

**Verfahren zur Bestimmung
von Strontium-90
im Abwasser aus der Rauchgasreinigung
und im Entschlackerwasser
von Abfallverbrennungsanlagen**

H-Sr-90-RESAB-01

Bearbeiter:

Th. Bünger

I. Gans

D. Obrikat

H. Rühle

H. Viertel

Leitstelle für Trinkwasser, Grundwasser, Abwasser, Klärschlamm,
Reststoffe und Abfälle, Abwasser aus kerntechnischen Anlagen

ISSN 1865-8725

Version September 1992

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

7 Verfahren zur Bestimmung von Strontium-90 im Abwasser aus der Rauchgasreinigung und im Entschlackerwasser von Abfallverbrennungsanlagen

1 Anwendbarkeit

Das beschriebene Verfahren dient der quantitativen Bestimmung von Strontium-90 im Abwasser aus der Rauchgasreinigung und im Entschlackerwasser von Abfallverbrennungsanlagen. Es ist auch auf Abwässer aus anderen Großfeuerungsanlagen anwendbar.

2 Probeentnahme

Vergleiche Verfahren H- γ -SPEKT-RESAB-04.

3 Analytik

3.1 Prinzip der Methode

Das Prinzip der Methode ist in Abbildung 1 dargestellt.

500 ml der Probenlösung werden zur Trockne eingengt. Zur eingedampften Probe wird inaktive Strontium-Träger- und Sr-85-Tracerlösung sowie die vierfache Menge Natriumcarbonat gegeben (Sodaauszug). Barium-, Blei- und Radiumisotope werden als Chromate abgetrennt. Die seltenen Erden werden zusammen mit Yttrium in einer Scavenger-Fällung mittels Eisenhydroxid mitgefällt. Nach definierter Nachbildungszeit wird das Tochternuklid Y-90 als Hydroxid abgetrennt und zu einem Oxalatpräparat verarbeitet. Seine Messung ergibt den Gehalt an Sr-90.

Zur Bestimmung der chemischen Ausbeute an Strontium wird als Tracer Sr-85 zugesetzt. Dessen Aktivität wird gammaspektrometrisch bestimmt. Die Bestimmung der Ausbeute an Yttrium erfolgt durch komplexometrische Titration.

3.2 Radiochemische Trennungen

3.2.1 500 ml Probenlösung bzw. 100 mg der getrockneten Probe werden in einem 1-l-Becherglas mit 10 ml Strontiumnitrat-Trägerlösung (100 mg Sr) und ca. 10 ml Sr-85-Tracerlösung (500 Bq) versetzt und zur Trockne eingedampft. Hierzu wird die vierfache Menge Natriumcarbonat – bezogen auf das Trockengewicht der Probe – gegeben und mit ca. 500 ml dest. Wasser unter Rühren bis nahezu Siedetemperatur erhitzt; das Rühren wird über Nacht mit aufgesetztem Uhrglas fortgesetzt. Der Niederschlag wird auf der Nutsche abgesaugt und mit heißem Wasser carbonatfrei gewaschen (bis das Waschwasser neutral reagiert). Filtrat und Waschwasser werden verworfen.

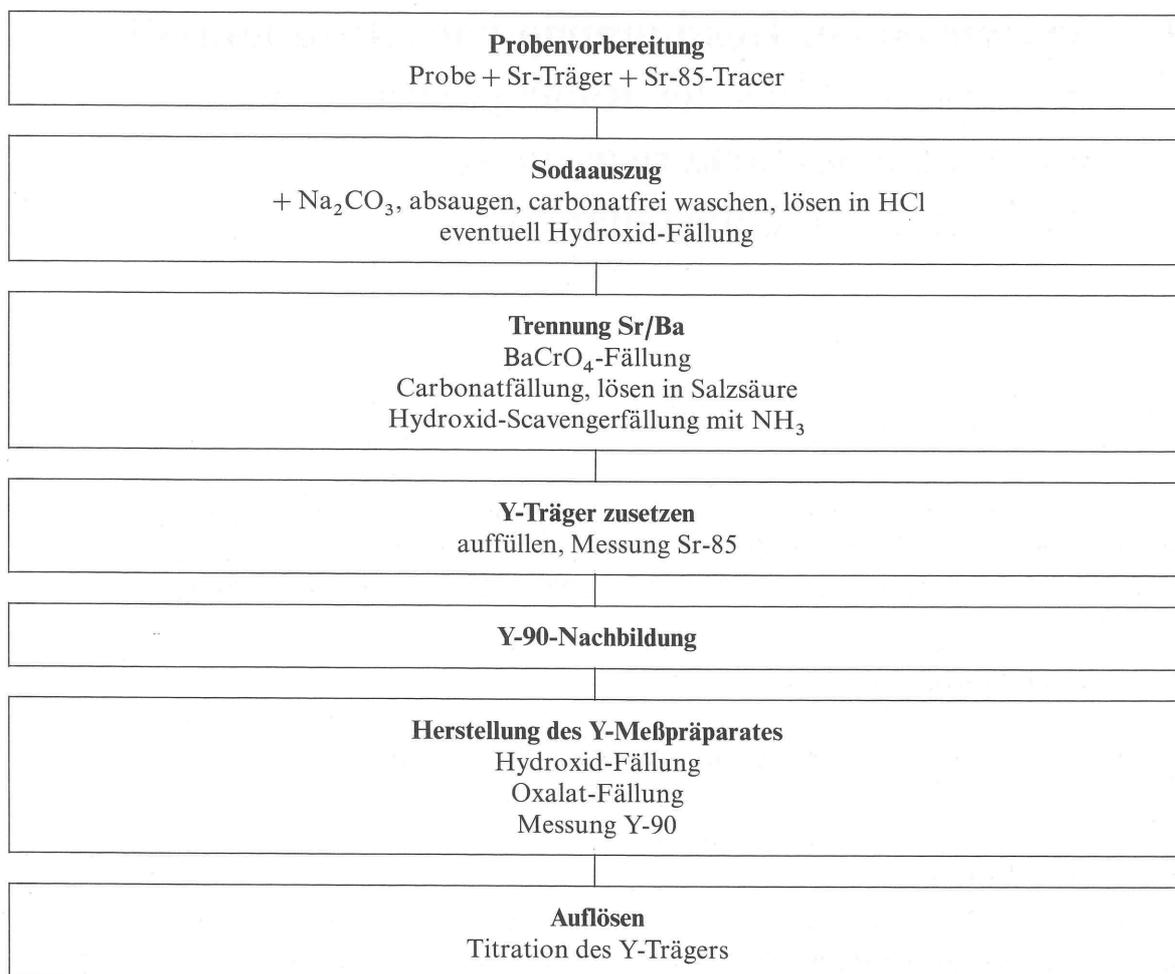


Abb. 1: Prinzip der Bestimmung von Sr-90 im Abwasser aus der Rauchgasreinigung und im Entschlackwasser von Abfallverbrennungsanlagen

3.2.2 Haften dem Niederschlag Eisen- oder andere Verunreinigungen an, wird eine zusätzliche Hydroxid-Fällung vorgenommen. Nach dem Lösen in wenig Salzsäure ($6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) wird carbonatfreier Ammoniak zugegeben und zum Sieden erhitzt. Die ausgefallenen Hydroxide werden mit einem Faltenfilter abfiltriert, der Niederschlag mit heißem Wasser gewaschen. Filtrat und Waschwasser werden vereinigt, der Niederschlag wird verworfen. Anschließend wird das Filtrat mit ca. 10 ml gesättigter Ammoniumcarbonat-Lösung versetzt und der Carbonatniederschlag abfiltriert. Der Durchlauf wird verworfen.

3.2.3 Der Carbonatniederschlag wird in möglichst wenig warmer Essigsäure ($6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst (schäumt stark) und mit 2 ml Bariumchloridlösung ($10 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$) versetzt. Es wird mit Natriumhydroxid auf ca. pH 2, dann mit Natriumacetatlösung auf genau pH 4,5 eingestellt. Danach werden 0,8 ml Natriumchromatlösung ($1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zugesetzt, in der Siedehitze 5 Minuten gerührt, abgekühlt und über Weißbandfilter filtriert. Das Filtrat wird nochmals mit 2 ml Bariumchloridlösung versetzt und ohne weiteres Abkühlen filtriert.

3.2.4 Zum Filtrat werden ca. 5 ml konzentrierte Ammoniaklösung ($17 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) sowie die 1,5-fache Menge Natriumcarbonat – bezogen auf das Trockengewicht der Probe – gegeben und es wird unter Rühren bis beinahe Siedetemperatur erhitzt. Der entstandene

Niederschlag wird abzentrifugiert, das Zentrifugat mit Ammoniumcarbonat-Lösung auf Vollständigkeit der Fällung geprüft.

3.2.5 Der Rückstand wird in möglichst wenig Salzsäure ($6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst, in ein Becherglas überführt und mit 2 bis 3 Tropfen Wasserstoffperoxid ($10 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) aufgeköcht (Reduktion des überschüssigen Chromats). Nach Zusatz von 2 ml Eisenchloridlösung ($10 \text{ g} \cdot \text{l}^{-1}$) und 2 g Ammoniumchlorid wird in der Siedehitze mit carbonatfreier Ammoniaklösung ($13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) das Eisenhydroxid ausgefällt. Das Glas wird mit einem Uhrglas abgedeckt. Nachdem sich der Niederschlag zusammengeballt hat, wird über Weißbandfilter filtriert. Der Zeitpunkt (t_3) – Abtrennung des Y-90 – wird notiert.

3.2.6 Das Filtrat wird mit konz. Salzsäure angesäuert ($12 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) (Methylrot als Indikator) und es werden 10 ml Yttrium-Trägerlösung zugegeben. Die Sr-85-Aktivität dieser Lösung wird mittels einer Gamma-Meßanordnung im Energiebereich von 514 keV gemessen. Die chemische Ausbeute des Strontiums wird durch Vergleich mit einem Sr-85-Standard bestimmt, der in der gleichen Meßgeometrie am selben Tag gemessen wird. Die Meßzeit sollte für die Probe und für den Standard mindestens 1800 s (30 min) betragen.

3.2.7 Nach einigen Tagen wird das nachgebildete Y-90 abgetrennt. Die Lösung wird in der Siedehitze mit carbonatfreier Ammoniaklösung ($13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) versetzt, bis die Yttriumhydroxid-Abscheidung vollständig ist. Der Niederschlag wird über Schwarzbandfilter filtriert, mit dest. Wasser gewaschen und in Salzsäure gelöst. Der Zeitpunkt der Filtration (t_4) wird notiert. Die Fällung wird wiederholt.

3.2.8 Die salzsaure Lösung des umgefällten Yttriumhydroxid-Niederschlags wird mit Ammoniaklösung ($13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) auf pH 2 bis 3 eingestellt, erwärmt und mit 4 ml gesättigter Oxalsäurelösung versetzt. Das ausgefallene Yttriumoxalat wird über Blaubandfilter auf der Hahnschen Nutsche abgesaugt, mit wenig dest. Wasser und mit Aceton gewaschen und in einem Meßschälchen 5 Minuten bei 100°C getrocknet.

3.2.9 Die β -Zählrate des Yttriumpräparates wird mittels einer Low-Level-Meßanordnung bestimmt. Zeitpunkt des Beginns der Messung ist t_5 .

3.2.10 Zur Yttrium-Ausbeutebestimmung wird das Yttriumpräparat (mit Filter) nach der Messung in einem Erlenmeyerkolben in genau 20 ml EDTA-Lösung unter Zusatz von 10 ml Ammoniumchloridpuffer gelöst und gegen Eriochromschwarz T auf bleibenden Rotstich titriert. Der Gehalt der Yttrium-Trägerlösung wird ebenso bestimmt. Durch Titration der EDTA-Lösung (Titer = 1) mit Magnesiumchloridlösung ($0,02 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) wird deren Titer bestimmt.

Anmerkung

Alternativ kann die Ausbeutebestimmung des Strontiums mit Hilfe von Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) oder durch Flammenphotometrie erfolgen. Diese Methoden setzen voraus, daß der Gehalt an inaktivem Strontium in der Probe gegenüber der zugesetzten Trägermenge zu vernachlässigen ist (der natürliche Strontiumgehalt beträgt ca. 1/70 des Gehaltes an Calcium). Ist der Strontiumgehalt der Abwasserprobe nicht zu vernachlässigen, ist eine Bestimmung des Strontiums vor Beginn des Trennungsgangs erforderlich.

4 Messung der Aktivität

Vergleiche Verfahren H-Sr-90-TWASS-01.

5 Berechnung der Analysenergebnisse

Vergleiche Verfahren H-Sr-90-TWASS-01.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Vergleiche Verfahren H-Sr-90-TWASS-01.

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

Vergleiche Verfahren H-Sr-90-TWASS-01.

Literatur

Vergleiche Verfahren H-Sr-90-TWASS-01.