiles Niveau an. Diese Niveaus können dann unter Emission von sichtbarem Licht wieder abgeregt werden.

Der Effekt der Thermolumineszenz kann auch zur Alterbestimmung von Felsformationen oder Tongefäßen genutzt werden[Dan53]. Dazu wird angenommen, dass das Material seit seiner Entstehung eine konstante Strahlungsrate erhalten hat. Durch eine Messung der aktuellen Strahlungsrate und des Thermolumineszenzlichts, aus dem die Gesamtdosis ermittelt werden kann, kann dann auf das Alter des Materials geschlossen werden.

Der verwendete Versuchsaufbau wurde 2010 von Stefan Korsten im Rahmen seiner Diplomarbeit erstellt und anschließend von Michèle Neumann und Nils Hüsken optimiert und erweitert. Der Zweck des Versuchsaufbaus ist es, den Studenten der Universität Münster den Effekt der Thermolumineszenz und die damit betriebene Dosimetrie näher zu bringen. Im Rahmen der Masterarbeit von Michèle Neumann wurde der Versuchsaufbau um ein Spektrometer erweitert. Dies ermöglicht die Messung der spektralen Zusammensetzung des Thermolumineszenzlichts. Im Praktikumsbetrieb wurde bislang lediglich ein Spektrum von Thermolumineszenzlicht aufgenommen und die vorhandenen Wellenlängen ermittelt. Dabei mussten bisher zwei Messprogramme benutzt werden, weil das Messprogramm von Stefan Korsten keine Messwerte von dem Spektrometer empfangen kann.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde zunächst das Messprogramm so erweitert, dass es auch Messungen mit dem Spektrometer durchführen kann. Dies wird den Praktikumsbetrieb erheblich vereinfachen. Es wurden die spektrale Zusammensetzung des Thermolumineszenzlichts verschiedener Thermolumineszenzkristalle gemessen. Dazu wurde ein neuer Bestrahlungsapparat entworfen. Aus den gemessenen Spektren wurde eine neue Aufgabe für den Praktikumsbetrieb entwickelt. Des Weiteren wurden einige Messreihen zur Optimierung der schon bestehenden Praktikumsaufgaben und zur Entwicklung von neuen Aufgaben durchgeführt.



## 2 Grundlagen und Anwendung von Thermolumineszenz

### 2.1 Lumineszenz

Lumineszenz beschreibt die Emission sichtbaren Lichts eines Körpers nachdem dieser Energie absorbiert hat. Nach der Absorption befindet sich der Körper in einem angeregten Zustand. Durch eine weitere Anregung geht der Körper unter Emission des Lumineszenzlichts wieder über in den Grundzustand. Lumineszenz lässt sich anhand verschiedener Kriterien unterteilen. Existiert der angeregte Zustand weniger als 10 ns wird von Fluoreszenz gesprochen[Fur03], findet die Lumineszenz nach einer längeren Verzögerung statt, so wird der Vorgang als Phosphoreszenz bezeichnet. Neben der Zeit, in der sich der Körper im angeregten Zustand befindet, kann auch die Art der Anregung zur Emission variieren. Die häufigsten Anregungen sind chemische Reaktionen, Elektronen- oder Photonenbeschuss zur stimulierten Emission und Wärmezufuhr[Fur03]. Lumineszenz durch Wärmezufuhr wird als Thermolumineszenz bezeichnet und im Folgenden genauer beschrieben.

### 2.2 Thermolumineszenz im Bändermodell

Thermolumineszenz beschreibt einen Vorgang, bei dem ein Körper zunächst in einen angeregten Zustand versetzt und dann, zeitlich davon getrennt, erhitzt wird, wobei er unter Emission von sichtbarem Licht wieder in seinen Grundzustand übergeht. Bei Thermolumineszenzmaterialien handelt es sich zumeist um kristalline Isolatoren. Die Funktionsweise des Prozesses lässt sich anhand des Bändermodells erklären. Da nur Isolatoren für Thermolumineszenz geeignet sind, befindet sich bei jedem Thermolumineszenzmaterial zwischen Valenz- und Leitungsband eine Energielücke  $E_G \approx \mathcal{O}(10 \text{ eV})$ [Iba80]. Innerhalb dieser Energielücke können sich einige diskrete Zwischenniveaus befinden, die größtenteils räumlich voneinander getrennt sind. Diese Zwischenniveaus entstehen durch Defektstellen im Kristallgitter, also z.B. durch das Fehlen eines Atoms, die Anwesenheit eines Zwischengitteratoms oder durch das Substituieren eines Atoms. Wird ein Gitteratom durch ein Atom einer höheren Hauptgruppe substituiert, ist ein Elektron nicht an der Bindung beteiligt. Es entsteht ein neues Energieniveau nahe des Leitungsbandes(vgl. Abbildung 1). Bei der Substitution durch ein Atom einer niedrigeren Hauptgruppe fehlt ein Bindungselektron, wodurch ein Energieniveau nahe des Valenzbandes entsteht. Diese beiden Substituierungen werden Dotierung genannt. In dieser Arbeit werden speziell für die Thermolumineszenz hergestellte Kristalle benutzt. Mittels gezielter Dotierung können Thermolumineszenzkristalle mit unterschiedlichen Eigenschaften hergestellt werden. Es werden fünf verschiedene TLD<sup>1</sup>-Kristalle benutzt. Die jeweiligen Zu-

---

<sup>1</sup>TLD steht für Thermolumineszenzdosimetrie

Bezeichnung	TLD-100H	TLD-200	TLD-400	TLD-600	TLD-700
Zusammensetzung	LiF: Mg,Cu,P	CaF <sub>2</sub> : Dy	CaF <sub>2</sub> : Mn	LiF: Mg,Ti	LiF: Mg,Ti

Tabelle 1: Zusammensetzung von verschiedenen Thermolumineszenzkristallen, die Angabe der Zusammensetzung erfolgt nach dem Schema „Hauptkristall: Dotierungselemente“, nach [The13].

sammensetzungen und Bezeichnungen der Kristalle sind in Tabelle 1 zu finden.

In Abbildung 1 ist die Bandstruktur eines Thermolumineszenzkristalls schematisch dargestellt. Alle Energieniveaus unterhalb der Fermienergie  $E_f$  sind mit Elektronen besetzt, während die Energieniveaus oberhalb der Fermienergie unbesetzt sind. Die Energieniveaus nahe des Leitungsbandes sind potentielle Elektronenfallen. Ein Zwischenniveau ist genau dann eine Elektronenfalle, wenn die Übergangswahrscheinlichkeiten für das Elektron aus dem Zwischenniveau in das Valenzband und in das Leitungsband sehr gering sind. Analog dazu sind die Zwischenniveaus nahe des Valenzbandes potentielle Lochfallen. Alle Zwischenniveaus, die keine Elektronen- oder Lochfallen sind werden als Rekombinationszentren bezeichnet.

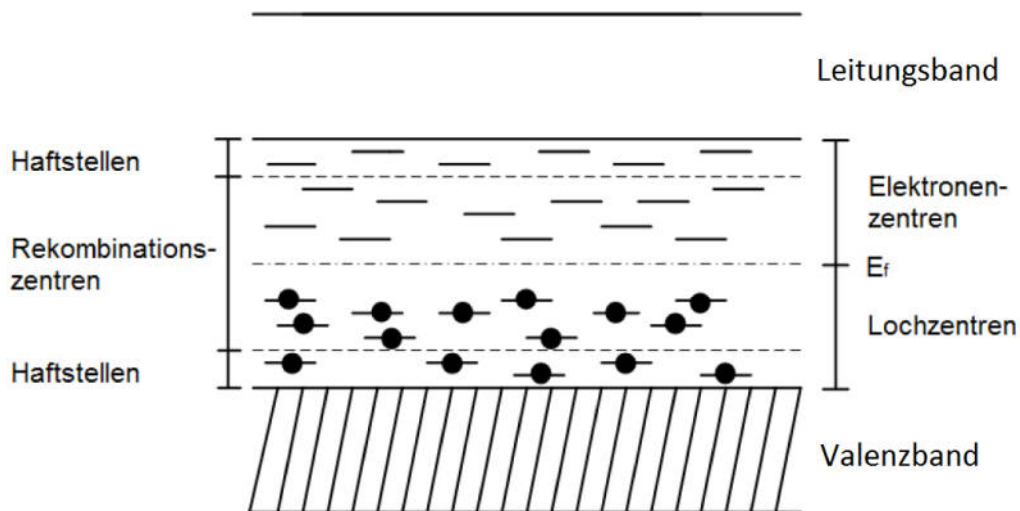


Abbildung 1: Energieniveaus eines thermolumineszenzfähigen Kristalls, alle Energieniveaus unterhalb der Fermienergie  $E_f$  sind mit Elektronen besetzt, nach [Neu13] und [McK85].

Wird ein Elektron durch die Absorption der Anregungsenergie  $E_A > E_G$  vom Valenzband in das Leitungsband angehoben, so hat es verschiedene Möglichkeiten einen energetisch niedrigeren Zustand anzunehmen. Neben der direkten Rekombination mit einem Loch im Valenzband kann das Elektron auch zunächst in ein Zwischenniveau übergehen. Handelt es sich bei diesem Zwischenniveau um eine Elektronenfalle, so verharrt es dort zunächst. Handelt es sich bei dem Zwischenniveau jedoch um ein unbesetztes Rekombinationszentrum, so

wird die charakteristische Lumineszenz-Strahlung emittiert und das Elektron kann aus dem Rekombinationszentrum in das Valenzband übergehen. Wird ein Thermolumineszenzkristall angeregt, so werden Elektronen in den Elektronenfallen gefangen. Dabei ist die Konzentration der gefangenen Elektronen proportional zur gesamten Anregungsenergie [Dan53]. Durch Erhitzen des Kristalls vergrößert sich die Übergangswahrscheinlichkeit der Elektronen aus ihren Fallen ins Leitungsband. Die Übergangswahrscheinlichkeit beträgt laut [McK85]:

$$p = s \exp\left(-\frac{\Delta E}{k_B T}\right), \quad (1)$$

wobei  $s$  als Frequenzfaktor bezeichnet wird,  $\Delta E$  die Energietiefe der Elektronenfalle,  $T$  die Temperatur und  $k_B$  die Boltzmannkonstante ist. Beim Erhöhen der Temperatur können die gefangenen Elektronen also ins Leitungsband übergehen und von dort aus direkt oder in einem Rekombinationszentrum rekombinieren. Das erneute Einfangen eines Elektrons in eine Elektronenfalle ist ebenfalls möglich.

## 2.3 OTOR-Modell

Das OTOR-Modell (**O**ne **T**rap **O**ne **R**ecombination center) ist das einfachste Modell zur Beschreibung von Thermolumineszenz. Hierbei handelt es sich um ein Modell, das nur genau eine Elektronenfalle und genau ein Rekombinationszentrum beinhaltet. Es wurde 1945 von Garlick, Randall & Wilkins entworfen [McK85]. In Abbildung 2 ist die Bandstruktur des OTOR-Modells dargestellt. ET bezeichnet die Elektronenfalle (engl.: **E**lectron **T**rap) und R das Rekombinationszentrum, welches unterhalb der Fermienergie  $E_f$  liegt.

Nach einer Anregung (a) wird ein Elektron aus dem Valenzband  $E_v$  ins Leitungsband  $E_l$  gehoben (1). Die Anregungsenergie muss dazu größer als die Bandlücke des verwendeten Kristalls sein:  $E_{\text{Anregung}} > E_G = E_l - E_v$ . Ein angeregtes Elektron hat vom Leitungsband aus nur drei verschiedene Übergangsmöglichkeiten. Der Übergang (1) zeigt die direkte Rekombination und ist an dieser Stelle uninteressant. Der Übergang (2) zeigt den Weg des Elektrons in die Elektronenfalle. Übergänge aus der Elektronenfalle in das Rekombinationszentrum oder in das Valenzband werden hier vernachlässigt. Der wahrscheinlichste Weg aus der Elektronenfalle führt ins Leitungsband (3). Die Übergangswahrscheinlichkeit für diesen Übergang soll jedoch so gewählt sein, dass eine erhöhte Temperatur benötigt wird um eine signifikante Übergangsrate zu erzielen. Das wird durch die passende Wahl der Parameter  $E$  und  $s$  ermöglicht. Für kleine  $\Delta E = E_G - E$  und  $s$  (vgl. Gleichung 1) ist auch die Übergangswahrscheinlichkeit klein. Als letzte Möglichkeit kann ein Elektron aus dem Leitungsband in das Rekombinationszentrum übergehen (4) und dort unter Emission von sichtbarem Licht (b) mit einem Loch rekombinieren. Dazu muss zuvor ein Loch im Rekombinationszentrum gefangen werden (5).



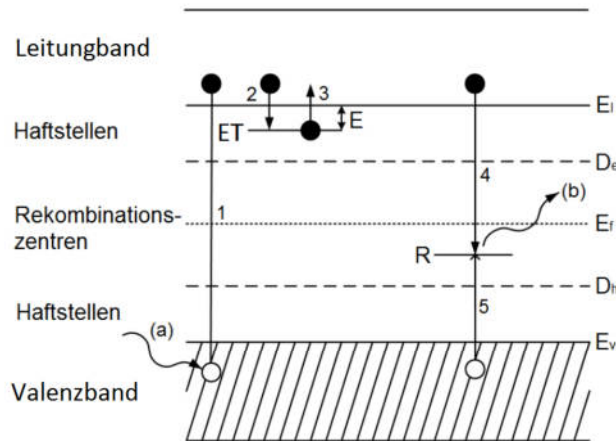


Abbildung 2: Bandstruktur des OTOR-Modells: ET bezeichnet die Elektronenfalle und R das Rekombinationszentrum, die eingezeichneten Übergänge sind: (a) Anregung, (1) Übergang zwischen Valenz- und Leitungsband, (2)/(5) Einfangen eines Elektrons/Lochs, (3) Verlassen der Elektronenfalle durch thermische Anregung, (4) Rekombination im Rekombinationszentrum, (b) Emission des Thermolumineszenzlichts, nach [Neu13] und [McK85].

## 2.4 Anwendung in der Dosimetrie

Thermolumineszenz wird beispielsweise zur Altersbestimmung von archäologischen Fundstücken genutzt. Dabei wird aus der aktuellen Bestrahlungsrate des Fundstückes und der Gesamtdosis des Fundstückes auf dessen Bestrahlungszeit geschlossen. Ein weiterer wichtiger Anwendungsbereich ist die Dosimetrie. Thermolumineszenzkristalle werden vor allem in Albedo-Dosimetern zur Bestimmung der Dosis, der eine Person durch radioaktiver Strahlung ausgesetzt war, genutzt.

### Radioaktive Strahlung und Äquivalenzdosis

Es gibt verschiedene Arten von radioaktiver Strahlung. Dazu gehören neben Photonen ( $\gamma$ -Strahlung) die Elektronen ( $\beta$ -Strahlung) und Helium-Kerne ( $\alpha$ -Strahlung). Da für die Schädigung eines Körpers durch Strahlung nur die im Körper deponierte Energie wichtig ist, wird häufig nur die absorbierte Energiedosis  $D$  betrachtet. Dafür wird

$$D = \frac{dE_{\text{abs}}}{dm} = \frac{dE_{\text{abs}}}{\rho dV} \quad (2)$$

definiert[Kri11], wobei  $dm$  die Masse des bestrahlten Volumens  $dV$  der Dichte  $\rho$  ist und  $dE_{\text{abs}}$  die absorbierte Energie angibt. Bei bekannter Dosisleistung  $\frac{dD}{dt}$  und Bestrahlungszeit  $dt$  kann die genaue Dosis eines bestrahlten Gegenstandes bestimmt werden.

Wird die Strahlung betrachtet, der ein Mensch ausgesetzt ist, so wird statt der Dosis  $D$  die sogenannte Äquivalenzdosis

$$H = \alpha D \quad (3)$$

benutzt. Dabei ist  $\alpha$  ein Faktor, der je nach Strahlungsart zwischen 1 und 20 variiert und die Schädlichkeit der jeweiligen Strahlung für biologisches Gewebe berücksichtigt. So erhält  $\alpha$ -Strahlung einen hohen Wert von 20, während Photonen und Elektronen einen geringen Wert von 1 zugeordnet kriegen[Kri11].

### Thermolumineszenzdosimetrie

In der Thermolumineszenzdosimetrie (TLD) wird der Thermolumineszenzeffekt zur Dosisbestimmung benutzt. Zunächst wird ein Thermolumineszenzkristall, der die Anforderungen aus Kapitel 2.2 erfüllt, der zu messenden Dosis ausgesetzt. Die Strahlung fungiert als Anregungsenergie und hinterlässt den Kristall in einem angeregten Zustand, in dem je nach Strahlungsdosis mehr oder weniger Elektronenfallen mit Elektronen besetzt sind. Dann wird der angeregte Kristall erhitzt, wobei die Intensität des emittierten Lichts  $I(t)$  gemessen wird. Das  $I(T)$ -Diagramm wird Glühkurve genannt. Abbildung 3 zeigt eine typische Glühkurve. Es sind drei Peaks in der Intensität des emittierten Lichts bei unterschiedlichen Temperaturen zu sehen. Jedem Peak kann eine Elektronenfalle zugeordnet werden.

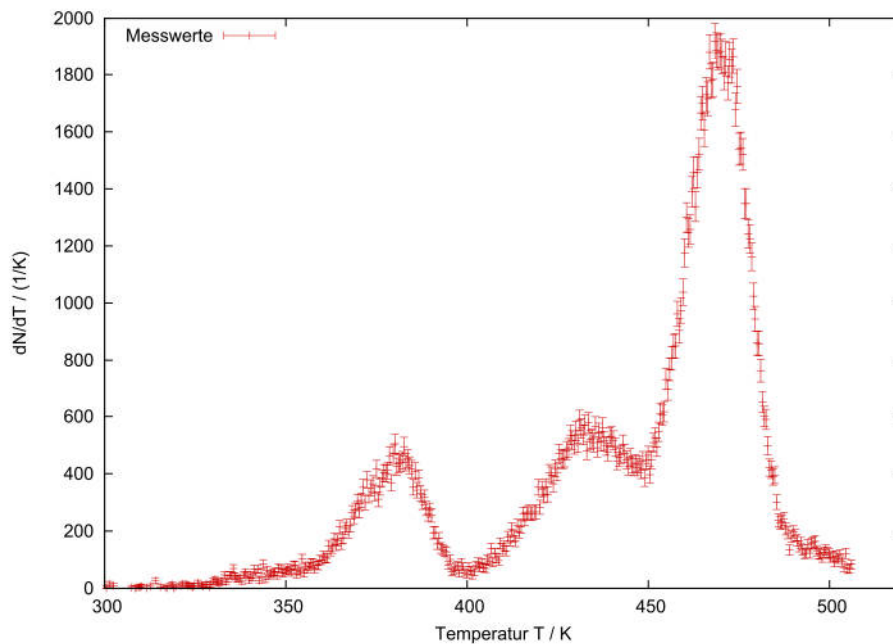


Abbildung 3: Glühkurve eines TLD-100H Kristalls. Es sind drei Peaks in der Intensität des emittierten Lichts zu sehen.

Da das Leeren von Elektronenfallen mit einem oder mehreren Photonen zur emittierten Intensität beiträgt, gilt während des Auslesens

$$I(t) = -c \frac{dn}{dt}, \quad (4)$$

wobei  $n$  die Dichte der besetzten Elektronenfallen und  $c$  eine via Kalibrierung zu bestimmenden Konstante ist[Fur03]. Die integrale Form der Gleichung lautet

$$n(t) - n_\infty = \frac{1}{c} \int_t^\infty I(t') dt'. \quad (5)$$

Unter der Annahme, dass während des Ausleseprozesses alle Elektronenfallen geleert werden, kann  $n_\infty = n(t = \infty) = 0$  gesetzt werden. Wird zusätzlich noch eine konstante Heizrate  $\beta$  angenommen, gilt mit  $T(t) = \beta t$  :

$$n(T) = \frac{1}{c\beta} \int_T^\infty I(T') dT'. \quad (6)$$

Die Dichte der noch besetzten Elektronenfallen bei einer Temperatur  $T$  ist also proportional zum Flächeninhalt unter der Glühkurve.

Für einen einzelnen Peak, der nur zwischen  $T_i$  und  $T_f$  vom Untergrund verschieden ist, gilt folglich für die Konzentration der besetzten Elektronenfallen nach der Bestrahlung näherungsweise

$$n = \frac{1}{c\beta} \int_{T_i}^{T_f} I(T') dT'. \quad (7)$$

Aus der Proportionalität von der Strahlungsdosis, der der Kristall ausgesetzt war, und der Konzentration der besetzten Elektronenfallen folgt dann

$$D \propto \int_{T_i}^{T_f} I(T') dT' \Leftrightarrow D = Q \int_{T_i}^{T_f} I(T') dT'. \quad (8)$$

Die zu messende Dosis ist also proportional zum Flächeninhalt eines Peaks in der Glühkurve. Der kristallspezifische Proportionalitätsfaktor  $Q$  kann mit einer Referenzmessung bekannter Dosis ermittelt werden und heißt spezifisches Antwortverhalten.



## 2.5 Theoretische Beschreibung von Thermolumineszenzpeaks

Da für die Thermolumineszenzdosimetrie am besten voneinander separierte Peaks betrachtet werden (s. Abschnitt 2.4), wird in diesem Unterkapitel eine Methode zur mathematischen Beschreibung einzelner Thermolumineszenzpeaks vorgestellt. Mithilfe dieser mathematischen Beschreibung kann eine Glühkurve dann durch ein geeignetes Fit-Programm als Summe ihrer einzelnen Thermolumineszenzpeaks gefittet werden.

Um die Form eines einzelnen Thermolumineszenzpeaks zu bestimmen wird am besten das OTOR-Modell (s. Abschnitt 2.3) betrachtet, weil es dort nur zu einem einzelnen Peak kommt. Da in Elektronenfallen gefangene Elektronen eine gewisse Übergangswahrscheinlichkeit  $p > 0$  (s. Gleichung 1) ins Leitungsband haben, nimmt die Anzahl der gefangenen Elektronen  $n$  bei konstanter Temperatur ab. Es gilt nach [Fur03]:

$$\frac{dn}{dt} = -np \quad (9)$$

$$\Leftrightarrow \int_{n(T_0)}^{n(T)} \frac{dn'}{n'} = - \int_{t_0}^t p dt = - \frac{s}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{k_B T'}\right) dT'. \quad (10)$$

Im letzten Schritt wurde dabei die Übergangswahrscheinlichkeit  $p$  aus Gleichung 1 und der lineare Zusammenhang zwischen Zeit und Temperatur  $T(t) = \beta t$  benutzt. Durch das Lösen des Integrals der linken Gleichungsseite ergibt sich für die Anzahl der besetzten Elektronenfallen für eine feste Temperatur  $T$ :

$$n(T) = n_0 \exp\left(-\frac{s}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{k_B T'}\right) dT'\right). \quad (11)$$

Mit diesem Ergebnis folgt aus Gleichung 4:

$$I(T) = n_0 s \exp\left(-\frac{E}{k_B T}\right) \exp\left(-\frac{s}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{k_B T'}\right) dT'\right). \quad (12)$$

Der bisher unbekannte Frequenzfaktor  $s$  kann über die Extremalbedingung im Peakmaximum berechnet werden. Das Maximum des Thermolumineszenzpeaks liegt bei  $T_m$  und hat eine Intensität von  $I_m = I(T_m)$ . Dort gilt  $dI/dT = 0$ , woraus für den Frequenzfaktor

$$s = \frac{\beta E}{k_B T_m^2} \exp\left(\frac{E}{k_B T_m}\right) \quad (13)$$

folgt. Damit ergibt sich nach [Puch06] für die Intensität

$$I(T) = I_m \exp\left(\frac{E}{k_B T_m} - \frac{E}{k_B T}\right) \exp\left(-\frac{E}{k_B T_m^2} \int_{T_m}^T \exp\left(\frac{E}{k_B T_m} - \frac{E}{k_B T'}\right) dT'\right). \quad (14)$$

Dieser Ausdruck ist jedoch nicht analytisch lösbar und muss deswegen numerisch berechnet werden. In dieser Arbeit wird die Auswertung von Glühkurven mit dem Programm GlowFit vorgenommen (s. Abschnitt 3.4). GlowFit verwendet laut [Puch06] für das Integral im Exponenten den Ansatz

$$\int_0^T \exp\left(-\frac{E}{k_B T'}\right) dT' \approx \frac{E}{k_B} \int_x^\infty y^{-2} \exp(-y) dy = \frac{E}{x k_B} E_2(x). \quad (15)$$

Dabei wurde  $x := \frac{E}{k_B T}$  und  $k_B T_0 \ll E$  in der Form  $\frac{E}{k_B T_0} \approx \infty$  benutzt. Diese Näherung ist durchaus sinnvoll, da  $E$  in der Größenordnung  $E = 20 k_B T_m$  liegt [Fur03].  $E_2(x)$  steht für die zweite Exponential-Integral-Funktion

$$E_2(x) = \exp(-x) \alpha(x) \quad \text{mit} \quad \alpha(x) = \left(1 - \frac{a_0 + a_1 x + a_2 x^2 + a_3 x^3 + x^4}{b_0 + b_1 x + b_2 x^2 + b_3 x^3 + x^4}\right). \quad (16)$$

Die Konstanten  $a_i$  und  $b_i$  sind in Tabelle 2 aufgeführt.

$a_0$	$a_1$	$a_2$	$a_3$
0,2677737343	8,6347608925	18,0590169730	8,5733287401
$b_0$	$b_1$	$b_2$	$b_3$
3,9584969228	21,0996530827	25,6329561486	9,5733223454

Tabelle 2: Konstanten der zweiten Exponential-Integral-Funktion, nach [Abr72].

Mit dieser Näherung gilt dann laut [Puch06] für die Intensitätsverteilung eines Thermolumineszenzpeaks:

$$I(T) = I_m \exp\left(\frac{E}{k_B T_m} \left(1 + \alpha\left(\frac{E}{k_B T_m}\right) - \frac{T}{T_m} \exp\left(\frac{E}{k_B T_m} - \frac{E}{k_B T}\right) \alpha\left(\frac{E}{k_B T}\right)\right) - \frac{E}{k_B T}\right). \quad (17)$$

Das hier zur Auswertung von Glühkurven benutzte Programm GlowFit nutzt die in Gleichung 17 angegebene Form um einzelne Peaks anhand der Parameter  $E$ ,  $T_m$  und  $I_m$  zu fitten. Dazu benutzt GlowFit das Levenberg-Marquardt Verfahren [Puch06]. Aufgrund der Korrelation der Parameter  $E$  und  $T_m$  kann es dabei zu mehreren Minima in der quadratischen Abweichung  $\chi^2$  kommen, was zur Folge hat, dass der Fit eine starke Abhängigkeit von den Startwerten der Parameter hat. Bei einer ungünstigen Wahl der Startparameter kann es dazu kommen, dass das nächste Minimum in  $\chi^2$ , welches dann vom Algorithmus angestrebt wird, unphysikalische

Werte für die Parameter hat. Um das zu verhindern werden bei jedem Fit mit GlowFit die Startparameter für  $I_m$  und  $T_m$  nach „Augenmaß“ vorgegeben.



### 3 Experimenteller Aufbau

Der verwendete experimentelle Aufbau wurde von Stefan Korsten im Rahmen seiner Diplomarbeit [Kor10] aufgebaut. Danach wurde er in einigen Arbeiten [Neu10, Hue11, Neu13] erprobt und optimiert. Zweck des Aufbaues ist der Praktikumsbetrieb, in dem die Praktikanten Dosimetrie anhand von Thermolumineszenz kennenlernen. Im folgenden Kapitel wird die zur Bestrahlung der Kristalle verwendete Quelle mitsamt des verwendeten Bestrahlungsapparats, der unveränderte Messaufbau und das zum Messstand gehörige Messprogramm, wie es vor dieser Arbeit verwendet wurde, beschrieben.

#### 3.1 Der Bestrahlungsapparat

Zur Bestrahlung der TLD-Kristalle für die Dosismessungen wird eine  $^{60}\text{Co}$ -Stabquelle verwendet. Die im Folgenden angegebenen Zahlenwerte zum Zerfall von  $^{60}\text{Co}$  entstammen alle der Referenz [Bé06]. Das Zerfallsschema von  $^{60}\text{Co}$  ist in Abbildung 4 dargestellt.  $^{60}\text{Co}$  zerfällt durch  $\beta^-$ -Zerfall zu 99,88% in den dritten angeregten Zustand von  $^{60}\text{Ni}$ . Dieser angeregte Zustand befindet sich etwa 2,506 MeV über dem Grundzustand. Der Übergang in den Grundzustand erfolgt zumeist (99,73%) über den ersten angeregten Zustand, der etwa 1,33 MeV oberhalb des Grundzustandes liegt. Deswegen werden beim Übergang in den Grundzustand jeweils ein Photon der Energie 1,17 MeV und ein Photon der Energie 1,33 MeV ausgesendet. Die Aktivität der verwendeten Quelle betrug zur Messzeit  $(4,11 \pm 0,82)$  MBq. Dieser Wert wurde aus der Aktivität von 158 MBq vom 19.09.1986 [Kor10] und der Halbwertszeit von  $^{60}\text{Co}$   $t_{1/2} = 5,2710(8)$  a berechnet. Für die

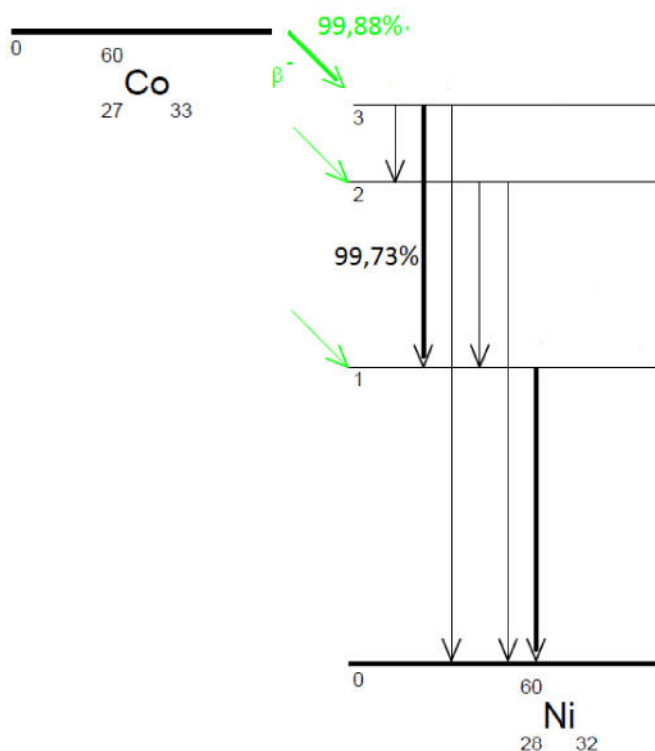


Abbildung 4: Zerfallsschema von  $^{60}\text{Co}$ , die grünen Pfeile zeigen die verschiedenen möglichen  $\beta^-$ -Zerfälle und die grüne Zahl gibt die Wahrscheinlichkeit für den gezeigten Zerfall an. Die schwarzen Pfeile zeigen die verschiedenen Möglichkeiten für den Übergang in den Grundzustand und die schwarze Zahl gibt die Wahrscheinlichkeit für den gezeigten Übergang an. Basierend auf [Bé06].



Ungenauigkeit der Aktivität wurden die Unsicherheit der Anfangsaktivität von 20% [Kho13] und ein Messzeitraum von zwei Monaten berücksichtigt.

Die  $^{60}\text{Co}$ -Stabquelle befindet sich zur Bestrahlung der Kristalle in einem Bestrahlungsapparat. Dieser ist in Abbildung 5 dargestellt. In der Mitte des Bestrahlungsapparats befindet sich die Quelle. Um die Quelle herum sind in den Abständen 15 mm (A), 30 mm (B) und 50 mm (C) Bohrungen. In diese können Plastikröhrchen mit zu bestrahlenden Kristallen geschoben werden. Die Plastikröhrchen sind in der Abbildung ganz rechts abgebildet.

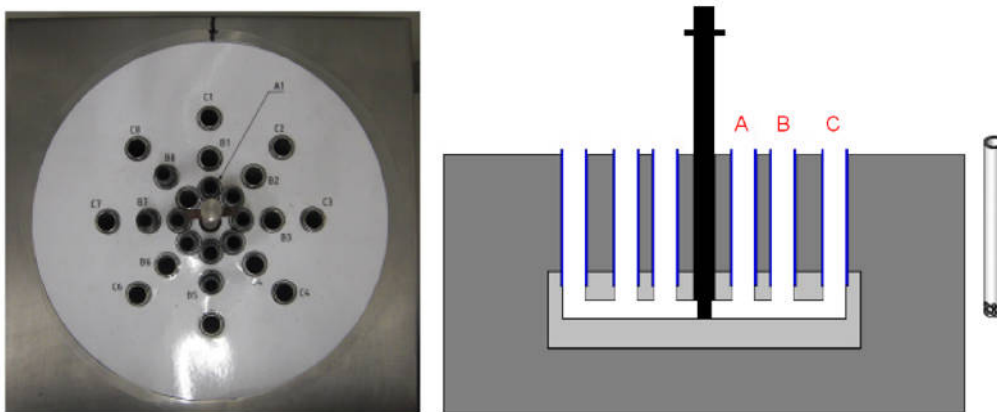


Abbildung 5: Bestrahlungsapparat für die  $^{60}\text{Co}$ -Stabquelle. Links: Draufsicht auf den Apparat. Um die Stabquelle in der Mitte befinden sich in drei unterschiedlichen Abständen jeweils 8 Bohrungen für Probenröhrchen. Rechts: Querschnitt mit Plastikröhrchen für die Kristalle. Das helle Material ist Kunststoff, das die beim  $\beta$ -Zerfall entstehenden Elektronen abschirmt, und das dunkle Material ist Blei, das zur Abschirmung der  $\gamma$ -Strahlung verwendet wird [Kor10].

### 3.2 Der Messstand

Nach der Bestrahlung der Kristalle werden diese im Messstand ausgelesen. Sie müssen also erhitzt werden, während die emittierte Lichtintensität gemessen wird. Abbildung 6 zeigt ein Photo des verwendeten Messstandes. Um bei der Messung Störungen durch Streuung von Thermolumineszenzphotonen an Gasmolekülen zu minimieren wird die Messkammer durch eine Vor- und eine Turbomolekularpumpe bis zu einem Druck von etwa  $10^{-5}$  mbar evakuiert. Da Licht im sichtbaren Bereich gemessen werden soll, ist die Messkammer außerdem lichtdicht verschlossen. Zur Verdeutlichung des Messaufbaus zeigt Abbildung 7 die schematische Skizze des Aufbaus.

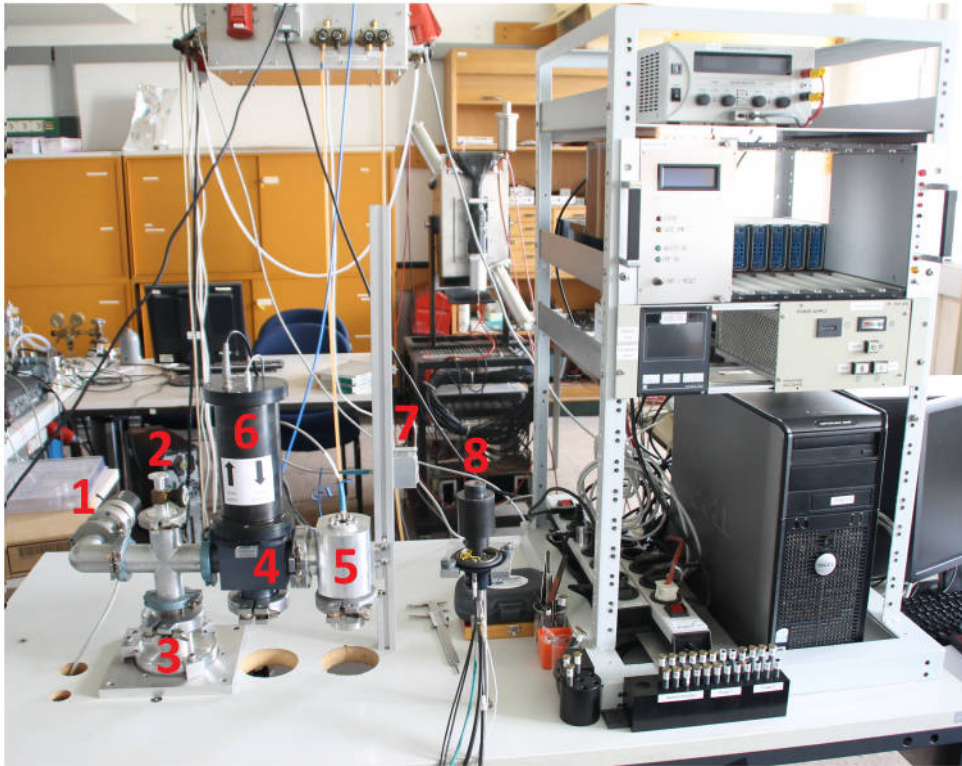


Abbildung 6: Photo des Messstandes: Rechts im Bild ist die Anzeige- und Steuerelektronik sowie der Laborcomputer zu sehen. Links befindet sich der Messaufbau mit Vakuummessgerät (1), Druckluftventil (2), Anschluss der Vakuumpumpen (3), zwei Messkammern (4) und (5), Photomultiplier (6), Spektrometer (7) und dem Probenkopf (8).

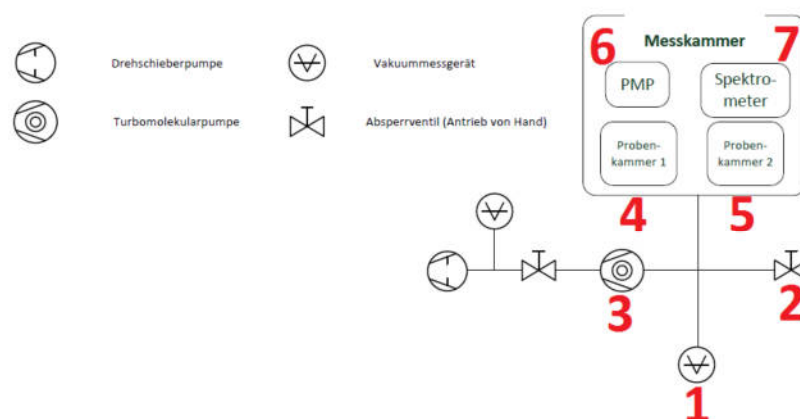


Abbildung 7: Schematische Skizze des Messstandes, links befindet sich das zweistufige Pumpensystem, unten das Vakuummessgerät der Probenkammer, rechts das Druckluftventil und oben die zweigeteilte Messkammer. Die Nummerierung stimmt mit Abbildung 6 überein.

## Die Messkammer

Die Messkammer weist 4 Öffnungen auf und ist komplett aus Aluminium gefertigt. Abbildung 8 zeigt einen Schnitt durch die Messkammer. An der Öffnung 1 sind die beiden Vakuumpumpen und ein Vakuummessgerät angeschlossen. Bei dem Vakuummessgerät handelt es sich um ein *PENNINGVAC PTR 90*. Dieses Vakuummessgerät ionisiert Gasmoleküle, misst dann den Ladungsstrom und schließt daraus auf den Druck. Es ist, wie in Abbildung 6 zu sehen, um 90° gedreht angebracht, da bei der Druckmessung Photonen entstehen, die die eigentliche Messung nicht beeinflussen sollen. Durch die Öffnung 2 kann der Probenkopf in die Messkammer eingeführt werden. An der Öffnung 3 wurde von M. Neumann eine weitere parallele Messkammer hinzugefügt[Neu13]. An der Öffnung 4 ist der Photomultiplier (kurz PMP) angebracht. Zwischen Messkammer und PMP befinden sich ein Fenster mit eingebautem Infrarotfilter, um Wärmestrahlung abzuschirmen, und ein Shutter, der den Eingang des PMP zwischen den Messungen verschließen kann. Der verwendete Photomultiplier ist ein *MP1993 Channel Photomultiplier* der Firma PerkinElmer. Im Detektor wird der photoelektrische Effekt genutzt um einzelne Photonen nachzuweisen. Eintreffende Photonen schlagen Elektronen aus einer Photokatode. Diese Elektronen werden von einer Hochspannung kaskadenartig beschleunigt, wobei sie immer wieder auf Zwischenanoden treffen und dort weitere Elektronen aus dem Anodenmaterial schlagen. So wird durch ein einzelnes Photon ein Elektronenschauer ausgelöst, der als Spannungspuls gemessen wird. Der Photomultiplier ist über einen Mikrocontroller (kurz MC) des Typs *PIC16F874* und ein Multifunktions-Datenerfassungsmodul des Typs *NI-USB 6009* mit dem Laborcomputer verbunden. An der zweiten Messkammer ist ein Spektrometer angebracht. Es handelt sich um ein *USB2000+(ES)-Spektrometer* der Firma OceanOptics. Im Spektrometer wird das einfallende Licht mittels Beugung in seine spektralen Bestandteile getrennt und trifft dann auf einen CCD-Array mit 2048-Elementen,

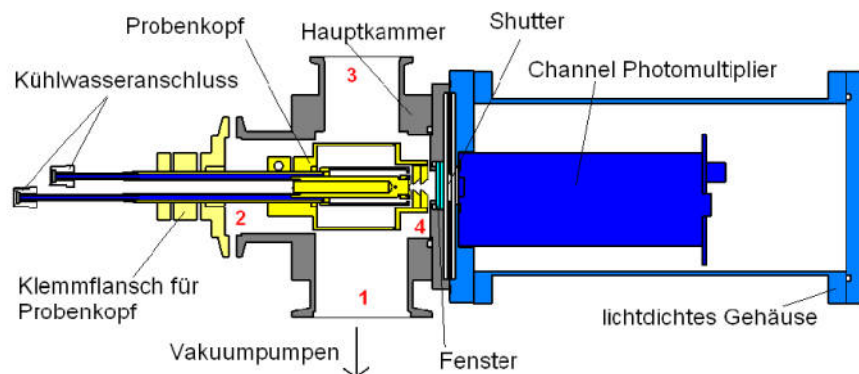


Abbildung 8: Schnitt durch die Messkammer bei eingesetztem Probenkopf (aus [Kor10]).



in dem die Photonen detektiert werden. Das Spektrometer ist über ein USB-Kabel direkt mit dem Laborcomputer verbunden. Genauere Beschreibungen sind, für den Grundaufbau, in [Kor10] und für das Spektrometer in [Neu13] zu finden.

### Der Probenkopf

Der Probenkopf dient zum Erhitzen und Halten der Proben. Er kann zum Wechseln der Probe aus der Messkammer entfernt werden. Abbildung 9 zeigt einen Querschnitt durch den Probenkopf. Die Heizpatrone (rot) ist von einem Kupferblock (orange) umgeben. Auf dem Kupferblock liegt der auszulesende Kristall (hellgrün) und wird vom Probendeckel festgehalten. Der Probendeckel wurde im Rahmen einer vorangegangenen Bachelorarbeit um eine Bronzefeder erweitert [Neu10]. Diese drückt den Kristall auf den Kupferblock, um einen guten thermischen Kontakt zu gewährleisten, ist dabei jedoch weich genug um den Kristall vor mechanischer Zerstörung zu bewahren. Der Temperaturfühler (dunkelgrün) befindet sich seitlich an dem Kupferblock und wird dort von einer Kupferschelle gehalten. Bei dem Temperaturfühler handelt es sich um einen *PT100*. Die ganze Heizvorrichtung ist von zwei Kühlabschirmungen (hellblau) umgeben. Die äußere Abschirmung wird mit einem Deckel mit zwei Blenden (türkis) geschlossen. Am untern Teil der Heizpatrone ist die Kühlvorrichtung angebracht. Sie besteht aus einer Wasserkühlung (dunkelblau), die dauerhaft aktiv ist, und einer Druckluftkühlung (schwarz), die zum Abkühlen des Probenkopfes nach einer Messung benutzt wird.

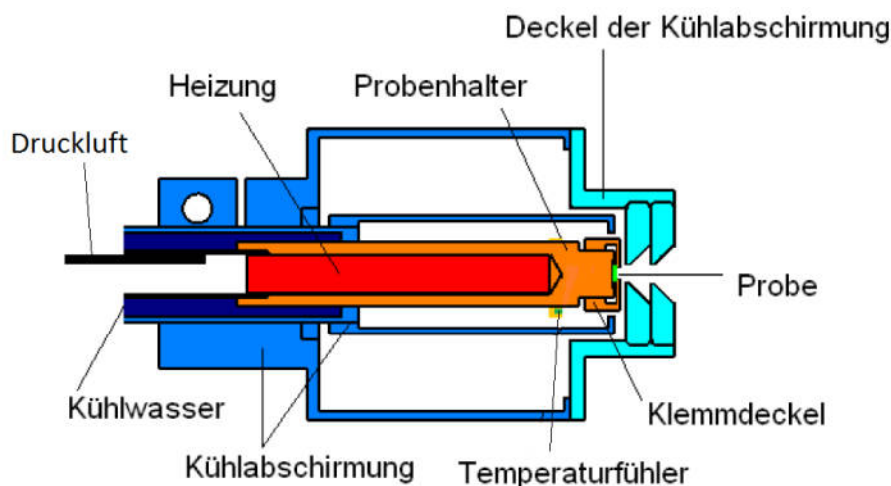


Abbildung 9: Querschnitt durch den Probenkopf, bestehend aus Druckluftkühlung (schwarz), Wasserkühlung (dunkelblau), innerer und äußerer Kühlabschirmung (hellblau), Heizpatrone (rot), Probenhalter aus Kupfer (orange), Temperaturfühler (dunkelgrün), Probe (hellgrün) und Deckel des Probenkopfes (türkis), nach [Kor10].

### 3.3 Das Messprogramm

Der komplette Messvorgang wird von einem Laborcomputer aus zentral gesteuert. Dazu wird ein Messprogramm verwendet, das genau wie der Messstand von Stefan Korsten im Rahmen seiner Diplomarbeit in der Programmiersprache LabVIEW entworfen wurde [Kor10]. Bei LabVIEW handelt es sich um eine graphische Programmierumgebung von National Instruments. Operatoren werden durch Symbole dargestellt und durch Linien, die sozusagen Variablen darstellen, verbunden. Jedes LabVIEW Programm besteht aus zwei Elementen: Das Frontpanel enthält die Benutzerschnittstellen und das Blockdiagramm den graphischen Quellcode. Abbildung 10 zeigt das Frontpanel des ursprünglichen Messprogramms. Das Statusfenster (ganz oben) zeigt den Stand der Messung an und gibt Anweisungen zum weiteren Vorgehen. Die kleineren Anzeigen um das Statusfenster herum geben verschiedene Daten an, wie z.B. Maximaltemperatur, aktuelle Temperatur, Abweichung von der angestrebten Temperatur, Heizleistung oder momentane Heizrate. Die Maximaltemperatur muss hier vor jeder Messung manuell vorgegeben werden. Der rechte Graph zeigt sowohl die tatsächliche als auch die optimale Heizkurve. Bei der optimalen Heizkurve handelt es sich um eine Gerade mit der Steigung  $0,5 \frac{\text{K}}{\text{s}}$ . Der Achsenabschnitt wird je nach Starttemperatur angepasst. Der linke Graph zeigt die vorläufige Glühkurve. Die Anzahl der im PMP gemessenen Ereignisse wird gegen die Temperatur aufgetragen.

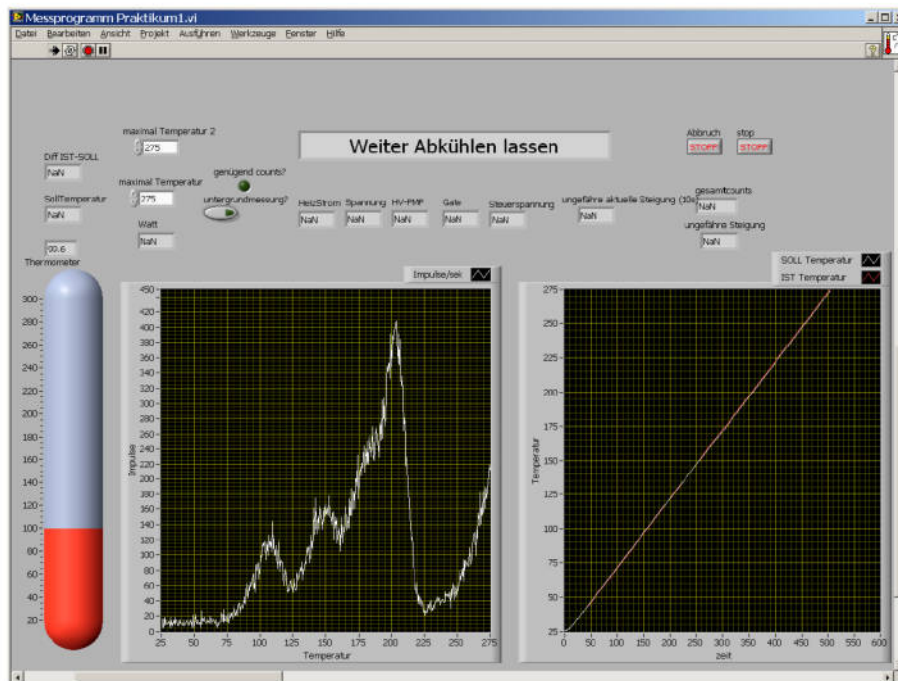


Abbildung 10: Frontpanel des ursprünglichen Messprogramms, der obere Bereich zeigt die wichtigsten Daten der aktuellen Messung und der untere Bereich zeigt die Messwerte (links) und die Heizkurve (rechts) [Neu13].

Das Blockdiagramm des Programms ist in mehrere aufeinander folgende Segmente gegliedert. Erst wenn ein Segment vollständig abgeschlossen ist wird das nächste ausgeführt. Sobald das Messprogramm gestartet wird erscheint ein Fenster, in dem die Kristall-ID sowie ein Kommentar zur Messung eingegeben werden können. Diese Daten werden weitergereicht und beim Speichern der Messdaten wieder verwendet. In den nächsten Segmenten werden Startwerte für alle Ausgangsparameter vorgegeben, alle Anzeigen auf ihre jeweiligen Startwerte gesetzt, die Aktivität der beteiligten Hardware überprüft und die aktuelle Temperatur des Probenkopfes gemessen. Sobald die Temperatur unterhalb von 30°C ist, wird über ein erscheinendes Fenster die Anweisung gegeben die Druckluftkühlung abzuschalten und den Shutter zu öffnen. Sobald dies vom Nutzer bestätigt wurde, zeigt das Statusfenster an, dass der Startknopf des MC gedrückt werden soll. Sobald dies geschehen ist beginnt der eigentliche Messvorgang. Dabei arbeitet das Programm in einer Eine-Sekunden Taktung, d.h. es wird eine Schleife durchlaufen, bei der jeder Durchlauf genau eine Sekunde dauert. Während jedem Durchgang wird die Messzeit, die aktuelle Temperatur und die Anzahl der im PMP gemessenen Ereignisse in einer zweidimensionalen Variable gespeichert. Gleichzeitig werden die Messwerte in den Graphen und die kleineren Anzeigen aktualisiert. Abhängig von der Abweichung der tatsächlichen Temperatur von der optimalen Heizkurve wird die Heizleistung angepasst. Sobald die Maximaltemperatur erreicht ist endet die Messschleife und die Messdaten werden gespeichert. Dabei wird aus den ganz am Anfang eingegeben Daten ein Dateikopf und der Dateipfad erstellt. Nach dem Speichern der Messdaten beginnt eine dreiminütige Annealing-Phase. Während dieser Phase wird weder geheizt noch aktiv gekühlt. Der Kristall soll einige Zeit bei einer hohen Temperatur gehalten werden, damit möglichst sämtliche Elektronenfallen geleert werden und die nächste Messung mit dem Kristall nicht verfälscht wird. Sobald die Annealing-Phase abgeschlossen ist, fordert das Programm über das Statusfenster dazu auf die Druckluftkühlung einzuschalten. Erreicht die Temperatur 40°C, so beginnt die Untergrundmessung nach dem gleichen Verfahren wie die Hauptmessung. Einzig die Annealing-Phase fehlt. Durch die Untergrundmessung soll sowohl das elektrische Rauschen des Messgeräts, als auch die Wärmestrahlung von dem Thermolumineszenzlicht getrennt werden. Nach dem Speichern der Untergrunddaten wird erneut zum Einschalten der Druckluftkühlung aufgefordert und das Programm beendet sich sobald eine Temperatur unterhalb von 32°C erreicht ist. Eine genauere Beschreibung der einzelnen Bestandteile des Messprogramms kann in [Kor10] nachgelesen werden.

### 3.4 Methode zur Auswertung von Glühkurven

Bei der Auswertung von Glühkurven sollen zwei Ziele erreicht werden. Es soll der Glühkurven-Fit, bestehend aus einer Summe von Thermolumineszenzpeaks nach Formel 17, erstellt und



das Integral über die einzelnen Thermolumineszenzpeaks und über den gesamten Glühkurven-Fit bestimmt werden. Als erstes werden die Messdaten vom Untergrund bereinigt. Dazu wird an die Untergrundmessung eine Exponentialfunktion der Form  $u(x) = a + b \exp(x/c)$  angefitet. Im Rahmen dieser Arbeit wird der Untergrund-Fit mit dem Programm GnuPlot, das den Levenberg-Marquardt-Algorithmus verwendet, durchgeführt. Die erhaltenen Untergrund-Parameter  $a$ ,  $b$ , und  $c$  werden dann in GlowFit eingegeben. Die Kombination aus GnuPlot und GlowFit wird verwendet, da das Fitten der komplexen Glühkurven und das Integrieren der Glühkurven mit GlowFit wesentlich einfacher ist als mit GnuPlot. GlowFit kann jedoch weder den Untergrund fitten, noch den Fit speichern. Dafür wird GnuPlot verwendet. Abbildung 11 zeigt die Benutzeroberfläche von GlowFit. Die Parameter für den Untergrund können unten links eingegeben und fixiert werden. Nach „Augenmaß“ wird die Anzahl der Thermolumineszenzpeaks bestimmt und deren Startparameter für  $I_m$  und  $T_m$  vorgegeben. Dann führt GlowFit den Fit der Glühkurve durch. Im Anzeigebereich auf der rechten Seite werden die Fits der einzelnen Peaks, des Untergrunds und des Gesamtfits eingezeichnet. Oberhalb der Anzeige werden die Integrale der einzelnen Peaks, der Untergrund und des Gesamtfits angezeigt. Auf der linken Seite werden die Fitparameter der einzelnen Peaks aufgelistet. Um die Integrale zu erhalten, müssen die von GlowFit angegebenen Integralwerte noch umgerechnet werden. Die aufgenommenen Messdaten entsprechen  $I(t)$  und nicht wie in GlowFit angezeigt  $I(T)$ . Für die Umrechnung wird als erstes die Heizkurve gefittet. Es wird mit GnuPlot ein linearer Fit der Form  $h(x) = mx + b$  an die aufgenommene Heizkurve  $T(t)$  gefittet. Es gilt also

$$\begin{aligned} T(t) &= mt + b \\ \text{und } \frac{dT(t)}{dt} &= m. \end{aligned}$$

Die Umrechnung erfolgt dann über

$$\frac{dI(T)}{dT} = \frac{dI(t)}{dt} \frac{dt}{dT} = \frac{dI(t)}{dt} \frac{1}{m}. \quad (18)$$

Effektiv müssen also die von GlowFit angegebenen Integralwerte noch mit dem Kehrwert der Heizrate multipliziert werden. Die Ungenauigkeit der Integrale wird über die Gauß'sche Fehlerfortpflanzung bestimmt:

$$\Delta I(T) = \sqrt{\left(\frac{\sqrt{I(t)}}{m}\right)^2 + \left(\frac{I(t)}{m} \Delta m\right)^2}.$$

Für den Fit der Glühkurve wird erneut auf GnuPlot zurückgegriffen. Es wird eine Fit-Funktion als Summe der einzelnen Peaks erstellt und als Startwerte für den Glühkurven-Fit werden die Fit-Parameter aus GlowFit übernommen. Dabei werden die Intensitäten  $I_{m,i}$  durch Multiplizieren mit dem Kehrwert der Heizrate angepasst. Der Fit mit GnuPlot erfolgt nur über die Parameter  $I_{m,i}$  und  $E_i$ . Die Position der einzelnen Peaks  $T_{m,i}$  und die Untergrundparameter  $a$ ,  $b$  und  $c$  werden fixiert. Eine Kurzanleitung zur Auswertung von Glühkurven mittels GlowFit ist im Anhang A.1 zu finden.

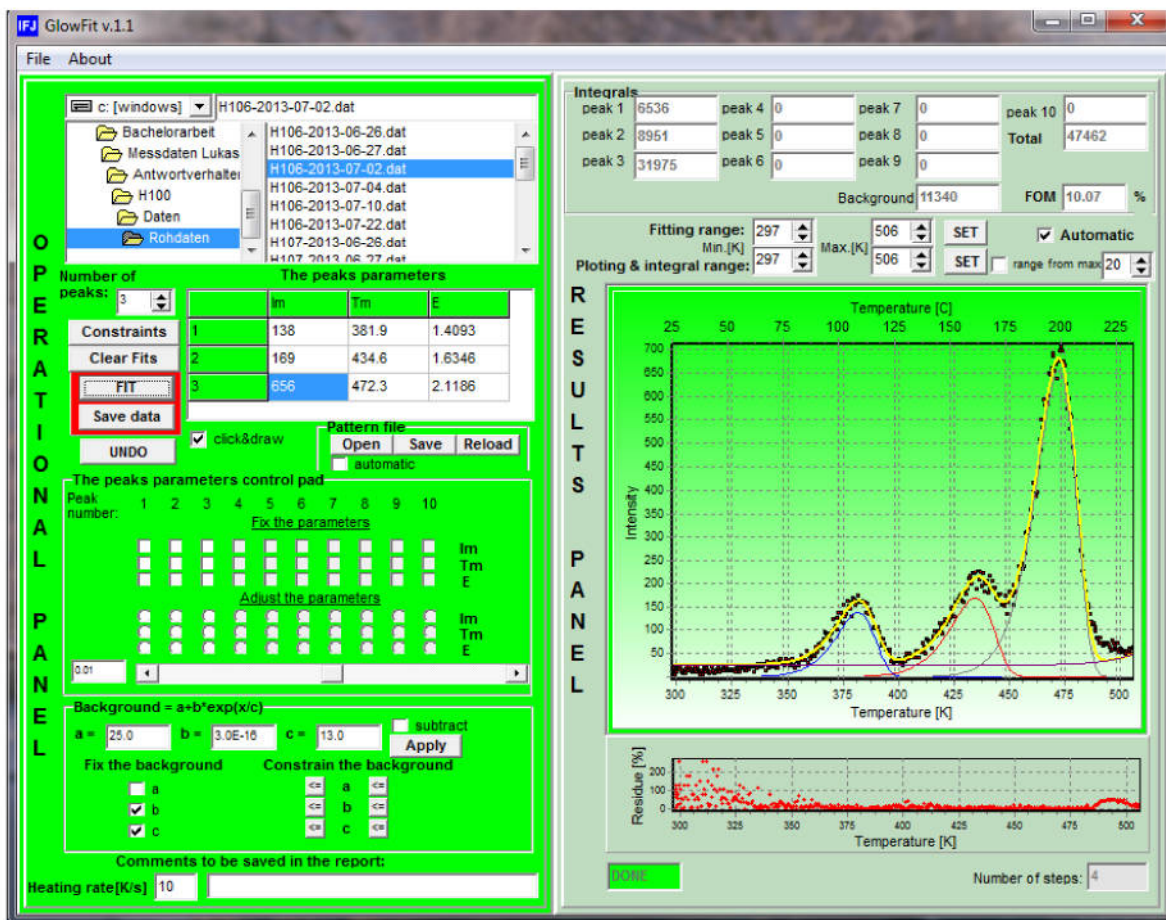


Abbildung 11: Benutzeroberfläche von GlowFit, die rechte Seite zeigt die Resultate an und die linke Seite dient zur Eingabe. Oben links wird die auszuwertende Datei ausgewählt, unten links können die Untergrund-Parameter eingegeben und in der Mitte links können Einzelheiten zum Fit eingestellt werden.



## 4 Automatisierung des Messvorgangs

Im Rahmen einer Masterarbeit [Neu13] wurde der Messaufbau um eine zweite Messkammer und ein Spektrometer erweitert. Dies soll sowohl Informationen über die an der Thermolumineszenz beteiligten Rekombinationszentren liefern, als auch die Auswertung für die Dosimetrie verbessern. Durch Auswerten einer Glühkurve in einem bestimmten Wellenlängenbereich kann z.B. eine Untergrunderhöhung durch Wärmestrahlung komplett umgangen werden. Allerdings wurde zum Betrieb des Spektrometers bisher die vom Hersteller Ocean-Optics mitgelieferte Software SpectraSuite benutzt. Bei einer Spektrumsmessung musste also das normale LabVIEW Messprogramm laufen um die Heizpatrone zu steuern und die Heizkurve aufzunehmen und es musste zusätzlich SpectraSuite zur Steuerung des Spektrometers aktiv sein. Da die Heizkurve zur Auswertung der Messdaten erforderlich ist, mussten beide Programme möglichst zeitgleich gestartet werden. Um für den Praktikumsbetrieb eine benutzerfreundlichere Software zu haben, wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit das LabVIEW Programm aus Abschnitt 3.3 so erweitert, dass es in der Lage ist sowohl Glühkurven als auch Spektren von TLD-Kristallen aufzunehmen. Im folgenden Kapitel sind die Erweiterungen des Messprogramms beschrieben und einige damit aufgenommene Messungen von Spektren dargestellt.

### 4.1 Das neue Messprogramm

Das Frontpanel des neuen Messprogramms (s. Abbildung 12) unterscheidet sich im wesentlichen durch einen zusätzlichen Anzeigegraphen, der die Messwerte des Spektrometers darstellt, von dem des alten Messprogramms (s. Abbildung 10). Das Statusfenster und die kleineren Anzeigen sind weitgehend unverändert geblieben. Die Maximaltemperatur muss allerdings nicht mehr manuell eingestellt werden, sondern wird nur noch angezeigt. Hinzugekommen sind auch noch Anzeigefenster für die eingegebene Kristall-ID und den Kommentar zur Messung, sowie ein Eingabefeld für die effektive Integrationszeit des Spektrometers. Die Integrationszeit gibt an wie lange das Spektrometer Daten für einen Messwert aufnimmt.

Das Blockdiagramm wurde in seiner grundlegenden Struktur nicht verändert und ist somit immernoch in aufeinander folgende Segmente gegliedert. Im ersten Segment wird im neuen Messprogramm zuerst nach dem verwendeten Messgerät gefragt. Es erscheint ein Fenster mit der entsprechenden Frage und zwei Knöpfen mit den Beschriftungen „PMP“ und „Spektrometer“. Nach dieser Abfrage folgt das Eingabefenster für die Kristall-ID und einen Kommentar zur Messung. Diese werden dann sofort auf dem Frontpanel in den entsprechenden Fenstern angezeigt. Hinzu kommt, dass das neue Messprogramm direkt die korrekte Maximaltemperatur für den verwendeten Kristall auswählt. Der Messaufbau ermöglicht eine Messung bis zu



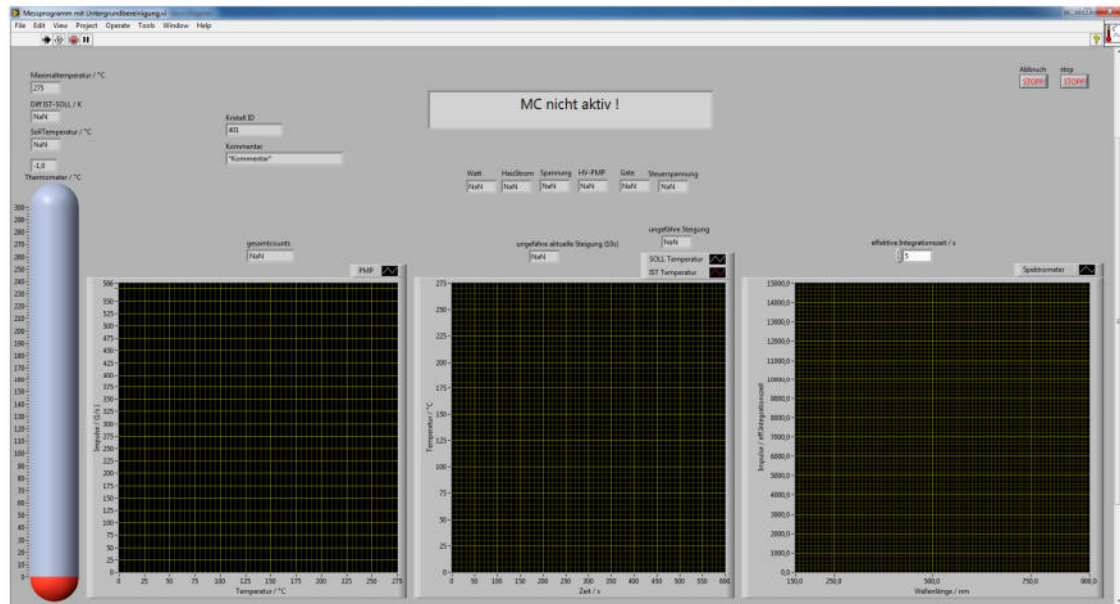


Abbildung 12: Frontpanel des neuen Messprogramms, mit einem zusätzlichen Anzeigegraphen für die Messwerte des Spektrometers.

einer Maximaltemperatur von 275 °C. Diese Temperatur wird als Maximaltemperatur ausgewählt solange kein „h“ oder „H“ in der Kristall-ID vorkommt. Kommt jedoch mindestens ein „h“ oder „H“ in der Kristall-ID vor, so wird die Maximaltemperatur auf 233 °C gesetzt. Einzig TLD-100H Kristalle haben ein „h“ oder „H“ in der Kristall-ID und ihnen soll so eine niedrigere Maximaltemperatur zugeordnet werden. Das muss geschehen, weil TLD-100H Kristalle bei Temperaturen oberhalb von 240 °C ihre Eigenschaften verändern und danach nicht mehr für Thermolumineszenz geeignet sind[Lüp06]. Die weiteren Segmente des Programms bis zur Messschleife wurden nicht verändert.

Innerhalb der Messschleife wurde ein neuer Abschnitt hinzugefügt: Die alte Messschleife läuft davon unbeeinflusst genau wie im alten Messprogramm ab. Wurde das Spektrometer jedoch als Messgerät ausgewählt wird der neue Abschnitt zusätzlich aktiviert. Er ist dafür zuständig die Messwerte des Spektrometers aufzunehmen, anzuzeigen und als zweidimensionale Variable nach Abschluss der Messung an das Speicher-Segment weiterzureichen. Dazu werden vorgefertigte SubVIs<sup>2</sup>, die von OceanOptics zusammen mit dem Spektrometer geliefert wurden, benutzt. Diese SubVIs dienen zur Kommunikation mit dem Spektrometer. In jedem Durchlauf der Messschleife werden die Anzahlen der registrierten Photonen in den einzelnen Kanälen des Spektrometers abgerufen. Da jeder Durchlauf der Messschleife genau eine Sekunde dauert, kann das Spektrometer auch nur mit einer Integrationszeit von maximal einer Sekunde betrieben werden. Die Messwerte werden zusammen mit dem jeweiligen Zeitpunkt der Messung

<sup>2</sup>SubVIs sind Unterprogramme in LabVIEW



in eine zweidimensionale Variable geschrieben und weitergereicht. Zur Anzeige der Messwerte werden diese jedoch zunächst zusammengefasst. Denn bei einer Integrationszeit von nur einer Sekunde heben sich selbst ausgeprägte Peaks im Spektrum kaum vom Untergrund ab. Dafür wird das Eingabefeld für die effektive Integrationszeit benutzt. Die eingegebene Zahl wird gerundet und es werden dann jeweils so viele Eine-Sekunden-Messungen zusammenaddiert, bis die effektive Integrationszeit erreicht ist. Diese zusammenaddierten Messwerte werden dann im Graphen angezeigt bis wieder genügend Eine-Sekunden-Messungen gemacht wurden, um die Messwerte erneut zu einer Messung der eingegebenen effektiven Integrationszeit addieren zu können. Beim Speichern der Messdaten wurde ebenfalls ein neuer Abschnitt hinzugefügt. Dieser speichert, wenn der PMP ausgewählt wurde, in der ersten Spalte die Temperatur und in der zweiten Spalte die zugehörige Anzahl von Ereignissen im PMP mit der Dateiendung „.dat“. Dieses Format wird für die Auswertung mit GlowFit benötigt und wurde deswegen hinzugefügt. Wurde jedoch das Spektrometer ausgewählt, werden in dem neuen Speicherabschnitt die Daten des Spektrometers gespeichert. Es wird sowohl das tatsächlich gemessene Spektrum mit der Integrationszeit von einer Sekunde, als auch das Spektrum mit der eingegebenen effektiven Integrationszeit gespeichert. Die Zeiten, die den zusammengefassten Messwerten zugeordnet werden, entsprechen dem Mittelwert der Zeiten der addierten Einzelmessungen. Die Dateinamen setzt sich aus „Kristall-ID“-„Jahr“-„Monat“-„Tag“-Spek.txt zusammen und wird für das zusammengefasste Spektrum um „-kurz“ vor der Dateiendung ergänzt. Die unveränderten Messwerte werden nicht nur im Ordner „Messwerte“, sondern auch noch im Ordner „TLD\_Backup“ gespeichert. Die Zwischensegmente bis zur Untergrundmessung wurden nicht verändert.

Die gesamte Untergrundmessung wird jetzt je nach Auswahl des Messgeräts durchgeführt. Die Untergrundmessung des PMP wurde nur wenig verändert. Bei der Untergrundmessung mit dem PMP wird der Kristall im neuen Messprogramm im Gegensatz zur ursprünglichen Variante bei jeder Untergrundmessung erneut aufgeheizt. Zuvor konnte die Untergrundmessung bei einer genügend hohen Zählrate während des Abkühlvorgangs aufgenommen werden. Wird jedoch das Spektrometer gewählt, so ist ein Aufheizen des Kristalls für die Untergrundmessung nicht nötig, da das elektrische Rauschen der einzelnen Elemente des Spektrometers den Großteil des Untergrunds verursacht. Für die Untergrundmessung mit dem Spektrometer erscheint nach der Annealing-Phase ein Fenster, in dem gefragt wird wie viele Untergrundmessungen gemacht werden sollen. Es werden 100 und 300 Untergrundmessungen mit der Integrationszeit von je einer Sekunde angeboten. Bei einer Untergrundmessung von 300 mal eine Sekunde liegt die mittlere Standardabweichung pro Mittelwert der einzelnen 300 Messungen bei etwa 5%. Sobald eine Anzahl von Untergrundmessungen ausgewählt wurde, werden diese durchgeführt. Dabei werden die einzelnen Messungen auf dem gleichen Graphen wie die Messwerte zuvor angezeigt. Der Kristall kühlt während der Untergrundmessung weiter

ab, die Druckluftkühlung kann schon während der Untergrundmessung eingeschaltet werden. Aus dem Untergrunddatensatz wird ein Untergrundspektrum für die eingegebene effektive Integrationszeit erstellt. Dafür werden alle 100 oder 300 gemessenen Untergrunddatensätze gemittelt und mit der effektiven Integrationszeit multipliziert. Das so entstehende Untergrundspektrum wird zum Speichern an das nächste Programmsegment weitergereicht. Hier wird der gemessene Untergrund mit dem Dateinamenzusatz „-u“ gespeichert. Zusätzlich wurde an dieser Stelle ein weiterer Abschnitt, der parallel zum Speichern der Untergrunddaten abläuft, eingebaut. Dieser neue Abschnitt ist nur aktiv wenn das Spektrometer als Messgerät ausgewählt wurde und steht in der Programmversion, die im Praktikum benutzt wird nicht zur Verfügung. In ihm werden die Messdaten des Spektrometers direkt vom Untergrund bereinigt. Dazu wird das Untergrundspektrum von den Messdaten abgezogen. Dieser untergrundbereinigte Datensatz wird mit dem Dateinamenzusatz „-ub“ gespeichert. Zusätzlich werden die untergrundbereinigten Messdaten in dem neuen Abschnitt über alle Temperaturen addiert und als Spektrumssumme mit dem Dateinamenzusatz „-ubs“ gespeichert. Das Ende des Messprogramms wurde nicht verändert.

Eine Anleitung zur Versuchsdurchführung ist im Anhang A.2.

## 4.2 Der neue Bestrahlungsapparat

Wenn das Spektrum von TLD-Kristallen gemessen werden soll, müssen diese zuvor einer sehr hohen Strahlungs-dosis ausgesetzt worden sein. Die Aufspaltung des Thermolumineszenzlichts im Spektrometer lässt kleine Signale im elektrischen Rauschen der einzelnen Spektrometerkanäle verschwinden. Die Bestrahlung der Kristalle erfolgt zu diesem Zweck mit einer Ra-Be-Quelle. Diese Quelle hat eine Aktivität von  $(3,7 \pm 1,1)$  GBq [Kho13]. Das entspricht in etwa dem tausendfachen der  $^{60}\text{Co}$ -Quelle. Das in der Quelle enthaltene  $^{226}_{88}\text{Ra}$  und drei seiner Tochterkerne zerfallen durch  $\alpha$ -Zerfall[Bé06]. Die so entstehende  $\alpha$ -Strahlung kann von  $^9\text{Be}$ -Kernen eingefangen werden. Dadurch entstehen angeregte  $^{13}\text{C}$ -Kerne. Diese können sich entweder durch Emission von einem oder mehreren Photonen in den Grundzustand abregen oder zunächst ein Neutron emittieren und dann durch Photonenemission in den Grundzustand von  $^{12}\text{C}$  übergehen. Hochenergetische Photonen, von in der Quelle enthaltenen  $\gamma$ -Strahlern, können Prozesse mit den  $^9\text{Be}$ -Kernen induzieren, bei denen  $\alpha$ -, Neutronen- und  $\gamma$ -Strahlung entstehen. Die Quelle emittiert also sowohl Neutronen- als auch  $\gamma$ -Strahlung. Eine genauere Beschreibung der Ra-Be-Quelle kann [Car48] entnommen werden.

Um die Bestrahlung mit der Ra-Be-Quelle zu optimieren wurde durch unseren Techniker Herr Bonaventura ein weiterer Bestrahlungsapparat entworfen[Bon13]. Die Quelle befindet sich in einem etwa ein Kubikmeter großen Block aus Paraffin. In diesem Block befindet sich ein Bleibehältnis, in das die Quelle versenkt werden kann[Kho13]. Eine weitere Abschirmung

bietet eine Einfassung des Paraffinblocks mit Betonsteinen. Zur Bestrahlung kann die Quelle an einer Schnur aus diesem Bleibehältnis gehoben und vor eine Lücke in dem Paraffin-Block positioniert werden. Der entwickelte Bestrahlungs-Schlitten kann, mit Kristallen bestückt, in diese Lücke geschoben und so nahe an die Quelle herangebracht werden. In Abbildung 13 ist ein Photo des Bestrahlungs-Schlitten und der Halterung für die Kristalle in ihren Plastikröhrchen zu sehen. Die Bohrungen für die Plastikröhrchen in der Halterung sind leicht nach unten geneigt, damit die Kristalle bei jeder Bestrahlung in der gleichen Entfernung zur Quelle liegen. Die seitlichen Bohrungen sind zusätzlich etwas zur Mitte hin geneigt, damit auch die seitlichen Kristalle möglichst nah vor die Quelle gelangen. Aus diesen Anforderungen wurde von Daniel Bonaventura der genaue Entwurf entwickelt und umgesetzt.

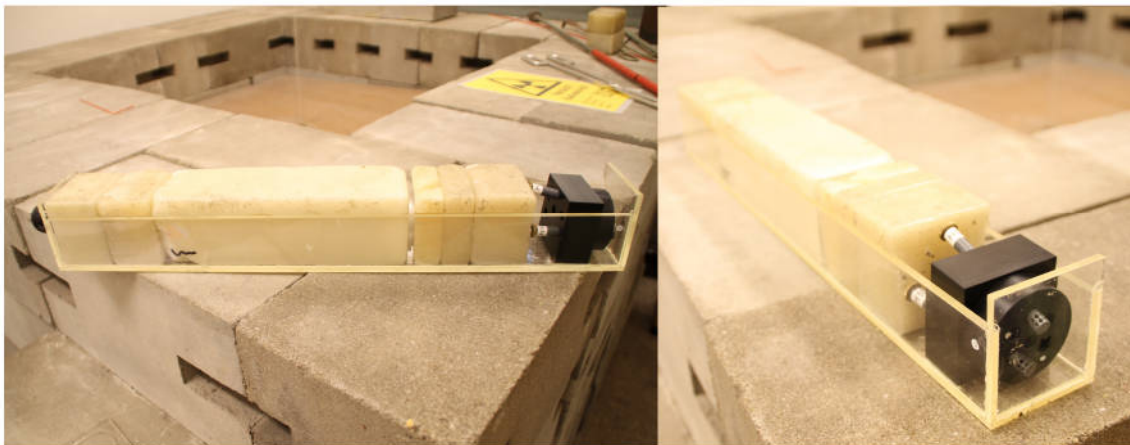


Abbildung 13: Der neue Bestrahlungsapparat, bestehend aus einem durch Seitenwände verstärkten und mit Paraffin gefüllten Schlitten und dem herausnehmbaren Halterungsblock für die zu bestrahlenden Kristalle, im Hintergrund ist die Abschirmung der Ra-Be-Quelle zu sehen.

### 4.3 Gemessene Spektren verschiedener Kristalle

Da am verwendeten Messaufbau zuvor nur einige Spektren von TLD-200 Kristallen aufgenommen wurden (s. [Neu13]) und der Praktikumsbetrieb mit dem Spektrometer optimiert werden soll, wurden mit dem überarbeiteten Messprogramm die Spektren von TLD-100H, TLD-200 und TLD-400 Kristallen aufgenommen. Diese wurden vor den Messungen jeweils 6-16 Tage in dem neuen Bestrahlungsapparat vor der Ra-Be-Quelle bestrahlt und bei einer konstanten Heizrate von  $0,5 \frac{\text{K}}{\text{s}}$  ausgelesen. Der Untergrund wurde jeweils 300 s lang gemessen und vom Messprogramm direkt von den Messwerten abgezogen.

Abbildung 14 zeigt das über alle Temperaturen aufsummierte Spektrum eines TLD-100H Kristalls. Neben zwei Peaks bei etwa 370 nm und 420 nm sind zwei Kanäle mit sehr vielen Ereignissen zu sehen. Diese beiden Kanäle (290 nm und 446 nm) wurden bei den Messungen



als stark schwankend identifiziert. Beide zeigen manchmal ein wesentlich stärkeres Rauschen als die anderen Kanäle. Allerdings ist dieser erhöhte Untergrund in den beiden Kanälen zeitlich nicht konstant, sondern variiert stark. Bei der gezeigten Messung scheinen beide Kanäle während der Hauptmessung einen höheren Untergrund gehabt zu haben als bei der Untergrundmessung. Während der Peak 1 bei 370 nm eher symmetrisch ist, weist Peak 2 (bei 420 nm) eine flache abfallende und eine steile ansteigende Flanke auf. In der abfallenden Flanke könnte sich ein weiterer kleinerer Peak befinden.

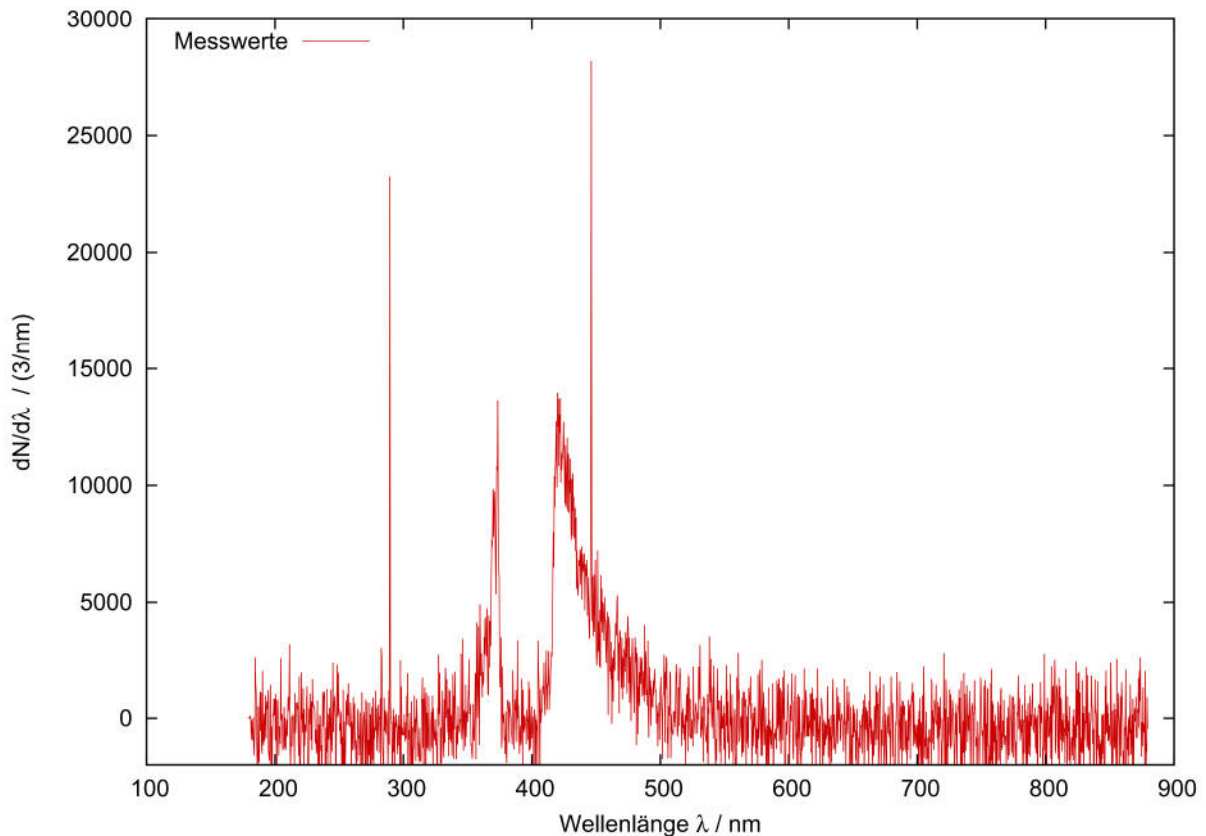


Abbildung 14: Summe des Spektrums über alle Temperaturen eines TLD-100H Kristalls nach 6 Tagen Bestrahlungszeit im neuen Bestrahlungsapparat vor der Ra-Be-Quelle.

Zur weiteren Auswertung wurden die Messwerte der beiden Peaks im Spektrum voneinander getrennt und die Glühkurve der jeweiligen Wellenlängenbereiche betrachtet. Es soll herausgefunden werden, ob jeder Thermolumineszenzpeak in der Glühkurve die gleiche spektrale Zusammensetzung hat. Abbildung 15 zeigt die Glühkurven in den Wellenlängenbereichen 300–400 nm und 400–500 nm, sowie die Gesamtglühkurve über den kompletten Spektralbereich. Da eine effektive Integrationszeit von 8 s verwendet wurde liegen entsprechend wenige Messpunkte vor. Um genauere Aussagen über die Unterschiede der Glühkurven der einzelnen Spektralbereiche treffen zu können, wurden diese auf den höchsten Peak bei etwa 473 K nor-

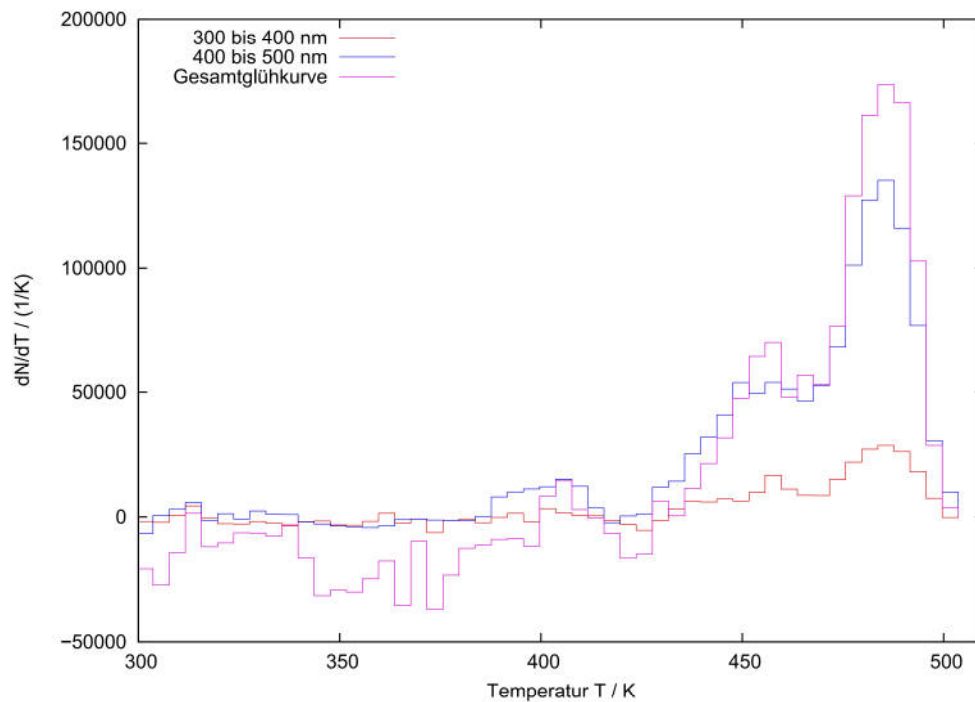


Abbildung 15: Glühkurven der verschiedenen Spektralbereiche eines TLD-100H Kristalls.

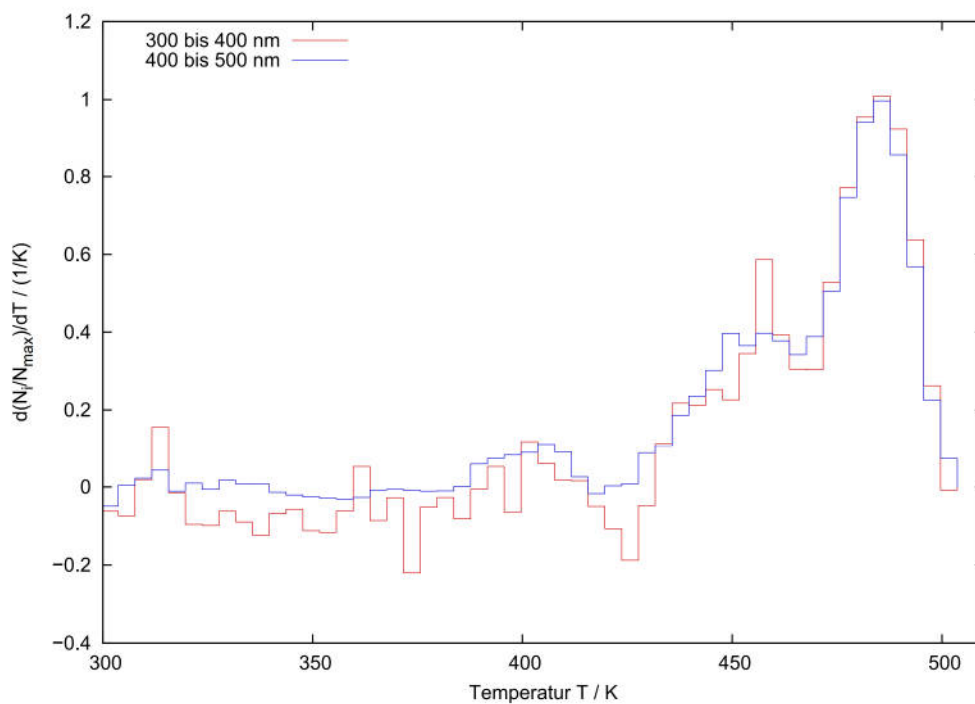


Abbildung 16: Normierte Glühkurven der verschiedenen Spektralbereiche eines TLD-100H Kristalls.

miert und zusammen in Abbildung 16 dargestellt. Es ist zu sehen, dass beide Spektralbereiche einen weiteren Peak bei etwa 438 K haben. Laut [Tri06] müssten die Glühkurven einen dritten Peak bei 383 K aufweisen. Dieser ist jedoch nicht sonderlich stark ausgeprägt [Tri06] und lässt sich hier nur erahnen. Messungen mit einer höheren Strahlungs-dosis und einer geringeren effektiven Integrationszeit könnten hier genauere Ergebnisse liefern. Die Glühkurven könnten auch anhand ihres Integrals normiert werden. Dies wurde hier jedoch nicht gemacht, da die Glühkurven aufgrund der Untergrundkorrektur zum Teil negative Werte annehmen.

Abbildung 17 zeigt das über alle Temperaturen aufsummierte Spektrum eines TLD-200 Kristalls. Genau wie bei Messungen mit SpectraSuite (s. [Neu13]) sind neun Peaks im Spektrum zu erkennen. Laut [Vil13] liegen die Peaks bei 455, 479, 488, 541, 573, 580, 658, 670 und 750 nm. Es sind, besonders in den Flanken der großen Peaks, zahlreiche kleine Kanten zu sehen. Um diese als Peaks bzw. Untergrund zu identifizieren müsste eine Messung mit noch höherer Strahlungs-dosis oder noch besserer Auflösung durchgeführt werden.

Für die TLD-200 Kristalle soll ebenfalls die spektrale Zusammensetzung der einzelnen Thermolumineszenzpeaks untersucht werden. Dazu werden erneut die einzelnen spektralen Be-

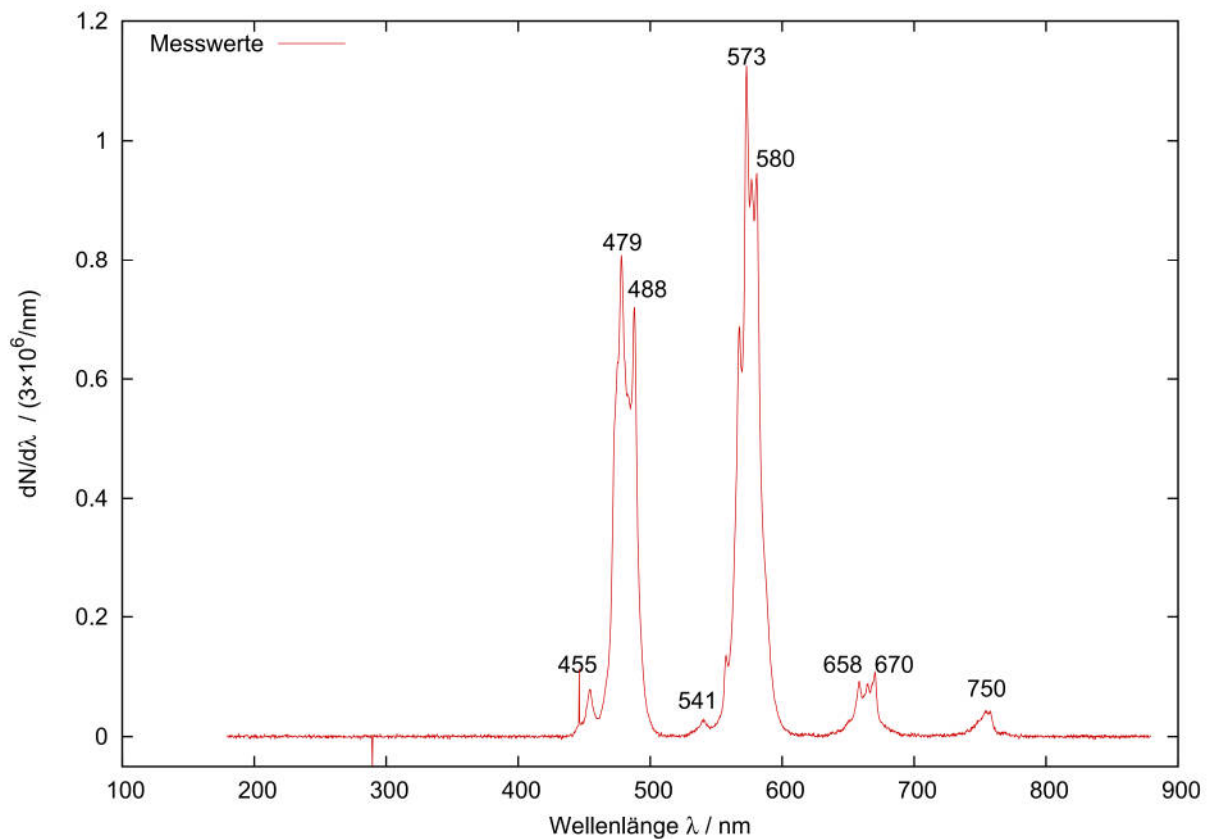


Abbildung 17: Summe des Spektrums über alle Temperaturen eines TLD-200 Kristalls nach 16 Tagen Bestrahlungszeit im neuen Bestrahlungsapparat vor der Ra-Be-Quelle.

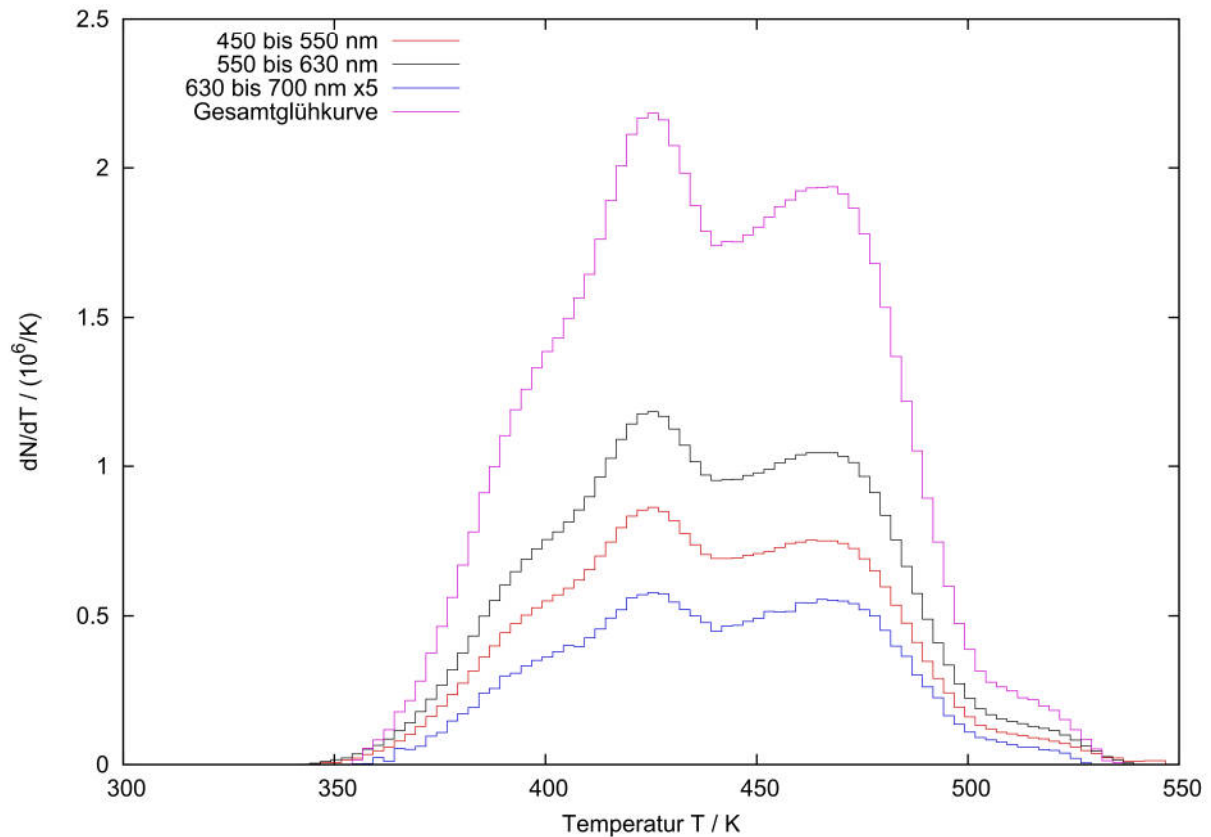


Abbildung 18: Glühkurven der verschiedenen Spektralbereiche eines TLD-200 Kristalls. Die Messwerte des Spektralbereichs 630 bis 700 nm (blau) wurden mit einem Faktor 5 multipliziert.

standteile der Glühkurve zusammen geplottet. Abbildung 18 zeigt die Glühkurven der Wellenlängenbereiche 450-550 nm, 550-630 nm und 630-700 nm, sowie die gesamte Glühkurve. Dabei wurden die Anzahlen in der Glühkurve des Wellenlängenbereichs 630 bis 700 nm mit einem Faktor 5 multipliziert, da die Form der Glühkurve sonst nicht sichtbar wäre. Zu sehen ist, dass die Glühkurven aller Spektralbereiche zumindest ähnlich aussehen. Zur genaueren Betrachtung wurden alle Glühkurven auf den höchsten Peak bei etwa 425 K normiert und in Abbildung 19 zusammen dargestellt. Die so normierten Glühkurven zeigen nur noch minimale Unterschiede zueinander. Der Spektralbereich von 630 bis 700 nm weist größere Schwankungen auf, was allerdings darauf zurückzuführen ist, dass in diesem Spektralbereich sehr wenige Ereignisse detektiert wurden und der relative Untergrund somit größer ist. Die deutliche Deckungsgleichheit der Glühkurven bestätigt, dass alle Rekombinationszentren bei jeder Temperatur genutzt werden. Laut [McK85] kann es dazu kommen, dass ein Rekombinationszentrum ab einer bestimmten Temperatur seine Eigenschaften als Rekombinationszentrum verliert und somit nicht mehr an der Thermolumineszenz beteiligt ist. Dafür müsste das Rekombinationszentrum jedoch so nahe am Valenzband liegen, dass die Valenzelektronen von



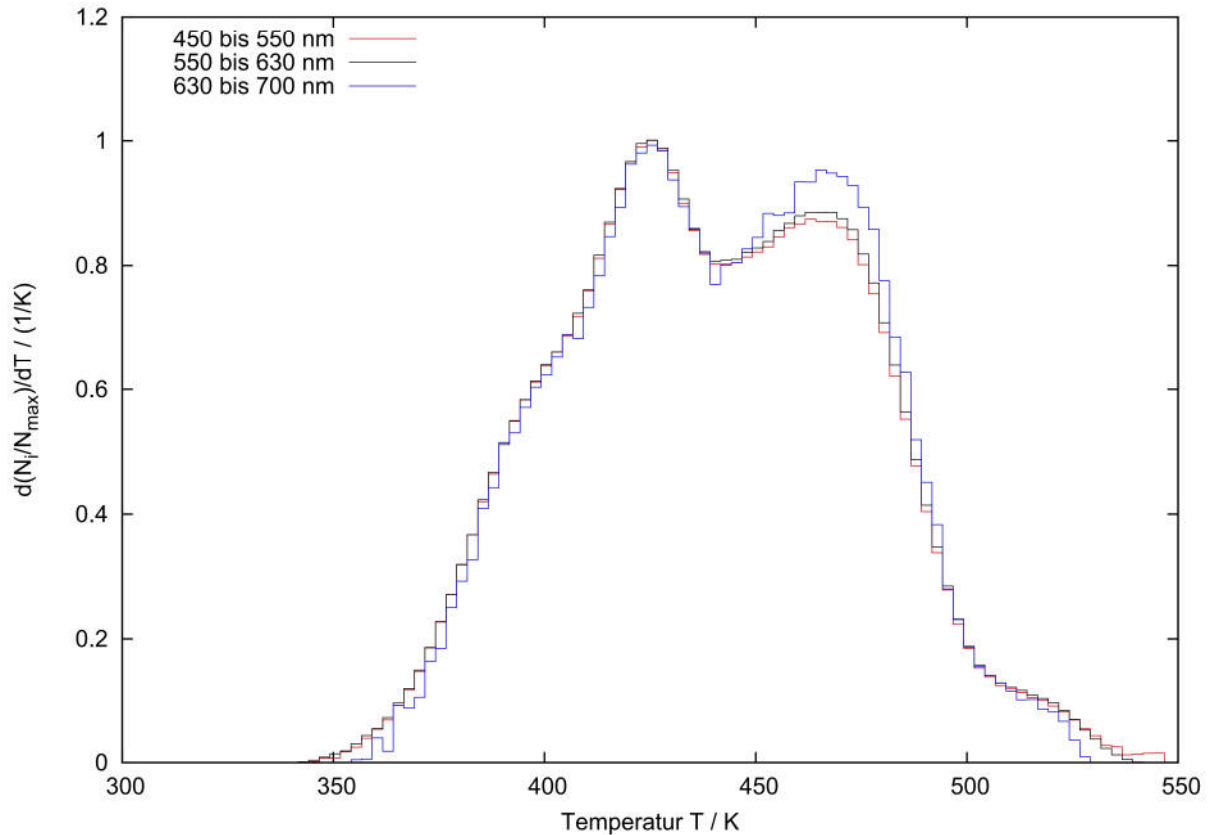


Abbildung 19: Normierte Glühkurven der verschiedenen Spektralbereiche eines TLD-200 Kristalls.

dort aus thermisch in das Rekombinationszentrum angeregt werden können. Die niedrigsten beobachteten Rekombinationszentren<sup>3</sup> liegen jedoch nur etwa  $\Delta E = \frac{hc}{\lambda} \approx 3,4 \text{ eV}$  unterhalb des Leitungsbandes. Und da es sich bei den verwendeten Kristallen um Isolatoren handelt ist die Bandlücke in der Größenordnung  $\mathcal{O}(10 \text{ eV})$ . Damit liegt selbst das niedrigste beobachtete Rekombinationszentrum wesentlich zu hoch, um bei den gemessenen Temperaturen von thermisch angeregten Elektronen aus dem Valenzband erreicht zu werden. Die Messungen stimmen also vollständig mit den Erwartungen überein.

Da alle Thermolumineszenzpeaks die gleiche spektrale Zusammensetzung zu haben scheinen, ist eine Untersuchung der spektralen Zusammensetzungen der einzelnen Thermolumineszenzpeaks für das Praktikum eher uninteressant. Die Darstellung der Spektrumssumme kann jedoch gut in den Praktikumsbetrieb übernommen werden. Auch könnten die Messwerte des Spektrometers dreidimensional dargestellt werden. Dies könnte für die Praktikanten eine Übung zum Plotten von dreidimensionalen Messwerten sein. In den Abbildungen 20 und 21

<sup>3</sup>Peak 1 des TLD100H Spektrums bei etwa  $\lambda \approx 370 \text{ nm}$



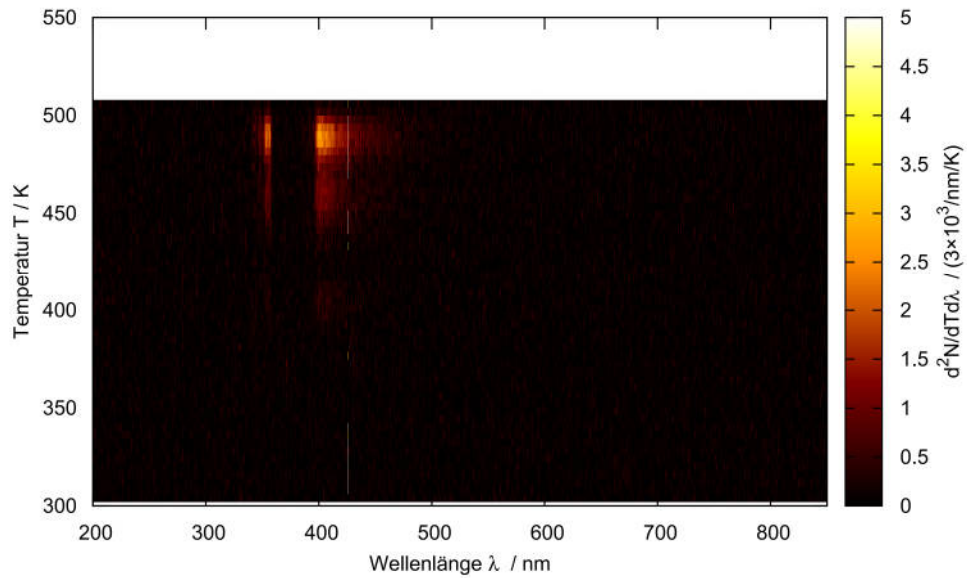


Abbildung 20: Dreidimensionale Darstellung der Messwerte eines TLD-100H Kristalls.

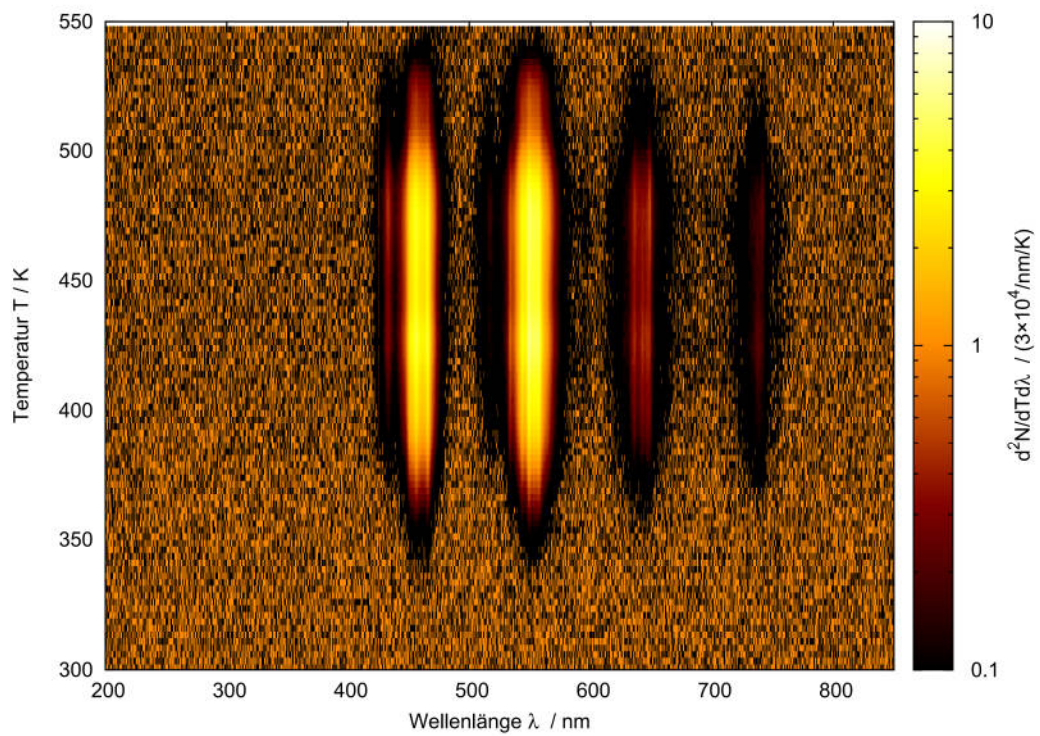


Abbildung 21: Dreidimensionale Darstellung der Messwerte eines TLD-200 Kristalls.

sind die Messwerte von einem TLD-100H und von einem TLD-200 Kristall dreidimensional dargestellt. Aus den im Spektrum identifizierten Peaks könnten die Praktikanten die Energietiefen  $E = \frac{hc}{\lambda}$  der einzelnen Rekombinationszentren errechnen. Es bietet sich jedoch an diese Rechnung für einen TLD-400 Kristall durchzuführen, da diese deutlich weniger Elektronenhaftstellen und Rekombinationszentren haben. Die Berechnung der kompletten Bandstruktur eines TLD-400 Kristalls wird im nächsten Abschnitt durchgeführt.

#### 4.4 Bandstruktur eines TLD-400 Kristalls via Peak-Shape Methode

TLD-400 Kristalle zeigen im gemessenen Bereich sowohl nur einen einzelnen Peak in der Glühkurve, als auch nur einen einzelnen Peak im Lichtspektrum. Sie können also gut im Rahmen des OTOR-Modells (s. Kapitel 2.3) betrachtet werden, da tatsächlich nur eine Elektronenhaftstelle und ein Rekombinationszentrum an der Thermolumineszenz beteiligt sind. Die spektrale Messung eines TLD-400 Kristalls ist in Abbildung 22 zu sehen.

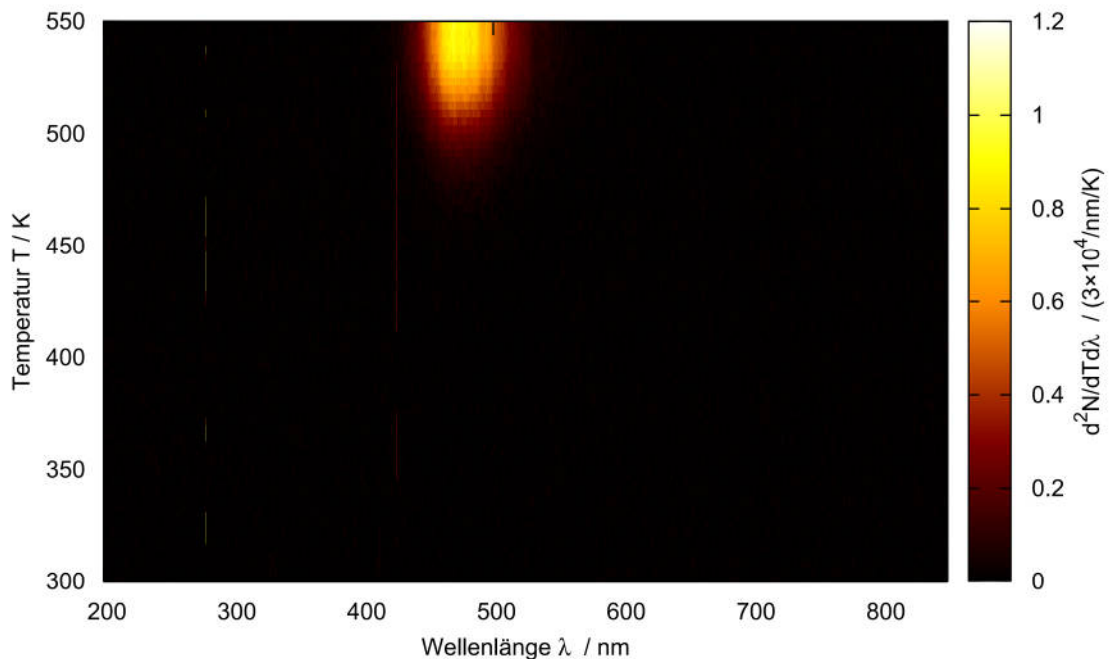


Abbildung 22: Dreidimensionale Darstellung der Messwerte eines TLD-400 Kristalls.

Das Peakmaximum der Glühkurve wurde für den verwendeten Aufbau von [Neu13] zu  $T_m = (262, 16 \pm 1, 40)^\circ\text{C}$  bestimmt. Da der derzeitige Messaufbau nur bis  $275^\circ\text{C}$  heizen kann, wird

die Glühkurve in der abfallenden Flanke des Peaks abgeschnitten. Zur Auswertung der Glühkurve eines TLD-400 Kristalls muss also eine andere Auswertemethode als bisher (s. Kapitel 3.4) benutzt werden. Die einfache Struktur der Glühkurve begünstigt eine sogenannte „Peak-Shape Methode“, bei der die Glühkurve allein durch ihre geometrische Form ausgewertet wird. Um die Haftstellenparameter (Energietiefe der Haftstelle und Frequenzfaktor) zu berechnen werden zunächst einige Punkte der Glühkurve definiert. Die Glühkurve erreicht ihre maximale Intensität  $I_m$  bei der Temperatur  $T_m$ . Bei  $T_1 < T_m$  hat die Glühkurve die Hälfte ihrer maximalen Intensität in der ansteigenden Flanke des Peaks erreicht. Laut [Azo86] lässt sich dann die Energietiefe der Haftstelle nach

$$E_H = 1,41 \frac{k_B T_m T_1}{T_m - T_1}$$

und der Frequenzfaktor nach

$$s = \frac{1,41\beta T_1}{T_m(T_m - T_1)} \exp\left(\frac{1,41T_1}{T_m - T_1}\right)$$

berechnen. Dabei ist  $k_B$  die Boltzmann-Konstante und  $\beta$  die konstante Heizrate.

Mit dieser Methode wird die untergrundbereinigte Glühkurve aus Abbildung 23 ausgewertet. Um die Glühkurve zu erhalten bietet es sich an, das untergrundbereinigte Spektrum über alle Wellenlängen zu addieren. Die Temperaturen  $T_m = (540 \pm 7)$  K und  $T_1 = (507 \pm 3)$  K werden aus dem Graphen nach „Augenmaß“ abgelesen. Die Energietiefe der Haftstelle berechnet sich dann zu  $E_H = (1,0 \pm 0,2)$  eV und der Frequenzfaktor wird zu  $s = (5 \pm 27) \times 10^7 \frac{1}{s}$  berechnet. Nach [Fur03] werden Frequenzfaktoren in der Größenordnung  $10^5 \frac{1}{s}$  bis  $10^{14} \frac{1}{s}$  erwartet. Der berechnete Wert ist im erwarteten Bereich. Die Ungenauigkeit des berechneten Frequenzfaktors ist zwar sehr groß, wird aber auch laut [Fur03] so erwartet.

Auch das Spektrum von TLD-400 Kristallen zeigt nur einen einzelnen Peak. In Abbildung 24 ist das Spektrum eines TLD-400 Kristalls dargestellt, wobei die Intensitäten über alle gemessenen Temperaturen summiert wurden. Aus der emittierten Wellenlänge kann die Energietiefe des Rekombinationszentrums bestimmt werden. Es gilt

$$E_R = \frac{hc}{\lambda},$$

wobei  $h$  das Planck'sche Wirkungsquantum,  $c$  die Lichtgeschwindigkeit im Vakuum und  $\lambda$  die Wellenlänge des emittierten Lichts ist. Für das Spektrum aus Abbildung 24 wird mit dem eingezeichneten Gaußfit eine emittierte Wellenlänge von  $\lambda = (500 \pm 23)$  nm bestimmt. Damit ergibt sich eine Energietiefe des Rekombinationszentrums von  $E_R = (2,48 \pm 0,11)$  eV.

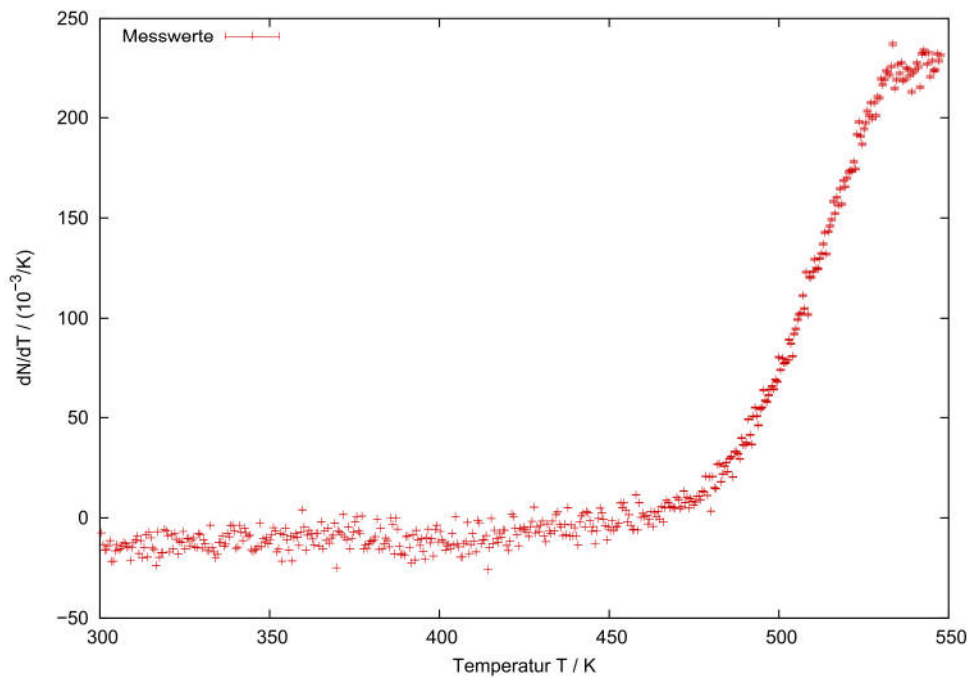


Abbildung 23: Glühkurve eines TLD-400 Kristalls, entstanden durch summieren des Spektrums über alle Wellenlängen. Für die Fehler der Messwerte wurde die statistische Ungenauigkeit der Zählrate und die Ungenauigkeit der Heizrate berücksichtigt.

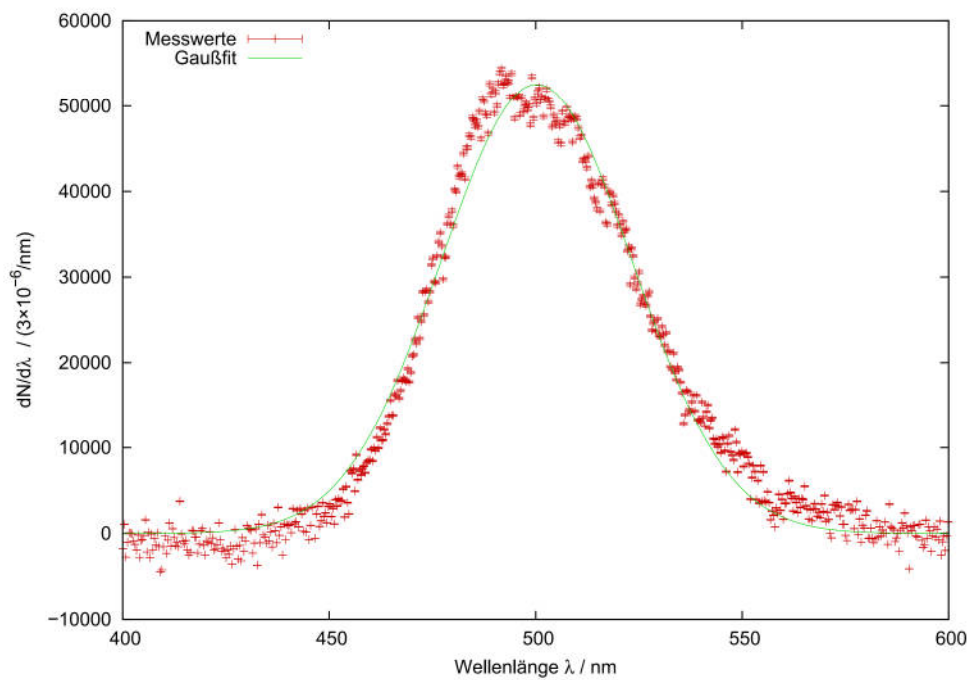


Abbildung 24: Summe des Spektrums über alle Temperaturen eines TLD-400 Kristalls nach 8 Tagen Bestrahlungszeit im neuen Bestrahlungsapparat vor der Ra-Be-Quelle.



Mit den beiden ermittelten Energietiefen  $E_H$  und  $E_R$  wurde zusammen mit der Breite der Bandlücke  $E_G$  die komplette Bandstruktur des verwendeten Kristalls bestimmt. Die Bandlücke von undotiertem  $CaF_2$  beträgt laut [Kim04]  $E_G = (12,0 \pm 0,1) \text{ eV}$ . Damit ergibt sich die in Abbildung 25 dargestellte Bandstruktur.

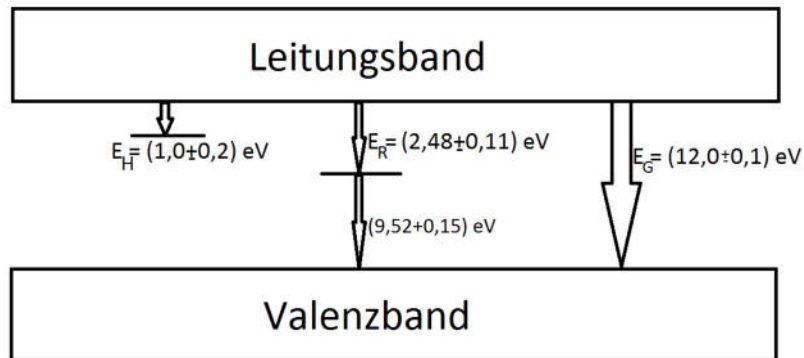


Abbildung 25: Berechnete Bandstruktur eines TLD-400 Kristalls. Das linke Zwischenniveau  $E_H$  ist die Elektronenfallstelle und das rechte Zwischenniveau  $E_R$  ist das Rekombinationszentrum.

Die Bestimmung der Bandstruktur eines TLD-400 Kristalls könnte Bestandteil des Praktikums werden. Mit nur einer Messung kann sowohl die Energietiefe der Elektronenfallstelle, als auch die des Rekombinationszentrums bestimmt werden. Des Weiteren bietet sich diese Aufgabe an, da zum Verständnis das OTOR-Modell als einfachstes Thermolumineszenzmodell ausreicht. Allerdings müssten sich die Praktikanten die „Peak-Shape-Methode“ zusätzlich zur normalen Auswertung von Glühkurven aneignen und es müsste ein besserer und genauerer Weg zur Bestimmung von  $T_m$  und  $T_1$  gefunden werden um die Ungenauigkeit des berechneten Frequenzfaktors zu verringern. Diese Probleme könnten jedoch durch den geplanten neuen Versuchsaufbau (s. [Neu13]) beseitigt werden, da dieser eine höhere Maximaltemperatur erreichen können soll. Sobald der Thermolumineszenzpeak komplett aufgenommen werden kann, kann die Bestimmung der Energietiefe der Elektronenfallstelle über die übliche Auswertemethode mit GlowFit erfolgen.



## 5 Messungen zur Optimierung des Betriebs im Praktikum

Im bisherigen Praktikumsbetrieb wurden die Glühkurven von mehreren TLD-Kristalle aufgenommen. Es wurden jeweils zwei Messungen mit der gleichen Art von Kristallen gemacht. Also z.B. zwei Messungen mit TLD-200 Kristallen und zwei mit TLD-100H Kristallen. Dabei wurde den Praktikanten die Strahlungsdosis von jeweils einer der Messungen mitgeteilt. Die Aufgabe bestand darin, über das spezifische Antwortverhalten die Dosis des anderen Kristalls zu bestimmen. Im folgenden Kapitel wird untersucht ob die Antwortverhalten der einzelnen Kristalle gleichen Typs voneinander abweichen. Des weiteren wird der Einfluss der Bestrahlungsrate auf die Glühkurve und eine mögliche Messung von Neutronenstrahlung betrachtet.

### 5.1 Antwortverhalten der verwendeten Kristalle

Um herauszufinden wie stark Kristalle gleichen Typs in ihrem spezifischen Antwortverhalten voneinander abweichen, wurden die spezifischen Antwortverhalten der sechs Praktikumskristalle bestimmt. Dabei handelt es sich um drei TLD-100H und um drei TLD-200 Kristalle. Für die Bestimmung des spezifischen Antwortverhaltens wurden die Kristalle mit Dosen zwischen 0,2 und 15 mSv bestrahlt und anschließend mit dem PMP ausgelesen. Die Bestrahlung fand im alten Bestrahlungsapparat (s. Abschnitt 3.1) durch die  $^{60}\text{Co}$ -Quelle an der Position C statt. Die Auswertung der Messwerte geschah wie in Abschnitt 3.4 beschrieben. Die Untergrundmessung eines TLD-100H Kristalls mit Untergrundfit  $u(x) = a + b \exp(-x/c)$  ist in Abbildung 26 dargestellt. Die zugehörige Glühkurve mitsamt Fit ist in Abbildung 27 dargestellt.

Die von Glowfit ausgegebenen Integralwerte der gesamten Glühkurve wurden nach Gleichung 18 umgerechnet und in Abbildung 28 gegen die Dosis aufgetragen. Die Fehlerbalken in diesem und allen weiteren Plots zum Antwortverhalten berücksichtigen die statistische Ungenauigkeit der Zählrate und die Ungenauigkeit der Heizrate. Die Fehlerbalken wurden zusätzlich mit der Wurzel aus dem reduzierten Chiquadrat  $\sqrt{\chi^2/\text{ndf}}$  multipliziert um die systematische Messungenauigkeit des verwendeten Versuchsaufbaus zu berücksichtigen. Dadurch wurden die Ungenauigkeiten um einen Faktor von bis zu etwa 60 vergrößert. Die Ursachen für diesen systematischen Fehler könnten z.B. durch Schmutz auf der Kristalloberfläche oder ein ungleichmäßiges festdrehen des Klemmdeckels (vgl. Abbildung 9) entstanden sein. Michèle Neumann hat in ihrer Masterarbeit eine Messunsicherheit für das Antwortverhalten von etwa 9% gemessen[Neu13]. Die beobachteten Unsicherheiten befinden sich etwa in der gleichen Größenordnung. Die in der Abbildung zu sehenden linearen Fits  $f(x) = mx + b$  berücksichtigen nur die Datenpunkte von Dosen kleiner 2 mSv. Die Datenpunkte bei etwa 5 mSv

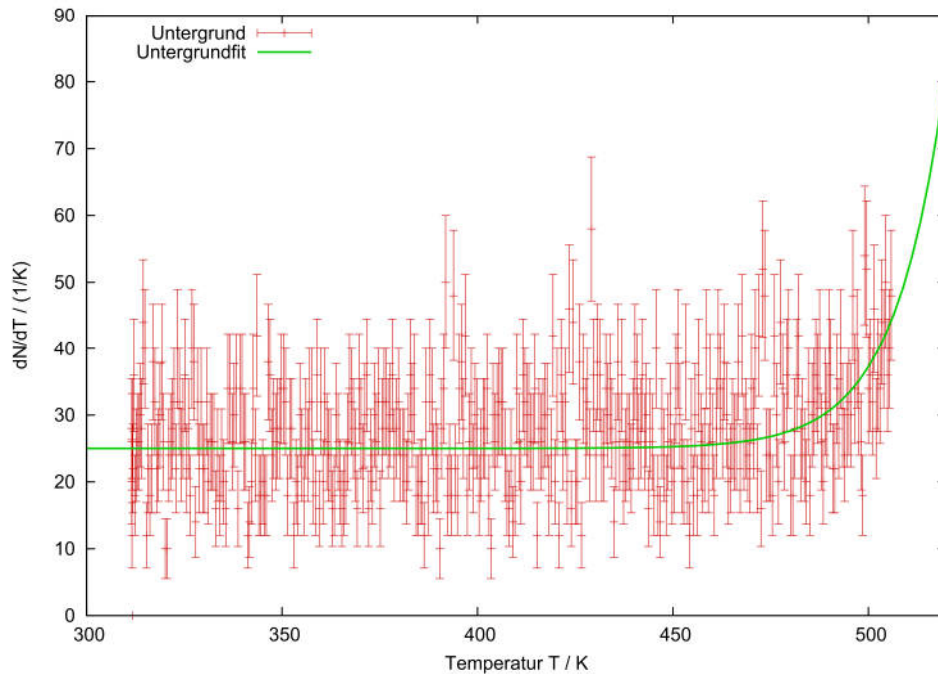


Abbildung 26: Untergrundmessung eines TLD-100H Kristalls. Für die Fehler der Messwerte wurde die statistische Ungenauigkeit der Zählrate und die Ungenauigkeit der Heizrate berücksichtigt.

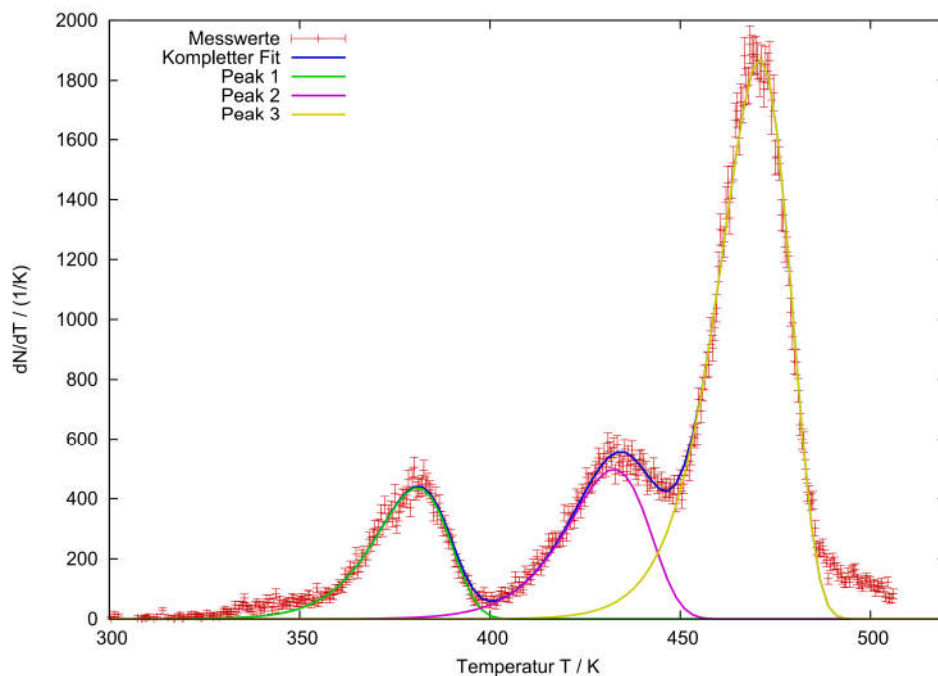


Abbildung 27: Glühkurve eines TLD-100H Kristalls. Für die Fehler der Messwerte wurde die statistische Ungenauigkeit der Zählrate und die Ungenauigkeit der Heizrate berücksichtigt.



werden nicht für die Auswertung benutzt, da das Auslesen der Kristalle für die Messwerte erst drei Tage nach dem Ende der Bestrahlung stattfand. Die Kristalle wiesen einen deutlich niedrigeren ersten und auch zweiten Peak auf, was auf das sogenannte Fading zurückzuführen ist. Fading bezeichnet den Verlust von gefangenen Elektronen vor der Messung, was möglich ist, da die Übergangswahrscheinlichkeit von gefangenen Elektronen ins Leitungsband auch bei Raumtemperatur minimal größer als null ist. Die Messwerte höherer Dosis streuen sehr stark. Um das zu verdeutlichen wurde eine zusätzliche Messung bei etwa 15 mSv gemacht. Die Messwerte derselben Kristalle und fast derselben Dosis liegen bis zu etwa 80% auseinander. Für die Auswertung wurden also nur die Messungen von Dosen bis zu 2 mSv genutzt. Diese Messwerte sind in Abbildung 29 erneut dargestellt. Ein linearer Zusammenhang ist deutlich zu erkennen. Die Steigung der linearen Fits  $m_i$  entspricht dem spezifischen Antwortverhalten der Kristalle. Die Fitparameter  $m_{\text{Ges}}$  und  $b_{\text{Ges}}$  der TLD-100H Kristalle sind in Tabelle 3 aufgelistet. Da in [Hue11] festgestellt wurde, dass eine Auswertung von Glühkurven anhand eines einzelnen isolierten Peaks genauere Ergebnisse liefert, wurde die Bestimmung des Antwortverhaltens anhand des dritten Peaks wiederholt. Die Messwerte der Dosen kleiner 2 mSv sind mitsamt der linearen Fits in Abbildung 30 dargestellt. Die Fitparameter  $m_{\text{P3}}$  und  $b_{\text{P3}}$  befinden sich ebenfalls in Tabelle 3.

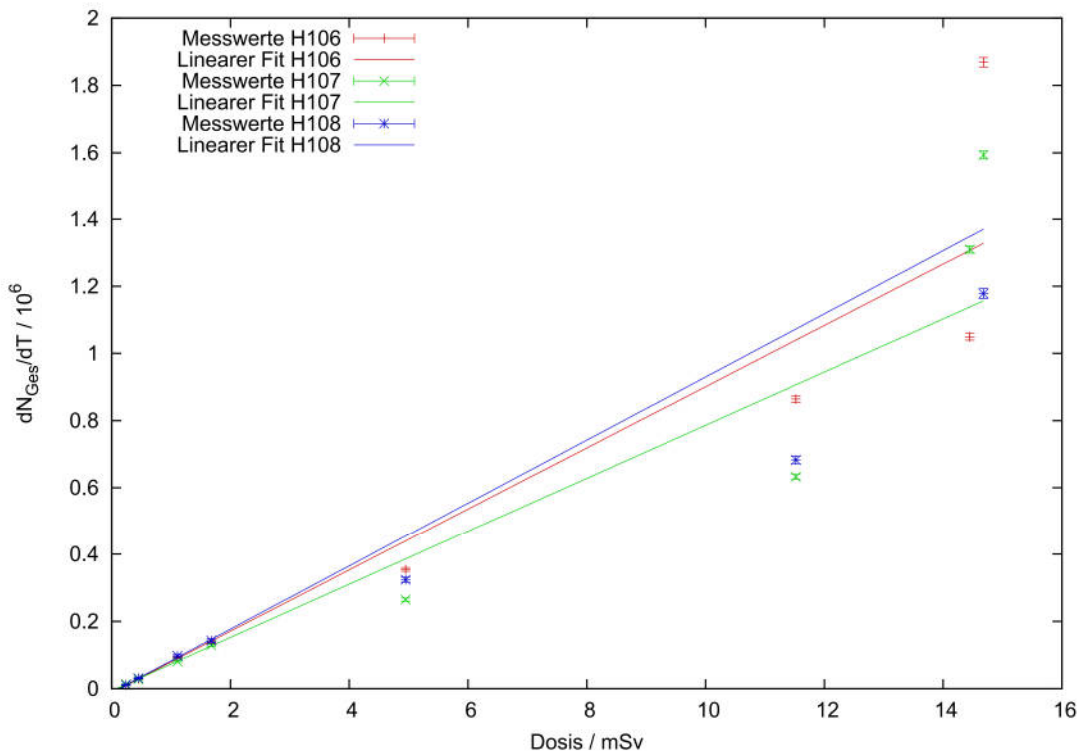


Abbildung 28: Antwortverhalten verschiedener TLD-100H Kristalle. Die Auswertung benutzt die Fläche unter der gesamten Glühkurve. Die linearen Fits berücksichtigen nur die Messwerte mit einer Dosis kleiner 2 mSv.

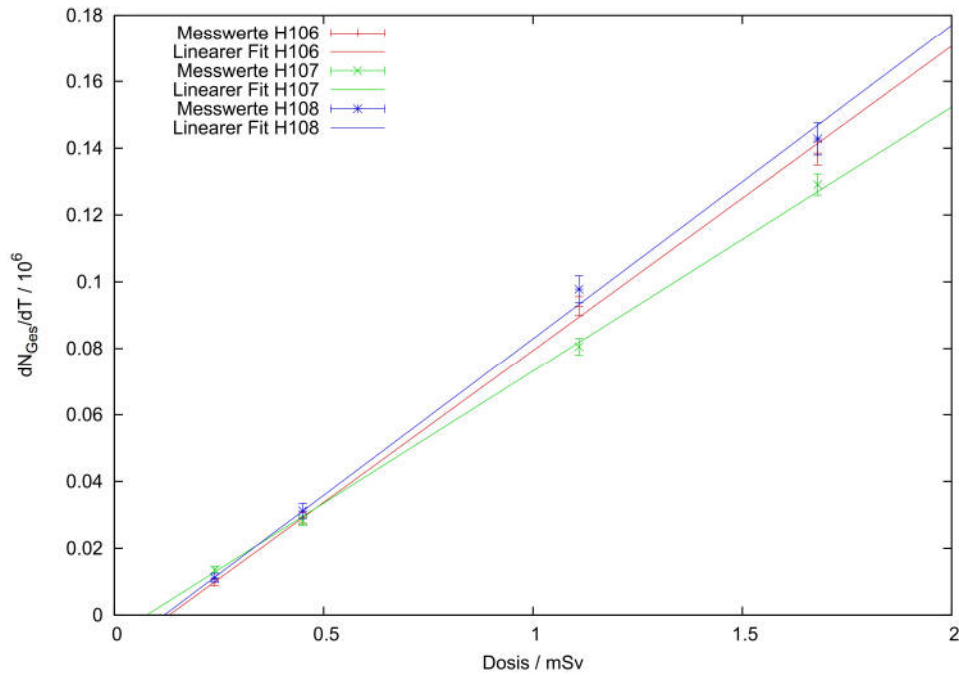


Abbildung 29: Antwortverhalten verschiedener TLD-100H Kristalle. Die Auswertung benutzt die Fläche unter der gesamten Glühkurve.

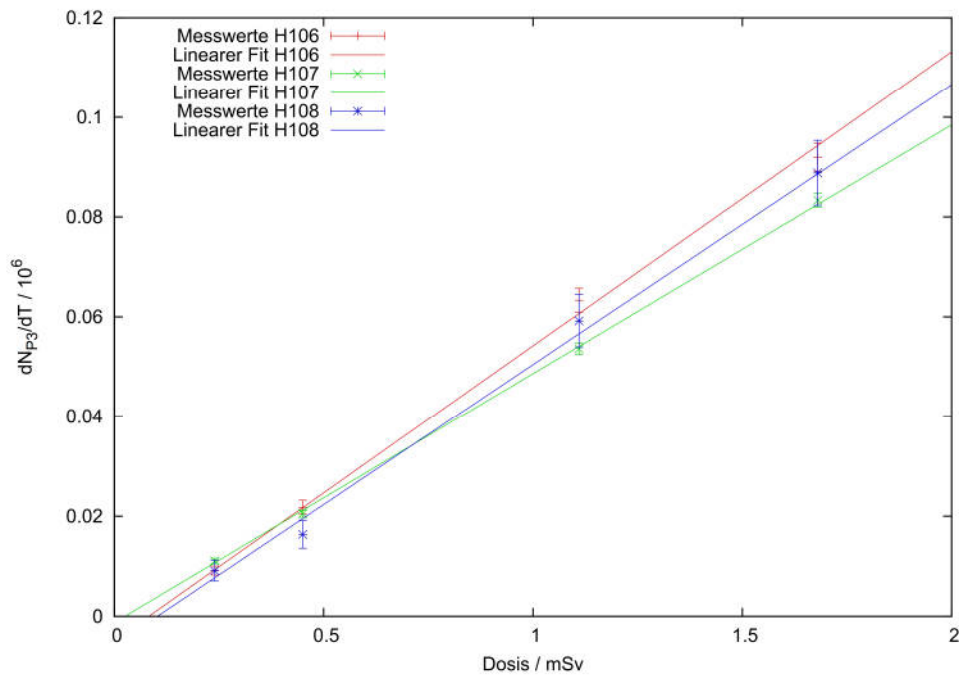


Abbildung 30: Antwortverhalten verschiedener TLD-100H Kristalle. Die Auswertung benutzt die Fläche unter dem dritten Peak der Glühkurve.

$f(x) = mx + b$	H106	H107	H108
$m_{\text{Ges}}/\frac{10^6}{\text{mSv}}$	$0,091 \pm 0,014$	$0,079 \pm 0,012$	$0,094 \pm 0,027$
$m_{\text{P3}}/\frac{10^6}{\text{mSv}}$	$0,059 \pm 0,012$	$0,050 \pm 0,006$	$0,056 \pm 0,062$
$b_{\text{Ges}}/10^6$	$-0,012 \pm 0,008$	$-0,006 \pm 0,007$	$-0,011 \pm 0,015$
$b_{\text{P3}}/10^6$	$-0,005 \pm 0,007$	$-0,001 \pm 0,004$	$-0,006 \pm 0,037$

Tabelle 3: Fitparameter der linearen Fits aus Abbildung 29 und 30. Die Fits wurden mit Gnuplot durchgeführt.

Die gemessenen Antwortverhalten der TLD-100H Kristalle weichen leicht voneinander ab. Es könnten Unterschiede in den Antwortverhalten der einzelnen TLD-100H Kristalle existieren. Allerdings sind die Ungenauigkeiten der einzelnen Antwortverhalten größer als die gemessenen Unterschiede. Die drei vermessenen Kristalle scheinen ein sehr ähnliches Antwortverhalten zu haben. Ob ein Unterschied existiert, kann nach dieser Messung weder bestätigt noch endgültig ausgeschlossen werden. Dieser kann wahrscheinlich nur durch eine ausführliche Messreihe erschlossen werden. Da im Praktikumsbetrieb jedoch nur sehr wenige Messungen durchgeführt werden, sollte ein kleiner Unterschied im Antwortverhalten der verwendeten Kristalle keine große Ungenauigkeit hervorrufen. Obwohl bei den Fits Ursprungsgeraden erwartet wurden<sup>4</sup> haben alle Fits einen leicht negative Achsenabschnitt. Die wahrscheinlichste Ursache dafür ist, dass zu viel Untergrund von den Messwerte abgezogen worden ist. Zu Vergleichszwecken wird hier noch der gewichtete Mittelwert des Antwortverhaltens der drei vermessenen TLD-100H Kristalle angegeben:

$$\begin{aligned} \text{Auswertung der gesamten Glühkurve : } \tilde{m}_{\text{TLD-100H}} &= (0,085 \pm 0,009) \frac{10^6}{\text{mSv}} \\ \text{Auswertung des dritten Peaks : } \tilde{m}_{\text{TLD-100H}} &= (0,052 \pm 0,005) \frac{10^6}{\text{mSv}} . \end{aligned}$$

Für die Bestimmung des Antwortverhaltens der TLD-200 Kristalle wurde genau wie bei den TLD-100H Kristallen vorgegangen. Der Untergrund einer Messung ist mitsamt des Untergrundfits  $u(x) = a + b \exp(-x/c)$  in Abbildung 31 dargestellt. Die zugehörige Glühkurve ist in Abbildung 32 dargestellt.

Es wurden Dosen bis zu 17 mSv vermessen. Genau wie bei den TLD-100H Kristallen weisen die Messwerte von Dosen größer 5 mSv eine starke Streuung auf. Auch die Messwerte bei etwa 5 mSv wurde aufgrund des geschilderten Fadings von der Auswertung ausgeschlossen. Der Fit berücksichtigt also nur die Messwerte mit Dosen kleiner 4 mSv. Eine genauere Darstellung dieser Messwerte ist in Abbildung 34 dargestellt. Die Fitparameter  $m_i$  und  $b_i$  der linearen Fits  $f(x) = mx + b$  sind in Tabelle 4 aufgeführt.

<sup>4</sup>Bei einem unbestrahlten Kristall sollten die Messung und die Untergrundmessung identisch sein.

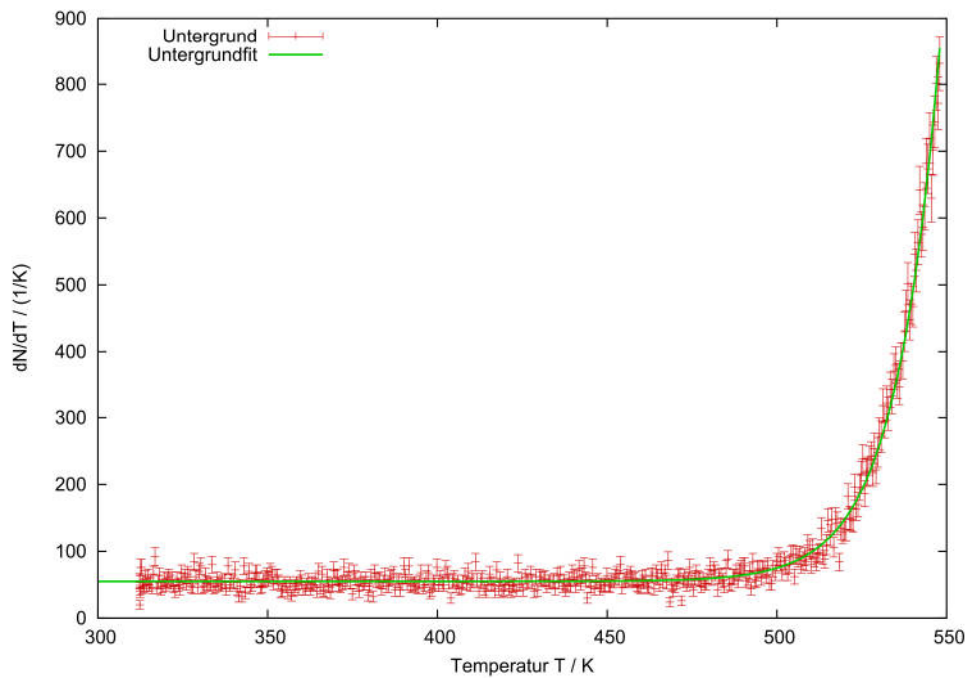


Abbildung 31: Untergrundmessung eines TLD-200 Kristalls. Für die Fehler der Messwerte wurde die statistische Ungenauigkeit der Zählrate und die Ungenauigkeit der Heizrate berücksichtigt.

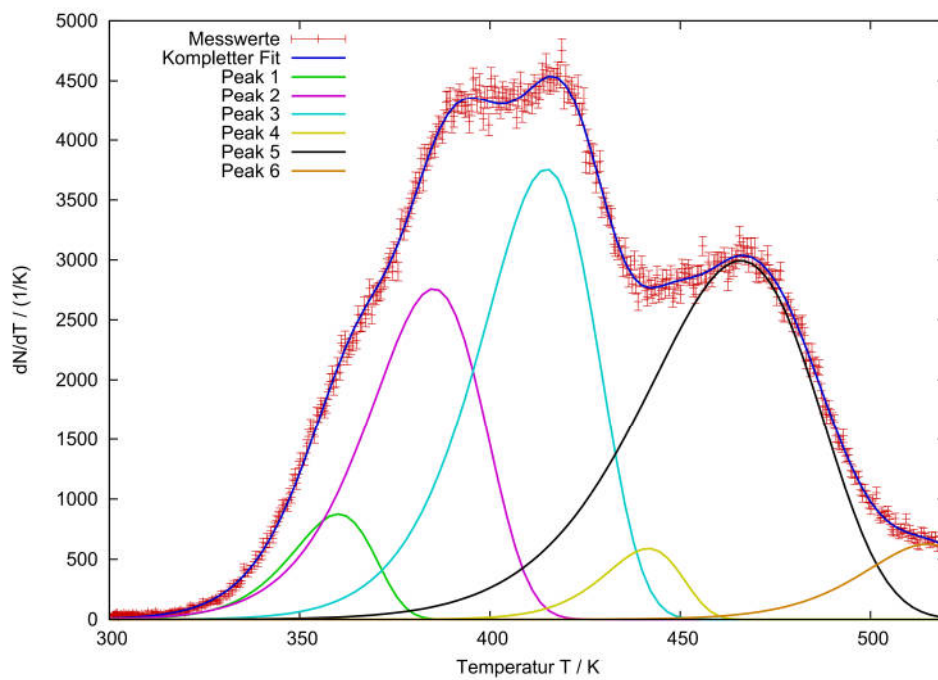


Abbildung 32: Glühkurve eines TLD-200 Kristalls. Für die Fehler der Messwerte wurde die statistische Ungenauigkeit der Zählrate und die Ungenauigkeit der Heizrate berücksichtigt.



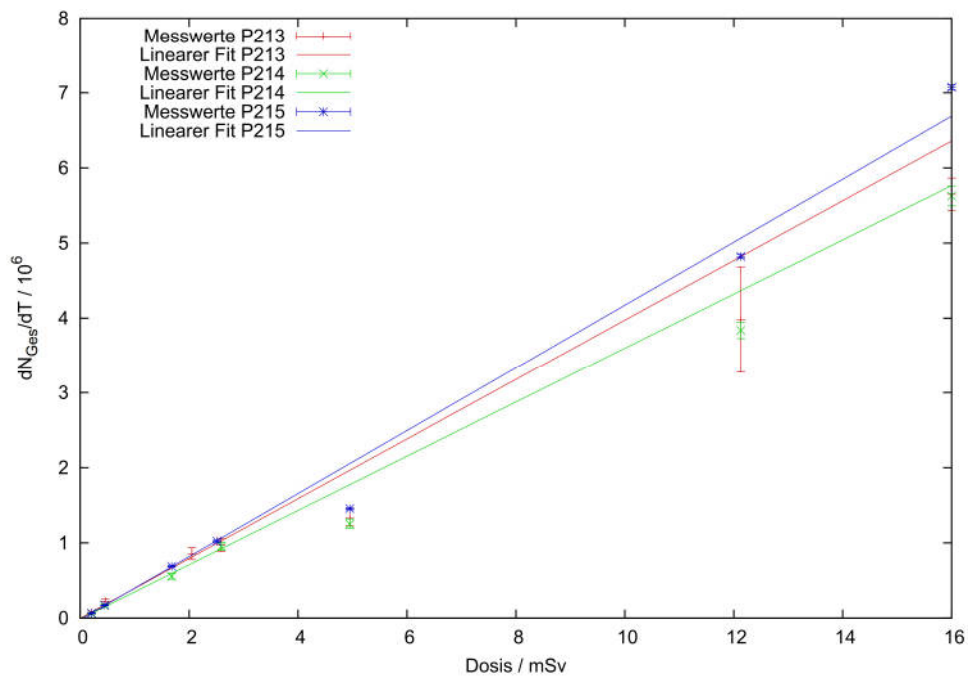


Abbildung 33: Antwortverhalten verschiedener TLD-200 Kristalle. Die Auswertung benutzt die Fläche unter der gesamten Glühkurve. Die linearen Fits berücksichtigen nur die Messwerte mit einer Dosis kleiner 4 mSv.

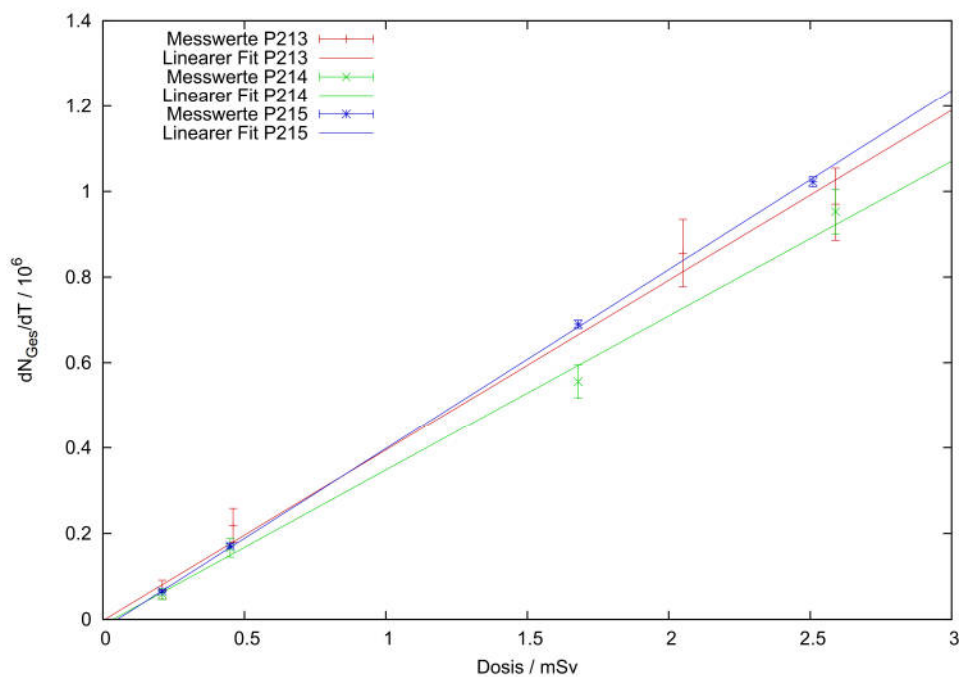


Abbildung 34: Antwortverhalten verschiedener TLD-100H Kristalle. Die Auswertung benutzt die Fläche unter der gesamten Glühkurve.

$f(x) = mx + b$	P213	P214	P215
$m/\frac{10^6}{\text{mSv}}$	$0,398 \pm 1,741$	$0,361 \pm 0,670$	$0,419 \pm 0,035$
$b/10^6$	$-0,003 \pm 1,374$	$-0,013 \pm 0,492$	$-0,021 \pm 0,024$

Tabelle 4: Fitparameter der linearen Fits aus Abbildung 34. Die Fits wurden mit Gnuplot durchgeführt.

Die gemessenen Antwortverhalten der drei TLD-200 Kristalle weichen leicht voneinander ab. Es könnten Unterschiede in den Antwortverhalten der einzelnen TLD-200 Kristalle existieren. Die Unsicherheiten der ermittelten Antwortverhalten sind jedoch wieder so groß, dass keine genauere Aussage über eventuelle Abweichungen in den einzelnen Antwortverhalten getroffen werden kann. Die ermittelten Antwortverhalten liegen nahe des von [Neu13] bestimmten Antwortverhalten von TLD-200 Kristallen  $m_{\text{TLD-200}}^{\text{MN}} = (0,365 \pm 0,033) \frac{10^6}{\text{mSv}}$ . Das gemittelte Antwortverhalten

$$\tilde{m}_{\text{TLD-200}} = (0,419 \pm 0,035) \frac{10^6}{\text{mSv}}$$

stimmt gut mit dem Vergleichswert von Michèle Neumann überein.

Um die hier errechneten Werte als Vergleichswerte für den Praktikumsbetrieb nutzen zu können, sollte darauf geachtet werden, dass keine Dosen oberhalb von 4 mSv benutzt werden.

## 5.2 Bestrahlungsrateneinfluss

Im Bestrahlungsapparat der  $^{60}\text{Co}$ -Quelle (s. Abschnitt 3.1) sind drei verschiedene Bestrahlungspositionen mit unterschiedlicher Entfernung zur Quelle möglich. Bislang wurden alle Kristalle in der Position C bestrahlt um eventuelle Einflüsse der Bestrahlungsrate zu verhindern. Laut [Che00] gibt es gerade im verwendeten Bestrahlungsratenbereich von  $0,62 - 6,91 \frac{\text{mSv}}{\text{h}}$  einen Einfluss der Bestrahlungsrate auf die Glühkurve. Sollte ein Bestrahlungsrateneinfluss einen deutlich sichtbaren Effekt haben, könnte sich daraus eine neue Aufgabe für den Praktikumsbetrieb ergeben.

Zur Überprüfung des Bestrahlungsrateneinflusses wurden drei Messreihen mit TLD-100H Kristallen durchgeführt. Jede Messreihe umfasste drei Messungen. Für die drei Messungen wurden die Kristalle in den drei unterschiedlichen Bestrahlungspositionen A, B und C unterschiedlich lang bestrahlt, so dass die erhaltene Dosis jeweils gleich hoch war. Es wurden Messreihen für 0,45 mSv, 1,11 mSv und 1,68 mSv durchgeführt. Die Glühkurven der Messungen sind im Anhang A.3 in den Abbildungen 37, 38 und 39 dargestellt. In den drei Messreihen sind Unterschiede der Glühkurven verschiedener Bestrahlungsraten zu sehen. Diese sind jedoch nicht einheitlich. Abbildung 35 zeigt das Antwortverhalten des Kristalls bei den drei unterschiedlichen Bestrahlungsraten. Die drei durch die linearen Fits ermittelten Ant-

wortverhalten sind  $m_{0,62\text{ mSv/h}} = (0,088 \pm 0,049) \frac{10^6}{\text{mSv}}$ ,  $m_{1,73\text{ mSv/h}} = (0,066 \pm 0,036) \frac{10^6}{\text{mSv}}$  und  $m_{6,91\text{ mSv/h}} = (0,054 \pm 0,007) \frac{10^6}{\text{mSv}}$ . Es ist ein Sinken des Antwortverhaltens mit dem Steigen der Bestrahlungsrate zu erkennen. Für eine genauere Charakterisierung des Bestrahlungsrateneinflusses müssten mehr Messwerte vorliegen. Die Bestrahlungsrate hat einen Einfluss auf die Glühkurve und die Bestrahlungen für vergleichbare Messungen sollte immer mit der gleichen Bestrahlungsrate erfolgen. Da jedoch sehr viele Messungen nötig sind um den Effekt zu erkennen, eignet sich eine Messung des Bestrahlungsrateneinflusses nicht für den Praktikumsbetrieb.

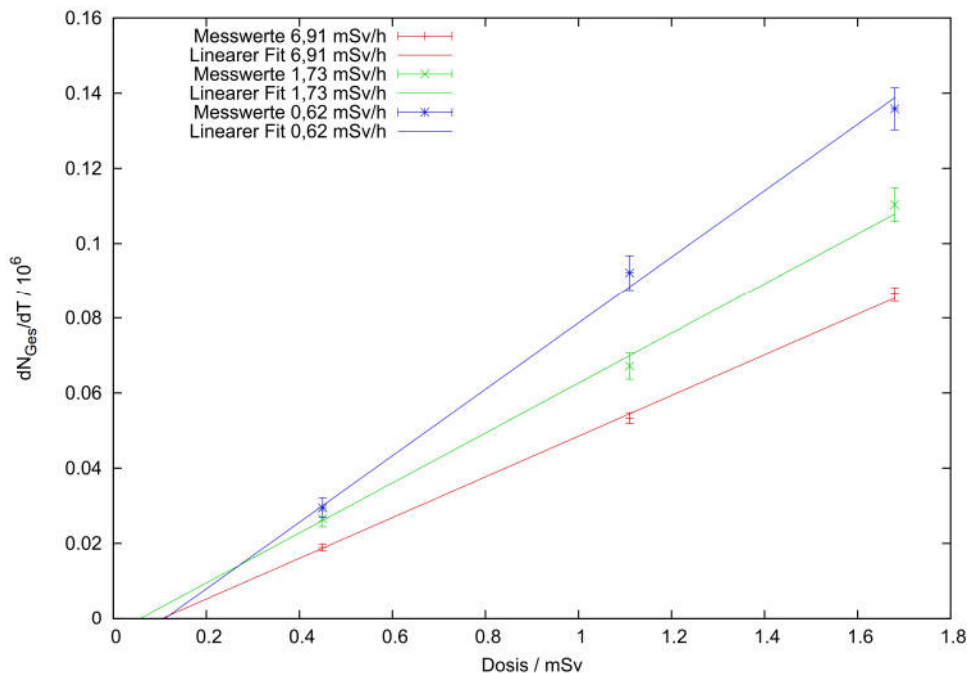


Abbildung 35: Antwortverhalten eines TLD-100H Kristalls bei verschiedenen Dosisraten. Die Auswertung benutzt die Fläche unter der gesamten Glühkurve.

### 5.3 Neutronensensitivität

In Personendosimetern wird häufig mit TLD-600 und TLD-700 Kristallen gearbeitet, weil TLD-600 Kristalle bei der Bestrahlung durch thermische Neutronen einen zusätzlichen Peak in der Glühkurve bei 548 K aufweisen[McK85]. Die Glühkurven von TLD-600 und TLD-700 Kristallen sind ansonsten identisch. Mit dem neuen Bestrahlungsapparat wurde die Möglichkeit verbessert, Kristalle mit einer Ra-Be-Quelle und somit mit Neutronen- und  $\gamma$ -Strahlung zu bestrahlen. Da eine Messung der Neutronensensitivität eine neue Aufgabe für den Praktikumsbetrieb darstellen könnte, wurden einige Messungen mit TLD-600 und TLD-700 Kristallen durchgeführt. Dafür wurden die Kristalle jeweils paarweise im neuen Bestrahlungsapparat



mit der Ra-Be-Quelle bestrahlt. Es wurden Messungen mit Bestrahlungszeiten von 2 Tagen und 6 Tagen durchgeführt. Die Glühkurven zweier dieser Messungen sind in Abbildung 36 dargestellt. Obwohl die Glühkurven der TLD-600 Kristalle im passenden Temperaturbereich leicht höher sind als die Glühkurven der TLD-700 Kristalle, ist der zusätzliche Peak nicht deutlich zu sehen. Die Neutronenausbeute der Quelle von etwa  $1,5 \times 10^6 \frac{1}{s}$  [Mar60] scheint nicht auszureichen um einen deutlichen Unterschied in den Glühkurven zu sehen. Die ebenfalls von der Quelle emittierte intensive  $\gamma$ -Strahlung überdeckt jeden eventuell auftretenden Effekt der Neutronenstrahlung. Des weiteren sind TLD-600 Kristalle nur für thermische Neutronen sensitiv und die Quelle emittiert Neutronen mit einer wahrscheinlichsten Energie von etwa 4 MeV [Mar60]. Allerdings sollte durch Streuung der schnellen Neutronen am Abschirmmaterial genügend thermische Neutronen vorhanden sein. Eine Messung, für die die Kristalle in die Mitte des neuen Bestrahlungsschlittens und nicht an der Spitze plaziert werden könnte ein besseres Ergebnis erzielen, da die  $\gamma$ -Strahlung durch eingeschobene Paraffinelemente stark abgeschirmt würde.

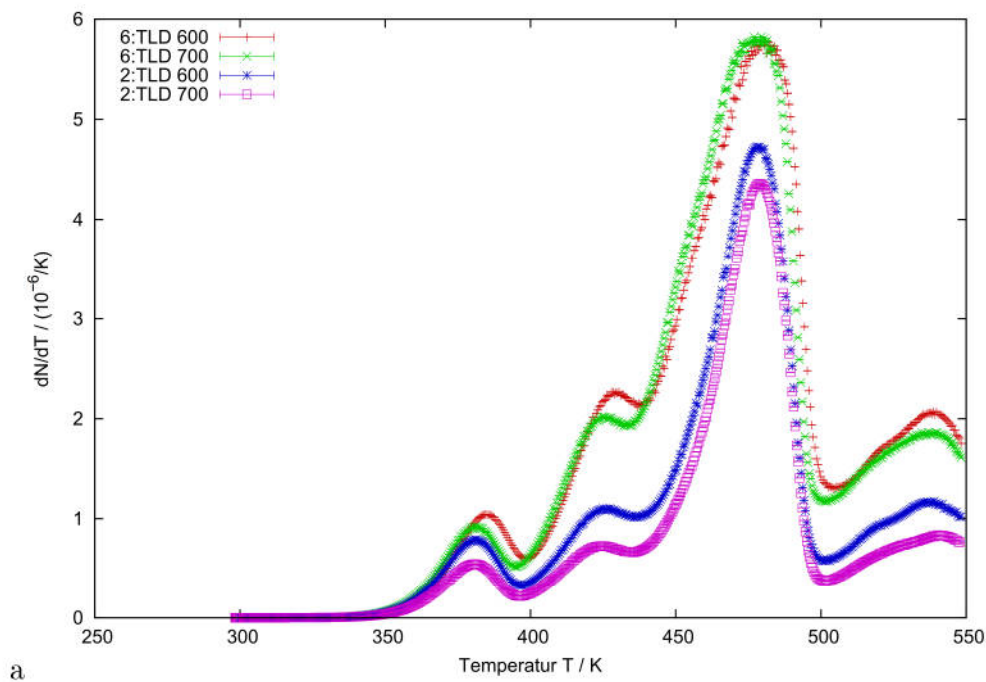


Abbildung 36: Glühkurven von TLD-600 und TLD-700 Kristallen, nach 2 bzw. 6 Tagen Bestrahlung vor der Ra-Be-Quelle. Es ist kein signifikanter Unterschied zwischen den Glühkurven der beiden Kristalltypen festzustellen.



## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Bachelorarbeit wurde das bestehende Messprogramm erfolgreich überarbeitet. Es ist jetzt in der Lage neben den Messungen mit dem PMP auch automatische Messungen mit dem schon angebrachten Spektrometer durchzuführen und zu speichern. Zur Bestrahlung von Kristallen vor der Ra-Be-Quelle wurde ein neuer Bestrahlungsapparat hergestellt und erfolgreich benutzt. Eine Auswertemethode von Glühkurven mit GlowFit wurde erarbeitet und für die Benutzung im Praktikum in einer Kurzanleitung zusammengefasst. Es wurden Spektren von TLD-100H, TLD-200 und TLD-400 Kristallen aufgenommen. Die einzelnen spektralen Bestandteile zeigen bei allen Kristallen die gleichen Glühkurven. Es werden also bei jedem Thermolumineszenzpeak alle vorhandenen Rekombinationszentren benutzt<sup>5</sup>. Aus einem gemessenen Spektrum eines TLD-400 Kristalls wurde die komplette Bandstruktur des Kristalls bestimmt. Dies eignet sich hervorragend für den Praktikumsbetrieb. Durch die Bestimmung der spezifischen Antwortverhalten einiger TLD-100H und TLD-200 Kristallen konnte bestätigt werden, dass die Abweichungen der Kristalle gleichen Typs voneinander geringer sind als die erreichte Messgenauigkeit. Der Vorteil einer Auswertung von Glühkurven anhand eines einzelnen Peaks gegenüber einer Auswertung der gesamten Glühkurve konnte nicht bestätigt werden. Des weiteren wurde ein Einfluss der Bestrahlungsrate auf die Glühkurve von TLD-100H Kristallen festgestellt. Das Antwortverhalten sinkt mit steigender Bestrahlungsrate. Ein Einfluss der Neutronenstrahlung der Ra-Be-Quelle auf die Glühkurven konnte mit TLD-600 und TLD-700 Kristallen leider nicht festgestellt werden, der Effekt der  $\gamma$ -Strahlung dominiert.

Weiterführende Arbeiten könnten das Messprogramm noch weiter ausbauen. Ein direktes Aufrufen eines Fit-Programms zum Fitten des Untergrunds von Glühkurven und der Heizkurve wäre möglich. Dadurch könnte eine Untergrundbereinigung der Glühkurven schon vom Messprogramm durchgeführt werden. Ein direktes Aufsummieren der Spektren über alle gemessenen Wellenlängen wäre eine weitere mögliche Ergänzung des Messprogramms. Dadurch könnte sogar der PMP überflüssig werden, da so ebenfalls Glühkurven aufgenommen werden können. Eine ausgiebige Erprobung wäre allerdings zuvor notwendig. Des weiteren könnte der beobachtete Effekt des Fadings genauer untersucht werden und spektrale Messungen zum Einfluss der Bestrahlungsrate durchgeführt werden. Weiterführende Messungen sind auch zur Neutronensensitivität vorstellbar. Letztendlich könnte der schon von [Neu13] geplante neue Versuchsaufbau umgesetzt und erprobt werden. Dies würde eine Messung der kompletten Glühkurve von TLD-400 Kristallen ermöglichen.

---

<sup>5</sup>Das gilt nur für den gemessenen Temperaturbereich und für die vermessenen Kristalle.

## A Anhang

### A.1 Anleitung zur Auswertung von Glühkurven via Glowfit

1. Fitten des Untergrunds  $u(t) = a + b \exp(t/c)$ .
2. Eintragen der Untergrundparameter in Glowfit.
3. Vorgabe der Startparameter der einzelnen Peaks über „click&draw“.
4. Fitten der Glühkurve mit GlowFit.
5. Fitten der Heizkurve  $T(t) = mt + b$ .
6. Umrechnen der von Glowfit angegebenen Integralwerte nach  $N(T) = N(t)/m$ .
7. Berechnen der Ungenauigkeit nach  $\Delta N(T) = \sqrt{\left(\frac{\sqrt{N(t)}}{m}\right)^2 + \left(\frac{N(t)}{m}\Delta m\right)^2}$ .
8. Übernehmen der Fitparameter aus Glowfit in z.B. Gnuplot. Umrechnen der Intensitätsparameter.
9. Fitten der Glühkurve mit den GlowFit-Parametern als Startwerte.

### A.2 Anleitung zur Versuchsdurchführung

1. Einschalten der Messelektronik und des Laborcomputers.
2. Einschalten der Wasserkühlung. Es werden die Ventile für Vor- und Rücklauf für die Kammer- und die Turbopumpenkühlung aufgedreht.
3. Einschalten der Vorpumpe. Die Vorpumpe muss einige Minuten warmlaufen bevor 6. erfolgen kann.
4. Einsetzen eines Kristalls in den Probenkopf.
5. Einsetzen des Probenkopfes in eine der Messkammern.
6. Öffnen des Zwischenventils.
7. Einschalten der Turbopumpe sobald der Kammerdruck bei etwa  $10^{-1}$  mbar ist.
8. Starten des Messprogramms.
9. Eingabe des Messgeräts und der Kristall-ID.

10. Wenn mit dem PMP gemessen werden soll: Öffnen des Shutters.
11. Start der Messung über den MC.
12. Einschalten der Druckluftkühlung sobald das Messprogramm dazu auffordert oder das Statusfenster rot blinkend „weiter abkuehlen lassen“ anzeigt.
13. Spektrometer: Anzahl der Untergrundmessungen auswählen  
PMP: Druckluftkühlung abschalten sobald die Proben temperatur unter 30 °C gesunken ist. Starten der Untergrundmessung über den MC sobald das Messprogramm dazu auffordert.

Alle nachfolgenden Schritte werden erst durchgeführt nachdem sich das Messprogramm beendet hat:

14. Wenn mit dem PMP gemessen wurde: Schließen des Shutters.
15. Zudrehen des Zwischenventils.
16. Ausschalten der Turbopumpe.
17. Ausschalten der Druckluftkühlung.
18. Sobald die Turbopumpe angehalten hat, wird die Messkammer über das Belüftungsventil langsam belüftet.
19. Entnahme des Probenkopfes.
20. Entnahme des Kristalls.
21. Soll eine weitere Messung durchgeführt werden kann jetzt wieder bei 4. begonnen werden.
22. Ausschalten der Vorpumpe.
23. Ausschalten der Messelektronik und des Laborcomputers.

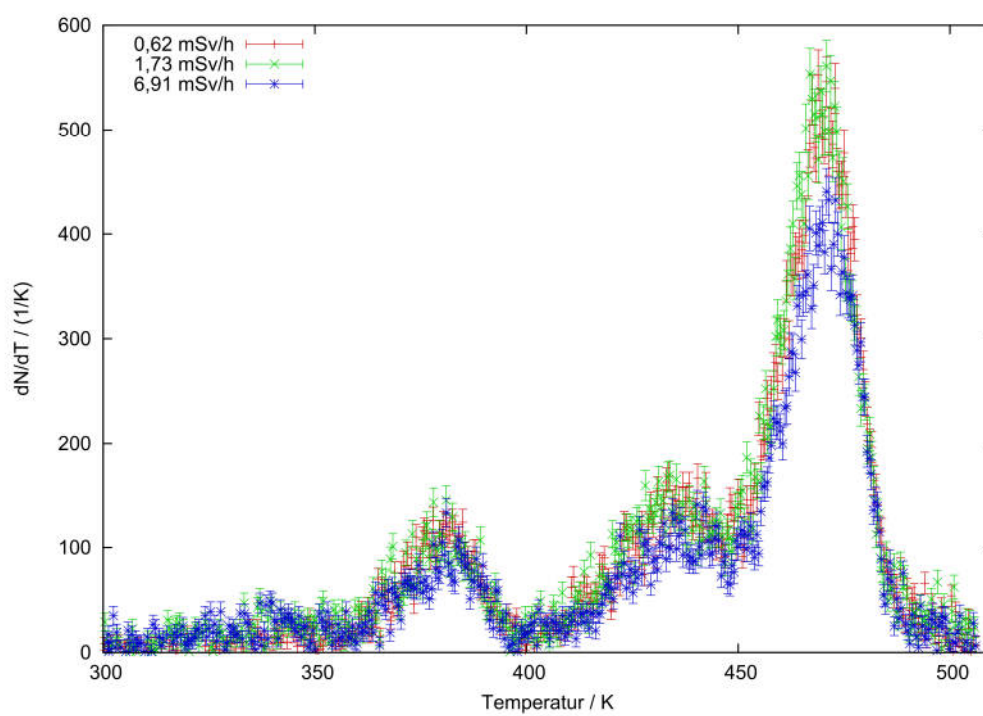
**A.3 Glühkurven der Messungen zum Bestrahlungsrateneinfluss**

Abbildung 37: Glühkurven eines TLD-100H Kristalls nach Bestrahlung mit unterschiedlichen Bestrahlungsraten. Die Dosis entspricht bei allen drei Messungen 0,45 mSv.



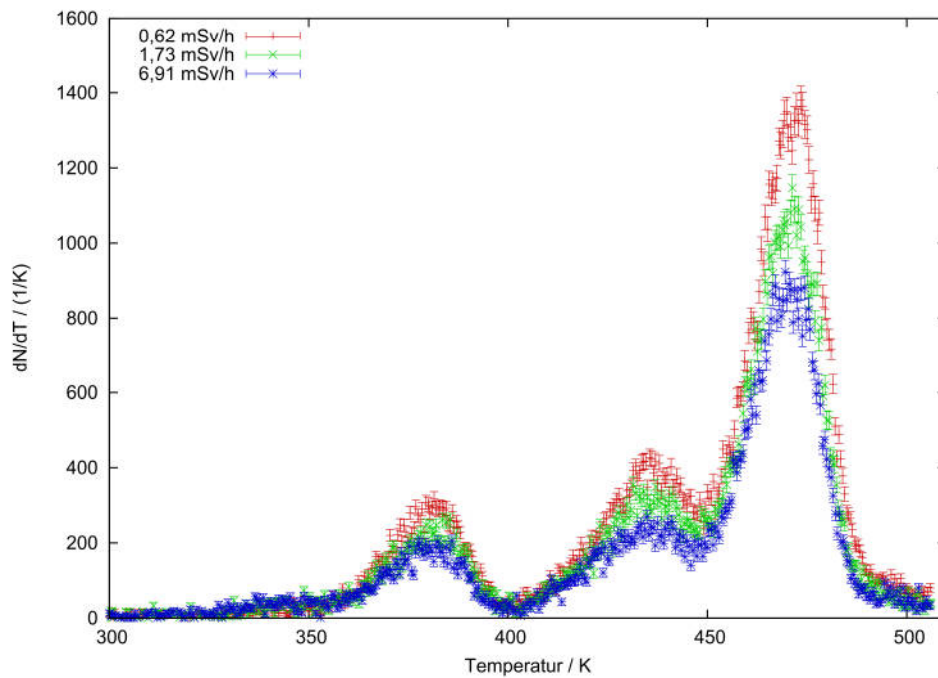


Abbildung 38: Glühkurven eines TLD-100H Kristalls nach Bestrahlung mit unterschiedlichen Bestrahlungsraten. Die Dosis entspricht bei allen drei Messungen 1,11 mSv.

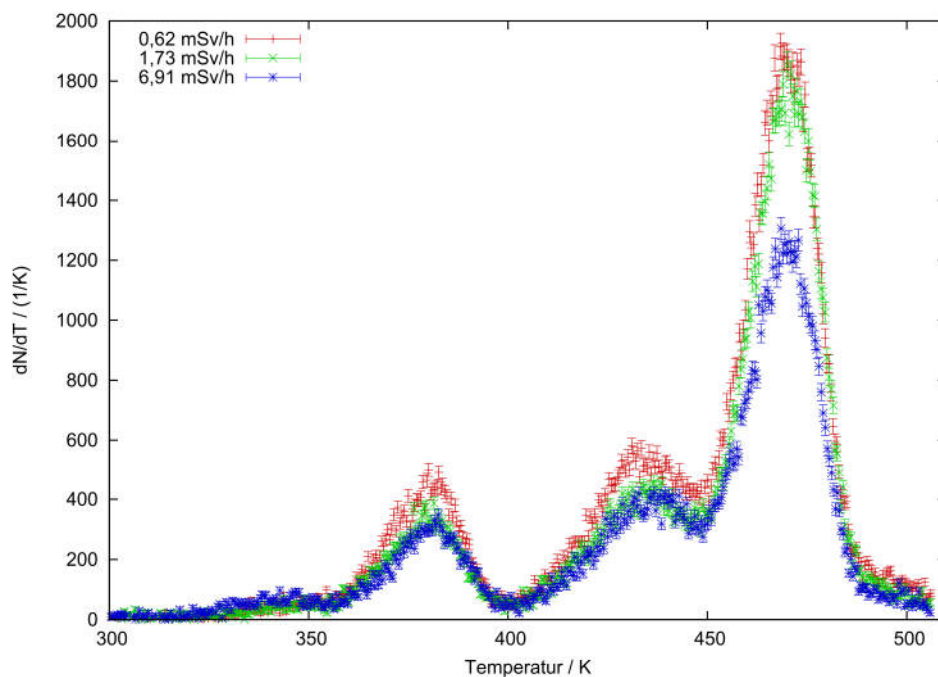


Abbildung 39: Glühkurven eines TLD-100H Kristalls nach Bestrahlung mit unterschiedlichen Bestrahlungsraten. Die Dosis entspricht bei allen drei Messungen 1,68 mSv.

## Literatur

- [Abr72] M. Abramowitz und I.A. Stegun: *Handbook of Mathematical Functions*. Dover Publications, Inc., 1972.
- [Azo86] J. Azorín: *Determination of thermoluminescence Parameters from Glow Curves - I. a review*. Nuclear Tracks, 11:159-166, 1986.
- [Bé06] M.-M. Bé et al.: *Table of Radionuclides Vol. 1-5*. Bureau International des Poids et Mesures, 2006.
- [Bon13] D. Bonaventura: *Private Kommunikation*, 2013.
- [Car48] C.C. Carroll und N.J. Madison: *Neutron Source*. United States Radium Corporation, 1948.
- [Che00] R. Chen und P.L. Leung: *A model for dose-rate dependence of thermoluminescence intensity*. Applied Physics Letters, 33:846-850, 2000.
- [Dan53] F. Daniels und C.A. Boyd und D.F. Saunders: *Thermolumineszenz as a Research Tool*. Science, 117:353-349, 1953.
- [Fur03] C. Furetta: *Handbook of Thermoluminescence - Second Edition*. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 2003.
- [Hue11] N. Hüsken: *Untersuchung der Reproduzierbarkeit eines Thermolumineszenzaufbaus*. Bachelorarbeit, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2011.
- [Iba80] H. Ibach und H. Lüth: *Festkörperphysik*. Springer, 1980.
- [Kho13] A. Khoukaz: *Private Kommunikation*, 2013.
- [Kim04] M. Kim et al.: *Screened-exchange determination of the optical properties of large gap insulators: CaF<sub>2</sub>*. Applied Physics Letters, 84,18:3579-3581, 2004.
- [Kor10] S. Korsten: *Aufbau und Erprobung eines Messstandes für die Thermolumineszenzdosimetrie*. Diplomarbeit, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2010.
- [Kri11] H. Krieger: *Strahlungsmessung und Dosimetrie*. Vieweg + Teubner, 2011.
- [Lüp06] E. Lüpke et al.: *Sensitivity loss of LiF:Mg,Cu,P thermoluminescence dosimeters caused by oven annealing*. Radiation Protection Dosimetry, 121:195-201, 2006.
- [Mar60] J.B. Marion und J.L.Fowler: *Fast Neutron Physics Part I*. Interscience Publishers, INC., New York, 1960.

- [McK85] S.W.S. McKeever: *Thermoluminescence of solids*. Cambridge University Press, 1985.
- [Neu10] M. Neumann: *Optimierung eines Aufbaus zur Thermolumineszenzdosimetrie*. Bachelorarbeit, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2010.
- [Neu13] M. Neumann: *Optimierung und Erweiterung eines Thermolumineszenzaufbaus*. Masterarbeit, Westfälische Wilhelms-Universität Münster, 2013.
- [Puch06] M. Puchalska und P. Bilski: *GlowFit—a new tool for thermoluminescence glow-curve deconvolution*. *Radiation Measurements*, 41:659-664, 2006.
- [The13] Thermoscientific:  
[http://www.thermoscientific.de/eThermo/CMA/PDFs/Product/productPDF\\_25878.pdf](http://www.thermoscientific.de/eThermo/CMA/PDFs/Product/productPDF_25878.pdf)  
September, 2013.
- [Tri06] A. Triolo et al.: *Glow curve analysis of TLD-100H irradiated with radiation of different LET: Comparison between two theoretical method*. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, 560:413-417, 2006.
- [Vil13] T. Vilaithong et al.: *High resolution emission spectra of TL Materials*. *Radiation Protection Dosimetry*, 100:211-216, 2013.





## Danksagung

Als Abschluss dieser Arbeit möchte ich mich bei allen bedanken, die zum Entstehen dieser Arbeit beigetragen haben.

Vor allem möchte ich mich bei Prof. Dr. A. Khoukaz danken, der diese Arbeit ermöglicht hat und bei jedem Gruppenmeeting und bei jedem Treffen im Flur interessiert nach den neuesten Fortschritten fragte und der diese Arbeit mit hilfreichen Hinweisen unterstützte.

Des weiteren danke ich meinen wechselnden Betreuern Michèle Neumann, Ann-Katrin Hegemöller und Alexander Täschner die mir stets mit gutem Rat zur Seite standen und viele Stunden mit dem Korrekturlesen dieser Arbeit verbracht haben.

Ich danke Herrn C. Kleinbösing für die Übernahme des Korefferats.

Esperanza Köhler und allen schon genannten danke ich auch wegen der vielen Gänge ins Isotopenlabor.

Mein Dank gilt auch der gesamten Arbeitsgruppe Khoukaz, die in den regelmäßigen Gruppenmeetings viel konstruktive Kritik für mich hatten und eine angenehme Mittagsrunde bildeten.

Zuletzt danke ich natürlich auch meiner Familie, meinen Freunden und meiner Freundin Laura, die besonders in der arbeitsreichen Endphase dieser Arbeit viel Verständnis für mich hatten und meine Motivation stets neu entfachen konnten.

# Eidesstaatliche Erklärung

Ich versichere hiermit, dass ich die vorliegende Arbeit mit dem Titel

*„Systematische Untersuchungen von TLD-Kristallen an einem Thermolumineszenz-Aufbau für das kernphysikalische Praktikum“*

selbstständig verfasst habe, und dass ich keine andern Quellen und Hilfsmittel als die angegebenen benutzt habe und dass die Stellen der Arbeit, die anderen Werken - auch elektronischen Medien - dem Wortlaut oder Sinn nach entnommen wurden, auf jeden Fall unter Angabe der Quelle als Entlehnung kenntlich gemacht worden sind.

---

Ort, Datum

---

Lukas Leßmann