

Verfahren zur alphaspektrometrischen Bestimmung von Uranisotopen im Abwasser

H- α -SPEKT-AWASS-01

Bearbeiter:

Th. Bünger
H.U. Fusban[†]
H. Rühle
I. Gans

Diese Version entspricht der Druckfassung mit den Lieferungen 1 bis 7, Stand: 1.3.2006

Leitstelle für die Überwachung der Radioaktivität in Trinkwasser,
Grundwasser, Abwasser, Klärschlamm, Reststoffen und Abfällen

ISSN 1865-8725

Version September 1992

Messanleitungen für die „Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung“

17 Verfahren zur alphaspektrometrischen Bestimmung von Uranisotopen im Abwasser

1 Anwendbarkeit

Die hier beschriebene Methode dient der Bestimmung der Uranisotope U-234, U-235 und U-238 nebeneinander im Abwasser. Die Methode ist anwendbar auf Abwässer aus kern-technischen Anlagen, Abwässer von Isotopenanwendern und Abwässern bzw. gereinigte Abwässer aus Kläranlagen. Höhere Konzentrationen an Salzen, z. B. Natriumchlorid können stören. Sinngemäß läßt sich – gegebenenfalls nach Anreicherung durch Eindampfen großer Volumina – das Verfahren auf andere Wässer, wie z. B. Grundwasser, Trinkwasser und Oberflächenwasser übertragen.

2 Probeentnahme

Nähere Angaben zur Probenauswahl und zur Probeentnahme sind den Vorschriften H- γ -SPEKT-AWASS-01 und H- γ -SPEKT-TWASS-01 zu entnehmen. Im allgemeinen ist ein Probevolumen von 1 l ausreichend. Die Wasserproben werden zur Stabilisierung mit etwa 1 ml Salpetersäure ($14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) je Liter angesäuert. In Polyethylenflaschen können die so behandelten Proben bis zur Weiterverarbeitung gelagert werden.

3 Analytik

3.1 Prinzip der Methode

Das Prinzip der Methode ist schematisch in Abb. 1 dargestellt. Uran wird aus salpetersaurer Lösung mittels Trioctylmethylammoniumnitrat extrahiert und anschließend durch Anionenaustausch als Hexachlorokomplex von Begleitelementen (z. B. Plutonium, Thorium, Eisen) abgetrennt. Die Aktivität wird durch α -spektrometrische Messung von Dünnschichtpräparaten bestimmt, die durch elektrochemische Abscheidung des Urans in hydroxidischer Form auf Edelstahlplättchen erhalten werden. Zur Bestimmung der chemischen Ausbeute wird als Tracer U-232 bekannter Aktivität zugesetzt.

3.2 Probenvorbereitung

Das Probenwasser wird mit U-232-Tracer (etwa 0,5 Bq) zur Bestimmung der radiochemischen Ausbeute, 5 ml Schwefelsäure ($18 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und 10 ml Salpetersäure ($14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) versetzt. Die der Probe zugesetzte Menge U-232-Tracer sollte so bemessen sein, daß die U-232-Linie im α -Spektrum etwa die zu erwartende Größe der Linien der gesuchten Uranisotope hat. Bei höheren Aktivitäten sind gegebenenfalls höhere Traceraktivitäten einzusetzen.

Die Probe wird zur Trockne abgeraucht (naßverascht). Der abgekühlte Rückstand wird mit 2 ml Schwefelsäure ($18 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und 5 ml Salpetersäure ($14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) versetzt und erneut zur Trockne abgeraucht. Dieser Schritt ist so oft zu wiederholen, bis der Rückstand keine organischen Bestandteile mehr enthält.

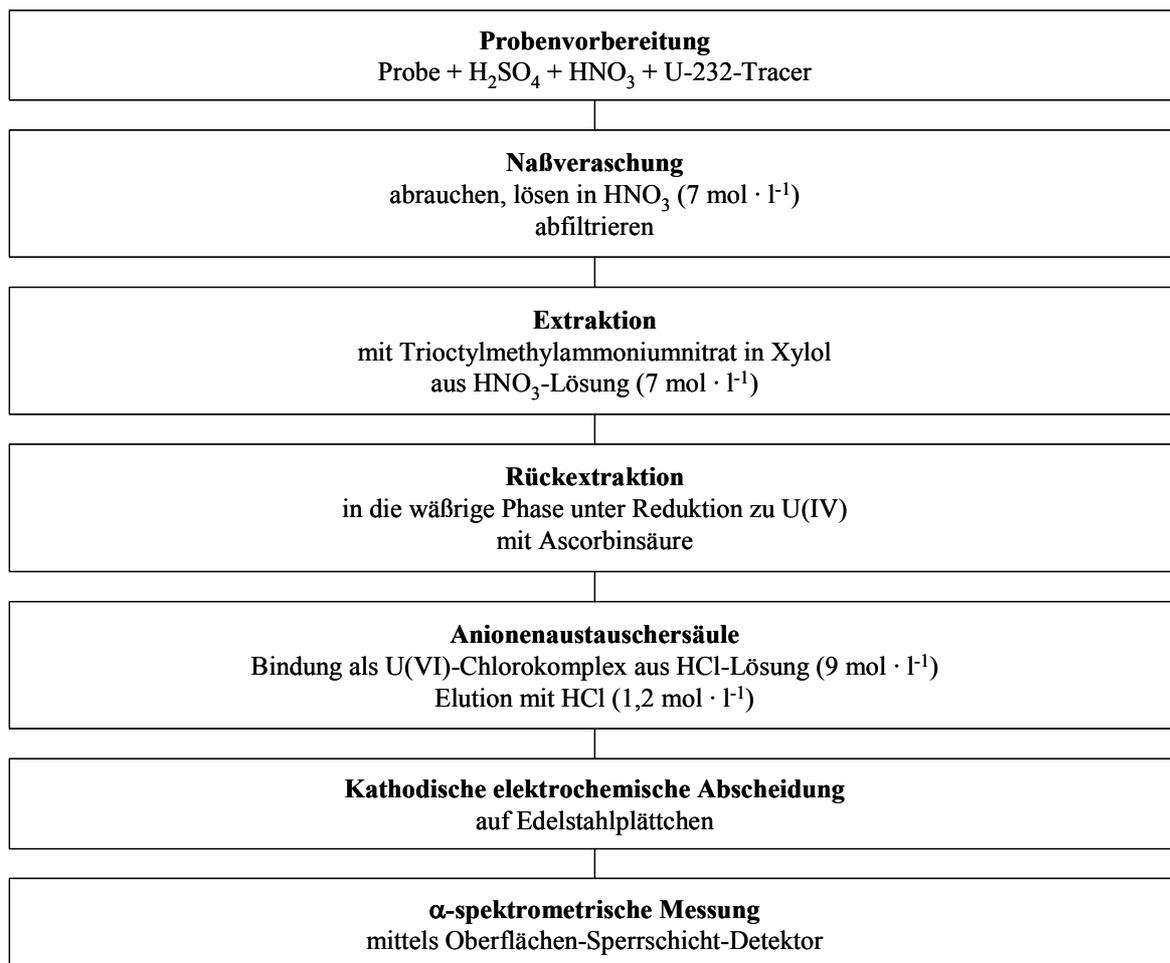


Abb. 1: Prinzip der Bestimmung von Uranisotopen im Abwasser

3.3 Radiochemische Trennungen

3.3.1 Der Rückstand wird mit 100 ml Salpetersäure (7 mol · l⁻¹) versetzt und etwa eine Stunde in der Wärme mit aufgesetztem Uhrglas durch Rühren gelöst; die Lösung wird zur Entfernung von unlöslichen Substanzen (z. B. Kieselsäure) durch eine Fritte mit aufgelegtem Membranfilter (Porenweite 0,45 µm) abgesaugt. Der Rückstand wird verworfen.

3.3.2 Man läßt das Filtrat auf etwa 20 °C abkühlen. Anschließend wird 2mal mindestens je 5 Minuten mit je 50 ml Trioctylmethylammoniumnitrat in Xylol z. B. mittels Schüttelapparatur extrahiert (zur Vorbehandlung des Extraktionsmittels wird auf Abschnitt 7.1.2 verwiesen). Die beiden organischen Phasen (oben) werden vereinigt und einmal mit 50 ml Salpetersäure (7 mol · l⁻¹) gewaschen.

Anmerkung

Bei der Verarbeitung größerer Volumina Abwasser (> 1 l) kann es zu Konzentrationsniederschlägen von Salzen aus der abgekühlten Lösung kommen. Es muß dann mit einem größeren Volumen Salpetersäure gelöst werden. Die Extraktion des Urans wird in diesem Falle mit einem entsprechend größeren Volumen Trioctylmethylammoniumnitrat-Lösung durchgeführt.

3.3.3 Das Uran wird aus der gewaschenen organischen Phase 5mal mit je 100 ml ca. 50 °C warmer Salzsäure ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$), die 1 g Ascorbinsäure pro Liter enthält, rückextrahiert (Schüttelzeit je 5 Minuten). Die wäßrigen Phasen werden vereinigt und zur Trockene eingedampft. Die organische Phase wird verworfen (Sammlung in Lösungsmittelabfallbehältern).

3.3.4 Der schwarze Eindampfrückstand wird mit 5 ml Salpetersäure ($14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und 2 ml Schwefelsäure ($18 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) bis zur Trockene abgeraucht. Das Abrauchen ist zu wiederholen, bis ein eventuell noch vorhandener Rückstand hell gefärbt ist.

3.3.5 Der Rückstand wird in der Wärme mit 5 ml Salzsäure ($9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) versetzt, bis zur Trockene eingedampft und in 100 ml Salzsäure ($9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst. Es wird kurz zum Sieden erhitzt; anschließend läßt man die Lösung auf Raumtemperatur abkühlen. Danach wird die Lösung mit einer Durchlaufgeschwindigkeit von 1 bis 2 ml pro Minute über einen vorbehandelten Anionenaustauscher gegeben (Konditionierung des Austauschers siehe Abschnitt 7.1.1).

3.3.6 Der Anionenaustauscher wird mit 120 ml salzsaurer Ammoniumiodidlösung und danach mit 80 ml Salzsäure ($9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gewaschen. Die Waschlösungen werden verworfen. Die Elution des Urans erfolgt mit 100 ml Salzsäure ($1,2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$). Das Eluat wird bis zur Trockene eingedampft. Falls noch wesentliche Ionenaustauscherreste vorhanden sind, müssen diese durch Abrauchen mit 2 ml Schwefelsäure ($18 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und 5 ml Salpetersäure ($14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zerstört werden.

3.3.7 Der Trockenrückstand wird in der Wärme mit 1 ml Natriumhydrogensulfat-Lösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und 4 ml Schwefelsäure ($1,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst, auf Raumtemperatur abgekühlt und in die vorbereitete Elektrolysezelle (siehe Abschnitt 7.2.1 und Abb. 2) überführt. Das Becherglas wird dreimal mit je ca. 2 ml Schwefelsäure ($0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) nachgespült; diese Lösung wird in der Zelle mit 1 Tropfen Methylrot versetzt. Anschließend wird bis zum

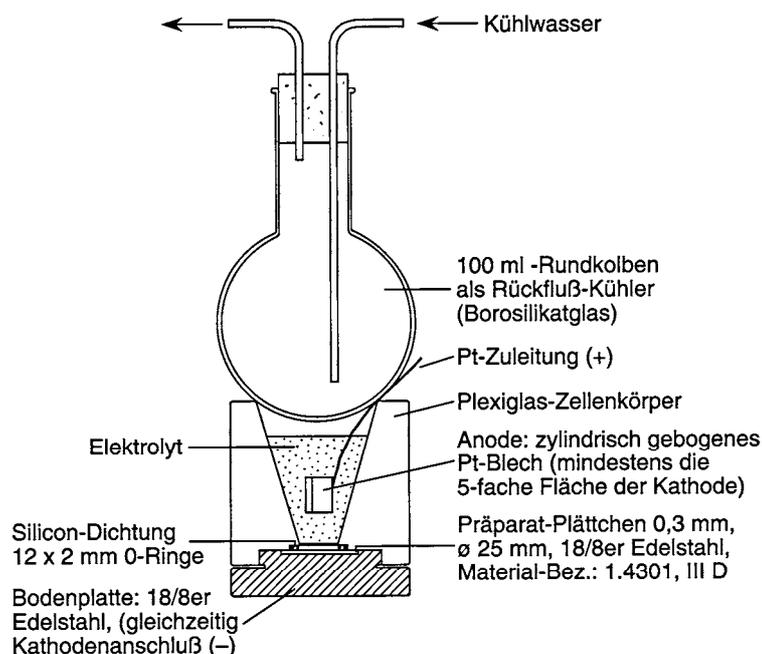


Abb. 2: Elektrolysezelle

Farbumschlag Ammoniaklösung ($13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zugeführt. Durch Zugabe einiger Tropfen Schwefelsäure ($1,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) wird ein pH-Wert von 2,4 bis 2,5 (Kontrolle durch Acilitpapier) eingestellt.

3.3.8 Anschließend wird das Uran vier Stunden bei 300 mA kathodisch elektrochemisch abgeschieden. 1 Minute vor Beendigung der Elektrolyse wird 1 ml Ammoniaklösung ($13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zugesetzt. Die Zelle wird demontiert. Das Stahlplättchen wird mit dest. Wasser gespült und mit Aceton getrocknet. Zelle, Dichtung und Bodenplatte werden mit dest. Wasser gespült, das Zellenoberteil und ein neues Stahlplättchen (für die nächste Bestimmung) werden in RBS-Lösung aufbewahrt.

4 Messung der Aktivität

Zu grundlegenden Ausführungen zur α -Spektrometrie wird auf das Kapitel IV.2 dieser Meßanleitungen verwiesen.

4.1 Kalibrierung

Die Messung der elektrochemisch abgeschiedenen Uran-Isotope erfolgt mittels eines Meßplatzes für α -Spektrometrie. Als solcher dient beispielsweise ein im Vakuum (ca. 10^3 Pa Restdruck) betriebener Oberflächen-Sperrschichtzähler bei ca. 100 V in Verbindung mit einem Vielkanalanalysator und Datenausgabeeinheit.

Die Kalibrierung der Nachweiswahrscheinlichkeit der Meßanordnung erfolgt mit Hilfe von festen U-233- und Am-241-Präparaten bekannter Aktivität und vernachlässigbar kleiner Schichtdicke (siehe Abschnitt 7.2). Der Kalibrierfaktor ist innerhalb des Bereichs von ca. 3 bis 7 MeV nahezu konstant.

Zur Überprüfung der Energiekalibrierung werden feste (im Handel erhältliche) Präparate verwendet, die mehrere α -Strahler enthalten (z. B. U-233, Pu-239, Am-241, Cm-244, Cf-250 und Cf-252).

Anmerkungen

Die Zählhausbeute hängt wesentlich von der aktiven Fläche des Detektors und dem Abstand zwischen Präparat und Detektor ab. Bei geringem Abstand ($< 5 \text{ mm}$) besteht insbesondere bei schlechter elektrolytischer Abscheidung von Proben höherer Aktivität die Gefahr, daß infolge des Rückstoßes beim α -Zerfall der Detektor kontaminiert werden kann. Durch einen größeren Abstand (z. B. 30 mm) ist dies zu vermeiden, allerdings reduziert sich dadurch die Zählhausbeute erheblich (z. B. um den Faktor 5 bis 10). Bei geringem Durchsatz von Meßproben kann dies durch Verlängerung der Meßzeit kompensiert werden. Insbesondere bei der Einarbeitung unerfahrener Laborkräfte in die Methode der α -Spektrometrie ist die Einhaltung eines größeren Abstandes des Präparates vom Detektor empfehlenswert.

Bei der Kalibrierung des Meßplatzes muß sichergestellt sein, daß die Kalibrierpräparate den gleichen Durchmesser besitzen wie die Meßpräparate. Gegebenenfalls sind rechnerische Korrekturen für die Abhängigkeit der Zählhausbeute von der Meßgeometrie erforderlich (z. B. nach (7)). – Weitere Anmerkungen finden sich im Kapitel IV.2 dieser Meßanleitungen.

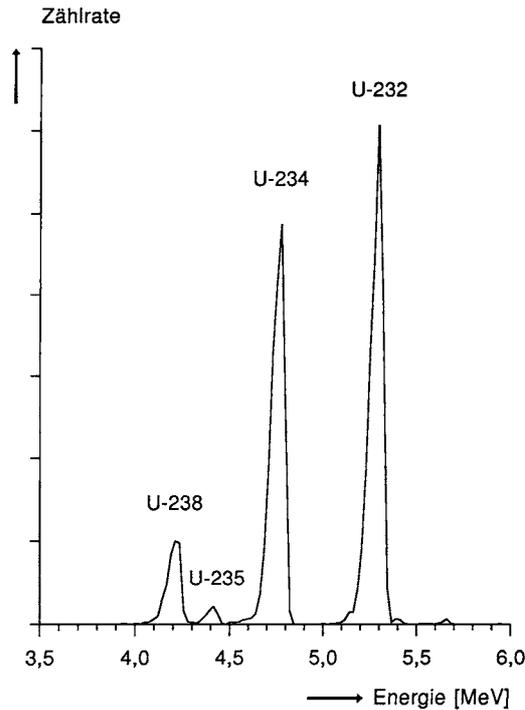


Abb. 3: α -Spektrum einer Uranprobe mit angereichertem Uran

4.2 Messung der Probe

Die Messung der Probe erfolgt in der gleichen geometrischen Anordnung, in der kalibriert wurde. Typische Meßzeiten sind 10 und mehr Stunden.

Anmerkung

Infolge unsauberer, d. h. amorpher oder grobkristalliner elektrochemischer Abscheidung des Urans auf dem Stahlplättchen oder durch Verunreinigungen des Präparats kann es bei der α -spektrometrischen Messung zu einer starken Linienverbreiterung kommen (insbesondere zum niederenergetischen Bereich hin). In derartigen Fällen ist durch Reinigung des Präparates eine Verbesserung möglich. Zu diesem Zweck wird das Uran mit wenig Salzsäure ($8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) etwa eine Sekunde lang vom Stahlplättchen abgelöst und mit Wasser abgespült. Die Lösung wird bis zur Trockene eingedampft. Anschließend wird nach Abschnitt 3.3.5 und folgenden verfahren.

Ein typisches α -Spektrum einer Abwasserprobe eines Kernbrennstoffverarbeiters ist in Abb. 3 dargestellt. Es handelt sich um angereichertes Uran. Abb. 4 zeigt im Vergleich dazu ein Spektrum einer Uranprobe mit natürlicher Isotopenzusammensetzung.

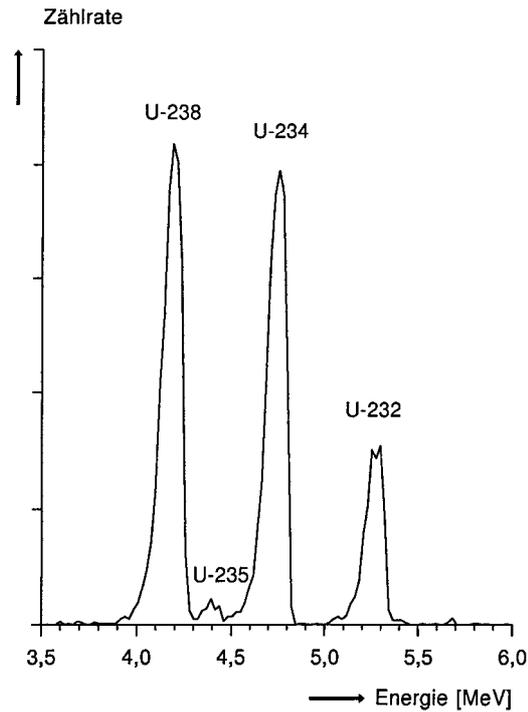


Abb. 4: α -Spektrum einer Uranprobe mit natürlicher Isotopenzusammensetzung

5 Berechnung der Analyseergebnisse

Die Berechnung der Aktivitätskonzentration c_r der einzelnen Uranisotope r erfolgt nach Gleichung (1)

$$c_r = \frac{\varphi_A}{V \cdot \eta \cdot p_{\alpha r}} \cdot (R_b - R_0) \quad (1)$$

Darin bedeuten:

- φ_A = Kalibrierfaktor in $\text{Bq} \cdot \text{s}$
- η = chemische Ausbeute; Zahl < 1
- $p_{\alpha r}$ = Emissionswahrscheinlichkeit für α -Strahlung des Nuklids r
- R_b = Bruttozählrate im Bereich der Linie bei E_α in s^{-1}
- R_0 = Mittlere Nulleffektzählrate im Bereich der Linienfußbreite bei E_α in s^{-1}
- V = eingesetztes Volumen der Probe in l

5.1 Rechenbeispiel

Bei der Bestimmung des Urangehaltes einer Abwasserprobe liegen folgende Daten vor:

- φ_A = 5,46 $\text{Bq} \cdot \text{s}$
- η = 0,636 (63,6 %)
- $p_{\alpha r}$ = 0,74 für U-235
- t_m = 60000 s

R_o	$= 6,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$	im Bereich der U-234-Linie
R_o	$= 6,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$	im Bereich der U-235-Linie
R_o	$= 8,8 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$	im Bereich der U-238-Linie
R_b	$= 9,77 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	im Bereich der U-234-Linie
R_b	$= 3,33 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	im Bereich der U-235-Linie
R_b	$= 7,50 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	im Bereich der U-238-Linie
R_n	$= 9,70 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	im Bereich der U-234-Linie
R_n	$= 2,70 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	im Bereich der U-235-Linie
R_n	$= 7,41 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	im Bereich der U-238-Linie
V	$= 0,25 \text{ l}$	

Damit ergeben sich für die U-Isotope nach Gleichung (1) folgende Werte der Aktivitätskonzentrationen:

$$c_{\text{U-234}} = 0,33 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

$$c_{\text{U-235}} < 0,003 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1} \text{ (siehe Abschnitt 6)}$$

$$c_{\text{U-238}} = 0,25 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$$

5.2 Fehlerbetrachtung

Zur Berechnung der Standardabweichung der statistischen Zählfehler wird auf das Kapitel IV.5 dieser Meßanleitungen verwiesen.

Zur Abschätzung der Gesamtunsicherheit der berechneten Aktivitätskonzentration c_i ist neben dem statistischen Zählfehler s der Fehler bei der Zählausbeutebestimmung (Kalibrierfehler) und der Fehler bei der Bestimmung der chemischen Ausbeute zu berücksichtigen, während der Fehler bei der Bestimmung des eingesetzten Probenvolumens zu vernachlässigen ist. Der relative Fehler der Zählausbeute liegt bei $\pm 5 \%$, der relative Fehler der chemischen Ausbeute schwankt in Abhängigkeit von der jeweils erzielten chemischen Ausbeute im Mittel zwischen ± 5 und $\pm 10 \%$.

Bei Aktivitätskonzentrationen, die in der Größenordnung des oben genannten Beispiels liegen (ca. $2 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$) ist mit relativen Gesamtunsicherheiten von etwa $\pm 10 \%$ zu rechnen, bei deutlich niedrigeren Aktivitätskonzentrationen mit $\pm 20 \%$ und darüber.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Zur Abschätzung von Nachweisgrenzen wird auf das Kapitel IV.5, Abschnitte 2.1, 2.3 und 4.8 dieser Meßanleitungen verwiesen. Der Ansatz zur Bestimmung der Nachweisgrenze besteht hierbei darin, daß man die Auswertung einer α -Linie mit der Linienfußbreite b als integrale Messung mit einem Einkanalanalysator auffaßt.

In der Praxis ist die Untergrundzählrate R_o an Blindproben zu bestimmen, die unter den gleichen Bedingungen hergestellt werden wie die zu untersuchenden Proben. Die dabei registrierten Untergrundzählraten können höher als die einer Leerprobe, z. B. eines unbehandelten Stahlplättchens sein.

Die Größenordnung der erreichbaren Nachweisgrenzen wird im folgenden Beispiel abgeschätzt:

Durch Langzeitmessungen wurden an den Stellen der Linien von U-234, U-235 sowie U-238 die folgenden mittleren Nulleffektzählraten für die benutzte Meßanordnung ermittelt:

Isotop	mittlere α -Energie (MeV)	Linienfußbreite b (Kanäle)	R_0 in s^{-1} im Bereich b	R_0 in s^{-1} pro Kanal
U-234	4,75	18	$6,3 \cdot 10^{-5}$	$3,5 \cdot 10^{-6}$
U-235	4,39	9	$6,3 \cdot 10^{-5}$	$7,0 \cdot 10^{-6}$
U-238	4,19	16	$8,8 \cdot 10^{-5}$	$5,5 \cdot 10^{-6}$

Nach Gleichung 2.4 im Abschnitt 2.1.2 des Kapitels IV.5 ergeben sich bei Meßzeiten t_m (Probe) und t_0 (Nulleffekt) von 84600 s, einem Kalibrierfaktor $\varphi_A = 5,46 \text{ Bq} \cdot \text{s}$ und einem Wert von $k_{1-\alpha} + k_{1-\beta} = 4,65$ als Nachweisgrenze G folgende Werte:

U-234: 1,7 mBq

U-235: 2,3 mBq

U-238: 1,8 mBq

Die Nachweisgrenzen g_r der Aktivitätskonzentrationen erhält man nach Gleichung (2):

$$g = \frac{G}{V \cdot \eta \cdot p_{ar}} \quad (2)$$

Bei einem eingesetzten Abwasservolumen von $V = 0,25 \text{ l}$ und einer radiochemischen Ausbeute von $\eta = 0,64$ (64 %) ergeben sich als Nachweisgrenzen für U-234 etwa 11, für U-235 etwa 14 und für U-238 etwa $12 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$.

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

Nach Möglichkeit sind analysenreine Chemikalien zu benutzen:

- Aceton, $\text{CH}_3 \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}_3$
- Acilit-Papier, pH 0,5 bis 5,0
- Ammoniak, NH_3 : $13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$
- Ammoniumiodid-Lösung: 8,7 g NH_4I in 240 ml Salzsäure ($9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$); **diese Lösung muß vor Gebrauch frisch hergestellt werden!**
- Anionenaustauscher: DOWEX 1 \times 2, 100 bis 200 mesh, Cl^- -Form
- Ascorbinsäure, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$
- Methylrot: $0,01 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ in Ethanol
- Natriumhydrogensulfat, NaHSO_4 : $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$
- Reinigungsmittel, z. B. RBS-50- oder Mucosol-Konzentrat: 10 %ige Lösung
- Salzsäure, HCl : 0,1; 1,2; 8 und $9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$
- Salpetersäure, HNO_3 : 7 und $14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$
- Schwefelsäure, H_2SO_4 : 0,5; 1,5 und $18 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$
- Seesand, mit Säure gereinigt und gegläht

- Trioctylmethylammoniumchlorid, $[(C_8H_{18})_3 \cdot C NH_3]Cl$: 10 %ige Lösung in Xylol
- U-232-Tracerlösung, ca. $300 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ (z.B. Amersham-Buchler, Braunschweig)
- Xylol, Isomergemisch, $C_8H_{18} \cdot (CH_3)_2$

7.1.1 Vorbehandlung des Anionenaustauschers

Der mit dest. Wasser etwa 1 Stunde vorgequollene Anionenaustauscher wird luftblasenfrei zu etwa 2/3 des Säulenvolumens in die Säule eingeschlämmt und mit 100 ml Salzsäure ($9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) unmittelbar vor der Aufgabe der vorbereiteten Probenlösung konditioniert.

7.1.2 Vorbehandlung des Extraktionsmittels

100 ml Trioctylmethylammoniumchlorid (10 %ige Lösung in Xylol) werden unmittelbar vor der Extraktion zweimal mit je 50 ml Salpetersäure ($7 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gewaschen. Es entsteht das benötigte Trioctylmethylammoniumnitrat. Die wäßrigen Phasen werden verworfen. Die organische Phase wird zur Extraktion verwendet.

7.1.3 Reinigung der U-232-Tracerlösung und Bestimmung der Aktivitätskonzentration

Aus U-232 entsteht als Tochternuklid Th-228 mit 1,8 Jahren Halbwertszeit. Dieses zerfällt zu kurzlebigen α -Strahlern, die bei der Messung stören können. Deshalb muß die Tracerlösung in etwa halbjährlichen Abständen gereinigt werden. Dies geschieht, indem von einer U-232-Stammlösung ein für längeres Arbeiten ausreichendes Volumen Tracerlösung eingedampft, in Salzsäure ($9 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst und mittels Anionenaustausch nach Abschnitt 3.3.5 und 3.3.6 gereinigt wird. Das Waschen mit Ammoniumiodid/Salzsäure kann dabei entfallen. Das eingedampfte Eluat wird in der Wärme in wenig Salpetersäure ($1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst und anschließend mit dest. Wasser auf eine Konzentration von etwa $150 \text{ Bq} \cdot \text{l}^{-1}$ verdünnt. Die Aktivität wird nach elektrochemischer Abscheidung von 1 bis 2 ml Lösung nach Abschnitt 3.3.7 und 3.3.8 bestimmt. Dabei kann von 100 %iger Abscheidung ausgegangen werden.

7.2 Geräte

- Edelstahlplättchen (V2A-Stahl, austhenitisch, $\varnothing = 25 \text{ mm}$, Dicke 0,3 mm)
- Elektrolysezelle: s. Abb. 2
- Ionenaustauschersäulen: Länge 20 cm, $\varnothing = 1,5 \text{ cm}$, Fritte G0
- Meßplatz für die α -Spektrometrie, bestehend aus
Oberflächensperrschichtzähler (z. B. 400 mm^2 aktive Fläche, $100 \mu\text{m}$ Tiefe der Verarmungszone, 25 keV Auflösung), Vakuumkammer, Vakuumpumpe, Spannungsversorgung, Verstärker, Analog-Digital-Konverter (ADC), Vielkanal-Impulshöhenanalysator, Datenausgabegerät.
- Schüttelmaschine
- Übliche Ausrüstung eines radiochemischen Labors
- U-233- und Am-241-Standardpräparate (z. B. Commissariat a l'Energie Atomique, Laboratoire de Metrologie des Rayonnements Ionisants)

7.2.1 Vorbereitung der Elektrolysezelle

Die Elektrolysezelle und das Edelstahlplättchen werden in RBS-50-Lösung (ca. 10 %) aufbewahrt. Vor der Elektrolyse ist die Zelle in der RBS-50-Lösung etwa 10 Minuten zu erwärmen und danach mit dest. Wasser gründlich zu spülen. Das Edelstahlplättchen ist

nach der RBS-50-Behandlung mit Schwefelsäure ($0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und anschließend mit dest. Wasser gründlich zu spülen.

Literatur

- (1) Deregge, P. and R. Boden: Review of chemical separation techniques applicable to α -spectrometry measurements, *Nuclear Instruments and Methods* 223 (1984), S 181–187
- (2) Frindik, O.: α -spektrometrische Methode zur Bestimmung von Plutonium und Uran in Lebensmitteln, biologischem Material und Böden, BFE-Bericht 1980/6, Bundesforschungsanstalt für Ernährung, Karlsruhe, Juli 1980
- (3) Harley, J.H.: EML Procedures Manual HASL 300, Environmental Measurements Laboratory of U. S. Department of Energy, E-U-01 bis E-U-O5
- (4) Holm, E.: Review of α -particle spectrometric measurements of Actinides, *International Journal of Applied Radiation and Isotopes* 35 (1984), S. 285–290
- (5) Köhler, H. und B. Georgi: Bestimmung von Uran und Plutonium in Umweltproben, Jahresbericht 1987 NIR, Niedersächsisches Institut für Radioökologie, S. 107–121
- (6) Lauria, D.C. und J.M. Gody: A sequential analytical method for the determination of U-238, Th-232, Th-230, Th-228, Ra-228 and Ra-226 in environmental samples, *The Science of the total Environment* 70 (1988), S. 83–99
- (7) Lindeken, D.C. and D.N. Montan: Tables for Calculating Geometric Factors for Disk Sources and Detectors, *Health Physics* 13 (1967), S. 405–407
- (8) Moron, M.C.; R. Garcia-Tenorio et al.: An easy method for the determination of Ra-Isotopes and Actinide α -Emitters from the same water sample, *International Journal of Radiation Application and Isotopes/A* 37 (1986), S. 383–389
- (9) Puphal, K.W.; T.D. Filer and G.M. McNabb: Electrodeposition of Actinides in a mixed oxalatechloride electrolyte, *Analytical Chemistry* 56 (1984), S. 113–116
- (10) Sachett, I.A.; A.W. Nobrega and D.C. Lauria: Determination of Uranium Isotopes by chemical stripping and α -Spectroscopy, *Health Physics* 46 (1984), S. 133–139
- (11) Sill, C.W. and R.L. Williams: Preparation of Actinides for α -Spectrometry without electrodeposition, *Analytical Chemistry* 53 (1981), S. 412–415
- (12) Talvitie, N.A.: Electrodeposition of Actinides for α -spectrometric determination, *Analytical Chemistry* 44 (1972), S. 280 ff.
- (13) Vogl, K.: Kurze Übersicht über Literaturangaben zur Separation der Actinidenelemente Thorium, Uran, Neptunium, Plutonium, Americium und Curium, ABE-182, Institut für Strahlenhygiene des BGA, interner Bericht 1984

Weitere Literaturangaben, insbesondere zur Meßtechnik finden sich im Kapitel IV.2 dieser Meßanleitungen.