

Neutronenaktivierungsanalyse an Glasproben in Zusammenarbeit mit dem BKA

N. Scheid¹, G. Hampel¹, S. Zauner¹, S. Becker², M. Dücking², P. Weis²

¹ Institut für Kernchemie, Universität Mainz, D-55128 Mainz, Germany; ² Bundeskriminalamt, KT 13 - Materialuntersuchungen Anorganik ; D-65193 Wiesbaden, Germany

In Zusammenarbeit mit dem Bundeskriminalamt Wiesbaden, wurden mittels der instrumentellen Neutronen-Aktivierungs-Analyse verschiedene Glasproben einer qualitativen und quantitativen Elementanalytik unterzogen. Zunächst wurden uns sechs verschiedene Gläser vom BKA zur Verfügung gestellt, bei denen es sich um vier Standardgläser und um zwei Proben aus der Glassammlung des Bundeskriminalamts handelten. Die Standards werden vom BKA bei der quantitativen Elementanalytik an Gläsern mittels Laser Ablation-ICP-Massenspektrometrie (LA-ICP-MS) in der Fallarbeit eingesetzt. Zwei dieser Glasreferenzstandards (float glass standards FGS 1 und FGS 2) wurden 2002 vom Fachbereich Anorganik des BKA in Zusammenarbeit mit der SCHOTT AG entwickelt [1]. Bei den anderen Standards handelt es sich um den NIST SRM 612 vom *National Institute of Standards and Technology* und um das Standardglas 1 der *Deutschen Glastechnischen Gesellschaft* (DGG).

Ziel war es, mit der INAA, als einem unabhängigen Verfahren in Bezug auf die Massenspektrometrie, eventuell neue Konzentrationswerte zu ermitteln. Diese sollten dann mit den ausgehändigten Werten vom BKA aus der LA-ICP-MS- Messung verglichen werden.

Anschließend wurden acht weitere Gläserproben vom BKA zur Verfügung gestellt, unter denen erneut Bruchstücke von einigen der sechs zuvor untersuchten Gläser enthalten waren. Hierzu sollte die Frage geklärt werden, inwieweit eine Zuordnung zu den vorherigen Gläserproben möglich ist. Des Weiteren diente diese Analyse zur Überprüfung der zuvor ermittelten Konzentrationswerte.

Die Glasproben wurden zunächst mit einem Hammer zerkleinert und durch Behandlung mit Wasser, 10%iger Salpetersäure, Isopropanol und Aceton gereinigt. Danach wurden Proben für die jeweilige Bestrahlungsart eingewogen (ca. 10 mg für Kurzzeitbestrahlung, ca. 100 mg für Langzeitbestrahlung; pro Glas je 3 Proben).

Bei der kurzen einminütigen Bestrahlung an der Rohrpostanlage (thermischer Neutronenfluss von $\Phi_{th} = 1,7 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$) können die leicht aktivierbaren Elemente wie Al, Mg, Mn, V und Ti nachgewiesen werden. Die Messung der γ -Strahlung der Aktivierungsprodukte erfolgte nach ca. 2 min Abklingzeit für eine Dauer von zunächst 10 und dann 30 Minuten. Für die Elemente mit größeren Halbwertszeiten (Tage bis Jahre) wurde eine sechsstündige Bestrahlung im Karussell des TRIGA Mainz durchgeführt. Dort beträgt der thermische Neutronenfluss $\Phi_{th} = 7 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Die Messungen der γ -Spektren wurden mit HPGe-Halbleiterdetektoren aufgenommen und mittels des Programms „Genie 2000 V 2.1 A“ der Canberra Eurisys GmbH ausgewertet. Bei den langzeitaktivierten Proben erfolgten nach ca. 4 Tagen einstündige Messungen, aus denen die Elemente Na, Ca, La und Sm gewonnen werden konnten. Für die Nuklide mit größeren Halbwertszeiten wurden die Gläserproben ungefähr 10 Tage nach Bestrahlungsende 8 Stunden lang gemessen. Eine daran anschließende Kontrollmessung erfolgte nach 30 Tagen.

Für eine quantitative Bestimmung der Elementkonzentrationen in den Gläserproben wurden CPI Flüssigstandards verwendet, für die das gleiche Mess- und Bestrahlungsschema durchgeführt wurde. Einige Ergebnisse sind in Abbildung 1 zusammengefasst.

Beim Vergleich der ermittelten Konzentrationen aus der INAA mit den Werten des BKA wurden gut übereinstimmende Ergebnisse z. B. bei Mn, Mg, La, Ce und Hf erzielt; Unstimmigkeiten traten bei Ca, Na, Fe, Rb und Nd auf.

Eindeutige Zuordnungen der Gläser untereinander sind aufgrund der ähnlichen Elementkonzentrationen schwierig. Nur an wenigen Elementen traten markante Unterschiede auf, so dass z.B. mit Hilfe der Farbe und der Form aus den 8 unbekanntem Glasproben der FGS 1 und 2 sowie der NIST 612 zweifelfrei identifiziert werden konnten.

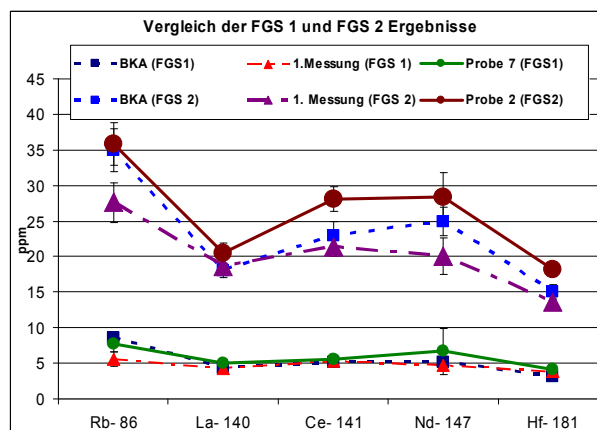


Abbildung 1: Graphische Auftragung einiger Elementkonzentrationen des FGS 1 (unten) und des FGS 2 (oben).

References

- [1] C. Latkoczy, S. Becker et al., *J. Forensic Sci.* **50**, (2005).