

Verfahren zur Bestimmung von Radium-226 im Abwasser

H-Ra-226-AWASS-01

Bearbeiter:

Th. Bünger
H.U. Fusban[†]
H. Rühle

Diese Version entspricht der Druckfassung mit den Lieferungen 1 bis 7, Stand: 1.3.2006
--

Leitstelle für die Überwachung der Radioaktivität in Trinkwasser,
Grundwasser, Abwasser, Klärschlamm, Reststoffen und Abfällen

ISSN 1865-8725

Version Dezember 1993

Messanleitungen für die „Überwachung radioaktiver Stoffe in der Umwelt und externer Strahlung“

22 Verfahren zur Bestimmung von Radium-226 im Abwasser

1 Anwendbarkeit

Mittels der hier beschriebenen Methode ist es möglich, die Ra-226-Aktivitätskonzentration in Wasserproben beliebiger Herkunft und Zusammensetzung zu bestimmen. Die Methode ist insbesondere anwendbar auf Abläufe aus Kläranlagen, Oberflächenwässer, Sickerwässer aus Halden und Grubenwasser.

2 Probeentnahme

Zur Bestimmung der Ra-226-Aktivitätskonzentration reicht im Normalfall ein Probenvolumen von 1 l aus. Die Probe muß für das zu untersuchende Wasser repräsentativ sein. Hinweise zur repräsentativen Entnahme von Abwasserproben sind der Meßanleitung H- γ -SPEKT-AWASS-01 zu entnehmen. Die Wasserprobe wird nach der Entnahme mit Salzsäure ($8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) bis zur bleibenden sauren Reaktion, mindestens mit 1 ml sowie mit 2 ml Barium-Trägerlösung versetzt und kann in Polyethylen-Behältern bis zur Aufbereitung gelagert werden.

3 Analytik

3.1 Prinzip der Methode

Das Prinzip der Methode entspricht dem für Trinkwasser beschriebenen Verfahren H-Ra-226-TWASS-01. Zum Entfernen störender organischer Bestandteile wird die Probe eingedampft und mit Salpetersäure ($14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und Schwefelsäure ($18 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) naß verascht. Erdalkalitionen werden anschließend als Carbonate ausgefällt. Diese werden in Salzsäure ($0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gelöst. Die weitere Verarbeitung erfolgt wie im Verfahren H-Ra-226-TWASS-01. Die chemische Ausbeute des Trennungsganges wird durch γ -Messung von zugefügtem Ba-133-Tracer ermittelt.

3.2 Probenvorbereitung

Die Probe wird mit 10 ml Schwefelsäure ($18 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$), 20 ml Salpetersäure ($14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und etwa 1000 Bq Ba-133-Tracer versetzt und bis zur Trockene eingedampft. Sollte der Rückstand nicht hellgrau bis weiß gefärbt sein, wird mit 5 ml Schwefelsäure ($18 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) und 20 ml Salpetersäure ($14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) versetzt, mit aufgelegtem Uhrglas über Nacht auf dem Sandbad bei leichtem Sieden stehengelassen und anschließend zur Trockene abgeraucht. Dieser Schritt ist solange zu wiederholen, bis sämtliche organischen Bestandteile zerstört sind.

3.3 Analytik

3.3.1 Der Rückstand wird mit etwa der 5fachen Masse Natriumcarbonat, mindestens mit 10 g sowie mit 200 ml dest. Wasser versetzt und mit aufgelegtem Uhrglas mindestens 4 Stunden, am besten über Nacht bei etwa 90 °C gerührt. Der Niederschlag wird anschließend heiß abgesaugt und mit heißem dest. Wasser gründlich (sulfatfrei) gewaschen. Das Filtrat und die Waschwässer werden verworfen.

3.3.2 Der Niederschlag wird zusammen mit dem Filter quantitativ in ein Becherglas überführt, mit einem Uhrglas bedeckt, mit 10 ml Salzsäure ($8 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) versetzt (Vorsicht, schäumt stark) und kurz aufgeköcht. Anschließend wird durch ein Schwarzbandfilter filtriert. Der Niederschlag wird zweimal mit heißer Salzsäure ($0,5 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$) gewaschen. Filtrat und Waschlösung werden vereinigt, der Niederschlag wird verworfen. Die Probe wird mit dest. Wasser auf ein Volumen von etwa 800 ml aufgefüllt.

3.3.3 Die Weiterverarbeitung erfolgt wie beim Verfahren H-Ra-226-TWASS-01, Abschnitt 3.3.1, beschrieben.

4 Messung der Aktivität

Die Messung des Ra-226 erfolgt wie beim Verfahren H-Ra-226-TWASS-01, Abschnitt 4 beschrieben.

Die Konzentration des zur Ausbeutebestimmung zugesetzten Ba-133-Tracers wird mittels γ -Messung bestimmt. Dies geschieht, wenn die Ra-226-Bestimmung beendet ist. Die EDTA-Lösung, die Ra-226 und Ba-133 enthält, wird in einem geeigneten Gefäß direkt gemessen. Die Ermittlung der chemischen Ausbeute geschieht am einfachsten, indem die gleiche Aktivität des Ba-133, die der Probe zugefügt wurde, in gleicher Geometrie auf ein- und demselben Meßplatz gemessen wird, z. B. im Energiebereich 200 bis 400 keV auf einem NaI(Tl)-Detektor. Für die chemische Ausbeute η gilt Gleichung (1):

$$\eta = \frac{R_p - R_o}{R_s - R_o} \quad (1)$$

Es bedeuten:

- R_p = Bruttozählrate der Probe in s^{-1}
- R_s = Bruttozählrate des Standards in s^{-1}
- R_o = Nulleffektzählrate in s^{-1} .

Im allgemeinen ist eine Meßzeit von 10 Minuten ausreichend.

5 Berechnung des Analyseergebnisses

Zur Berechnung der Aktivitätskonzentration wird auf das Verfahren H-Ra-226-TWASS-01, Abschnitt 5 verwiesen.

6 Nachweisgrenzen des Verfahrens

Zur Berechnung der Nachweisgrenzen wird auf das Kapitel IV.5 dieser Meßanleitungen sowie auf das Verfahren H-Ra-226-TWASS-01, Abschnitt 6 verwiesen.

7 Chemikalien und Geräte

7.1 Chemikalien

Nach Möglichkeit sollten analysenreine Chemikalien verwendet werden. Zusätzlich zu den in Verfahren H-Ra-226-TWASS-01, Abschnitt 7.1, genannten Chemikalien werden benötigt:

- Ba-133-Tracerlösung: etwa $1000 \text{ Bq} \cdot \text{ml}^{-1}$
- Natriumcarbonat, Na_2CO_3
- Salpetersäure, HNO_3 : $14 \text{ mol} \cdot \text{l}^{-1}$

7.2 Geräte

Zusätzlich zu den in Verfahren H-Ra-226-TWASS-01, Abschnitt 7.2, genannten Geräten wird benötigt:

- γ -Meßplatz mit NaI(Tl)- oder Reinst-Ge-Detektor

Literatur

Zur Literatur wird die auf Vorschrift H-Ra-226-TWASS-01 verwiesen.