

Verfahren zur alphaspektrometrischen Bestimmung der Aktivitätskonzentration von aerosolpartikelgetragenen Uranisotopen

K- α -SPEKT-AEROS-01

Bearbeiter:
U.-K. Schkade

Leitstelle für Fragen der Radioaktivitätsüberwachung
bei erhöhter natürlicher Radioaktivität (ENORM)

Verfahren zur alphaspektrometrischen Bestimmung der Aktivitätskonzentration von aerosolpartikelgetragenen Uranisotopen

1 Anwendbarkeit

Dieses Verfahren ist im Rahmen der Immissionsüberwachung für die alphaspektrometrische Bestimmung der Aktivitätskonzentration von aerosolpartikelgetragenen Uranisotopen geeignet. Mit diesem Verfahren können Aktivitätskonzentrationen für U-238 von mehr als $0,12 \text{ Bq}\cdot\text{m}^{-3}$ erfasst werden. Es genügt den Anforderungen der Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung bei bergbaulichen Tätigkeiten (REI Bergbau). Der Anforderung aus der REI Bergbau wird auch entsprochen, wenn die Uraniumkonzentration U_{nat} gemessen und die U-238-Aktivitätskonzentration daraus berechnet wird. Für die Bestimmung der Uraniumkonzentration wird auf (1) verwiesen.

2 Probeentnahme

Zur Probeentnahme wird auf das Verfahren K- α -GESAMT-AEROS-01 verwiesen.

3 Analyse

3.1 Prinzip des Verfahrens

Das Prinzip des Verfahrens ist im Verfahren J- α -SPEKT-ALUFT-02 beschrieben.

3.2 Probenvorbereitung

Zur Probenvorbereitung wird auf das Verfahren K- α -GESAMT-AEROS-01 verwiesen.

Während bei dem genannten Verfahren die beaufschlagten Filter ohne weitere Behandlung zur Messung gelangen, ist im Gegensatz dazu hier eine weitere Aufarbeitung der Filter erforderlich.

Glasfaserfilter werden nach mehrmaliger Zugabe von Salpetersäure ($14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) und Fluorwasserstoffsäure ($22,6 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) auf dem Sandbad erwärmt bis die organischen Matrixanteile zerstört und die Glasfasern aufgelöst sind. Ist die Lösung nicht farblos, wird der Rückstand nochmals mit wenigen Millilitern Perchlorsäure ($12 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) abgeraucht, um eventuell noch vorhandene organische Bestandteile zu oxidieren.

Filter aus organischem Material (z. B. auf Zellulosebasis) werden im Muffelofen verascht. Soll neben der Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Uranisotopen auch Pb-210 bestimmt werden, darf eine Temperatur von $400 \text{ }^\circ\text{C}$ nicht überschritten werden, um Pb-210-Verluste zu vermeiden. Die veraschten Filterproben werden anschließend in einem Polytetrafluorethylen (PTFE)-Becher, mit Salpetersäure

(14 mol·l⁻¹) und Fluorwasserstoffsäure (22,6 mol·l⁻¹) versetzt und unter Druck bei 190 °C (Aufschlussgerät mit Heizblock oder Mikrowellenaufschlussgerät) aufgeschlossen. Der eingedampfte Rückstand wird mehrmals mit Fluorwasserstoffsäure (22,6 mol·l⁻¹) und anschließend mit konzentrierter Salpetersäure (14 mol·l⁻¹) abgeraucht.

Die verbleibenden Rückstände werden in destilliertem Wasser (einige 100 ml) gelöst und die Lösung mit wenigen Millilitern Salzsäure (6 mol·l⁻¹) bzw. Salpetersäure (14 mol·l⁻¹) angesäuert.

3.3 Radiochemische Trennung

Die radiochemische Trennung ist im Verfahren J- α -SPEKT-ALUFT-02, insbesondere im Abschnitt 3.3.2.2 beschrieben.

4 Messung der Aktivität

Zu grundlegenden Ausführungen zur Alphaspektrometrie wird auf Kapitel IV.2 dieser Messanleitung verwiesen. Zur Durchführung der Kalibrierung und zur Messung der Probe wird auf das Verfahren J- α -SPEKT-ALUFT-02 verwiesen.

5 Berechnung der Analysenergebnisse

Zur Berechnung der Analysenergebnisse wird auf das Verfahren J- α -SPEKT-ALUFT-02 verwiesen.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Zur Berechnung der Nachweisgrenzen bei der Alphaspektrometrie wird auf Kapitel IV.5 dieser Messanleitung und die dort angegebenen Beispiele sowie auf das Verfahren J- α -SPEKT-ALUFT-02 verwiesen.

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

Die verwendeten Chemikalien sollten analysenrein sein.

- Ammoniaklösung, NH₃: 1 mol·l⁻¹, 13 mol·l⁻¹;
- Ammoniumcarbonatlösung, (NH₄)₂CO₃: 0,5 mol·l⁻¹;
- Ammoniumchloridlösung, NH₄Cl: 3,2 mol·l⁻¹;
- Ethanol;
- Fluorwasserstoffsäure, HF: 22,6 mol·l⁻¹;

- Natriumhydrogensulfat, NaHSO₄;
- Perchlorsäure, HClO₄: 12 mol·l⁻¹;
- Salpetersäure, HNO₃: 7 mol·l⁻¹, 14 mol·l⁻¹;
- Salzsäure, HCl: 6 mol·l⁻¹, 9 mol·l⁻¹;
- Tributylphosphat (TBP) in Xylol: 1,1 mol·l⁻¹.

Tracer:

- Uran-232-Lösung in Salpetersäure: 3,5 mol·l⁻¹: ca. 50 mBq·ml⁻¹.

Zu Chemikalien wird darüber hinaus auf das Verfahren J- α -SPEKT-ALUFT-02 und die dort gegebenen Anmerkungen verwiesen.

7.2 Geräte

Es werden die im Verfahren J- α -SPEKT-ALUFT-02 beschriebenen Geräte benötigt.

Literatur

- (1) Norm DIN EN ISO 17294-2:2005-02 (D), Wasserbeschaffenheit – Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) – Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004