

Anwendung der Instrumentellen Neutronenaktivierungsanalyse zur Zertifizierung von Reinstkupfer

K. Eberhardt, N. Trautmann, S. Zauner

Institut für Kernchemie, Universität Mainz

Das Institut für Kernchemie hat sich 2002 an einem Ringversuch der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) zur Zertifizierung von Reinstkupferproben beteiligt. Es handelt sich dabei um einen Satz von insgesamt sechs Standards mit absteigendem Spurenelementgehalt (BAM-Code M386 bis M381), die z.B. in der Metallindustrie zur Kalibrierung von Funkenspektrometern eingesetzt werden soll.

Als Analysenmethode wurde die Instrumentelle Neutronenaktivierungsanalyse (INAA) eingesetzt, um den Gehalt an Silber, Arsen, Kobalt, Antimon und Zink im ppm-Bereich zu bestimmen. Bei der Neutronenaktivierung der Kupfermatrix werden als Hauptaktivität die Isotope Cu-64 und Cu-66 gebildet, mit Halbwertszeiten von 12,7 Stunden bzw. 5,1 Minuten. Dies macht eine Bestimmung von Elementen wie Al, Ti, Mn oder Mg über ihre radioaktiven Isotope mit Halbwertszeiten im Bereich von Minuten oder Stunden unmöglich, da aufgrund der hohen Aktivität von Cu-64 und Cu-66 bei der gammaspektroskopischen Messung der aktivierten Proben Abklingzeiten von 8-10 Tagen erforderlich sind.

Zur Probenvorbereitung wurden von jeder Charge je 5 g Reinstkupfer eingewogen, in konz. HNO₃ gelöst und mit 1 M HNO₃ auf 100 ml aufgefüllt. Zur Bestrahlung wurden pro Charge acht Einzelproben von je 3 ml jeweils 6 Stunden bei 100 kW im TRIGA-Reaktor der Universität Mainz mit einem Neutronenfluss von $7 \times 10^{11} \text{ n/cm}^2\text{s}^{-1}$ bestrahlt. Nach Bestrahlungsende wurden 2 ml der Cu-Lösung entnommen und in eine unbestrahlte Kapsel umgefüllt. Dies entspricht einer Probenmenge von 100 mg Reinstkupfer. Nach einer Abklingzeit von ca. 1 Woche wurden die Proben γ -spektroskopisch untersucht.

Zur Herstellung der Kalibrierlösungen wurden elementares Ag, As, Co Sb und Zn verwendet und in HNO₃ bzw. HCl gelöst. Aus diesen Lösungen wurden Aliquote entnommen und analog der Reinstkupferproben bestrahlt und gemessen. Für jedes Element wurden acht Einzelbestimmungen durchgeführt. Bei der Auswertung blieben der jeweils niedrigste und höchste Wert unberücksichtigt. Aus den verbliebenen Werten wurde der Mittelwert und die Standardabweichung berechnet. In Tabelle 1 sind die mit INAA erhaltenen Ergebnisse für die Elemente Ag, As, Co, Sb und Zn der Probe BAM-M386 zusammen mit den Werten anderer Labors zusammengefasst. Die Werte aus dem hiesigen Institut (INAA) sind blau markiert. Die rot markierten Werte sind von der BAM wegen zu großer Abweichungen nicht

berücksichtigt worden. Tabelle 2 zeigt die Ergebnisse für die Probe BAM-M385. Hier wurden alle Werte von der BAM akzeptiert.

Tabelle 1: Analyse der Probe BAM-M386. Alle Angaben in $\mu\text{g/g}$. In der letzten Zeile ist der Mittelwert (MW) aus den Angaben aller beteiligten Labors aufgeführt, wobei die rot markierten Werte nicht berücksichtigt worden sind. Die mit INAA erhaltenen Werte aus dem hiesigen Institut sind blau eingetragen.

Labor	Ag	As	Co	Sb	Zn
1	41,90	16,95	4,84	28,72	45,51
2	44,77	22,41	5,00	29,21	45,60
3	46,5	22,57	5,05	29,64	47,00
4	46,3	23,37	5,10	29,96	47,83
5	46,5	23,51	5,20	30,63	48,61
6	46,0	23,52	5,23	31,31	48,90
7	47,0	23,65	5,27	31,38	48,97
8	47,3	23,78	5,30	31,42	50,09
9	47,3	23,87	5,31	31,47	50,60
10	47,85	24,00	5,42	31,91	51,10
11	48,19	24,17	5,52	32,34	52,11
12	48,97	24,58	----	34,12	52,99
13	49,00	24,60	----	34,41	53,46
14	49,47	25,87	----	----	77,31
15	49,53	29,04	----	----	----
16	50,02	----	----	----	----
MW	47,81	23,84	5,20	31,27	49,44

Tabelle 2: Analyse der Probe BAM-M385. Alle Angaben in $\mu\text{g/g}$ mit Standardabweichung. Zusätzlich angegeben ist der jeweilige Mittelwert aus den (von der BAM akzeptierten) Angaben aller beteiligten Labors

Element	Ergebnis INAA	Gesamt-MW
Ag	$28,11 \pm 0,24$	$28,55 \pm 0,37$
As	$11,00 \pm 0,58$	$11,10 \pm 0,41$
Co	$6,70 \pm 0,21$	$6,93 \pm 0,16$
Sb	$20,28 \pm 1,08$	$19,89 \pm 0,55$
Zn	$47,34 \pm 3,22$	$57,86 \pm 1,344$

Zur Untersuchung der Proben wurde von den an der Zertifizierung beteiligten Labors bevorzugt ICP-OES, ICP-MS, und Flammen-AAS eingesetzt. Nur zwei Labors nutzten die INAA, einmal wurde die Photonenaktivierungsanalyse (PAA) eingesetzt. Die Bewertung der Ergebnisse für die Proben M384 bis M381 durch die BAM steht zur Zeit noch aus.