

Experimente zur Messung von As und Sb im unteren ng/g-Bereich in Mantelgesteinen

Gerhard Schmidt^{1,2}, Bernhard Spettel³, Herbert Palme², Karl-Ludwig Kratz¹

¹Institut für Kernchemie, Universität Mainz

²Institut für Mineralogie und Geochemie, Universität zu Köln

³Max-Planck-Institut für Chemie, Mainz

Instrumentelle Neutronenaktivierungsanalysen (INAA)

Zerstörungsfreie Neutronenaktivierungsanalysen an Mantelgesteinen wurden am Max Planck Institut für Chemie durchgeführt. Hierzu wurden Aliquote von 203-278 mg homogenisierten Probenpulvers am TRIGA-Reaktor des Instituts für Kernchemie mit Neutronen bestrahlt. Nach der Bestrahlung wurden von den Proben in unterschiedlichen Zeitabständen auf Ge(Li)- und hochreinen koaxialen (HP)Ge und planaren Detektoren die γ -Spektren aufgenommen. Sehr hohe W- (57, 65 und 88 $\mu\text{g/g}$) aber auch Au- (Ge137; 45,7 ng/g Au) und Mo-Gehalte (Ge149; 330 ng/g Mo, lb/D50; 3,7 $\mu\text{g/g}$ Mo) einiger Proben lassen auf Kontaminationen mit Wolframcarbidgehärtungswerkzeugen aus früheren Gesteinsaufbereitungen schließen. Eine zerstörungsfreie Messung der As- und Sb-Gehalte im unteren ng/g-Bereich ist wegen ähnlicher Halbwertszeiten von ¹⁸⁷W ($T_{1/2} = 23,72$ h) und ⁷⁶As ($T_{1/2} = 26,4$ h) mit großen Zählfehlern behaftet. Wegen der geochemischen Bedeutung von As und Sb im Erdmantel im Hinblick auf die Akkretionsgeschichte der Erde wurde daher der Versuch unternommen diese Elemente aus einer größeren Probenmenge abzutrennen und anzureichern.

Nickelsulfid-Extraktion in Kombination mit Neutronenaktivierung (NiS-NAA)

Eine Abtrennung und Anreicherung von As und Sb erfolgte mit NiS-Schmelzen an großen Probenmengen (~10 g). Anschließend wurden mit Neutronenaktivierung die beiden Nuklide ⁷⁶As (559,1 keV) und ¹²²Sb ($T_{1/2} = 2,7$ Tage, 564,0 keV) gemessen. Die Zählfehler der NiS-NAA liegen bei 0,4-3% für Sb und bei 0,1-2% für As. Die beiden Blindwerte, die sich aus den Meßapparateblindwerten, den Chemikalienblindwerten und den verwendeten Teflonfiltern zusammensetzen, zeigen innerhalb der Fehlergrenzen übereinstimmende As- und Sb-Gehalte. Diese ersten Versuche zeigen, dass die Ausbeuten für As und Sb bei der NiS-Extraktion konstant bleiben. Da bei der NiS-NAA am Institut für Kernchemie keine Sb- und As-Standards mitbestrahlt wurden, wurden die

mit instrumenteller Neutronenaktivierung, jedoch einem großen Zählfehler gemessenen Sb- und As-Gehalte des Harzburgiten, Ge137, als „Vergleichsstandard“ (INAA-Konzentrationen wurden den nach erfolgtem NiS-Aufschluß und anschließender Bestrahlung erzielten Aktivität gleichgesetzt) herangezogen und alle anderen Proben als auch die Blindwerte auf diese Probe bezogen. Die relativ hohen Zählfehler von 20-25% in untenstehender Tabelle sind daher durch die INAA-Zählfehler der als „Vergleichsstandard“ verwendeten Probe bedingt.

Erste Analysenergebnisse an Mantelgesteinsproben aus der Eifel zeigen enorme Schwankungen im As-Gehalt (35 - 435 ng/g), deren Ursache wahrscheinlich auch in der Probenpräparation liegt. Die Sb-Gehalte variieren zwischen 6 und 51 ng/g. Mit einem * markierte Spalten zeigen die Gehalte, die ohne Voranreicherung mit INAA gemessen wurden (Einwaage, Ge137: 245,2 mg; Ge149: 243,3 mg; lb/D45: 213,8 mg; lb/D50: 276,7 mg). Mit Ausnahme der beiden Blindwerte (± 3 -5% Zählfehler) sind in Spalte F2 und F3 die Zählfehler von As (20%) und Sb (25%) der INAA Messung von Probe, Ge137, aufgeführt. Diese ersten Elementbestimmungen zeigen, dass die NiS-Aufschlußmethode für die Bestimmung der Elemente As und Sb im unteren ng/g-Bereich durchaus erfolgversprechend zu sein scheint. Zuvor müssen jedoch noch geeignete Reinstmaterialien für die Aufschlüsse erprobt werden.

	As	F ²	As*	Sb	F ³	Sb*
	ng/g		ng/g	ng/g		ng/g
Ge137 hz	50	10	50	10	13	3
Ge149 hz	35	7	<50		6	2
la/249 hz	321	64		51	13	
la/171 hz	435	87		44	11	
lb/D45 lz			54	14		<40
lb/D50 hz	50	10	<60		4	1
lb/5 lz	182	36		13	3	
la/105 lz	123	25		40	10	
GBAU	79	16		7	2	
G4160				9	2	
Blind (A)	12,5	0,7		0,61	0,02	
Blind (B)	12,9	0,4		0,52	0,01	