

WESTFÄLISCHE  
WILHELMS-UNIVERSITÄT  
MÜNSTER

---

## Bachelorarbeit

Optimierung eines Aufbaus zur  
Thermolumineszenzdosimetrie

Optimization of a setup for  
thermoluminescence dosimetry

vorgelegt von

MICHÈLE NEUMANN

– Juli 2010 –



# Inhaltsverzeichnis

<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>1 Einführung in das Themengebiet</b>	<b>3</b>
1.1 Lumineszenz . . . . .	3
1.2 Thermolumineszenz . . . . .	3
1.3 Dosimetrie . . . . .	6
1.3.1 Äquivalentdosis . . . . .	6
1.3.2 Albedodosimeter . . . . .	8
1.3.3 Thermolumineszenzdosimetrie . . . . .	10
1.3.4 Thermolumineszenzdosimetrie mit Lithiumfluorid . . . . .	10
<b>2 Realisierung eines Aufbaus zur Thermolumineszenzdosimetrie</b>	<b>13</b>
2.1 Bestrahlungsapparat . . . . .	13
2.2 Aufbau der Messkammer . . . . .	15
2.3 Probenkopf . . . . .	17
2.4 Unterschiede der Probendeckel . . . . .	19
<b>3 Systematische Untersuchungen zur Optimierung des Thermolumineszenzaufbaus</b>	<b>21</b>
3.1 Prinzipielles Messverfahren . . . . .	21
3.2 Auswertung der Messungen zur Entwicklung eines Auswerteprogramms	23
3.3 Einfluss von geometrischen Parametern des Probenkopfes . . . . .	25
<b>4 Systematische Untersuchungen an den Probendeckeln</b>	<b>29</b>
4.1 Systematische Untersuchungen zu den Temperaturpositionen und Intensitäten der Glühkurve . . . . .	30
4.2 Untergrunduntersuchungen . . . . .	32
4.3 Einfluss der neuen Probendeckel auf die Peakhalte . . . . .	35
4.4 Untersuchungen der Kristalle . . . . .	38
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>45</b>
<b>Danksagung</b>	<b>47</b>



# Einleitung

Nach dem quantenmechanischen Atommodell besteht ein Atom aus einem positiv geladenen Atomkern der Größenordnung  $\varnothing \approx 10^{-14}$  m und einer negativ geladenen Elektronenhülle, die den Kern umgibt. Ein Atomkern wiederum ist aus Protonen und Neutronen aufgebaut. Aufgrund des Pauliprinzips müssen sich zwei Spin-1/2-Teilchen eines Energieniveaus in mindestens einer weiteren Quantenzahl unterscheiden, weshalb immer nur jeweils 2 Protonen und 2 Neutronen mit jeweils entgegengerichteten Spins gleiche Energieniveaus besetzen können. Besitzt ein Atomkern einen starken Überschuss an Protonen oder Neutronen, so ist dieser meist instabil, d.h. er hat eine endliche Lebensdauer. Radioaktive Zerfälle sind Prozesse, bei denen sich instabile Atomkerne unter Emission von ionisierender Strahlung spontan in leichtere Kerne umwandeln können, wobei viel Energie frei wird. Bei einem zerfallenden Isotop gelangt die emittierte Strahlung, im allgemeinen  $\alpha$ -,  $\beta$ - und  $\gamma$ -Strahlung, in alle Raumrichtungen. Die verschiedenen Strahlungsarten unterscheiden sich dabei stark in ihrer Reichweite. Während  $\gamma$ -Strahlung aus Photonen besteht und daher sehr langreichweitig ist, handelt es sich bei  $\alpha$ -Strahlung hingegen um Atomkerne, die aus je zwei Neutronen und Protonen bestehen. Diese geladenen Kerne haben eine vergleichsweise große räumliche Ausdehnung und haben in Luft zum Beispiel nur eine Reichweite von etwa 2 cm.

Da diese energiereiche Strahlung für den menschlichen Organismus nicht ungefährlich ist, müssen besonders strahlenexponierte Personen auf die Dosis der Strahlung achten, derer sie ausgesetzt sind. Gesetzlich ist der Umgang mit radioaktiven Präparaten in der Strahlenschutzverordnung, einer Gesetzesverordnung innerhalb des Atomrechts, geregelt. Da verschiedene Strahlenarten mit verschiedenen Energien unterschiedlich viel Schaden in einem Körper anrichten können, wurde eine Größe eingeführt, die der Vergleichbarkeit dient. Dabei handelt es sich um die sogenannte Äquivalentdosis (siehe Kapitel 1.3.1). Um die Energie- oder Äquivalentdosis strahlenexponierter Personen detektieren zu können, tragen diese ein Dosimeter bei sich. Diese Maßnahme dient der Überwachung. Bei Photonenstrahlung werden Albedodosimeter (siehe Kapitel 1.3.2) zur Bestimmung einer Dosis, die ein Körper erfahren hat, eingesetzt. Diese enthalten Lithiumfluoridkristalle als Detektoren für Photonenstrahlung. Ein Albedodosimeter darf nach der Strahlenschutzverordnung 30 Tage lang von einer Person in Kontrollbereichen getragen werden. Anschließend

---

werden die darin befindlichen Lithiumfluoridkristalle mit Hilfe der Thermolumineszenzdosimetrie ausgelesen und die Dosis bestimmt, welcher die Person über den Zeitraum ausgesetzt war.

Als Thermolumineszenz bezeichnet man die Eigenschaft von Festkörpern bei Erwärmung weit unterhalb ihrer Glühtemperatur Strahlung in Form von Licht freizusetzen. Entsprechende Leuchterscheinungen finden sich zum Beispiel bei Steinen, alten Gebäuden und Keramiken.

Anwendungen der Thermolumineszenzdosimetrie finden sich in vielen Bereichen wieder. In der Archäometrie wird diese Methode zur Datierung von mineralischen Proben genutzt. Dies ist möglich in einem Bereich von ca. 100 - 100.000 Jahre. Dabei kann das Alter von beispielsweise Erdschichten, alten Keramiken und Gebäuden bestimmt werden. Auch für den Strahlenschutz ist die Thermolumineszenzdosimetrie von großer Bedeutung, um besonders strahlenexponierte Personen vor zu hohen Energiedosen zu schützen. In der Medizin findet sie Anwendung bei Strahlentherapien [uMF63]. Die Luft- und Raumfahrt macht sich die Dosimetrie beispielsweise bei dem Matroschkaexperiment zu Nutzen [ESA]. Dieses Experiment wurde vom Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt entwickelt, um zu ermitteln, welcher Strahlenbelastung Mitarbeiter in- und außerhalb der Internationalen Raumstation *ISS* (engl. International Space Station) ausgesetzt sind. Dabei wurde ein dem Menschen ähnliches „Phantom“ erstellt, welches mit Lithiumfluoridkristallen zum Nachweis kosmischer Strahlung ausgestattet ist.

Im Rahmen der Diplomarbeit von Stefan Korsten [Kor10] wurde am Institut für Kernphysik der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster ein Messstand zur Thermolumineszenzdosimetrie für das „Scientific Instrumentation“-Praktikum aufgebaut. Mit diesem Experimentaufbau ist es möglich, eine unbekannte Dosis zu bestimmen, der eine Probe ausgesetzt war.

Ziel dieser Bachelorarbeit ist es, diesen Messstand zu optimieren. Dafür sollten an der Halterung für die auszulesenden Kristalle verschiedene Probendeckel systematisch untersucht werden. Außerdem sollte, um den Aufwand der Auswertung zu reduzieren, eine Software entwickelt werden, welche die Daten, die während einer Messung mit besagtem Experimentaufbau aufgenommen werden, einlesen und vollständig beschreiben kann. Weiterhin wurde während dieser Arbeit eine Anfälligkeit der Messergebnisse auf Variation einiger geometrischer Einstellungen des Probenkopfes festgestellt und durch Variation von geometrischen Parametern des Probenhalters systematisch untersucht.

# 1 Einführung in das Themengebiet

Die Thermolumineszenzdosimetrie beschäftigt sich mit der Messung von ionisierender Strahlung, welche durch sogenannte Dosimeter detektiert werden kann. Dabei wird der physikalische Effekt der Thermolumineszenz ausgenutzt, bei welchem Lichtemission durch das thermische Anregen eines Körpers stimuliert wird. Die Thermolumineszenz ist eine Erscheinungsform von optischer Strahlung bei der Abregung eines physikalischen Systems in seinen Grundzustand, die im allgemeinen als Lumineszenz bezeichnet wird.

## 1.1 Lumineszenz

Für den Prozess der Lumineszenz muss ein Körper durch Absorption einer Energie in einen angeregten Zustand übergehen, welcher solange erhalten wird, bis durch entsprechende Abregung die Lichtemission stattfindet und der Körper wieder in seinen Grundzustand zurückkehren kann.

Lumineszenzen können durch verschiedene Anregungen hervorgerufen werden, nach denen sie klassifiziert werden. Chemolumineszenz ist beispielsweise die Lichtemission, welche durch eine chemische Reaktion hervorgerufen wurde. Eine spezielle Form davon ist die Biolumineszenz, ein Prozess, der in organischen Systemen stattfindet, zum Beispiel bei Glühwürmchen. Durch Anlegen einer elektrischen Spannung kann ein Festkörper durch Elektrolumineszenz angeregt werden. Dieser Effekt wird bei Halbleitern zum Bau von Leuchtdioden genutzt.

Die in dieser Arbeit relevante Lumineszenz ist die Thermolumineszenz, die Emission elektromagnetischer Strahlung eines Festkörpers unterhalb seiner Glühtemperatur. Dabei handelt es sich um die Anregung eines Systems durch Wärmezufuhr, auch thermisch stimulierte Lumineszenz genannt.

## 1.2 Thermolumineszenz

Der Effekt der Thermolumineszenz tritt bei Festkörpern auf, die nicht elektrisch leitend sind. Die Atome eines Festkörpers sind allgemein in regelmäßigen Gittern

angeordnet. Mechanische Stöße oder Verunreinigungen des Festkörpers führen zu Fehlstellen im Kristallgitter. Die Elektronen der Atome können durch äußere Anregung in höhere Energieniveaus angeregt werden. Anschaulich kann der Effekt gut anhand des Bändermodells (siehe Abbildung 1.1) erklärt werden.

Im Grundzustand eines Festkörpers befinden sich zwischen Leitungs- und Valenzband aufgrund von Fehlstellen im Kristallgitter mit Elektronen besetzte Aktivatorzentren und unbesetzte, sogenannte Haftstellen oder *Traps*. Durch ionisierende Strahlung können Elektronen aus den Aktivatorzentren angeregt und so in das Leitungsband angehoben werden. Ein kleiner Anteil dieser Elektronen besetzt dann die Haftstellen, die sich energetisch knapp unter dem Leitungsband befinden - man spricht hier auch vom Einfrieren der Anregungsenergie [Dem02]. Der Festkörper befindet sich dadurch in einem Nichtgleichgewichtszustand. Durch thermische Anregung der Probe können die Elektronen, welche die Haftstellen besetzen, wieder in das Leitungsband gelangen und unter Emission eines Photons in die Aktivatorzentren, bzw. in den Grundzustand abgeregt werden. Wie lange sich ein Elektron in einer Haftstelle aufhält, wird durch die Boltzmann-Statistik beschrieben [Zöl95]:

$$\tau = s^{-1} e^{\frac{\Delta E}{k_B T}}. \quad (1.1)$$

Dabei ist  $\tau$  die Lebensdauer des Elektrons in einer Haftstelle,  $s$  der sogenannte Sprungfaktor oder Frequenzfaktor,  $k_B$  die Boltzmannkonstante und  $T$  die Temperatur. Die Lebensdauer eines Elektrons hängt also stark von der Energielücke  $\Delta E$  zwischen Haftstelle und Leitungsband ab.

Die im Thermolumineszenz-Messaufbau verwendeten Kristalle bestehen aus mit Magnesium und Titan dotiertem Lithiumfluorid. Sie wurden also gezielt mit Fremdatomen, die als Aktivator dienen sollen, verunreinigt. In diesen so zustande gekommenen Gitterfehlern, kann Energie durch die radioaktive Strahlung gespeichert werden.

Die Anregung eines Festkörpers durch ionisierende Strahlung ist in Abbildung 1.1 dargestellt. Das verwendete Material muss ein Isolator sein, da Valenzband und Leitungsband nicht überlappen dürfen. Bei Halbleitermaterialien ist die Energielücke zwischen Valenz- und Leitungsband sehr gering. Diese beträgt bei Halbleitern typischer Weise etwa 1 - 2 eV. Die Energiedifferenz  $\Delta E$  zwischen Leitungsband und Haftstellen liegt allerdings schon etwa zwischen 0,6 und 1 eV, daher sind Halbleitermaterialien weniger für die Thermolumineszenzdosimetrie geeignet. Elektronen aus dem Valenzband können durch Anregung mit hochenergetischer Strahlung ( $f$ ) in das Leitungsband gelangen. Dieser Prozess findet zum Beispiel während der Bestrahlung mit einer radioaktiven Quelle statt.



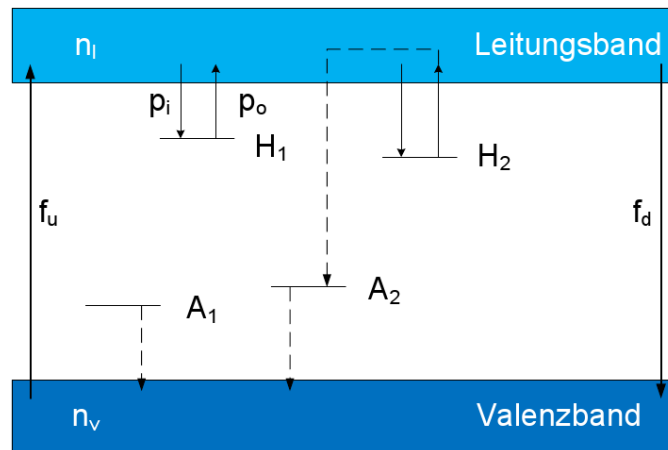


Abbildung 1.1: Schematische Darstellung des Bändermodells der Lumineszenz. Zwischen Valenz- und Leitungsband befinden sich sogenannte Haftstellen  $H_1$ ,  $H_2$  und Aktivatorzentren  $A_1$  und  $A_2$  auf verschiedenen Energieniveaus. Die Konzentration der Elektronen beträgt dann  $n_v$  im Valenzband und  $n_l$  im Leitungsband. Ein kleiner Bruchteil der Elektronen im Leitungsband kann sich mit der Wahrscheinlichkeit  $p_i$  in eine sogenannte Haftstelle abregnen. Die Befreiungswahrscheinlichkeit des Elektrons von der Haftstelle in das Leitungsband beträgt hier  $p_o$ .

Die Konzentration der Elektronen beträgt dann  $n_v$  im Valenzband und  $n_l$  im Leitungsband. Zwischen Valenz- und Leitungsband befinden sich sogenannte Aktivatorzentren  $A_1$  und  $A_2$ , die im Grundzustand mit Elektronen besetzt sind. Durch den Einfluss ionisierender Strahlung werden diese Elektronen über das Valenzband in das Leitungsband angeregt. Ein kleiner Bruchteil der Elektronen im Leitungsband kann sich mit der Wahrscheinlichkeit  $p_i$  in eine sogenannte Haftstelle abregnen. Dabei liegen die Haftstellen  $H_1$ ,  $H_2$ , etc. auf verschiedenen Energieniveaus. Zwischen dem Leitungsband und einer Haftstelle  $H_i$  liegt die Energiedifferenz  $\Delta E_i$ . Die Befreiungswahrscheinlichkeit des Elektrons von der Haftstelle in das Leitungsband beträgt hier  $p_o$ .

Die Thermolumineszenzdosimetrie wird in verschiedenen Bereichen zur Detektion ionisierender Strahlung verwendet. Die Menge der Strahlung, die ein Gegenstand oder Mensch erfährt, wird Energiedosis genannt. Um eine Energiedosis präzise bestimmen zu können, werden Messverfahren, wie zum Beispiel die Dosimetrie angewendet.

## 1.3 Dosimetrie

Die Dosimetrie befasst sich mit der Bestimmung einer Strahlendosis, die ein Mensch oder Gegenstand von einer radioaktiven Quelle erfährt. Die entsprechenden Messgeräte werden Dosimeter genannt. Diese können die tatsächliche Energiedosis oder eine Äquivalentdosis angeben.

### 1.3.1 Äquivalentdosis

Eine radioaktive Quelle hat zum Zeitpunkt  $t = 0$  eine bestimmte Anzahl  $N_0$  von Kernen. Durch den radioaktiven Zerfall wird die Menge dieser Kerne gemäß dem allgemeinen Zerfallsgesetz

$$N(t) = N_0 \cdot e^{-\lambda t} \quad (1.2)$$

nach einer gewissen Zeit  $t$  auf  $N(t)$  Kerne reduziert.  $\lambda$  ist hier die vom Isotop abhängige Zerfallskonstante.

Betrachtet man die Änderung der Anzahl der Kerne  $N(t)$  mit der Zeit, so erhält man die Aktivität

$$A(t) = -\frac{dN}{dt} \stackrel{(1.2)}{=} -\frac{d}{dt} (N_0 \cdot e^{-\lambda t}) = \lambda N_0 \cdot e^{-\lambda t} \quad (1.3)$$

einer Quelle [Kri09]. Zum Zeitpunkt  $t = 0$  gilt für die Aktivität  $A_0 = \lambda N_0$  und somit erhält man analog zum Zerfallsgesetz:

$$A(t) = A_0 \cdot e^{-\lambda t}. \quad (1.4)$$

Die Aktivität einer radioaktiven Quelle nimmt also exponentiell mit der Zeit ab. Für die Halbwertszeit  $T_h$  gilt:

$$\frac{A_0}{2} = A_0 \cdot e^{-\lambda T_h} \Leftrightarrow T_h = \frac{\ln 2}{\lambda}.$$

Nach der Halbwertszeit  $T_h$  hat die Quelle nur noch die Hälfte der ursprünglichen Aktivität und es gilt:

$$A(t) = A_0 \cdot e^{-\frac{\ln 2}{T_h} t}. \quad (1.5)$$

Da es sich bei der Aktivität einer Quelle um Zerfälle pro Zeiteinheit handelt, hat man die Einheit Becquerel (Bq) gewählt. Ein Zerfall pro Sekunde wurde festgelegt als 1 Bq. Wird die Einheit in Bq pro Masseneinheit angegeben, so handelt es sich um die spezifische Aktivität einer Quelle.

## Strahlung und der menschliche Organismus

Um Aussagen über die von der Strahlung im Körper verursachten Schäden machen zu können, muss die dort gespeicherte Energie  $W_D$  der ionisierenden Strahlung bekannt sein. Diese ergibt sich aus der eingestrahelten Energie  $W_e$ , der ausgetretenen Energie  $W_a$  und der aus den Umwandlungsprozessen frei werdenden Energie  $W_u$ :

$$W_D = W_e - W_a + W_u. \quad (1.6)$$

Die deponierte Energiedosis  $D$  ist definiert als die pro Masseneinheit  $dm$  absorbierte Energie  $dW_D$  mit  $dm = \rho dV$  [Kri09]:

$$D = \frac{dW_D}{dm} = \frac{dW_D}{\rho dV}. \quad (1.7)$$

Die hierfür verwendete Einheit ist das Gray, wobei 1 Gy gleich 1J/kg entspricht. Betrachtet man die Energiedosis pro Zeiteinheit, so ergibt sich die Energiedosisleistung:

$$\dot{D} = \frac{dD}{dt}. \quad (1.8)$$

Diese wird in Gy/s angegeben.

Nimmt man eine punktförmige radioaktive Quelle an, so wird die Energiedosisleistung in Abhängigkeit vom Abstand  $r$  zur Quelle und der Aktivität  $A$  durch folgende Näherungsgleichung [Kri09] beschrieben:

$$\dot{D} = \Gamma \cdot \frac{A}{r^2}. \quad (1.9)$$

Dabei ist  $\Gamma$  die spezifische Strahlungskonstante, die von der Anzahl der Zerfälle und von der Art der Strahlung abhängt. Außerdem geht, unter der Annahme, dass Strahlung in Körpergewebe eindringt, die Energie der Strahlenquanten in diese Konstante ein. Der Wert wird meist experimentell bestimmt.

Da Strahlung unterschiedlicher Art und Energie verschieden starke Schäden im Körper eines Lebewesens anrichten kann, wurde eine weitere Größe eingeführt, die diese durch den sogenannten Strahlungswichtungsfaktor  $q$  berücksichtigt, die Äquivalentdosis  $H$  [Kri09]:

$$H = qD. \quad (1.10)$$

Um die Äquivalentdosis von der Energiedosis unterscheiden zu können, wird diese in Sievert [Sv] angegeben. Analog zur Energiedosisleistung wird die Äquivalentdosisleistung folgendermaßen berechnet:

$$\dot{H} = \frac{dH}{dt}. \quad (1.11)$$

Der Strahlungswichtungsfaktor ist ein Faktor, der ein Maß für die Schäden darstellt, die eine bestimmte Strahlungsart im Körper anrichten kann. Für Photonenstrahlung gilt  $q = 1$ , für Strahlung, die schwere Schäden anrichten kann, z.B.  $\alpha$ -Strahlung, hingegen gilt  $q = 20$  (Vergleich Tabelle 1.1). Die Ursache dafür liegt in der Beschaffenheit der Teilchen. Während Photonen masselose Teilchen sind und leicht durch Materie hindurch gelangen, sind  $\alpha$ -Kerne verhältnismäßig schwere und geladene Teilchen, welche durch ihren großen Wirkungsquerschnitt bei der Wechselwirkung mit Materie nach Bethe-Bloch nur sehr geringe Reichweiten haben. Sie deponieren danach ihre gesamte Energie im Körper.

Strahlungsart	Energiebereich	Strahlungswichtungsfaktor $q$
Photonen	alle Energien	1
Neutronen	$E < 10$ keV	5
	10 - 100 keV	10
	0,1 - 2 MeV	20
	2 - 20 MeV	10
	$E > 20$ MeV	5
$\alpha$	alle Energien	20

Tabelle 1.1: Verschiedene Strahlenarten werden abhängig vom Energiebereich unterschiedlichen Strahlungswichtungsfaktoren  $q$  zugeordnet. [Kri09]

Nach der Strahlenschutzverordnung dürfen strahlenexponierte Personen eine Höchstdosisleistung von 20 mSv pro Jahr nicht überschreiten [Kri09]. Daher ist das Mitführen von Dosimetern, Dosismessgeräten, bei Arbeiten in radioaktiven Kontrollbereichen gesetzlich vorgeschrieben. Neben Stabdosisimetern, Fingerringdosimetern und Filmdosisimetern werden auch Thermolumineszenzdosimetrie verwendet. Ein Beispiel ist das Albedodosimeter.

### 1.3.2 Albedodosimeter

Ein Dosimeter ist ein Messgerät, mit dem man eine Dosis bestimmen kann. Im Rahmen dieser Bachelorarbeit werden die mit Magnesium und Titan dotierten Lithiumfluoridkristalle (TLD100) aus Albedodosimetern der Firma Harshaw verwendet. Sie dienen zum Nachweis sowohl für Photonen- als auch für Neutronenstrahlung und damit können Äquivalentdosen in einem Bereich zwischen 0,1 mSv und 2 Sv gemessen werden. In Abbildung 1.2 ist die Vorderseite eines kompletten Albedodosimeters (1) dargestellt, sowie die darin befindliche Kassette (2) und die Rückseite (3).

Die Kassette (2) enthält vier Lithiumfluoridkristalle. Davon befindet sich ein Paar hinter den dünnen Plastikfenstern an der Vorderseite, ein weiteres hinter den Fenstern der Rückseite. Jedes Paar enthält einen Kristall, der ausschließlich dem Nachweis von Photonenstrahlung dient und einen, mit dem zusätzlich Neutronenstrahlung nachgewiesen werden kann. Diese Kristalle unterscheiden sich in ihrer Isotopenzusammensetzung. Photonen- und neutronenempfindliche Detektoren bestehen aus  ${}^6\text{Li}$ , während die nur für Photonenstrahlung empfindlichen Kristalle aus  $\text{Li}^7$  bestehen.

Für den Neutronennachweis wird die Anzahl der vom Körper zurückgestreuten Neutronen gemessen. Diese ergibt sich aus der Differenz der Messwerte des entsprechenden Detektorpaares [Rit01].



Abbildung 1.2: Bestandteile eines Albedodosimeters der Firma Harshaw. (1) ist die Vorderseite eines Albedodosimeters, (2) die darin befindliche Kassette mit den vier Lithiumfluoridkristallen und (3) ist die Rückseite des Albedodosimeters. [alb07]

Der Vorgang, wie diese Albedodosimeter ausgelesen werden, wird als Thermolumineszenzdosimetrie bezeichnet und das Prinzip im folgenden detaillierter erklärt.

### 1.3.3 Thermolumineszenzdosimetrie

Die Thermolumineszenzdosimetrie bezeichnet das Messen von Photonenstrahlung, die bei Anregung durch Wärmezufuhr frei gesetzt wird. In Kapitel 2 wird ein Experimentaufbau beschrieben, der im Rahmen der Diplomarbeit von S. Korsten [Kor10] für das Scientific Instrumentation Praktikum an der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster aufgebaut wurde. Mit diesem Aufbau kann die absolute Dosis einer Probe bestimmt werden. Als Bestrahlungsmedium für systematische Untersuchungen des Aufbaus werden hier Lithiumfluoridkristalle verwendet. Dabei werden die Proben erwärmt, das emittierte Licht von einem Photomultiplier detektiert und somit eine Glühkurve aufgenommen, die angibt, wie viele Counts bei welcher Temperatur emittiert wurden. Vergleicht man die Glühkurve einer Probe unbekannter Dosis mit der Glühkurve derselben Probe bei einer definierten Dosis, so lässt sich die unbekannte Dosis über das Verhältnis der Peakinhalte bestimmen, da sich die Lichtintensität der Glühkurve linear zur erfahrenen Dosis verhält [Kor10]. Nach dem Ausheizen befindet sich die Probe wieder im Grundzustand und kann erneut für Messungen verwendet werden.

### 1.3.4 Thermolumineszenzdosimetrie mit Lithiumfluorid

Bei diesem Aufbau zur Thermolumineszenzdosimetrie werden Lithiumfluoridkristalle als Proben für systematische Untersuchungen an genau diesem verwendet. Für die Untersuchungen werden die Kristalle bei einer definierten Dosis in einem Bestrahlungsapparat ionisierender Strahlung ausgesetzt, um die Elektronen aus dem Valenzband über das Leitungsband in die Haftstellen anzuregen. Die so zugeführte Energie wird dann im Kristall gespeichert bis dieser durch Wärmezufuhr zur Lichtemission, auch Thermolumineszenz genannt, angeregt wird. Jede Haftstelle befindet sich dabei auf einem bestimmten Energieniveau  $\Delta E$  und wird erst ab einer bestimmten Temperatur  $T$  wieder in den Grundzustand abgeregt. Die Lichtemission wird im Experimentaufbau von einem Photomultiplier detektiert und aufgezeichnet. Dabei erhält man für jedes Energieniveau ein Peak und die Summe dieser Peaks bildet die Glühkurve.

Für Lithiumfluorid wird zur Beschreibung der Lichtintensität  $I$  in Abhängigkeit von der Temperatur  $T$  für ein bestimmtes Energieniveau  $\Delta E$  häufig folgende Parametrisierung verwendet [Kor10]:

$$I(T) = I_m \cdot e^{1+x-e^x} \quad \text{mit } x = \frac{T - T_m}{T_m} \frac{\Delta E}{k_B T_m} \quad (1.12)$$

Dabei ist  $I_m$  die maximale Intensität des betrachteten Peaks,  $T_m$  ist die dazugehörige Temperatur und gibt damit die Temperaturposition des jeweiligen Peaks an,

$k_B$  ist die Boltzmannkonstante. Abbildung 1.3 zeigt eine theoretische Intensitätsverteilung für  $T_m = 140^\circ\text{C}$  und  $\Delta E = 0,8\text{ eV}$ . Dabei ist zu erkennen, dass diese nach Erreichen ihres Intensitätsmaximums deutlich stärker abfällt, als sie vorher ansteigt.

In diesem Experimentaufbau wird ein Temperaturbereich zwischen  $50$  und  $275^\circ\text{C}$  betrachtet. Für die verwendeten Lithiumfluoridkristalle liefert dieser eine Glühkurve mit mindestens vier deutlich erkennbaren Peaks (Vergleich Abbildung 1.4). Diese entsprechen vier verschiedenen Energieniveaus und werden in den Kapiteln 4.3 und 4.4 eingehender untersucht. Die Peaks werden in dieser Arbeit im folgenden nach ansteigender Temperatur mit den Bezeichnungen  $P_1$ ,  $P_2$ ,  $P_3$  und  $P_4$  benannt. Dabei wird der vierte Peak  $P_4$  auch als Hauptpeak bezeichnet.

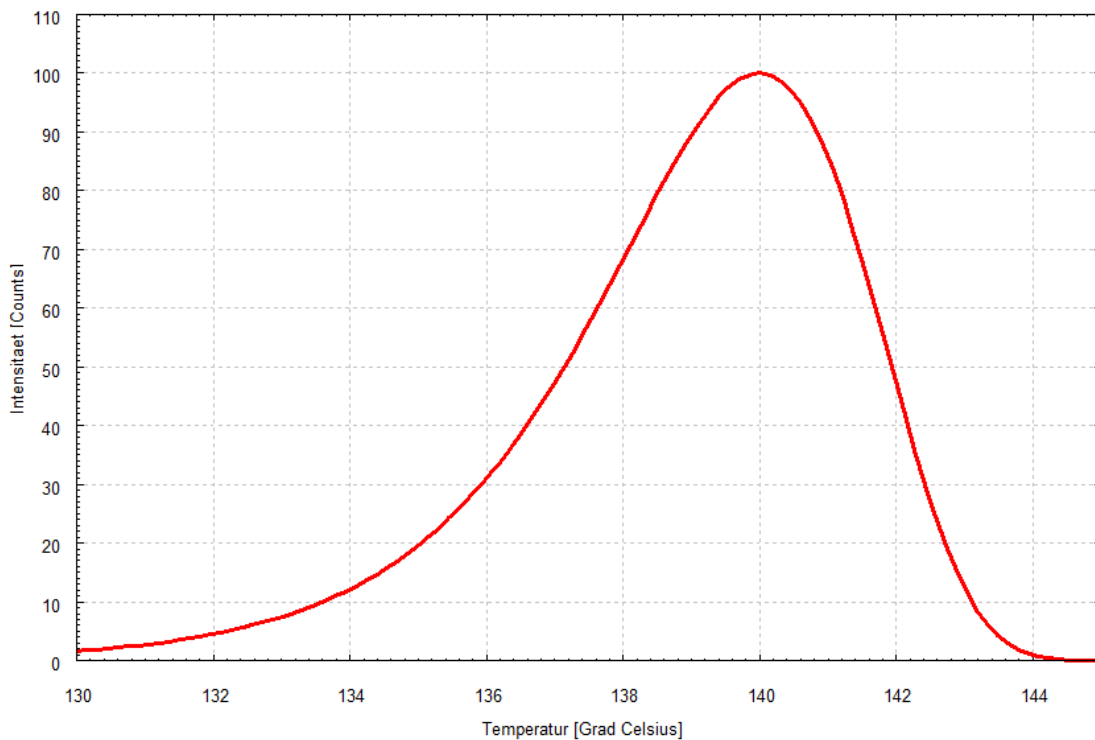


Abbildung 1.3: Intensitätsverteilung eines Energieniveaus für  $T_m = 140^\circ\text{C}$  und  $\Delta E = 0,8\text{ eV}$ .

In Abbildung 1.4 ist eine typische Glühkurve eines Lithiumfluoridkristalls, der eine Energiedosis von  $21,6\text{ mSv}$  in einem Zeitraum von  $23\text{ h}$  absorbiert hat, dargestellt. Der Kristall wurde von Raumtemperatur auf bis zu  $275^\circ\text{C}$  erwärmt, wobei das Thermolumineszenzlicht bei etwa  $70$  bis  $200^\circ\text{C}$  abgestrahlt wird. Es sind deutlich

vier Thermolumineszenzpeaks zu erkennen, die unterschiedlichen Haftstellen zugeordnet werden können. Die Stabilität der Peaks nimmt dabei mit zunehmender Temperatur zu. Die Thermolumineszenzpeaks bei sehr hohen Temperaturen sind an sehr tiefe, bzw. stabile Haftstellen, d.h. Haftstellen mit einem großen  $\Delta E$  gebunden, so dass diese erst bei großer Energie-, bzw. Wärmezufuhr abgeregt werden können. Der erste Peak weist hingegen schon bei Raumtemperatur nach einigen Stunden einen Intensitätsverlust auf.

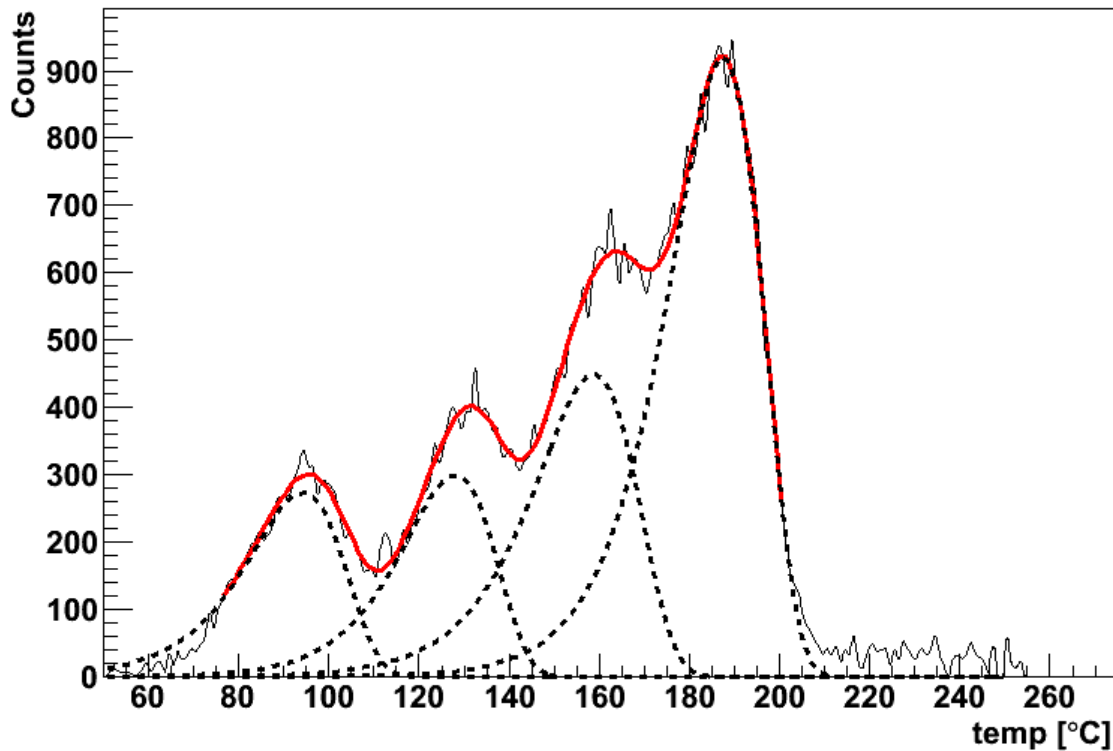


Abbildung 1.4: Intensitätsverteilung eines Lithiumfluoridkristalls nach einer Dosis von 21,6 mSv.



## 2 Realisierung eines Aufbaus zur Thermolumineszenzdosimetrie

Wie im vorangegangenen Kapitel erklärt, werden bei der Thermolumineszenzdosimetrie die durch radioaktive Strahlung angeregte Proben erwärmt, wobei diese sich unter Lichtemission wieder abregen. Zur Bestimmung der absoluten Dosis werden also zunächst eine Heizung und ein Photomultiplier benötigt, da letzterer das emittierte Licht quantitativ detektieren kann.

Im folgenden werden die wichtigsten Komponenten des Aufbaus näher erläutert. Zunächst werden der Bestrahlungsapparat und die verwendete radioaktive Quelle beschrieben. Anschließend wird auf die Messkammer näher eingegangen und einige Bauteile mit zentraler Bedeutung für das System erläutert. Dazu gehört vor allem der Probenkopf, aber auch die in dieser Arbeit systematisch zu untersuchenden, neuen Probendeckel, welche die Proben auf dem Probenhalter festklemmen.

### 2.1 Bestrahlungsapparat

In den Untersuchungen mit dem beschriebenen Versuchsaufbau werden Lithiumfluorid kristalle verwendet. Diese werden, um die Elektronen in einen angeregten Zustand zu versetzen, in einem Bestrahlungsapparat nach Abbildung 2.1 der radioaktiven Strahlung einer Kobaltquelle ausgesetzt. Abbildung 2.1. links zeigt ein Foto mit Draufsicht auf den Bestrahlungsapparat, auf dem jeweils 8 äquidistante Bohrungen um die Stabquelle herum zu erkennen sind.

Abbildung 2.1. Mitte zeigt einen senkrechten Schnitt durch den Bestrahlungsapparat. Dabei befindet sich zentral (schwarz dargestellt) die Stabquelle. Eine Stabquelle besteht aus Scheiben oder Pellets eines Materials, welche in zylinderförmigen Edelstahl eingeschweißt sind. Die dunkelgrau unterlegte Fläche stellt eine Bleiabschirmung dar. Diese besteht aus zwei aufeinanderliegenden Bleiplatten mit den Maßen  $20 \times 20 \times 5 \text{ cm}^3$ , in denen sich eine Plastikabschirmung (hellgrau dargestellt) mit einem Durchmesser von 12 cm und einer Dicke von 3 cm befindet, um zunächst Bremsstrahlung zu vermeiden. In die Blei- und Plastikabschirmung sind die Bohrungen in drei verschiedenen Abständen zur Quelle eingelassen. In diese können dann die Kristalle eingeführt werden, welche sich in den Plastikröhrchen

(Abbildung 2.1. rechts) befinden. Die Röhrrchen sind am Rand in Bodennähe mit kreisförmigen Löchern versehen, damit sich während der Bestrahlung möglichst wenig Material zwischen Kristall und Quelle befindet.

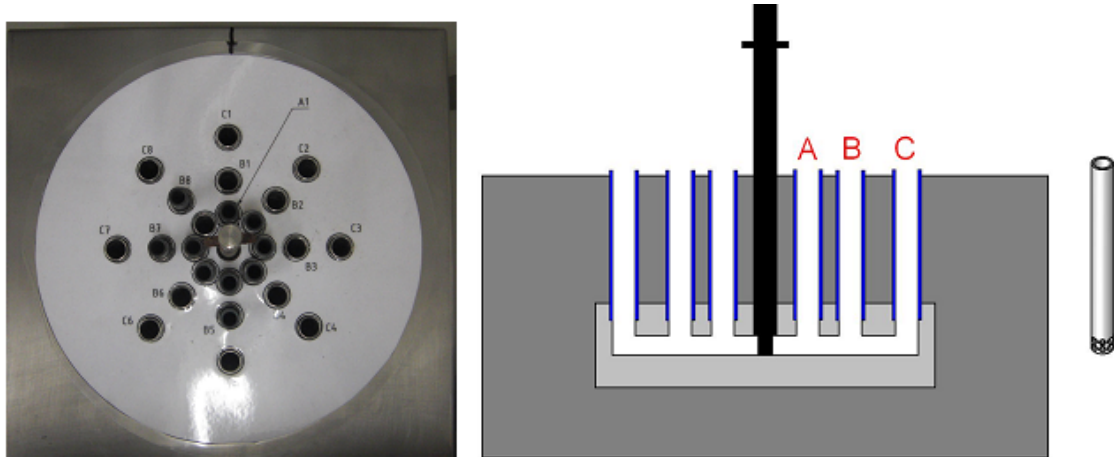


Abbildung 2.1: Links: Foto des Bestrahlungsapparats für die Lithiumfluoridkristalle in der Draufsicht. Mitte: Querschnitt des Bestrahlungsapparats mit Stabquelle im Zentrum und Bohrungen mit den Abständen  $A = 15$  mm,  $B = 30$  mm und  $C = 50$  mm. Rechts: Abbildung eines Röhrrchens für die Kristalle. [Kor10]

Die Werte der Abstände, welche die Bohrungen zur Stabquelle haben und die dazugehörigen Dosisleistungen zum Zeitpunkt der Erstellung dieser Arbeit, welche die Kristalle auf den verschiedenen Positionen bekommen, sind in Tabelle 2.1 dargestellt.

Position	Abstand	Dosisleistung
A	15 mm	10,45 mSv/h
B	30 mm	2,61 mSv/h
C	50 mm	0,94 mSv/h

Tabelle 2.1: Abstände und entsprechende Dosisleistungen pro Stunde, denen die Kristalle auf den verschiedenen Positionen ausgesetzt sind.

Die als Gammastrahler verwendete Kobaltstabquelle ( $^{60}_{27}\text{Co}$ ) hatte am 19.09.1986 eine Aktivität von 158 MBq (Nominalwert). Der Nominalwert einer radioaktiven Quelle wird mit etwa 20% Ungenauigkeit angegeben. In dieser Arbeit wird diese Unsicherheit allerdings nicht weiter berücksichtigt, da eine Präzision bei der Berechnung der Dosen wie beim Strahlenschutz nicht notwendig ist. Hier werden relative Dosen betrachtet und die Reproduzierbarkeit untersucht.

Cobalt zerfällt durch den  $\beta^-$ -Zerfall nach dem Schema in Abbildung 2.2 mit einer Halbwertszeit von 5,2714 Jahren (1 Jahr = 365,2524 Tage). Dieses Isotop zerfällt zu 99,88% durch den  $\beta^-$ -Zerfall in einen angeregten Zustand von Nickel ( $^{60}_{28}\text{Ni}$ ), welcher sich wiederum durch Emission von Gammaquanten in den Grundzustand abregt.

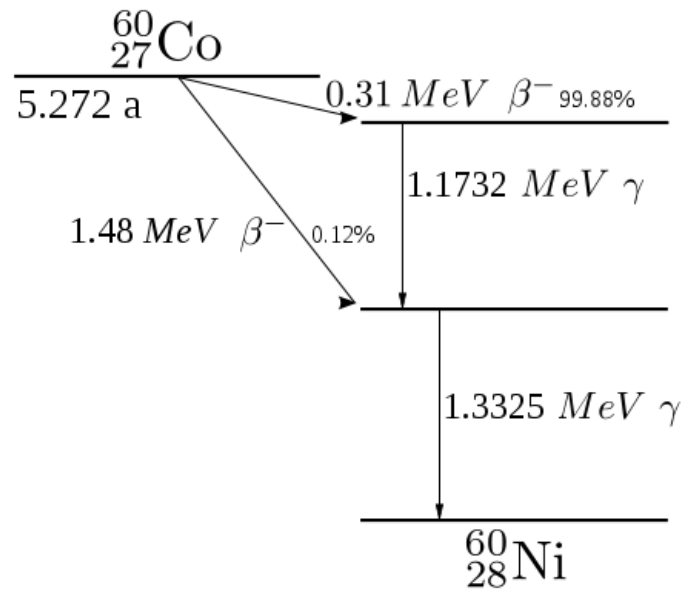


Abbildung 2.2: Zerfallsschema von Cobalt [zer].

## 2.2 Aufbau der Messkammer

Die Abbildungen 2.3 und 2.4 zeigen die Messkammer des Experimentaufbaus. Abbildung 2.3 ist eine CAD-Zeichnung, welche die Messkammer darstellt, Abbildung 2.4 zeigt zur besseren Veranschaulichung einen senkrechten Schnitt durch diese Kammer.

Im linken Teil des Gehäuses befindet sich der Probenkopf. Da der Aufbau des Probenkopfes sehr detailreich ist, wird dieser in Kapitel 2.3 näher beschrieben.

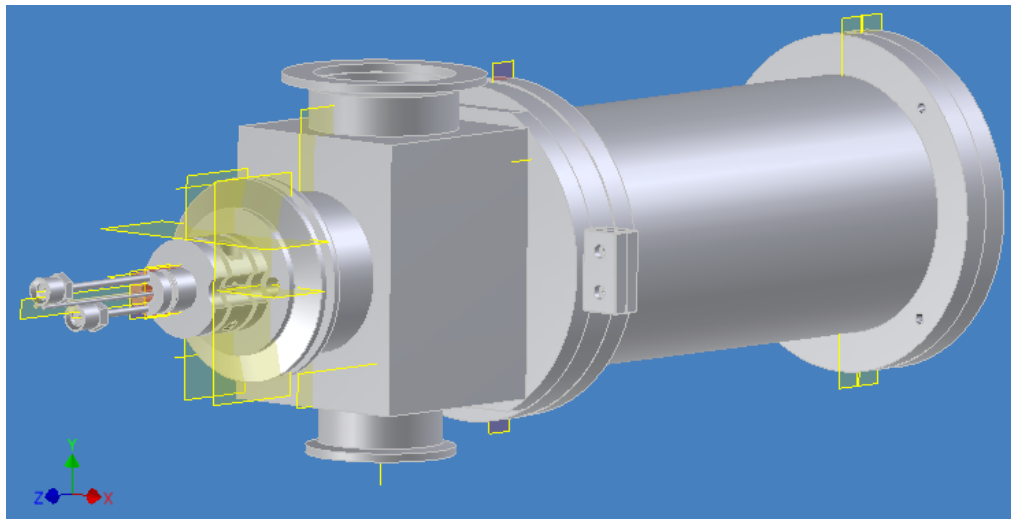


Abbildung 2.3: CAD-Zeichnung der Messkammer des Versuchsaufbaus. Links: Hauptkammer mit Probenkopf. Rechts: Kammer mit Photomultiplier.

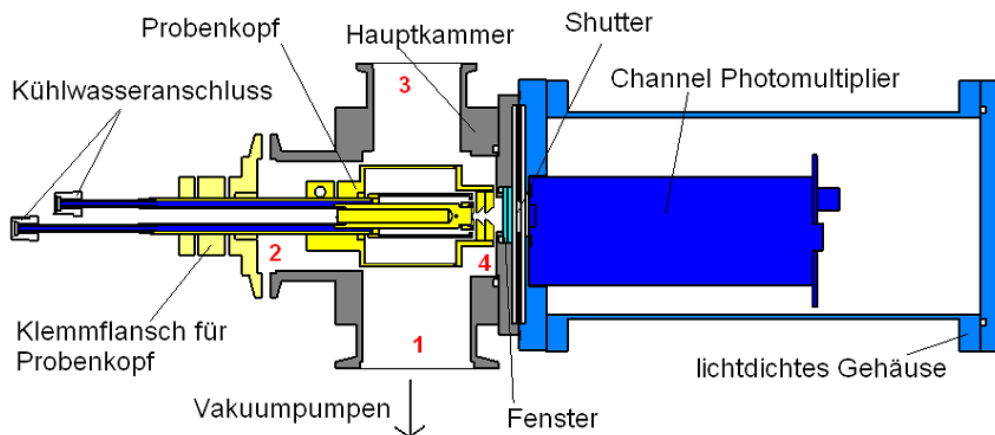


Abbildung 2.4: Senkrechter Schnitt durch die Messkammer. 1: Öffnung für das Absaugen der Druckluft durch Vakuumpumpen. 2: Öffnung, in die der Probenkopf eingeführt wird. 3: Blindflansch, lichtdicht verschlossen. 4: Quarzglas und Shutter, die den Photomultiplier von der Hauptkammer trennen. [Kor10]

Im rechten Teil des Gehäuses befindet sich ein sehr hoch auflösender Photomultiplier, welcher einzelne Photonen detektieren kann. Dieser ist durch einen Shutter und ein aus Quarzglas bestehendes Fenster von der Hauptkammer abgetrennt (sie-

he Abbildung 2.4). Der Shutter wird nur während der Messungen geöffnet, um den Photomultiplier ansonsten von einfallendem Licht zu schützen.

Photomultiplier und Probenkopf sind die zentralen Elemente des Experimentaufbaus. An der unteren Öffnung der Kammer sind Vakuumpumpen angeschlossen, die obere Öffnung ist luft- und lichtdicht verschlossen.

Mit Hilfe einer Vorpumpe und einer Turbomolekularpumpe wird die Hauptkammer während der Messungen evakuiert, sodass ein Vakuum der Größenordnung  $10^{-5}$  mbar erzeugt wird, um zu vermeiden, dass Photonen an Luftmolekülen gestreut werden. Außerdem werden dadurch Reaktionen des Kristalls mit Sauerstoff vermieden.

## 2.3 Probenkopf

Da der Probenkopf ein Bauteil ist, bei dem sich schon geringe Änderungen der Einstellungen maßgeblich auf die Messergebnisse auswirken können, wird er in diesem Kapitel näher beschrieben.

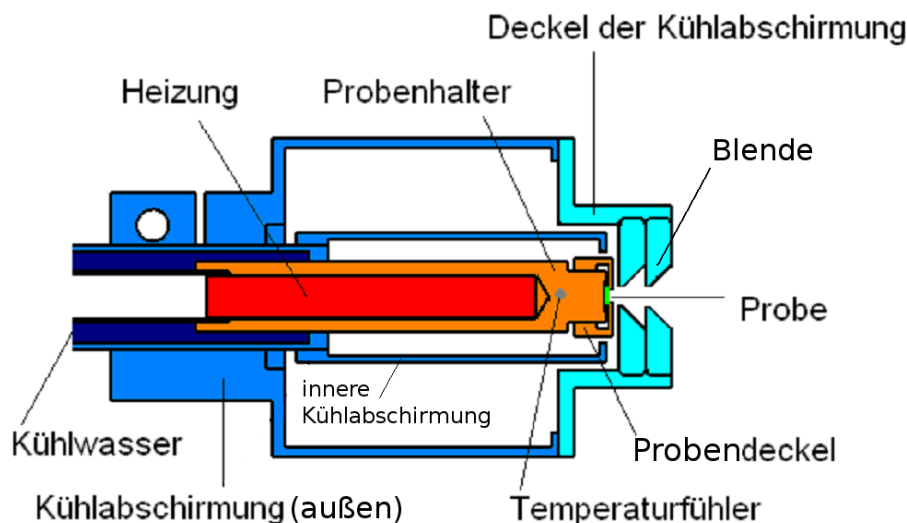


Abbildung 2.5: Schnittansicht des Probenkopfes mit eingelegerter Probe [Kor10].

Abbildung 2.5 zeigt schematisch einen senkrechten Schnitt durch den Probenkopf, in welchem sich als zentrales Element der Probenhalter (hier orange dargestellt) befindet. Der Probenhalter besteht aus Kupfer und in ihn sind ein Heizelement (rot) und über eine schmale Bohrung ein Temperaturfühler (Pt100) integriert. Letzterer muss mit einer Schraube an die Innenwand des Probenhalters gedrückt werden, um

sicher zu stellen, dass die tatsächliche Temperatur des Kupferblocks gemessen wird. Um den Probenhalter herum befindet sich eine innere Kühlabschirmung, welche aus einem kleinen, durch ein Schraubgewinde höhenverstellbaren Hohlrohr besteht, und einer äußeren Kühlabschirmung, die den Rand des Probenhalters bildet. Die Kühlabschirmung (aus Kupfer bestehend) leitet die vom Probenhalter an die Umgebung abgegebene Wärme an die Kühlwasserrohre, die am linken Ende des Probenhalters anliegen, weiter, um den aus Wärmestrahlung resultierenden Untergrund möglichst gering zu halten.

Der Deckel der Kühlabschirmung hat inseitig ein Gewinde, so dass die darin eingearbeiteten Blenden rein- und rausgeschraubt werden können. Der Abstand zwischen Probendeckel und Blende ist ein Parameter, auf dessen Variation das System recht empfindlich reagiert (Vergleich: Kapitel 3.3).

Am rechten Ende des Probenhalters befindet sich eine Vertiefung von 1 mm Tiefe und 5 mm Durchmesser, in welche der Lithiumfluoridkristall gelegt wird. Diese wird dann mit Hilfe eines Probendeckels festgeschraubt.

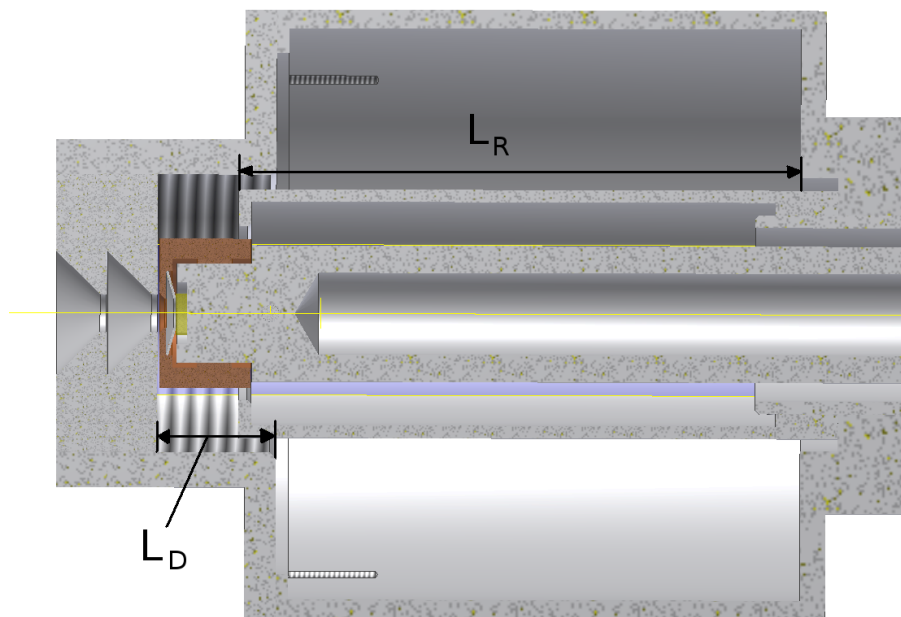


Abbildung 2.6: Schnittansicht einer CAD-Zeichnung des Probenkopfes mit den empfindlichen Parametern  $L_R$  und  $L_D$ .  $L_R$  ist die Länge der inneren Kühlabschirmung,  $L_D$  der Abstand zwischen den Blenden des Kühlabschirmdeckels und der Fläche, an der er auf die äußere Kühlabschirmung geschraubt wird.

Während dieser Arbeit hat sich gezeigt, dass das System sehr empfindlich auf Va-

riation bestimmter Parameter reagiert. Abbildung 2.6 zeigt daher noch eine dreidimensionale Schnittansicht, bei der genau diese wichtigen Größen eingezeichnet sind.  $L_R$  ist hier die Länge des Metallröhrchens, welches die innere Kühlabschirmung bildet. Dieses Röhrchen ist über ein Schraubgewinde (in Abbildung 2.6 auf der rechten Seite) mit der äußeren Kühlabschirmung verbunden und somit längenverstellbar. Als  $L_D$  wird der Abstand zwischen den Blenden des Kühlabschirmdeckels und der Fläche, an der er auf die äußere Kühlabschirmung geschraubt wird, bezeichnet.

Variiert man die geometrischen Parameter  $L_R$  und  $L_D$ , so ändert sich auch das Wärmeverhalten innerhalb des Probenkopfes. Das kann dazu führen, dass sich das System je nach Parameterwahl ab einer gewissen Temperatur zu schnell oder zu langsam erwärmt und die externe Heizsteuerung nicht mehr schnell genug auf die Änderungen der Heizrate reagieren kann. Die Heizrate beträgt bei optimalen geometrischen Einstellungen konstant  $30\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ .

## 2.4 Unterschiede der Probendeckel

Bei der Verwendung des alten, geschwärzten Deckels, der im folgenden mit "Deckel-s" abgekürzt wird, konnte es passieren, dass sich dieser Probendeckel während einer Messung gelockert hat. Das hatte zur Folge, dass der Kristall während einer Messung verrutschen konnte und diese Messungen nicht vergleichbar oder unbrauchbar wurden, da durch das Verrutschen weniger Counts gezählt wurden, weil die Lichtaustrittsöffnung des Probendeckels nicht mehr vollständig vom Kristall bedeckt war. Außerdem ist kein guter Temperaturkontakt des Probenhalters mit dem Kristall gewährleistet, wenn der Probendeckel nicht mehr fest aufgeschraubt ist. Andererseits war es durch zu festes Aufschrauben möglich, einen auszulesenden Kristall mechanisch zu zerstören.

Um die Qualität der Messungen zu verbessern, wurden im Rahmen dieser Bachelorarbeit zwei neue, optimierte Probendeckel getestet. Tabelle 2.2 liefert eine Übersicht über die Abmessungen aller drei Deckel.

Deckel	Ø Öffnung	Höhe
"Deckel-s"	3,00 mm	5,85 mm
"Deckel-n"	2,40 mm	5,75 mm
"Deckel-f"	2,40 mm	7,00 mm

Tabelle 2.2: Durchmesser der Lichtaustrittsöffnung und Höhe der drei getesteten Deckel im Vergleich.

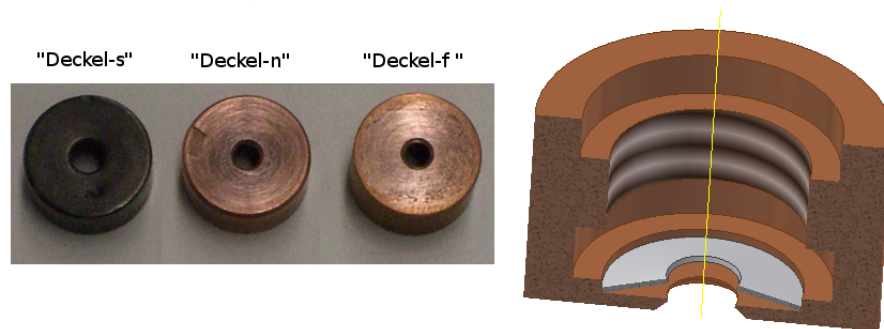


Abbildung 2.7: Links: Foto der drei verwendeten Probendeckel. Rechts: dreidimensionale Schnittansicht eines neuen Deckels mit eingearbeiteter Bronzefeder: "Deckel-f". In der Mitte eines jeden Deckels befindet sich die Lichtaustrittsöffnung. Nur die Photonen, die durch diese Öffnung gelangen, werden vom Photomultiplier detektiert.

Bei den neuen, zu untersuchenden, Probendeckeln wurde der Durchmesser der Lichtaustrittsöffnung von 3 mm auf 2,4 mm verringert, sodass die Öffnung trotz Verrutschen des Kristalls noch nahezu vollständig abgedeckt ist. "Deckel-n" wurde so konzipiert, dass durch eine kleinere Lichtaustrittsöffnung die durch Verrutschen mögliche, entstehende Freifläche weniger als ein Prozent beträgt. "Deckel-f" hat dazu noch die Erweiterung, dass die Probe durch eine um die Lichtaustrittsöffnung des Deckels angebrachte Bronzefeder besser angedrückt wird, um einen guten Temperaturkontakt zu gewährleisten. Außerdem soll verhindert werden, dass die Probe zerbrechen oder während einer Messung verrutschen kann. Abbildung 2.7 rechts zeigt zur Veranschaulichung eine schematische Zeichnung des neuen Deckels, in den eine Feder eingearbeitet wurde. Diese soll sicherstellen, dass der Kristall fest genug auf den Probenhalter gedrückt wird, sodass er einen möglichst optimalen Temperaturkontakt zum Probenhalter und somit tatsächlich die Temperatur hat, die der PT100 (Temperaturfühler) innerhalb des Probenhalters aus Kupfer misst.



# 3 Systematische Untersuchungen zur Optimierung des Thermolumineszenzaufbaus

Um die Eigenschaften von Lithiumfluoridkristallen untersuchen zu können, wird ein entsprechender Kristall zunächst bei einer definierten Dosis im Bestrahlungsapparat bestrahlt. Anschließend wird dieser mit dem in Kapitel 2 beschriebenen Experimentaufbau erwärmt und das aufgrund der Thermolumineszenz emittierte Licht mit einem Photomultiplier detektiert.

Für die systematischen Untersuchungen wurden zunächst zwei Kristalle verwendet, welche mit den Identifikationsnummern (id) „22“ und „23“ gekennzeichnet sind. Diese wurden immer mit gleicher Dosis auf Position C im Bestrahlungsapparat (siehe auch Kapitel 2.1) bestrahlt und mit den drei in Kapitel 2.4 beschriebenen Probendeckeln ausgelesen, um die Unterschiede dieser Deckel systematisch untersuchen zu können. Da die Kristalle „22“ und „23“ über den Zeitraum der Messreihen gewisse Auffälligkeiten zeigten, wurden die Messreihen noch mit einem weiteren Kristall durchgeführt, welcher neu aus einem Albedodosimeter entnommen und mit der Identifikationsnummer „02“ gekennzeichnet wurde. Die Auffälligkeiten der beiden anderen Kristalle werden in Kapitel 4.4 näher diskutiert.

Um die Auswertung der Messdaten für das Scientific Instrumentation Praktikum zu vereinfachen, wurde im Rahmen dieser Arbeit eine Auswertesoftware entwickelt. Das entwickelte Programm liest die gemessenen Datensätze ein, verarbeitet sie und fittet sie an. Anschließend werden die für weitere mögliche Analysen wichtigen Parameter der Messungen in separaten Dateien gespeichert.

## 3.1 Prinzipielles Messverfahren

Im Experimentaufbau wird ein bestrahlter Kristall bei einer konstanten Aufheizrate von  $30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  von Raumtemperatur bis auf  $275\text{ }^{\circ}\text{C}$  erwärmt. Dabei werden die detektierten Photonen in Abhängigkeit von der Temperatur aufgenommen. Danach wird der Kristall wieder bis auf  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  abgekühlt und erneut aufgeheizt, um

den Untergrund der Wärmestrahlung aufzuzeichnen. Dieser Schritt ist notwendig, da sich die Messdaten der ersten Messung aus Lumineszenz und Wärmestrahlung zusammensetzen. Mit der Aufzeichnung des Untergrunds kann man den Anteil bestimmen, den die Wärmestrahlung zu den Messdaten beiträgt. Damit können später die tatsächlichen Intensitäten der auf dem Effekt der Thermolumineszenz basierenden Strahlung ermittelt werden.

Der Ablauf einer Messung wird durch ein Labviewprogramm gesteuert. Das Kontrollfenster des Programms ist in Abbildung 3.1 dargestellt. Dabei wird im rechten Fenster die Aufheizrate in Grad Celsius gegen die vergangene Zeit in Sekunden aufgetragen, während im linken Fenster die Intensität der Glühkurve in Abhängigkeit der Temperatur aufgezeichnet wird. Ganz links im Kontrollfenster ist ein großes Thermometer, welches die aktuell gemessene Temperatur des PT100 anzeigt, zu erkennen. Darüber wird in einer Anzeige die Abweichung der realen von der theoretischen Aufheizrate angegeben.

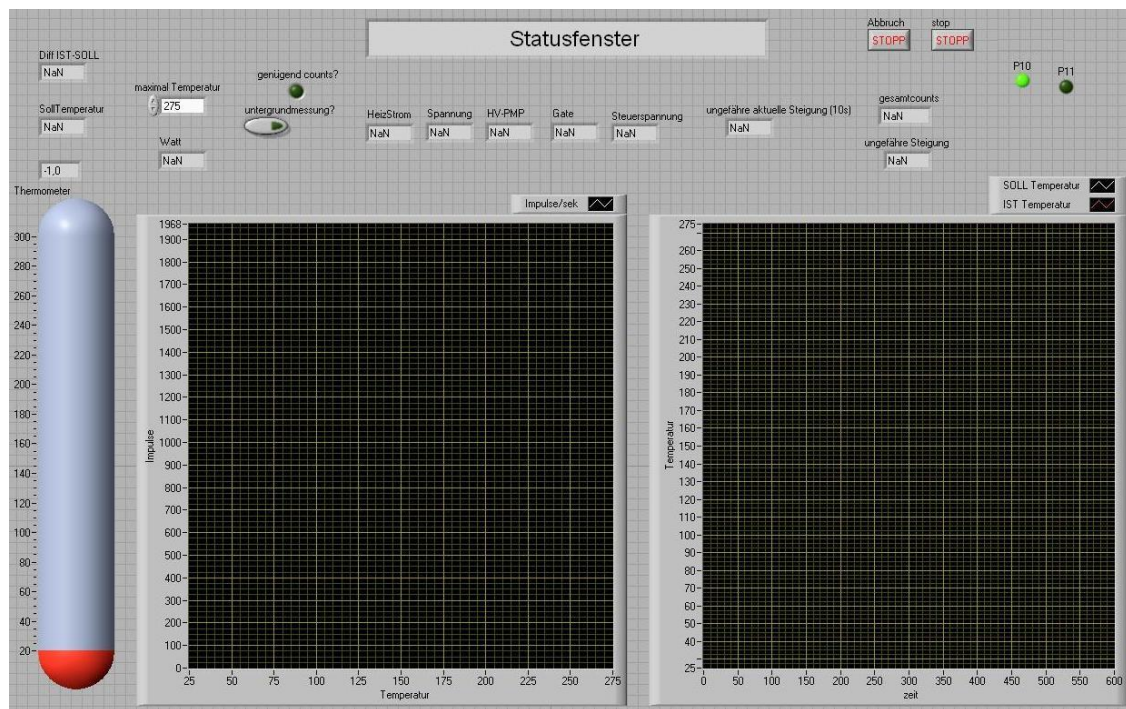


Abbildung 3.1: Kontrollfenster des Labviewprogramms, welches den Ablauf einer Messung steuert. [Kor10]

Während einer Messung werden die Datensätze, Messdaten und Untergrunddaten, in getrennten Dateien gespeichert, welche später mit der in dieser Arbeit entwickelten Auswertesoftware weiter verarbeitet und untersucht werden können.

## 3.2 Auswertung der Messungen zur Entwicklung eines Auswerteprogramms

Bisher wurden für die Auswertung die Messdaten und die Untergrunddaten einer Messung zunächst von einem Programm eingelesen und untergrundbereinigt. Anschließend wurden die einzelnen Peaks der untergrundbereinigten Daten in Fityk manuell mit der Thermolumineszenzfunktion (Gleichung (1.12)) angefitet. Die so ermittelten Fitparameter wurden wiederum an Root übergeben, um die Daten insgesamt anzufitten.

Um diesen Schritt der Auswertung zu erleichtern, wurde in dieser Arbeit mit C unter Benutzung des Root-Frameworks eine Auswertesoftware entwickelt, welche die Glühkurven direkt anhand der Daten anfitten kann. Das Programm liest dafür zunächst die Datensätze mit den Messdaten und den Untergrunddaten ein. Anschließend werden die Untergrunddaten exponentiell angefitet und entsprechend von den Messdatenwerten abgezogen. So erhält man untergrundbereinigte Daten, die in eine Datei mit der Dateiendung „.ub.txt“ gespeichert werden. In Abbildung 3.2 sind in schwarz die Messdaten und in rot die Untergrunddaten, welche bereits angefitet wurden (grün), eingetragen. Diese Daten werden in Temperaturbins von 1 °C gefüllt und in ein Histogramm eingetragen. Abbildung 3.3 zeigt die gebinnten, untergrundbereinigten Daten derselben Messung.

Ziel der Auswertesoftware ist es, alle erfolgreichen Messungen, die mit dem Aufbau aufgenommen werden, anfitten zu können. Unter erfolgreich zählt jede Glühkurve, welche die üblichen vier Peaks aufweist, und zwar unabhängig davon, welche Höhe die Temperaturpeaks haben und unabhängig davon, wie sehr die Kurve verschoben ist. Das Programm fittet daher zunächst den Hauptpeak mit einer Gaußfunktion an, da dieser am höchsten ist und sich dadurch am besten zum Anfitten eignet. Die Fitparameter der Gaußfunktion werden danach an die Thermolumineszenzfunktion übergeben, da diese zum Anfitten der Peaks bereits relativ genaue Parametervorgaben benötigt. Der Hauptpeak wird nun erneut mit der präziseren Parametrisierung gefittet. Die ersten drei Peaks werden anschließend unter Ausnutzung relativer, fester Peakabstände (Vergleich Tabelle 3.1) ebenfalls einzeln angefitet. Abschließend werden alle einzelnen Parameter an eine Gesamtfitfunktion übergeben, welche die einzelnen Peaks addiert.

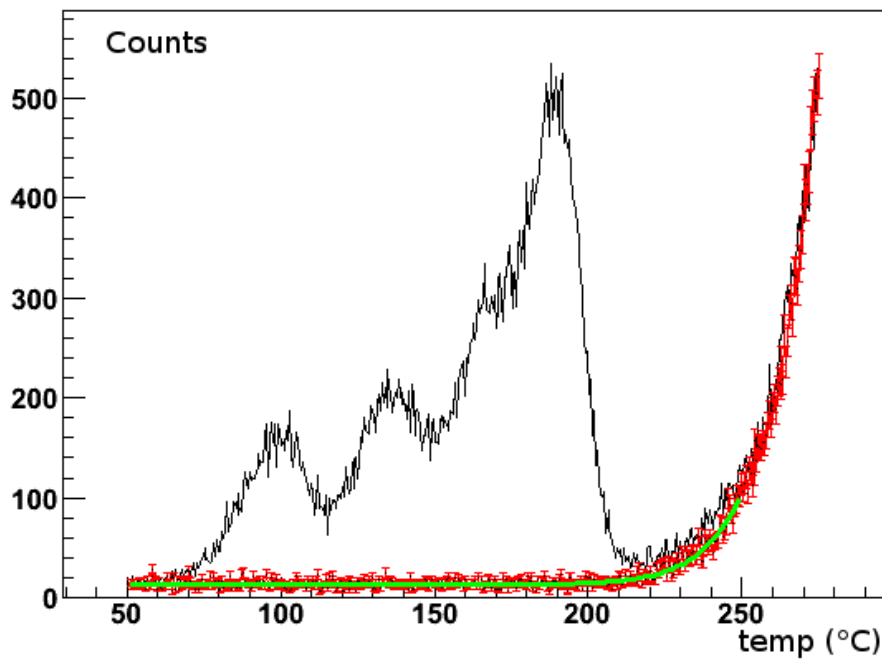


Abbildung 3.2: Kristall „01“, der einer Dosis von 22,0 mSv ausgesetzt war. (Schwarz: Messdaten, rot: Untergrunddaten, grün: Untergrundfit.) Die Daten sind nicht gebinnt.

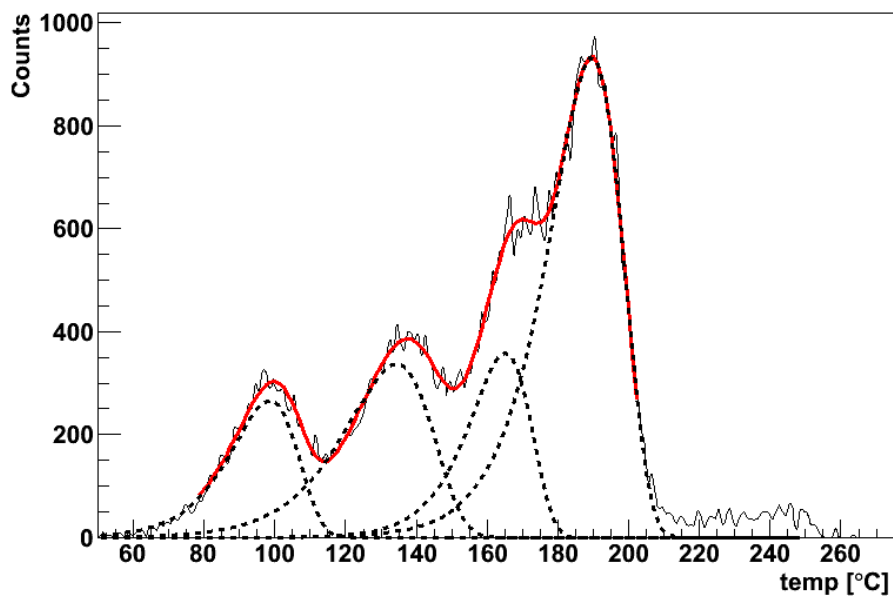


Abbildung 3.3: Kristall „01“, der einer Dosis von 22,0 mSv ausgesetzt war. Vom Untergrund bereinigte und gebinnte Daten.

Da dieses Programm sehr gute Ergebnisse liefert, konnte es neben der Verwendung in dieser Arbeit bereits im Scientific Instrumentation Praktikum eingesetzt werden.

Während der ersten Messungen wurden zunächst die Abstände der vier Temperaturpeaks auf ihre Konstanz hin untersucht. Dabei haben sich anhand von 10 Messungen mit den Kristallen „22“ und „23“ feste Abstände ergeben. Für die relativen Peakabstände ist in Tabelle 3.1 der Mittelwert mit der Unsicherheit aufgeführt. Nach den Messungen liegen zwischen erstem  $P_1$  und vierten Peak  $P_4$  ungefähr  $92^\circ\text{C}$ , zwischen  $P_2$  und  $P_4$  liegen etwa  $56^\circ\text{C}$  und zwischen  $P_3$  und  $P_4$  ungefähr  $28^\circ\text{C}$ . Diese Werte wurden dem Programm vorgegeben, damit es auch schwach ausgeprägte Temperaturpeaks identifizieren und anfitten kann. Die Unsicherheiten ergaben sich aus der Standardabweichung der jeweils zehn betrachteten Messungen vom Mittelwert.

Kristall	$P_4 - P_1$	$P_4 - P_2$	$P_4 - P_3$
„22“	$92,3 \pm 0,9$	$57,0 \pm 1,0$	$28,1 \pm 1,7$
„23“	$92,3 \pm 0,4$	$56,1 \pm 0,9$	$27,7 \pm 1,9$

Tabelle 3.1: Die relativen Abstände der einzelnen Peaks vom Hauptpeak (Peak 4) mit statistischen Unsicherheiten ergaben sich aus je 10 Messungen.

Nachdem die Daten vollständig gefittet wurden, schreibt das Auswerteprogramm die Peakinhalte und die Temperaturpositionen der Peaks in separate Dateien. Dabei wird vom Programm zu jeder Kristall-id je eine Datei mit den Werten für die Peakinhalte (Dateiendung: int.txt) und eine Datei für die Temperaturpositionen (Dateiendung: temp.txt) angelegt, denen bei jeder Wiederverwendung die neuen Daten am Ende angehängt werden. Die Daten können so mit jedem beliebigen Analyseprogramm weiter verarbeitet werden, da es sich um eine einfache Textdatei handelt.

### 3.3 Einfluss von geometrischen Parametern des Probenkopfes

Bei einer Reihe von Messungen wurde festgestellt, dass sich plötzlich die Abstände der Intensitätsmaxima der Glühkurven verändert haben. Die Ursache dafür lag bei den in Kapitel 2.3 eingeführten geometrischen Parametern  $L_R$  und  $L_D$  im Probenkopf, welche die Aufheizrate stark beeinflussen. Letztere war nicht mehr konstant, sondern wies teilweise starke Schwankungen auf. Die Aufheizrate kann während

der Messung über das Kontrollfenster aus Abbildung 3.1 rechts kontrolliert werden. Neben Temperatur und Intensität einer Messung wird auch die seit Beginn der Messung vergangene Zeit mit den Messdaten gespeichert. Trägt man die Temperatur gegen die Zeit auf, so erhält man im optimalen Fall eine Gerade, deren Steigung die Aufheizrate darstellt (siehe Abbildungen 3.4 und 3.5, rote Gerade).

Tabelle 3.2 stellt eine Übersicht über die Temperaturbereiche dar, in denen die relativen Peakabstände variieren können. Die Temperaturpositionen der Peaks bei den betroffenen Messungen können demnach bis zu 10 °C von den in Tabelle 3.1 ermittelten Werten abweichen. Für die Auswertung in Kapitel 4 wurden die Messungen, welche durch apparaturbedingte Schwankungen in der Aufheizrate beeinflusst waren, nicht berücksichtigt.

Kristall	$P_4 - P_1$ (°C)	$P_4 - P_2$ (°C)	$P_4 - P_3$ (°C)
„02“	84 - 95	52 - 60	22 - 29
„22“	84 - 96	49 - 60	24 - 30
„23“	83 - 95	50 - 62	25 - 33

Tabelle 3.2: Die relativen Abstände der ersten drei Peaks vom Hauptpeak  $P_4$  variieren in den angegebenen Bereichen nach geringer Variation der geometrischen Parameter. Pro Kristall wurden dafür etwa 6 bis 9 Messungen aufgenommen.

Um den Einfluss der Abstände  $L_R$  und  $L_D$  besser abschätzen zu können, wurden systematische Untersuchungen mit verschiedenen Variationen dieser Parameter durchgeführt. Dafür wurde eine Messreihe ohne Kristalle durchgeführt, deren Ergebnisse in Tabelle 3.3 dargestellt sind. Zunächst wurde dafür in den ersten vier Testmessungen die Länge der inneren Kühlabschirmung  $L_R$  zwischen Minimaleinstellung (Test 1) und Maximaleinstellung (Test 4) variiert. Anschließend wurde der Parameter  $L_D$  in zwei weiteren Messungen mit dem minimalen Abstand zwischen Probendeckel und Kühlabschirmdeckel (Test 5) und einem verhältnismäßig großen Abstand (Test 6) verändert.  $L_D$  kann aufgrund der Konstruktion von Probenkopf und Messkammer nur um wenige Millimeter variiert werden. Aus diesen sechs Tests wurde als optimale Einstellung diejenige von Test 6 mit  $L_{R,opt} = (52,90 \pm 0,05)$  mm und  $L_{D,opt} = (10,20 \pm 0,05)$  mm gewählt, weil diese mit  $\chi^2/NDF = 0,92$  am nächsten den Wert 1 erreicht.

### 3.3 Einfluss von geometrischen Parametern des Probenkopfes

---

Test	$L_R$ (mm)	$L_D$ (mm)	Aufheizrate ( $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ )	$\chi^2/NDF$
1	49,25	10,10	30,07	3,06
2	52,45	10,10	29,88	1,10
3	52,90	10,10	29,94	0,55
4	55,75	10,10	29,73	0,86
5	52,90	9,70	30,20	9,70
6	52,90	10,20	29,85	0,92

Tabelle 3.3: Auswirkungen geometrischer Parameteränderungen im Probenkopf auf die Aufheizrate.

In den Abbildungen 3.4 und 3.5 wurden als repräsentative Beispiele zwei Aufheizgeraden gefittet (rot ist die Fitgerade). Abbildung 3.4 zeigt nur den relevanten Temperaturbereich, in dem die Schwankung auftritt. Dabei ist deutlich erkennbar, dass die Steigung und somit die Aufheizrate in Abbildung 3.4 zwischen  $180^{\circ}\text{C}$  und  $190^{\circ}\text{C}$  einen anderen Wert als den der Fitgeraden aufweist. In Abbildung 3.5 sind starke Schwankungen um die Fitgerade herum erkennbar, hier liegt ein  $\chi^2/NDF$  mit dem Wert 9,7 zugrunde. Dabei ist praktisch kein Abstand zwischen Probendeckel und Kühlabschirmdeckel vorhanden. Sind die Parameter  $L_R$  und  $L_D$  nicht optimal eingestellt, so ergeben sich bei der Aufheizrate Schwankungen, welche sich auf die Glühkurven auswirken.

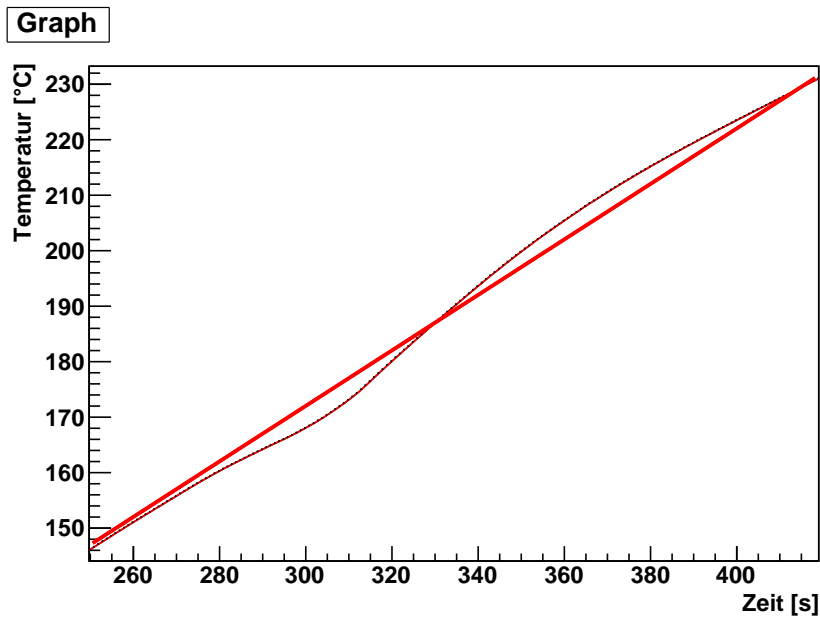


Abbildung 3.4: Test 1, rot: theoretischer Verlauf der Daten, schwarz: Messdaten. Die Länge des inneren Kühlabschirmröhrchens beträgt  $L_R = 49,25$  mm.

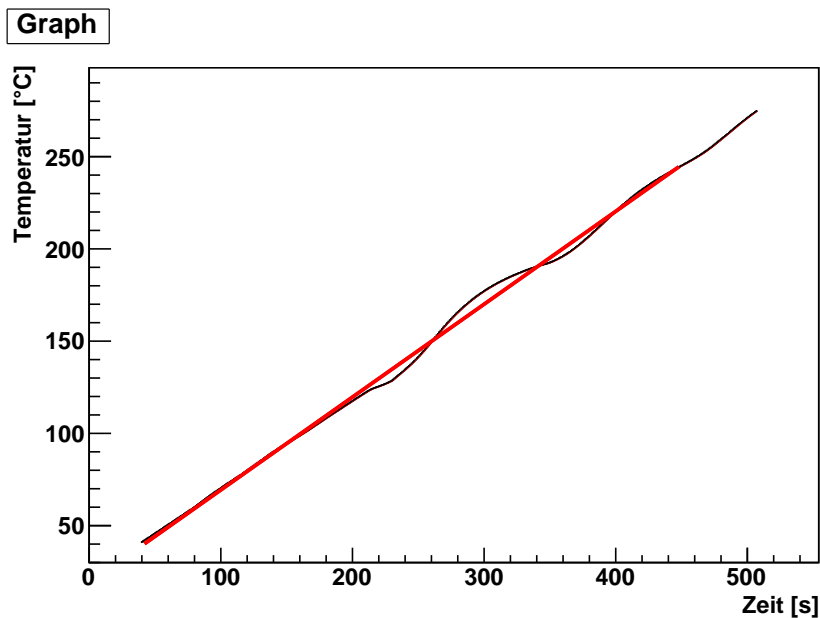


Abbildung 3.5: Test 5, rot: theoretischer Verlauf der Daten, schwarz: Messdaten. Dabei ist praktisch kein Abstand zwischen Probendeckel und Kühlabschirmdeckel.  $\beta = 30,2$  °C/min,  $\chi^2/NDF = 9,7$ .



## 4 Systematische Untersuchungen an den Probendeckeln

Da es, wie in Kapitel 2.4 detailliert beschrieben, unter Verwendung des alten Probendeckels „Deckel-s“ vorkommen konnte, dass Kristalle während der Messungen im Probenhalter verrutscht sind, wurden zwei neue Probendeckel entworfen, die im Verlauf dieser Arbeit systematisch untersucht wurden.

Während der alte Probendeckel eine Lichtaustrittsöffnung mit einem Durchmesser von 3 mm aufwies, besitzen die beiden neuen Probendeckel („Deckel-n“ und „Deckel-f“) nur eine Öffnung des Durchmessers 2,4 mm. Diese Neuerung bedeutet zwar, dass die aufgenommene Glühkurve geringere Intensitäten aufweist, doch sie bewirkt auch, dass die Lichtaustrittsöffnung trotz möglichem Verrutschen des Kristalls noch nahezu vollständig vom Kristall bedeckt ist und dadurch kein weiterer Intensitätsverlust auftritt.

„Deckel-f“ wurden außerdem dahingehend erweitert, dass um die Lichtaustrittsöffnung herum eine Bronzefeder eingearbeitet wurde, welche den zu untersuchenden Kristall während einer Messung auf den Probenhalter drückt. Das Verrutschen eines Kristalls während einer Messung soll so vermieden werden. Weiterhin kann durch das Andrücken des Kristalls durch die Feder ein besserer Temperaturkontakt mit dem Probenhalter sichergestellt werden, überdies können Kristalle durch zu festes Anschrauben nicht mehr mechanisch zerstört werden.

Für systematische Untersuchungen an den Probendeckeln wurde eine Messreihe durchgeführt. Zunächst wurden die drei Probendeckel an den Kristallen mit den Identifikationsnummern (id) „01“, „22“ und „23“ verwendet. Da sich „Deckel-s“ allerdings bei über 50% aller Messungen gelockert hat und dadurch wenige verwertbare Glühkurven lieferte, wurden diese Messungen eingestellt. Zunächst wurde nur mit den Kristallen „22“, „23“ und den beiden neuen Probendeckeln gearbeitet. Da diese Kristalle über den Zeitraum der Messungen allerdings Auffälligkeiten zeigten, auf die in Kapitel 4.4 näher eingegangen wird, wurden zwei weitere Messreihen mit Kristall „02“ durchgeführt. Jede Messreihe umfasste dabei 10 Einzelmessungen, welche auf ihre Peakhalte und die entsprechenden Temperaturpositionen der Peaks untersucht wurden. Dabei wurden die Ergebnisse der neuen Probendeckel mit denen des alten Probendeckels verglichen.

Da die beiden neuen Probendeckel im Gegensatz zu dem alten nicht geschwärzt wurden, sondern eine Oberfläche aus Kupfer besitzen, wurde außerdem der Untergrund der verschiedenen Deckel genauer betrachtet.

## 4.1 Systematische Untersuchungen zu den Temperaturpositionen und Intensitäten der Glühkurve

Bei den Untersuchungen des Einflusses der verschiedenen Probendeckel auf die Peakpositionen, wurde festgestellt, dass die Temperaturpositionen der Peaks in der Glühkurve unter Verwendung des alten Probendeckels („Deckel-s“) zum Teil stark verschoben waren. Dies wurde bei den Messungen mit den beiden neuen Probendeckeln in dieser Form nicht festgestellt. Daher wurden in Tabelle 4.1 die Temperaturbereiche der vier Peaks bei Messungen mit „Deckel-s“ sowie „Deckel-n“ und „Deckel-f“ gegenübergestellt. Da hier zu den statistischen Unsicherheiten offensichtlich auch systematische Unsicherheiten hinzukommen, wurden entsprechende Schwankungsbereiche angegeben. Für diese Messreihe wurde ausschließlich Kristall „01“ verwendet. Da die Unterschiede der Werte für „Deckel-n“ und „Deckel-f“ im Vergleich zu „Deckel-s“ verschwindend gering sind, wurden diese Messungen in der Tabelle zusammen ausgewertet.

Deckel	$P_1$ (°C)	$P_2$ (°C)	$P_3$ (°C)	$P_4$ (°C)
Deckel-s	103 - 116	138 - 150	171 - 181	196 - 206
SB	13	12	10	10
Deckel-n und Deckel-f	97 - 101	131 - 136	160 - 166	184 - 191
SB	4	5	6	7

Tabelle 4.1: Gegenüberstellung der Temperaturbereiche der einzelnen Peaks von Kristall „01“ bei zwei Messungen mit „Deckel-s“ sowie acht Messungen mit „Deckel-n“ und „Deckel-f“. SB ist der Schwankungsbereich.

Dabei ist auffallend, dass die Schwankungsbereiche der Messungen mit den neu angefertigten Deckeln mit bis zu 7 °C wesentlich geringer sind als bei „Deckel-s“ mit bis zu 13 °C Abweichung. Die Temperaturbereiche der Peaks sind unter der Verwendung der neuen Deckel wesentlich geringer geworden und liegen auf der Temperaturskala deutlich niedriger. Entsprechend können die einzelnen Peaks mit höherer Sicherheit einer festen Temperatur zugeordnet werden.

#### 4.1 Systematische Untersuchungen zu den Temperaturpositionen und Intensitäten der Glühkurve

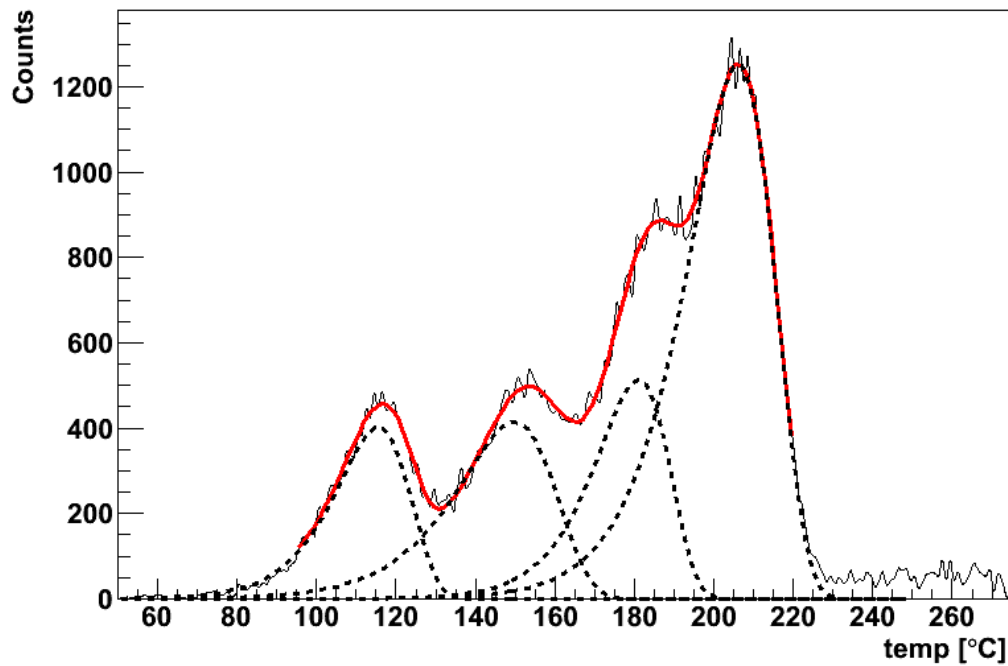


Abbildung 4.1: Verschobene Glühkurve von Kristall „01“ bei einer Dosis von 22,0 mSv unter Verwendung von „Deckel-s“.

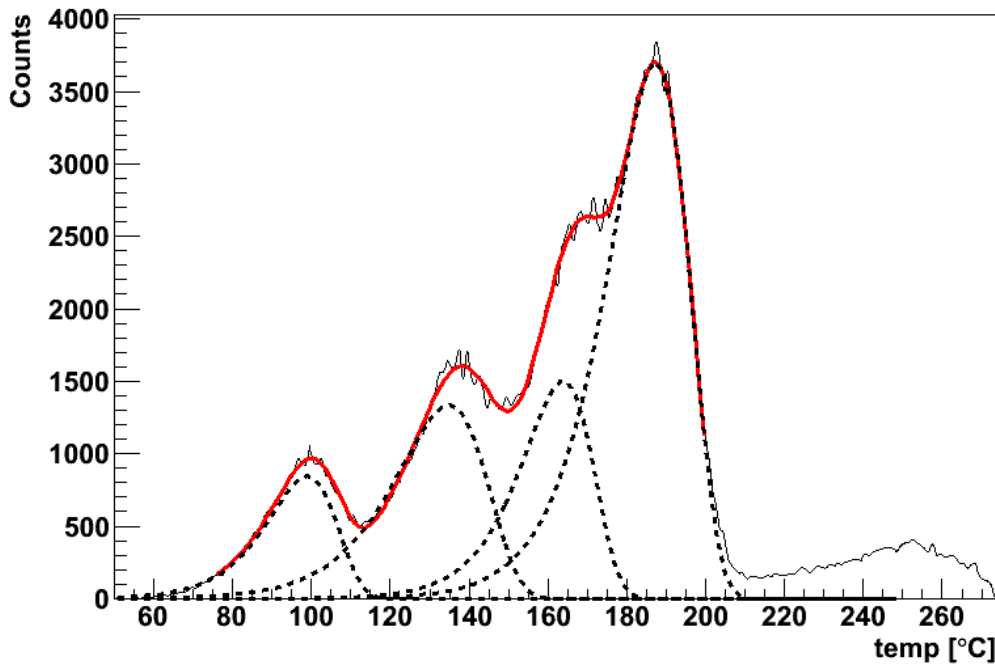


Abbildung 4.2: Unverschobene Glühkurve von Kristall „01“ bei einer Dosis von 22,0 mSv unter Verwendung von „Deckel-s“.

In Abbildung 4.1 ist eine Glühkurve mit „Deckel-s“ dargestellt und im Vergleich zu Abbildung 4.2 ist eine deutliche Verschiebung der Temperaturpositionen aller Peaks zu höheren Temperaturen erkennbar. Die Verschiebung zu höheren Temperaturen lässt sich damit erklären, dass der Kristall bei schlechtem Temperaturkontakt nicht schnell genug erwärmt wurde. Der Temperaturfühler gibt in dem Fall für einen festen Zeitpunkt die aktuelle Temperatur des Probenhalters an, die vom Kristall allerdings noch nicht tatsächlich erreicht ist. Zum Vergleich ist in Abbildung 4.2 eine Glühkurve dargestellt, bei der dieses Phänomen nicht aufgetreten ist.

Durch die Verwendung der neuen Probendeckel („Deckel-n“ und „Deckel-f“) können die Temperaturpositionen der Peaks mit maximal 7°C Abweichung wesentlich präziser bestimmt werden. Außerdem ist anzumerken, dass die neuen Deckel trotz unterschiedlicher Geometrie die gleichen Ergebnisse liefern. Da diese beiden Deckel allerdings eine blanke Kupferoberfläche aufweisen, während der „Deckel-s“ eine schwarze Oberfläche hat, bleibt zu untersuchen, ob es dadurch Einflüsse auf die Untergrundzählrate gibt.

## 4.2 Untergrunduntersuchungen

Aufgrund der Wärmestrahlung des Probenhalters und der Probendeckel ist bei den Messungen immer ein gewisser Untergrund in den Messdaten enthalten. Dieser Untergrund lässt sich im betrachteten Bereich näherungsweise mit einer Exponentialfunktion beschreiben. Für die Intensität des Untergrunds  $I_U$  ergibt sich also

$$I_U(T) = a + b \cdot e^{cT}. \quad (4.1)$$

Dabei ist  $a$  ein Offset, der apparaturbedingt immer vorhanden ist.  $b$  und  $c$  sind Parameter, welche die Exponentialfunktion genauer beschreiben. Die Werte für die Fitfunktionen, die eine Messreihe mit je vier Messungen für die drei Deckel lieferte, sind in Tabelle 4.2 dargestellt. Anhand dieser Werte ist erkennbar, dass sowohl der Stauchfaktor der Exponentialfunktion, als auch der Faktor  $c$  im Exponenten relativ gut für alle drei Probendeckel übereinstimmen. Geringfügige Abweichungen treten beim Offset auf. Dabei handelt es sich offensichtlich um einen apparativen Effekt.

Deckel	$a$ (Cts)	$b$	$c$ (K <sup>-1</sup> )
„Deckel-s“	66 ± 2	(6 ± 5) · 10 <sup>-5</sup>	0,07 ± 0,01
„Deckel-n“	61 ± 3	(7 ± 8) · 10 <sup>-5</sup>	0,07 ± 0,01
„Deckel-f“	64 ± 1	(2 ± 1) · 10 <sup>-5</sup>	0,07 ± 0,01

Tabelle 4.2: Fitparameter der verschiedenen Deckel für den Untergrund.  $a$  (Counts) ist ein Offset,  $b$  und  $c$  sind Parameter, welche die Exponentialfunktion genauer beschreiben.

Die Untergrundmessungen zeigen also, dass eine Schwärzung der neuen Deckel nicht notwendig ist, da bei den Messungen keine signifikanten Unterschiede erkennbar sind.

Um diese Aussage zu unterstützen, wurden in Abbildung 4.3 vier nacheinander aufgenommenen Untergrundmessungen mit und ohne Probendeckel in Fityk direkt miteinander verglichen. Dabei wurden die Abweichungen genauer betrachtet. Bis zu einer Temperatur von etwa 255 °C verlaufen die Untergrundkurven bei den drei verschiedenen Deckeln sehr ähnlich. Erst ab dieser Temperatur laufen sie geringfügig auseinander. Bei der Messung ohne Deckel zeichnet sich schon bei etwa 230 °C ab, dass der Untergrund deutlich geringer ausfällt als bei den Messungen mit eingesetztem Deckel. Das liegt vermutlich daran, dass der Probenhalter zum überwiegenden Teil von der inneren Kühlabschirmung umhüllt ist, während mit aufgeschraubten Deckel mehr Material Wärmestrahlung erzeugt.

Aus den aufgeführten Gründen wurde auf das Schwärzen der neuen Deckel mit den Eloxalverfahren daher verzichtet, da sich anhand der Untersuchungen herausgestellt hat, dass die reine Kupferoberfläche der Deckel keinen wesentlich höheren Untergrund hat, als die eloxierte Oberfläche von „Deckel-s“.

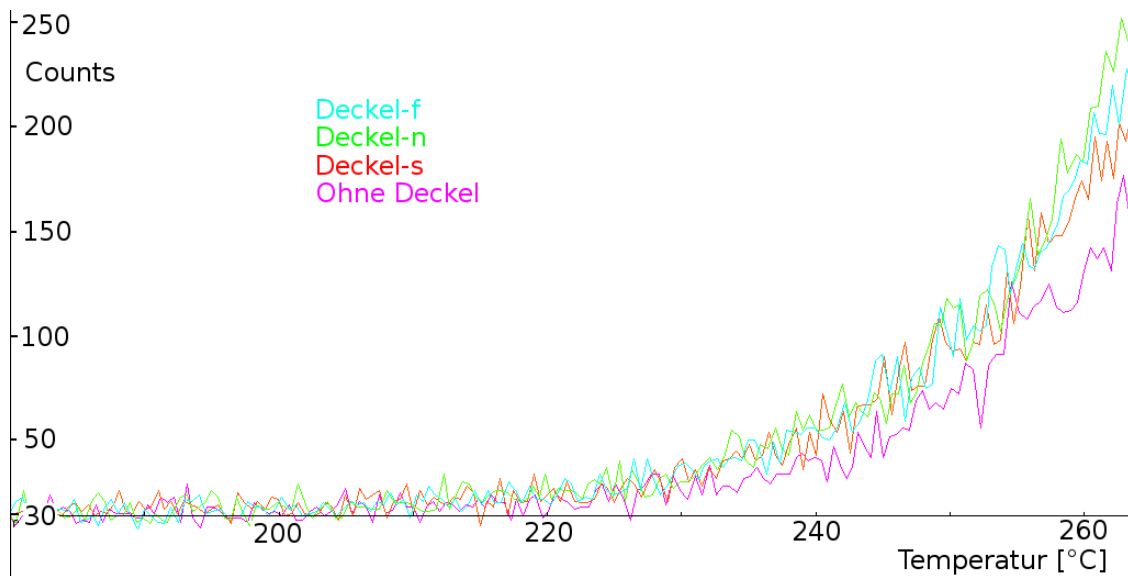


Abbildung 4.3: Untergrundkurven bei Messungen mit den drei verschiedenen Probendeckeln sowie einer Messung ohne Deckel.

Anhand der Untergrundkurven der verschiedenen Probendeckel ist klar ersichtlich, dass der Untergrund trotz der verschiedenen farblichen und geometrischen Eigenschaften der drei Probendeckel keine wesentlichen Unterschiede aufweist.

In Abbildung 4.2 sind hinter dem Hauptpeak noch gewisse „Restintensitäten“ zu erkennen. Da die Untergrundkurve bei geringen Dosen erst in einem zweiten Aufheizvorgang gemessen wird, wurde untersucht, ob es starke Abweichungen zwischen zwei aufeinander folgenden Messungen gibt. Dafür wurden, ohne die Hauptkammer zwischenzeitlich zu belüften, zwei unmittelbar nacheinander folgende Messungen ohne Kristall durchgeführt. Die Datensätze beider Aufheizvorgänge wurden gebinnt und Histogramme erstellt, welche für die Auswertung voneinander abgezogen wurden. Danach ergibt sich im relevanten Messbereich (zwischen 50°C und 220°C) eine Konstante  $\text{const} = 0,06 \pm 0,14$  (siehe Abbildung 4.4). Daher kann man in guter Näherung annehmen, dass keine signifikanten Abweichungen bei dem Untergrund zwischen erstem und zweiten Aufheizvorgang vorhanden sind. Die beobachteten „Restintensitäten“ müssen also von weiteren, während der Bestrahlung angeregten, Niveaus stammen.

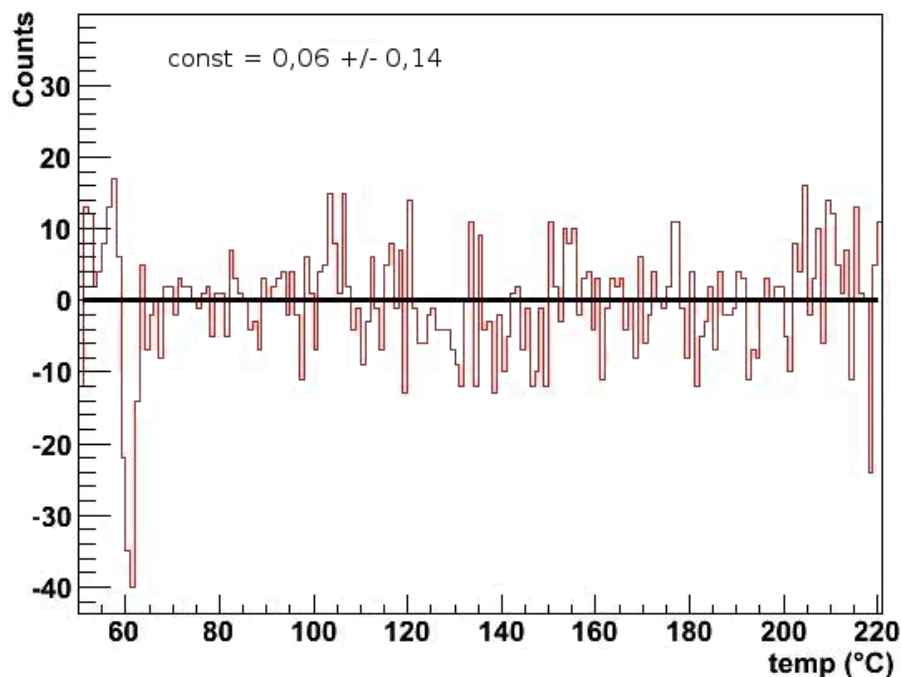


Abbildung 4.4: Abweichung zweier aufeinander folgender Untergrundmessungen, deren Werte in Histogramme gefüllt, voneinander abgezogen und anschließend gefittet wurden.

## 4.3 Einfluss der neuen Probendeckel auf die Peakinhalte

Die Anzahl der detektierten Photonen, d.h. die Peakinhalte der einzelnen Thermolumineszenz - Peaks ist direkt proportional zur erfahreneren Dosis des bestrahlten Lithiumfluoridkristalls. Durch die Probendeckel wird ein gewisser Anteil des Kristalls verdeckt, sodass nur Photonen vom Photomultiplier detektiert werden können, welche durch die Lichtaustrittsöffnung des Probendeckels gelangen. Da die Fläche der Lichtaustrittsöffnungen bei den neuen Probendeckel verringert wurde, wurde im Folgenden untersucht, ob die Verhältnisse der detektierten Photonen, d.h. der Peakinhalte mit den Verhältnissen der Lichtaustrittsöffnung zweier verschiedener Probendeckel übereinstimmen. Aufgrund der Instabilität von  $P_1$  wird für den Peakinhalt  $P$  der Glühkurve über die einzelnen Peakinhalte von  $P_2$  bis  $P_4$  summiert.

Kristall-id	Dosis (mSv)	Deckel	P (Counts)
„01“	22,0	„s“	65727
„01“	22,0	„n“	45488

Tabelle 4.3: Peakinhalte zweier Vergleichsmessungen zur Bestimmung des Verhältnisses.

Das Verhältnis der Flächen der Lichtaustrittsöffnungen ergibt sich zu  $3^2/2,4^2 \approx 1,56$ . Das Verhältnis der Peakinhalte wurde anhand zweier Einzelmessungen zu  $1,44 \pm 0,01$  bestimmt. Dieser Wert weicht offensichtlich von dem theoretisch berechneten Wert ab. Um dies genauer zu betrachten, stellt Tabelle 4.4 dafür alle Einzelpeakinhalte gegenüber.

id, Deckel	$P_1$	$P_2$	$P_3$	$P_4$
„01“, „s“	9151	13740	14139	37848
„01“, „n“	6848	11060	8318	26121
Verhältnis	1,34	1,24	1,7	1,45

Tabelle 4.4: Verhältnisse der einzelnen Peaks.

Anhand dieser Tabelle kann man erkennen, dass die Einzelpeakverhältnisse teilweise stark variieren. Idealerweise sollten auch die einzelnen Peakverhältnisse 1,56 betragen. Für genauere Aussagen wären weitere Messungen notwendig, die aus Zeitgründen leider nicht durchgeführt werden konnten.

Die Abbildungen 4.5 und 4.6 dienen der Veranschaulichung dieses Sachverhalts. Dabei ist deutlich erkennbar, dass der Anteil des Peakinhalts in Abbildung 4.6 wesentlich geringer ausfällt als bei der Verwendung von „Deckel-s“ in Abbildung 4.5. Da die Messungen aber konstant niedrigere Peakwerte zeigen, sind die neuen Probendeckel genauso gut für die Thermolumineszenzdosimetrie mit diesem Experimentaufbau geeignet wie der alte, „Deckel-s“.



### 4.3 Einfluss der neuen Probendeckel auf die Peakinhalte

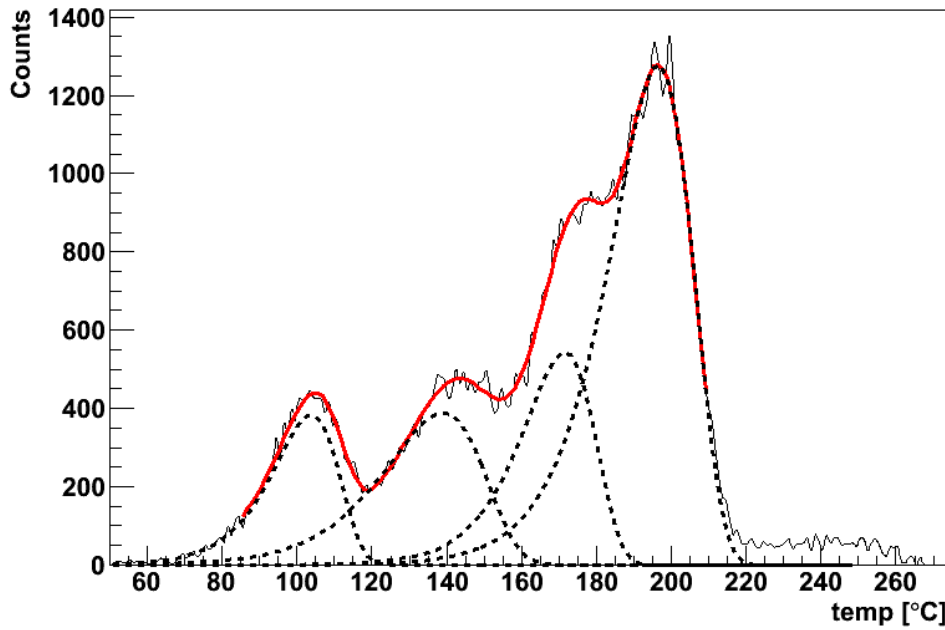


Abbildung 4.5: Kristall „01“ mit einer Dosis von 22,0 mSv unter Verwendung von „Deckel-s“.

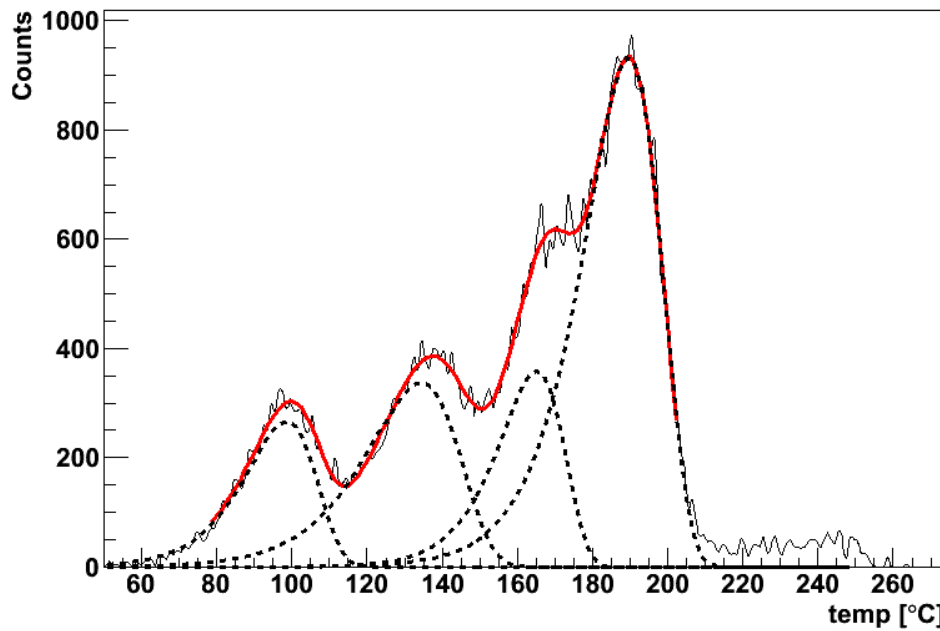


Abbildung 4.6: Kristall „01“ mit einer Dosis von 22,0 mSv unter Verwendung von „Deckel-n“.

Unter Verwendung der neuen Probendeckel sind nach Kapitel 4.1 die Temperaturpositionen der Peaks präziser bestimmbar. Im Untergrund unterscheiden sie sich nicht wesentlich von „Deckel-s“. Da die neuen Probendeckel dem alten, schwarzen Deckel gegenüber keine gravierenden Nachteile aufweisen, wurden für die folgenden Untersuchungen ausschließlich die neuen Probendeckel „Deckel-n“ und „Deckel-f“ verwendet.

## 4.4 Untersuchungen der Kristalle

Bisher wurde untersucht, welche Unterschiede zwischen dem alten und den neuen Probendeckeln unter Verwendung desselben Kristalls auftreten. In den folgend dargestellten Untersuchungen wurden ausschließlich „Deckel-n“ und „Deckel-f“ verwendet, aber es wurde mit drei verschiedenen Kristallen gemessen, um die Reproduzierbarkeit der Messergebnisse zu überprüfen.

Für die Bestimmung der Temperaturpositionen der Peaks aus Tabelle 4.5 wurden Messreihen mit drei verschiedenen Kristallen und jeweils beiden Probendeckeln durchgeführt. Dabei beinhaltete jede Messreihe 10 Einzelmessungen. Anhand dieser Tabelle wird deutlich, dass die Peakpositionen verschiedener Kristalle aufgrund der kleinen Abweichungen relativ konstant sind. Es treten überwiegend Unsicherheiten zwischen ein bis zwei Grad Celsius auf, allerdings sind auch Schwankungen von bis zu drei Grad Celsius möglich.

Kristall-id	$P_1$ (°C)	$P_2$ (°C)	$P_3$ (°C)	$P_4$ (°C)
„02“	$101,2 \pm 1,3$	$133,7 \pm 1,3$	$163,0 \pm 1,9$	$185,4 \pm 2,7$
„22“	$98,5 \pm 1,1$	$134,0 \pm 1,4$	$162,7 \pm 2,0$	$190,4 \pm 1,7$
„23“	$98,3 \pm 1,4$	$134,6 \pm 1,1$	$162,9 \pm 1,3$	$190,6 \pm 1,5$

Tabelle 4.5: Temperaturpositionen verschiedener Kristalle bei Messungen mit Deckel-n und Deckel-f.

Durch die Verwendung der neuen Probendeckel konnte der Experimentaufbau also dahingehend verbessert werden, dass die Temperaturpositionen der Peaks aufgrund geringerer Abweichungen präziser bestimmbar sind. Zuvor lagen die Abweichungen bei etwa 6 bis 8 °C.

Anhand der Temperaturpositionen der Peaks lassen sich die Tiefen, bzw. die Energieniveaus der Haftstellen ableiten. Für die Bestimmung der Haftstellentiefe hängt die Energiedifferenz  $\Delta E$  zwischen Haftstelle und Leitungsband wie folgt von der Temperatur  $T$  und der Boltzmannkonstante  $k_B$  nach [Dem02] ab:

$$\Delta E(T) = 23k_B T. \quad (4.2)$$

Diese Formel basiert auf experimentellen Beobachtungen und kann daher nur als phänomenologische Näherung für die Abschätzung der Haftstellentiefe betrachtet werden. Danach ergeben sich anhand der Peakpositionen unabhängig vom verwendeten Kristall für jeden Peak ein fester Wert für die Energielücke. Die Werte sind in Tabelle 4.6 dargestellt. Dabei stimmen die berechneten Energieniveaus der jeweiligen Peaks erwartungsgemäß für alle drei untersuchten Kristalle überein.

$\Delta E(T_1)$ (eV)	$\Delta E(T_2)$ (eV)	$\Delta E(T_3)$ (eV)	$\Delta E(T_4)$ (eV)
0,74	0,81	0,86	0,92

Tabelle 4.6: Die Energielücken  $\Delta E$  zwischen Haftstellen und Leitungsband hängen von den Temperaturpositionen der einzelnen Peaks ab .

Im Folgenden wurde genauer untersucht, wie sich „Deckel-n“ und „Deckel-f“ jeweils auf die Peakhalte in den Glühkurven auswirken. Da die Intensität  $I(T)$  einer statistischen Verteilung folgt, wird zur Berechnung der Peakhalte über die einzelnen gemessenen Intensitäten integriert. Da der verwendete Photomultiplier nicht wellenlängenaufgelöst messen kann, wird gleichzeitig der gesamte Wellenlängenbereich aufsummiert. Die Peakhalte dienen der Bestimmung unbekannter Energiedosen. Kennt man den Peakinhalt einer Probe bei fester Dosis, so kann man auch die unbekannte Dosis einer identischen Probe bestimmen.

Aufgrund der Instabilität des ersten Peaks der Glühkurve (vgl. [Kor10]) wurden für die Peakhalte der Messdaten nur die Integrale vom zweiten ( $P_2$ ) bis vierten ( $P_4$ ) Peak berücksichtigt. Da die Proben nie eine exakt gleiche Dosis erfahren haben, muss die Abhängigkeit der Peaks von der jeweiligen Dosis berücksichtigt werden. Daher wurde der Wert des Peakinhalts  $P$  noch durch die jeweilige Dosis geteilt. Dies wird als reduzierter Peakinhalt  $P_R$  bezeichnet.

Um das Verhalten und die Reproduzierbarkeit der Glühkurven zu untersuchen, wurde eine Messreihe mit zunächst zwei Kristallen aufgenommen. Da sich dabei allerdings Auffälligkeiten zeigten, welche die Ergebnisse beeinflussen, wurde noch ein neuer Kristall in die Messreihe aufgenommen, und zwar Kristall „02“. Tabelle 4.7 gibt eine Übersicht über die auf ein mSv normierten Peakhalte  $P_R$ . Dabei ergaben sich die Werte als arithmetisches Mittel aus je 10 Einzelmessungen pro Messreihe.

Id, Deckel	$P_R$ (Cts/mSv)	Fehler	$\bar{D}$ (mSv)
02, Deckel-n	$1853 \pm 80$	4,3%	21,6
02, Deckel-f	$2103 \pm 93$	4,4%	21,6
22, Deckel-n	$2209 \pm 194$	8,8%	21,8
22, Deckel-f	$2226 \pm 199$	8,9%	21,8
23, Deckel-n	$2817 \pm 396$	14,1%	21,7
23, Deckel-f	$2711 \pm 411$	15,2%	21,8

Tabelle 4.7:  $P_R$  ist der auf eine Vergleichsdosis von 1 mSv reduzierte Peakinhalt.  $\bar{D}$  gibt die mittlere Dosis an, mit der die Kristalle während einer Messreihe bestrahlt wurden.

Anhand von Tabelle 4.7 ist ersichtlich, dass die Fehler von Kristall „02“ wesentlich geringer ausfallen als die der anderen beiden verwendeten Kristalle. Das liegt vermutlich daran, dass Kristall „02“ für diese Messungen neu aus einem Albedodosimeter entnommen wurde. Auf den Kristallen „22 und „23“ ist ein Oberflächenbelag sichtbar, der scheinbar die Menge des vom Photomultiplier detektierten Lichts reduziert. Dies führt zu der Annahme, dass die Beläge emittierte Photonen an der Oberfläche des Kristalls reflektieren, wodurch insgesamt weniger Intensität gemessen wird. Eine mögliche Ursache für diese Beläge könnte „Deckel-s“ sein. Dieser Probendeckel wurde mit Hilfe des Eloxal-Verfahrens vollständig geschwärzt und während der Erwärmung auf die auszulesenden Kristalle gepresst. Außerdem ist Lithiumfluorid ein hygroskopisches Material und kann somit Wasserstoffatome aufnehmen, wodurch die Struktur des Kristalls möglicherweise verändert wird.

Abbildung 4.7 zeigt dazu die auf ein mSv normierten Peakhalte  $P_R$  der drei Messreihen. Dabei ist deutlich erkennbar, dass die Peakhalte der Kristalle „22“ und „23“ für die ersten drei bis fünf Messungen konstant sind, aber über den gesamten Messzeitraum deutlich abnehmen. Die Werte des neuen Kristalls „02“ bleiben dagegen relativ konstant. Eine weitere Vermutung für die Ursache dieses Verhaltens sind zu hohe Bestrahlungsdosen, welche Gitterfehler verursacht haben könnten.

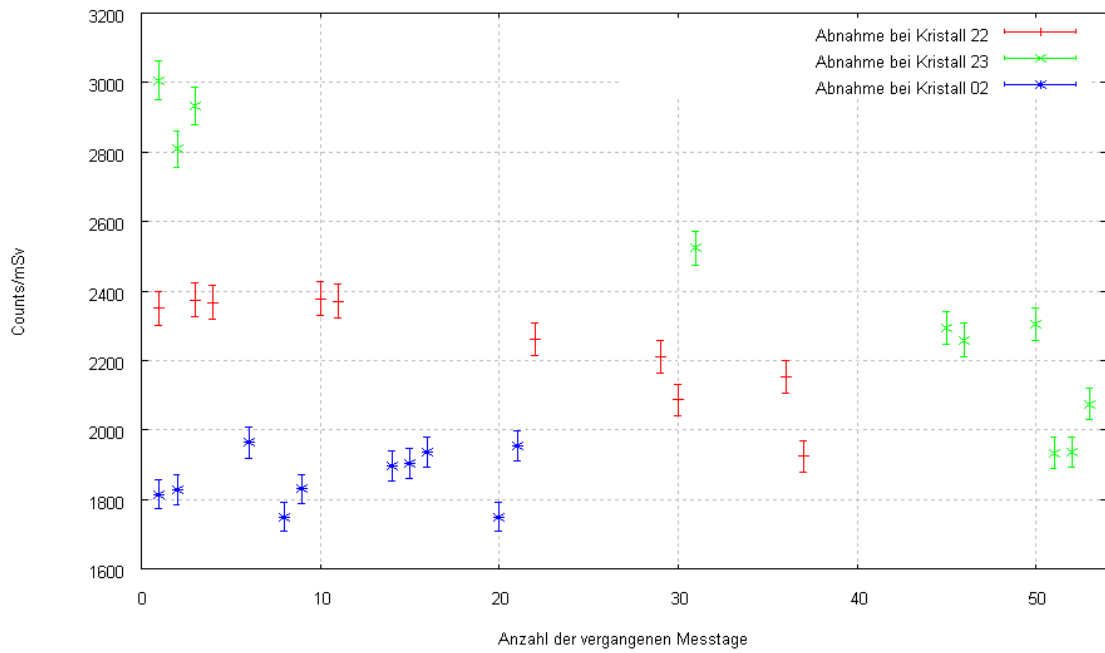


Abbildung 4.7: Einzelne reduzierte Peakhalte  $P_R$  (Counts/mSv) der Messungen in Abhängigkeit der seit Beginn der Messung vergangenen Messtage für die drei verwendeten Kristalle. Die verwendeten Kristalle wurden jeweils immer mit einer Dosis von 22 mSv bestrahlt.



# Zusammenfassung und Ausblick

Im dieser Bachelorarbeit wurde ein Aufbau zur Thermolumineszenzdosimetrie zur Bestimmung absoluter Dosen optimiert. Dabei wurde zunächst eine Auswertesoftware entwickelt. Diese umfasst einerseits ein Fitprogramm, was es ermöglicht, alle Datensätze einer erfolgreichen Messung einzulesen und vollständig zu beschreiben. Dabei heißt erfolgreich, wenn die Glühkurve vier Peaks aufweist. Desweiteren werden sämtliche, zur Auswertung wichtige, Fitparameter in separaten Dateien, sowie eine vollständig gefittete Glühkurve als Bilddatei gespeichert. Dies verringert den Aufwand der Auswertung erheblich, da alle Schritte innerhalb eines Programmablaufs stattfinden. Dieses Programm wurde bereits im Rahmen des Scientific Instrumentation Praktikums der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster erfolgreich getestet.

Weiterhin wurde der Probenkopf zur Optimierung des Experimentaufbaus eingehender untersucht. Dabei wurden zwei wichtige geometrische Parameter festgelegt, systematisch untersucht und die optimalen Einstellungen des Probenkopfes für eine konstante Aufheizrate ermittelt.

Ein weiterer Teil der Arbeit bestand darin, zwei neu angefertigte Probendeckel systematisch zu testen und mit dem bisher verwendeten zu vergleichen. Aus diesen Untersuchungen wurde deutlich, dass die Temperaturpositionen der Peaks unter Verwendung der neuen Probendeckel wesentlich konstanter geworden sind. Die Standardabweichung der Temperaturpositionen beträgt demnach nur noch ein bis zwei Grad Celsius. Außerdem weisen die neuen Probendeckel der Geometrie entsprechend wie erwartet eine geringere Lichtausbeute auf, die ungefähr dem Verhältnis der Lichtaustrittsöffnungen entspricht. Weiterhin wurden die neuen Probendeckel auf ihren Untergrund hin untersucht, da sie im Gegensatz zu dem alten Deckel nicht geschwärzt wurden und eine Kupferoberfläche besitzen. Daher wurden in einigen weiteren Messungen die Untergrundkurven aller drei Probendeckel aufgenommen und miteinander verglichen, wobei es keine bedeutsamen Unterschiede zwischen den Deckeln gab. Allerdings ist auch aufgefallen, dass der Offset an manchen Tagen unabhängig vom verwendeten Probendeckel höher liegt als an anderen. Daher besteht die Vermutung, dass dieser sowohl von der Umgebungstemperatur, als auch von der Luftfeuchtigkeit abhängt.

Außerdem wurde die Erfolgsrate der Messungen erheblich erhöht, da sich die neuen Probendeckel nicht selbstständig während einer Messung lockern. Für das Lockern des alten Deckels gibt es zwei Vermutungen: zum einen kann es sein, dass das Gewinde, mit dem dieser auf dem Probenhalter befestigt wird, über die Vielzahl der bereits damit durchgeführten Messungen Verschleißerscheinungen aufzeigt. Das könnte umgangen werden, indem ein neuer Probenhalter und ein entsprechender Probendeckel konstruiert wird, die ein wesentlich feineres Gewinde haben. Desweiteren kann über die beiden neuen Probendeckel ausgesagt werden, dass zwischen „Deckel-n“ und „Deckel-f“ noch keine signifikanten Unterschiede in den Messergebnissen festgestellt wurden. Beide Deckel sind in ihrer Eignung für den Experimentaufbau also gleichwertig.

Ferner wurde über den Zeitraum der Messungen beobachtet, dass die Intensitäten der beiden älteren verwendeten Kristalle kontinuierlich abgenommen haben. Dabei wurde festgestellt, dass die betroffenen Kristalle einen Oberflächenbelag aufweisen, was eine mögliche Erklärung dafür sein könnte. Dieser Belag kann möglicherweise noch von dem alten Probendeckel kommen, welcher geschwärzt war und während der Messungen die Kristalle angedrückt hat. Die genaue Ursache für die kontinuierliche Abnahme ist allerdings noch unbekannt. Bei einem bestimmten Kristall war in den Glühkurven weiterhin zu beobachten, dass bei der Bestrahlung hinter dem Hauptpeak offensichtlich noch weitere Niveaus angeregt wurden. Diese konnten allerdings bisher für eine genauere Beschreibung noch nicht ausreichend untersucht werden.

Da es sich bei Lithiumfluorid um ein hygroskopisches Material handelt, sollten die Kristalle zukünftig in luftdichte Folien eingeschweißt werden, um sie vor Verunreinigungen zu bewahren. Außerdem könnte der derzeit verwendete Photomultiplier durch ein Spektrometer und einen CCD-Chip ersetzt werden, um wellenlängenaufgelöste Untersuchungen der Intensitätsmaxima einer Glühkurve durchführen zu können.



# Literaturverzeichnis

- [alb07] *Technisches Datenblatt für das Albedodosimeter*, 2007.
- [Dem02] DEMIRBILEK, RIZA: *Spektroskopische Untersuchungen am CsCdBr<sub>3</sub>*. Diplomarbeit, Technische Universität Darmstadt, 2002.
- [ESA] ESA: [http://www.spaceflight.esa.int/users/downloads/factsheets/fs026\\_10\\_matroshka.pdf](http://www.spaceflight.esa.int/users/downloads/factsheets/fs026_10_matroshka.pdf) gefunden am 17.06.2010.
- [Kor10] KORSTEN, STEFAN: *Aufbau und Erprobung eines Messstandes für die Thermolumineszenzdosimetrie*. Diplomarbeit, Universität Münster, 2010.
- [Kri09] KRIEGER, HANNO: *Grundlagen der Strahlungsphysik und des Strahlenschutzes*. Vieweg + Teubner, 2009.
- [Rit01] RITZENHOFF, DIPL. PHYS. K.-H.: *Amtliche Personendosimetrie bei Photonen- und Neutronenstrahlung - eine aktuelle Bestandsaufnahme*, 2001.
- [uMF63] M. FRANK, L. HERFORTH UND: *Thermolumineszenzdosimetrie mit LiF für Strahlentherapie und Strahlenschutzkontrolle*. Journal: Czechoslovak Journal of Physics, (Volume 13, Number 3), März 1963.
- [zer] [http://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Datei:Cobalt-60\\_Decay\\_Schemep.svg&filetimestamp=20090220215538](http://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Datei:Cobalt-60_Decay_Schemep.svg&filetimestamp=20090220215538). Abgerufen am 17.06.2010.
- [Zöl95] ZÖLLER, LUDWIG: *Wärm- und Rißlöß-Stratigraphie und Thermolumineszenz-Datierung in Süddeutschland und angrenzenden Gebieten*. Habilitationsschrift angenommen von der Fakultät für Geowissenschaften der Ruprecht-Karls-Universität in Heidelberg, Februar 1995.



# Danksagung

Zum Abschluss dieser Arbeit möchte ich mich noch bei allen Menschen bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Zunächst einmal möchte ich mich bei Herrn PROF. DR. A. KHOUKAZ dafür bedanken, dass er mir dieses interessante Thema zur Verfügung gestellt hat und bei Fragen oder Problemen immer einen Rat wusste und mit einem freundlichen Lächeln die Motivation stets wieder entfachen konnte.

Desweiteren danke ich PROF. DR. J. P. WESSELS für die Übernahme der Zweitkorrektur.

Bei Herrn DIPL.-PHYS. S. KORSTEN möchte ich mich vor allem für die geduldige und ausführliche Einführung in das Thema, aber auch dafür bedanken, dass er mir bei Fragen und Problemen in den ersten Woche stets mit Rat und Tat zur Seite stand.

Mein großer Dank gilt auch Herrn DIPL.-PHYS. P. GOSLAWSKI und Frau DIPL.-PHYS. E. KÖHLER für die erstklassige Betreuung während der gesamten Bachelorarbeit, die nette Einführung in die Arbeitsgruppe und für das geduldige Korrekturlesen - selbst am Wochenende. Danke auch für die vielen Wege ins Isotopenlabor!

Vielen Dank auch an Herrn DR. VOLKER HANNEN, der sich immer hilfsbereit zeigt und mir erklärt hat, wie ich einen unwiderruflich gelöschten Ordner wieder herstellen kann.

Außerdem möchte ich mich auch bei den Herren D. BONAVENTURA und T. SCHÄFER, die mir mit ihrem Wissen über CAD-Zeichnungen weiterhelfen konnten, bedanken.

Zu guter letzt möchte ich mich bei Martin Schäferling noch für das intensive Korrekturlesen „in letzter Minute“ bedanken. Aber vor allem konnte ich mich immer auf die liebevolle, seelische Unterstützung während der Arbeit von Christian Buchholz und Kai Sparenberg, sowie meiner Familie verlassen. Vielen Dank, dass ihr immer für mich da seid!



# Eidesstattliche Erklärung

Ich versichere, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel verwendet habe. Alle Textstellen, die dem Wortlaut oder dem Sinn nach anderen Werken entnommen sind, wurden unter der Angabe der Quelle deutlich gekennzeichnet.

Münster, Juli 2010

.....  
(Michèle Neumann)