

Anwendung der Instrumentellen Neutronenaktivierungsanalyse zur Zertifizierung von Reinstkupfer

K. Eberhardt, 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 Reinstkupferproben beteiligt. Es handelt sich dabei um einen Satz von insgesamt sechs Standards mit absteigendem Spurenelementgehalt (BAM-M386 bis -M381), als Referenzmaterial für die Röntgenfluoreszenz- und Emissionsspektalanalyse. Das Zertifikat für die Proben M386 und M385 wurde bereits erteilt [1], das Verfahren für die Proben M384 bis M381 wurden hingegen erst kürzlich abgeschlossen. Am Ringversuch beteiligt waren neben der BAM noch 18 weitere Labors aus Forschung und Industrie. Als Methoden wurden u.a. Atomabsorptions-spektrometrie (AAS), Plasmaemissions- und Plasmamassenspektrometrie (ICP-OES, ICP-MS), Photometrie, Röntgenfluoreszenzanalyse (XRFA), Photonenaktivierungsanalyse (PAA), Funkenspektroskopie sowie Titrimetrie angewandt.

Hier wurde die hier Instrumentelle Neutronenaktivierungsanalyse (INAA) eingesetzt, um den Gehalt an Silber, Arsen, Kobalt, Antimon und Zink im ppm-Bereich zu bestimmen. Mit 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 über radioaktive Isotope mit Halbwertszeiten im Bereich von Minuten oder Stunden unmöglich, da vor der gamma-spektroskopischen Messung der aktivierten Proben Abklingzeiten von 8-10 Tagen erforderlich sind. Daher können bei dieser Probenmatrix Al, Na, Ti, Mn oder Mg nicht mittels INAA bestimmt werden.

Von jeder Probe wurden 5 g Reinstkupfer in konz. HNO₃ gelöst und mit 1 M HNO₃ auf 100 ml aufgefüllt. Zur Bestrahlung wurden je acht Einzelproben von je 3 ml jeweils 6 Stunden bei 100 kW im TRIGA-Reaktor der Universität Mainz mit einem Neutronenfluss von 7×10^{11} n/(cm² s) bestrahlt. Nach Bestrahlungsende wurde ein Aliquot (2 ml entsprechend 100 mg Kupfer) entnommen und in eine unbestrahlte Kapsel umgefüllt. 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 Aliquots entnommen und analog der Reinstkupferproben bestrahlt und gemessen [1]. In Tabelle 1 sind die mit INAA erhaltenen Ergebnisse für die Elemente Ag, As,

Co, Sb und Zn der Probe BAM-M384 zusammen mit den Werten anderer Labors zusammengefasst. Tabelle 2 zeigt die Ergebnisse für die Probe BAM-M383. Für die Probennummern M382 und M381 konnte nur ein Wert für Co bestimmt werden, der nicht in die Bewertung mit eingegangen ist. Bei der Probe M381 handelt es sich um das Reinstkupfer ohne Zusätze.

Tabelle 1: Analyse der Probe BAM-M384. 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 Werte aus dem hiesigen Institut sind blau eingetragen.

Labor	Ag	As	Co	Sb	Zn
1	9,06	4,08	3,58	8,83	8,56
2	9,68	4,67	3,61	10,86	8,95
3	9,78	4,74	3,80	11,14	9,74
4	9,78	4,91	3,80	11,39	10,57
5	9,88	5,19	3,83	11,73	14,08
6	10,10	5,21	3,86	12,01	14,13
7	10,14	5,22	3,90	12,10	14,24
8	10,20	5,23	3,97	12,17	15,46
9	10,22	5,41	4,25	12,22	15,52
10	10,37	5,52	4,25	12,30	15,81
11	10,44	6,90	--	12,31	--
12	11,08	--	--	12,38	--
13	11,20	--	--	12,44	--
14	11,65	--	--	12,55	--
15	--	--	--	13,04	--
MW	10,26	5,02	3,86	12,05	12,71

Tabelle 2: Analyse der Probe BAM-M383. 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. Der Co-Wert lag hier außerhalb des von der BAM akzeptierten Bereiches.

Element	Ergebnis INAA	Gesamt-MW
Ag	$4,36 \pm 0,29$	$4,70 \pm 0,35$
As	$1,91 \pm 0,07$	$1,93 \pm 0,20$
Co	$2,13 \pm 0,12$	$1,38 \pm 0,06$
Sb	$2,00 \pm 0,10$	$1,44 \pm 0,30$

Die o.a. Ergebnisse zeigen, dass die INAA als unabhängige Methode ohne die Notwendigkeit einer chemischen Vorbehandlung der Proben im Rahmen der Zertifizierung von Standardmaterialien wichtige Beiträge liefern kann.

Literatur

[1] K. Eberhardt et al., Institut für Kernchemie, Jahresbericht (2002).