

**Verfahren zur Bestimmung
von Sr-89/Sr-90
im Niederschlag**

A-Sr-89/Sr-90-NIEDE-01

Bearbeiter:

W. Kiesewetter

H. Diedrich

W. Dyck

T. Steinkopff

H. Ulbricht

Leitstelle für Luft und Niederschlag

5 Verfahren zur Bestimmung von Strontium-89 und Strontium-90 im Niederschlag

1 Anwendbarkeit

Das beschriebene Verfahren eignet sich zur Bestimmung von Strontium-89/90 in allen Niederschlagsproben gemäß den Vorgaben der Allgemeinen Verwaltungsvorschrift zum Integrierten Meß- und Informationssystem nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz (AVV-IMIS) vom 27. September 1995 (1).

2 Probeentnahme

Die Probeentnahme erfolgt wie im Verfahren A- γ -SPEKT-NIEDE-01 beschrieben.

3 Analytik

3.1 Prinzip der Methode

Das Trennverfahren für Strontium nutzt die Löslichkeit des $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ in Ethanol zur Calciumabtrennung. Eventuell vorhandenes Barium und Radium werden durch eine Chromatfällung abgetrennt. Aus dem Strontium-90 nachgebildetes Yttrium-90 wird durch eine Yttriumhydroxid-Scavengerfällung entfernt. Nachfolgend ist eine schematisierte Darstellung des Trennungsganges wiedergegeben:

Im Laufe des Trennungsganges erhält man zwei Präparate:

- Strontium-89/90-Präparat: Die Summenzählrate von Strontium-89 und Strontium-90 wird gemessen. Die Messung erfolgt spätestens 100 Minuten nach der Ausfällung. Die Nachbildung des Strontium-90-Tochterrädonuklides Yttrium-90 kann vernachlässigt werden.
- Yttrium-90-Präparat: Die Aktivität von Strontium-90 wird über das Tochterrädonuklid Yttrium-90 bestimmt.

3.2 Probenvorbereitung

Der für die Aktivitätsbestimmung gesammelte Niederschlag wird in einer Porzellanschale (bzw. in einem Stahltopf) auf einer Kochplatte unter Vermeidung von Siedeverlusten vorsichtig bis zur Trockne eingeengt und zunächst für die Gammaskpektrometrie vorbereitet (siehe Verfahren A- γ -SPEKT-NIEDE-01).

3.3 Radiochemische Trennung

3.3.1 Nach der Bestimmung der Gamma-Strahler wird der Eindampfrückstand mit 50 ml heißem Wasser in ein 100 ml Becherglas überführt und mit 50 ml Salpetersäure ($14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und 1 ml Strontium-Trägerlösung versetzt. Die Lösung wird eine Stunde unter Rühren und leichtem Sieden erhitzt.

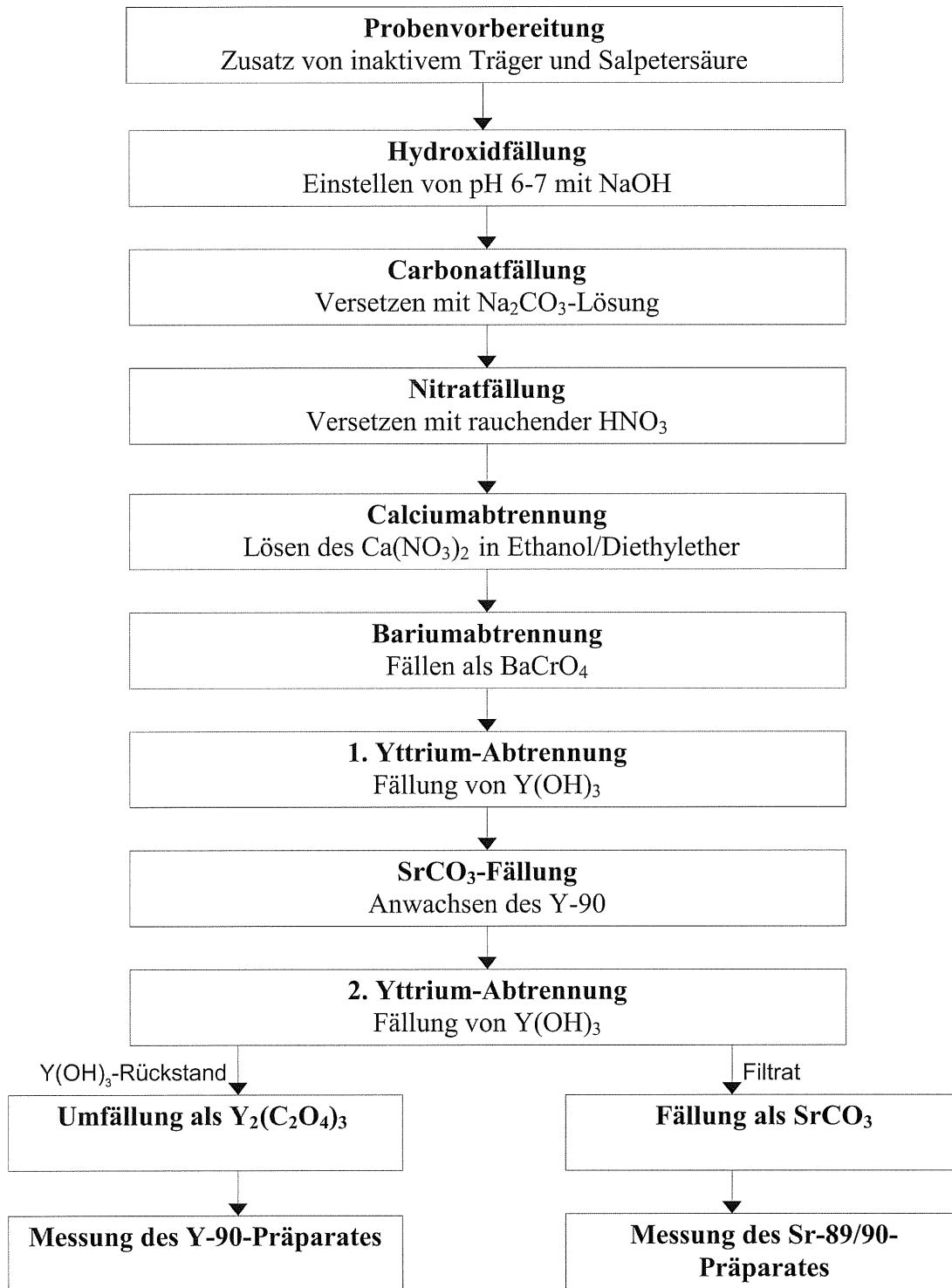


Abb. 1: Schema der Strontium-89/90-Bestimmung

3.3.2 Die noch warme Lösung wird über einen Weißbandfilter filtriert. Der Filter wird verworfen.

3.3.3 Das Filtrat wird leicht erwärmt und mit Natronlauge ($6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) der pH-Wert 6 bis 7 eingestellt. Nach kurzem Aufkochen wird die noch warme Lösung über einen Schwarzbandfilter filtriert. Der Filter wird verworfen.

3.3.4 Das Filtrat wird kurz aufgeköcht, mit 100 ml gesättigter Natriumcarbonat-Lösung versetzt und nochmals aufgeköcht. Den erhaltenen Niederschlag läßt man über Nacht bei Raumtemperatur altern.

3.3.5 Der Niederschlag wird abzentrifugiert und mit wenig Natriumcarbonat-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gewaschen.

3.3.6 Nitratfällung

Der Carbonatniederschlag wird in 10 ml Salpetersäure ($7 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst und mit 1 ml Yttrium-Trägerlösung versetzt. Unter Rühren und Eiskühlung wird 50 ml rauchende Salpetersäure ($23 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) hinzugefügt, 20 Minuten im Eisbad gerührt und zentrifugiert. Die überstehende Lösung wird verworfen.

3.3.7 Der Nitratrückstand wird auf einem vorgeheizten Sandbad bei 140°C etwa 2 Stunden getrocknet. Anschließend läßt man den Niederschlag im luftdicht verschlossenen Zentrifugenglas abkühlen.

3.3.8 Calciumabtrennung

Der Nitratrückstand wird mit 10 ml absolutem Ethanol versetzt und unter Verschuß 2 Stunden gerührt. Anschließend wird 10 ml Diethylether zugegeben und wieder 2 Stunden unter Verschuß gerührt. Danach läßt man den Niederschlag 12 Stunden verschlossen stehen, zentrifugiert und verwirft die überstehende Lösung.

3.3.9 Bariumabtrennung

Der Nitratrückstand wird in 10 ml destilliertem Wasser gelöst und mit 1 ml Barium-Trägerlösung versetzt. Unter Rühren und Erhitzen stellt man mit verdünnter Ammoniaklösung ($2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) den pH-Wert 4,8 ein (Spezialindikatorpapier Merck). Danach gibt man 1 ml Essigsäure ($6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$), 2 ml Ammoniumacetatlösung ($3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und 1 ml gesättigte Ammoniumchromatlösung zu. Die Lösung wird 20 Minuten in einem Wasserbad gerührt, wobei das Wasserbad langsam bis zum Sieden erhitzt wird. Nach dem Abkühlen wird die Lösung zentrifugiert. Die überstehende Lösung wird über einen Faltenfilter in ein Zentrifugenglas filtriert. Der Bariumchromat-Rückstand wird verworfen.

3.3.10 Das Filtrat wird mit 1 ml Yttrium-Träger versetzt. Anschließend stellt man unter Rühren und Erhitzen mit konzentrierter Ammoniaklösung ($13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) den pH-Wert 9 ein und rührt noch weitere 5 Minuten.

1. Yttrium-Abtrennung: Datum und Zeit notieren

Nach dem Abkühlen wird zentrifugiert. Die überstehende Lösung wird über einen Faltenfilter in ein Zentrifugenglas filtriert und für Schritt 3.3.12 aufbewahrt.

3.3.11 Der Hydroxidrückstand wird in einigen Tropfen Salzsäure gelöst, mit destilliertem Wasser auf ca. 10 ml verdünnt, gerührt, erhitzt und mit Ammoniaklösung auf den pH-Wert 9 eingestellt. Nach 5 Minuten Rühren und anschließendem Abkühlen wird zentrifugiert. Die überstehende Lösung wird in das Zentrifugenglas filtriert und der Hydroxidrückstand verworfen.

3.3.12 Strontiumcarbonatfällung

Die vereinigten Filtrate werden unter Rühren erhitzt und mit festem Ammoniumcarbamat (5 g) versetzt. Die Lösung wird zum Sieden erhitzt, so daß das Strontiumcarbonat quantitativ ausfällt. Man läßt die Lösung abkühlen, zentrifugiert und verwirft die überstehende Lösung. Das Strontiumcarbonat wird mit Natriumcarbonatlösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gewaschen.

3.3.13 Der Strontiumcarbonat-Rückstand wird in 10 ml Salpetersäure ($2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst, mit 1 ml Yttrium-Trägerlösung versetzt und zum Anwachsen des Yttrium-90 7 Tage ver-

schlossen stehen gelassen. Bei Vorliegen höherer Aktivitäten kann die Anwachszeit, in Abhängigkeit von der geforderten Nachweisgrenze, auf bis zu 3 Stunden reduziert werden.

3.3.14 Nach dieser Zeit wird die Lösung in ein Zentrifugenglas überführt und unter Rühren und Erhitzen mit Ammoniaklösung der pH-Wert 9 eingestellt.

2. Yttrium-Abtrennung: Datum und Zeit notieren

Die Lösung wird 5 Minuten gerührt und nach dem Abkühlen zentrifugiert. Die überstehende Lösung wird über einen Faltenfilter in ein Becherglas filtriert und für Schritt 3.3.16 aufbewahrt.

3.3.15 Der Yttriumhydroxid-Rückstand wird in einigen Tropfen Salzsäure gelöst, auf ca. 10 ml verdünnt und unter Rühren und Erhitzen mit Ammoniaklösung auf den pH-Wert 9 eingestellt. Die Lösung wird 5 Minuten gerührt und nach dem Abkühlen zentrifugiert. Die überstehende Lösung wird in das Becherglas filtriert und für Schritt 3.3.16 aufbewahrt. Der Yttriumhydroxidrückstand wird für Schritt 3.3.17 aufbewahrt.

3.3.16 Strontiumcarbonatfällung

Die vereinigten Filtrate aus Schritt 3.3.14 und 3.3.15 werden zum Sieden erhitzt, mit 10 ml gesättigter Na_2CO_3 -Lösung versetzt und erneut zum Sieden erhitzt. Die Lösung wird in einem Eisbad abgekühlt. Das ausgefallene Strontiumcarbonat wird anschließend über einen Membranfilter abgesaugt, mit wenig Natriumcarbonatlösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gewaschen, mit Waschkohol nachgewaschen und der noch feuchte Filter in ein Stahlschälchen eingeklebt (siehe Punkt 3.3.18). Das Präparat wird in einem Trockenschrank bei 70°C getrocknet und sofort in einem Low-Level-Betameßplatz 100 Minuten gemessen. Die Zeitspanne zwischen der 2. Yttriumabtrennung bis zum Meßbeginn sollte 100 Minuten nicht überschreiten.

3.3.17 Yttriumoxalatfällung

Der Yttriumhydroxid-Rückstand wird in einigen Tropfen Salzsäure ($3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst, mit dest. Wasser auf ca. 20 ml verdünnt, mit 1 ml gesättigter Oxalsäure versetzt und die resultierende Lösung mit Ammoniaklösung auf pH-Wert 2 bis 3 eingestellt, so daß das Yttriumoxalat quantitativ ausfällt. Das Yttriumoxalat wird über einen Membranfilter abgesaugt, mit wenig dest. Wasser gewaschen, mit Waschkohol nachgewaschen und der noch feuchte Filter in ein Stahlschälchen eingeklebt (siehe Punkt 3.3.18). Das Präparat wird in einem Trockenschrank bei 70°C getrocknet.

3.3.18 Vorbereitung der Stahlschälchen

Der Boden eines Stahlschälchens wird mit einem Tropfen handelsüblichen Flüssigklebers bestrichen, im Trockenschrank getrocknet und zusammen mit einem Membranfilter gewogen, bis keine Gewichtsveränderung mehr eintritt. Zum Einkleben der Filter feuchtet man den Klebstoff mit 1 bis 2 Tropfen Ethanol an.

3.4 Bestimmung der chemischen Ausbeute

Die chemische Ausbeute an Strontium und Yttrium wird durch Wägung der entsprechenden Präparate bestimmt. Unter der Annahme, daß die Masse des Strontiums und des Yttriums in der Probe gegenüber der Masse des zugesetzten Trägers zu vernachlässigen ist, wird die Ausbeute η wie folgt berechnet:

$$\eta_{\text{Sr}} = \frac{m_{\text{Sr,P}}}{m_{\text{Sr,T}}} \quad (1)$$

$$\eta_Y = \frac{m_{Y,P}}{m_{Y,T}} \quad (2)$$

mit:

η_{Sr} = chemische Ausbeute für Strontium

η_Y = chemische Ausbeute für Yttrium

$m_{Sr,P}$ = Masse des Strontiums im Carbonat-Präparat in g

$m_{Sr,T}$ = Masse des Strontiums in der zugesetzten Trägerlösung in g

$m_{Y,P}$ = Masse des Yttriums im Oxalat-Präparat in g

$m_{Y,T}$ = Masse des Yttriums in der zugesetzten Trägerlösung in g

4 Messung der Aktivität

4.1 Kalibrierung

Da Strontium-89 und Strontium-90 eine niedrige Beta-Energie aufweisen, sind die zugehörigen Kalibrierfaktoren von der Selbstabsorption im Strontiumcarbonat-Präparat abhängig. Die Kalibrierfaktoren müssen daher in Abhängigkeit von der Schichtdicke des Präparates bestimmt werden. Die Kalibrierkurven erhält man aus den Messungen von Präparaten mit definierten Aktivitäten von Strontium-89 bzw. Strontium-90, die jeweils steigende Mengen an inaktivem Strontium enthalten.

4.2 Messung

Die Messung des Strontiumcarbonat-Präparates erfolgt unmittelbar nach der Fällung, so daß die Nachbildung des Yttrium-90 vernachlässigbar bleibt. Die Aktivitäten der Strontiumcarbonat- und der Yttrium-Oxalat-Präparate werden in einem Low-Level- β -Antikoinzidenzmeßplatz gemessen. Es wird ein Gasdurchflußzählrohr eingesetzt, das mit einer Mischung von Helium und Isobutan gespült wird. Die Abschirmung besteht aus 10 cm dicken Bleiziegeln.

5 Berechnung der Analysenergebnisse

Die Berechnung der Strontium-90-Aktivitätskonzentration pro Liter Niederschlag erfolgt nach der Gleichung:

$$c_{Sr-90} = \frac{f(t_1) \cdot f(t_2) \cdot f(t_3) \cdot \varphi_{Y-90} \cdot R_{Y-90}}{\eta_{Sr} \cdot \eta_Y \cdot V} \quad \text{Bq} \cdot \text{l}^{-1} \quad (3)$$

Unter der Voraussetzung, daß das Strontiumcarbonatpräparat unmittelbar nach der Herstellung gemessen wird, kann die Nachbildung des Yttrium-90 vernachlässigt werden. Die Strontium-89-Aktivitätskonzentration erhält man aus der Gleichung:

$$c_{Sr-89} = \left(\frac{R_C}{\eta_{Sr} \cdot V} - \frac{c_{Sr-90}}{\varphi_{Sr-90}} \right) \cdot \varphi_{Sr-89} \cdot f(t_A) \quad \text{Bq} \cdot \text{l}^{-1} \quad (4)$$

Darin bedeuten:

- $c_{\text{Sr-90}}$ = Strontium-90-Aktivitätskonzentration in $\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$
 $c_{\text{Sr-89}}$ = Strontium-89-Aktivitätskonzentration in $\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$
 R_{C} = Nettozählrate des Strontiumcarbonat-Präparates in s^{-1}
 $R_{\text{Y-90}}$ = Nettozählrate des Yttrium-90 im Yttriumoxalatpräparat in s^{-1}
 $\varphi_{\text{Y-90}}$ = Kalibrierfaktor für die Messung des Yttrium-90 im Yttriumoxalatpräparat in $\text{Bq} \cdot \text{s}$
 $\varphi_{\text{Sr-90}}$ = Kalibrierfaktor für die Messung des Strontium-90 im Carbonatpräparat in $\text{Bq} \cdot \text{s}$
 $\varphi_{\text{Sr-89}}$ = Kalibrierfaktor für die Messung des Strontium-89 im Carbonatpräparat in $\text{Bq} \cdot \text{s}$
 η_{Sr} = chemische Ausbeute für Strontium
 η_{Y} = chemische Ausbeute für Yttrium
 V = Volumen der Regenwasserprobe in l
 t_1 = Zeitspanne zwischen der 1. und der 2. Yttrium-Abtrennung (Nachbildung des Y-90) in s
 t_2 = Zeitspanne zwischen der 2. Yttrium-Abtrennung und dem Beginn der Messung des Yttriumoxalatpräparates in s
 t_3 = Meßzeit des Yttriumoxalatpräparates in s
 t_{A} = Zeitspanne zwischen der Mitte des Probeentnahmeintervalls und der Mitte des Meßzeitintervalls in s

$$f(t_1) = \frac{1}{1 - e^{-\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_1}}$$

Faktor für die Strontium-90/Yttrium-90-Gleichgewichtseinstellung (Nachbildung des Yttrium-90 nach der ersten Yttrium-Abtrennung)

$$f(t_2) = e^{\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_2}$$

Faktor für das Abklingen in der Zeitspanne zwischen Yttrium-Abtrennung und Meßbeginn

$$f(t_3) = \frac{\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_3}{1 - e^{-\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_3}}$$

Faktor für das Abklingen des Yttrium-90 während der Messung

$$f(t_{\text{A}}) = e^{\lambda_{\text{Sr-89}} \cdot t_{\text{A}}}$$

Faktor für das Abklingen des Strontium-89 in der Zeit zwischen Probeentnahme und dem Beginn der Analyse

- $\lambda_{\text{Sr-89}}$ = Zerfallskonstante des Strontium-89 in s^{-1}
 $\lambda_{\text{Sr-90}}$ = Zerfallskonstante des Strontium-90 in s^{-1}
 $\lambda_{\text{Y-90}}$ = Zerfallskonstante des Yttrium-90 in s^{-1}

Bei der Berechnung der Standardabweichungen werden die Unsicherheiten der Aufbau- und Abklingzeiten, sowie der Probemassen als klein gegenüber anderen Unsicherheiten angenommen und vernachlässigt.

Eine ausführliche Ableitung zur Berechnung der Standardabweichungen ist in Kapitel IV.5 Abschnitt 4.4 dieser Meßanleitungen angegeben. Da die Bestimmung der chemischen

Ausbeute abweichend vom dort angegebenen Verfahren nicht durch Messung des Tracers Strontium-85, sondern durch Wägung erfolgt, fällt jeweils der Ausdruck für die Standardabweichung der Bestimmung des Strontium-85-Tracers weg. Daraus ergibt sich dann folgende Formel für die Standardabweichung $s_{\text{Sr-90}}$ der Aktivitätskonzentration $c_{\text{Sr-90}}$:

$$s_{\text{Sr-90}} = \frac{f(t_1) \cdot f(t_2) \cdot f(t_3) \cdot \varphi_{\text{Y-90}} \cdot s(\text{R}_{\text{Y-90}})}{\eta_{\text{Sr}} \cdot \eta_{\text{Y}} \cdot V} \quad \text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Für die Standardabweichung $s_{\text{Sr-89}}$ der Aktivitätskonzentration $c_{\text{Sr-89}}$ bezogen auf den Zeitpunkt der Probeentnahme gilt:

$$s_{\text{Sr-89}} = \frac{f(t_A) \cdot \varphi_{\text{Sr-89}}}{\eta_{\text{Sr}} \cdot V} \cdot \sqrt{s^2(\text{R}_C) + [\omega_1 \cdot s(\text{R}_{\text{Y-90}})]^2} \quad \text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Hierbei bedeuten:

- $s_{\text{Sr-90}}$ = Standardabweichung der Strontium-90-Aktivitätskonzentration in $\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$
- $s_{\text{Sr-89}}$ = Standardabweichung der Sr-89-Aktivitätskonzentration in $\text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ zum Zeitpunkt der Probeentnahme
- $s(\text{R}_C)$ = Standardabweichung der Nettozählrate des Strontiumcarbonat-Präparates in s^{-1} (Berechnung siehe Kapitel IV.5 dieser Meßanleitungen, Gleichung 4.13)
- $s(\text{R}_{\text{Y-90}})$ = Standardabweichung der Nettozählrate des Yttriumoxalatpräparates in s^{-1} (Berechnung siehe Kapitel IV.5 dieser Meßanleitungen, Gleichung 4.13)

$$\omega_1 = \frac{\varphi_{\text{Y-90}} \cdot f(t_1) \cdot f(t_2) \cdot f(t_3)}{\eta_{\text{Y}} \cdot \varphi_{\text{Sr-90}}}$$

Umrechnungsfaktor für die Yttrium-90-Zählrate im Yttriumoxalatpräparat in die korrespondierende Strontium-90-Zählrate im Strontiumcarbonat-Präparat

Als Ergebnis werden stets die Aktivitätskonzentrationen und deren Standardabweichungen bezogen auf den Zeitpunkt der Probeentnahme angegeben ($c \pm s$).

5.1 Rechenbeispiel

In einer Beispielrechnung werden folgende Daten eingesetzt:

$\text{R}_{\text{Y-90}}$	$= 0,035 \text{ s}^{-1}$	t_A	$= 3.382.500 \text{ s}$
R_C	$= 0,115 \text{ s}^{-1}$	t_1	$= 426.300 \text{ s}$
$\varphi_{\text{Sr-89}}$	$= 2,597 \text{ Bq} \cdot \text{s}$	t_2	$= 15.000 \text{ s}$
$\varphi_{\text{Sr-90}}$	$= 3,906 \text{ Bq} \cdot \text{s}$	t_3	$= 6.000 \text{ s}$
$\varphi_{\text{Y-90}}$	$= 2,7 \text{ Bq} \cdot \text{s}$	$f(t_A)$	$= 1,712$
η_{Sr}	$= 0,87$	$f(t_1)$	$= 1,386$
η_{Y}	$= 0,96$	$f(t_2)$	$= 1,046$
V	$= 75,59 \text{ l}$	$f(t_3)$	$= 1,009$
$\lambda_{\text{Y-90}}$	$= 3,00 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$		
$\lambda_{\text{Sr-89}}$	$= 1,59 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$		

$$c_{\text{Sr-90}} = \frac{1,386 \cdot 1,046 \cdot 1,009 \cdot 2,700 \cdot 0,035}{0,96 \cdot 0,87 \cdot 75,59} = 2,19 \cdot 10^{-3} \quad \text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

$$c_{\text{Sr-89}} = \left(\frac{0,115}{0,87 \cdot 75,59} - \frac{2,19 \cdot 10^{-3}}{3,906} \right) \cdot 2,597 \cdot 1,712 = 5,28 \cdot 10^{-3} \quad \text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

$$s(\text{R}_C) = 4,56 \cdot 10^{-3} \quad \text{s}^{-1}$$

$$s(\text{R}_{\text{Y-90}}) = 2,74 \cdot 10^{-3} \quad \text{s}^{-1}$$

$$\omega_1 = \frac{2,700 \cdot 1,386 \cdot 1,046 \cdot 1,009}{0,960 \cdot 3,906} = 1,053$$

$$s_{\text{Sr-90}} = \frac{1,386 \cdot 1,046 \cdot 1,009 \cdot 2,700 \cdot 2,74 \cdot 10^{-3}}{0,87 \cdot 0,96 \cdot 75,59} = 1,7 \cdot 10^{-4} \quad \text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

$$s_{\text{Sr-89}} = \frac{1,712 \cdot 2,597}{0,87 \cdot 75,59} \cdot \sqrt{(4,56 \cdot 10^{-3})^2 + (1,053 \cdot 2,74 \cdot 10^{-3})^2} = 3,7 \cdot 10^{-4} \quad \text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Als Ergebnis für die Aktivitätskonzentrationen ist nach diesem Beispiel also anzugeben:

$$c_{\text{Sr-90}} = (2,2 \pm 0,2) \cdot 10^{-3} \quad \text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

$$c_{\text{Sr-89}} = (5,3 \pm 0,4) \cdot 10^{-3} \quad \text{Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

5.2 Fehlerbetrachtung

Die Gesamtunsicherheit des Verfahrens hängt von mehreren Faktoren, wie der absoluten Höhe der Aktivitätskonzentrationen, dem Verhältnis der beiden Radionuklide und der Meßzeit ab. Eine große Rolle spielt die Erfahrung des Laborpersonals und damit auch die Güte der radiochemischen Trennung.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Eine ausführliche Ableitung der Berechnungsformeln für die Nachweisgrenzen der Aktivitätskonzentrationen von Strontium-90 und Strontium-89 wird im Kapitel IV.5 dieser Meßanleitungen wiedergegeben. Die Nachweisgrenze für die Aktivitätskonzentration des Strontium-90 kann man nach der Formel 2.4 (bzw. 2.6) aus dem Abschnitt 2.1 dieses Kapitels berechnen. Für die Nachweisgrenze der Strontium-89-Aktivitätskonzentration findet sich die entsprechende Ableitung in Abschnitt 4.4, Gleichung 4.22. Der dort definierte Koeffizient ω_1 nimmt im vorliegenden Fall die in Kapitel 5 der vorliegenden Anleitung angegebene Form an.

Der Koeffizient ω_2 hat den Wert 0, da kein Strontium-85-Tracer eingesetzt wird (siehe auch Anmerkung a in Kapitel IV.5, Abschnitt 4.4 dieser Meßanleitungen). Mit Hilfe dieser Koeffizienten und den Standardabweichungen der Nettozählraten R_C und $\text{R}_{\text{Y-90}}$ können die in Abschnitt 4.4 angeführten Größen μ_1 und μ_2 , sowie nach Gleichung 4.22 die Nachweisgrenze G für Strontium-89 berechnet werden. Die Berechnung der Nachweisgrenze für die Aktivitätskonzentration bezogen auf den Zeitpunkt der Probeentnahme $g(t_A)$ erfordert noch eine Multiplikation von G mit dem Korrekturfaktor $f(t_A)$ und eine Division durch die Strontium-Ausbeute η_{Sr} und das Probevolumen V :

$$g(t_A) = \frac{f(t_A) \cdot G}{\eta_{Sr} \cdot V}$$

Für das oben angegebene Zahlenbeispiel errechnen sich folgende Nachweisgrenzen:

$$g_{Sr-90} = 0,49 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

$$g_{Sr-89} = 1,3 \cdot 10^{-3} \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

Ein komplettes Beispiel für die Berechnung von Strontium-89/90-Aktivitätskonzentrationen, Standardabweichungen und Nachweisgrenzen findet sich in Kapitel IV.5, Abschnitt 6.3 dieser Meßanleitungen.

7 Verzeichnis der erforderlichen Geräte und Chemikalien

7.1 Chemikalien

Alle Chemikalien sollten, soweit möglich, in p. a. Qualität vorliegen.

- Ammoniumcarbamat, fest
- Ammoniaklösung, 13 mol · l⁻¹
- Ammoniumacetatlösung, 3 mol · l⁻¹
- Ammoniumchromatlösung, gesättigt (ca. 25 Gew.%)
- Diethylether
- Essigsäure, 6 mol · l⁻¹
- Ethanol, absolut
- Faltenfilter
- Weißbandfilter
- Schwarzbandfilter
- Membranfilter (Porenweite 0,65 µm, d = 25 mm)
- Indikatorpapier: Universalindikatorpapier pH 1 bis 10, Spezialindikatorpapier pH 3,8 bis 5,4
- Natriumcarbonatlösung: gesättigt und 0,1 mol · l⁻¹
- Natronlauge, 6 mol · l⁻¹
- Oxalsäurelösung, gesättigt
- rauchende Salpetersäure (23 mol · l⁻¹)
- verdünnte Salpetersäure (2 mol · l⁻¹)
- Konzentrierte Salpetersäure (14 mol · l⁻¹)
- Salpetersäure (7 mol · l⁻¹)
- Salzsäure, 12 mol · l⁻¹
- Waschkohol: Mischung Ethanol/dest. Wasser 1 : 1

Schälchen aus Edelstahl, d = 25 mm, rostfrei

Flüssig-Kleber (z. B. «UHU»-Alleskleber)

Trägerlösungen:

Barium-Träger: 19,028 g Ba(NO₃)₂/1000 ml Salpetersäure 0,1 mol · l⁻¹
1 ml ≙ 10 mg Ba²⁺

Strontium-Träger: 24,152 g $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ /1000 ml Salpetersäure $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$
1 ml $\hat{=}$ 10 mg Sr^{2+}

Yttrium-Träger: siehe Abschnitt 7.1.1
1 ml $\hat{=}$ 10 mg Y^{3+}

7.1.1 Herstellung der Yttrium-Trägerlösung

7.1.1.1 25 g Yttriumnitrat-5-hydrat werden in 20 ml dest. Wasser gelöst. Nach Zugabe von 5 Tropfen konzentrierter Salpetersäure wird die Lösung durch zweimaliges Spülen mit je 5 ml dest. Wasser in einen Scheidetrichter überführt.

7.1.1.2 Nach Zugabe von 30 ml gesättigter Ammoniumnitratlösung und 30 ml Tributylphosphat (TBP) wird die Lösung 5 Minuten geschüttelt. Die Phasentrennung dauert etwa 10 Minuten.

7.1.1.3 Die wäßrige Phase wird in einem Scheidetrichter aufgefangen und nochmals mit 60 ml TBP 5 Minuten geschüttelt. Nach der Phasentrennung wird die wäßrige Phase verworfen.

7.1.1.4 Die vereinigten TBP-Phasen werden zweimal mit je 50 ml dest. Wasser je 5 Minuten geschüttelt. Die wäßrigen Phasen werden in einem Scheidetrichter gesammelt, die TBP-Phase wird verworfen.

7.1.1.5 Die wäßrige Phase wird mit 12,5 ml Tetrachlorkohlenstoff versetzt und 1 Minute geschüttelt. Nach der Phasentrennung wird die organische Phase verworfen.

7.1.1.6 Die wäßrige Phase wird anschließend in einen Meßkolben überführt, mit dest. Wasser auf 500 ml verdünnt und in einer Polyethylenflasche für den späteren Gebrauch aufbewahrt.

7.1.2 Bestimmung des Gehalts der Yttrium-Trägerlösung

7.1.2.1 In drei Bechergläser wird je 1 ml Yttrium-Trägerlösung pipettiert, auf 20 ml verdünnt und mit wenigen Tropfen HCl angesäuert.

7.1.2.2 Die Lösungen werden mit je 1 ml gesättigter Oxalsäurelösung versetzt. Danach wird unter Rühren mit Ammoniaklösung ein pH-Wert von 2 bis 3 eingestellt.

7.1.2.3 Die Yttriumoxalatniederschläge werden über einen Membranfilter abgesaugt und mit wenig Wasser und Waschkohol gewaschen. Die Filter werden in Stahlschälchen eingeklebt und bei 70°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

7.1.2.4 Aus den Massen der 3 Proben kann der Gehalt an Yttrium in 1 ml Trägerlösung berechnet werden.

7.2 Geräte

- Low-Level-Antikoinzidenz-Betameßplatz mit Gas-Durchfluß-Zählrohr
- 10 cm Bleiabschirmung
- Zählgas Helium-Isobutan (99,05 : 0,95)

Literatur

- (1) Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit (Hrsg.): Allgemeine Verwaltungsvorschrift zum Integrierten Meß- und Informationssystem nach dem Strahlenschutzvorsorgegesetz (AVV-IMIS). Bundesanzeiger 47, Nummer 200a vom 24. Oktober 1995