

# **Verfahren zur alphaspektrometrischen Bestimmung der Aktivitätskonzentrationen von Uranisotopen in Abwasser**

K- $\alpha$ -SPEKT-AWASS-01

Bearbeiter:

M. Beyermann  
U.-K. Schkade

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

# Verfahren zur alphaspektrometrischen Bestimmung der Aktivitätskonzentrationen von Uranisotopen in Abwasser

## 1 Anwendbarkeit

Das beschriebene Verfahren dient der gleichzeitigen Bestimmung der Aktivitätskonzentrationen der Uranisotope U-234, U-235 und U-238 in Abwasser. Mit diesem Verfahren können Aktivitätskonzentrationen für U-238 von mehr als  $0,12 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$  erfasst werden. Damit erfüllt das Verfahren die Anforderungen der Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung bei bergbaulichen Tätigkeiten (REI Bergbau). Der Anforderung aus der REI Bergbau wird auch entsprochen, wenn die Uraniumkonzentration  $U_{\text{nat}}$  gemessen und die U-238-Aktivitätskonzentration daraus berechnet wird. Für die Bestimmung der Uraniumkonzentration wird auf (1) verwiesen.

## 2 Probeentnahme

Bei Abwasserproben ist die Gesamtaktivität aus gelöster und ungelöster Phase des Wassers zu bestimmen. Die Wässer werden deshalb vor Ort nicht filtriert. Zur Stabilisierung und Vermeidung von Adsorptionseffekten an den Gefäßwandungen werden die Wässer nach der Probeentnahme vor Ort mit Salpetersäure ( $14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ) auf einen pH-Wert von ungefähr 1 angesäuert. Dazu sind üblicher Weise 10 ml Salpetersäure ( $14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ) je Liter Wasser ausreichend.

## 3 Analyse

### 3.1 Prinzip des Verfahrens

Das Prinzip des Verfahrens ist im Verfahren H- $\alpha$ -SPEKT-TWASS-01 oder für schwächer mineralisierte Wässer im Verfahren H-U/Pu/Am-AWASS-01 dargestellt.

### 3.2 Probenvorbereitung

Die Abwasserprobe wird eingedampft und der Rückstand im Muffelofen verascht. Soll neben den hier diskutierten Uranisotopen auch Pb-210 in der Probe bestimmt werden, darf eine Temperatur von  $400 \text{ }^\circ\text{C}$  bei der Veraschung nicht überschritten werden, um Pb-210-Verluste zu vermeiden. Die Asche wird anschließend mit Salpetersäure ( $14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ) abgeraucht. Der eingedampfte Rückstand wird mehrmals mit Fluorwasserstoffsäure ( $22,6 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ) und anschließend mit Salpetersäure ( $14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ) abgeraucht. Der Rückstand wird in destilliertem Wasser (einige 100 ml) gelöst und die Lösung mit Salzsäure ( $12 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ) bzw. Salpetersäure ( $14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ) angesäuert.

Die Weiterverarbeitung erfolgt nach dem Verfahren H- $\alpha$ -SPEKT-AWASS-01, Abschnitt 3.3.5.

### 3.3 Radiochemische Trennung

Die radiochemische Trennung kann nach dem Verfahren H- $\alpha$ -SPEKT-AWASS-01 oder bei schwächer mineralisierten Wässern dem Verfahren H-U/Pu/Am-AWASS-01 durchgeführt werden.

## 4 Messung der Aktivität

Zu grundlegenden Ausführungen zur Alphaspektrometrie wird auf Kapitel IV.2 dieser Messanleitungen verwiesen. Zur Durchführung der Kalibrierung und zur Messung wird auf das Verfahren H- $\alpha$ -SPEKT-AWASS-01 bzw. H-U/Pu/Am-AWASS-01 verwiesen.

## 5 Berechnung der Analyseergebnisse

Zur Berechnung der Analyseergebnisse wird auf das Verfahren H- $\alpha$ -SPEKT-AWASS-01 verwiesen.

## 6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Zur Berechnung der Nachweisgrenzen bei der Alphaspektrometrie wird auf Kapitel IV.5 dieser Messanleitungen sowie auf das Verfahren H- $\alpha$ -SPEKT-AWASS-01 verwiesen.

## 7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

### 7.1 Chemikalien

Die verwendeten Chemikalien sollten analysenrein sein.

- Aceton;
- pH-Indikatorpapier: pH 0,5 bis 5,0;
- Ammoniak, NH<sub>3</sub>: 13 mol·l<sup>-1</sup>;
- Ammoniumiodid-Lösung, NH<sub>4</sub>I: 8,7 g in 240 ml Salzsäure (9 mol·l<sup>-1</sup>);
- Ascorbinsäure;
- Ethanol;
- Methylrot: 0,01 mol·l<sup>-1</sup> in Ethanol;
- Natriumhydrogensulfat, NaHSO<sub>4</sub>: 0,1 mol·l<sup>-1</sup>;
- Salzsäure, HCl: 9 mol·l<sup>-1</sup>;
- Salpetersäure, HNO<sub>3</sub>: 7 mol·l<sup>-1</sup>, 14 mol·l<sup>-1</sup>;
- Schwefelsäure, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: 0,5 mol·l<sup>-1</sup>, 1,5 mol·l<sup>-1</sup>, 18 mol·l<sup>-1</sup>;
- Trioctylmethylammoniumchlorid: 10 %ige Lösung in Xylol;
- U-232-Tracerlösung: ca. 300 Bq·l<sup>-1</sup>;
- Xylol, Isomerengemisch.

Zu Chemikalien wird darüber hinaus auf die Bemerkungen in den Verfahren H- $\alpha$ -SPEKT-AWASS-01 bzw. H-U/Pu/Am-AWASS-01 verwiesen.

## 7.2 Geräte

Es werden die in den Verfahren H- $\alpha$ -SPEKT-AWASS-01 bzw. H-U/Pu/Am-AWASS-01 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