

Anwendung der Instrumentellen Neutronenaktivierungsanalyse zur Zertifizierung von Wolframpulver

K. Eberhardt, N. Trautmann, S. Zauner

Institut für Kernchemie, Universität Mainz

Das Institut für Kernchemie hat sich an einem Ringversuch der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) zur Zertifizierung von Wolframpulver beteiligt. Wolfram (W) ist nur schwer in Säuren löslich; aus saurer Lösung fällt zudem Wolframsäure aus. Daher wurde die Instrumentelle Neutronenaktivierungsanalyse (INAA) eingesetzt, um in Wolframpulver den Gehalt an Kobalt und Chrom im ppm-Bereich zu bestimmen, ohne das Material zuvor aufzuschliessen zu müssen. Bei der Neutronenaktivierung von W werden die Isotope W-181, W-183m, W-185g, W-185m und W-187 gebildet, mit Halbwertszeiten von 121 Tagen, 5.3 Sekunden, 75 Tagen, 1.62 Minuten und 23.9 Stunden. Dies macht eine Bestimmung von Elementen wie Al, Cu, Na, Ca, Mn oder Mg über ihre radioaktiven Isotope mit Halbwertszeiten im Bereich von Minuten oder Stunden unmöglich, da aufgrund der hohen Aktivität der Wolfram-Matrix bei der gammaspektroskopischen Messung der aktivierten Proben Abklingzeiten von 8-10 Tagen nötig werden.

Zur Bestrahlung wurden acht Einzelproben von je ca. 100 mg W-Pulver mit 100 µl Wasser aufgeschlämmt und 6 Stunden bei 100 kW im Zentralen Bestrahlungsrohr des TRIGA-Reaktors der Universität Mainz mit einem Neutronenfluss von $4.2 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ bestrahlt. Nach Bestrahlungsende wurde das Material in eine unbestrahlte Kapsel umgefüllt.

Nach einer Abklingzeit von 2-3 Wochen waren die γ -Linien von Cr-51 ($T_{1/2}=27.7 \text{ d}$; $E_{\gamma}=320 \text{ keV}$) und Co-60 ($T_{1/2}=5.3 \text{ a}$; $E_{\gamma}=1173$ bzw. 1332 keV) gut auswertbar. Eisen (als Fe-59) konnte nicht bestimmt werden. Die Messzeit betrug jeweils 2 Stunden.

Zur Herstellung der Kalibrierlösungen wurden elementares Co und Cr verwendet (45.0 mg Co in 100 ml 1 M HNO_3 ; 50.5 mg Cr in 100 ml 6 N HCl). Aus diesen Lösungen wurden Aliquote entnommen und analog der W-Proben bestrahlt und gemessen. Für jedes Element wurden acht Einzelbestimmungen durchgeführt. Bei der Auswertung blieben der jeweils niedrigste und höchste Wert unberücksichtigt. Aus diesen Werten wurde der Mittelwert und die Standardabweichung berechnet. Abbildung 1 zeigt die Ringversuchsergebnisse für die Elemente Co und Cr. Die beteiligten Labors sind dabei durch

eine Laborcode-Nr. identifiziert. In diesem Bericht ist das hiesige Institut mit „KCH“ (blauer Pfeil) bezeichnet. Die rot markierten Werte sind von der BAM wegen zu grosser Abweichungen nicht berücksichtigt worden. Die durchgezogene Linie entspricht dem von der BAM zertifizierten Wert, der Bereich zwischen den gestrichelten Linien seiner Standardabweichung.

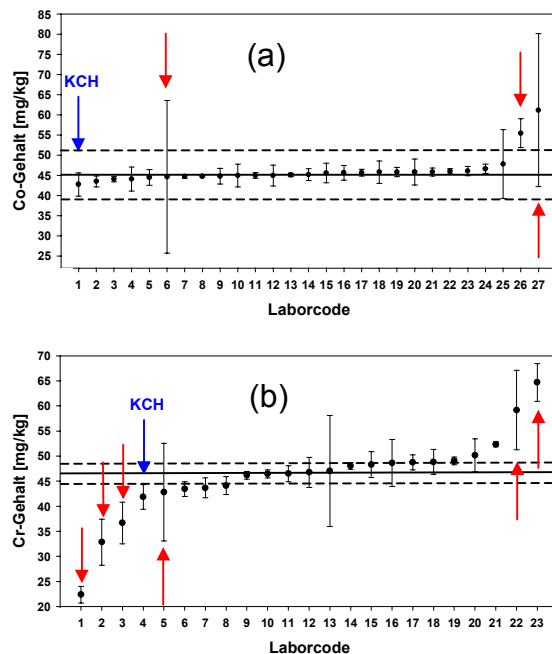


Abbildung 1: Ergebnisse des Ringversuchs zur Zertifizierung von Wolframpulver für die Elemente Co (a) und Cr (b)

Für Co haben 27 Laboratorien Werte abgegeben. Hier wurde 14 mal Optische Emissionsspektroskopie (OES) eingesetzt, achtmal Atomabsorptionsspektroskopie (AAS), zweimal Massenspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-MS), zweimal INAA und einmal Photonenaktivierungsanalyse (PAA). Im Fall des Cr waren 23 Laboratorien beteiligt, es wurde elfmal OES eingesetzt, siebenmal AAS, zweimal ICP-MS, zweimal die INAA und einmal die PAA.