

# Korrektur- und Kontrollmechanismen bei der archäometrischen Neutronenaktivierungsanalyse

Diplomarbeit  
von  
Thomas Beier

durchgeführt am

Institut für Strahlen- und Kernphysik  
der  
Universität Bonn

Bonn 1990

Referent: PD Dr. H. Mommsen  
Korreferent: Prof. Dr. T. Mayer-Kuckuk

Die vorliegende Fassung ist aus einer L<sup>A</sup>T<sub>E</sub>X-Neukompilation im Jahre 2008 hervorgegangen. Die Abbildungen 3, 4, 6, 7, 8, 9, 10 und 12 sind als Scans aus der Originalversion eingebunden. Für Abbildung 14 wurde auf eine verbesserte, erst nach der Fertigstellung der Diplomarbeit mögliche, Darstellung zurückgegriffen, da ein Scan des Originals in ausreichender Qualität nicht mehr möglich war. Die Abbildung erstreckt sich damit über zwei Seiten, ist aber in der Qualität wesentlich besser als das Original. Bei Seitenumbrüchen sowie Anordnung und Größe der Bilder im Text konnte die Originalversion der Diplomarbeit nicht immer reproduziert werden. Der Inhalt ist jedoch (einschließlich noch vorhandener Tippfehler) identisch, lediglich in den Formeln (67) und (68) wurde der offensichtlich falsche Faktor 1.5 bei den Integralgrenzen durch den richtigen (= 0.75) ersetzt.

# Inhaltsverzeichnis

|          |  |           |
|----------|--|-----------|
| <b>1</b> | <b>Einleitung</b>  | <b>3</b>  |
| <b>2</b> | <b>Meß- und Auswertegang</b>   | <b>4</b>  |
| 2.1      | Ablauf . . . . .   | 4         |
| 2.2      | Das Bestrahungsverfahren . . . . .   | 5         |
| 2.3      | Die Auswertung . . . . .   | 7         |
| <b>3</b> | <b>Die Auswertung eines Spektrums im einzelnen</b>                                 | <b>8</b>  |
| 3.1      | Eichung . . . . .  | 8         |
| 3.2      | Linienflächenbestimmung . . . . .  | 11        |
| 3.2.1    | Vorteile des Aufsummierens gegenüber einer Anpassung                               | 11        |
| 3.2.2    | Flächenbestimmung durch Aufsummieren: Untergrund                                   | 13        |
| 3.2.3    | Flächenbestimmung durch Aufsummieren: Summation                                    | 16        |
| 3.2.4    | Die Warnmeldung . . . . .  | 19        |
| 3.2.5    | Flächenbestimmung durch Anpassung . . . . .  | 22        |
| 3.3      | Totzeitkorrektur . . . . .   | 25        |
| 3.4      | Matrixkorrektur . . . . .  | 28        |
| 3.5      | Interferenzen . . . . .  | 29        |
| 3.5.1    | $(n, \alpha)$ -Reaktionen . . . . .  | 31        |
| 3.5.2    | $(n, p)$ -Reaktionen . . . . .   | 33        |
| 3.5.3    | Interferenzen durch Uranspaltung . . . . .   | 34        |
| 3.5.4    | Besonders zu behandelnde Interferenzen aus $(n, \gamma)$ -<br>Reaktionen . . . . . | 42        |
| 3.5.5    | Summenlinien . . . . .   | 44        |
| 3.5.6    | Vom Raumuntergrund verursachte Interferenzen . . .                                 | 46        |
| 3.6      | Folienkorrektur . . . . .  | 47        |
| 3.7      | Konzentrationsbestimmung . . . . .   | 49        |
| 3.7.1    | Grundsätzliches . . . . .  | 49        |
| 3.7.2    | Abklingfaktoren . . . . .  | 51        |
| 3.7.3    | Die Vergleichsstandards . . . . .  | 53        |
| 3.7.4    | Sonderfälle bei der Konzentrationsbestimmung . . . .                               | 55        |
| 3.7.5    | Kontrolle der ermittelten Konzentrationen innerhalb<br>einer Probe . . . . .       | 56        |
| <b>4</b> | <b>Auswerteabhängige Korrekturen</b>   | <b>58</b> |
| 4.1      | Linienpositionskorrektur . . . . .   | 58        |
| 4.2      | Linienverbreiterungskorrektur . . . . .  | 64        |
| 4.2.1    | Idee . . . . .   | 64        |
| 4.2.2    | Bestimmung der Halbwertsbreiten . . . . .  | 67        |
| 4.2.3    | Realisierung in BONAN . . . . .  | 70        |
| 4.2.4    | Beispiele von Ergebnissen . . . . .  | 74        |
| 4.2.5    | Zur Linienform . . . . .   | 79        |
| <b>5</b> | <b>Qualitative Elementbestimmung</b>   | <b>81</b> |
| 5.1      | Problemstellung . . . . .  | 81        |
| 5.2      | Allgemeine Verfahren bei der Liniensuche . . . . .                                 | 82        |
| 5.3      | Suche nach geeigneten Glättungsfunktionen . . . . .                                | 84        |

|          |   |            |
|----------|---|------------|
| 5.4      | In BONAN realisiertes Suchverfahren . . . . .             | 89         |
| <b>6</b> | <b>Zusammenfassung und Ausblick</b>                       | <b>94</b>  |
|          | <b>Anhänge</b>  | <b>95</b>  |
| <b>A</b> | <b>Eichlinien</b>   | <b>95</b>  |
| <b>B</b> | <b>Kontrollwerte für Tonstandards und Folie</b>           | <b>98</b>  |
| <b>C</b> | <b>Ausgewertete Linien</b>                                | <b>104</b> |
| <b>D</b> | <b>Bonan-Eingabe</b>                                      | <b>111</b> |
| <b>E</b> | <b>Bestandteile des Programms</b>                         | <b>122</b> |
| E.1      | Kurze Übersicht über die Unterprogramme . . . . .         | 122        |
| E.2      | Verwendete selbständige Funktionsunterprogramme . . . . . | 128        |
| <b>F</b> | <b>Die BONAN-Ausgabedateien</b>                           | <b>131</b> |
| F.1      | Die .XTP-Datei . . . . .                                  | 131        |
| F.2      | Die .LIS-Datei . . . . .                                  | 134        |
| F.3      | Die .LZU-Datei . . . . .                                  | 138        |
| F.4      | Die .TAB-Datei . . . . .                                  | 140        |
| F.5      | Die .PPM-Datei . . . . .                                  | 143        |
| F.6      | Die .PAG-Datei . . . . .                                  | 145        |
|          | <b>Literatur</b>  | <b>149</b> |
|          | <b>Dank</b>   | <b>152</b> |

## 1 Einleitung

Seit 1983 existiert am Institut für Strahlen- und Kernphysik der Universität Bonn eine Anlage zur Neutronenaktivierungsanalyse. Damit wurden bisher hauptsächlich Analysen gebrannter Tonproben vorgenommen, um die Herkunft antiker, insbesondere mykenischer Keramik zu bestimmen. Zu diesem Zweck sind sowohl der Meßablauf als auch die Auswertung der erhaltenen Spektren weitgehend automatisiert. Messung und Auswertung sind auf Keramik ausgelegt, das heißt, daß in einem gegebenen Zeitraum so viele für die Klassifizierung von Scherben notwendige Elemente wie möglich so genau wie möglich bestimmt werden. Die erhaltenen Ergebnisse auch anderer Gruppen [Per69] zeigen, daß diese Methode ausgezeichnet dazu geeignet ist, unterscheidbare Referenzspurenelementmuster einzelner Produktionsorte und Rezepte zu liefern. Spurenelementmuster sind aber nicht nur bei Keramik interessant, sondern insbesondere auch geologische Fragestellungen können damit geklärt werden. Um die automatische Auswertung auch dafür übernehmen zu können, wurden die in dieser Arbeit beschriebenen zusätzlichen Auswerte-, Korrektur- und Kontrollmechanismen entwickelt, die eine sichere Multielementanalyse auch bei von Keramik stark abweichenden Spektrentypen gestatten.

Darüber hinaus soll diese Arbeit auch neuen Mitgliedern der Arbeitsgruppe die verwendeten Rechenverfahren und Möglichkeiten des bestehenden Auswerteprogramms nahebringen. Aus diesem Grund wurde weniger Wert auf eine völlig redundanzfreie als auf eine möglichst wenige Fragen offenlassende Darstellung gelegt.

## 2 Meß- und Auswertegang

### 2.1 Ablauf

Im allgemeinen werden in einer sich über drei Wochen erstreckenden Meßreihe 24 Proben vermessen. Dazu werden mit einem Saphirbohrer etwa 80 mg Pulver aus der Probe entnommen und mit 40 mg Bindemittel (Avicel) zu einer etwa 1 mm dicken Tablette von 1 cm Durchmesser gepreßt. Diese wird, um Beschädigungen zu vermeiden, in Aluminiumfolie eingeschlagen. Auf die gleiche Art werden 4 Tabletten aus sogen. "Bonn-Standard"-Ton hergestellt, dessen Zusammensetzung sehr genau bekannt ist, außerdem noch 2 Tabletten, die statt des Tonpulvers 80 mg  $\text{CaCO}_3$  enthalten, und eine Tablette, die lediglich aus den 40 mg Bindemittel und der Al-Folie besteht. Diese 31 Tabletten werden zur Bestrahlung an einen Forschungsreaktor geschickt, wo sie mit einem thermischen Neutronenfluß von typischerweise  $1 - 5 \times 10^{13} \frac{1}{\text{cm}^2 \text{s}}$  1.5 – 3h bestrahlt werden.

Nach dem Wiedereintreffen des Probensatzes vom Reaktor (i. a. vier Tage nach der Bestrahlung) wird jede Probe insgesamt  $5 \times$  vermessen. Dabei wird folgender Meßplan eingehalten:

| Nr. | Zeit nach Bestrahlungsende | Energiebereich | Lifezeit/Probe |
|-----|----------------------------|----------------|----------------|
| 1   | 5 – 7 Tage                 | 140 – 1800 keV | 2000 sec       |
| 2   | 7 – 9 Tage                 | 40 – 400 keV   | 3000 sec       |
| 5   | 11 – 15 Tage               | 25 – 135 keV   | 10000 sec      |
| 3   | 17 – 20 Tage               | 40 – 400 keV   | 5000 sec       |
| 4   | 20 – 25 Tage               | 140 – 1800 keV | 5000 sec       |

Die Hochenergiemessungen werden mit einem GeLi-Detektor (Laborbezeichnung: GF), die Niederenergiemessungen mit zwei Reinstgermaniumdetektoren (Laborbezeichnungen: XNAA für den Röntgenbereich, ETEC für den Bereich bis 400 keV) durchgeführt<sup>1</sup>. Die Meßzeitpunkte sind dabei so ausgewählt, daß die zu bestimmenden Elemente mit möglichst geringem statistischem Fehler vermessen werden können [Bue84].

Nach Aufnahme aller Spektren wird die Auswertung über das Auswerteprogramm BONAN durchgeführt, das nach Eingabe einiger Inputparameter die ca. 150 Spektren pro Meßreihe selbsttätig auswertet, und an dessen Ende die berechneten Elementkonzentrationen aller Proben stehen. Ein Eingriff des Benutzers ist dabei in der Regel nicht erforderlich, bei während der Auswertung festgestellten Abnormalitäten im Auswertegang erfolgt eine Warnung und ggf. die Ausgabe von Protokolldateien. Dieses Auswerteprogramm ist auch der Gegenstand der folgenden Kapitel.

<sup>1</sup>Zum Aufbau der Meßanlage und der automatischen Steuerung siehe insbesondere [Kre84] und [Die89].

## 2.2 Das Bestrahlungsverfahren

Die Bestrahlung erfolgt zur Zeit im Forschungsreaktor Geesthacht<sup>2</sup> bei einem thermischen Neutronenfluß von  $5.5 \cdot 10^{13} \frac{1}{\text{cm}^2 \text{s}}$ , der epithermische Fluß ist um etwa eine Größenordnung geringer.

In Al-Röhrchen verpackte Säulen, die jeweils 5 oder 6 Tabletten enthalten (s. Abb. 1), werden während der hier 90minütigen Bestrahlung in einer Drehstrahleinrichtung gedreht, um Inhomogenitäten in der räumlichen Verteilung des Neutronenflusses möglichst wegzumitteln. Durch die Anordnung (s. Abb. 2) gelingt dies in horizontaler Richtung vollständig.

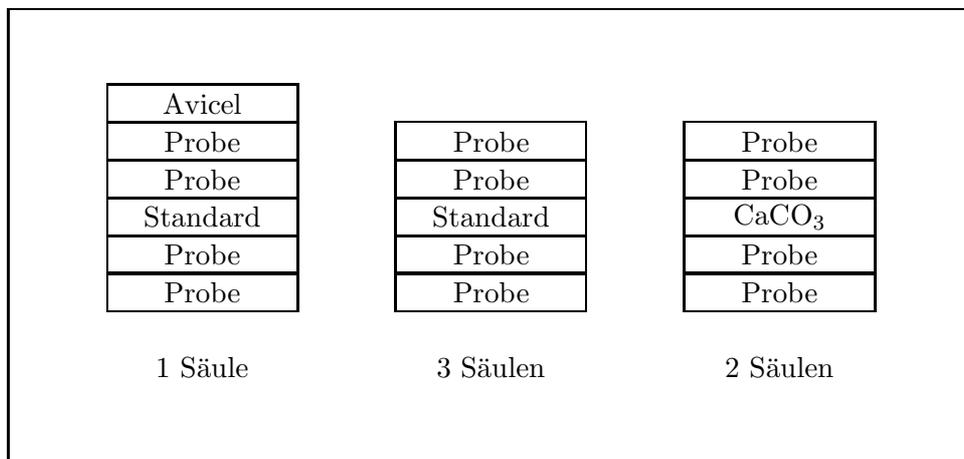


Abbildung 1: Verteilung der Proben innerhalb der Al-Röhrchen während der Bestrahlung. Die Standards befinden sich in der Mitte, um die vertikalen Flußunterschiede gegen die Proben im Mittel so gering wie möglich zu halten.

Von [Web85] an homogenisiertem Material durchgeführte Messungen ergaben für die damaligen Bestrahlungen eine Inhomogenität des vertikalen Flusses von etwa 0.5%, ein Wert, der hier bestätigt werden konnte. Die Werte wurden mit CFA-Standardmaterial<sup>3</sup> gewonnen, das über die gesamte in Frage kommende Bestrahlungsfläche verteilt war; durch Vergleich der Zählraten ausgewählter Linien<sup>4</sup> zu Ende der Bestrahlung kann die Inhomogenität aus

$$\sigma_{inhom} = \sqrt{\sigma_{gesamt}^2 - \sigma_{rest}^2} \quad (1)$$

bestimmt werden, wo

$$\sigma_{rest}^2 = \sigma_{Mess}^2 + \sigma_{stat}^2 \quad (2)$$

gilt;  $\sigma_{Mess}$  ist dabei die gesamte apparative und auswertebedingte Inhomogenität<sup>5</sup>, insbesondere Fehler in der Gewichtsbestimmung sowie der Lifeti-

<sup>2</sup>Es wurden auch schon Bestrahlungen in München und Jülich vorgenommen.

<sup>3</sup>CFA = Coal Fly Ash, ein vom National Bureau of Standards der Vereinigten Staaten von Amerika vertriebener, für die Bonner Apparatur schon mehrfach zur Kalibration verwendeter Standard

<sup>4</sup>Es wurden die Linien CeB4, Lu4, PaA4, HfB4, CsB4, ScA4, FeB4 und SbB4 (s. AnhangC) verwendet, die weder stark interferiert werden noch auf Al-Folieninhomogenitäten empfindlich sind.

<sup>5</sup>Eine genauere Zerlegung dieses Ausdrucks siehe Kap. 4.1, (73).

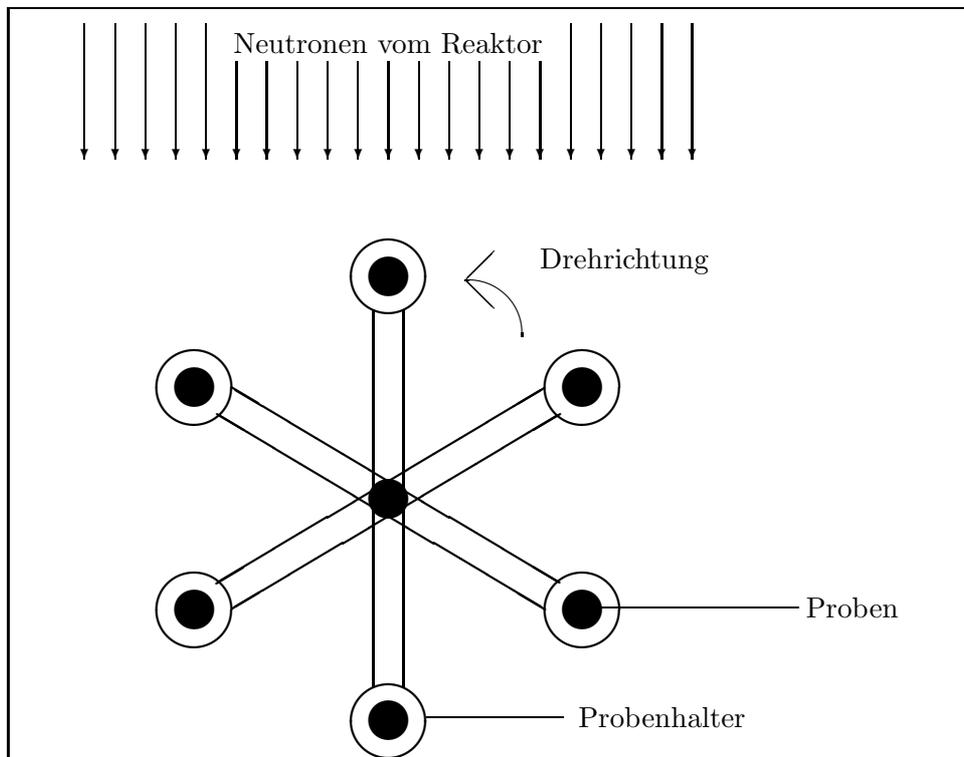


Abbildung 2: Schema der Drehstrahleinrichtung (von oben, nicht maßstäblich). Der Reaktorkern befindet sich hinter dem oberen Bildrand, die Kreise stellen die je eine Säule enthaltenden Probenhalter dar.

mekorrektur<sup>6</sup>. Der Raumwinkelfehler ist dagegen mit 0.2 % recht gering [Web85].  $\sigma_{stat}$  ist einfach der statistische Zählratenfehler der ausgewerteten Linie.

Da das Bonner Meßverfahren in Zukunft auch weiterhin für Nicht-Keramikproben verwendet werden soll, ist noch ein systematischer Fehler hervorzuheben, der entsteht, wenn in besonderen Fällen das Probenmaterial einen starken Absorber darstellt: Im Meßzyklus T017 wurden Proben aus  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$  (Lithiumtetraborat) mitbestrahlt. Bei diesem Zyklus ergab sich bei den Standards eine Streuung in den Linienintensitäten von ca. 6 %. Im Regelfall ergibt sich eine Streuung von maximal 2% [Web85]. Bor und Lithium sind Materialien mit hohen Einfangquerschnitten für thermische Neutronen ( $\sigma_{n,\alpha}({}^{10}\text{B}) \approx 3900\text{b}$ ,  $\sigma_{n,\alpha}({}^6\text{Li}) \approx 940\text{b}$ ), und die Inhomogenität im Standard ist zurückzuführen auf teilweise “Ausblendung” des Neutronenflusses für einzelne Säulen, wenn eine  $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ -Tablette sich zwischen Reaktorkern und Säule befand. Ein ähnlicher Effekt sollte bei stark cadmiumhaltigen Proben auftreten ( $\sigma_{n,\gamma}({}^{114}\text{Cd}) \approx 20000\text{b}$ !). Allerdings ist Cadmium normalerweise nicht in nachweisbarer Menge in den untersuchten Proben enthalten.

<sup>6</sup>Der statistische Fehler der Pulserfläche z. B. beträgt 0.5 % (s. u.).

## 2.3 Die Auswertung

Die von der Meßanlage produzierten Datenfiles enthalten neben den eigentlichen Spektren auch alle für die Auswertung wichtigen Informationen wie die Zeitpunkte von Bestrahlungsschluß, Meßanfang und -ende, sowie die Angaben zur Probe, insbesondere das Gewicht. Das Auswerteprogramm BONAN ist so strukturiert, daß über eine Eingabedatei alle für die Auswertung benötigten Kenngrößen eingegeben werden. Dabei handelt es sich sowohl um für den ganzen Probensatz verbindliche Größen (z. B. Ein- und Ausschalten von Korrekturrechnungen) als auch um solche, die nur für die Spektren einer Messung Gültigkeit haben (z. B. Grobeichung der Spektren). Darüber hinaus ist es möglich, für jedes Spektrum extra Informationen zu geben, Optionen auszuwählen oder eine von der Norm abweichende Auswertung vorzuschreiben<sup>7</sup>. Nach Einlesen der Kenngrößen für den gesamten Spektrensatz und für eine Messung werden die festen Parameter dieser Messung gesetzt. Dann werden von der Inputdatei die nächste auszuwertende Probe sowie eventuelle Zusatzinformationen dazu übernommen und der entsprechende Datenfile gelesen. Ist dies fehlerfrei geschehen, wird das Spektrum geeicht, die auszuwertenden Linien gesucht und integriert sowie Korrekturen bezüglich Elektroniktotzeit, Raumuntergrund, Interferenzen, störenden nuklearen Reaktionen und der Aluminiumverpackung durchgeführt. Die so korrigierte Zählrate wird auf den Zeitpunkt des Bestrahlungsendes<sup>8</sup> vorge-rechnet und dann mit der der Standards zu diesem Zeitpunkt verglichen. Die vorliegende Konzentration  $K_{\text{Probe}}$  eines Elementes in der Probe erhält man dann einfach aus

$$K_{\text{Probe}} = \frac{\text{Zählrate}_{\text{Probe}}}{\text{Zählrate}_{\text{Standard}}} \cdot K_{\text{Standard}}, \quad (3)$$

wo die Konzentration im Standard bekannt ist. Die Herleitung dieser Formel findet sich in [Mom87] und in dieser Arbeit im Kapitel 3.7.1.

Anschließend erfolgt eine Ausgabe der berechneten Konzentrationen für jedes Spektrum, in dem auch die wichtigsten Zwischenergebnisse der Rechnung, insbesondere die Korrekturen festgehalten sind. Daneben können weitere Ausgabedateien erzeugt werden, in denen Kenngrößen zum Spektrum und zur Auswertung so dargestellt werden, daß sie schnell überschaubar sind und etwaige Auswertefehler leicht erkannt werden können. Insbesondere zählt dazu eine Datei, in der die ermittelten Konzentrationen aller Elemente aus allen ausgewerteten Linien und Messungen für eine Probe dargestellt werden. Parallel dazu werden diese Konzentrationen auch zur Weiterverarbeitung abgespeichert (in unserem Fall insbesondere für die Referenzgruppensuche bei der Herkunftsbestimmung von Keramik). Das Ablaufdiagramm des Auswerteprogrammes befindet sich im Anhang E, eine Übersicht über alle ausgewerteten Linien im Anhang C.

---

<sup>7</sup>Eine genaue Beschreibung der Eingabedatei mit allen möglichen Optionen findet sich im Anhang D.

<sup>8</sup>Der Zeitpunkt des Bestrahlungsendes wird im folgenden "ZdBe" abgekürzt, andere Autoren gebrauchen auch "eob" (= end of bombardement) oder "EdB" (= Ende der Bestrahlung).

### 3 Die Auswertung eines Spektrums im einzelnen

In diesem Kapitel wird nun die Auswertung eines von der Meßanlage produzierten Datensatzes durch BONAN im einzelnen beschrieben. Nach dem Einlesen eines Spektrums und der Kontrolle der im Spektrenkopf enthaltenen Werte wie Probenbezeichnung, Bestrahlungs- und Meßzeitpunkte etc. werden nacheinander folgende Punkte durchgeführt:

1. Eichung und Liniensuche der auszuwertenden Linien
2. Vollständige Liniensuche
3. Integration
4. Totzeitkorrektur
5. Linienpositions- und -verbreiterungskorrektur
6. Selbstabsorptionskorrektur für niederenergetische Röntgenstrahlen (nur in Messung 5)
7. Interferenzkorrekturen und Korrekturen auf nukleare Störreaktionen
8. Korrektur um Verpackungs- und Bindemittelbeiträge zur Linienfläche
9. Vergleich mit Linienflächen der Standards, Konzentrationsbestimmung

Während die vollständige Liniensuche sowie die Linienpositions- und -verbreiterungskorrektur in dieser Arbeit neu entwickelt wurden und daher in gesonderten Kapiteln behandelt werden, wird auf die anderen Punkte nur kurz eingegangen, um ggf. installierte Verbesserungen vorzustellen. Die Grundzüge finden sich bereits in [Bue84].

#### 3.1 Eichung

Um die auszuwertenden Linien zu finden und um unbekannt Linien identifizieren zu können, ist eine exakte Zuordnung der Kanäle zur Energie wichtig. Für jede der 5 Messungen gibt es eine mittels  $^{152}\text{Eu}$ -Standards vorgenommene Solleinstellung, es kann aber, bedingt durch Fehler beim Einstellen einerseits und Temperaturdrift der Elektronik andererseits zu Abweichungen von dieser Solleinstellung kommen.

Auch die verringerte Verstärkung des Hauptverstärkers durch sehr hohe Zählraten spielt hier eine Rolle, die bis zu einem Kanal am oberen Ende des Spektrums ausmachen kann. Als Beispiel mag die Position der  $^{24}\text{Na}$ -Linie (1368.53 keV) in den unmittelbar nacheinander aufgenommenen Spektren L008M17 (Tonstandard) und L008M1A (stark natriumhaltige Basaltprobe) dienen:

| Probe       | Zählrate | Totzeit | Position     |
|-------------|----------|---------|--------------|
| Tonstandard | 10.2 kHz | 35%     | Kanal 3082.2 |
| Basalt      | 34.0 kHz | 75%     | Kanal 3080.9 |

Es ist darauf hinzuweisen, daß das Basaltspektrum automatisch noch gut auswertbar ist.

Aus diesen Gründen wird für jedes Spektrum eine unabhängige Eichung anhand zweier prominenter Linien im Spektrum vorgenommen. Diese Linien sind entweder für bestimmte Spektrentypen fest gewählt (z. B. wird ein  $\text{CaCO}_3$ -Spektrum natürlich möglichst mit durch Ca erzeugten Linien geeicht), oder es werden aus einem Satz vorgegebener Eichlinien die beiden intensivsten ausgewählt<sup>9</sup>. Liegen Materialien außergewöhnlicher Zusammensetzung vor, die in den Routinemessungen i. a. nicht auftreten, ist es auch möglich, für ein spezielles Spektrum zwei beliebige Eichlinien aus dem Satz der auszuwertenden Linien anzugeben (s. a. Anhang D). Die Schwerpunkte beider Linien werden berechnet, und aus den zugehörigen Linienenergien wird das Spektrum linear geeicht mit

$$E(x) = E_{\text{Linie 1}} + \frac{E_{\text{Linie 2}} - E_{\text{Linie 1}}}{x_{\text{Linie 2}} - x_{\text{Linie 1}}} \cdot (x - x_{\text{Linie 1}}), \quad (4)$$

wo  $x$  den Kanal und  $E(x)$  die zugehörige Energie angibt. Die Praxis zeigt, daß eine lineare Eichung ausreichend ist, im oberen Bereich der Hochenergiemessung, bei dem die La140B-Linie (1596 keV) auffallend oft eine um einen Kanal gegenüber der Eichposition nach unten verschobene Lage einnimmt, liegen nicht so viele Linien, als daß eine Zuordnung kritisch würde. Die Verschiebung der La-Linie deutet allerdings auf eine nicht mehr lineare Verstärkung in diesem Bereich hin.

Im ersten auszuwertenden Spektrum einer Messung werden die Eichlinien ausgehend von der Solleichung mit  $^{152}\text{Eu}$  gesucht, sofern der Benutzer nicht eine andere Solleichung vorgibt. In den darauffolgenden Spektren wird jeweils die Eichung des vorhergehenden Spektrums als Referenz benutzt.

Ist das Spektrum geeicht, wird jede auszuwertende Linie gesucht, indem um ihre aus der Energie gewonnenen Sollpositionen herum der Kanal mit dem höchsten Inhalt bestimmt wird. Dieser sollte höchstens einen Kanal von der ermittelten Position abweichen. Größere Abweichungen sind jedoch möglich, wenn

- die Linie so intensitätsschwach ist, daß sie sich nicht oder kaum vom Untergrund abhebt und der Kanal mit dem größten Inhalt durch das Rauschen erzeugt wird oder
- die Linie auf der Flanke einer stärkeren Linie sitzt.

Während der erste Fall je nach Zusammensetzung vorkommen kann und nicht immer vorhersehbar ist<sup>10</sup>, sind im zweiten Fall für einige Linien einiger Spektrentypen Sollentfernungen von einer benachbarten prominenten Linie vorgegeben. Als Referenzkanal dient dann dieser Kanal in Sollentfernung und nicht ein Kanal mit evtl. höherer Zählrate näher an der stärkeren Linie. Die betreffenden Linien sind im Anhang A aufgeführt.

Ist die Verschiebung einer beliebigen Linie größer als ein bestimmter Betrag (i. a. 5 Kanäle), erfolgt eine Warnung. Außerdem wird bei Linien, die am Rand des entsprechenden Suchintervalles gefunden werden, kontrolliert,

<sup>9</sup>Die jedem Spektrentyp zugeordneten Eichlinien siehe Anhang A

<sup>10</sup>Z. B. ist die 559 keV-Linie des  $^{76}\text{As}$  im Tonstandard (30 ppm As) klar auszumachen, in Basalten ( $\leq 1$  ppm As) fehlt sie ganz.

ob das Programm auch wirklich eine “Spitze” erfaßt hat, d. h. , ob die Inhalte beider benachbarter Kanäle kleiner sind als der Inhalt des angenommenen Linienmaximums. Gerade bei bis zur Suchintervallgrenze verschobenen Linien ist das oft nicht der Fall, weil eine benachbarte stärkere Linie die gesuchte Linie überdeckt oder zumindest den Suchalgorithmus durch große Kanalhalte irritiert. In so einem Fall stellt die gefundene Linienposition natürlich *keine* Linie dar. Auch hier erfolgt eine Warnung, die in so einem Fall bei der Auswertung erhaltenen Werte sind i. a. unzuverlässig, können aber durch Umsetzen der Integrationsmarken in einem zweiten Programmdurchlauf verbessert werden (s. Anhang D).

## 3.2 Linienflächenbestimmung

### 3.2.1 Vorteile des Aufsummierens gegenüber einer Anpassung

Zur Linienflächenbestimmung sind im allgemeinen zwei Verfahren in Gebrauch. Zum einen wird die Fläche unter einer Linie durch einen Fit bestimmt, wo die Linienformparameter Position, Breite und Höhe (und ggf. weitere) angepaßt werden, aus denen dann die Linienfläche berechnet wird. Zum anderen wird die Linienfläche durch einfaches Aufsummieren des Inhaltes einer festen Anzahl von Kanälen bestimmt, von denen dann der Untergrund abgezogen wird. Dieses zweite Verfahren bietet eine Reihe von Vorteilen (siehe z. B. [Yel83]):

- Es werden keine Parameter bestimmt, die für die eigentliche Linienform unerheblich sind, der Fehler in der Linienflächenbestimmung ist lediglich der Zählratenfehler. Bei einem “spectral line shape fit” (SLSF) hingegen müssen aus der gleichen Anzahl von Daten wesentlich mehr Parameter bestimmt werden; die Zahl der Freiheitsgrade sinkt, damit steigt aber der Fehler jedes Parameters und so auch der der daraus berechneten Fläche.
- Um bei einer Vielzahl von unterschiedlichen Spektren die Gewißheit zu haben, daß die Ergebnisse des SLSF auch die tatsächlichen Verhältnisse wiedergeben, muß entweder eine umfangreiche Überwachung dieser Ergebnisse vom Programm her erfolgen oder unmittelbar vom Benutzer vorgenommen werden. Letzteres widerspricht der Forderung einer weitgehend automatisierten Auswertung, ersteres ist mit vertretbarem Aufwand nicht zu realisieren, da bei Freigabe zu vieler Parameter die Anpassung evtl. falsch konvergiert, andererseits aber die sinnvollen Bereiche einiger anzupassender Größen empfindlich von Spektrenform, Zählrate und Einstellung der Elektronik abhängen. Ein Beispiel dafür ist die Höhe des niederenergetischen Ausläufers (s. Formel (15)) einer Linie (bedingt durch z. T. unvollständige Ladungssammlung im Halbleiterkristall), die durch alle Linien eines Spektrums vom 0.25- bis zum 1-fachen der Linienamplitude selbst ausmacht<sup>11</sup>, und dies ohne erkennbare Abhängigkeit von Energie oder Linienhöhe. Eine Eingrenzung auf einen engeren Bereich führt dazu, daß nicht alle Anpassungen konvergieren. Bei dem in den Messungen 2 und 3 verwendeten Detektor wurde dieser niederenergetische Schwanz – vermutlich aufgrund von Fehlern im Detektorkristall und daraus resultierender unvollständiger Ladungssammlung – sogar  $1 \times$  bis  $15 \times$  so groß wie die eigentliche Linienamplitude gefunden, ein Bereich, der nicht mehr sinnvoll zu überwachen ist.
- Die Rechenzeit erhöht sich bei Verwendung eines SLSF-Programmes gegenüber dem hier verwendeten Verfahren um einen Faktor  $> 10$ . Dies spielt zwar insgesamt bei der Auswertung keine Rolle; ein schnelles Auswerteverfahren gestattet aber, auch während des Meßprozesses

---

<sup>11</sup>Spektrum L008M15, ausgewertet mit HYPERMET [Phi76]

bereits Zwischenauswertungen vorzunehmen und ggf. in den Meßprozeß einzugreifen (Neuaufnahme einzelner Spektren, Umsortierung von Tabletten etc.).

- Der eigentlich wünschenswerte Punkt, die Entdeckung verborgener Interferenzen beim SLSF, ist nur dann gegeben, wenn die interferierenden Linien einen Abstand von mindestens einer halben Halbwertsbreite haben. Gerade dies aber ist in vielen Fällen nicht gegeben, z. B. im Bereich der Linie Sc46B (1120.5 keV), die in unserem Fall eine Breite von etwa 2.3 keV hat. Die interferierende 1121.2 keV-Linie des  $^{182}\text{Ta}$  wird von HYPERMET nicht gefunden, viel weniger die 1120.4 keV-Linie des  $^{214}\text{Bi}$  aus der Untergrundstrahlung, wie die Analyse einer Reihe von Spektren zeigte<sup>12</sup>. Ein Versuch, die Linien als Startwerte mit vorzugeben, endet damit, daß alle drei Linien in der dominierenden Sc46B-Linie konvergieren.

Die Berücksichtigung von Interferenzen kann daher in beiden Verfahren nur durch die Verwendung von Monitorlinien erfolgen (s. Kap. 3.5), für das Aufspüren verborgener Interferenzen werden einige Kontrollmechanismen eingeführt, die wenigstens krasse Fälle entdecken und von der Linienform weitgehend unabhängig sind.

Aus den geschilderten Gründen wird bei den allermeisten Linien zur Flächenbestimmung die einfache Summation benutzt, lediglich einige Linien, die zwar von Nachbarlinien zu trennen sind, aber deren Grenzen mit den benachbarten Linien verschwimmen, sind durch einen Fit der Linienzone zuverlässiger zu erhalten.

---

<sup>12</sup>Analysiert wurden alle Messung-4-Spektren der Probensätze L008 und L010.

### 3.2.2 Flächenbestimmung durch Aufsummieren: Untergrund

Für eine Linie mit aus der Eichung gefundenen Maximumkanal  $x_m$  gibt es im wesentlichen zwei Verfahren der Untergrundbestimmung (s. [Bue84]):

1. Der Untergrund wird nur von einer Seite der Linie her bestimmt. In einem Abstand BK (in Kanälen) von  $x_m$  werden die ISPK nebeneinanderliegenden Kanäle gesucht, für die gilt

$$\sum_{i=1}^{\text{ISPK}} \text{Inh}(x_{k+i}) = \min. \quad (5)$$

unter allen Kanälen  $x_k \in [\text{BKREF} - \text{ISPK} + 1, \text{BKREF}]$ , wo  $\text{BKREF} = x_m \pm \text{BK}$  ist, je nachdem, ob der Untergrund von ober- oder von unterhalb der Linie bestimmt wird. Der mittlere Inhalt dieser Kanäle repräsentiert den Untergrund im Bereich des Kanals BKREF. Er kann mit einem phänomenologisch bestimmten Faktor multipliziert werden, um dann die Untergrundhöhe unter der Linie zu repräsentieren. Dieser Faktor kann jedoch stark von der Spektrenform und der Zählrate abhängen, und die daher etwas unsichere Methode wird nur in den Fällen verwendet, wo wirklich nur auf einer Seite der Linie ein guter Untergrund existiert. Bei den ausgewerteten Linien, deren Untergrund mit diesem Verfahren berechnet wird, verläuft der Untergrund in allen Fällen so eben, daß der Faktor zu 1 angenommen wird. Die betreffenden Linien sind lediglich die Pulserlinie (s. u.) in den Messungen 1 – 4, die so weit am jeweils oberen Spektrenende sitzt, daß eine UG-Bestimmung von oben kritisch wäre, zumal die Linie aufgrund der etwas anderen Form (künstliche Linie) einen hochenergetischen Ausläufer (Stufe) besitzt; und die Linien Tc99m in Messung 1 sowie Fe59D, Lu177 und Zn65 in Messung 4.

2. Der Untergrund wird auf beiden Seiten der Linie bestimmt. Dies ist das überwiegend verwendete Verfahren. Im Abstand BKDN unter- und BKUP oberhalb von  $x_m$  wird das schon oben beschriebene Verfahren durchgeführt<sup>13</sup>. Zwischen oberer und unterer Untergrundmitte wird dann linear interpoliert und aus der entstehenden Gerade kann der Untergrund unter der Linie ermittelt werden. Zu dieser Methode der Untergrundbestimmung siehe das Beispiel der Abb. 3.

Die verwendeten Parameter BKDN und BKUP sind so ausgewählt, daß sie in einer möglichst linienfreien Zone liegen und die lineare Verbindung den Untergrund an der Stelle der entsprechenden Linie gut wiedergibt. Dennoch kann bei der Vielzahl untersuchter Materialien im Einzelfall eine Zusammensetzung vorliegen, die die gewählten Werte für BKDN, BKUP und ISPK unbrauchbar erscheinen läßt. Während die Repräsentation des Untergrundes an der Linienposition durch die Verbindungsgerade beider UG-

---

<sup>13</sup>Lediglich bei der La140B-Linie in Messung 4 weicht das Verfahren dahingehend ab, daß die Kanäle, aus denen der Untergrund bestimmt wird, völlig festliegen: jeweils die Kanäle der Intervalle  $[\text{BKDN} - \text{ISPK}, \text{BKDN} + \text{ISPK}]$  und  $[\text{BKUP} - \text{ISPK}, \text{BKUP} + \text{ISPK}]$  werden zur Untergrundbestimmung herangezogen.

Bestimmungszonen nur schwer zu kontrollieren ist, gibt es für die Eignung der Untergrundintervalle selbst ein einfaches Verfahren:

In einem linienfreien Bereich sollte der Untergrund zumindest über eine Distanz von ungefähr 10 Kanälen (typische Werte von ISPK sind eher kleiner) linear verlaufen. Wird aus den Inhalten der ISPK Untergrundkanäle eine Gerade der Form  $G(x) = A + Bx$  ermittelt, so sollte die Abweichung der Kanalinhalte von dieser Geraden nicht größer sein als ihr mittlerer Fehler, d. h.

$$\sum_u Inh(x_u) \approx \sum_u (Inh(x_u) - A - Bx_u)^2, \quad (6)$$

wenn der Fehler eines Kanalinhaltess der Zählratenfehler ist. Genau das aber tritt ein, wenn das Untergrundbestimmungsintervall durch irgendeine Struktur gestört wird, z. B. von zwei dicht benachbarten Linien eingeschlossen wird<sup>14</sup> oder die Comptonkante einer intensiven Linie am Punkt der UG-Bestimmung liegt. Um derartige Fehler zu vermeiden, wird wie folgt vorgegangen: Übersteigt die Varianz der Geraden  $G(x)$  das 1.5-fache des Zählratenfehlers, wird das Untergrundbestimmungsintervall als verbesserungswürdig angesehen. In so einem Fall wird wie folgt vorgegangen: ISPK wird für den betreffenden Bereich<sup>15</sup> solange verkleinert, bis entweder

$$1.5 \cdot \sum_u Inh(x_u) \geq \sum_u (Inh(x_u) - A - Bx_u)^2 \quad (7)$$

oder

$$\text{ISPK} = 4\text{Kanäle} \quad (8)$$

erreicht ist. Im zweiten Fall wird dann unter allen ISPK des Intervalls  $[\text{ISPK}_{\text{ursprünglich}}, 4]$  das mit dem kleinsten Wert von

$$\frac{\sum_u (Inh(x_u) - A - Bx_u)^2}{\sum_u Inh(x_u)} \quad (9)$$

ausgewählt. Ist dieser Wert immer noch größer als 2, erfolgt eine Warnung an den Benutzer. Für  $\text{ISPK}_{\text{ursprünglich}}$  von 3 oder 4 Kanälen erfolgt allerdings keine Verringerung mehr, um nicht eine erhöhte Varianz durch das statistische Rauschen des Untergrundes zu erhalten.

---

<sup>14</sup>In diesem Fall wird der Untergrund systematisch zu hoch ermittelt.

<sup>15</sup>Die im Programm gesetzten Anfangswerte für ISPK sind immer gleich für das obere und untere Bestimmungsintervall. Die Verringerung erfolgt aber für beide Bereiche unabhängig.

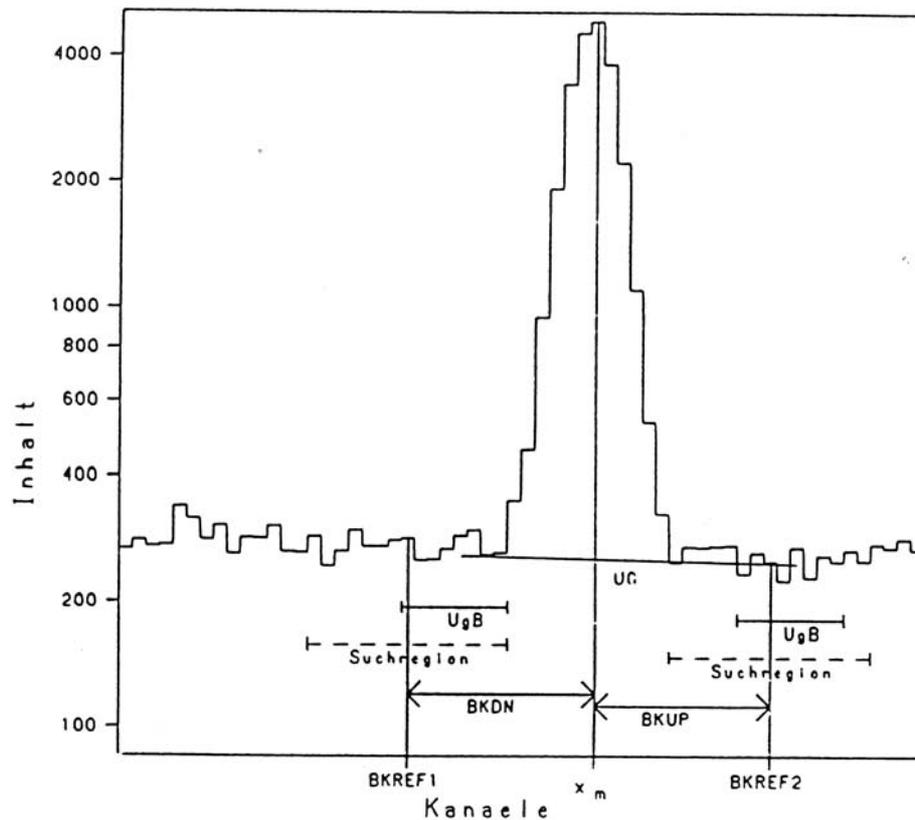


Abbildung 3: Untergrund bei der Flächenbestimmung durch Aufsummieren, Untergrundbestimmung von beiden Seiten der Linie  
 Dargestellt ist die Fe59B-Linie einer Lapislazuli-Probe (Spektrum L003U4P). Zunächst wird der Kanal  $x_m$  ermittelt. Dann werden in den Abständen  $BKDN$  (hier: 14) und  $BKUP$  (hier: 13) die Referenzkanäle  $BKREF1$  und  $BKREF2$  bestimmt. Um sie herum wird in der Suchregion (gegeben durch  $2 \cdot ISPK - 1$ , siehe Text) nach den ISPK (hier: 8) zusammenhängenden Kanälen mit dem tiefsten Gesamteintrag gesucht, daraus erhält man die Untergrundbestimmungsbereiche  $U_{gB}$ . Zwischen deren Mitten wird nun einfach eine Gerade gelegt, deren Höhe am Anfang und Ende durch den mittleren Kanaleintrag in den Untergrundbereichen gegeben ist ( $UG$ ). Damit hat man auch unter der Linie selbst eine Abschätzung für den Untergrund.

### 3.2.3 Flächenbestimmung durch Aufsummieren: Summation

Ist der Untergrund bestimmt, werden ausgehend vom Maximumkanal  $x_m$  eine Anzahl von Kanalinhalt aufsummiert. Auch hier sind zwei Verfahren in Gebrauch.

1. Bei freistehenden Linien ist eine Gesamtzahl von aufzusummierenden Kanälen vorgegeben. Ausgehend vom Inhalt des Kanals mit dem größten untergrundbereinigten Inhalt (das muß nicht der Kanal mit dem größten Gesamthalt sein, wenn die Untergrundgerade stark geneigt ist !) werden die NCH Kanäle um diesen Kanal mit den größten untergrundbereinigten Inhalten aufsummiert (s. Abb. 4). Das früher verwendete Verfahren, erst die NCH Kanäle mit den größten Inhalten aufsummiert und den Untergrund dann abzuziehen, kann bei stark geneigtem Untergrund dazu führen, daß Kanäle mit aufsummiert werden, die hauptsächlich Untergrund enthalten.

Eine Gefahr des Vorgebens nur der Gesamtsumme von aufzusummierenden Kanälen besteht allerdings in folgendem:

Linien, die gemeinhin als freistehend angenommen werden, können bei Proben mit stark von der des Tonstandards abweichender Zusammensetzung in ihrer Nachbarschaft intensive Linien enthalten, durch die der Summationsalgorithmus (vergleichbar der Liniensuche, s. Kap. 3.1) insofern irreführt wird, als daß Kanäle dieser Linie mit aufsummiert werden, weil deren Einträge größer sind als die der zu integrierenden Linie auf der anderen Seite. Geht man davon aus, daß sich die NCH zu integrierenden Kanäle weitgehend symmetrisch um den Maximalkanal liegen sollten, so kann aus der Asymmetrie der Linie auf etwaige Störungen geschlossen werden. Quantitativ wird wie folgt vorgegangen: Stellen  $x_l$  den untersten und  $x_h$  den obersten noch integrierten Kanal dar, so wird aus  $K_- = x_m - x_l$  und  $K_+ = x_h - x_m$  eine Asymmetriefunktion  $As$  berechnet zu

$$As = \frac{|K_- - K_+|}{K_- + K_+}. \quad (10)$$

Ist die Integration "in Ordnung", so sollte  $As \leq 0.5$  sein. Ist  $As$  größer, erfolgt eine Warnung.

2. Diesen Nachteil vermeidet man mit der zweiten Art der Integration, bei der die zu summierenden Kanäle ober- und unterhalb des untergrundbereinigten Maximums getrennt zu NCH1 und NCH2 festgesetzt werden. Diese Methode wird verwendet, wenn bekannt ist, daß weitere intensive Linien in der Nähe sitzen, und es vermieden werden soll, daß Teile dieser Linien mit aufsummiert werden. Allerdings wird dies mit dem Nachteil erkauft, daß numerische Effekte dazu führen, daß nicht immer der gleiche Teil der Linienfläche summiert wird. Die sich daraus ergebenden Probleme und ihre Korrektur sind im Kap. 4 eingehend beschrieben.

Beide Verfahren gehen vom untergrundbereinigten Maximum aus. Es ist zu beachten, daß (s. o.) dies nicht mit dem ursprünglichen Maximalkanal aus

der Liniensuche zusammenfallen muß. Die ursprünglich ermittelte Verschiebung einer Linie von der Eichposition kann daher rühren, daß der Untergrund nicht in Erwägung gezogen wurde. Daher erfolgt hier nach der Bestimmung des Untergrundes eine Neuberechnung der Verschiebung, die dann als endgültige gilt. Zudem wird auf die “Stabilität der Integration” getestet: wird der Untergrund vom neuen (untergrundbereinigten) Maximumkanal aus neu bestimmt, so sollte sich danach der gleiche Maximumkanal ergeben. Ist dies nicht der Fall, so ist die Linie i. a. so intensitätsschwach, daß die im Kap. 4 dargestellten Korrekturen aufgrund der großen Unsicherheit in den benötigten Parametern keinen Sinn mehr ergeben. Eine große Verschiebung von der Eichposition kann auch bei Linien entstehen, bei denen aufgrund ihrer geringen Intensität die Fluktuation in der Zählrate einen weit von der Eichposition entfernt liegenden Maximumkanal vortäuscht. Diese fehlerhafte Bestimmung von  $x_m$  kann zu falschen Werten der in Kap. 4 beschriebenen Korrekturen führen. Aus diesem Grund wird in der näheren Umgebung der Eichposition nach Kanälen  $x_{m'}$  gesucht, für die zumindest gilt:

$$\text{Inh}(x_{m'}) > \text{Inh}(x_{m'-1}) \text{ und } \text{Inh}(x_{m'}) > \text{Inh}(x_{m'+1}) \quad (11)$$

und deren Inhalte innerhalb der statistischen Fehlergrenzen mit  $\text{Inh}(x_m)$  übereinstimmen. Wird ein solcher Kanal gefunden, so dient er in den Rechnungen des Kap. 4 als Maximumkanal, gibt es keinen Kanal innerhalb von  $\pm 2$  Kanälen um die Eichposition mit den geforderten Eigenschaften, so wird auf die in Kap. 4 beschriebenen Korrekturen verzichtet.

Wie [Gil] bemerkt, ist der Zählratenfehler der erhaltenen Liniennettofläche  $I_{\text{netto}}$  einer Linie *nicht* gegeben durch

$$\begin{aligned} \Delta I_{\text{netto}} &= \sqrt{I_{\text{netto}} + 2I_{\text{Untergrund}}} \\ &= \sqrt{I_{\text{gesamt}} + I_{\text{Untergrund}}} \end{aligned} \quad (12)$$

wo  $I_{\text{gesamt}}$  den Gesamteinhalt der NCH Kanäle und  $I_{\text{Untergrund}}$  die interpolierte Untergrundfläche darin angibt (deren Fehler eben nicht einfach  $\sqrt{I_{\text{Untergrund}}}$  ist), sondern durch

$$\Delta I_{\text{netto}} = \sqrt{I_{\text{gesamt}} + \sum_i (\Delta I_{\text{Untergrund}}(x_i))^2} \quad (13)$$

mit

$$\Delta I_{\text{Untergrund}}(x) = \frac{1}{x_{Ug_o} - x_{Ug_u}} \sqrt{(x_{Ug_o} - x)^2 \frac{Ug_u}{\text{ISPK}_u} + (x_{Ug_u} - x)^2 \frac{Ug_o}{\text{ISPK}_o}}. \quad (14)$$

Dabei sind die  $x_{Ug}$  die Mitten der Untergrundbestimmungsintervalle, die Indices  $o$  und  $u$  kennzeichnen den oberen bzw. unteren Bereich und die  $Ug$  sind die Untergrundhöhen in den entsprechenden Bereichen. In (13) wird über alle aufsummierten Kanäle  $x_i$  summiert. Es ist darauf hinzuweisen, daß  $\Delta I_{\text{Untergrund}}(x) = \sqrt{I_{\text{Untergrund}}(x)}$ , falls  $x - x_{Ug_u} = x_{Ug_o} - x = (x_{Ug_o} - x_{Ug_u})/2$  und  $\text{ISPK}_u = \text{ISPK}_o$ . Für intensitätsschwache Linien mit kleinen Untergrundbestimmungsbereichen wird der Untergrundfehler aus (12) unterschätzt, für gute Linien allerdings spielt die Differenz kaum eine Rolle.

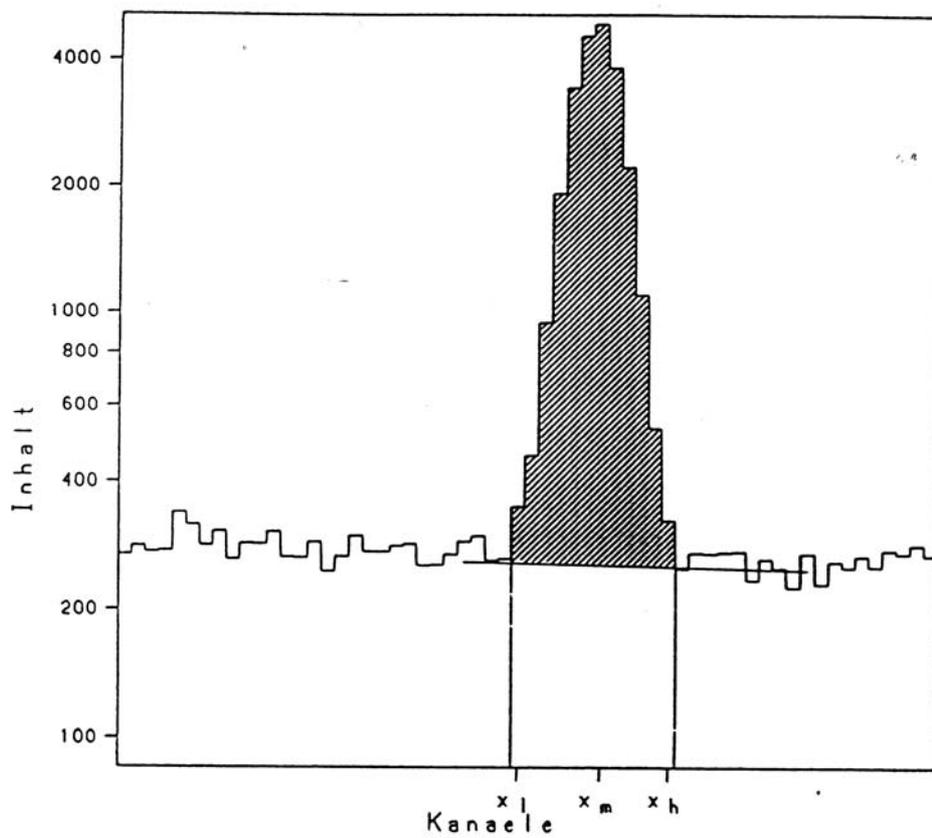


Abbildung 4: Integration durch Aufsummieren am Beispiel Fe59B  
 Es handelt sich um die gleiche Linie wie in Abb. 3.  $NCH1 = 0$ ,  $NCH2 = 12$ , demzufolge werden die 12 Kanäle mit den größten untergrundbereinigten Inhalten um  $x_m$  herum aufsummiert es handelt sich um die Kanäle  $x_l$  bis  $x_h$ . Die Kanalinhalt zwischen beiden senkrechten Linien bilden die Gesamtfläche, der schraffierte Teil ist die Nettofläche.

### 3.2.4 Die Warnmeldung

Bei Auftreten von Unregelmäßigkeiten während der Eichung oder Integration erfolgt auf dem Schirm und im Protokollfile eine Warnung. Diese ist verbunden mit der Erzeugung einer Datei, in der die betreffende Linie mit ihren Integrationsparametern dargestellt ist, und zwar in einer Form, die eine visuelle Darstellung der Linie auch auf nicht graphikfähigen Ausgabegeräten erlaubt. Eine solche Liniendarstellung („.GRA-File“) ist in der Abbildung 5 dargestellt.

Zur Erläuterung der Abb. 5:

Jede Zeile entspricht dem in der rechten Spalte dargestellten Kanal. Dazu wird der Inhalt in Zahlenform angegeben („Rate“) und graphisch veranschaulicht. Die Kanaleinträge nehmen von links nach rechts zu, die Achse ist logarithmisch geteilt, der Wert der am weitesten rechts stehenden Spalte durch den niedrigsten Kanaleintrag des dargestellten Bereiches bestimmt. Ein Stern markiert den jeweiligen Inhalt. Hat PEAKSUCH (s. Kap. 5) den Kanal als zu einer Linie zugehörig erkannt, so wird die entsprechende Zeile bis zum \* mit # aufgefüllt. Dies dient zur Führung des Auges und zur schnelleren Orientierung.

Die Zahlen 1 bis 6 (sie stehen bei den entsprechenden Kanälen statt der Sterne) kennzeichnen die Integrationsmarken:

1 und 2 bezeichnen die Ränder des unteren Untergrundbestimmungsbereiches, 5 und 6 die des oberen. Alle Kanalinhalt innerhalb der Marken 3 und 4 (einschließlich dieser Kanäle) werden aufsummiert.

Der Verlauf des Untergrundes wird durch | veranschaulicht. Die | werden zwischen den Untergrundbestimmungsbereichen gesetzt, falls der entsprechende Kanalinhalt größer oder gleich dem bestimmten Untergrund an dieser Stelle ist. (Im vorliegenden Bild entfällt der Strich z. B. bei Kanal 368)

Im Kopf der Darstellung sind die wichtigen Kenngrößen platzsparend zusammengefaßt. Die oberste Zeile enthält (von links nach rechts):

|             |  |
|-------------|--|
| T013M46     | Spektrenbezeichnung                            |
| BERKELEY"C" | Probenbezeichnung                              |
| MESS.NR. 4  | Nr. der Messung                                |
| PEAK-NR. 32 | Nr. der Linie bei der Auswertung (s. Anhang C) |
| SC47*       | Bezeichnung der Linie                          |
| 159.39 keV  | Energie  |
| 5-FEB-90    | Datum der Auswertung                           |

In der zweiten Zeile sind die Kanäle der Marken 1 bis 6 sowie maximaler und minimaler Kanalinhalt des dargestellten Bereiches angegeben.

Die dritte Zeile enthält die Steuerzahlen zur Integration:

|             |   |
|-------------|---|
| Option=2    | Der Untergrund wird von beiden Seiten bestimmt.   |
| BKDN= 10    | Abstand der Untergrundsuchreferenzpunkte  |
| BKUP= 10    | vom Maximum   |
| ISP= 3      | Der Untergrund wird aus je 3 zusammenhängenden Kanälen bestimmt.  |
| BKMLT=1.000 | Der Untergrund unter der Linie wird mit 1 multipliziert. (Das heißt, er wird unverändert aus der Untergrundinterpolation übernommen.) |
| NCH1= 0     | Die Linie wird integriert, indem die Kanäle mit den höchsten Inhalten um das Maximum herum aufsummiert werden.                        |
| NCH2= 7     | Die 7 Kanäle mit den höchsten Inhalten werden summiert.   |
| PK= 365     | Die Linie wurde in Kanal 365 gefunden.  |

Die vierte Zeile schließlich gibt die ermittelten Werte der Flächenbestimmung an:

|             |         |  |
|-------------|---------|--|
| GROSS=      | 82142.  | Summe der Inhalte der aufintegrierten Kanäle |
| BKG=        | 79733.  | davon Untergrund                             |
| NET=        | 2409.   | GROSS - BKG                                  |
| +/-         | 402.3   | statistischer Fehler von NET                 |
| NET/T=      | 14.45   | Zählrate/Minute                              |
| SLOPE=      | -18.955 | Steigung der Untergrundgeraden               |
| U.GR.HOEHE= | 11352.5 | Untergrundhöhe unter Linienmaximum           |

Dargestellt ist also die Sc47-Linie bei 159.39 keV im Messung-4-Spektrum T013M46. Die beiden Linien in den Kanälen 349 und 358 sind die 152.5 keV- und die 156.3 keV-Linie des <sup>182</sup>Ta. Die Datei wurde erstellt wegen der krassen Asymmetrie der Integration (nur 1 Kanal ober-, aber 5 Kanäle unterhalb des Maximums), und es ist zu erkennen, daß ein Teil der 156.3 keV-Ta-Linie mit integriert wurde.

```

T013M46  BERKELEY"C"  MESS.NR. 4  PEAK-NR. 32  SC47*  159.39 keV  5-FEB-90
MARKEN:  353 355 360 366 375 377  Peakmaximum= 13496 Peakminimum= 10933
Option=2  BKDN= 10  BKUP= 10  ISP= 3  BRMLT=1.000  NCH1= 0  NCH2= 7  PK= 365
GROSS= 82142.  BKG= 79733.  NET= 2409.  402.3  NET/T= 14.45  SLOPE= -18.955  U.GR.HOEHE= 11352.5

Kanal  Rate
343 11602 *
344 11577 *
345 11445 *
346 11609 #####*
347 11952 #####*
348 13032 #####*
349 13496 #####*
350 13397 #####*
351 12293 #####*
352 11629 #####*
353 11438 #####1
354 11751 | *
355 11494 2
356 11755 #####|#####*
357 11896 #####|#####*
358 12253 #####|#####*
359 12040 #####|#####*
360 11673 #####|#####3
361 11541 | *
362 11704 | *
363 11472 #####|##*
364 11771 #####|#####*
365 12102 #####|#####*
366 11879 #####|#####4
367 11364 #####|*
368 11218 *
369 11343 | *
370 11225 *
371 11349 | *
372 11341 | *
373 11353 | *
374 11314 | *
375 11342 | 5
376 10937 *
377 11153 6
378 11046 *
379 11155 *
380 11273 *
381 11022 *
382 11009 *
383 11074 *
384 10962 *
385 10933 *
386 11180 *
387 11027 *

```

Abbildung 5: Beispiel einer .GRA-Datei

### 3.2.5 Flächenbestimmung durch Anpassung

Zwei Linien, die so miteinander interferieren, daß eine Trennung über ihre Maximalkanäle gerade noch oder gerade nicht mehr möglich ist, können durch das im vorhergehenden Abschnitt beschriebene Verfahren nur schlecht integriert werden. Entweder man summiert vom Maximumkanal aus jeweils nur die interferenzfreie Seite, dann hat man aber nur die halbe Linienfläche zur Verfügung und handelt sich überdies noch die in Kap. 4 beschriebenen numerischen Nachteile ein oder man integriert die gesamte Doppellinie und muß dann über eine Monitorlinie die interferierende von der "interessanten" Linie abziehen, womit aber nur eine der beiden Linien letztendlich zur weiteren Auswertung zur Verfügung steht und diese wegen der Subtraktion eines möglicherweise recht großen Teils der Gesamtfläche mit einem großen statistischen Fehler behaftet ist. Da es Nuklide gibt, die nur oder hauptsächlich Linien bei Energien erzeugen, die auch von anderen Nukliden erzeugt werden, müßte man entweder auf die Auswertung dieser Nuklide verzichten oder trotz der oben geschilderten Nachteile versuchen, sie durch Anpassung aus ihrer Umgebung herauszufalten. Beispiel dafür ist insbesondere  $^{65}\text{Zn}$  mit einer einzigen prägnanten Linie bei 1115.5 keV, die nicht nur von der davon nicht zu trennenden Linie des  $^{160}\text{Tb}$  (1115.2 keV) interferiert wird, sondern auch von der in Keramik immer viel stärkeren 1120.5 keV-Linie des  $^{46}\text{Sc}$  ober- und der schwächeren (und nicht ausgewerteten) 1112.1 keV-Linie des  $^{152}\text{Eu}$  unterhalb begrenzt wird. Die bisherige Methode des Aufsummierens erbringt zwar kleine statistische Fehler für Zink, die große Streuung des Zn-Wertes innerhalb von Keramikgruppen läßt aber darauf schließen, daß die Werte nicht allzu vertrauenerweckend sind.

Aus diesem Grund werden die Zn65H-Linie der Messung 4 und die W187H-Linie (479.5 keV,  $^{181}\text{Hf}$ -Linie bei 482.2 keV) der Messung 1 mit einer Anpassung ausgewertet. (Außerdem werden noch die Linienflächen von Dy KA1 (46.0 keV), Lu KA1 (54.1 keV), Hf KA2 und KA1 (54.6 bzw. 55.8 keV) und Ta KA2 (56.3 keV) über einen Fit bestimmt, hierzu siehe aber [Kre86]). Diese Anpassung geschieht über einen Aufruf von HYPERMET [Phi76] von BONAN aus. Dabei wird an den Spektrenverlauf eine aus fünf Elementen bestehende Funktion der Form

$$\begin{aligned}
 Y(x) = & \sum_{i=1}^n \Gamma_i \cdot \left[ e^{-\frac{(x-x_{m,i})^2}{\delta(i)^2}} \right. \\
 & + A e^{\frac{x-x_{m,i}}{\beta}} \cdot \frac{1}{2} \operatorname{erfc}\left(\frac{x-x_{m,i}}{\gamma} + \frac{\gamma}{2\beta}\right) \\
 & + T e^{\frac{x-x_{m,i}}{\nu}} \cdot \frac{1}{2} \operatorname{erfc}\left(\frac{x-x_{m,i}}{\mu} + \frac{\mu}{2\nu}\right) \\
 & \left. + S \cdot \frac{1}{2} \operatorname{erfc}\left(\frac{x-x_{m,i}}{\sigma}\right) \right] \\
 & + a + bx + cx^2
 \end{aligned} \tag{15}$$

angepaßt, wo die erste Zeile eine Gaußlinie beschreibt, die zweite einen durch unvollständige Ladungssammlung entstehenden kurzreichweitigen und die dritte einen durch Oberflächeneffekte bedingten langreichweitigen Ausläufer

der Linie. Die vierte Zeile beschreibt eine durch Comptonstreuung entstehende Stufe unter der Linie und die fünfte den als Polynom 2. Grades angenommenen Untergrund.  $\delta$  ist das  $\sqrt{2}$ -fache der Standardabweichung, die Breiten  $\gamma$ ,  $\mu$  und  $\sigma$  werden in aller Regel und auch hier gleich  $\delta$  gesetzt.  $\beta$  und  $\nu$  geben die Reichweiten der niederenergetischen Ausläufer an,  $A$ ,  $T$  und  $S$  sind die Amplituden der entsprechenden Strukturen im Verhältnis zur Amplitude  $\Gamma$  der Hauptlinie. Die Summe läuft über alle im anzupassenden Intervall enthaltenen Linien.

Als Input erhält HYPERMET von BONAN lediglich die Intervallgrenzen, die vermutete Halbwertsbreite und die vermuteten Linienpositionen. Dabei werden als Intervallgrenzen der achte Kanal unterhalb der ersten gefundenen Position einer Linie und der achte Kanal oberhalb der letzten gefundenen Position einer Linie gesetzt, als Halbwertsbreiten sind die Sollhalbwertsbreiten beider Eichlinien fest vorgegeben, aus denen HYPERMET dann die Halbwertsbreite im Anpassungsbereich interpoliert, und die gefundenen Linienpositionen sind die von PEAKSUCH (s. Kap. 5) in diesem Bereich ermittelten.<sup>16</sup> Es ist zu bemerken, daß für eine erfolgreiche Anpassung auch die Linien der näheren Umgebung der eigentlich gesuchten Linie mit vorgegeben werden müssen, da sonst die Untergrundbestimmung auf den durch Linienfüße benachbarter Linien gebildeten Intervallgrenzen versagt und eine schlechte Anpassung (großes  $\chi^2$ ) vortäuscht. PEAKSUCH ermittelt aber jeweils passende Intervalle.

Als Rückgabe erhält man Lage, Amplitude, Breite und Fläche der Linie sowie die anderen in (15) enthaltenen Parameter mit ihren Fehlern. Die Fläche der Linie ist dabei das Integral über die ersten beiden Summanden, während der Rest als Untergrund betrachtet wird. Ist die Anpassung abgeschlossen, werden die von HYPERMET gelieferten Linienpositionen (die sich nicht mit den Eingabepositionen decken müssen, dies in der Regel aber tun), auf die "interessante" Linie in der Nähe der Eichposition abgesehen. Existiert eine solche Linie *nicht innerhalb  $\pm 2$  Kanälen um die Eichposition herum, so wird sie als nicht vorhanden betrachtet und ihr Inhalt auf 0 gesetzt*. In diesem Fall erfolgt eine Warnung an den Benutzer.

Der Vorteil des verwendeten Fitprogrammes ist seine i. a. gute Konvergenz und Verlässlichkeit. Schwierigkeiten treten nur dann auf, wenn am Rande des Anpassungsbereiches noch Linien liegen, die aber nicht mehr als solche erkannt werden können (s. o.). In solchen Fällen steigt  $\chi^2$  stark an, obwohl die Anpassung in der eigentlich interessanten Mitte des untersuchten Intervalles noch gut ist. Dies kann aber vermieden werden, wenn man bei einer fehlgeschlagenen Anpassung die Intervallgrenzen variiert.

Tests zeigen insbesondere für die Wolframlinie eine Übereinstimmung der Konzentrationsgehalte mit der bisher schon verwendeten Linie bei 685 keV<sup>17</sup>. Eine Integration durch Summation mit wegen der dicht oberhalb sitzenden Hf-Linie stark asymmetrischen Grenzen führt hingegen zu Abwei-

<sup>16</sup>Bei schlechter Auflösung oder Statistik oder sehr geringer Linienintensität kann es vorkommen, daß die Linie von PEAKSUCH nicht gefunden wird. In diesem Fall wird dennoch ein Versuch mit einer an Eichposition vorgegebener Linienposition gemacht.

<sup>17</sup>Zuerst auftretende Diskrepanzen führten erst zur Kenntnisnahme einer bisher unberücksichtigten Interferenz *dieser* Linie, s. Kap. 3.5.3.

chungen bis zu 10%. Für die Zn-Linie sind derartige Tests nicht möglich, da es keine ungestörte Linie gibt. Allerdings decken sich hier der Wert aus Summation und Anpassung *nicht* immer. Um zum früheren Verfahren (Summation) kompatibel zu bleiben, werden für diese Linie beide Verfahren gerechnet. Ein Versuch, die Zn-Linie auch in Messung-1-Spektren auszuwerten, führt zu statistischen Fehlern der Konzentrationsbestimmung von bis zu 50%, so daß diese Werte nicht als sinnvolle Überprüfung der Messung-4-Auswertung zu gebrauchen sind.

### 3.3 Totzeitkorrektur

Bedingt durch die Verarbeitungszeit für ein vom Vorverstärker geliefertes Signal und das eventuelle Zurückweisen von zu dicht aufeinander folgenden Signalen durch den Hauptverstärker ist die Lifezeit der Meßanlage kleiner als die gesamte Meßzeit. Für die Konzentrationsbestimmung ist es aber wichtig, diese Zeit zu kennen. Zwar unterscheidet der verwendete Vielkanal (Tracor Northern 7200) seinerseits bereits zwischen Lifezeit und Realzeit, doch ist die von ihm gelieferte Lifezeit i. a. zu groß, insbesondere bei höheren Zählraten.

Das gängige Korrekturverfahren ist die Einspeisung eines zusätzlichen Pulsersignals in den Vorverstärker des Detektors. Dieses Signal mit fester Amplitude erzeugt im Spektrum dann eine weitere Linie. Da die Frequenz dieser Pulse bekannt ist, erhält man das Verhältnis von tatsächlicher zu Soll-Lifezeit einfach aus

$$\frac{t_{L, \text{ist}}}{t_{L, \text{soll}}} = \frac{I_{\text{ist}}(\text{Pulser})}{I_{\text{soll}}(\text{Pulser})} = \frac{1}{\text{Lifetime-Faktor}} \quad (16)$$

mit

$$I_{\text{soll}}(\text{Pulser}) = \text{Pulserfrequenz} \cdot \text{Soll-Lifezeit} \quad (17)$$

Damit erhält man die wahre Zählrate einer beliebigen Linie aus

$$\dot{I}_{\text{soll}}(\text{Linie}) = \dot{I}_{\text{ist}}(\text{Linie}) \cdot \text{Lifetime-Faktor} \quad (18)$$

$I$  ist dabei die oben bestimmte Nettofläche.

Im allgemeinen wird dieses Verfahren auch hier in den Messungen 1 – 4 verwendet<sup>18</sup>. Bei einer Frequenz von 10 Hz macht sich der Einfluß des Pulsers im Spektrum auf andere Linien kaum bemerkbar, der Zählratenfehler der Pulserfläche liegt nach 5000 sec bei etwa 0.5%. Problematisch ist allerdings die Kurzzeit-Stabilität des verwendeten Pulsers bezüglich seiner Amplitude<sup>19</sup>, so kommt es vor, daß durch ein “Springen” während der Aufnahme des Spektrums statt einer mehrere Pulserlinien entstehen<sup>20</sup>. Da auch die Pulserlinie nach den oben beschriebenen Verfahren automatisch integriert wird, wird in so einem Fall möglicherweise nicht die ganze Linienfläche erfaßt,  $I_{\text{ist}}(\text{Pulser})$  wird zu klein und der Lifetime-Faktor zu groß. Nicht zuletzt aus diesem Grund gibt es eine Reihe von Modifikationen, die hier der Übersicht halber zusammengefaßt sein sollen:

1. Die Messungen 1 und 4 werden nach dem beschriebenen Verfahren korrigiert. Sinkt  $I_{\text{ist}}(\text{Pulser})$  auf unter  $0.5 \cdot I_{\text{soll}}(\text{Pulser})$ , so wird die Pulserlinie als schlecht integriert angesehen. In diesem Fall wird eine “äquivalente Pulserlinienfläche” aus der zu Anfang und Ende einer

---

<sup>18</sup>Die Totzeit des HPGe-Detektors in Messung 5 ist so gering, daß auf eine Korrektur verzichtet werden kann.

<sup>19</sup>In einem 4K-Spektrum wird für einen am oberen Spektrenende sitzenden Pulser eine Stabilität von mehr als 1/1000 gefordert.

<sup>20</sup>Eine langsame Drift um einige Kanäle über mehrere Tage macht dagegen nichts aus, da die Pulserposition eines Spektrums immer von der Istposition des vorhergehenden festgesetzt wird, um diese Sollposition herum wird dann gesucht. Ist also die Meßdauer klein gegen die Driftzeit, folgt die Auswertung dem Pulser mühelos.

jeden Spektrenaufnahme bestimmten Zählrate des Hauptverstärkers  $CR$  gebildet zu

$$I_{\text{ist,äq}}(\text{Pulser}) = 1.03756 - 0.00808 \cdot CR \quad (19)$$

(s. [Win88]) Auf diese Art und Weise wird auch korrigiert, falls man wegen Pulserschadens gezwungen ist, Spektren ganz ohne Pulser aufzunehmen.

2. Mit dem ETEC-Detektor aufgenommene Messung-2- und -3-Spektren werden nach folgendem Verfahren korrigiert [Lew88]
  - (a) Liegt  $CR$  unter 3.4 kHz, so wird die Lifetime-Korrektur über die Pulserfläche wie beschrieben durchgeführt.
  - (b) Es zeigt sich, daß bei höheren Zählraten die auftretenden Pile-Up-Effekte, die zu einer Verkleinerung der Linienfläche führen, energieabhängig sind, d. h. , (18) kann nicht für alle Linien mit dem gleichen Faktor durchgeführt werden. In diesem Fall ist der Lifetime-Faktor( $E$ ) gegeben durch

$$\frac{1}{\text{Lifetime-Faktor}(E)} = a(E) - b(E) \cdot CR_{\text{äq}}, \quad (20)$$

wo  $a(E) = 0.99167 + 2.1 \cdot 10^{-4} \cdot E$  und  $b(E) = 0.0282 + 0.6 \cdot 10^{-4} \cdot E$  empirisch bestimmt sind.  $CR_{\text{äq}}$  ist dabei die aus der Pulserfläche gewonnene "äquivalente Zählrate des Hauptverstärkers" mit

$$CR_{\text{äq}} = \left( \frac{I_{\text{ist}}(\text{Pulser})}{I_{\text{soil}}(\text{Pulser})} - 1.07732 \right) / 0.5311. \quad (21)$$

Ist die Pulserlinie schlecht oder nicht vorhanden, so kann für  $CR_{\text{äq}}$  auch direkt  $CR$  eingesetzt werden.

3. Enthält die Pulserfläche den Lifetimefaktor = 1 innerhalb ihrer Fehlergrenzen, so erfolgt keine Korrektur im Falle der Messungen 1 und 4, die Messungen 2 und 3 werden dann über  $CR$  korrigiert.
4. Erfolgt die Korrektur über  $CR$ , so wird in allen Messungen nur für  $CR > 1$  kHz korrigiert. Bei kleineren Zählraten ist die Totzeit in der Regel vernachlässigbar.

Die oben aufgeführten Verfahren arbeiten i. a. zufriedenstellend. Während bei Messung 2 die Korrektur außer bei Avicel- und  $\text{CaCO}_3$ -Spektren im Regelfall energieabhängig erfolgt, ist in Messung 3 normalerweise  $CR < 3.4$  kHz. Auch einzelne Messung-2-Spektren wenig intensiver Proben werden manchmal energieunabhängig korrigiert, die erhaltenen Konzentrationen decken sich aber immer mit denen der anderen Messungen. Problematisch ist lediglich die zur Erkennung "schlechter" Pulserlinien eingeführte Bedingung  $I_{\text{ist}}(\text{Pulser}) > 0.5 \cdot I_{\text{soil}}(\text{Pulser})$ , da in Messung 1 sehr aktive Proben auch bei korrekter Integration kleinere Pulserflächen liefern. Abhilfe kann der Benutzer in solchen Fällen durch eine Festvorgabe der gewünschten

Totzeitkorrektur für ein einzelnes Spektrum schaffen. Dies gilt auch für eine Energieabhängigkeit der Korrektur in Messung 2 und 3 unabhängig von der Zählrate.

Speziell bei aktiven Proben ist das geschilderte Verfahren für Messung 1 jedoch nicht immer zuverlässig, weil – bedingt durch hohen Na-Gehalt der Probe – der Untergrund auch im oberen Teil des Spektrums noch sehr groß sein kann und die Pulserlinie einfach im Untergrund “ertrinkt”. Da es eine Reihe von Linien gibt, die in Messung 1 und 4 bei gleichen Integrationsparametern vermessen werden, liegt es nahe, durch einen Vergleich der bestimmten Konzentrationen<sup>21</sup> eine evtl. allen Linien gemeinsame mißratene Totzeitkorrektur in Messung 1 zu erkennen, da die Messung 4 i. a. mit keiner großen Totzeit mehr behaftet ist und die Korrektur dort richtig verlaufen sollte. (Umgekehrt kann auf diesem Wege natürlich auch eine fehlerhafte Pulserintegration in Messung 4 aufgespürt werden.) Dazu werden jeweils die Konzentrationsverhältnisse der Linien Eu152A, Fe59A und -B, Sc46A und -B, Ta182A, Rb86 und Pa233A zwischen den beiden Messungen gebildet. Weicht der Mittelwert der Verhältnisse um mehr als das doppelte seines Fehlers von 1 ab, so erfolgt eine Warnung verbunden mit einer Ausgabe aller einzeln bestimmten Verhältnisse<sup>22</sup>. Falls gewünscht, können bei einem weiteren Programmdurchlauf die Linien der Messung mit fehlerhafter Totzeitkorrektur um den ermittelten Faktor korrigiert werden.

---

<sup>21</sup>Die Konzentrationen sind den ZdB-Werten hier vorzuziehen, weil letztere durch das “Herauswachsen der Linie aus dem Untergrund” in Messung 1 systematisch etwas tiefer liegen können als in Messung 4.

<sup>22</sup>Dies ist notwendig, da auch eine fehlintegrierte oder mit nicht erkannter Interferenz behaftete Einzellinie des obigen Satzes in einer der Messungen den Mittelwert verfälschen kann.

### 3.4 Matrixkorrektur

Für niederenergetische Röntgen- und  $\gamma$ -Linien bis ca. 50 keV spielt die Absorption in der Probe in Abhängigkeit von deren Zusammensetzung eine Rolle. Wären alle Probenzusammensetzungen in den Hauptelementen Si, Al, O, Fe, K und Ca gleich und bestünden die Proben nur aus diesen Hauptelementen, so könnte die Korrektur vernachlässigt werden<sup>23</sup>. Bedingt durch Unterschiede in der Elementmatrix wird elektromagnetische Strahlung gleicher Energie in verschiedenen Proben verschieden stark absorbiert, wird dieser Effekt nicht in Betracht gezogen, erfolgt eine fehlerhafte Konzentrationsbestimmung.

Die Korrektur erfolgt nach [Kre86]. Vorgegangen wird bei der Auswertung der dabei betroffenen Messung 5 wie folgt:

Die Konzentrationen von Ca und K erhält man aus Messung 1, die von Fe aus Messung 4. Nach Umrechnung auf die Gewichtsanteile der entsprechenden Oxide wird der an 100% fehlende Anteil mit SiO<sub>2</sub> und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> im Verhältnis 2:1 ergänzt. Da Al und Si Elemente mit nur um 1 verschiedenen Kernladungszahlen sind, ruft auch eine eventuelle Abweichung von dieser Annahme keine allzu großen Fehler hervor.

Das Verfahren arbeitet für Keramikproben zufriedenstellend, es sollte aber beachtet werden, daß in geologischen Proben auch andere als die genannten Elemente (insb. Na, Mg, S und Ti) wesentlich in der Gesteinsmatrix enthalten sein können. Daher sollten die aus Linien mit einer Energie kleiner als 50 keV erhaltenen Konzentrationen mit Vorsicht betrachtet werden, wenn die Zusammensetzung allzu stark von der des Tonstandards abweicht. Betroffen davon ist aber lediglich Gd, das aus der 25.66 keV-Linie des <sup>161</sup>Tb bestimmt wird; für alle anderen Elemente stehen höherenergetische Linien zur Verfügung.

---

<sup>23</sup> Auch die Form der Probe und die relative Elementverteilung spielt eine Rolle, da das Pulver und das Bindemittel aber immer in einer Tablette gleicher Form und Dicke vorliegen und auch die Al-Verpackung sich nicht unterscheidet, braucht dies nicht berücksichtigt werden.

### 3.5 Interferenzen

Nur für einige wenige Linien im Spektrum sind folgende beide, für eine einfache Auswertung wünschenswerte Bedingungen erfüllt:

1. Die Erzeugung des Nuklids, dessen  $\gamma$ -Linie gemessen wird, geschieht lediglich über eine einzige Kernreaktion (im Regelfall durch Einfang langsamer Neutronen).
2. Für die Energie der ausgewerteten  $\gamma$ -Linie gilt, daß es in einem Energiebereich ungefähr der dreifachen Halbwertsbreite um die Linie herum keine weiteren sichtbaren Linien im Spektrum gibt.

Ist einer der beiden Punkte nicht erfüllt, so wird ohne Korrektur die gesuchte Zählrate zu groß bestimmt. Während im ersten Fall der gemachte Fehler einzig von Menge der Ausgangsnuklide für eine Störreaktion abhängt (z. B. vom Vorhandensein von  $^{235}\text{U}$  im Falle von Nukliden, die auch durch Uranspaltung erzeugt werden), ist es im zweiten auch vom Integrationsbereich abhängig, welcher Flächenanteil der interferierenden Linie erfaßt wird. Die Idee der Korrektur ist in beiden Fällen die gleiche: die Zählrate einer geeigneten Linie dient als Monitor für das Maß der Interferenz. Entstehen Monitor- und interferierende Linie beim Zerfall desselben Nuklids, so sollte das Verhältnis ihrer Flächen zu jedem Zeitpunkt das gleiche sein. In so einem Fall wird die zu vermessende Linie korrigiert mit

$$\dot{I}_{\text{kor}} = \dot{I}_{\text{unkorr}} - k \cdot \dot{I}_{\text{Moni}}. \quad (22)$$

Dabei ist  $k$  das Verhältnis der Flächen von interferierender Linie und Monitorlinie, das aus einem möglichst nur die Linien des interferierenden Nuklids enthaltenden Reinelementspektrum bestimmt wird (siehe [Bue84] [Web85] [Kre86] [Lew88]). Damit erhält man zumindest eine Abschätzung des Korrekturfaktors nach oben, denn es kann ja auch noch sein, daß die angefertigte Probe auch Spuren des interferierten Elementes enthält. Bei verschiedenen Halbwertszeiten der sich beeinflussenden Nuklide sollten dann aber die Korrekturfaktoren zeitabhängig sein, tritt dies auf, so war die zur  $k$ -Bestimmung vorgesehene Tablette verunreinigt und man muß entweder eine neue Reinelementprobe anfertigen oder eine Korrekturrechnung durchführen.

Eine Vorgehensweise mit Reinelementtablette hat den Vorteil, daß keine zusätzlichen Parameter wie Nachweiswahrscheinlichkeitskurve des Detektors etc. bekannt sein müssen. Weist die Monitorlinie selbst eine Interferenz auf, so muß sie zuerst korrigiert werden. In diesem Fall spielt die Reihenfolge der Auswertung eine entscheidende Rolle. Im Anhang C sind die berücksichtigten Interferenzen jeder ausgewerteten Linie aufgeführt.

Bei nuklearen Störreaktionen gibt es keine so einfache Form der Korrektur. Weil interferierendes und interferiertes Nuklid gleich sind, muß das Maß der Störung über Linien abgeschätzt werden, deren Ausgangsnuklid zum Ausgangsnuklid der Störreaktion in einem festen Verhältnis steht, z. B. ,wenn es sich um verschiedene Nuklide desselben Elementes handelt. Allerdings sind die Lebensdauern der Nuklide i. a. unterschiedlich, und bei

Verwendung einer Monitorlinie ist der Korrekturfaktor  $k$  meßzeitpunktabhängig. In solchen Fällen wird ein fester Korrekturfaktor für den ZdBc bestimmt und auf die Meßzeit umgerechnet. Dann gilt für die Korrektur zum Meßzeitpunkt:

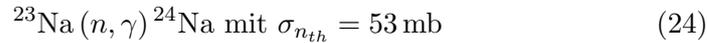
$$\dot{I}_{\text{korr}} = \dot{I}_{\text{unkorr}} - k \cdot \dot{I}_{\text{Moni}} \cdot \frac{F_{\text{Intf}}}{F_{\text{Moni}}} \quad (23)$$

Unter  $F_X$  wird dabei der Abklingfaktor, gerechnet vom ZdBc an, verstanden. Zu seiner Berechnung siehe Kap. 3.7.2. Im Falle einer einfachen Zerfallskette (also kein Mutter-Tochter-Zerfall) ist  $F_X = e^{-\lambda_X t_X}$ , wo  $t_X$  die auf das zerfallende Nuklid bezogene Meßzeit ist. Wie nukleare Störreaktionen behandelt werden müssen auch solche spektralen Interferenzen, für die keine Monitorlinie desselben Nuklids zur Verfügung steht. Auch hier werden die Korrekturfaktoren über Reinelementtabletten bestimmt. Bei Rückrechnung auf den ZdBc sollte sich für  $k$  immer derselbe Wert ergeben, sonst liegt eine Verunreinigung (oder Nichtberücksichtigung einer anderen Interferenz) vor, s. o.

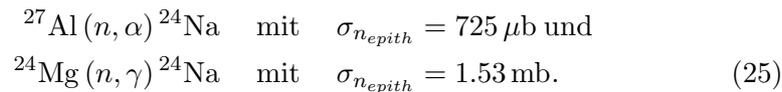
Nukleare Reaktionen der Form  $(n, p)$ ,  $(n, \alpha)$  und  $(n, 2n)$  werden vorwiegend durch epithermische Neutronen erzeugt. Insbesondere, falls das als Monitornuklid verwendete durch thermische Reaktionen erzeugt wird, spielt die Abhängigkeit des Neutronenflusses von der Energie  $\Phi_n(E)$  des Reaktors eine Rolle. Daher müssen Korrekturfaktoren dieser Art für jeden Reaktor neu bestimmt werden. In dieser Arbeit wurden die Korrekturfaktoren für die Bestrahlungen in Geesthacht 1989 bestimmt. In den folgenden Kapiteln sind sie zusammen mit den bisher von [Bue84], [Web85], [Kre86] und [Lew88] ermittelten Werten dargestellt. Dabei gab es keine Probleme mit den oben beschriebenen Verunreinigungen, aus mehreren zu verschiedenen Zeiten aufgenommenen Spektren derselben Tablette ergaben sich innerhalb der Fehlertoleranzen auch immer dieselben Korrekturfaktoren.

### 3.5.1 ( $n, \alpha$ )-Reaktionen

Hier existieren zwei Störreaktionen: Zum einen wird das an sich gut zu bestimmende  $^{24}\text{Na}$  (ausgewertete Linien bei 1369 keV und 1732 keV) aus

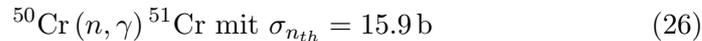


interferiert durch die Reaktionen

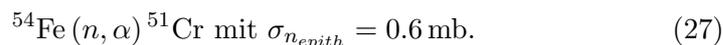


Während der Mg-Gehalt vernachlässigt wird, ist das für Aluminium als eines der häufigsten in Tonen und Gesteinen der Erdkruste vorkommenden Elemente nicht möglich. Man erhält eine Abschätzung für den aus Al erhaltenen Na-Anteil aus dem Alu-Avicel-Spektrum. Man geht davon aus, daß die gesamte Linienfläche der Na-Linien dieses Spektrums aus Al entsteht. Ist das Foliengewicht bekannt (der Gehalt des Bindemittels an Na, Al und Mg wird vernachlässigt), so erhält man den Zusammenhang Zählrate(Gewichtsanteil Al). Die Zählraten der Na-Linien werden um den Anteil des Al aus der Folie korrigiert, zusätzlich wird ein Gewichtsanteil von 15% für den Tonstandard und 11% für die Proben angenommen, das entspricht einem Anteil von 28.3%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  für den Standard und 20.8% für die Proben. Damit beträgt der aus Al entstandene Na-Anteil beim Tonstandard etwa 3.5%<sup>24</sup>.

Die andere Reaktion betrifft die **Chrom**-Bestimmung. Neben der Reaktion



entsteht  $^{51}\text{Cr}$  auch aus



Wegen des meist im Prozentbereich liegenden Eisengehaltes kann die Reaktion nicht vernachlässigt werden. Als Monitorlinien stehen die Linien des  $^{59}\text{Fe}$  zur Verfügung. Allerdings wird  $^{59}\text{Fe}$  über thermische Neutronen aus  $^{58}\text{Fe}$  erzeugt, während (27) eine mit epithermischen Neutronen ablaufende Reaktion ist. Der Korrekturfaktor muß daher für jeden Reaktor neu aus einer reinen  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ -Tablette bestimmt werden<sup>25</sup>. Außerdem wird er nur für den ZdB bestimmt, da  $^{59}\text{Fe}$  und  $^{51}\text{Cr}$  verschiedene Halbwertszeiten haben. Als Korrekturfaktoren  $k$  wurden bisher für die Hochenergiemessungen 1 und 4 (Cr-Linie bei 320 keV, Monitorlinie Fe59B bei 1099.2 keV) folgende Werte ermittelt:

|                            |                       |
|----------------------------|-----------------------|
| in Jülich (Merlin-Reaktor) | $0.00895 \pm 0.00036$ |
| in Geesthacht bis 1987     | $0.00384 \pm 0.0001$  |
| in München                 | $0.00307 \pm 0.0002$  |
| in Geesthacht seit 1989    | $0.00450 \pm 0.0001$  |

<sup>24</sup>Reaktor Geesthacht, Meßzyklus L010

<sup>25</sup>Es genügt hier, den Probenanteil einer Tablette durch 80 mg  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  zu ersetzen, Fe wird nicht so stark aktiviert, als daß die Aktivität einer solchen Tablette zu groß würde.

Für die Messungen 2 und 3 wird als Monitor die Fe59D-Linie bei 192.3 keV verwendet. Gleichzeitig fand während der Bestrahlungen in München eine Umstellung vom heute noch in Messung 5 verwendeten XNAA-Detektor zum ETEC-Detektor statt. Es ergaben sich folgende Werte:

|                                |                     |
|--------------------------------|---------------------|
| in Jülich (XNAA)               | $0.0194 \pm 0.0017$ |
| in Geesthacht bis 1987 (XNAA)  | $0.0091 \pm 0.0007$ |
| in München (noch XNAA)         | $0.0073 \pm 0.0014$ |
| in München (ETEC)              | $0.0133 \pm 0.0008$ |
| in Geesthacht seit 1989 (ETEC) | $0.0186 \pm 0.0006$ |

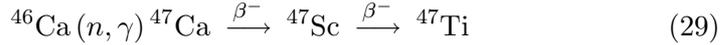
Der Anteil des aus Eisen erzeugten Chroms ist damit beim Tonstandard in Geesthacht etwa 0.31%.

### 3.5.2 ( $n, p$ )-Reaktionen

Zwar interferiert die Reaktion

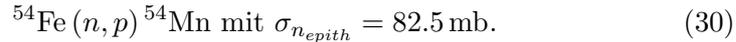


die Reaktion



aber mit  $t_{1/2}({}^{47}\text{Ca}) = 4.536 \text{ d}$  sowie  $t_{1/2}({}^{47}\text{Sc}) = 3.422 \text{ d}$  kann aus zwei Messungen der 159 keV-Linie des  ${}^{47}\text{Sc}$  zu um einige Tage verschiedenen Zeiten sowohl der Ca- als auch der Ti- Gehalt bestimmt werden<sup>26</sup>[Yel80c]. Beim vorliegenden Meßplan stellt dies für Ca die beste und für Ti sogar die einzig mögliche Form der Bestimmung dar, da die 1297 keV-Linie von  ${}^{47}\text{Ca}$  i. a. sehr intensitätsschwach ist<sup>27</sup> (s. [Yel80c]). Daher ist die Sc-Erzeugung aus  ${}^{47}\text{Ti}$  nicht als Interferenz zu betrachten.

Die einzige tatsächlich durch ( $n, p$ )-Reaktionen gestörte und ausgewertete Linie ist die des  ${}^{72}\text{Ga}$  bei 834.0 keV in Messung 1. Überlagert und davon nicht zu trennen ist die 835.1 keV-Linie des  ${}^{54}\text{Mn}$  aus



Als Monitorlinie dient wieder die Fe59B-Linie. Die erhaltenen Korrekturfaktoren sind

|                         |                    |
|-------------------------|--------------------|
| in Geesthacht bis 1987  | $0.0103 \pm 0.003$ |
| in München              | $0.0258 \pm 0.001$ |
| in Geesthacht seit 1989 | $0.0108 \pm 0.003$ |

womit die Korrektur beim Tonstandard nach 6.5 Tagen immerhin schon mehr als 40% beträgt. Da  ${}^{72}\text{Ga}$  eine Halbwertszeit von 14.1 h,  ${}^{54}\text{Mn}$  aber eine solche von 312.2 d hat, ist für eine Ga-Bestimmung ein möglichst früher Meßzeitpunkt wünschenswert.

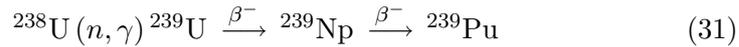
---

<sup>26</sup>Die Reaktion  ${}^{50}\text{V}(n, \alpha){}^{47}\text{Sc}$  mit  $\sigma_{n_{epith}, \alpha}({}^{50}\text{V}) = 1.5 \text{ mb}$  als dritte mögliche Form der Erzeugung kann nach [Yel80c] wegen des geringen Auftretens des Isotopes  ${}^{50}\text{V}$  im natürlichen Isotopengemisch (0.25 %) vernachlässigt werden, zumal sowohl Ti als auch Ca Elemente der Ton- bzw. Gesteinsmatrix sind und Vanadium i. a. nicht in der Größenordnung % in natürlich vorkommenden Material vorhanden ist. Es sollte aber betont werden, daß es im hier vorliegenden Meßverfahren *keine Möglichkeit gibt, den Ti- und den V-Anteil in einer Probe zu trennen*. Der Wirkungsquerschnitt für die  ${}^{47}\text{Sc}$ -Erzeugung aus Ti liegt mit  $\sigma_{n_{epith}, p}({}^{47}\text{Ti}) = 16.3 \text{ mb}$  nur um eine Größenordnung über dem des  ${}^{50}\text{V}$ .

<sup>27</sup>In Messung-1-Spektren sind zwar noch drei Linien von  ${}^{48}\text{Sc}$  ( $t_{1/2} = 43.7 \text{ h}$ ) aus  ${}^{48}\text{Ti}(n, p){}^{48}\text{Sc}$  auszumachen, die daraus erhaltenen Werte sind wegen der geringen Intensität zum Meßzeitpunkt aber mit einem Fehler von etwa 30 % (beim Tonstandard) behaftet, außerdem interferiert hier der Hauptanteil des V (99.75%) über  ${}^{51}\text{V}(n, \alpha){}^{48}\text{Sc}$ , und es gilt das bei  ${}^{47}\text{Sc}$  Gesagte.

### 3.5.3 Interferenzen durch Uranspaltung

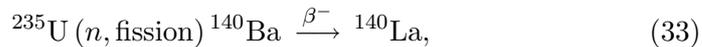
Aus Reaktionen der Art  $^{235}\text{U}(n, \text{fission})$  entstehen zahlreiche der zu vermessenden Nuklide entweder direkt oder nach einer Reihe von Zerfällen. Einige andere auszuwertende Linien werden durch Linien von Spaltprodukten interferiert. Für alle derartigen Fälle ist die Auswahl einer guten Monitorlinie besonders wichtig. Im Regelfall dienen dazu die Linien des  $^{239}\text{Np}$  aus



wo die Halbwertszeiten 23.54 min für  $^{239}\text{U}$  und 56.52 h für  $^{239}\text{Np}$  betragen. Derartige Linien stehen in den Messungen 1 (278 keV, Np239B<sup>28</sup>) und 2 (106 keV, Np239C) zur Verfügung, Np239C kann auch noch als Monitor in der Röntgenmessung dienen. In Messung 3 ist die Linie bereits so weit abgeklungen, daß ihr statistischer Fehler nicht mehr ausreichend klein ist. In Messung 4 stehen gar keine Np-Linien mehr zur Verfügung. Die bei weitestem intensivste Linie ist Np239C (gemessen mit dem ETEC-Detektor). Sie dient für alle Messungen außer Messung 5 als Monitor für durch Spaltung hervorgerufene Interferenzen, wobei eine richtig durchgeführte Totzeitkorrektur der Linie wichtig ist. Die früher benutzte Linie des  $^{140}\text{La}$  bei 1596 keV aus der Messung 4 zeigte sich als weniger geeignet, da zum Meßzeitpunkt trotz der kurzen Halbwertszeit von 40.27 h nicht alles La aus dem direkten Prozeß



zerfallen ist und die Näherung, alles La stamme aus der Spaltreaktion



wo  $^{140}\text{Ba}$  eine Halbwertszeit von 12.8 d hat, nicht möglich ist. Eine Trennung beider Zerfallsketten über zwei Messungen (1 und 4) ähnlich wie bei der Bestimmung von Ca und Ti (s.o.) aber ist verglichen mit dem direkten Monitor  $^{239}\text{Np}$  zu ungenau, [Lew88] vermutet darüberhinaus noch verborgene Interferenzen unter der Linie.

Die Korrekturfaktoren  $k$  werden für den ZdBc bestimmt. Entsteht das Nuklid aus der Spaltung direkt und zerfällt dann über die gleiche Kette wie das aus der  $(n, \gamma)$ -Reaktion entstandene, ist für das interferierte Nuklid das Verhältnis

$$\frac{\text{Zahl der Kerne aus Spaltung}}{\text{Zahl der Kerne aus } (n, \gamma)\text{-Reaktion}} \quad (34)$$

zu allen Zeiten gleich und nur vom Urangehalt der Probe abhängig. Entsteht das aus Spaltung gebildete Nuklid aber aus einem Mutter-Tochter-Zerfall oder aus mehreren Zerfallskanälen oder ist das interferierende Nuklid nicht das vermessene, so muß die Korrektur zum ZdBc erfolgen, bzw. in (23) muß für  $F_{Intf}$  der Abklingterm für das aus Spaltung entstehende Nuklid

<sup>28</sup>Die 228-keV Linie (Np239A) wird von  $^{132}\text{Te}$  (auch 228 keV) interferiert, die Linien sind nicht durch ein Uran-Reinstelementspektrum zu trennen, da  $^{132}\text{Te}$  nur durch Uranspaltung entsteht und dies seine prominenteste Linie ist. Die Halbwertszeit des  $^{132}\text{Te}$  (76.3 h) ist geringfügig größer als die des  $^{239}\text{Np}$ , falls der Urangehalt aus dieser Linie bestimmt werden muß, ist er zu groß, wenn relativ später als der Standard gemessen wird.

eingesetzt werden. Die ermittelten Korrekturfaktoren wurden aus lediglich aus Bindemittel gebildeten Tabletten bestimmt, die mit etwa 50  $\mu\text{g}$  Uran dotiert waren<sup>29</sup> (zur Probenherstellung s. [Bue84], [Web85] und [Lew88]). Die bestrahlten Tabletten wurden vermessen und aus den Verhältnissen der Flächen von Monitor- und interferierender Linie zum Meßzeitpunkt auf den ZdBc zurückgerechnet. (Zur entsprechenden Option im Auswertprogramm s. Anhang E.)

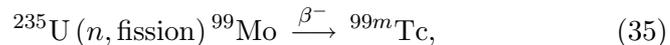
Als direkt aus Spaltung erzeugte und in Messung 1 vermessene Nuklide sind  $^{140}\text{La}$ ,  $^{143}\text{Ce}$  und  $^{99\text{m}}\text{Tc}$  zu nennen. Ihre Korrektur verläuft wie folgt:

1. Das aus der Spaltung erzeugte **Lanthan** entsteht nicht direkt, sondern über (33). Die Größe der Korrektur ist daher meßzeitpunktabhängig. Für  $F_{\text{Intf}}$  steht die Mutter-Tochter-Formel mit  $^{140}\text{Ba}$  als Mutternuklid (bei einer Spaltausbeute von 6.25%). Die Korrekturfaktoren werden nur für La140B bestimmt, für die Linienintensitäten werden die Werte  $\text{La140A/La140B} = 1.2201$  und  $\text{La140C/La140B} = 0.7446$  angenommen. Als Korrekturfaktoren für den ZdBc hat man

|                          |                       |
|--------------------------|-----------------------|
| in München(ETEC-Monitor) | $0.00175 \pm 0.00003$ |
| in Geesthacht seit 1989  | $0.00118 \pm 0.00006$ |

Damit beträgt die Korrektur beim in Geesthacht bestrahlten Tonstandard nach 6.5 Tagen etwa 0.21%. Vor Einführung des ETEC wurde die Korrektur wie oben beschrieben über die La140B-Linie der Messung 4 durchgeführt, wobei das dort noch meßbare Lanthan als aus dem  $^{140}\text{Ba}$ -Zerfall stammend in Messung 1 abgezogen wurde, eine Näherung, die nur für lanthanarme Proben gilt.

2. Auch beim  $^{99\text{m}}\text{Tc}$  (Linie bei 140.51 keV) liegt ein Mutter-Tochter-Zerfall vor:



wo die Halbwertszeiten 66.0 h (Mo) bzw. 6.02 h (Tc) betragen. Jedoch entstehen auch die nicht aus dem Spaltprozeß stammenden Tc-Kerne aus  $^{99}\text{Mo}$  (Tc ist ein künstliches Element), so daß (34) zu allen Zeiten gleich ist. Das auf den ZdBc rückgerechnete Verhältnis  $(\text{ZählrateTc})/(\text{ZählrateNp})$  liefert folgende Werte:

|                          |                     |
|--------------------------|---------------------|
| in München(ETEC-Monitor) | $0.050 \pm 0.001$   |
| in Geesthacht seit 1989  | $0.0259 \pm 0.0006$ |

Im Gegensatz zu [Lew88] konnte keine zusätzliche Abhängigkeit des bestimmten Korrekturfaktors vom Meßzeitpunkt ausgemacht werden, die auf direkt bei der Spaltung entstehendes und noch nicht zerfallenes  $^{99\text{m}}\text{Tc}$  hindeutet. Beim Bonner Tonstandard beträgt die Korrektur für den Geesthachter Reaktor etwa 65%, Mo ist damit

---

<sup>29</sup>Mehr Uran führt zu einer zu großen Aktivität der Probe zum Meßzeitpunkt, wegen der apparativen Totzeit von dann etwa 100% ist eine Vermessung gar nicht mehr möglich.

das bei weitem am meisten von der Spaltungskorrektur betroffene Element.

3. Am einfachsten ist die Korrektur des  $^{143}\text{Ce}$  (vermessene Linie bei 293.3 keV, Spaltausbeute 5.71%). Sowohl das mit thermischen Neutronen als auch das bei der Spaltung erzeugte  $^{143}\text{Ce}$  zerfällt direkt mit einer Halbwertszeit von 33 h über



Als  $k$  erhält man  $0.0196 \pm 0.006$  für den Geesthachter Reaktor seit 1989. Die Korrektur beträgt beim Tonstandard damit etwa 8%.

Durch von Spaltprodukten erzeugte Linien werden darüber hinaus die Linien einiger Nuklide interferiert. Dabei handelt es sich um folgende Nuklide und Reaktionen:

1. Die **Ba131A**-Linie (496.3 keV,  $t_{1/2} (^{131}\text{Ba}) = 11.5$  d) wird interferiert durch die 496.9 keV-Linie des  $^{103}\text{Ru}$  ( $t_{1/2} = 39.6$  d, Spaltausbeute 2.9%). Die Korrektur ist also um so größer, je später gemessen wird. Als  $k$  zum ZdBc wurden die folgenden Werte ermittelt:

|                             |                       |
|-----------------------------|-----------------------|
| in Jülich                   | $0.565 \pm 0.007$     |
| in Geesthacht bis 1987      | $0.5418 \pm 0.0027$   |
| in München (mit La-Monitor) | $0.6405 \pm 0.0030$   |
| in München (mit Np-Monitor) | $0.00112 \pm 0.00001$ |
| in Geesthacht seit 1989     | $0.0051 \pm 0.0001$   |

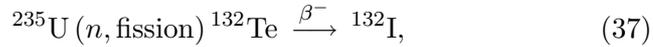
Die Werte für Jülich und für Geesthacht bis 1987 beziehen sich dabei ebenfalls auf die La140B-Linie der Messung 4 als Monitor. Bis auf den letzten wurden alle Faktoren letzten so für die Messung 4 ermittelt, in der die Linie ebenfalls ausgewertet wird<sup>30</sup>, und für die Messung 1 einfach übernommen. Da die Integrationsgrenzen jedoch nicht ganz gleich sind, entsteht dadurch ein geringer systematischer Fehler, der Faktor wird um etwa das doppelte des angegebenen statistischen Fehlers zu groß ermittelt, wie ein Vergleich der gesondert bestimmten Korrekturfaktoren für Messung 1 und 4 (s. u.) für die 89er-Bestrahlungen in Geesthacht zeigt.

Die Interferenzkorrektur macht für den Reaktor Geesthacht und den Tonstandard nach 6.5 Tagen 2.3% aus. Nach 21.7 Tagen (Mess. 4 mit dem dort ermittelten Faktor) sind es immerhin schon 3.6%.

2. Wie ein Vergleich mit der aus einem Fit bestimmten Linie W187H (s. Kap. 3.2.5) und Analysen von Uranspektren zeigen, wird auch die bisher als interferenzfrei angesehene Linie **W187** bei 685.7 keV ( $t_{1/2} = 24$  h) von einem durch Spaltung entstehenden Nuklid interferiert. Dabei handelt es sich um  $^{127}\text{Sb}$  ( $t_{1/2} = 3.85$  d, Spaltausbeute 0.25%) mit seiner stärksten Linie bei 685.5 keV. Als Korrekturfaktor erhält man  $0.0005 \pm 0.00005$  für den Reaktor Geesthacht seit 1989.

<sup>30</sup>Ursprünglich wurde die Linie sogar nur in Messung 4 ausgewertet.

3. Auch die neu ausgewertete Linie des  $^{72}\text{Ga}$  bei 629.9 keV wird von Spaltprodukten interferiert.  $^{132}\text{I}$  weist bei 630.2 keV eine Linie auf. Es hat zwar eine Halbwertszeit von nur 2.28 h, entsteht aber über



mit  $t_{1/2}(^{132}\text{Te}) = 76.3$  h. Als Korrekturfaktor für diese Linie ergibt sich  $0.0008 \pm 0.00005$  für die Bestrahlungen in Geesthacht seit 1989.

In den Messungen 2 und 3 treten keine Interferenzen zwischen vermessenen und durch Spaltung erzeugten anderen Nukliden auf. Hingegen werden  $^{141}\text{Ce}$  (ausgewertete Linie bei 145.41 keV),  $^{147}\text{Nd}$  (ausgewertete Linie bei 91.11 keV) und die nur in Messung 2 noch ausgewerteten Nuklide  $^{99\text{m}}\text{Tc}$  (s. o.) und  $^{140}\text{La}$  (nur Linie La140C bei 328.27 keV) auch durch Spaltung erzeugt (z. T. s. o.).

1. Für  $^{99\text{m}}\text{Tc}$  gilt das bereits oben Gesagte. Mit der Np239C-Linie (106 keV) der Messung 2 als Monitor ergeben sich folgende Korrekturfaktoren  $k$  zum ZdBc:

|                                |                       |
|--------------------------------|-----------------------|
| in Jülich (XNAA)               | $0.03902 \pm 0.00049$ |
| in Geesthacht bis 1987 (XNAA)  | $0.017535 \pm 0.0001$ |
| in München (XNAA)              | $0.0425 \pm 0.0005$   |
| in München (ETEC)              | $0.0672 \pm 0.0007$   |
| in Geesthacht seit 1989 (ETEC) | $0.0345 \pm 0.0009$   |

Die Größe der Korrektur des Tonstandards beträgt etwa 65% im Einklang mit dem Wert der Messung 1.

2. In Messung 2 war im Gegensatz zu oben auch bei  $^{140}\text{La}$  stets die Np-Linie der Monitor. Als Korrekturfaktoren  $k$  hat man

|                                |                         |
|--------------------------------|-------------------------|
| in Jülich (XNAA)               | $0.00022 \pm 0.00002$   |
| in Geesthacht bis 1987 (XNAA)  | $0.000115 \pm 0.00001$  |
| in München (XNAA)              | $0.000200 \pm 0.000005$ |
| in München (ETEC)              | $0.00072 \pm 0.00006$   |
| in Geesthacht seit 1989 (ETEC) | $0.000543 \pm 0.000026$ |

Die deutlich größeren Faktoren für den ETEC-Detektor sind auf die gegen den XNAA-Detektor deutlich bessere Efficiency speziell im höherenergetischen Bereich zurückzuführen. Für den Geesthachter Reaktor und den Tonstandard beträgt die Korrektur nach 7.5 Tagen etwa 0.3%.

3. **Neodym** wird nachgewiesen über die 91.11 keV-Linie von  $^{147}\text{Nd}$ .  $^{147}\text{Nd}$  entsteht aber mit einer Ausbeute von 2.16% auch direkt aus der Uranspaltung. Der Anteil des aus Spaltung erzeugten Nd ist also zu allen Zeitpunkten gleich. Für das Verhältnis  $k$  der Linienflächen von Np239C und Nd147A zum ZdBe ergaben sich folgende Werte:

|                                 |                        |
|---------------------------------|------------------------|
| in Jülich (XNAA)                | $0.00298 \pm 0.00009$  |
| in Geesthacht bis 1987 (XNAA)   | $0.001155 \pm 0.00003$ |
| in München (XNAA)               | $0.0028 \pm 0.0001$    |
| in München (ETEC)               | $0.00271 \pm 0.00006$  |
| in Geesthacht seit 1989 (EETEC) | $0.00145 \pm 0.00003$  |

Mit dem letzten Wert beträgt die Korrektur des Tonstandards etwa 3.1%.

4. Der Nachweis von **Cer** geschieht hauptsächlich durch die Ce141B-Linie bei 145.41 keV.  $^{141}\text{Ce}$  entsteht auch bei Spaltung (Ausbeute 5.73%). Wie beim Nd ist der aus Spaltung erzeugte Ce-Anteil zu allen Zeiten gleich, man erhält für  $k$  zum ZdBe

|                                 |                       |
|---------------------------------|-----------------------|
| in Jülich (XNAA)                | $0.00207 \pm 0.00004$ |
| in Geesthacht bis 1987 (XNAA)   | $0.0008 \pm 0.00002$  |
| in München (XNAA)               | $0.00185 \pm 0.00003$ |
| in München (EETEC)              | $0.00307 \pm 0.00008$ |
| in Geesthacht seit 1989 (EETEC) | $0.00167 \pm 0.00004$ |

Für Bestrahlungen in Geesthacht liegt die Korrektur des Tonstandards bei etwa 2%.

In Messung 4 muß neben den Linien der auch durch Spaltung erzeugten Nuklide  $^{147}\text{Nd}$ ,  $^{141}\text{Ce}$  und  $^{95}\text{Zr}$  auch wieder die Linie **Ba131A** auf ihre Interferenz mit  $^{103}\text{Ru}$  korrigiert werden. Als Monitor diene hier bis 1987 (Jülich, Geesthacht, München zu Beginn) wieder die La140B-Linie (s. o.).

1. Für die **Ba131A**-Linie gilt das oben Gesagte. Aufgrund anderer Integrationsgrenzen der Linie (es werden in Messung 4 9 statt 8 Kanäle in Messung 1 aufsummiert) liefert eine genaue Analyse aber einen anderen Korrekturfaktor (s. o.), er beträgt
- |                         |                         |
|-------------------------|-------------------------|
| in Geesthacht seit 1989 | $0.000456 \pm 0.000021$ |
|-------------------------|-------------------------|
- Für die anderen Reaktoren gelten die schon bei Messung 1 angegebenen Faktoren.
2. Bei  $^{141}\text{Ce}$  wird wie in den Messungen 2 und 3 die 145.41 keV-Linie ausgewertet. Die Korrekturfaktoren sind hier

|                             |                         |
|-----------------------------|-------------------------|
| in Jülich                   | $1.877 \pm 0.007$       |
| in Geesthacht bis 1987      | $1.3862 \pm 0.0061$     |
| in München (mit La-Monitor) | $1.595 \pm 0.007$       |
| in München (mit Np-Monitor) | $0.00279 \pm 0.00002$   |
| in Geesthacht seit 1989     | $0.001335 \pm 0.000038$ |

Für den Tonstandard ergibt sich damit nach 21.7 Tagen eine Korrektur von etwa 2% analog zu den Messungen 2 und 3.

3. Von  $^{147}\text{Nd}$  wird die Linie bei 531.01 keV (Nd147B) ausgewertet. Sie ist nur als Bestätigung der aus Nd147A (91.11 keV) erhaltenen Konzentration gedacht und wurde bisher nicht korrigiert. Für Geesthacht (1989er Bestrahlungen) erhält man einen Korrekturfaktor von  $0.000188 \pm 0.000005$ , womit die Korrektur des Tonstandards nach 21.7 Tagen etwa 3% beträgt in Übereinstimmung mit den Messungen 2 und 3.
4. Nur in Messung 4 auswertbar ist die 765.7 keV-Linie des  $^{95}\text{Zr}$ . Das Nuklid entsteht aber mit einer Ausbeute von 6.55% auch bei der Uranspaltung. Da ein Mutterkern nicht zu berücksichtigen ist, ist auch hier der Anteil der aus Spaltung erzeugten Kerne zu allen Zeiten gleich. Als Korrekturfaktoren wurden bisher ermittelt:

|                             |          |                |
|-----------------------------|----------|----------------|
| in Geesthacht bis 1987      | 0.2895   | $\pm 0.006$    |
| in München (mit La-Monitor) | 0.352    | $\pm 0.002$    |
| in München (mit Np-Monitor) | 0.000617 | $\pm 0.000003$ |
| in Geesthacht seit 1989     | 0.000274 | $\pm 0.000005$ |

Bei den Jülicher Bestrahlungen wurde die Linie noch nicht ausgewertet. Die Korrektur eines 1989 in Geesthacht bestrahlten Tonstandards beträgt nach 21.7 Tagen ungefähr 15%.

Bei der Messung 5 im Röntgenenergiebereich muß wieder **Nd** um seinen aus Spaltung herrührenden Anteil korrigiert werden. Daneben wird der  $^{131}\text{Ba}$ -Gehalt aus den  $\text{K}\alpha$ -Röntgenlinien des Xe und Cs bestimmt. Diese Linien werden aber auch beim Zerfall der durch Spaltung erzeugten Xe- und I-Isotope erzeugt. Durch die 49.7 keV- $\gamma$ -Linie des bei Spaltung erzeugten  $^{132}\text{Te}$  wird außerdem die zur Bestimmung von Yb ausgewertete **TmK $\alpha_2$** -Linie interferiert. Als Monitor dient für alle Linien die Np239C-Linie (106 keV) der Messung 5. Korrekturfaktoren für den Jülicher Reaktor liegen nicht vor; zu dieser Zeit war die Messung 5 noch nicht installiert<sup>31</sup>.

1. Für die Linie **Nd147A** gilt das bereits bei den Messungen 2 und 3 Gesagte. Hier ergeben sich folgende Korrekturfaktoren:

|                         |          |               |
|-------------------------|----------|---------------|
| in Geesthacht bis 1987  | 0.001155 | $\pm 0.00003$ |
| in München              | 0.00289  | $\pm 0.00004$ |
| in Geesthacht seit 1989 | 0.001565 | $\pm 0.00004$ |

Damit beträgt die Korrektur beim Tonstandard (Geesthacht, 1989) wieder ungefähr 3%. Die Übereinstimmung zwischen den Korrekturen unterschiedlicher Messungen mit unterschiedlichen Monitoren und anderen Abklingzeiten bestätigt die Richtigkeit der einzelnen Faktoren für Nd besonders.

2. Die ausgewertete **PmK $\alpha$** -Röntgenlinie (38.72 keV) entsteht nur beim Zerfall des Nd<sup>32</sup>. Die Korrektur kann daher ebenso wie die einer

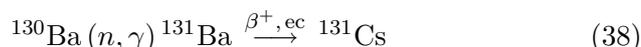
<sup>31</sup>Ist Messung 2 auch mit dem XNAA-Detektor erfolgt, so kann auch die dort bestimmte Linienfläche der Np239C-Linie als Monitor dienen, s. [Kre86].

<sup>32</sup>Der vom  $\beta^+$ -Zerfall des  $^{145}\text{Sm}$  ( $t_{1/2} = 340$  d) herrührende Anteil ist vernachlässigbar.

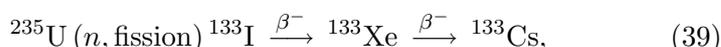
Nd-Linie erfolgen. Als Korrekturfaktoren hat man

|                         |                       |
|-------------------------|-----------------------|
| in Geesthacht bis 1987  | $0.00180 \pm 0.00002$ |
| in München              | $0.00453 \pm 0.00004$ |
| in Geesthacht seit 1989 | $0.00189 \pm 0.00004$ |

3. Die zur Erzeugung der **CsK $\alpha$** -Röntgenlinie führende Reaktion ist neben dem Zerfall



mit  $t_{1/2}(^{131}\text{Ba}) = 11.5 \text{ d}$  auch



wobei  $^{133}\text{I}$  mit einer Spaltausbeute von 6.7% erzeugt wird und eine Halbwertszeit von 20.8 h hat, die Halbwertszeit des  $^{133}\text{Cs}$  ist 5.25 d. Die Korrektur ist meßzeitpunktabhängig und um so geringer, je später gemessen wird. Für  $F_{Intf}$  ist die Mutter-Tochter-Formel mit  $^{133}\text{I}$  als Mutter- und  $^{133}\text{Xe}$  als Tochternuklid zu setzen. Der Korrekturfaktor zum ZdBc ist

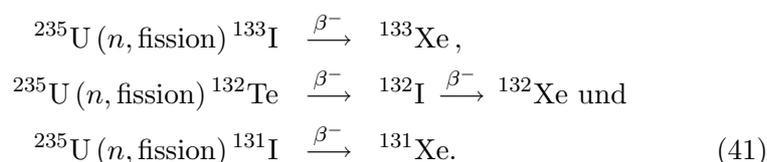
|                         |                       |
|-------------------------|-----------------------|
| in Geesthacht bis 1987  | $0.00483 \pm 0.00017$ |
| in München              | $0.0120 \pm 0.0005$   |
| in Geesthacht seit 1989 | $0.00507 \pm 0.00021$ |

Für diese Linie ergibt sich beim 1989 in Geesthacht bestrahlten Tonstandard eine Korrektur von 0.2% nach 11.6 Tagen Abklingzeit.

4. Am kompliziertesten sind die Verhältnisse bei der **XeK $\alpha$** -Röntgenlinie (29.78 keV). Neben der zum Nachweis von Ba geeigneten Reaktion



mit  $t_{1/2}(^{131}\text{Cs}) = 9.69 \text{ d}$  werden Xe-Röntgenlinien auch durch folgende Reaktionen erzeugt:



Die Halbwertszeiten sind 20.8 h für  $^{133}\text{I}$ , 76.3 h für  $^{132}\text{Te}$ , 2.8 h für  $^{132}\text{I}$  und 8.02 d für  $^{131}\text{I}$ , die Spaltausbeuten sind 4.31% für  $^{132}\text{Te}$  und 2.89% für  $^{131}\text{I}$ . Darüberhinaus wird die Linie durch die 29.96 keV- $\gamma$ -Linie des  $^{140}\text{Ba}$ , das nur durch Uranspaltung entsteht (s.(33)), interferiert. Die Korrektur ist also meßzeitpunktabhängig, da vier verschiedene Zerfallskanäle mit unterschiedlichen Zeitkonstanten zu berücksichtigen sind. Zum ZdBc wurde der Intensitätsanteil der

verschiedenen Reaktionen an der Linie über Tabellendaten errechnet (s. [Kre86]). Danach sind zu diesem Zeitpunkt 79.6% der Linienfläche in einem Uranspektrum auf die  $\gamma$ -Linie des  $^{140}\text{Ba}$  zurückzuführen, 6.2% auf  $^{131}\text{Xe}$ , 10.9% auf  $^{132}\text{Xe}$  und 3.3% auf  $^{133}\text{Xe}$ . Beim Vorrechnen zum Meßzeitpunkt wird von diesen Verhältnissen ausgegangen. Die Halbwertszeit des  $^{132}\text{I}$  wird dabei allerdings vernachlässigt, weil zur Meßzeit dieses Nuklid mit  $^{132}\text{Te}$  im radioaktiven Gleichgewicht steht. Als Korrekturfaktoren zum ZdBc wurden bisher folgende ermittelt:

|                         |                       |
|-------------------------|-----------------------|
| in Geesthacht bis 1987  | $0.00231 \pm 0.00023$ |
| in München              | $0.00281 \pm 0.00010$ |
| in Geesthacht seit 1989 | $0.00242 \pm 0.00008$ |

Mit dem letzten Wert beträgt die Korrektur eines Tonstandards nach 11.6 Tagen 1.8%, also deutlich mehr als bei der CsK $\alpha$ -Linie.

- Die Interferenz in der **TmK $\alpha_2$** -Linie vom  $^{132}\text{Te}$  (Entstehung s.(41)) wird wie alle anderen Interferenzen auch korrigiert. Als Flächenverhältnisse Np/Te zum ZdBc hat man

|                         |                     |
|-------------------------|---------------------|
| in Geesthacht bis 1987  | $0.0051 \pm 0.0006$ |
| in München              | $0.0139 \pm 0.0006$ |
| in Geesthacht seit 1989 | $0.0065 \pm 0.0001$ |

womit die Korrektur eines in Geesthacht bestrahlten Tonstandards etwa 1.4% beträgt.

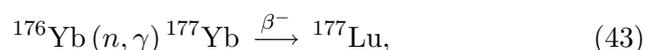
### 3.5.4 Besonders zu behandelnde Interferenzen aus $(n, \gamma)$ -Reaktionen

Auch für einige durch  $(n, \gamma)$ -Reaktionen hervorgerufene Interferenzen gibt es keine Monitorlinie des interferierenden Nuklids. In diesen Fällen wird im allgemeinen ein anderes Isotop desselben Elements als Monitor benutzt. Da die Halbwertszeiten nicht die gleichen sind, muß auch hier (23) angewendet werden. In einigen Fällen differieren die Halbwertszeiten allerdings so stark, daß der Monitor nicht mehr in allen benötigten Messungen vorhanden ist, sei es, daß er in der späten Messung 4 schon zerfallen ist, sei es, daß er in der frühen Messung 1 noch nicht "aus dem Untergrund herausgewachsen" ist. In diesen Fällen werden die bei den einzelnen Linien beschriebenen Verfahren angewendet. Folgende Linien werden abweichend von (22) korrigiert:

1. Die **Cr51**-Linie (320.0 keV) weist eine  $^{147}\text{Nd}$ -Interferenz bei 319.4 keV auf. In den Messungen 2 - 4 stehen dafür Monitorlinien zur Verfügung, nicht jedoch in Messung 1, weil die verwendbare Linie Nd147B (531.0 keV) kaum aus dem zu diesem Zeitpunkt noch sehr hohen Untergrund hervortritt. Die Interferenz wird damit über die Nd147B-Linie der Messung 4 korrigiert. Die Nd-Zählrate wird auf den Meßzeitpunkt der Messung 1 vorgerechnet, mit dem gleichen Faktor wie in Messung 4 multipliziert (z. Zt. 0.233) und von der Cr-Zählrate abgezogen. Das Verfahren liefert etwas falsche Werte, wenn die Totzeitkorrekturen nicht richtig ausgeführt sind, ist bei der Kleinheit der Korrektur ( $\sim 0.1\%$ ) aber vertretbar.
2. Die **Ba131B**-Linie (123.7 keV), die in Messung 2, 3 und 5 ausgewertet wird, wird von der stärksten Linie des  $^{154}\text{Eu}$  bei 123.1 keV interferiert. Dafür gibt es keinen geeigneten Monitor. Die Halbwertszeit des  $^{154}\text{Eu}$  beträgt allerdings 8.8 Jahre. Damit ist die Intensität seiner Linien über den hier betrachteten Zeitraum von bis zu etwa einem Monat nach dem ZdBa nahezu konstant. Dasselbe gilt für die Linien des  $^{152}\text{Eu}$  (Halbwertszeit 13.3 Jahre). Da die Isotope  $^{151}\text{Eu}$  und  $^{153}\text{Eu}$ , aus denen die genannten Nuklide hervorgehen, immer im selben Verhältnis vorhanden sein sollten, sollte das Intensitätsverhältnis von Linien des  $^{152}\text{Eu}$  zu dem von Linien des  $^{154}\text{Eu}$  zumindest während des Meßzeitraumes konstant sein. Daher dient die 121.8 keV Eu152C-Linie als Monitor für die Interferenz, das Intensitätsverhältnis beträgt 0.140 für beide Detektoren und alle Messungen<sup>33</sup>.
3.  $^{177}\text{Lu}$  entsteht nicht nur aus



sondern auch über



<sup>33</sup>Die Energiedifferenz der Linien ist so gering, daß unterschiedliche Verläufe der Efficiency-Kurven offenbar keine Rolle spielen.

wo die Halbwertszeit des  $^{177}\text{Yb}$  1.9 h beträgt.

Die Korrektur erfolgt, indem aus einer Yb-Tablette das Verhältnis von Lutetium- und Ytterbium-Linien zum ZdBc bestimmt wird. Es handelt sich dabei einmal um die  $K\alpha$ -Linien des Hf, die beim Lu-Zerfall entstehen und in Messung 5 ausgewertet werden und zum anderen um die 208.34-keV  $\gamma$ -Linie des  $^{177}\text{Lu}$ , die in den Messungen 2, 3 und 4 ausgewertet wird. Bedingt durch die jeweils bestbestimmbare dienen verschiedene Yb-Linien als Monitor:

- (a) in Messung 5 die beim Zerfall des  $^{169}\text{Yb}$  entstehende  $\text{Tm}K\alpha_1$ -Röntgenlinie bei 50.74keV, die selbst interferenzfrei ist, der Korrekturfaktor zum ZdBc beträgt für **HF KA1** 0.37, für **HF KA2** 0.62,
  - (b) in Messung 2 die 396.3 keV-Linie des  $^{175}\text{Yb}$  (Halbwertszeit 4.19 Tage) mit einem  $k$  von 0.025,
  - (c) in Messung 3 stattdessen die zu diesem Zeitpunkt bereits intensivere 63.12 keV-Linie des  $^{169}\text{Yb}$  (Halbwertszeit 32.02 Tage) mit einem  $k$  von 0.044,
  - (d) In Messung 4 schließlich wird keine Yb-Linie mehr ausgewertet. Das Verfahren läuft wie folgt ab: in Messung 2 bzw. 3 beträgt die Korrektur einen bestimmten Anteil an der Gesamtfläche der Lu-Linie. Ist die Korrektur richtig, sollte dieser Anteil zu allen Zeiten der gleiche sein, wenn man die Halbwertszeit des  $^{177}\text{Yb}$  vernachlässigt. Daher wird bei Messung 4 der gleiche Anteil von der Lu-Linie abgezogen wie bei Messung 2, ist diese nicht gerechnet worden, der gleiche wie bei Messung 3. Falls beide Messungen nicht vorher ausgewertet wurden, wird auf die Korrektur verzichtet.
4. Die **Lu177**-Linie weist zusätzlich noch eine Interferenz durch eine Linie des  $^{239}\text{Np}$  (209.0 keV) auf. Während die Korrektur in den Messungen 2 und 3 wegen der dort vorhandenen  $\text{Np}239\text{C}$ -Linie nach (22) erfolgen kann, muß für die Messung 4, wo keine ausreichenden Monitorlinien mehr existieren, wie eine Spaltkorrektur gerechnet werden. Als Faktor  $k$  zum ZdBc erhält man  $0.048 \pm 0.005$  bezogen auf die  $\text{Np}239\text{C}$ -Linie im ETEC-Detektor. Diese Korrektur allerdings ist nicht vom Reaktor abhängig, weil Monitor- und interferierendes Nuklid gleich sind. Beim Tonstandard beträgt sie nach 21.7 Tagen aber noch 1.1%.
5. Die 145.44 keV-Linie des  $^{141}\text{Ce}$  wird (unter anderem) auch von einer Linie des  $^{175}\text{Yb}$  (144.8 keV) interferiert. Während in Messung 2 ein Monitor (Yb175A, s. o.) zur Verfügung steht und die Interferenz in Messung 4 vernachlässigt wird<sup>34</sup>, wird die Interferenz in Messung 3 über die Yb169B-Linie und (23) korrigiert,  $k$  beträgt 0.228, die Korrektur nach 17 Tagen beim Tonstandard noch 0.3%.

---

<sup>34</sup>Die Halbwertszeiten von  $^{141}\text{Ce}$  und  $^{175}\text{Yb}$  betragen 32.5 bzw. 4.19 Tage.

### 3.5.5 Summenlinien

Neben den normalen spektralen und reaktionsbedingten Interferenzen treten auch solche auf, die dadurch entstehen, daß die Meßapparatur zwei dicht nacheinander in den Detektor einfallende  $\gamma$ -Quanten zeitlich nicht aufgelöst und als ein Quant registriert, mit einer Energie, die der Summe der Energien der einzelnen Quanten entspricht. Passiert das genügend oft, wird bei dieser Energie eine Linie sichtbar. Dabei kann es sich sowohl um Summenlinien zufälliger Koinzidenzen handeln (diese werden dann in der Regel aus den stärksten in einem Spektrum sichtbaren Linien gebildet) als auch um solche echter Koinzidenzen, die dadurch zustande kommen, daß zwei Kernniveau-Übergänge oder ein Kernniveau-Übergang gefolgt von der Emission eines Röntgenquants in Koinzidenz und zeitlich so dicht hintereinander erfolgen, daß die Apparatur die Quanten zeitlich zu trennen nicht mehr in der Lage ist.

Für zufällige Koinzidenzen gilt (s. [Jen81])

$$\dot{I}_S = \frac{\dot{I}_a \dot{I}_b (\tau(E_a) + \tau(E_b))}{1 + \delta_{ab}}, \quad (44)$$

wo  $\dot{I}_S$  die Intensität der Summenlinie,  $\dot{I}_a$  und  $\dot{I}_b$  die Intensitäten der Einzellinien,  $\tau$  die Auflösungszeit der Apparatur für die jeweilige Energie und  $\delta$  das Kroneckersymbol sind. Bei echten Koinzidenzen dagegen ist

$$\dot{I}_S = \kappa \dot{I}_a, \quad (45)$$

mit  $\dot{I}_a$  als Intensität einer der Einzellinien und  $\kappa$  als einem phänomenologisch zu bestimmenden Faktor wie  $k$  in (22).

Aufgrund hoher Efficiency und großer Zählrate müssen zufällige Koinzidenzen bei mit dem ETEC-Detektor aufgenommenen Messung 2-Spektren berücksichtigt werden. Die ermittelten Korrekturfaktoren sind (s. [Lew88]):

| Linie 1 |            | Linie 2 |             | gest. Linie               | Korrektur |
|---------|------------|---------|-------------|---------------------------|-----------|
| Eu KA1  | (41.5 keV) | Nd147A  | (91.1 keV)  | <b>Hf181A</b> (133.0 keV) | 0.08%     |
| Eu KA1  | (41.5 keV) | U KA1   | (98.5 keV)  | <b>Tc99M</b> (140.5 keV)  | 1.16%     |
| Eu KB1  | (47.0 keV) | Eu KB1  | (47.0 keV)  | <b>U KA2</b> (94.6 keV)   | 0.12%     |
| Eu KB1  | (41.5 keV) | CE141B  | (145.4 keV) | <b>Fe59D</b> (192.3 keV)  | 0.38%     |

Als Auflösungszeit  $\tau$  wird (s. [Lew88]) für Energien  $< 50$  keV 1.3  $\mu$ sec und für Energien  $> 50$  keV 1  $\mu$ sec angenommen. Die Korrekturwerte beziehen sich auf ein Tonstandardspektrum (L010M24) in Messung 2 7.4 Tage nach den ZdBc.

Echte Koinzidenzen werden bei folgenden Linien festgestellt:

- W  $K\alpha_1$  (59.32 keV) und  $\gamma$ -Linie des  $^{182}\text{Ta}$  bei 100.10 keV interferieren die  $^{47}\text{Sb}$ -Linie (159.4 keV). Monitor: Ta182D (67.75 keV),  $\kappa = 0.00145$  für ETEC, bei XNAA und GF vernachlässigt.
- Eu  $K\alpha_1$  (41.5 keV) und Sm153A (103.2 keV) interferieren **Ce141B** (145.4 keV). Monitor: Sm153A,  $\kappa = 0.0074$  für ETEC und 0.0022 für XNAA, bei GF (Messung 4) vernachlässigt.

- $\gamma$ -Linien des  $^{82}\text{Br}$  von 554.4 keV und 776.5 keV interferieren **Co60B** (1332.5 keV). Monitor: Br82 (776.5 keV),  $\kappa = 0.012$ .
- $\gamma$ -Linien des  $^{82}\text{Br}$  von 554.4 keV und 619.5 keV interferieren **Co60A** (1173.2 keV). Monitor: Br82 (776.5 keV),  $\kappa = 0.011$ .

Beide Br-Interferenzen ( $t_{1/2}(^{82}\text{Br}) = 1.473 \text{ d}$ ) werden nur in Messung 1 berücksichtigt, während die Co-Bestimmung hauptsächlich über Messung 4 erfolgt, die in Messung 1 ermittelten Konzentrationswerte dienen nur der Kontrolle.

Die zu berücksichtigenden zufälligen Koinzidenzen werden immer auch durch ein Röntgenquant gebildet. Daher ist es vorteilhaft, durch Absorber den niederenergetischen Teil des Spektrums gegen den hochenergetischen möglichst zu unterdrücken, um so insbesondere die Intensität der EuK-Röntgenlinien herabzusetzen, die in den Messung 2- und 3-Spektren die stärksten Linien überhaupt sind.

### 3.5.6 Vom Raumuntergrund verursachte Interferenzen

Außer den Störungen durch in der Probe enthaltene Elemente müssen in Einzelfällen auch solche berücksichtigt werden, die aus der natürlichen Untergrundstrahlung (insbesondere aus dem Beton der Wände) stammen. Prominentestes Beispiel ist die sogar noch gut auswertbare Linie des  $^{40}\text{K}$  bei 1460 keV. Durch Untergrundstrahlung nachweisbar betroffen sind die Linien des  $^{60}\text{Co}$  sowie die in Messung 1 ausgewertete Linie der 511-keV Vernichtungsstrahlung (**Cu64**) und über eine Linie des aus der  $^{238}\text{U}$ -Zerfallsreihe stammenden  $^{214}\text{Bi}$  (1120.4 keV) auch die **Sc46B**-Linie. Hier sind die abgezogenen Zählraten pro Zeiteinheit einfach konstant. Sie haben folgende Werte:

| Linie |              | Interferenz                    | Zählrate [1/min] |
|-------|--------------|--------------------------------|------------------|
| Cu64  | (511.0 keV)  | verschiedene                   | $11.52 \pm 0.21$ |
| Sc46B | (1120.5 keV) | $^{214}\text{Bi}$ (1120.4 keV) | $5.40 \pm 0.11$  |
| Co60A | (1173.2 keV) | selbst                         | $2.22 \pm 0.10$  |
| Co60B | (1332.5 keV) | selbst                         | $2.22 \pm 0.08$  |

### 3.6 Folienkorrektur

Wie bereits oben erwähnt, besteht eine Proben-tablette nicht nur aus dem eigentlichen Probenmaterial, sondern auch noch aus Bindemittel und der Aluminium-Verpackungsfolie. Die ermittelten Zählraten rühren deshalb nicht allein vom Probenmaterial, sondern auch vom Avicel und der Folie her. Dies wird bei der Konzentrationsbestimmung berücksichtigt, indem eine nur aus Folie und Bindemittel bestehende Al-Avicel-Tablette mit bestrahlt und vermessen wird. Die erhaltenen Zählraten dieser Probe werden auf die Meßzeitpunkte der anderen Proben umgerechnet und von deren Zählraten subtrahiert (siehe [Bue84]).

Vorausgesetzt wird dabei, daß sowohl die Aluminiumfolie wie auch das Avicel dermaßen homogen sind, daß der Elementgehalt von Aluminiumfolie und Bindemittel in allen Proben (zumindest einer Meßreihe) gleich ist. Da die Korrektur für die allermeisten Nuklide im Prozentbereich liegt, ruft in der Regel eine Abweichung selbst um einen Faktor 2 noch keine systematischen Fehler hervor. Kritisch allerdings sind Verunreinigungen, die während des Tablettenherstellungsganges ins Material einer einzelnen Tablette gelangen. Diese sind bei Proben-tabletten nicht zu erkennen<sup>35</sup>. Für die Tonstandardtablets greift das in Kap. 3.7.3 beschriebene Verfahren, für die Calciumtablets spielen ohnehin nur die von Ca erzeugten Linien eine Rolle. Besonders kritisch ist aber eine nicht erkannte Verunreinigung der Al-Avicel-Tablette: die Zählrate einer Linie kann bis um das hundertfache gegenüber einer "normalen" Al-Avicel-tablette erhöht sein. *Dieser viel zu hohe Wert wird dann von allen Probenspektren abgezogen, obwohl deren Bindemittel und Folie in Ordnung sind.* Ein derartiger Fehler wird bei Keramik-Reihenuntersuchungen vielleicht noch an der Absenkung eines Elementgehaltes für eine ganze Scherben-gruppe erkannt, bei Proben jedoch, für die keine bekannten Vergleichswerte vorliegen, kann ein derartiger Fehler zu falschen Schlüssen aus den Analyseergebnissen führen. Eine Überprüfung der Leertablette kann auf zwei Arten geschehen:

1. Durch Vergleich mit den Zählraten der  $\text{CaCO}_3$ -Tablets. Ist das  $\text{CaCO}_3$  sauber, so sollten die Zählraten aller nicht von Ca herrührenden Linien in  $\text{CaCO}_3$ - und Leertablette übereinstimmen. Allerdings ist diese "Sauberkeit" i. a. genausowenig gegeben wie die des Avicel oder der Folie.
2. Durch Bestimmen von "mittleren Zählraten" der Folie zum ZdBc aus mehreren Meßreihen. Weicht die ermittelte Linienfläche davon zu stark nach oben ab, so deutet dies auf Verunreinigung hin. Dieses Verfahren setzt allerdings voraus, daß der mittlere Neutronenfluß in jeder

---

<sup>35</sup>Bei Reihenuntersuchungen von Keramik sind Verunreinigungen, die sich nur auf ein oder zwei vermessene Elemente beziehen, manchmal daran zu erkennen, daß zwei sonst gleich analysierende Proben sich in der betreffenden Elementkonzentration auffallend unterscheiden. In diesem Fall kann – falls nicht das gesamte einer Scherbe entnommene Probenpulver schon bei der Entnahme verunreinigt wurde – durch eine Wiederholungsmessung mit anderem Pulver der gleichen Scherbe die fehlerhafte Konzentration noch berichtigt werden.

Bestrahlung ungefähr gleich ist. Stark erhöhter Fluß kann Verunreinigungen in *allen* Elementen vortäuschen.

Installiert wurde das zweite Verfahren, da sonst mögliche Verunreinigungen in den  $\text{CaCO}_3$ -Tabletten eine fehlerhafte Diagnose der Kontrolle hervorrufen können. Außerdem kann nur so eine alle Proben betreffende *starke* Verunreinigung des Bindemittels mit einem Element aufgespürt werden. Die aus den Meßreihen T017 und L001–L010 phänomenologisch gewonnenen maximalen ZdB-Werte sind im Anhang B aufgeführt. Überschreitet der ZdB-Wert der Folie diesen außerhalb seiner Fehlergrenzen, erfolgt eine Warnung. Dann bestehen in einem erneuten Programmdurchlauf drei Möglichkeiten, auf die Meldung zu reagieren:

1. Ist die Überschreitung nur gering und macht die Folienkorrektur in der entsprechenden Linie ohnehin nicht viel aus, so kann auf weitere Maßnahmen verzichtet werden, die Korrektur erfolgt mit dem etwas zu großen Wert. Dabei sollte bedacht werden, daß auch die anderen Proben eventuell in eine Folie mit dieser kleinen Verunreinigung eingepackt sein können, so daß die Korrektur sogar in dieser Größe notwendig ist.
2. Wenn die Überschreitung groß ist, der Wert der Ca-Tabletten aber innerhalb des erlaubten Rahmens liegt, deutet dies auf eine Verunreinigung nur der Leertablette hin. In diesem Fall ist es möglich, die Korrektur der betreffenden Linie über eine der Ca-Tabletten erfolgen zu lassen.
3. Sind auch die Ca-Tabletten verunreinigt, so kann ggf. auf eine Korrektur der entsprechenden Linie ganz verzichtet werden, wenn die Zählrate in der Folie im Regelfall klein gegen die tatsächliche Zählrate ist. Man muß sich aber darüber im klaren sein, daß dann etwaige Verunreinigungen auch in den Proben *nicht* mit korrigiert werden, das Verfahren kann aber angewendet werden, wenn sich herausstellt, das ein weitgehend homogener Probensatz nur aufgrund einer überhöhten Folienkorrektur in der Konzentration eines Elementes von einem anderen Konzentrationsmuster abweicht<sup>36</sup>.

---

<sup>36</sup>Ein Beispiel dafür ist der Meßzyklus L009 mit einigen Keramikproben, deren Konzentrationen in allen Elementen bis auf Nd mit einer bestehenden Referenzgruppe übereinstimmen. Der Nd-Wert war abgesenkt, weil in der Folie statt der üblichen 2 – 3 Zerfälle/min zum ZdB plötzlich über 300 gemessen wurden. Auch die Ca-Tabletten zeigten diese Abweichung, nach Abschalten der Folienkorrektur glichen sich die Werte der Proben aber an die bisher ermittelten an.

## 3.7 Konzentrationsbestimmung

### 3.7.1 Grundsätzliches

Ist die Zählrate einer Linie  $i$  des aus dem natürlichen Isotop  $m$  entstandenen Nuklids frei von irgendwelchen Störungen, bzw. sind diese korrigiert, so gilt zum Meßzeitpunkt  $t$  (s. [Mom87]):

$$\dot{I}_{i,m}(t) = W_i \cdot A_i \cdot N_m \cdot T_m \cdot E_m \cdot D_m, \quad (46)$$

wo

$W_i =$   $\gamma$ -Ausbeute der Linie  $i$  pro Zerfall (in %)

$A_i =$   $\epsilon_i(1 - t_{tot})d\Omega/4\pi$   
apparative Nachweiswahrscheinlichkeit für ein Quant der Linie  $i$ .

$\epsilon_i =$  (Efficiency des Detektors für Quanten der Linie  $i$ )  
mal (durchgelassener Strahlungsanteil von zwischen Probe und Detektor befindlichem Material)

$t_{tot} =$  Elektroniktotzeit in %

$d\Omega/4\pi =$  Raumwinkelfaktor

$N_m =$   $\int \Phi_n(E_n)\sigma_m(E_n) dE_n$   
Reaktionsrate pro Kern des Isotops  $m$

$\Phi_n(E_n) =$  Neutronenfluß pro Fläche und Zeit

$\sigma_m(E_n) =$  Neutronenreaktionsquerschnitt des Nuklids  $m$

$E_n =$  Neutronenenergie

$T_m =$   $1 - e^{-\lambda_m t_B}$   
Bestrahlungszeitfaktor

$\lambda_m =$  Zerfallskonstante des aus dem Isotop  $m$  erzeugten Nuklids

$t_B =$  Bestrahlungszeit

$E_m =$   $NW f_m K/M$   
Zahl der Kerne des Isotops  $m$  in der Probe

$N =$  Avogadrokonstante

$W =$  Probengewicht

$f_m =$  relativer Anteil des Isotops  $m$  im natürlichen Isotopengemisch des betrachteten Elementes

$K =$  Gewichtskonzentration des betrachteten Elementes in der Probe

$M =$  Atomgewicht des betrachteten Elementes

$D_m =$  Zerfallsfaktor, um vom Bestrahlungsende auf die Meßzeit umzurechnen. Die genauere Bestimmung erfolgt in Kap. 3.7.2.

Mit (46) kann der Konzentrationsgehalt eines Elementes bestimmt werden, wenn alle anderen Parameter bekannt sind. Wird aber ein Standard mit bekannter Zusammensetzung dem gleichen Neutronenfluß ausgesetzt und in der gleichen Meßapparatur vermessen, so gilt für ihn ebenfalls (46). Da seine Elementkonzentration bekannt ist, fallen durch Division alle möglicherweise nur ungenau bekannten Parameter heraus und man erhält nach Rückrechnung der Zählraten auf einen gemeinsamen Zeitpunkt (i. a. ZdB<sub>e</sub>) für ein Element:

$$K_{\text{Probe}} = \frac{\dot{I}_{\text{Probe}}}{\dot{I}_{\text{Standard}}} \cdot K_{\text{Standard}} \quad (47)$$

Dabei ist zu beachten, daß auch das gleiche Gewicht von Proben und Standards gefordert wird. Aus diesem Grund werden alle Zählraten auf eine Zählrate bei einem Probengewicht von 100 mg normiert, was voraussetzt, daß das Probengewicht exakt bekannt ist. Nach diesem Verfahren werden die allermeisten Elemente bestimmt. Bei einigen im Tonstandard in nicht genügender Menge enthaltenen Elementen wird allerdings anders verfahren (s. u.).

### 3.7.2 Abklingfaktoren

Im Regelfall wird die  $\gamma$ -Linie  $i$  beim Zerfall des aus  $m$  durch  $(n, \gamma)$ -Reaktion hervorgegangenen Nuklids erzeugt. Dann gilt

$$D_m = e^{-\lambda t} \quad (48)$$

mit  $t$  der zwischen Bestrahlung und Messung verflossenen Zeit und  $\lambda$  als Zerfallskonstante des erzeugten Nuklids.  $t$  ist dabei die Zeit, zu der genau die Hälfte der während der gesamten Meßzeit zerfallenden Kerne des betreffenden Nuklids noch vorhanden sind, und es ist

$$t = t_{\text{Meßbeginn}} + \frac{\ln 2 - \ln(1 + e^{-\lambda t_{\text{Meßzeit}}})}{\lambda}. \quad (49)$$

Diese Formel wird für alle einfachen Zerfälle verwendet. Liegt ein Mutter-Tochter-Zerfall vor und wird das Tochternuklid vermessen, so gilt für dessen Zerfallsfaktor

$$D_m = \frac{\lambda_{\text{To}}}{\lambda_{\text{To}} - \lambda_{\text{Mu}}} (e^{-\lambda_{\text{Mu}} t} - e^{-\lambda_{\text{To}} t}) + \alpha e^{\lambda_{\text{To}} t}, \quad (50)$$

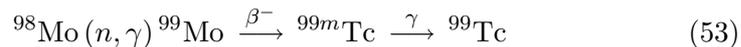
wenn alle Kerne des Tochternuklids nur aus dem Mutternuklid und nicht auch direkt über eine  $(n, \gamma)$ -Reaktion entstehen. Die nuklearen Konstanten und die Elementkonzentration beziehen sich dabei auf den Ausgangskern für das Mutternuklid. Entsteht das Tochternuklid auch direkt, so muß zu (46) noch ein zweiter Summand mit den Ausgangsgrößen für die zweite Bildungsreaktion und (48) hinzugefügt werden. In (50) ist  $t$  die über die Messung gemittelte Abklingzeit, die hier aber mit

$$t = t_{\text{Meßbeginn}} + \frac{1}{2} t_{\text{Meßzeit}} \quad (51)$$

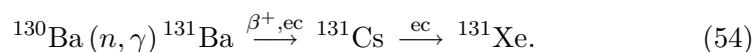
genähert wird, der gemachte Fehler ist vernachlässigbar<sup>37</sup>.  $\alpha$  ist das Verhältnis der Aktivitäten von Tochter- und Mutterkern zum ZdB und gegeben durch

$$\alpha = \frac{\lambda_{\text{To}}}{\lambda_{\text{To}} - \lambda_{\text{Mu}}} - \frac{\lambda_{\text{Mu}}}{\lambda_{\text{To}} - \lambda_{\text{Mu}}} \frac{1 - e^{-\lambda_{\text{To}} t_B}}{1 - e^{-\lambda_{\text{Mu}} t_B}} \quad (52)$$

Mutter-Tochter-Zerfälle müssen beim Nachweis des <sup>98</sup>Mo berücksichtigt werden, das über



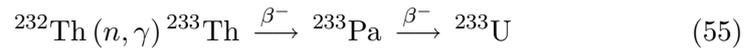
zerfällt und bei dem die 140.5 keV-Linie des <sup>99m</sup>Tc vermessen wird, sowie beim Nachweis von Ba über die XeK $\alpha$ -Röntgenlinien:



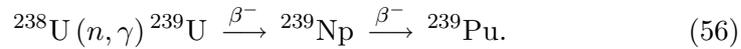
Die Halbwertszeiten betragen 66 h für <sup>99</sup>Mo, 6.02 h für <sup>99m</sup>Tc, 11.5 d für <sup>131</sup>Ba und 9.69 d für <sup>131</sup>Cs. Weitere Mutter-Tochter-Zerfälle spielen bei der

<sup>37</sup>Das gilt auch in (48), aber dort ist die effektive Zerfallszeit im Gegensatz zu (50) analytisch exakt zu bestimmen.

Calcium-Titan-Bestimmung (s. Kap. 3.5.2) und bei einigen Spaltungskorrekturen, insbesondere bei Lanthan eine Rolle (s. Kap. 3.5.3). Nach (48) berechnet werden Tochteraktivitäten, deren Mutterkerne eine vernachlässigbare Lebensdauer bezogen auf den Meßzeitpunkt haben. Dies gilt insbesondere für den Nachweis von Thorium, das über



zerfällt ( $t_{1/2}({}^{233}\text{Th}) = 22.3 \text{ min}$ ,  $t_{1/2}({}^{233}\text{Pa}) = 26.96 \text{ d}$ ), und dessen Nachweis über die  $\gamma$ -Linien des Pa und die  $K\alpha$ -Röntgenlinien des U erfolgt, und für  ${}^{238}\text{U}$  mit der Reaktions- und Zerfallskette



Die Halbwertszeiten betragen dabei 23.6 min für  ${}^{239}\text{U}$  und 2.35 d für  ${}^{239}\text{Np}$ , dessen Linien nachgewiesen werden. Auch bei der aus der 25.66 keV-Linie des  ${}^{161}\text{Tb}$  gewonnenen Gd-Konzentration wird in der Reaktionskette



die Halbwertszeit des  ${}^{161}\text{Gd}$  (3.6 min) gegen die des  ${}^{161}\text{Tb}$  (6.9 d) vernachlässigt.

### 3.7.3 Die Vergleichsstandards

Als Vergleich dient ein spezieller Tonstandard, der bereits bei [Per69] angegeben wird, und der mit einigen zusätzlichen Dotierungen übernommen wurde. Vier der Standardproben werden in jedem Meßzyklus mitbestrahlt (s. o.) und genauso wie die Proben vermessen. Die auf den ZdB rückgerechneten Zählraten werden in (47) verwendet, wobei vorher über die Zählraten der vier Standards gemittelt wird. An dieser Stelle können sich systematische Fehler einschleichen, wenn einer oder mehrere der Standards während der Herstellung verunreinigt wurden. Aus diesem Grund werden die Inhomogenitäten in den Standardkonzentrationen<sup>38</sup> berechnet und mit den statistischen Meßfehlern verglichen. Ist die natürliche Inhomogenität des Standards vernachlässigbar, so sollten die ermittelten Inhomogenitäten zumindest nicht größer als die Meßfehler sein. Wie [Web85] ermittelt, liegt die Inhomogenität im Tonstandard jedoch bei etwa 2%, was größer ist als der Meßfehler einiger gut auszuwertender Linien. Deshalb muß die Überwachung etwas modifiziert werden und läuft für eine Linie folgendermaßen ab:

1. Der Mittelwert  $\bar{K}$  und die Standardabweichung  $\sigma_K$  der vier Standards werden berechnet. Dabei werden die Meßwerte *nicht* mit ihren Fehlern gewichtet, weil so auch Ausreißer mit großem Fehler bei schlechter Statistik eine größere Abweichung hervorrufen und dadurch auffallen<sup>39</sup>.
2. Der mittlere Fehler der vier Meßwerte  $\Delta\bar{K}$  wird bestimmt.
3. Die Standardabweichung wird entweder mit dem mittleren Fehler, multipliziert mit einem phänomenologisch bestimmten Faktor FEHLFAK, verglichen oder mit einem Maximalwert der Standardabweichung SAMAX. (Welche der beiden Optionen durchgeführt wird, hängt ebenso wie der Zahlenwert von FEHLFAK und SAMAX von der Linie ab, die Optionen und die Zahlenwerte finden sich im Anhang B.)

4. Gilt

$$\sigma_K > \Delta\bar{K} \cdot \text{FEHLFAK} \quad (58)$$

oder

$$\sigma_K > \text{SAMAX} \quad (59)$$

(je nach Option), so erfolgt eine Warnung. Darüber hinaus wird der am meisten abweichende Wert aus der Rechnung herausgenommen und diese solange wiederholt, bis entweder nur noch drei Standards übrig sind oder die Standardabweichung der geforderten Bedingung genügt. (Das Verfahren ist also nicht auf vier Standards beschränkt.)

Die Warnungen werden zusammen mit den berechneten vorläufigen Konzentrationen der Tonstandards in eine Protokolldatei geschrieben. Es empfiehlt sich, vor einer endgültigen Auswertung diese Datei durchzugehen. Zeigen

---

<sup>38</sup>Die vorläufigen Konzentrationen der Standards werden berechnet, indem der zuerst gerechnete Standard mit seiner Zählrate die Rolle des Standards in (47) übernimmt, die nachfolgenden Standards werden dabei wie Proben behandelt.

<sup>39</sup>Sind die Standards homogen, sollten auch die Fehler etwa gleich sein.

einige Standards große Abweichungen gegenüber den anderen, gibt es die Möglichkeit, einzelne Elemente (max. 10) oder die ganze Tablette bei weiteren Auswertungen in der Mittelung nicht mehr zu berücksichtigen. Manchmal zeigen sich nur geringe Abweichungen einzelner Konzentrationen, diese sind dann i. a. auf Wägefehler zurückzuführen, und der Wert wird auch in der weiteren Auswertung noch mit berücksichtigt.

Große Abweichungen einzelner Standardtabletten deuten auf Bestrahlungsinhomogenitäten hin, große Abweichungen nur bei einer Messung auf falsche Totzeitkorrektur. In solchen Fällen bleibt es der Entscheidung des Bedieners überlassen, welche Maßnahmen zu ergreifen sind. Im ersten Fall folgt aus einer Bestrahlungsinhomogenität des Standards eine solche der gesamten Säule, entweder rechnet man dann diese Säule nur gegen diesen Standard (evtl. unter Verzicht auf Folienkorrektur) oder man vermerkt bei den ermittelten Konzentrationen, daß eine Absolutbestimmung nicht erfolgt ist (relativ zueinander sind die Konzentrationswerte immer noch richtig, für Keramikproben ist dies i. a. für eine Herkunftsbestimmung sogar ausreichend, s. [Mom88]). Im zweiten Fall wählt man entweder eine andere Form der Totzeitkorrektur (s. o. ) oder man läßt entsprechende Messung des entsprechenden Standards weg. Fehlerhafte Totzeitkorrekturen sollten aber immer auf ihren Grund hin überprüft werden, da sie – unbemerkt – auch bei Proben auftauchen können.

### 3.7.4 Sonderfälle bei der Konzentrationsbestimmung

Für die Ca-Konzentration dienen nicht die Tonstandards, sondern die mitbestrahlten  $\text{CaCO}_3$ -Tabletten als Vergleichsmaterial, weil in den Tonstandards Ca nicht in ausreichender Menge vorhanden ist, um einen Konzentrationswert mit einem genügend kleinen ( $< 10\%$ ) Fehler zu liefern. Dies gilt auch für die Elemente Se (ausgewertete Linie des  $^{75}\text{Se}$  bei 264.62 keV), Zr (ausgewertete Linie des  $^{95}\text{Zr}$  bei 756.7 keV), Au (ausgewertete Linie des  $^{198}\text{Au}$  bei 411.8 keV) und Pr (ausgewertete Linie des  $^{142}\text{Pr}$  bei 1575.9 keV), die zum jeweiligen Meßzeitpunkt (Au und Pr in Messung 1, Zr und Se in Messung 4) in Tonstandard-Spektren nur schwache Linien hervorrufen. Die Konzentration dieser Elemente erhält man dann, indem man mit einer stärkeren Linie den Neutronenfluß  $\Phi_n$  bestimmt und diesen in (46) einsetzt. Die gesuchte Elementkonzentration  $K_{\text{unb}}$  läßt sich dann berechnen (die Indices beziehen sich auf unbekannte und Monitorkonzentration) zu:

$$K_{\text{unb}}[\text{ppm}] = RV \cdot K_{\text{Moni}}[\text{ppm}] \quad (60)$$

mit

$$RV = \frac{\dot{I}_{\text{unb}}(\text{ZdBe}) (1 - e^{-\lambda_{\text{unb}}t}) M_{\text{unb}} f_{\text{Moni}} W_{i, \text{Moni}} \epsilon_{i, \text{Moni}} \sigma_{\text{Moni}}}{\dot{I}_{\text{Mon}}(\text{ZdBe}) (1 - e^{-\lambda_{\text{unb}}t}) M_{\text{Moni}} f_{\text{unb}} W_{i, \text{unb}} \epsilon_{i, \text{unb}} \sigma_{\text{unb}}} \quad (61)$$

Die Werte für  $\sigma$  werden dabei bestimmt aus  $\sigma_{\text{therm}} + \frac{1}{50} \sigma_{\text{epitherm}}$  (der Faktor  $\frac{1}{50}$  gibt näherungsweise das Verhältnis epithermischen zu thermischen Neutronenfluß an). Für eine 3-stündige Bestrahlung erhält man die Faktoren

| Linie | Monitor | $RV$   |
|-------|---------|--------|
| Se75  | Sc46B   | 1400   |
| Zr95  | Sc46B   | 104400 |
| Au198 | Sc46A   | 2.882  |
| Au198 | La140B  | 2.030  |
| Pr142 | Sc46A   | 647.9  |

(Bei Au wird jeweils der intensivere der beiden Monitore ausgewählt.)

### 3.7.5 Kontrolle der ermittelten Konzentrationen innerhalb einer Probe

Die Konzentrationen der meisten Elemente werden aus nicht nur einer Linie bestimmt (wenn es mehr als eine auswertbare Linie gibt). Zudem wird diese Linie oft in mehreren Messungen und somit auch zu mehreren Zeitpunkten ausgewertet. Als entgültiges Konzentrationsresultat wird allerdings nicht der Mittelwert der Konzentrationswerte gebildet, sondern es wird der “verlässlichste” Konzentrationswert genommen, d. h. der aus einer Linie mit möglichst wenig Interferenzen und möglichst kleinem statistischen Fehler bestimmte Wert (i. a. ein Messung 4-Wert, dessen interferierende Linien, wenn vorhanden, von kurzlebigeren Nukliden gebildet werden). Die anderen Werte dienen nur der Kontrolle und, falls der regulär beste Wert ausfällt oder gestört ist, als Ersatz. Allerdings werden auch die Interferenzen der Ersatzwerte möglichst gut berücksichtigt. Die Gesamtmenge aller ermittelten Konzentrationswerte für eine Probe wird auf einer Seite zusammengestellt in Verbindung mit ihren Fehlern. Eine schnelle visuelle Überprüfung der einzelnen Werte (und einer eventuellen möglichen Abweichung durch falsche Integration, nicht berücksichtigte Interferenzen oder fehlerhafte Totzeitkorrektur) wird durch folgendes Verfahren ermöglicht:

1. Es wird die Abweichung der Konzentrationswerte zwischen dem “verlässlichsten Wert” (gekennzeichnet durch \*) und jedem anderen Wert des gleichen Elements, ihr Fehler und die prozentuale Abweichung, bezogen auf den “verlässlichsten Wert”, bestimmt:

$$A_i = |K_* - K_i| \quad (62)$$

$$\Delta A_i = \sqrt{\Delta K_*^2 + \Delta K_i^2} \quad (63)$$

$$A_{\%,i} = A_i / K_* \quad (64)$$

2. Gilt gleichzeitig

$$A_i > 2.5\Delta A_i \quad (65)$$

und

$$A_{\%,i} > 4\%, \quad (66)$$

so wird der ermittelte Konzentrationswert als Ausreißer betrachtet. In der Zusammenstellung der Konzentrationswerte werden solche Ausreißer unterstrichen und sind somit in jeder Probe visuell leicht zu erkennen (ein Beispiel dazu ist die Tabelle 25 im Anhang F).

3. Um Linien, die insgesamt “unsauber” sind, d. h. oft unterstrichen werden, leicht herausfinden zu können, wird am Ende der Auswertung eine Ausreißer-Statistik produziert, aus der hervorgeht, welche Linien wie oft unterstrichen wurden und bei welcher Probe die Abweichung der betreffenden Linie am größten war (Beispiel: Anhang F, Tabelle 26).

Das beschriebene Verfahren gestattet zum einen, Unregelmäßigkeiten insbesondere bei einzelnen Keramikproben auf die Spur zu kommen, wenn die Konzentrationsübersicht nur einer Probe herangezogen wird, zum anderen

aber auch, bei von Keramik stark verschiedenen Probensätzen Linien mit bisher nicht berücksichtigten Interferenzen auf die Spur zu kommen. Diese sind dann besonders oft unterstrichen, treten in der Ausreißer-Statistik hervor, und durch die Angabe der Probe mit der größten Abweichung läßt sich eventuell eine Koinzidenz mit einem erhöhten Gehalt eines anderen Elementes feststellen, so daß auch bei in Tabellenwerken nicht enthaltenen Linien (z. B. Summenlinien) die Aufmerksamkeit in die richtige Richtung gelenkt wird<sup>40</sup>. Andererseits können oft unterstrichene Linien eines Elementes auch darauf hindeuten, daß mit der Referenzlinie selbst etwas nicht in Ordnung ist, wenn *alle* Linien eines Elementes (abgesehen von der Referenzlinie) als Ausreißer gemeldet werden. Tritt dies bei einer einzelnen Referenzlinie auf, ist Vorsicht geboten (ggf. die Referenzlinie wechseln), tritt es bei fast allen Referenzlinien, die aus einer Messung kommen, auf, ist entweder die Totzeitkorrektur des entsprechenden Spektrums falsch oder, wenn noch dazu viele Proben betroffen sind, die der Standards. Außer der Totzeitkorrektur kann auch bei der Aufnahme eines Spektrums etwas schiefgegangen sein (Probe nicht in richtiger Meßposition), in diesem Fall können die Meßprotokolle einen Hinweis geben (s. [Kre84] und [Die89]).

---

<sup>40</sup>Auf diese Art wurde eine bisher nicht berücksichtigte Interferenz des <sup>175</sup>Yb (144.8 keV) in der Ce141B-Linie (145.4 keV) entdeckt, die beim Tonstandard nach 8 Tagen immerhin noch 3% ausmacht. Die auf die Spur führende Probe, eine Keramikscherbe von der Insel Lemnos, enthielt etwa 60 ppm Yb statt der im Tonstandard enthaltenen 2.8 ppm.

## 4 Auswerteabhängige Korrekturen

Die Methode des Aufsummierens von Kanälen birgt gegenüber der Linienflächenbestimmung durch eine Kurvenanpassung zwei systematische Fehler in der Größenordnung Prozent, deren Korrektur hier beschrieben wird.

### 4.1 Linienpositionskorrektur

Der erste dieser Fehler liegt begründet in einer leichten Verschiebung der Linienpositionen von einem Spektrum zum anderen und läßt sich nur bei absolut stabiler Verstärkung<sup>41</sup> vermeiden. Ist dies nicht der Fall, kommt folgender Effekt zustande:

Durch das Aufsummieren einer begrenzten Anzahl von Kanälen wird die Fläche einer gaußförmigen Glockenkurve nicht vollständig erfaßt; werden beispielsweise bei einer Gaußlinie mit einer Halbwertsbreite (*HWB*) von 4 Kanälen nur die 6 Kanäle mit den größten Inhalten aufsummiert, so erfaßt man nur eine Fläche  $F$ , für die gilt:

$$F = \frac{F_0}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} \int_{x_0-0.75 HWB}^{x_0+0.75 HWB} e^{-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma^2}} dx < F_0, \quad (67)$$

$F_0$  ist dabei die Gesamtfläche der Linie,  $x_0$  ihre Position und  $\sigma$  die Standardabweichung, die mit der Halbwertsbreite über  $HWB = \sqrt{8 \ln 2} \sigma$  zusammenhängt.

Formel (67) gilt allerdings nur, wenn die integrierte Linie *symmetrisch zu den Integrationsmarken* liegt, die Vorschrift *“Summiere die 6 Kanäle um das Maximum herum, die die größten Einträge haben.”* führt auch dann noch zur Summation der gleichen 6 Kanäle, wenn die Position der Linie gegen die oben angenommene Position  $x_0$  um bis zu 0.5 Kanäle verschoben ist. Allerdings wird dann nur noch die Fläche  $\tilde{F}$  erfaßt, mit

$$\tilde{F} = \frac{F_0}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} \int_{x_0-0.75 HWB-\Delta x_0}^{x_0+0.75 HWB-\Delta x_0} e^{-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma^2}} dx \leq F. \quad (68)$$

$\Delta x_0$  ist dabei die Verschiebung der Linie gegen die in (67) angenommene Position, *das Gleichheitszeichen gilt nur für  $\Delta x_0 = 0$* .

Dieser Effekt spielt keine Rolle, wenn bei allen ausgewerteten Spektren *derselbe* Anteil erfaßt wird. Die dafür notwendige Konstanz der Verstärkung innerhalb der Elektronik ist allerdings in aller Regel bei der verwendeten Meßapparatur nicht gegeben<sup>42</sup>. Eine Nichtberücksichtigung der Linienpositionsverschiebung kann daher zu einer fehlerhaften Konzentrationsbestimmung führen:

$$\begin{aligned} K_{Probeberechnet} &= \frac{F_0(\text{Probe}) \cdot \text{Integrierter Anteil (Probe)}}{F_0(\text{Standard}) \cdot \text{Integrierter Anteil (Standard)}} \cdot K_{Standard} \\ &= \frac{\text{Integrierter Anteil (Probe)}}{\text{Integrierter Anteil (Standard)}} \cdot K_{Probe_{tatsächlich}} \end{aligned} \quad (69)$$

<sup>41</sup>Die Verschiebung sollte in diesem Fall vom ersten bis zum letzten gemessenen Spektrum einer Messung weniger als 1/10 Kanal betragen.

<sup>42</sup>Typisch ist eine Gesamtverschiebung von etwa 1 Kanal über mehrere Tage, hauptsächlich durch Temperaturschwankungen bedingt, außerdem vergleiche das Beispiel in Kap. 3.1.

Im Beispiel der Abb. 6 werden im ersten Fall 92.3% der Fläche integriert, im zweiten nur 91.4%. Stellt der erste Fall den Standard, der zweite die Probe dar, so beträgt die integrierte Fläche der Probe nur  $\frac{91.4\%}{92.3\%} \approx 99\%$  der des Standards.

Die Größe dieser Abweichung läßt sich verringern, wenn über mehr als die hier als Beispiel verwendeten 1.5 Halbwertsbreiten integriert wird (vgl. Abb. 7). Aus diesem Grund ist für die meisten Linien bei der Auswertung die Zahl der zu summierenden Kanäle auf etwa 2–2.5 Halbwertsbreiten festgesetzt. Zwar erhöht sich dabei der statistische Fehler der Nettofläche, da außerhalb von  $\pm 1HWB$  im wesentlichen Untergrund aufsummiert wird, der dann ohnehin wieder abgezogen werden muß; dieser Fehler aber ist bei einer intensiven Linie erheblich kleiner als 1%. Bei einigen Linien jedoch sind die Integrationsmarken wegen benachbart liegender Linien enger gehalten oder es wird von vornherein asymmetrisch um den Maximumkanal integriert (s. Kap. 3.2). Auch diese Linien weisen zum Teil Zählratenfehler von weniger als 1% auf, so daß es gerechtfertigt erscheint, auf den oben beschriebenen Effekt zu korrigieren.

Die Korrektur erfolgt, indem man aus den mittleren drei Kanälen einer Linie<sup>43</sup> ihre Lage berechnet zu

$$x_0 = \frac{1}{2} \frac{A_l(x_r^2 - x_m^2) + A_m(x_l^2 - x_r^2) + A_r(x_m^2 - x_l^2)}{A_l(x_r - x_m) + A_m(x_l - x_r) + A_r(x_m - x_l)}, \quad (72)$$

dabei bezeichnet  $A$  den natürlichen Logarithmus des untergrundbereinigten Kanalinhalt,  $x$  den Kanal und die Indices  $m$ ,  $r$  und  $l$  stehen für den Maximumkanal sowie die Kanäle rechts und links davon, sind aber zyklisch vertauschbar.

Die Abweichung dieser Position von dem als "Linienmitte" angenommenen Maximumkanal bei normaler Integration wird dann in Betracht gezogen, indem man die äußeren Integrationskanäle nur zu Bruchteilen aufsummiert. Steht die untere Integrationsmarke im Kanal  $x_l$ , die obere im Kanal  $x_h$  und ist  $x_a = x_0 - x_m$  die Abweichung der genauen Linienposition  $x_0$  vom Maximumkanal  $x_m$ , so wird im Falle  $x_a > 0$  nur das  $(1 - x_a)$ -fache des Kanalinhalt von  $x_l$  mit aufsummiert, dazu aber noch das  $x_a$ -fache des Kanalinhalt von  $x_{h+1}$ . Im Falle  $x_a < 0$  erfolgt die Korrektur entsprechend umgekehrt.

Die Korrekturrechnung kann getestet werden, indem man einen Probensatz aus möglichst wenig inhomogenem Material nimmt (in diesem Fall CFA-Standard) und die auf ZdB rückgerechneten Zählraten miteinander vergleicht<sup>44</sup>. Die Gesamtinhomogenität des Probensatzes kann zerlegt werden in

$$\begin{aligned} \sigma_{ges}^2 &= \sigma_{nat. Inhomogenität}^2 + \sigma_{Folieninhomogenität}^2 \\ &+ \sigma_{Bestrahlungsinhomogenität}^2 + \sigma_{Wägefehler}^2 + \sigma_{Apparatur}^2 \\ &+ \sigma_{Lifetime}^2 + \sigma_{Integration}^2 + \sigma_{stat}^2. \end{aligned} \quad (73)$$

<sup>43</sup>Durch 3 Kanäle sind die drei Parameter Breite, Höhe und Position einer gaußförmigen Linie festgelegt, allerdings nur die Position mit einem ausreichend kleinen Fehler ( $< 0.05$  Kanäle bei intensiven Linien).

<sup>44</sup>Das geht natürlich auch, wenn man dieselbe Probe mehrfach mißt; wenn das Material völlig homogen ist, sollten sich aber bei beiden Verfahren keine Unterschiede ergeben.

Dabei sind

- $\sigma_{\text{nat. Inhomogenität}}$  die natürliche Inhomogenität des Materials (Bei Ton wird sie z. B. mit 3% angenommen.),
- $\sigma_{\text{Folieninhomogenität}}$  die Inhomogenität der Al-Folie und des Bindemittels,
- $\sigma_{\text{Bestrahlungsinhomogenität}}$  die in Kap. 2.2 erläuterte Bestrahlungsinhomogenität,
- $\sigma_{\text{Wägefehler}}$  die durch ungenaues Abwägen des Probenmaterials und durch Materialverlust während der Tablettenherstellung entstandene Inhomogenität,
- $\sigma_{\text{Apparatur}}$  die Inhomogenität bedingt durch die Meßtechnik (z. B. Geometriefehler) und durch ungenau bekannte Meß- und Fundamentalparameter (Zeitpunkt des Bestrahlungsendes, Halbwertszeit),
- $\sigma_{\text{Lifetime}}$  die durch den stat. Fehler in der Lifetimekorrektur bedingte Inhomogenität,
- $\sigma_{\text{Integration}}$  die bei der Spektrenauswertung auftretenden nicht-statistischen Fehler (Untergrundbestimmung, Integration),
- $\sigma_{\text{stat}}$  die statistischen Zählratenfehler.

Bei gut homogenisiertem Standardmaterial ist  $\sigma_{\text{nat. Inhomogenität}}$  als 0 anzunehmen, dies gilt auch für  $\sigma_{\text{Folieninhomogenität}}$ , wenn Folie und Bindemittel sauber sind. Durch eine Verdünnungsfaktorrechnung wird der Probensatz auf gemeinsame Mittelwerte abgeglichen<sup>45</sup>. Dabei werden Wägefehler und Bestrahlungsinhomogenität als alle Elemente in gleichem Maße betreffende Verdünnung betrachtet und herausgerechnet<sup>46</sup>. Beschränkt man sich bei der Verdünnungsfaktorrechnung und den Nukliden, deren Zählraten verglichen werden, auf eine einzelne Messung, so fällt zusätzlich  $\sigma_{\text{Lifetime}}$  heraus und es bleibt

$$\sigma_{\text{ges, Verdünnungsrechnung}}^2 = \sigma_{\text{Apparatur}}^2 + \sigma_{\text{Integration}}^2 + \sigma_{\text{stat}}^2. \quad (74)$$

Ein Test mit 6 Messung-4-Spektren<sup>47</sup> des CFA-Standards liefert für die prominentesten mit fester Kanalzahl rechts und links des Maximums integrierten Linien nach dem Herausrechnen der Verdünnung<sup>48</sup> die in Tabelle 1 dargestellten Inhomogenitäten.

---

<sup>45</sup>Dies geschieht mit dem Programmpaket SEARCH [Mom88], das zur Referenzgruppen-suche und multivariaten statistischen Analyse von Keramik bestimmt ist.

<sup>46</sup>Für die Bestrahlungsinhomogenität gilt das strenggenommen nur, wenn entweder nur Nuklide betrachtet werden, die nur durch thermische Neutronen erzeugt werden oder aber die räumliche Verteilung des epithermischen Neutronenflusses gleich der des thermischen ist.

<sup>47</sup>Spektren T017M4 R-W

<sup>48</sup>Als Referenzlinien für die Verdünnungsfaktorrechnung dienten CeB, Lu, PaA, HfB, CsB, ScA, FeB, EuA und SbB. Bei der Rechnung wurden sie als möglichst interferenzfreie, intensive und durch die Folie wenig beeinflusste Linien ausgewählt.

| Linie | NCH1   NCH2 |   | $\sigma_{\text{stat}}$ | normale Auswertung    |   | mit Korrektur         |   |
|-------|-------------|---|------------------------|-----------------------|---|-----------------------|---|
|       | (Kanäle)    |   |                        | $\sigma_{\text{ges}}$ | $\sqrt{\sigma_{\text{ges}}^2 - \sigma_{\text{stat}}^2}$ | $\sigma_{\text{ges}}$ | $\sqrt{\sigma_{\text{ges}}^2 - \sigma_{\text{stat}}^2}$ |
| CeB4  | 3           | 3 | 0.54                   | 0.78                  | 0.56  | 0.62                  | 0.30  |
| Lu 4  | 4           | 3 | 2.15                   | 2.26                  | 0.70  | 1.54                  | —   |
| ScB4  | 6           | 8 | 0.30                   | 0.29                  | —   | 0.29                  | —   |
| EuA4  | 7           | 6 | 0.46                   | 0.82                  | 0.68  | 0.82                  | 0.68  |

Tabelle 1: Restinhomogenitäten bei normaler Auswertung und Berücksichtigung der Linienpositionskorrektur (alle  $\sigma$  sind in % der Nettolinienfläche angegeben). NCH1 und NCH2 sind die Anzahlen der Kanäle, die vom Maximumkanal ab- bzw. aufwärts integriert werden.

Man erkennt eine deutliche Reduzierung der Restinhomogenität bei Ce und Lu. Bei Sc ist offenbar das einfache Integrationsverfahren bereits ausreichend, bei Eu hingegen scheint die verbleibende Inhomogenität auf andere Faktoren zurückzuführen sein. Insgesamt wird die Notwendigkeit einer Linienpositionskorrektur deutlich. Vorteilhafter als ihre alleinige Anwendung ist aber das im nächsten Abschnitt beschriebene Verfahren.

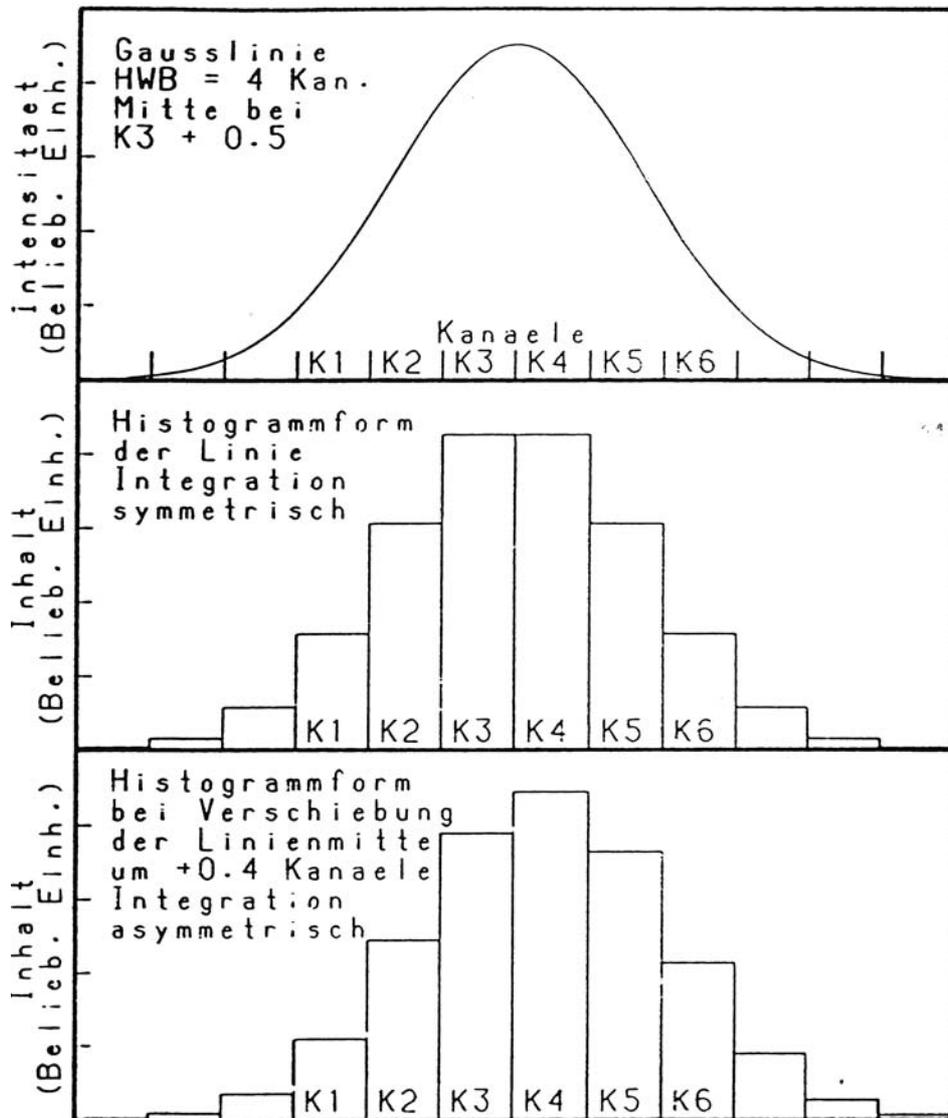


Abbildung 6: Beispiel zur Linienpositionskorrektur  
 Gaußlinie mit  $HWB = 4$  Kanälen (oben). Sie wird symmetrisch integriert, wenn  $x_0 = K3 + 0.5$  (Mitte), jedoch asymmetrisch, wenn  $x_0 = K3 + 0.9$  (unten). Im mittleren Bild ist

$$F = \sum_{K=K1}^{K6} \text{Inhalt}(K) = 0.923 F_0, \quad (70)$$

im unteren

$$\tilde{F} = \sum_{K=K1}^{K6} \text{Inhalt}(K) = 0.914 F_0. \quad (71)$$

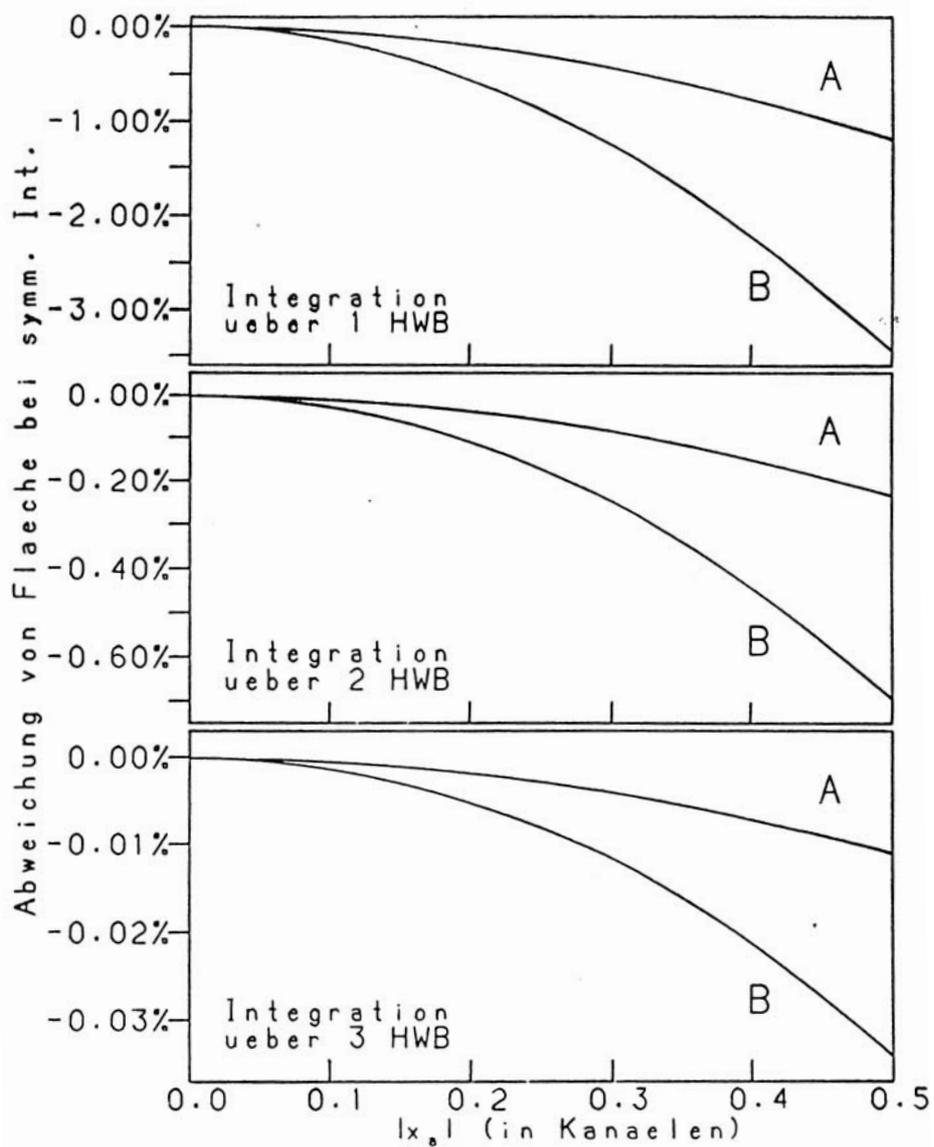


Abbildung 7: Effekt der Linienverschiebung

Dargestellt ist die Abweichung der integrierten Fläche bezogen auf die Fläche bei symmetrischer Integration für eine Integration über eine, zwei und drei Halbwertsbreiten.  $x_a$  ist die Differenz zwischen Linienmitte  $x_0$  und Maximumkanal  $x_m$ . Kurve A gilt für eine *HWB* von 6, Kurve B für eine solche von 3.5 Kanälen. (Dies sind realistische Werte für den GeLi-Detektor.) Man beachte die unterschiedlichen Maßstäbe der Ordinate!

## 4.2 Linienverbreiterungskorrektur

### 4.2.1 Idee

Auf den zweiten von der Integrationsmethode herrührenden systematischen Fehler weist bereits Yellin [Yel80p] hin:

Selbst bei Linien mit gleicher Mittelposition wird nicht der gleiche Anteil der Gesamtfläche aufsummiert, wenn die Linien nicht gleich breit sind, d. h. , es gilt

$$\frac{F_0}{\sqrt{2\pi}\sigma_1} \int_l^h e^{-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma_1^2}} dx \neq \frac{F_0}{\sqrt{2\pi}\sigma_2} \int_l^h e^{-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma_2^2}} dx, \quad (75)$$

falls  $\sigma_1 \neq \sigma_2$  und die Integrationsgrenzen  $l$  und  $h$  endlich sind (vgl. Abb 8). Auch hier weicht die berechnete Konzentration um den Faktor  $\frac{\text{IntegrierterAnteil(Probe)}}{\text{IntegrierterAnteil(Standard)}}$  von der tatsächlichen ab ( vgl. (69)).

Im allgemeinen werden die Halbwertsbreiten innerhalb der 31 Spektren einer Messung nicht sehr differieren, da die zu Beginn einer jeden Messung eingestellte Elektronik immer das gleiche Verhalten aufweisen sollte. Demzufolge ist diese Korrektur in den meisten Fällen vernachlässigbar. Es gilt aber folgendes zu beachten:

- Es ist möglich, daß während einer Messung gestoppt und unter geänderten Bedingungen neu gestartet werden muß (z. B. beim Ausfall eines elektronischen Gerätes). Dies kann auch zu einer Änderung der Auflösung führen.
- Die Elektronikbauteile können temperaturabhängig driften, wenn der Meßplatz nicht vollklimatisiert ist. Auch dabei kann sich die Auflösung verändern.
- Bedingt durch hohe Zählraten arbeitet das Baseline–Restoring und der PoleZero der Hauptverstärker nur noch unzureichend. Dies schlägt sich in deutlich verschlechterter Auflösung nieder.

Während die ersten beiden Punkte keine Rolle spielen, kann auf den letzten kein Einfluß genommen werden. Speziell bei Messung 1 variieren die Zählraten von 1 kHz (Avicel-Leertablette) bis zu über 30 kHz (natriumreiche Proben, z. B. Basalte oder Ultramarin). Wie in Abb. 10 dargestellt, wirkt sich dies durchaus auf die Linienbreiten aus. Da es eine Reihe von kurzlebigen Elementen gibt, die nur in Messung 1 – und dort sehr gut – bestimmt werden können (Na, K, W, As), kann ein durch Linienverbreiterung hervorgerufener systematischer Fehler im Gegensatz zu einer alle Linien gleichermaßen betreffenden Korrektur nicht durch Vergleich mit anderen Messungen erkannt werden, er führt einfach dazu, daß bei sehr aktiven Proben der Gehalt insbesondere der in Messung 1 ermittelten Elemente abgesenkt erscheint.

Eine Korrektur dieses Phänomens kann wie folgt durchgeführt werden: Zunächst wird die  $HWB$ <sup>49</sup> für alle auszuwertenden Linien des Spektrums

---

<sup>49</sup>Dies ist im Falle einer Gaußlinie äquivalent zur Bestimmung von  $\sigma$ , da  $HWB = \sqrt{8 \ln 2} \sigma$ .

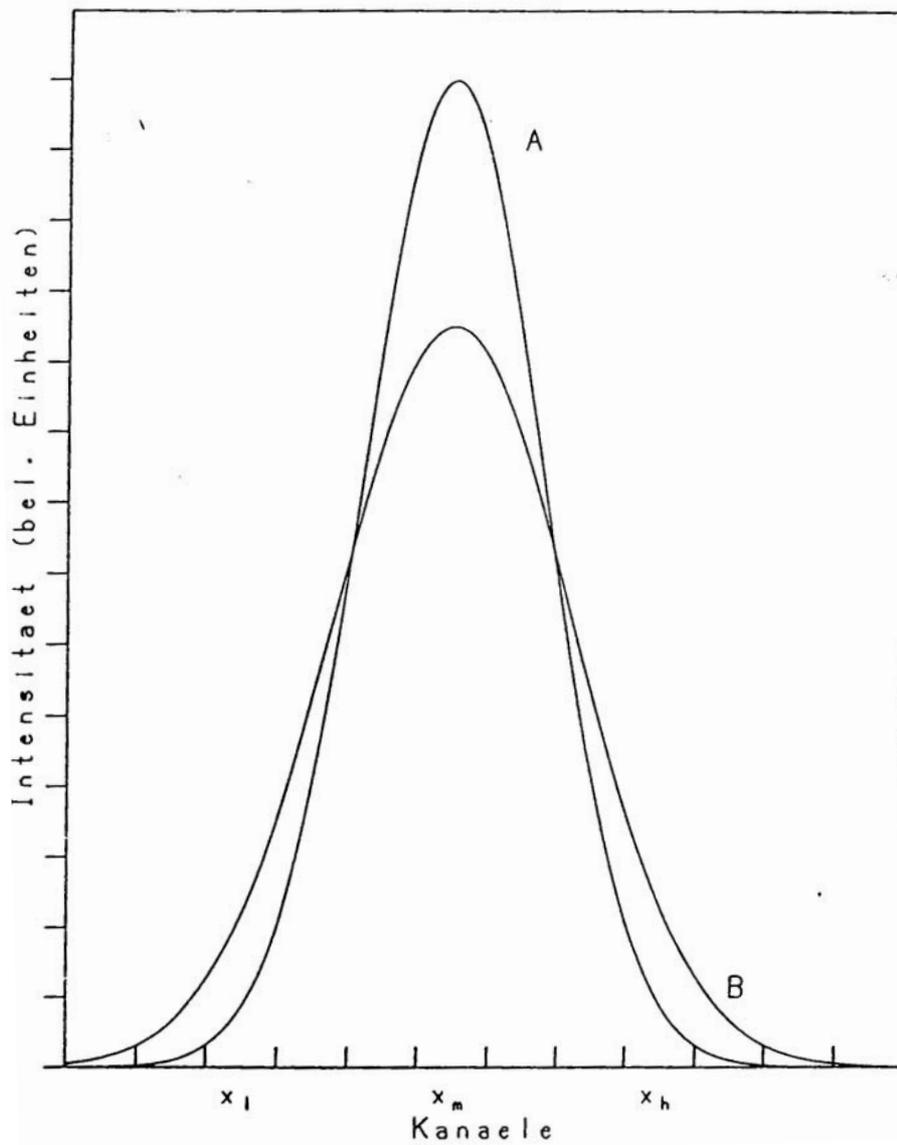


Abbildung 8: Beispiel zur Linienverbreiterung: Linie A hat eine *HWB* von 3 Kanälen, die der Linie B beträgt 4 Kanäle. Die Gesamtflächen beider Linien und ihre Positionen sind gleich, bei der Summation über die Kanäle  $x_l$  bis  $x_h$  werden jedoch bei Linie A 99.4% der Fläche, bei Linie B nur 96.1% erfaßt.

bestimmt. Ist dies geschehen, so werden die Linienflächen mit dem Faktor

$$\frac{\text{Integrierter Anteil(Standard)}}{\text{Integrierter Anteil(Probe)}} = \frac{\frac{1}{\sigma_{\text{Standard}}} \int_{l_{\text{Standard}}}^{h_{\text{Standard}}} e^{-\frac{(x-x_{0\text{Standard}})^2}{2\sigma_{\text{Standard}}^2}} dx}{\frac{1}{\sigma_{\text{Probe}}} \int_{l_{\text{Probe}}}^{h_{\text{Probe}}} e^{-\frac{(x-x_{0\text{Probe}})^2}{2\sigma_{\text{Probe}}^2}} dx}} \quad (76)$$

multipliziert, womit sie alle auf die integrierten Linienflächen des Standards bezogen werden. Es ist zu beachten, daß für eine sinnvolle Korrektur neben der Linienbreite insbesondere  $x_{0\text{Standard}}$  und  $x_{0\text{Probe}}$  genau – nicht nur auf einen Kanal – bekannt sein müssen, *dies ist die bereits bei der Linienpositionskorrektur aufgestellte Forderung*. Werden die Linienmitten mit dem dort angegebenen Verfahren berechnet und in (76) verwendet, so *erfolgt gleichzeitig mit der Linienverbreiterungs- auch eine Linienpositionskorrektur*.

## 4.2.2 Bestimmung der Halbwertsbreiten

Um die Linienbreite zu bestimmen, stehen mehrere Methoden zur Auswahl<sup>50</sup>, die aber alle nicht voll befriedigen:

- Eine einfache Methode ist die auf der Definition der Halbwertsbreite beruhende: Aus den untergrundbereinigten Kanalinhalt wird die Halbwertshöhe (*HWH*) als Hälfte des Kanalinhalt des Maximumkanales gewonnen, dann werden ober- und unterhalb des Maximumkanales die nächsten Kanäle gesucht, deren Inhalte kleiner als die *HWH* sind. Von diesen Kanälen wird jeweils linear zum benachbarten Kanal mit einem Inhalt größer als die *HWH* interpoliert und auf dieser Geraden die Lage der *HWH*-Punkte bestimmt, aus der Differenz ihrer Abszissenwerte ergibt sich die Halbwertsbreite. Dieses Verfahren überschätzt insbesondere bei schmalen Linien die HWB, da eine Glockenkurve im *HWH*-Bereich nicht linear verläuft, sondern nach innen (zum Maximum hin) gebogen ist. Allerdings besticht das Verfahren durch seine Einfachheit. Versuche zeigen aber, daß der statistische Fehler der ermittelten HWB so groß ist, daß innerhalb der Toleranzgrenzen keine Unterschiede mehr zwischen den Linienbreiten verschiedener Spektren auftraten<sup>51</sup>.
- Methoden, die auf einer Momentenbestimmung (siehe [Mar89]) beruhen, benötigen die *gesamte* Fläche der Linie. Wäre diese einfach zu erhalten, hätte sich damit auch das Problem der Linienverbreiterungskorrektur erledigt. Ungenaue Flächenbestimmung aber führt zu großen systematischen Fehlern, da insbesondere auch geringfügige Interferenzen störend wirken; es kann dabei vorkommen, daß die Funktion *HWB*(Energie) nicht mehr monoton steigend ist. Aufgrund dessen wurden derartige Methoden nicht weiter untersucht.
- Durch eine exakte Anpassung (“spectral line shape fitting”) der HWB vergibt man die Vorteile des einfachen Aufsummierens, denn wird die HWB angepaßt, erhält man in aller Regel die anderen Parameter zur Flächenbestimmung gleich mit. Die Methode ist sicher genau, aber auch sehr zeitaufwendig, und sie wurde hier nur verwendet, um erhaltene Ergebnisse der anderen Verfahren zu prüfen. (Das dazu verwendete Programm war wieder HYPERMET.)
- Unter der Annahme, daß man es mit einer ungestörten Gaußlinie

$$I(x) = Ae^{-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma^2}} \quad (77)$$

zu tun hat, wo  $I(x)$  der untergrundbereinigte Kanalinhalt des Kanales  $x$  ist, kann die Anpassung an die Logarithmen der untergrundbereinigten Kanalinhalt durch ein Polynom 2. Grades erfolgen:

$$LI(x) = (\ln A - \frac{x_0^2}{2\sigma^2}) + (\frac{x_0}{2\sigma^2}) \cdot x + (-\frac{1}{2\sigma^2}) \cdot x^2 \quad (78)$$

---

<sup>50</sup>Eine Übersicht über die Methoden und ihre Eigenschaften findet sich in [Mar89].

<sup>51</sup>Diese Methode wurde allerdings schon früher in BONAN verwendet, um die Halbwertsbreiten der Eichlinien und der Pulserlinie abzuschätzen, vgl. Anhang E

Dabei ist  $LI(x)$  der natürliche Logarithmus von  $I(x)$ . Im Gegensatz zum vorhergehenden Punkt läßt sich die beste Lösung von (78) bei 3 oder mehr gegebenen Kanälen nach der Methode der kleinsten Quadrate in einem Iterationsschritt exakt bestimmen. Während die Unsicherheit der Methode für  $A$  recht groß ist<sup>52</sup>, ist  $\sigma$  und damit die  $HWB$  aus 7 Kanälen bereits sehr gut bestimmbar. Selbst im Falle nicht exakter Gaußlinien ist die  $HWB$  eines SLSFits in der Regel in den Toleranzgrenzen enthalten, Abweichungen ergeben sich nur durch stärkere Interferenzen.

Die letzten beiden Methoden haben gegenüber den anderen zudem den Vorteil, daß für die Bestimmung der gesuchten Größe relativ wenige Kanäle um das Maximum herum ausreichend sind, man also nicht auf saubere Linienfüße angewiesen ist.

Die genaue Bestimmung von  $\sigma$  oder der Halbwertsbreite ist allerdings nur bei wenigen Linien möglich. Die anderen sind entweder stark interferiert oder so intensitätsschwach, daß die  $HWB$  nur mit großem Fehler bestimmt werden kann (egal, nach welcher der angeführten Methoden). Aus diesem Grund erscheint es sinnvoll, die Funktion  $HWB(\text{Energie})$  (oder  $\sigma(E)$ ) für ein gesamtes Spektrum mit Hilfe einiger "guter" Stützzlinien zu bestimmen und die Werte dieser Funktion für die Korrektur der anderen Linien einzusetzen. Im allgemeinen wird für den Zusammenhang  $\sigma(E)$  die Formel

$$\sigma^2(E) = \sigma_0^2 + \sigma_g^2(E) \quad (79)$$

angegeben [Jen81] [Sil82], die dadurch zustande kommt, daß alle energieunabhängigen Beiträge zur Linienbreite als in  $\sigma_0$  enthalten betrachtet werden und  $\sigma_g$  durch die statistische Natur der Elektron-Loch-Paar-Erzeugung im Halbleiterkristall zustande kommt, mit  $\sigma_g = \sqrt{F\varepsilon E}$ , wo  $E$  die Energie des einfallenden  $\gamma$ -Quants ist,  $\varepsilon$  die zur Erzeugung eines Elektron-Loch-Paars benötigte Energie und  $F$  der sogenannte "Fano-Faktor", der die korrelierten Fluktuationen beim Ionisationsvorgang beschreibt und bei Ge-Detektoren in der Größenordnung 0.05 liegt. Gemäß (79) sollte man also einen Zusammenhang

$$HWB^2 = a_0 + a_1 E \quad (80)$$

erwarten, die Analyse zahlreicher Spektren zeigt jedoch, daß eine derartige zweigliedrige Formel die vorhandenen Daten insbesondere der Messungen 1 und 4 nur sehr unvollkommen repräsentiert<sup>53</sup> (siehe auch Abb. 9). Bedingt durch unvollständige Ladungssammlung ("trapping") kann es aber zu einem weiteren energieabhängigen Beitrag  $\sigma_c(E)$  zur Linienverbreiterung kommen. Dieser Beitrag ist von der Geometrie des Detektors abhängig. Theoretische Überlegungen ([Arm70] [Zul70] [Str71] [Hen70] [Mak68]) zeigen, daß für ko-axiale GeLi-Detektoren  $\sigma_c$  weitgehend linear von  $E$  abhängen sollte, also

$$\sigma_c(E) = \alpha + \beta E \quad (81)$$

<sup>52</sup>Die aus  $A$  berechnete Fläche differiert von der mit HYPERMET erhaltenen um bis zu 5% auch bei intensiven Linien.

<sup>53</sup>Dasselbe gilt auch für den von einigen Autoren (z. B. [Yel80n]) angegebenen Zusammenhang  $HWB^2 = a_0 + a_1\sqrt{E}$ .

gilt, wo  $\alpha$  und  $\beta$  Konstanten sind. Damit erhält man statt (79)

$$\sigma^2(E) = \sigma_0^2 + (\sqrt{F\varepsilon E})^2 + (\alpha + \beta E)^2 \quad (82)$$

und somit

$$HWB^2 = a_0 + a_1 E + a_2 E^2, \quad (83)$$

wo  $a_0$ ,  $a_1$  und  $a_2$  empirisch zu bestimmende Konstanten sind. Diese Kurve gibt die gefundenen Halbwertsbreiten der Einzellinien in Abhängigkeit von der Energie sehr gut wieder<sup>54</sup> (vgl. Abb. 9), wenn man für jedes Spektrum alle drei Parameter  $a_i$  anpaßt. Allerdings sollten nach den obigen Überlegungen  $a_1$  und  $a_2$  nur vom Detektor und der an den Kristall angelegten Hochspannung abhängen. Da es hier aber mehr um eine möglichst gute Repräsentation der gefundenen Linienbreiten geht, wird einem Variieren von  $a_1$  und  $a_2$  der Vorzug gegeben<sup>55</sup>.

---

<sup>54</sup>Zur gleichen Abhängigkeit kommt auch [Owe85].

<sup>55</sup>Es sei angemerkt, daß auch der rein empirisch gefundene Zusammenhang  $HWB^2 = a + b\sqrt{E} + c(\sqrt{E})^2$  die experimentellen Daten gut wiedergibt, obwohl er nicht auf einer bekannten theoretischen Grundlage fußt. Beiden Formeln gemeinsam ist, daß eine Erhöhung des Grades des Polynoms in  $E$  bzw.  $\sqrt{E}$  nicht zu einer weiteren Verkleinerung von  $\chi_{red}^2$  führt.

### 4.2.3 Realisierung in BONAN

Im Auswertprogramm BONAN erfolgt die Linienpositions- und -verbreiterungskorrektur gemäß (76), wobei von intensiven Linien die Halbwertsbreite über eine Parabelanpassung an die Logarithmen der untergrundbereinigten Kanalinhalt ermittelt wird. Dazu werden jeweils der Maximumkanal und drei Kanäle rechts und links davon herangezogen. Als Ausgleichs- und Interpolationsformel dient in den Messungen 1 – 4 (koaxiale Detektoren) (83), lediglich für die mit einem planaren HPGe-Detektor durchgeführte (Niederenergie-)Messung 5 wird (80) verwendet, womit dort die Daten ausreichend gut repräsentiert werden. Der Fehler der so erhaltenen Halbwertsbreite wird nach der in [Bra81], Kap. 9, angegebenen Fehlerfortpflanzung berechnet, wobei die Korrelation der Koeffizienten  $a_i$  berücksichtigt wird. Speziell bei den Messungen 1 und 4 gelingt es damit, den ermittelten Wert der interpolierten Halbwertsbreite in der Mitte des untersuchten Energiebereiches bis auf 0.2% genau zu bestimmen, an den Rändern immerhin noch auf 0.5% genau<sup>56</sup> (vgl. Tabelle 4).

Während für die Avicel-Tablette keine Korrektur (wegen zu geringer Linienintensität) erfolgt, bilden die Ca-Spektren den Standard für alle durch Ca erzeugten Linien ( $^{47}\text{Sc}$  (159 keV) und  $^{47}\text{Ca}$  (1297 keV), alle anderen Linien einer Messung werden auf die Fläche des ersten Tonstandards bezogen. Für die Ca-Spektren wird obige Halbwertsbreiteninterpolation *nicht* durchgeführt, weil in den Messung-1-Spektren nur die Linien bei 159 keV und 1297 keV, in den Messungen 2 – 4 sogar nur die 159 keV-Linie durch Ca erzeugt wird, alle anderen Linien sind in einem Ca-Spektrum zu schwach zur genauen Bestimmung der Halbwertsbreite. Für die 159 keV-Linie von  $^{47}\text{Sc}$  ergibt sich eine weitere Besonderheit: Wie in Kap. 3.5.2 dargestellt, kann aus zwei Messungen dieser Linie zu verschiedenen Zeiten sowohl der Ca- als auch der Ti-Gehalt bestimmt werden. Die Messungen 1 und 4 bzw. 2 und 3 unterscheiden sich nur im Meßzeitpunkt bei sonst gleichen Parametern (Detektor, Energiebereich), und als einzige Forderung zur Bestimmung von Ca und Ti ist zu stellen, daß die Linienflächen der entsprechenden Messungen untereinander gut vergleichbar sind. Da wegen der stark unterschiedlichen Zählraten besonders zwischen Messung 1 und 4 auch Unterschiede in den entsprechenden Halbwertsbreiten zu erwarten sind, wird die Korrektur der 159-keV Linie auf das erste Ca-Spektrum der ersten ausgewerteten Messung des entsprechenden Messungspaars bezogen (also auf Messung 4, wenn diese Spektren vor Messung 1 ausgewertet werden, entsprechend umgekehrt bei anderer Reihenfolge, das analoge gilt für die Messungen 2 und 3).

Eine Reihe von Linien wird aus verschiedenen Gründen nicht korrigiert, da eine Korrektur entweder sinnlos oder nur mit sehr großem Aufwand möglich wäre:

- Die in Messung 1 ausgewertete Linie der 511-keV-Vernichtungsstrahlung wird wegen möglicherweise abweichender *HWB* nicht korrigiert. (Die Linie erscheint etwa 2 Kanäle breiter als die Nachbarlinien.)

---

<sup>56</sup>Diese Werte gelten für den Tonstandard und "normale" Keramik, bei stark davon abweichender Zusammensetzung (z. B. Ultramarin oder Basalt) stehen möglicherweise weniger "gute" Linien zur Verfügung und der Fehler wird um einen Faktor 2 größer.

- Sinnlos ist eine Korrektur für die aus Anpassung ermittelten Linienflächen von Zn65H in Messung 4, W187H in Messung 1 und die Linien Dy KA1, Lu KA1, Hf KA1, Hf KA2 und Ta KA2 in Messung 5.
- Linien, die von einem anderen Nuklid sehr stark interferiert werden, oder bei denen über eine Doppellinie integriert wird, werden ebenfalls nicht korrigiert, da zum einen die wahre Linienposition nur sehr schwer zu bestimmen, zum anderen der tatsächlich integrierte Anteil nur bei genauer Lage und Intensität der Einzellinien bekannt ist. In der Regel erhöht sich aber der statistische Fehler dieser Linien durch das Abziehen der Interferenz so, daß ein Verzicht auf eine Linienpositions- oder -verbreiterungskorrektur nicht ins Gewicht fällt. Zu den zu stark interferierten Linien gehören Ba131B(Eu-Intf.), Ga72(Mn-Intf.), Sm153A(Np- und Pa-Intf.) und Zn65(Ta- und Tb-Intf., außerdem auf Flanke der 1120-keV-Linie des <sup>46</sup>Sc mit nur ungenauer Positonsbestimmung), zu den "echten Doppellinien" insbesondere die nicht mehr aufgelösten K $\alpha$ -Linien in Messung 5 (Xe KA, Cs KA und Pm KA) und die As76B-Doppellinie in Messung 1.
- Auf eine Korrektur verzichtet wird auch, wenn
  1. die Linie so intensitätsschwach ist, daß ihre Position nur auf weniger als 0.5 Kanäle genau festliegt oder
  2. der Korrekturfaktor (76) den Wert 1 innerhalb seiner Fehlergrenzen enthält. In diesem Fall würde eine Korrektur im wesentlichen nur zu einer Erhöhung des Fehlers in der Konzentrationsbestimmung führen.

Diese beiden Kriterien müssen im Gegensatz zu allen obigen Punkten für jede Linie jedes Spektrums extra geprüft werden.

Als Stützzlinien für die Halbwertsbreiteninterpolation werden in den Standardspektrentypen (Keramik, Obsidian, CFA) die in den Tabellen 2 und 3 angegebenen Linien vorgegeben. Die Auswahl der genannten Linien erfolgte nach folgenden Gesichtspunkten:

- Um die Halbwertsbreite genau bestimmen zu können, sollten die Linien möglichst intensiv sein.
- Linien anderer Nuklide sollten bei "normaler" Zusammensetzung nicht oder nur sehr wenig interferieren, weil bei einer Überlagerung mehrerer Linien die Halbwertsbreite zu groß ermittelt wird. Dies gilt nicht, falls mehrere Kernreaktionen zum selben Nuklid führen, da die Linie dann ungestört im Spektrum vorliegt<sup>57</sup>.
- Die Linien sollten über den untersuchten Energiebereich möglichst gleich verteilt sein, um die Kurve nicht durch das Fixieren an zwei oder drei Punkten im Spektrum festzulegen.

---

<sup>57</sup>Deshalb kann z. B. die 141-keV-Linie des <sup>99</sup>Tc verwendet werden, obwohl ein Großteil des Nuklids durch Uranspaltung erzeugt wird

- Es sollten möglichst viele Linien sein, nicht zuletzt, um eine Abschätzung für die Güte der Anpassung zu erhalten.

| Messung 1          |              | Messung 4 |              |
|--------------------|--------------|-----------|--------------|
| Sc47               | ( 159 keV )  | Ce141     | ( 145 keV )  |
| Np239B             | ( 278 keV )  | Pa233A    | ( 312 keV )  |
| La140C             | ( 329 keV )  | Cr51      | ( 320 keV )  |
| As76 <sup>58</sup> | ( 559 keV )  | Hf181B    | ( 482 keV )  |
| W187               | ( 686 keV )  | Sc46A     | ( 889 keV )  |
| Sc46A              | ( 889 keV )  | Fe59B     | ( 1099 keV ) |
| Fe59B              | ( 1099 keV ) | Ta182A    | ( 1221 keV ) |
| Fe59A              | ( 1292 keV ) | Fe59A     | ( 1292 keV ) |
| Na24A              | ( 1369 keV ) | Co60B     | ( 1332 keV ) |
| La140B             | ( 1596 keV ) | K40       | ( 1460 keV ) |
| Na24E              | ( 1732 keV ) | La140B    | ( 1596 keV ) |
|                    |              | Sb124     | ( 1691 keV ) |

Tabelle 2: Stützzlinien für die Halbwertsbreiteninterpolation der Hochenergiemessungen.

Wie aus der Auswahl der Linien hervorgeht, war es nicht immer möglich alle Punkte zu berücksichtigen. Insbesondere die <sup>51</sup>Cr–Linie bei 320 keV weist mehrere Interferenzen auf, die <sup>124</sup>Sb–Linie ist i. a. recht intensitätsschwach und im Röntgenenergiebereich konnten keine Linien verwendet werden, die zwar als eine Linie ausgewertet werden, aber aus mehreren etwa gleichstarken Anteilen bestehen, so z. B. die Xe-K $\alpha$ –Linie bei 29.7 keV, wo K $\alpha_1$  und K $\alpha_2$  nicht mehr aufgelöst werden können.

| Messung 2 |             | Messung 3 |             | Messung 5 |             |
|-----------|-------------|-----------|-------------|-----------|-------------|
| EuKb1     | ( 47 keV )  | Yb169B    | ( 63 keV )  | U La      | ( 14 keV )  |
| Yb169B    | ( 63 keV )  | Nd147A    | ( 91 keV )  | TmKa2     | ( 50 keV )  |
| Nd147A    | ( 91 keV )  | Np239C    | ( 106 keV ) | TmKa1     | ( 51 keV )  |
| Np239C    | ( 106 keV ) | Eu152C    | ( 122 keV ) | Ta182D    | ( 68 keV )  |
| Hf181A    | ( 133 keV ) | Hf181A    | ( 133 keV ) | Nd147A    | ( 91 keV )  |
| Tc99M     | ( 141 keV ) | Ce141     | ( 145 keV ) | Np239C    | ( 106 keV ) |
| Sc47      | ( 159 keV ) | Sc47      | ( 159 keV ) | Eu152C    | ( 122 keV ) |
| Fe59D     | ( 192 keV ) | Fe59d     | ( 192 keV ) | Hf181A    | ( 133 keV ) |
| Pa233A    | ( 312 keV ) | Pa233A    | ( 312 keV ) |           |             |
| Cr51      | ( 320 keV ) | Cr51      | ( 320 keV ) |           |             |
| La140C    | ( 328 keV ) |           |             |           |             |

Tabelle 3: Stützzlinien für die Halbwertsbreiteninterpolation der Mittel- und Niederenergiemessungen

Aufgrund von vernachlässigten Interferenzen, abweichender Zusammensetzung der Probe oder auch mangelnder Zählrate<sup>59</sup> kann es vorkommen,

<sup>58</sup>Für Ultramarin- und Lapislazulispektren wird statt der 559 keV–Linie des <sup>76</sup>As die 564 keV–Linie des <sup>122</sup>Sb verwendet.

<sup>59</sup>Bei intensitätsschwachen Linien liefern alle Methoden der Halbwertsbreitenbestim-

daß eine der ermittelten Halbwertsbreiten weit außerhalb der Anpassungskurve liegt und diese in eine falsche Richtung biegt. Um dies zu vermeiden, wird die Kurve auf ihr  $\chi_{red}^2$  getestet. Ist dies größer als ein fester Wert ( im Programm beträgt dieser 3 ), so wird die Linie mit der größten Abweichung aus dem Satz der Stützlinien entfernt und die Interpolation von neuem gerechnet. Dieses Verfahren wird wiederholt, bis entweder  $\chi_{red}^2 < 3$  gilt oder nur noch 5 Stützlinien übrig geblieben sind. Falls letzteres eintritt erfolgt eine Warnung, und es scheint geraten, in diesem Fall auf eine Linienverbreiterungskorrektur zu verzichten, da die Gründe für ein Versagen entweder in einem Elektronikfehler<sup>60</sup> oder in einer völlig anormalen Spektrenform liegen. Im ersten Fall ist eine Auswertung völlig sinnlos, im zweiten sollte die Auswertung wenigstens teilweise von Hand erfolgen. Es zeigt sich aber, daß im Regelfall nach der Elimination von höchstens 2 Stützlinien  $\chi_{red}^2 < 3$  erreicht war; das Erreichen der minimalen Stützlinienzahl bei gleichzeitigem  $\chi_{red}^2 > 3$  tritt unter den Spektren einer Meßreihe weniger als 1 × auf<sup>61</sup>, wenn die Elektronik stabil bleibt.

---

mung, bei denen der Untergrund separat bestimmt werden muß, unsinnige Werte, wenn die Untergrundbestimmung auch nur etwas daneben liegt.

<sup>60</sup>Z. B. Springen der Verstärkung: im Meßzyklus L010M1 sind in den Spektren Q ff. alle Linien Doppellinien.

<sup>61</sup>Bei den während dieser Arbeit untersuchten Spektren kam dies gar nicht vor, sofern nicht ein Elektronikfehler vorlag.

#### 4.2.4 Beispiele von Ergebnissen

Die mit dem beschriebenen Vorgehen erzielten Resultate seien an zwei Beispielen demonstriert. Abb. 9 zeigt die Abhängigkeit  $HWB(E)$  am Beispiel eines Tonstandards in der von der Korrektur am meisten betroffenen Messung 1 und demonstriert sehr gut die Eignung bzw. Nichteignung der Formeln (83) und (80). Die dazugehörigen ermittelten Halbwertsbreiten und die Interpolationswerte sind in Tab. 4 dargestellt, man erkennt eine deutliche Reduzierung der Fehler durch die Interpolation.

Abb. 10 zeigt den gefundenen Zusammenhang  $HWB(E)$  für zwei Messungen einer grünen Industrie-Ultramarinprobe zu verschiedenen Zeiten und des dazu gehörigen Referenz-Tonstandards. Die unterschiedlichen Halbwertsbreiten sind gut zu erkennen, insbesondere wird der Einfluß der Zählrate deutlich. In Tab. 5 sind die ermittelten integrierten Anteile von Standard und Probe sowie die sich ergebenden Korrekturfaktoren für den Fall der grünen Ultramarinprobe dargestellt. Man erkennt deutlich, daß ohne Korrektur systematische Fehler im Prozentbereich auftreten würden. Besonders davon betroffen sind auch hier wieder die Linien, bei denen die Integrationsgrenzen eng gesetzt sind. Bei Linien mit sehr guter Statistik (z. B. bei den beiden  $^{46}\text{Sc}$ -Linien) ist auch ein Korrekturfaktor von 1.001 innerhalb seiner Fehler noch von 1 verschieden. Eine derart geringe Korrektur liegt sicher innerhalb des Zählratenfehlers, da aber ihr Fehler ebenfalls gering ist, es kaum zusätzlichen Aufwand bedeutet, ihre Größe zu berechnen und eine Linienpositionskorrektur mit dabei vorgenommen wird, wird sie dennoch durchgeführt.

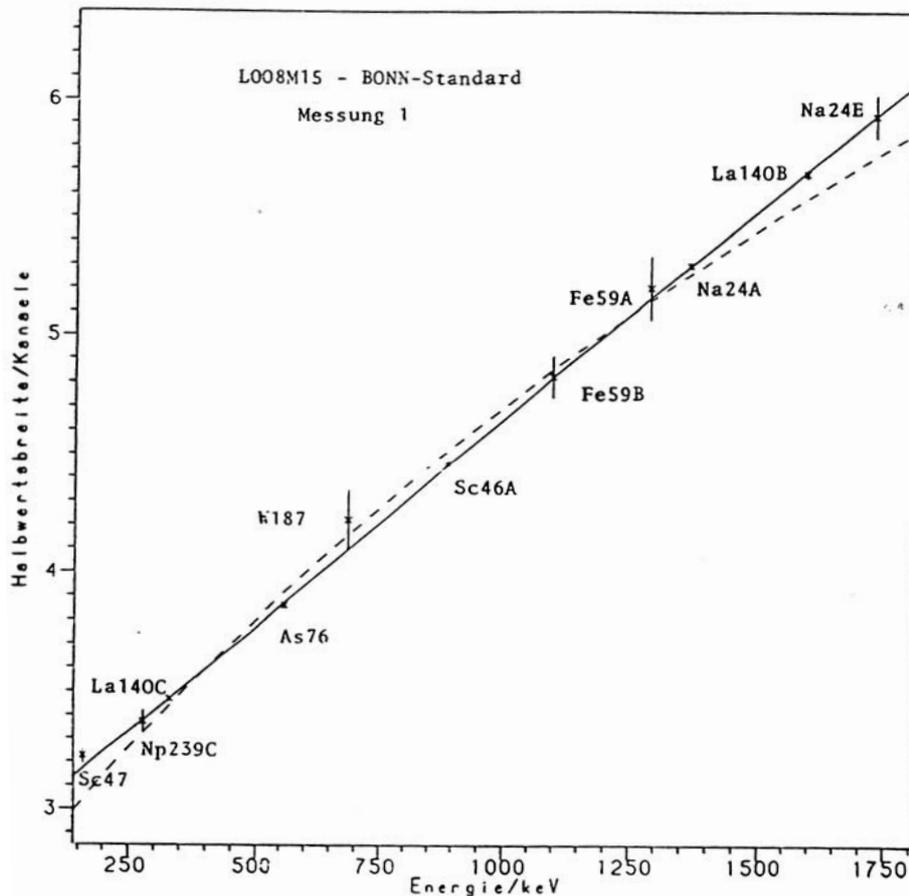


Abbildung 9:  $HWB(E)$  für Tonstandard, Spektrum L008M15 (Zählrate 10.4 kHz).

Dargestellt sind die ermittelten Werte der Stützlinien und die nach (83) bzw. (80) ermittelte Interpolationsfunktionen (durchgezogene bzw. gestrichelte Linie). (80) gibt die Meßwerte offenbar nur sehr unzureichend wieder. Die Linien repräsentieren folgende Funktionen:

durchgezogen:

$$HWB^2 = 8.373 \text{ Kanäle}^2 + 0.01008 \text{ Kanäle}^2 \cdot E/\text{keV} + 3.135 \cdot 10^{-6} \text{ Kanäle}^2 \cdot E^2/\text{keV}^2 \text{ mit } \chi_{red}^2 = 0.636$$

gestrichelt:

$$HWB^2 = 6.827 \text{ Kanäle}^2 + 0.01523 \text{ Kanäle}^2 \cdot E/\text{keV} \text{ mit } \chi_{red}^2 = 13.73$$

| Linie  |           | ermittelte<br>Halbwertsbreite |       | interpolierte<br>Halbwertsbreite |       |
|--------|-----------|-------------------------------|-------|----------------------------------|-------|
| TC99M  | (141keV)  |                               |       | 3.139 ±                          | 0.017 |
| SC47   | (159keV)  | 3.224 ±                       | 0.036 | 3.172 ±                          | 0.016 |
| NP239A | (228keV)  |                               |       | 3.292 ±                          | 0.012 |
| NP239B | (278keV)  | 3.372 ±                       | 0.048 | 3.378 ±                          | 0.010 |
| YB175C | (282keV)  |                               |       | 3.387 ±                          | 0.009 |
| CE143  | (293keV)  |                               |       | 3.406 ±                          | 0.009 |
| PA233A | (312keV)  |                               |       | 3.438 ±                          | 0.009 |
| CR51   | (320keV)  |                               |       | 3.452 ±                          | 0.008 |
| LA140C | (329keV)  | 3.466 ±                       | 0.009 | 3.468 ±                          | 0.008 |
| YB175A | (396keV)  |                               |       | 3.586 ±                          | 0.007 |
| AU198  | (412keV)  |                               |       | 3.613 ±                          | 0.007 |
| LA140A | (487keV)  |                               |       | 3.745 ±                          | 0.007 |
| AS76   | (559keV)  | 3.859 ±                       | 0.013 | 3.871 ±                          | 0.007 |
| SB122  | (564keV)  |                               |       | 3.880 ±                          | 0.007 |
| GA72B  | (630keV)  |                               |       | 3.996 ±                          | 0.007 |
| AS76C  | (657keV)  |                               |       | 4.043 ±                          | 0.008 |
| W187   | (686keV)  | 4.220 ±                       | 0.125 | 4.094 ±                          | 0.008 |
| BR82   | (776keV)  |                               |       | 4.253 ±                          | 0.008 |
| CS134B | (796keV)  |                               |       | 4.287 ±                          | 0.008 |
| CO58   | (811keV)  |                               |       | 4.313 ±                          | 0.008 |
| SC46A  | (889keV)  | 4.459 ±                       | 0.010 | 4.451 ±                          | 0.008 |
| RB86   | (1077keV) |                               |       | 4.782 ±                          | 0.008 |
| FE59B  | (1099keV) | 4.823 ±                       | 0.088 | 4.821 ±                          | 0.008 |
| SC46B  | (1120keV) |                               |       | 4.858 ±                          | 0.008 |
| CO60A  | (1173keV) |                               |       | 4.951 ±                          | 0.008 |
| TA182A | (1221keV) |                               |       | 5.036 ±                          | 0.008 |
| FE59A  | (1292keV) | 5.201 ±                       | 0.135 | 5.159 ±                          | 0.009 |
| CA47   | (1297keV) |                               |       | 5.168 ±                          | 0.009 |
| CO60B  | (1332keV) |                               |       | 5.231 ±                          | 0.009 |
| NA24A  | (1368keV) | 5.298 ±                       | 0.015 | 5.295 ±                          | 0.010 |
| EU152A | (1408keV) |                               |       | 5.365 ±                          | 0.010 |
| K40    | (1460keV) |                               |       | 5.457 ±                          | 0.011 |
| K42    | (1525keV) |                               |       | 5.570 ±                          | 0.013 |
| PR142  | (1576keV) |                               |       | 5.660 ±                          | 0.014 |
| LA140B | (1596keV) | 5.687 ±                       | 0.019 | 5.697 ±                          | 0.015 |
| NA24E  | (1732keV) | 5.932 ±                       | 0.093 | 5.936 ±                          | 0.019 |

Tabelle 4: Ermittelte und interpolierte Halbwertsbreiten im Spektrum L008M15 (Tonstandard) (alle in Kanälen), ermittelte Halbwertsbreiten nur für Stützlinsen.

Linien, die nicht korrigiert werden, sind nicht aufgeführt. Als Interpolationsfunktion hat man

$$\begin{aligned}
HWB^2 &= 8.373 \text{ Kanäle}^2 + 0.01008 \text{ Kanäle}^2 \cdot E/keV \\
&\quad + 3.135 \cdot 10^{-6} \text{ Kanäle}^2 \cdot E^2/keV^2 \text{ mit } \chi_{red}^2 = 0.636.
\end{aligned}$$

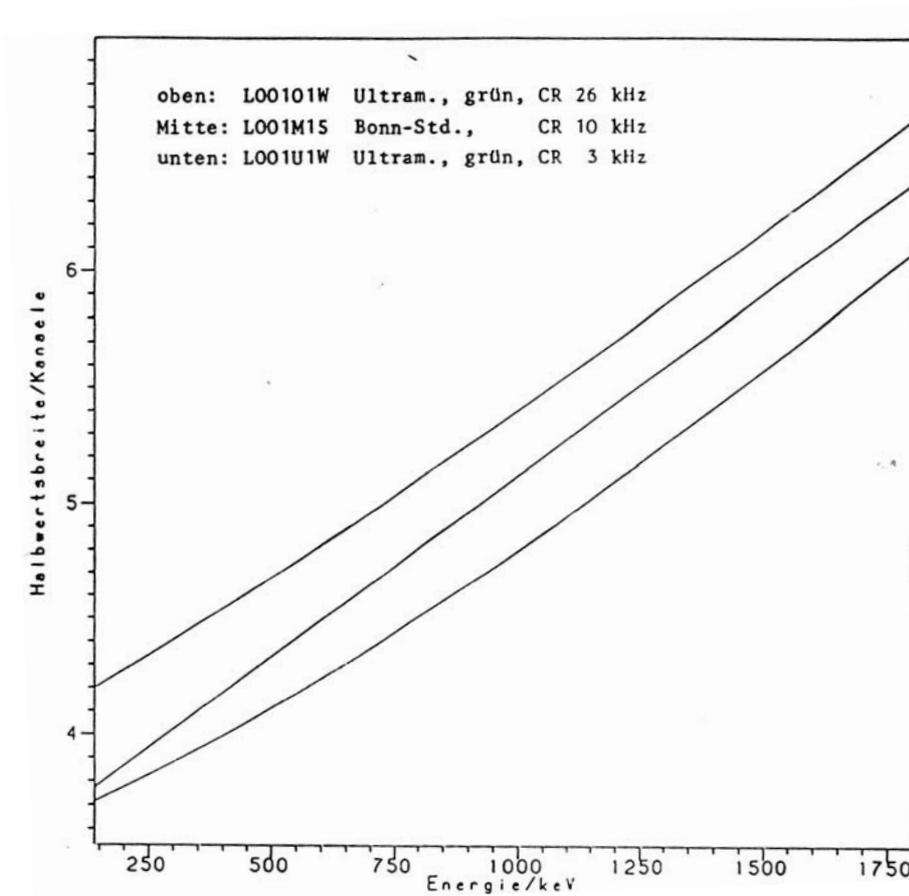


Abbildung 10: Zusammenhang  $HWB(E)$  für grünes Industrieultramarin zu verschiedenen Zeiten, verglichen mit dem Tonstandard.

Obere Kurve: Spektrum L00101W, 7.1 Tage nach dem ZdBc, Zählrate 25.7 kHz. Untere Kurve: Spektrum L001U1W, 10.3 Tage nach dem ZdBc, Zählrate 2.87 kHz und als Vergleich dazu der entsprechende Tonstandard (mittlere Kurve) L001M15 mit einer Zählrate von 10.2 kHz. Für  $HWB(E)$  wurden ermittelt:

oben

$$\begin{aligned}
 HWB^2 &= 16.200 \text{ Kanäle}^2 + 0.00984 \text{ Kanäle}^2 \cdot E/\text{keV} \\
 &+ 3.184 \cdot 10^{-6} \text{ Kanäle}^2 \cdot E^2/\text{keV}^2 \text{ mit } \chi_{red}^2 = 0.171.
 \end{aligned}$$

Mitte

$$\begin{aligned}
 HWB^2 &= 12.619 \text{ Kanäle}^2 + 0.01116 \text{ Kanäle}^2 \cdot E/\text{keV} \\
 &+ 2.466 \cdot 10^{-6} \text{ Kanäle}^2 \cdot E^2/\text{keV}^2 \text{ mit } \chi_{red}^2 = 1.003.
 \end{aligned}$$

unten

$$\begin{aligned}
 HWB^2 &= 12.878 \text{ Kanäle}^2 + 0.00612 \text{ Kanäle}^2 \cdot E/\text{keV} \\
 &+ 4.041 \cdot 10^{-6} \text{ Kanäle}^2 \cdot E^2/\text{keV}^2 \text{ mit } \chi_{red}^2 = 0.856.
 \end{aligned}$$

| Linie            | $F_{Standard}$<br>(in % von $F_{0St.}$ ) | $F_{Probe}$<br>(in % von $F_{0P.}$ ) | Korrekturfaktor $F_{St.}/F_{P.}$ |
|------------------|--|--------------------------------------|----------------------------------|
| Tc99M (141keV)   | 93.85 ± 0.77                             | 90.29 ± 0.90                         | 1.039 ± 0.013                    |
| Np239B (278keV)  | 99.11 ± 0.03                             | 98.11 ± 0.18                         | 1.010 ± 0.002                    |
| Ce143 (293keV)   | 98.09 ± 0.63                             | 96.67 ± 0.33                         | 1.015 ± 0.007                    |
| La140C (329keV)  | 98.99 ± 0.02                             | 97.76 ± 0.16                         | 1.013 ± 0.001                    |
| Yb175A (396keV)  | 99.78 ± 0.02                             | 99.60 ± 0.07                         | 1.002 ± 0.001                    |
| La140A (487keV)  | 98.41 ± 0.02                             | 97.54 ± 0.07                         | 1.009 ± 0.001                    |
| Sb122 (564keV)   | 98.11 ± 0.05                             | 96.93 ± 0.05                         | 1.012 ± 0.001                    |
| W187 (685keV)    | 97.71 ± 0.11                             | 94.08 ± 1.47                         | 1.039 ± 0.016                    |
| Cs134B (796keV)  | 96.72 ± 0.17                             | 96.12 ± 0.29                         | 1.006 ± 0.004                    |
| Sc46A (889keV)   | 99.79 ± 0.00                             | 99.64 ± 0.02                         | 1.002 ± 0.000                    |
| Rb86 (1077keV)   | 94.03 ± 0.22                             | 94.01 ± 0.81                         | <i>1.000 ± 0.008</i>             |
| Fe59B (1099keV)  | 98.58 ± 0.02                             | 96.36 ± 0.39                         | 1.023 ± 0.004                    |
| Sc46B (1120keV)  | 99.80 ± 0.00                             | 99.65 ± 0.03                         | 1.002 ± 0.000                    |
| Ta182A (1221keV) | 98.56 ± 0.23                             | 98.59 ± 0.04                         | <i>0.999 ± 0.002</i>             |
| Fe59A (1292keV)  | 99.73 ± 0.04                             | 99.06 ± 0.60                         | 1.007 ± 0.006                    |
| Na24A (1368keV)  | 98.46 ± 0.02                             | 98.20 ± 0.01                         | 1.002 ± 0.000                    |
| K40 (1460keV)    | 94.96 ± 0.96                             | 94.57 ± 0.52                         | <i>1.004 ± 0.011</i>             |
| K42 (1525keV)    | 98.93 ± 0.04                             | 98.42 ± 0.07                         | 1.005 ± 0.001                    |
| La140B (1596keV) | 99.32 ± 0.01                             | 99.06 ± 0.03                         | 1.002 ± 0.000                    |
| Na24E (1732keV)  | 98.43 ± 0.05                             | 98.07 ± 0.07                         | 1.004 ± 0.001                    |

Tabelle 5: Korrekturfaktoren bei Linienverbreiterungskorrektur am Beispiel der Spektren L001M15(Tonstandard) und L001O1W(grünes Industriultramarin, Spektrum mit sehr hoher Zählrate).

Nur einige prominente Linien sind dargestellt. Die  $F_0$  sind die Gesamtflächen der integrierten Linien, die  $F$  die integrierten Flächen (s. o. ). Die kursiv dargestellten Korrekturfaktoren enthalten den Wert 1 innerhalb der Fehlergrenzen. In diesem Fall erfolgt keine Korrektur.

#### 4.2.5 Zur Linienform

Bei allen hier durchgeführten Rechnungen wurde die Linie im Spektrum als von der Form

$$I(x) = Ae^{-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma^2}} \quad (84)$$

(s. (77)) angenommen. Insbesondere wegen unvollständiger Ladungssammlung weisen jedoch die von den meisten Detektoren gelieferten Linien noch niederenergetische Schwänze auf, sind also asymmetrisch. Die dem gerecht werdende Funktion

$$I_t(x) = Ae^{-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma^2}} + \alpha e^{\frac{(x-x_0)}{\beta}} \cdot \frac{1}{2} \operatorname{erfc}\left(\frac{x-x_0}{\sqrt{2}\sigma} + \frac{\sqrt{2}\sigma}{2\beta}\right) \quad (85)$$

(vgl. z. B. [Phi76] und auch (15)), wo  $\alpha$  und  $\beta$  weitere Konstanten sind und  $\operatorname{erfc}(x)$  die komplementäre Fehlerfunktion bedeutet, ist jedoch im Gegensatz zu (84) wesentlich schwieriger zu handhaben, eine Entwicklung der Form (78) ist nicht möglich. Überdies ist  $\operatorname{erfc}(x)$  nicht nur nicht analytisch darstellbar, sondern auch im hier benutzten VAX FORTRAN nicht implementiert. Die Benutzung der in [Abr65] unter 7.1.26 gegebenen Näherung schafft zwar Abhilfe, vereinfacht die Formel aber nicht. Tests mit HYPERMET zeigen aber folgendes:

- Das aus (84) bzw. (78) erhaltene  $\sigma$  ist geringfügig größer als das aus (85) erhaltene. Die mit diesem  $\sigma$  aus

$$F = \int_l^h Ae^{-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma^2}} dx \quad (86)$$

erhaltene Fläche  $F$  deckt sich i. a. mit der aus dem Integral über  $I_t(x)$  erhaltenen zwischen den gleichen Grenzen  $h$  und  $l$ <sup>62</sup>. Schwierigkeiten allerdings bekommt man bei der Überlagerung mehrerer ungefähr gleich intensiver Linien. Bei einem Anpassungsversuch stellt sich dann heraus, daß es sich nicht um eine Überlagerung von “Ungefähr-Gaußlinien” handelt (vgl. [Kre86]).

- Insbesondere im Falle des GF- und des XNAA-Detektors ist der zusätzliche Term in den allermeisten Fällen vernachlässigbar. Dies gilt *nicht* für den ETEC-Detektor in den Messungen 2 und 3, wo  $\alpha$  im Falle hoher Zählraten den 15-fachen Wert von  $A$  annehmen kann<sup>63</sup>. Dennoch gilt der vorgenannte Punkt auch hier, so daß die obigen Verfahren ihre Berechtigung haben.

Ein zweiter Punkt, auf den hingewiesen werden sollte, wird in der Literatur allgemein unterschlagen<sup>64</sup>. Wie [Den87] bemerkt, ist die im Kanal  $x$

<sup>62</sup>Das gilt auch noch bei Hinzuziehen weiterer Linienformbauelemente wie eines langreichweitigen Niederenergieausläufers und einer Untergrundstufe unter der Linie.

<sup>63</sup>Nach [Phi76] sollte  $\alpha$  bei “guten” Detektoren zumindest nicht größer als  $A$  sein. Ein wesentliches Ergebnis dieser Arbeit bestand deshalb darin, daß der ETEC-Detektor zur Reparatur geschickt wurde.

<sup>64</sup>Die in [Mar89] auftauchenden und z. T. nicht erklärten Abweichungen stammen wahrscheinlich daher.

eines ADC enthaltene Intensität *nicht* gegeben durch (84), sondern durch

$$I(x) = \int_{x-0.5}^{x+0.5} A e^{-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma^2}} dx \quad (87)$$

$$= \sqrt{\frac{2}{\pi}} \frac{A}{\sigma} (\operatorname{erfc}(\sqrt{2}\sigma(x - x_0 - 0.5)) - \operatorname{erfc}(\sqrt{2}\sigma(x - x_0 + 0.5))) \quad (88)$$

wenn die vom Hauptverstärker gelieferte Pulshöhenverteilung die Form einer exakten Gaußlinie hat. Dies führt insbesondere bei schmalen Linien ( $HWB < 5$  Kanäle) dazu, daß bei einer Anpassung mit (84) oder (78)

1. die Linien breiter erscheinen als sie tatsächlich sind und
2. das  $\chi^2$  dieser Anpassung größer ausfällt als erwartet, was sich insbesondere bei großen Zählraten und guter Statistik bemerkbar macht<sup>65</sup>.

Die Kanaleinträge nach (87) sind nicht allzu schwer zu berechnen, und so wurde eine Anpassung mit dieser Kanalinhaltfunktion versucht. Die Ergebnisse decken sich mit den bei [Den87] angegebenen, die Halbwertsbreiten insbesondere im unteren Bereich werden um bis zu 0.2 Kanäle kleiner ermittelt. Dementsprechend wird auch für die Kurve  $HWB(E)$  ein gegen die Bestimmung der Breiten aus (78) abgesenkter, in der Form jedoch gleicher Verlauf erhalten. Insbesondere aber zeigt sich, *daß die nach beiden Verfahren bestimmten Korrekturfaktoren innerhalb der Fehlertoleranzen immer übereinstimmen*. Aus diesem Grund wurde die Linienbreitenbestimmung über (78) beibehalten, auch wenn sich damit absolut gesehen für die Messung-1- und insbesondere Messung-4-Spektren etwas zu große Werte der  $HWB$  ergeben.

---

<sup>65</sup>Der Kanalschwerpunkt liegt bei Kanälen innerhalb  $\pm 1\sigma$  weiter außen als der Kanalmittelpunkt, bei Kanälen außerhalb dieser Grenzen weiter innen. Daher erscheint bei einem Anpassungsversuch die Linie in der Mitte breiter als außen.

## 5 Qualitative Elementbestimmung

### 5.1 Problemstellung

Liegt ein von einem Vielkanal produziertes  $\gamma$ -Spektrum vor, so hat man zunächst nur den Zusammenhang Zählrate(Kanal). Es liegt beim Benutzer, im Spektrum Linien zu sehen, diese bestimmten Energien zuzuordnen und danach die Linien zu identifizieren, zu welchem Zerfall sie gehören.

Der geübte Benutzer erkennt schnell die prominenten Linien und ist in der Lage, das Spektrum damit zu eichen. Ist er nur an wenigen Linien interessiert, so wird er diese danach schnell finden und gegebenenfalls weiter auswerten. Die Konzentrationsbestimmung in BONAN funktioniert auf dieser Basis vollautomatisch.

Ein anderes Problem kann jedoch sein, daß man gar nicht von jeder Linie alle Parameter kennen will, sondern sich vielmehr die generelle Frage stellt: *Welche Elemente sind in diesem Spektrum zu erkennen?* Insbesondere bei Proben natürlicher, aber (teilweise) unbekannter Zusammensetzung taucht diese Frage auf (Gesteine, Mineralien, auch Keramik zählt dazu). Moderne  $\gamma$ -Spektrenanalyseprogramme sind in der Lage, ein gesamtes Spektrum nach Linien abzusuchen, diese zu entfalten und von jeder Linie alle Formparameter zu bestimmen. Dies allerdings liefert nicht nur einen Berg von Information, an dem der Benutzer möglicherweise gar nicht interessiert ist, sondern dauert auch eine gewisse Zeit. Zudem bleibt das Problem der Identifikation bestehen. Für eine schnelle qualitative Analyse einzelner Spektren und Proben wurde deshalb ein einfacheres Verfahren entwickelt:

1. Spektrum nach Linien absuchen, möglichst alle mit dem Auge erkennbaren Linien auch finden.
2. Eichung des Spektrums
3. Identifikation der Linien

Weil das Verfahren in das bestehende Programmpaket eingebunden werden sollte, kann die Eichung anhand des bestehenden Liniensatzes übernommen werden. Die Identifikation erfolgt anhand von Tabellenwerten (Energie, Intensität) und erfordert darüber hinaus eine Berücksichtigung der Meßapparatur, um Summenlinien (Auflösungszeit, s. o. ) und die Nachweiswahrscheinlichkeit in Abhängigkeit von der Energie zu berücksichtigen. Außerdem sollen verdeckt liegende Interferenzen anhand von falschen Intensitätsverhältnissen erkannt werden können. Auf das verwendete Verfahren wird hier nicht eingegangen, es wird in [Ste] ausführlich beschrieben, und dieses Kapitel beschäftigt sich im weiteren hauptsächlich mit der Liniensuche.

## 5.2 Allgemeine Verfahren bei der Liniensuche

Die Grundidee ist hier fast immer die gleiche: Ausgehend davon, daß ein eben verlaufender Untergrund eine nur sehr wenig von 0 verschiedene zweite Ableitung hat, eine (mehr oder weniger) gaußförmige Linie dagegen eine große negative zweite Ableitung im Maximum besitzt, wird aus dem Spektrum diese für jeden Kanal berechnet und auf Minima hin untersucht. Da die Kanäle  $x$  nur eine diskrete Anzahl von Meßwerten  $I(x)$  liefern, kann man statt des Differentialquotienten zweiter Ordnung nur den Differenzenquotienten  $S(x)$  angeben:

$$S(x) = I(x + 1) - 2I(x) + I(x - 1) \quad (89)$$

Wegen der statistischen Natur des Spektrums liegt jedoch sein Fehler fast ebenso hoch, und eine gaußförmige Linie tritt erst dann hervor, wenn ihre Amplitude ungefähr bei 1000 liegt ([Mar67]). Aus diesem Grund ist eine Glättung des Spektrums erforderlich. Differenzenbildung und Glättung zusammen resultieren in einer "geglätteten" zweiten Ableitung, die von der Form der Glättungsfunktion abhängt, aber allgemein ausgedrückt werden kann durch

$$S_{\text{glatt}}(x) = \sum_{i=-m}^m L(i)I(x + i), \quad (90)$$

wo  $L(i)$  eine von der Glättung abhängige Gewichtsfunktion ist und  $m$  meistens im Bereich  $3 \leq m \leq 10$  liegt. Dabei gilt

$$\sum_{i=-m}^m L(i) = 0 \quad (91)$$

und im allgemeinen auch

$$L(-i) = L(i). \quad (92)$$

Transformationen mit einer Gewichtsfunktion nach (91) sind sogenannte Nullflächentransformationen. Gilt außerdem noch (92), was man bei einer geglätteten zweiten Ableitung erwarten sollte, so liefert (90) auf einem linearen Untergrund einen Wert nahe 0<sup>66</sup>. Bedingt durch die statistischen Schwankungen der Kanalhalte kann es jedoch zu Abweichungen davon kommen, und es ist sinnvoll,  $S_{\text{glatt}}(x)$  auf seine Standardabweichung oder Varianz zu normieren. Die Varianz ist gegeben durch

$$VS_{\text{glatt}}(x) = \sum_{i=-m}^m L(i)L(i)I(x + i), \quad (93)$$

weil der Fehler nur durch den statistischen Fehler der Zählrate in den einzelnen Kanälen bestimmt ist. Damit hat die Funktion

$$C(x) = S_{\text{glatt}}(x)/[VS_{\text{glatt}}(x)]^{\frac{1}{2}} \quad (94)$$

---

<sup>66</sup>Der lineare Untergrund läßt sich zerlegen in einen konstanten Anteil  $K_0(i) = I(x)$  für alle  $i$  und einen bezüglich  $x$  antisymmetrischen Anteil  $K_{as}(i) = b \cdot (x + i)$ , wobei  $b$  die Steigung des Untergrundes ist und  $K_{as}(-i) = -K_{as}(i)$ , die Summe  $\sum L(i)K_0$  liefert wegen (91) 0, weil  $K_0$  konstant ist, die Summe  $\sum L(i)K_{as}(i)$  liefert als symmetrische Summation über ein Produkt aus einer symmetrischen mit einer antisymmetrischen Funktion 0.

auf linearem Untergrund den Mittelwert 0 und die Standardabweichung 1. Stellt  $L(i)$  die Gewichte einer geglätteten zweiten Ableitung dar, so ist  $L(0) < L(i)$  für alle  $i$  und großen negativen Werten von  $L(i)$  für kleine  $|i|$  stehen kleinere positive Werte für große  $|i|$  gegenüber<sup>67</sup>. Befindet sich innerhalb des Spektrums allerdings eine über den Untergrund erhebende Struktur mit einer Breite ähnlich der durch die negativen Werte der Gewichtsfunktion  $L(i)$  vorgegebenen, so werden die Kanalinhalt dieser Struktur stark negativ gewichtet, während der benachbarte Untergrund weniger zum positiven Anteil der Summe in (91) beiträgt, das Resultat ist ein deutlich negatives  $C(x)$ , das dann zum Aufspüren von Strukturen (insbesondere natürlich Linien) genutzt werden kann<sup>68</sup>. Über die Form von  $L(i)$  und den damit verbundenen Erfolg beim Aufspüren von Strukturen sind zahlreiche Veröffentlichungen bekannt (z. B. [Mar67], [Phi76], [Blo75], [Rob72]). Die Informationstheorie liefert als “beste Glättungsfunktion” (oder auch Filterfunktion)  $L(i)$  diejenige, deren Form und Breite der der gesuchten Struktur entspricht, also im Falle einer gaußförmigen Linie sollte auch  $L(i)$  Gaußform haben [Jen81]. Als “beste Funktion” wird dabei diejenige bezeichnet, bei der der Wert  $C(x)$  extrem wird. Ist also die gesuchte Linienform bekannt, so kann man sich ein bestes  $L(i)$  vorgeben. Dann wird für jeden Kanal  $x$   $C(x)$  bestimmt. Gilt dabei  $C(x) > C_0$ <sup>69</sup>, so kann der Kanal als zu einer Linie zugehörig betrachtet werden. Die Wahl von  $C_0$  ist abhängig vom gewünschten Ergebnis: große  $C_0$  (etwa  $C_0 > 5$ ) liefern möglicherweise nicht alle nur schwach erkennbaren Linien, dafür aber kann es bei kleineren  $C_0$  passieren, daß auch Untergrundstrukturen, die zufällig vorhanden sind, noch als “Linie” angesprochen werden.  $C_0 < 2$  sollte immer vermieden werden, da im Mittel für noch 5% der Untergrundkanäle  $C(x) > 2$  gilt (s. o. ).

---

<sup>67</sup>Für den Differenzenquotienten  $S(x)$  ist z. B.  $L(0) = -2$ ,  $L(\pm 1) = 1$  und  $L(i) = 0$  für  $|i| > 1$ .

<sup>68</sup>Dreht man die Vorzeichen von  $L(i)$  einfach um (d. h. man berechnet die negative zweite Ableitung), wird  $C(x)$  stark positiv, was zwar egal ist, aber hier im weiteren bevorzugt wird.

<sup>69</sup>Das ist die Bedingung, falls mit *negativer* zweiter Ableitung gearbeitet wird, im anderen Fall ist “<” zu setzen.

### 5.3 Suche nach geeigneten Glättungsfunktionen

Die meisten Spektrenanalyseprogramme (z. B. [Phi76]) gehen so vor, daß sie ein Spektrum nur grob nach Linien absuchen (größeres  $C_0$ ), um dann nach der durchgeführten Anpassung über die Residuen eventuell weitere Linien zu finden. Im hier vorliegenden Fall jedoch sollen bereits bei der ersten Suche möglichst alle Linien entdeckt werden, dabei insbesondere auch solche, die in der Nachbarschaft von sehr intensiven Linien sitzen. Hier wurde  $C_0 = 3$  gewählt. Während eine einer Gaußlinie entsprechende Glättungsfunktion für freie und intensive Linien immer zufriedenstellende Ergebnisse liefert, versagt sie in einem Gebiet mit zahlreichen Linien oft bei weniger intensiven, aber mit dem Auge noch gut erkennbaren Linien auf der Flanke von starken Peaks. Deshalb wurde für jeden Detektor ein Satz von Glättungsfunktionen getestet. Kriterium dabei war, möglichst alle mit dem Auge zu erkennenden Linien auch zu finden, ohne dabei allzu viel Untergrund mitzuliefern. Dabei spielt es bei intensiven Linien, die von jedem auch nur halbwegs brauchbaren Algorithmus immer entdeckt werden, auch keine Rolle, ob  $C(x)$  nun tatsächlich ein Maximum annimmt, wenn dafür die oben gestellte Forderung erfüllt wurde. Dies führt dazu, daß die "beste Glättungsfunktion" für einen Spektrentyp mit freien Linien hier oft nicht die erfolgreichste war. Als Testspektren dienten zunächst solche des Tonstandards. Abb.14 stellt das Testspektrum der Messung 1 dar, Abb.11 zeigt die für den GF-Detektor getesteten Faltfunktionen.

Davon fanden beispielsweise in der Umgebung der Sc46B-Linie (s. Abb. 12) (Kanal 2526, 1120.5 keV) nur die Funktionen 4, 6, 7 und 8 die Linie in Kanal 2508 ( $^{152}\text{Eu}$ , 1112.05 keV) darüber hinaus versagte aber 4 bei der Linie im Kanal 2515 ( $\text{Zn65}$ , 1115.5 keV).

Als erfolgreichste einzelne Funktion erwies sich 7, der gegenüber die der "besten Funktion" nahekommende Funktion 8 bei sonst gleichen Erfolgen beim Finden der 554 keV-Linie des  $^{82}\text{Br}$  versagte. Beide Funktionen gehen von einer gaußförmigen Linie mit einer Halbwertsbreite von 5 Kanälen aus, unterscheiden sich aber in der Zahl der zur Glättung herangezogenen Kanäle. Funktion 8 gibt die Gaußform noch eher wieder. Beide Funktionen gehen auf einen in [Mar67] angegebenen Algorithmus zur Berechnung der Gewichte zurück, der wie folgt gegeben ist:

1. Der Algorithmus ist durch 2 Zahlen  $z$  und  $w$  gekennzeichnet.  $w$  gibt die Zahl der Kanäle *einer* Mittelung an ( $w = 2m + 1$ ), über die dann erneut  $z$ -fach gemittelt wird.
2. Die endgültigen Koeffizienten  $L(i, w, z)$  werden rekursiv berechnet aus

$$L(i, w, z) = \sum_{j=i-m}^{i+m} L(j, w, z-1) \quad (95)$$

3. Die Koeffizienten zu Beginn der Iteration ( $z = 0$ ) sind gegeben durch die des einfachen zweiten Differenzenquotienten (bzw. hier multipliziert mit (-1), s. o.):

$$L(i, w, 0) = 0, \text{ falls } |i| \geq 2$$

$$\begin{aligned}
L(i, w, 0) &= -1, \text{ für } |i| = 1 \\
L(0, w, 0) &= 2
\end{aligned}
\tag{96}$$

$w$  ist dabei ungefähr gleich der 0.6-fachen Halbwertsbreite zu wählen, die Variation der Halbwertsbreiten über ein Spektrum kann aber vernachlässigt werden, wenn  $w$  für die Spektrenmitte bestimmt wird. Funktionen 7 und 8 entsprechen diesem Algorithmus mit  $w = 3$  und  $z = 4$  bzw. 5. (5 ist der von [Mar67] angegebene “beste” Wert.)

Bei den anderen Detektoren zeigte sich folgendes:

- Für den XNAA arbeitet die Funktion 7 ebenfalls zufriedenstellend.
- Beim ETEC mußte die größere Halbwertsbreite der Linien berücksichtigt werden, außerdem liefert eine Funktion allein hier keine befriedigenden Ergebnisse. Eine Kombination der beiden nach dem obigen Algorithmus berechneten Funktionen mit  $w = 3, z = 5$  und  $w = 5, z = 6$  genügt jedoch allen Anforderungen.
- Bei allen drei Detektoren werden eng liegende Doppellinien mit um etwa 5 Kanäle getrennten Spitzen und schwache Strukturen im Untergrund mit schlechter Statistik im oberen Bereich des Spektrums am besten<sup>70</sup> von einer Stufenfunktion<sup>71</sup> gefunden.

Da es keinen großen zusätzlichen Aufwand bedeutet, wird ein abzusuchendes Spektrum nacheinander mit allen vier Funktionen – unabhängig vom Detektor – untersucht (s. Abb. 13).

Die zugrundeliegende Idee ist dabei nach wie vor, daß ein Element auch über nur schwache Linien noch identifiziert werden kann und somit eine Linie zuviel besser ist als eine zuwenig. Wenn dies nicht mehr möglich ist, kann ein Identifikationsalgorithmus die Linie aufgrund der beiden Bedingungen *nicht zuzuordnen* und *Linie schwach* als Untergrundstruktur immer noch verwerfen.

---

<sup>70</sup>“Am besten” heißt hier: möglichst großes  $C(x)$

<sup>71</sup>D.h., es gibt nur drei Werte für  $L(i)$ :  $L(i) = L_1 > 0$  für kleine  $|i|$ ,  $L(i) = L_2 < 0$  für mittlere  $|i|$  und  $L(i) = 0$  außerhalb des Suchbereiches.

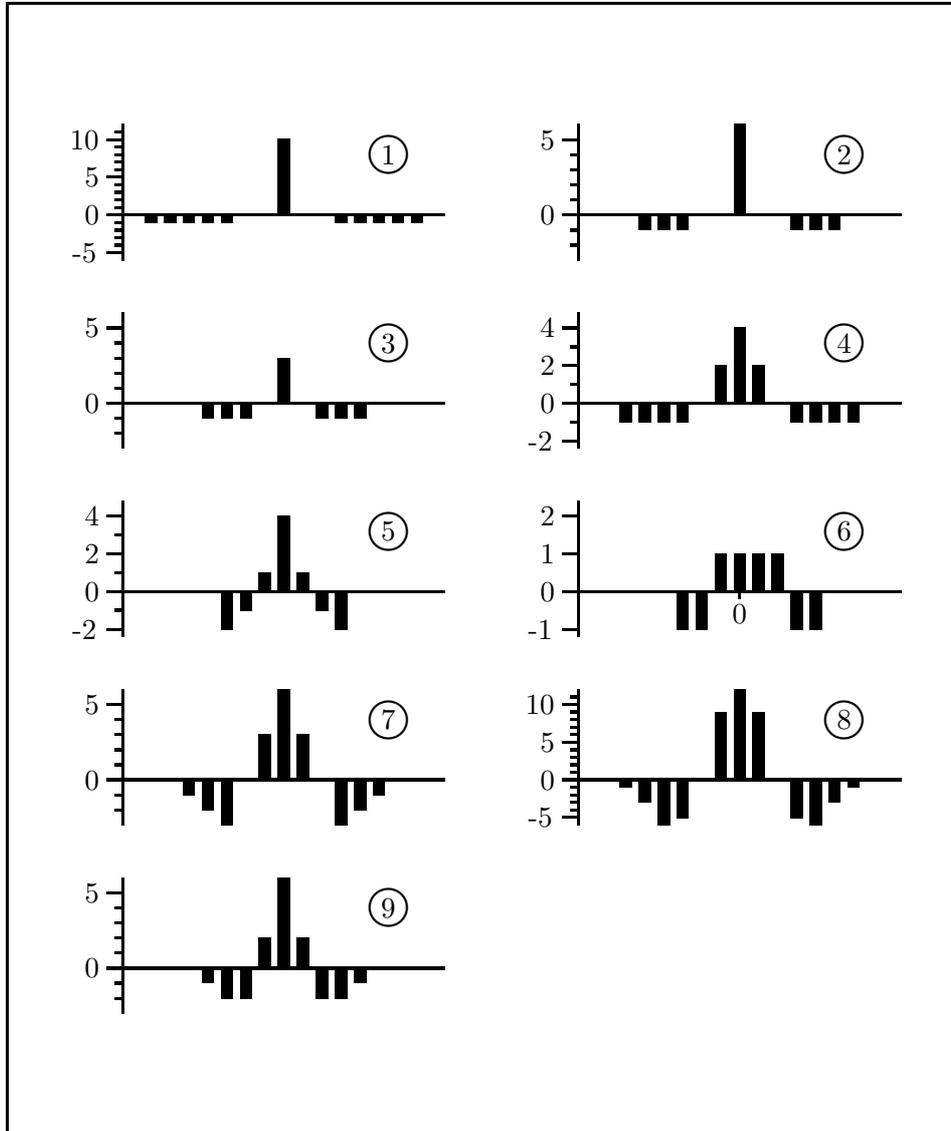


Abbildung 11: Getestete Faltfunktionen für den GF-Detektor anhand des Spektrums L006M14

Die Ordinaten der einzelnen Funktionen haben unterschiedliche Maßstäbe. Der Mittelkanal ( $i = 0$ ) der einzelnen Funktionen ist aus den Darstellungen ersichtlich, lediglich bei der asymmetrischen Funktion 6 ist er gekennzeichnet. Die Balken geben die  $L(i)$  an, wo ein Balken fehlt, ist für das entsprechende  $i$   $L(i) = 0$ . Funktionen 1 – 3 eignen sich für das Aufspüren von Linien auf Flanken im Bereich von kleinen Halbwertsbreiten (bis 4 Kanäle), liefern aber sehr viel Untergrund mit. Insgesamt sind die Funktionen 7 und 8 die erfolgreichsten, s. Text.

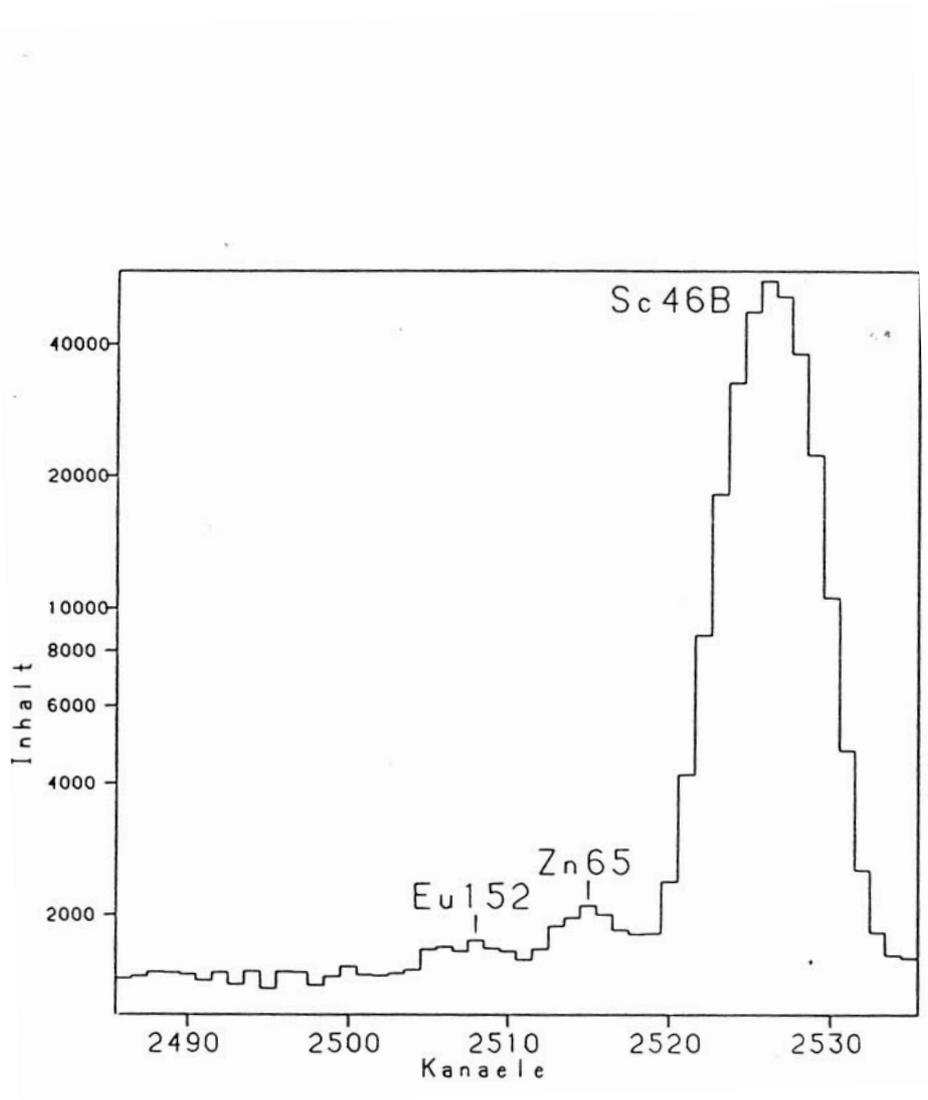


Abbildung 12: Umgebung der Sc46B-Linie im Spektrum L006M14 (Tonstandard).  
 Die beiden auf der unteren Flanke der Sc-Linie liegenden Peaks von Eu und Zn stellen für einige Glättungsfunktionen eine unüberwindliche Hürde dar.

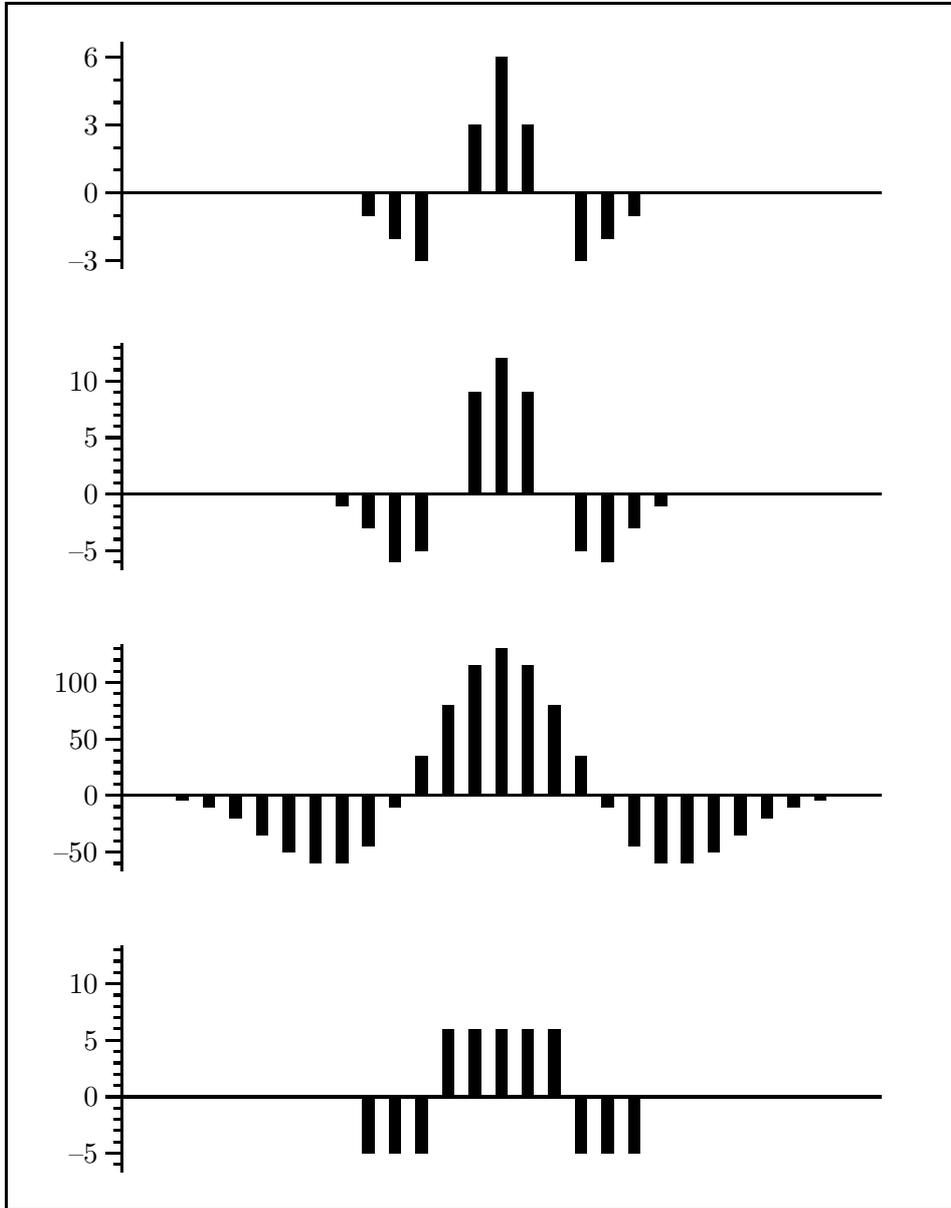


Abbildung 13: Die in BONAN verwendeten Glättungsfunktionen  
 Die oberen beiden Funktionen sind die Funktionen 7 und 8 der Abb. 11, die dritte Funktion von oben ergibt sich mit dem in [Mar67] beschriebenen Algorithmus für  $w = 5$  und  $z = 6$  und liefert die besten Werte für mit dem ETEC aufgenommene Spektren, die Stufenfunktion unten dient zur Erkennung insbesondere nicht aufgelöster Doublets. Bei der dritten Funktion liegt der Wert von  $L(i)$  für  $i = \pm 13$  ( $= 1$ ) unterhalb der Zeichengenauigkeit.

## 5.4 In BONAN realisiertes Suchverfahren

Das auf der Basis dieser Algorithmen realisierte Verfahren zur Liniensuche, Eichung und schnellen, aber nicht sehr genauen, Intensitätsbestimmung läuft wie folgt ab:

1. Die Eichlinien werden anhand des im Kapitel 3.1 beschriebenen Verfahrens bestimmt. Das allerdings setzt voraus, daß man wenigstens eine ungefähre Idee des Probengehaltes hat, wenn die automatische Eichliniensuche nicht funktioniert. Zumindest anhand von durch die Folie erzeugten oder im Raumuntergrund vorhandenen Linien ist eine Eichung aber bisher immer möglich gewesen.
2. Das Spektrum wird mit den oben beschriebenen vier Algorithmen abgesehen. Jeder Kanal  $x$ , für den gilt  $C(x) \geq 3$ , wird dabei als zu einem "Linienbereich" gehörig betrachtet. In der Regel erstreckt sich damit ein zusammenhängender Linienbereich über mehrere Kanäle, denn  $C(x) \geq 3$  gilt nicht nur für den Maximumkanal einer Linie, sondern auch für die benachbarten Kanäle. Zu einem Linienbereich gehörig betrachtet werden auch Kanäle, für die zwar nicht  $C(x) \geq 3$  gilt, die aber einem derartigen Kanal benachbart liegen. Das letzte Kriterium ist wichtig speziell für die auf der Flanke von starken Linien sitzenden schwächeren Peaks, denn aufgrund der speziellen Form des "Untergrundes" (= Linienflanke) wird der Suchalgorithmus irritiert und stellt zwar für einen oder zwei Kanäle  $C(x) > 3$  fest, aber der Kanal mit der Spitze selbst ist nicht dabei.
3. Jeder zusammenhängende Linienbereich wird auf Kanäle  $x_m$  untersucht, für die gilt:

$$\begin{aligned} I(x_m) &\geq I(x_{m-1}) \text{ und} \\ I(x_m) &\geq I(x_{m+1}) \end{aligned} \tag{97}$$

Das sind die eine Spitze enthaltenden Kanäle. Um bei schwächeren, aber verrauschten Linien die Mehrfachmeldung von Spitzen zu vermeiden, müssen zwei benachbarte gemeldete Spitzen einen Abstand von wenigstens 3, beim ETEC 4 Kanälen, haben, ansonsten wird nur die höhere beider Spitzen als Linie angesprochen. Ausnahme dabei bilden Linien mit zufällig gleicher höchster Zählrate in zwei benachbarten Kanälen, die beide angesprochen werden, für diese Fälle muß in (97) das Gleichheitszeichen stehen.

4. Den Linien wird aus der erfolgten Eichung eine Energie zugeordnet.
5. Der Kanal mit dem jeweils tiefsten Inhalt zwischen zwei Linien wird bestimmt.
6. Um für die Festlegung von großräumigen Regionen des Spektrums mit zusammenhängender Linienstruktur ("Gebirge") (z. B. Vorbereitung von HYPERMET-Eingabedateien, notwendig für die mit HYPERMET berechneten Linienflächen von W187H und Zn65H) sinnvolle Bereiche zu erhalten, werden Linien, die weniger als 15 Kanäle

auseinander liegen, zu gemeinsamen Gebirgen zusammengefaßt. Die oberste Linie eines Gebirges liegt also mindestens 15 Kanäle unterhalb der nächsten höherenergetischen Linie entfernt, sinngemäßes gilt für die unterste Linie eines Gebirges.

7. Für eine schnelle Intensitätsbestimmung ist neben der Größe  $C(x)$ , die bei Flankenlinien allerdings von der Umgebung der Linie abhängt, insbesondere die Linienhöhe geeignet. Diese wird auf zwei Arten berechnet:
  - (a) Zwischen den beiden Kanälen mit dem kleinsten Inhalt um eine Linie herum wird ein linearer Untergrund interpoliert, dessen Wert an der Stelle  $x_m$  wird von  $I(x_m)$  abgezogen, man hat eine Abschätzung der Linienhöhe bezogen auf ihre nächste Umgebung (lokale Höhe).
  - (b) Der tiefste Punkt unterhalb der ersten und oberhalb der letzten Linie eines Gebirges dienen auf die gleiche Art als Richtschnur für den Untergrund des gesamten Gebirges. Damit erhält man für jede Linie eine zweite (globale) Höhe. Liegen die tiefsten Punkte allerdings mehr als 13 Kanäle von den letzten Spitzen eines Gebirges entfernt, so werden statt ihrer die Einträge dieser "Grenzkanäle" benutzt, ein Verfahren, daß ein "Davonlaufen" des Untergrundes verhindert<sup>72</sup>. Für einzelne Fälle mag das Verfahren damit zwar "daneben" liegen, für eine mehr qualitative Bestimmung genügt es jedoch<sup>73</sup>.
8. Die ermittelten Größen Position, Energie,  $C(x)$ , lokale und globale Höhe werden in einer Ausgabedatei für die weitere Auswertung zur Verfügung gestellt. Geplant ist eine vollständige automatische Identifikation aller Linien eines Spektrums, was insbesondere Hinweise auf Elemente liefern kann, die routinemäßig nicht analysiert werden, weil sie normalerweise nicht nachweisbar sind<sup>74</sup>.

Das gesamte Verfahren wird im (abgesehen von der Eichung) vom Auswertprogramm BONAN weitgehend unabhängigen Unterprogramm PEAKSUCH durchgezogen. Eine mögliche Option von BONAN besteht nur aus Eichung, Liniensuche (über PEAKSUCH) und Identifikation, zusätzlich wird hier allerdings eine Ausgabedatei für einen Spektrenplot auf einem CALCOMP-Plotter erzeugt, in der die Linien bereits mit ihren Energien markiert sind. Dies ist insbesondere bei der Untersuchung von Einelement-

---

<sup>72</sup>Insbesondere, wenn ober- bzw. unterhalb eines Gebirges die nächste Linie erst in einigen hundert Kanälen Abstand folgt, kann der Untergrund sonst auf Punkte gelegt werden, die den wirklichen Untergrund unter dem Gebirge nur noch sehr schlecht repräsentieren.

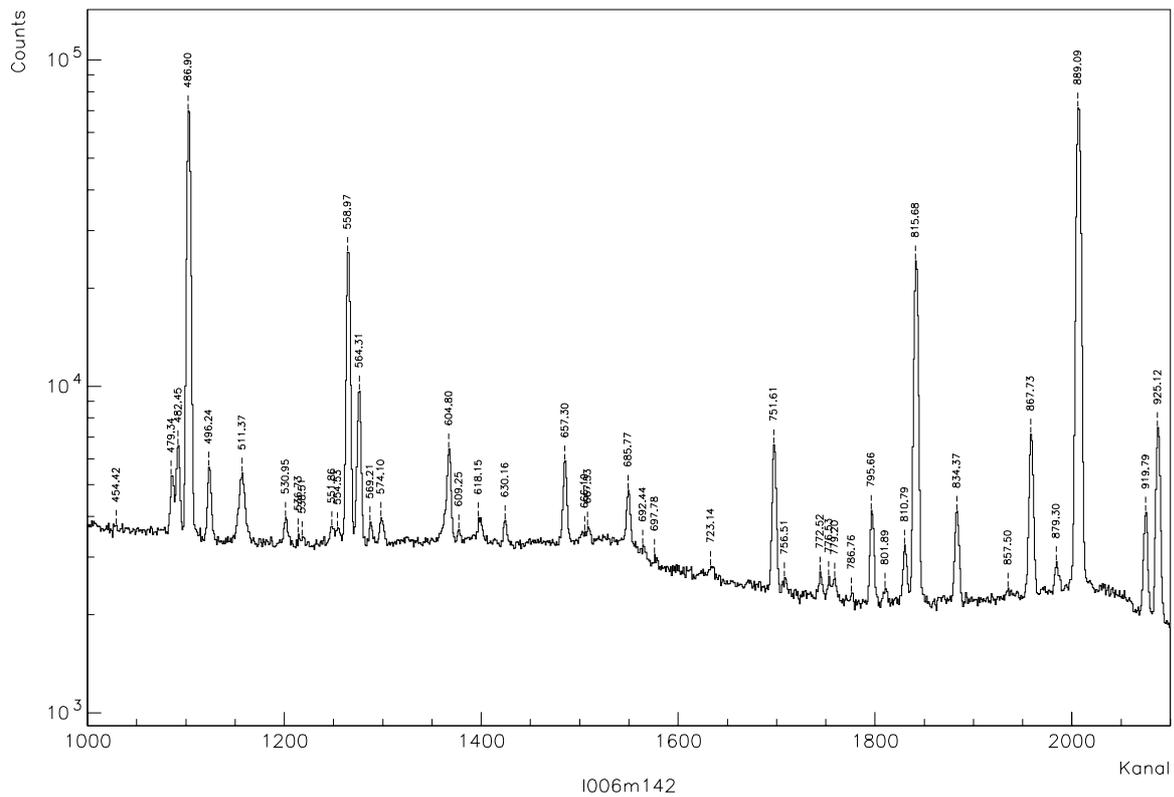
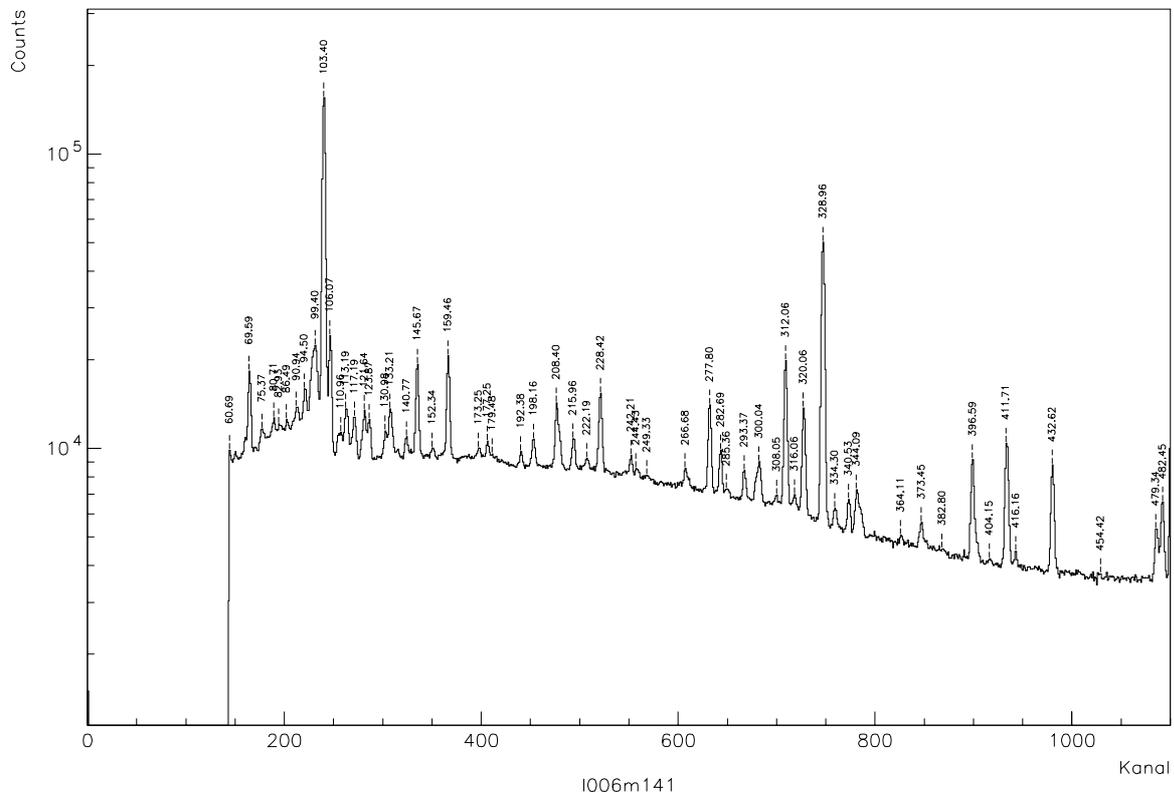
<sup>73</sup>In Messung 5 wird bei der Routineauswertung der Untergrund teilweise über mehr als 300 Kanäle durchgezogen (s. [Kre86]), dies aber kann man nur machen, wenn man die zu erwartenden Linien kennt.

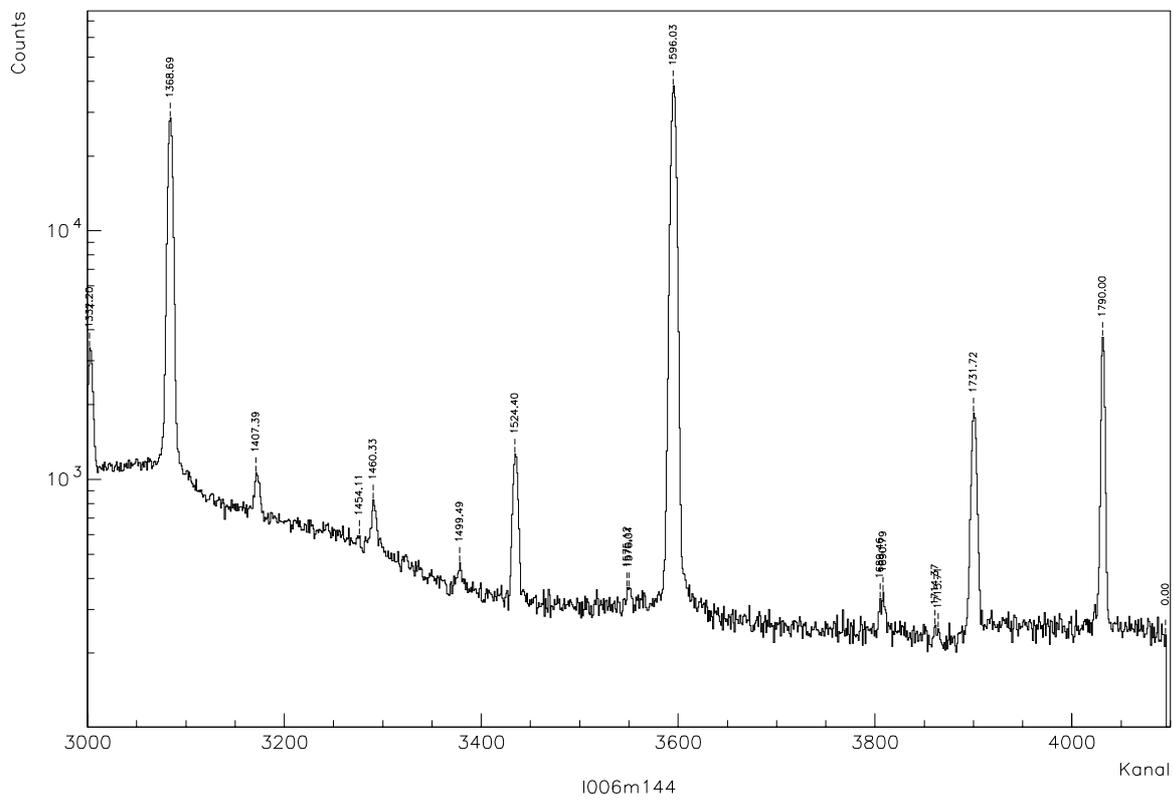
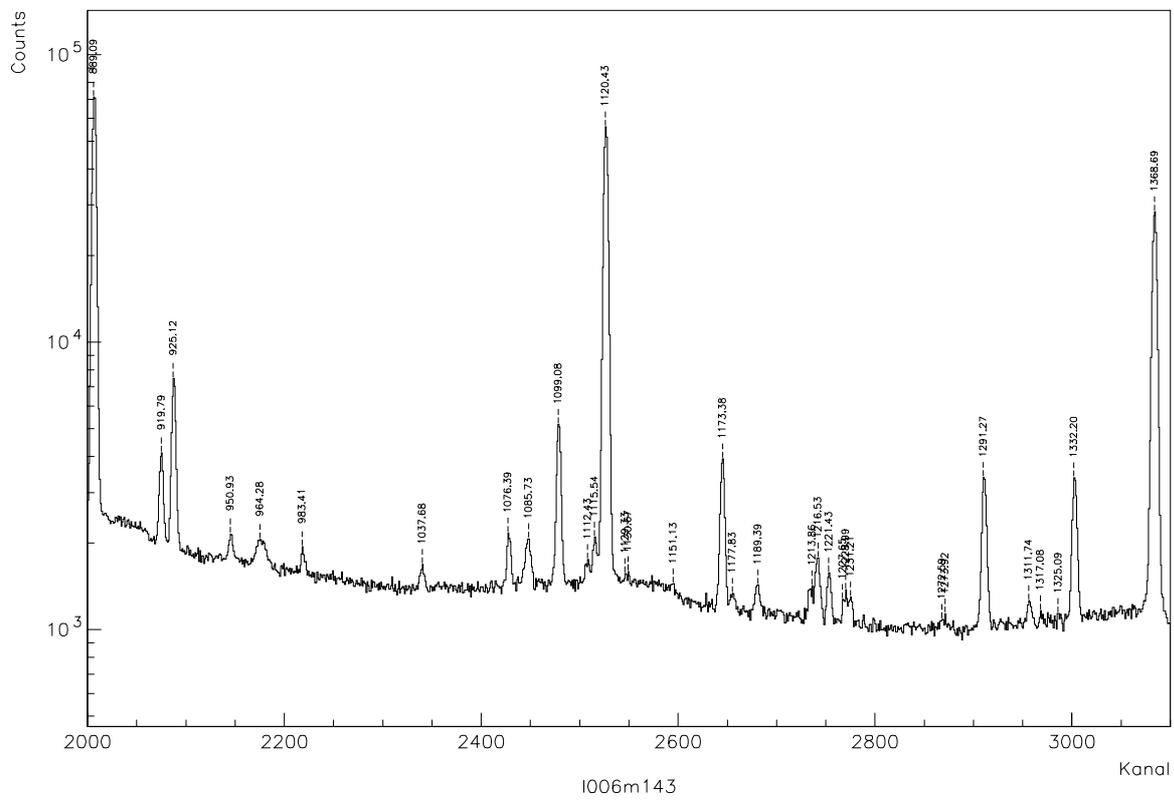
<sup>74</sup>Silber beispielsweise ist im Regelfall nicht in den Spektren erkennbar, ein Identifikationsstest an antiken Lapislazuli-Proben lieferte jedoch in zwei Fällen Silberlinien des  $^{110m}\text{Ag}$  ( $t_{1/2} = 250.4$  d) von denen die 884 keV-Linie genügend stark war, um die Integration der Sc46A-Linie zu beeinflussen. Ohne eine Liniensuche mit anschließender Identifikation wäre sowohl Silber als auch der Einfluß auf andere Linien unerkant geblieben.

oder Detektortestspektren hilfreich, man erspart sich die manuelle Zuordnung der Linien.

Abbildung 14: (auf den nächsten Seiten:)

Dargestellt ist das nach Linien abgesuchte und geeichte Spektrum eines Tonstandards (L006M14) der Messung 1. Es handelt sich um das Testspektrum für die Glättungsfunktionen des GF-Detektors.





## 6 Zusammenfassung und Ausblick

Die vorgestellten Auswerteverfahren erlauben mit den vorgestellten Kontroll- und Korrekturmechanismen eine weitgehend automatische und somit für den Benutzer wenig zeitaufwendige Inhaltsbestimmung der vermessenen Proben. Darüber hinaus können auch Präparate weitgehend unbekannter Zusammensetzung schnell qualitativ analysiert werden, außerdem gestattet die Berücksichtigung der Linienverbreiterung Messungen an auch sehr viel aktiveren Proben als bisher, so daß das begrenzende Element das Verhältnis von Lifezeit zu Totzeit in der Meßapparatur wird. Um die Meßapparatur mit den erzielten Verbesserungen Schritt halten zu lassen, wird daher der Einsatz eines schnelleren Analog-Digital-Wandlers vorbereitet, darüber hinaus läßt sich der Probendurchsatz wesentlich erhöhen, wenn die Messungen 1 und 2 bzw. 3 und 4 gleichzeitig durchgeführt werden und auf die Messung 5 verzichtet wird. Die Gd-Konzentration müßte dann allerdings aus im ETEC-Detektor vermessenen Linien bestimmt werden.

In der der Konzentrationsbestimmung nachfolgenden multivariaten statistischen Analyse zur Etablierung von Referenzgruppen und der Herkunftsbestimmung von Keramik sollen neue mathematische Verfahren entwickelt werden, die hier ebenfalls sicherere Aussagen als bisher erlauben. Mit diesem Instrumentarium stellt dann die Neutronenaktivierungsanalyse, so wie sie in Bonn gehandhabt wird, nach wie vor ein zeitgemäßes und effizientes Mittel zur Klärung von sowohl naturwissenschaftlichen als auch archäologischen Fragestellungen dar.

# Anhänge

## A Eichlinien

Der Anhang enthält Solleichung (Tab. 6), Besonderheiten bei der Festlegung der Linienmaxima (Tab. 7, s. Kap. 3.1) sowie Eichlinien für bestimmte Spektrentypen (Tab. 8) und die bei automatischer Selektion zur Verfügung stehenden Eichlinien (Tab. 9).

| Messung | untere Sollmarke         | obere Sollmarke           | Energie/Kanal     |
|---------|--------------------------|---------------------------|-------------------|
| 1 und 4 | 344.27 keV in Kanal 782  | 1408.02 keV in Kanal 3171 | 0.44546 keV/Kanal |
| 2 und 3 | 121.78 keV in Kanal 1173 | 344.27 keV in Kanal 3300  | 0.10460 keV/Kanal |
| 5       | 40.12 keV in Kanal 608   | 121.78 keV in Kanal 1836  | 0.06650 keV/Kanal |

Tabelle 6: Solleichungen für alle Messungen. Die Spektren der Messungen 1 – 4 sind 4K-Spektren, die der Messung 5 2K-Spektren.

| Linie             | festgelegt durch  | Messung | Spektrentyp                  |
|-------------------|-------------------|---------|------------------------------|
| Ca47 (1297 keV)   | Fe59A (1292 keV)  | 1       | alle außer CaCO <sub>3</sub> |
| Fe59A (1292 keV)  | Ca47 (1297 keV)   | 1       | CaCO <sub>3</sub>            |
| Ba131B (124 keV)  | Eu152C (122 keV)  | 2 und 3 | alle                         |
| Tb160C (1178 keV) | Co60A (1173 keV)  | 4       | Keramik und o. A.            |
| Co60A (1173 keV)  | Tb160C (1178 keV) | 4       | Obsidian                     |

Tabelle 7: Linien, die durch benachbarte Linien festgelegt werden. “o. A. ” bedeutet Probenspektren, bei denen der Typ nicht gesondert spezifiziert ist.

| Messung 1         |                  |           |                 |            |
|-------------------|------------------|-----------|-----------------|------------|
| Spektrrentyp      | untere Eichlinie |           | obere Eichlinie |            |
| Keramik           | Sc46A            | (889 keV) | Na24A           | (1369 keV) |
| CoalFlyAsh        | Sc46A            | (889 keV) | Na24A           | (1369 keV) |
| Obsidian          | La140A           | (487 keV) | Na24A           | (1369 keV) |
| CaCO <sub>3</sub> | Sc47             | (159 keV) | Ca47            | (1297 keV) |
| Avicel            | Pa233A           | (312 keV) | Na24A           | (1369 keV) |
| Uran              | Np239B           | (278 keV) | Na24A           | (1369 keV) |

| Messung 2         |                  |            |                 |           |
|-------------------|------------------|------------|-----------------|-----------|
| Spektrrentyp      | untere Eichlinie |            | obere Eichlinie |           |
| Keramik           | Eu KA1           | (41.5 keV) | Pa233A          | (312 keV) |
| CoalFlyAsh        | Eu KA1           | (41.5 keV) | Pa233A          | (312 keV) |
| Obsidian          | Eu KA1           | (41.5 keV) | Pa233A          | (312 keV) |
| CaCO <sub>3</sub> | Eu KA1           | (41.5 keV) | Sc47            | (159 keV) |
| Avicel            | Eu KA1           | (41.5 keV) | Cr51            | (320 keV) |
| Uran              | Tc99M            | (141 keV)  | La140C          | (329 keV) |

| Messung 3         |                  |            |                 |           |
|-------------------|------------------|------------|-----------------|-----------|
| Spektrrentyp      | untere Eichlinie |            | obere Eichlinie |           |
| Keramik           | Ta182D           | (67.8 keV) | Pa233A          | (312 keV) |
| CoalFlyAsh        | Ta182D           | (67.8 keV) | Pa233A          | (312 keV) |
| Obsidian          | Ta182D           | (67.8 keV) | Pa233A          | (312 keV) |
| CaCO <sub>3</sub> | Ta182D           | (67.8 keV) | Sc47            | (159 keV) |
| Avicel            | Ta182D           | (67.8 keV) | Cr51            | (320 keV) |
| Uran              | Nd147A           | (91.1 keV) | Ce141           | (145 keV) |

| Messung 4         |                  |            |                 |            |
|-------------------|------------------|------------|-----------------|------------|
| Spektrrentyp      | untere Eichlinie |            | obere Eichlinie |            |
| Keramik           | Pa233A           | (312 keV)  | Sc46B           | (1121 keV) |
| CoalFlyAsh        | Pa233A           | (312 keV)  | Sc46B           | (1121 keV) |
| Obsidian          | Hf181B           | (482 keV)  | Ta182A          | (1221 keV) |
| CaCO <sub>3</sub> | Sc47             | (159 keV)  | K40             | (1461 keV) |
| Avicel            | Cr51             | (320 keV)  | K40             | (1461 keV) |
| Uran              | Zr95             | ( 757 keV) | K40             | (1461 keV) |

| Messung 5         |                             |            |                 |            |
|-------------------|-----------------------------|------------|-----------------|------------|
| Spektrrentyp      | untere Eichlinie            |            | obere Eichlinie |            |
| Keramik           | U LA                        | (13.6 keV) | Tm KA1          | (50.8 keV) |
| Obsidian          | U LA                        | (13.6 keV) | Tm KA1          | (50.8 keV) |
| CoalFlyAsh        | U LA                        | (13.6 keV) | Tm KA1          | (50.8 keV) |
| CaCO <sub>3</sub> | Keine Spektren in Messung 5 |            |                 |            |
| Avicel            | Ta182D                      | (67.8 keV) | Hf181A          | (133 keV)  |
| Uran              | Pm KA                       | (38.7 keV) | Np239C          | (106 keV)  |

Tabelle 8: Eichlinien für spezifizierte Spektrrentypen. Der Tonstandard wird als "Keramik" betrachtet.

| Messung 1        |            |                 |            |
|------------------|------------|-----------------|------------|
| untere Eichlinie |            | obere Eichlinie |            |
| La140A           | (487 keV)  | Na24A           | (1369 keV) |
| Cu64             | (511 keV)  | K42             | (1525 keV) |
| Au198            | (412 keV)  | Ta182A          | (1221 keV) |
| Sc46A            | (889 keV)  | La140B          | (1596 keV) |
|                  |            | Na24E           | (1732 keV) |
| Messung 2        |            |                 |            |
| untere Eichlinie |            | obere Eichlinie |            |
| Sm153A           | (103 keV)  | Cr51            | (320 keV)  |
| Ta182D           | (67.8 keV) | Pa233A          | (312 keV)  |
| Np239C           | (106 keV)  | La140C          | (329 keV)  |
| Nd147A           | (91.1 keV) |                 |            |
| Hf181A           | (133 keV)  |                 |            |
| Fe59D            | (192 keV)  |                 |            |
| Messung 3        |            |                 |            |
| untere Eichlinie |            | obere Eichlinie |            |
| Yb169B           | (63.1 keV) | Cr51            | (320 keV)  |
| Ta182D           | (67.8 keV) | Pa233A          | (312 keV)  |
| Sc47             | (159 keV)  |                 |            |
| Nd147A           | (91.1 keV) |                 |            |
| Hf181A           | (133 keV)  |                 |            |
| Fe59D            | (192 keV)  |                 |            |
| Messung 4        |            |                 |            |
| untere Eichlinie |            | obere Eichlinie |            |
| Pa233A           | (312 keV)  | Co60B           | (1332 keV) |
| Cr51             | (320 keV)  | Eu152A          | (1408 keV) |
| Hf181B           | (487 keV)  | Ta182A          | (1221 keV) |
| Ce141            | (145 keV)  | Sb124           | (1691 keV) |
|                  |            | Fe59A           | (1292 keV) |
| Messung 5        |            |                 |            |
| untere Eichlinie |            | obere Eichlinie |            |
| U LA             | (13.6 keV) | TM KA1          | (50.8 keV) |
| Cs KA            | (31.0 keV) | Ta182D          | (67.8 keV) |

Tabelle 9: Mögliche Eichlinien bei automatischer Selektion. Die obere und untere Linie werden unabhängig voneinander ermittelt, jeweils die intensivsten beiden der zur Verfügung stehenden werden bei allen nicht typspezifizierten Probenspektren ausgewählt.

## B Kontrollwerte für Tonstandards und Folie

In den folgenden Tabellen sind die Kontrollparameter für jede Linie zusammengefaßt. Die in der Spalte  $\text{Folie}_{\text{Max}}$  angegebenen Werte sind die auf den ZdBz zurückgerechneten maximal erlaubten Zählraten pro Minute in einem Al-Avicel Spektrum, ist die Zählrate größer, erfolgt eine Warnung (vgl. Kap. 3.6). Die beiden letzten Spalten enthalten die Kontrollparameter FEHLFAK und SAMAX für den Tonstandard (s. Kap. 3.7.3). (Zur Erinnerung: mit  $\sigma_K$  Standardabweichung der Standardkonzentrationen,  $\Delta\bar{K}$  ihr mittlerer Fehler, erfolgt eine Warnung je nach Option entweder bei  $\sigma_K > \Delta\bar{K} \cdot \text{FEHLFAK}$  oder bei  $\sigma_K > \text{SAMAX}$ .) Die Steuerung der Optionen (Kontrolle über Standardabweichung in Einheiten des mittleren Fehlers bzw. absolut) erfolgt dabei abhängig von den Werten von FEHLFAK und SAMAX wie folgt:

- $\text{SAMAX} = 0 \Rightarrow$  Kontrolle nur über mittleren Fehler, multipliziert mit FEHLFAK
- $\text{SAMAX} \neq 0 \Rightarrow$  Kontrolle über absolute Standardabweichung, ist allerdings der mittlere Fehler größer, Kontrolle über mittleren Fehler, multipliziert mit FEHLFAK. (Im Regelfall ist FEHLFAK bei diesen Linien aber = 1.)
- $\text{SAMAX} = 0$  und  $\text{FEHLFAK} = 0 \Rightarrow$  Linie wird nicht kontrolliert. Dies ist der Fall bei Untergrundlinien (z. B. K40), Linien, bei denen nicht der Tonstandard als Referenz dient (Ca-Linien) und Linien, die zu anderen Zwecken als denen der eigentlichen Konzentrationsbestimmung ausgewertet werden und bei denen die Rückrechnung auf den ZdBz möglicherweise nicht den tatsächlichen Abklingfaktor verwendet (La140B in Messung 4) oder nicht alle Korrekturen mitnimmt (U LA und Lu KA1 in Messung 5). Auch wenn die Bestimmung nur äußerst ungenau erfolgt, wird auf eine Überprüfung verzichtet (Tc99M).

| Linie                | Folie <sub>Max</sub>       | FEHLFAK | SAMAX   |
|----------------------|----------------------------|---------|---------|
| TC99M (140.51 keV)   | 80                         | 0.0     | 0.0000  |
| SC47* (159.39 keV)   | 25                         | 0.0     | 0.0000  |
| SC47 (159.39 keV)    | 30                         | 1.0     | 0.0600  |
| NP239A (228.20 keV)  | 370                        | 1.0     | 0.2000  |
| NP239B (277.50 keV)  | 400                        | 1.0     | 0.3000  |
| YB175C (282.40 keV)  | 15                         | 1.5     | 0.0000  |
| CE143 (293.30 keV)   | 150                        | 1.0     | 0.0000  |
| PA233A (311.90 keV)  | 15                         | 1.0     | 0.3000  |
| CR51 (320.00 keV)    | 60                         | 1.0     | 5.0000  |
| LA140C (328.77 keV)  | 1000                       | 1.0     | 1.0000  |
| YB175A (396.30 keV)  | 5                          | 1.0     | 0.1000  |
| AU198 (411.80 keV)   | 500                        | 0.0     | 0.0000  |
| W187H (479.53 keV)   | 400                        | 1.0     | 0.0000  |
| LA140A (487.03 keV)  | 1600                       | 1.0     | 0.8000  |
| BA131A (496.23 keV)  | 10                         | 1.5     | 0.0000  |
| CU64 (511.00 keV)    | 60000                      | 1.5     | 0.0000  |
| AS76 (559.10 keV)    | 160                        | 1.0     | 0.8000  |
| SB122 (564.10 keV)   | 30                         | 2.0     | 0.0000  |
| GA72B (629.90 keV)   | 45000                      | 1.0     | 0.0000  |
| W187 (685.81 keV)    | 500                        | 1.0     | 0.4000  |
| BR82 (776.49 keV)    | 200                        | 1.5     | 0.0000  |
| CS134B (795.76 keV)  | 2                          | 1.5     | 0.3000  |
| CO58 (810.76 keV)    | 15                         | 1.0     | 30.0000 |
| GA72 (833.95 keV)    | 160000                     | 1.3     | 0.0000  |
| SC46A (889.25 keV)   | 20                         | 1.0     | 0.3500  |
| RB86 (1077.20 keV)   | 3                          | 1.0     | 3.0000  |
| FE59B (1099.22 keV)  | 70                         | 1.0     | 0.0350  |
| SC46B (1120.51 keV)  | 20                         | 1.0     | 0.4000  |
| CO60A (1173.21 keV)  | 5                          | 1.0     | 0.5000  |
| AS76B (1216.25 keV)  | 110                        | 1.0     | 0.0000  |
| TA182A (1221.38 keV) | 2                          | 1.0     | 0.0000  |
| FE59A (1291.60 keV)  | 50                         | 1.0     | 0.0500  |
| CA47 (1296.54 keV)   | 1                          | 0.0     | 0.0000  |
| CO60B (1332.47 keV)  | 5                          | 1.0     | 0.5000  |
| NA24A (1368.53 keV)  | 230000                     | 1.0     | 0.0065  |
| EU152A (1408.02 keV) | 2                          | 1.0     | 0.1200  |
| K40 (1460.75 keV)    | Untergrund, ohne Kontrolle |         |         |
| K42 (1524.60 keV)    | 1000                       | 1.5     | 0.0000  |
| PR142 (1575.90 keV)  | 50                         | 1.5     | 0.0000  |
| LA140B (1596.50 keV) | 1300                       | 1.0     | 0.8000  |
| NA24E (1732.10 keV)  | 15000                      | 1.0     | 0.0100  |

Tabelle 10: Kontrollwerte für Messung 1

| Linie               | Folie <sub>Max</sub> | FEHLFAK | SAMAX |
|---------------------|----------------------|---------|-------|
| EUKA1 (41.54 keV)   | 1000.0               | 1.0     | 0.15  |
| EUKB1 (47.00 keV)   | 200.0                | 1.0     | 0.15  |
| YB169B (63.12 keV)  | 5.0                  | 1.0     | 0.10  |
| TA182D (67.75 keV)  | 6.0                  | 1.0     | 0.80  |
| TB160A (86.79 keV)  | 4.0                  | 1.5     | 0.00  |
| ND147A (91.11 keV)  | 3.0                  | 1.5     | 0.00  |
| UKA2 (94.66 keV)    | 8.0                  | 1.0     | 0.50  |
| UKA1 (98.44 keV)    | 25.0                 | 1.0     | 0.50  |
| SM153A (103.18 keV) | 350.0                | 1.0     | 0.15  |
| NP239C (106.11 keV) | 1100.0               | 1.0     | 0.30  |
| EU152C (121.78 keV) | 2.5                  | 1.0     | 0.06  |
| BA131B (123.73 keV) | 6.0                  | 1.5     | 0.00  |
| HF181A (133.02 keV) | 90.0                 | 1.0     | 0.50  |
| TC99M (140.51 keV)  | 70.0                 | 0.0     | 0.00  |
| CE141 (145.44 keV)  | 4.0                  | 2.0     | 0.00  |
| SC47* (159.39 keV)  | 24.0                 | 0.0     | 0.00  |
| SC47 (159.39 keV)   | 13.0                 | 0.0     | 0.00  |
| FE59D (192.34 keV)  | 10.0                 | 1.0     | 0.00  |
| LU177 (208.34 keV)  | 6.0                  | 1.0     | 0.03  |
| PA233A (311.90 keV) | 6.0                  | 1.0     | 0.30  |
| CR51 (320.00 keV)   | 60.0                 | 1.0     | 5.00  |
| LA140C (328.77 keV) | 100.0                | 1.0     | 1.00  |
| YB175A (396.30 keV) | 5.0                  | 1.0     | 0.00  |

Tabelle 11: Kontrollwerte für Messung 2

| Linie               | Folie <sub>Max</sub> | FEHLFAK | SAMAX |
|---------------------|----------------------|---------|-------|
| YB169B (63.12 keV)  | 5.0                  | 1.0     | 0.10  |
| TA182D (67.75 keV)  | 6.0                  | 1.0     | 0.80  |
| TB160A (86.79 keV)  | 4.0                  | 1.5     | 0.00  |
| ND147A (91.11 keV)  | 3.0                  | 1.5     | 0.00  |
| UKA2 (94.66 keV)    | 8.0                  | 1.0     | 0.50  |
| UKA1 (98.44 keV)    | 14.0                 | 1.0     | 0.50  |
| SM153A (103.18 keV) | 350.0                | 1.0     | 0.20  |
| NP239C (106.11 keV) | 1000.0               | 1.0     | 0.40  |
| EU152C (121.78 keV) | 2.5                  | 1.0     | 0.06  |
| BA131B (123.73 keV) | 8.0                  | 1.5     | 0.00  |
| HF181A (133.02 keV) | 90.0                 | 1.0     | 0.40  |
| CE141 (145.44 keV)  | 5.0                  | 2.0     | 0.00  |
| SC47* (159.39 keV)  | 14.0                 | 0.0     | 0.00  |
| SC47 (159.39 keV)   | 60.0                 | 1.0     | 0.06  |
| FE59D (192.34 keV)  | 10.0                 | 1.0     | 0.00  |
| LU177 (208.34 keV)  | 5.0                  | 1.0     | 0.02  |
| TB160B (298.60 keV) | 1.0                  | 1.0     | 0.10  |
| PA233A (311.90 keV) | 7.0                  | 1.0     | 0.40  |
| CR51 (320.00 keV)   | 60.0                 | 1.0     | 5.00  |

Tabelle 12: Kontrollwerte für Messung 3

| Linie                | Folie <sub>Max</sub>       | FEHLFAK | SAMAX |
|----------------------|----------------------------|---------|-------|
| CE141 (145.44 keV)   | 10.0                       | 2.0     | 0.00  |
| SC47* (159.39 keV)   | 5.0                        | 0.0     | 0.00  |
| SC47 (159.39 keV)    | 20.0                       | 0.0     | 0.00  |
| FE59D (192.40 keV)   | 20.0                       | 1.0     | 0.00  |
| LU177 (208.34 keV)   | 2.0                        | 1.0     | 0.02  |
| SE75 (264.62 keV)    | 2.0                        | 1.0     | 0.00  |
| TB160B (298.60 keV)  | 4.0                        | 1.0     | 0.00  |
| PA233A (311.90 keV)  | 6.0                        | 1.0     | 0.60  |
| CR51 (320.00 keV)    | 50.0                       | 1.0     | 5.00  |
| PA233D (340.47 keV)  | 12.5                       | 1.0     | 0.00  |
| HF181B (482.00 keV)  | 85.0                       | 1.0     | 0.40  |
| BA131A (496.23 keV)  | 10.0                       | 1.5     | 0.00  |
| ND147B (531.01 keV)  | 2.0                        | 1.0     | 0.00  |
| CS134A (604.66 keV)  | 2.0                        | 1.0     | 0.30  |
| ZR95 (756.70 keV)    | 2.0                        | 1.0     | 0.00  |
| CS134B (795.76 keV)  | 3.0                        | 1.0     | 0.40  |
| CO58 (810.76 keV)    | 4.0                        | 1.0     | 40.00 |
| MN54 (835.10 keV)    | 9.0                        | 1.0     | 0.08  |
| TB160D (879.40 keV)  | 1.0                        | 1.5     | 0.00  |
| SC46A (889.25 keV)   | 25.0                       | 1.0     | 0.50  |
| RB86 (1077.20 keV)   | 2.0                        | 1.0     | 3.00  |
| EU152B (1085.70 keV) | 1.0                        | 1.0     | 0.90  |
| FE59B (1099.22 keV)  | 70.0                       | 1.0     | 0.03  |
| ZN65H (1115.50 keV)  | 30.0                       | 1.0     | 0.00  |
| ZN65 (1115.50 keV)   | 29.0                       | 1.0     | 5.00  |
| SC46B (1120.51 keV)  | 18.0                       | 1.0     | 0.50  |
| CO60A (1173.21 keV)  | 9.0                        | 1.0     | 0.50  |
| TB160C (1177.70 keV) | 1.0                        | 1.5     | 0.00  |
| TA182B (1188.95 keV) | 1.5                        | 1.5     | 0.00  |
| TA182A (1221.38 keV) | 2.0                        | 1.0     | 0.00  |
| TA182C (1230.93 keV) | 1.5                        | 1.5     | 0.00  |
| FE59A (1291.60 keV)  | 50.0                       | 1.0     | 0.04  |
| CO60B (1332.47 keV)  | 9.0                        | 1.0     | 0.50  |
| EU152A (1408.02 keV) | 2.0                        | 1.0     | 0.05  |
| K40 (1460.75 keV)    | Untergrund, ohne Kontrolle |         |       |
| LA140B (1596.50 keV) | 2000.0                     | 0.0     | 0.00  |
| SB124 (1691.02 keV)  | 0.5                        | 1.0     | 0.00  |

Tabelle 13: Kontrollwerte für Messung 4

| Linie               | Folie <sub>Max</sub> | FEHLFAK | SAMAX |
|---------------------|----------------------|---------|-------|
| U LA (13.59 keV)    | 1.5                  | 0.0     | 0.00  |
| TB161A (25.66 keV)  | 1.5                  | 1.0     | 0.00  |
| XE KA (29.78 keV)   | 2.5                  | 1.5     | 0.00  |
| CS KA (30.97 keV)   | 4.0                  | 1.5     | 0.00  |
| PM KA (38.72 keV)   | 1.5                  | 1.5     | 0.00  |
| DY KA1 (46.00 keV)  | 0.2                  | 1.5     | 0.00  |
| EU KB1 (46.99 keV)  | 20.0                 | 1.0     | 0.15  |
| TM KA2 (49.77 keV)  | 2.5                  | 1.0     | 0.10  |
| TM KA1 (50.74 keV)  | 4.5                  | 1.0     | 0.10  |
| LU KA1 (54.07 keV)  | 3.0                  | 0.0     | 0.00  |
| HF KA2 (54.61 keV)  | 0.5                  | 1.0     | 0.00  |
| HF KA1 (55.79 keV)  | 0.5                  | 1.0     | 0.00  |
| TA KA2 (56.28 keV)  | 4.0                  | 1.2     | 0.00  |
| YB169B (63.12 keV)  | 2.0                  | 1.0     | 0.10  |
| TA182D (67.75 keV)  | 1.0                  | 1.0     | 0.80  |
| TB160A (86.79 keV)  | 0.3                  | 1.5     | 0.00  |
| ND147A (91.11 keV)  | 1.0                  | 1.5     | 0.00  |
| U KA2 (94.66 keV)   | 0.8                  | 1.0     | 0.60  |
| U KA1 (98.44 keV)   | 1.0                  | 1.0     | 0.15  |
| SM153A (103.18 keV) | 50.0                 | 1.0     | 0.15  |
| NP239C (106.13 keV) | 120.0                | 1.0     | 0.30  |
| EU152C (121.78 keV) | 0.3                  | 1.0     | 0.07  |
| BA131B (123.73 keV) | 1.0                  | 1.0     | 0.00  |
| HF181A (133.02 keV) | 8.0                  | 1.0     | 0.40  |

Tabelle 14: Kontrollwerte für Messung 5

## C Ausgewertete Linien

Dieser Anhang enthält für alle ausgewerteten Linien die Standardauswerteparameter sowie die aus Literatur und Erfahrung berücksichtigten Besonderheiten. Die verwendeten Parameter sind im wesentlichen aus [Led78] entnommen, wo die notwendigen Angaben fehlen oder andere Autoren neuere Werte angeben, sind auch [Erd76], [Erd79] und [See81] verwendet worden. Alle bei der Auswertung berücksichtigten Größen werden auf den Titelseiten der jeweiligen Messungen der .LIS-Datei dargestellt (s. Tab. 15 - 19). Im einzelnen bedeuten:

|                   |   |
|-------------------|---|
| K (erste Spalte)  | Energier Reihenfolge der Linien   |
| NUCLID            | Linienname (zerfallendes Nuklid, <i>nicht</i> zu bestimmendes Element !)  |
| T1/2(D)           | Halbwertszeit in Tagen  |
| LAMBDA            | Zerfallskonstante   |
| GAMMA             | Energie   |
| INTERF1           | erste berücksichtigte Interferenz (Monitorlinie)  |
| FACT              | Korrekturfaktor (ggf. zum ZdB, s. Kap. 3.5)   |
| INTERF2           | zweite berücksichtigte Interferenz  |
| FACT              | Korrekturfaktor dazu  |
| PEAK              | Sollposition der Linie bei Solleichung  |
| BKGD              | Abstand der Untergrundreferenzpunkte von der Linienposition (die erste Zahl gibt BKDN, die zweite BKUP an)  |
| OPT               | Methode der Untergrundsuche:<br>1 = Untergrund wird auf einer Seite bestimmt (je nachdem, ob BKDN oder BKUP = 0)<br>2 = Untergrund wird von beiden Seiten bestimmt, die Kanäle können innerhalb [BKDN/UP-ISP+1, BKDN/UP+ISP-1] variiert werden.<br>3 = Untergrund wird von beiden Seiten bestimmt, Kanäle liegen durch [BKDN/UP-ISP, BKDN/UP+ISP] fest. |
| ISP               | Zahl der zur Untergrundbestimmung auf einer Seite der Linie herangezogenen Kanäle.  |
| BKMLT             | Interpolierter Untergrund unter der Linie wird mit BKMLT multipliziert  |
| NCHI              | links: NCH1, gibt Zahl der unterhalb des Maximums zu summierenden Kanäle an, rechts: NCH2, entsprechend oberhalb.<br>Ist NCH1=0, werden die NCH2 höchsten Kanäle um das Maximum herum integriert, ist auch NCH2=0, erfolgt ein HYPERMET-Fit. In diesem Fall sind auch die Untergrundmarken bedeutungslos.   |
| PPM               | gibt den Gehalt des jeweiligen Elements im Tonstandard an.  |
| ELM               | bestimmtes Element mit Linienkennung (z. B. "A") und Messungsnr.  |
| K (letzte Spalte) | Auswertereihenfolge der Linien in den einzelnen Unterprogrammen   |

Oberhalb der Linienliste ist links die Messungsnummer (**PROGRAM**) und die Version des Auswerteprogrammes (**VERSION**) angezeigt, die Versionsnummer ist dabei rein chronologisch und wird bei größeren Änderungen im Auswerteprogramm um 1 hochgesetzt. In der Mitte ist eine Kurzbezeichnung des vermessenen Probensatzes (**AMARNA: Probensatz 1**) und der zur Bestrahlung verwendete Forschungsreaktor angegeben (davon hängen beispielsweise die Uranspaltungskorrekturen ab, s. Kap. 3.5). Rechts schließlich erscheint der in der Messung verwendete Detektor und das Datum der Auswertung.

Unterhalb der Linienliste erscheinen zunächst die Solleichung (links) und die Besonderheiten bei der Konzentrationsbestimmung (rechts).

**PPM BESTIMMT UEBER N-FLUSS** heißt dabei, daß zur Konzentrationsbestimmung das in Kap. 3.7.4 bestimmte Verfahren angewendet wird,

**MODE IN BNK-OUTPUT** weist auf absolute (=0) oder relative (=1) Konzentrationsbestimmung hin (s. Anhang D).

Anschließend sind weitere Besonderheiten der Auswertung und die Korrekturfaktoren der kernreaktions- und spaltungsbedingten Interferenzen aufgeführt, ggf. auch noch eine dritte ( $n, \gamma$ )-Interferenz, für die oben kein Platz mehr war, und die Berücksichtigung der Untergrundstrahlung bei einzelnen Linien in Messung 1 und 4.

Die drittletzte Zeile enthält die Default-Stützzlinien für die Linienverbreiterungskorrektur beim Tonstandard und Keramikspektren, die vorletzte die in der Eingabedatei gesetzten Auswertesteuerzahlen (s. Anhang D) und die letzte die neben dem .LIS-File erzeugten weiteren Ausgabendateien für den gesamten Spektrensatz.

| PROGRAM 1 | AMARNA: Probensatz 1            | DETEKTOR : GF                   |           |         |        |         |        |       |      |     |     |       |       |       |     |         |         |        |
|-----------|---------------------------------|---------------------------------|-----------|---------|--------|---------|--------|-------|------|-----|-----|-------|-------|-------|-----|---------|---------|--------|
| VERSION 3 | REAKTOR : FRG GEESTHACHT AB '89 | DATUM DER AUSWERTUNG : 7-SEP-90 |           |         |        |         |        |       |      |     |     |       |       |       |     |         |         |        |
| *****     | *****                           | *****                           |           |         |        |         |        |       |      |     |     |       |       |       |     |         |         |        |
| K NUCLID  | TI/2                            | LAMBDA                          | GAMMA     | INTERF1 | FACT   | INTERF2 | FACT   | PEAK  | BKGD | OPT | ISP | BKMLT | NCHI  | PPM   | ELM | K       |         |        |
| 1         | TC99M                           | 0.251                           | 2.7615428 | 140.51  | FE59B  | 0.002   |        | 324   | 6    | 0   | 1   | 3     | 1.000 | 3     | 2   | 5.370   | MO 1 29 |        |
| 2         | SC47*                           | 4.536                           | 0.1528102 | 159.39  |        |         |        | 366   | 10   | 10  | 2   | 4     | 1.000 | 0     | 7   | 0.280   | CA*1 27 |        |
| 3         | SC47                            | 3.422                           | 0.2025562 | 159.39  |        |         |        | 366   | 10   | 10  | 2   | 4     | 1.000 | 0     | 7   | 0.782   | TI*1 26 |        |
| 4         | NP239A                          | 2.346                           | 0.2954592 | 228.20  | TA182A | 0.384   |        | 521   | 6    | 14  | 2   | 4     | 1.000 | 3     | 4   | 4.820   | U A1 30 |        |
| 5         | NP239B                          | 2.346                           | 0.2954592 | 277.50  |        |         |        | 632   | 9    | 28  | 2   | 4     | 1.000 | 4     | 4   | 4.820   | U B1 31 |        |
| 6         | YB175C                          | 4.191                           | 0.1653894 | 282.40  |        |         |        | 643   | 20   | 15  | 2   | 4     | 1.000 | 4     | 4   | 2.800   | YBC1 32 |        |
| 7         | CF143                           | 1.404                           | 0.4936360 | 293.30  |        |         |        | 667   | 7    | 7   | 2   | 4     | 1.000 | 0     | 8   | 80.300  | CEAL 25 |        |
| 8         | PA233A                          | 26.956                          | 0.0257140 | 311.90  | K42    | 0.072   |        | 709   | 13   | 28  | 2   | 5     | 1.000 | 0     | 9   | 13.960  | THAL 22 |        |
| 9         | CR51                            | 27.701                          | 0.0250225 | 320.00  | ND147B | 0.233   |        | 727   | 32   | 9   | 2   | 5     | 1.000 | 4     | 4   | 115.100 | CR 1 33 |        |
| 10        | LA140C                          | 1.678                           | 0.4130486 | 328.77  |        |         |        | 747   | 10   | 8   | 2   | 6     | 1.000 | 0     | 9   | 44.900  | LAC1 23 |        |
| 11        | YB175A                          | 4.191                           | 0.1653894 | 396.30  | PA233A | 0.028   |        | 898   | 16   | 14  | 2   | 6     | 1.000 | 0     | 12  | 2.800   | YBA1 24 |        |
| 12        | AU198                           | 2.697                           | 0.2569782 | 411.80  |        |         |        | 933   | 12   | 28  | 2   | 6     | 1.000 | 0     | 9   | 0.010   | AU#1 6  |        |
| 13        | WL87H                           | 0.994                           | 0.6972727 | 479.53  |        |         |        | 1085  | 1    | 0   | 2   | 1     | 1.000 | 0     | 0   | 4.200   | W H1 41 |        |
| 13        | LA140A                          | 1.678                           | 0.4130486 | 487.03  | CA47   | 0.199   | BA131A | 0.047 | 1102 | 28  | 11  | 2     | 6     | 1.000 | 0   | 9       | 44.900  | LAA1 9 |
| 14        | BA131A                          | 11.500                          | 0.0602737 | 496.23  |        |         |        | 1123  | 10   | 11  | 2   | 6     | 1.000 | 0     | 9   | 712.000 | BAA1 19 |        |
| 15        | CU64                            | 0.529                           | 1.3099052 | 511.00  | NA24A  | 0.040   |        | 1156  | 22   | 16  | 2   | 6     | 1.000 | 0     | 10  | 59.000  | CU 1 5  |        |
| 16        | AS76                            | 1.097                           | 0.6318811 | 559.10  |        |         |        | 1264  | 23   | 20  | 2   | 5     | 1.000 | 4     | 4   | 30.800  | AS 1 11 |        |
| 17        | SB122                           | 2.681                           | 0.2585405 | 564.10  | CS134B | 0.128   |        | 1275  | 34   | 9   | 2   | 5     | 1.000 | 0     | 9   | 1.710   | SBAL 12 |        |
| 18        | GA72B                           | 0.588                           | 1.1779871 | 629.90  |        |         |        | 1423  | 10   | 15  | 2   | 5     | 1.000 | 0     | 8   | 44.400  | GAB1 40 |        |
| 20        | WL87                            | 0.994                           | 0.6972727 | 685.81  |        |         |        | 1548  | 15   | 11  | 2   | 7     | 1.000 | 0     | 9   | 4.200   | W 1 15  |        |
| 21        | BR82                            | 1.473                           | 0.4706748 | 776.49  |        |         |        | 1752  | 19   | 15  | 2   | 6     | 1.000 | 4     | 2   | 2.300   | BR 1 13 |        |
| 22        | CS134B                          | 753.146                         | 0.0009203 | 795.76  |        |         |        | 1795  | 17   | 22  | 2   | 6     | 1.000 | 0     | 9   | 8.310   | CSB1 10 |        |
| 23        | CO58                            | 70.787                          | 0.0097920 | 810.76  | CR47   | 0.134   |        | 1829  | 12   | 24  | 2   | 7     | 1.000 | 0     | 10  | 279.000 | NI 1 34 |        |
| 24        | GA72                            | 0.588                           | 1.1779871 | 833.95  |        |         |        | 1881  | 20   | 11  | 2   | 6     | 1.000 | 0     | 9   | 44.400  | GA 1 14 |        |
| 25        | SC46A                           | 83.803                          | 0.0082712 | 889.25  |        |         |        | 2005  | 35   | 32  | 2   | 7     | 1.000 | 0     | 13  | 20.550  | SCA1 1  |        |
| 26        | BR86                            | 18.822                          | 0.0368264 | 1077.20 |        |         |        | 2427  | 17   | 9   | 2   | 6     | 1.000 | 0     | 9   | 70.000  | RB 1 21 |        |
| 27        | FE59B                           | 44.600                          | 0.0155414 | 1099.22 |        |         |        | 2476  | 14   | 13  | 2   | 6     | 1.000 | 0     | 11  | 1.017   | FEB1 35 |        |
| 28        | SC46B                           | 83.803                          | 0.0082712 | 1120.51 | TA182A | 1.350   |        | 2524  | 32   | 28  | 2   | 7     | 1.000 | 0     | 14  | 20.550  | SCB1 4  |        |
| 29        | CO60A                           | 1925.562                        | 0.0003600 | 1173.21 | BR82   | 0.011   |        | 2642  | 14   | 22  | 2   | 7     | 1.000 | 0     | 11  | 14.060  | COA1 36 |        |
| 30        | AS76B                           | 1.097                           | 0.6318811 | 1216.25 | EU152A | 0.070   |        | 2739  | 30   | 60  | 2   | 7     | 1.000 | 11    | 5   | 30.800  | ASB1 39 |        |
| 31        | TA182A                          | 115.020                         | 0.0060263 | 1221.38 |        |         |        | 2751  | 32   | 38  | 2   | 8     | 1.000 | 5     | 6   | 1.550   | TAA1 3  |        |
| 32        | FE59A                           | 44.563                          | 0.0155543 | 1291.60 | TA182A | 0.049   |        | 2908  | 20   | 21  | 2   | 8     | 1.000 | 0     | 15  | 1.017   | FEAL 7  |        |
| 33        | CA47                            | 4.540                           | 0.1526722 | 1296.54 |        |         |        | 2919  | 31   | 20  | 2   | 8     | 1.000 | 3     | 4   | 0.280   | CA 1 8  |        |
| 34        | CO60B                           | 1925.562                        | 0.0003600 | 1332.47 | BR82   | 0.012   |        | 3000  | 28   | 12  | 2   | 9     | 1.000 | 0     | 13  | 14.060  | COB1 37 |        |
| 35        | NA24A                           | 0.626                           | 1.1068219 | 1368.53 |        |         |        | 3081  | 22   | 18  | 2   | 8     | 1.000 | 0     | 12  | 0.264   | NAAL 2  |        |
| 36        | EU152A                          | 4832.257                        | 0.0001434 | 1408.02 |        |         |        | 3170  | 20   | 10  | 2   | 9     | 1.000 | 0     | 13  | 1.291   | EUAL 38 |        |
| 37        | K40                             | 99999.992                       | 0.0000069 | 1460.75 |        |         |        | 3288  | 23   | 15  | 2   | 9     | 1.000 | 6     | 4   | 100.000 | UGR1 28 |        |
| 38        | K42                             | 0.515                           | 1.3458080 | 1524.60 |        |         |        | 3431  | 19   | 19  | 2   | 8     | 1.000 | 0     | 13  | 1.350   | K *1 16 |        |
| 39        | PR142                           | 0.800                           | 0.8664340 | 1575.90 |        |         |        | 3546  | 15   | 9   | 2   | 5     | 1.000 | 4     | 5   | 100.000 | PR#1 20 |        |
| 40        | LA140B                          | 1.678                           | 0.4130486 | 1596.50 |        |         |        | 3593  | 28   | 28  | 2   | 9     | 1.000 | 0     | 14  | 44.900  | LAB1 17 |        |
| 41        | NA24E                           | 0.626                           | 1.1068219 | 1732.10 |        |         |        | 3897  | 30   | 30  | 2   | 9     | 1.000 | 0     | 13  | 0.264   | NAE1 18 |        |
| 42        | PULSER                          | 100.000                         | 0.0000000 | 1789.50 |        |         |        | 4036  | 30   | 0   | 1   | 15    | 1.000 | 0     | 20  | 1.000   | PULS 42 |        |

Energieeichung(EU152 - QUELLE): 0.44546 KEV/KANAL  
 Energie 344.270 keV entspricht Kanal 782  
 Energie 1408.020 keV entspricht Kanal 3170  
 Ba-Monitor f. LA-A AUS M4 17.09 mg Al-Foil f. Na-Al-Korr. W187H aus HYPERMET-Fit  
 Fiss.-Corr. Ba(Ru) Tc Ce Ga(I) W(Sb) La-A/B La-C/B La-C/B La-C/B  
 cts/cts NP: 0.00051 0.02590 0.01960 0.00080 0.00050 0.00118 1.22010 0.74460 Geofac(Pos) 1.000 Geofac(Art) 1.000  
 CU64 Bkgcorr: NET/min=11.520 +/- 0.210 CO60A Bkgcorr: NET/min= 2.220 +/- 0.102 0.00450 count CR / count FEB EOB  
 SC46B Bkgcorr: NET/min= 5.400 +/- 0.114 CO60B Bkgcorr: NET/min= 2.220 +/- 0.084 0.10000 count GA / count FEB EOB (Mn)  
 Peakbroading aus: SC47 NP239B LA140C As76 W187 SC46A FE59B FE59A NA24E LA140B NA24E  
 LIVET.KOR=5 Foilcor=1 Interfer.=1 Ca-Ti=1 n-alpha=1 Fission=1 PEAKROAD=1 RAUMU.GR.=1 ABSORPT.=1 SUMPEAKS=1 N-P72GA=1  
 ZUS. OUTPUT-F.: L009M .INP L009M .PRO L009M .TAB L009M .LZU L009M .PPM L009M .BKS L009M .FIT L009M .PAG

Tabelle 15: Auswerteparameter der Messung 1

PROGRAM 2 AMARNA: Probensatz 1 DETEKTOR : ETEC  
 VERSION 3 REAKTOR : FRG GEESTHACHT AB '89 DATUM DER AUSWERTUNG : 7-FEB-90  
 \*\*\*\*\*

| K  | NUCLID | TI/2     | LAMBDA    | GAMMA  | INTERF1 | FACT  | INTERF2 | FACT  | PEAK | BKGD | OPT | ISP | BKMLT | NCHI  | PPM | ELM | K       |         |
|----|--------|----------|-----------|--------|---------|-------|---------|-------|------|------|-----|-----|-------|-------|-----|-----|---------|---------|
| 1  | EUKA1  | 1.950    | 0.3553841 | 41.54  |         |       |         |       | 405  | 86   | 27  | 2   | 5     | 1.000 | 4   | 7   | 5.780   | SMC2 21 |
| 2  | EUKB1  | 1.950    | 0.3553841 | 47.00  |         |       |         |       | 458  | 25   | 44  | 2   | 5     | 1.000 | 0   | 11  | 5.780   | SMB2 2  |
| 3  | YB169B | 32.024   | 0.0216446 | 63.12  |         |       |         |       | 612  | 7    | 10  | 2   | 5     | 1.000 | 0   | 10  | 2.800   | YBB2 3  |
| 4  | TA182D | 115.020  | 0.0060263 | 67.75  | NP239C  | 0.005 |         |       | 656  | 34   | 32  | 2   | 5     | 1.000 | 3   | 4   | 1.550   | TAD2 5  |
| 5  | TB160A | 72.130   | 0.0096097 | 86.79  | PA233A  | 0.185 |         |       | 838  | 9    | 17  | 2   | 6     | 1.000 | 0   | 10  | 0.730   | TBA2 6  |
| 6  | ND147A | 10.981   | 0.0631224 | 91.11  |         |       |         |       | 879  | 9    | 13  | 2   | 5     | 1.000 | 0   | 10  | 32.400  | NDA2 7  |
| 7  | UKA2   | 26.956   | 0.0257140 | 94.66  |         |       |         |       | 913  | 17   | 11  | 2   | 6     | 1.000 | 5   | 6   | 13.960  | THC2 22 |
| 8  | UKA1   | 26.956   | 0.0257140 | 98.44  | SM153A  | 0.025 |         |       | 949  | 25   | 26  | 2   | 6     | 1.000 | 13  | 4   | 13.960  | THB2 23 |
| 9  | SM153A | 1.950    | 0.3553841 | 103.18 | NP239C  | 0.865 | PA233A  | 0.075 | 995  | 20   | 18  | 2   | 6     | 1.000 | 0   | 15  | 5.780   | SMA2 1  |
| 10 | NP239C | 2.346    | 0.2954592 | 106.11 |         |       |         |       | 1023 | 10   | 16  | 2   | 6     | 1.000 | 0   | 11  | 4.820   | U C2 8  |
| 11 | EU152C | 4832.257 | 0.0001434 | 121.78 | NP239C  | 0.045 |         |       | 1173 | 21   | 36  | 2   | 7     | 1.000 | 0   | 10  | 1.291   | EUC2 9  |
| 12 | BA131B | 11.500   | 0.0602737 | 123.73 | EU152C  | 0.140 |         |       | 1191 | 39   | 18  | 2   | 7     | 1.000 | 0   | 16  | 712.000 | BAB2 10 |
| 13 | HF181A | 42.458   | 0.0163255 | 133.02 | BA131B  | 0.051 |         |       | 1280 | 37   | 17  | 2   | 9     | 1.000 | 0   | 11  | 6.230   | HFA2 11 |
| 14 | TC99M  | 0.251    | 2.7637446 | 140.51 |         |       |         |       | 1352 | 10   | 9   | 2   | 6     | 1.000 | 0   | 10  | 5.370   | MO 2 17 |
| 15 | CE141  | 32.551   | 0.0212942 | 145.44 | SM153A  | 0.007 | YB175A  | 0.155 | 1399 | 18   | 28  | 2   | 6     | 1.000 | 0   | 11  | 80.300  | CEB2 12 |
| 16 | SC47*  | 4.536    | 0.1528102 | 159.39 | TA182D  | 0.001 |         |       | 1532 | 19   | 40  | 2   | 7     | 1.000 | 0   | 12  | 0.280   | CA*2 19 |
| 17 | SC47   | 3.422    | 0.2025443 | 159.39 | TA182D  | 0.001 |         |       | 1532 | 19   | 40  | 2   | 7     | 1.000 | 0   | 12  | 0.782   | TI*2 18 |
| 18 | FE59D  | 44.600   | 0.0155414 | 192.34 |         |       |         |       | 1847 | 23   | 19  | 2   | 9     | 1.000 | 0   | 13  | 1.017   | FED2 20 |
| 19 | LU177  | 6.711    | 0.1032852 | 208.34 |         |       |         |       | 2000 | 21   | 26  | 2   | 9     | 1.000 | 7   | 5   | 0.425   | LU 2 13 |
| 20 | PA233A | 26.956   | 0.0257140 | 311.90 |         |       |         |       | 2990 | 25   | 20  | 2   | 10    | 1.000 | 0   | 22  | 13.960  | THA2 14 |
| 21 | CR51   | 27.701   | 0.0250225 | 320.00 | ND147A  | 0.013 | PA233A  | 0.004 | 3067 | 30   | 26  | 2   | 12    | 1.000 | 0   | 22  | 115.100 | CR 2 15 |
| 22 | LA140C | 1.678    | 0.4130486 | 328.77 |         |       |         |       | 3151 | 42   | 28  | 2   | 14    | 1.000 | 0   | 22  | 44.900  | LAC2 16 |
| 23 | YB175A | 4.191    | 0.1653894 | 396.30 |         |       |         |       | 3797 | 32   | 32  | 2   | 15    | 1.000 | 0   | 16  | 2.800   | YBA2 4  |
| 24 | PULSER | 100.000  | 0.0000000 | 420.30 |         |       |         |       | 4036 | 20   | 0   | 1   | 15    | 1.000 | 0   | 20  | 1.000   | PULS 24 |

Energieeichung(EU152 - QUELLE): 0.10460 KEV/KANAL NA, K, CA, TI, FE IN %  
 Energie 121.779 keV entspricht Kanal 1173 #: PPM BESTIMMT UEBER N-FLUSS  
 Energie 344.270 keV entspricht Kanal 3300 0: MODE IN BNK-OUTPUT

CORRECTIONS FOR NUCLEAR REACTION PRODUCTS AND FISSION INCL. GEO\_FAKTOR DET. POSITION FUER FISSION  
 0.00166 COUNT CE PER COUNT NP EOB  
 0.00054 COUNT LA PER COUNT NP EOB  
 0.01863 COUNT CR PER COUNT FE EOB  
 SUM CORRECT. FOR 4 PEAKS: HF181A TC99M UKA2 FE59D  
 3. Interferenz fuer Ce141 :  
 0.00085 counts Ce141 per count Pa233A  
 Peakbroadening aus : EUKB1 YB169B ND147A NP239C HF181A TC99M SC47 FE59D PA233A CR51 LA140C  
 LIVET.KOR=5 Foilcor=1 InterferR.=1 Ca-Ti=1 n-alpha=1 Fission=1 PEAKBROAD=1 RAUMU.GR.=1 ABSORPT.=1 SUMPEAKS=1 N-P72GA=1  
 ZUS. OUTPUT-F.: L009M .INP L009M .PRO L009M .TAB L009M .XTP L009M .TAB L009M .LZU L009M .PPM L009M .BNK L009M .BKS L009M .FIT L009M .PAG

Tabelle 16: Auswerteparameter der Messung 2

```

PROGRAM 3          AMARNA: Probensatz 1          DETEKTOR : ETEC
VERSION 3          REAKTOR : FRG GUESTHACHT AB '89  DATUM DER AUSWERTUNG : 7-FEB-90
*****          *****          *****
K  NUCLID  T1/2  LAMBDA  GAMMA  INTERF1  FACT  INTERF2  FACT  PEAK  BKGD  OPT  ISP  BKMLT  NCHI  PPM  ELM  K
1  YB169B  32.024  0.0216446  63.12  7  10  2  5  1.000  0  10  612  7  10  2  5  1.000  0  10  2.800  YB3  18
2  TA182D  115.020  0.0060263  67.75  NP239C  0.005  656  34  32  2  5  1.000  3  4  1.550  TAD3  2
3  TB160A  72.130  0.0096097  86.79  PA233A  0.185  838  9  17  2  6  1.000  0  10  0.730  TBA3  3
4  ND147A  10.981  0.0631224  91.11  879  9  13  2  5  1.000  0  10  32.400  NDA3  4
5  UKA2    26.956  0.0257140  94.66  913  17  11  2  6  1.000  5  6  13.960  THC3  15
6  UKA1    26.956  0.0257140  98.44  SM153A  0.025  949  25  26  2  6  1.000  13  4  13.960  THB3  14
7  SM153A  1.950  0.3553841  103.18  NP239C  0.865  PA233A  0.075  995  20  18  2  6  1.000  0  15  5.780  SMA3  1
8  NP239C  2.346  0.2954592  106.11  1023  10  16  2  6  1.000  0  11  4.820  U  C3  19
9  EU152C  4832.257  0.0001434  121.78  NP239C  0.045  1173  21  36  2  7  1.000  0  10  1.291  EUC3  5
10 BA131B  11.500  0.0602737  123.73  EU152C  0.140  1191  39  18  2  7  1.000  0  16  712.000  BAB3  6
11 HF181A  42.458  0.0163255  133.02  BA131B  0.051  1280  37  17  2  9  1.000  0  11  6.230  HFA3  7
12 CE141  32.551  0.0212942  145.44  SM153A  0.007  YB169B  0.228  1399  18  28  2  6  1.000  0  11  80.300  CEB3  8
13 SC47*  4.536  0.1528102  159.39  TA182D  0.001  1532  19  40  2  7  1.000  0  12  0.280  CA*3  10
14 SC47   3.422  0.2025562  159.39  TA182D  0.001  1532  19  40  2  7  1.000  0  12  0.782  TI*3  9
15 FE59D  44.600  0.0155414  192.34  1847  23  19  2  9  1.000  0  13  1.017  FED3  16
16 LU177   6.711  0.1032852  208.34  2000  21  26  2  9  1.000  7  5  0.425  LU  3  17
17 TB160B  72.130  0.0096097  298.60  2863  28  28  2  9  1.000  7  6  0.730  TBB3  13
18 PA233A  26.956  0.0257140  311.90  2990  25  20  2  10  1.000  0  22  13.960  THA3  11
19 CR51   27.701  0.0250225  320.00  ND147A  0.013  PA233A  0.004  3068  30  26  2  12  1.000  0  22  115.100  CR  3  12
20 PULSER  100.000  0.0000000  420.30  4036  20  0  1  15  1.000  0  20  1.000  PULS  20

Energieeichung(EU152 - QUELLE) : 0.10460 KEV/KANAL          NA, K, CA, TI, FE IN %
Energie 121.779 keV entspricht Kanal 1173                  #: PPM BESTIMMT UEBER N-FLUSS
Energie 344.270 keV entspricht Kanal 3300                  0: MODE IN BNK-OUTPUT

CORRECTIONS FOR NUCLEAR REACTION PRODUCTS AND FISSION FROM NP239C MESS.2 INCL. GEO_FAC DET.POS. 1.000
0.01863 COUNT CR PER COUNT FE EOB
0.00166 COUNT CE PER COUNT NP EOB AUS MESS. 2          SMA3 und U C3 werden nicht im PAG-Output aufgefuehrt.
Peakbroeading aus : YB169B ND147A NP239C EU152C HF181A CE141 SC47 PA233A CR51
LIVET.KOR=5 Foilcor=1 Interfer.=1 Ca-Ti=1 n-alpha=1 Fission=1 PEAKBROAD=1 RAUMU.GR.=1 ABSORFT.=1 SUMPEAKS=1 N-P72GA=1
ZUS. OUTPUT-F.: L009M .INP L009M .PRO L009M .XTP L009M .TAB L009M .LZU L009M .PPM L009M .BNK L009M .BKS L009M .FIT L009M .PAG

```

Tabelle 17: Auswerteparameter der Messung 3

PROGRAM 4 AMARNA: Probensatz 1 REAKTOR : FRG GEESTHACHT AB '89 DETEKTOR : GF  
 VERSION 3 \*\*\*\*\* REAKTOR : FRG GEESTHACHT AB '89 \*\*\*\*\* DATUM DER AUSWERTUNG : 7-FEB-90  
 \*\*\*\*\*

| K  | NUCLID | T1/2      | LAMBDA     | GAMMA   | INTERF1 | FACT  | INTERF2 | FACT | PEAK | BKGD | OPT | ISP | BKMLT | NCHI  | PPM | ELM     | K       |         |
|----|--------|-----------|------------|---------|---------|-------|---------|------|------|------|-----|-----|-------|-------|-----|---------|---------|---------|
| 1  | CE141  | 32.551    | 0.02112942 | 145.44  |         |       |         |      | 335  | 13   | 7   | 2   | 6     | 1.000 | 3   | 3       | 80.300  | CEB4 1  |
| 2  | SC47*  | 4.536     | 0.1528102  | 159.39  |         |       |         |      | 366  | 10   | 10  | 2   | 3     | 1.000 | 0   | 7       | 0.280   | CA*4 32 |
| 3  | SC47   | 3.422     | 0.2025562  | 159.39  |         |       |         |      | 366  | 10   | 10  | 2   | 3     | 1.000 | 0   | 7       | 0.782   | TI*4 31 |
| 4  | FE59D  | 44.600    | 0.0155414  | 192.40  |         |       |         |      | 441  | 10   | 0   | 1   | 6     | 1.000 | 4   | 4       | 1.017   | FED4 33 |
| 5  | LU177  | 6.711     | 0.1032852  | 208.34  |         |       |         |      | 476  | 10   | 0   | 1   | 6     | 1.000 | 4   | 3       | 0.425   | LU 4 34 |
| 6  | SE75   | 118.452   | 0.0058517  | 264.62  | TA182A  | 0.302 |         |      | 603  | 10   | 10  | 2   | 5     | 1.000 | 0   | 6       | 100.000 | SE#4 21 |
| 7  | TR160B | 72.130    | 0.0096097  | 298.60  | PA233A  | 0.178 |         |      | 679  | 17   | 11  | 2   | 6     | 1.000 | 0   | 12      | 0.730   | TBB4 18 |
| 8  | PA233A | 26.956    | 0.0257140  | 311.90  |         |       |         |      | 709  | 17   | 30  | 2   | 6     | 1.000 | 0   | 9       | 13.960  | THA4 2  |
| 9  | CR51   | 27.701    | 0.0250225  | 320.00  | ND147B  | 0.233 |         |      | 727  | 10   | 9   | 2   | 6     | 1.000 | 0   | 9       | 115.100 | CR 4 3  |
| 10 | PA233D | 26.956    | 0.0257140  | 340.47  |         |       |         |      | 773  | 20   | 37  | 2   | 8     | 1.000 | 0   | 7       | 13.960  | THD4 25 |
| 11 | HF181B | 42.458    | 0.0163255  | 482.00  |         |       |         |      | 1091 | 19   | 21  | 2   | 6     | 1.000 | 0   | 8       | 6.230   | HFB4 4  |
| 12 | BA131A | 11.500    | 0.0602737  | 496.23  |         |       |         |      | 1123 | 13   | 15  | 2   | 6     | 1.000 | 0   | 8       | 712.000 | BAA4 5  |
| 13 | ND147B | 10.981    | 0.0631224  | 531.01  |         |       |         |      | 1201 | 13   | 10  | 2   | 10    | 1.000 | 0   | 8       | 32.400  | NDB4 20 |
| 14 | CS134A | 753.146   | 0.0009203  | 604.66  | SB124   | 4.784 |         |      | 1366 | 19   | 19  | 2   | 9     | 1.000 | 0   | 14      | 8.310   | CSA4 7  |
| 15 | ZR95   | 64.000    | 0.0108304  | 756.70  |         |       |         |      | 1707 | 20   | 14  | 2   | 8     | 1.000 | 0   | 7       | 100.000 | ZR#4 29 |
| 16 | CS134B | 753.146   | 0.0009203  | 795.76  |         |       |         |      | 1795 | 15   | 22  | 2   | 9     | 1.000 | 0   | 10      | 8.310   | CSB4 8  |
| 17 | CO58   | 70.787    | 0.0097920  | 810.76  |         |       |         |      | 1829 | 12   | 16  | 2   | 7     | 1.000 | 0   | 10      | 279.000 | NI 4 9  |
| 18 | MN54   | 312.200   | 0.0022202  | 835.10  |         |       |         |      | 1883 | 12   | 22  | 2   | 9     | 1.000 | 0   | 10      | 1.017   | FECA 30 |
| 19 | TR160D | 72.130    | 0.0096097  | 879.40  |         |       |         |      | 1983 | 10   | 6   | 2   | 4     | 1.000 | 4   | 4       | 0.730   | TBD4 35 |
| 20 | SC46A  | 83.803    | 0.0082712  | 889.25  |         |       |         |      | 2005 | 37   | 37  | 2   | 7     | 1.000 | 0   | 14      | 20.550  | SCA4 10 |
| 21 | RE86   | 18.822    | 0.0368264  | 1077.20 |         |       |         |      | 2427 | 13   | 11  | 2   | 6     | 1.000 | 0   | 10      | 70.000  | RB 4 12 |
| 22 | EU152B | 4832.257  | 0.0001434  | 1085.70 |         |       |         |      | 2446 | 9    | 15  | 2   | 6     | 1.000 | 0   | 10      | 1.291   | EUB4 36 |
| 23 | FE59B  | 44.600    | 0.0155414  | 1099.22 |         |       |         |      | 2476 | 14   | 13  | 2   | 8     | 1.000 | 0   | 12      | 1.017   | FEB4 23 |
| 25 | ZN65H  | 244.020   | 0.0028405  | 1115.50 | TA182A  | 0.015 | 2513    |      | 1019 | 1    | 2   | 1   | 1     | 1.000 | 0   | 0       | 126.000 | ZNH4 37 |
| 25 | ZN65   | 244.020   | 0.0028405  | 1115.50 | TA182A  | 0.015 | 2513    |      | 24   | 0    | 1   | 8   | 1.000 | 3     | 3   | 126.000 | ZN 4 22 |         |
| 26 | SC46B  | 83.803    | 0.0082712  | 1120.51 | TA182A  | 1.350 |         |      | 2524 | 35   | 28  | 2   | 8     | 1.000 | 6   | 8       | 20.550  | SCB4 11 |
| 27 | CO60A  | 1925.562  | 0.0003600  | 1173.21 |         |       |         |      | 2642 | 21   | 47  | 2   | 9     | 1.000 | 5   | 5       | 14.060  | COA4 14 |
| 28 | TR160C | 72.130    | 0.0096097  | 1177.70 |         |       |         |      | 2652 | 31   | 37  | 2   | 9     | 1.000 | 4   | 6       | 0.730   | TBC4 19 |
| 29 | TA182B | 115.020   | 0.0060263  | 1188.95 |         |       |         |      | 2678 | 57   | 12  | 2   | 9     | 1.000 | 0   | 10      | 1.550   | TAB4 26 |
| 30 | TA182A | 115.020   | 0.0060263  | 1221.38 |         |       |         |      | 2751 | 32   | 45  | 2   | 9     | 1.000 | 0   | 12      | 1.550   | TAA4 13 |
| 31 | TA182C | 115.020   | 0.0060263  | 1230.93 |         |       |         |      | 2772 | 54   | 23  | 2   | 9     | 1.000 | 0   | 11      | 1.550   | TAC4 27 |
| 32 | FE59A  | 44.600    | 0.0155414  | 1291.60 | TA182A  | 0.049 |         |      | 2908 | 27   | 25  | 2   | 9     | 1.000 | 0   | 15      | 1.017   | FEA4 16 |
| 33 | CO60B  | 1925.562  | 0.0003600  | 1332.47 |         |       |         |      | 3000 | 28   | 17  | 2   | 9     | 1.000 | 0   | 14      | 14.060  | COB4 15 |
| 34 | EU152A | 4832.257  | 0.0001434  | 1408.02 |         |       |         |      | 3170 | 32   | 18  | 2   | 9     | 1.000 | 7   | 6       | 1.291   | EUA4 17 |
| 35 | K40    | 99999.992 | 0.0000069  | 1460.75 |         |       |         |      | 3288 | 23   | 15  | 2   | 9     | 1.000 | 0   | 15      | 100.000 | UGR4 28 |
| 36 | LA140B | 1.678     | 0.4130486  | 1596.50 |         |       |         |      | 3393 | 28   | 28  | 3   | 4     | 1.000 | 0   | 10      | 0.000   | BA04 24 |
| 37 | SB124  | 60.203    | 0.0115135  | 1691.02 |         |       |         |      | 3805 | 25   | 20  | 2   | 9     | 1.000 | 0   | 13      | 1.710   | SBB4 6  |
| 37 | PULSER | 100.000   | 0.0000000  | 1789.50 |         |       |         |      | 4036 | 30   | 0   | 1   | 10    | 1.000 | 0   | 20      | 1.000   | PULS 38 |

Energiegleichung(EU152 - QUELLE): 0.44546 KEV/KANAL  
 Energie 344.270 keV entspricht Kanal 782  
 Energie 1408.020 keV entspricht Kanal 3170  
 CORRECTIONS FOR NUCLEAR REACTION PRODUCTS  
 0.00449 COUNT CR PER COUNT FE EOB  
 CORRECTIONS FOR FISSION PRODUCTS FROM NP239C MESS.2 INCL. GEO\_FAC\_DET.POSITION 1.000 GEO\_FAC\_DET.WAHL 1.000  
 0.00046 COUNT RU PER COUNT NP EOB , (+/- 0.00002 ) (BA131 - CORR.) 0.00019 COUNT ND PER COUNT NP EOB, (+/- 0.000005)  
 0.00134 COUNT CE PER COUNT NP EOB , (+/- 0.00004 )  
 0.00027 COUNT ZR PER COUNT NP EOB, (+/- 0.000005)  
 0.04800 COUNT LU PER COUNT NP EOB, (+/- 0.00500, Intf.)  
 SC46B Background corrected: NET/min= 5.400 +/- 0.114  
 CO60A Background corrected: NET/min= 2.220 +/- 0.102  
 CO60B Background corrected: NET/min= 2.220 +/- 0.084  
 Peakbroadening aus : CE141 PA233A CR51 HF181B SC46A FE59B TA182A FE59A CO60B K40 LA140B SB124  
 LIVET.KOR=5 Foilcor=1 Interfer.=1 Ca-Ti=1 n-alpha=1 Fission=1 PEAKBROAD=1 RAUMU.GR.=1 ABSORPT.=1 SUMPEAKS=1 N-P72GA=1  
 ZUS. OUTPUT-F.: L009M .INP L009M .PRO L009M .TAB L009M .XTP L009M .TAB L009M .LZU L009M .PPM L009M .BKS L009M .FIT L009M .PAG

Tabelle 18: Auswerteparameter der Messung 4

```

PROGRAM 5 AMARNA: Probensatz 1 DETEKTOR : XNAA
VERSION 3 REAKTOR : FRG GEESTHACHT AB '89 DATUM DER AUSWERTUNG : 7-FEB-90
*****
LAMBD A INTERF1 FACT INTERF2 FACT PEAK BKGD OPT ISP BKMLT NCHI PPM ELM K
K NUCLID T1/2 GAMMA INTERF1 FACT INTERF2 FACT PEAK BKGD OPT ISP BKMLT NCHI PPM ELM K
1 PULSER 0.000 0.00000000 0.00 0 0 0 2 0 1.000 0 0 1.000 PULS 25
2 U LA 27.000 0.0256721 13.59 209 18 17 2 5 1.000 0 9 13.960 1
3 TB161A 6.900 0.1004561 25.66 390 31 390 2 6 1.000 0 6 5.600 GD 5 15
4 XE KA 9.690 0.0715322 29.78 EU152C 0.038 SM153A 0.006 452 93 328 2 6 1.000 8 4 712.000 BAC5 17
5 CS KA 11.500 0.0602737 30.97 SM153A 0.021 EU152C 0.015 470 111 310 2 6 1.000 9 4 712.000 BAD5 16
6 PM KA 10.980 0.0631282 38.72 SM153A 0.067 EU152C 0.136 587 228 193 2 6 1.000 12 3 32.400 NDC5 18
7 DY KA1 72.100 0.0096137 46.00 TB161A 0.602 696 337 84 2 6 1.000 0 6 0.730 TBE5 19
8 EU KB1 1.948 0.3558250 46.99 EU152C 0.211 711 352 70 2 6 1.000 0 11 5.780 SMB5 14
9 TM KA2 32.000 0.0216608 49.77 NF239C 0.003 753 394 28 2 6 1.000 0 11 2.800 YBD5 6
10 TM KA1 32.000 0.0216608 50.74 767 408 13 2 6 1.000 0 11 2.800 YBE5 7
11 LU KA1 70.000 0.0099021 54.07 817 37 121 2 5 1.000 5 3 1.000 8
12 HF KA2 6.710 0.1033006 54.61 TM KA1 0.370 825 45 113 2 5 1.000 1 5 0.425 LUB5 9
13 HF KA1 6.710 0.1033006 55.79 TM KA1 0.620 843 63 95 2 5 1.000 5 1 0.425 LUAS 10
14 TA KA2 42.458 0.0163255 56.28 850 70 88 2 5 1.000 1 5 6.230 HFC5 11
15 YB169B 32.000 0.0216608 63.12 HF KA1 0.303 LU KA1 0.087 953 15 16 2 9 1.000 0 13 2.800 YBB5 12
16 TA182D 114.430 0.0060574 67.75 TA KA2 0.054 NP239C 0.008 1023 53 41 2 6 1.000 9 6 1.550 TAD5 13
17 TB160A 72.130 0.0096097 86.79 U KA2 0.319 1309 14 27 2 9 1.000 0 15 0.730 TBA5 22
18 ND147A 10.981 0.0631224 91.11 1374 14 20 2 7 1.000 0 15 32.400 NDA5 23
19 U KA2 27.000 0.0256721 94.66 1428 27 23 2 14 1.000 9 9 13.960 THC5 2
20 U KA1 26.956 0.0257140 98.44 1485 39 41 2 9 1.000 8 8 13.960 THB5 24
21 SM153A 1.948 0.3558250 103.18 NP239C 0.824 U KA2 0.096 1556 25 66 2 14 1.000 0 30 5.780 SMA5 4
22 NP239C 2.355 0.2943300 106.13 1600 69 22 2 14 1.000 0 17 4.820 U C5 3
23 EU152C 4832.257 0.0001434 121.78 NP239C 0.016 1836 35 58 2 14 1.000 0 16 1.291 EUC5 5
24 BA131B 11.500 0.0602737 123.73 EU152C 0.140 1865 61 28 2 11 1.000 0 25 712.000 BAB5 20
25 HF181A 42.458 0.0163255 133.02 BA131B 0.073 2005 54 35 2 8 1.000 0 17 6.230 HFA5 21

Energieeichung(EU152 - QUELLE): 0.06650 KEV/KANAL
Energie 40.120 keV entspricht Kanal 608
Energie 121.780 keV entspricht Kanal 1836

KORREKTUR-FAKTOREN IN MESSUNG 5
0.00242 COUNT XE KA PRO COUNT NP EOB (FISSION)
0.00507 COUNT CS KA PRO COUNT NP EOB (FISSION)
0.00189 COUNT PM KA PRO COUNT NP EOB (FISSION)
0.00650 COUNT TM KA2 PRO COUNT NP EOB (FISSION)
0.00157 COUNT ND 147 PRO COUNT NP EOB (FISSION)
3. Interferenz fuer XE KA:
0.03000 COUNT CS KA PRO COUNT XE KA
HF KA INTERFERENZEN WERDEN UEBER EOB GERECHNET

ABSORPTIONS-KORREKTUR-FAKTOREN FUER LINIEN OBERHALB TM KA1 - 50.74 KEV:
0.0184 0.0183 0.0181 0.0179 0.0164 0.0157 0.0136 0.0132 0.0130 0.0127 0.0124 0.0123 0.0116 0.0115 0.0112
Peakbroadening aus : U LA TM KA2 TM KA1 TA182D ND147A NP239C EU152C HF181A
LIVET.KOR=5 Foilcor=1 InterferR.=1 Ca-Ti=1 n-alpha=1 Fission=1 PEAKBROAD=1 RAUMU.GR.=1 ABSORPT.=1 SUMPEAKS=1 N-P72GA=1
FIT_MODE = 5
ZUS. OUTPUT-F.: L009M .INP L009M .PRO L009M .XTP L009M .TAB L009M .LZU L009M .PPM L009M .BKS L009M .FIT L009M .PAG

```

Tabelle 19: Auswerteparameter der Messung 5

## D Bonan-Eingabe

Dieser Anhang enthält den vollständigen "Help-File" für die Eingabe von BONAN. Die tatsächliche Eingabedatei ist kürzer (nur die hinten mit "\*" gekennzeichneten Zeilen, z. T. etwas abgewandelt), hier aber werden alle Funktionen des Auswerteprogrammes für den Benutzer so erläutert, daß er über die Möglichkeiten, die sich bieten, informiert ist.

LONG WRITE UP : USAGE OF BONAA (BONAN)

=====

Beschreibung des Inputs:

Eine gekuerzte Version dieses Files ist der Inputfile: BONAN.INP = fester Name fuer Eingabe-File des Programms BONAN, in gleichem Directory wie BONAN.EXE.

Unter BONANIN.MAS ist dieser gekuerzte File als Masterinput-File gegeben ( COPY BONANIN.MAS BONAN.INP ).

Fuer Standard-Run ist nur Eingabe "Name des Runs.." und "Folge der Mess."noetig, sowie der Pill-Letter jeder Probe. Rest der Eingabe ist bei blanc = default, Eingabe immer am Anfang der Zeile.

Allgemeiner Input:

=====

(Zeilen mit \* hinten tauchen so oder aehnlich im Input auf !)

BONAN.INP: fester BONAN-Input-Name, s. BONAN.HLP !Ende Titel hier\*

DIES IST EIN BEISPIEL-INPUT !bel. Titel(A50)\*

T001MK ! Name des Runs u. Ebenenchar.(=Name), Output-Kennung (A4,A1,A1) \*

! ( Name der Outputfiles von BONAN fuer diese Beispiel: T001MK.\* )

23415 ! Folge der Messungen, z.B.normal 23415 (5I1) \*

! (Folge ist wichtig fuer spez. Korrekturen und fuer Ca-Ti Bestimmung)

Directory der Spektren (A11,A26), ' '=def.=ISKP\$1:[XRAY.S.NAA.NAASPE]: \*

! ( Es werden nur Spektren mit Versionsnummer 1 gelesen )

! ( Spektrennamen des Beispiels: T001M2\*.CIX;1, \* = Pill-Letter ) \*

Directory des Outputs (A11,A26), ' '=def.=ISKP\$1:[XRAY.S.NAA.BOOT]: \*

Zeile fuer Eingabe spez. Steuerzahlen (22A1), ' '=DEFAULT \*

ITAB,IBNK,IBNKS,IPRNT,ILIS,IPKT,ILTC,IRUC,IFOIL,IFR,ICA,INA,IFIS,IDED,IPPM, \*

IPAG,FIT,IFIT,FITMODE,IABSOR,ISUM,INP \*

1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 \*

16 17 18 19 20 21 22 \*

1234567890123456789012... 1234567890123456789012 \*

...'111111111111111131115111' = DEFAULT = FUER JEDES BLANC \*

Erklaerung der Steuerzahlen:

Output ( immer ) :

Slot 6: Schirm: kurzes Protokoll und Fehlermeldungen der Rechnung,  
auch Besonderheiten

Slot 17: wie 6 auf LP: NAME.PRO

Slot 18: wie 17, aber etwas laenger, bei Tests neuer Optionen verwenden NAME.XTP

Slot 7: LP - Output, 1 Seite pro Spektrum: (nicht bei IPKT = 4, s.u.) NAME.LIS  
enth"alt alle Zwischenergebnisse und Korrekturfaktoren der  
Intensitaetsbestimmung

Slot 10: LOADCIX - Input und SAVECIX - Output: \* .CIX  
binaer (ISKP-Hausnorm) gespeicherte Spektren lesen und schreiben

Output - Steuerung fuer spez. Output:

ITAB tabellarische Zusammenfassung (ja=1,' '=def.=1,0=no), Slot 30: NAME.TAB  
1 Zeile pro Spektrum, Uebersicht ueber Eichung und Totzeitkorrektur  
IBNK BANK - Output der Proben (ja=1,' '=def.=1,0=no), Slot 20: NAME.BNK  
Ausgabe zur Weiterverwendung mit den Programmen SEARCH und BANKHAN  
zur statistischen Analyse  
IBNKS BANK - Output der EOB - Raten der Standards ( " ), Slot 20: NAME.BKS  
IPRNT Peakplot auf LP bei Shift der Eichlinien  
(ja=1,' '=def.=1,0=no), Slot 17:in Name.PRO  
ILIS Zus. Output zu LIS, 1 Seite/Spektrum(JA=1=DEF.,0=NO), Slot 8: NAME.LZU  
Enthaelt Integrationsmarken, Untergrundhoehe und -steigung,  
ermittelte Flaechen und Abklingfaktoren fuer jede Linie,  
dient zum Nachvollziehen der Integration und EoB-Bestimmung.

Korrekturen und Tests:

IPKT PEAKSUCHE,EICHUNG,GROWTH,COMPARE (0=1=Yes=def,2=Testoutput,Slot11:NAME.TST  
3: zusaetzlich werden alle im Spektrum gefundenen Peaks ausgegeben  
Ausgabefile fuer jedes Spektrum extra Slot65: \* .PSU  
4: N U R Peaksuche und Eichung, keine weitere Auswertung,  
zusaetzlich zum .PSU File wird ein Plotfile des Spektrums  
mit allen gefundenen Linien (markiert und geeicht) erzeugt, \*.PDAT  
ausserdem Hypermet-Inputfile fuer gesamtes Spektrum(Slot 81) HYPIN.IN  
und Linienidentifikation fuer jedes Spektrum \*.PID  
ILTC Lifezeit - Korr.(ja=1,3,5; 0=no; 2,4,6=Testoutput), Slot 11: NAME.TST  
1: ueber Pulserpeak - Rate  
3: ueber Hauptverstaerker Zaehlrates fuer CR > 3.4 kHz fuer ETEC-Detektor  
5: ueber Pulserpeak, energieabh. nach Elisab.Gerade fuer CR > 3.4 kHz  
fuer ETEC-Detektor  
' '=def.= 1: fuer Mess. 1 & 4 (GF-Detector)  
' '=def.= 5: fuer Mess. 2 & 3 und ETEC-Det., FRG ab '89 und FRM  
= 1: sonst  
IRUC Raumuntergrund-Korr. (0=no,ja=1,' '=def=1,2=Testout.), Slot 11: NAME.TST  
IFOIL Folien- u. Avicelkorr( " ,2=Testout.), Slot 11: NAME.TST  
IFR Interferenzkorr. ( " ,2=Testout.), Slot 11: NAME.TST  
ICA Ca - Ti Bestimmung ( " ,2=Testout.), Slot 11: NAME.TST  
aus Mess. 1 & 4, 2 & 3 (1 nach 4, 3 nach 2 rechnen), %-Werte in  
Mess. 1 und 3, Output in Mess. 4 und 2 nur Zwischenergebnisse  
INA n - alpha Korr. fuer Cr&Na( " ,2=Testout.), Slot 11: NAME.TST  
IFIS Spaltungskorr.(0=no,ja=1,' '=def=1,3=alte Korr.,2 bzw.4=Testout.),  
Slot 11: NAME.TST  
1: normale Rechnung: Folge der Mess.: 1,3 und 4 nach 2 rechnen,  
Mess. 5 unabhaengig  
3: Korr. ueber La-Peak in Mess 4, fuer Mess. 4 und 1 (1 nach 4 rechnen),  
Mess. 2 & 3 unabhaengig, wie IFIS = 1  
IDED Peakverbreiterungskorr. (0=no,1=ja,' '=def=1,2=Testout,jedes Spektrum  
extra (!) Slot 49: \*.PIK  
IPPM PPM - Output am Ende (0=no,1=ja fuer Std, 2=auch Proben,  
3=1+Stdkontrolle, 4=2+Stdkontrolle,' '=3=def.),  
!zum direkten Vergleich der Werte gleicher Proben u. Standards,  
! Slot 70: NAME.PPM  
IPAG PAG - Output am Ende (0=no,1=ja=def.) ,nur fuer Proben,  
! alle Werte einer Probe auf einer Seite, Linien gegen SEARCH-Def.-Linie  
getestet, Outlier markiert, zum Schluss Statistik der Outlier fuer  
ganzen Run Slot 21: NAME.PAG  
FIT Fit spezieller Linien in Messung 5 (0=nein,1=ja=def)  
IFIT Fitoutput (0=no,1=def=ja-kurz,2=ja-ausfuehrlich), Slot 23: NAME.FIT  
FITMODE Variierte Fitparameter in Messung 5:

```

1 = Nur Amplitude, 2 = Amplitude + FWHM,
3 = Amplitude, FWHM + Peakmitte, 4 = Amplitude sowie FWHM relativ
zu Peak 1, 5 = def =wie 4 + Peakmitte relativ zu Peak 1,
6 = wie 2 + Peakmitte relativ zu Peak 1
IABSOR  Absorptions-Korrektur fuer Xrays in Messung 5 (1=Def=ja,0=nein)
ISUM  Summenpeaks fuer Mess. 2 und ETEC (1=ja=def,0=no,2=Testout.):  NAME.TST
INP   (n,p) Korrektur fuer Ga72 in Mess. 1 (1=ja=def,0=no,2=Testout.),
      Slot 11:  NAME.TST

```

Spezielle Inputparameter:

```

Al - Foliengewicht in mg (F5.1), ' ' = def.= 17.1 mg
Avicel/Ton Gewichtsverhaeltnis (F5.2), ' ' = def.= 0.5
Pill - Dichte in g/cm**3 (F5.2), ' ' = def.= 1.5 g/cm**3
Pill - Dicke in cm (F5.2), ' ' = def.= 0.1 cm
      (Dichte und Dicke wichtig bei Absorptionskorr.)
Mode fuer BNK - Output (I1), def.= 0 = Bonn-Standard, = 1 fuer Berkeley-
      Standard
Mode fuer Daten in der Bank: def = 0 => Absolutwerte der Konzentration
                               = 1 => nur Relativwerte (es muss in
                               SEARCH mit Verduennung gerech-
                               net werden, dieser Fall tritt
                               ein, wenn Bestrahlungsinhomoge-
                               nitaeten vorliegen o. ae. .)

```

```

(In Input-Dateien sind diese Informationen auf drei Zeilen zusammengefasst) *
FFFFFVVVVVRRRRRDDDDII *
*
***** AB HIER EINGABE FUER JEDE MESSUNG *****

```

```

Messungs - Input:          ( Wird fuer jede Messung einmal gelesen )
=====

```

```

Welche Standards sollen genommen werden,(' '=DEF.=4567) in Messung *
 1  2  3  4  5  (5 mal A4):  Z. B. PILL-POSITIONEN 4560: 7 NICHT *
XXXX,XXXX,XXXX,XXXX,XXXX *
*

```

(anwenden, falls einzelnes Standardspektrum unbrauchbar)

```

Ausnahmen fuer spezielle, in den Std. inhomogene Elemente, die bei der *
Mittelung ausgeschlossen werden sollen (Elementnamen wie bei ppm - Output in *
NAME.LIS, nicht Liniennamen ) (max. 10, Format (A2,1X)) *
Std.1 in Zeile 4 : *
Std.2 in Zeile 5 : *
Std.3 in Zeile 6 : *
Std.4 in Zeile 7 : *

```

(anwenden, falls einzelner Standard mit einzelnen Elementen verunreinigt, wenn mit mehr als 10 Elementen verunreinigt, besser gleich weglassen. Verunreinigung aus ppm-Output entnehmen.)

```

Sollgleichung fuer Mess. 1,2,3,4 u./od. 5 und Pulsersollkanal,' '=default *
Format: Mess.nr.,Kanal 1, Kanal 2, Energ 1, Energ 2, Pulserskanal, *
        verschiedener Ebenenletter u. vers. Mess.Nr. als Input, *
        Reaktor-Nr. (def.=3=FRG ab '89, FRG bis '89=2, FRM=1) und *
        Detektornr. (def.=1=GF fuer Mess. 1 & 4, def.= 3 = ETEC fuer Mess.2 & 3, *
        XNAA fuer Mess. 2 & 3 = 2)

```

```

(In Input-Dateien sind diese Informationen auf drei Zeilen zusammengefasst) *
(I1,1X,2(I4,1X),2(F8.3,1X),I4,1X,2A1,2(1X,I1)) *

```

```

x:xxxx,xxxx,xxxx.xxx,xxxx.xxx,xxxx.xx,x,x                                     *
1: 782,3170, 344.27 ,1408.02 ,4036, , , !interne default Werte von Eu152    *
2:1173,3300, 121.779, 344.27 ,4036, , , ! "                                  *
3:   WIE MESS. 2      , , , , ! "                                           *
4:   WIE MESS. 1      , , , , ! "                                           *
5: 608,1836, 40.12 , 121.78 , , , , ! "                                     *
(In Inputdateien erscheinen diese Felder blanc = Def.Werte)

```

-Sollleichung anwenden, wenn eine Messung mit abweichend eingestellter Apparatur gemessen wurde, falls abweichende Einstellung nicht bekannt, aus einer Pille (moeglichst Standard) ermitteln ueber Plot und die Meldungen im .PRO-File ("...wurde in Kanal xyz gefunden statt in uvw ...")

-Pulserposition angeben, falls Pulser falsch eingestellt war, tatsaechliche Pulserposition ebenfalls aus Spektrum nehmen

-andere Messungsnr: wenn Messung 4 als 1 oder 2 als 3 etc gerechnet werden soll 2,3 bzw. 1,4 unterscheiden sich nur in Messzeit!

-anderer Ebenenletter: wenn oben "M" spezifiziert, aber gueltige Spektren z.B. alle "O" (bei den "M"-Spektren ist irgendwas schiefgegangen), Aenderung geht auch fuer jedes Spektrum einzeln ( s.u. ).

-andere Reaktor- oder Detektornummer: Wenn im Inputfile f"ur die Messungssteuerung (NAASTINPU) falsch spezifiziert war oder historisch die Reaktornummer nicht stimmt (Alle alten Geesthachtspektren haben Reaktornummer 1, bei Wiederauswertung m u s s umgesetzt werden ! ! ! ! )

```

*****
***** ab hier Eingabe fuer jedes Spektrum,bzw. fuer jede Probe:*****

```

```

Pill - Input:                                                                 *
=====

```

```

Input 1 Zeile je Pille, Zeilen 1 - 7 fest zugeordnet,ab Zeile 8 Proben,      *
Input - Folge definiert Probenfolge, nur Pill-Buchstabe notwendig           *
Rest der Zeile ist Sonderinput, der Headerinformation und default -         *
Werte ueberschreibt (IF P(1-7,A = BLANC: NUR TITELSEITE OUTPUT)            *

```

```

Zeile 1: Folienkorrekturspektrum, falls gegeben, sonst blanc                *
Zeilen 2,3: CaCO3 - Spektren, falls geg., sonst blanc                       *
Zeilen 4,5,6 u.7: Standard - Spektren, falls geg., wenigst. ein Spektrum  *
      in Zeile 4 muss gegeben sein. Wenn Zeilen 1-7 und A alle ' ' erfolgt  *
      Output der NAME.LIS Titelseiten allein.

```

```

Format der Zeilen:                                                            *
=====

```

```

P : Pillcharakter(A1), danach "D"(A1) bei doppelter Alu-Folien-Verpackung(Korr.*
    zweifach, Annahme Avicel ist sauber)
E : verschiedener Ebenenletter/Mess. nur fuer dieses Spektrum (A5)         *
    (im Gegensatz zu oben hier nur fuer ein Spektrum !)

```

```

T : Spektrentyp fuer Eichung (default=' '(A1))                               *
    Default Werte intern Zeile 1      : 'F' = Alu-Folie u. Avicel
                                Zeile 2 + 3 : 'C' = CaCO3
                                Zeile 4 - 7 : 'K' = Berkeley - Ton (Keramik)
                                Zeile 8 ff. : ' ' = automat. Eichpeakselektion
                                'K' = Keramik
                                'O' = Obsidian
                                'A' = Coal Ash
                                'I' = Eisen
                                'U' = Uran

```

'E' = Europium  
'L' = Lapislazuli

(Uran und Eisen fuer Sonderpillen, die bei jeder Reaktorumstellung benoetigt werden, Europium als Eichquelle und falls Efficiencymessungen gemacht werden (dann einfach Europiumspektrum mit IPKT = 4 bearbeiten und Linienflaechen mit Hypermet ermitteln!), Lapislazuli hauptsaechlich zur Auswahl anderer Stuetzlinie bei HWB-Korrektur)

ST: Welche Standards fuer diese Probe(4,5,6u./od.7,' '=def.)(4I1) \*

Default fuer Proben = Angabe fuer gesamte Messung oben

def. fuer Standards:

|                           |   |
|---------------------------|---|
| Alu/Avicel (Zeile 1)      | : kein Std.   |
| CaCO3 (Zeile 2 u. 3)      | : Kein Standard   |
| Berkelel.Std (Zeilen 4-7) | : 1.Std.=Sollwerte aus PEAKS,1.Std NE ' ' ,<br>2.Std. u. ff. bezog. auf 1. Std. |
| Proben (Zeilen 8 ff.)     | : Average Std.(def.4-7)   |

(fuer einzelne Proben koennen bei der Mittelung einzelne Standards weggelassen werden, z.B., wenn ein Standard auf einer Probenposition noch mal mitlaeuft und nicht gegen sich selbst gerechnet werden soll)

PP: Peakplot auf LP fuer Mess. 1,2,3,4 u./oder 5 (1=ja)(5I1),jede Messung \*

(Neue und einfachere Version siehe # Peakplot !)

braucht im "ja"-Fall eine 1 an der ihr entsprechenden Stelle.

Zusatzzeile:

Fuer jede Messung eine Zusatzzeile einschieben, die mit \$ beginnen muss. Diese Zeile enthaelt Eingabe, welche Peaks geplottet werden sollen. Sie wird nur bei PP = 1 gelesen, bei PP = ' ' stoeren

\$ - Zeilen nicht. Output Slot 75: Name/Mess.nr./Pill/Element/.GRA

Format der Zusatzzeile:\$Messungsnr.,5 mal 5I1 fuer max. 40 Peaks

(MGRA=1=ja=PP dieses Peaks, Folge def. in Progr. PEAKS: Peaknrn. s. Titelseite NAME.LIS Output bei ppm - Werten), z. B.

\$3,10000,00001,00000,00000,00000 :PP fuer 1. u. 10. Peak von Mess. 3

Nr der Peaks entspricht Reihenfolge der Auswertung, auf der Titelseite des .Lis-Files HINTEN angegeben.

Falls Zahl groesser 1: entsprechend groessere Umgebung des Peaks wird geplottet (1= def= erste Marke-10Kanaele bis letzte Marke+10Kanaele)

=> Nur aus Kompatibilitaetsgruenden mit aelteren INPUT-Files noch drin <==

(In Input-Dateien sind diese Informationen auf zwei Zeilen zusammengefasst) \*

CP: Peakplot auf Calcomp fuer Mess.1,2,3,4,5 (1=ja,5I1) Output: M/Name.CIX \*

Plot aller Peaks mit Marken in 2k-Spektrum, unuebersichtlich.

SE: Sondereichung fuer Messung 1,2,3,4 und/oder 5 (1=ja,5I1), Zusatzzeile: \*

Fuer jede gewuenschte Sondereichung eine Zusatzzeile \* einschieben.

=> Default(kein \*): Als Eichung wird diejenige des Spektrums vorher genommen.

=> ausser bei Spektren der Zeilen 1-3, dort Werte aus PEAKS

Nur bei SE=1 wird diese Zeile gelesen, sonst stoert sie nicht.

Format der Zusatzzeile:\*Messungsnr.,Kanal1,Kanal2,Energie 1, Energie 2 ( in KeV ), z. B.

\*3, 999,3000,1234.567,3456.789 !ab(!)diesem Spektrum einschl.diese Eichung!\*

Wenn Kanal1=Kanal2=1: Default Eichung aus PEAKS, kein Folgen der Shift

Dies evtl. wichtig, wenn Spektrum dazwischen, das nicht gleichzeitig mit den anderen aufgenommen wurde (z.B. regulaeres Spektrum schiefgegangen)

Falls Apparatur dann mit anderer Einstellung, hier angeben. Es kann sein, dass dann bei naechster Pille auf die alten Werte zurueckgeschaltet werden muss (Eichung gilt A B diesem Spektrum !) Wichtig evtl .

auch falls Meldung bzgl. Eichung auftaucht:  
("...wurde in Kanal xyz gefunden statt in uvw ... Solleichung bleibt ...")

Alternative Eichung fuer besondere Spektrenformen s.u.

PR: Spektrendruck auf LP (lang!) fuer Mess. 1,2,3,4,5 (1=ja,5I1) \*  
Auf Schirm wird Bestaetigung verlangt!(Input ueber Schirm nur hier)  
Output Slot 15: Name/Mess.nr./Pillettre/.CHN

PU: Abweichende Pulserposition (Kanal) in Messung 1,2,3,4 (4I4,1X), kein Pulser\*  
in Mess.5, wenn Position=1 geg.,nimm Wert aus PEAKS \*  
=> def.:Folgen einer Shift von Spektrum zu Spektrum, falls Reihenfolge der  
Spektrenaufnahme nicht Reihenfolge des Inputs (s. SE) oder Pulser  
gesprungen, hier Eingabe evtl notwendig ( insb. falls Meldung  
"...Pulser in xyz gefunden statt in uvw ... Shift groesser als a Kanaele  
...Sollposition bleibt ...")

GEWICHT: neues Gewicht in Milligr. (F7.3) \*  
( spez. fuer Position 8 bei 2. Alufolie: Gewicht der 2. Alufolie)

LABEL: neues Label (A12) \*  
(falls NAASTINPU falsch oder 2. Alufolie)  
Wenn LABEL(1:9) von Pos.8(=1.Probe) = "2.ALUFOIL", wird diese  
Pille als Al-Folie fuer die folgenden Proben (B ff.) genommen.  
=> 2. Alufolie wichtig, wenn Standards hier gemacht, Proben woanders  
(z.B. Jerusalem). Dann Probenalu anders als Standardalu, 2. Folie fuer  
Proben  
Voraussetzung: 2. Alu - Folie mit gleicher Lifezeit gemessen wie erste in  
(Pos.1). SAVE(K,2)-Faktoren in DEAYC. Gewicht: Foliengewicht dieser 2.  
Folie ( noetig fuer (n,alpha)Korr. von Na24)  
Wenn Pos. 4-7 LABEL(2:5)="BONN": feste Absorption fuer Std.s (s.PEAKS5),  
sonst Berechnung

Zusaetzliche Inputs ueber #-Zeilen:

#-Zeile unmittelbar hinter der Pille, die gesteuert werden soll, einschieben.  
=> Bis auf Ausnahmen betreffen die Kommandos immer nur die unmittelbar  
vorausgehende Pille. <==

Beliebig viele #-Zeilen hintereinander. Im (hier) allgemeinen Standardformat:  
#XAAAAAAAAAXICCC  
mit X=BLANK, AAAAAAAA=achtbuchstabiges Kennwort, I=Messungnr (Messungsnr. nicht  
immer !) Danach noch 68 Zeichen fuer genauere Spezifikation.

Es stehen bisher zur Verfuegung: (K= Messungsnr angeben !, Zusammenhaengender  
Zeichenstring: Die Eingabe muss in dieser Syntax  
erfolgen, egal, wo der String in den 68 Zeichen hinter "K"  
steht! Die Zeichenketten brauchen nicht durch ', ' o. ae.  
getrennt werden.)

# EICHUNG: K : Neue Eichlinien fuer ein Spektrum einer Messung (z.B. fuer  
Sonderspektren). Linien muessen allerdings in BONAN und  
PEAKS fuer diese Messung enthalten sein.

Unbedingt noetig: CCCCCCCCCC  
LOW NUKLID (NUKLID wie 1. Sp. .Lis-Output)  
Gibt untere Eichlinie an.  
CCCCCCCCCC  
HIGH NUKLID Gibt obere Eichlinie an

Zusaetzlich moeglich: CCCCCCCC  
IREICHII (I2) Setzt neuen Suchbereich fuer  
die Eichlinien fest (Ohne Angabe: Def-Werte

Mess 1,4,5 5 Kanäle  
Mess 2,3 7 Kanäle)

Beispiel dazu (alle anderen analog !) (Die obere Zeile nur Muster!)

```
#XXXXXXXXXXICCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCCC  
# EICHUNG: 4          LOW CE141      IREICH12          HIGH SC46A
```

# FOLIEWEG K : Folienkorrektur einzelner Linien bei verunreinigter Leerpille ausschalten. Muss bei der Leerpille stehen! Falls 2. Alufolie in Position 8, muss erneut eingeschaltet werden, falls gewünscht.

Unbedingt noetig: CCCCCC

NUKLID (wie in .LIS-Output 1. Spalte). Es koennen bis zu elf in einer Zeile hintereinander stehen.

Alternative: s. FOLIEREP

# FOLIEREP K : Folienkorrektur einzelner Linien von der Alupille auf die der Alupille folgende Pille (muss an Input-Position 2 stehen) umschalten. Falls 2. Alufolie da, wird abgeschaltet. Wird fuer 2. Alufolie erneut eingeschaltet, auch in diesem Fall Pille an Position 2 als Ersatz.

Unbedingt noetig: CCCCCC

NUKLID (wie in .LIS-Output 1. Spalte). Es koennen bis zu elf in einer Zeile hintereinander stehen.

# INT\_ZENT K : (Nur sinnvoll bei IDED=0.) Zentrierte Integration fuer eine Messung fuer diese und alle folgenden Pillen wird eingeschaltet. Wieder Ausschalten mit

# NO\_IZENT K : Zentrierte Integration fuer alle nachfolgenden Pillen ist wieder ausser Betrieb.

# INTRFRNZ K : Interferenzfaktor wird mit Monitor- und zu korrigierender Linie durch alle BONAN-Korrekturen gerechnet, Zwischenwerte und LP-Peakplots in File SPEK.SOND (Slot 91), fuer zusaetzliche Angaben ist hinter "K" noch 68 Zeichen Platz:

Unbedingt noetig: CCCCCCCCCC (Monitornuklid)

MONI NUKLID "NUKLID" wie in 1. Spalte .Lis-Output

CCCCCCCCCC (Zu korrigierendes Nuklid, also

KORR NUKLID die interferierte Linie, wie .Lis)

Zusaetzlich moeglich: CCCCCCCCCC

HLIF/H FFF.FFF (F7.3) (statt H auch D oder Y)  
geaenderte Halbwertszeit der interferierenden  
Linie, falls Monitor- und interferierende Linie  
nicht gleiche Hwzeit (zB Fe59, Mn54). Zerfaellt  
das interferierende Nuklid ueber Mutter-Tochter-Z

CCCCCCCCCCCC CCCCCCCCCCCC

HLMU/D FFF.FFF HLTO/Y FFF.FFF

CCCCCCC

SHIFT II (I2)

Shift der interferierenden Linie gegen die  
Eichposition der interferierten Linie wird  
automatisch beruecksichtigt. Hier, falls  
Shift um anderen zusaetzlichen Betrag gewünscht.

CCCCCC

MAXPOS

Falls auch bei Shift um Peakmaximum integriert

werden soll (schlechte Eichung, zB La140B). In diesem Fall SHIFT unwirksam (!).

CCCCCC  
BKPEAK  
Untergrundfrequenzkanäle werden von der tatsächlichen statt der Eichpeakpos. aus gesucht.

CCCCCCCC  
BKDN III (I3)  
Die angegebene Zahl wird Z U B K D N (s. PEAKS) A D D I E R T (!) (Falls Linien des Sonderspektrums im normalen Untergrundbereich!) Die Zahl kann auch negativ sein.

CCCCCCCC  
BKUP III (I3)  
Wie BKDN fuer die obere Marke.

# LIFETIME K : Lifetimekorrektur in BONAN auf ein festes IWEG setzen. Nur fuer Mess 1 - 4 sinnvoll!

Unbedingt noetig: CCCCCCCC

IWEGFIX I (I1) I gibt die feste Art der Lt-Korr. an und muss zwischen 0 und 6 liegen. Es ist

|   |       |   |
|---|-------|---|
| 0 | M 1-4 | keine Korrektur                                   |
| 1 | M 1-4 | zwingt Pulserkorrektur (normal)                   |
| 2 | M 2+3 | wie 1, wird f. 1+4 ignoriert.                     |
| 3 | M 2+3 | Energieabh. (auch Cr<3.4 kHz)                     |
| 4 | M 1-4 | Aequivalentpulsersfl. ueber CR<br>M 2+3 => e.abh. |
| 5 | M 2+3 | wie 6   |
| 6 | M 2+3 | E.abh. ueber CR                                   |

# NEWMARKS K : Damit koennen die Default-Integrationsparameter (s. PEAKS) NCH1,NCH2,BKDN,BKUP und ISP geaendert werden, wenn der Untergrund schlecht bestimmt oder die Linie falsch integriert worden ist. BKDN und -UP sind die Abstaende der Untergrundsuchbereiche von der Linienspitze, ISP ist die Groesse des Untergrundbestimmungsintervalles, NCH1 gibt die unterhalb der Linienspitze aufzusummierenden Kanäle an, NCH2 die oberhalb. Die Gesamtzahl der integrierten Kanäle ist also NCH1 + NCH2 + 1 (der Maximumkanal wird mit integriert). Ist NCH1=0, so werden die NCH2 hoechsten Kanäle um das Maximum integriert. (In diesem Fall ist also NCH2 die Zahl der zu integrierenden Kanäle). Bei Neueingabe von NCH1 und NCH2 darauf achten, dass die alte Summe der zu integrierenden Kanäle gleich der neuen ist, ES SEI DENN, ES HANDELT SICH UM DIE PULSERLINIE ! Da moeglich, um Fehlintegration wegzufangen ! Falls NCH1 ungleich 0, muss NCH2 auch ungleich 0 sein!

Unbedingt noetig: CCCCCC

NUKLID (wie in .Lis-Output erste Spalte), gibt betreffende Linie an.

Zusaetzlich mindestens eine der folgenden Optionen (alle gleichzeitig geht auch):

CCCCCCC

NCH1 II (I2) Neuer Wert fuer NCH1 (einstellige Zahlen muessen an der hinteren Position stehen!)

CCCCCCC

```

NCH2 II (I2) Neuer Wert fuer NCH2

CCCCCCCC
BKDN III (I3) Neuer Wert fuer BKDN

CCCCCCCC
BKUP III (I3) Neuer Wert fuer BKUP

CCCCCC
ISP II (I2) Neuer Wert fuer ISP

# NOINTERF K : Damit kann man alle von einer bestimmten Linie gemonitorten
Interferenzen "ausschalten", wenn die Linie selbst gestoert
ist oder die entsprechenden Korrekturfaktoren neu gerechnet
werden sollen.
Unbedingt noetig: CCCCCC
NUKLID (wie in .Lis-Output erste Spalte), gibt
die Monitorlinie an. Es koennen beliebig viele
(max 11 pro Zeile) Monitore ausgeschaltet werden.

# NUR_AVIC (ohne Mess.nr.) Fuer Absorptionskorr in Mess 5 bei Sonderpillen,
deren Matrix nur aus Avicel ist (z.B. Uranpillen).

# PEAKPLOT K : Wie PP, aber einfacher zu handhaben. Erlaubt LP-Peakplot
einer oder mehrerer ausgewerteter Linien mit Untergrund-
verlauf und gefundenen Linienzonen.
Unbedingt noetig: CCCCCC
NuklidI (I1) (Nuklid wie in .Lis-Output, 1. Spalte)
I gibt die Ausdehnung des Plots ueber die Marken
hinaus an (s.o.)
Es koennen beliebig viele Peaks hintereinander
eingegeben werden.

# SPALTUNG (ohne Messnr!) Rechnet Spaltfaktoren fuer einen gewaehlten
Monitorpeak und alle Messungen, d i e d e r
e r s t e n , i n d e r d e r M o n i t o r
e n t h a l t e n i s t , folgen.(Also: Mess. 4
vor 2,3 und 5 und Monitor Np239C
=> keine Korrekturen fuer Mess.4. Ist kein
Monitorpeak angegeben, wird aus der ersten
Messung, die einen der Default-Monitorpeaks
enthaelt, dieser genommen. Def. f. M1: Np239B
Def. f. M2,3,5 : Np239C. Maximal koennen 10
Spaltproben gleichzeitig gerechnet werden,
fuer jede ein eigener Protokollfile in der
Reihenfolge des Inputs (SLOTS 80-89)
==> Sollen fuer die gleiche Pille gleichzeitig <==
==> Interferenzen gerechnet werden, diese vor <==
==> # SPALTUNG angeben !!! <==
zusaeztlich moeglich: CCCCCCCCCC
MONI NUKLID (NUKLID wie in 1. Spalte .Lis)
Angabe des Monitornuklids

# 41ANGLEI (ohne Mess.Nr.) Messung 1 bei fehlgeschlagener Ltcrr ueber 4
kalibrieren. Def= no, kann hier fuer einzelne
Pillen gesetzt werden. Zur Kalibration dienen
die in 4 ermittelten Konzentrationen der unter
"# 41 LISTE" aufgefuehrten Linien.

```

# 41 LISTE (ohne Mess.Nr.) Liste der Default-Vergleichslinien Messung 4/1  
 verringern (Standard: FE59A und B, SC46A und B,  
 EU152A, TA182A, RB86 und PA233A)  
 unbedingt noetig: CCCCCCCCCC  
 OHNE NUKLID (NUKLID wie in 1. Spalte .LIS-OUTPUT)  
 Kann bis zu 6 Linien pro Zeile umfassen.

Festes Format fuer jede Zeile (\$,# UND \* Zeilen stoeren nicht): \*  
 Pillletter 1-7, dann bel. Charakter (normal:A - X), ' '=Ende, Format:

```
-----
P E      T ST  PP   CP   SE   PR   PU1 2   3   4   GEWICHT LABEL  *
X 12345 X XXXX XXXXX XXXXX XXXXX XXXXX XXXX XXXX XXXX XXXX XXX.XXX .....*
1                                             *
2                                             *
3                                             *
4                                             *
5                                             *
6                                             *
7                                             *
A                                             *
B                                             *
C                                             *
D                                             *
E                                             *
F                                             *
G                                             *
H                                             *
I                                             *
J                                             *
K                                             *
L                                             *
M                                             *
N                                             *
O                                             *
P                                             *
Q                                             *
R                                             *
S                                             *
T                                             *
U                                             *
V                                             *
W                                             *
X                                             *
Y                                             *
Z                                             *
8                                             *
9                                             *
0                                             *
```

-----  
 Ende der Eingabe: blanc Zeile!  
 Die blanc Zeile steht hier hinter "X", das ist der Regelfall bei 7 Standards,  
 24 Proben.

Zusammenstellung der Slots:  
 6 Schirm  
 7 LIS  
 8 LZU  
 10 CIX (in/out)

|       |          |
|-------|----------|
| 11    | TST      |
| 15    | CHN      |
| 17    | PRO      |
| 18    | XTP      |
| 19    | PID      |
| 20    | BNK,BKS  |
| 21    | PAG      |
| 23    | FIT      |
| 30    | TAB      |
| 49    | PIK      |
| 65    | PSU      |
| 75    | GRA      |
| 81    | HYPIN.IN |
| 80-89 | SPLT     |
| 91    | SOND     |

## E Bestandteile des Programms

Der Ablaufplan und die einzelnen Unterprogramme werden kurz vorgestellt, insbesondere, um dem neuen Benutzer einen Überblick zu geben und bei Änderungswünschen und Fehlern an der richtigen Stelle zu suchen. Abb. 15 gibt das Ablaufdiagramm des Hauptprogramms wieder, wobei sich dieses im wesentlichen auf den Aufruf der Unterprogramme und die Kontrolle der Schleifen über alle Spektren innerhalb einer Messung und über alle Messungen innerhalb eines Zyklus beschränkt. Lediglich das Anlegen und Schließen der nicht spektrenspezifischen Ausgabedateien erfolgt noch durch das Hauptprogramm.

### E.1 Kurze Übersicht über die Unterprogramme

#### **BOCOM**

ist kein Unterprogramm, sondern eine Include-Datei, die in (fast) jedes Unterprogramm eingebunden ist und die globalen Variablen enthält.

#### **BONIN1**

liest aus der Eingabedatei alle für den gesamten Spektrensatz verbindlichen Daten ein und konvertiert dort eingegebene Leerzeichen ggf. in die internen Default-Werte.

#### **BONIN2**

liest die für eine Messung gegebenen Daten aus der Eingabedatei.

#### **PEAKS1, PEAKS2, PEAKS3, PEAKS4 und PEAKS5**

enthalten alle für die in der jeweiligen Messung (1 - 5) ausgewerteten Linien wichtigen Parameter wie Halbwertszeit, Energie, Sollposition, die Steuerzahlen zur Integration, die zu berücksichtigenden Interferenzen und die dazu gehörigen Korrekturfaktoren etc. Das entsprechende Unterprogramm wird nur zu Beginn der Schleife über die Spektren einer Messung aufgerufen, um den entsprechenden globalen Variablen die richtigen Werte zuzuweisen.

#### **ENORD**

verknüpft die Energie- und die Auswertereihenfolge der Linien jeder Messung miteinander. Die Linien erscheinen bei der Ausgabe in Energiereihenfolge (s. Anhang C), ihre Auswertereihenfolge ist aber durch das K der letzten Zeile des .LIS-Deckblattes (s. Anhang C) bestimmt.

#### **TITPAGE**

erzeugt das Deckblatt der .LIS-Datei und kopiert bei der ersten durchlaufenen Messung einer Auswertung die Eingabedatei zu den Ausgabedateien.

**BONIN3** liest die für eine Tablette und deren einzelne Spektren gegebenen Daten aus der Eingabedatei. Um die bei zusätzlichen #-Zeilen notwendigen Änderungen der Default-Werte vorzunehmen, ruft BONIN3

- **BONIN4**

auf, was die Entschlüsselung der #-Zeilen vornimmt und, falls Spaltkorrekturfaktorrechnungen angefordert werden, seinerseits

- **SPALTFILE**

zur Erzeugung der Protokolldatei für die Spaltkorrekturfaktorrechnung einer Tablette und

- **SPALTSETUP**

für die Festlegung der Parameter bei diesen Rechnungen

aufruft.

### **LOADCIX**

lädt ein in der ISKP-Hausnorm abgespeichertes Spektrum in die entsprechenden Variablen. Wird das Spektrum nicht gefunden, erfolgt eine Warnung.

### **HEADIN**

liest aus dem Spektrenvorspann die mit abgespeicherten Zusatzinformationen wie Bestrahlungs- und Meßzeiten, Probenbezeichnung und Gewicht.

### **KONFILE**

wird nur aufgerufen, wenn innerhalb eines Spektrums Interferenzkorrekturfaktoren neu bestimmt werden sollen. In diesem Fall erzeugt KONFILE die entsprechende Protokolldatei und setzt die notwendigen Variablen.

### **DECAYC**

berechnet für alle Linien eines Spektrums die entsprechenden Abklingfaktoren (zur Rückrechnung auf den ZdB<sub>e</sub>-Zeitpunkt) und die Gewichtsnormierung auf 100 mg. Bei Spaltkorrekturfaktorrechnungen besteht dabei eine Querverbindung zu SPALTSETUP über den Eingang

- **XE\_KA\_SPALTUNG\_SETUP,**

über die die komplizierteren Rechnungen der XeK $\alpha$ -Linie bei der Spaltkorrektur (s. Kap. 3.5.2) durchgeführt werden.

### **CHNLPR**

wird vom Hauptprogramm nur aufgerufen, wenn die Kanalhalte des gesamten Spektrums ausgegeben werden sollen. Ein Aufruf kann aber auch von REFPKS oder OVERFLW (s. u.) erfolgen, wenn zu große Shift von Linien bei der Liniensuche ermittelt oder ein Vielkanalüberlauf detektiert wird. In diesem Fall werden nur die Kanalhalte des interessanten Bereichs in die Protokolldatei geschrieben.

### **PKSLCT**

wählt die Eichlinien abhängig von Spektrentyp oder Intensität aus, sucht sie und bestimmt die Verstärkung.

### **REFPKS**

sucht die auszuwertenden Linien und bestimmt ihre Shift. Ist die Shift zu groß, wird

- **CHNLPR** aufgerufen (s.o.),

besteht der Verdacht, daß ein Vielkanalüberlauf aufgetreten ist, wird zu

- **OVERFLW**  
gesprungen, das “einfache” Überläufe (es muß nur das Einfache des maximalen Kanaleintrages im Vielkanal dazuaddiert werden) korrigiert und seinerseits
  - **CHNLPR** aufruft (s.o.).

**PEAKSUCH** ist das im Kap. 5 geschilderte Unterprogramm zur Liniensuche, nach der Suche wird ggf.

- **PEAKID**  
aufgerufen, das die gefundenen Linien identifiziert, und dessen Vorrat an Linien in
  - **ELEMEN** enthalten ist,und
- **PLOTTO**,  
das einen CALCOMP-Plot des mit Energiemarken gekennzeichneten Spektrums vornimmt.

**SAMPLE** organisiert das Integrations- und Warnverfahren für jede einzelne Linie eines Spektrums und benutzt dazu seinerseits einen Satz von Unterprogrammen. Bei normaler Auswertung wird mit

- **AREA**  
integriert, was die Untergrundbestimmung und Summation durchführt und mit
  - **LINTST**  
den Untergrund auf seine Eignung testet (s. Kap. 3.2).
- **ARAHYP**  
dient zur Vorbereitung von Flächenbestimmungen über HYPERMET und ruft anschließend
  - **HYBO**  
auf. HYBO ist das HYPERMET-Hauptprogramm als BONAN-Unterprogramm umstrukturiert, die weiteren von HYBO ausgehenden HYPERMET-Unterprogramme sind in [Phi76] erläutert, sie wurden hier nur betreffs der Ergebnisübergabe an ARAHYP zurück modifiziert.

- **PARAHYP**

ist ein Seiteneingang von ARAHYP und dient für Linien, die im gleichen Gebirge wie eine bereits unmittelbar vorher bestimmte Linie liegen und deren Fläche daher bereits von HYPERMET ermittelt wurde. Damit wird ein weiterer Aufruf des Zeit beanspruchenden Fitprogrammes gespart.

- **XFIT**

dient zur Organisation des Fits einiger Röntgenlinien in Messung 5 (s. [Kre86]) und ruft seinerseits

- **XCURFIT**

auf, was den eigentlichen Fit übernimmt. In Messung 5 wird nur eine Gaußlinie mit Untergrundstufe verwendet, XCURFIT ist im wesentlichen die Routine CURFIT aus [Bev69] und ruft auch das dort beschriebene Matrizeninversionsprogramm

- \* **MATINV** auf.

- **MGRAF**

erzeugt ggf. die Liniendarstellungen für nicht graphikfähige Bildschirme und Zeilendrucker (s. Kap. 3.2).

- **FLAOUT**

erzeugt für Test-Outputs Ausgaben aller bestimmten Linienflächen und deren Fehler. FLAOUT wird auch noch von anderen Unterprogrammen aufgerufen.

- **SAMPLI**

ist für die eventuell modifizierte Integration bei Interferenzkorrekturfaktorrechnungen zuständig und greift zu diesem Zweck seinerseits auf

- **AREA** und

- **MGRAF** zurück,

um in der Protokolldatei für derartige Rechnungen eine Darstellung von Monitor- und interferierender Linie mitliefern zu können.

## **MCIX**

erzeugt ein 2k-Spektrum für CALCOMP-Plotter, das alle ausgewerteten Linien mit den Untergrund- und Integrationsmarken enthält (s. [Bue84]) und verwendet dazu

- **SAVECIX**

zum Abspeichern dieses Spektrums in Binärform.

## **ABSO**

führt die Absorptionskorrektur für die Messung 5 durch.

### **LTCOR**

führt die Totzeitkorrektur unter Berücksichtigung aller Optionen durch und gibt ggf. über **FLAOUT** (s.o.) erneut Linienflächen und -fehler aus.

### **RUCOR**

korrigiert, wo notwendig, auf die Raumuntergrundstrahlung. Auch hier Aufruf von **FLAOUT** möglich.

### **LIVERCORE**

ist das Rahmenprogramm für die Linienverbreiterungskorrektur. Aufgerufen werden

- **HWHEAD**,  
wo, falls angefordert, eine Protokolldatei für jedes Spektrum eingerichtet wird,
- **HWBREI**,  
um die Linienbreite der Stützlinsen für die Interpolation zu bestimmen und
- **QUADRAT**  
zur Interpolation der Halbwertsbreiten und der Bestimmung des Anteils der integrierten Fläche.
  - **BRANDTPOL**  
führt Polynominterpolationen durch und wird von **HWBREI** zur Breitenbestimmung über die Logarithmen der Kanalhalte und von **QUADRAT** zur Interpolation der  $HWB(E)$ -Kurve (Polynom 2. Grades) aufgerufen. Die notwendigen Matrizeninversionen werden mit
    - \* **MA\_INV** durchgeführt.
- **PVK**  
dient zur Korrektur der Linienflächen.

### **SUMME**

führt die Interferenzkorrektur auf Summenlinien durch.

### **INTFR**

führt die Interferenzkorrektur für  $(n, \gamma)$ -Interferenzen durch, zur Ausgabe von Linienflächen und Fehlern kann wieder **FLAOUT** aufgerufen werden.

### **FOILCOR**

zieht die von Verpackung und Bindemittel herrührenden Anteile der Linienfläche ab. Auch hier Aufruf von **FLAOUT** zu Testzwecken möglich. Zusätzlich passiert hier die  $(n, \alpha)$ -Korrektur der Na-Linien, für die die Folie als Monitor dient (s. Kap. 3.5.1).

### **GROWTH**

rechnet die Zählraten der einzelnen Linien auf den ZdBc vor und normiert sie auf 100 mg Probengewicht. Die dazu benötigten Faktoren wurden bereits weiter oben in DECAVC berechnet.

### **ENALPHA**

führt die  $(n, \alpha)$ -Korrektur für  $^{51}\text{Cr}$  durch.

### **ENP**

korrigiert die durch  $(n, p)$ -Reaktion verursachte Mn-Interferenz in  $^{72}\text{Ga}$ .

### **FISSION und FISOLD**

führen die Spaltungskorrekturen durch. **FISOLD** korrigiert dabei, falls gewünscht, noch mit der La140B-Linie aus der Messung 4, alle anderen Korrekturmethode sind in **FISSION** enthalten. Die Linienflächen selbst werden dabei in den Unterprogrammen

- **FISSS**  
für die Standards,
- **FISSX**  
für die Proben und
- **FISS5**  
für Standards und Proben bei meßzeitpunktabhängigen Zerfällen insbesondere der Messung 5

durchgeführt, wobei FISSION die Regie führt.

### **FOLIESAUBER**

testet die Alu-Avicel-Tablette auf Verunreinigungen.

### **FERENZ**

berechnet ggf. aus den Linienflächen von interferierender und Monitorlinie einen Interferenzkorrekturfaktor und schließt die entsprechende Protokoll-datei ab.

### **SPALTRECH**

berechnet ggf. die aus einer Tablette ermittelten neuen Korrekturfaktoren für Uranspaltungskorrekturen und schließt die entsprechende Protokoll-datei ab.

### **COMPARE**

bestimmt durch Vergleich der Linienflächen von Proben und Standards die in den Proben enthaltenen Konzentrationen der vermessenen Elemente.

### **VIERZUEINS**

vergleicht die bestimmten Konzentrationen ausgewählter Linien der Messungen 1 und 4.

### **NEWCAL**

gleichet ggf. die Zählraten der Messung 1 über den in VIERZUEINS bestimmten Faktor an die der Messung 4 an.

### **CATISC**

berechnet aus den Flächen der  $^{47}\text{Sc}$ -Linie der Messungen 2 und 3 bzw. 1 und 4 die Ca- und Ti-Konzentrationen (siehe Kap. 3.5.2).

### **RSLTS**

schreibt aus den Spektren ermittelten Werte in die Ausgabedateien (insb. in die .LIS-Datei).

### **STDKONTROLL**

überwacht die Konzentrationswerte der Tonstandards und testet auf etwaige Ausreißer. Dazu bedient es sich der Unterprogramme

- **FUELLSECHS** zur Ausgabegestaltung und
- **RECHSTATIS** zum Durchführen der eigentlichen Rechnung.

### **PPMS**

gibt die Konzentrationswerte der Standards und ggf. von STDKONTROLL erzeugte Warnungen in einer eigenen Ausgabedatei aus.

### **BNK**

erzeugt eine Ausgabedatei mit der Zusammenstellung aller ermittelten Konzentrationen/Probe auf einer Seite und speichert außerdem die Konzentrationen in für die Weiterverarbeitung mit SEARCH ([Mom88],[Lam89]) bestimmten .BNK-Dateien ab.

## **E.2 Verwendete selbständige Funktionsunterprogramme**

### **DGAUSS**

berechnet des Integral unter der Gaußfunktion für beliebige obere und untere Grenzen (über ERFC), Aufruf durch QUADRAT zur Bestimmung des integrierten Flächenanteiles.

### **ERFC**

berechnet die komplementäre Fehlerfunktion nach der in [Abr65] unter 7.1.26 angegebenen Interpolationsformel. Das Verfahren ist notwendig, weil das verwendete VAX-FORTRAN die Funktion *nicht* implementiert hat. Der Aufruf erfolgt durch DGAUSS und durch einige HYPERMET-Unterprogramme.

### **GAUSSN**, Dateiname **XGAUSS**

ist die von [Kre86] für die durch Anpassung gerechneten Linien der Messung 5 verwendete Fitfunktion, die Festhalten oder Freigabe von Halbwertsbreite und Position gestattet, dabei handelt es sich um eine Überlagerung mehrerer Gaußlinien. Der Aufruf erfolgt durch XFIT bzw. XCURFIT.

**HFWDTH**

bestimmt die Halbwertsbreite einer Linie durch einfache lineare Interpolation (vgl. Kap. 4). Damit lassen sich Halbwertsbreiten von Linien beliebiger Form bestimmen, eine Annahme über die Linienform geht nicht ein. Der Aufruf erfolgt durch RSLTS, abgeschätzt werden unabhängig von einer Linienverbreiterungskorrektur die Breiten der Eichlinien und der (nicht gaußförmigen) Pulserlinie.

**KELM**

wird von *zahlreichen Unterprogrammen* aufgerufen. Für einen gegebenen Liniennamen wird die Nummer K (s. Anhang C) der Auswertereihenfolge bestimmt, damit können Sonderverfahren für einzelne Linien programmiert werden, ohne deren Nummer zu kennen, andererseits kann die Nummer der Auswertereihenfolge in den PEAKS-Unterprogrammen geändert werden, ohne daß dies Auswirkungen auf spezielle Linien hat.

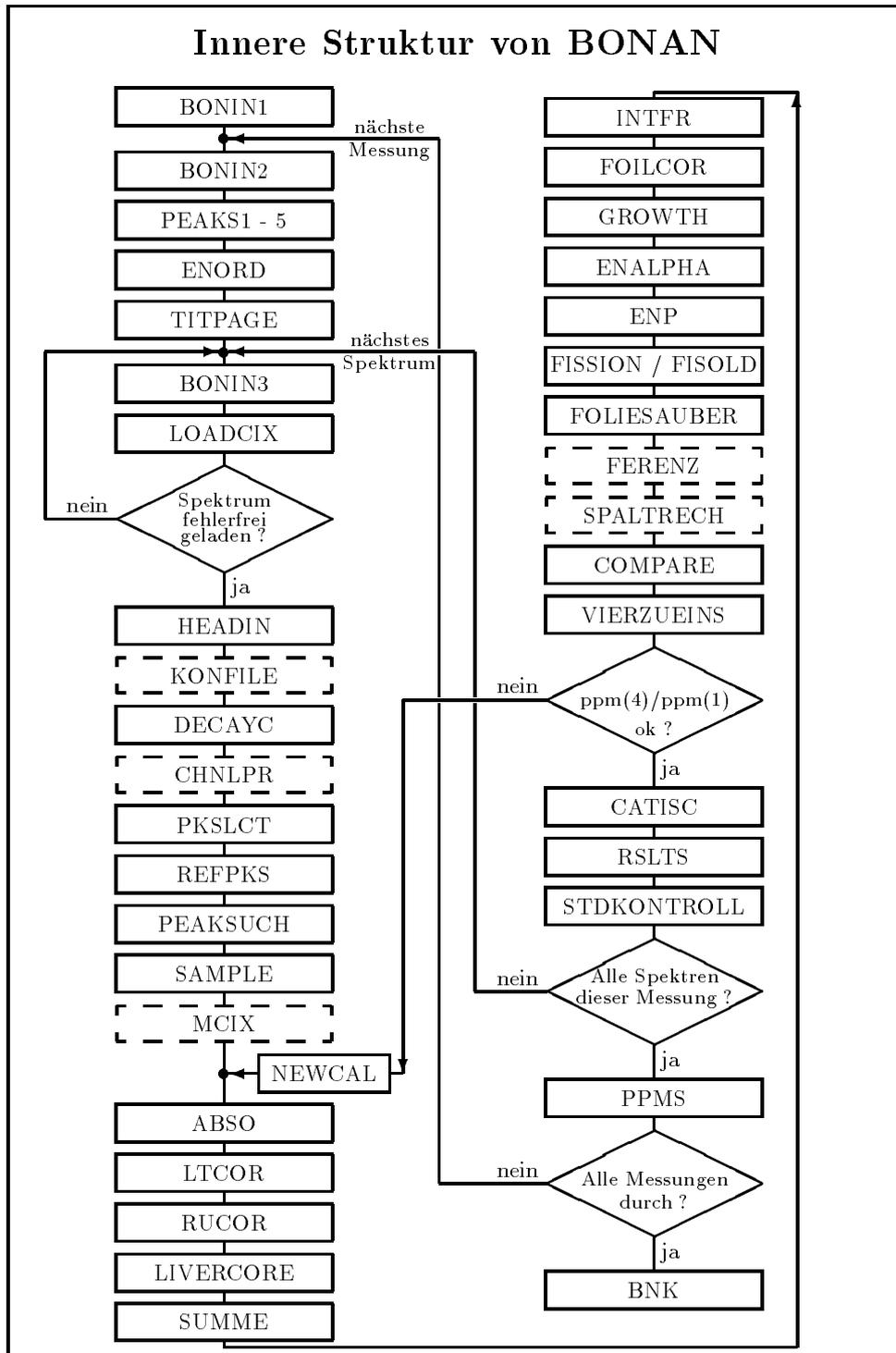


Abbildung 15: Flußdiagramm des Hauptprogramms BONAN. Dargestellt sind nur die von BONAN unmittelbar aufgerufenen Unterprogramme, deren Struktur und Aufgaben sind im Text beschrieben. Unterprogramme in gestrichelten Kästchen werden bei "normaler" Auswertung nicht aufgerufen.

## F Die BONAN-Ausgabedateien

Vorgestellt werden alle für einen gesamten Meßzyklus erstellten Ausgabedateien, die für die Überwachung des Auswerteablaufs und die Darstellung der Ergebnisse von Bedeutung sind, also .XTP, .LIS, .LZU, .TAB, .PPM und .PAG. Die .PRO-Datei stellt lediglich eine verkürzte Form der .XTP-Datei dar, die .BNK- und die .BKS-Datei erhalten die ermittelten Konzentrationen von Proben und Standards in komprimierter Form und sind für eine Weiterverarbeitung und nicht für eine Ausgabe der Daten gedacht.

### F.1 Die .XTP-Datei

Die .XTP-Datei dient während der gesamten Auswertung als Protokolldatei. Sie wird in der Reihenfolge des Programmablaufs vollgeschrieben (ein Spektrum nach dem anderen, innerhalb der Auswertung eines Spektrums schreiben die einzelnen Unterprogramme ihre Meldungen, wie sie auftreten.) Jede aufgetretene Unregelmäßigkeit wird festgehalten und bei nicht erklärten Abweichungen in den Endausgabedateien deutet die .XTP-Datei meist auf den Fehler hin. Eine verkürzte Form, die nicht alles enthält, aber genauso aussieht, ist die .PRO-Datei. In ihr sind keine Unregelmäßigkeiten gemeldet, die vom Programm selbst aufgefangen werden konnten, z. B. die Halbwertsbreiteninterpolation mit reduzierter Stützlinienzahl. Der vorliegende Auszug stellt den Beginn der 3. Messung dar (s. Tab. 20). Die gleichen Meldungen erschienen bei interaktiver Auswertung so auch auf dem Bildschirm, daher beträgt die Ausgabebreite nur 80 Zeichen.

Im einzelnen ist dargestellt (von oben nach unten):

```
START DER 3. MESSUNG *****
```

Das Auswerteprogramm beginnt mit der Schleife über die Messung 3.

```
*** 1. SPEKTRUM: L008M31 *****
                                ALU/AVI
```

Spektrum L008M31 fehlerfrei geladen. Probenbezeichnung ALU/AVI ist standardmäßig für Leertablette.

Als nächstes folgen die Meldungen der Folienkontrolle. Angegeben ist die Linie (SM153A), die ermittelte Zählrate/Minute zum ZdB<sub>e</sub> (5219.0 cts/eob) und der Faktor (14.9x erlaubtes Limit), um den die erlaubte Zählrate (von 350.0 cts) überschritten wurde. Der gesamte Probensatz war einem etwas höheren Fluß als normal ausgesetzt gewesen, daher die Zahl der Meldungen. Erst, wenn alle Linien eines Elementes mit Faktoren > 10 gemeldet werden, liegt tatsächlich eine schwerwiegende Verunreinigung vor.

Für dieses Spektrum folgen keine weiteren Meldungen. Der nächste Eintrag weist auf das Laden des nächsten Spektrums und die Probenbezeichnung hin, es handelt sich also um eine CaCO<sub>3</sub>-Probe.

Dann folgt eine den Untergrund betreffende Meldung. Für SM153A wurde das obere Untergrundbestimmungsintervall zusammengesoben (vom Sollwert von 6 auf den Istwert von 4 Kanälen), ohne jedoch damit den in Kap. 3.2 genannten Bedingungen (Mittl. stat. Fehler  $\times 1.5 >$  Varianz genügen zu können, es erfolgt auch der Hinweis, daß für die entsprechende Linie eine .GRA-Datei erstellt worden ist.

Die Meldung wird für die NP239C-Linie wiederholt. Die Zahlenwerte sind deshalb die gleichen, weil die Linien benachbart liegen und der obere Untergrund für beide an derselben Stelle bestimmt wird.

### 3 KEIN STD-SPEKTRUM IN DIESER INPUTPOSIT. GEGEB.

An Position 3 (normalerweise folgt hier die zweite CaCO<sub>3</sub>-Probe) steht in der Eingabedatei ein Leerzeichen, es wird am dafür vorgesehenen Platz kein Spektrum eingelesen.

Die Meldungen über das Laden der Spektren L008M34 – L008M37 folgen analog den bisherigen. Bei den Tonstandardspektren L008M34 – L008M36 erfolgt die gesamte Auswertung reibungslos, es kommen keine weiteren Meldungen in die .XTP-Datei.

LINIE TB160B NEUE SPITZE NAEHER AN EICHPOS.: ALTE SHIFT: 2.0  
NEUE SHIFT:-1.0

weist darauf hin, daß bei der Liniensuche (Kap. 3.1) der Kanal mit dem größten Inhalt zwei Kanäle oberhalb der Eichposition gefunden wurde, eine Spitze (für die Linienpositionskorrektur) jedoch auch näher an der Eichposition gefunden wurde.

LINIE NP239C SHIFT BLEIBT BEI 2.0 KANAELN

zeigt an, daß bei der Np-Linie *keine* näher an der Eichposition liegende Spitze gefunden wurde.

Nachdem die Sollstandardpositionen abgearbeitet sind, erfolgen die Inhomogenitätswarmmeldungen (s. a. bei der .PPM-Datei) auch in der .XTP-Datei. Bei diesem Meßzyklus war bei Messung 3 offenbar

A L L E S I N O R D N U N G

und das erste Probenspektrum wurde fehlerfrei geladen.

START DER 3. MESSUNG \*\*\*\*\*

\*\*\*\*\* 1. SPEKTRUM: L008M31 \*\*\*\*\*

ALU/AVI

|          |                 |                           |             |
|----------|-----------------|---------------------------|-------------|
| SM153A : | 5219.0 cts/eob. | 14.9x erlaubtes Limit von | 350.0 cts.  |
| TA182D : | 52.5 cts/eob.   | 8.8x erlaubtes Limit von  | 6.0 cts.    |
| BA131B : | 18.5 cts/eob.   | 2.3x erlaubtes Limit von  | 8.0 cts.    |
| HF181A : | 109.3 cts/eob.  | 1.2x erlaubtes Limit von  | 90.0 cts.   |
| PA233A : | 67.1 cts/eob.   | 9.6x erlaubtes Limit von  | 7.0 cts.    |
| UKA1 :   | 99.7 cts/eob.   | 7.1x erlaubtes Limit von  | 14.0 cts.   |
| UKA2 :   | 50.2 cts/eob.   | 6.3x erlaubtes Limit von  | 8.0 cts.    |
| YB169B : | 89.2 cts/eob.   | 17.8x erlaubtes Limit von | 5.0 cts.    |
| NP239C : | 1277.3 cts/eob. | 1.3x erlaubtes Limit von  | 1000.0 cts. |

\*\*\*\*\* 2. SPEKTRUM: L008M32 \*\*\*\*\*

CACO3

LINIE SM153A: OBERES UNTERGRUNDBESTIMMUNGSINTERVALL VON 6 AUF 4 KANAELE REDUZIERT,  
DA UNTERGRUND STARK ALINEAR. MITTL. STAT. FEHLER: 64.60 VARIANZ: 183.63  
GRA-OUTPUT FOLGT  
LINIE NP239C: UNTERES UNTERGRUNDBESTIMMUNGSINTERVALL VON 6 AUF 4 KANAELE REDUZIERT,  
DA UNTERGRUND STARK ALINEAR. MITTL. STAT. FEHLER: 64.60 VARIANZ: 183.63  
GRA-OUTPUT FOLGT

3 KEIN STD-SPEKTRUM IN DIESER INPUTPOSIT. GEGEB.

\*\*\*\*\* 4. SPEKTRUM: L008M34 \*\*\*\*\*

BONN-STD.

\*\*\*\*\* 5. SPEKTRUM: L008M35 \*\*\*\*\*

BONN-STD.

\*\*\*\*\* 6. SPEKTRUM: L008M36 \*\*\*\*\*

BONN-STD.

\*\*\*\*\* 7. SPEKTRUM: L008M37 \*\*\*\*\*

BONN-STD.

LINIE TB160B NEUE SPITZE NAEHER AN EICHPOS.: ALTE SHIFT: 2.0  
NEUE SHIFT:-1.0

LINIE NP239C SHIFT BLEIBT BEI 2.0 KANAELN

MESSUNG 3 : ENDE DER STANDARDPOSITIONEN. \* KONTROLLE DER TONSTANDARDS :  
A L L E S I N O R D N U N G !

\*\*\*\*\* 8. SPEKTRUM: L008M3A \*\*\*\*\*

G 30h/US

Tabelle 20: Auszug aus .XTP-Datei

## F.2 Die .LIS-Datei

In der .LIS-Datei sind alle wesentlichen Ergebnisse der Auswertung eines Spektrums *auf einer Seite* Computerausdruck zusammengefaßt. Die Gestaltung mag daher etwas unübersichtlich wirken, hat aber den Vorteil, daß eine archivierte Auswertung sehr einfach nach einem Spektrum abzusuchen ist und man sich Umblättern erspart. Da für jedes Spektrum in der Reihenfolge der Auswertung eine Seite Output erzeugt wird – zwischen den einzelnen Messungen noch getrennt durch jeweils eine Titelseite (s. Anhang C) – ergeben sich bei der Auswertung eines Meßzyklus in der Summe über 150 Seiten Papier.

Zur Erklärung der Tabelle 21:

Am Kopf der Seite stehen zunächst allgemeine Informationen zur Probe und zum Spektrum. Von links nach rechts stehen in der ersten Zeile Messungsnummer (**Program 4**), Spektrenname (**L008M4W**) und Probenbezeichnung (**G 33.2/US**). Die **INPUTZEILEN-NR.30** gibt an, daß die Probe in der Reihenfolge der Eingabedatei an 30. Stelle steht (bei einer Probenreihenfolge 1-7 (Standards), A-X (Proben) ist das W die 30. Tablette), **EOB** gibt den ZdB<sub>e</sub> an in der Reihenfolge Sekunden:Minuten:Stunden Tag:Monat:Jahr. **S** bedeutet, daß diese Zeitangabe in Mitteleuropäischer Sommerzeit erfolgt ist, die Angabe ist wichtig bei Meßzyklen, die über einen der beiden jährlichen Zeitumstellungspunkte laufen. **C.R. : 4257 4234** gibt die Hauptverstärkerzählrate zu Beginn und Ende der Messung an, gemessen in Hz. Die zweite Zeile enthält die Pulserfrequenz in Hz und die Bestrahlungsdauer. Treten bei der Bestrahlung Unregelmäßigkeiten auf, so werden auch sie in der zweiten Zeile vermerkt.

In der dritten und vierten Zeile sind die beiden Eichlinien mit Energie, Position des Linienschwerpunktes und der Halbwertsbreite angegeben, die hier – unabhängig von der Interpolation – über die Linearmethode bestimmt wird und so eine Abschätzung nach oben liefert, dafür aber auch bei Spektren ohne intensive Linien noch funktioniert.

In der fünften Zeile ist die Umrechnung keV/Kanal, der Totzeitkorrekturfaktor, die gesamte Lifetime und die tatsächliche Meßzeit dargestellt. Insbesondere die Zeilen 3 bis 5 sind noch original aus dem HUNAA-Programmpaket aus Jerusalem [Yel80n]. Die Zeile 6 gibt zunächst die verwendeten Tonstandards an (es ist möglich, einzelne ganz auszuschalten, siehe Anhang D), dann das Probengewicht und den resultierenden Normierungsfaktor (= 100 mg/Probengewicht) sowie den Meßanfang gerechnet ab dem ZdB<sub>e</sub>.

Die siebte und achte Zeile enthalten eine Übersicht darüber, welche Elemente welcher Tonstandards als Referenz in (47) *nicht* benutzt wurden, weil die Konzentration des jeweiligen Standards zu stark von der der anderen abwich. Bei diesem Meßzyklus ist dies nur im Falle des Standards an Position 5 und da auch nur beim Element Zink der Fall.

In der Mitte sind – wie auch auf den Titelseiten – alle Linien in aufsteigender Energiereihenfolge dargestellt. Dabei ist

|          |   |
|----------|---|
| K        | die laufende Nummer der Linie   |
| Nuclid   | der Liniename (gibt das zerfallende Nuklid an)  |
| Gross    | die Summe der Kanalhalte zwischen linker und rechter Integrationsmarke  |
| BKG      | der Untergrundbeitrag zu <b>Gross</b>   |
| NET/min  | die Nettozählrate pro Minute Lifetime   |
| Intf%    | die Größe der <i>ersten</i> Interferenzkorrektur in %.<br>Weitere Interferenzkorrekturen ggf. unten auf der Seite ! |
| Foil%    | die Größe der Folienkorrektur in %.   |
| PBrC.    | der Faktor für die Linienverbreiterungskorrektur  |
| StatEr%  | der statistische Fehler der Linienfläche nach Durchführung aller Korrekturen  |
| DECY-GEW | Umrechnungsfaktor der Linienfläche auf den ZdBc und 100 mg Probengewicht  |
| EOB      | Zählrate zum ZdBc und pro 100 mg  |
| EOBerr   | Fehler davon  |
| Peak     | gefundene Linienposition (Kanal)  |
| Shift    | Verschiebung gegen Sollposition aus Eichung in Kanälen  |
| PPM      | ermittelte Konzentration in <b>parts per million</b>  |
| PPMerr   | Fehler davon  |
| El       | Liniename bezogen auf das bestimmte Element   |

Der Untergrundbeitrag 0 bei Zn65H ist auf den HYPERMET-Fit zurückzuführen, der hohe DECY-GEW-Wert von La140B auf dessen kurze Halbwertszeit. Diese Linie dient hier nur als Monitor für Uranspaltung, wird aber normalerweise auch dafür nicht mehr eingesetzt (s. Kap. 3.5.3). Aus dieser Linie wird auch keine Konzentration bestimmt, die Bezeichnung BA0 deutet darauf hin, daß der bestimmte Anteil von bei Uranspaltung erzeugtem Barium herrührt.

Unterhalb der Liste erscheinen als erstes die verwendeten Stützlinien der Halbwertsbreitenanpassung und das ermittelte Ausgleichspolynom. Durch Vergleich mit dem Deckblatt kann man erkennen, welche Stützlinien verworfen wurden, beim dargestellten Spektrum hat sich dies offenbar nicht als nötig erwiesen. Die Größen insbesondere der nuklearen und Untergrundinterferenzen sind in den untersten Zeilen der Seite dargestellt, darüber hinaus die Größe ggf. vorliegender zweiter und dritter Interferenzkorrekturen einer Linie (hier: Zn (Ta-Intf.) und Lu(Np und Yb)). Weiter erfolgt ein Hinweis auf Besonderheiten und Mutter-Tochter-Zerfälle. Da Messung 4 im allgemeinen vor Messung 1 gerechnet wird, für die Ca-Ti-Bestimmung (vgl. Kap. 3.5.2) aber immer zwei Werte derselben Linie zur Verfügung stehen müssen, wird hier die Sc47-Linie so ausgewertet, als sei sie entweder nur von Ca oder nur von Ti herrührend, was obere Abschätzungen für beide Elemente liefert. Aus (46) kann bei bekannter Konzentration aus einer Zählrate und sonst bekannten Parametern auch der Neutronenfluß direkt abgeschätzt werden, dies geschieht bei den Standards, da die hier vorgestellte Seite zu einem Probenspektrum gehört, steht hinter N-FLUSS AUS SC46B, NUR STD. nur eine 0 als Angabe. Mit (46) und den Methoden des Kapitels 3.7.4 ist bei bekanntem Verhältnis der Ausgangsnuklide und ihrer Einfangquerschnitte

auch eine Abschätzung des Verhältnisses  $\Phi_{\text{epitherm}}/\Phi_{\text{therm}}$  möglich, dies geschieht anhand der Eisenisotope  $^{58}\text{Fe}$  und  $^{54}\text{Fe}$ . Während  $^{58}\text{Fe}$  über Einfang thermischer Neutronen  $^{59}\text{Fe}$  mit den intensiven Linien bei 1291 keV und 1099 keV bildet, entsteht aus  $^{54}\text{Fe}$  und eine  $(n,p)$ -Reaktion mit epithermischen Neutronen  $^{54}\text{Mn}$ . Bei Einsetzen aller Parameter und der Wirkungsquerschnitte erhält man so aus den Flächenverhältnissen einer Linie des  $^{59}\text{Fe}$  und des  $^{54}\text{Mn}$  die Flußverhältnisse. Bei der vorliegenden Bestrahlung war der epithermische Fluß nur ungefähr 5% des thermischen.

Die unteren Zeilen sind je nach Messung und der unterzubringenden Information verschieden gestaltet. Die Flußinformationen beispielsweise finden sich nur in Messung 4, Messung 5 enthält stattdessen Angaben über Selbstabsorptionskorrektur, in Messung 1 ist die Liste der Spaltungskorrekturen länger und in Messung 2 und 3 muß keine Raumuntergrundkorrektur angegeben werden.

| Program   | 4      | L008M4W  | G 33.2/US | INPUTZEILEN-NR.30 | 9-FEB-90 | EOB= 0:11:13 28: 7:89 S | C.R.:   | 4257      | 4234        |            |            |              |              |        |     |
|---|--------|----------|-----------|-------------------|----------|-------------------------|---------|-----------|-------------|------------|------------|--------------|--------------|--------|-----|
| <p>The CR51 320.003 keV Ref. Peak is at channel 726.79 and has a FWHM of 3.45 channels= 1.53 keV<br/> The FE59A 1291.600 keV Ref. Peak is at channel 2909.05 and has a FWHM of 4.98 channels= 2.22 keV<br/> key/channel = 0.4452 Livetime factor= 1.02388 +/- 0.00252 LIVETIME 5000 SEC REALTIME 5823. SEC<br/> ALS STD INP.POS.USED: 4567 PROBENGWICHT 80.900 MG GEW.KORR. 1.236 ZERFALLSZEIT(MESSANF.) 22.0974 TAGE<br/> INFORM. ELEM. IN STD.POS.4: IN STD.POS.5: ZN IN STD.POS.7: ZN<br/> IN STD.POS.6: IN STD.POS.7:</p> |        |          |           |                   |          |                         |         |           |             |            |            |              |              |        |     |
| K Nuclid  | Gross  | BKG      | NET/min   | Intf%             | Foil%    | PBrC.                   | StatEr% | DECY-GEW  | EOB         | EOBerr     | Peak Shift | PPM          | PPMerr       | El     |     |
| 1   | CE141  | 186920.  | 103490.   | 1001.16           | 0.41     | 1.000                   | 0.60    | 1.980     | 2013.2+/-   | 13.        | 334 -1     | 87.4366 +/-  | 0.6426       | CEB    |     |
| 2   | SC47*  | 125149.  | 101062.   | 289.04            | 0.83     | 1.009                   | 2.05    | 13.365    | 3958.0+/-   | 83.        | 366 0      | 1.1720 +/-   | 0.0425       | CA*    |     |
| 3   | SC47   | 125149.  | 101062.   | 289.04            | 0.72     | 1.009                   | 2.05    | 109.264   | 32394.1+/-  | 677.       | 366 0      | 3.7006 +/-   | 0.1336       | TI*    |     |
| 4   | FE59D  | 176886.  | 116499.   | 724.64            | 0.97     | 1.000                   | 0.90    | 1.743     | 1281.1+/-   | 12.        | 440 0      | 7.8691 +/-   | 0.2266       | FED    |     |
| 5   | LU177  | 116055.  | 105571.   | 125.81            | 3.15     | 0.16                    | 1.003   | 4.49      | 1513.3+/-   | 72.        | 476 0      | 0.3415 +/-   | 0.0169       | LU     |     |
| 6   | SE75   | 77352.   | 70655.    | 80.36             | 71.54    | 19.32                   | 1.000   | 5.17      | 26.6+/-     | 6.         | 600 -2     | 2.5263 +/-   | 0.5874       | SE#    |     |
| 7   | TB160B | 143286.  | 121463.   | 261.88            | 38.30    | 1.57                    | 1.000   | 2.44      | 1.529       | 249.0+/-   | 10.        | 679 0        | 0.8346 +/-   | 0.0385 | TBB |
| 8   | PA233A | 133120.  | 86158.    | 563.54            | 11.41    | 1.000                   | 0.95    | 2.183     | 1116.0+/-   | 13.        | 708 -1     | 5.6188 +/-   | 0.0652       | THA    |     |
| 9   | CR51   | 288709.  | 83302.    | 2464.88           | 0.32     | 2.10                    | 1.000   | 0.29      | 2.150       | 5261.9+/-  | 21.        | 727 0        | 398.6612 +/- | 2.1562 | CR  |
| 10  | PA233D | 64955.   | 59666.    | 63.47             | 13.97    | 1.043                   | 5.94    | 2.183     | 127.4+/-    | 9.         | 773 0      | 6.0721 +/-   | 0.4152       | THD    |     |
| 11  | HF181B | 87951.   | 548924.   | 396.71            | 14.22    | 1.000                   | 1.07    | 1.774     | 617.8+/-    | 8.         | 1091 0     | 6.3840 +/-   | 0.0912       | HF#    |     |
| 12  | BA131A | 64639.   | 54941.    | 116.38            | 2.31     | 1.000                   | 3.29    | 4.691     | 538.9+/-    | 19.        | 1123 0     | 595.2402 +/- | 21.6262      | BAA    |     |
| 13  | ND147B | 58175.   | 55263.    | 34.94             | 1.03     | 0.978                   | 9.74    | 4.996     | 171.9+/-    | 18.        | 1201 0     | 40.9658 +/-  | 4.6422       | NDB    |     |
| 14  | CS134A | 108278.  | 104632.   | 43.75             | 20.32    | 0.01                    | 1.001   | 11.96     | 45.1+/-     | 8.         | 1367 1     | 0.5509 +/-   | 0.0955       | CSA    |     |
| 15  | ZR95   | 44140.   | 41562.    | 30.94             | 4.48     | 0.988                   | 9.74    | 1.571     | 45.3+/-     | 5.         | 1708 0     | 320.7541 +/- | 34.5751      | ZR#    |     |
| 16  | CS134B | 59239.   | 56885.    | 28.25             | 8.72     | 1.000                   | 12.91   | 1.262     | 33.3+/-     | 5.         | 1795 0     | 0.5707 +/-   | 0.0813       | CSB    |     |
| 17  | CO58   | 68235.   | 57992.    | 122.92            | 2.90     | 1.002                   | 3.24    | 1.535     | 187.9+/-    | 6.         | 1829 0     | 203.8778 +/- | 7.1617       | NI     |     |
| 18  | MN54   | 113619.  | 60916.    | 632.44            | 1.18     | 0.998                   | 0.73    | 1.298     | 829.0+/-    | 7.         | 1883 -1    | 7.1658 +/-   | 0.1362       | FEC    |     |
| 19  | TB160D | 69811.   | 62970.    | 82.09             | 0.54     | 1.001                   | 5.50    | 1.529     | 128.0+/-    | 7.         | 1983 0     | 0.8925 +/-   | 0.0547       | TBD    |     |
| 20  | SC46A  | 1293044. | 91592.    | 14417.42          | 0.08     | 1.000                   | 0.10    | 1.484     | 21896.4+/-  | 58.        | 2005 0     | 25.4677 +/-  | 0.0734       | SCA    |     |
| 21  | RB86   | 28311.   | 21237.    | 84.89             | 0.19     | 1.001                   | 3.03    | 2.792     | 242.4+/-    | 7.         | 2427 0     | 69.6421 +/-  | 2.2534       | RB     |     |
| 22  | EUI52B | 26365.   | 19840.    | 78.30             | 1.08     | 1.002                   | 3.23    | 1.240     | 98.5+/-     | 3.         | 2447 0     | 2.2326 +/-   | 0.0850       | EUB    |     |
| 23  | FE59B  | 375705.  | 22229.    | 4241.71           | 1.00     | 1.001                   | 0.18    | 1.743     | 7500.7+/-   | 23.        | 2477 0     | 7.7053 +/-   | 0.0333       | FEB    |     |
| 24  | ZMG5H  | 10330.   | 0.        | 123.96            | 3.10     | 21.54                   | 1.000   | 4.41      | 1.316       | 124.0+/-   | 7.         | 2514 0       | 148.2891 +/- | 9.6177 | ZNH |
| 25  | ZMG5   | 22782.   | 12331.    | 125.41            | 3.06     | 20.20                   | 1.000   | 1.79      | 1.316       | 127.7+/-   | 3.         | 2513 -1      | 151.8634 +/- | 4.2857 | ZN  |
| 26  | SC46B  | 1042449. | 22069.    | 12244.56          | 2.10     | 0.07                    | 1.000   | 0.10      | 1.484       | 18196.8+/- | 50.        | 2525 0       | 25.3732 +/-  | 0.0753 | SCB |
| 27  | CO60A  | 144071.  | 9596.     | 1613.70           | 0.48     | 1.001                   | 0.29    | 1.246     | 2047.4+/-   | 8.         | 2643 0     | 40.6332 +/-  | 0.1911       | COA    |     |
| 28  | TB160C | 12215.   | 9166.     | 36.59             | 1.44     | 1.000                   | 4.35    | 1.529     | 56.5+/-     | 3.         | 2653 0     | 0.8196 +/-   | 0.0398       | TBC    |     |
| 29  | TA182B | 17163.   | 7425.     | 116.86            | 2.76     | 1.000                   | 1.59    | 1.412     | 164.3+/-    | 3.         | 2679 1     | 3.6716 +/-   | 0.0791       | TAB    |     |
| 30  | TA182A | 22541.   | 6703.     | 190.06            | 2.51     | 1.000                   | 1.04    | 1.412     | 268.0+/-    | 3.         | 2751 0     | 3.7541 +/-   | 0.0541       | TAA    |     |
| 31  | TA182C | 12084.   | 5773.     | 75.73             | 2.60     | 1.001                   | 2.03    | 1.412     | 106.7+/-    | 2.         | 2773 0     | 3.6305 +/-   | 0.1012       | TAC    |     |
| 32  | FE59A  | 245341.  | 5609.     | 2876.78           | 0.32     | 0.97                    | 1.000   | 0.21      | 1.743       | 5069.8+/-  | 17.        | 2909 0       | 7.6708 +/-   | 0.0364 | FEA |
| 33  | CO60B  | 127141.  | 4164.     | 1475.72           | 0.43     | 1.000                   | 0.29    | 1.246     | 1872.2+/-   | 7.         | 3001 0     | 41.0871 +/-  | 0.1968       | COB    |     |
| 34  | EUI52A | 13936.   | 2904.     | 132.38            | 1.10     | 0.999                   | 1.16    | 1.240     | 166.0+/-    | 2.         | 3171 0     | 2.3226 +/-   | 0.0344       | EUA    |     |
| 35  | K40    | 8438.    | 2618.     | 69.84             | 99.99    | 1.006                   | 1.78    | 1.000     | 71.9+/-     | 1.         | 3290 1     | 101.9187 +/- | 2.0119       | UGR    |     |
| 36  | LA140B | 2444.    | 1336.     | 13.30             | 6.93     | 1.000                   | 5.10    | 11511.903 | 145857.8+/- | 8065.      | 3593 -1    | 0.0000 +/-   | 0.0000       | BA0    |     |
| 37  | SB124  | 1537.    | 1382.     | 1.86              | 14.70    | 1.000                   | 32.50   | 1.595     | 2.6+/-      | 1.         | 3807 1     | 0.1365 +/-   | 0.0533       | SBB    |     |
| 38  | PULSER | 51360.   | 2526.     | 586.01            | 1.000    | 0.48                    | 1.000   | 600.0+/-  | 3.          | 4043 0     | 0.0000 +/- | 0.0000       | PUL          |        |     |

Peakbroadening aus CE141 PA233A CR51 HF181B SC46A FE59B TA182A FE59A CO60B K40 LA140B SB124  
Width^2/kev^2 = 1.60708 + 0.00193849 \* E/kev + 0.0000004464 \* (E/kev)\*\*2, Chisq(red.) = 1.802  
Ba-131 fission correction in % 1.303  
Ce-141 fission correction in % 0.401  
Zr-95 fission correction in % 3.545  
Nd-147 fission correction in % 0.660  
Cr-51 n-alpha correction in % 0.641  
SC46B background correction in % 0.431  
CO60A background correction in % 0.134  
CO60B background correction in % 0.147  
ca-ti ppm-Werte = obere Grenzen  
DECY-GEW NACH MUTTER/TOCHT.F.FUER LA-BA140,SC47\*(CA) 5.72 +/- 0.05  
EPI/THERM./THERM. FLUSS (MN54/FE59B EOB-VERH.) IN % 0.000E+00  
N-FLUSS AUS SC46B,NUR STD. (1/(CM\*\*2\*S)) ;  
2.INTERFERENZ VON ZN65 (TA) IN %: 23.45  
Int. in Lu177 (Np aus 2) in %: 0.273  
3.151 % LU177 AUS YB176, AUS MESSUNG 2 UEBERNOMMEN.

Tabelle 21: Auszug aus .LIS-Datei

### F.3 Die .LZU-Datei

Auch diese Datei umfaßt eine Seite pro Spektrum, wird aber bei der Archivierung i. a. *nicht* mit ausgedruckt. In der .LZU-Datei sind genauere Informationen zur Integration der einzelnen Linien enthalten, deren Kenntnis aber nur dann notwendig wird, wenn Unregelmäßigkeiten auftreten. Im einzelnen sind dargestellt (s. Tab. 22):

|             |   |
|-------------|---|
| Nr          | Auswertereihenfolge der Linie   |
| Nuclid      | Zerfallendes Nuklid (s. o. )  |
| Peak        | gefundene Linienposition (Maximumkanal)   |
| Marken      | Untergrund- und Integrationsmarken (6 Werte, Kanäle)<br>1. und 2. Wert: Begrenzungen unterer Untergrundbereich<br>3. und 4. Wert: Begrenzungen Integrationsbereich<br>5. und 6. Wert: Begrenzungen oberer Untergrundbereich <sup>75</sup> |
| HOEHE U.GR. | Untergrund:   |
| UNTER PEAK  | Höhe im Maximumkanal  |
| STEIGUNG    | Steigung  |
| FWHM        | Halbwertsbreite, abgeschätzt aus linearer Interpolation <sup>76</sup>   |
| ZERFALLSZ.  | Effektive Zerfallszeit in Tagen (s. Kap. 3.7.2)   |
| FOIL:TCOR   | Zerfallszeit- und Meßdauerumrechnungsfaktor von Leertablette auf Probe bei Folienkorrektur.   |
| AV. EOB     | Mittlere ZdBz-Zählrate pro Minute der Tonstandards  |

Daneben ist im Kopf lediglich Spektrum und Probenbezeichnung angegeben, unterhalb der Liste ein Hinweis auf die Bestimmung der Halbwertsbreite.

---

<sup>75</sup>Wird der Untergrund nur von einer Seite bestimmt, so stehen die Marken der anderen Seite auf dem Wert der entsprechenden Integrationsmarke, z. B. bei der Pulserlinie.

<sup>76</sup>Dieser Wert ist unabhängig von dem in QUADRAT berechneten, er dient nebenbei als Maß für die Güte einer Linie. "Schlechte Linien" sind an stark abweichender FWHM zu erkennen, z. B. hier SB124.

RLSLS ZUSATZ OUTPUT:L008M4W G 33.2/US SPEKTR.NAME:L008M4W

\*\*\*\*\*

| Nr | Nuclid | Peak  | Marken | HOEHE | U.GR. | UNTER | PEAK | STEIGUNG | FWHM    | ZERFALLSZ. | FOIL:TCOR | AV. EOB  |          |             |
|----|--------|-------|--------|-------|-------|-------|------|----------|---------|------------|-----------|----------|----------|-------------|
| 1  | CE141  | 334.  | 318    | 323   | 331   | 337   | 341  | 346      | 14784.4 | -11.819    | 3.1984    | 22.12633 | 0.624276 | 1848.8401   |
| 32 | SC47*  | 366.  | 354    | 356   | 362   | 368   | 375  | 377      | 14407.6 | -29.762    | 3.2631    | 22.12627 | 0.092486 | 945.5519    |
| 31 | SC47   | 366.  | 354    | 356   | 362   | 368   | 375  | 377      | 14407.6 | -29.762    | 3.2631    | 22.12625 | 0.011313 | 6845.3267   |
| 33 | FE59D  | 440.  | 430    | 435   | 436   | 444   | 444  | 444      | 12944.3 | 0.000      | 3.2870    | 22.12633 | 0.709018 | 165.5631    |
| 34 | LU177  | 476.  | 461    | 466   | 472   | 479   | 479  | 479      | 13196.3 | 0.000      | 4.2235    | 22.12629 | 0.101742 | 1883.2438   |
| 21 | SE75   | 600.  | 590    | 594   | 598   | 603   | 607  | 611      | 11791.0 | -30.424    | 3.4108    | 22.12633 | 0.878555 | 5.6168      |
| 18 | TE160B | 679.  | 659    | 664   | 675   | 686   | 687  | 692      | 10146.5 | -16.363    | 5.9031    | 22.12633 | 0.808457 | 217.7868    |
| 2  | PA233A | 708.  | 687    | 692   | 704   | 712   | 738  | 743      | 9573.1  | -21.856    | 3.4620    | 22.12633 | 0.566116 | 2772.6797   |
| 3  | CR51   | 727.  | 716    | 721   | 723   | 731   | 736  | 741      | 9255.7  | -26.908    | 3.4477    | 22.12633 | 0.574845 | 1519.1908   |
| 25 | PA233D | 773.  | 754    | 757   | 771   | 777   | 810  | 817      | 8535.2  | -11.532    | 2.8321    | 22.12633 | 0.566116 | 292.8106    |
| 4  | HF181B | 1091. | 1068   | 1073  | 1087  | 1094  | 1107 | 1112     | 6861.6  | 0.205      | 3.7299    | 22.12633 | 0.696824 | 602.8499    |
| 5  | BA131A | 1123. | 1107   | 1112  | 1119  | 1126  | 1137 | 1142     | 6867.7  | 0.167      | 4.0967    | 22.12631 | 0.263518 | 644.5929    |
| 20 | ND147B | 1201. | 1181   | 1190  | 1197  | 1204  | 1209 | 1218     | 6908.2  | 0.736      | 3.1565    | 22.12631 | 0.247421 | 135.9188    |
| 7  | CS134A | 1367. | 1344   | 1352  | 1358  | 1371  | 1379 | 1387     | 7489.3  | 6.219      | 3.8719    | 22.12634 | 0.979842 | 679.8098    |
| 29 | ZR95   | 1708. | 1688   | 1695  | 1705  | 1711  | 1716 | 1723     | 5937.4  | -7.741     | 3.3777    | 22.12633 | 0.786913 | 37.2792     |
| 8  | CS134B | 1795. | 1780   | 1788  | 1791  | 1800  | 1809 | 1817     | 5686.8  | 3.356      | 2.6465    | 22.12634 | 0.979842 | 484.9484    |
| 9  | CO58   | 1829. | 1812   | 1818  | 1824  | 1833  | 1843 | 1849     | 5800.7  | 2.885      | 4.1598    | 22.12633 | 0.805203 | 257.1159    |
| 30 | MN54   | 1883. | 1863   | 1871  | 1879  | 1888  | 1897 | 1905     | 6088.1  | 6.964      | 4.3624    | 22.12634 | 0.952062 | 117.6560    |
| 35 | TB160D | 1983. | 1973   | 1976  | 1979  | 1987  | 1988 | 1991     | 6996.6  | 14.017     | 3.5795    | 22.12633 | 0.808457 | 104.6914    |
| 10 | SC46A  | 2005. | 1962   | 1968  | 1998  | 2011  | 2042 | 2048     | 6539.3  | -5.939     | 4.4167    | 22.12633 | 0.832760 | 17668.3574  |
| 12 | RB86   | 2427. | 2413   | 2418  | 2422  | 2431  | 2436 | 2441     | 2119.3  | -8.819     | 4.7561    | 22.12632 | 0.442713 | 243.6247    |
| 36 | EU152B | 2447. | 2436   | 2441  | 2442  | 2451  | 2460 | 2465     | 1982.0  | -3.938     | 4.3127    | 22.12634 | 0.996831 | 56.9581     |
| 23 | FE59B  | 2477. | 2460   | 2467  | 2471  | 2482  | 2490 | 2497     | 1849.6  | -5.529     | 4.6685    | 22.12633 | 0.709018 | 989.9951    |
| 37 | ZN65H  | 2514. | 2493   | 2493  | 2493  | 2538  | 2538 | 2538     | 1470.3  | -1.716     | 0.0000    | 22.12634 | 0.939084 | 105.3678    |
| 22 | ZN65   | 2513. | 2489   | 2496  | 2510  | 2516  | 2516 | 2516     | 1761.6  | 0.000      | 5.7559    | 22.12634 | 0.939084 | 105.9357    |
| 11 | SC46B  | 2525. | 2490   | 2497  | 2519  | 2533  | 2553 | 2560     | 1480.1  | -8.887     | 4.7339    | 22.12633 | 0.832760 | 14737.8174  |
| 14 | CO60A  | 2643. | 2622   | 2630  | 2638  | 2648  | 2690 | 2698     | 872.4   | -3.559     | 4.8486    | 22.12634 | 0.992067 | 708.4529    |
| 19 | TB160C | 2653. | 2622   | 2630  | 2649  | 2659  | 2690 | 2698     | 836.8   | -3.559     | 5.0981    | 22.12633 | 0.808457 | 50.2831     |
| 26 | TA182B | 2679. | 2622   | 2630  | 2675  | 2684  | 2690 | 2698     | 744.3   | -3.559     | 4.6516    | 22.12633 | 0.875167 | 69.3723     |
| 13 | TA182A | 2751. | 2718   | 2726  | 2746  | 2757  | 2796 | 2804     | 559.4   | -1.570     | 4.8127    | 22.12633 | 0.875167 | 110.6327    |
| 27 | TA182C | 2773. | 2718   | 2726  | 2768  | 2778  | 2796 | 2804     | 524.8   | -1.570     | 4.7385    | 22.12633 | 0.875167 | 45.5737     |
| 16 | FE59A  | 2909. | 2876   | 2884  | 2901  | 2915  | 2934 | 2942     | 372.3   | -1.634     | 4.9824    | 22.12633 | 0.709018 | 672.1638    |
| 15 | CO60B  | 3001. | 2965   | 2973  | 2994  | 3007  | 3010 | 3018     | 297.0   | -0.820     | 5.0320    | 22.12634 | 0.992067 | 640.6580    |
| 17 | EU152A | 3171. | 3133   | 3141  | 3164  | 3177  | 3185 | 3193     | 207.3   | -0.229     | 5.0417    | 22.12634 | 0.996831 | 92.2883     |
| 28 | K40    | 3290. | 3260   | 3268  | 3280  | 3294  | 3301 | 3309     | 172.7   | -0.596     | 5.4309    | 1.00000  | 1.236094 | 70.5722     |
| 24 | LA140B | 3593. | 3561   | 3569  | 3589  | 3598  | 3617 | 3625     | 133.8   | -0.274     | 6.7832    | 22.12616 | 0.000107 | 183321.8438 |
| 6  | SB124  | 3807. | 3781   | 3789  | 3797  | 3809  | 3819 | 3827     | 106.3   | -0.012     | 1.8770    | 22.12633 | 0.775109 | 32.4591     |
| 38 | PULSER | 4043. | 4007   | 4016  | 4035  | 4054  | 4054 | 4054     | 126.3   | 0.000      | 3.3728    | 1.00000  | 0.000000 | 0.0000      |

FWHM AUS EINFACHER LINEARER INTERPOLATION

Tabelle 22: Auszug aus .LZU-Datei

## F.4 Die .TAB-Datei

Hier ist für jedes Spektrum lediglich eine Zeile vorgesehen. Angegeben werden die wichtigsten Größen für Eichung und Totzeitkorrektur, die so einen schnellen Vergleich einzelner Spektren untereinander erlauben. Außerdem ist die Darstellung für das Einsehen nur dieser Werte übersichtlicher als die notwendigerweise stark gedrängte Darstellung im Kopf der .LIS-Datei. Als Beispiel ist in Tab. 23 ein Auszug für Messung 2 dargestellt, oben rechts in der Ecke das Auswertedatum. Die einzelnen Spalten enthalten folgendes (von links nach rechts):

|             |  |
|-------------|--|
| NR.         | Eingabeposition in der Input-Datei. Bedingt durch das Fehlen einiger Standards müssen die Nummern 1 - 7 nicht alle besetzt sein.   |
| SPEK.       | Spektrum   |
| KEV/KAN     | Energie/Kanal. Da die Eingabereihenfolge der Spektren in der Regel mit der Meßreihenfolge übereinstimmt, deuten Sprünge in dieser Spalte auf Unregelmäßigkeiten hin <sup>77</sup> .  |
| REFPEAK     | untere Eichlinie   |
| KANAL       | Schwerpunkt davon  |
| FWHM        | Halbwertsbreite, abgeschätzt über lineare Interpolation, in Kanälen.   |
| REFPEAK     | obere Eichlinie  |
| KANAL       | Schwerpunkt davon  |
| FWHM        | Halbwertsbreite  |
| DECAYT      | Zerfallszeit/Tage <sup>78</sup>  |
| ZEITEN(S)   | Lifezeit (unkorrigiert) und tatsächliche Meßdauer, bestimmt aus Zeitdifferenz zwischen Anfang und Ende der Messung.  |
| COUNT-RATES | Zählraten des Hauptverstärkers zu Anfang und Ende der Messung in Hz  |
| PULSER      | Kanal der Pulserposition. Aus dieser Spalte erkennt man sofort ein langsames Driften des Pulsers. Die nächste Zahl gibt die Halbwertsbreite in Kanälen an <sup>79</sup>  |
| AR          | Pulserfläche, umgerechnet auf Zählrate/Minute  |
| LT-CORR     | Totzeitkorrekturfaktor (s. Kap. 3.3)   |
| ART         | Art der Totzeitkorrektur. Es bedeuten (s. Kap. 3.3)<br>0 keine Tozeitkorrektur (Messung 5)<br>1 einfache Korrektur über Pulser<br>2 energieabh. Korr. bei $CR < 3.4\text{kHz}$ , entspricht 1 (lediglich Anzeige, daß in Messung 2 oder 3 $CR$ geprüft)<br>3 energieabh. Korrektur in Messung 2 oder 3, $CR > 3.4\text{kHz}$ , aus Pulserfläche wird Äquivalentzählrate bestimmt.<br>4 Pulserfläche $< 50\%$ Sollpulserfläche<br>Messung 1,4: Äquivalentpulserfläche über Zählrate<br>Messung 2,3: Zählrate dient als Äquivalentzählrate<br>5 Pulserfläche schließt im Fehler den Korrekturfaktor 1 ein, Messung 1 und 4 keine Korrektur<br>Messung 2 und 3 wie bei $ART = 4$<br>6 Von Anfang an statt Äquivalentzählrate aus Pulserfläche |

Zählrate des Hauptverstärkers benutzen, dann wie  
 ART = 3 oder ( $CR < 3.4\text{kHz}$ ) 2, nur Messung 2 und 3,  
 kann bei der Eingabe angewählt werden (s. Anhang D).  
 7 Zustand von ART = 4, aber  $CR < 1\text{kHz}$ , keine Korrektur  
 8 Zustand von ART = 5, aber  $CR < 1\text{kHz}$ , keine Korrektur  
 9 Zustand von ART = 9, aber  $CR < 1\text{kHz}$ , keine Korrektur  
 GEWICHT Probengewicht in Milligramm

Bei der vorliegenden Auswertung zeigte nur eine Probe sehr hohe Zählrate. Es handelt sich um einen versuchsweise an Stelle des einen Ca-Standards mitgelaufenen Multielementstandard zur gleichzeitigen Spaltungs- und Eisen-Chrom-Korrektur, ein Versuch, der sich nicht bewährt hat. Dieses Spektrum springt auch durch geringere Auflösung (keV/Kanal) ins Auge, darüber hinaus durch eine (zählraten- oder driftbedingte) größere Breite der Pulserlinie. Im Regelfall erfolgt bei der Messung 2 die Totzeitkorrektur nach ART = 3, lediglich Proben mit sehr geringer Zählrate (hier: Spektrum L008M2J) werden energieunabhängig korrigiert. Die Eichlinien von Proben und Standards unterscheiden sich etwas, die Eichlinienselektion bei den Proben (Basalte) selbst hat offenbar bis auf zwei Fälle (L008M2F und L008M2H) immer die gleichen Linien ausgewählt.

---

<sup>77</sup>D. h. , entweder hat die Eichung nicht geklappt oder durch hohe Zählraten ist die Verstärkung abgesunken, s. Spektrum L008M22.

<sup>78</sup>Zeit zwischen ZdBc und Meßanfang

<sup>79</sup>Hier muß die Halbwertsbreite über eine lineare Interpolation bestimmt werden, weil die Pulserlinie nicht gaußförmig ist und somit formabhängige Verfahren ausscheiden.

TABELLARISCHE ZUSAMMENFASSUNG VERSCHIEDENER WERTE DER EINZELNEN SPEKTREN FUER MESSUNG 2 9-FEB-90

| NR. | SPEK.   | KEV/KAN | REFPEAK | KANAL  | FWHM | REFPEAK       | KANAL   | FWHM   | DECAYT | ZEITEN(S) | COUNT-RATES | PULSER | AR    | LT-KORR | ART   | GEWICHT |         |       |       |
|-----|---------|---------|---------|--------|------|---------------|---------|--------|--------|-----------|-------------|--------|-------|---------|-------|---------|---------|-------|-------|
| 1   | L008M21 | 0.10443 | EUKA1   | 403.23 | 0.53 | CR51          | 3069.63 | 1.05   | 8.0381 | 3000      | 3032        | 242    | 224   | 4040.   | 3.6   | 601.5   | 0.99751 | 2     | 40.00 |
| 2   | L008M22 | 0.10407 | EUKA1   | 398.55 | 0.46 | SC47          | 1531.01 | 0.79   | 8.0757 | 3000      | 5270        | 13510  | 13396 | 4036.   | 5.6   | 272.8   | 2.76778 | 4     | 81.10 |
| 4   | L008M24 | 0.10447 | EUKA1   | 403.02 | 1.02 | PA233A2991.04 | 1.11    | 8.1770 | 3000   | 3628      | 4688        | 4622   | 4035. | 4.8     | 513.2 | 1.16737 | 3       | 80.70 |       |
| 5   | L008M25 | 0.10447 | EUKA1   | 403.02 | 1.02 | PA233A2991.04 | 1.07    | 8.2217 | 3000   | 3602      | 4539        | 4529   | 4034. | 4.2     | 517.3 | 1.15794 | 3       | 80.00 |       |
| 6   | L008M26 | 0.10444 | EUKA1   | 403.00 | 1.01 | PA233A2991.58 | 1.08    | 8.2661 | 3000   | 3628      | 4623        | 4604   | 4034. | 4.2     | 515.9 | 1.16128 | 3       | 80.15 |       |
| 7   | L008M27 | 0.10444 | EUKA1   | 402.99 | 1.01 | PA233A2991.66 | 1.07    | 8.3105 | 3000   | 3611      | 4537        | 4492   | 4034. | 4.3     | 513.7 | 1.16628 | 3       | 80.30 |       |
| 8   | L008M2A | 0.10448 | SM153A  | 993.55 | 0.67 | LA140C3152.71 | 1.11    | 8.3547 | 3000   | 3888      | 6741        | 6622   | 4033. | 4.4     | 461.8 | 1.29787 | 3       | 82.00 |       |
| 9   | L008M2B | 0.10451 | SM153A  | 993.62 | 0.67 | LA140C3152.23 | 1.13    | 8.4021 | 3000   | 3775      | 5911        | 5810   | 4032. | 4.4     | 483.0 | 1.24054 | 3       | 79.60 |       |
| 10  | L008M2C | 0.10448 | SM153A  | 993.75 | 0.67 | LA140C3152.82 | 1.11    | 8.4482 | 3000   | 3628      | 4727        | 4672   | 4033. | 4.3     | 516.0 | 1.16087 | 3       | 81.30 |       |
| 11  | L008M2D | 0.10447 | SM153A  | 993.34 | 0.67 | LA140C3152.79 | 1.13    | 8.4927 | 3000   | 3818      | 6268        | 6199   | 4033. | 4.4     | 472.7 | 1.26785 | 3       | 80.05 |       |
| 12  | L008M2E | 0.10449 | SM153A  | 993.32 | 0.66 | LA140C3152.22 | 1.13    | 8.5393 | 3000   | 3732      | 5674        | 5671   | 4032. | 4.4     | 492.9 | 1.21556 | 3       | 80.30 |       |
| 13  | L008M2F | 0.10442 | SM153A  | 993.26 | 0.66 | CR51          | 3069.77 | 1.14   | 8.5850 | 3000      | 3836        | 5924   | 5882  | 4032.   | 4.4   | 486.0   | 1.23305 | 3     | 80.45 |
| 14  | L008M2G | 0.10446 | SM153A  | 993.25 | 0.66 | LA140C3152.84 | 1.13    | 8.6318 | 3000   | 3844      | 6227        | 6137   | 4032. | 4.4     | 483.6 | 1.23915 | 3       | 81.05 |       |
| 15  | L008M2H | 0.10442 | SM153A  | 993.27 | 0.66 | CR51          | 3069.77 | 1.14   | 8.6787 | 3000      | 3818        | 5877   | 5857  | 4032.   | 4.5   | 489.4   | 1.22445 | 3     | 81.65 |
| 16  | L008M2I | 0.10446 | SM153A  | 993.28 | 0.66 | LA140C3152.82 | 1.15    | 8.7253 | 3000   | 3801      | 6154        | 6075   | 4032. | 4.4     | 483.6 | 1.23899 | 3       | 81.50 |       |
| 17  | L008M2J | 0.10450 | SM153A  | 994.08 | 0.70 | LA140C3152.80 | 1.12    | 8.7717 | 3000   | 3421      | 3087        | 3005   | 4033. | 4.1     | 551.0 | 1.08885 | 2       | 80.30 |       |
| 18  | L008M2K | 0.10452 | SM153A  | 994.37 | 0.79 | LA140C3152.75 | 1.11    | 8.8137 | 3000   | 3542      | 3868        | 3814   | 4033. | 4.1     | 535.0 | 1.11957 | 3       | 81.25 |       |
| 19  | L008M2L | 0.10448 | SM153A  | 993.67 | 0.65 | LA140C3152.75 | 1.11    | 8.8572 | 3000   | 3646      | 4912        | 4884   | 4033. | 4.1     | 509.3 | 1.17640 | 3       | 80.95 |       |
| 20  | L008M2M | 0.10453 | SM153A  | 994.08 | 0.70 | LA140C3152.14 | 1.13    | 8.9019 | 3000   | 3542      | 4097        | 4059   | 4033. | 4.1     | 524.3 | 1.14251 | 3       | 79.95 |       |
| 21  | L008M2N | 0.10454 | SM153A  | 994.09 | 0.69 | LA140C3152.12 | 1.11    | 8.9453 | 3000   | 3568      | 4202        | 4159   | 4033. | 4.2     | 523.6 | 1.14400 | 3       | 80.45 |       |
| 22  | L008M2O | 0.10452 | SM153A  | 993.86 | 0.66 | LA140C3152.10 | 1.12    | 8.9890 | 3000   | 3654      | 4907        | 4835   | 4033. | 4.3     | 506.7 | 1.18246 | 3       | 81.80 |       |

Tabelle 23: Auszug aus .TAB-Datei

## F.5 Die .PPM-Datei

Sie dient der Kontrolle der Werte der Tonstandards (s. Kap. 3.7.3). Ausgegeben wird für jede Linie die ermittelte Konzentration aller 4 Tonstandards<sup>80</sup> und ggf. die dazugehörige Warnmeldung. Ein Auszug aus der .PPM-Datei ist in Tab. 24 dargestellt.

Die Linien sind in der Reihenfolge der Auswertung angeordnet, dazu enthält die Zeile der ersten zehn Linien noch Gewicht und Zählrate einer Tablette. Zu Beginn einer Zeile ist jeweils Spektrum und Probenbezeichnung angegeben.

Die bei diesem Zyklus vermessenen Standards weisen wenige Inhomogenitäten auf, lediglich Spektrum L008M16 zeigt leicht zu hohe Werte für Natrium (beide Linien) und für die La140B-Linie. Neben Sc46A und -B sind dies die am genauesten zu bestimmenden Linien, möglicherweise handelt es sich also lediglich um einen geringen Wägefehler oder Fehler bei der Totzeitkorrektur, weitere Maßnahmen wurden nicht ergriffen und die Probe nicht aus dem Referenzsatz für Natrium oder Lanthan herausgenommen.

Es ist möglich, die .PPM-Datei für alle Proben zu erstellen (s. Anhang D), doch für den Vergleich der Konzentrationswerte einer Probe ist diese Darstellung unübersichtlich, sie ist nur sinnvoll, wenn mehrere Proben des gleichen Materials mitgelaufen sind (z. B. einige Proben eines Standards).

---

<sup>80</sup>Der Tonstandard in der obersten Zeile dient dabei als Referenz, die anderen Standards werden über (47) dagegen kalibriert, s. Kap. 3.7.3.



## F.6 Die .PAG-Datei

Hier erfolgt die Ausgabe aller von einer Probe in allen fünf Messungen bestimmten Konzentrationswerte auf einer Seite (s. Kap. 3.7.5). Der in Tab. 25 dargestellte Auszug zeigt alle Liniennamen (mit dem Namen des bestimmten Elementes), die bestimmten Konzentrationen, ihre Fehler und in der Zeile darunter den relativen Fehler in %. In dem zur Verfügung stehenden  $28 \times 5$  Feld lassen sich 140 Linien unterbringen, U C3 und SMA3 werden nicht mit dargestellt, der 140. Platz ist zunächst frei. Im Tabellenkopf sind wieder Spektren- und Probenbezeichnung dargestellt, daneben eine kurze Erklärung. `ELEM. OUTLIERS (VGL>2.5DEL%> 4.0) MARKED -----` weist auf die in Kap. 3.7.5 beschriebene Kennzeichnung der abweichenden Konzentrationswerte hin, `LINES WITH * USED IN SEARCH` auf die Referenzwerte bei dieser Kontrolle. “used in SEARCH” heißt dabei, daß diese Linien als die verlässlichsten mit dem Programm zur statistischen Analyse weiter verarbeitet werden.

Bei der vorliegenden Probe (Basalt) sind lediglich einige ohnehin nicht besonders “gute” Linien unterstrichen, das Erscheinungsbild ist in dieser Form normal. Die BAB5-Linie hat eine starke Eu-Interferenz, in FEC4 wird ein eventuell vorhandener Mn-Anteil nicht berücksichtigt, GAB1 ist so schwach, daß die Linie oft gar nicht gefunden wird, in HFC5 wird der hier sehr hohe Wolframanteil vernachlässigt, der auch diese Röntgenlinie ( $\text{TaK}\alpha_2$ ) erzeugt, NI 1 wird stark durch eine benachbarte La-Linie gestört, TaB4 und -C4 sind nicht sehr intensiv, desgleichen alle Tb-Linien und in YBA2 interferiert Thorium. Auffällig dagegen ist die Abweichung der Linien SCA1, -B1 und THA1 nach oben sowie LAC2 nach unten. Bei allen drei Elementen sind sowohl die Referenz- als auch die unterstrichenen Linien i. a. verlässlich, und die Anhebung der in Messung 1 bestimmten Konzentrationen gegen die der anderen Messungen deutet auf eine zu große Totzeitkorrektur der Messung 1 hin, zumal auch die beiden aus Messung 1 bestimmten Eisenkonzentrationen etwas zu hoch liegen.

In dieser Weise kann Probe für Probe schnell und übersichtlich kontrolliert werden. Für eine Gesamtqualität aller Linien erscheint bei der Auswertung eines Meßzyklus als letzte Seite der .PAG-Datei die “Abweichungstabelle” (s. Tab. 26). Insbesondere, wenn der Probensatz von Keramik stark abweichende Spektrentypen enthält wie im vorliegenden Fall, kann das massierte Auftreten von Abweichungen auf nicht korrigierte Interferenzen hindeuten. Während ein oder zwei Ausreißer pro 24 Proben die Regel sind, zeigen Werte über 15 deutlich, daß etwas nicht in Ordnung ist (HFC5, alle Lu-Werte). Auf diesem Wege wurden einige noch zu berücksichtigende Interferenzen entdeckt. Die Angabe `most: L008MB` weist darauf hin, daß bei dieser Probe die Abweichung am größten war. Das Auftreten von L008MB bei einigen “guten” Messung-1-Linien (FEA1 und -B1, SCA1 und -B1, THA1) beispielsweise läßt eine bei dieser Probe fehlgeschlagene Totzeitkorrektur in Messung 1 vermuten. Bei der Probe mit der größten Abweichung findet man dann auch am ehesten Korrelationen zwischen einer großen Abweichung einer Linie einer- und einer stark von der des Standards abweichenden Konzentration eines anderen Elementes andererseits, um so einen Fingerzeig für

die Ursache der Abweichung zu bekommen.



| DEVIATION TABLE FOR L008M |                               | ELEMENT OUTLIERS (VGL> 2.5DEL%> 4.0): STATISTICS |                               | LINES WITH * USED IN SEARCH |                               | 9-FEB-90                  |                               |
|---------------------------|-------------------------------|--|-------------------------------|-----------------------------|-------------------------------|---------------------------|-------------------------------|
| LINE                      | DIAGNOSTICS   LINE            | DIAGNOSTICS   LINE                               | DIAGNOSTICS   LINE            | DIAGNOSTICS   LINE          | DIAGNOSTICS   LINE            | DIAGNOSTICS   LINE        | DIAGNOSTICS   LINE            |
| *AS 1                     | < reference value >           | CSB1   | 2 OUTLIER(S) <= most: L008MG  | *LAB1 < reference value >   | *SE#4 < reference value >     | *THA4 < reference value > |                               |
| ASB1                      | 13 OUTLIER(S) <= most: L008MA | CSA4   | 3 OUTLIER(S) <= most: L008MF  | LAC1                        |                               | THD4                      | 6 OUTLIER(S) <= most: L008MD  |
| *AU#1                     | < reference value >           | *CSB4  | < reference value >           | LAC2                        | 4 OUTLIER(S) <= most: L008MB  | THB5                      |                               |
| BAA1                      | 4 OUTLIER(S) <= most: L008MB  | *CU 1  | < reference value >           | LU 2                        | 21 OUTLIER(S) <= most: L008MF | THC5                      | 3 OUTLIER(S) <= most: L008MV  |
| BAB2                      | 3 OUTLIER(S) <= most: L008MR  | EUA1   |                               | LU 3                        | 20 OUTLIER(S) <= most: L008MF | TI*1                      | 2 OUTLIER(S) <= most: L008MB  |
| BAB3                      | 9 OUTLIER(S) <= most: L008MR  | EUC2   | 13 OUTLIER(S) <= most: L008ML | *LU 4                       | < reference value >           | TI*2                      |                               |
| BAA4                      | 2 OUTLIER(S) <= most: L008MN  | EUC3   | 1 OUTLIER(S) <= most: L008MK  | LUA5                        | 17 OUTLIER(S) <= most: L008MU | *TI*3                     | < reference value >           |
| BAB5                      | 5 OUTLIER(S) <= most: L008MF  | *EUA4  | < reference value >           | LUB5                        | 16 OUTLIER(S) <= most: L008MU | TI*4                      |                               |
| BAC5                      | 4 OUTLIER(S) <= most: L008MK  | EUB4   | 3 OUTLIER(S) <= most: L008MB  | *MO 1                       | < reference value >           | U A1                      | 4 OUTLIER(S) <= most: L008MB  |
| *BAD5                     | < reference value >           | EUC5   | 1 OUTLIER(S) <= most: L008MS  | MO 2                        | 2 OUTLIER(S) <= most: L008MR  | U B1                      | 3 OUTLIER(S) <= most: L008MB  |
| *BR 1                     | < reference value >           | FEA1   | 3 OUTLIER(S) <= most: L008MB  | NAA1                        |                               | *U C2                     | < reference value >           |
| CA 1                      | 3 OUTLIER(S) <= most: L008MK  | FEB1   | 2 OUTLIER(S) <= most: L008MB  | *NAE1                       | < reference value >           | U C5                      | 1 OUTLIER(S) <= most: L008MT  |
| CA*1                      | 9 OUTLIER(S) <= most: L008MH  | FED2   | 7 OUTLIER(S) <= most: L008MT  | *NDA2                       | < reference value >           |                           |                               |
| CA*2                      |                               | FED3   | 1 OUTLIER(S) <= most: L008MT  | NDA3                        | 2 OUTLIER(S) <= most: L008MC  | W H1                      | 13 OUTLIER(S) <= most: L008MV |
| *CA*3                     | < reference value >           | FEA4   |                               | NDB4                        | 3 OUTLIER(S) <= most: L008MF  | YBA1                      | 8 OUTLIER(S) <= most: L008MD  |
| CA*4                      |                               | *FEB4  | < reference value >           | NDA5                        | 3 OUTLIER(S) <= most: L008MD  | YBC1                      | 3 OUTLIER(S) <= most: L008ME  |
| CEA1                      | 1 OUTLIER(S) <= most: L008MB  | FEC4   | 7 OUTLIER(S) <= most: L008MV  | NDC5                        | 14 OUTLIER(S) <= most: L008MN | YBA2                      | 5 OUTLIER(S) <= most: L008MM  |
| CEB2                      | 9 OUTLIER(S) <= most: L008MM  | FED4   | 1 OUTLIER(S) <= most: L008MF  | NI 1                        | 11 OUTLIER(S) <= most: L008MO | YBB2                      | 5 OUTLIER(S) <= most: L008ME  |
| *CEB3                     | < reference value >           | *GA 1  | < reference value >           | *NI 4                       | < reference value >           | YBB3                      | 8 OUTLIER(S) <= most: L008ME  |
| CEB4                      |                               | GAB1   | 15 OUTLIER(S) <= most: L008MP | *PR#1                       | < reference value >           | YBB5                      | 6 OUTLIER(S) <= most: L008MU  |
| COA1                      |                               | *GD 5  | < reference value >           | RB 1                        | 1 OUTLIER(S) <= most: L008ME  | YBD5                      | 4 OUTLIER(S) <= most: L008MU  |
| COB1                      |                               | HFA2   | 6 OUTLIER(S) <= most: L008MP  | *RB 4                       | < reference value >           | *YBE5                     | < reference value >           |
| COA4                      |                               | HFA3   | 1 OUTLIER(S) <= most: L008MP  | SBA1                        |                               | ZNH4                      | 14 OUTLIER(S) <= most: L008MU |
| *COB4                     | < reference value >           | *HFB4  | < reference value >           | *SBB4                       | < reference value >           | *ZN 4                     | < reference value >           |
| CR 1                      | 8 OUTLIER(S) <= most: L008MA  | HFA5   | 6 OUTLIER(S) <= most: L008MX  | SCA1                        | 3 OUTLIER(S) <= most: L008MB  | *ZR#4                     | < reference value >           |
| CR 2                      | 2 OUTLIER(S) <= most: L008MQ  | HFC5   | 21 OUTLIER(S) <= most: L008MW | SCB1                        | 4 OUTLIER(S) <= most: L008MB  | UGR1                      |                               |
| CR 3                      | 1 OUTLIER(S) <= most: L008MP  | *K *1  | < reference value >           | *SCA4                       | < reference value >           | UGR4                      |                               |
| *CR 4                     | < reference value >           | LAA1   |                               | SCB4                        |                               |                           |                               |

Tabelle 26: PAG-Datei: Abweichungstabelle

## Literatur

- [Abr65] M. Abramowitz et al. *Handbook of Mathematical Functions*, Dover Publication, Inc, New York (1965)
- [Arm70] G. A. Armantrout et al. *Spectrum Degradation Effects in Ge(Li) Detectors*, IEEE Trans. Nucl. Sci. NS-17 (1970) 165.
- [Bev69] P. R. Bevington *Data Reduction and Error Analysis for the Physical Sciences*, McGraw-Hill, New York (1969)
- [Blo75] H. P. Blok et al. *A New Peak Search Method for an Automatic Spectrum Analysis Program*, Nucl. Inst. and Meth. 128 (1975) 545
- [Bra81] S. Brandt. *Datenanalyse*, 2. , erweiterte Auflage, B. I. -Wissenschaftsverlag (1981)
- [Bro84] I. N. Bronstein und K. A. Semendjajew. *Taschenbuch der Mathematik*, Thun , Frankfurt/Main (1984)
- [Bue84] H. Büsch. *Computerauswertung von  $\gamma$ -Spektren bei der Neutronenaktivierungsanalyse von Tonproben*, Diplomarbeit ISKP (1984)
- [DeS72] D. De Soete et al. *Neutron Activation Analysis*, Wiley-Interscience (1972)
- [Den87] Liu Dengchou. *Histogram Effects of ADCs and an Improved Fitting Formula*, Nucl. Inst. and Meth. A254 (1987) 640
- [Die89] U. Diehl. *Steuerung der Datenaufnahme bei der Neutronenaktivierungsanalyse durch einen Industriestandard-Computer*, Diplomarbeit ISKP (1989)
- [Erd79] G. Erdtmann und W. Soyka. *The Gamma Rays of the Radio-nuclides*, Verlag Chemie, Weinheim (1979)
- [Erd76] G. Erdtmann. *Neutron Activation Tables*, Verlag Chemie, Weinheim (1976)
- [Gil] G. R. Gilmore. *Sources of Uncertainty in the Neutron Activation Analysis of Pottery*, British Archaeological Reports, to be published
- [Hen70] R. Henck et al. *Trapping Effects in Ge(Li) Detectors and Search for a Correlation With Characteristics Measured on the P-Type Crystals*, IEEE Trans. Nucl. Sci. NS-17 (1970) 149.
- [Jen81] R. Jenkins et al. *Quantitative X-Ray Spectrometry*, Marcel Dekker, Inc. ,New York (1981)
- [Kre84] A. Kreuser. *Computergesteuerte Datenaufnahme bei der Neutronen-Aktivierungs-Analyse*, Diplomarbeit ISKP (1984)

- [Kre86] A. Kreuser. *Neutronen-Aktivierungs-Analyse von Keramikproben im Energiebereich der Röntgenstrahlen*, Dissertation, Bonn (1986)
- [Lam89] D. Lambrecht. *Multivariate Datenanalyse von Neutronen-Aktivierungsanalyse-Meßdaten zur Herkunftsbestimmung von Keramik*, Diplomarbeit ISKP (1989)
- [Led78] C. M. Lederer et al. *Table of Isotopes* (Seventh edition), John Wiley & Sons, Inc., New York (1978)
- [Lew88] E. Lewandowski. *Reaktor- und detektorabhängige Größen bei der Neutronen-Aktivierungs-Analyse*, Diplomarbeit ISKP (1988)
- [Mak68] L. L. Makovsky et al. *Influence of Carrier Caption of Semiconductor Radiation Counters*, IEEE Trans. Nucl. Sci. NS-15 (1968) 304.
- [Mar67] M. A. Mariscotti. *A Method for Automatic Identification of Peaks in the Presence of Background and its Application to Spectrum Analysis*, Nucl. Inst. and Meth. 50 (1967) 309
- [Mar89] N. Markevich and I. Gertner. *Comparison Among Methods for Calculating FWHM*, Nucl. Inst. and Meth. A283 (1989) 72
- [Mom87] H. Mommsen. *Teilcheninduzierte Röntgenfluoreszenzanalyse und Neutronenaktivierungsanalyse in der Archäometrie*, ISKP Bonn (1987)
- [Mom88] H. Mommsen et al. *A Method for Grouping Pottery by Chemical Composition*, Archaeometry 30 (1988) 47
- [Owe85] A. Owens. *Spectral Degradation Effects in an 86 cm<sup>3</sup> Ge(HP) Detector*, Nucl. Inst. and Meth. A238 (1985) 473
- [Per69] I. Perlman and F. Asaro. *Pottery Analysis by Neutron Activation Analysis*, Archaeometry 11 (1969) 21
- [Phi76] G. W. Phillips and K. W. Marlow. *Automatic Analysis of Gamma-Ray Spectra from Germanium Detectors*, Nucl. Inst. and Meth. 137 (1976) 525
- [Reu79] U. Reus et al. *Gamma-Ray Catalog* (GSI-Report 79-2), Gesellschaft für Schwerionenforschung, Darmstadt (1979)
- [Rob72] A. Robertson. *An Automatic Peak-Extraction Technique*, Nucl. Inst. and Meth. 100 (1972) 317
- [See81] W. Seelmann-Eggebert et al. *Karlsruher Nuklidkarte* (5. Aufl.), Kernforschungszentrum Karlsruhe (1981)
- [Sil82] *An Introduction to Spectroscopy Amplifiers*, Silena Application Note, Milano (1982)

- [Ste] B. Steffens. Diplomarbeit, ISKP, in Vorbereitung
- [Str71] N. B. Strokan et al. *Measurements of the Fano Factor in Germanium*, Nucl. Inst. and Meth. 81 (1971) 147
- [Web85] J. Weber. *Archäometrische Neutronenaktivierungsanalyse*, Diplomarbeit ISKP (1985)
- [Win88] G. Winter. *Kalibrierung des Bonner Keramik-Standards für archäometrische Neutronenaktivierungsanalysen*, Diplomarbeit ISKP (1988)
- [Yel77] J. Yellin et al. *Neutron Activation Analysis of Complex Mixtures – an Interlaboratory Study*, Hebrew University, Jerusalem (1977)
- [Yel80c] J. Yellin et al. *Measurement of Calcium and Titanium from  $^{47}\text{Sc}$  by Instrumental Neutron Activation Analysis*, Analytica Chimica Acta, 121 (1980) 327
- [Yel80n] J. Yellin. *An Approach to Processing and Evaluation of Gamma Ray Spectra Associated with Neutron Activation Analysis*, J. Radioanal. Chem. 57 (1980) 87
- [Yel80p] J. Yellin. *A Systematic Error From Count Rates in Neutron Activation Analysis of Archaeological Materials*, Analytica Chimica Acta, 113 (1980) 159
- [Yel83] J. Yellin. *Gamma-Ray Spectral Map of Standard Pottery*, Radiochimica Acta, 35 (1983) 107
- [Zul70] H. R. Zullinger et al. *Linearity and Resolution of Semiconductor Radiation Counters*, IEEE Trans. Nucl. Sci. NS-16 (1969) 47.

## Dank

Dem Institutsdirektor, Herrn Prof. Dr. T. Mayer-Kuckuk, danke ich für die Nische der Archäometrie, die er an seinem Institut einräumt, und damit auch für die Möglichkeit, diese Arbeit am Institut für Strahlen- und Kernphysik überhaupt durchführen zu können.

Den zahlreichen Mitarbeitern des Instituts danke ich für die freundlich gewährte Hilfe in allen technischen Fragen, insbesondere danke ich der Targetlaborantin, Frau H. Hodde, für das Anfertigen der zahlreichen Tabletten.

Den Mitgliedern meiner Arbeitsgruppe, Frau U. Diehl und den Herren Dr. J. Weber, F. J. Pantenburg, H. Ihmsen, D. Lambrecht, B. Steffes, C. Warlich und D. Heimermann danke ich für stets freundschaftliche Zusammenarbeit und manche fruchtbare Diskussion.

Besonders zu Dank verpflichtet bin ich Herrn PD Dr. H. Mommsen, der nicht nur die vorliegende Arbeit unermüdlich betreute, sondern mir darüber hinaus noch manche weitergehende Anregung gab und auch die anderen Zweige der Archäometrie nahebrachte.

Hiermit erkläre ich, die vorliegende Arbeit selbständig verfaßt und keine weiteren Hilfsmittel und Quellen als die angegebenen benutzt zu haben.