

Radioaktivitätsmessung

A.1

Kursprotokoll – Josef Riedl (Gr. 7) – 11/2003

Sinn des Versuches



Anhand verschiedener Messungen mit Proben bekannter und unbekannter Radioaktivität, Proben unterschiedlicher Isotope, Proben mit und ohne Verunreinigungen etc. soll grundsätzlich ein Einblick in die Theorie und Praxis der Radioaktivitätsmessung gewonnen werden. Ein anwendungsbezogenes Problem ist dabei die Radioaktivitätsbestimmung von unbekannten Proben unter Verwendung der anderen Meßergebnisse als Korrektur.

Messung von H-3 und C-14-Proben bekannter Aktivität

Es waren für jedes Isotop jeweils Proben mit einer Aktivität von 1 $\mu\text{Ci/ml}$ gegeben. Daraus wurden jeweils drei Parallelproben von je 50 μl entnommen und mit 5 ml Cocktail im Szintillationszähler gezählt (Programm #1 für allgemeine Zählung).

Gemäß der angegebenen Daten ergibt sich eine tatsächliche Aktivität von 5E-08 Ci, also 1850 Bq oder 111000 dpm. Mit den gemessenen cpm wurde nun die Zählausbeute bestimmt:

Zählung H3-Proben				
Probe	Zeit/min	Window	cpm	Ausbeute
1	0,2	0-1000	64140	0,58
2	0,2	0-1000	65435	0,59
3	0,2	0-1000	65965	0,59

Zählung C14-Proben				
Probe	Zeit/min	Window	cpm	Ausbeute
1	0,1	0-1000	107860	0,97
2	0,1	0-1000	109430	0,99
3	0,1	0-1000	110070	0,99

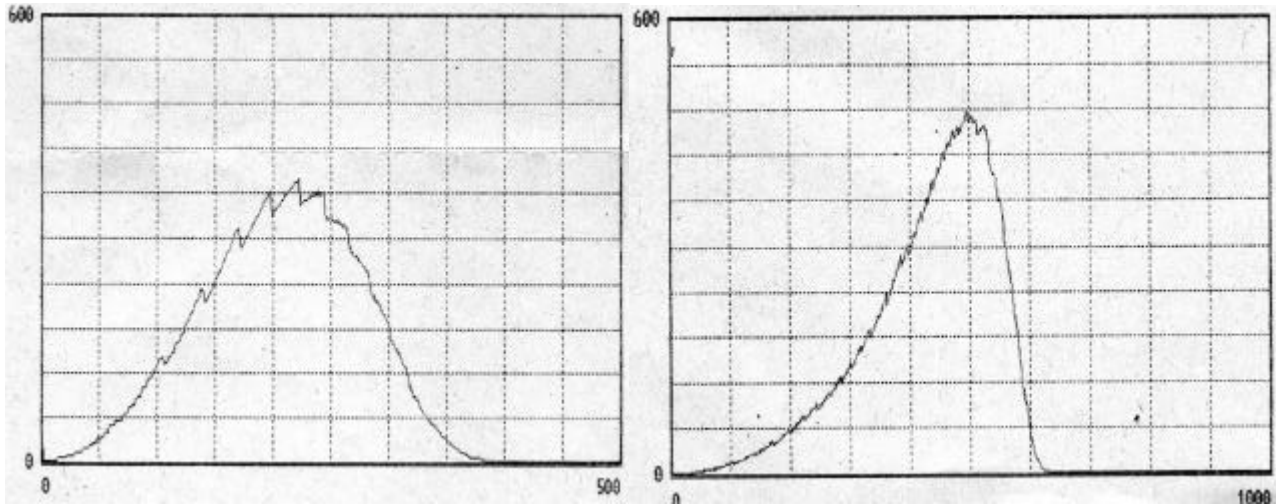
Die Ausbeute bei den C-14-Proben ist optimal. Die Meßausbeute für H-3 fällt dagegen mit ca. 60% recht niedrig aus. Da der Effekt bei allen Proben gleichermaßen auftritt, können Ungenauigkeiten wie z.B. Pipettierfehler ausgeschlossen werden. Das Problem liegt hier möglicherweise an der niedrigen Energie der H-3-Strahlung.

Energiespektren von H-3 und C-14

Von jeweils einer Probe der beiden Isotope wurde im Szintillationszähler ein Energiespektrum (Auftragung der anteiligen Strahlungsintensität gegen die Teilchenenergie) aufgenommen (Programm #2). Von einer H-

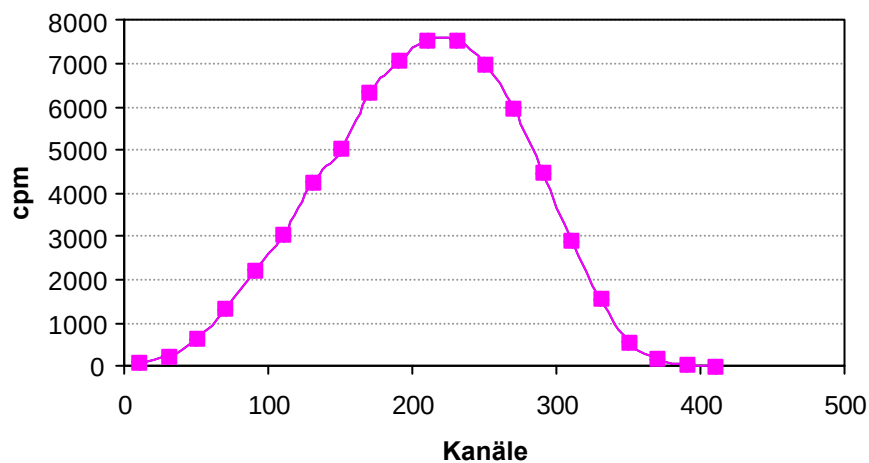
3-Probe wurde außerdem manuell ein Spektrum durch Variieren der Kanalfenstereinstellung von 0 bis 400 und jeweiliges Messen der entsprechenden Aktivität erstellt.

Man erkennt, daß sich die beiden Isotope in ihrem Energiespektrum deutlich unterscheiden. Die Messung eines Energiespektrums (bzw. vereinfacht die Messung der Strahlung in einem bestimmten Energiefenster) kann daher einen wichtigen Hinweis auf die in einer Probe vorhandenen Radioisotope geben. (siehe dazu auch Spektren der unbekannten Proben weiter unten).



Links: H-3-Spektrum, rechts: C-14-Spektrum

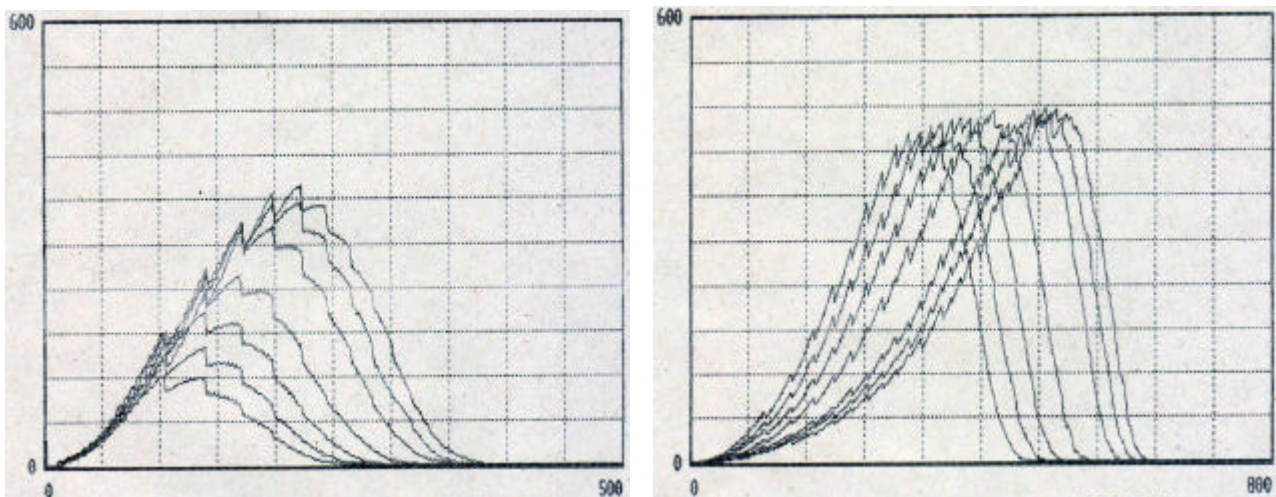
Manuelles H3-Spektrum



Quench

Verunreinigungen, z.B. organische Lösungsmittel, die einen Teil der zu messenden Strahlung absorbieren, können bei der Radioaktivitätsmessung einen Störeffekt, den sogenannten Quench, auslösen. Dieser Effekt zeigt sich zum einen in einer Abnahme der Gesamtintensität der Strahlung (und damit der cpm), zum anderen in einer Verschiebung des Energiespektrums nach links (Abnahme der durchschnittlichen Teilchenenergie).

Um diese Phänomene zu demonstrieren, wurden weitere 7 Proben von jedem Isotop (wie oben) entnommen und mit je 10 ml Cocktail versetzt. Zusätzlich wurden steigende Mengen an Nitromethan (chemischer Quencher) dazugegeben. Von allen Proben wurden nun die Spektren wie oben aufgenommen und jeweils für ein Isotop gemeinsam ausgegeben.



Links: H-3-Spektren, rechts: C-14-Spektren (Zunehmende Quencher-Menge jeweils v. r. n. l.)

Um den Quench-Effekt, vor allem zur Korrekturrechnung bei unbekannten Proben, zu quantifizieren, steht unter anderem die H-Nummer-Methode zur Verfügung. Dabei gibt das verwendete Meßgerät zu jeder gemessenen Probe eine H-Nummer (H#) an, die dem auftretenden Quench proportional ist. Andererseits ist auch die prozentuale Zählausbeute ein Maß für auftretenden Quench, falls sie - über die tatsächliche Aktivität - bekannt ist. Diese Möglichkeit entfällt damit selbstverständlich bei unbekannten Proben. Aus den hier betrachteten, systematisch angelegten Proben bekannter H-Nummer und bekannter dpm läßt sich aber ein Zusammenhang, die sogenannte Quenchkurve, aufstellen, der es wiederum erlaubt, allein aus der vom Gerät bestimmten H-Nummer die zugehörige Zählausbeute zu ermitteln.

Die folgenden Daten wurden durch Messung aller Proben gewonnen:

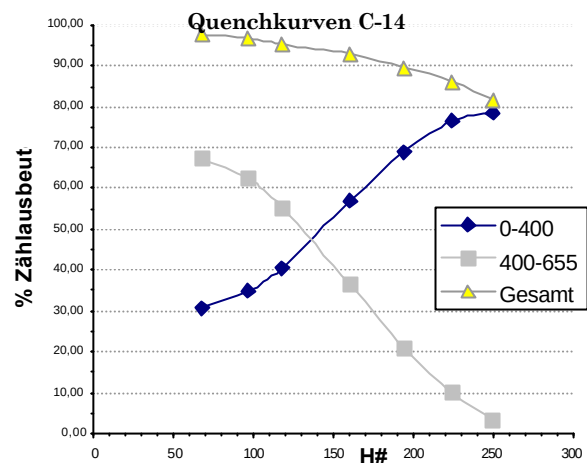
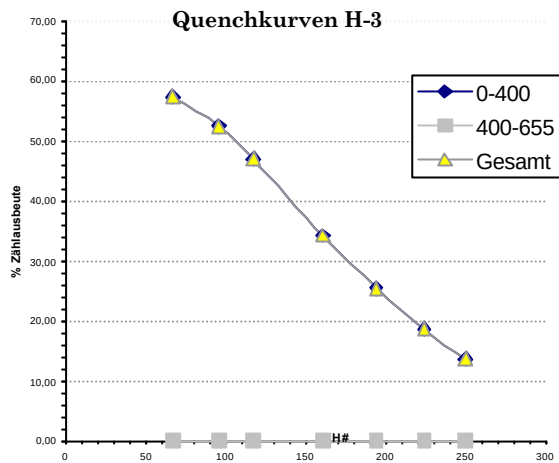
Daten für H3-Quenchkurven							
Quencher	H-Nummer	cpm	cpm	cpm	%	%	%
Zugabe / μ l		0-400	400-655	0-655	0-400	400-655	0-655
0	67,3	63706	18	63724	57,39	0,02	57,41
10	96,1	58404	13	58417	52,62	0,01	52,63
20	117,6	52224	15	52239	47,05	0,01	47,06
40	160,5	38122	9	38131	34,34	0,01	34,35
60	194,2	28447	19	28466	25,63	0,02	25,65
80	224,3	20728	15	20743	18,67	0,01	18,69
100	250	15289	7	15296	13,77	0,01	13,78

Daten für C14-Quenchkurven							
Quencher	H-Nummer	cpm	cpm	cpm	%	%	%
Zugabe / μ l		0-400	400-655	0-655	0-400	400-655	0-655
0	68,7	33936	74623	108265	30,57	67,23	97,54
10	85,6	38549	69345	107565	34,73	62,47	96,91
20	106,4	45020	61188	105835	40,56	55,12	95,35
40	156,6	63222	40429	103209	56,96	36,42	92,98
60	192,7	76673	23093	99323	69,07	20,80	89,48
80	222,4	84986	10965	95619	76,56	9,88	86,14
100	252,6	87192	3488	90517	78,55	3,14	81,55

(Die Prozentangaben beziehen sich auf die bekannte Aktivität (s.o.) von 111000 dpm.)

Aus den gesammelten Daten werden nun die Quenchkurven (H# gegen Zählausbeute) erstellt. Die für normale Zwecke bedeutsame Kurve ist jeweils diejenige über alle Kanäle (0-655). Unter diesen Bedingungen nimmt selbstverständlich die Ausbeute mit zunehmendem Quench zu. Die Kurven für die anderen Kanalfenster spielen für die Charakterisierung einzelner Isotope eine Rolle. – Die C-14-Ausbeutekurve für das

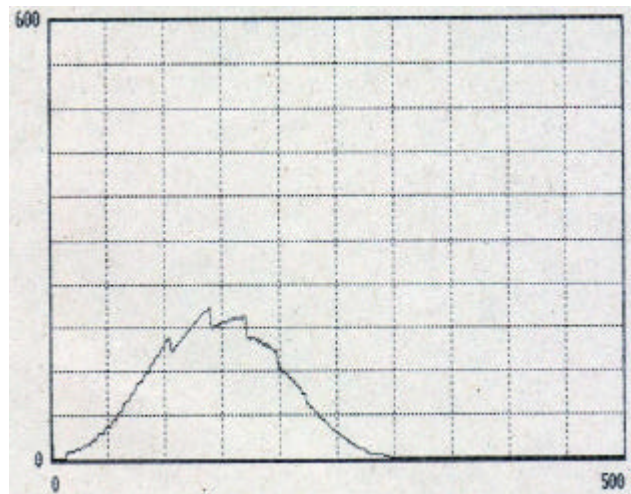
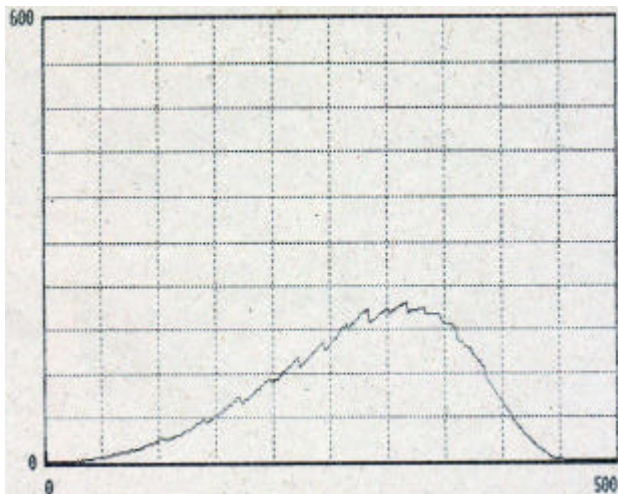
linke Energiefenster ist sogar steigend, da mit zunehmendem Quench mehr Zählereignisse in das linke Fenster fallen, wo sich normalerweise nur ein geringer Strahlungsanteil von C-14 befindet (vgl. Spektrum).



Analyse unbekannter Proben

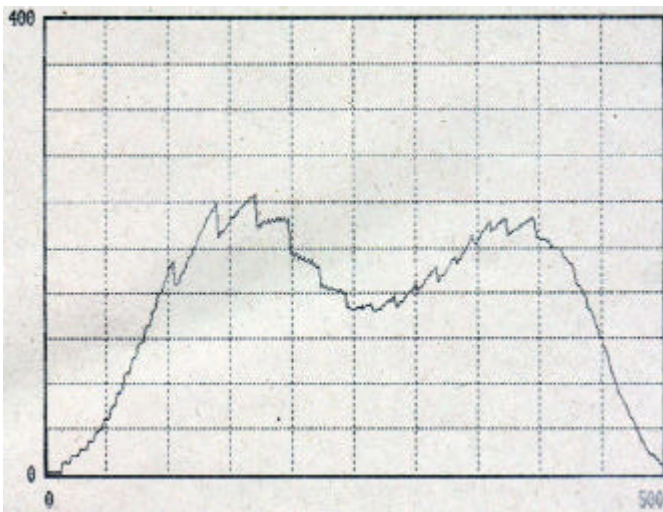
Es wurden drei Proben (Nummern 3, 5, 8) untersucht. Zur ersten Charakterisierung wurde jeweils ein Spektrum aufgenommen und die Aktivitäten, aufgeteilt nach Fenster, sowie die H# gemessen. Folgende Ergebnisse wurden erhalten:

Daten der unbekannten Proben					
Probe	H-Nummer	cpm	cpm	cpm	
		0-400	400-655	0-655	
3	244,9	41361	2333	43596	
5	188,3	28551	10	28561	
8	188,3	65052	11949	76791	



Die linke Probe (Nr. 3) deutete vom Spektrum her auf C-14 hin. Dem entsprach auch die Verteilung der cpm auf die Energiefenster. Aus der H# von 245 liest man aus der C-14-Quenchkurve eine Zählausbeute von 84% ab, denen die gemessenen 43596 cpm entsprechen. Es konnte also eine korrigierte tatsächliche Aktivität von **51900 dpm (Probe 3)** ermittelt werden.

Mit der rechten Probe (Nr. 5) wurde ebenso verfahren. Es handelt sich um H-3 (Strahlung fast nur unter 400 Kan.); mit der H# von 188 erhält man aus der H-3-Quenchkurve eine Ausbeute von 28% (wobei es hier keine Rolle spielt, ob dies durch Quench oder die Schwäche der Strahlung bedingt ist!), und aus den 28561



cpm ergab sich eine tatsächliche Aktivität von **102003 dpm (Probe 5)**.

Für die dritte Probe (Nr. 8) zeigte bereits das Spektrum das Vorhandensein beider untersuchten Isotope an. Ziel war nun, die einzelnen Aktivitäten rechnerisch zu ermitteln. Zunächst wurde nur das rechte Energiefenster ausgewertet (Beschränkung auf C-14). Mit Hilfe der eigens aufgenommenen C-14-Quenchkurve für diesen Kanalbereich erhält man (H#=188, Ausbeute=22%) aus den gemessenen 11949 cpm einen Wert von **54313 dpm C-14 (Probe 8)**. Das ist bereits das Endergebnis für C-14. Im zweiten Schritt mußte nun die H-3-Aktivität bestimmt werden. Dafür benötigt man das linke

Fenster. Der hier zusätzlich vorhandene Anteil C-14 ergibt sich aus den 54313 dpm und der Quenchkurve für C-14 im linken Fenster (H#=188, Ausbeute=67%) mit 36390 cpm. Dieser Anteil muß von den im linken Fenster gemessenen 65052 cpm abgezogen werden. Mit den restlichen 28661 cpm konnte dann wie oben bei Probe 5 für reine H-3-Strahlung verfahren werden. Damit ergaben sich **102000 dpm H-3 (Probe 8)**.

Das im Versuch verwendete Gerät kann bei unbekannten Proben auch eine automatische Quenchkorrektur durchführen (Programm #13, Dual Label DPM) und die Aktivitäten für einzelne Isotopen getrennt angeben. Diese Option wurde ebenfalls – mit den gleichen Proben -- getestet. Die auf diese Art gewonnenen Ergebnisse sind in folgender Tabelle dargestellt.

Daten der unbekannten Proben mit AQC				
Probe	H3 cpm	C14 cpm	H3 dpm	C14 dpm
	corrected	corrected		
3	7730	34723	-3085	53612
5	27247	784	119296	178
8	36781	39168	116952	55606

Die Ergebnisse stimmen mit den manuell korrigierten Ergebnissen gut überein. Welches Verfahren hier die besseren Ergebnisse liefert, kann hier nicht beurteilt werden.

Messung von P-32; Cerenkov-Strahlung

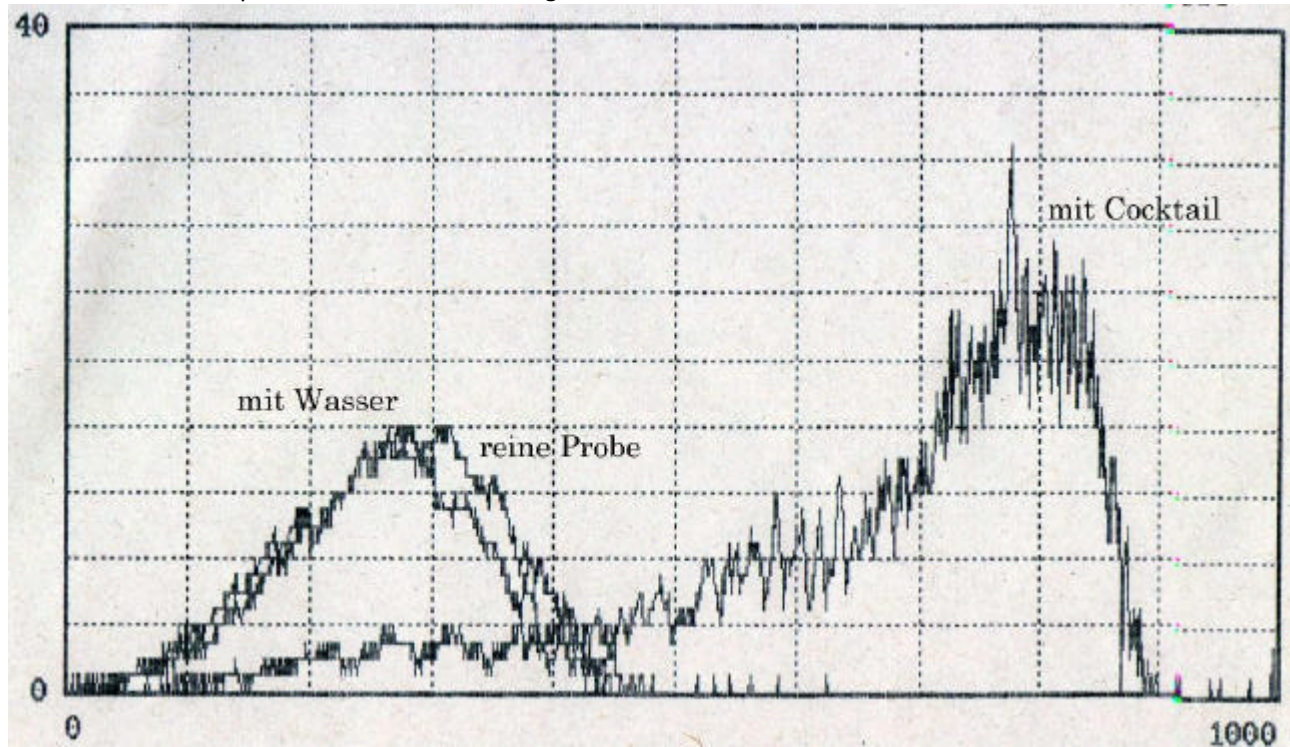
Neben H-3 und C-14 sind auch S-35 und P-32 wichtige Radioisotope für biologische Fragestellungen. S-35 wurde im Rahmen von Versuch A.2 verwendet. Für P-32 wurden einige zusätzliche Messungen durchgeführt. Hier ist eine Radioaktivitätsmessung sogar ohne Zugabe von Cocktail aufgrund der Cerenkov-Strahlung möglich, die bei energiereicher Strahlung in Medien entsteht und im Szintillationszähler direkt gemessen werden kann.

Es wurden vier Parallelproben angesetzt und zunächst ohne jeden Zusatz gemessen. Im nächsten Schritt wurden zu den Proben 1-4 jeweils 0.5 ml / 1.0 ml / 2.0 ml / 5.0 ml Wasser zugegeben und erneut gemessen. Schließlich wurden die Proben 1-3 nochmals zusammen mit je 15 ml Cocktail gezählt:

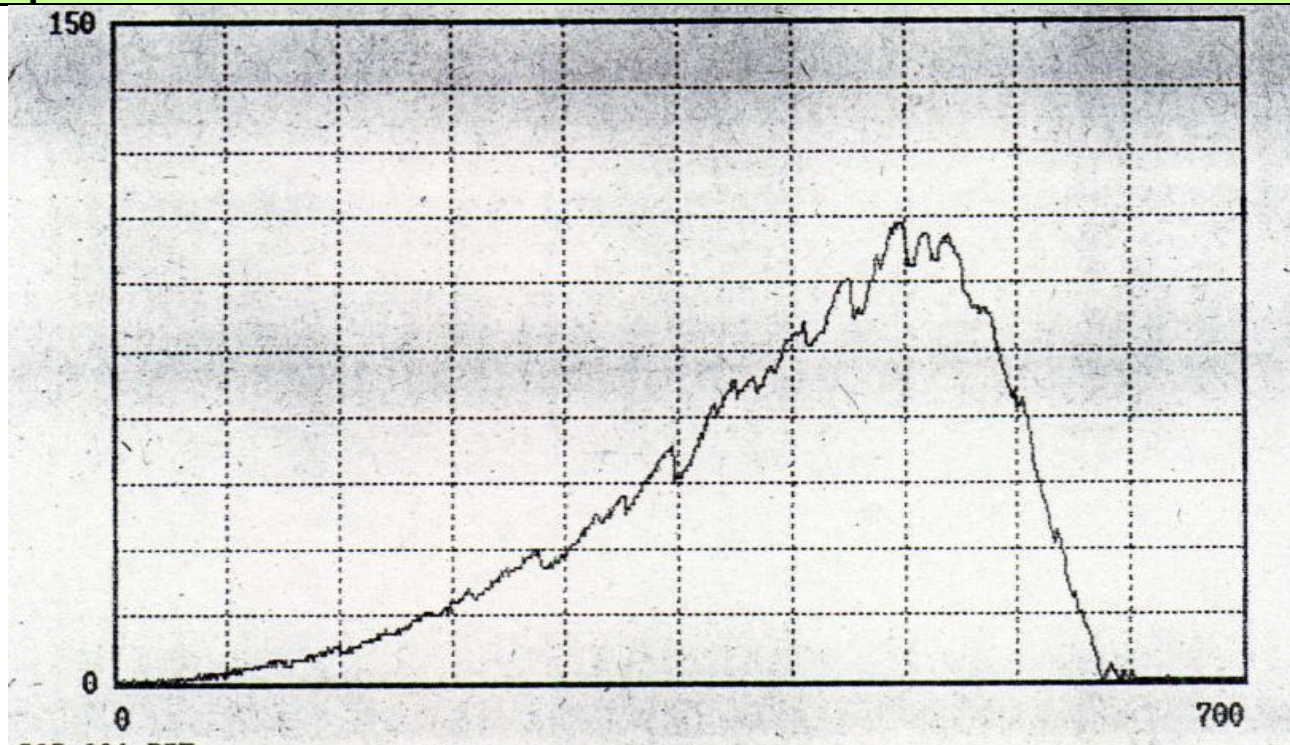
Daten für P-32			
Probe	cpm	cpm	cpm
	reine Probe	mit Wasser	mit Cocktail
1	3366	3241	6338
2	3202	3151	6125
3	3464	3270	6400
4	3398	3290	—

Es wird deutlich, daß die Cerenkov-Strahlung zwar gut meßbar ist, jedoch in der Intensität deutlich unter der mit Cocktail gemachten Messung liegt. Die Cerenkov-Strahlung tritt dabei in Luft und in Wasser gleichermaßen auf (Voraussetzung ist v.a. die Dichteschwankung im Medium). Die Zugabe von Wasser (offenbar mengenunabhängig!) bewirkt eine Abnahme der gemessenen Cerenkov-Strahlung.

Die verschiedenen Spektren stellen sich wie folgt dar:



Spektrum von S-35



Von S-35 als weiterem biologisch verwendeten Isotop wurde ebenfalls ein Spektrum erstellt.