

# Neutronenaktivierungsanalyse von Glasproben in Zusammenarbeit mit dem BKA

N. Scheid<sup>1</sup>, G. Hampel<sup>1</sup>, S. Zauner<sup>1</sup>, S. Becker<sup>2</sup>, M. Dücking<sup>2</sup>, P. Weis<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Institut für Kernchemie, Universität Mainz, D-55099 Mainz, Germany; <sup>2</sup> Bundeskriminalamt, KT 13 - Materialuntersuchungen Anorganik ; D-65193 Wiesbaden, Germany

Im Rahmen eines kernchemischen Praktikums wurden mittels der instrumentellen Neutronen-Aktivierungs-Analyse (INAA) verschiedene Glasproben einer qualitativen und quantitativen Elementanalytik unterzogen. Diese insgesamt sechs verschiedenen Gläser wurden uns vom Bundeskriminalamt Wiesbaden zur Verfügung gestellt. Dabei handelt es sich um vier Standardgläser und um zwei Glasproben aus der Glassammlung des Bundeskriminalamts. Die Standards werden vom BKA bei der quantitativen Elementanalytik an Glasproben 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 von KT 13 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 unserer Analyse war es, einerseits mit einem unabhängigen Verfahren neue Konzentrationswerte für bestimmte Elemente zu ermitteln. Andererseits sollte geprüft werden, in wie weit die erhaltenden Analysenergebnisse mit denen des BKA übereinstimmen.

Zunächst wurden die Glasproben mit einem Hammer zerkleinert und durch Behandlung mit Wasser, halbkonzentrierter Salpetersäure, Isopropanol und Aceton gereinigt. Danach wurden Proben für die jeweilige Bestrahlungsart eingewogen (ca. 10 mg für kurze Bestrahlung, ca. 100 mg für lange Bestrahlung; pro Glas je 3 Proben).

In 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 beispielsweise Al, Mg, Mn, V und Ti nachgewiesen werden. Die anschließende Messung der Zerfallsstrahlung erfolgte nach ca. 2 min Abklingzeit für eine Dauer von zunächst 10 und dann nochmals 30 Minuten. Für die Elemente mit größeren Halbwertszeiten (Tage bis Jahre) wurde eine sechsstündige Bestrahlung im Karussell des TRIGA – Reaktors durchgeführt. Dort beträgt der thermische Neutronenfluss  $\Phi_{th} = 7 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

Die Messungen der  $\gamma$ -Spektren wurden mit HPGe-Halbleiterdetektoren aufgenommen und mittels des Programms „Genie 2000 V 2.1 A“ der Firma Canberra Eurisys GmbH ausgewertet. Bei diesen langzeitaktivierten

Proben betrug die Messzeit nach einer Abklingzeit von ungefähr 2 Tagen zunächst 1 h und anschließend 8 Stunden.

Die zuerst erhaltenen Ergebnisse der Kurzzeitbestrahlung waren viel versprechend, da für die Elemente Magnesium und Mangan Konzentrationswerte in guter Übereinstimmung mit den Angaben des BKA erzielt wurden. Der viel zu hoch ermittelte Gehalt an Aluminium wird durch die Silicium- Matrix des Glases erklärt, da Si eine (n,p)- Reaktion zum Al- 28 eingeht und damit einen höheren Konzentrationswert vortäuscht.

Auch bei der Auswertung der Langzeitbestrahlung gibt es erste Hinweise darauf, dass die ermittelten Konzentrationen der Elemente Eisen, Rubidium, Barium, Cer, Neodym, Hafnium, Antimon, Silber, Cobalt und Europium recht gute Übereinstimmung mit den zertifizierten Werten bzw. Informationswerten der Standards zeigen.

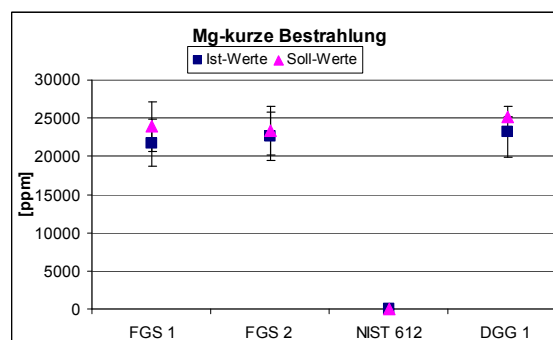


Abbildung 1: Graphische Darstellung der Mg Zusammensetzung der einzelnen Proben bei kurzer Bestrahlung

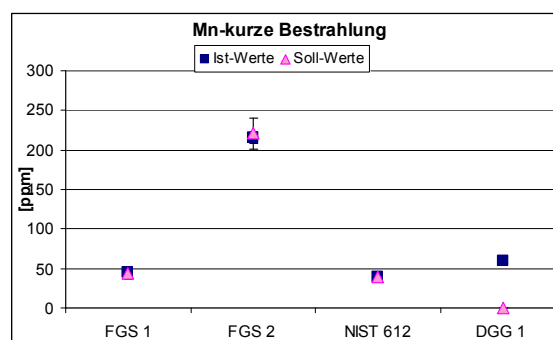


Abbildung 2: Graphische Darstellung der Mn Zusammensetzung der einzelnen Proben bei kurzer Bestrahlung

## References

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