

Anwendung der Neutronenaktivierungsanalyse zur Zertifizierung von Siliciumnitrid

K. Eberhardt¹, M. Hedrich², N. Trautmann¹, S. Zauner¹

¹Institut für Kernchemie, Universität Mainz

²Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung, Berlin

Das Institut für Kernchemie hat sich an einem Ringversuch der Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung (BAM) zur Zertifizierung von Siliciumnitrid (Si_3N_4) beteiligt. Dabei wurde die Neutronenaktivierungsanalyse als Multielementverfahren eingesetzt, um den Gehalt an Co, W und Na zu bestimmen, ohne das Material zuvor aufschließen zu müssen. Zur Bestrahlung wurden 10 Einzelproben von je 100 mg Si_3N_4 mit 100 μl aufgeschlämmt und 6 Stunden bei 100 kW im Karussell mit einem Neutronenfluss von $7 \times 10^{11} \text{ n/cm}^2\text{s}$ bestrahlt. Vor der Einwaage wurde das Si_3N_4 15 Stunden im Trockenschrank bei 135°C getrocknet. Nach Bestrahlungsende wurde die Lösung in eine unbestrahlte Kapsel umgefüllt. Die Proben wurden wie folgt gemessen:

- 1. Messung nach ca. 12 Stunden für ^{24}Na (1369 und 2754 keV) und ^{187}W (480, 618 und 685 keV)
- 2. Messung nach 8-10 Tagen für ^{60}Co (1173 und 1332 keV)

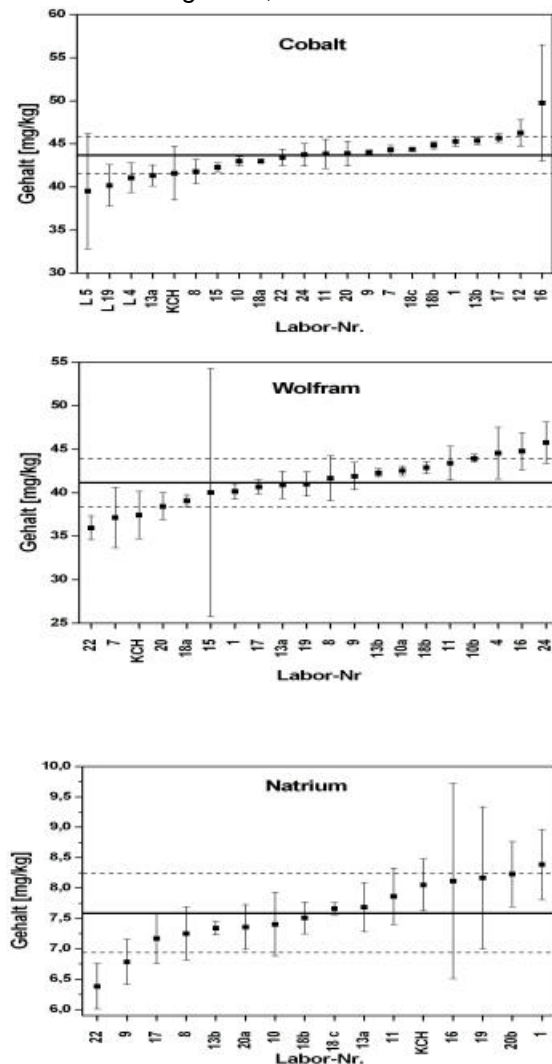
Die Messzeit betrug jeweils eine Stunde.

Zur Herstellung der Kalibrierlösungen wurden elementares Co und W verwendet (44,7 mg Co in 100 ml 1 M HNO_3 ; 14,9 mg W in 100 ml HNO_3/HF), wobei die W-Lösung direkt eingesetzt werden musste, da nach einigen Tagen gelbe Wolframsäure ausfiel. Für die Na-Kalibrierung wurde Na_2CO_3 eingesetzt (16 mg Na in 100 ml 1 m HNO_3). Aus diesen Lösungen wurden ein Aliquot entnommen und wie die Si_3N_4 -Proben bestrahlt und gemessen. Für jedes Element wurden 10 Einzelbestimmungen durchgeführt.

Bei der Auswertung wurden die jeweils niedrigsten und höchsten Werte nicht berücksichtigt. Die Einzelergebnisse aus den verbleibenden Messungen wurden angegeben. Aus diesen Werten wurde der Mittelwert und die Standardabweichung berechnet.

Abbildung 1 zeigt die Ringversuchsergebnisse für die Elemente Co, W und Na. Die beteiligten Labors sind dabei durch eine Laborcode-Nr. identifiziert. In diesem Bericht ist das hiesige Institut mit „KCH“ bezeichnet. Die durchgezogene Linie entspricht dem Mittelwert, der Bereich zwischen den gestrichelten Linien seiner Standardabweichung. Insbesondere im

Falle des W trägt die NAA zur Methodenvielfalt bei. Von 20 beteiligten Labors wurde 16 mal die ICP-OES eingesetzt, einmal die ICP-MS,



einmal die Photonenaktivierungs-analyse (PAA) und zweimal die NAA

Abbildung 1: Ergebnisse des Ringversuchs zur Zertifizierung von Si_3N_4 für die Elemente Co, W und Na.

Mittels einer Kurzzeitbestrahlung (10 min in Rohrpost II) wurde versucht, auch Ca und Mg zu bestimmen. Es konnte keine ^{49}Ca -Linie bei 3084 keV (92% Häufigkeit) beobachtet werden. Die ^{27}Mg -Linie bei 844 keV wurde gestört durch die ^{56}Mn -Linie bei 847 keV und war nicht

auswertbar. Die ^{27}Mg -Linie bei 1014 keV wurde nicht beobachtet. Aufgrund der Bildung von ^{28}Al durch die (n,p)-Reaktion am ^{28}Si , kann auch Al in Si_3N_4 nicht ohne Aufschluss nachgewiesen werden.