

Activeringsanalyse

M. de Bruin, P. J. M. Korthoven.

Beginnelsen van de activeringsanalyse

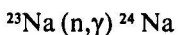
De atomen, waaruit de materie die ons omringt is opgebouwd, zijn in het algemeen stabiel, dus niet radioactief. Uitzonderingen zijn de natuurlijke radioisotopen van kalium, radium, uraan en thorium. Het is echter mogelijk, stabiele atomen een kernreactie te laten ondergaan, waardoor deze atomen overgaan in andere, eventueel radioactieve, atomen. Deze kernreacties worden meestal als volgt schematisch weergegeven.

waarbij: $A = A(x, y) B$ atoom van het uitgangsmateriaal;
x = deeltje wat met het uitgangsmateriaal reageert;
y = deeltje of straling die bij de reactie vrijkomt
B = reactieproduct.

Wanneer het geproduceerde atoom B radioactief is, dan kan men het herkennen op basis van een drietal eigenschappen:

- levensduur : in de praktijk gebruikt men hiervoor de halveringstijd; dit is de tijd waarin het aantal aanwezige radioactieve atomen tot de helft van deze waarde afneemt.
- type straling : de meeste radioactieve atomen zenden één of meer van de volgende soorten straling uit:
 - γ -straling: elektromagnetisch, vergelijkbaar met licht;
 - β -straling: bestaat uit elektronen
 - α -straling: bestaat uit kernen van helium-atomen.
- energie van de straling : de energie van de uitgezonden straling is voor verschillende radioactieve atomen verschillend, met de moderne meetapparatuur kunnen deze energieën nauwkeurig gemeten worden.

Zo wordt bij de bestraling van natrium-atomen met neutronen radioactief natrium gevormd, terwijl tevens tijdens de kernreactie gamma-straling uitgezonden wordt. De reactie kan als volgt worden weergegeven:



Het gevormde radioactieve natrium is herkenbaar aan:

- halveringstijd : 15 uur
- typen straling : β en γ
- energie van de straling : gamma-straling met energieën 1.37 en 2.75 MeV.

Bestraalt men een mengsel van elementen, dan kan men door meting van de karakteristieken van de uitgezonden straling bepalen welke radioactieve isotopen aanwezig zijn. Hieruit kan men dan weer conclusies trekken m.b.t. de elementen die in het mengsel aanwezig waren. Op deze wijze heeft men de beschikking over een methode van kwalitatieve analyse.

Informatie over de concentraties van verschillende elementen in een monster van onbekende samenstelling kan men verkrijgen door dit samen te bestralen met een 'standaard' monster waarvan de samenstelling nauwkeurig bekend is. Uit de verhoudingen van de intensiteiten van de straling uitgezonden door isotopen in het onbekende monster en de standaard kunnen dan de concentraties van verschillende elementen in het monster berekend worden.

Voor de activering kan gebruik gemaakt worden van verschillende soorten straling, zoals bijvoorbeeld langzame neutronen, snelle neutronen, snelle protonen en hoog-energetische gammastraling. Bij gebruik van langzame neutronen worden de monsters bestraald in een kernreactor, waar neutronenstraling van hoge intensiteit aanwezig is. Deze methode van activeringsanalyse, de 'neutronen activeringsanalyse', is, hoewel het oudst, nog steeds de belangrijkste en meest gebruikte vorm van activeringsanalyse. De neutronen activeringsanalyse heeft enkele voordelen t.o.v. andere typen activeringsanalyse. De elementen die meestal in hoge concentraties voorkomen, zoals koolstof, waterstof, zuurstof, stikstof en silicium worden niet geactiveerd, zodat daarvan bij de analyse geen hinder ondervonden wordt. Bovendien is voor een groot aantal elementen de gevoeligheid van de neutronen activeringsanalyse zeer hoog, zodat zeer kleine hoeveelheden van verschillende elementen in een monster gemeten kunnen worden.

Een indruk van de gevoeligheid kunt U krijgen uit de gegevens in onderstaande tabel, waarin voor een aantal elementen de gevoeligheden zijn gegeven die bereikt kunnen worden bij de analyse van water. De concentraties zijn uitgedrukt in delen per miljoen, wat overeenkomt met miligrammen elementen per kilogram monster.

Gevoeligheid voor enkele elementen bij de neutronen activeringsanalyse van water.

element	gevoeligheid (d.p.m.)	element	gevoeligheid (d.p.m.)
antimoon	0.003	lanthaan	0.0003
arseen	0.05	mangaan	0.0001
barium	0.03	molybdeen	0.08
broom	0.04	natrium	0.03
cadmium	0.1	nikkel	0.04
chromium	0.1	platina	0.02
cerium	0.07	samarium	0.0005
cobalt	0.02	scandium	0.0009
dysprosium	0.0002	selenium	0.1
europium	0.0002	tantaal	0.01
goud	0.00009	vanadium	0.01
iridium	0.0003	wolfram	0.003
kalium	0.1	ijzer	10
koper	0.01	zilver	0.01
kwik	0.02	zink	0.3

Praktische uitvoering van de neutronen activeringsanalyse

De analyseprocedure kan verdeeld worden in een aantal stappen:

- verpakking en bestraling van het monster;
- bewerking van het monster na bestraling;
- meting en berekening.

Verpakking en bestraling van het monster

Van het te analyseren materiaal worden monsters (1-1000 mg) afgewogen en verpakt in een kwarts of polyethyleen capsule. Een aantal monsters wordt samen met enkele standaard monsters van bekende samenstelling via een meestal pneumatisch transportsysteem bij de kern van de reactor 'geschoten' en bestraald. Afhankelijk van het te analyseren materiaal kan de bestralingsduur variëren van enkele seconden tot een aantal dagen. Tijdens de bestraling worden er in het monster verschillende radioactieve isotopen gevormd.

Bewerking van het monster na de bestraling

In het algemeen is er tijdens de bestraling in het monster een ingewikkeld mengsel van isotopen ontstaan. Wil men nu heel gevoelig de straling van bepaalde isotopen meten, dan moeten deze uit het mengsel afgescheiden worden. Dit kan men bereiken door het monster na de bestraling op te lossen en te onderwerpen aan een aantal chemische scheidingen, met als resultaat verschillende potjes met in ieder daarvan één van de te meten isotopen. Bij toepassing van chemische scheidingen spreekt men van 'destructieve activeringsanalyse'.

Zijn de eisen wat betreft gevoeligheid niet extreem hoog en is men geïnteresseerd in de concentraties van een groot aantal elementen, dan worden de monsters zonder verdere bewerking gemeten. Bij deze 'instrumentele activeringsanalyse' worden echter wel hoge eisen gesteld aan de stralingsmeetapparatuur.

Meting en berekening

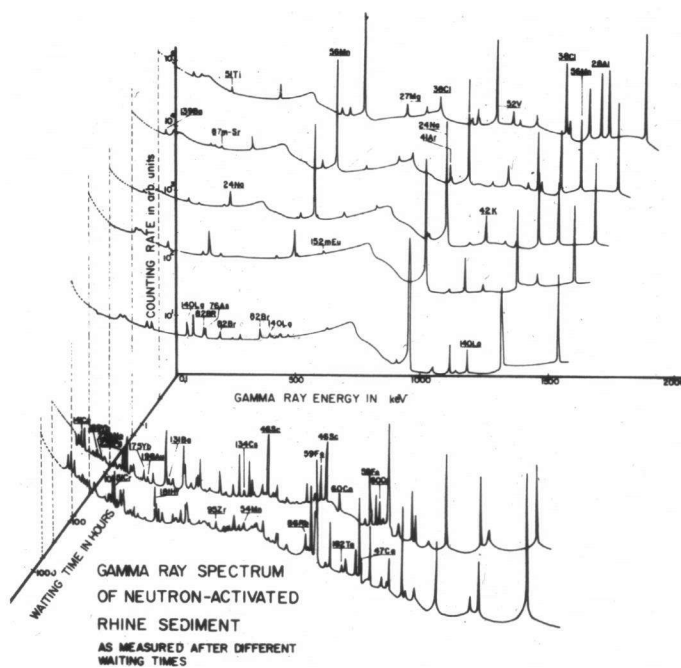
Voor het meten van de monsters kan een keuze gemaakt worden uit twee typen stralingsdetectoren:

- scintillatiedetector moeilijk te gebruiken voor mengsels van radioactieve isotopen, dus voornamelijk voor metingen na een chemische scheiding; relatief goedkoop: compleet apparaat f 25.000 - 50.000.
- halfgeleiderdetector kan goed gebruikt worden voor de meting van mengsels van radioactieve isotopen; minder gevoelig dan de scintillatiedetector; relatief duur: compleet apparaat f 70.000,- tot meer dan f 100.000.

De resultaten van de metingen worden meestal verwerkt m.b.v. een computer, die dikwijls zo geprogrammeerd is dat automatisch de te meten gehalten berekend worden.

Activeringsanalyse van minerale monsters

Dit type materialen - hieronder vallen o.a. vuursteen en potscherven - leent zich goed voor instrumentele activeringsanalyse. Dit komt vooral doordat nauwelijks radioactieve isotopen gevormd worden uit de hoofdbestanddelen, zoals zuurstof, silicium, aluminium, magnesium en calcium, zodat deze niet storen bij de meting van de te bepalen elementen. Onderstaande figuur geeft als voorbeeld de spectra van gammastraling gemeten aan een monster rivierslib op verschillende tijdstippen na bestraling. In deze spectra, welke gemeten zijn met een halfgeleiderdetector, is voor een aantal pieken aangegeven van welke isotopen (en welke elementen) deze pieken afkomstig zijn. Uit deze figuur is te zien dat van een groot aantal elementen de concentraties bepaald kunnen worden. Hier staat echter tegenover dat de analysemethode tamelijk duur is, onder andere vanwege het gebruik van een kernreactor, een gespecialiseerd laboratorium en de dure meetapparatuur. Daarom wordt er naar gestreefd, de



analyse zoveel mogelijk te automatiseren, waardoor de apparatuur dag en nacht gebruikt kan worden en tevens de arbeidskosten per analyse zo laag mogelijk gehouden worden. Op deze wijze is men erin geslaagd de instrumentele activeringsanalyse te ontwikkelen tot een analysemethode voor minerale monsters waarvan de kosten vergelijkbaar zijn met die van andere analysemethoden, maar waarbij echter informatie over een groter aantal elementen verkregen wordt.