

Bestimmung leichter Elemente mit Photonenaktivierungsanalyse (PAA)

Silke Merchel, Achim Berger und Oskar Haase

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM), 12205 Berlin, silke.merchel@bam.de

Einleitung

- leichte Elemente ➤➤➤ Materialeigenschaften metallischer u. keramischer Werkstoffe ➤➤➤ genaue Bestimmung dieser Elemente in vielen industriellen Bereichen von hoher Bedeutung
- Bedarf an Fluor-Analytik im unteren µg/g-Bereich



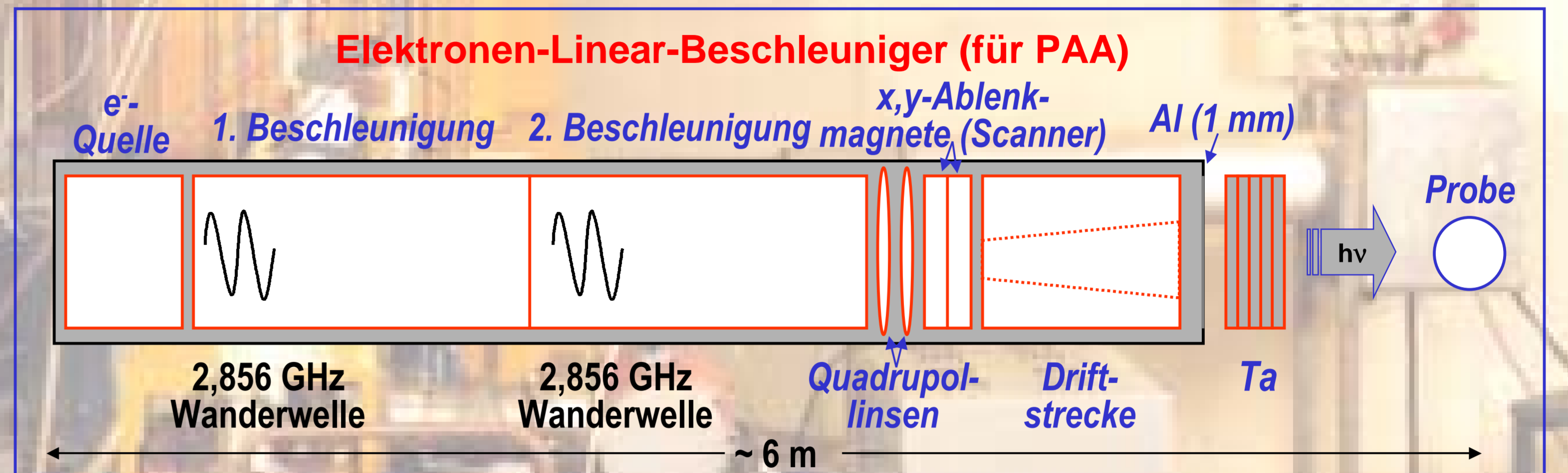
➤➤➤ Zur Qualitätssicherung analytischer Verfahren zur Nichtmetallbestimmung sind zertifizierte Referenzmaterialien unbedingt erforderlich.

Analytische Methoden an der BAM

- neben klassischen, meist schnellen und weit verbreiteten Verfahren, auch unabhängige Methoden für die Entwicklung und Validierung von Methoden (aufwendig, personal- und kostenintensiv!)
- neben klassischer inaktiver Bestimmung (z.B. Trägergasheißextraktion) C, N, O, F auch mittels aktivierungsanalytischer Methoden
- z.B. Aktivierung mit geladenen Teilchen (CPAA) Protonen-Induzierte-Gamma-Emission (PIGE) [1] Aktivierung mit hochenergetischen Photonen (PAA) [2]

Aktivierung

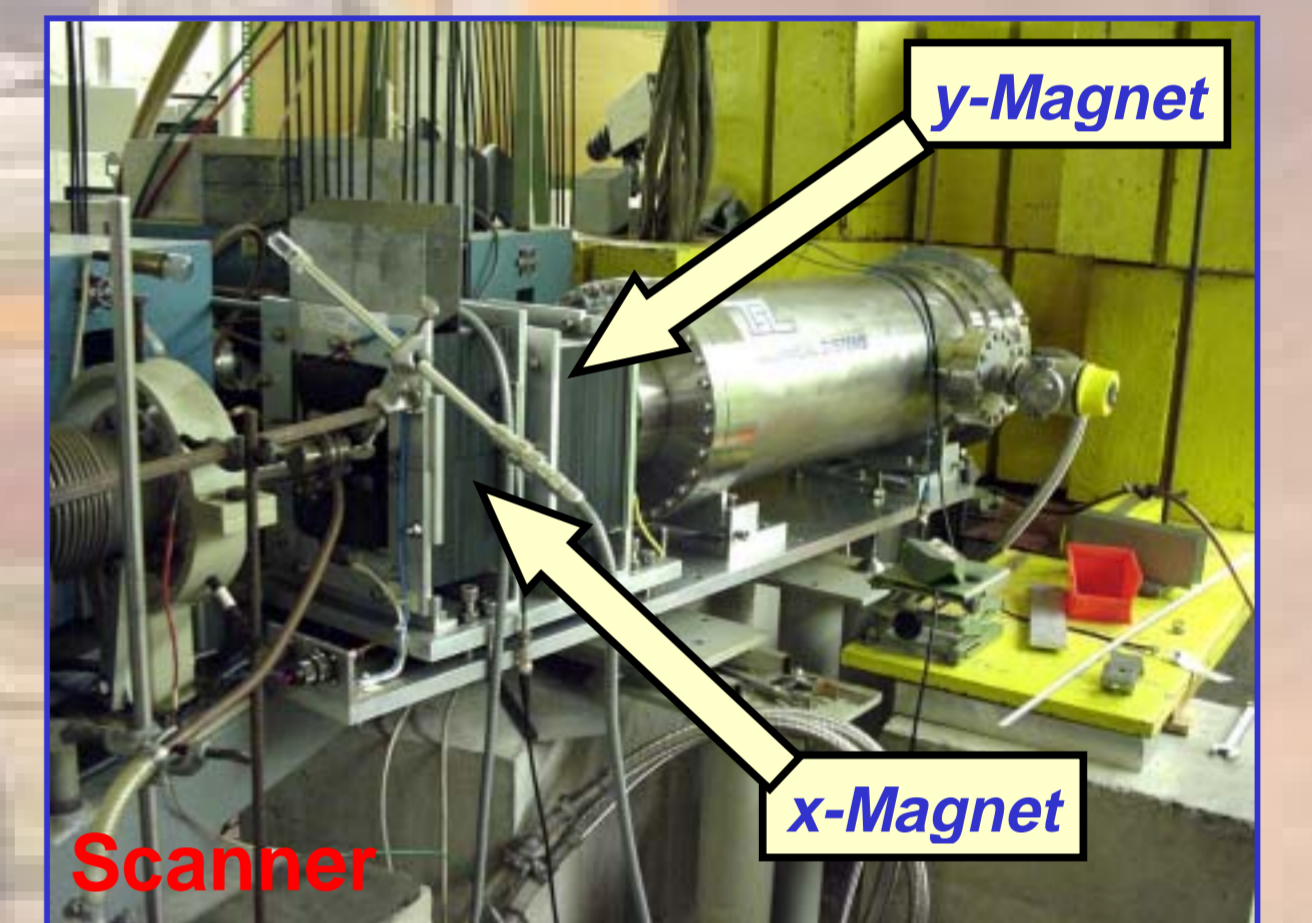
- Elektronen-Linear-Beschleuniger [3] Maximalenergie: 35 MeV wassergekühltes Ta-Target ➤➤➤ Bremsstrahlung
- Elektronenstrahlage computergesteuertes Magnetsystem (horizontal/vertikal) ➤➤➤ homogenes Bestrahlungsfeld
- Rohrpostsystem Al-Bestrahlungskapseln für z.B. Quarzampullen
- Produkte durch Aktivierung mit Photonen ➤➤➤ im Gegensatz zur NAA vor allen Dingen β⁺-Strahler im unteren Massenbereich sogar reine β⁺-Strahler (Tab.) uncharakteristische 511 keV-Vernichtungsstrahlung
- in der Regel chemische Abtrennung der Reaktionsprodukte (RPAA) voneinander, insbesondere aber von der Matrix, zur eindeutigen Identifizierung und Quantifizierung erforderlich
- in Einzelfällen IPAA möglich unter Ausnutzung der Schwellenenergien (Tab.), z.B. N in Silicium- / Borcarbid F in organischen Matrices



Analyt	Kernreaktion	Schwellenenergie [MeV]	t _{1/2} [min]
C	¹² C(γ,n) ¹¹ C	18,74	20,38
N	¹⁴ C(γ,n) ¹³ N	10,56	9,96
O	¹⁶ O(γ,n) ¹⁵ O	15,67	2,03
F	¹⁹ F(γ,n) ¹⁸ F	10,44	109,77

Vorteile PAA

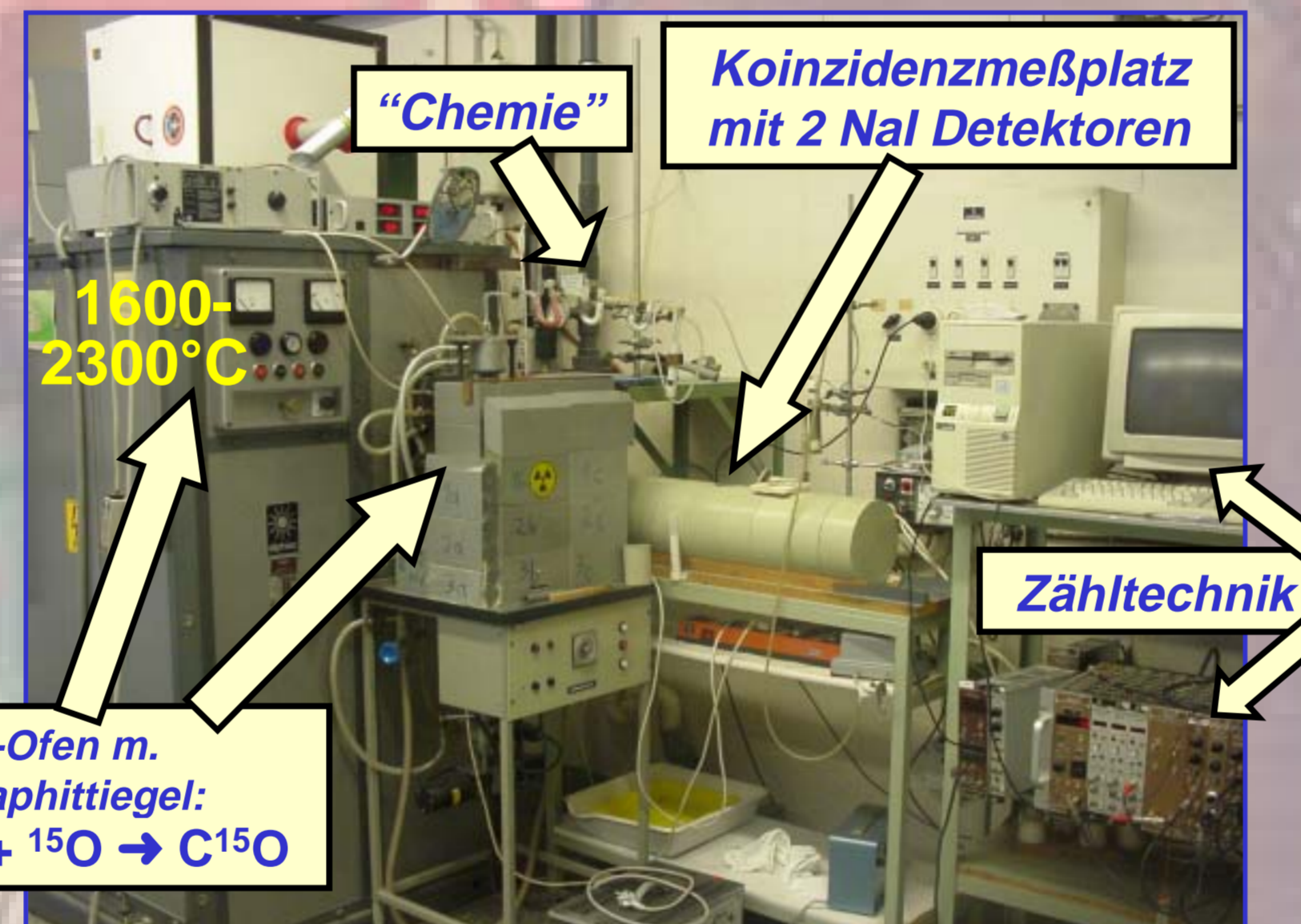
- Reichweite der γ's hoch ➤➤➤ ganze Probe wird untersucht (0,25 - 1 g u.m.)
- nach der Bestrahlung: Ätzen von Kompaktproben ➤➤➤ Entfernen von Oberflächenkontaminationen Wiederbelegung mit z.B. C,N,O irrelevant (da nicht aktiv) ➤➤➤ echte Bulkanalyse



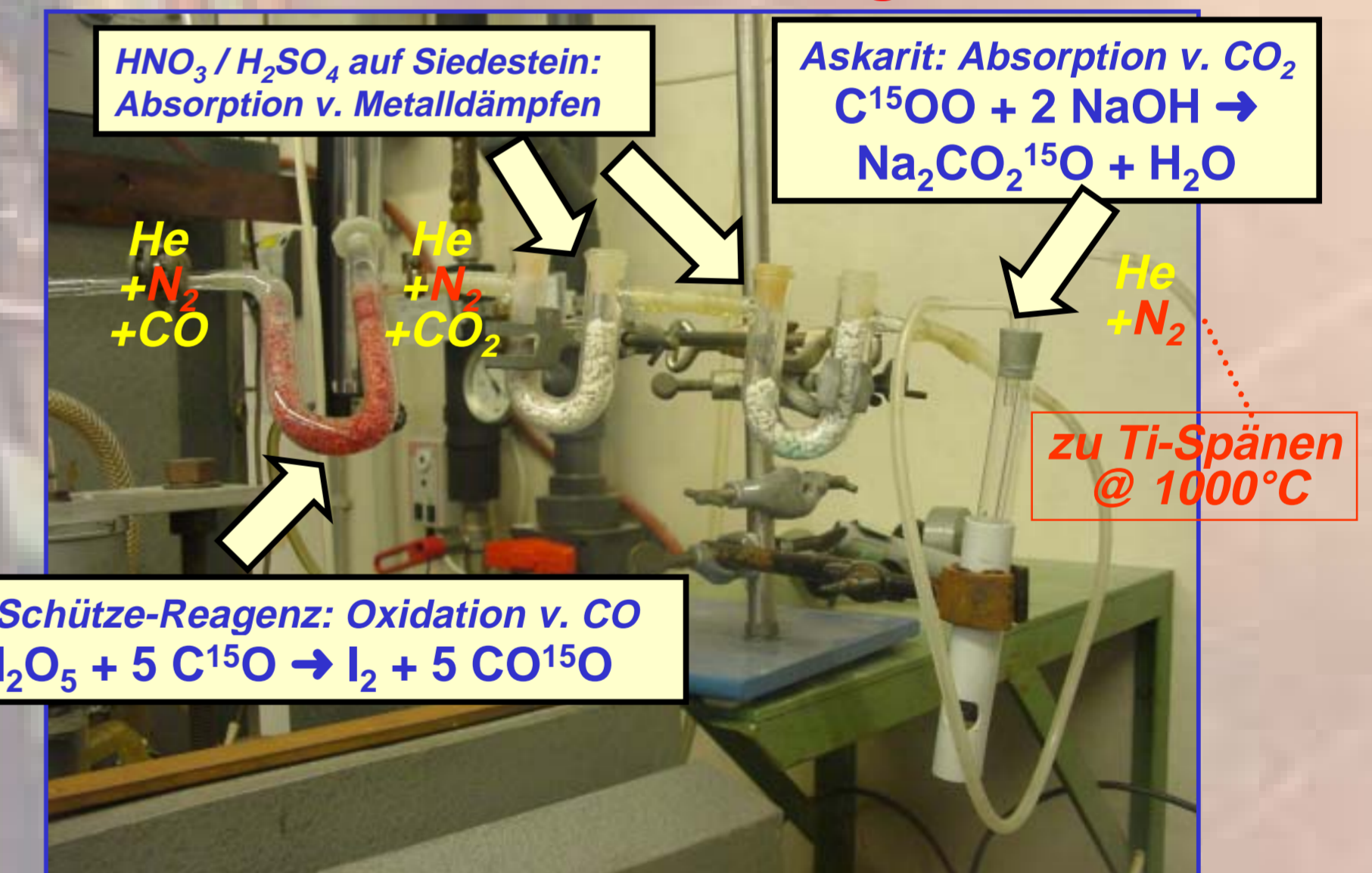
Radiochemie und Detektion

- N & O aus einer aktivierten Probe Trägergas (He) O: CO ➤➤➤ CO₂ ➤➤➤ Na₂CO₃ N: N₂ ➤➤➤ Ti-N
- C Trägergas He Verbrennen im O₂-Strom (~1200°C) C: CO ➤➤➤ CO₂ ➤➤➤ Na₂CO₃

Radiochemie- und Messplatz für N & O

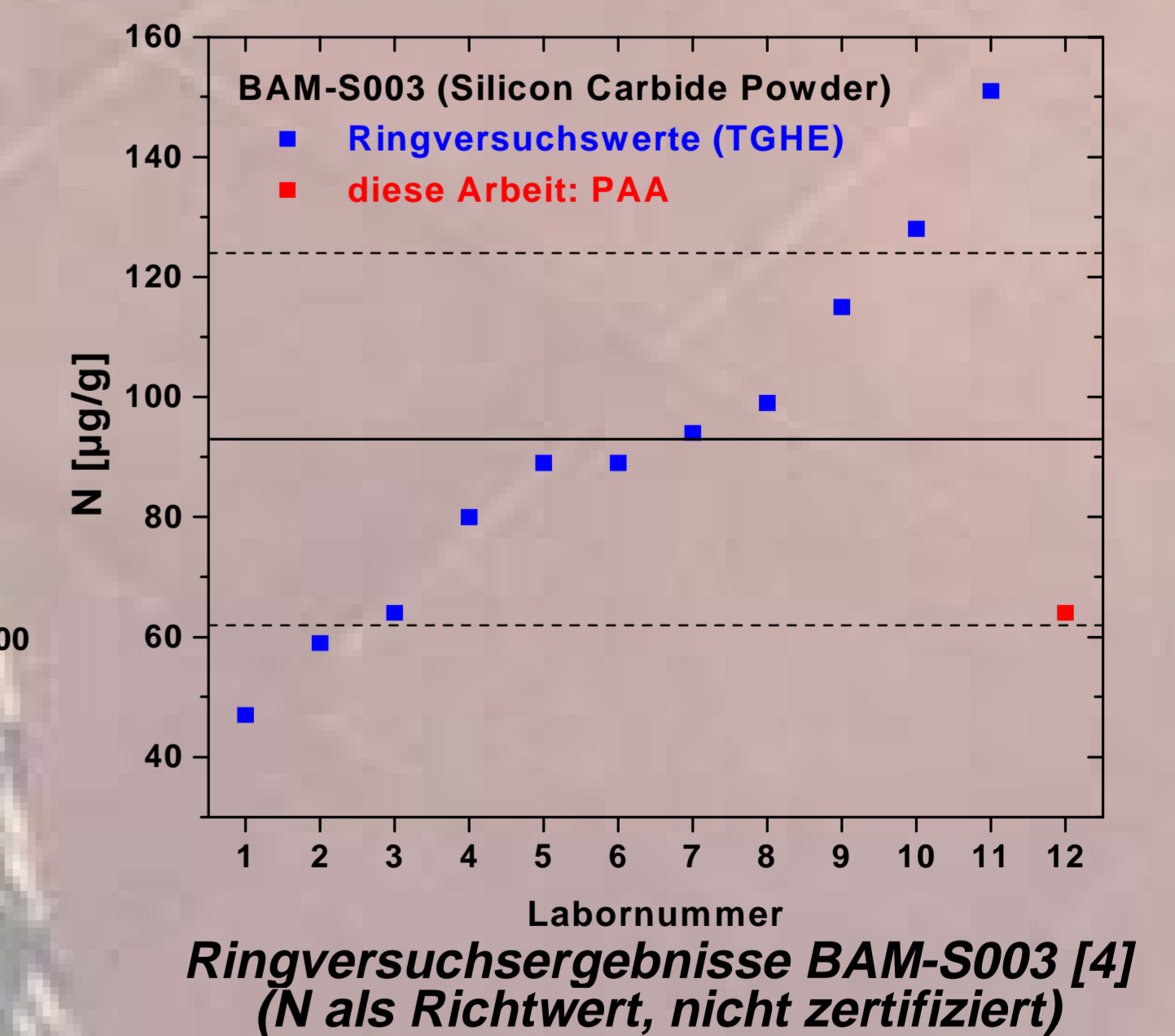
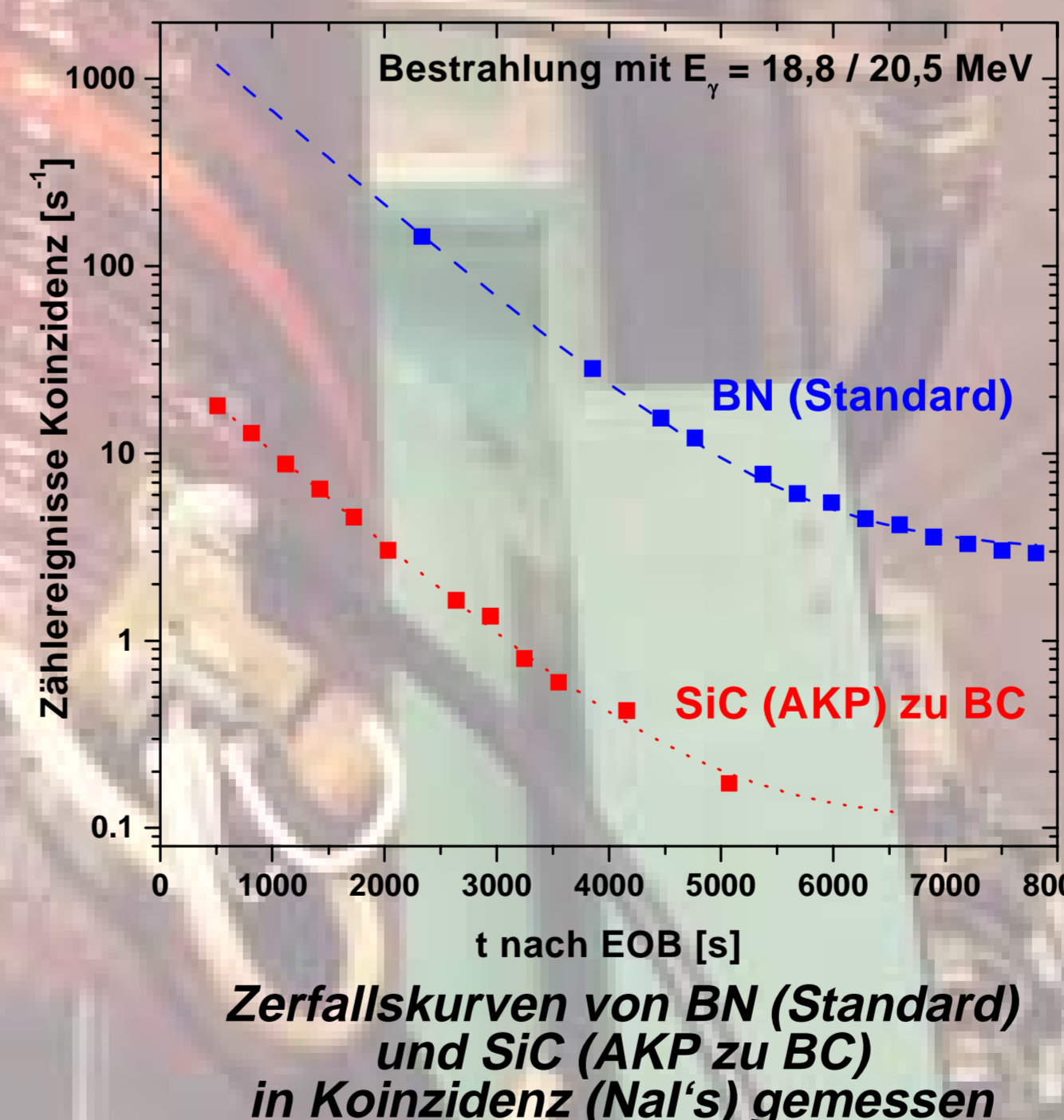
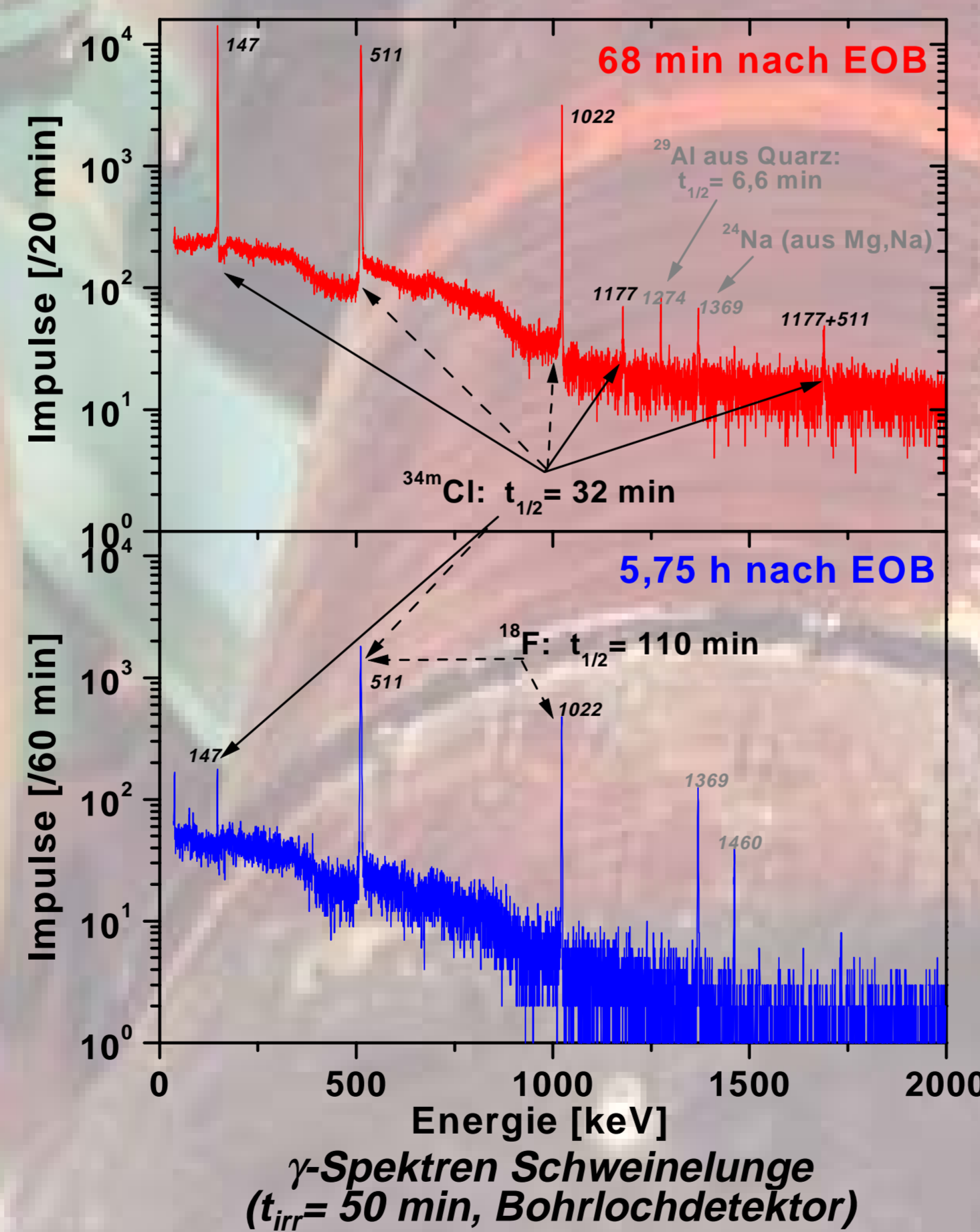


Radiochemische Abtrennung für N & O



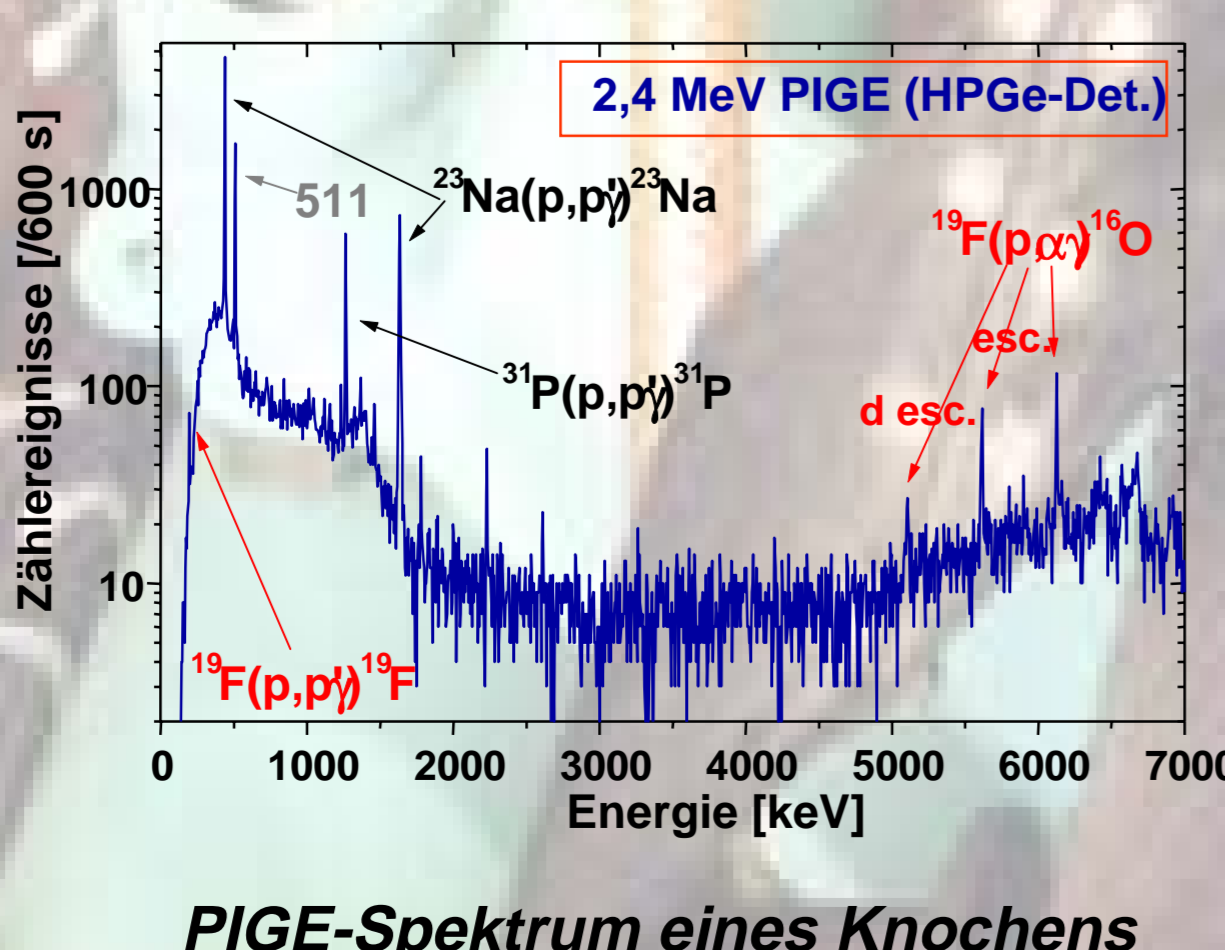
Ergebnisse

- F in organischen Matrices: Lungengewebe Problem: Cl ➤➤➤ Bestrahlungsdauer erhöhen ➤➤➤ weitere Korrektur notwendig ?
- N in Carbiden: Homogene Aktivierung gewährleistet, aber Problem: bei großen Proben & kleiner Kalibrierprobe ➤➤➤ efficiency-Korrektur notwendig (da sonst N-Unterschätzung)



Ausblick

- F mit PIGE am 2 MV-Tandembeschleuniger
- Kooperation mit TU München: F mit NAA an schneller Rohrpost des FRM II



Literatur

- [1] Ecker K. H., Dudzus T., Kipphardt H., Merchel S., Abstract MTA-11 (2004) M089.
- [2] Segebade C., Weise H.-P., Lutz G. J., Photon Activation Analysis, Berlin, New York, Walter de Gruyter (1987).
- [3] Jost P., Reimers P., Weise H.-P. Linac Bericht (1973).
- [4] Zertifikat BAM-S003, http://www.bam.de/pdf/service/referenzmaterialien/zertifikate/special_materials/bam_s003report.pdf

Danksagungen

Unser Dank gilt dem LINAC-Team der BAM, Thomas Dudzus, Christian Rauch, Wolf Görner, Uwe Reinholz und Martina Hedrich für die Unterstützung der Arbeiten. Bei den Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern der Abteilung SF6 „Spurenelementforschung“ des Hahn-Meitner-Instituts, Berlin, möchten wir uns für die tatkräftige Hilfe bei der Probenvorbereitung bedanken.