

Verfahren zur alphaspektrometrischen Bestimmung der Aktivitätskonzentrationen von Uranisotopen in Sickerwasser

K- α -SPEKT-SWASS-01

Bearbeiter:

M. Beyermann
U.-K. Schkade

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

Verfahren zur alphaspektrometrischen Bestimmung der Aktivitätskonzentrationen von Uranisotopen in Sickerwasser

1 Anwendbarkeit

Das beschriebene Verfahren dient der gleichzeitigen Bestimmung der Aktivitätskonzentrationen der Uranisotope U-234, U-235 und U-238 in Sickerwasser. Unter Sickerwässern sollen dabei u. a. auch hypodermische Wässer (z. B. in Halden) verstanden werden. Mit diesem Verfahren können Aktivitätskonzentrationen für U-238 von mehr als $0,01 \text{ Bq}\cdot\text{l}^{-1}$ erfasst werden. Damit erfüllt das Verfahren die 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 U-238-Aktivitätskonzentration daraus berechnet wird. Für die Bestimmung der Uraniumkonzentration wird auf (1) verwiesen.

2 Probeentnahme

Zur Probeentnahme wird auf das Verfahren H- γ -SPEKT-RESAB-01 und auf die Hinweise in (2) verwiesen.

Eine Ausnahme bilden Sickerwässer, bei denen die Trübung (partikulär-kolloidale Phase) nicht durch die Freisetzung aus dem bergbaulichen Objekt selbst, sondern durch den Vorgang der Probeentnahme verursacht worden ist. In diesen Fällen sollte die Filtration unmittelbar vor Ort und mit Filtern einer Porenweite kleiner $50 \mu\text{m}$ noch vor dem Zusatz von Salpetersäure erfolgen. 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 üblicher Weise 10 ml Salpetersäure ($14 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$) je Liter Wasser ausreichend.

3 Analyse

3.1 Prinzip des Verfahrens

Das Prinzip des Verfahrens ist im Verfahren H- α -SPEKT-TWASS-01 oder schwächer mineralisierte Wässer im Verfahren H-U/Pu/Am-AWASS-01 dargestellt.

3.2 Probenvorbereitung

Im Labor wird filtriert, um eventuell vorhandene Verunreinigungen, die den Analysengang stören könnten, abzutrennen, wobei davon ausgegangen werden kann, dass an Partikeln gebundene radioaktive Stoffe durch den Säurezusatz bei der Probeentnahme in Lösung gegangen sind und erfasst werden.

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 oder bei schwächer mineralisierten Wässern dem Verfahren H-U/Pu/Am-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 bzw. H-U/Pu/Am-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 den Verfahren H- α -SPEKT-AWASS-01 bzw. H-U/Pu/Am-AWASS-01 verwiesen.

7.2 Geräte

Es werden die in den Verfahren H- α -SPEKT-AWASS-01 bzw. H-U/Pu/Am-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
- (2) Norm DIN 38402 Teil 13 Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Allgemeine Angaben (Gruppe A); Probeentnahme aus Grundwasserleitern (A13). 1985-12