

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

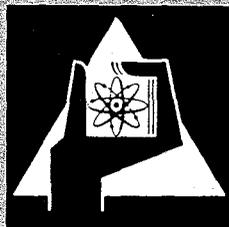
Oktober 1970

KFK 1294

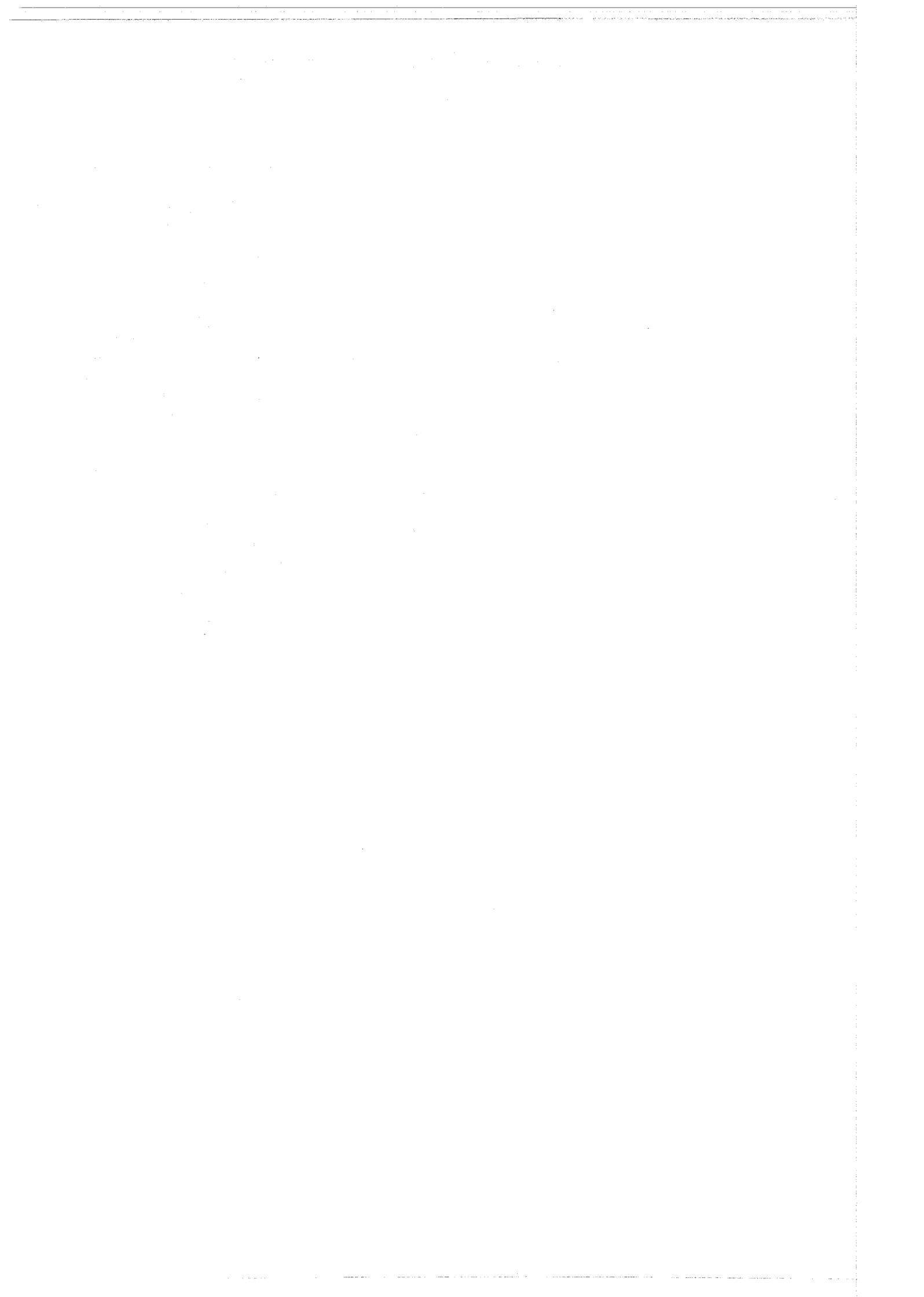
Laboratorium für Isotopentechnik

Sauerstoffbestimmung in Aluminium mit 14-MeV-Neutronen

K. Göttling, H. Vogg



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Oktober 1970

KFK 1294

Laboratorium für Isotopentechnik

Sauerstoffbestimmung in Aluminium mit 14-MeV-Neutronen⁺

von

K. Göttling und H. Vogg

⁺) Diese Arbeit wurde gemeinsam mit dem Büro EURISOTOP Brüssel im Zusammenhang mit einem Analysenprogramm für Sauerstoff in Nichteisenmetallen durchgeführt.

Gesellschaft für Kernforschung m. b. H. Karlsruhe

Zusammenfassung

Unter Verwendung eines Philips-Neutronengenerators PW 5320 (abgeschmolzene Röhre) wurden im Rahmen eines Analysenprogramms des Büros EURISOTOP, Brüssel, aktivierungsanalytische Sauerstoffbestimmungen in Aluminium durchgeführt.

Der Einfluß des Oberflächensauerstoffs wurde durch Abbeizen nach der Bestrahlung ausgeschlossen. Für zwei Proben der Firma Pechiney, Frankreich, wurde ein Sauerstoffmittelwert von 3,9 ppm, für eine Probe Duraluminium ein Sauerstoffwert von 6,7 ppm analysiert. Die Nachweisgrenze des Verfahrens liegt bei ca. 3 ppm Sauerstoff in Aluminium.

Abstract

Oxygen activation analyses in aluminium were carried out within an analytical program of the EURISOTOP Office, Brussels, using a PW 5320 sealed tube Philips neutron generator.

The influence of surface oxygen was excluded by pickling subsequent to irradiation. For two samples of the Pechiney Company, France, a mean oxygen value of 3.9 ppm, for one sample of Duraluminium an oxygen value of 6.7 ppm was determined. The limit of detection of the method is around 3 ppm oxygen in aluminium.

1. Einleitung

Die Aktivierungsanalyse, d.h. die qualitative und quantitative Bestimmung von Elementen durch Aktivierung entweder mit Neutronen oder mit geladenen Partikeln wie Protonen, Deuteronen, ^3He -Teilchen oder mit Photonen hat in den letzten Jahren einen ungeheuren Aufschwung genommen. Zahlreiche Analysen wurden durchgeführt und die Bestrahlung und Messtechnik weiterentwickelt.

Obwohl besonders für die Spurenanalyse thermische Reaktorneutronen verwendet werden, setzt sich ein Verfahren immer mehr durch, das mit Neutronen der Energie von etwa 14 MeV arbeitet, weil deren Erzeugung relativ einfach und nicht an das Vorhandensein eines Reaktors gebunden ist.

Eine der interessantesten Möglichkeiten bietet dabei die Bestimmung von Sauerstoff in Metallen. Die metallurgische Industrie ist an einer schnellen und genauen Methode zur Bestimmung von Sauerstoff sehr interessiert, da in vielen Fällen ein niedriger Sauerstoffgehalt im Metall einen bedeutenden Qualitätsfaktor darstellt.

Obwohl die konventionellen Methoden für die Sauerstoffbestimmung vor allem in Stahl zu hoher Reife entwickelt wurden, hat die Aktivierungsanalyse hier einige Vorteile. Sie ist zerstörungsfrei, kann also beliebig oft und rasch wiederholt werden. Der in der Probe enthaltene Sauerstoff wird unabhängig von seinem Bindungszustand erfasst. Es können ausserdem größere Mengen untersucht werden. Die Entwicklung handlicher Neutronengeneratoren trieb die Untersuchungen voran, so daß heute schon komplette Einheiten für die Sauerstoffanalyse für Stahl von der Industrie gebaut und betrieben werden. An der Vervollkommnung der Sauerstoffanalyse in anderen Grundmetallen wird gearbeitet.

Im vorliegenden Bericht wurde die Bestimmung von Sauerstoff in Aluminium untersucht und dazu eine weitgehend automatisierte Bestrahlungs- und Messeinrichtung zusammengestellt.

2. Methode der Analyse

Das Prinzip der Aktivierungsanalyse ist bekannt, es sei auf die zahlreiche Literatur verwiesen (z.B. 1 - 4). Auch über Sauerstoffbestimmungen in Aluminium liegen Publikationen vor (5 - 11).

Die Aktivität der erzeugten Radionuklide lässt sich durch folgende Gleichung ausdrücken

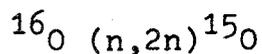
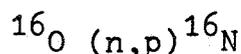
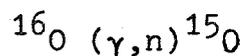
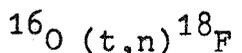
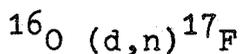
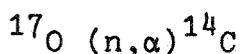
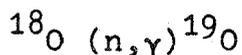
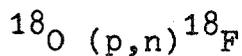
$$A = N \varnothing \sigma (1 - e^{-\lambda t_s}) e^{-\lambda t_z} \quad (1)$$

- A = Aktivität des erzeugten Radionuklids (Zerfälle \cdot sec⁻¹)
N = Anzahl der Atome des Target-Isotops in der Probe
 \varnothing = Neutronenflussdichte (n \cdot cm⁻² \cdot sec⁻¹)
 σ = Wirkungsquerschnitt der entsprechenden Reaktion (b = 10⁻²⁴ cm²)
 λ = Zerfallskonstante (sec⁻¹)
 t_s = Bestrahlungszeit (sec)
 t_z = Abklingzeit (sec)

Gleichung (1) lässt grundsätzlich eine Absolutbestimmung zu. Wegen der ungenauen Angaben über Neutronenflussdichte und Wirkungsquerschnitt wird aber meistens die Relativmethode angewendet, wobei eine Standardprobe mit bekannter Menge M und Aktivität A mit der zu untersuchenden Probe verglichen wird.

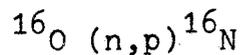
$$\frac{M}{M_x} = \frac{A}{A_x} \quad (2)$$

Theoretisch gesehen gibt es zahlreiche Kernreaktionen, mit denen eine Sauerstoffbestimmung möglich ist.



Da die Isotope für Sauerstoff ^{16}O , ^{17}O , ^{18}O zu 99,7%, 0,037% und 0,2% am Sauerstoff beteiligt sind, können Reaktionen, die von ^{17}O und ^{18}O ausgehen, unberücksichtigt bleiben.

Für 14 MeV-Neutronen eignet sich nur die Kernreaktion



deren Schwellenergie bei 10 MeV liegt. Die $^{16}\text{O}(n,2n)^{15}\text{O}$ -Reaktion besitzt eine Schwellenergie von 16 MeV und kommt daher nur für noch höher energetische Neutronen infrage.

Wie aus dem Zerfallschema von ^{16}N zu ersehen ist, werden Gammaquanten mit den hohen Energien von 6,13, 6,90, 7,11 MeV (Abb. 1) emittiert. Obwohl auch Beta-Strahlen hoher Energie emittiert werden, diskriminiert man vernünftigerweise wegen der geringen Gammaabschwächung in der Probe nach den Gamma-Energien. ^{16}N besitzt nur eine sehr kurze Halbwertszeit von 7,1 sec. Dies erfordert einen schnellen Transport in Form einer Rohrpost vom Generator zur Messeinrichtung, erlaubt aber auch kurze Bestrahlungs- und Messzeiten.

3. Nebenreaktionen

Bei der Aktivierung der Matrix, in unserem Fall der Aluminiumprobe, wird nicht nur der evtl. vorhandene Sauerstoff aktiviert, sondern auch alle anderen in der Matrix vorhandenen Stoffe können durch Kernreaktion zur Gesamtaktivität beitragen.

Die in der folgenden Tabelle angeführten Reaktionen treten bei der Aktivierung von Aluminium mit 14 MeV-Neutronen auf:

Reaktion	Wirkungsquerschnitt in mb	Entstehende Nuklide	
		Halbwertszeit	γ-Energien in MeV
$^{27}\text{Al}(n,\gamma)^{28}\text{Al}$	0,5	2,3 min	1,78
$^{27}\text{Al}(n,p)^{27}\text{Mg}$	70	9,45min	0,84; 1,01
$^{27}\text{Al}(n,\alpha)^{24}\text{Na}$	110	15 h	2,75; 1,37

Abbildung 2 zeigt das Energiespektrum einer aktivierten Aluminiumprobe, gemeinsam mit dem γ-Spektrum von ^{16}N .

Bei kurzen Bestrahlungszeiten und Diskriminierung der Gamma-Energien über 4,5 MeV stören ^{28}Al und ^{27}Mg den Nachweis des ^{16}N nicht. ^{24}Na dagegen trägt wegen seiner hohen γ-Energien durch Summenpeakbildung sogar im Bereich über 4,5 MeV zur Aktivität bei und kann den Gehalt an ^{16}N verfälschen. Dieser Effekt wird wegen der relativ langen Halbwertszeit des ^{24}Na von 15 Stunden besonders bei mehrfacher Aktivierung einer Probe in einer kontinuierlichen Erhöhung der Nullrate deutlich. Unter diesen Umständen erwies sich eine Bestrahlungszeit von 5 sec als optimal. Die aktivierte Probe wurde nach einer Vorbehandlung (s. Abschnitt 8) 30 Sekunden lang ausgemessen. Nach einer Verzögerung von 1 Minute erfolgte dann zur Korrektur die Registrierung des Nulleffektes. Dieser betrug bei ebenfalls 30 Sekunden Messzeit 10 Impulse.

4. Neutronengenerator

Zur Erzeugung der 14-MeV-Neutronen wurde ein Philips-Generator PW 5320 mit einem abgeschmolzenen Beschleunigungsrohr verwendet. In dieser Röhre wird die Reaktion $^3\text{H}(d,n)^4\text{He}$ ausgenutzt, die schon bei einer Deuteronenenergie von 110 keV das sehr hohe Maximum ihres Wirkungsquerschnittes und eine sehr hohe Energietönung be-

sitzt. Im Prinzip besteht die Neutronenröhre (Abb. 3a) aus einem einstufigen Beschleunigungssystem, bei dem ein Gemisch Deuterium/Tritium auf ein mit Tritium okkludiertes Titantarget geschossen wird. Dabei werden schnelle Neutronen mit hoher Ausbeute ($>3 \cdot 10^{10}$ n/sec bzw. $2 \cdot 10^9$ n/cm² sec) und der schmalen Energiebreite von 13,4 bis 14,7 MeV erzeugt.

Die von O. Reifenschweiler (12) entwickelte Röhre arbeitet im Ionenquellenteil und im Beschleunigungsteil bei einem Druck von 10^{-4} Torr. Deuteronen und Tritonen werden in einer Penningionenquelle erzeugt. An der Beschleunigungselektrode liegt eine Gleichspannung von 150 kV, der maximale Targetstrom beträgt dabei 1,5 mA. Der Ionenstrom hat am Target einen Durchmesser von 3 - 4 cm. Das Target regeneriert sich selbst. Dadurch ist es möglich, die Lebensdauer des Targets auf etwa 1000 Stunden zu verlängern und die hohe Neutronenausbeute nahezu konstant zu halten. Die eigentliche Röhre befindet sich eingebettet in einem Metallzylinder von 15 cm Durchmesser und 65 cm Länge (Abb. 3b). Das Target wird während des Betriebes von einer Wasserschicht gekühlt (8 - 10 l / sec).

Der Hochspannungserzeuger ist vom Beschleuniger durch eine 100 cm dicke Betonabschirmung getrennt. Das Bedienungspult befindet sich ausserhalb des Bestrahlungsraumes.

Die im Laboratorium für Isotopentechnik selbst entwickelte Rohrpostanlage (R. Ehret, H. Domberg, H. Lohner), KFK-Report 1293) ermöglicht die Bestrahlung in größtmöglicher Targetnähe: die Probenunterseite ist nur 2,5 mm vom Target entfernt. Das Rabbit kann Probenkörper beliebiger Höhe mit Durchmessern bis zu 4,5 cm an seiner Vorderseite transportieren und sie frontal auf die Targetabdeckung bringen.

In der vorliegenden Form vereint diese Bestrahlungseinrichtung einige wesentliche Vorteile gegenüber offenen gepumpten Neutronenröhren und verschiedenen Transportsystemen. Bei offenen Röhren sind die Targets nach wenigen Stunden ausgebrannt und müssen ausgewechselt werden; hinzu treten Probleme der Herstellung eines Hochvakuums. Rotierende Probenhalterungen garantieren zwar

eine homogene Aktivierung, erlauben aber wegen der größeren Abstände vom Target nicht die höchstmögliche Bestrahlungsintensität. Bei pneumatischen Systemen, in denen die Probe ohne Rabbit bewegt wird, ist man auf eine bestimmte Probengröße festgelegt. Damit wird die Empfindlichkeit begrenzt.

5. Neutronenflußuntersuchungen

Zur Feststellung der Homogenität der Neutronenflußdichte wurden experimentelle Untersuchungen angestellt. Dabei wurde die Reaktion $^{63}\text{Cu}(n,2n)^{62}\text{Cu}$ ausgenützt und die Vernichtungsstrahlung von ^{62}Cu (Halbwertszeit 9,9 min) ausgemessen. Zur Überprüfung der Rotations-symmetrie wurden schmale Kupferbänder senkrecht zueinander über dem Target verspannt und aktiviert, in gleich große Plättchen verteilt und deren spezifische Aktivität bestimmt. Abbildung 4 zeigt, daß sich die Maxima der der Neutronenflußdichte proportionalen Messgröße genau im Zentrum des Targets befinden; das bedeutet, daß der Deuteronenstrahl in der Röhre gut fokussiert war. Die Verteilungen gleichen den für kreisförmige Targets berechneten Flussverteilungen (13). Ebenso wurde die Flussverteilung in 0, 1, 2 cm Höhe über der Targetabdeckung bestimmt (Abb. 5). Ausserdem wurden Kurz- und Langzeitkonstanz der Röhre überprüft. Diese war so gut, daß auf das Mitbestrahlen eines Flussmonitors verzichtet werden konnte. Trotzdem wurden nach Einbau einer zweiten Röhre während der Bestrahlung Flussmessungen mit einem Long-Counter durchgeführt.

6. Bestrahlungs- und Messeinrichtung

Für die Durchführung von Routineuntersuchungen ist eine weitgehende Automatisierung der Analyse anzustreben. Unter diesen Aspekten wurde die Anlage aufgebaut. Abbildung 6 zeigt den Informationsfluss in der Bestrahlungs- und Messanordnung, Abbildung 7 gibt das zugehörige Schaltschema und die Impulsfolge für einen Analysengang wieder.

Ca. 1 Minute vor Beginn der Probenbestrahlung wird die Neutronenröhre in Betrieb genommen. Durch einen Kontakt in der Rohrpost schaltet das Rabbit beim Einschuss Timer I für Registrierung der Bestrahlungszeit ein, gleichzeitig beginnt der Longcounter mit der Neutronenflußmessung. Nach Ende der Bestrahlung werden beim Herausschießen der Probe Timer I und Longcounter gestoppt, gleichzeitig der Generator angeschaltet und Timer II gestartet. Letzterer registriert eine einstellbare Pausenzeit, die zur Weiterbehandlung der Probe nötig ist. Das Ausschalten des Generators erfolgt, weil bei laufendem Generator der Nulleffekt oberhalb 4,5 MeV 400 Imp./Min., bei ausgeschaltetem Generator 10 Imp./Min. beträgt. Nach Ablauf der Pausenzeit beginnt der Multikanalanalysator Didac 800 mit dem Messzyklus, der mit der Integration des Spektrums und dem Ausdrucken der Impulse abgeschlossen wird. Als Detektor wurde ein NaJ(Tl)Kristall 4" x 3" verwendet; das Spektrum konnte mit einem X-Y-Schreiber aufgezeichnet und mit einem Schnelldrucker digital ausgegeben werden. Abbildung 8 zeigt den vollständigen Bedienungsteil der Bestrahlungs- und Messeinrichtung, Abbildung 9 den Beschleuniger im abgeschirmten Betonbunker. Die Anordnung aller Geräte im Bedienungs- und Bestrahlungsraum zeigt die Abbildung 10.

Die Generatorröhre ist allseitig abgeschirmt. Zwischen Neutronenquelle und Bedienungsraum befindet sich eine nahezu 300 cm starke Betonwand. Vor dem Einschalten des Generators ertönt ein Warnsignal, eine Warnlampe über der Tür zum Bestrahlungsraum zeigt den Betrieb der Röhre an. Wird die Tür während der Bestrahlung geöffnet, schaltet sich der Generator automatisch ab.

7. Proben- und Standardherstellung

Aus Geometriegründen wurden zylindersymmetrische Probeformen gewählt mit einem Durchmesser von 30 mm und einer Höhe von 10 mm. In Targetnähe ist dabei am äusseren Rand noch 50% der Neutronenflussdichte im Zentrum verfügbar, während in 10 mm Höhe in der Mitte der Deckfläche der Probe noch 30% des Flusses registriert werden.

Die Probenkörper müssen sehr sauber und trocken gedreht werden, um zusätzliche Oberflächenverunreinigungen zu vermeiden. Die zu untersuchenden Aluminiumproben wurden bei 2100 Umdrehungen/Min. und 2/100 mm Vorschub mit einem Drehmeißel aus Hartmetall bearbeitet.

Bei der Herstellung des Standards wird von gleichen geometrischen Abmessungen von Probe und Standard ausgegangen und die Methode des inneren Standards bevorzugt, da hierbei die Gewähr für eine möglichst geringe Abweichung vom physikalischen und chemischen Verhalten der Probe gegeben ist. Bei der Sauerstoffbestimmung in Metallen bieten sich als Zusätze zur inneren Standardisierung die entsprechenden Metalloxide an.

In der vorliegenden Arbeit wurde aufgrund der oben stehenden Überlegungen folgender Weg beschritten: In Aluminiumkapseln von 1 mm Wandstärke und den Massen 30 x 10 mm wurden Aluminiumscheiben von 1 mm Dicke eingesetzt. In Kapsel 1 wurden die Platten nicht weiter behandelt. Sie diente als Nulleffektstandard zum Abzug des nichtbestimmbaren Oberflächensauerstoffs und um Veränderungen der eigentlichen Standards zu verfolgen. Bei Standard 2 wurden zwischen die Platten 16,6 mg Aluminiumoxid (entsprechend 7,8 mg Sauerstoff) eingestreut. Bei Standard 3 wurden die Aluminiumplatten 3 Stunden lang im Muffelofen bei 550 °C oxidiert, anschließend ausgewogen (die Zunahme an Sauerstoff betrug 4,8 mg) und in die dritte Kapsel gefüllt. Standard 4 enthielt zwischen die Platten eingestreut 23,5 mg hochreines Phenacetin ($C_{10}H_{13}NO_2$, entsprechend 4,2 mg Sauerstoff). Die für die Standards 2 - 4 erhaltenen Impulsraten pro mg Sauerstoff ergaben, nach Korrektur durch den Nulleffektstandard, folgende Werte:

	Impulse/30 sec mg Sauerstoff
Standard 2	164
Standard 3	136
Standard 4	147
Mittelwert	149

Für alle verwendeten Standards ist eine gute Übereinstimmung festzustellen. Die gefundenen spezifischen Impulsraten unterlagen auch über längere Zeit keinen nachweisbaren Veränderungen.

8. Sauerstoffbestimmung

Nach der Bestrahlung der Aluminiumprobe steht nur eine kurze Zeitspanne zur Verfügung, um den Oxidsauerstoff an der Oberfläche der Probe abzuweizen. Wird dies nicht getan, so wird für Aluminium ein Sauerstoffwert von etwa 25 ppm analysiert.

Infolge der hohen Affinität zum Sauerstoff bildet sich auf frisch gebeiztem Aluminium sofort eine Oxidschicht von einigen Moleküllagen, deren Wachstum vom Reinheitsgrad des Aluminiums und den äusseren Bedingungen wie Temperatur und Feuchte abhängen. Die Endstärke liegt zwischen 0,01 und 0,015 μ (14). Es wurden Sauerstoffwerte auf der Oberfläche von etwa 0,5 $\mu\text{g} / \text{cm}^2$ (15) bis 4,9 $\mu\text{g} / \text{cm}^2$ (16) gefunden.

Verglichen mit den zu erwartenden Matrixsauerstoffwerten führt dies, lässt man den Oberflächensauerstoff unberücksichtigt, zu Fehlanalysen. Die Al_2O_3 -Schicht auf der Probe wird deshalb nach der Bestrahlung entfernt. Für diesen Vorgang wurden etwa 10 sec benötigt. Zwischen Abheben der Probe von der Röhre und Auflegen auf den Detektor vergehen insgesamt 15 sec.

Aus der Praxis der anodischen Oxidation von Aluminium sind Verfahren zur Entfernung von Oxidschichten bekannt. Zum Abweizen der Oberflächen werden im technischen Verfahren Natronlauge, Salpetersäure, Salpetersäure-Fluoridgemische und speziell von der chemischen Industrie hergestellte alkalische Salze mit Netzmitteln und Inhibitoren verwendet.

Nach (17) wurde die Beize mit 177 g NaOH/l bei 80 °C angesetzt. Um den zögernden Angriff zu beschleunigen, wurde die Probe kurz vor der Bestrahlung ebenfalls auf 80 °C gebracht. Damit konnte

innerhalb von 5 sec eine vollständige Entfernung der Oberflächenoxidschicht ermittelt werden (Abb. 11). Die Probe wurde anschließend kurz in Wasser gespült und dann ausgemessen.

9. Ergebnisse

Zunächst wurde anhand des Standards 3 für eine Bestrahlungszeit von exakt 5 Sekunden an 5 aufeinanderfolgenden Tagen die Reproduzierbarkeit der erhaltenen ^{16}N -Impulsraten bei einer Messzeit von 30 Sekunden überprüft. Die Ergebnisse sind nachfolgend zusammengestellt:

	^{16}N -Zählrate Imp/30 sec	Neutronenfluß Imp/30 sec
1. Tag	1039	81318
2. Tag	1035	78323
3. Tag	1036	76941
4. Tag	1016	77450
5. Tag	1040	77981
Mittelwert	1033	78403

Wie obige Werte zeigen, ist eine sehr gute Reproduzierbarkeit gewährleistet. Die Konstanz der Neutronenröhre ist so gut, daß auf die Neutronenflußmessung im Prinzip verzichtet werden kann. Bei den folgenden Versuchen wurde daher der Neutronenfluß nur zur Sicherheit noch mitregistriert, in die Ergebnisse eingerechnet wurden die Flußwerte nicht.

Der ^{16}N -Mittelwert von 1033 Imp/30 sec für Standard 3 ist noch um 374 Imp/30 sec zu verringern, das ist der ^{16}N -Wert vor der Oxidation. Somit ergeben sich als Standardwert 659 Imp/30 sec bei einem Sauerstoffanteil von 4,84 mg = 149 Imp/30 sec mg O (s.S. 8).

Analysiert wurden folgende Aluminiumproben:

- a) Pechiney 99,5% 1 J Gewicht 19,1062
- b) Pechiney 99,5% 2 T Gewicht 18,9531
- c) Duraluminium Gewicht 19,8912

Jede Probe wurde bei einer Bestrahlungszeit von 5 Sekunden sechs mal analysiert, wobei der Abstand aufeinanderfolgender Bestimmungen mindestens 2 Tage betrug.

Folgende Ergebnisse wurden erhalten:

	Probe a		Probe b		Probe c	
	^{16}N -Zählrate Imp/30 sec	Neutronenfluß Imp/30 sec	^{16}N -Zählrate Imp/30 sec	Neutronenfluß Imp/30 sec	^{16}N -Zählrate Imp/30 sec	Neutronenfluß Imp/30 sec
Analyse 1	9	75787	6	75294	22	79440
Analyse 2	16	76914	14	76227	24	79808
Analyse 3	14	71614	8	71327	13	79506
Analyse 4	14	80121	11	81092	12	79380
Analyse 5	10	78984	9	80205	22	79864
Analyse 6	14	77404	7	78852	27	80206
Mittelwert	13 ± 3	76804	9 ± 3	77166	10 ± 6	79701

Der Nulleffekt, gemessen im Anschluß an die ^{16}N -Bestimmung, betrug jeweils 10 Imp/30 sec und ist in obigen Werten berücksichtigt.

Verwendet man für die Konzentrationsberechnung Sauerstoff in Aluminium den Mittelwert der Standards 2 - 4 (s.S. 8), so ergeben sich für die 3 Aluminiumproben folgende Sauerstoffgehalte:

- a) Pechiney 99,5 % 1 J 4,6 ppm
- b) Pechiney 99,5 % 2 T 3,2 ppm
- c) Duraluminium 6,7 ppm

10. Genauigkeit

Die Genauigkeit der Messungen kann durch eine Reihe von Faktoren beeinflusst werden. Die Fehler ergeben sich in erster Linie aus Änderungen von Geometriefaktoren und den statistischen Fehlern, die bei der Bestrahlung und Auswertung auftreten. Durch die Rotationssymmetrie der großen Proben und die Art der Probenhalterung am Rabbit traten Bestrahlungsfehler durch Änderungen der Geometrie kaum in Erscheinung. Auch beim Ausmessen auf dem 4" x 3" großen Detektor brachten wenige mm große Abweichungen aus der Mittellage keine nachweisbare Änderungen der Impulsrate. Ebenso gibt das Abbeizen des Oberflächensauerstoffs (entsprechend Abb.11) zu keinen Störungen Anlaß. Die Fehler setzen sich somit hauptsächlich aus den statistischen Fehlern der Aktivitäten von Standard und Probe zusammen, wenn der Neutronenfluß, wie die Einzelergebnisse beweisen, konstant bleibt. Auf diese Weise errechnen sich für obige Analysenwerte Fehler, die bei ca. 30 % liegen.

Da die beiden Pechineyproben aus derselben Charge stammen, kann eine weitere Mittelwertbildung erfolgen und für dieses Material demnach ein Wert von 3,9 ppm angegeben werden.

Herrn Rieber sei an dieser Stelle für die sorgfältige Durchführung der Messungen herzlich gedankt.

Literatur

- 1 TAYLOR, D.: Neutron Irradiation and Activation Analysis
Georges Newnes Limited, London, (1964)
- 2 BAUMGÄRTNER, F.: Tabelle zur Neutronenaktivierung
Thiemig-Verlag München, Bd. 4, (1967)
- 3 SCHULZE, W.: Neutronenaktivierung als analytisches Hilfs-
mittel, Die Chem. Analyse, Band 50, (1962)
- 4 LYON, W.S.: Guide to Activation Analysis
D.v.Nostrand Co., London, (1964)
- 5 HOSTE, J., DE SOETE, D. and SPEECKE, A.: The Determination
of Oxygen in Metlas by 14-MeV-Neutron Activation Analysis
EUR 3565e, (1967)
- 6 DUGAIN, F., ANDE, M. SPEECKE, A.: Determination of the
oxygen content of aluminium by 14 MeV neutron activation.
Effects of surface Removal after Irradiation
Radiochem. Radioanal. Letters 4, 2, 35 - 41 (1970)
- 7 GIBBONS, D., OLIVE, G., SEVIER, P.? DEUTSCHMANN, J.E.:
Determination of the Oxygen Content of Aluminium by
14 MeV Neutron Radioactivation Analysis,
J. Inst. Metals, 95, No. 9, 280 - 283 (1967)
- 8 SAWAI, T., ALBERT, P.: Activation Analyiss of Oxygen in
Aluminium by Using Alpha and He-3-Particles
Radioisotopes (Tokyo), 16, 509 - 513 (1967)
- 9 BRUNE, D., JIRLOW, K.: Determination of Oxygen in Aluminium
by Mea of 14 MeV Neutrons with an Account of Flux Attenuation
in the Sample
J. Radioanal. Chem. 2, 49 - 54 (1969)

- 10 HARRIS, W.F.: An Investigation of fast Neutron Activation Analysis for Determination of Oxygen in Metals
Talanta, 11, 1376 - 1380 (1964)
- 11 DEYRIS, M., ALBERT, P.: Possibilities for Determination of Oxygen in Aluminium by Irradiation with Alpha-Particles, Compt.Rend., Ser. C, 262, 1675 - 1678 (1966)
- 12 REIFENSCHWEILER, O.: Nucleonics, 18, No. 12, 69 - 71, (1960)
- 13 OP DE BEECK, J.P.: J. Radioanal.Chem. 1, 313, (1968)
- 14 SCHENK, M.: Werkstoff Aluminium und seine Anodische Oxydation
A. Franke-Verlag, Bern (1948)
- 15 QUAGLIA, L. ROBAYE, G.: Analyse par Reaction Nucleaire de l'oxygene et du Carbone en Couche mince à la surface des Metaux
Nuclear Instr. and Methods, 68, 315 - 324, (1969)
- 16 LEONHARDT, W.: Bestimmung des Oberflächensauerstoffs auf Metallen durch Aktivierung im Reaktor
Anal.Chem.Acta, 32, 355 - 369, (1965)
- 17 HÜBNER-SCHILDKNECHT: Die Praxis der anodischen Oxydation des Aluminiums, Aluminium-Verlag, Düsseldorf, (1956).

Zerfallschema von $^{16}_7\text{N}$ (entnommen aus 5.)

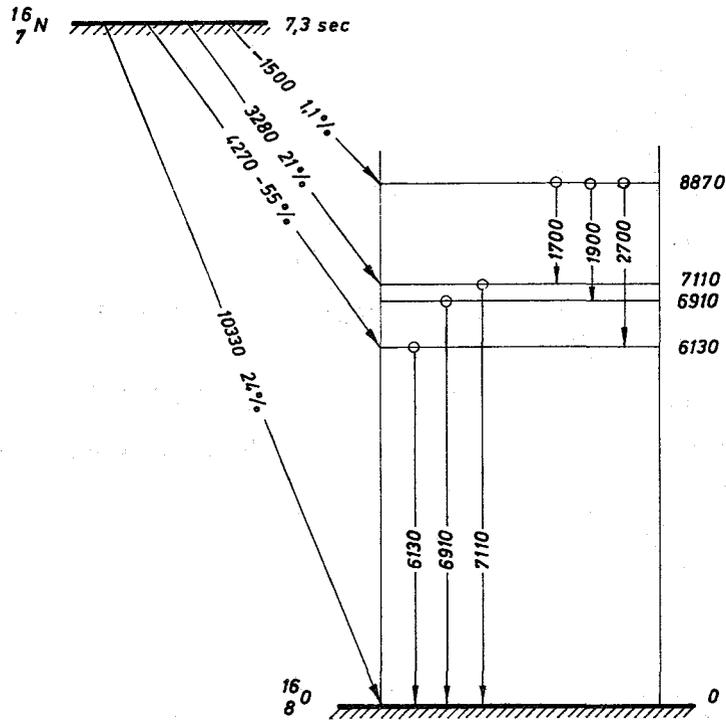


Abb. 1

Energiespektrum einer bestrahlten Al-Probe und γ -Spektrum von $^{16}_7\text{N}$

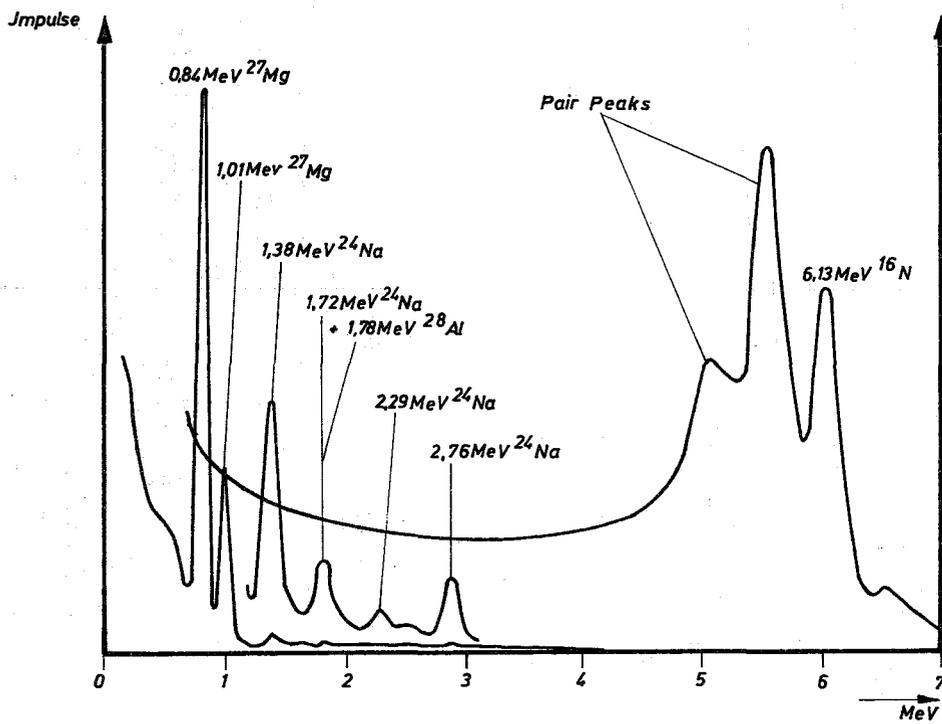
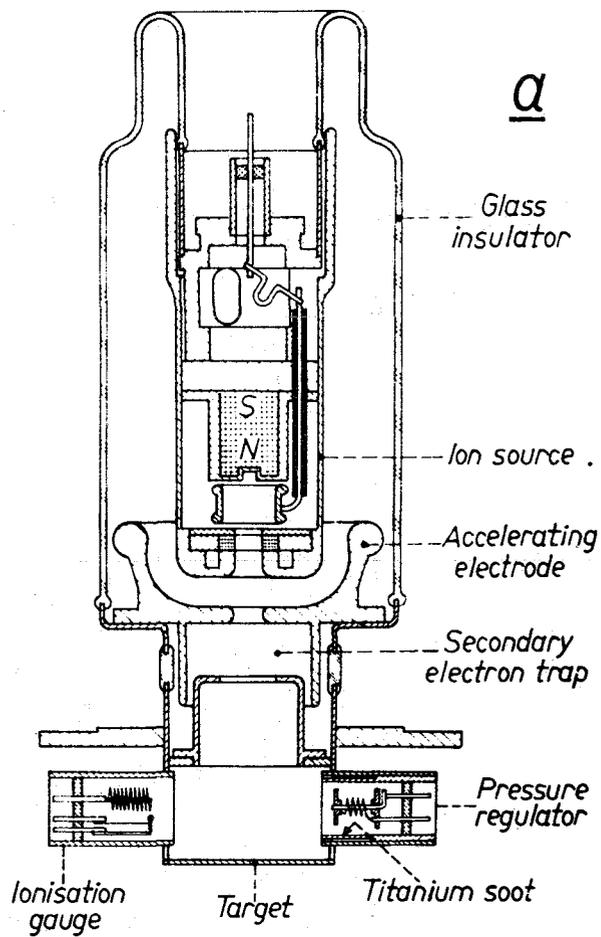
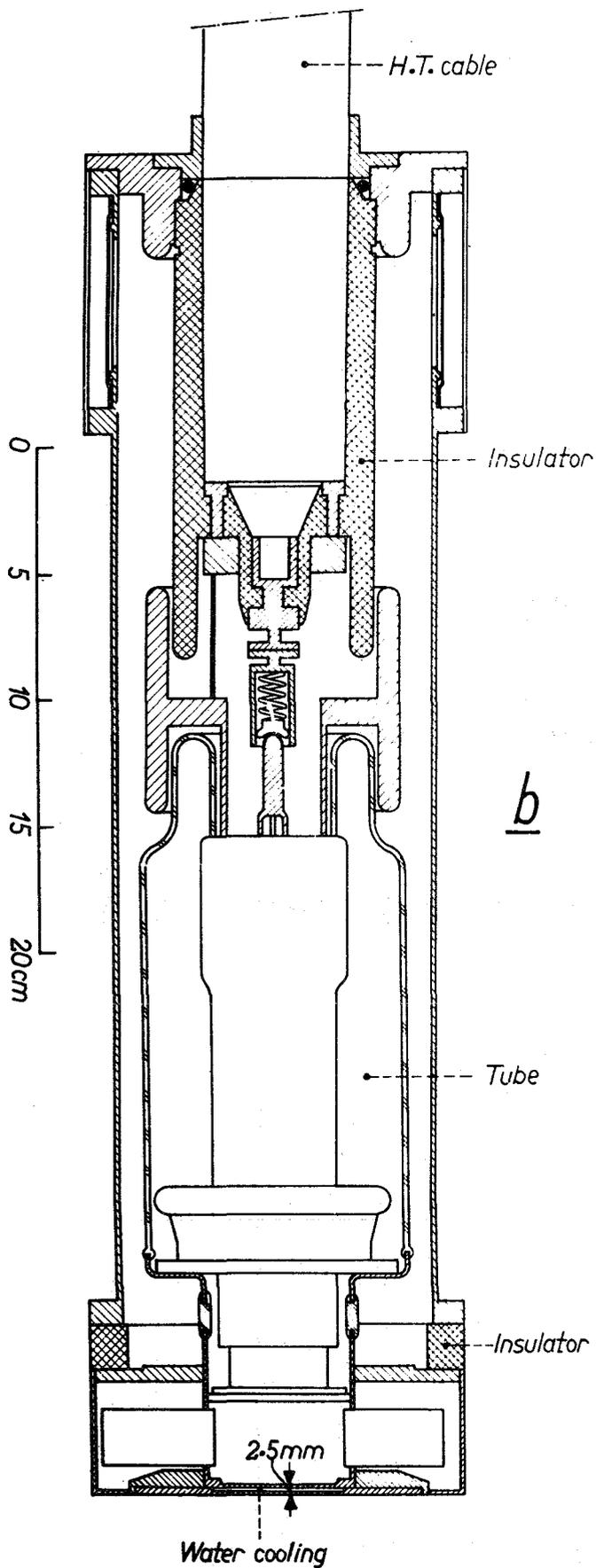
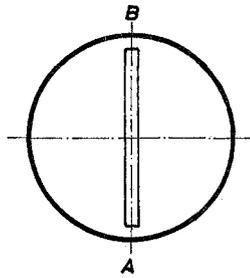


Abb. 2

Abb.3 Philips-Neutronenröhre PW 532D

a Glasteil
b Gesamtanordnung





Abstand von der
Targetabdeckung
0 cm

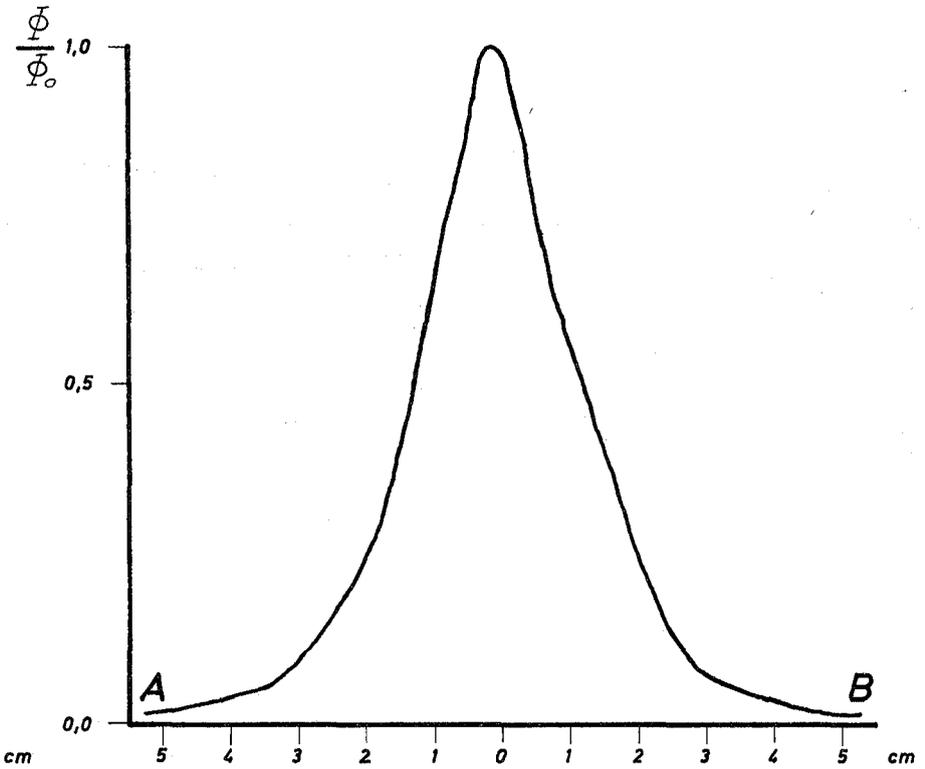
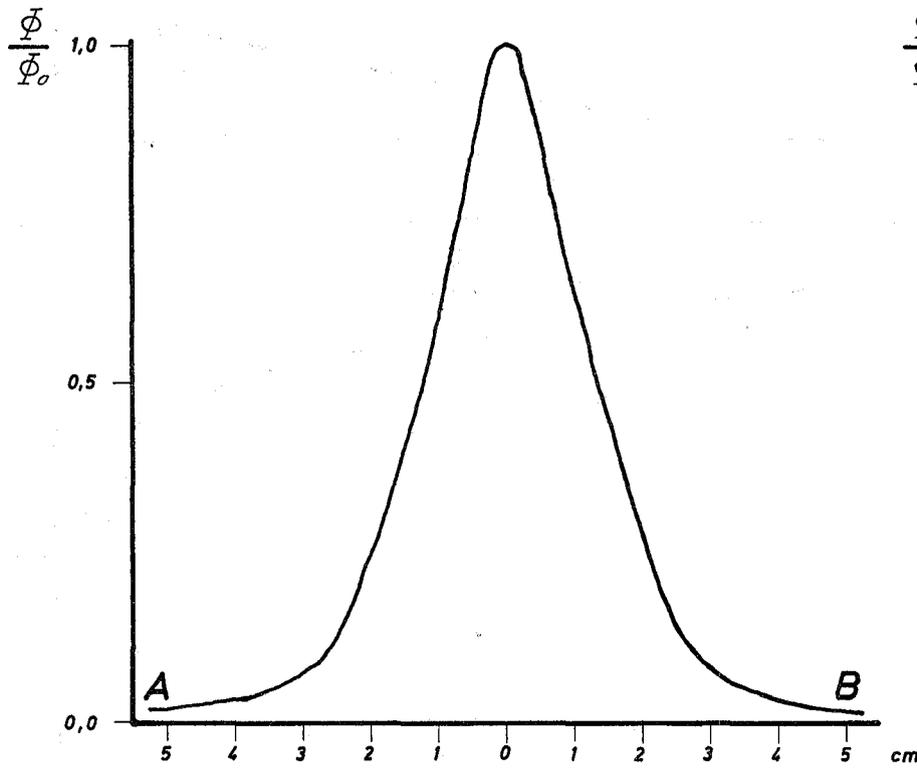
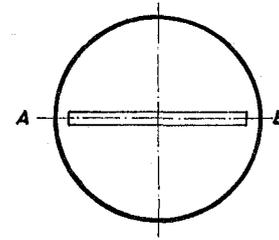


Abb. 4

Normierte Neutronenflußverteilung über dem Target

Neutronenflußverteilung über der

Targetabdeckung

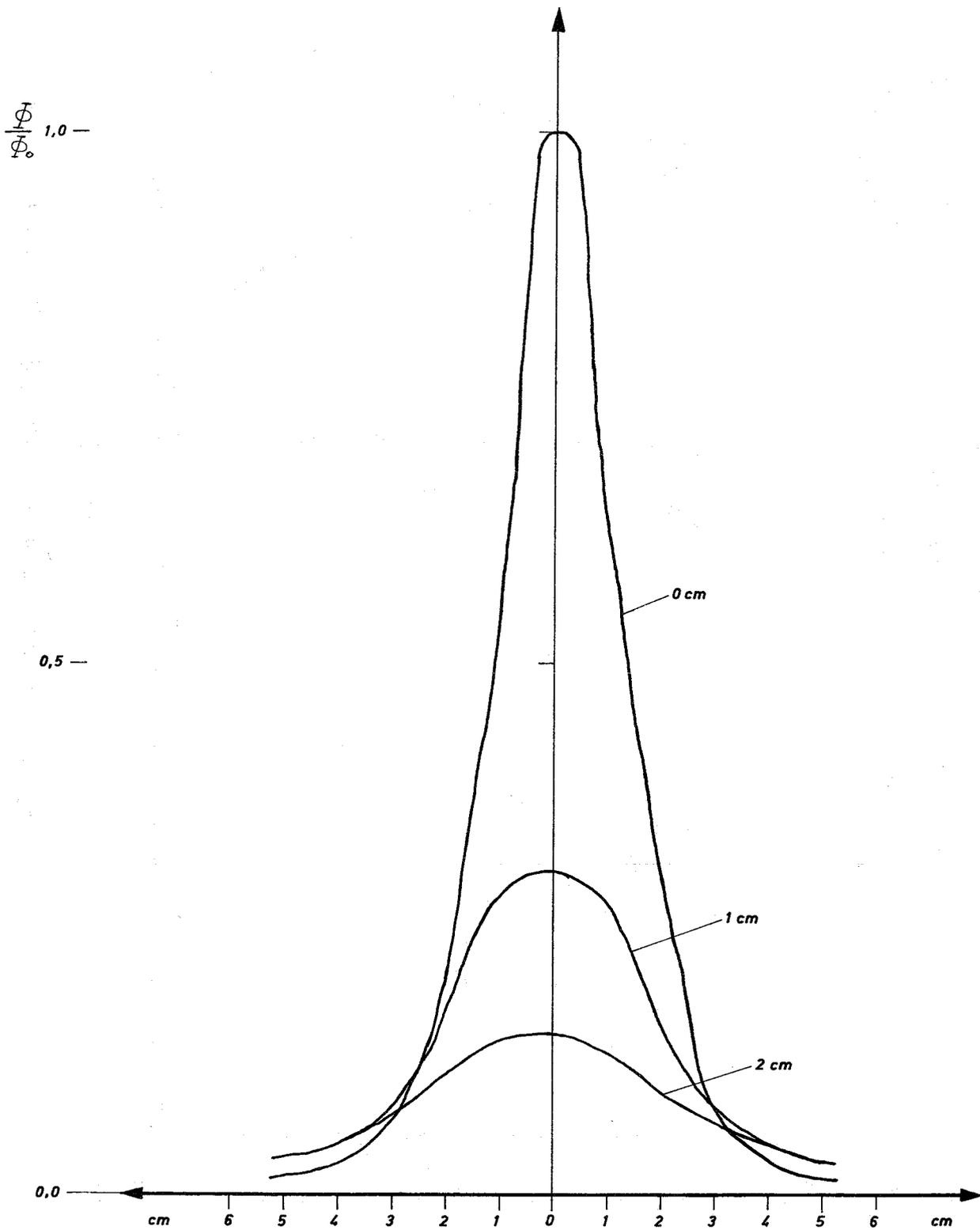


Abb. 5

Informationsfluß in der Bestrahlungs- und Meßeinrichtung

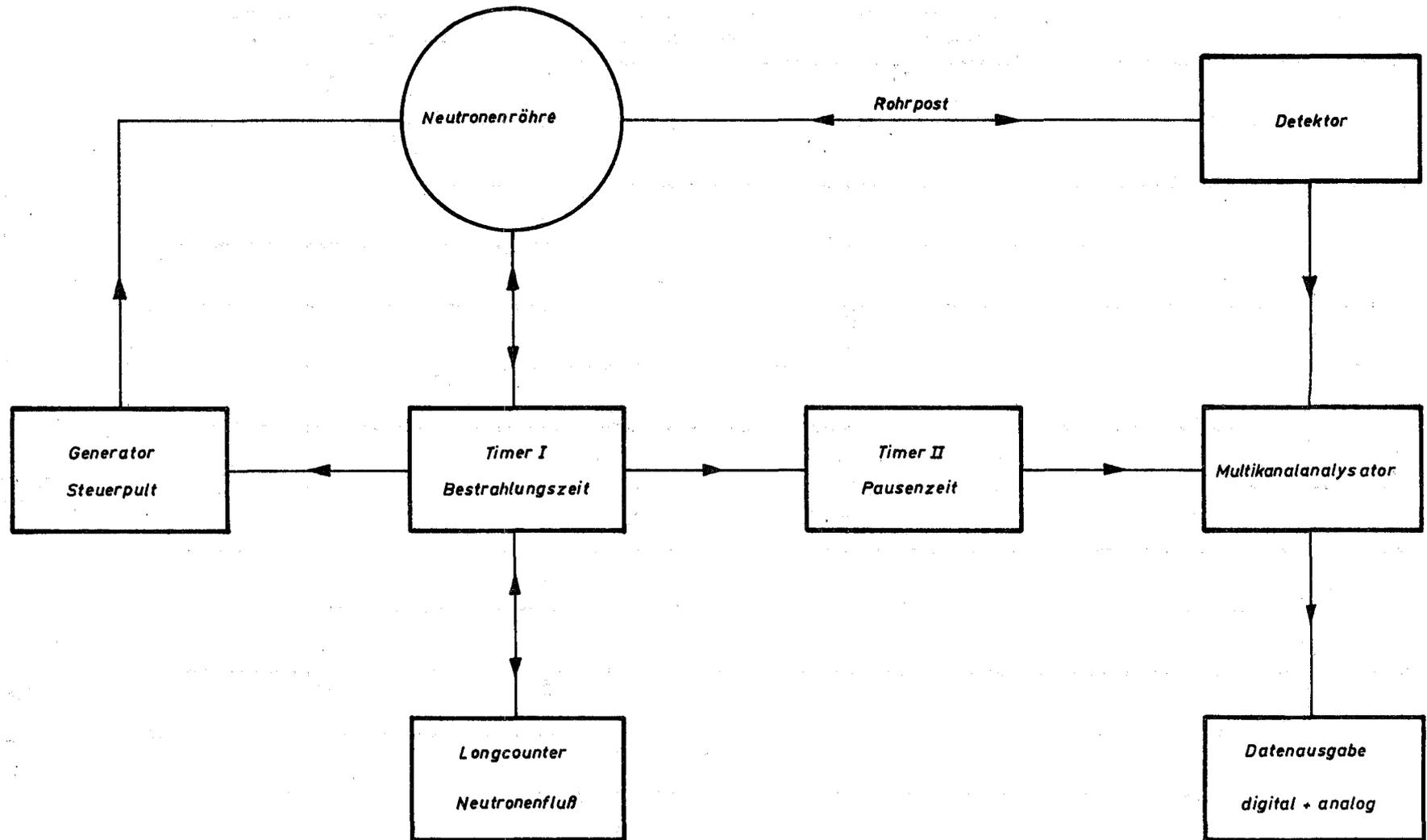


Abb. 6

Schaltschema und Impulsfolge für einen Bestrahlungs - Meßzyklus

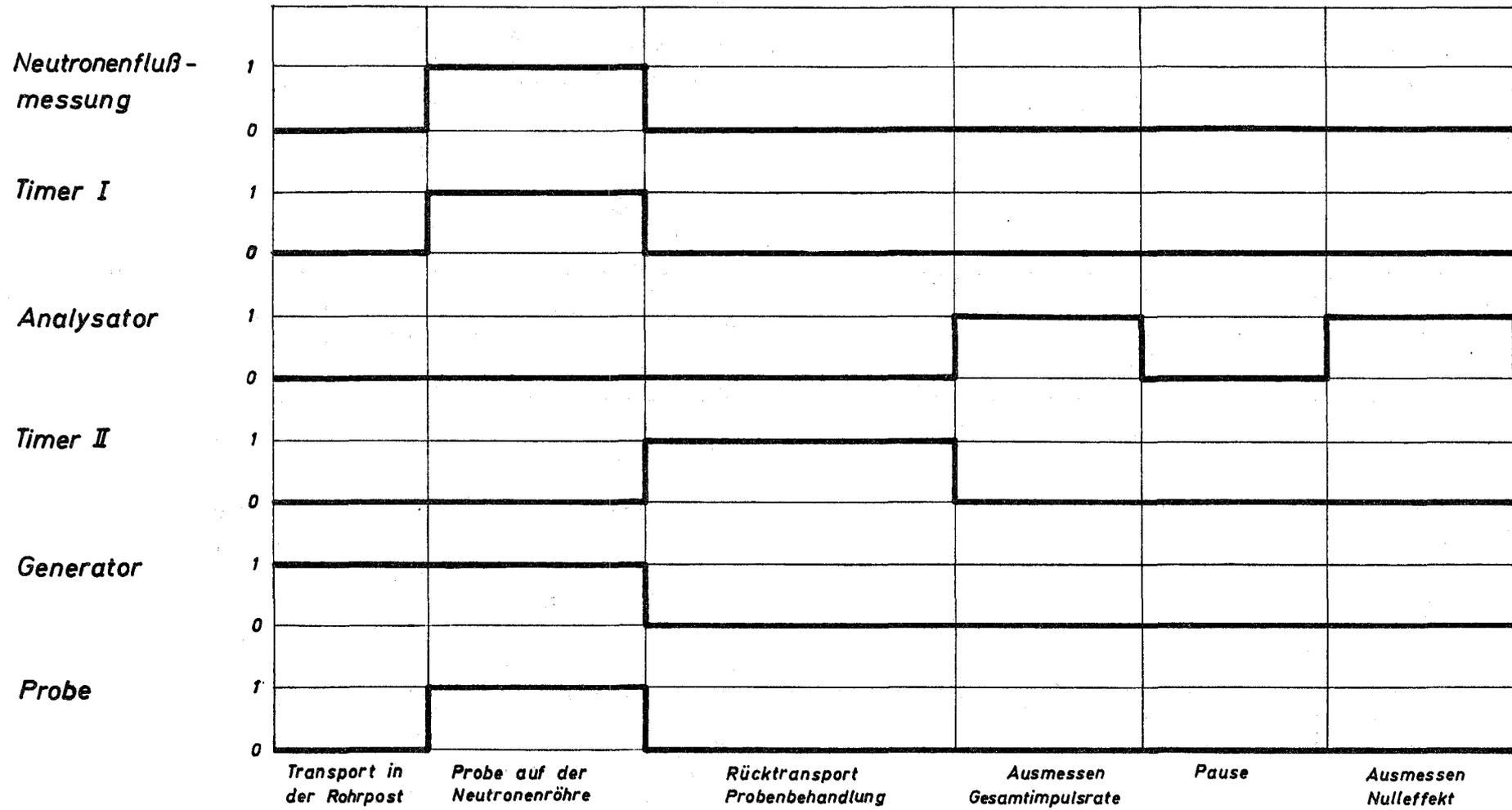


Abb. 7

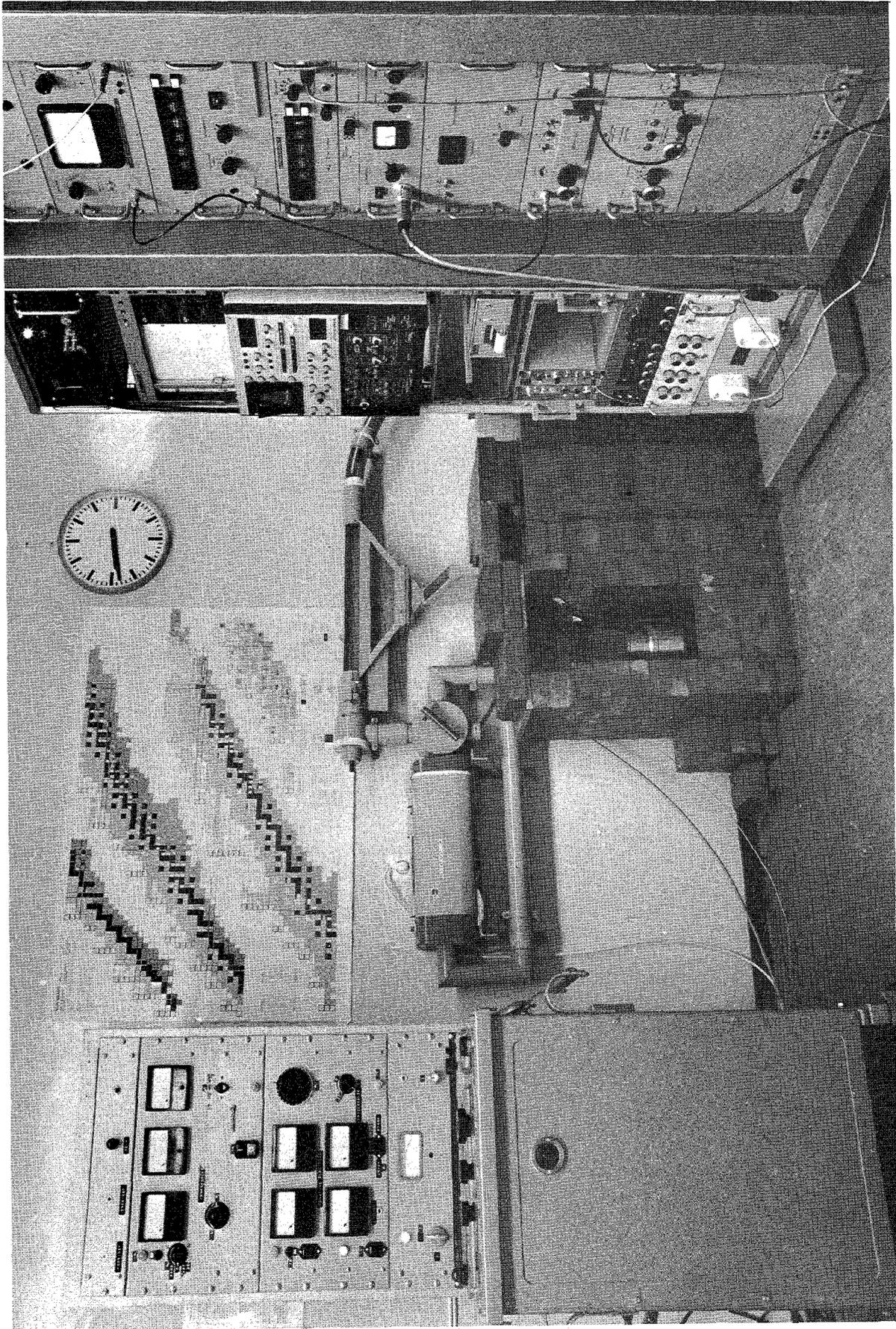


Abb. 8: Bedienungsteil der Bestrahlungs- und Messeinrichtung

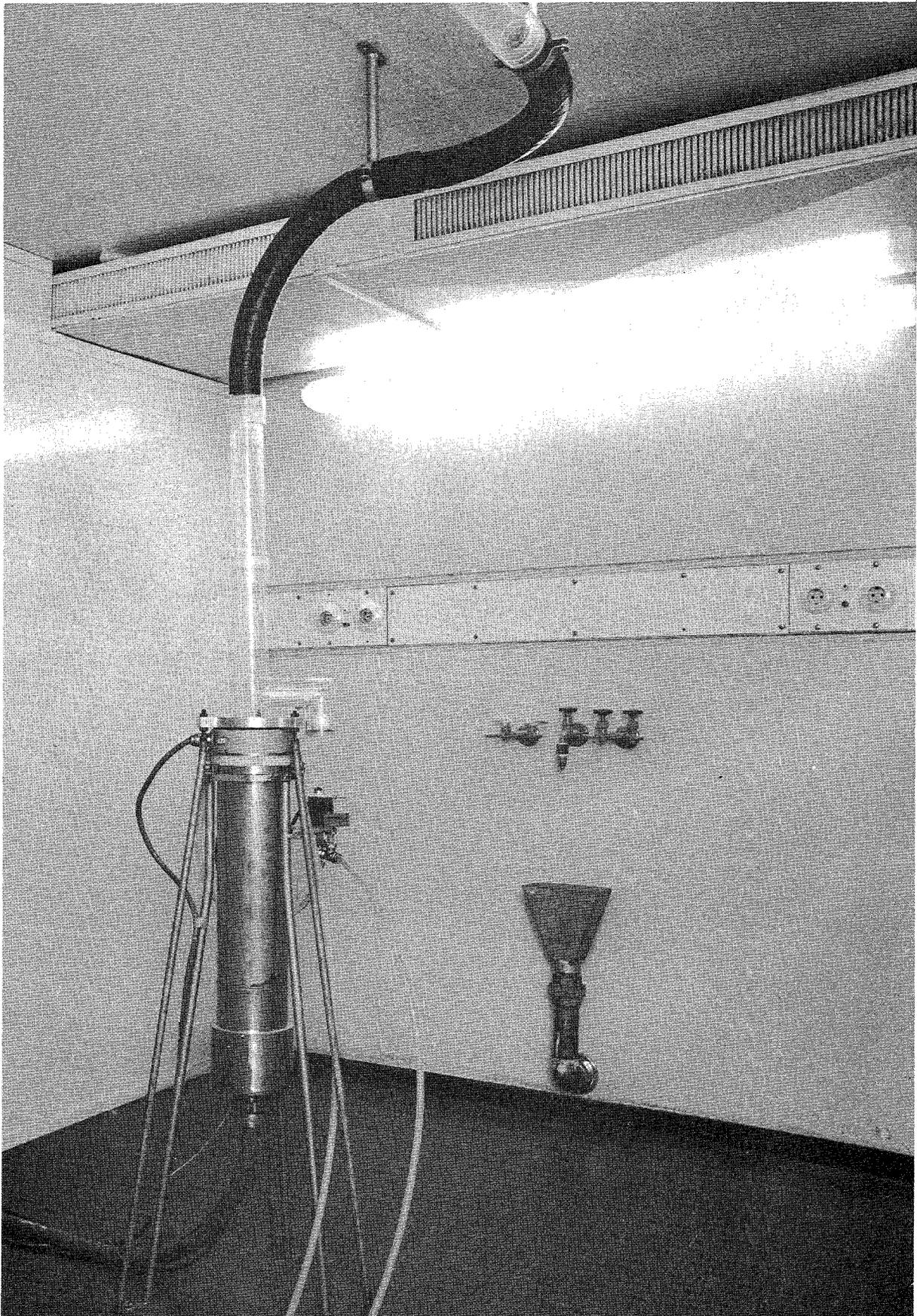


Abb. 9: Generator-Röhre im Bestrahlungsbunker

Anordnung der Abschirmungen und Geräte im Bestrahlungs- und Bedienungsraum

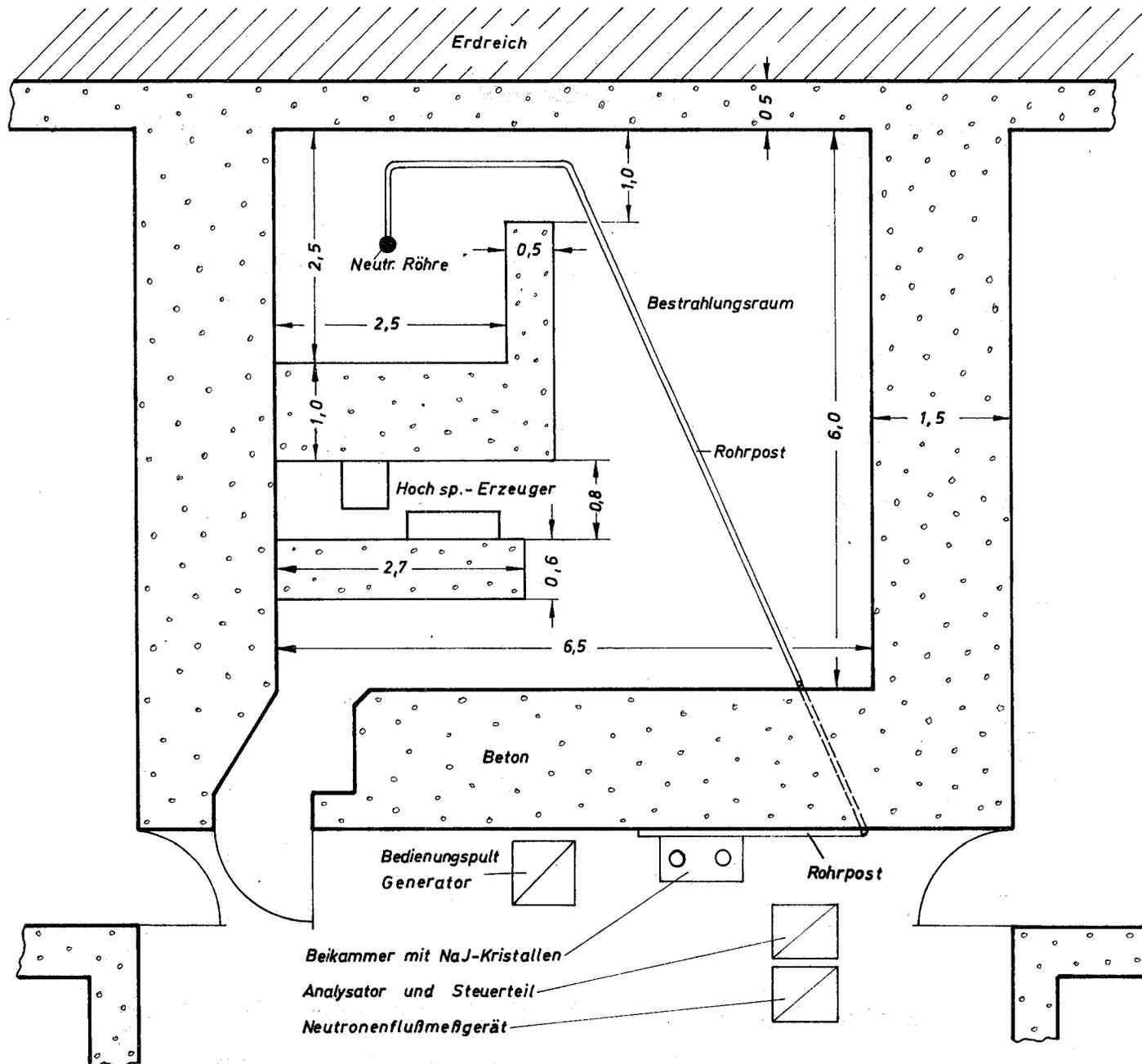


Abb. 10

Sauerstoffimpulsrate einer Al-Probe
als Funktion der Abätzzeit mit heißer NaOH

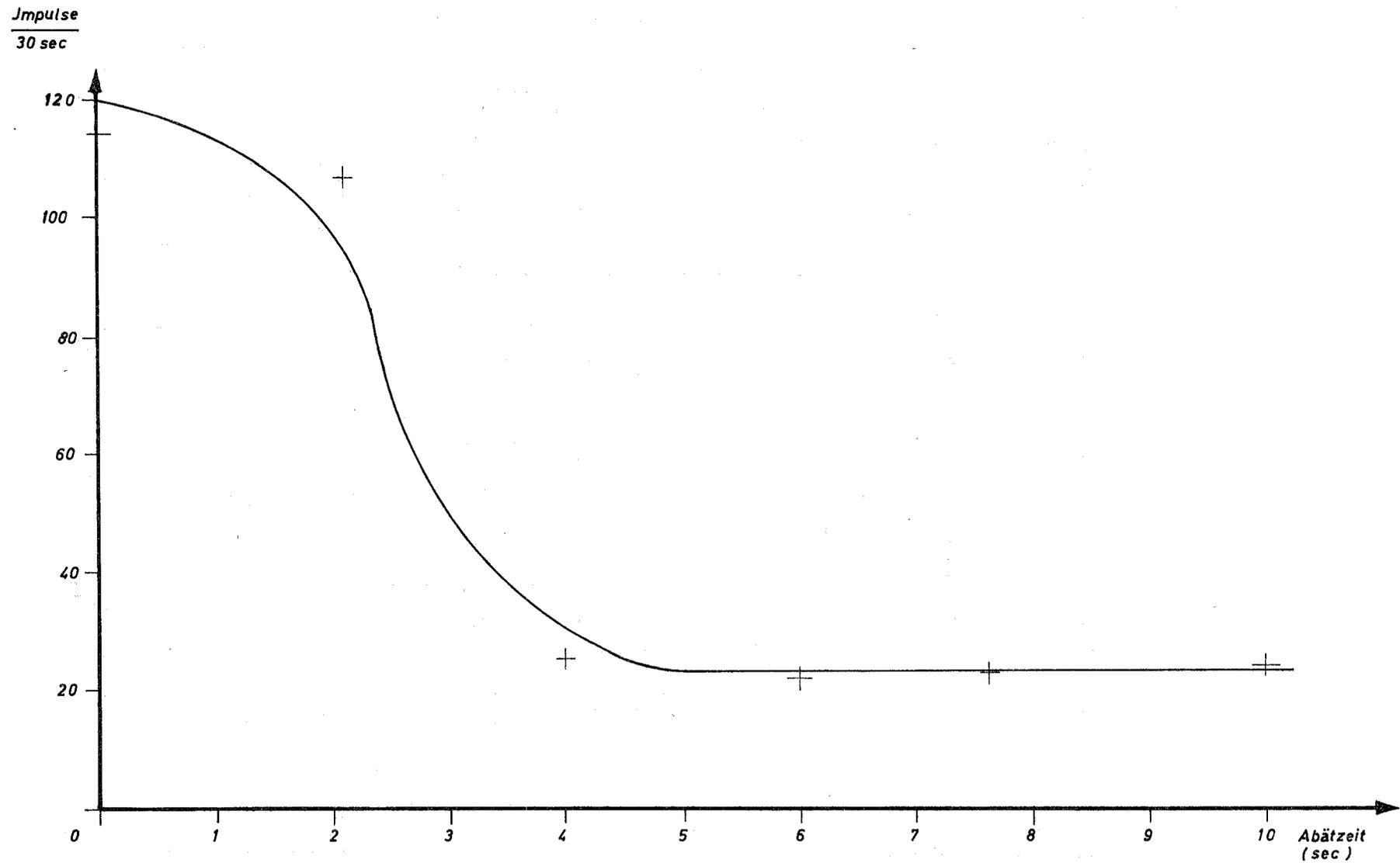


Abb. 11