

Bestimmung der Isotopenzusammensetzung von Elementen sowie des Atomgewichtes mit massenspektrometrischer Isotopenanalyse

Schlagwörter

Isotopenverhältnisse, Massenspektrometrie, Atomgewicht, Isotopenvariationen

Prüfgrößen und -objekte

- Isotopenverhältnisse
- Isotopenhäufigkeit
- Molare Masse des Elementes (g/mol)

von: B, Mg, S, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Ga, Ag, Cd, Sn, Sb, Ba, Hg, Tl und Pb in Reinstelement- und Matrixmaterialien

Matrices: Metalle, Metalllegierungen, Nahrungsmittel, Sedimente, Serum, Polyethylen, Umweltproben und wässrige Proben

Prüfbereich

a) 10^3 bis 10^{-3}

b) 1 bis 10^{-4}

c) 10 bis 250 (g/mol)

Ergebnisunsicherheit

von 0,01 % rel. bis 1 % rel.

von 0,01 % rel. bis 1 % rel.

von 0,0001 % rel. bis 0,1 % rel.

Einsatzgebiete

Referenzverfahren zur Bestimmung des $^{10}\text{B}/^{11}\text{B}$ -Verhältnisses in Materialien für die Kerntechnik (u. a. Stähle, Al-Legierungen) und zur Isotopenverhältnisbestimmung von weiteren Elementen in festen und flüssigen Proben.

Zertifizierung von Isotopen-Referenzmaterialien, wie z.B. ^{10}B -angereicherte Borsäure- und weitere Mono-elementlösungen, Feststoffe angereicherter und natürlicher Isotopenzusammensetzung sowie die Isotopenzusammensetzung von Elementspuren in Matrixmaterialien.

Validierung anderer Messverfahren zur Bestimmung von Isotopenzusammensetzungen.

Prüfmethodik und Gerätetechnik

Probenaufarbeitung und Analytseparation, wenn nötig, mit hochentwickelten Trennverfahren (z. B. Ionenaustauschchromatographie). Massenspektrometrische Messungen mit einem Thermionen-Massenspektrometer und einem induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometer, die beide zur hochpräzisen Bestimmung von Isotopenverhältnissen mit Multi-Kollektor-Anordnungen ausgestattet sind.

Qualifikation und Qualitätssicherung

Umfassende Kenntnisse und Erfahrungen langjähriger Teilnahme an Zertifizierungen von Referenzmaterialien und an internationalen Ringversuchen (mehr Informationen siehe Ergänzende Angaben).

Langjährige Erfahrung bei der Berechnung von Messunsicherheiten.

Qualitätssicherung durch regelmäßige Teilnahme an Ringversuchen und Akkreditierung.

Ansprechpartner

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung

Dr. Jochen Vogl, Telefon +49 30 8104 1144, Fax +49 30 8104 71144, jochen.vogl@bam.de

[Fachbereich 1.1: Anorganische Spurenanalytik](#)

[Referenzverfahren auf www.rrr.bam.de](http://www.rrr.bam.de)

Ergänzende Angaben

Allgemein

Zur Verfolgung und Aufklärung verschiedener Transportprozesse, z. B. in der Geologie, ist die Bestimmung von Isotopenverhältnissen ein unersetzliches Werkzeug. Ebenso steigt in der Biologie und Medizin die Bedeutung und Anwendung von Tracer-Experimenten mit stabilen Isotopen zur Aufklärung unterschiedlichster Metabolismen. Hierzu ist ebenfalls die Bestimmung von Isotopenverhältnissen notwendig. Eines der wichtigsten Anwendungsgebiete ist auch die massenspektrometrische Isotopenverdünnungsanalyse. Alle Anwendungen erfordern jedoch richtige Isotopenverhältnisbestimmungen mit einer möglichst kleinen Messunsicherheit, zum einen, damit die Gesamtunsicherheit des Ergebnisses nicht durch die Messung bestimmt wird und zum anderen, damit auch noch möglichst kleine Effekte nachgewiesen werden können.

Ein sehr spezielles Einsatzgebiet ist die Bestimmung der Bor-Isotopenzusammensetzung in kerntechnisch relevanten Materialien (z.B. für Castor-Behälter), da die Neutronenabsorptionseigenschaften dieser Werkstoffe ausschließlich vom Gehalt an ^{10}B abhängen. Deshalb ist die sehr genaue Bestimmung des $^{10}\text{B}/^{11}\text{B}$ - Verhältnisses von hoher sicherheitstechnischer Bedeutung.

Prinzip

Prinzipiell können von allen Elementen des Periodensystems, welche mit herkömmlichen Massenspektrometern ionisierbar sind, die Isotopenzusammensetzungen bestimmt werden. Die wenigen Ausnahmen hierbei sind Elemente, die in der Natur monoisotopisch sind (z. B. Natrium, Kobalt) oder ein sehr hohes Ionisierungspotential aufweisen (z. B. Fluor). Die Probe bzw. das Reinelement muss zunächst in eine messbare Form gebracht werden, die je nach eingesetztem Massenspektrometer unterschiedlich ist. Für Bestimmungen mit beiden eingesetzten Massenspektrometern, einem Thermionen-Massenspektrometer (TIMS) und einem induktiv gekoppeltem Plasma-Massenspektrometer (ICP-MS), muss die Probe zunächst aufgelöst werden. Je nach Probenzusammensetzung kann für die Bestimmung mit ICP-MS eine Matrixabtrennung erforderlich sein. Die entsprechende Lösung kann direkt für die Messung verwendet werden. Bei TIMS-Bestimmungen ist in jedem Fall eine Analytseparation notwendig. Die resultierende Lösung wird dann auf das so genannte Filament aufgetragen und vermessen.

Massendiskriminierungs- bzw. Massenfraktionierungseffekte werden soweit wie möglich mit primären Isotopenstandards korrigiert. Bei einigen wenigen Elementen kann bei der Thermionen-Massenspektrometrie die Methode der Totalverdampfung angewendet werden. Dadurch ist eine absolute Messung möglich, die keine Korrektur erfordert.

Die Häufigkeiten und das Atomgewicht bzw. die molare Masse lassen sich leicht mit Gleichung 1 und 2 aus den Isotopenverhältnissen berechnen:

$$a_b = \frac{1}{\sum R_{i,b}} \quad \text{Gleichung 1}$$

$$M = \sum (a_i \cdot M_i) \quad \text{Gleichung 2}$$

Dabei ist a_b die gesuchte Häufigkeit des Isotops b des gewünschten Elementes und $R_{i,b}$ sind alle Isotopenverhältnisse zur Basis b (beinhaltet auch das Verhältnis $b/b=1$). M ist das Atomgewicht bzw. die molare Masse des gewünschten Elementes, a_i sind die Isotopenhäufigkeiten und M_i die molaren Massen der Isotope.

Qualifikation

Regelmäßige und sehr erfolgreiche Teilnahme für die Bundesrepublik Deutschland an den auf höchstem metrologischem Niveau vom "Comité Consultatif pour la Quantité de Matière (CCQM)" unter den Nationalen Metrologischen Instituten (NMI) veranstalteten Vergleichsstudien.