



ALBERT-LUDWIGS-
UNIVERSITÄT FREIBURG

Vorlesung 22: Analytische Chemie I

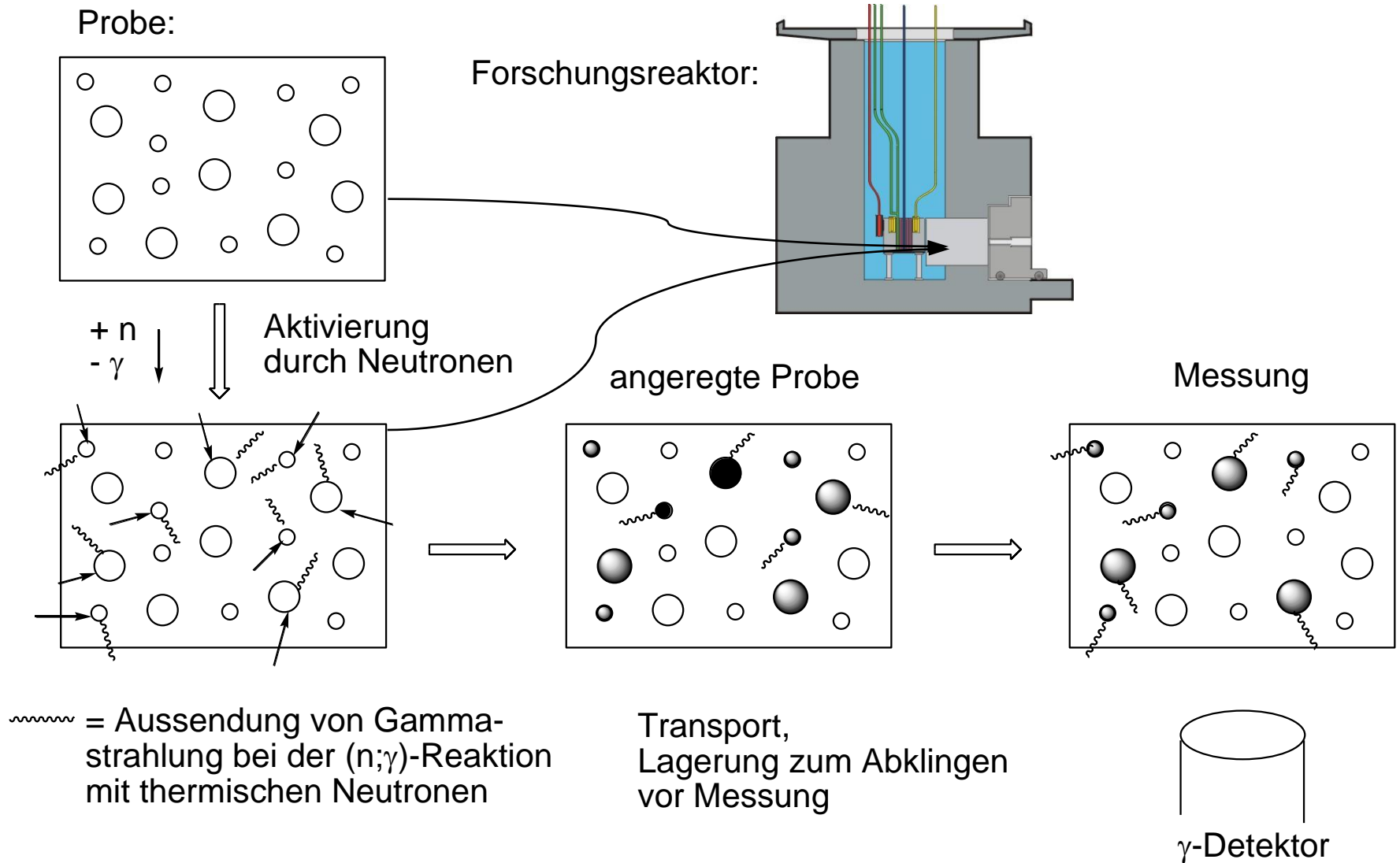
Neutronenaktivierungsanalyse

Prof. Dr. Christoph Janiak

Literatur:

- E. Hitzel, Bausteine praktischer Analytik, Verlag Handwerk und Technik, Hamburg, 2005
K. Cammann, Instrumentelle Analytische Chemie, Spektrum-Verlag, 2001
D. A. Skoog, J. J. Leary, Instrumentelle Analytik, Springer Berlin, 1996
D. C. Harris, Lehrbuch der Quantitativen Analyse, Springer Berlin, 2002
G. Schwedt, Analytische Chemie, (Thieme) Wiley-VCH 1995
G. Schwedt, Taschenatlas der Analytik, (Thieme) Wiley-VCH, 2. Aufl. 1996
M. Otto, Analytische Chemie, Wiley-VCH, 3. Aufl., 2006
R. Kellner, J.-M. Mermet, M. Otto, H. M. Weidner (Hrsg.), Analytical Chemistry, Wiley-VCH, 2. Aufl. 2004

Prinzip der Neutronen-Aktivierungsanalyse, NAA



Probe bei NAA

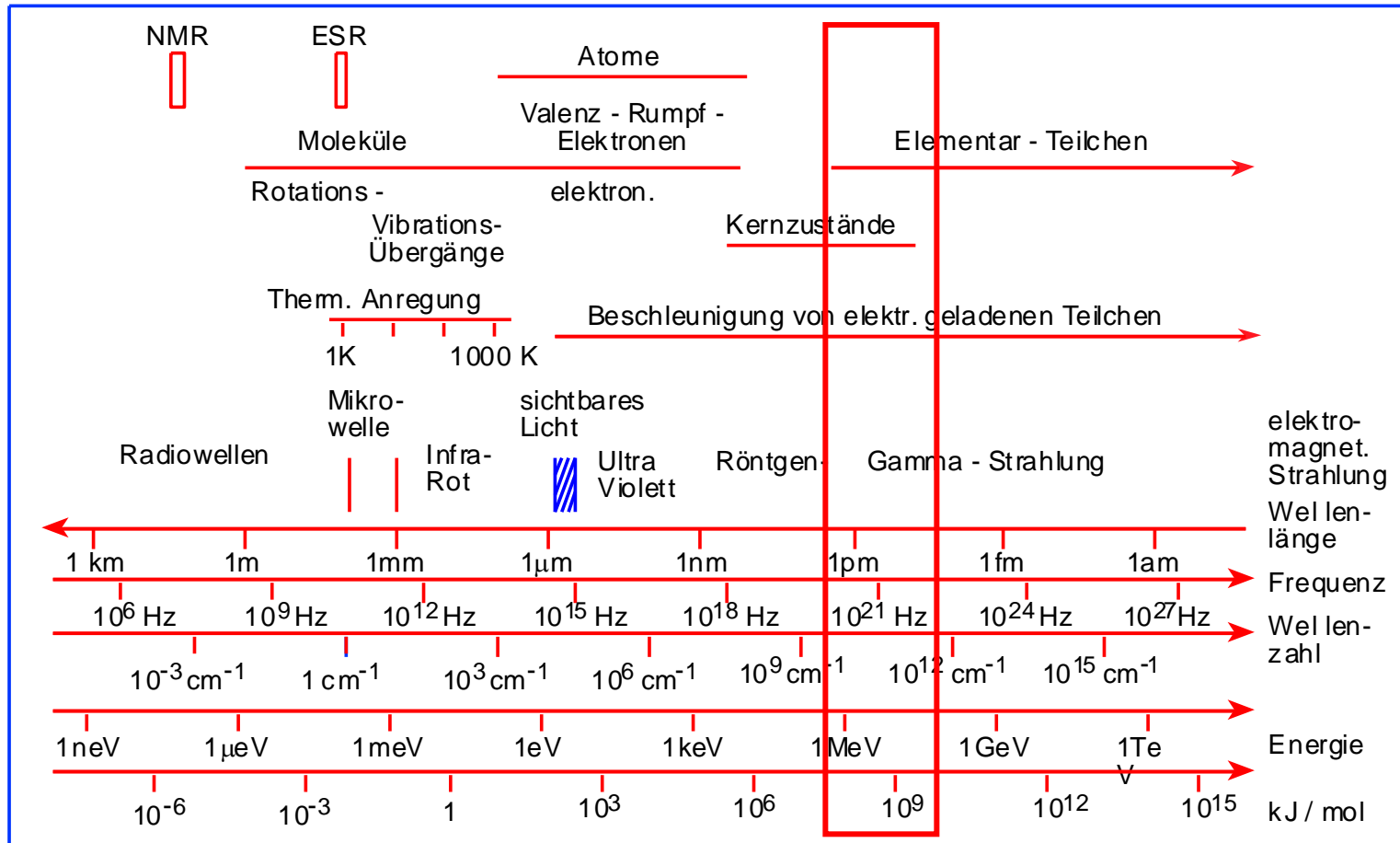


- kein Probenaufschluss (keine Kontamination/Verlust)
- (fast) keine Vorbehandlung
- geschlossene Hülle aus PE oder Quarzglas
- kein Einfluss der atomaren Bindungszustände
- Bestrahlung erwärmt Probe
- Trocknung stark wasserhaltiger biologischer Proben wegen Druckaufbau

(Bildquelle: Hahn-Meitner-Institut, Berlin)

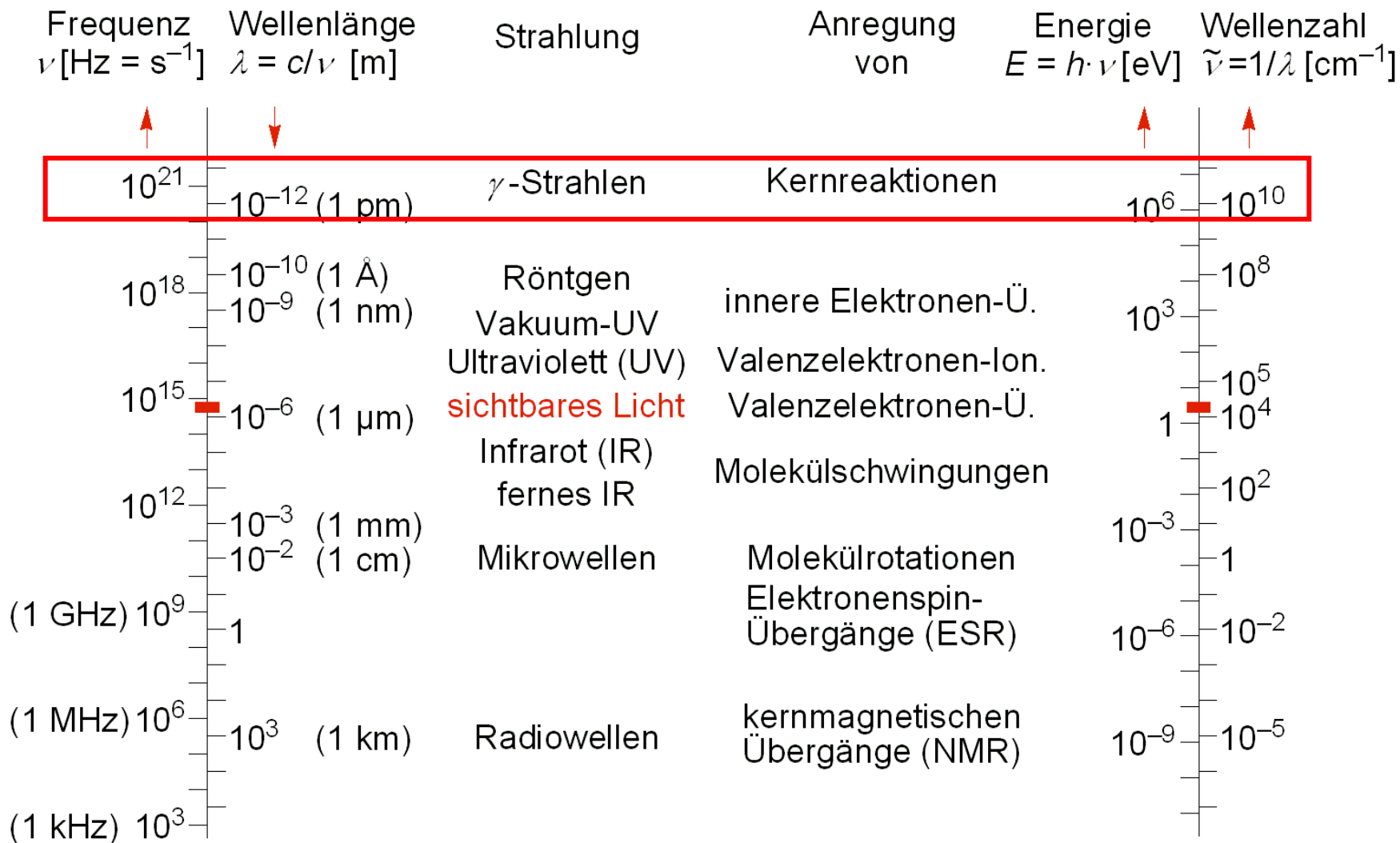
Neutronenaktivierungsanalyse (NAA)

Spektralbereich: Gamma-Strahlung

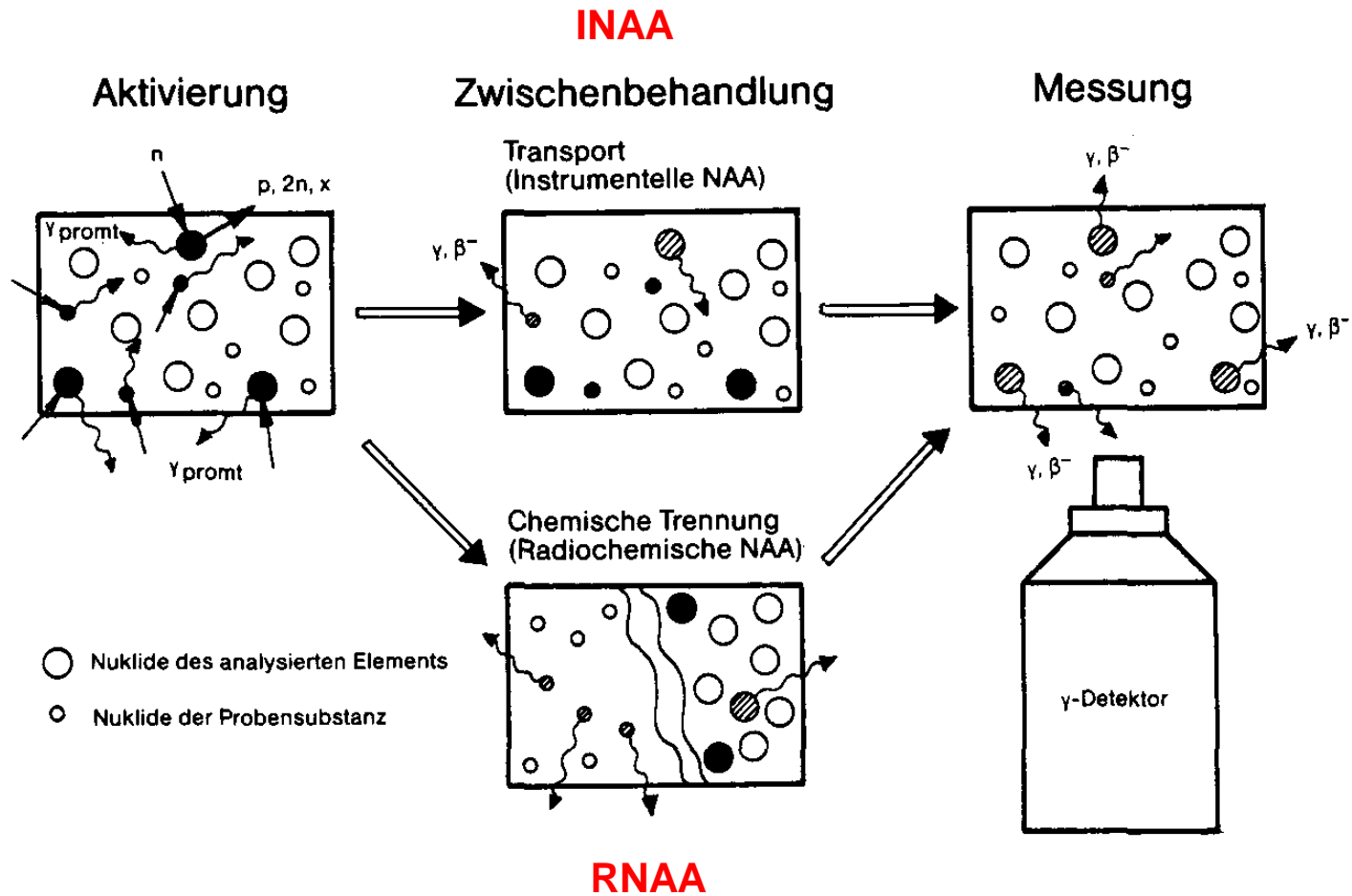


(aus Römpp-Chemielexikon)

Strahlungsbereiche – Spektralbereich NAA

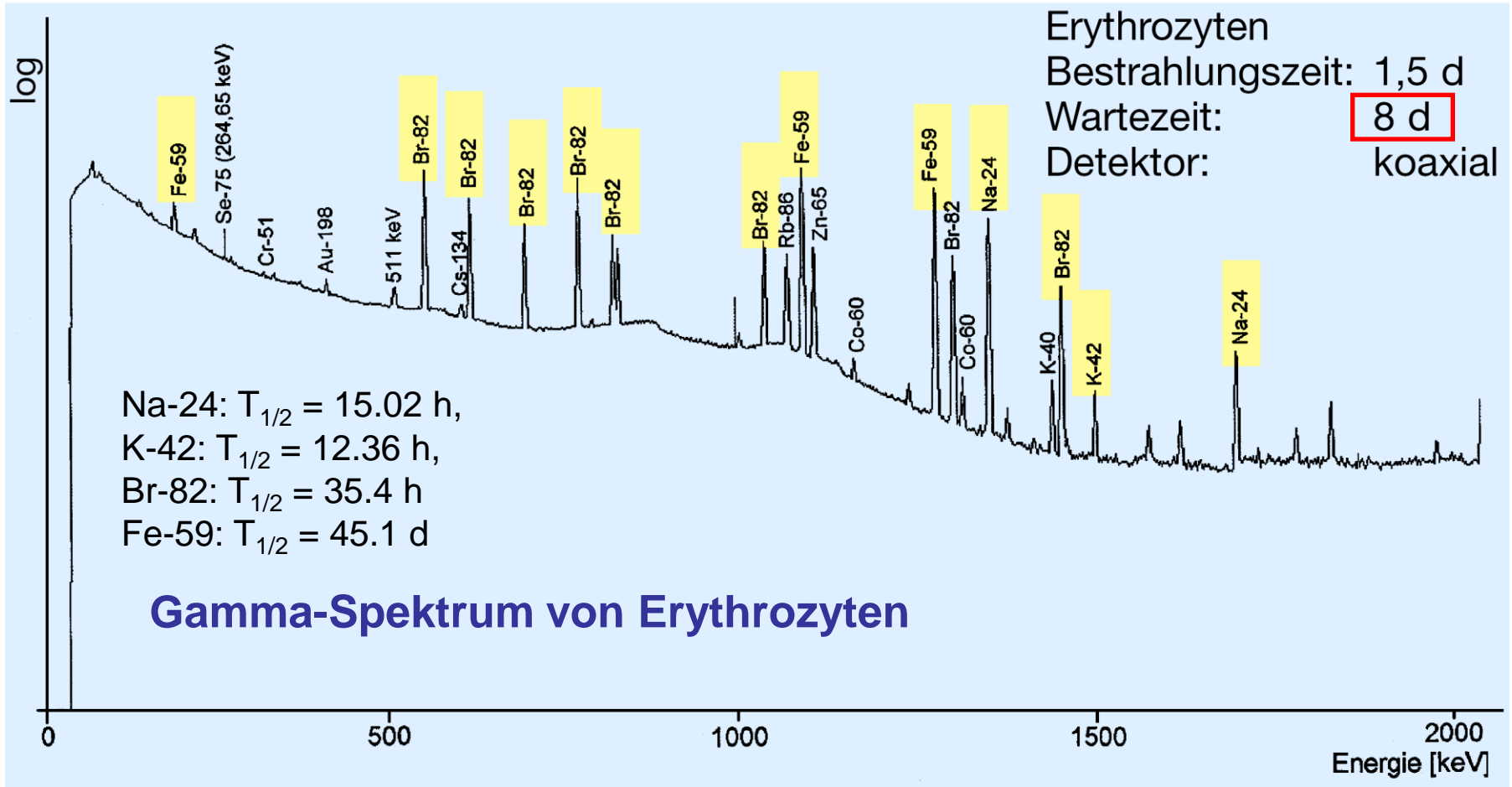


Unterscheidung INAA – RNAA



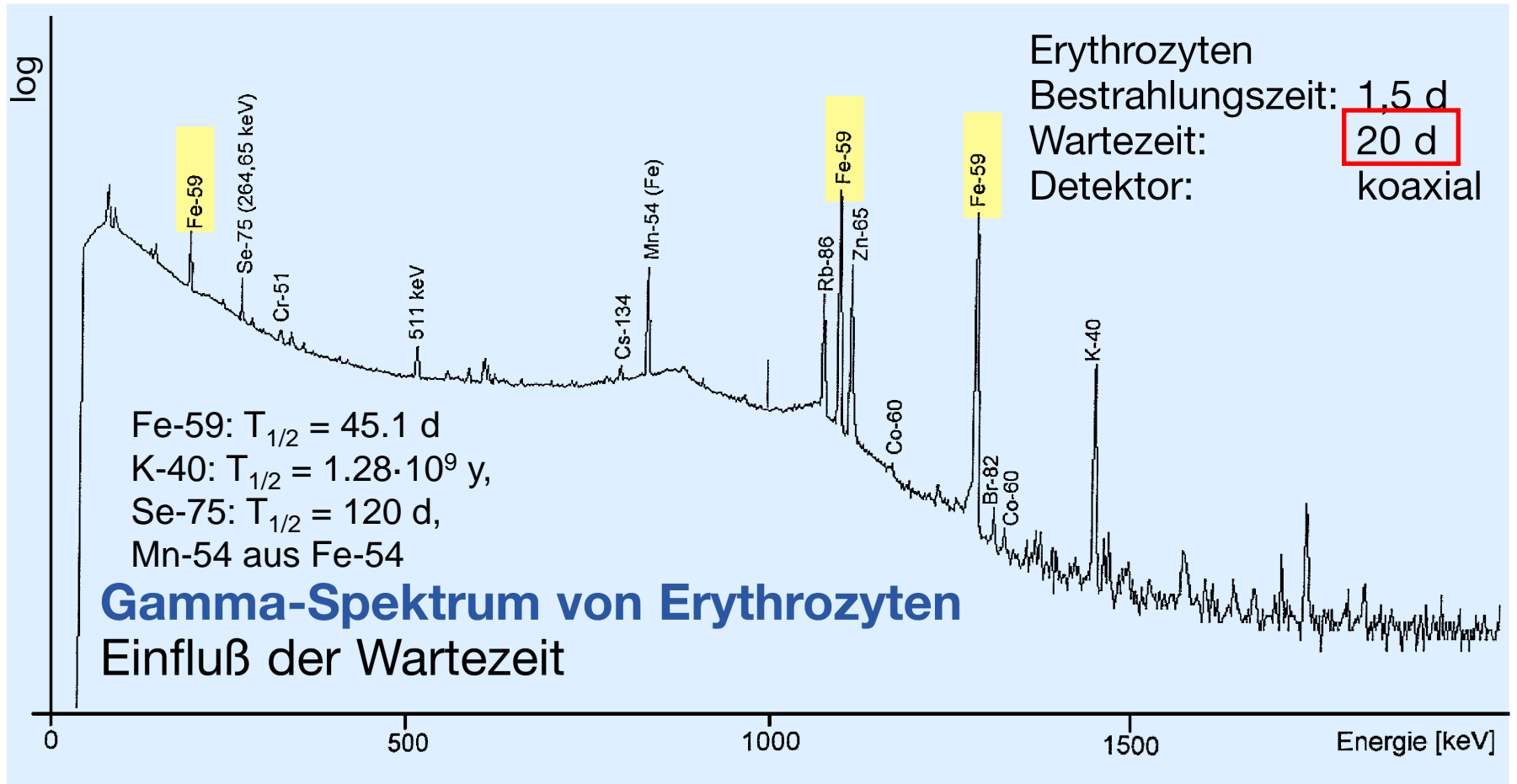
(aus: D. Behne, D. Gawlik, Spurensuche, HMI, Berlin)

Einfluss der Wartezeit



(Bildquelle: Hahn-Meitner-Institut, Berlin)

Einfluss der Wartezeit



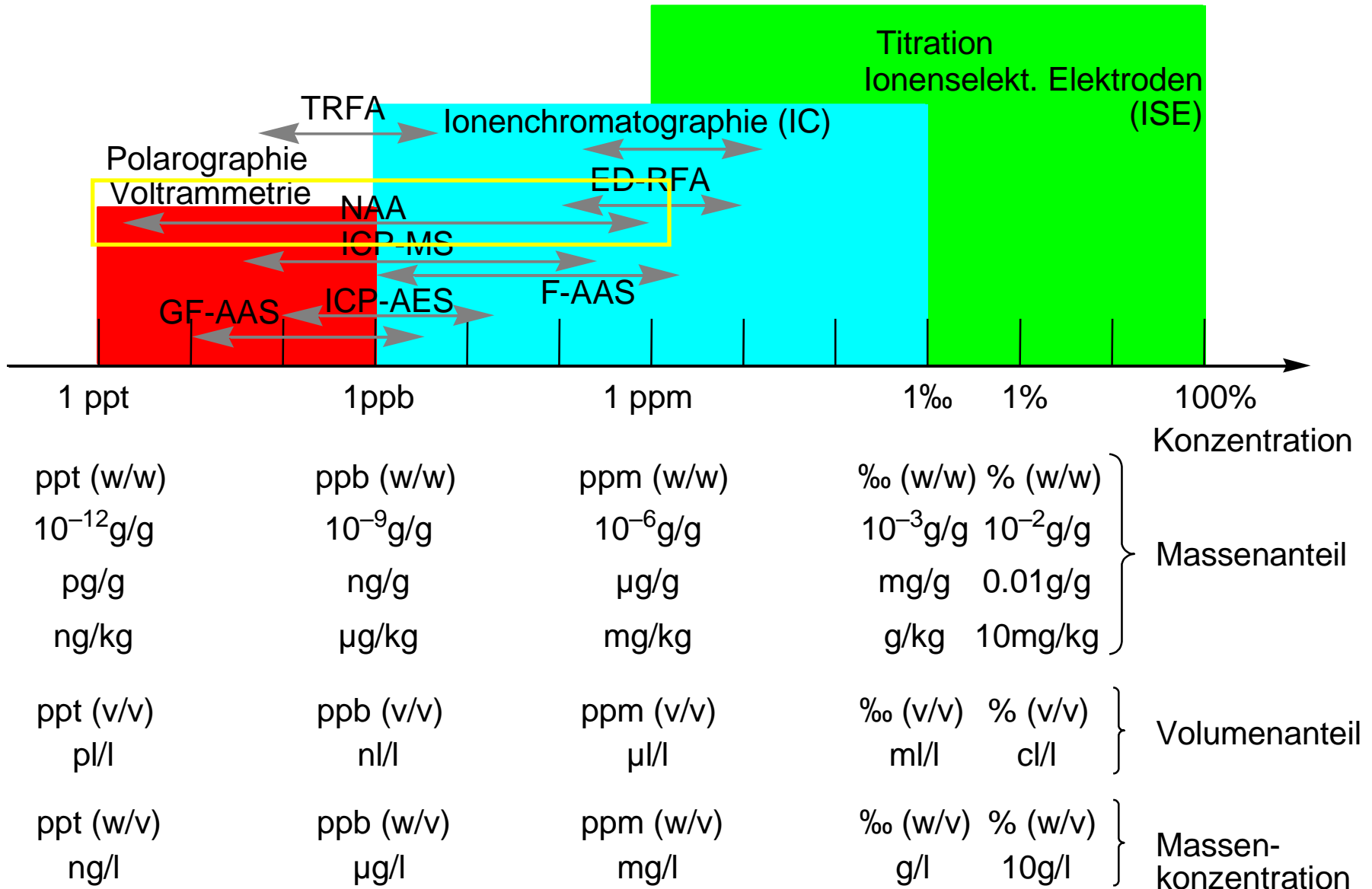
(Bildquelle: Hahn-Meitner-Institut, Berlin)

Nachweisgrenzen in der NAA

Menge in g/g *	nachweisbare Elemente (Z ≥ 9)
$10^{-14} - 10^{-13}$	Dy
$10^{-13} - 10^{-12}$ (ppt)	Co, Rh, Ag, In, Eu, Ir
$10^{-11} - 10^{-10}$	V, Mn, Se, Br, I, Pr, Er, Yb, Hf, Th
$10^{-10} - 10^{-9}$ (ppb)	Mg, Al, Cl, Ar, Cu, Ga, Nb, Cs, Sm, Ho, Lu, Re, Au, U
$10^{-9} - 10^{-8}$	F, Na, Ge, As, Kr, Rb, Sr, Mo, Ru, Pd, Sb, Te, Ba, La, Nd, Gd, W, Os, Hg, Tl
$10^{-8} - 10^{-7}$	P, Cr, Zn, Ce
$10^{-7} - 10^{-6}$ (ppm)	S, Zr, Pb, Bi
$10^{-6} - 10^{-5}$	O, Ca

* nach 1 h Bestrahlungszeit mit $10^{14} \text{ n cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$. Es wird angenommen, dass 10 Bq eine quantitative Bestimmung erlauben

Nachweisgrenzen in der Analytik

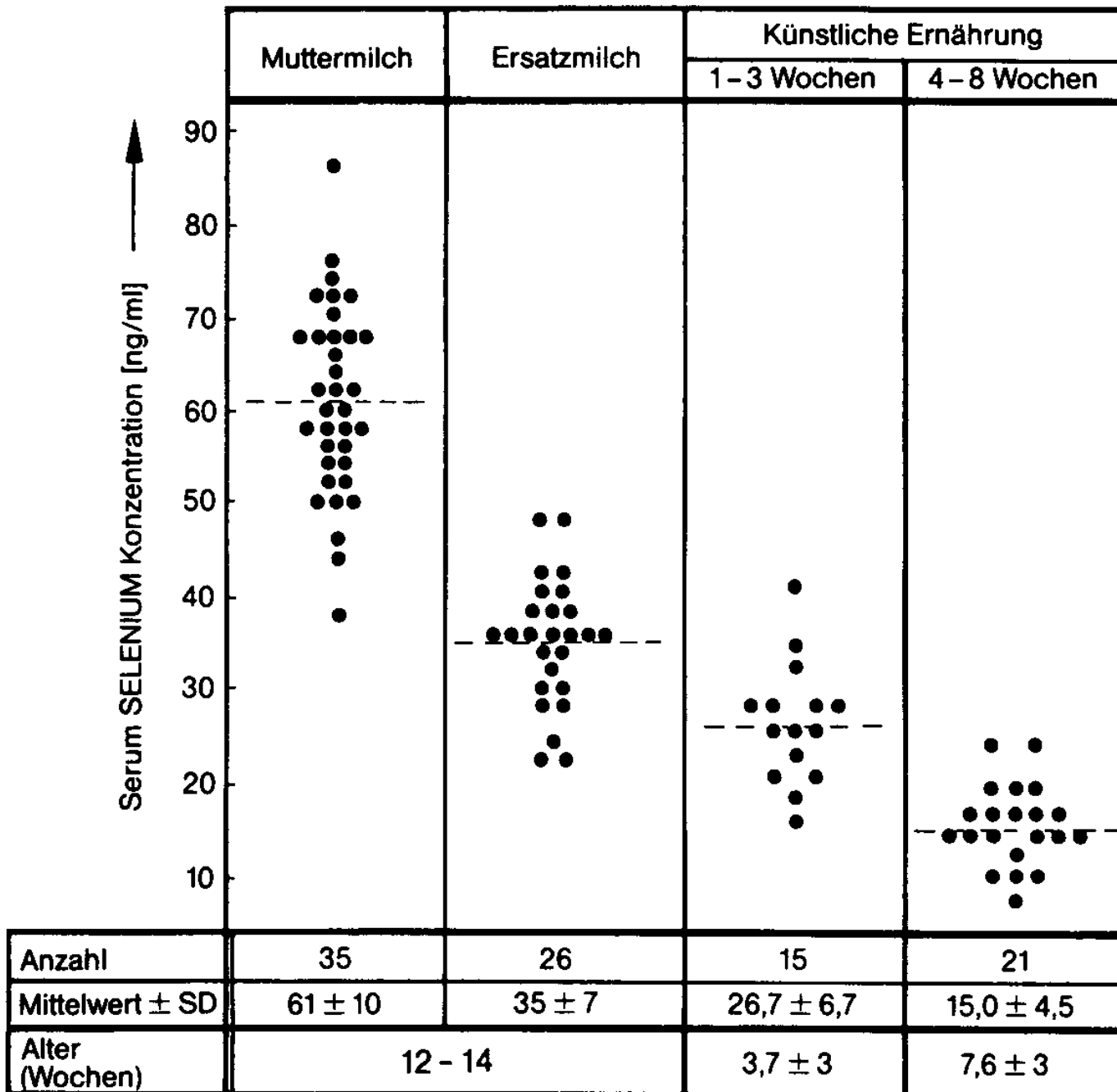


Anwendung: NAA in der Selen-Forschung

Beispiel: Analyse von Selen in Blutbestandteilen und Lebergewebe

Plasma			Selen			Erythrocyten			Selen			Leber			Selen		
Parameter:	Probenmenge	200 µl	Parameter:	Probenmenge	60 µl	Parameter:	Probenmenge	20 mg	Parameter:	Probenmenge	20 mg	Parameter:	Probenmenge	20 mg	Parameter:	Probenmenge	20 mg
	Bestrahlungszeit	1,5 d		Bestrahlungszeit	1,5 d		Bestrahlungszeit	1,5 d		Bestrahlungszeit	1,5 d		Bestrahlungszeit	1,5 d		Bestrahlungszeit	1,5 d
	Detektor	Koaxial		Detektor	Koaxial		Detektor	Koaxial		Detektor	Koaxial		Detektor	Koaxial		Detektor	Koaxial
	Meßzeit	2 h		Meßzeit	2h		Meßzeit	2h		Meßzeit	2 h		Meßzeit	2 h		Meßzeit	2 h
Normalwert	80 ng/ml		Normalwert	130 ng/ml		Normalwert	130 ng/ml		Normalwert	720 ng/g		Normalwert	720 ng/g		Normalwert	720 ng/g	
Wartezeit (d)	Nachweisgrenze (ng/ml) (g)		Wartezeit (d)	Nachweisgrenze (ng /ml) (g)		Wartezeit (d)	Nachweisgrenze (ng /ml) (g)		Wartezeit (d)	Nachweisgrenze (ng/g) (g)		Wartezeit (d)	Nachweisgrenze (ng/g) (g)		Wartezeit (d)	Nachweisgrenze (ng/g) (g)	
8	9,6	$1,9 \times 10^{-9}$	8	13,0	$7,8 \times 10^{-10}$	8	13,0	$7,8 \times 10^{-10}$	8	70	$1,4 \times 10^{-9}$	8	70	$1,4 \times 10^{-9}$	8	70	$1,4 \times 10^{-9}$
17	2,8	$5,6 \times 10^{-10}$	17	10,7	$6,4 \times 10^{-10}$	17	10,7	$6,4 \times 10^{-10}$	17	56	$1,1 \times 10^{-9}$	17	56	$1,1 \times 10^{-9}$	17	56	$1,1 \times 10^{-9}$
Hauptanteile des Untergrundes der Fotolinien des ^{75}Se :			Hauptanteil des Untergrundes der Fotolinien des ^{75}Se :			Hauptanteil des Untergrundes der Fotolinien des ^{75}Se :			Hauptanteile des Untergrundes der Fotolinien des ^{75}Se :			Hauptanteile des Untergrundes der Fotolinien des ^{75}Se :			Hauptanteile des Untergrundes der Fotolinien des ^{75}Se :		
^{24}Na (15 h)			^{32}P (14,3 d)			^{32}P (14,3 d)			^{32}P (14,3 d)			^{32}P (14,3 d)			^{32}P (14,3 d)		
^{82}Br (35,4 h)			^{82}Br (35,4 h)			^{82}Br (35,4 h)			^{82}Br (35,4 h)			^{82}Br (35,4 h)			^{82}Br (35,4 h)		
^{32}p (14,3 d)			^{59}Fe (44,6 d)			^{59}Fe (44,6 d)			^{82}Br (35,4 h)			^{82}Br (35,4 h)			^{82}Br (35,4 h)		

(Quelle: Hahn-Meitner-Institut, Berlin)



(aus: D. Behne, D. Gawlik, Spurensuche, HMI, Berlin)