

Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Aktivität von Radium-226 in Futtermitteln

K-Ra-226-FUMI-01

Bearbeiter:

M. Beyermann
U.-K. Schkade

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

Verfahren zur Bestimmung der spezifischen Aktivität von Radium-226 in Futtermitteln

1 Anwendbarkeit

Das beschriebene Verfahren dient der Bestimmung der spezifischen Aktivität von Ra-226 in Futtermitteln. Mit diesem Verfahren können spezifische Aktivitäten für Ra-226 von mehr als $0,05 \text{ Bq}\cdot\text{kg}^{-1}$ Feuchtmasse (FM) erfasst werden. Damit erfüllt das Verfahren die Anforderungen der Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung bei bergbaulichen Tätigkeiten (REI Bergbau).

2 Probeentnahme

Zur Probeentnahme wird auf das Verfahren F- γ -SPEKT-FUMI-01, insbesondere auf die Abschnitte 2.1 bis 2.4 verwiesen.

3 Analyse

3.1 Prinzip des Verfahrens

Zum Prinzip des Verfahrens wird auf die Messanleitung H-Ra-226-TWASS-01 verwiesen. Es beruht auf dem Nachweis der Alphastrahlung von Rn-222 und seinen Folgenukliden Po-218 und Po-214 nach Überführung des Rn-222 aus einer entsprechend vorbereiteten Probe in eine Szintillationsmesskammer, eine sogenannte Lucas-Kammer (Abbildung 1); dieses Verfahren wird auch als Emanometrie bezeichnet. Die wesentlichen Bearbeitungsschritte sind:

- Veraschen der getrockneten Proben bei $400 \text{ }^\circ\text{C}$;
- Mikrowellenaufschluss mit Salpetersäure und Fluorwasserstoffsäure;
- Zusatz von Bariumträgerlösung;
- Fällung der Sulfate;
- Lösen des Niederschlages in Tetranatriummethyldiamintetraacetat-Lösung (Na_4EDTA -Lösung) und Überführung in ein Emaniergefäß;
- Nachbildung des Folgenuklides Rn-222 über einen Zeitraum von ca. 14 Tagen;
- Überführen des Rn-222 in eine Lucas-Kammer;
- Nachbildung der kurzlebigen Rn-222-Folgeprodukte über einen Zeitraum von ca. 3 Stunden;
- Nachweis der Alphastrahlung.

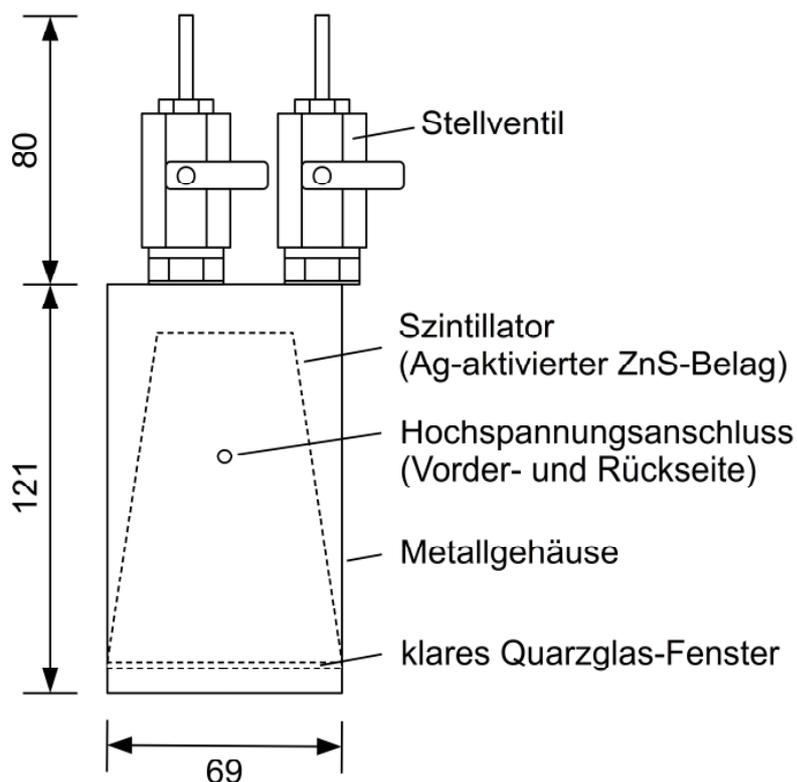


Abb. 1: Lucas-Kammer (Abmessungen in mm)

3.2 Störungen

Das Verfahren ist spezifisch für die Bestimmung der spezifischen Aktivität von Ra-226; Störungen durch andere Radiumisotope oder Radionuklide treten nicht auf.

3.3 Probenvorbereitung

Die im Verfahren F- γ -SPEKT-FUMI-01 gegebenen Hinweise zur Probenvorbereitung sind zu beachten. Im Allgemeinen werden die je nach Erfordernis gewaschenen und grob zerkleinerten Proben gewogen (FM), auf Blechen ausgebreitet und im Umluft-trockenschrank bei 80 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Die Trockenmasse (TM) wird bestimmt. Das Probengut wird bei 400 °C etwa 24 Stunden trocken verascht. Anschließend wird der Rückstand zerkleinert und nochmals ca. 24 Stunden verascht. Die Aschemasse (AM) wird bestimmt.

3.4 Radiochemische Trennung

Die radiochemische Trennung ist im Verfahren K-Ra-226-LEBM-01 beschrieben.

3.5 Entemanation des Emaniergefäßes nach der Probenvorbereitung

Die Arbeitsvorschrift ist im Verfahren K-Ra-226-LEBM-01 beschrieben.

3.6 Überführung von Rn-222 aus dem Emaniergefäß in die Lucas-Kammer

Die Arbeitsvorschrift ist im Verfahren K-Ra-226-LEBM-01 beschrieben.

4 Messung der Aktivität

Zur Messung der Aktivität wird auf das Verfahren K-Ra-226-LEBM-01 verwiesen.

5 Berechnung der Analysenergebnisse

Zur Berechnung der Analysenergebnisse wird auf das Verfahren K-Ra-226-LEBM-01 verwiesen.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Für die Berechnung der Nachweisgrenze wird entsprechend Kapitel IV.5 dieser Messanleitungen und dem Verfahren K-Ra-226-LEBM-01 verfahren.

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

Nach Möglichkeit sollten analysenreine Chemikalien verwendet werden:

- Ammoniaklösung, NH₃-Lösung: 13 mol·l⁻¹ (25 %ig);
- Bariumnitratlösung, Ba(NO₃)₂: 0,043 mol·l⁻¹ (11,2 g·l⁻¹);
- Citronensäurelösung: 1 mol·l⁻¹ (210,15 g·l⁻¹);
- Fluorwasserstoffsäure, HF: 22,6 mol·l⁻¹;
- Methylrotlösung: 0,1 %ig;
- Na₄EDTA-Lösung: 0,5 mol·l⁻¹
(186,0 g Na₂EDTA·2H₂O und 40 g NaOH in deion. Wasser zu einem Liter auflösen);
- Salpetersäure, HNO₃: 14 mol·l⁻¹;
- Schwefelsäure, H₂SO₄: 9 mol·l⁻¹;
- Wasserstoffperoxidlösung, H₂O₂: ca. 10 mol·l⁻¹.

7.2 Geräte

- Szintillationsmesskammer (Lucas-Kammer);
- Emaniovorrichtung mit Emaniergefäß;
- Messplatz bestehend aus: Photomultiplier, Verstärker, Hochspannungsversorgung, Zählgerät, Registriereinrichtung;
- Heizrührer;
- übliche Ausrüstung eines radiochemischen Labors.