

Verfahren zur gammaspektrometrischen Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Radium-226 und Radium-228 in Abwasser

K- γ -SPEKT-AWASS-01

Bearbeiter:
U.-K. Schkade

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

Verfahren zur gammaspektrometrischen Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Radium-226 und Radium-228 in Abwasser

1 Anwendbarkeit

Das beschriebene Verfahren ist zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Ra-226 und Ra-228 in Abwasser geeignet. Dieses Verfahren kann sinngemäß auch auf andere Wässer (z. B. Sickerwässer) angewendet werden. Es erfüllt die Anforderungen der Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung bei bergbaulichen Tätigkeiten (REI Bergbau).

2 Probeentnahme

Zur Probeentnahme wird auf das Verfahren H- γ -SPEKT-AWASS-01 verwiesen. 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 bei Wässern üblicher Weise 10 ml Salpetersäure ($14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) je Liter Wasser ausreichend.

3 Analyse

3.1 Prinzip der Methode

Zum Prinzip der Methode wird auf das Verfahren K- γ -SPEKT-TWASS-01 verwiesen.

3.2 Probenvorbereitung

Die Abwasserproben werden eingedampft und im Muffelofen verascht. Soll neben den hier diskutierten Radiumisotopen 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 veraschten Proben werden anschließend mit Salpetersäure ($14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) abgeraucht. Der 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. Die jeweiligen Rückstände werden 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.

3.3 Radiochemische Trennung

Zur Beschreibung der radiochemischen Trennung wird auf das Verfahren K- γ -SPEKT-TWASS-01 verwiesen.

4 Messung der Aktivität

Zur Messung der Aktivitätskonzentration wird auf das Verfahren K- γ -SPEKT-TWASS-01 verwiesen.

5 Berechnung der Analysenergebnisse

Zur Berechnung der Analysenergebnisse wird auf das Verfahren K- γ -SPEKT-TWASS-01 verwiesen.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Zur Berechnung der Nachweisgrenzen bei der Gammaskpektrometrie wird auf das Kapitel IV.5 dieser Messanleitungen und die dort angegebenen Beispiele sowie auf das Verfahren K- γ -SPEKT-TWASS-01 verwiesen.

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

- Ammoniak-Lösung, NH_3 : $13 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$;
- Bariumnitrat-Lösung, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$: $0,043 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ($11,2 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$);
- Bleinitrat-Lösung, $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$: $0,48 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ($159,9 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$);
- Citronensäure, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7\cdot\text{H}_2\text{O}$: $1,0 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$ ($210,15 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$);
- Fluorwasserstoffsäure, HF, $22,6 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$;
- Methylrot-Lösung: 0,1 %ig;
- Natriumdiethylentriaminessigsäurelösung, Na_5DTPA : $0,17 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$
(Diethylenpentaessigsäure, DTPA, $67 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$ + Natronlauge, NaOH, $32 \text{ g}\cdot\text{l}^{-1}$);
- Salpetersäure, HNO_3 : $14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$;
- Salzsäure, HCl: $12 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$;
- Schwefelsäure, H_2SO_4 : $9 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$.

7.2 Geräte

- Sandbad oder Trockenschrank;
- Muffelofen;
- 5 l-Becherglas;
- 100 ml-Zentrifugenglas;
- Zentrifuge.