

Verfahren zur Bestimmung von Iod-131 im Abwasser

H-I-131-AWASS-01

Bearbeiter:

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 2000

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

4 Verfahren zur Bestimmung von Iod-131 im Abwasser

1 Anwendbarkeit

Die Bestimmung der I-131-Aktivitätskonzentration im Abwasser kann durch γ -spektrometrische Direktmessung der Probe erfolgen (siehe H- γ -SPEKT-AWASS-01). Wenn Nachweisgrenzen gefordert werden, für die eine Direktmessung der Probe nicht hinreicht, muss eine Anreicherung erfolgen. Das hier beschriebene Anreicherungsverfahren beruht auf einer Ausfällung der Iodisotope als Silberiodid. Die Methode ist auf Abwässer beliebiger Herkunft und Zusammensetzung anwendbar. Neben I-131 in Form von I^- , I_2 und IO_3^- wird auch organisch gebundenes Iod erfasst.

2 Probeentnahme

Das Anreicherungsverfahren eignet sich für Probevolumina von 1 bis 10 l Abwasser (siehe Hinweis im Abschnitt 3.1). Zur Probeentnahme wird auf das Verfahren H- γ -SPEKT-AWASS-01 verwiesen. Wegen der kurzen Halbwertszeit des I-131 sind unnötig lange Lagerzeiten zu vermeiden.

3 Analytik

3.1 Prinzip der Methode

Die Wasserprobe wird mit Iodid-Ionen geträgert und anschließend in alkalischem Milieu in der Wärme reduzierend behandelt. Nach Ansäuern wird mittels Silberionen Silberiodid ausgefällt, abzentrifugiert und gemessen. Bei diesem einfachen Trennschritt kann von einer chemischen Ausbeute von nahezu 100 % ausgegangen werden, so dass eine Bestimmung der chemischen Ausbeute nicht erforderlich ist.

Hinweise

Bei Wasserproben mit sehr hoher Ionenstärke, insbesondere an Chloridionen kann die Fällung des Silberiodids unvollständig sein. Derartige Proben müssen entsprechend verdünnt werden.

Bei diesem Verfahren werden Ag-110m quantitativ sowie Tl-201 und Tl-202 unter Umständen teilweise mitgefällt.

3.2 Chemische Trennung

3.2.1 Die Wasserprobe wird in einem Becherglas mit hinreichendem Volumen mit 5 g Natriumsulfit, 5 g Hydroxylammoniumchlorid, Natriumhydroxid bis zur alkalischen Reaktion, mindestens jedoch 5 g und 10 ml Iodid-Trägerlösung versetzt und auf dem Sandbad auf etwa 90 °C erwärmt. Dabei wird das Becherglas mit PARAFILM[®]- oder Aluminiumfolie abgedeckt. Die Probe wird mindestens 4 Stunden, am besten über Nacht bei mittlerer Hitze (90 °C) auf dem Sandbad stehengelassen.

3.2.2 Die Probe wird unter Umrühren mit 1 g Aktivkohle versetzt, mit Salpetersäure ($14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) angesäuert (*Vorsicht!* Schäumt manchmal stark) und sofort mit 40 ml Silbernitrat-Lösung versetzt, wobei Silberiodid (zusammen mit Silberchlorid) ausfällt. Man lässt auf nahezu $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ abkühlen. Das Abkühlen kann durch Einstellen in kaltes Wasser beschleunigt werden.

3.2.3 Anschließend wird in verschließbaren Bechern oder mittels Durchlaufzentrifuge zentrifugiert. Das Zentrifugat wird durch eine Nutsche mit Weißbandfilter gesaugt. Ein Teil des Zentrifugats wird für die Weiterverarbeitung nach Abschnitt 3.2.4 aufgehoben, der Rest wird verworfen (oder kann zur Bestimmung weiterer Radionuklide verwendet werden).

3.2.4 Der in den Bechern haftende Feststoff wird mittels einer mit Probenfiltrat aus Abschnitt 3.2.3 gefüllten Spritzflasche und Gummiwischer quantitativ in ein Becherglas überführt und über das schon in 3.2.3 verwendete Weißbandfilter gesaugt. Die Vorlage ist vorher zu wechseln, da zu diesem Zeitpunkt häufig kolloide Stoffe durchlaufen. Die Filtration ist gegebenenfalls (mit dem gleichen Filter) zu wiederholen.

4 Messung der Aktivität

Der nach Abschnitt 3.2.4 hergestellte Niederschlag wird mitsamt Filter in ein geeignetes Gefäß überführt und γ -spektrometrisch gemessen (zur γ -Spektrometrie wird auf das Verfahren H- γ -SPEKT-AWASS-01 verwiesen). Selbstverständlich muss der Messplatz für die vorliegende Geometrie der Probe kalibriert sein.

Wenn keine energieabhängige Kalibrierung vorliegt, kann nuklidspezifisch mit einer I-131-Standardlösung kalibriert werden, aus der ein Standardpräparat nach Abschnitt 3.2.4 dieser Vorschrift hergestellt wird.

5 Berechnung des Analysenergebnisses

Zur Berechnung des Analysenergebnisses wird auf die Verfahren H- γ -SPEKT-AWASS-01 und H-I-125-AWASS-01 verwiesen.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Zur Berechnung der Nachweisgrenzen des Verfahrens wird auf das Kapitel IV.5 dieser Messanleitungen verwiesen. Bei Einsatz von 1 l Wasser und Verwendung der in H- γ -SPEKT-AWASS-01 beschriebenen Messanordnung beträgt die Nachweisgrenze $150 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$, bei Einsatz von 10 l Wasser dementsprechend $15 \text{ mBq} \cdot \text{l}^{-1}$. Diese Nachweisgrenzen gelten für den Fall, dass zwischen Probenahme und Messung keine nennenswerte Abklingzeit liegt. Sollte dies der Fall sein, müssen die Nachweisgrenzen entsprechend korrigiert werden.

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

Nach Möglichkeit sollten analysenreine Chemikalien verwendet werden:

- Aktivkohle, C
- Hydroxylammoniumchlorid, $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{Cl}$
- Iodid-Träger, NaI : $0,33 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$
- Natriumhydroxid, NaOH
- Natriumsulfit, Na_2SO_3
- Salpetersäure, HNO_3 : $14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$
- Silbernitrat, AgNO_3 : $0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

7.2 Geräte

- Bechergläser (5 und 10 l Volumen)
- Reinst-Ge-Halbleiterdetektormessplatz
- Zentrifuge für 1-l-Becher oder Durchlaufzentrifuge
- Übliche Ausrüstung eines radiochemischen Labors

Literatur

Vergleiche Verfahren H- γ -SPEKT-AWASS-01 sowie H-I-125-AWASS-01