

Zerstörungsfreie Bestimmung von Spuren- und Ultraspurenbestandteilen in verschiedenen Matrices mit instrumenteller Neutronenaktivierungsanalyse (INAA)

Schlagwörter

Aktivierungsanalyse, Spurenanalyse, Ultraspurenanalyse, instrumentelle Aktivierungsanalyse, zerstörungsfreie Analyse

Prüfgrößen und -objekte

Massenanteile chemischer Elemente ($Z > 11$) in Feststoffen und Flüssigkeiten

Prüfbereich

Massenanteile von 0,1 $\mu\text{g/g}$ – 10 mg/g

(Details siehe Tabelle in Ergänzende Angaben)

Ergebnisunsicherheit

von 5 % bis 1 %

Einsatzgebiete

Erstellung von Referenzwerten im Rahmen von Ringvergleichen der chemischen Elementanalytik, Charakterisierung von Referenzmaterialien hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung, Validierung anderer Analysenverfahren, insbesondere solcher, die eine nasschemische Probenbearbeitung erfordern.

Prüfmethodik und Gerätetechnik

Das zu untersuchende Material und geeignete Kalibriersubstanzen werden gleichzeitig aber getrennt voneinander dem Neutronenfluss eines Kernreaktors ausgesetzt, wobei radioaktive Isotope erzeugt werden. Nach einer dem Problem angepassten Abklingzeit werden sequentiell die charakteristische γ -Strahlung von Probe und Kalibriersubstanz mit einem hochreinen, hochauflösenden Ge-Detektor gemessen. Durch Vergleich der spezifischen Zählraten von Probe und Kalibriersubstanz erfolgt die Gehaltsbestimmung der Elemente in der Probe.

Qualifikation und Qualitätssicherung

Das Verfahren setzt umfangreiche experimentelle Erfahrungen und theoretische Kenntnisse im Strahlenschutz und in der Strahlenmesstechnik voraus.

Die Qualitätssicherung erfolgt durch den Einsatz von primären Kalibriersubstanzen und, wenn möglich, durch Verwendung von Referenzmaterialien als Analysenkontrollproben.

Ansprechpartner:

Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung

Dr. Markus Ostermann, Telefon +49 30 8104 1143, Fax +49 30 8104 71143, markus.ostermann@bam.de

Dr. Achim Berger, Telefon +49 30 8104 4109, Fax +49 30 8104 74109

[Fachbereich 1.4: Prozessanalytik](#)

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

Ergänzende Angaben

Die instrumentelle Neutronenaktivierungsanalyse (INAA) ist eine sehr sensitive analytische Methode, um sowohl qualitative als auch quantitative Multielement-Bestimmungen von Nebenbestandteilen und Spurenelementen durchzuführen. INAA kann an festen und flüssigen Proben durchgeführt werden. Allerdings ist die INAA hinsichtlich der Sensitivität nicht für alle Elemente und Probenmatrices gleich gut geeignet. So führt die von der Probenmatrix ausgesendete γ -Strahlung zu einem Kontinuumsuntergrund, der eine Verschlechterung der Nachweisgrenzen für andere Elemente bewirken kann. Weiterhin hängt die Sensitivität von den kernphysikalischen Parametern (Neutroneneinfangsquerschnitt, Isotopenhäufigkeit, Halbwertszeit und Häufigkeit der γ -Strahlung) des zu bestimmenden Elementes sowie von den experimentellen Parametern ab (Neutronenfluss, Bestrahlungs- und Abklingzeit, Detektor-Effizienz und Messzeit).

Die BAM betreibt INAA in enger Zusammenarbeit mit dem Helmholtz-Zentrum Berlin, hierbei dient der Reaktor BER II als Neutronenquelle.

In der Tabelle sind theoretisch berechnete Bestimmungsgrenzen (in g/g) für drei Bestrahlungseinrichtungen (DBVK, Bestrahlungsposition im Kern; DBVR, Bestrahlungsposition im Reflektor; TBR, Trockenbestrahlungsvorrichtung im Reflektor) des Reaktors BER II zusammengestellt. Dabei wurden folgende Bedingungen vorausgesetzt: Detektor-Effizienz 1 %, Anzahl der Ereignisse im Photopeak 200, Probenmasse 20 mg, Energie der γ -Linien zwischen 100 keV und 2000 keV.

	Na	Mg	Al	Si	P	Cl	K	Ar	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn
DBVK	6E-10	1E-06	2E-06				5E-08	9E-03	2E-05	1E-10	2E-06		2E-08	3E-06
DBVR	1E-09	1E-04	6E-04	4E-04	3E-02	2E-07	6E-08	3E-09	2E-04	3E-09	1E-03	4E-04	4E-07	2E-10
TBR	2E-05	1E-04	1E-05	7E-02	2E-01	2E-05	7E-04	3E-06		9E-05	7E-05	3E-07	1E-02	3E-07

	Fe	Ni	Co	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	Rb	Sr	Y
DBVK	1E-06	2E-07	2E-09	8E-08	6E-08	3E-10	1E-07	1E-10	2E-08	1E-10	3E-07	2E-08	2E-07	2E-06
DBVR	2E-05	6E-07	5E-08	1E-07	1E-07	8E-10	3E-07	9E-10	4E-07	2E-09	7E-08	5E-07	4E-08	7E-08
TBR	8E-01	1E-03	2E-03	2E-05	2E-03	1E-05	2E-04	3E-05	5E-04	2E-05	3E-04	2E-04	1E-04	1E-03

	Zr	Nb	Mo	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	I	Te	Xe
DBVK	6E-07	1E-05	8E-09	8E-09	2E-04	3E-09	5E-09	9E-09	1E-08	2E-07	7E-11	3E-05	1E-07	4E-09
DBVR	7E-06	8E-03	2E-07	5E-08	8E-03	9E-09	1E-07	2E-07	6E-11	3E-06	2E-09	2E-08	7E-07	2E-08
TBR	6E-01	1E-03	3E-04	3E-04	8E-05	2E-04	2E-05	2E-04	2E-08	1E-04	8E-05	2E-06	3E-05	6E-04

	Cs	Ba	La	Ce	Pr	Nd	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm
DBVK	1E-09	6E-08	8E-11	2E-08	3E-09	5E-08	2E-11	4E-11	3E-09	3E-10	1E-07	3E-05	3E-08	4E-05
DBVR	9E-09	2E-07	7E-10	1E-07	1E-08	2E-07	3E-10	2E-11	2E-08	1E-08	5E-10	5E-04	8E-09	7E-02
TBR	3E-05	1E-04	2E-05	2E-03	2E-04	2E-04	2E-06	2E-07	1E-04	8E-04	8E-07		6E-05	

	Yb	Lu	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Th	U
DBVK	1E-09	3E-10	2E-09	4E-10	1E-10	1E-10	3E-09	3E-11	2E-07	3E-12	8E-09	9E-10	1E-10
DBVR	1E-08	4E-09	3E-08	2E-08	1E-09	7E-10	6E-08	7E-10	6E-07	7E-11	1E-07	3E-08	4E-09
TBR	2E-04	1E-04	6E-04	5E-04	3E-05	1E-05	2E-03	1E-05	8E-05	3E-06	2E-03	2E-04	4E-04

Die Parameter für den schnellen, thermischen und epithermischen Neutronenfluss Φ sowie die für die Berechnung verwendeten Bestrahlungs-, Warte- und Messzeiten (t_B , t_W , t_M) sind in der folgenden Tabelle angegeben.

	Φ_s /s ⁻¹ cm ⁻²	Φ_{th} /s ⁻¹ cm ⁻²	Φ_{epi} /s ⁻¹ cm ⁻²	t_B /s	t_W /s	t_M /s
DBVK	3,9E+13	1,5E+14	2,9E+13	172 800	172 800	7 200
DBVR	1,9E+10	9,1E+12	5,3E+11	172 800	3 600	7 200
TBR	2,0E+10	3,7E+12	2,0E+10	300	600	300