

**Verfahren zur Bestimmung der
Aktivitätskonzentration von
aerosolpartikelgebundenem
Strontium-89/Strontium-90
in der bodennahen Luft
– Extraktionschromatographie –**

A-Sr-89/Sr-90-AEROS-02

Bearbeiter:

W. Kiese Wetter

H. Diedrich

W. Dyck

T. Steinkopff

H. Ulbricht

Leitstelle für Luft und Niederschlag

9a Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von aerosolpartikelgebundenem Strontium-89/Strontium-90 in der bodennahen Luft – Extraktionschromatographie

1 Anwendbarkeit

Das Verfahren ist zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von aerosolpartikelgebundenem Sr-89/Sr-90 in der bodennahen Luft geeignet. Es erfüllt damit die Anforderungen der Messprogramme der AVV-IMIS (1) und der Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung kerntechnischer Anlagen (REI) (2).

2 Probenentnahme

Die Probenentnahme erfolgt wie im Verfahren A- γ -SPEKT-AEROS-01 dieser Messanleitungen beschrieben.

Bei der Wahl des Filtermaterials ist darauf zu achten, dass der Filter eine mechanische Festigkeit aufweist, die einen hohen Luftdurchsatz und lange Standzeiten gestattet. Um einen ausreichend hohen Abscheidegrad von Aerosolpartikeln mit einem aerodynamischen Durchmesser bis 10 μm zu gewährleisten, sind Schwebstofffilter der Klasse S nach DIN 24 184 (3) bzw. besser als H12 nach DIN EN 1822-1 (4) zu verwenden. Zusätzlich sollte das Filtermaterial eine möglichst vollständige Auslaugung des abgeschiedenen Strontiums erlauben. Ein Cellulosefaser-Filter, der zur Verbesserung der mechanischen Stabilität einen 20%igen Glasfasergehalt aufweist, erfüllt diese Bedingung.

3 Analytik

3.1 Prinzip der Methode

Bei dem hier beschriebenen Verfahren zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von aerosolpartikelgebundenem Sr-89/Sr-90 wird Strontium mittels Festphasenextraktionschromatographie von den üblicherweise in den Proben enthaltenen Matrixelementen wie z. B. Eisen, Calcium und Blei abgetrennt. In der stationären Phase wird ein spezieller Kronenether eingesetzt, der die Abtrennung von Strontium mit hoher Selektivität ermöglicht. Möglicherweise vorhandene retardierte Matrixelemente wie Calcium, Barium, Radium, Eisen, Yttrium, Blei und die Aktinoiden werden durch schrittweises Waschen mit Mineralsäurelösungen unterschiedlicher Konzentration abgetrennt. Die Beta-Aktivität der auf diese Weise erhaltenen Strontium- bzw. Yttrium-Fraktion wird in einem Low-level-Beta-Messplatz oder mittels Flüssigkeitsszintillations-Spektrometer gemessen. Wird neben der Aktivitätskonzentration von Sr-90 auch diejenige von Sr-89 benötigt, ist nach 14 Tagen erneut Y-90 aus der Strontium-Fraktion abzutrennen. Mit Hilfe der angewachsenen Y-90-Aktivität und der daraus berechneten Sr-90-Aktivität wird die Sr-89-Aktivität im Strontiumcarbonatpräparat berechnet.

Das Prinzip der Methode ist in Abbildung 1 schematisch dargestellt:

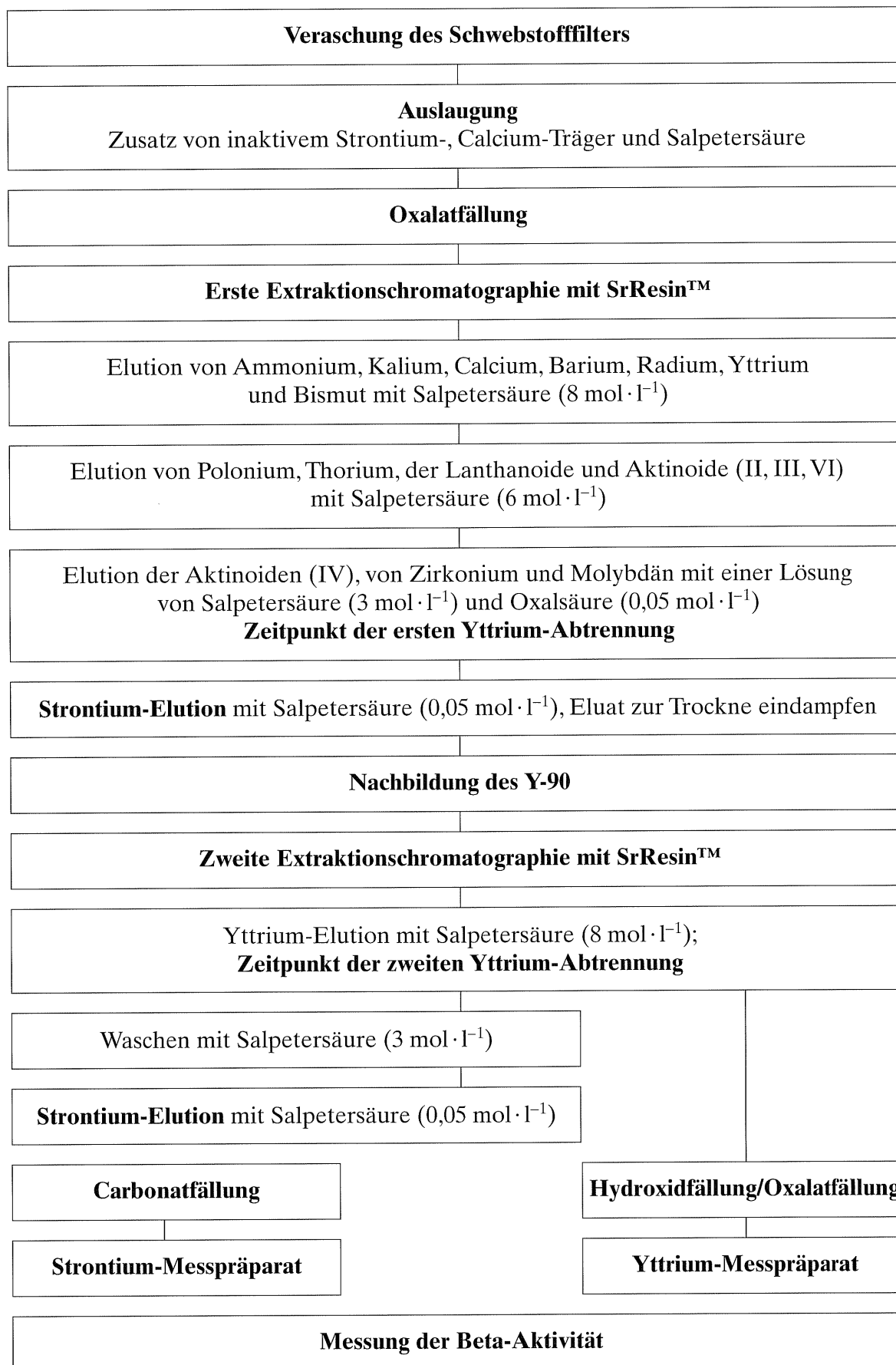


Abb. 1: Schema zur Bestimmung der Aktivitätskonzentration von Sr-89/Sr-90

3.2 Probenvorbereitung

3.2.1 Veraschung im konventionellen Muffelofen

Die beaufschlagten und in ein Format von 50 mm × 50 mm gefalteten Schwebstofffilter werden mit einer hydraulischen Presse mit einem maximalen Pressdruck von 15 kN pro cm² gepresst, in 10 mm × 10 mm große Stücke geschnitten und in eine Porzellanschale gegeben. Das Filtermaterial wird in einem Muffelofen zunächst 2 Stunden bei ca. 300 °C und anschließend 5 Stunden bei ca. 450 °C verascht. Verluste durch Flugasche sind unbedingt zu vermeiden. Am Ende des Veraschungsvorgangs ist die Asche weiß bis hellgrau gefärbt.

3.2.2 Einsatz eines Mikrowellensystems

Das gemäß 3.2.1 vorbereitete Filtermaterial wird in einem Mikrowellenofen beginnend bei Raumtemperatur mit folgendem Temperaturprogramm verascht:

- Der Ofen wird innerhalb von 15 Minuten auf 250 °C erhitzt.
- Die Temperatur wird für 10 Minuten bei 250 °C gehalten.
- In den folgenden 15 Minuten wird die Temperatur auf 500 °C erhöht.
- Die Temperatur wird für 1 Stunde bei 500 °C gehalten.
- Man lässt die Probe während der nächsten 2 Stunden auf ca. 250 °C abkühlen, bevor sie aus dem Ofen herausgeholt werden kann.

Verluste an Asche durch zu starke Luftströmungen im Ofeninnern sind unbedingt zu vermeiden. Am Ende des Veraschungsvorgangs sollte die Asche weiß bis hellgrau gefärbt sein.

3.3 Radiochemische Trennung

3.3.1 Aufschluss der Asche

3.3.1.1 Ist kein Mikrowellenaufschlussystem vorhanden, werden die veraschten Filter aus 3.2 mit einer Mischung aus 80 ml Salpetersäure (14 mol · l⁻¹) und deionisiertem Wasser im Mischungsverhältnis 1:1, 2 g Strontium-Trägerlösung und 1 g Calcium-Trägerlösung versetzt. Die Lösung wird eine Stunde unter leichtem Sieden gerührt. Danach wird die auf Raumtemperatur abgekühlte Lösung über einen Membranfilter mit einem Porendurchmesser von 8 µm abgesaugt. Der Filter wird zweimal mit je 10 ml Salpetersäure (0,5 mol · l⁻¹) gewaschen. Die Filterreste werden verworfen.

3.3.1.2 Wird die Asche in einem Mikrowellenaufschlussystem behandelt, ist diese in einen 100-ml-Kunststoffbehälter aus TeflonTM-Derivat (TFM) zu überführen. Je Gramm Asche werden 8 ml Salpetersäure (5 mol · l⁻¹) hinzugesetzt. Zu dieser Mischung werden 2 g Strontium-Trägerlösung und 1 g Calcium-Trägerlösung zugegeben. Als Vordruck werden 8 MPa bei 20 °C gewählt. Zur besseren Übertragung der Mikrowellenenergie werden als Grundlast 350 ml Leitungswasser, 30 ml Wasserstoffperoxid (30 %) und 2 ml konzentrierte Schwefelsäure (18 mol · l⁻¹) zugegeben. Der Aufschluss wird in drei Schritten durchgeführt:

- Die Probe wird innerhalb 30 Minuten auf 230 °C erhitzt, wobei der Druck auf ca. 15 MPa ansteigt.
- Die Temperatur wird 15 Minuten bei 230 °C gehalten.
- Nach dem 80-minütigen Abkühlen beträgt die Temperatur im Reaktionsraum noch ca. 70 °C. Anschließend wird mit einer Rate von 0,7 MPa · min⁻¹ von 9 MPa auf Normaldruck entspannt.

Die erhaltene Lösung wird über einen Membranfilter mit einem Porendurchmesser von 8 µm abgesaugt. Der Filter wird zweimal mit Salpetersäure ($0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gewaschen und anschließend die Oxalatfällung wie unter 3.3.2 beschrieben durchgeführt.

3.3.2 Oxalatfällung

Nach Zugabe von Calcium-Träger wird Strontium mit Oxalsäure als Oxalat gefällt. Für eine möglichst quantitative Fällung muss die Oxalatkonzentration mindestens $0,2 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$ betragen. Eine zu hohe Ammoniumkonzentration ist zu vermeiden, da übersättigte Lösungen resultieren können. Deshalb wird zur Einstellung des pH-Wertes konzentrierte Natronlauge verwendet und Oxalsäure als Feststoff zugegeben. Hohe Eisenkonzentrationen erfordern eine Oxalsäuremenge von bis zu 10 g. Um die Ausbeute der Mitfällung zu erhöhen, wird die Oxalatfällung zweimal durchgeführt.

Die nachfolgenden Einwaagen richten sich nach dem Volumen und der Konzentration der salpetersauren Filtrate. Für 50 ml des Filtrats nach 3.3.1 gelten folgende Richtwerte: In diesem Filtrat werden 2 g Oxalsäure-Dihydrat gelöst. Die Lösung darf nicht erwärmt werden, um bei der nachfolgenden Zugabe von Natronlauge einen Siedeverzug zu vermeiden. Der pH-Wert der Lösung wird auf 6 eingestellt, indem unter Rühren zunächst 5 ml Natronlauge ($20 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$), danach je nach Bedarf bis zu 10 ml Ammoniaklösung ($13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zugegeben werden. Dabei ist zu beachten, dass der pH-Wert nicht über 8 ansteigt, da sonst Eisenhydroxid ausfallen kann. Nach Einstellen des pH-Werts beträgt das Gesamtvolumen zwischen 60 ml und 75 ml. Die Lösung wird 15 Minuten bei 80°C gerührt, im Eisbad abgekühlt und bei 3000 Umdrehungen pro Minute 3 Minuten zentrifugiert. Zur Nachfällung wird das Dekantat erneut mit 0,5 ml Calcium-Trägerlösung versetzt, 15 Minuten bei 80°C gerührt, im Eisbad abgekühlt und bei 3000 Umdrehungen pro Minute 3 Minuten zentrifugiert.

Der Niederschlag wird dreimal mit 40 ml deionisiertem Wasser gewaschen. Zur Entfernung überschüssiger Ammoniumsalze muss dabei der Niederschlag gut aufgeschlämmt werden. Falls sich sehr feine Partikel an der Oberfläche sammeln, muss die Dichte der Lösung durch Zugabe von deionisiertem Wasser reduziert und erneut zentrifugiert werden. Die überstehenden Lösungen werden verworfen.

Der Oxalat-Rückstand wird mit Salpetersäure ($8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) in eine Abdampfschale überführt, eingedampft und einmal mit Salpetersäure ($14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) abgeraucht. Der Rückstand wird in der Wärme in 10 ml Salpetersäure ($8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst und über einen Membranfilter mit einem Porendurchmesser von $0,45 \text{ µm}$ abgesaugt.

3.3.3 Extraktionschromatographie

Der im Folgenden aufgeführte Begriff «Freies Säulenvolumen» (FCV: Free Column Volume) entspricht $0,7 \text{ ml}$ pro ml Festphase. Der Durchfluss bei dem verwendeten Material soll bei der Aufgabe und der Strontium-Elution 1 ml pro Minute sowie beim Waschen 2 ml pro Minute bis 3 ml pro Minute betragen. Dies entspricht Tropfgeschwindigkeiten von 10 bzw. 20 bis 30 Tropfen pro Minute.

3.3.3.1 Erste Yttrium-Abtrennung

3.3.3.1.1 Die nach der Oxalatfällung erhaltene Lösung wird auf die gemäß 7.1.1 konditionierte Festphase gegeben und mit 5 ml Salpetersäure ($8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gespült.

3.3.3.1.2 Die Festphase wird mit 15 ml (4 FCV) Salpetersäure ($8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gewaschen und danach der Zeitpunkt für die erste Yttrium-Abtrennung notiert.

3.3.3.1.3 Die Festphase wird mit weiteren 15 ml (4 FCV) Salpetersäure ($6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gewaschen.

3.3.3.1.4 Die Festphase wird mit 30 ml (8 FCV) einer Lösung aus Salpetersäure ($3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und Oxalsäure ($0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gewaschen.

3.3.3.1.5 Die Elution des Strontiums erfolgt mit 35 ml (10 FCV) Salpetersäure ($0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$). Das Eluat wird in einem Becherglas aufgefangen und auf dem Sandbad zur Trockene eingedampft. Der Rückstand wird zur Nachbildung des Y-90 verschlossen aufbewahrt.

3.3.3.2 Zweite Yttrium-Abtrennung

3.3.3.2.1 Wird die Festphase aus der ersten Abtrennung wieder verwendet, werden Pb-210 und Pb-212 sowie deren Folgeprodukte Bi-210 und Bi-212 mit 35 ml (10 FCV) Ammoniumoxalatlösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) eluiert, damit Bismut später nicht in die Yttrium-Fraktion gelangt. Alternativ kann auch Ammoniumhydrogenoxalatlösung ($0,1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) verwendet werden. Danach wird die Festphase mit 10 ml deionisiertem Wasser gespült und erneut mit 10 ml Salpetersäure ($8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) konditioniert.

3.3.3.2.2 Der Rückstand der ersten Yttrium-Abtrennung aus 3.3.3.1.5 wird in 10 ml Salpetersäure ($8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst, dazu leicht erwärmt. Die Lösung wird auf die Festphase gegeben.

3.3.3.2.3 Das Becherglas wird mit 5 ml Salpetersäure ($8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gespült und die Lösung auf die Festphase gegeben.

3.3.3.2.4 Die Festphase wird mit 15 ml (4 FCV) Salpetersäure ($8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gewaschen. Dieses Eluat wird mit jenen der letzten zwei Schritte vereinigt und für die Herstellung des Yttrium-Messpräparates aufbewahrt. Sobald die Festphase vollständig leer gelaufen ist, werden Datum und Uhrzeit für die zweite Yttrium-Abtrennung notiert.

3.3.3.2.5 Die Festphase wird 15 ml (4 FCV) Salpetersäure ($3 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gewaschen.

3.3.3.2.6 Strontium wird mit 35 ml (10 FCV) Salpetersäure ($0,05 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) eluiert und das Eluat für die Herstellung des Strontium-Messpräparates aufbewahrt.

3.4 Gravimetrische Bestimmung der chemischen Ausbeute

Für die Wägung des Strontium- und Yttriumpräparates wird ein präpariertes Edelstahlschälchen mit einem Membranfilter im Trockenschrank bei 110°C 15 Minuten getrocknet, im Exsikkator abgekühlt und ausgewogen. Der Filter wird schräg eingelegt, so dass dieser nicht vorzeitig festklebt.

3.4.1 Strontiumcarbonatfällung

Das Eluat aus Punkt 3.3.3.2.6 wird zuerst mit 2 ml Natronlauge ($6 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) versetzt, danach werden 0,3 ml bis 0,5 ml Ammoniaklösung ($13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zugeben – dies entspricht 6 bis 8 Tropfen aus einer Einwegpipette – wodurch ein pH-Wert von 8,5 erreicht wird. Anschließend werden 10 ml Natriumcarbonat-Lösung ($1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zugegeben und die Lösung vorsichtig zum Sieden erhitzt. Erst während des Erhitzens darf die Fällung beginnen.

Die Suspension wird im Eisbad abgekühlt und das Strontiumcarbonat über den vorbereiteten Membranfilter absaugt. Danach wird mit wenig deionisiertem Wasser sowie mit

einer Mischung aus Ethanol (96 %) und Wasser im Volumenverhältnis von 1:1 gewaschen. Der Membranfilter wird in das Edelstahlschälchen geklebt und im Trockenschrank 15 Minuten bei 110°C getrocknet. Nachdem Filter und Edelstahlschälchen im Exsikkator abgekühlt sind, wird die Masse ausgewogen. Der gravimetrische Faktor (Verhältnis der Masse des Strontiums zur Masse des Strontiumcarbonats) beträgt 0,5935.

3.4.2 Yttriumhydroxid-/oxalatfällung

Zu den vereinigten Eluaten aus den Punkten 3.3.3.2.2 bis 3.3.3.2.4 wird mit Natronlauge ($20 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) bei einem pH-Wert von mindestens 10 eine Hydroxidfällung eingeleitet. Der Niederschlag wird ohne abzusaugen mit einem Weißbandfilter abgetrennt; unter Umständen ist auch Zentrifugieren möglich. Die Vorlage wird gewechselt und der Filter wird mit 5 ml Salzsäure ($10 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gespült. Die erhaltene Lösung wird mit 45 ml deionisiertem Wasser verdünnt und 1 ml Oxalsäurelösung ($0,15 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) zugegeben. Der pH-Wert sollte höchstens 0,5 betragen. Anschließend wird mit Ammoniaklösung ($13 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) ein pH-Wert von 3 eingestellt und zum Sieden erhitzt. Die Suspension wird im Eisbad abgekühlt und die Lösung über den vorbereiteten Membranfilter abgesaugt. Danach wird mit wenig deionisiertem Wasser und mit einer Mischung aus Ethanol (96 %) und Wasser im Volumenverhältnis von 1:1 gewaschen. Der Membranfilter wird in das ausgewogene (3.4.1) präparierte Edelstahlschälchen geklebt, im Trockenschrank 15 Minuten bei 110°C getrocknet, im Exsikkator abgekühlt und ausgewogen. Der gravimetrische Faktor für Yttriumoxalat ($\text{Y}_2(\text{C}_2\text{O}_4)_3 \cdot 9 \text{ H}_2\text{O}$) beträgt 0,2944.

Die oben genannten Fällungsbedingungen sind möglichst genau einzuhalten, denn in konzentrierteren Lösungen können Ammoniumionen zusammen mit Yttrium als Doppelsalz gefällt werden, wodurch der gravimetrische Faktor variieren kann. Auch die Anzahl der Kristallwassermoleküle variiert je nach den Fällungsbedingungen.

4 Messung der Aktivität

Zum Prinzip des Messverfahrens, zur Kalibrierung und zur Messung wird auf das Verfahren A-Sr-89/Sr-90-NIEDE-01 verwiesen.

5 Berechnung der Analyseergebnisse

5.1 Gleichungen zur Berechnung

Als Ergebnis werden stets die Aktivitätskonzentrationen und deren Standardabweichungen, bezogen auf den Zeitpunkt der Probenentnahme angegeben. Das Anwachsen des Y-90 im Strontiumcarbonatpräparat bis zum Beginn der Messung und während der Messung kann für niedrige Probenaktivitäten vernachlässigt werden. Es sind in diesem Fall die Korrekturfaktoren $f_5(i)$ und $f_7(i)$ gleich Eins zu setzen.

Die Aktivitätskonzentration von Sr-90 wird nach Gleichung (1) berechnet:

$$c_{\text{Sr-90}} = \frac{f_1 \cdot f_3 \cdot f_4 \cdot \overline{R_{\text{Y-90}}}}{\eta_{\text{Sr}} \cdot \eta_{\text{Y}} \cdot V \cdot \varepsilon_{\text{Y-90}} \cdot f_2 \cdot f_{\text{s,Ox}}} \quad (1)$$

In Gleichung (1) sind die Gleichungen (2) und (3) enthalten:

$$\overline{R_{Y-90}} = \frac{1}{\eta_Y} \cdot \sum_{i=1}^{n_Y} [f_5(i) \cdot R_{Y-90}(i)] \quad (2)$$

Die Sr-89-Aktivitätskonzentration wird nach Gleichung (4) berechnet, wobei der Zerfall des Sr-90 und Sr-89 während der einzelnen Messungen vernachlässigt wird:

$$R_{Y-90}(i) = R_{b,Y-90}(i) - R_{0,Y} \quad (3)$$

mit

$$c_{Sr-89} = \frac{f_6}{\varepsilon_{Sr-89} \cdot V \cdot \eta_{Sr} \cdot f_{S,C}} \cdot \frac{1}{n_{Sr}} \cdot \sum_{i=1}^{n_{Sr}} [R_C(i) - c_{Sr-90} \cdot V \cdot \eta_{Sr} \cdot f_{S,C} \cdot (\varepsilon_{Sr-90} + \varepsilon_{Y-90} \cdot f_7(i))] \Leftrightarrow (4)$$

$$c_{Sr-89} = \varphi_{Sr-89} \cdot (Z - d \cdot \varepsilon_{Sr-90}) \Leftrightarrow c_{Sr-89} = \varphi_{Sr-89} \cdot \overline{R_{Sr-89}}$$

mit

$$R_C(i) = R_{b,C}(i) - R_{0,Sr} ; d = c_{Sr-90} \cdot V \cdot \eta_{Sr} \cdot f_{S,C} ; Z = \frac{\sum_{i=1}^{n_{Sr}} [R_C(i) - d \cdot \varepsilon_{Y-90} \cdot f_7(i)]}{n_{Sr}} \quad (5)$$

Dabei bedeuten:

c_{Sr-90}	Sr-90-Aktivitätskonzentration in $Bq \cdot m^{-3}$
c_{Sr-89}	Sr-89-Aktivitätskonzentration in $Bq \cdot m^{-3}$
$\overline{R_{Y-90}}$	Mittlere Nettozählrate des Y-90 im Yttriumoxalat-Präparat in s^{-1}
$\overline{R_{Sr-89}}$	Mittlere Nettozählrate des Sr-89 im Strontiumcarbonat-Präparat in s^{-1}
$R_{b,Y-90}(i)$	Bruttozählrate des Yttriumoxalat-Präparates der i-ten Messung in s^{-1}
$R_C(i)$	Nettozählrate des Strontiumcarbonat-Präparates der i-ten Messung in s^{-1}
$R_{b,C}(i)$	Bruttozählrate des Strontiumcarbonat-Präparates der i-ten Messung in s^{-1}
$R_{0,Y}$	Nulleffekt-Zählrate für die Messung des Yttriumoxalat-Präparates in s^{-1}
$R_{0,Sr}$	Nulleffekt-Zählrate für die Messung des Strontiumcarbonat-Präparates in s^{-1}
ε_{Y-90}	Nachweiswahrscheinlichkeit für die Messung des Y-90 im Yttriumoxalat-Präparat in $Bq^{-1} \cdot s^{-1}$
ε_{Sr-90}	Nachweiswahrscheinlichkeit für die Messung des Sr-90 im Strontiumcarbonat-Präparat in $Bq^{-1} \cdot s^{-1}$
ε_{Sr-89}	Nachweiswahrscheinlichkeit für die Messung des Sr-89 im Strontiumcarbonat-Präparat in $Bq^{-1} \cdot s^{-1}$
$f_{S,Ox}$	Selbstabsorptionsfaktor des Yttriumoxalat-Präparates
$f_{S,C}$	Selbstabsorptionsfaktor des Strontiumcarbonat-Präparates
η_{Sr}	chemische Ausbeute für Strontium
η_Y	chemische Ausbeute für Yttrium
V	Probenvolumen in m^3
n_Y	Anzahl der Wiederholungsmessungen des Yttriumoxalat-Präparates
n_{Sr}	Anzahl der Wiederholungsmessungen des Strontiumcarbonat-Präparates

Die Zerfallskorrekturfaktoren sind:

$$f_1 = e^{\lambda_{\text{Sr-90}} \cdot t_A} \quad (6)$$

Faktor für das Abklingen in der Zeitspanne zwischen Probeentnahme und der ersten Yttrium-Abtrennung

$$f_2 = \frac{\lambda_{\text{Y-90}}}{\lambda_{\text{Y-90}} - \lambda_{\text{Sr-90}}} \cdot (e^{-\lambda_{\text{Sr-90}} \cdot t_B} - e^{-\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_B}) \quad (7)$$

Faktor für die Neubildung des Y-90 nach der ersten Yttrium-Abtrennung

$$f_3 = e^{\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_C} \quad (8)$$

Faktor für das Abklingen in der Zeitspanne zwischen zweiter Yttrium-Abtrennung und Messbeginn

$$f_4 = \frac{\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_{m,Y}}{1 - e^{-\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_{m,Y}}} \quad (9)$$

Faktor für das Abklingen des Y-90 während der Messung

$$f_5(i) = e^{\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_{m,Y}(i-1)} \quad (10)$$

Faktor für das Abklingen des Y-90 in der Zeitspanne zwischen Beginn der Yttriummessung und der i-ten Wiederholungsmessung.

$$f_6 = e^{\lambda_{\text{Sr-89}} \cdot t_D} \quad (11)$$

Faktor für das Abklingen des Sr-89 in der Zeit zwischen Probenentnahme und dem Beginn der ersten Messung des Strontiumcarbonat-Präparates.

$$f_7(i) = \frac{1}{t_{m,\text{Sr}}} \int_{t_1}^{t_2} \left[\frac{\lambda_{\text{Y-90}}}{(\lambda_{\text{Y-90}} - \lambda_{\text{Sr-90}})} \cdot (e^{-\lambda_{\text{Sr-90}} \cdot t} - e^{-\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t}) \right] dt \Leftrightarrow \quad (12)$$

$$f_7(i) = \frac{1}{t_{m,\text{Sr}}} \cdot \frac{\lambda_{\text{Y-90}}}{(\lambda_{\text{Y-90}} - \lambda_{\text{Sr-90}})} \cdot \left[\frac{-e^{-\lambda_{\text{Sr-90}} \cdot t_1}}{\lambda_{\text{Sr-90}}} (e^{\lambda_{\text{Sr-90}} \cdot t_{m,\text{Sr}}} - 1) + \frac{e^{-\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_1}}{\lambda_{\text{Y-90}}} (e^{-\lambda_{\text{Y-90}} \cdot t_{m,\text{Sr}}} - 1) \right]$$

Über die Messdauer $t_{m,\text{Sr}}$ der i-ten Messung gemittelter Faktor für die Neubildung des Y-90 im Strontiumcarbonatpräparat.

Darin bedeuten:

$$t_1 = t_{m,\text{Sr}} \cdot (i-1) ; t_2 = t_1 + t_{m,\text{Sr}} \quad (13)$$

Weitere verwendete Größen sind:

t_A	Zeitspanne zwischen der Mitte des Probenentnahmeintervalls und der ersten Yttrium-Abtrennung
t_B	Zeitspanne zwischen der ersten und der zweiten Yttrium-Abtrennung in s
t_C	Zeitspanne zwischen der zweiten Yttrium-Abtrennung und dem Beginn der ersten Messung des Yttriumoxalat-Präparates in s
$t_{m,Y}$	Messdauer des Yttriumoxalat-Präparates in s
t_D	Zeitspanne zwischen der Mitte des Probenentnahmeintervalls und dem Beginn der ersten Messung des Strontiumcarbonat-Präparates in s
$t_{m,Sr}$	Messdauer des Strontiumcarbonat-Präparates in s
λ_{Sr-89}	Zerfallskonstante des Sr-89 in s^{-1}
λ_{Sr-90}	Zerfallskonstante des Sr-90 in s^{-1}
λ_{Y-90}	Zerfallskonstante des Y-90 in s^{-1}

Die chemischen Ausbeuten erhält man gemäß Gleichung (14) und (15):

$$\eta_{Sr} = \frac{m_C \cdot f_C}{m_{Sr} \cdot w_{Sr}} \quad (14)$$

und

$$\eta_Y = \frac{m_{Ox} \cdot f_{Ox}}{m_Y \cdot w_Y} \quad (15)$$

mit

m_C	Masse des Strontiumcarbonats in mg
f_C	Gravimetrischer Faktor des Strontiumcarbonats
m_{Sr}	Einwaage der Strontiumträgerlösung in g
w_{Sr}	Massenanteil der Strontiumträgerlösung in $g \cdot g^{-1}$
m_{Ox}	Masse des Yttriumoxalats in mg
f_{Ox}	Gravimetrischer Faktor des Yttriumoxalats
m_Y	Einwaage der Yttriumträgerlösung in g
w_Y	Massenanteil der Yttriumträgerlösung in $g \cdot g^{-1}$

Die verfahrensbezogenen Kalibrierfaktoren φ_{Sr-90} und φ_{Sr-89} sind:

$$\varphi_{Sr-90} = \frac{f_1 \cdot f_3 \cdot f_4}{\eta_{Sr} \cdot \eta_Y \cdot V \cdot \varepsilon_{Y-90} \cdot f_2 \cdot f_{s,Ox}} \quad (16)$$

$$\varphi_{Sr-89} = \frac{f_6}{\varepsilon_{Sr-89} \cdot V \cdot \eta_{Sr} \cdot f_{s,C}} \quad (17)$$

Die Standardabweichung $s(c_{Sr-90})$ der Aktivitätskonzentration des Sr-90 wird nach Gleichung (18) berechnet:

$$s(c_{Sr-90}) = c_{Sr-90} \cdot \sqrt{\frac{s^2(\varphi_{Sr-90})}{\varphi_{Sr-90}^2} + \frac{s^2(\overline{R}_{Y-90})}{(\overline{R}_{Y-90})^2}} \quad (18)$$

mit

$$\frac{s^2(\varphi_{\text{Sr-90}})}{\varphi_{\text{Sr-90}}^2} = \frac{s^2(m_{\text{C}})}{m_{\text{C}}^2} + \frac{s^2(m_{\text{Sr}})}{m_{\text{Sr}}^2} + \frac{s^2(w_{\text{Sr}})}{w_{\text{Sr}}^2} + \frac{s^2(m_{\text{Ox}})}{m_{\text{Ox}}^2} + \frac{s^2(m_{\text{Y}})}{m_{\text{Y}}^2} \quad (19)$$

$$+ \frac{s^2(w_{\text{Y}})}{w_{\text{Y}}^2} + \frac{s^2(V)}{V^2} + \frac{s^2(\varepsilon_{\text{Y-90}})}{\varepsilon_{\text{Y-90}}^2} + \frac{s^2(f_{\text{S,Ox}})}{f_{\text{S,Ox}}^2}$$

und

$$\frac{s^2(\overline{R_{\text{Y-90}}})}{(\overline{R_{\text{Y-90}}})^2} = \frac{R_{\text{Y-90}}(i=1)}{n_{\text{Y}}^2 \cdot t_{\text{m,Y}} \cdot (\overline{R_{\text{Y-90}}})^2} \cdot \sum_{i=1}^{n_{\text{Y}}} \left[f_5^2(i) \cdot \frac{R_{\text{Y-90}}(i)}{R_{\text{Y-90}}(i=1)} \right] + \quad (20)$$

$$\frac{R_{0,\text{Y}}}{n_{\text{Y}}^2 (\overline{R_{\text{Y-90}}})^2} \cdot \left(\frac{1}{t_{\text{m,Y}}} + \frac{1}{t_0} \right) \cdot \sum_{i=1}^{n_{\text{Y}}} f_5^2(i) \Leftrightarrow \frac{s^2(\overline{R_{\text{Y-90}}})}{(\overline{R_{\text{Y-90}}})^2} = \frac{R_{\text{Y-90}}(i=1)}{n_{\text{Y}}^2 \cdot t_{\text{m,Y}} \cdot (\overline{R_{\text{Y-90}}})^2} \sum_{i=1}^{n_{\text{Y}}} f_5^2(i) +$$

$$\frac{R_{0,\text{Y}}}{n_{\text{Y}}^2 (\overline{R_{\text{Y-90}}})^2} \cdot \left(\frac{1}{t_{\text{m,Y}}} + \frac{1}{t_0} \right) \cdot \sum_{i=1}^{n_{\text{Y}}} f_5^2(i)$$

Die Standardabweichung $s(c_{\text{Sr-89}})$ der Aktivitätskonzentration des Sr-89 wird nach Gleichung (22) berechnet:

$$s(c_{\text{Sr-89}}) = \sqrt{(Z - d \cdot \varepsilon_{\text{Sr-90}})^2 \cdot s^2(\varphi_{\text{Sr-89}}) + \varphi_{\text{Sr-89}}^2 \cdot s^2(Z) + \varphi_{\text{Sr-89}}^2 \cdot s^2(d \cdot \varepsilon_{\text{Sr-90}})} \quad (21)$$

mit

$$s^2(\varphi_{\text{Sr-89}}) = \varphi_{\text{Sr-89}}^2 \cdot \left(\frac{s^2(\varepsilon_{\text{Sr-89}})}{\varepsilon_{\text{Sr-89}}^2} + \frac{s^2(V)}{V^2} + \frac{s^2(m_{\text{C}})}{m_{\text{C}}^2} + \frac{s^2(m_{\text{Sr}})}{m_{\text{Sr}}^2} + \frac{s^2(w_{\text{Sr}})}{w_{\text{Sr}}^2} + \frac{s^2(f_{\text{S,C}})}{f_{\text{S,C}}^2} \right) \quad (22)$$

$$s^2(Z) = \frac{1}{n_{\text{Sr}}^2} \cdot \sum_{i=1}^{n_{\text{Sr}}} \left[s^2(R_{\text{C}}(i)) + s^2(d \cdot \varepsilon_{\text{Y-90}} \cdot f_7(i)) \right] \Leftrightarrow s^2(Z) = \quad (23)$$

$$\frac{1}{n_{\text{Sr}}^2 \cdot t_{\text{m,Sr}}} \cdot \sum_{i=1}^{n_{\text{Sr}}} R_{\text{C}}(i) + \frac{R_{0,\text{Sr}}}{n_{\text{Sr}}^2} \cdot \left(\frac{1}{t_{\text{m,Sr}}} + \frac{1}{t_0} \right) + \frac{d^2 \cdot \varepsilon_{\text{Y-90}}^2}{n_{\text{Sr}}^2} \cdot \sum_{i=1}^{n_{\text{Sr}}} \left[f_7^2(i) \cdot \left(\frac{s^2(d)}{d^2} + \frac{s^2(\varepsilon_{\text{Y-90}})}{\varepsilon_{\text{Y-90}}^2} \right) \right]$$

$$\frac{s^2(d)}{d^2} = \frac{s^2(c_{\text{Sr-90}})}{c_{\text{Sr-90}}^2} + \frac{s^2(V)}{V^2} + \frac{s^2(m_{\text{C}})}{m_{\text{C}}^2} + \frac{s^2(m_{\text{Sr}})}{m_{\text{Sr}}^2} + \frac{s^2(w_{\text{Sr}})}{w_{\text{Sr}}^2} + \frac{s^2(f_{\text{S,C}})}{f_{\text{S,C}}^2} \quad (24)$$

und

$$s^2(d \cdot \varepsilon_{\text{Sr-90}}) = d^2 \cdot \varepsilon_{\text{Sr-90}}^2 \cdot \left(\frac{s^2(d)}{d^2} + \frac{s^2(\varepsilon_{\text{Sr-90}})}{\varepsilon_{\text{Sr-90}}^2} \right) \quad (25)$$

5.2 Rechenbeispiel

Nachfolgend sind beispielhaft die Daten für eine Strontiumbestimmung in einer Monatsprobe angegeben:

$R_{Y-90} (1)$	$= 7,0 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$R_{Y-90} (6)$	$= 6,333 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
$R_{Y-90} (2)$	$= 4,50 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$R_{Y-90} (7)$	$= 4,167 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
$R_{Y-90} (3)$	$= 3,0 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$R_{Y-90} (8)$	$= 3,50 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
$R_{Y-90} (4)$	$= 3,667 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$R_{Y-90} (9)$	$= 6,167 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
$R_{Y-90} (5)$	$= 4,167 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$R_{Y-90} (10)$	$= 4,833 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
$\overline{R_{Y-90}}$	$= 5,139 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		
$R_C (1)$	$= 4,833 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		
$R_C (2)$	$= 6,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		
$R_C (3)$	$= 6,0 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		
$R_C (4)$	$= 5,833 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		
$\overline{R_{Sr-89}}$	$= 1,709 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$		
$R_{0,Y}$	$= 3,333 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		
$R_{0,Sr}$	$= 3,333 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$		
V	$= 710699 \text{ m}^3$	$s(V)$	$= 14214 \text{ m}^3$
$t_{m,Sr}$	$= 6000 \text{ s}$		
t_0	$= 60000 \text{ s}$		
t_A	$= 2605200 \text{ s}$		
t_B	$= 597000 \text{ s}$		
t_C	$= 9840 \text{ s}$		
$t_{m,Y}$	$= 6000 \text{ s}$		
t_D	$= 3218040 \text{ s}$		
λ_{Sr-89}	$= 1,59 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$		
λ_{Sr-90}	$= 7,71 \cdot 10^{-10} \text{ s}^{-1}$		
λ_{Y-90}	$= 3,00 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$		
ε_{Sr-90}	$= 0,400 \text{ Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$	$s(\varepsilon_{Sr-90})$	$= 0,040 \text{ Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$
ε_{Sr-89}	$= 0,385 \text{ Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$	$s(\varepsilon_{Sr-89})$	$= 0,039 \text{ Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$
ε_{Y-90}	$= 0,476 \text{ Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$	$s(\varepsilon_{Y-90})$	$= 0,048 \text{ Bq}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$
m_C	$= 7,4 \text{ mg}$	$s(m_C)$	$= 0,7 \text{ mg}$
f_C	$= 0,5935$		
m_{Sr}	$= 2,0274 \text{ g}$	$s(m_{Sr})$	$= 0,0405 \text{ g}$
c_{Sr}	$= 2,6 \cdot 10^{-3} \text{ g} \cdot \text{g}^{-1}$	$s(c_{Sr})$	$= 1,3 \cdot 10^{-4} \text{ g} \cdot \text{g}^{-1}$
m_{Ox}	$= 15,7 \text{ mg}$	$s(m_{Ox})$	$= 1,6 \text{ mg}$
f_{Ox}	$= 0,2944$		
m_Y	$= 1,0343 \text{ g}$	$s(m_Y)$	$= 0,0207 \text{ g}$
w_Y	$= 4,4 \cdot 10^{-3} \text{ g} \cdot \text{g}^{-1}$	$s(w_Y)$	$= 2,2 \cdot 10^{-4} \text{ g} \cdot \text{g}^{-1}$
η_{Sr}	$= 0,83$		
η_Y	$= 1,0$		
$f_{S,Ox}$	$= f_{S,C} = 1$	$s(f_{S,Ox})$	$= s(f_{S,C}) = 0,05$
n_{Sr}	$= 4$		
n_Y	$= 10$		

Damit ergeben sich folgende Aktivitätskonzentrationen:

$$c_{Sr-90} = (2,3 \pm 0,5) \cdot 10^{-8} \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$$

$$c_{Sr-89} = (0,1 \pm 1,1) \cdot 10^{-8} \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$$

Der Messwert für Sr-89 wird nicht als Probenbeitrag interpretiert, da er unterhalb der Erkennungsgrenze von $5,9 \cdot 10^{-8} \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$ liegt.

5.3 Gesamtunsicherheiten der Analysenergebnisse

Unsicherheiten treten bei der Probenentnahme, der radiochemischen Aufarbeitung, der Kalibrierung und bei der Messung auf. Die Unsicherheiten der Aufbau- und Abklingzeiten werden vernachlässigt. Die Gesamtunsicherheit des Verfahrens beträgt ungefähr 20 %.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

6.1 Gleichungen und Berechnungen

Die Berechnung der Nachweisgrenze des Verfahrens wird analog zu Kapitel IV.5 Abschnitt 4.9.2 dieser Messanleitungen durchgeführt.

Es werden die in Kapitel IV.5, Abschnitt 4.9 dieser Messanleitungen genannten Gleichungen (4.66), (4.68) und (4.69) verwendet.

Gemäß dem Separationsansatz für die Varianz der Nettozählrate des Radionuklids r:

$$s^2(R_{n,r}) = \mu_1 \cdot R_{n,r} + \mu_2 \quad (26)$$

wird die Nachweisgrenze wie folgt berechnet:

$$g_r = k_{1-\alpha} \cdot (k_{1-\alpha} + k_{1-\beta}) \cdot \varphi_a \cdot \frac{\mu_1}{2 \cdot \Theta} \left[1 + \sqrt{1 + \frac{4 \cdot \mu_2 \cdot \Theta}{(\mu_1 \cdot k_{1-\alpha})^2}} \right] \quad (27)$$

mit

$$\Theta = 1 - \frac{s^2(\varphi_a)}{\varphi_a^2} \cdot k_{1-\alpha}^2$$

Für Sr-90 lauten die beiden Parameter μ_1 und μ_2 mit Hilfe der Gleichung (20):

$$\mu_1 = \frac{1}{n_Y^2 \cdot t_{m,Y}} \cdot \sum_{i=1}^{n_Y} f_5(i); \quad \mu_2 = \frac{R_{0,Y}}{n_Y^2} \cdot \left(\frac{1}{t_{m,Y}} + \frac{1}{t_0} \right) \cdot \sum_{i=1}^{n_Y} f_5^2(i) \quad (28)$$

Für Sr-89 erhält man mittels der Gleichungen (29) und (23) bis (25):

$$s^2(\overline{R}_{\text{Sr-89}}) = s^2(Z) + s^2(d \cdot \varepsilon_{\text{Sr-90}}) \quad (29)$$

$$\mu_1 = \frac{1}{n_{\text{Sr}}^2 \cdot t_{m,\text{Sr}}} \quad (30)$$

$$\mu_2 = \frac{R_{0,Sr}}{n_{Sr}} \cdot \left(\frac{1}{t_{m,Sr}} + \frac{1}{t_0} \right) + \frac{d^2 \cdot \varepsilon_{Y-90}^2}{n_{Sr}^2} \cdot \sum_{i=1}^{n_{Sr}} \left[f_{\gamma}^2(i) \cdot \left(\frac{s^2(d)}{d^2} + \frac{s^2(\varepsilon_{Y-90})}{\varepsilon_{Y-90}^2} \right) \right] + \quad (31)$$

$$d^2 \cdot \varepsilon_{Sr-90}^2 \cdot \left(\frac{s^2(d)}{d^2} + \frac{s^2(\varepsilon_{Sr-90})}{\varepsilon_{Sr-90}^2} \right)$$

6.2 Rechenbeispiel

Mit den Zahlenwerten aus dem Rechenbeispiel in Kapitel 5.2 $k_{1-\alpha} = 3,0$ und $k_{1-\beta} = 1,645$ erhält man für die Nachweisgrenze g der Aktivitätskonzentration von Sr-90:

$$g(c_{Sr-90}) = 8,1 \cdot 10^{-9} \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$$

und für Sr-89:

$$g(c_{Sr-89}) = 5,9 \cdot 10^{-8} \text{ Bq} \cdot \text{m}^{-3}$$

7 Verzeichnis der erforderlichen Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

Alle Chemikalien sollen, soweit möglich, in dem Reinheitsgrad analysenrein vorliegen.

- Ammoniaklösung, NH_3 (aq): (13 mol · l⁻¹)
- Salpetersäure, HNO_3 : (14 mol · l⁻¹), (8 mol · l⁻¹), (6 mol · l⁻¹), (3 mol · l⁻¹), (0,05 mol · l⁻¹)
- Waschkohol: Mischung Ethanol/deionisiertes Wasser im Verhältnis (1:1)
- Oxalsäure-Dihydrat, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$
- Mischung aus Salpetersäure und Oxalsäure: HNO_3 (3 mol · l⁻¹)/ $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (0,05 mol · l⁻¹). 214 cm³ konzentrierte Salpetersäure und 6,31 g (0,05 mol) $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ zu 700 cm³ deionisiertes Wasser geben und mit deionisiertem Wasser auf 1l verdünnen.
- Natriumhydroxidlösung, NaOH (aq): (20 mol · l⁻¹), (6 mol · l⁻¹)
- Gesättigte Natriumcarbonatlösung, Na_2CO_3 (aq): (21,4 % bei 20°C, ausgehend von Na_2CO_3)
- Oxalsäurelösung (0,15 mol · l⁻¹): 18,911 g Oxalsäure-Dihydrat (M_r : 126,07 g · mol⁻¹) in 250 cm³ deionisiertem Wasser lösen und mit deionisiertem Wasser auf 1l verdünnen.
- Salzsäure, HCl (aq): (10 mol · l⁻¹)
- Ammoniumoxalatlösung (0,1 mol · l⁻¹): 14,22 g $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in 900 cm³ deionisiertem Wasser lösen und mit deionisiertem Wasser auf 1l verdünnen.
- Ammoniumhydrogenoxalatlösung (0,1 mol · l⁻¹): 6,31 g $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ und 7,11 g $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in 900 cm³ deionisiertem Wasser lösen und mit deionisiertem Wasser auf 1l verdünnen.
- SrResinTM-Material, 50 µm bis 100 µm Korngröße, Firma Eichrom Europe, (F-35 170, Bruz)

7.1.1 Konditionierung der Festphase zur Extraktionschromatographie

Das SrResin™-Material wird in deionisiertem Wasser aufgeschlämmt und in eine Glas-säule mit 10 mm Innendurchmesser gefüllt bis ein Volumen von 5 ml erreicht ist. Das freie Säulenvolumen entspricht ungefähr 3,5 ml, die Arbeitskapazität beträgt 22 mg Strontium.

Ab 800 mg Calcium oder 125 mg Blei ist die Kapazität der Festphase erschöpft. Mehr als 6,25 mg Blei führen zu einem Strontium-Verlust von mindestens 10 %.

Die Festphase wird mit 10 ml Salpetersäure ($8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) konditioniert.

7.1.2 Trägerlösungen

Calcium-Trägerlösung:

46 g Calciumchlorid-Dihydrat in 80 ml deionisiertes Wasser geben, mit 25 ml Salzsäure ($10 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) ansäuern und auf 250 ml mit deionisiertem Wasser auffüllen (entspricht ca. 50 mg Calcium pro Gramm Salzsäure ($1 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$)).

Strontium-Trägerlösung:

1,509 g Strontiumnitrat in deionisiertem Wasser lösen, mit 25 ml Salzsäure ($10 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) ansäuern und mit deionisiertem Wasser auf 250 ml verdünnen (entspricht ca. 2,5 mg Strontium pro Gramm Lösung).

Yttrium-Trägerlösung:

4,308 g Yttrium(III)-nitrat-Hexahydrat in deionisiertem Wasser lösen, mit 25 ml Salzsäure ($10 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) ansäuern und mit deionisiertem Wasser auf 250 ml verdünnen (entspricht ca. 4 mg Yttrium pro Gramm Lösung).

7.1.3 Bestimmung der Konzentration der Strontium-Trägerlösung

In fünf Bechergläser werden je 4 ml Strontium-Trägerlösung eingewogen, mit deionisiertem Wasser auf 35 ml verdünnt und gemäß 3.4.1 die Strontiumcarbonat-Fällung durchgeführt.

Aus den Einwaagen der fünf Proben wird die Strontiumkonzentration der Trägerlösung berechnet.

7.1.4 Bestimmung der Konzentration der Yttrium-Trägerlösung

In fünf Bechergläser werden je 2 ml Yttrium-Trägerlösung eingewogen, mit deionisiertem Wasser auf 50 ml verdünnt und gemäß 3.4.2 die Yttriumoxalat-Fällung durchgeführt.

Aus den Einwaagen der fünf Proben wird die Yttriumkonzentration der Trägerlösung berechnet.

7.1.5 Präparation der Edelstahlschälchen

Der Boden der Edelstahlschälchen wird auf der Innenseite mit ca. einem Tropfen Flüssig-Kleber dünn bestrichen. Anschließend wird es bei 110°C in einem Trockenschrank ca. 15 Minuten getrocknet.

7.2 Geräte

- Low-level-Beta-Messplatz; z. B. Proportionalzähler mit He/Isobutan als Zählgas und Antikoinzidenzeinheit
- Muffelofen oder Mikrowellenofen

- Optional: Mitteldruck-Flüssigkeitschromatographiesystem (MPLC)
- Weißbandfilter
- Membranfilter, Cellulosenitrat, Porendurchmesser 0,65 µm, d = 25 mm
- Schälchen aus Edelstahl, 25 mm Durchmesser, rostfrei
- Flüssig-Kleber (z. B. «UHU»-Alleskleber)
- Übliche Ausstattung eines Radiochemielabors

Literatur

- (1) Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit
Allgemeine Verwaltungsvorschrift zum Integrierten Mess- und Informationssystem nach Strahlenschutzvorsorgegesetz (AVV-IMIS) mit den Anlagen 1 und 2 Bundesanzeiger Jahrgang 47, Nummer 200 a, 24. Oktober 1995
- (2) Richtlinie zur Emissions- und Immissionsüberwachung kerntechnischer Anlagen (REI), GMBI, Nr. 29, 19. August 1993
- (3) Norm DIN 24184 Typprüfung von Schwebstofffiltern, 1990–12
- (4) Norm DIN EN 1822 Teil 1 Schwebstofffilter (HEPA und ULPA). 1998-07