

6 Ergebnisse und Diskussion

Diese Arbeit beschäftigte sich mit der Auswahl, mit dem Konzept und der Optimierung einer analytischen Methode für die abfallspezifische Zuordnung von zurückgenommenen Laborchemikalien in Kleinpackungen. Die gesetzlichen Rahmenbedingungen erfordern eine automatisierbare, analytische Methode, die Substanzen durch die ungeöffnete Verpackung schnell und abfallspezifisch zuordnet.

6.1 Methodenauswahl

Die analytischen Methoden NIR, Ramanspektroskopie, XRD und EDRFA wurden in ersten Vorversuchen bezüglich ihres Einsatzes in der Analyse von anorganischen, festen Substanzen durch die PE- und Glasverpackung und ihrer Analysendauer untersucht. Bei diesen vier Methoden handelt es sich um eine Vorabauswahl, resultierend aus Überlegungen, welche Methode für diese Aufgabenstellung geeignet sein kann. So kommen z.B. die wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse (WDRFA), die Neutronenaktivierungsanalyse (NAA) oder die UV/VIS-Fluoreszenzspektroskopie zusätzlich in Betracht. Diese Methoden scheiden aber aufgrund des Zeitfaktors (WDRFA), des großen baulichen Aufwands und den Strahlenschutzbestimmungen (NAA) oder wegen zu großer Verpackungseinflüsse (UV/VIS-Fluoreszenz) aus.

Mit der XRD wird kein analytisch brauchbares Signal durch beide Verpackungsarten erhalten. Somit scheidet diese Methode aus. Auch die Ramanspektroskopie ist aufgrund des starken Einflusses der Glasverpackung und der Wanddicke auf die Ramanspektren sowie des Defizits, durch die PE-Verpackung zu messen, nicht für diese Fragestellung geeignet. Bei der NIR ist eine Analyse durch die PE-Verpackung nicht möglich, womit diese Methode aufgrund des hohen Anteils an PE-Verpackungen ebenfalls ausscheidet (vgl. Kapitel 2). Mit der EDRFA ist im Gegensatz zu den anderen drei untersuchten Methoden eine Analyse durch beide Verpackungsarten möglich.

6.2 Konzept der EDRFA-Apparatur

Für die Aufgabenstellung und die dazugehörigen Untersuchungen wurde eine EDRFA mit folgenden Leistungsmerkmalen ausgewählt und aufgebaut:

- Voraussetzung ist die EDRFA-Analyse durch die Verpackungswand aufgrund der ebenen Fläche im Vergleich zum gewölbten Verpackungsboden (vgl. Abschnitt 3.1).

- Als Anregungsquelle wird eine Ag-Röntgenröhre wegen der größeren Variationsmöglichkeiten (Strahlungsintensität und anzuregender Energiebereich) und der einfacheren Realisierung des Strahlenschutzes im Vergleich zu Radionuklidquellen eingesetzt. Die Ag-Antikathode besitzt im Vergleich zu den anderen Antikathodenmaterialien Molybdän und Wolfram bei einer Hochspannung von 50 kV den größten durch die Primärstrahlung angelegten Energiebereich (vgl. Abschnitt 3.2).
- Das EDRFA-Spektrum wird mit einem Si(Li)-Halbleiterdetektor aufgenommen, um die größtmögliche Linienauflösung und somit den geringsten Informationsverlust im EDRFA-Spektrum im Vergleich zu anderen Detektoren im Energiebereich bis 40 keV zu gewährleisten.
- Der durch die Röntgenröhre, die Probe und den Detektor eingeschlossenen Winkel (Meßgeometrie) kann aufgrund der Abmessungen der Bauteile zwischen 0 und 90° liegen (vgl. Abschnitt 3.3). Der Winkel zwischen der Röhre, der Probe und dem Detektor sollte idealerweise 0° betragen, dann ist der Abstand zwischen der Compton- und Rayleigh-Streulinie am größten. Von baulicher Seite wurde ein Winkel von 60° realisiert.
- Aufgrund von Strahlenschutzbestimmungen wurde eine Probenkammer konstruiert, die aus den Materialien Al, Cu, Pb und V2A-Stahl besteht (Reihenfolge: von innen nach außen). Materialien mit aufsteigender OZ nach außen hin reduzieren den Streuuntergrund und weisen eine effektivere Strahlungsabsorption als reines Blei auf. Die Röntgenstrahlung wird dadurch nicht unmittelbar mit einem Material hoher OZ abgeschirmt, wodurch ein hoher Streuuntergrund entstehen würde. Die an Materialien hoher OZ entstehende Streustrahlung wird in den Materialien niedriger OZ absorbiert.

6.3 Optimierung der EDRFA-Apparatur

Neben der Optimierung der Anregungsbedingungen für eine EDRFA war die Stabilität der EDRFA-Anlage wichtig. Der Röhrenstrom war bei Wahl der niedrigen Stromstärke von 2 mA instabil, was zu starken Schwankungen der Peakfläche und letztendlich zu nicht reproduzierbaren Auswertungen der EDRFA-Ergebnisse führte. Die Optimierung vor den Stabilitätsüberprüfungen und die Korrekturen danach ergaben für den weiteren stabilen EDRFA-Betrieb die Meßbedingungen:

Röhrenhochspannung	45 kV
Röhrenstromstärke	4 mA
Primärstrahlkollimatordurchmesser	2 mm
Primärstrahlfiltermaterial	Ag