



Institut für Sicherheitsforschung und Reaktortechnik

α -, β -, γ -spektrometrische Untersuchungen an Graphitproben der Thermischen Säule I des FRJ-1

Analysenbericht

*Sandra Maischak, Johannes Fachinger, Gisela Linse,
Rudolf Enge, Wolfram Schädlich*

α -, β -, γ -spektrometrische Untersuchungen an Graphitproben der Thermischen Säule I des FRJ-1

Analysenbericht

*Sandra Maischak, Johannes Fachinger, Gisela Linse,
Rudolf Enge, Wolfram Schädlich*

Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 4014

ISSN 0944-2952

Institut für Sicherheitsforschung und Reaktortechnik Jül-4014

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

D-52425 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

☎ 02461/61-5220 · Telefax: 02461/61-6103 · e-mail: zb-publikation@fz-juelich.de

Kurzfassung

Im Zusammenhang mit den Rückbauarbeiten am FRJ-1, MERLIN, wurden auch die Thermischen Säulen demontiert. Diese Säulen bestehen aus Graphitsteinen, die während der Betriebszeit des Reaktors intensiv mit Neutronen bestrahlt worden sind. Die erhaltenen Graphitproben wurden zunächst γ -spektrometrisch vermessen. Anschließend wurde eine vollständige Verbrennung der Proben durchgeführt, um den ^3H und ^{14}C -Gehalt der Proben zu bestimmen. Im Verbrennungsrückstand wurde ^{55}Fe , α -Gesamt und β/γ -Gesamt analysiert. Parallel wurde eine chemische Analyse des Rückstandes mit Hilfe der ICP-MS durchgeführt. Die Analyseergebnisse sind Bestandteil dieses Berichts.

Abstract

In connection with demolition activities at FRJ-1, MERLIN, the thermal columns were also dismantled. These columns are made of graphite bricks which had been intensively irradiated with neutrons during the service life of the reactor. The graphite samples obtained were first examined by γ -spectrometry. The samples were then completely incinerated in order to determine their ^3H and ^{14}C content. ^{55}Fe , α -total and β/γ -total were analysed in the combustion residue. In parallel, a chemical analysis of the residue was performed with the aid of ICP-MS. The results of the analysis are an integral part of this report.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Aufgabenstellung	1
2	Beprobung der Thermischen Säule	1
3	Versuchsapparatur und Versuchsdurchführung	2
3.1	Bestimmung von ^3H	4
3.2	Bestimmung von ^{14}C	5
3.3	Bestimmung von ^{55}Fe	5
3.4	Bestimmung des gesamten α -Gehaltes.....	5
3.5	Gesamt β,γ -Analyse	5
3.6	Chemische Analyse der Proben	6
4	Ergebnisse.....	6
4.1	Ergebnisse der γ -spektrometrischen Messungen	6
4.2	Ergebnisse für ^3H , ^{14}C , ^{55}Fe , Gesamt- α und Gesamt- β,γ	7
4.3	Ergebnisse der ICP-MS Messungen	10

1 Einleitung und Aufgabenstellung

Im Zusammenhang mit den Rückbauarbeiten am FRJ-1, MERLIN, werden auch die Thermischen Säulen demontiert. Diese Säulen bestehen aus Graphitsteinen, die während der Betriebszeit des Reaktors intensiv mit Neutronen bestrahlt worden sind.

An Graphitproben der Thermischen Säule des FRJ-1 wurden radioanalytische Aktivitätsmessungen durchgeführt. Diese belegen, dass in dem Graphit infolge der Neutronenbestrahlung in relativ hoher Konzentration die potentiell flüchtigen Radionuklide ^3H und ^{14}C enthalten sind. Tritium wird aus Li-Spuren im Graphit hauptsächlich durch die Reaktion $^6\text{Li} (n,\alpha) ^3\text{H}$ erzeugt; ^{14}C entsteht hauptsächlich aus Stickstoffspuren gemäß der Reaktion $^{14}\text{N} (n,p) ^{14}\text{C}$.

Die erhaltenen Graphitproben wurden zunächst γ -spektrometrisch vermessen. Danach wurde eine vollständige Verbrennung der Proben durchgeführt, um den ^3H und ^{14}C -Gehalt der Proben zu bestimmen. Im Verbrennungsrückstand wurde ^{55}Fe , α -Gesamt und β/γ -Gesamt analysiert. Parallel wurde eine chemische Analyse des Rückstandes mit Hilfe der ICP-MS durchgeführt.

2 Beprobung der Thermischen Säule

Zur Gewinnung von Probenmaterial für die Verbrennungsversuche wurden die 10 Graphitsteine des unteren rechten Kanals der Thermischen Säule II ausgeräumt. Nach Aussagen von ZFK befanden sich die entnommenen Graphitsteine über die gesamte Betriebszeit des FRJ-1 in dem unteren rechten Kanal der Thermischen Säule II; es kann also davon ausgegangen werden, dass die entnommenen Steine dem gesamten über die Betriebszeit aufsummierten Neutronenfluss ausgesetzt waren.

Von der dem Kern zugewandten Seite aller 10 Steine wurde jeweils eine Graphitprobe durch Abmeißeln gewonnen. Das Probenmaterial lag in Form von groben Brocken mit maximalen Abmessungen von 2-3 cm vor.

Die Graphitproben wurden mit TS1 bis TS10 bezeichnet. TS1 ist die kernfernste, TS10 die kernnächste Probe.

3 Versuchsapparatur und Versuchsdurchführung

Für die Verbrennungen werden pro Probe jeweils kleine Graphitstücke verwendet, die einer Gesamtmasse von ca. 2 g entsprechen. Von allen 10 Graphitproben werden Doppelbestimmungen durchgeführt. Die Proben TS 1 – TS 10 werden zunächst γ -spektrometrisch vermessen und danach in einer speziellen Verbrennungsapparatur im Sauerstoffstrom verbrannt. Diese Apparatur ist in Abb. 1 dargestellt.

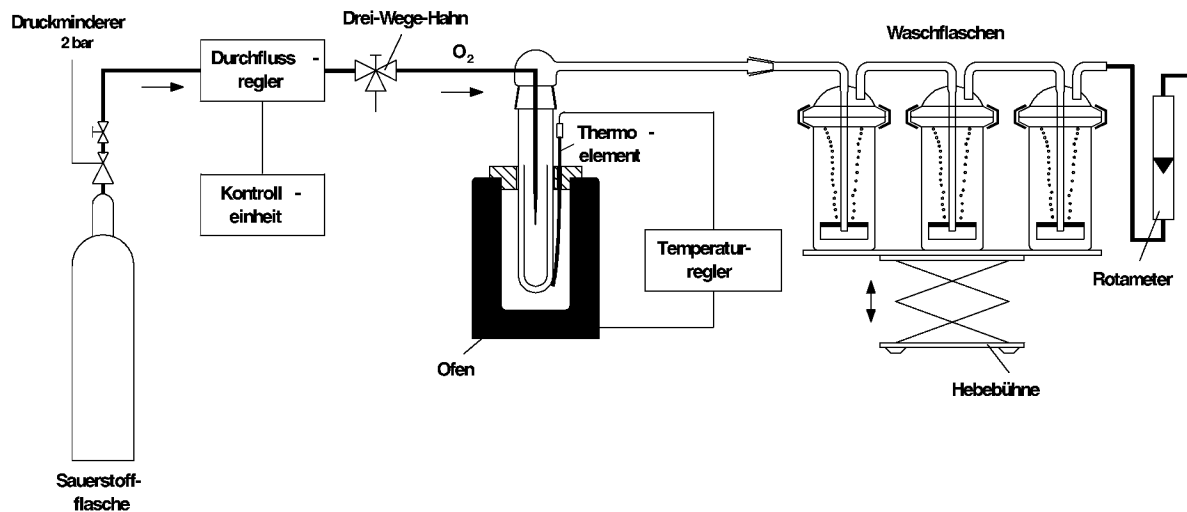


Abb. 1: Verbrennungsapparatur für Graphitproben

Die Apparatur besteht im wesentlichen aus der Sauerstoffversorgung, dem Verbrennungsrohr mit einem Reaktionsgefäßeinsatz und der Gaseinleitungspipette aus Quarzglas und drei Waschflaschen. 2 g Probenmaterial werden in das Reaktionsgefäß des Verbrennungsrohrs eingewogen. Das Verbrennungsrohr wird mit der Sauerstoffversorgung einerseits und mit den Waschflaschen andererseits verbunden. Der Sauerstofffluss ist auf 6L/h eingestellt. Die erste Waschflasche ist mit 250 mL 0,1 M HNO_3 , um ^3H als HTO aufzufangen, gefüllt. Der Inhalt der zweiten und dritten Waschflasche beträgt je 250 mL 4 M NaOH. Hier wird das bei der Verbrennung entstehende CO_2 als Na_2CO_3 gebunden.

Der Ofen wird auf 800 °C vorgeheizt und nachdem diese Verbrennungstemperatur erreicht ist, wird das Verbrennungsrohr in den Ofen eingebracht. Mit Hilfe eines Durchflussmessers (Rotameter), dass als letzte Einheit der Verbrennungsapparatur installiert ist und den gesamten Gasstrom des Prozesses misst, ist es möglich, Anfang und Ende der Verbrennung zu bestimmen. Wenn die Verbrennung beginnt, wird CO_2 gebildet, welches in der zweiten und dritten Waschflasche adsorbiert wird. Dadurch sinkt die ausströmende Gasmenge, was am

Rotameter abgelesen werden kann. Am Ende der Verbrennung wird kein CO₂ mehr gebildet und die ausströmende Gasmenge erreicht ihren Ursprungswert. Die Verbrennung dauert ca. 2 ½ Stunden. Tabelle 1 zeigt zusammenfassend alle Versuchsparemeter.

Tabelle 1: Versuchsparemeter der Graphitverbrennung

Probeneinwaage	2 g Graphit
Ofentemperatur	800 °C
O ₂ -Fluss	6 L/h
Verbrennungsdauer	2,5 h
Inhalt der 1. Waschflasche	250 mL 0,1 M HNO ₃
Inhalt der 2. Waschflasche	250 mL 4 M NaOH
Inhalt der 3. Waschflasche	250 mL 4 M NaOH

Nach der Verbrennung wird der Rückstand im Verbrennungsrohr mit heißer konz. Salzsäure gelöst. Die Lösung wird in ein Becherglas überführt, bis zur Trockne eingedampft und mit 10 mL 0,1 M HNO₃ aufgenommen. In dieser Lösung werden ⁵⁵Fe, β,γ-Gesamt und der gesamte α-Gehalt bestimmt. Eine chemische Analyse mittels ICP-MS wird ebenfalls aus dieser Lösung durchgeführt. Abb. 2 zeigt den schematischen Trennungsgang der hier durchgeführten Graphitanalytik. In den nun folgenden Kapiteln wird auf die Bestimmung der einzelnen Nuklide bzw. auf die chemische Analyse genauer eingegangen.

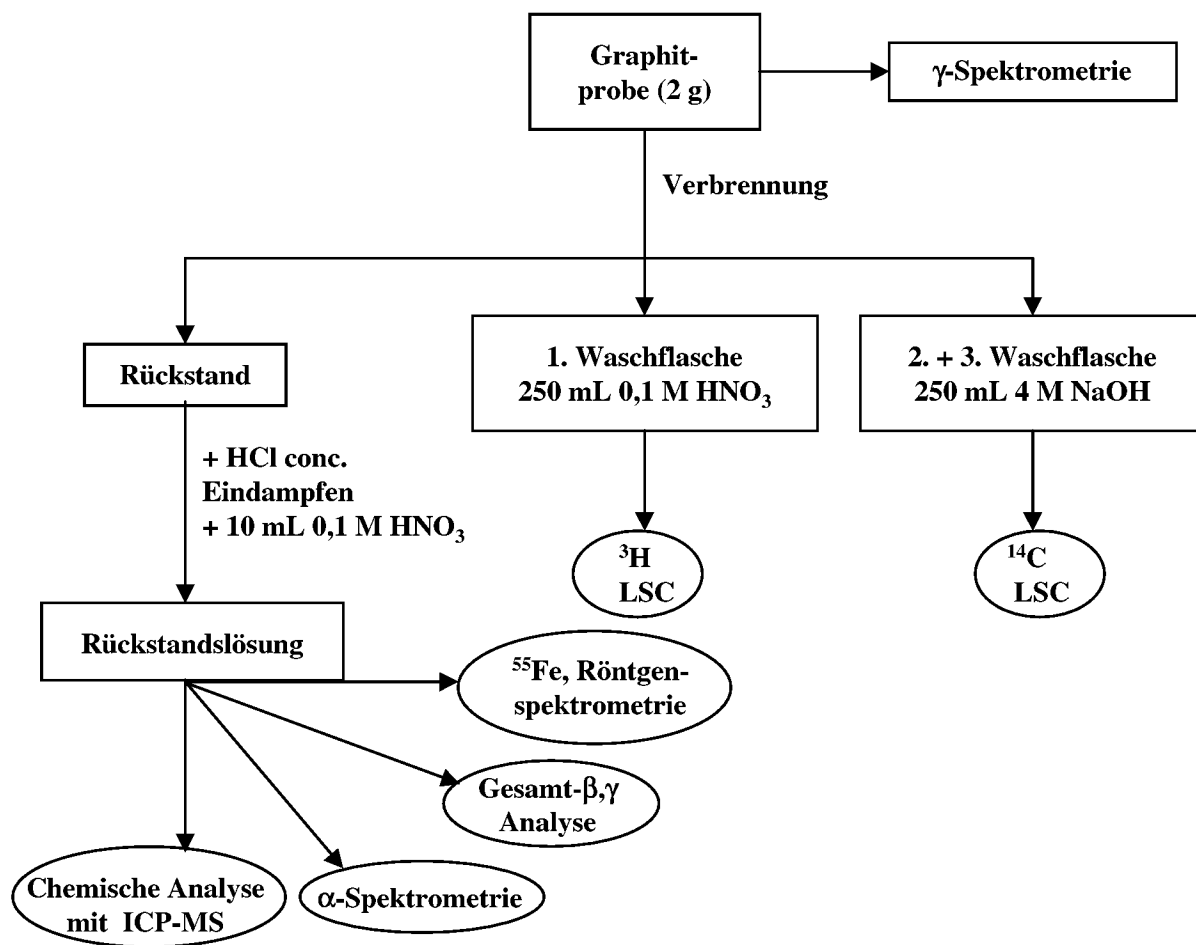


Abb. 2: Schematischer Trennungsgang der Graphitanalytik

3.1 Bestimmung von ^3H

Die Analyse des Tritiums erfolgt aus der Lösung der ersten Waschflasche (0,1 M HNO_3). Ein Aliquot von 2 mL wird der Lösung entnommen, mit 18 mL Instant Scint-Gel Plus™ gemischt und direkt mittels LSC (Packard Tri Carb 2200 CA) gemessen. Zum Vergleich wurden 10 mL der Lösung der 1. Waschflasche bei 70 °C destilliert (Subboiled Destillation). 2 mL Destillat wurden mit 18 mL Instant Scint-Gel Plus™ versetzt und mittels LSC gemessen. Die Messergebnisse beider Verfahren zeigten keine signifikanten Unterschiede. Daher wurde auf diese zeitaufwendigere Methode verzichtet und die direkte Messung vorgezogen. Experimente mit Standard-Graphit-Proben und einem bekannten ^3H -Gehalt zeigten, dass die chemische Ausbeute dieses Verfahrens quantitativ ist.

3.2 Bestimmung von ^{14}C

Ein Aliquot von 2 mL der Lösung der zweiten Waschflasche (4 M NaOH) wird mit 18 mL HIONIC FLUORTM gemischt und direkt im LSC gemessen. Dieser LSC Cocktail kann mit Basen bis zu einer Konzentration von 4 mol/L verwendet werden. Zum Vergleich wurde das ^{14}C als BaCO_3 gefällt und mittels LSC gemessen. Beide Methoden zeigten gute Übereinstimmungen. Daher bevorzugten wir die schnellere Methode der direkten Messung. Die dritte Waschflasche, die ebenfalls mit 4 M NaOH gefüllt ist, wird auf identische Weise analysiert. Es konnte gezeigt werden, dass sich weniger als 1 % des gesamten ^{14}C Gehaltes in dieser Lösung befand. Mit dieser Methode wird ebenfalls sichergestellt, dass es keine Verluste von ^{14}C gibt. Die chemische Ausbeute dieser Methode beträgt ca. 100 %. Dies wurde dadurch nachgewiesen, dass der Kohlenstoffgehalt einer gefällten BaCO_3 Probe mit dem für die Verbrennung eingewogenen Graphit in Relation gesetzt wurde.

3.3 Bestimmung von ^{55}Fe

100 μL der Rückstandslösung werden auf ein Teflonplättchen, ohne eine vorherige Abtrennung, aufgedampft. Das ^{55}Fe auf dem Teflonplättchen wird mit Hilfe von Röntgenspektrometrie gemessen (niederenergetischer Ge-Detektor, Model: GL0510P, Canberra).

3.4 Bestimmung des gesamten α -Gehaltes

100 μL der Rückstandslösung werden auf ein Edelstahlplättchen, ohne eine vorherige Abtrennung, aufgedampft. Dieses Plättchen wird in einem α -Spektrometer gemessen (Alpha Analyst, Canberra).

3.5 Gesamt β, γ -Analyse

Ein Aliquot von 0,5 mL der Rückstandslösung wird mit 1,5 mL H_2O und 18 mL Instant Scint-Gel PlusTM versetzt und im LSC analysiert.

3.6 Chemische Analyse der Proben

Verunreinigungen des Graphits werden aus der Rückstandslösung mittels ICP-MS (Elan 6100 DRC, Perkin Elmer) analysiert.

4 Ergebnisse

4.1 Ergebnisse der γ -spektrometrischen Messungen

In Tabelle 2 sind die Ergebnisse der γ -spektrometrischen Messungen wiedergegeben. Dabei wurden nur die Nuklide aufgeführt, die tatsächlich nachgewiesen werden konnten. ^{134}Cs konnte in keiner der Proben nachgewiesen werden. Gemessen wurden genau die Graphitprobenstücke, die auch nachher in der Verbrennung eingesetzt wurden.

Tabelle 2: Ergebnisse der γ -spektrometrischen Messungen, Bezugsdatum 01.02.2001, 12.00 h

	^{133}Ba [Bq/g]	Fehler [%]	^{152}Eu [Bq/g]	Fehler [%]	^{154}Eu [Bq/g]	Fehler [%]	^{155}Eu [Bq/g]	Fehler [%]	^{60}Co [Bq/g]	Fehler [%]
TS 1/1	-		4,24E+00	14	2,40E-01	27	-		3,15E-01	13
TS 1/2	-		4,06E+00	14	2,46E-01	33	-		4,62E-01	16
TS 2/1	1,16E-01	36	2,00E+01	14	9,21E-01	22	-		1,13E+01	9
TS 2/2	9,98E-02	32	2,16E+01	14	9,96E-01	20	-		4,72E+00	9
TS 3/1	-		4,04E+01	13	1,92E+00	17	1,66E-01	37	2,04E+00	10
TS 3/2	9,75E-02	39	2,27E+01	14	1,14E+00	20	1,03E-01	45	2,60E+00	9
TS 4/1	1,79E-01	28	4,85E+01	13	2,21E+00	17	2,31E-01	32	2,20E+00	10
TS 4/2	1,45E-01	29	4,28E+01	13	2,00E+00	16	1,66E-01	35	2,40E+00	9
TS 5/1	3,27E-01	25	6,55E+01	13	3,11E+00	16	3,24E-01	27	2,49E+00	10
TS 5/2	3,42E-01	27	7,09E+01	13	3,29E+00	15	3,09E-01	30	2,49E+00	10
TS 6/1	4,24E-01	41	2,31E+02	13	1,13E+01	13	1,12E+00	20	5,53E+00	9
TS6/2	5,06E-01	35	2,27E+02	13	1,08E+01	13	1,10E+00	20	5,78E+00	9
TS 7/1	1,48E+00	19	2,35E+02	13	1,17E+01	13	1,16E+00	20	9,37E+01	8
TS 7/2	1,63E+00	18	2,60E+02	13	1,29E+01	13	1,15E+00	21	5,92E+01	9
TS 8/1	2,22E+00	21	4,65E+02	13	2,49E+01	12	2,48E+00	17	1,95E+01	9
TS 8/2	2,09E+00	19	4,03E+02	13	2,31E+01	12	2,38E+00	17	2,03E+01	9
TS 9/1	4,39E+00	22	1,09E+03	13	8,29E+01	12	6,60E+00	16	4,31E+01	9
TS 9/2	4,67E+00	22	1,19E+03	13	7,86E+01	12	6,43E+00	16	5,09E+01	9
TS 10/1	5,83E+00	22	9,86E+02	13	8,98E+01	12	5,74E+00	16	9,83E+02	9
TS 10/2	4,71E+00	22	9,59E+02	13	8,83E+01	12	5,51E+00	16	9,56E+02	9

Die Fehler zu den jeweiligen Nukliden sind jeweils in der Tabellenspalte direkt hinter dem entsprechenden Nuklid angegeben. Es ist zu bemerken, dass in zwei Proben ^{137}Cs mit einem Fehler von $> 50 \%$ gemessen wurde (TS 2/2 mit $7,26\text{E-}02 \text{ Bq/g}$ und TS 4/1 mit $3,37\text{E-}01 \text{ Bq/g}$). Aufgrund des hohen Fehlers und der hohen Untergrundstrahlung in den Chemiezellen können diese Werte vernachlässigt werden und wurden daher nicht mit in die Tabelle aufgenommen.

4.2 Ergebnisse für ^3H , ^{14}C , ^{55}Fe , Gesamt- α und Gesamt- β,γ

In der nachfolgenden Tabelle sind die Ergebnisse für ^3H , ^{14}C und ^{55}Fe , Gesamt- α und Gesamt- β,γ dargestellt. ^{55}Fe , Gesamt- α und Gesamt- β,γ wurden jeweils aus der Rückstandslösung der Verbrennung bestimmt. Bezugsdatum für ^3H , ^{14}C , ^{55}Fe ist der 01.08.2001. Die Gesamt- α Messungen wurden am 15.08.2002 (Messzeit: 250000 s) vorgenommen. Für die Gesamt β,γ Messungen wurde jeweils nur eine Probe verwendet. Das Bezugsdatum hier ist der 18.09.2002. **Der Fehler für alle Messwerte kann mit $\pm 20 \%$ angegeben werden.**

Die Ergebnisse zeigen, dass in keiner Probe ^{55}Fe oder α -Aktivität nachgewiesen werden konnte. Der ^3H und ^{14}C Gehalt der Proben steigt erwartungsgemäß mit zunehmender Probennummer. Dieselbe Tendenz zeigt sich bei den Gesamt- β,γ Ergebnissen. Für ^3H und ^{14}C bedeutet dies, dass je näher der Graphitstein dem Reaktorkern und damit dem Neutronenfluss ausgesetzt war, desto größer ist der ^3H und ^{14}C Gehalt. Um dies besser zu verdeutlichen, wurden diese Ergebnisse graphisch dargestellt (siehe Abb. 3 und Abb. 4). In dieser Darstellung zeigt sich auch deutlich, dass ^3H und ^{14}C nicht homogen in den Graphitkörpern verteilt sind (z.B.: Probe TS 8 und TS 9).

Tabelle 3: Ergebnisse der ^3H , ^{14}C , ^{55}Fe , Gesamt- α und Gesamt- β,γ Messungen

	^3H [Bq/g]	^{14}C [Bq/g]	^{55}Fe [Bq/g]	Gesamt- α [Bq/g]	Gesamt- β,γ [Bq/g]
TS 1/1	3,22E+01	< 4,00E+00	< 5,00E-02	< 2,00E-03	3,37E+00
TS 1/2	1,56E+01	4,90E+00	< 5,00E-02	< 2,00E-03	n. g.
TS 2/1	1,83E+02	6,70E+00	< 5,00E-02	< 2,00E-03	2,47E+01
TS 2/2	3,03E+02	8,60E+00	< 5,00E-02	< 2,00E-03	n. g.
TS 3/1	8,05E+01	1,40E+01	< 5,00E-02	< 2,00E-03	3,01E+01
TS 3/2	7,44E+01	1,39E+01	< 5,00E-02	< 2,00E-03	n. g.
TS 4/1	3,61E+02	2,79E+01	< 5,00E-02	< 2,00E-03	3,54E+01
TS4/2	4,03E+02	3,61E+01	< 5,00E-02	< 2,00E-03	n. g.
TS 5/1	3,15E+02	4,42E+01	< 5,00E-02	< 2,00E-03	4,80E+01
TS 5/2	2,48E+02	5,11E+01	< 5,00E-02	< 2,00E-03	n. g.
TS 6/1	8,25E+02	7,59E+01	< 5,00E-02	< 2,00E-03	1,93E+02
TS 6/2	8,21E+02	9,95E+01	< 5,00E-02	< 2,00E-03	n. g.
TS 7/1	6,20E+02	1,53E+02	< 5,00E-02	< 2,00E-03	2,21E+02
TS 7/2	1,08E+03	1,61E+02	< 5,00E-02	< 2,00E-03	n. g.
TS 8/1	3,13E+03	3,31E+02	< 5,00E-02	< 2,00E-03	4,01E+02
TS 8/2	4,01E+03	2,79E+02	< 5,00E-02	< 2,00E-03	n. g.
TS 9/1	2,89E+03	4,77E+02	< 5,00E-02	< 2,00E-03	9,54E+02
TS 9/2	3,61E+03	4,96E+02	< 5,00E-02	< 2,00E-03	n. g.
TS 10/1	4,70E+03	5,05E+02	< 5,00E-02	< 2,00E-03	2,21E+03
TS 10/2	4,76E+03	4,49E+02	< 5,00E-02	< 2,00E-03	n. g.

Werte von < 5,00E-02 Bq/g für ^{55}Fe bzw. < 2,00E-03 Bq/g für Gesamt- α repräsentieren die Erkennungsgrenzen dieser Methoden.

n. g. = nicht gemessen

Der Fehler für alle Messwerte kann mit $\pm 20 \%$ angegeben werden.

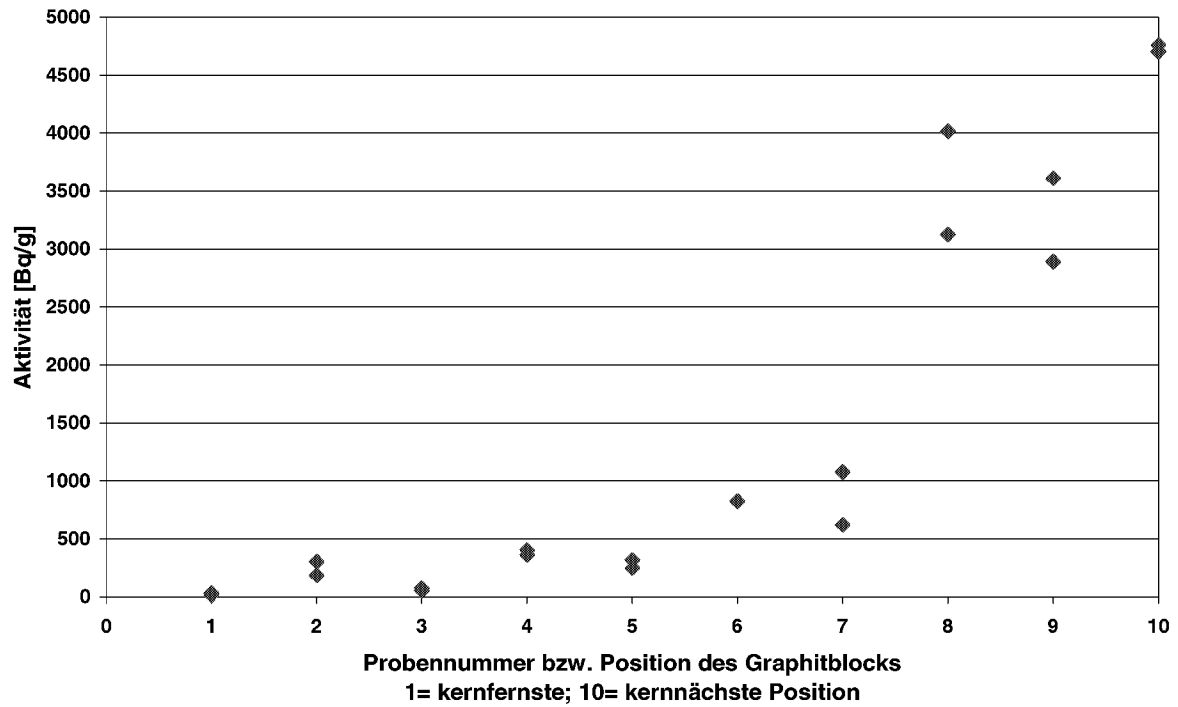


Abb. 3: Abhängigkeit des ^3H Gehalts von der Position des Graphitblocks der Thermischen Säule II

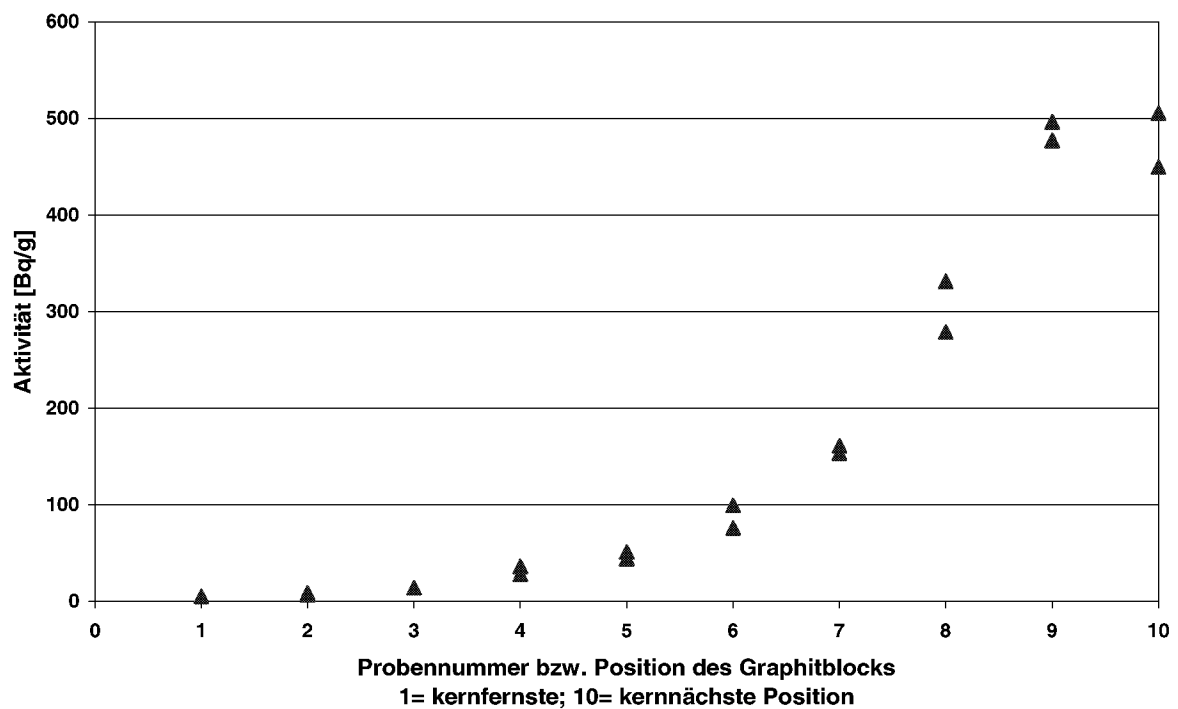


Abb. 4: Abhängigkeit des ^{14}C Gehalts von der Position des Graphitblocks der Thermischen Säule II

4.3 Ergebnisse der ICP-MS Messungen

Tabelle 4: Ergebnisse der ICP-MS Messungen (I)

	TS 1/2 [µg/g]	Fehler [%]	TS 2/2 [µg/g]	Fehler [%]	TS 3/2 [µg/g]	Fehler [%]	TS 4/2 [µg/g]	Fehler [%]	TS 5/2 [µg/g]	Fehler [%]
Al	2,18	25	4,10	20	4,20	20	1,64	20	1,81	20
As	0,10	20	0,05	25	<0,04		<0,04		0,06	30
Ag	0,02	25	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Ba	2,55	20	7,43	20	2,53	20	2,72	20	3,75	20
Be	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Ca	55,52	35	90,94	35	38,29	35	45,52	40	22,60	40
Co	0,03	20	0,06	20	<0,04		<0,04		<0,04	
Cd	0,22	20	0,13	25	0,19	20	0,16	20	0,05	25
Cr	0,06	20	2,11	20	<0,04		0,26	20	<0,04	
Cu	1,92	20	0,06	20	0,10	20	0,07	25	0,64	20
Li	0,66	20	0,75	20	0,15	20	0,20	20	0,13	20
Mg	3,12	20	0,72	20	0,32	20	0,75	20	0,99	20
Mn	0,16	20	0,59	20	0,14	40	0,05	20	<0,04	
Mo	0,10	20	0,25	20	0,09	25	0,03	20	0,08	20
Na	175,34	20	20,92	20	12,31	20	16,02	20	18,05	20
Ni	3,60	20	4,73	20	5,04	20	3,73	20	1,31	20
Pb	1,50	20	0,98	20	0,80	20	1,07	20	0,25	20
Sb	0,06	20	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Se	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Sr	1,82	20	2,96	20	0,73	20	1,19	20	0,69	20
Tl	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
U	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
V	25,19	20	41,80	20	13,67	20	18,13	20	17,56	20
Zn	6,81	20	1,96	20	4,73	20	2,76	20	2,20	20
Ce	0,12	20	0,27	20	0,12	20	0,13	20	0,11	20
Dy	<0,04		0,05	20	<0,04		<0,04		<0,04	
Er	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Eu	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Gd	<0,04		0,04	20	<0,04		<0,04		<0,04	
Ho	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
La	0,06	20	0,14	20	0,07	20	0,06	20	0,05	20
Lu	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Nd	0,10	30	0,23	20	0,09	20	0,07	30	0,07	30
Pr	<0,04		0,04	25	<0,04		<0,04		<0,04	
Sm	0,04	20	0,07	25	0,04	30	0,03	20	0,03	25
Sc	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Tb	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Th	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Tm	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Yb	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Y	0,08	20	0,17	20	0,06	20	0,05	20	0,07	20
Hf	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
W	<0,04		0,04	25	<0,04		<0,04		0,05	20
Sn	6,00	20	0,04	25	<0,04		<0,04		<0,04	
Nb	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Zr	0,04	37	<0,04		<0,04		<0,04		0,02	20
Ti	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Pd	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Cs	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Rb	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Ga	0,12	20	0,35	20	0,12	20	0,13	20	0,18	20
K	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	

Tabelle 5: Ergebnisse der ICP-MS Messungen (II)

	TS 6/2 [µg/g]	Fehler [%]	TS 7/2 [µg/g]	Fehler [%]	TS 8/2 [µg/g]	Fehler [%]	TS 9/2 [µg/g]	Fehler [%]	TS 10/2 [µg/g]	Fehler [%]
Al	2,68	20	1,75	20	0,77	20	2,52	20	3,37	20
As	0,02	20	<0,04		<0,04		0,02	20	0,04	30
Ag	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Ba	3,52	20	6,94	20	4,64	20	5,67	20	4,49	20
Be	0,03	15	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Ca	21,24	35	9,56	40	19,93	40	19,86	45	201,18	25
Co	0,05	15	<0,04		<0,04		<0,04		0,19	20
Cd	0,06	30	<0,04		<0,04		0,04	20	0,11	25
Cr	0,18	15	<0,04		<0,04		0,09	20	1,09	20
Cu	0,84	20	0,04	20	0,05	20	0,08	20	0,07	20
Li	0,30	20	0,21	20	0,38	20	0,19	25	0,50	20
Mg	1,04	20	0,99	20	<0,04		1,41	20	1,28	20
Mn	0,13	15	<0,04		<0,04		0,05	20	0,05	20
Mo	0,19	15	0,28	20	0,18	20	0,03	20	0,14	25
Na	17,73	20	13,99	20	9,65	20	18,80	20	24,71	20
Ni	1,52	20	3,83	20	2,40	20	2,49	20	30,60	20
Pb	0,43	20	0,04	20	0,10	20	0,56	20	1,60	20
Sb	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Se	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Sr	0,92	20	1,13	20	0,87	20	1,50	20	5,58	20
Tl	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
U	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
V	18,07	20	12,92	20	41,97	20	26,47	20	94,52	20
Zn	1,14	20	<0,04		0,09	20	0,98	20	4,96	25
Ce	0,33	20	0,18	20	0,47	20	0,25	20	0,12	20
Dy	0,04	25	0,03	25	0,07	20	0,04	25	<0,04	
Er	<0,04		<0,04		0,04	20	<0,04		<0,04	
Eu	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Gd	0,06	20	0,04	30	0,11	20	0,06	20	<0,04	
Ho	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
La	0,15	20	0,08	20	0,22	20	0,11	20	0,06	25
Lu	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Nd	0,23	20	0,14	20	0,33	20	0,21	20	0,07	20
Pr	0,04	20	<0,04	15	0,06	20	0,03	20	<0,04	
Sm	0,04	30	0,04	20	0,05	25	0,07	20	0,04	30
Sc	<0,04		<0,04		<0,04		0,03	20	<0,04	
Tb	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Th	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Tm	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Yb	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Y	0,24	20	0,12	20	0,39	20	0,18	20	0,07	17
Hf	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
W	0,06	25	0,06	20	<0,04		0,04	25	<0,04	
Sn	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Nb	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Zr	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Ti	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		3,26	20
Pd	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Cs	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Rb	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	
Ga	0,17	20	0,34	20	0,22	20	0,28	20	0,22	20
K	<0,04		<0,04		<0,04		<0,04		<0,04	

In den Tabellen 4 und 5 wurden jeweils die Ergebnisse der zweiten Probencharge angegeben. Auch hier wurde eine Doppelbestimmung durchgeführt. Die Ergebnisse der ersten Probencharge unterschieden sich nicht von den in diesen Tabellen aufgeführten Ergebnissen. Die Fehler sind jeweils in der Spalte hinter dem nachgewiesenen Element angegeben. Die minimalen Verunreinigungen aller 10 Graphitsteinproben lassen die Schlussfolgerung zu, dass es sich um ein homogenes Graphitmaterial handelt.

Forschungszentrum Jülich
in der Helmholtz-Gemeinschaft



Jüli-4014
November 2002
ISSN 0944-2952