

Verfahren zur alphaspektrometrischen Bestimmung der auf der Bodenoberfläche abgelagerten Aktivitäten von Uranisotopen

K- α -SPEKT-BODOB-01

Bearbeiter:

M. Beyermann
U.-K. Schkade

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

Verfahren zur alphaspektrometrischen Bestimmung der auf der Bodenoberfläche abgelagerten Aktivitäten von Uranisotopen

1 Anwendbarkeit

Das beschriebene Verfahren dient der gleichzeitigen Bestimmung der flächenbezogenen Aktivitäten der Uranisotope U-234, U-235 und U-238 auf der Bodenoberfläche. Mit diesem Verfahren kann die Ablagerung einer U-238-Aktivität von mehr als $0,12 \text{ Bq}\cdot\text{m}^{-2}$ bei einer Sammelzeit von 30 Tagen erfasst werden. Es genügt den 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_{nat} gemessen und die abgelagerte U-238-Aktivität daraus berechnet wird. Für die Bestimmung der Uraniumkonzentration wird auf (1) verwiesen.

2 Probeentnahme

Zur Probeentnahme wird auf das Verfahren A- γ -SPEKT-NIEDE-01 verwiesen.

3 Analyse

3.1 Prinzip des Verfahrens

Das Prinzip des Verfahrens ist im Verfahren H- α -SPEKT-TWASS-01 dargestellt.

3.2 Probenvorbereitung

Die gemäß Verfahren A- γ -SPEKT-NIEDE-01 entnommene Probe wird eingedampft und der Rückstand im Muffelofen verascht, wobei die Temperatur $400 \text{ }^\circ\text{C}$ nicht überschreiten soll, um Pb-210-Verluste zu vermeiden. Die Asche wird anschließend mit konzentrierter 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 konzentrierter Salpetersäure ($14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) abgeraucht.

Die Weiterverarbeitung erfolgt nach dem Verfahren H- α -SPEKT-AWASS-01, Abschnitt 3.3.5.

3.3 Radiochemische Trennung

Die radiochemische Trennung kann nach dem Verfahren H- α -SPEKT-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- α -SPEKT-AWASS-01 verwiesen.

5 Berechnung der Analyseergebnisse

Zur Berechnung der Analyseergebnisse wird auf das Verfahren H- α -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- α -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, NH₃: 13 mol·l⁻¹;
- Ammoniumiodid-Lösung, NH₄I: 8,7 g in 240 ml Salzsäure (9 mol·l⁻¹);
- Ascorbinsäure;
- Ethanol;
- Methylrot: 0,01 mol·l⁻¹ in Ethanol;
- Natriumhydrogensulfat, NaHSO₄: 0,1 mol·l⁻¹;
- Salzsäure, HCl: 9 mol·l⁻¹;
- Salpetersäure, HNO₃: 7 mol·l⁻¹, 14 mol·l⁻¹;
- Schwefelsäure, H₂SO₄: 0,5 mol·l⁻¹, 1,5 mol·l⁻¹, 18 mol·l⁻¹;
- Trioctylmethylammoniumchlorid: 10 %ige Lösung in Xylol;
- U-232-Tracerlösung: ca. 300 Bq·l⁻¹;
- Xylol, Isomerengemisch.

Zu Chemikalien wird darüber hinaus auf die Bemerkungen in dem Verfahren H- α -SPEKT-AWASS-01 verwiesen.

7.2 Geräte

Es werden die in den Verfahren H- α -SPEKT-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